

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA**  
**RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA**

Faculté de Technologie

Département d'Aéronautique



**PROJET DE FIN D'ETUDE**

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER EN  
AERONAUTIQUE

**Spécialité : Structure**

**THEME**

**EVALUATION DE LA CORROSION DES MATERIAUX  
UTILISES EN AERONAUTIQUE**

**Présenté par :**

**LAHOUEL MOHAMED BILAL**

**HAMMADI MOHAMMED EL AMINE**

**Encadré par :**

**Promoteur : Mr. ZERGOUG MOURAD**

**Co-Promoteur: Mlle. ZIOUCHE AICHA**

Promotion : 2011-2012

## REMERCIEMENT

On dit souvent que le trajet est aussi important que la destination. Les Cinq années d'étude nous ont permis de bien comprendre la signification de cette phrase toute simple. Ce parcours, en effet, ne c'est pas réalisé sans défis et sans soulever de nombreuses questions pour lesquelles les réponses nécessitent de longues heures de travail.

On tient à la fin de ce travail à remercier ALLAH le tout puissant de nous avoir donné la foi et de nous avoir permis d'en arriver là.

Nos remerciements vont également à nos chère parents, de tous les sacrifices qu'ils ont consentis pour nous permettre de suivre nos études dans les meilleures conditions possible, et de n'avoir jamais cessé de nous encourager tout au long de nos années d'étude.

Nous remercions infiniment le professeur Zergoug Mourad, notre directeur de mémoire, dont la disponibilité, le savoir faire et le soutien nous on jamais fait défaut.

Nous remercions aussi tous ceux qui nous on aidé à réaliser ce travail, particulièrement Mlle Ziouche Aicha et Mme Mokhtarie Madjda et tout le personnel du centre de soudage et contrôle Cheraga.

Enfin nous remercions tous les professeurs du département d'aéronautique de la faculté des sciences de l'ingénieur l'université de Blida, ainsi que tout les étudiants particulièrement nos amis et nos collègues de promotion.

## **DEDICACE**

Je dédie ce mémoire à toute ma famille, mon père ma mère mes frères Amine et Okba, et mes deux sœurs Hadjer et Ikrame.

Je le dédie particulièrement à ma fiancée Sarah.

Je le dédie aussi à tous mes oncles et tantes, cousins et cousines, mes grands parents.

Je ne saurai terminer sans citer mon binôme Hammadi Mohamed, mes amis Doudou, Moncef, Mourad, Hakime.

Enfin je le dédie à tous mes amis que je n'ai pas cités et à tous ceux qui me connaissent.

**LAHOUEL MOHAMED BILAL**

## DEDICACE

J'offre ce modeste travail avec une grande Fierté à :

- Mes chers et aimables parents qui m'ont soutenus tout le long de mes études.
- Mon frère : Zakarya et mes sœurs : Meriem Et Nour El Houda
- *Tous les professeurs au niveau du département d'aéronautique Blida.*
- *Tout Les membres de La familles: HAMMADI*
- Mon binôme et sa familles
- A toute la promotion propulsion et structure 2012
- Touts mes amis.

HAMMADI MOHAMMED EL AMINE

# SOMMAIRE

*Résumé*

*Nomenclature*

*Liste des figures*

*Liste des tableaux*

## **INTRODUCTION GENERALE**

<b>CHAPITR 1: aciers inoxydables</b>	<b>01</b>
I.1. Principales caractéristiques des aciers inoxydables .....	01
I.1.1. Masse volumique .....	01
I.1.2. Propriétés mécanique .....	01
I.1.3. Propriétés de mise en forme .....	01
I.1.4. Resistance a la corrosion des aciers inoxydable .....	01
I.2. Diagrammes d'équilibre binaire .....	02
I.2.1. Système Fer-Chrome .....	02
I.2.2. Système Fer-Nickel .....	03
I.2.3. Système Fer-Chrome-Nickel .....	03
I.2.4. Elements $\alpha$ -genes, $\gamma$ -genes.....	04
I.3. Les éléments d'addition .....	05
I.3.1. Chrome .....	05
I.3.2. Carbone .....	05
I.3.3. Nickel.....	05
I.3.4. Manganèse.....	05
I.3.5. Molybdène et Cuivre .....	05
I.3.6. Tungstène.....	05
I.3.7. Titane.....	05
I.3.8. Niobium.....	06
I.3.9. Silicium.....	06
I.4. Classification des aciers inoxydables .....	06
I.4.1. Aciers inoxydables ferritiques .....	07
I.4.2. Aciers inoxydable martensitiques .....	07
I.4.3. Aciers inoxydables austenitique .....	08
I.4.4. Aciers inoxydables austeno-ferritiques .....	09
I.5. Désignation normalisée .....	09
I.5.1. La désignation symbolique.....	09
I.5.2. La désignation numérique.....	09
I. Conclusion .....	10

**CHAPITRE II : CORROSION ET METHODES DESTRUCTIVES** **11**

II.1. Formes de corrosion des aciers inoxydables .....	11
II.1.1. La corrosion généralisée.....	11
II.1.2. Corrosion par piqûres.....	11
II.1.3. Corrosion caverneuse .....	12
II.1.4. Corrosion intergranulaire.....	13
II.1.5. Corrosion sous contrainte.....	13
II.2. Conditions pour favoriser la résistance à la corrosion .....	14
II.3. Différents milieux et leur influence sur l'acier inoxydable .....	15
II.4. La microscopie optique.....	16
II.5. La microdureté.....	18
II.6. Méthodes électrochimiques .....	20
II.6.1. Définition de l'électrochimie.....	20
II.6.2. La cellule électrochimique à trois électrodes .....	20
II.6.3. Les techniques stationnaires.....	21
II.6.3.1. Suivi du potentiel d'abandon au cours du temps.....	21
II.6.3.2. La voltamétrie cyclique.....	22
II.6.3.3. Courbes potentiocinétiques .....	24
II.6.3.4. Les courbes de polarisation.....	24
II.6.4. Techniques non stationnaires .....	27
II.6.4.1. Spectroscopie d'impédance électrochimique .....	27
II.6.4.1.1. Définition .....	27
II.6.4.1.2. Principe de la méthode .....	28
II.6.4.1.3. Les avantages et les inconvénients de la SIE.....	30
II. Conclusion .....	30

**CHAPITRE III : CONTROLE NON DESTRUCTIF** **31**

III.1. Applications et tendances .....	31
III.1.1. Champ d'application actuel .....	31
III.1.2. Tendances et évolution .....	33
III.2. Principes de détection des défauts par différentes techniques du cnd .....	33
III.2.1. Hétérogénéités et défauts.....	33
III.2.2. Procédure de CND.....	34
III.2.3. Classement et performances des procédés de CND .....	35
III.3. Procédés optiques.....	37
III.3.1. Examen visuel .....	37
III.4. Ressuage.....	37
III.5. Procédés à flux de fuite magnétique .....	38

III.5.1. Principe et bases physiques .....	38
III.5.2. Magnétisme.....	39
III.5.2.1. Mode d'aimantation .....	41
III.5.2.2. Démagnétisation .....	41
III.5.3. Avantages et limites .....	41
III.6. le bruit de Barkhausen .....	42
III.6.1. la discontinuité du processus d'aimantation .....	43
III.6.2. Mesure de bruit de barkhausen .....	44
III.6.3. excitation magnétique .....	44
III.6.4. Amplitude de champ magnétique .....	45
III.6.5. Fréquence de magnétisation.....	45
III.6.6. Forme de champ applique .....	46
III.6.7. L'acquisition de signal BN .....	47
III.7. Cycle d'hysteresis et courbe de première aimentation .....	47
III.7.1. courbe de première aimentation .....	47
III.7.2. Le cycle d'hysteresis.....	47
III.7.3. Conséquence : caractérisation des matériaux par le cycle d'hysteresis	49
III.8. Courants de Foucault.....	50
III.8.1. Principe et bases physiques.....	50
III.8.1.1. Principe de la détection par courant de Foucault.....	50
III.8.1.2. Répartition des courants de Foucault .....	51
III.8.2. performance et limitation .....	54
III. Conclusion.....	55

## **CHAPITRE IV : RESULTATS ET INTERPRETATIONS** **56**

IV.1. Procédure expérimentale .....	56
IV.2. Résultats de la composition chimique des matériaux.....	58
IV.3. Résultats de la microdureté.....	59
IV.4. Résultat de la microscopie optique (la microstructure).....	59
IV.5. analyse et interprétation des résultats d'études par courants de Foucault ...	60
IV.6. Analyse et interprétation des résultats du bruit de BN et cycle d'hystérésis...	61
IV.7. Resultats et interprétations de l'étude électrochimique .....	64
IV.7.1. Méthodes stationnaires .....	64
IV.7.2. Méthodes transitoire .....	70
IV. Conclusion.....	72

## **CONCLUSION GENERALE**

### **Bibliographie**

## ملخص

عملنا يهدف إلى دراسة وتوصيف تآكل المواد المستخدمة في صناعة الطائرات، وهي الفولاذ الأوستنيتي غير القابل للصدأ L 304 والفولاذ المقاوم للصدأ على الوجهين "2205 في محلولين ، حمض الهيدروكلوريك، ومحلول آخر من كلوريد الصوديوم . سوف نقوم هذه الدراسات بطرق الكهروكيميائية (مقاومة الكهروكيميائية. رصد الانخفاض الدوري)،

وأيضاً عن طريق أساليب الاختبار غير المدمرة ، وتحديد فولتاميتري المحتملة، منحنيات الاستقطاب وحلقة التباطؤ . النتائج التي تم الحصول عليها مرضية جداً بالمقارنة مع حالة باركوزن التيارات الدوامية، والضوضاء التحقق من الصحة

## RESUME

Notre travail à pour objectif d'étudier et caractériser la corrosion dans des matériaux utilisés en aéronautique, en l'occurrence l'acier inoxydable austénitique 304L, et l'acier inoxydable duplex 2205, dans deux solutions, une solution de HCl, et une autre solution de NaCl. On va effectuer ces études par des méthodes électrochimiques (impédance électrochimique, suivi du potentiel d'abandon, courbes de polarisation, et la voltamétrie cyclique), et aussi par des méthodes de contrôle non destructif, et précisément les courants de Foucault, le bruit de Barkhausen, le cycle d'hystérésis. Les résultats obtenus sont très satisfaisantes par rapport aux cas de validation.

## ABSTRACT

Our work aims to study and characterize the corrosion of materials used in aeronautics, namely austenitic stainless steel 304L and duplex stainless steel 2205" in two solutions, HCl, and another solution of NaCl. We will perform these studies by electrochemical methods (electrochemical impedance. Monitoring of the potential drop, polarization curves and cyclic voltammetry), and also by methods of non-destructive testing, and specifically the eddy currents, the noise Barkhausen, the hysteresis loop. The results obtained are very satisfactory compared to the case of validation.

# Nomenclature

**HV** : dureté Vickers

**ET** : Electrode de travail

**ER** : Electrode de référence (ECS)

**CE** : Contre électrode

**(i)** : L'intensité

**(E)**: Fonction du potentiel

**(E<sub>corr</sub>)** : potentiel de corrosion

**I** : courant global de la réaction

**I<sub>a</sub>** : courant anodique de la réaction

**I<sub>c</sub>** : courant cathodique de la réaction

**n** : nombre d'électrons d'échange

**T** : température

**φ**: Facteur de symétrie.

**E** : potentiel

**R** : constante des gaz parfaits

**K<sub>a</sub>, K<sub>c</sub>** : constantes dépendant des vitesses des réactions interfaciales élémentaires.

**C<sub>red,s</sub>** : concentration de l'espèce Bred au niveau de la surface de l'électrode

**C<sub>ox,s</sub>** : concentration de l'espèce Box au niveau de la surface de l'électrode.

**(SIE)** : spectroscopie d'impédance électrochimique

**E<sub>0</sub>** : le potentiel électrochimique du métal (libre ou imposé)

**|E|** : l'amplitude maximale de la perturbation sinusoïdale

**W** : la pulsation en  $\text{rad.s}^{-1}$

**Φ** : est l'angle de déphasage entre la perturbation en tension et la réponse du courant

**Z (w)** : *L'impédance du système est le rapport entre la tension sinusoïdale imposée et le courant résultant*

**|Z|** : *module de l'impédance*

**Cd** : *capacité de double couche*

**Re** : *résistance de l'électrolyte*

**Rt** : *résistance de transfert de charge*

**Cdc** : *capacité de la double couche*

**(d.p.m.)** : *différence de potentiel magnétique*

**L0ω** : *L0 étant l'inductance de la bobine dans l'air*

**FFT et DSP** : *qui permettent d'évaluer le nombre de pics et leurs positions ainsi que leurs amplitude.*

**(Br)** : *Induction remanente*

**(Bs)** : *Induction de saturation*

**(Hc)** : *Champ coercif*

**(OCP ou E0)** : *potentiel de corrosion a l'abondant*

**(Rp)** : *résistance de polarisation*

**(CND)** : *Contrôle non destructif*

**(B N)** : *Bruit de barkhausen*

**(Epp)** : *potentiel de picuration.*

**(Erep)** : *potentiel de repassivation.*

**(Rp)** : *Resistance de l'électrolyte*

**(Ru)** : *Résistance de la double couche*

**(Cf)** : *capacité de la double couche.*

## LISTE DES FIGURES

### CHAPITRE 1

<b>Figure I.1</b> : Diagramme de phase Fer-Chrome .....	2
<b>Figure I.2</b> : Diagramme de phase Fer-Nickel .....	3
<b>Figure I.3</b> : Coupe du diagramme de phase Fer-Chrome-Nickel .....	3
<b>Figure I.4</b> : Diagramme de Schaeffler.....	6

### CHAPITRE 2

<b>Figure II.1</b> : corrosion par piqûres .....	12
<b>Figure II.2</b> : corrosion caverneuse .....	12
<b>Figure II.3</b> : corrosion intergranulaire .....	13
<b>Figure II.4</b> : corrosion sous contrainte .....	14
<b>Figure II.5</b> : microscope optique ZEISS axioplan .....	17
<b>Figure II.6</b> : Schéma succinct du fonctionnement microscope optique .....	18
<b>Figure II.7</b> : dureté Vickers HV .....	19
<b>Figure II.8</b> : Schéma du dispositif expérimental de mesure électrochimique .....	20
<b>Figure II.9</b> : évolution du potentiel d'abandon dans le temps .....	22
<b>Figure II.10</b> : représentation graphique des droites de Tafel.....	27
<b>Figure II.11</b> : principe de la spectroscopie d'impédance électrochimique.....	28
<b>Figure II.12</b> : Différentes représentations d'une interface électrochimique en spectroscopie d'impédance électrochimique (a), diagramme de Nyquist(b), ou de Bode (c).....	29

### CHAPITRE 3

<b>Figure III.1</b> : Principe de la méthode de ressuage par liquide pénétrant pré-émulsifié .....	38
<b>Figure III.2</b> : Contrôle par magnétoscopie .....	40
<b>Figure III.3</b> : Courbes d'induction d'aciers de construction mécanique .....	40
<b>Figure III.4</b> : Expérience de Barkhausen .....	42

<b>Figure III.5 :</b> Description complète de processus d'aimantation .....	45
<b>Figure III.6 :</b> Description partielle de processus d'aimantation (Agitation magnétique au centre du cycle d'hystérésis).....	45
<b>Figure III.7 :</b> comparaison de niveau de bruit Barkhausen .....	46
<b>Figure III.8 :</b> Le cycle d'hystérésis.....	48
<b>Figure III.9 :</b> Principe de la détection par courants de Foucault.....	51
<b>Figure III.10 :</b> Représentation des variations d'impédance d'une bobine .....	53
<b>Figure III.11 :</b> Diagrammes théoriques de l'impédance normalisée d'une bobine de diamètre D encerclant une barre métallique ferromagnétique ou non de diamètre d .....	53

#### CHAPITRE 4

<b>Figure IV.1 :</b> Potentiostat/Galvanostat de type GAMRY Ref 600 .....	58
<b>Figure IV.2 :</b> Microstructure acier duplex 2205 a l'état pur et apres immersion HCl, NaCl (agrandissement X500).....	59
<b>Figure IV.3 :</b> Superposition des Diagrammes D'impédance -PUR-HCL-NACL (INOX 304 L).....	60
<b>Figure IV.4 :</b> Superposition des Diagrammes D'impédance Duplex-PUR-HCL-NACL .....	61
<b>Figure IV.5 :</b> Pic FFT duplex pur.....	62
<b>Figure IV.6 :</b> Pic FFT duplex solution HCl.....	62
<b>Figure IV.7 :</b> Pic FFT duplex NaCl .....	62
<b>Figure IV.8 :</b> Pic Barkhausen duplex pur .....	63
<b>Figure IV.9 :</b> Pic barkhausen duplex HCl.....	63
<b>Figure IV.10 :</b> Pic Barkhusen NaCl.....	63
<b>Figure IV.11 :</b> Superposition des cycles d'hystérésis dans l'état pur, après immersion HCl , après immersion NaCl .....	63
<b>Figure IV.12 :</b> potentiel d'abandon acier inox 304L dans les solutions HCl et NaCl .....	65
<b>Figure IV.13 :</b> potentiel d'abandon acier duplex 2205 dans les solutions HCl et NaCl .....	65

<b>Figure IV.14</b> : potentiel d'abandon des aciers inox 304L et duplex 2205 dans les deux solutions HCl et NaCl.....	66
<b>Figure IV.15</b> : courbe de polarisation d'acier inox 304L dans les deux solutions HCl, NaCl.....	68
<b>Figure IV.16</b> : courbe de polarisation d'acier duplex 2205 dans les deux solutions HCl, NaCl .....	68
<b>Figure IV.17</b> : superposition des courbes de voltamétrie cyclique de l'inox 304L dans les deux solutions HCl, NaCl .....	70
<b>Figure IV.18</b> : superposition des courbes de voltamétrie cyclique du duplex 2205 dans les deux solutions HCl, NaCl .....	70
<b>Figure IV.19</b> : diagrammes d'impédance de l'inox 304L dans les solutions HCl, NaCl .....	71
<b>Figure IV.20</b> : diagrammes d'impédance du duplex 2205 dans les solutions HCl, NaCl.....	71

## *Liste des tableaux*

<b><i>TABLEAU III.1:</i></b> <i>Les procédés de contrôle non destructif</i> .....	35
<b><i>TABLEAU IV.1:</i></b> Composants et pourcentages des deux nuances d'acier inoxydable .....	58
<b><i>TABLEAU IV.2:</i></b> Résultats d'analyse par Spectrométrie de fluorescence aux rayons X .....	59
<b><i>TABLEAU IV.3:</i></b> Br et Bs et Hc du duplex 2205 a l'état pur, et après immersion dans les solutions NaCl, et HCl .....	64
<b><i>TABLEAU IV.4:</i></b> Paramètres électrochimique déduits des courbes de polarisation.....	68
<b><i>TABLEAU IV.5:</i></b> Paramètres électrochimiques déduits des mesures d'impédance.....	72

## INTRODUCTION

Les technologies de pointe, développées dans l'aéronautique, nécessitent l'utilisation des alliages à hauts rendements. En effet, les exigences sur l'encombrement, la masse, la fiabilité, la précision dans des environnements sévères conduisent les concepteurs à utiliser des produits à hautes spécificités.

L'acier inoxydable est l'un des alliages les plus utilisés en construction aéronautique : (échangeurs thermiques, sondes à température, vannes de sécurité, composants électroniques, ...). Avec son adaptation, sa possibilité commerciale, il a rendu simple, économique et pratique, des constructions très robustes et résistantes à la corrosion.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques dit duplex ont été introduits sur le marché durant les années 1930. Ces aciers présentent une meilleure résistance que les aciers inoxydables austénitiques, une ténacité plus élevée que les aciers ferritiques, une bonne aptitude au soudage et une résistance très élevée aux problèmes de corrosion.

Techniquement l'acier inoxydable ou les aciers duplex sont insensibles à la majorité des agents corrosifs, mais y'a des milieux où ils peuvent être confrontés à la corrosion.

Ce phénomène a pris de nos jours une importance considérable, étant donné l'utilisation de plus en plus grande des métaux et alliages dans la vie moderne.

Nous nous proposons donc d'étudier le comportement de l'acier inoxydable austénitique et duplex soumis aux traitements de corrosion et qui seront caractérisés par les méthodes classiques à savoir plusieurs méthodes électrochimiques, et les méthodes de Contrôle Non Destructives « CND ».

Dans ce travail on va entamer un premier chapitre, qui comporte une étude sur les types d'acier inoxydables, et leurs principales caractéristiques.

Un deuxième chapitre qui parle des types de corrosion qui peuvent affecter l'acier inoxydable, et quelques techniques de caractérisation (la microscopie optique, la microdureté) et aussi les méthodes électrochimiques.

Le troisième chapitre parle des techniques et méthodes de contrôle non destructif.

Et enfin on clôture ce travail par un quatrième chapitre qui comporte les résultats des méthodes et techniques de caractérisation utilisés, ainsi que leurs interprétations.

# **CHAPITRE I : ACIERS INOXYDABLES**

Les aciers inoxydables jouent un rôle très important dans plusieurs domaines : l'industrie pétrolière, nucléaire, aérospatiale, transport et même dans la construction d'ouvrages d'art. Ce sont des alliages de fer et de carbone, auxquels on ajoute du chrome et d'autres éléments comme le nickel, le molybdène, le cuivre, le titane, ... afin d'améliorer les propriétés physiques et mécaniques et surtout la résistance à la corrosion.

Le chrome est l'élément qui transforme l'acier en inox, dans ces alliages et sous des conditions climatiques favorables, il se forme en surface une couche de passivation d'oxyde de fer et de phosphates qui protège le reste du métal bien mieux qu'une couche de rouille.

De plus, si la surface de l'acier inoxydable est endommagée localement, la couche de passivation se rétablit rapidement au contact de l'oxygène contenu dans l'air ou dans l'eau. Cependant, en présence de chlorures, une rupture locale dans le film passif peut se produire. On observe alors des phénomènes de corrosion localisée (par piqûres, ...)

## **I.1/ PRINCIPALES CARACTERISTIQUES DES ACIERS INOXYDABLES :**

### **I.1.1/ MASSE VOLUMIQUE :**

Les aciers inoxydables présentent une masse volumique de l'ordre de  $7\,850\text{ kg/m}^3$ .

### **I.1.2/ PROPRIETES MECANIQUES :**

L'acier présente un module d'élasticité élevé, ce qui lui donne une très bonne rigidité (environ trois fois celle de l'aluminium), et une bonne stabilité. Son coefficient de dilatation est environ la moitié de celui de l'aluminium, ce qui en fait un excellent choix dans les environnements de laboratoire typiques, où les variations de températures sont uniformes.

### **I.1.3/ PROPRIETES DE MISE EN FORME :**

Des aciers inoxydables peuvent être fabriqués et transformés en utilisant un large éventail de technologies et sont entièrement "recyclables" à la fin de leur vie utile. Son usinage est beaucoup plus difficile que celui de l'aluminium, d'où un coût considérablement plus élevé.

### **I.1.4/ RESISTANCE A LA CORROSION DES ACIERS INOXYDABLES :**

Les aciers inoxydables sont des alliages qui contiennent en général plus de 10% de chrome. Ils possèdent une résistance supérieure à la corrosion que les autres aciers standards. Deux autres éléments chimiques participent à cette résistance : le nickel et le molybdène. L'action conjuguée des éléments d'alliage a non seulement pour but d'accroître la résistance à

l'oxydation, mais aussi celui d'améliorer d'autres caractéristiques telles que la soudabilité ou la résistance mécanique.

## I.2/ DIAGRAMME D'EQUILIBRE BINAIRE :

### I.2.1/ SYSTEME Fer-Chrome :

Le fer pur possède trois formes allotropiques en fonction de la température :

- jusqu'à 910 °C (point A3) : forme alpha ( $\alpha$ ), ferrite (cubique centré) ;
- de 910 à 1 400 °C (point A4) : forme gamma ( $\gamma$ ), austénite (cubique à faces centrées) ;
- de 1 400 à 1 538 °C (température de fusion) : forme delta ( $\delta$ ), ferrite (cubique centré).

Le chrome est un élément dit alphagène. Il favorise fortement la forme ferritique. Sur le diagramme de phase Fe-Cr, le domaine austénitique est assez réduit et est représenté par un domaine limité appelé boucle gamma.

Pour des teneurs supérieures à 11,5 % de chrome, l'alliage reste ferritique dans toute la plage de température. Il y a disparition de la transformation allotropique  $\alpha$ - $\gamma$ . Entre 10,5 et 11,5 % de chrome, l'alliage est biphasé ferrite + austénite dans certaines plages de température. Il subit une transformation ferrite/austénite pour des teneurs inférieures à 10,5 %.

On notera que le chrome jusqu'à 8 % abaisse la température A3 et se comporte comme un élément gammagène. Ce comportement s'inverse pour des teneurs supérieures à 8 %, point à partir duquel cette température augmente. [1]

Pour certaines teneurs de chrome, dans le cadre d'un refroidissement lent, il peut y avoir formation de phase intermétallique sigma ( $\sigma$ ) à des températures inférieures à 820 °C.

Elle précipite au joint de grain ou dans la matrice ferritique entraînant une fragilité

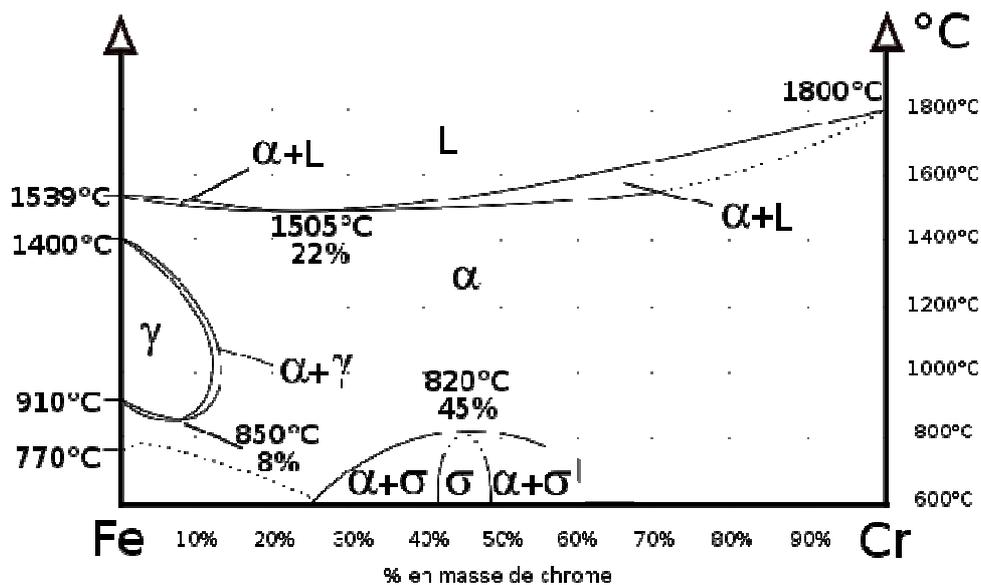


Figure I.1 : Diagramme de phase Fer-Chrome

### I.2.2/ SYSTEME Fer-Nickel :

Le nickel, de structure cubique à faces centrée, favorise la formation d'une solution solide austénitique (cubique à face centrées) étendue aux dépens de la structure cubique centrée ferritique  $\alpha$  : le nickel est dit  $\alpha$ -gène. Aussi, aux fortes teneurs en nickel, les alliages sont austénitiques à la température ambiante alors qu'aux faibles teneurs en nickel (<5 à 6 %) ils peuvent être ferritiques. [2]

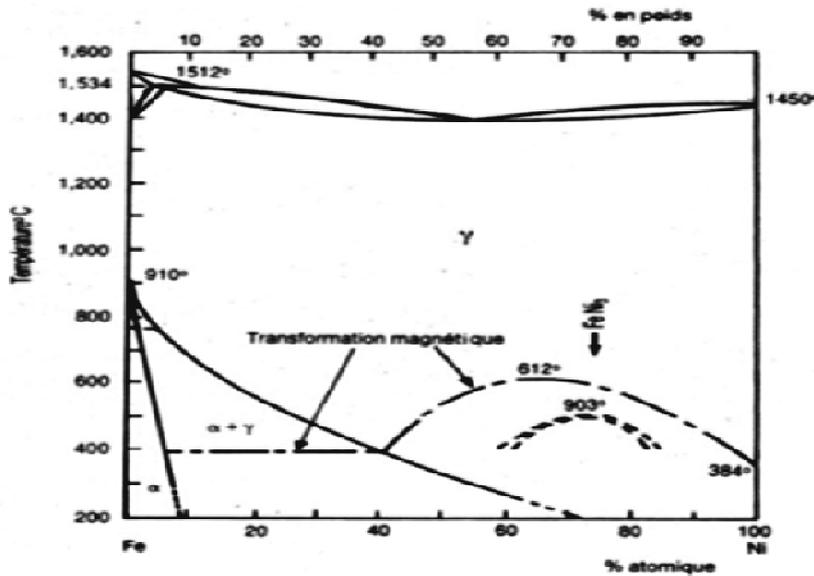


Figure I.2 : diagramme de phase Fer-Nickel

### I.2.3/ SYSTEME Fer-Chrome-Nickel:

Le nickel est à l'opposé du chrome un élément dit gammagène. Il ouvre le domaine austénitique.

Concrètement, l'addition de nickel augmente la taille de la *boucle gamma*.

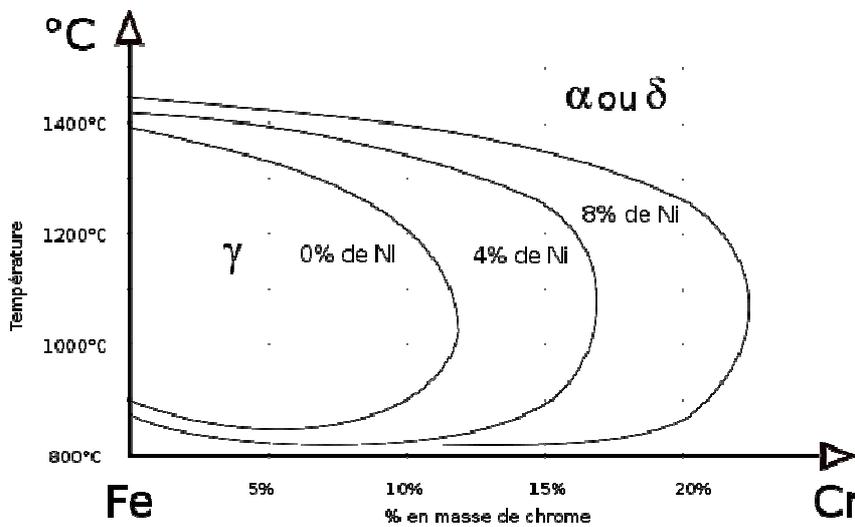


Figure I-3 : Coupe du diagramme de phase Fer-Chrome-Nickel

#### I.2.4/ ELEMENTS $\alpha$ -genes, $\gamma$ -genes:

D'autres éléments ont un rôle alphasène ou gammasène. Un rôle particulier est tenu par le carbone et l'azote.

Le carbone a un rôle gammasène et rentre donc en « compétition » avec le chrome. En fait plus que le carbone seul, c'est le couple carbone-azote dont il faut tenir compte. Ces deux éléments étant des éléments d'alliage d'insertion contrairement aux autres éléments qui sont des éléments de substitution.

Les éléments alphasènes sont le chrome, le molybdène, le silicium, le titane, le niobium, le vanadium, le tungstène, l'aluminium et le tantale.[18]

Les éléments gammasènes sont le nickel, le carbone, l'azote, le cobalt et le manganèse. Le manganèse peut avoir un rôle plus complexe. [18]

Plusieurs modèles approximatifs ont été mis au point pour prévoir le comportement de l'alliage en fonction de la composition globale de l'alliage. Les teneurs sont affectées de coefficients établis par expérience afin de tenir compte du poids de chacun des éléments. [2]

Pour les produits laminés, il existe le **modèle de Pryce et Andrew** donnant les équations suivantes :

- chrome équivalent :  $(Cr)_{eq} = (\%Cr) + 3(\%Si) + (\%Mo)$  ;
- nickel équivalent :  $(Ni)_{eq} = (\%Ni) + 0,5(\%Mn) + 21(\%C) + 11,5(\%N)$ .

On remarquera le poids important du carbone et de l'azote.

Il existe également le **modèle de Schaeffler** et le modèle de Delong pour les aciers inoxydables à l'état brut de soudage. [19]

Modèle de Schaeffler :

- chrome équivalent :  $(Cr)_{eq} = (\%Cr) + 1,5(\%Si) + (\%Mo) + 0,5(\%Nb)$  ;
- nickel équivalent :  $(Ni)_{eq} = (\%Ni) + 0,5(\%Mn) + 30(\%C)$ .

Modèle de Delong :

- chrome équivalent :  $(Cr)_{eq} = (\%Cr) + 1,5(\%Si) + (\%Mo) + 0,5(\%Nb)$  ;
- nickel équivalent :  $(Ni)_{eq} = (\%Ni) + 0,5(\%Mn) + 30(\%C) + 30(\%N)$ .

Contrairement au modèle de Schaeffler, le modèle de Delong prend en compte l'azote

### **I.3/ LES ELEMENTS D'ADDITION :**

#### **I.3.1/ CHROME :**

Les aciers inoxydables sont des alliages Fer-chrome ou plus exactement acier-chrome c'est-à-dire Fer-carbone-chrome.

Conformément à la norme européenne EN 10088-1, un acier est classé acier inoxydable s'il contient au minimum 10,5 % en masse de chrome et moins de 1,2 % de carbone.

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables est due au chrome.

#### **I.3.2/ CARBONE :**

La teneur en carbone est limitée à un maximum de 1,2 % en masse afin d'éviter la formation de carbures (notamment de carbures de chrome qui est un composé chimique très stable avide de chrome) qui sont préjudiciables au matériau. Par exemple, le carbure  $Cr_{23}C_6$  qui peut apparaître dans l'austénite 18-9 a un effet négatif vis-à-vis de la corrosion intergranulaire (appauvrissement très important en chrome aux abords des carbures formés provoquant la perte du caractère d'inoxidabilité par captation du chrome).

#### **I.3.3/ NIKEL :**

Le nickel favorise la formation de structures homogènes de type austénitique. Il apporte les propriétés de ductilité, de malléabilité et de résilience. A éviter soigneusement dans le domaine du frottement.

#### **I.3.4/ MANGANESE :**

Le manganèse est un substitut du nickel. Certaines séries d'alliages austénitiques ont été développées permettant de faire face aux incertitudes d'approvisionnement du nickel.

#### **I.3.5/ MOLYBDENE ET CUIVRE :**

Le molybdène et le cuivre améliorent la tenue dans la plupart des milieux corrosifs, en particulier ceux qui sont acides, mais aussi dans les solutions phosphoriques, soufrées, etc. Le molybdène accroît la stabilité des films de passivation.

#### **I.3.6/ TUNGSTENE :**

Le tungstène améliore la tenue aux températures élevées des aciers inoxydables austénitiques.

#### **I.3.7/ TITANE :**

Le titane doit être utilisé à une teneur qui dépasse le quadruple de la teneur en carbone. Il évite l'altération des structures métallurgiques lors du travail à chaud, en particulier lors des

travaux de soudure où il prend la place du chrome pour former un carbure de titane (TiC) avant que ne se forme le carbure de chrome  $Cr_{23}C_6$  préservant de ce fait le caractère inoxydable de l'acier en évitant l'appauvrissement en chrome de la matrice aux abords des zones carburées.

### I.3.8/ NIOBIUM :

Le niobium a un point de fusion beaucoup plus élevé que le titane et présente des propriétés semblables. Il est utilisé dans les métaux d'apport pour soudage à l'arc électrique en lieu et place du titane qui serait volatilisé pendant le transfert dans l'arc électrique.

### I.3.9/ SILICIUM :

Le silicium joue également un rôle dans la résistance à l'oxydation, notamment vis-à-vis des acides fortement oxydants (acide nitrique concentré ou acide sulfurique concentré chaud).

## I.4/ CLASSIFICATION DES ACIERS INOXYDABLES :

L'idée de partage en éléments alphas et gammagène a conduit Schaeffler à proposer le diagramme représenté par la figure I-4 qui montre les quatre familles d'aciers inoxydables classées selon leurs caractéristiques et leurs structures. [1]

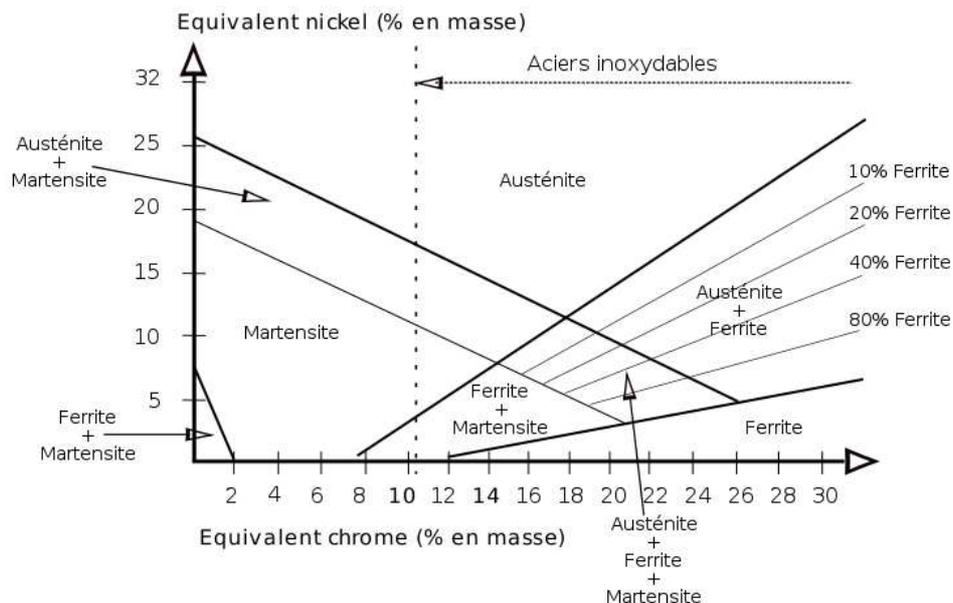


Figure I-4 : Diagramme de Schaeffler

#### **I.4.1/ ACIERS INOXYDABLE FERRITIQUE :**

Ces sont des alliages Fer - Chrome ou Fer - Chrome - Molybdène dont la teneur en chrome varie de 10,5 à 28 % et dont la teneur en carbone n'excède pas 0,08 %.

Ces aciers ne contiennent en général pas de nickel, Ils sont paramagnétiques.

- D'autres éléments d'addition, tels que Ti, Nb ou Zr, peuvent être introduits en vue d'améliorer certaines propriétés telles que la soudabilité, la résistance à la corrosion ou l'aptitude au formage à froid. [1]
- Les aciers ferritiques à teneur élevée en chrome (>20 %) sont essentiellement utilisés pour leur résistance à la corrosion remarquable (super-ferritiques) et à l'oxydation à chaud.
- Certaines nuances alliées au molybdène (Mo) et/ou au titane (Ti) possèdent une résistance à la corrosion comparable à celle des aciers standards austénitiques.
- Ces aciers ne prennent pas la trempe et sont utilisés à l'état recuit. Ils sont très sensibles au grossissement de grain à haute température mais peuvent cependant être employés jusqu'à 800 °C environ en atmosphère oxydante.
- Leur fragilité à basse température les destine peu aux utilisations cryogéniques.
- Le fait que cette famille d'acier soit magnétique n'est en aucun cas corrélé à une mauvaise résistance à la corrosion !

Exemples : X6Cr13 (ASTM 403), X8CrMo17-01 (ASTM 430 F).

Applications : soupapes magnétiques, lame a rasoir, intérieur de voiture.

#### **I.4.2/ ACIERS INOXYDABLE MARTENSITIQUE :**

Ces aciers contiennent en général 12 à 19 % de chrome, leur teneur en carbone variant de 0,08 à 1,2 % ; ils peuvent contenir du nickel et du molybdène ainsi que certains éléments d'addition tels que le cuivre (Cu), le titane (Ti) ou le vanadium (V).

Ils sont le plus souvent livrés à l'état recuit ; il est évidemment recommandé de les utiliser à l'état trempé-revenu représentant le meilleur compromis entre les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion. [1]

Ils présentent un intérêt certain dans les applications à chaud lorsque la température de service n'excède pas 650 °C (turbines de production d'énergie).

Dans la pratique, on les utilise :

- soit après trempe et revenu de détente vers 200 °C, ce qui permet de conserver la résistance mécanique maximale ;

- soit après trempe et revenu entre 550 et 700 °C, assurant ainsi un meilleur compromis résistance – résilience – tenue à la corrosion.

Ces aciers permettent d'associer une résistance à la corrosion intéressante à des propriétés mécaniques équivalentes à celles d'aciers alliés de haut de gamme.

La mise en œuvre de ces produits exclut donc toute transformation à chaud (forgeage) ou traitement thermique qui altérerait la structure et les propriétés d'emploi du produit.

Exemples : X20Cr13 (1.4021, ASTM 420), X100CrMo17 (ASTM 440).

Applications : scalpels, couteaux, crochets et pinces pour les applications chirurgicales, systèmes de transmission et pièces de haute performance dans l'industrie aéronautique.

### **I.4.3/ ACIERS INOXYDABLE AUSTENITIQUE :**

Ceux sont, de loin, les plus connus et les plus employés parmi les aciers inoxydables : ils contiennent, outre une teneur en chrome minimale de l'ordre de 17 %, du nickel (généralement supérieure à 7 %) et des additions éventuelles de molybdène (Mo), titane (Ti), niobium (Nb), etc.

- Leurs caractéristiques mécaniques en traction sont généralement modestes mais peuvent être, pour certaines nuances, considérablement accrues par écrouissage.

Ils sont par contre très indiqués, par leur absence de fragilité à basse température, pour les emplois cryogéniques.

- Leur tenue à la corrosion augmente avec les teneurs en chrome (Cr) et en molybdène (Mo).
- Leur résistance à l'oxydation croît avec leur teneur en chrome : les standards à 18 % de chrome résistent, en atmosphère oxydante non sulfureuse, jusqu'à 800 °C environ. Au-delà, il faut s'orienter vers des nuances, dites « réfractaires », nettement plus alliées.
- L'introduction d'éléments stabilisants tels que le titane ou le niobium permet d'éviter la corrosion intergranulaire, en particulier sur les soudures, et accroît la résistance mécanique à haute température. [1]

Exemples : X5CrNi 18-10 (1.4301, ASTM 304), X2CrNi 18-9 (1.4307, ASTM 304 L), X5CrNiMo 17-12-2 (1.4401, ASTM 316), X2CrNiMo 17-12-2 (1.4404, ASTM 316 L), X6CrNiTi 18-10 (1.4541, ASTM 321).

Application : vis, boulons et implants, ustensiles de cuisine, application à basse température, dans l'industrie chimique, pharmaceutique et agroalimentaire.

#### **I.4.4/ ACIERS INOXYDABLE AUSTENO-FERRITIQUE :**

Ces aciers sont caractérisés par de hautes teneurs en chrome (22 % et plus) et de relativement basses teneurs en nickel (3,5 à 8 %). Ces aciers sont souvent appelés des aciers duplex.

Ils présentent la particularité de posséder une structure biphasée : (austénite ( $\gamma$ ) + ferrite ( $\alpha$ ))

À température ambiante, leur teneur en austénite étant comprise entre 40 et 60 % en fonction des nuances.

- Leurs caractéristiques mécaniques en traction sont plus élevées que celles des aciers austénitiques (environ 1,2 fois pour la résistance et 2 fois pour la limite élastique).
- Leur résistance à la corrosion est globalement supérieure à celle des aciers austénitiques, en particulier dans les domaines de la corrosion généralisée et de la corrosion sous contrainte.

Exemples : X4CrNiMoN 27-05-02, X2CrNiN 23-04 (1.4362).

Applications : équipements pour l'industrie chimique, environnementale, l'architecture.

#### **I.5/ DESIGNATION NORMALISEE :**

La norme européenne EN 10088 inclut deux désignations :

##### **I.5.1/ LA DESIGNATION SYMBOLIQUE :**

Suivant la norme EN 10027 « Système de désignation des aciers », la désignation symbolique des aciers inoxydables commence par la lettre « X », représentant les aciers contenant au moins un élément d'alliage dont la teneur est égale ou supérieure à 5 %.

Cette lettre est suivie par la teneur en carbone x100, puis par les symboles chimiques des éléments d'alliage dans l'ordre décroissant de leurs teneurs. Les teneurs moyennes en ces éléments sont ensuite indiquées, séparées par des tirets, dans le même ordre décroissant.

Exemples : X12Cr13 et X2CrNiMo17-12-2.

##### **I.5.2/ LA DESIGNATION NUMERIQUE :**

Elle comporte 5 chiffres, et commence par 1.4 ; le troisième chiffre correspond à une famille particulière de nuances et tient compte de la composition chimique.

Les deux derniers chiffres sont indiqués d'une façon arbitraire.

1.40xx : acier inoxydable avec Ni % < 2,5 ; sans Mo, Nb ni Ti.

1.41xx : acier inoxydable avec Ni % < 2,5 ; avec Mo, sans Nb ni Ti.

1.43xx : acier inoxydable avec Ni %  $\geq$  2,5 ; sans Mo, Nb ni Ti

1.44xx : acier inoxydable avec Ni %  $\geq$  2,5 ; avec Mo, sans Nb ni Ti

1.45xx : acier inoxydable comportant des additions particulières.

Exemples : 1.4003 – 1.4404 – 1.4301. [17]

## CONCLUSION :

On peut classer les trois grandes familles des aciers inoxydables selon leur résistance à la corrosion comme suit

L'acier inoxydable austénitique : Ce type d'acier inoxydable est de loin le plus important et donc le plus largement utilisé. Il résiste à la corrosion dans de nombreuses circonstances, et est principalement utilisé dans le domaine de l'alimentaire, les laiteries, les brasseries et autres industries de transformation. Dans l'industrie chimique et pétrochimique où, par exemple, la résistance aux chlorures est nécessaire ;

Le Molybdène est ajouté aux aciers inoxydables austénitiques, pour améliorer encore leurs résistances à la corrosion, (aciers inoxydables de type 316 contiennent entre 2 et 3% de Molybdène).

Ensuite on a, les aciers ferritiques, le plus courant entre eux est le Z8C17 (INOX 430), meilleure résistance à la corrosion que les aciers martensitiques, ils sont généralement utilisés pour les garnitures des moteurs automobile, et celle des appareils électroménagers.

Les aciers martensitiques ; sont les aciers inoxydables les moins résistants à la corrosion, ces aciers, qui contiennent généralement 13% de CHROME, Ils doivent donc être utilisés lorsque les conditions de corrosion sont relativement faibles. L'exemple d'utilisation le plus significatif est la coutellerie.

Enfin on a l'acier duplex qui est une particularité, c'est un acier inoxydable austéno-ferritique insensible à la corrosion intergranulaire, et très peu sensible aux autres types de corrosion ; et cela due à sa forte teneur en chrome, et faible en carbone.

## **CHAPITRE II : CORROSION ET METHODES DESTRUCTIVES**

Comme tous les matériaux de construction, l'acier tend à se dégrader superficiellement lorsqu'il est soumis à des milieux corrosifs comme le sol, l'air et le milieu marin. La corrosion est la détérioration des matériaux par interaction physico-chimique avec leur environnement, entraînant des modifications de propriétés du métal souvent accompagnées d'une dégradation fonctionnelle de ce dernier (altération de ses propriétés mécaniques, électriques, etc.). Les mécanismes mis en jeu sont divers et conduisent à des formes différentes de corrosion. Pour étudier ces différentes formes de corrosion, on a plusieurs méthodes, à savoir la microscopie optique, la microdureté, et les méthodes électrochimiques.

### **II.1 / FORMES DE CORROSION DES ACIERS INOXYDABLE :**

#### **II.1.1 / LA CORROSION GENERALISEES :**

Cette corrosion se traduit par une dissolution de tous les points constitutifs de la surface du matériau qui sont attaqués par le milieu corrosif.

Ceci se traduit à l'échelle micrographique par une diminution globalement régulière de l'épaisseur ou perte de poids (corrosion uniforme ou généralisée par opposition à la corrosion localisée).

On rencontre cette corrosion dans les milieux acides. En effet, au-dessous d'une valeur de pH critique, le film passif protégeant l'acier inoxydable n'est plus stable et le matériau subit une dissolution active généralisée. Plus le milieu est acide, plus la vitesse de corrosion et la perte d'épaisseur de l'inox en résultant seront élevés.

#### **II.1.2 / CORROSION PAR PIQURES :**

La corrosion par piqûre est la rupture locale du film passif de l'acier inoxydable provoquée par un électrolyte riche en chlorures et/ou sulfures. A l'endroit de la piqûre, le métal est mis à nu, la corrosion va se développer si la piqûre ne se repassive pas, donc si la vitesse de dissolution du métal permet de maintenir un environnement suffisamment agressif pour empêcher sa repassivation.

Cette dissolution donne naissance à des ions métalliques et des électrons et donc au passage d'un courant (de dissolution) qui est à l'origine d'une différence de potentiel (tension) entre

La zone anodique (piqûre) et la zone cathodique (le reste du métal).

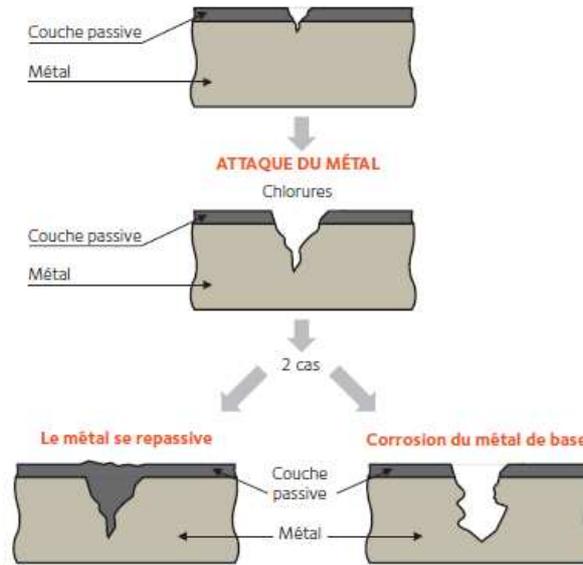


Figure II.1 : corrosion par piqures

### II.1.3 / CORROSION CAVERNEUSE :

Dans un électrolyte riche en chlorures, une zone confinée liée par exemple à un design non optimisé, favorise l'accumulation d'ions chlorures. L'acidification progressive du milieu dans cette zone facilite la déstabilisation du film passif.

Quand le pH dans cette zone atteint une valeur critique appelée « pH de dépassivation », la corrosion s'initie. Le pH de dépassivation ou pH<sub>d</sub> est employé pour caractériser la résistance à l'initiation de la corrosion caverneuse.

Une fois la corrosion initiée, sa propagation intervient par dissolution active du matériau dans la caverne.



Figure II.2 : corrosion caverneuse

#### **II.1.4 / CORROSION INTERGRANULAIRE :**

Aux températures supérieures à 1035°C, le carbone est en solution solide dans la matrice des aciers inoxydables austénitiques. Cependant, quand ces matériaux sont refroidis lentement à partir de ces températures ou bien réchauffés dans la gamme 425 à 815°C, des carbures de chrome sont précipités aux joints de grain.

Ces carbures présentent une teneur en chrome élevée par rapport à la matrice. En conséquence, la zone directement adjacente aux joints de grain en est largement appauvrie. L'état de sensibilisation se manifeste dans beaucoup d'environnements par l'amorçage privilégié et la propagation rapide de la corrosion sur ces zones déchromées. [3]

Pour les aciers inoxydables ferritiques non stabilisés, la température de sensibilisation est supérieure à 900°C.

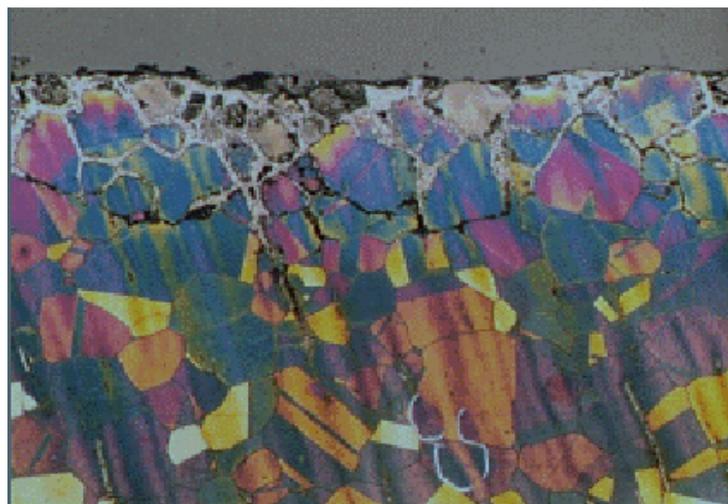


Figure II.3 : corrosion intergranulaire

#### **II.1.5 / CORROSION SOUS CONTRAINTE :**

On désigne par « corrosion sous contrainte » la formation de fissures qui démarrent après une période d'incubation plus ou moins longue et qui ensuite peuvent se propager très rapidement et provoque la mise hors service des appareils par fissuration.

Ce phénomène, particulièrement dangereux, se produit par effets combinés de 3 paramètres:

- La température: la corrosion sous contrainte se développant rarement en dessous de 50°C
- Les contraintes appliquées ou résiduelles subies localement par la pièce
- La corrosivité du milieu : présence de Cl<sup>-</sup>, H<sub>2</sub>S ou milieux caustiques NaOH

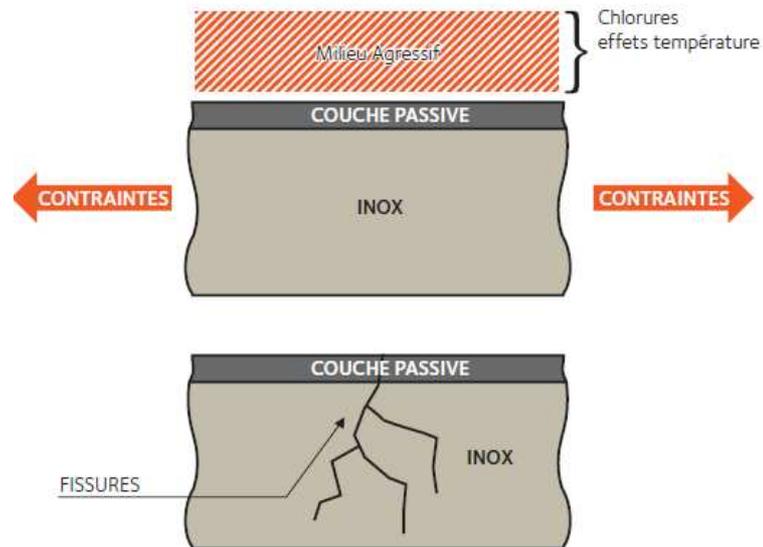


Figure II.4 : corrosion sous contrainte

## II.2 / CONDITIONS POUR FAVORISER LA RESISTANCE A LA CORROSION :

Les facteurs favorables à la lutte contre la corrosion sont également applicables aux aciers inoxydables :

- Les surfaces doivent être décapées pour éliminer tous les oxydes résultant du travail à chaud : laminage, forgeage, traitements thermiques, assemblages par soudure, etc.

Le décapage peut être mécanique (meulage) ou chimique (acide fluorhydrique, avec les problèmes d'hygiène, sécurité en environnementaux que cela pose).

- ne traiter thermiquement que des pièces propres et sèches, sans traces de graisses, de résidus de produits dégraissants, et surtout sans particules ferreuses ; le nettoyage à l'acide nitrique avant traitement est généralement une excellente solution.
- supprimer les tensions résiduelles résultant d'un écrouissage à froid, en particulier celles qui résultent de l'emboutissage.

- éviter, lors de la conception des pièces, de créer des zones difficiles à nettoyer.
- éviter tous les contacts non indispensables entre les pièces d'acier inoxydables et les autres matériaux, métalliques ou non.
- utiliser des outils (brosse, piquettes, marteaux, disques de meule, forets.... etc.) n'ayant servi que sur ce type d'acier (risque de contamination par le fer).
- protéger des projections et des poussières métalliques provenant de la mise en œuvre, à proximité, d'aciers non inoxydables (risque de contamination par le fer) ; favoriser le travail en atelier blanc.
- plus encore pour les aciers inoxydables que pour les autres métaux, l'état de surface doit être particulièrement soigné car il conditionne l'établissement d'un film passivant.
- le cas échéant, aider la formation d'un film passif en traitant à l'acide citrique.

### **II.3/ DIFFERENTS MILIEUX ET LEURS INFLUENCE SUR L'ACIER**

#### **INOXYDABLE :**

- Eaux industrielles : l'eau pure est sans effet mais les chlorures (et dans une moindre mesure beaucoup d'autres sels), même à l'état de traces, sont particulièrement néfastes pour les aciers inoxydables ; les nuances contenant du molybdène sont alors les plus indiquées.
- Vapeur d'eau : normalement sans effet, elle peut toutefois poser des problèmes si elle contient certaines impuretés.
- Atmosphères naturelles, à l'exception des atmosphères marines : elles posent d'autant moins de problèmes que l'acier contient davantage d'éléments nobles et que la surface est mieux polie.
- Atmosphères marines et industrielles : les aciers au chrome s'altèrent très lentement mais on préfère en général utiliser des aciers au molybdène.
- Acide nitrique : il attaque la plupart des métaux industriels mais l'acier inoxydable en général lui résiste particulièrement bien, par suite de la passivation de sa surface : le molybdène n'est intéressant que si l'acide contient des impuretés.
- Acide sulfurique : la résistance dépend beaucoup de la concentration et la présence d'impuretés oxydantes améliore la passivation. D'une manière générale les nuances austénitiques contenant du molybdène sont les meilleures.
- Acide phosphorique : la résistance est généralement bonne mais il faut surveiller les impuretés, en particulier l'acide fluorhydrique.

- Sulfites acides : la corrosion peut être catastrophique car ces solutions, que l'on rencontre souvent dans les papeteries, comportent beaucoup d'impuretés ; là encore les alliages au molybdène sont préférables.
- Acide chlorhydrique : la corrosion augmente régulièrement au fur et à mesure que la concentration augmente, l'association est donc à éviter.
- Acides organiques : ils ne sont généralement pas aussi corrosifs que les acides minéraux et ceux que l'on rencontre dans l'industrie alimentaire (acides acétique, oxalique, citrique, etc.) sont pratiquement sans effet.
- Solutions alcalines : les solutions froides n'ont pratiquement pas d'action mais il n'en est pas de même pour les solutions concentrées et chaudes.
- Solutions salines : le comportement est généralement assez bon, sauf en présence de certains sels comme les chlorures ; les nitrates au contraire favorisent la passivation et améliorent la tenue. L'acide nitrique en mélange avec des saumures saturées peut provoquer des destructions de l'acier inox (même des nuances en 316L).
- Produits alimentaires : il n'y a généralement aucun problème de corrosion sauf avec certains produits qui contiennent des composants sulfureux naturels ou ajoutés, comme la moutarde et les vins blancs.
- Produits organiques : ils sont généralement sans action sur les aciers inoxydables, sauf s'ils sont chlorés et à chaud (la javel à plus de 60 °C et à des concentrations élevées peut détruire (piques noires) l'acier inox. Les colles, savons, goudrons, produits pétroliers, etc. ne posent aucun problème.
- Sels et autres produits minéraux fondus : les produits alcalins corrodent tous les aciers inoxydables mais pas les nitrates, cyanures, acétates, etc. La plupart des autres sels et des métaux fondus produisent des dégâts rapides. [4]

#### **II.4/ LA MICROSCOPIE OPTIQUE :**

La microscopie optique est une méthode d'étude micrographique standard en science des matériaux. Il est en effet possible de trouver des microscopes optiques dans n'importe quel laboratoire.

Comme son nom l'indique, le microscope est un instrument permettant l'observation

visuelle de petits objets ou détails d'objets proche de l'observateur, usuellement indiscernables à l'œil nu. Une des propriétés de cet appareil est son grandissement angulaire, c'est-à-dire la possibilité de fournir une image agrandie angulairement d'un objet étudié. Cependant, ce paramètre ne suffit pas à lui seul à caractériser les performances du dispositif. Il faut en effet que cette propriété s'applique à tous les détails de l'objet, y compris les plus fins. La seconde propriété clé du microscope est donc sa résolution, dont découlent d'importantes conséquences pratiques, puisque cela implique de travailler avec des optiques de grande ouverture numérique, mais limitée par la diffraction. Les bons microscopes sont donc des systèmes optiques et mécaniques complexes et coûteux.

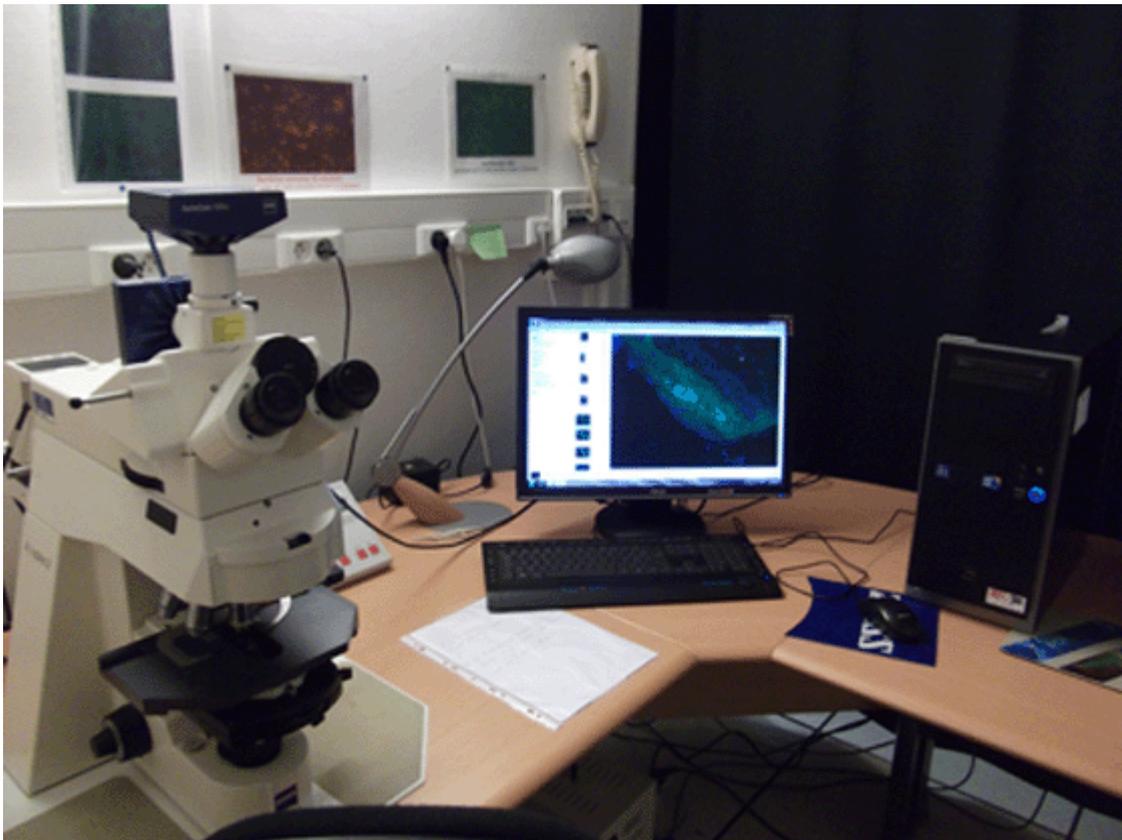


Figure II.5 : microscope optique ZEISS axioplan

### **Principe de fonctionnement**

L'examen des surfaces métalliques peut se faire à l'aide d'un microscope métallographique en travaillant la plupart du temps par réflexion (dans le cas de matériaux opaques à la lumière visible). Il existe deux types principaux de microscopes optiques, l'un pour lequel la platine est placée au-dessous de l'objectif, l'autre pour lequel la platine, dite inversée, est placée au

dessus de l'objectif. Voici un exemple du premier type de microscope figure II.6:

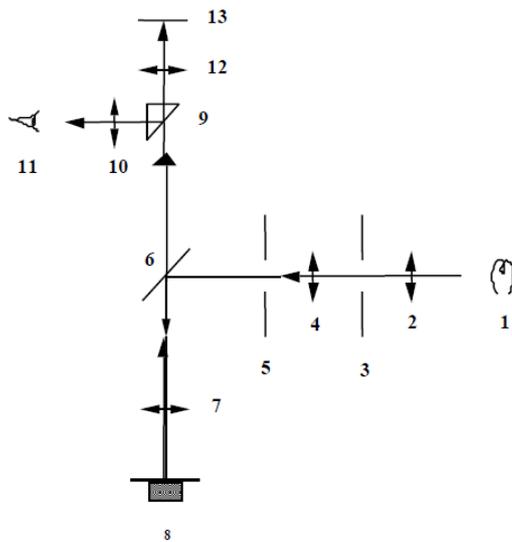


Figure II.6 : Schéma succinct du fonctionnement microscope optique.

Le faisceau lumineux produit par une lampe à incandescence ou une lampe à arc (1) traverse un ensemble de lentilles (2-4). Le diaphragme d'ouverture (3) permet de réduire les réflexions parasites qui peuvent se produire dans le microscope, alors que le diaphragme de champ (5) permet de diminuer la section du faisceau afin d'observer uniquement une partie du champ visible. Le faisceau lumineux est ensuite réfléchi par une lame semi-réfléchissante (6), a traverse l'objectif (7) et vient frapper l'échantillon à examiner (8) qui le réfléchit. Il traverse à nouveau l'objectif puis la lame. Un prisme à réflexion totale (9) le dirige vers l'oculaire (10) pour l'examen à l'œil (11). Si le prisme est escamoté, les rayons lumineux sont focalisés sur un écran ou un film photographique (13) grâce à un oculaire de projection (12). [

## II.5/ LA MICRODURETEE :

La dureté est une propriété d'un matériau qui est simple à mesurer et permet de différencier et de décrire les matériaux et leur état physique en cours de processus. La dureté se définit comme la résistance d'un matériau à l'empreinte d'un corps en matériau plus dur.

Conformément à cela, la plupart des tests de dureté conventionnels impliquent l'utilisation

d'un pénétrateur dur (par exemple, en diamant) qui est pressé à la verticale dans la surface de l'échantillon.

La méthode la plus communément utilisée dans les laboratoires de tests est le test de dureté Vickers. Le pénétrateur utilisé dans cette technique est un diamant pyramidal à base carrée comprenant des angles à facettes de  $136^\circ$ . L'avantage de la géométrie de ce pénétrateur est que la loi de la résistance proportionnelle prévaut. C'est à dire que la force de test appliquée est directement proportionnelle à la région de l'empreinte, rendant une valeur de dureté Vickers fondamentalement indépendante de la force de test choisie. Une dépendance mineure de la force appliquée existe pour les profondeurs d'empreinte très petites, mais les raisons de cela sont autres.

La valeur de dureté Vickers est calculée avec la formule  $HV = 0,102 \cdot F/A$ , où

F représente la force appliquée et A la région de la surface de contact A de l'empreinte qui en résulte après avoir retiré le pénétrateur. La région est calculée à partir de la diagonale médiane d de l'empreinte (d = voulant dire la moyenne des deux diagonales mesurées d1 et d2).

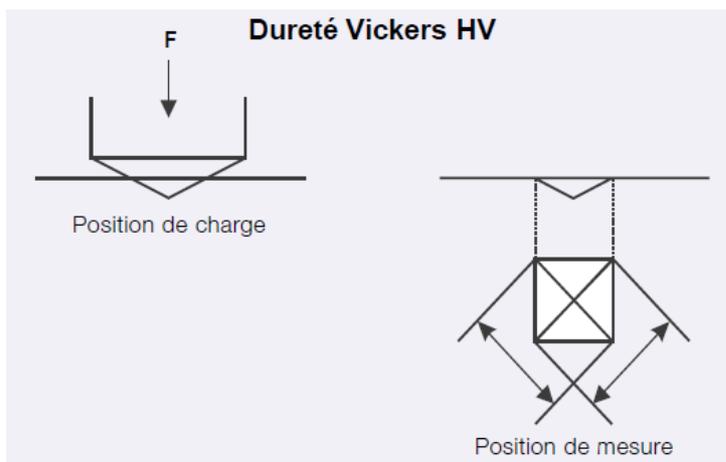


Figure II.7 : dureté Vickers HV

Faits sous très faible charge, les essais de microdureté permettent des mesures très localisées (sur environ  $100 \mu\text{m}^2$ ). À l'aide d'un microduromètre, on peut par exemple déterminer la dureté d'une phase donnée dans un échantillon polyphasé ou celle d'un échantillon très fragile et mince.

## II.6/ METHODES ELECTROCHIMIQUES :

### II.6.1 / DEFINITION DE L'ELECTROCHIMIE :

Science qui décrit une transformation de la matière à l'échelle atomique par déplacement contrôlable de charge électronique (réaction Red-Ox) grâce à des moyens électriques (courant électrique ou potentiel).

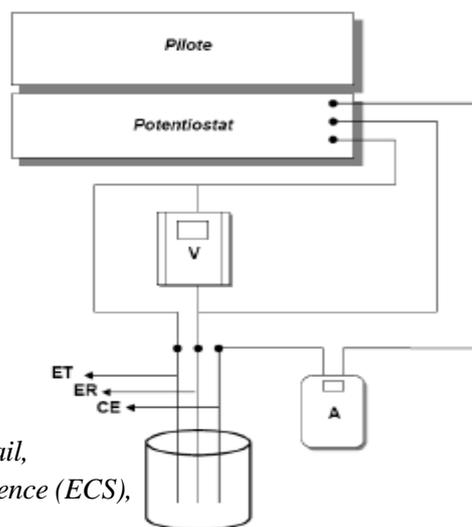
- Secteur industriels :

- Electro-synthèse (Al, Li, Na...), purification de métaux (Cu, Zn).
- Traitement de surface.
- Stockage et conversion d'énergie.

- Autres applications :

- Analyses et mesures.
- Environnement.
- Corrosion.
- Biologie.

### II.6.2/ LA CELLUL ELECTROCHIMIQUE A TROIS ELECTRODES:



**ET** : Electrode de travail,

**ER** : Electrode de référence (ECS),

**CE** : Contre électrode.

Figure II.8 : Schéma du dispositif expérimental de mesure électrochimique

La cellule généralement utilisée pour les études de cinétique électrochimique comporte trois électrodes associées par un ou plusieurs électrolytes. Deux de ces électrodes (ET) et (CE)

peuvent être traversées par le courant. La troisième est une électrode de référence (ER) qui ne doit pas être parcourue par le courant afin de servir de sonde de potentiel dans la solution.

La cellule peut comporter un seul compartiment (figure II.8).

Deux compartiment sont parfois nécessaires pour séparer deux solution différentes et/ou les produits des réactions aux deux électrodes. Les deux compartiments sont alors séparés par l'intermédiaire d'un poreux, d'un verre fritté, d'un diaphragme ou d'une membrane perméable aux ions.

## **II.6.3 / LES THECNIQUES STATIONNAIRES :**

### **II.6.3.1/ SUIVI DU POTENTIEL D'ABANDON AU COURS DU TEMPS :**

Lorsqu'une électrode est mise au contact d'un électrolyte, l'ensemble peut tendre vers un état d'équilibre. La répartition des charges entre la solution et le solide reste cependant dissymétrique et il existe une différence de potentiel entre ces deux phases qui représente le potentiel absolu de l'électrode par rapport à la solution.

Cette grandeur n'est pas mesurable expérimentalement. On ne peut mesurer que des potentiels relatifs par association de deux électrodes : l'électrode de travail (métal étudié) et l'électrode de référence.

Toute réaction électrochimique est caractérisée par son potentiel standard  $E^\circ$ . Tout métal plongé dans un électrolyte prend par rapport à la solution un potentiel qui tend vers une valeur stationnaire ayant une signification différente suivant la nature du milieu :

-potentiel d'équilibre :

C'est le cas d'un métal plongeant dans une solution contenant un de ses ions. Ce potentiel obéit à la loi thermodynamique de Nernst.

- potentiel d'abandon :

Il est obtenu par immersion d'un métal dans un électrolyte et diffère du potentiel d'équilibre du fait qu'il résulte d'au moins deux réactions électrochimiques simultanées correspondant à des couples redox différents. Il est fréquent que le système soit hors d'équilibre.

Dans ce cas, l'électrode est le siège de plusieurs processus irréversibles simultanés dont la résultante aboutit à un courant algébriquement nul. En cas de corrosion, ce potentiel est nommé  $E_{corr}$ . Il y a dégradation de la surface ; l'interface évolue avec le temps, et les réactions électrochimiques sont irréversibles. Le potentiel tend vers sa valeur stationnaire  $E_{corr}$  après une durée variable qui dépend de la nature de l'électrode et des conditions ambiantes (réactif...). [6]

Le suivi de l'évolution du potentiel d'électrode dans le temps permet d'obtenir des informations sur l'évolution de l'interface métal/électrolyte. La forme des courbes  $E = f(t)$  (Potentiel – temps) peut indiquer une passivation, une attaque continue, une attaque suivie de passivation, ou encore l'évolution d'une couche protectrice qui peut se détruire par la suite.

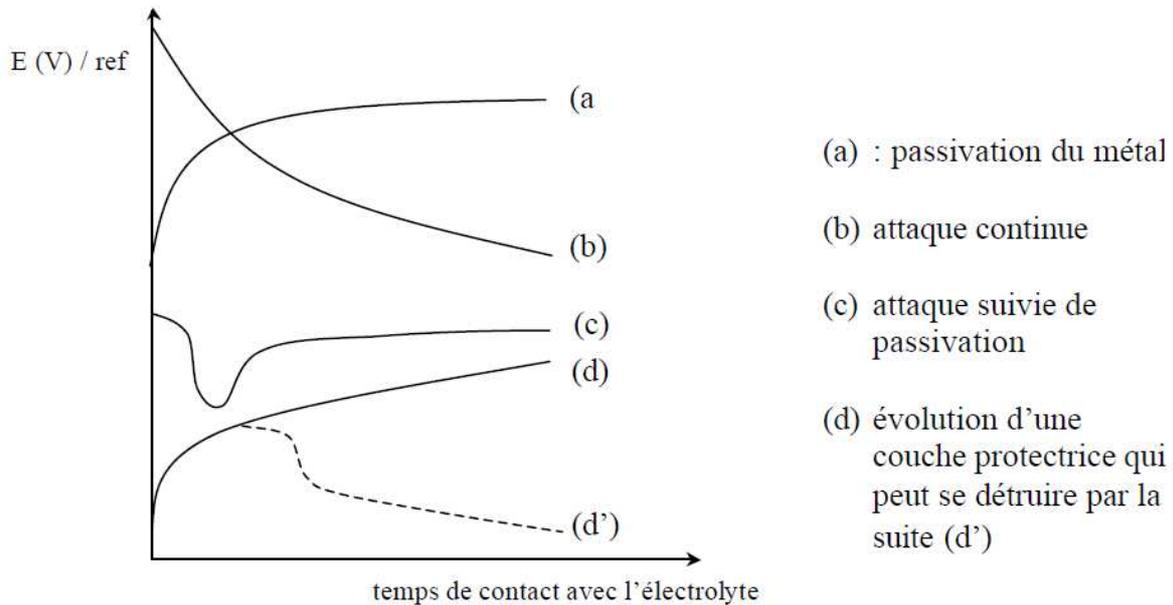


Figure II.9 : évolution du potentiel d'abandon dans le temps

### II.6.3.2/ LA VOLTAMETRIE CYCLIQUE :

La voltampérométrie cyclique (ou voltammétrie cyclique) est un type particulier de mesure électrochimique potentiodynamique. Pour obtenir un diagramme voltampérométrie cyclique, le potentiel appliqué doit varier dans la solution, et la variation de courant électrique est mesurée par rapport à celle du potentiel. Ce type de voltammétrie est utilisé pour étudier les propriétés redox des structures d'interface, et de composés chimiques à l'interface de l'électrode.

Dans une expérience de voltammétrie, comme dans d'autres expériences à potentiels contrôlés, un potentiel est appliqué au système, et le courant faradique de réponse est mesuré (un courant faradique est un courant dû à la réaction d'oxydo-réduction). La réponse au courant sur un intervalle de potentiels (une fenêtre de potentiels) est mesurée, partant d'une valeur initiale et avec une variation linéaire du potentiel jusqu'à une valeur limite pré-définie. À ce potentiel (parfois indiqué comme potentiel d'inversion), le sens du balayage de potentiel est inversé, et la même fenêtre de potentiel est balayée dans le sens opposé (d'où le terme

cyclique). Ceci signifie que, par exemple, les espèces formées par oxydation lors du premier balayage (direct) peuvent être réduites lors du second balayage (inverse).

Cette technique est couramment utilisée, en raison de sa simplicité et de sa rapidité pour la caractérisation initiale d'un système redox actif. En plus de fournir une estimation du potentiel redox, cette technique peut aussi donner de l'information sur le taux de transfert électronique entre l'électrode et l'analyte, et sur la stabilité de l'analyte dans les états d'oxydation électrolysés (soit s'ils dépendent d'une quelconque réaction chimique).

Pour la majorité des expériences, les espèces électroactives se trouvent sous la forme d'une solution. La méthode des trois électrodes est la technique la plus répandue puisque le potentiel électrique de référence ne change pas facilement durant la mesure.

La méthode utilise une électrode de référence, une électrode de travail, et une contre-électrode (aussi appelée électrode secondaire ou électrode auxiliaire). Un électrolyte support est habituellement ajouté à la solution afin d'assurer une conductivité suffisante. La combinaison du solvant, de l'électrolyte et du matériel d'électrode spécifique utilisé détermine le domaine d'électroactivité (domaine de potentiel à l'intérieur duquel le solvant - ou l'électrolyte support - ne subissent pas de réactions d'oxydoréduction ; soit le domaine de potentiel à l'intérieur duquel l'analyse peut être réalisée).

En voltampérométrie cyclique, le potentiel d'électrode suit un potentiel modifié linéairement avec le temps,

Le potentiel est mesuré entre l'électrode de référence et l'électrode de travail et le courant est mesuré entre l'électrode de travail et la contre-électrode. Ces données sont ensuite tracées comme l'intensité ( $i$ ) fonction du potentiel ( $E$ ). Comme le montre la forme du potentiel, le balayage qui s'ensuit produit un pic de courant pour tous les analytes qui peuvent être réduits dans l'intervalle de potentiel du balayage. Le courant s'accroît lorsque le potentiel atteint le potentiel de réduction de l'analyte, puis chute lorsque la concentration de l'analyte est en baisse autour de la surface de l'électrode. Lorsque le potentiel appliqué est inversé, il atteindra le potentiel qui réoxydera le produit formé lors de la première réaction de réduction, et produit un courant de polarité inversée lors du balayage suivant. Le pic d'oxydation aura de manière usuelle une forme similaire au pic de réduction. Par conséquent, l'information sur le potentiel redox et les proportions de composés obtenus lors de la réaction électrochimique.

Ainsi, par exemple, si le transfert électronique à la surface est rapide et que le courant est limité par la diffusion des espèces vers l'électrode de surface, le pic de courant sera proportionnel à la racine carrée de la vitesse de balayage.

### **II.6.3.3/ COURBES POTENTIOCINETIQUES :**

Un métal plongé dans un milieu électrolytique quelconque tend à se dissoudre et à se charger électriquement avec création d'une double couche électrochimique assimilable à un condensateur électrique. Au bout d'un temps suffisamment long pour qu'un régime stationnaire soit établi, l'électrode métallique prend par rapport à la solution un potentiel, appelée potentiel de corrosion ( $E_{\text{corr}}$ ). Ce potentiel ne peut être connu en valeur absolue. Il est repéré par rapport à une électrode de référence.

Si, à l'aide d'un générateur extérieur et d'une contre électrode on fait passer un courant à travers l'électrode métallique, son état stationnaire est modifié, sa surface prend une nouvelle valeur de potentiel. Les courbes  $E=f(i)$  ou  $I=f(E)$  constituent les courbes de polarisation.

Le tracé des courbes de polarisation renseigne sur la cinétique de l'étape la plus lente de processus global de corrosion qui se compose de différentes réactions élémentaires (transfert de charge, transfert de matière, adsorption des espèces sur l'électrode ...). Étant donné que la vitesse de la réaction globale est déterminée par celle de l'étape la plus lente, le tracé des courbes de polarisation peut être exploité pour mesurer la vitesse de corrosion.

### **II.6.3.4/ LES COURBES DE POLARISATION :**

Le tracé des courbes de polarisation potentiodynamique, consiste à suivre la réponse en courant de l'échantillon à une rampe de potentiel permettant de le déplacer lentement de manière linéaire de son état d'équilibre.

A l'aide d'un générateur extérieur et d'une contre électrode, on fait passer un courant à travers l'électrode métallique. Son état stationnaire est modifié et sa surface prend une nouvelle valeur du potentiel. Les courbes  $E=f(I)$  ou  $I=f(E)$  constituent les courbes de polarisation. Ces méthodes présentent un double avantage, d'une part, elles permettent de déterminer la résistance de polarisation, et d'autre part, de déterminer le mécanisme de corrosion.

Pour tout couple redox, l'équation de Butler-Volmer (Eq.1), pour le cas où les échanges à l'interface sont contrôlés par l'étape de transfert de charge, donne une relation entre le potentiel interfacial et les densités de courant.

Par exemple, si l'on considère une réaction électrochimique interfaciale de la forme :

$Box + n e \leftrightarrow Bred$

L'équation de Butler-Volmer (Eq.1) permet de relier le courant interfacial en fonction du potentiel électrochimique. Elle s'écrit comme suit :

$$\text{Eq1 : } I = I_a + I_c = nFk_a C_{red,s} e^{\left(\frac{\phi n F}{RT} E\right)} - nFk_c C_{ox,s} e^{\left(-\frac{(1-\phi)n F}{RT} E\right)}$$

I : courant global de la réaction

Ia : courant anodique de la réaction

Ic : courant cathodique de la réaction

n : nombre d'électrons d'échange

T : température

$\phi$ : Facteur de symétrie.

E : potentiel

R : constante des gaz parfaits

Ka, Kc constantes dépendant des vitesses des réactions interfaciales élémentaires.

Cred ,s : concentration de l'espèce Bred au niveau de la surface de l'électrode

Cox ,s : concentration de l'espèce Box au niveau de la surface de l'électrode.

A l'équilibre, le courant global est nul et Ia = -Ic = Io. où Io est appelé courant d'échange. On peut alors introduire la surtension de polarisation ( $\eta$ ) et B- et B+ coefficients anodique et cathodique respectivement.

$$B_- = \frac{R T}{\phi n F}; B_+ = \frac{R T}{(1 - \phi) n F}; \eta = E - E_{rev}$$

Alors, l'équation de Butler-Volmer Eq.1 peut s'exprimer en fonction de ces paramètre dans le cas où les concentrations des espèces sont les mêmes dans la solution et à la surface de l'électrode.

Eq.2 :

$$I = I_0 e^{\frac{\eta}{B_-}} - I_0 e^{\frac{-\eta}{B_+}}$$

Cette relation (Eq.2) est très importante et très souvent utilisée. Elle donne la relation entre le courant, c'est-à-dire la cinétique de la réaction, et le potentiel appliqué E (ou  $\eta$ ).

L'établissement ainsi que l'étude des courbes de polarisation  $\eta = f(i)$  permettent de déterminer expérimentalement les grandeurs  $i_0$  et  $(n, \varphi)$  pour les réactions électrochimiques contrôlées par les réactions de transfert (ou régime d'activation) car le transfert électronique est un processus activé.[8]

### a. Méthode des droites de Tafel

Il s'agit d'une méthode d'extrapolation basée sur l'équation  $E = f(I)$  de Butler- Volmer (Eq.2).

Cette technique utilise des portions de la courbe de polarisation situées loin de l'équilibre où le système est fortement polarisé, c'est-à-dire les portions pour lesquelles les surtensions  $\eta$  supérieurs à 100 mV (domaine anodique) et  $\eta$  inférieurs -100 mV (domaine cathodique).

Si on représente la courbe de polarisation (figure II.10) obtenue en coordonnées  $E = f(\text{Log } i)$ , l'intersection des droites anodique et cathodique extrapolées au potentiel de corrosion, donne la densité de courant de corrosion  $I_{\text{corr}}$ . Cette technique permet de séparer les deux processus anodique et cathodique donnés par la loi de Butler – Volmer.

Lorsque l'un des deux courants devient négligeable, l'équation 2 s'exprime par :

Eq 3 :  $\eta = a. + b. \log(i)$  pour la partie anodique

Avec  $a. = -2.3 B. \log i_0$  et  $b. = 2.3 B.$

Et

Eq 4 :

$\eta = a_+ - b_+ \log(i)$  pour la partie cathodique

Avec  $a_+ = 2.3 B_+ \log i_0$  et  $b_+ = 2.3 B_+$

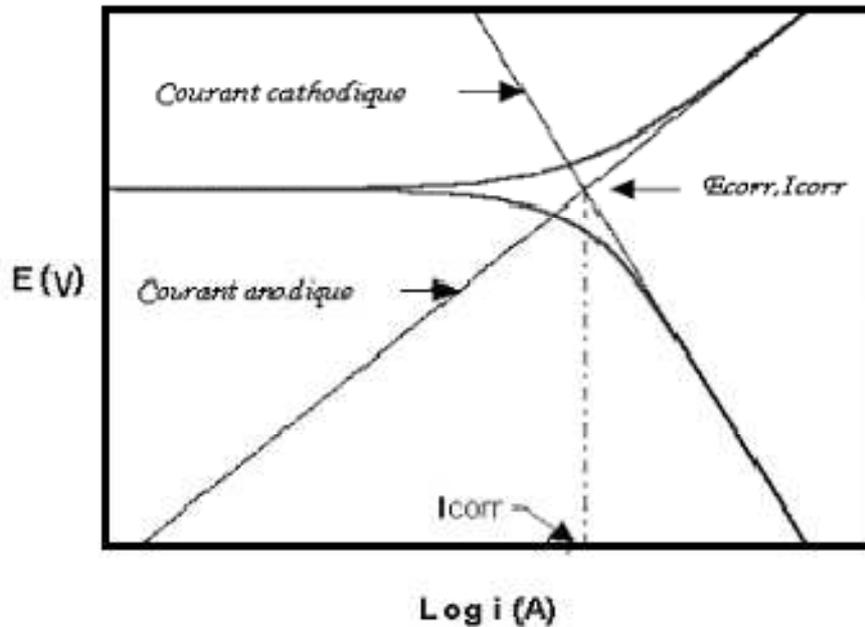


Figure II.10 : représentation graphique des droites de Tafel.

Cette représentation permet de déterminer ( $i_0$ ,  $B^+$  et  $B^-$ ), paramètres très importants dans l'étude des phénomènes de corrosion mais aussi dans l'étude du mode d'action des inhibiteurs de corrosion.

#### II.6.4/ TECHNIQUES NON STATINNAIRE :

Pour contourner les limitations des techniques stationnaires, il a été mis au point un certain nombre de techniques transitoires, basées sur l'utilisation des fonctions de transfert dont la SIE fait partie.

##### II.6.4.1/ SPECTROSCOPIE D'IMPEDANCE ELECTROCHIMIQUE :

###### II.6.4.1.1/ DEFINITION :

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) est une méthode non stationnaire qui permet d'avoir des informations sur les étapes élémentaires qui constituent le processus électrochimique global. Elle permet également de suivre l'évolution des propriétés électrochimiques d'un échantillon conducteur revêtu ou non. SIE est une technique puissante pour évaluer rapidement les performances des métaux revêtus par les mesures de valeurs de l'impédance. Elle peut surveiller rapidement les changements dans les propriétés barrières des revêtements, comparées aux méthodes traditionnelles. La SIE fournit également des données

précises pouvant être exploitées pour la prédiction de l'efficacité d'un revêtement dans le temps.

#### II.6.4.1.2/ PRINCIPE DE LA METHODE :

Cette méthode consiste à surimposer un signal sinusoïdal de fréquence variable et de faible amplitude à la valeur de la tension appliquée ou naturelle à l'électrode de travail, puis analyser la réponse en courant du système en fonction du temps et des caractéristiques du signal appliqué (fréquence, amplitude,...); (figure II.11). Les différents types de réponses en fonction de la fréquence permettent de séparer les processus élémentaires.

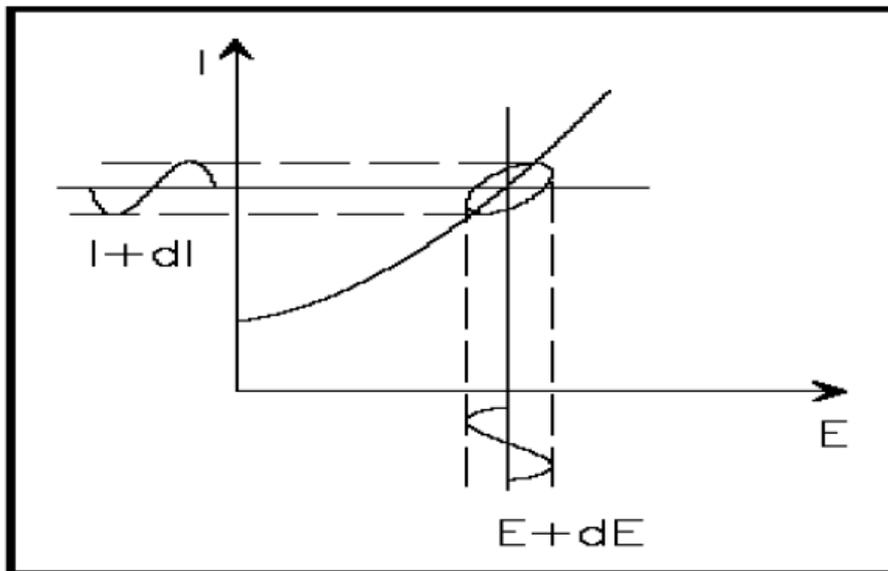


Figure II.11 : principe de la spectroscopie d'impédance électrochimique.

A l'instant  $t$ , la valeur du potentiel de l'électrode est exprimée en fonction de sa composante stationnaire  $E_0$  et d'un terme sinusoïdal :

$$E(t) = E_0 + V E(t) \text{ avec } V E(t) = E_s \sin(\omega t)$$

$E_0$  : est le potentiel électrochimique du métal (libre ou imposé).

$|E_s|$  : est l'amplitude maximale de la perturbation sinusoïdale, et  $\omega$  la pulsation en  $\text{rad.s}^{-1}$  (avec  $\omega = 2\pi f$  où  $f$  est la fréquence du signal en Hertz).

Si l'amplitude de la perturbation en tension est suffisamment faible, la réponse du système est linéaire. La réponse en courant peut alors s'exprimer sous la forme :

$$I(t) = I_0 + V I(t) \quad \text{avec} \quad V I(t) = I \sin(\omega t + \varphi)$$

$\varphi$  est l'angle de déphasage entre la perturbation en tension et la réponse du courant.

L'impédance du système est le rapport entre la tension sinusoïdale imposée et le courant résultant. Elle peut être définie par un nombre complexe.

$$Z(\omega) = \frac{\Delta E}{\Delta I} \exp(j\varphi)$$

$Z(\omega)$  peut ainsi être représenté en coordonnées polaires par son module  $|Z|$  et sa phase  $\varphi$  ou en coordonnées cartésiennes par sa partie réelle et sa partie imaginaire ( $\text{Re } Z, \text{Im } Z$ ) :

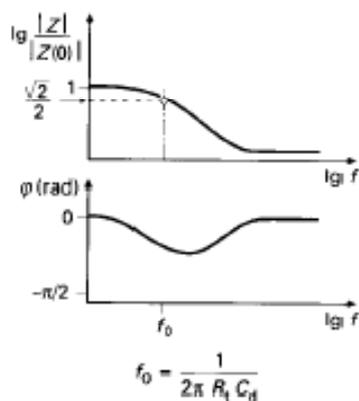
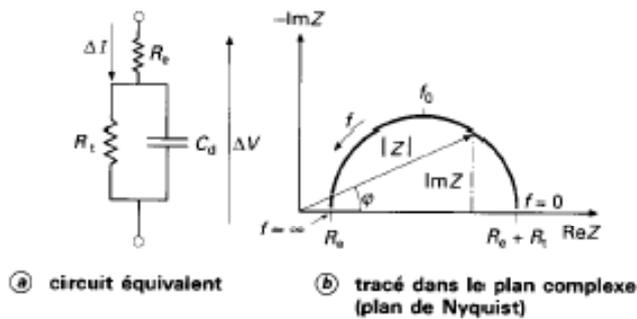
$$Z(\omega) = Z \exp(j\varphi) = \text{Re } Z + j \text{Im } Z$$

Nous pouvons aussi démontrer que :

$$|Z|^2 = (Z_{\text{re}})^2 + (Z_{\text{im}})^2 \quad \text{et} \quad \tan \varphi = \frac{Z_{\text{im}}}{Z_{\text{re}}}$$

La représentation graphique d'une impédance dans le plan complexe pour différentes fréquences est appelée diagramme de Nyquist (figure II.12b). Dans ce cas, la fréquence n'apparaît qu'indirectement sur le diagramme. Les diagrammes de Nyquist permettent de déterminer les paramètres  $R_e$  (résistance de l'électrolyte) et  $R_t$  (résistance de transfert de charge), et de calculer la valeur de  $C_d$  (capacité de la double couche). [7]

Le diagramme de Bode par contre, consiste à porter le logarithme du module et l'angle de déphasage de l'impédance en fonction du logarithme de la fréquence (Figure II.12c).



$C_d$  capacité de double couche  
 $R_e$  résistance de l'électrolyte  
 $R_t$  résistance de transfert

Figure II.12 : Différentes représentations d'une interface électrochimique en spectroscopie d'impédance électrochimique (a), diagramme de Nyquist(b), ou de Bode (c)

#### **II.6.4.1.3/ LES AVANTAGE ET LES INCONVENIENTS DE LA SIE :**

Les techniques de polarisation linéaire sont valables pour les métaux nus dans beaucoup de situations, elles demeurent défectueuses pour l'évaluation des revêtements organiques déposés sur des métaux. La SIE résout ces problèmes.

La technique d'impédance électrochimique apporte une analyse plus complète au pouvoir protecteur des revêtements, comparativement aux méthodes stationnaires, puisqu'elle permet de séparer les mécanismes de cinétiques différentes. Les caractéristiques physiques du film protecteur peuvent, en particulier, être distinguées du mécanisme de transfert de charge intervenant à l'interface substrat/électrolyte et quantifiées en fonction des différents paramètres imposés au système. [6]

Dans les études sur les inhibiteurs de corrosion, la spectroscopie d'impédance permet de déterminer le mode d'action du produit inhibiteur.

L'inconvénient majeur de l'impédance électrochimique réside dans l'interprétation des résultats car il est parfois difficile de trouver le circuit électrique équivalent correspondant le mieux à l'interface électrode/solution. Un circuit idéal n'est pas toujours adéquat pour décrire la réponse électrique du système.

#### **CONCLUSION :**

Dans ce chapitre on a vu les principaux types de corrosion qui peuvent dégrader les aciers inoxydables, à savoir :

La corrosion généralisée, la corrosion par piqure, la corrosion caverneuse, la corrosion intergranulaire, et enfin la corrosion sous contrainte.

On a expliqué plusieurs méthodes de caractérisation, commençant par la microscopie optique qui nous révèle la microstructure du matériau et l'état de la surface et des joints intergranulaire

Ensuite la microdureté qui est une caractéristique mécanique très importante du matériau.

Et enfin plusieurs techniques électrochimiques.

Toutes ces méthodes nous donnent une meilleure vision à l'échelle atomique du matériau et aussi les changements après corrosion dans les différents milieux.

## **CHAPITRE III : CONTROLE NON DESTRUCTIF**

On regroupe sous le vocable essais non destructifs ou encore contrôles non destructifs (ce dernier évoquant mieux l'aspect qualité industrielle que le premier qui évoque plutôt les examens en laboratoire) l'ensemble des techniques et procédés aptes à fournir des informations sur la santé d'une pièce ou d'une structure sans qu'il en résulte des altérations préjudiciables à leur utilisation ultérieure.

Le terme de santé, s'il souligne une certaine parenté avec le domaine des examens d'aide au diagnostic médical, comme la radiologie ou l'échographie, délimite bien l'objectif des contrôles non destructifs qui est la mise en évidence de toutes les défauts susceptibles d'altérer la disponibilité, la sécurité d'emploi et/ou, plus généralement, la conformité d'un produit à l'usage auquel il est destiné.

En ce sens, le contrôle non destructif (CND) apparaît comme un élément majeur du contrôle de la qualité des produits. Il se différencie de l'instrumentation de laboratoire et industrielle puisque l'objet est de détecter des hétérogénéités et anomalies plutôt que de mesurer des paramètres physiques tels que le poids ou les cotes d'une pièce.

### **III.1/ APPLICATIONS ET TENDANCES :**

#### **III.1.1/ CHAMP D'APPLICATION ACTUEL :**

À travers son objectif, on aura compris que le contrôle non destructif est essentiel pour la bonne marche des industries qui fabriquent, mettent en œuvre ou utilisent les matériaux, les produits, les structures de toutes natures. À l'heure où la qualité est devenue un impératif difficilement contournable, le champ d'application des CND ne cesse de s'étendre au-delà de son domaine d'emploi traditionnel constitué par les industries métallurgiques et les activités où la sécurité est primordiale, telles que le nucléaire et l'aéronautique.

Après le contrôle des biens d'équipements, vient celui des biens de consommation. La nature des défauts que l'on cherche à détecter se diversifie du même coup ; on recherche les défauts technologiques ponctuels graves, comme ceux inhérents à la fabrication et à l'utilisation des métaux (fissure de fatigue), mais aussi désormais des défauts d'aspect (taches sur une surface propre) et des corps étrangers nuisibles (éclats de verre dans un emballage alimentaire).

On peut, par ailleurs, considérer que le contrôle non destructif d'un produit ou d'un objet peut être effectué à trois stades différents de sa vie, conduisant à trois types d'application se différenciant à la fois par le contexte industriel et par la nature du contrôle lui-même.

- **Le contrôle en cours de fabrication**

Procède de la philosophie de l'instrumentation industrielle en tant qu'outil de contrôle d'un procédé souvent automatisé et impliquant alors un appareillage installé à demeure en ligne de fabrication présentant une grande robustesse, une réaction rapide, un coût d'exploitation faible et, malgré tout, une bonne fiabilité. Les défauts recherchés sont ici généralement bien identifiés, le fonctionnement est automatique aboutissant à un repérage ou un tri des produits défectueux. Quand le détecteur de défauts ne peut pas être installé en ligne de fabrication, on utilise dans l'industrie des bancs de contrôle correspondant bien souvent à des équipements importants en taille et en coût d'investissement.

- **Le contrôle en recette**

D'un lot de pièces, d'une installation, d'un ouvrage au moment de la livraison procède d'une philosophie de respect de conformité à des spécifications de qualité définies auparavant. Si l'aspect coût et productivité peut avoir encore une certaine importance à ce stade de contrôle, c'est surtout l'aspect procédure de la démarche qui devient primordial, qu'il s'agisse du choix du procédé, du choix des paramètres de réglage, de l'étalonnage, de la présentation et de l'archivage des résultats obtenus. À ce stade, il s'agit de détecter des défauts mais aussi bien souvent d'en définir la nature et les dimensions.

- **Le contrôle en service**

S'effectue sur pièces ou structures lors d'opérations de maintenance ou à la suite de détection d'anomalies de comportement du matériel. On en attend une très grande fiabilité, eu égard à l'importance des risques encourus par la non-détection d'un défaut grave. Pour ce type de contrôle, il convient de pouvoir estimer le mieux possible la nature et les dimensions des défauts pour pouvoir en apprécier la nocivité ; il faut disposer aussi d'une grande reproductibilité de l'examen non destructif, de façon à pouvoir suivre l'évolution du dommage au cours du temps.[11]

### **III.1.2 / TENDANCE ET EVOLUTION :**

Globalement, en tant qu'outil majeur de la politique qualité d'une entreprise, les techniques de CND continueront à élargir leur champ d'application vers de nouveaux secteurs d'activité économique. On constate aussi que l'objectif du contrôle non destructif évolue en rapprochant ce domaine de celui de l'instrumentation ; il ne suffit plus aujourd'hui de détecter un défaut, il faut aussi le caractériser et le dimensionner ; il faut aussi imaginer des techniques et procédés non destructifs aptes à mettre en évidence des hétérogénéités physiques complexes ou des irrégularités de propriétés telles que, par exemple, des variations de microstructure dans un métal, des variations de texture ou de rugosité sur une surface, des variations de propriétés électromagnétiques sur une bande. Ces objectifs sont souvent difficiles à atteindre, car les lois de la physique sont ce qu'elles sont et ainsi, dans ce domaine, les progrès sont lents.

Il n'en va pas de même pour l'automatisation des CND qui bénéficie pleinement des progrès de l'informatique ; il en résulte l'arrivée sur le marché, d'année en année, d'appareillages plus performants, plus fiables et surtout plus faciles à utiliser dans le cadre du respect de procédures de contrôles très strictes. L'évolution des CND doit prendre toutefois en compte l'aspect coût, ce dernier pouvant freiner l'essor de nouvelles techniques très performantes, comme c'est le cas actuellement pour la tomographie X.

## **III.2/ PRINCIPES DE DETECTION DES DEFAUTS PAR DIFFERENTES TECHNIQUES DU CND :**

### **III.2.1/ HETEROGENEITES ET DEFAUTS :**

En fait, détecter un défaut dans une pièce, c'est physiquement, mettre en évidence une hétérogénéité de matière, une variation locale de propriété physique ou chimique préjudiciable au bon emploi de celle-ci. Cela dit, on a l'habitude de classer les défauts en deux grandes catégories liées à leur emplacement : les défauts de surface, les défauts internes.

- **Les défauts de surface**

Accessibles à l'observation directe mais par toujours visibles à l'œil nu, peuvent se classer en deux catégories distinctes : les défauts ponctuels et les défauts d'aspect. La première catégorie (défauts ponctuels) correspond aux défauts les plus nocifs sur le plan technologique, puisqu'il s'agit des criques, piqûres, fissures, craquelures, généralement aptes à provoquer à terme la rupture de la pièce, en initiant par exemple des fissures de fatigue. Dans les pièces

métalliques, l'épaisseur de ces fissures est souvent infime (quelques  $\mu\text{m}$ ) et elles peuvent être nocives dès que leur profondeur dépasse quelques dixièmes de millimètre, ce qui implique l'emploi pour leur détection de méthodes non destructives sensibles, telles que le ressuage, la magnétoscopie, les courants de Foucault, les ultrasons.

La seconde catégorie correspond aux défauts d'aspect, c'est-à-dire à des plages dans lesquelles une variation de paramètres géométriques ou physiques (rugosité, surépaisseur, taches diverses) attire le regard et rend le produit inutilisable. Ici, le contrôle visuel est possible, mais on cherche à le remplacer par des contrôles optiques automatiques.

- **Les défauts internes**

Sont des hétérogénéités de natures, de formes, de dimensions extrêmement variées, localisées dans le volume du corps à contrôler. Leur nomenclature est très étoffée et spécifique à chaque branche d'activité technologique et industrielle. Dans les industries des métaux, il s'agira de criques internes, de porosités, de soufflures, d'inclusions diverses susceptibles d'affecter la santé des pièces moulées, forgées, laminées, soudées. Dans d'autres cas, il s'agira simplement de la présence d'un corps étranger au sein d'une enceinte ou d'un produit emballé. Ici le contrôle visuel est généralement exclu d'office et l'on utilisera donc l'un ou l'autre des grands procédés du CND que sont la radiographie, le sondage ultrasonore, ou encore des techniques mieux adaptées à certains cas comme l'émission acoustique, l'holographie, l'imagerie infrarouge, la neutronographie.

### **III.2.2. PROCEDURES DE CND :**

L'opération de contrôle non destructif d'un objet ne se borne généralement pas à la détection d'éventuels défauts. En effet, même si le choix du procédé, de la méthode et du matériel a été effectué au préalable, il faut envisager toute une procédure ayant les objectifs suivants : fiabilité de l'examen, reproductibilité, localisation des défauts, identification, caractérisation de ceux-ci, en particulier par leur taille, classement, présentation visuelle, décision concernant l'affectation de l'objet, enfin archivage des résultats et des conditions d'examen.

Ce sont des opérations d'étalonnage, de calibrage, de balayage de la sonde, de traitement des données qui permettent d'atteindre ces objectifs désormais dans de bonnes conditions, grâce à l'apport intensif de l'informatique en temps réel.

### III.2.3/ CLASSEMENT ET PERFORMANCES DES PROCÉDES DE CND :

Les procédés de contrôle non destructif résultent de la mise en œuvre des principes et techniques physiques précédents. Ils sont assez nombreux. Certains sont anciens, d'autres récents ; certains sont simples, d'autres complexes ; certains sont très employés, d'autres peu.

On les classe habituellement en deux familles selon qu'ils favorisent la détection des défauts de surface ou des défauts internes. Le tableau III.1 dresse la liste des procédés actuellement utilisés en contrôle industriel et résume leurs principes et leurs champs d'application spécifiques.

Les performances des procédés de contrôle non destructif résultent à la fois de considérations théoriques et pratiques.

Types de procédés	Méthodes de contrôle	Principes physiques	Types de défauts Détectés	Domaines d'application	Points forts	Points faibles
Optiques	Examen visuel direct ou assisté	Vision Perturbation d'une réflexion	Défauts débouchant, fissure, criques, trous	Contrôle manuel de tous produits à surface accessible	Souplesse	Productivité, fiabilité
	Contrôle laser			Contrôles automatiques de bandes et tôles	Productivité	Taux de fausses alarmes
	Contrôle TV	Formation d'une image	Défauts d'aspect, taches	Contrôle automatique en fabrication des produits divers	Productivité	Défauts fins
	Interférométrie holographique	Détection de microdéformations provoquées	Délamination, décollements	Contrôle en atelier de parois non métalliques	Contrôle des composites	Interprétation, productivité
	Thermographie infrarouge	Cartographie de perturbations thermiques	Délamination, hétérogénéités diverses	idem Contrôle sur site	Cartographie	Caractérisation des défauts
Ressuage	Ressuage	Effet de capillarité	Défauts fins débouchant	Contrôle manuel de tous produits à surface accessible	Simplicité Faible coût	Productivité, peu quantitatif
Flux de fuite magnétique	Magnétoscopie	Accumulation de poudre	Défauts fins débouchants et sous-cutanés	Produits ferromagnétiques (aciers)	Sensibilité	Réservé aux aciers Peu quantitatif
	Détection de flux de fuite	Distorsion d'un flux magnétique	Défauts fins débouchants		Sensibilité Automatisation	Fragilité des sondes

Électromagnétiques	Courants de Foucault	Perturbations d'un courant	Défauts fins débouchant	Contrôle en ligne et sur chantier de tous produits métalliques	Sensibilité Automatisation	Matériaux non conducteurs Interprétation
	Potentiel électrique	Perturbations d'un courant	Mesure de profondeur de défauts	Tous produits conducteurs	Simplicité Faible coût	Contrôle manuel Lent
	Hyperfréquences	Transmission ou réflexion radar	Hétérogénéités diverses	Matériaux peu conducteurs	Contrôle sans contact	Interprétation du signal
Rayonnements ionisants	Radiographie X	Atténuation d'un flux	Défauts internes	Contrôle en atelier et sur site de tous matériaux	Cartographie Souplesse de réglage	Protection Détection des fissures
	Radiographie $\gamma$			Contrôle en ligne	Fortes épaisseurs	Profondeur des défauts
	Radioscopie en temps réel				Productivité	Résolution limitée
	Tomographie X			Contrôle de structures non métalliques	Imagerie en coupe	Coût Productivité
	Neutronographie			Corps hydrogénés	Complète la radiographie	Équipement Condition d'emploi
	Diffusion Compton	Rétrodiffusion	Délaminations	Contrôle des composites		
Vibrations mécaniques	Ultrasons	Perturbation d'une onde Échographie	Défauts internes Défauts débouchants	Contrôle manuel ou automatique de la majorité des matériaux	Grande sensibilité Nombreuses méthodes d'auscultation	Conditions d'essai Interprétation des échos Couplage
	Émission acoustique	Émission provoquée par sollicitation mécanique	Criques Fissures	Parois de gros récipients Structures diverses	Contrôle global avec localisation des défauts	Interprétation Bruits parasites
	Essais dynamiques	Perturbations d'un amortissement Mesure de vitesse	Criques Fissures	Contrôle de pièces moulées	Productivité	Qualitatif
Tests d'étanchéité	Essais hydrostatiques	Détection de bulles	Défauts débouchants dans joints ou parois, zone perméable	Tubes et enceintes en tous matériaux	Grande étendue de flux de fuite selon la méthode	Contingences diverses selon la méthode
	Tests avec gaz traceurs (halogènes, hélium)	Détection chimique				
	Détection sonore	Bruit acoustique				

Tableau III.1 : Les procédés de contrôle non destructif.

### **III.3/ PROCÉDES OPTIQUES :**

#### **III.3.1/ EXAMEN VISUEL :**

L'examen visuel est le premier des procédés de contrôle, le plus simple et le plus général puisque c'est aussi le point final de la majorité des autres procédés non destructifs. En examen préalable, l'inspection visuelle d'un objet, d'une structure, d'un assemblage tel qu'une soudure permettra de guider un observateur expérimenté dans la définition d'une autre technique : choix de l'angle de tir en radiographie, direction de magnétisation, fréquence ultrasonore.

L'examen visuel direct des pièces peut constituer un contrôle suffisant pour la détection des défauts débouchant en surface et surtout des hétérogénéités locales et superficielles (taches de différentes natures) constituant des défauts d'aspect rédhibitoires pour des produits plats du type tôles, tissus, verre, etc. Toutefois l'examen purement visuel présente des limitations de différentes natures que nous allons examiner et qui justifient l'éclosion de toute une gamme de procédés de contrôle optique, dont les principaux sont décrits plus loin.

#### **III.4/ RESSUAGE :**

Le ressuage est un terme qui désigne l'extraction d'un fluide d'une discontinuité dans laquelle il s'était préalablement accumulé au cours d'une opération d'imprégnation. L'imprégnation d'une fissure par un liquide, tirant profit de ses propriétés tensio-superficielles, conduit, par l'intermédiaire d'un ressuage avant l'observation visuelle, à un moyen de recherche de défauts de surface qui est parmi les plus anciens, les plus simples et les plus largement utilisés de nos jours.

Le mécanisme de révélation des défauts par ressuage correspond aux trois phases illustrées sur la figure III-1: application du pénétrant suivie d'un temps d'imprégnation, élimination de l'excès du pénétrant sur la surface de la pièce, ressuage du pénétrant par disposition d'une couche de « révélateur » sur la surface. À la suite de quoi, l'image des défauts apparaîtra à l'observateur dans la mesure où l'étalement du pénétrant sur le révélateur conduit à une nette variation de couleur ou de luminance.

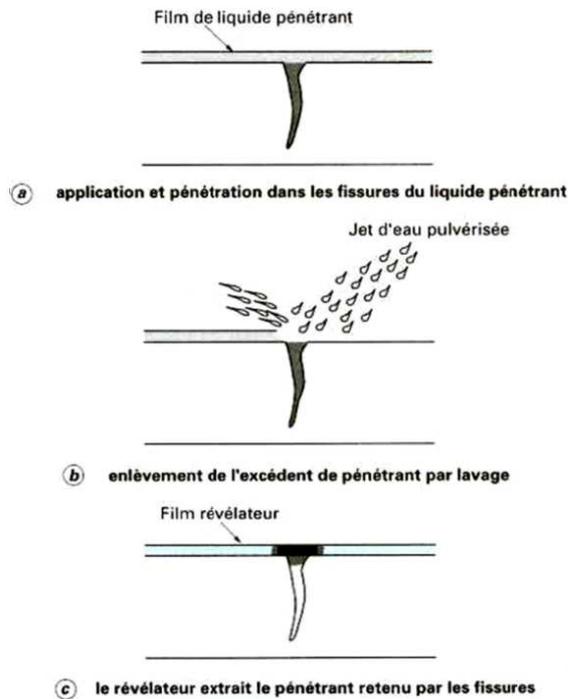


Figure III.1 : Principe de la méthode de ressuage par liquide pénétrant pré-émulsifié.

### III.5/ PROCÉDES A FLUX DE FUITE MAGNETIQUE :

#### III.5.1 / PRINCIPE ET BASES PHYSIQUES :

La théorie des circuits magnétiques indique que la présence d'un entrefer correspond à un fort accroissement local de la réluctance du circuit et donc de la différence de potentiel magnétique (d.p.m.), constituant ainsi un obstacle au flux magnétique dont les lignes de force doivent alors s'épanouir latéralement selon un flux de fuite comme l'indique la figure III-2. Cet effet de dispersion des lignes de flux s'exerce même pour un entrefer minime, dans la mesure où le rapport des réluctances entre l'entrefer et le circuit est inversement proportionnel à la perméabilité relative de celui-ci, soit un rapport de 500 à 1 000 pour un circuit ferromagnétique en acier excité en deçà de la saturation.

Cet effet de dispersion d'un flux magnétique hors d'une pièce ferromagnétique, au droit d'une fissure débouchante ou sous-cutanée (ou toute autre hétérogénéité non ferromagnétique se comportant comme un entrefer), est à la base d'une gamme de procédés magnétiques de détection des défauts de surface dans les aciers dont le plus connu et le plus employé est la magnétoscopie. Ces procédés magnétiques diffèrent entre eux principalement par le mode de mise en évidence du flux de fuite magnétique correspondant à la dispersion de flux décrite ci-dessus.

### III.5.2/ MAGNETISME :

Magnétisation et démagnétisation des pièces La magnétoscopie existe depuis longtemps, mais ce n'est qu'assez récemment que l'on s'est réellement préoccupé de définir et de maîtriser les conditions magnétiques les mieux adaptées à un contrôle sensible et fiable. La sensibilité de détection des défauts dépend en effet de la nature, de la direction et de l'intensité de la magnétisation de la pièce, qui doit bien entendu être elle-même ferromagnétique, donc, en pratique, en acier quelle qu'en soit la nuance, à l'exclusion des aciers austénitiques inoxydables qui sont amagnétiques bien que contenant du nickel, et de certaines nuances au chrome-molybdène dont le ferromagnétisme est insuffisant pour obtenir une d.p.m. suffisante.

La première chose à noter est que le champ magnétique à considérer est celui qui s'exerce à proximité et en surface de la pièce ; il devra être perpendiculaire à la direction présumée des fissures recherchées, sinon l'effet d'entrefer sera minimisé, et même annulé s'il s'agit de directions parallèles. Le contrôle de l'orientation du flux magnétique et de son intensité s'effectue par la mesure du champ magnétique tangentiel, à l'aide d'un appareil à sonde de Hall que l'on déplace sur la surface de la pièce.

Pour les pièces de forme complexe, on doit vérifier qu'en tout point le champ magnétique atteint la fourchette de valeurs que l'on s'est fixée pour l'essai. Un champ trop faible, hors de la zone du début de saturation sur la courbe d'hystérésis du produit, ne pourra pas provoquer un effet de flux de fuite suffisant pour être mis en évidence ; à l'inverse, un champ trop fort risque de provoquer de fausses indications et un trop grand bruit de fond.

Pour le contrôle magnétoscopique, les valeurs de champ tangentiel recommandées par les nombreuses normes et spécifications sont en fait très étalées, variant de moins de 800 à 12000 A/m (10 à 150 œrsteds) en fonction de la nature de la pièce et de la finesse des défauts recherchés. À titre d'exemple de choix, on peut indiquer qu'un champ d'au moins 1 000 à 1 500 A/m sera suffisant pour un contrôle de défauts notables sur des barres en acier au carbone, alors qu'un champ d'au moins 10 000 A/m sera requis pour le contrôle de pièces de sécurité forgées pour l'aéronautique. La figure III-3 illustre les cycles d'hystérésis et les courbes de perméabilité relative de quelques aciers.

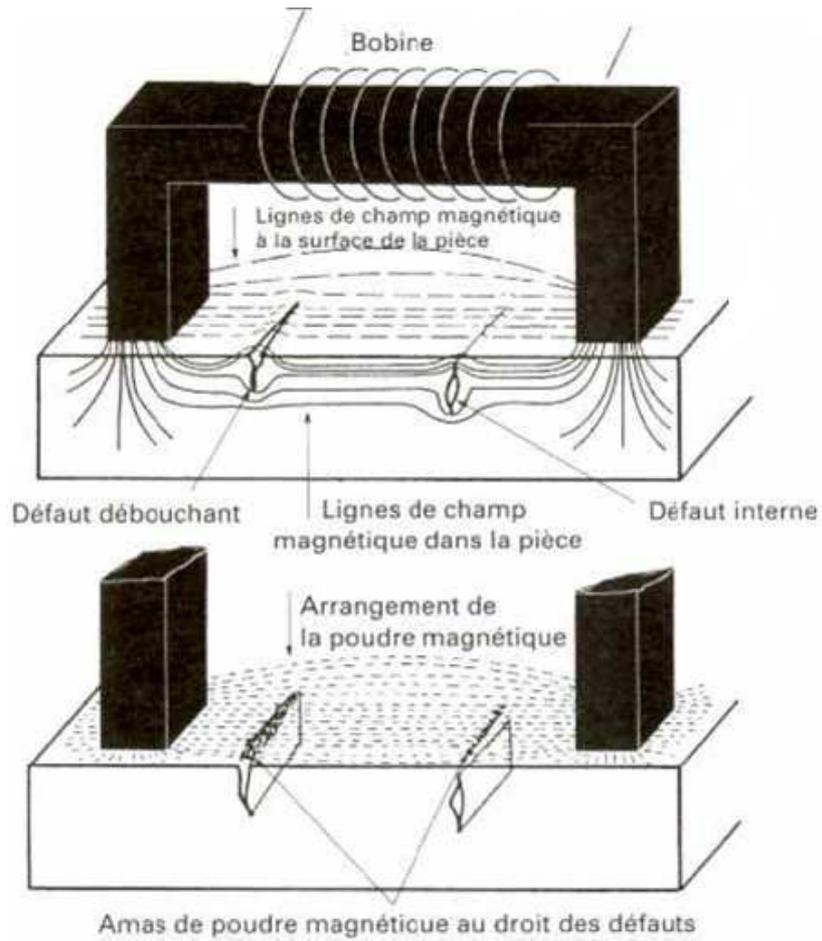


Figure III.2 : Contrôle par magnétoscopie

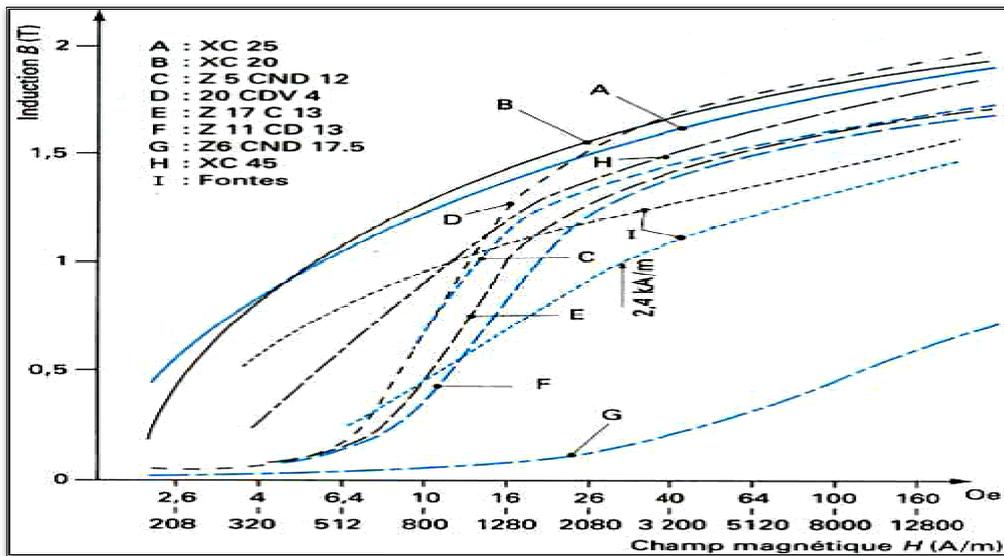


Figure III.3 : Courbes d'induction d'aciers de construction mécanique

### **III.5.2.1/ MODE D'AIMANTATION :**

La nature et l'orientation générale du champ magnétique vont dépendre de celles du courant électrique utilisé pour le produire soit par magnétisation directe à l'aide d'un électroaimant, soit par le passage du courant lui-même dans la pièce à contrôler (délivrant un champ circconférentiel). Un courant continu produira un champ magnétique continu favorable à la détection des défauts.

### **III.5.2.2/ DEMAGNETISATION :**

Avant et surtout après un examen magnétoscopique, il peut être indispensable de démagnétiser soigneusement la pièce, c'est-à-dire de faire disparaître au mieux le magnétisme rémanent qui peut affecter tout ou partie d'un matériau ferromagnétique ayant été sollicité par des champs magnétiques ou même soumis à des facteurs magnétiquement actifs comme l'écroutissage des aciers.

Sans démagnétisation préalable, un contrôle par magnétoscopie peut être perturbé lorsqu'il s'agit de pièces ayant été soudées à l'arc, manipulées par électroaimants ou posées sur un plateau magnétique lors de leur usinage. À l'inverse, la magnétisation pour l'examen magnétoscopique engendre la présence après coup d'une aimantation résiduelle plus ou moins importante selon le type de magnétisation, la nuance de l'acier, son état structural (revenu, trempé), la forme de la pièce qui, si elle est tourmentée, peut comporter des « pièges à magnétisme ». Ce magnétisme rémanent peut constituer une gêne pour l'utilisation ultérieure des pièces, qu'il s'agisse de mise en œuvre comme le soudage par bombardement électronique qui ne tolère pas plus de 1 à 8 fois la valeur du champ magnétique terrestre (soit moins de  $4 \cdot 10^{-4}$  T), comme l'usinage pour lequel le collage des copeaux sur la pièce apparaît à partir de  $8$  à  $10 \cdot 10^{-4}$  T, ou encore l'utilisation finale comme en aéronautique.

### **III.5.3 / AVANTAGES ET LIMITES :**

Bien conduit, l'examen magnétoscopique se révèle d'une sensibilité sans égale pour la détection des défauts de surface les plus ténus sur les pièces en acier et autres alliages ferromagnétiques. Le procédé, grâce à ses nombreux moyens de mise en œuvre et de réglage, s'adapte bien au contrôle de nombreux types de pièces manufacturées.

La recherche par magnétoscopie des défauts sous-cutanés est possible mais nettement plus délicate, ce qui fait qu'on aura tendance à préférer ici le contrôle par ultrasons, bien qu'il soit possible de mettre en évidence par magnétoscopie des hétérogénéités non visibles par tout autre procédé ; c'est le cas par exemple de la recherche d'amas d'inclusionnaires dans des tôles minces, ce contrôle ne pouvant malheureusement être effectué que sur des échantillons de faibles dimensions.

Une des faiblesses de la magnétoscopie est en effet sa relativement faible productivité liée à la durée des manutentions et de l'examen visuel des surfaces ; nous avons vu qu'une automatisation partielle ou totale était réalisable mais, en définitive, ce sont les procédés à mesure de flux de fuite qui ont permis d'envisager un contrôle à grand débit des produits sidérurgiques longs de types barres, tubes ou fils. Ces procédés sont très performants, puisqu'ils permettent de détecter des criques et lignes de profondeur supérieure à 0,3mm sur des barres brutes et de l'ordre de 0,1mm ou parfois moins sur des produits tréfilés ou calibrés. C'est ainsi que ces appareils à flux de fuite figurent au catalogue des principaux constructeurs d'appareillages à courant de Foucault avec lesquels ils se partagent le marché du contrôle des produits longs.

### III.6. LE BRUIT DE BARKHAUSEN :

Un aimant tourne lentement, induisant dans un barreau ferromagnétique un renversement de Polarisation selon un mouvement périodique, la période est de 1s environ, un enroulement Capte les variations de flux magnétique dans le barreau, qui sont transmises après amplification à un haut parleur.

Normalement aucun son audible ne devrait être émis, or à chaque renversement de la polarisation un bruit rappelant l'écoulement de petits grains dans un récipient, se fait entendre, ce problème démontre que sous l'effet de champ extérieure suffisamment important La polarisation ne se fait pas de façon continue, mais par petits sauts successifs:

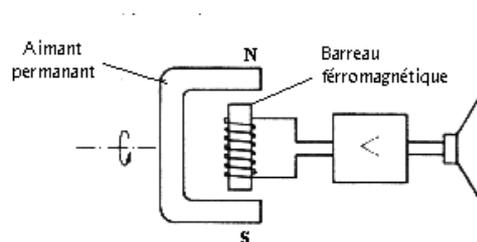


Figure III.4 : Expérience de Barkhausen

Afin d'expliquer ce caractère, il faut imaginer l'interaction des microstructures cristallines et magnétique.

Le cristal peut contenir un grand nombre d'imperfections, précipités, lacunes, dislocation et jointe de grains, pour généraliser tout ce que peut altérer la perfection de réseau cristallin.[13]

- En arrivant sur un défaut, la paroi va se bloquer et rester encrée, si le champ appliqué augmente la paroi va se détacher brusquement pour aller jusqu'à un nouveau défaut.

La capacité qu'ont les défauts à bloquer une paroi dépend de leur nature et de l'énergie d'interaction qui existe entre eux et la paroi.

- Le mouvement brusque de la paroi se traduit par une impulsion Barkhausen, le bruit de Barkhausen est donc un bruit haute fréquence qui génère les mouvements des parois de Bloch.

### **III.6.1/ LA DISCONTINUITÉ DU PROCESSUS D'AIMANTATION :**

Le comportement magnétique d'un matériau se décrit en termes de processus d'aimantation.

-Au niveau macroscopique, il est présenté par « le cycle d'hystérésis ».

-Au niveau microscopique, il est représenté par « le bruit Barkhausen ».

Sous l'effet d'un champ magnétique, la microstructure magnétique d'un matériau se modifie les domaines dont l'aimantation est proche au sens de champ appliqué vont grandir aux dépens des domaines voisins, cette modification de la microstructure magnétique se traduit par le déplacement des parois de Bloch

Sur leurs trajets les parois rencontrent toutes les imperfections présentes dans le cristal, telles que les lacunes, précipités, et les dislocations, tous ces défauts vont agir comme des points d'encrage qui stoppent le déplacement des parois, si le champ appliqué augmente encore l'énergie apportée est suffisamment importante pour provoquer le décrochage de la paroi qui se déplace brusquement jusqu'aux défauts suivantes.

-la discontinuité de déplacement des parois dépend de la nature et de la taille de ces défauts par exemple un atome de carbone, en solution solide dans le fer ne présentera pas la même force d'encrage pour une paroi d'un autre élément, il est en générale admis que les encrages les plus puissants sont donnés par les défauts de taille équivalente à l'épaisseur d'une paroi de Bloch.

### **III.6.2/ MESURE DE BRUIT DE BARKHAUSEN :**

Chaque saut d'une paroi de Bloch induit une perturbation électromagnétique, une bobine (Sonde) judicieusement placée et orientée sur le matériau permet de transformer les variations de flux induit par la perturbation en des impulsions de tension, chaque événement de Barkhausen dans le matériau induit une impulsion de tension aux bornes de la bobine réceptrice et la somme de tous ces événements forment ce qu'on appelle « bruit de Barkhausen » dont l'intensité dépend du champ appliqué et de la capacité des défauts.

### **III.6.3/ EXCITATION MAGNETIQUE :**

L'excitation magnétique de la pièce à contrôler est assurée par un électroaimant, sa forme dépend de la géométrie de la pièce à contrôler, il peut être avec ou sans noyau magnétique.

-La bobine excitatrice est alimentée par un courant variable fournie par un amplificateur de puissance, un champ intense est nécessaire pour magnétiser la pièce de manière suffisante, l'utilisation de noyau nous a permis d'amplifier et de focaliser le champ magnétique.

-L'excitation magnétique conditionne fortement la qualité de la mesure de bruit BN et les paramètres principaux sont les suivantes

### III.6.4/ AMPLITUDE DE CHAMP MAGNETIQUE :

L'amplitude de champ magnétique conditionne la partie de cycle d'hystérésis étudié dans le matériau. Pour cela nous avons effectué deux opérations :

1. De saturation à saturation pour décrire tout le phénomène de processus d'aimantation (figure III.5)
2. balayer la zone de capture de façon à obtenir un niveau moyenne de l'effet BN (figure III.6).

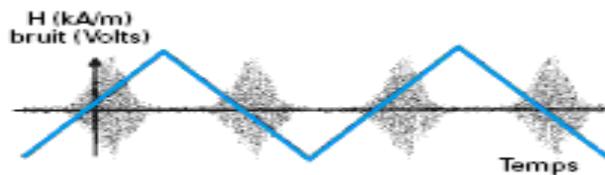


Figure III.5 : Description complète de processus d'aimantation



Figure III.6 : Description partielle de processus d'aimantation

(Agitation magnétique au centre du cycle d'hystérésis)

### III.6.5/ FREQUENCE DE MAGNETISATION :

A cause de phénomène de peau, La fréquence d'application de champ limite le volume pris en compte dans la matière. Dans le cas d'une magnétisation locale (par électroaimant) la pénétration de la magnétisation est limitée en profondeur, c'est-à-dire que le volume pris en compte dépend de la géométrie de l'inducteur et de caractéristiques du courant d'excitation en amplitude et en fréquence.

### III.6.6/ FORME DE CHAMP APPLIQUE :

Le cas idéal est l'application d'un champ à vitesse constante, car le niveau de bruit BN dépend à chaque instant de la vitesse d'application de champ.

L'expérience montre que cette condition fournit une parfaite reproductibilité et permet de connaître la position de signal BN en fonction de l'excitation magnétique (capture).

Par Comparaison de l'évolution du signal BN dans le cas d'un signal d'excitation triangulaire et dans le cas d'application d'un signal sinusoïdal, (figure III.7).

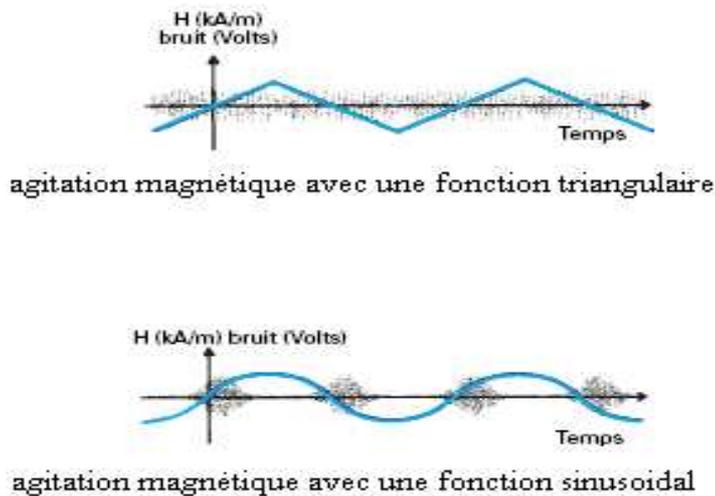


Figure III.7 : comparaison de niveau de bruit Barkhausen.

On remarque bien que l'agitation avec un signal triangulaire donne une bonne reproductibilité (bruit de BN) car la vitesse d'application de champ est constante, alors qu'avec un signal sinusoïdal, le niveau de bruit est quasiment nul pendant les crêtes de sinus car le champ presque ne varie pas à ces moments.

### **III.6.7/ L'ACQUISITION DE SIGNAL BN :**

L'acquisition de bruit est assurée par un enroulement récepteur, le signal mesuré est de très faible amplitude. Il est d'abord pré amplifié. Le bruit BN couvre une large gamme de fréquence, il faut prévoir un filtre passe bande. Pour éliminer la parasite haute fréquence et pour s'affranchir aux variations lentes de flux magnétique à travers la section de sonde réceptrice.

### **III.7/ CYCLE D'HYSTERISIS ET COURBE DE PREMIERE AIMANTATION:**

#### **III.7.1 / COURBE DE PREMIERE AIMANTATION :**

Prenons un morceau de fer polycristallin dans son état naturel, il est désaimanté, lorsqu'une excitation est appliqué à ce matériau la configuration en domaines va évoluer de façon à s'orienter dans le sens de champ appliqué:

-Pour des valeurs faible de champ appliqué : les domaines dont l'aimantation est proche par rapport au champ extérieur vont croître au détriment d'autre moins bien orientés (processus réversible).

-Pour des valeurs de champ plus élevés : les phénomènes s'amplifient et deviennent irréversible, cette étape intervient jusqu'à la disparition complète des domaines défavorablement orientées.

-Pour des valeurs de champ appliqué encore plus élevé : l'aimantation dans le cristal va quitter, une direction de facile aimantation pour s'orienter dans le sens de champ .la saturation magnétique est alors atteinte. [12]

#### **III.7.2/ LE CYCLE D'HYSTERISIS :**

En faisant décroître le champ appliqué à partir de la saturation magnétique, les phénomènes inverses à ceux décrit pour la courbe de première aimantation vont se produire :

-Le retour de l'aimantation vers une direction de facile aimantation.

-La création de nouveaux domaines et de domaines de fermeture (germination).

Cependant pour une valeur de champ appliqué nulle, l'état désaimanté n'est pas obtenue, il subsiste une induction rémanente  $B_r$ . Pour trouver un matériau globalement désaimanté il est nécessaire d'appliquer un champ extérieur négatif c'est le champ coercitif  $H_c$ , cette grandeur dépend très fortement de la mobilité des parois de Bloch.

-L'ensemble de ces propriétés traduit le phénomène d'hystérésis, le cycle hystérésis s'obtient en ramenant un matériau de saturation à saturation en sens inverse.

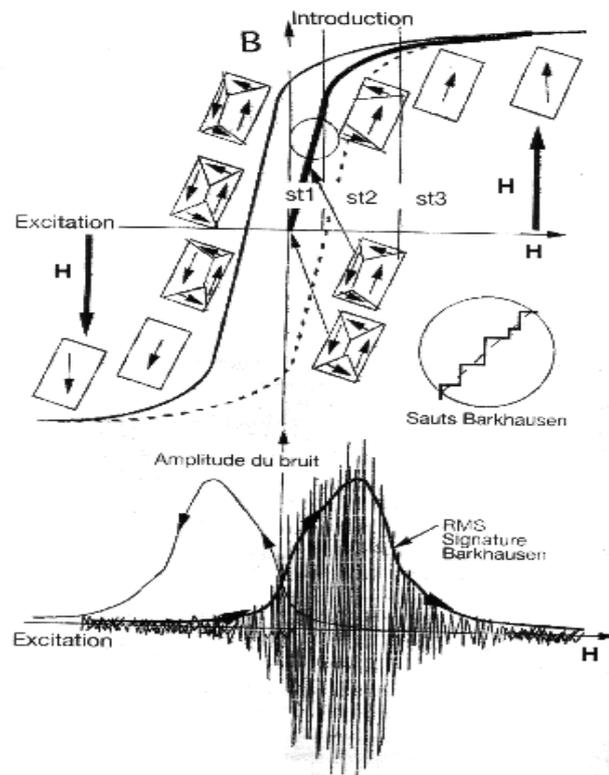


Figure III.8 : Le cycle d'hystérésis

**Stade 1 :** Les domaines de Weiss principaux les mieux orientés par rapport à la direction du champ d'excitation magnétique (vertical ascendant dans le cas du dessin) grandissent au détriment des autres. Cette modification de la microstructure magnétique s'effectue par des mouvements de parois de Bloch à  $180^\circ$ .

**Stade 2 :** Il correspond à la disparition des domaines de fermeture. Cette partie s'accompagne principalement de mouvements de parois de Bloch à  $90^\circ$ . A la fin du stade 2, chaque cristal est un mono domaine magnétique orienté dans la direction de magnétisation.

**Stade 3 :** Il correspond à la saturation magnétique sous l'effet de l'excitation magnétique croissante, les moments magnétiques atomiques vont progressivement quitter les directions cristallines de facile aimantation pour s'aligner dans la direction de magnétisation. C'est un phénomène continu qui nécessite un très fort champ pour être complet (saturation magnétique).

**Le bruit de Barkhausen :**

Les stades 1 et 2 correspondent à des mouvements de parois de Bloch à  $180^\circ$  et  $90^\circ$ . Ces mouvements sont discontinus (voir loupe), car les parois sont ancrées sur les imperfections de la microstructure cristalline (joints de grains, précipités, atomes étrangères, dislocations, etc.) Ces mouvements discontinus (sauts Barkhausen) correspondent à des variations locales et rapides de flux magnétique qui génèrent des ondes électromagnétiques, il est alors possible de les capturer avec une bobine judicieusement placée, c'est le bruit Barkhausen. La présence de défauts cristallins influe sur la forme du diagramme BH.

### **III.7.3/ CONSEQUENCE : CARACTERISATION DES MATERIAUX PAR LE CYCLE D'HYSTERESIS :**

L'induction rémanente  $B_r$  et le champ coercitif  $H_c$  sont des propriétés spécifiques qui permettent la caractérisation des différents matériaux. On distingue deux classes de matériaux

#### **a/ Les matériaux magnétiques doux :**

Ce sont les matériaux qui doivent avoir une aptitude à inverser très facilement leurs aimantations et à transmettre des variations de flux magnétique. L'induction de saturation est élevée, ils possèdent une aimantation rémanente facile à annuler, le champ coercitif  $H_c$  est faible, contrairement au matériau dit dur, un matériau doux présente un cycle d'hystérésis très petit leurs coercivités est compris entre  $(0,01A/m < H_c < 100A/m)$ , c'est la base des machines tournantes ou tout système magnétique voyant une induction alternative ( $\mu_r$  dans la zone linéaire : 50 à 10000).

Ils sont réalisés à base de fer. En fonction de l'alliage utilisée on trouve différentes valeurs de champ de saturation, nous citerons quelques exemples nommés dans la littérature.

Fe :  $B_s=2,2T$

FeSi :  $B_s=1,8T$

FeCo :  $B_s=2,4T$

FeNi :  $B_s=1,3T$

Les matériaux les plus doux présentent une bonne pureté et peu de défauts. Ils permettent des déplacements aisés des parois de domaines magnétiques, ces matériaux ont des applications variées (blindages, transformateurs d'impulsions et HF, filtres, amplificateurs magnétiques...). [16]

Les matériaux magnétiquement doux dissipent de l'énergie dans un régime dynamique, cette énergie est sous forme de chaleur, ces pertes magnétiques se décomposent en pertes par hystérésis et pertes par courants de Foucault.

#### **b/ Les matériaux magnétiques durs :**

Matériaux qui présentent une forte aimantation rémanente et difficile à annuler ( $H_c$  est grand). Ils sont utilisés pour la fabrication des aimants permanents, ce sont des matériaux qui présentent un cycle d'hystérésis très large ( $10^4 \text{ A/m} < H_c < 10^6 \text{ A/m}$ ).

### **III.8/ COURANTS DE FOUCAULT :**

#### **III.8.1/ PRINCIPE ET BASES PHYSIQUES :**

##### **III.8.1.1/ PRINCIPE DE LA DETECTION PAR COURANT DE FOUCAULT :**

Lorsque l'on place un corps conducteur dans un champ magnétique variable dans le temps ou dans l'espace, des courants induits se développent en circuit fermé à l'intérieur de celui-ci, ce sont les courants de Foucault (physicien français 1819-1868).

Ainsi, une bobine parcourue par un courant variable, alternatif par exemple, génère de tels courants induits qui, créant eux-mêmes un flux magnétique qui s'oppose au flux générateur, modifient par là-même l'impédance de cette bobine. C'est l'analyse de cette variation d'impédance qui fournira les indications exploitables pour un contrôle ; en effet, le trajet, la répartition et l'intensité des courants de Foucault dépendent des caractéristiques physiques et

géométriques du corps considéré, ainsi bien entendu que des conditions d'excitation (paramètres électriques et géométriques du bobinage).

On conçoit dès lors qu'un défaut, constituant une discontinuité électrique venant perturber la circulation des courants de Foucault, puisse engendrer une variation d'impédance décelable au niveau de la bobine d'excitation (ou de tout autre bobinage situé dans le champ).

Ce principe simple est surtout utilisé pour détecter des **défauts superficiels**, dans la mesure où les courants de Foucault ont tendance à se rassembler à la surface des corps conducteurs (effet de peau).

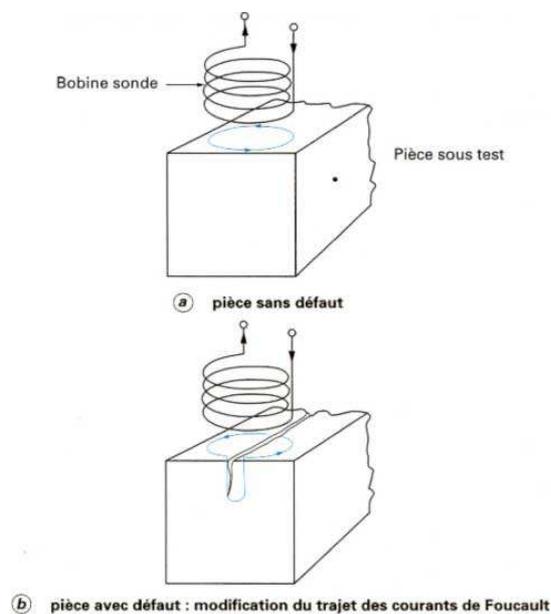


Figure III-9 : Principe de la détection par courants de Foucault

### III.8.1.2/ REPARTITION DES COURANTS DE FOUCAULT :

#### 1) Loi fondamentale :

La répartition des champs magnétiques et des courants induits dans un matériau conducteur, et éventuellement magnétique, est régie par les lois fondamentales de l'électromagnétisme dont la formulation la plus générale est donnée par les équations de Maxwell :

$$\begin{aligned} \vec{\text{rot}} \quad \vec{H} &= \vec{J} + \frac{\vec{D}}{\partial t} \\ \vec{\text{div}} \quad \vec{B} &= 0 \end{aligned}$$

$$\text{rot } \vec{E} = \underline{\vec{B}} \dot{t}$$

Avec  $\vec{H}$  et  $\vec{B}$  : Vecteurs champ et induction magnétiques,

$\vec{E}$  et  $\vec{D}$  : Vecteurs champ et induction électriques

$\vec{J}$  : Vecteur densité de courant,

Sachant par ailleurs que l'on a les relations :

$$\vec{B} = \mu(H) \vec{H}$$

$$\vec{D} = \varepsilon \vec{E}$$

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \quad (\text{loi d'Ohm})$$

Avec  $\mu(H)$  perméabilité absolue du matériau pour le champ  $H$ ,

$\varepsilon$  permittivité du matériau,

$\sigma$  conductivité du matériau.

On peut résoudre ce système d'équations dans deux cas simples qui s'approchent assez bien des deux principales configurations du contrôle industriel par courants de Foucault

- Le cas d'une bobine encerclant une barre pleine (ou un tube) ;

- Le cas d'une bobine disposée à plat près de la surface d'un corps massif.

## 2) L'effet de peau

Si, pour les deux configurations précédentes, on suppose que les paramètres électromagnétiques sont constants et que le corps conducteur est isotrope et homogène, de longueur ou de profondeur infinies, que le courant d'excitation est sinusoïdal de pulsation  $\omega$ , on peut alors calculer l'induction et la densité de courants induits.

Diagramme de fonctionnement Effets des courants induits sur une bobine

Les sondes de contrôle par courants de Foucault sont toujours des bobines de formes variées, uniques ou multiples, éventuellement couplées, caractérisées électriquement par une résistance  $R$  et une réactance  $X = L \omega$  se combinant en une impédance  $Z$ ; le point de fonctionnement de la bobine peut être ainsi illustré par

L'extrémité du vecteur dans le plan complexe  $R, X$  (figure III-8). Il est utile, pour définir les conditions d'un contrôle, de connaître l'influence des différents paramètres en jeu sur cette impédance  $Z$ . Les modèles analytiques ou numériques mentionnés paragraphe III.8.1.2

permettent de tracer les diagrammes théoriques qu'il sera utile de compléter par des résultats d'expérience, en particulier pour connaître l'influence de la présence des défauts recherchés et ainsi choisir la phase qui permet la meilleure sensibilité de détection (figure III-8).

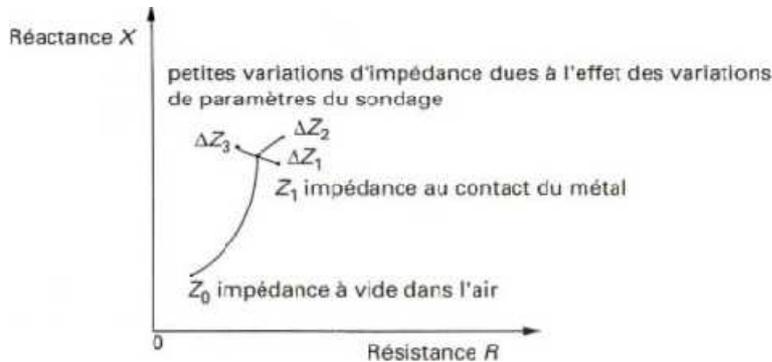


Figure III-10 : Représentation des variations d'impédance d'une bobine

L'influence de la conductivité  $\sigma$  et de la fréquence  $f$  se matérialise dans le plan complexe par des courbes ayant l'allure d'arcs de cercles centrés sur l'axe  $OX$ . Une perméabilité magnétique relative croissante engendre un réseau homothétique de courbes, comme l'illustre la figure III-9 pour laquelle on a pris la représentation usuelle du diagramme normalisé en  $L_0\omega$  ( $L_0\omega$  étant l'inductance de la bobine dans l'air).

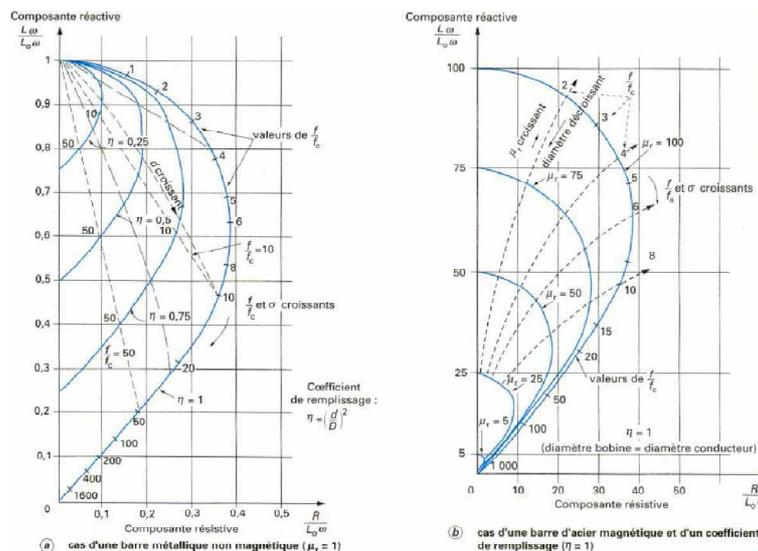


Figure III-11 : Diagrammes théoriques de l'impédance normalisée d'une bobine de diamètre  $D$  encerclant une barre métallique ferromagnétique ou non de diamètre  $d$ .

### **III.8.2. PERFORMANCE ET LIMITATION :**

Les possibilités offertes par la sensibilité de détection et l'automatisation aisée du contrôle par courants de Foucault sont très appréciées sur le plan industriel. L'absence de contact entre la sonde et la pièce à contrôler, la possibilité de défilement à grande vitesse et la facilité d'intégration du procédé dans les chaînes de production donnent à cette technique de contrôle un avantage certain par rapport aux autres procédés.

Les courants de Foucault constituent par ailleurs un moyen de contrôle exceptionnellement fidèle et ce malgré la complexité des phénomènes électromagnétiques mis en œuvre et la multitude des paramètres d'action. Ce caractère d'excellente reproductibilité est très important pour les contrôles en maintenance, ainsi que pour la qualité des procédures d'étalonnage du matériel. Il est possible, avec les courants de Foucault, de détecter d'infimes hétérogénéités de surface ; toutefois cette grande sensibilité concerne bien entendu tous les paramètres perturbateurs, ce qui fait que, pour certaines applications, on pourra avoir du mal, malgré des réglages optimisés de la fréquence et de la phase, à obtenir un rapport signal/bruit satisfaisant et donc un contrôle fiable, sans fausses alarmes. Il existe des remèdes à cette situation pouvaient être utilisés : techniques multifréquences, saturation magnétique des aciers pour minimiser l'effet perturbateur des variations locales de la perméabilité magnétique, traitement du signal par filtrage ou par des procédures plus complexes apparentées au traitement d'image. En ce sens, le contrôle par courants de Foucault bénéficie pleinement des progrès constants de l'électronique et de l'informatique.

## CONCLUSION :

On a vu brièvement la nature, et le domaine d'application et tendance du contrôle non destructif, on peut résumer les différents procédés du CND dans des grandes familles :

- Procédé optique :
- Procédés à flux de fuite magnétique.
- Procédés électromagnétique.
- Procédés à vibration mécanique.
- Procédés de ressuage.
- Procédés à rayonnements ionisants

On peut dire que Le **Contrôle Non Destructif (C.N.D.)** est un ensemble de méthodes qui permettent de caractériser l'état d'intégrité des structures industrielles, sans les dégrader, soit au cours de la production, soit en cours d'utilisation.

C'est ce qui a rendu le CND indispensable pour toute industrie pétrolière, automobile, navale, aéronautique, aérospatiale, .....

## CHAPITRE IV : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Dans ce travail on va traduire et interpréter les résultats obtenus après une série de testes et d'essais, par quelques méthodes parmi ceux qu'on a cité dans les chapitres précédents.

### IV.1/ PROCEDURES EXPERIMENTALE :

#### ❖ Choix des matériaux :

On a choisis d'étudier deux nuances d'acier inoxydable :

- acier inoxydable austénitique 304L.
- acier inoxydable duplex 2205 (austéno-ferritique).

#### ❖ Choix des milieux :

-solution de NaCl 3,5% de concentration.

-solution de HCl.

#### ❖ Préparation des échantillons

- On a découpé les tôles des métaux qu'on a choisis d'étudier en petits carrés de 1cmX1cm.
- On a fait un enrobage a chaud a l'aide d'une enrobeuse, l'enrobage permet de limiter les effets de bords pendant l'étape de polissage.  
Cette opération nous facilite la préhension de l'échantillon lors du polissage manuel.
- On a fait un polissage en papier de polissage avec plusieurs grades, 180 ensuite 320, 100, 1200, 2400 ensuite un papier de finition en utilisant l'alumine 0,03.

❖ Des mesures de microdureté seront prises pour les deux nuances d'acier inoxydable, à l'état pur, et après immersion dans chacune des solutions.

❖ Des images seront présent par microscope optique, pour les deux nuances d'acier inoxydable, a l'état pur, et après immersion dans chacune des solutions, on utilisant pour la révélation des microstructures une des attaques suivantes :

Attaque électrolytique : (10N KOH, voltage 5v, pour 5 seconds).

Attaque chimique 1 : HNO<sub>3</sub> 14N (densité 1.40) 10cm<sup>3</sup>

HCl 12N (densité 1.18) 20 à 40 cm<sup>3</sup>

Glycérol 20 à 40 cm<sup>3</sup>

30s à 20 min, a température ambiante.

Attaque chimique 2 : 50% vol HCl

25% vol HNO<sub>3</sub>

25% vol H<sub>2</sub>O

de 10 à 25 seconds

- ❖ Des mesures par une sonde à courant de Foucault, et une bobine pour le bruit de Barkhausen et le cycle d'hystérésis seront effectuées pour les deux nuances d'acier inoxydable, à l'état pur et aussi après immersion dans chacune des solutions. La commande et l'acquisition des données par courant de Foucault et bruit de Barkhausen se fait par deux PC, un pc pour les CF et un autre pour le bruit de Barkhausen, et le cycle d'hystérésis se fait par un oscilloscope. Des conditions optimales de travail doivent être prises en considération de façon à éviter des erreurs systématique ou d'expérience.

Dans le contrôle par courant de Foucault il est nécessaire de procéder à la caractérisation de la sonde suivant le cas étudié. Une étude de faisabilité dépend énormément de la sonde utilisée et du matériau à traité. Dans ce travail, nous citerons uniquement le diagramme d'impédance, car il résume en lui-même la stabilité des sondes utilisées. De plus il nous permet de déterminer la fréquence optimale permettant un échange d'énergie maximale entre la sonde et le matériau et une profondeur de pénétration satisfaisante.

- ❖ L'étude électrochimique :

Cette partie est consacré la mise au point des propriétés électrochimiques des deux nuance d'acier inoxydable.

Pour étudier les propriétés anticorrosion des deux nuances, les méthodes électrochimiques qui ont été utilisées : les méthodes stationnaires et les méthodes non stationnaires dites transitoire.

Solutions (électrolytes) : - Solution aqueuse aéré, contenant 3.5% de NaCl.  
- Solution HCl.

Appareillage électrochimique :

Le montage électrochimique utilisé pour la réalisation des études électrochimiques est le montage classique à trois électrodes (figure IV.1):

L'électrode de travail est constituée d'une tôle en alliage étudiée (304L ou duplex) enrobé dans une résine araldite, de façon à laisser une surface libre carré de 1cm<sup>2</sup> de métal. L'électrode de référence est une électrode au calomel saturé ( $E = 240 \text{ mV/ENH}$ ) en contact avec la solution par l'intermédiaire d'un pont électrolytique. La contre-électrode est une électrode de platine à fil de 0,1cm<sup>2</sup> de surface.

En fait, au cours de réalisation des études nous avons utilisé un dispositif électrochimique de type Gamry référence 600 associés au logiciel Gamry Framwork.



Figure IV.1: Potentiostat/Galvanostat de type GAMRY Ref 600.

## IV.2/ RESULTAT DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DES MATERIAUX :

Pour connaître la composition chimique avec pourcentages des composantes de nos deux nuances utilisé, on a eue recours a la méthode de spectrométrie de la fluorescence RX. Le tableau IV.1 présente les résultats obtenus

Teneur des éléments en % massiques									
éléments	C	Mo	Cu	Ni	Mn	Cr	P	Si	S
Duplex 2205	0.024	2.713	0.13	5.706	0.799	19.93	0.53	0.014	0.0014
Inox 304 L	0.095	0.097	0.16	7.141	0.999	17.83	0.022	0.53	0.015

Tableau IV.1 : composants et pourcentages des deux nuances d'acier inoxydable.

### IV.3 /RESULTAT DE LA MICRODURETE :

Avec un appareil de mesure de microdureté Vickers on a mesuré la moyenne de microdureté des deux nuances, 304L et duplex 2205, et cela à l'état pur et aussi après émerision de 24h au deux solution, Hcl et NaCl.

	Austénitique 304L	Duplex 2205
Etat pur	399.8 HV	279.44 HV
Après émerision HCl	367.86 HV	307.32 HV
Après émerision NaCl	516.34 HV	351.24 HV

Tableau IV.2 : résultats d'analyse par Spectrométrie de fluorescence aux rayons X

### IV.4/ RESULTAT DE LA MICROSCOPIE OPTIQUE (MICROSTRUCTUR) :

Pour révéler la microstructure des nuances utilisées on a utilisé un microscope optique, et des attaques chimique et électrolytique :

Duplex 2205 : pour la révélation on a utilisé une attaque électrolytique avec 10N de KOH, et voltage de 5v pour 5 seconds.

Austénitique 304L : pour la révélation on a utilisé une attaque chimique de 50% vol HCl, 25% vol HNO<sub>3</sub>, 25% vol H<sub>2</sub>O. Et aussi une attaque chimique glycinée

- **ACIER DUPLEX :**

A l'état pur : Les aciers inoxydables duplex sont appelés "duplex" parce qu'ils ont une microstructure à deux phases constitué de grains d'acier inoxydable ferritique et austénitique.

La Figure IV.2 montre la phase austénitique (couleur claire) et la phase ferritique foncée.

Le résultat est une microstructure d'environ 50% d'austénite et 50% de ferrite.

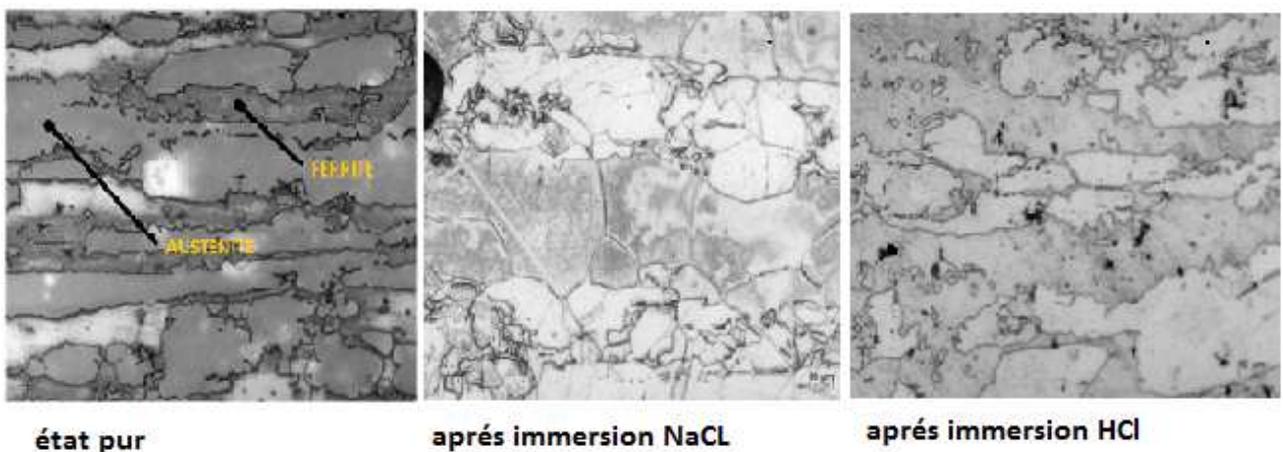


Figure IV.2 : microstructure acier duplex 2205 a l'état pur et après immersion HCl, NaCl (agrandissement X500)

- **ACIER AUSTENITIQUE 304L :**

On a pas eue de résultats, la microstructure n'a pas été révéler a cause de la mauvaise qualité des produits utilisés.

#### IV.5/ ANALYSE ET INTERPRETATION DES RESULTATS D'ETUDE PAR COURANT DE FOUCAULT :

L'utilisation des courants de Foucault sont très importante dans l'évaluation des microstructures. Nous allons étudier le comportement de l'impédance et de la phase sur les différents milieux étudiier pour nos matériaux.

- Diagramme D'impédance Austénitique-PUR-HCL-NACL :

On remarque une variation légère de l'énergie interne et l'effet joule après l'immersion dans les deux milieux HCl et NaCl.

On remarque que cette légère variation au niveau de l'extremum de la courbe correspondant à une meilleure évaluation de la structure. Cela ne peut que confirmer une altération du matériau du à la présence de l'acide.

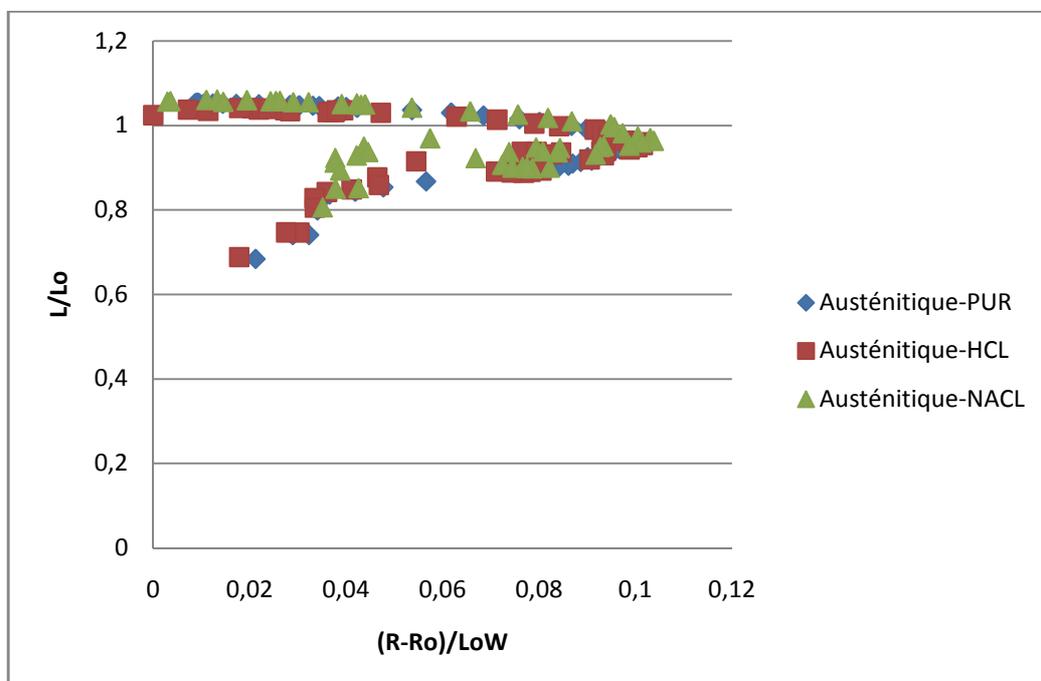


Figure IV.3 : Superposition des Diagrammes D'impédance -PUR-HCL-NACL (INOX 304 L).

- Diagramme D'impédance Duplex-PUR-HCL-NACL :

Après immersion Hcl on remarque une diminution de l'énergie interne et l'effet joule, contrairement après immersion NaCl on remarque une augmentation de l'énergie interne et l'effet joule.

Les trajectoires obtenus pour le diagramme d'impédance sont différentes en particulier lorsque l'échange d'énergie entre le matériau et la sonde est maximum. Le matériau a subi une modification dans sa structure par la présence de Hcl ou NaCl

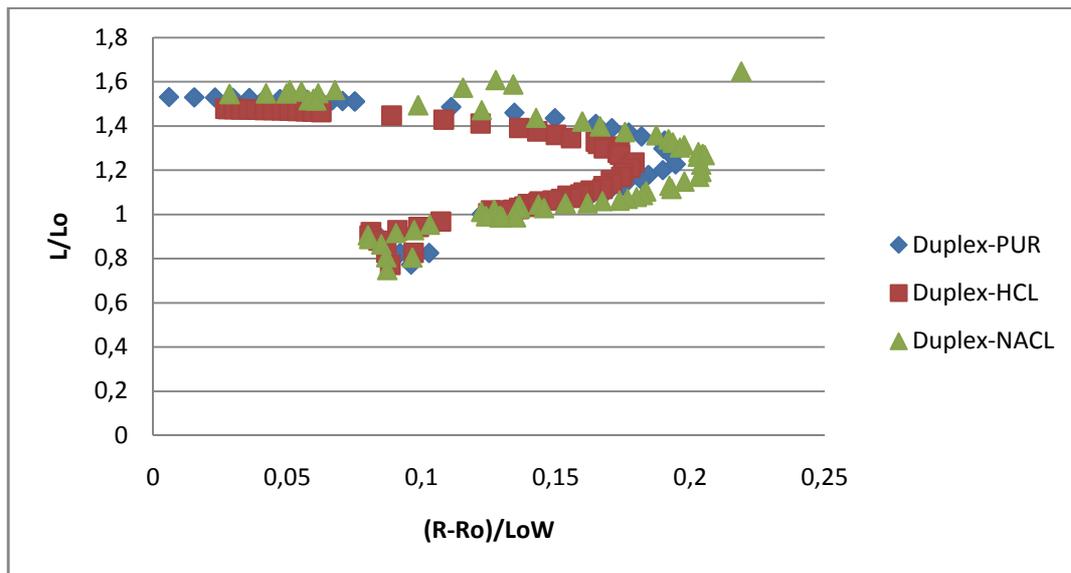


Figure IV.4 : Superposition des Diagrammes D'impédance Duplex-PUR-HCL-NACL

#### IV.6/ ANALYSE ET INTERPRETATION DES RESULTATS DES BRUIT DE BARKHAUSEN ET CYCLE D'HYSTERESIS :

Les résultats trouvés montrent que la réalisation faite aussi que le soft développé permet de traiter les différentes caractéristiques de contrôle non destructif du matériau et d'aider dans le diagnostic final sur l'évaluation du défaut de l'échantillon étudié.

Les résultats sont obtenus grâce à la chaîne de mesure de barkhausen et au développement du programme élaboré.

A partir de l'acquisition de bruit de barkhausen et cycle d'hystérésis nous pouvons déterminer :

- FFT et DSP : qui permettent d'évaluer le nombre de pics et leurs positions ainsi que leurs amplitude.

- L'enveloppe du signal : permet de déterminer le nombre de pics ainsi que leurs amplitudes.
- Cycle d'hystérésis : grâce à ce dernier on peut déterminer les caractéristiques suivantes des matériaux : le champ coercitif ( $H_c$ ), l'induction remmenant ( $B_r$ ), et l'induction de saturation ( $B_s$ ).

### Acier duplex 2205 :

#### ❖ Analyse par FFT

Les résultats obtenus sont satisfaisants dans le sens que la répétitivité des résultats aussi les amplitudes et la position des pics obtenus par FFT sont différentes suivant les milieux d'immersion.

L'étude des amplitudes donne énormément d'information sur le caractère microstructurale du matériau.

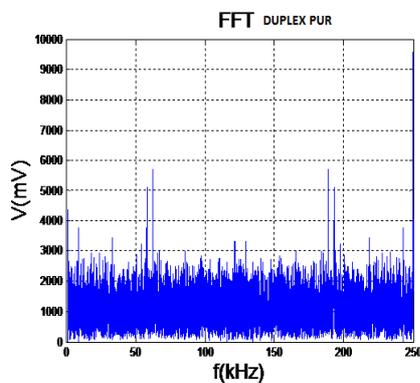


Figure IV.5: pic FFT duplex pur.

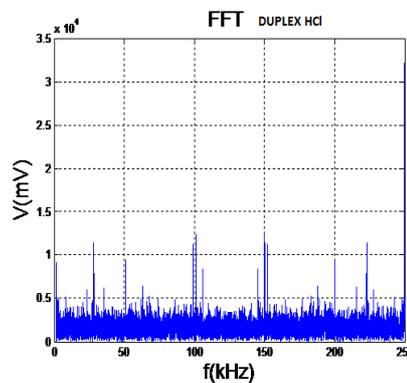


Figure IV.6: pic FFT duplex solution HCl.

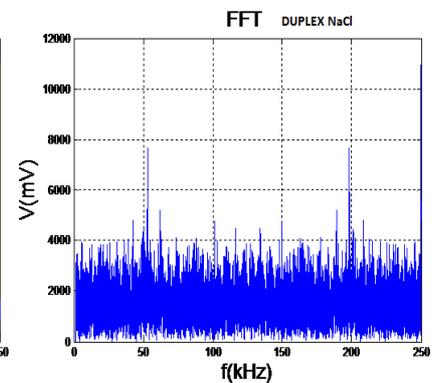


Figure IV.7: pic FFT duplex solution NaCl.

#### ❖ Analyse par enveloppe :

L'analyse par enveloppe se fait par rapport à la partie positive du signal car on remarque qu'il ya une symétrie par rapport à l'axe de temps.

Dans le cas de l'enveloppe en CND on s'intéresse à la forme de l'enveloppe et en particulier au décalage du pic.

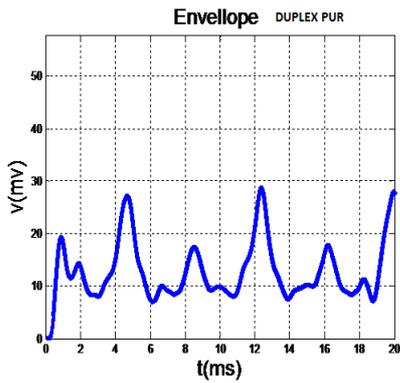


Figure IV.8: pic Barkhausen duplex pur.

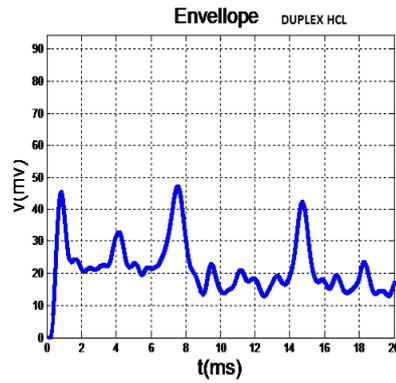


Figure IV.9: pic Barkhausen duplex Solution HCl.

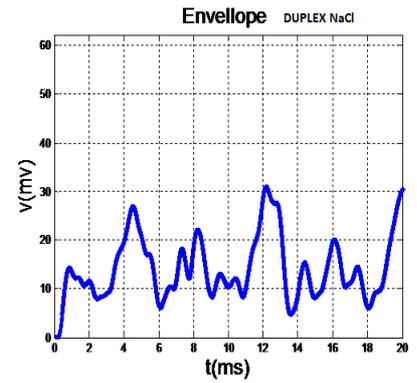


Figure IV.10: pic Barkhausen duplex Solution NaCl.

La répétitive des résultats est obtenue. De plus l'amplitude et le nombre de sauts sont différents suivant le milieu d'immersion.

Les résultats obtenus sont importants, ils permettent d'interpréter un état de la pièce a contrôlée.

❖ Analyse par cycles d'hystérésis :

Concernant les résultats obtenus par le cycle d'hystérésis sont intéressantes, ils sont peut influençable par les milieux de notre étude, pour notre échantillon nous avons réalisé plusieurs tests et les courbe obtenus étaient légèrement différentes.

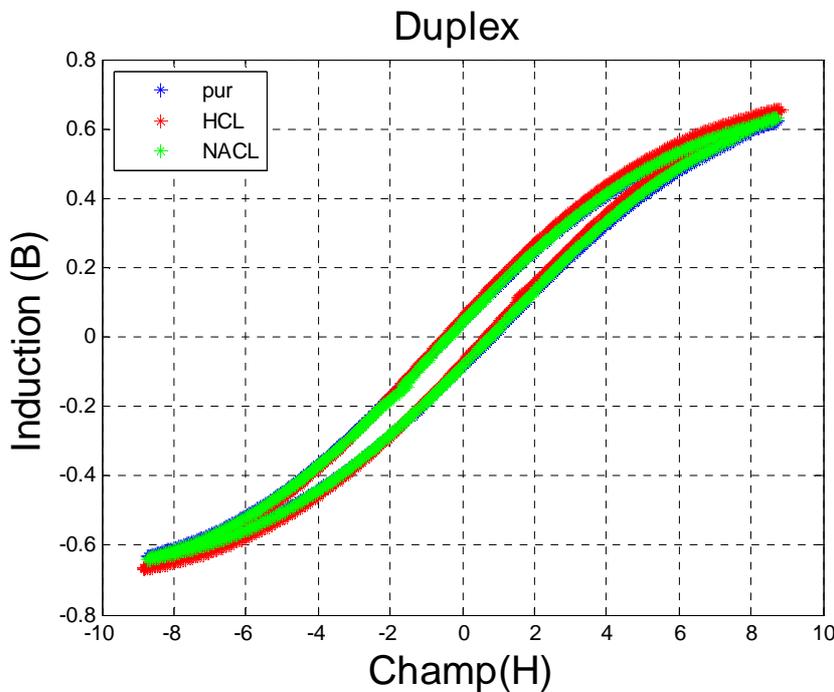


Figure IV.11 : superposition des cycles d'hystérésis dans l'état pur, après immersion HCl, après immersion NaCl.

Etat de l'échantillon (duplex 2205)	Induction remenante (Br)	Induction de saturation (Bs)	Champ coercif (Hc)
PUR	0.042273	0.6225	0.82709
Après immersion NaCl	0.041688	0.6318	0.78577
Après immersion HCl	0.054617	0.657	0.64768

Tableau IV.3 : Br et Bs et Hc du duplex 2205 a l'état pur, et après immersion dans les solutions NaCl, et HCl.

Nous remarquons que la forme du cycle d'hystérésis change légèrement d'un milieu a un autre,

Les modifications apportés a la microstructure expliquent cette légère variation des paramètres essentiels : champ coercitif (Hc), l'induction remenante (Br), et l'induction de saturation (Bs).

Les résultats obtenus à travers nos acquisitions montrent que les signaux correspondant au cycle d'hystérésis a l'état pur, et pour chaque milieu des deux solutions sont l'égerment différents. Cela montre que cette étude présente des résultats satisfaisants.

## **IV.7/ RESULTATS ET INTERPRETATIONS DE L'ETUDE ELECTROCHIMIQUE :**

### **IV.7.1/ METHODES STATIONNAIRES :**

#### **a) Suivi du potentiel en circuit ouvert**

Cette technique simple apporte des informations préliminaires sur la nature des processus se produisant à l'interface métal/électrolyte. Au bout d'un temps suffisamment long pour qu'un régime stationnaire soit établi, l'électrode métallique prend, par rapport à la solution un potentiel, appelé potentiel de corrosion a l'abondant (*OCP* ou  $E_0$ ).

Echantillon 304L :

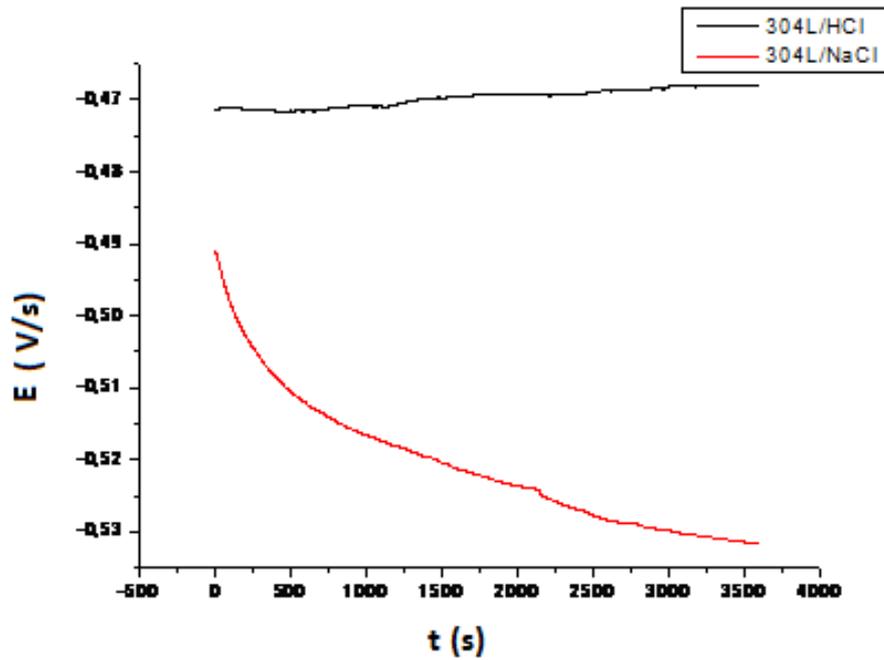


Figure IV.12 : potentiel d'abandon acier inox 304L dans les solutions HCl et NaCl.

Echantillon duplex :

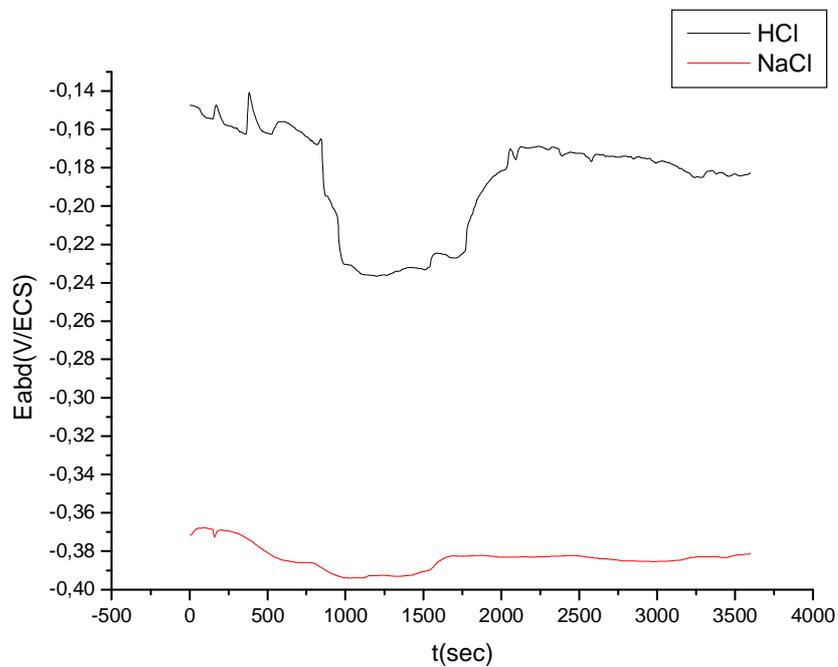


Figure IV.13 : potentiel d'abandon acier duplex 2205 dans les solutions HCl et NaCl.

Superposition 304L et duplex :

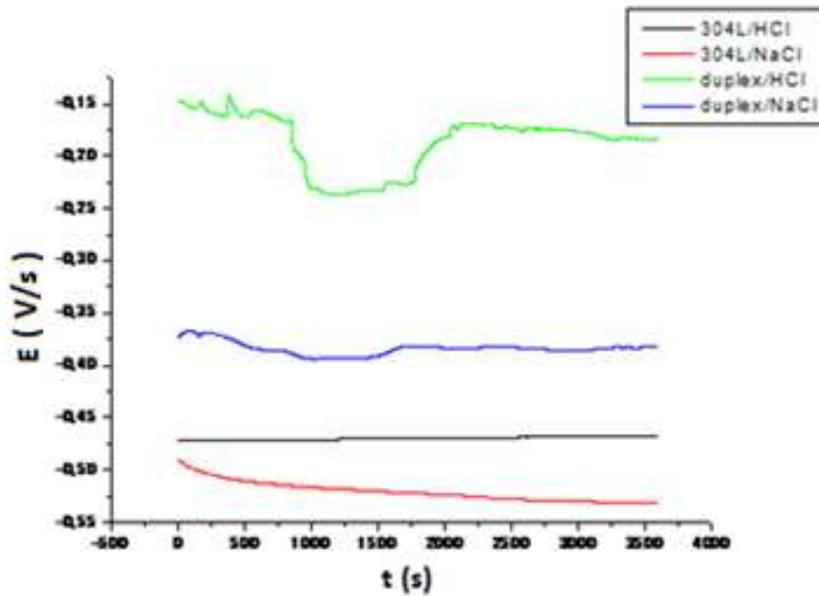


Figure IV.14 : potentiel d'abandon des aciers inox 304L et duplex 2205 dans les deux solutions HCl et NaCl.

**304L** : on remarque une stabilité du potentiel en fonction de temps dans la solution HCl, cette remarque est traduite par une passivation du métal. Et une légère diminution avant la stabilité dans la solution NaCl, et cela ce traduit par une attaque continue.

**Duplex 2205** : La (Figure IV.13) représente le suivi du potentiel d'abandon de l'acier inoxydable pendant 1 heure d'immersion dans deux solutions différentes NaCl et HCl. Nous observons que le potentiel d'abandon  $E_{abd}$ , dans les deux électrolytes se déplace vers des valeurs moins nobles en fonction du temps. La surface s'oxyde légèrement et au fur et à mesure que le temps d'immersion augmente le potentiel s'anoblit puis tend vers la stabilisation due à la formation d'un film de produit de corrosion, mais se stabilise plus rapidement dans le milieu NaCl.

Le potentiel d'abandon tend à se stabiliser vers la valeur -0,380V/ECS pour 35g/l de NaCl et à -0,783V/ECS pour l'HCl

### **b) Courbes de polarisation**

Les courbes courant-tension stationnaires permettent d'estimer la vitesse de corrosion et d'appréhender la formation de films passifs. En effet, la présence d'un film peut se caractériser sur ces courbes par l'invariance du courant sur un large domaine de surtension appliquée.

Cette méthode permet une mesure rapide des vitesses quasi-instantanées de corrosion, et elle est suffisamment sensible et précise pour déterminer à la fois les fortes et les faibles vitesses de corrosion.

Les courbes de polarisation ont été obtenues dans un domaine de balayage de -0.6 V/ECS à 1.6 V/ECS, à une vitesse de balayage de 2 mV/s.

Les (Figure IV.15) et (Figure IV.16) Représentent les courbes de polarisations obtenues pour les électrodes d'acier inox 304 L et duplex 2205 dans les deux milieux NaCl et HCl .en condition aérées.

Les valeurs du potentiel de corrosion et la densité de courant sont obtenues à partir du traitement des courbes de polarisation (méthode d'extrapolation des droites de Tafel).

### **c) Mesure de la résistance de polarisation linéaire**

La technique de la résistance de polarisation linéaire  $E = f(I)$ , consiste à balayer un potentiel dans un domaine de  $\pm 20$  mV par rapport au potentiel de corrosion. Le sens du balayage se fait du domaine cathodique vers l'anodique à une vitesse de balayage du potentiel de  $10 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$ . La représentation graphique dans le domaine du potentiel utilisé représente une droite, dont la pente donne la résistance de polarisation ( $R_p$ ). Cette technique a l'avantage d'être rapide et non destructive.

Les valeurs des caractéristiques électrochimiques obtenues à partir de ces courbes sont représentées dans le (Tableau IV.4).

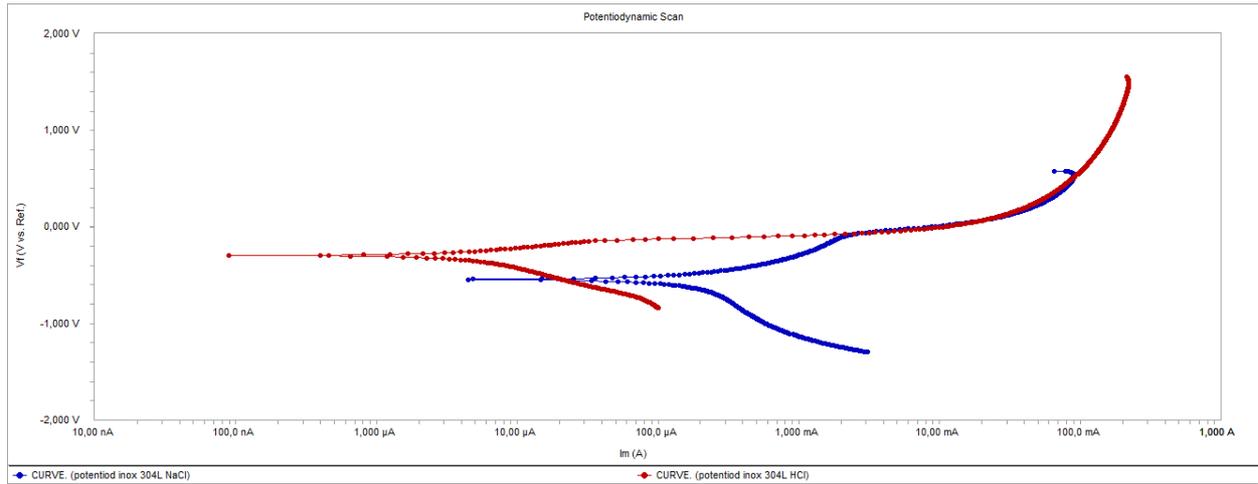


Figure IV.15 : courbe de polarisation d'acier inox 304L dans les deux solutions HCl, NaCl.

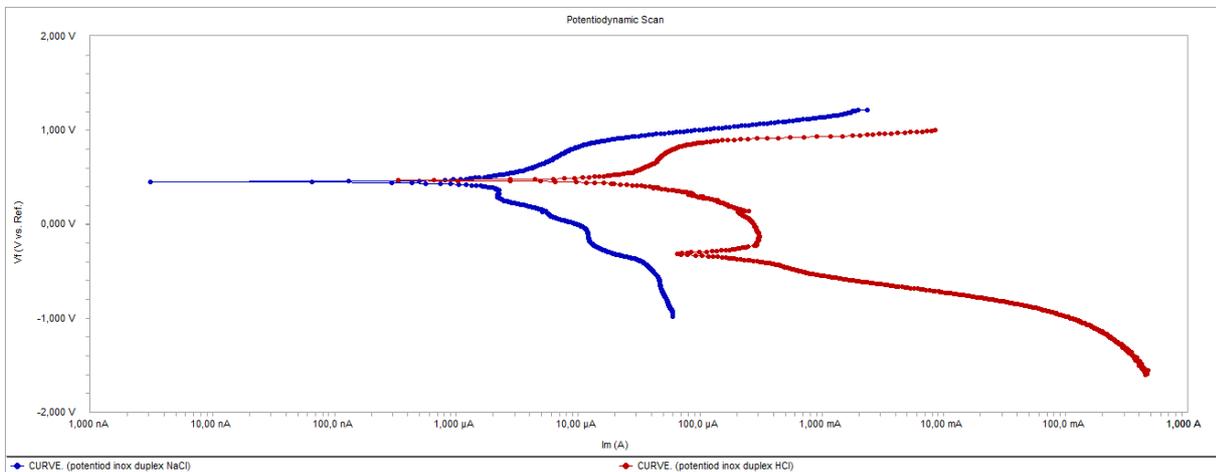


Figure IV.16 : courbe de polarisation d'acier duplex 2205 dans les deux solutions HCl, NaCl.

Paramètres	Inox304/HCl	Inox304/NaCl	Inox Duplex/HCl	Inox Duplex/NaCl
$E_0$ (mV)	-467.9	-531.6	-381.0	-183.2
$E_{corr}$ (mV)	-295,4	-544,1	467,5	451,5
$I_{corr}$ ( $\mu$ A)	415,4	315,5	39,15	37,51
$V_{corr}$ (mmpy)	$50.53 \cdot 10^{-3}$	1.538	$190.5 \cdot 10^{-3}$	$182,5 \cdot 10^{-3}$
$R_p$ (k $\Omega$ )	$80,46 \cdot 10^{-3}$	$653,21 \cdot 10^{-3}$	6,427	4,120
$E_{pp}$ (mV)	197.7	196.7	196.0	196.9
$E_{rep}$ (mV)	-380.6	-83.64	-422.0	-570.9

Tableau IV.4 : paramètres électrochimique déduits des courbes de polarisation

Les figures IV.16 et Figure IV.17, représente les droites de Tafel cathodiques et anodiques en milieu NaCl à 3,5 % et en milieu HCl,

Nous observons que les résultats regroupés dans le Tableau IV.4, montre des potentiels de corrosion proche, ce résultat illustre l'effet détruisant des ions  $\text{Cl}^-$  en solution.

#### **d) Courbe de polarisation cyclique**

La méthode de polarisation cyclique a été utilisée dans le but de constater si les échantillons étudiés immergé dans la solution, présente d'éventuelles corrosion par piqûre.

L'essai consiste à effectuer un balayage en potentiel du domaine cathodique vers le domaine anodique (l'intervalle de potentiel déterminé -600 et 200 mV), puis retour instantané vers le domaine cathodique.

Les courbes de polarisation dite *courbe aller-retour* sont obtenues après une durée d'immersion de 1h dans le milieu d'essai à une vitesse de balayage 5mV/s. Le résultat obtenu est alors généralement représenté par la variation du courant en fonction du potentiel appliqué dans un repère linéaire ou bien semi-logarithmique en traçant la courbe  $I = f(E)$  ou  $\log(I) = f(E)$ .

Le potentiel est balayé en un seul cycle, et la taille de l'hystérésis est examinée ainsi que les différences entre les valeurs du potentiel de départ à la corrosion et le potentiel de passivation de retour. L'existence de l'hystérésis est généralement un indice de piqûres.

Inox 304L : La (Figure IV.17) présente un voltampérogramme cyclique de l'inox 304L lorsque l'électrode de travail est en contact avec les deux solutions HCl et NaCl.

Notons, sur ce voltamogramme, pour la solution NaCl un vaste domaine de stabilité (de -600 jusqu'à +200 mV)

Et pour la solution HCl le domaine de stabilité est (de -550 jusqu'à -400 mV).

Duplex 2205 : la Figure IV.18 présente un voltamogramme cyclique du duplex 2205 lorsque l'électrode de travail est en contact avec les deux solutions HCl, NaCl.

Nous remarquons sur ce voltamogramme, pour la solution NaCl un vaste domaine de stabilité (de -600 jusqu'à +200mV)

Et pour la solution HCl le domaine de stabilité est (de -200 jusqu'à +200mV).

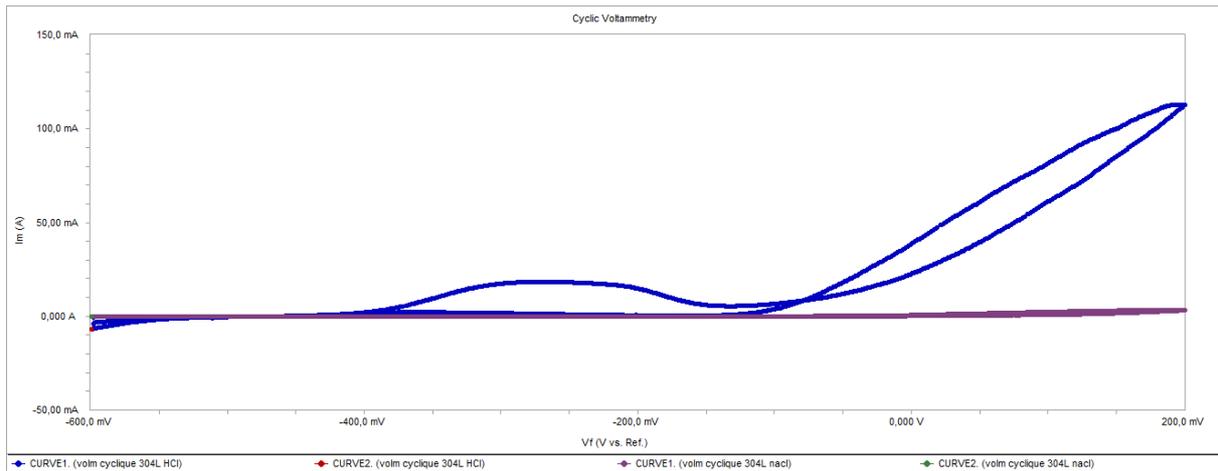


Figure IV.17 : superposition des courbes de voltamétrie cyclique de l'inox 304L dans les deux solutions HCl, NaCl.

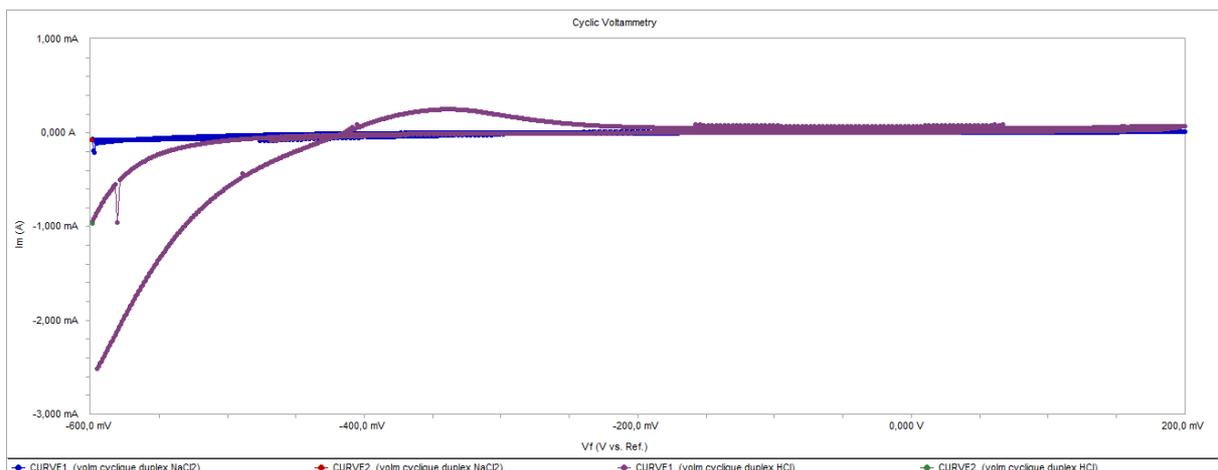


Figure IV.18 : superposition des courbes de voltamétrie cyclique du duplex 2205 dans les deux solutions HCl, NaCl.

#### IV.7.2/ METHODES TRANSITOIRE:

##### a) la spectroscopie d'impédance électrochimique

Les techniques dites non-stationnaires ou transitoires sont basées sur la perturbation des grandeurs physiques du système électrochimique de sorte que la réponse du système puisse être analysée dans un domaine linéaire invariant dans le temps.

Les diagrammes d'impédance électrochimique ont été relevés au potentiel de corrosion, après différents temps d'immersion.

Les mesures ont été effectuées dans la gamme de fréquence 100 kHz à  $5 \cdot 10^{-2}$  mHz avec cinq points par décade.

Les diagrammes de la spectroscopie d'impédance électrochimique, en représentation de Nyquist de l'inox 304L et le duplex 2205, dans les deux solutions HCl, et NaCl sont représentés dans les (Figure IV.19) et (Figure IV.20).

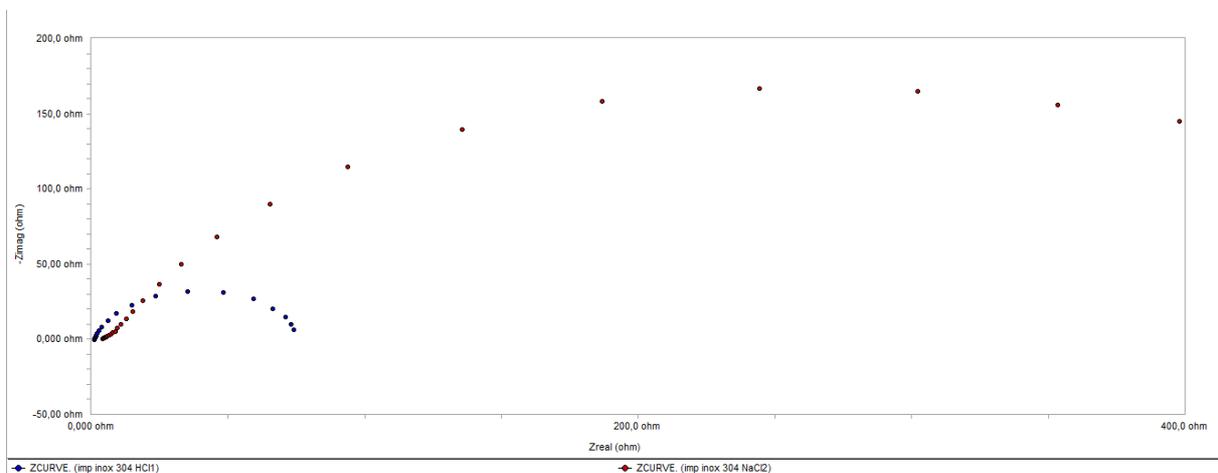


Figure IV.19 : diagrammes d'impédance de l'inox 304L dans les solutions HCl, NaCl.

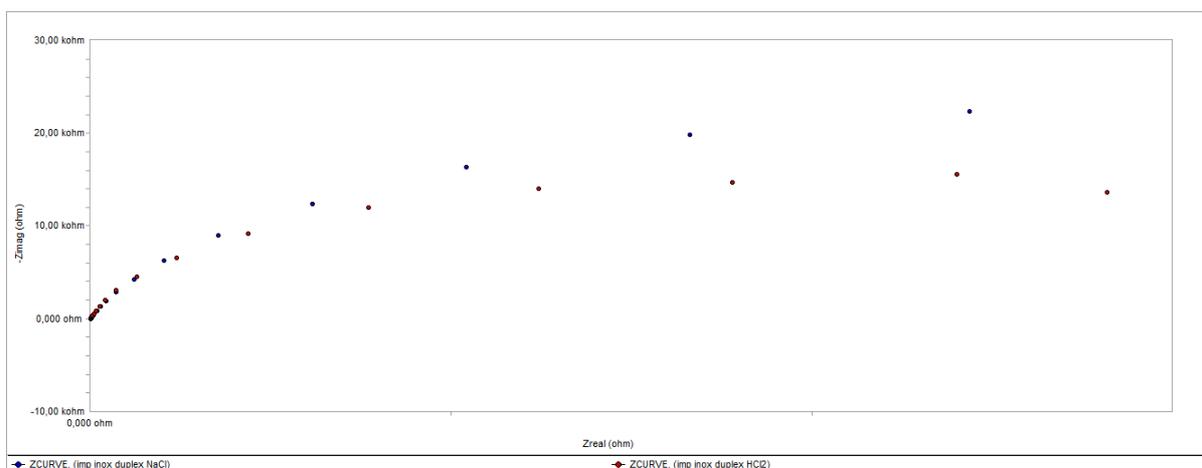


Figure IV.20 : diagrammes d'impédance du duplex 2205 dans les solutions HCl, NaCl.

Pour les deux milieux la réalisation des diagrammes d'impédance donne une seule boucle capacitive (Figure IV.20), cette boucle correspond à un phénomène de transfert de charge confirme bien l'effet agressif des ions Chlorures.

Les résultats obtenus des résistances et des capacités à partir de ces diagrammes sont présentés sur le Tableau IV.5.

Paramètres	Inox304/HCl	Inox304/NaCl	Inox Duplex/HCl	Inox Duplex/NaCl
Résistance de polarisation $R_p$ (ohms)	68.92	336.5	$26.91 \cdot 10^3$	$31.26 \cdot 10^3$
$R_u$ (ohms)	1.261	5.177	1.115	4.545
$C_f$ ( $\mu F$ )	479.2	115.1	104.9	182.8

Tableau IV.5 : paramètres électrochimiques déduits des mesures d'impédance.

## CONCLUSION :

Les résultats obtenus des courbes du potentiel d'abondant montrent que la surface s'oxyde légèrement, au fur et au mesure que le temps d'immersion augmente le potentiel s'anoblit puis le matériau forme un filme de produit de corrosion, cela s'affiche dans la stabilisation du potentiel.

La stabilisation est plus rapide dans le milieu NaCl que dans le milieu HCl.

Les résultats des courbes de polarisation montrent l'effet détruisant des ions  $Cl^-$  en solution.

Les boucles capacitives correspondents a un phénomène de transfert de charge donnés par les diagrammes d'impédances confirment l'effet agressif des ions de Chlorures.

Les résultats obtenus par courant de Foucault sont différents suivant le milieu d'immersion et la nuance d'acier inoxydable austénitique et duplex étudiés.

Les résultats obtenus par le BN et par le cycle d'hystérésis sur le duplex 2205 ont prouvé leur efficacité.

Les différents programmes de traitement du signal développés (FFT, enveloppe du signal) permettent la caractérisation de l'état métallurgique de la pièce étudié ainsi que sa classification, et la méthode de cycle d'hystérésis permettent de confirmer les modifications de la microstructure due au phénomène de corrosion obtenu par le HCl ou le NaCl.

Les résultats obtenus par le contrôle non destructif, permet d'affirmer un diagnostic sur les comportements du matériau.

## CONCLUSION GENERALE

Notre travail rentre dans le cadre d'un projet de recherche, il consiste à caractériser le phénomène de corrosion dans les aciers inoxydables austénitiques et duplex, avec les méthodes électrochimiques, et les techniques de contrôle non destructif.

On a choisi pour notre étude deux nuances d'acier inoxydable, austénitique 304L, et duplex 2205. Deux solutions ont été proposées pour l'accélération de la corrosion : solution HCl et solution NaCl.

L'étude électrochimique dans ce travail a permis de caractériser le comportement des deux nuances d'acier inoxydable à la corrosion, dans les deux solutions.

Les résultats obtenus de cette étude sont satisfaisants, et donnent une information sur le comportement de nos matériaux dans les deux milieux étudiés.

Pour les deux milieux l'étude électrochimique donne une seule boucle capacitive. Cette boucle correspond à un phénomène de transfert de charge qui confirme bien l'effet agressif des ions chlorures. Cette constatation est nettement plus prépondérante pour le duplex. Pour cette raison il n'a pas été utile de poursuivre l'étude électrochimique pour le 304L.

L'évaluation non destructive par les méthodes magnétiques comme axe de recherche est très utilisée ces dernières années. La recherche et l'investigation dans ce domaine étant très compétitives, la technique de contrôle par courant de Foucault (CF), le bruit de Barkhausen (BN), et par le cycle d'hystérésis tiennent par sa sensibilité une place importante dans l'évaluation du matériau. Elle est utilisée pour résoudre la détermination des propriétés intrinsèques des matériaux.

Les résultats obtenus par courant de Foucault montrent à partir du diagramme d'impédance normalisé obtenus sur les nuances étudiées que les trajectoires sont différentes pour chaque cas et montrent que les matériaux ont subi des modifications microstructurales même si la variation est minimale pour l'acier inox.

La chaîne de contrôle par bruit de Barkhausen et l'acquisition du cycle d'hystérésis a été réalisée au sein du centre de recherche « CSC » Cheraga, les résultats obtenus par cette chaîne sont satisfaisants. La vérification des résultats des techniques électrochimiques a été confirmée par les méthodes de contrôle non destructif et montre que le duplex a subi des variations microstructurales importantes par l'accélération corrosive. Une étude plus poussée par la diffraction X confirmera les différentes modifications de microstructure obtenues.

Ce travail nous a permis de déterminer les paramètres essentiels pour caractériser la corrosion par des techniques électrochimiques et des procédés non destructifs.

Ce projet nous ouvre la possibilité de continuer notre travail. Nous suggérons à l'avenir de :

- Analyser d'autres nuances.
- Utiliser d'autres types de solution pour optimiser cette recherche.

Enfin, cette étude nous a permis de travailler dans une équipe de recherche, d'approfondir nos connaissances en électrochimie, et d'assimiler les techniques de contrôle non destructif.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [1] E.M, Jallouli, M, Fikrat, Colloque international sur les aciers inoxydables, 18.1, Mons (1988).
- [2] B. Baroux, G. Béranger, C. Lemaitre, « les aciers inoxydables », Chap. 5, p. 163-182, éd. Physique (1990).
- [3] CEFRACOR. Matériaux métalliques : phénomènes de corrosion, quatrième partie les différentes formes de corrosion aqueuse. CEFRACOR 2003, PP.75-86, disponible sur : [http:// www.cefracor.org/doc/cours-04/pdf](http://www.cefracor.org/doc/cours-04/pdf)
- [4] A Short introduction to corrosion and its control, corrosion in the metals and its prevention, National Corrosion Service, NPL, 2003. PP. 1-9, disponible sur: [http://www.npl.co.uk/lmm/docs/\\_basic\\_of\\_corrosion\\_control .pdf](http://www.npl.co.uk/lmm/docs/_basic_of_corrosion_control.pdf)
- [5] A. Bellaouchou, A. Guenbour, A. Ben Bachir, Corrosion, pp. 656-662 (1993).
- [6] HANANE EL NADJAR. Etude comparative entre les méthodes électrochimiques, polarographies et pondérales : Application à l'évolution de l'efficacité des inhibiteurs de corrosion. Mémoire de magistère, Université de Tizi Ouzou. Algérie, 2002, PP.7-22.
- [7] L.S . HERNANDEZ, G. GARCIA, B. DEL AMO, R. ROMAGNOLI, C. LOPEZ. Evaluation of non toxic Alkyd primers by Electrochemical Impedance Spectroscopy. Corrosion 1998, N° 303 NACE (Houston, Texas). P.2.
- [8]. CLAUDE GABRIELLI. Méthodes électrochimiques, mesures d'impédances. Techniques de l'ingénieur, traité, analyse et caractérisation, PE 2 210.
- [9] AFNOR, Corrosion et protection des métaux, Tome 2, Ed AFNOR. 1994
- [10] Jacques DUMONT-FILLON 2000  
Ingénieur de l'École Centrale de Paris Contrôle non destructif (CND) Techniques de l'Ingénieur R 1 400 – 1

[11] MEKHLOUF Sarah 2007

Caractérisation des contraintes dans les matériaux par des procédés magnétiques

[12] Aurélie HUGAMARLIC « Etude par mesure du bruit barkhausen de la microstructure et de L'état de contrainte d'acier biphasé : application aux aciers automobile », mars 2007

[13] Barkhausen, phys. Z, 20 (1919) 401.

[14] X. Kleber, Y. Brechet et A. Vincent “ Simulation numérique des événements Barkhausen application à l'étude de l'influence des obstacles microstructure “

[15] Matériaux et techniques N<sup>o</sup>9-10, 2000.

[16] Chester C.H.LO “A review of the Barkhausen effect and its applications to Non-destructive testing “materials evaluation July 2004.

[17] <http://www.ac-nancy>

[metz.fr/enseign/sti/genimeca/Res\\_pedagogiques/la\\_boutique\\_des\\_profs/les\\_doc\\_ressources/dossiers\\_ressources/appli\\_peda\\_aide\\_info/Materiaux/design\\_index.htm](http://metz.fr/enseign/sti/genimeca/Res_pedagogiques/la_boutique_des_profs/les_doc_ressources/dossiers_ressources/appli_peda_aide_info/Materiaux/design_index.htm)

Mémoire de Magistère, université Saad Dahleb BLIDA.

Site internet :

- [www.Technique de l'ingénieur.com](http://www.Technique de l'ingénieur.com)
- [www.sciencedirecte.com](http://www.sciencedirecte.com)