



**MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT
SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE SAAD DAHLAB BLIDA1**



*Département de Génie des procédés
Faculté des Technologies*

***Mémoire pour l'obtention du Diplôme de Master
Option : Technologie des Matériaux***

Thème

**Etude de la corrosion localisée au niveau
D'assemblage par soudure de l'acier inoxydable
316 l**

▪ **Réalisé par :**

M^r :Maadadi Hakim

Dirigé par :

Promoteur : M^r : N.Chriet.

Promotion : 2014

Dédicace

J'ai le grand plaisir de dédier ce travail.

A mes très chères parents.

A mes frères et sœurs.

A tous les membres de la famille.

A tous mes amis.

A toute personne intéressée par ce travail.

Maadadi hakim

Remerciement

Les années déjà écoulée à l'université SAAD DAHLEB de Blida, et notre cursus universitaire touché à sa fin, pour cela nous tenons tout d'abord à Dieu le tout puissant qui nous a donné la force et le courage pour réaliser ce travail.

En second lieu, je tiens à remercier mon promoteur Mr N.Cheriet de m'avoir proposé ce sujet et d'avoir suivi le déroulement de ce travail, tout au long de cette année avec beaucoup de rigueur.

Je remercie tout les membres de jury qui nous ont fait l'honneur d'examiner.

Je remercie tous mes amis de technologie des matériaux.

Maadadi

ملخص

في عملنا هذا قمنا بالمقارنة بين سرعة تآكل الفولاذ الملحم غير قابل للأكسدة و الفولاذ غير قابل للأكسدة غير الملحم باستعمال طريقة ضياع الكتلة للوصول إلى النتائج النهائية.

الكلمات الدالة: فولاذ متأكسد، تآكل.....

Résumé

Ce travail est consacré à faire la comparaison entre la vitesse de corrosion de l'acier inoxydable assemblé par soudure et l'acier inoxydable non soudé. On utilisant méthode gravimétrie pour l'obtention des résultats.

Mots clés : acier inoxydable ,corrosion...

Abstract

This work is devoted to make the comparison between the speed of corrosion of the stainless steel assembled by welding and the stainless steel not welded. One using a method gravimetric for obtaining of the results.

Key words: stainless steel, corrosion...

Sommaire

Liste des figures	
Liste de tableaux	
Résumé	
Introduction	1

Chapitre I : les Aciers Inoxydables.

I.1. Introduction.....	2
I.2. Présentations des diverses catégories d'aciers inoxydables	2
I.2.1. Aciers inoxydables martensitiques (magnétiques).....	2
I.2.1.1. Aciers martensitiques à transformation directe.....	3
I.2.1.2. Aciers martensitiques à transformation indirecte.....	3
I.2.2. Aciers inoxydables ferritiques (magnétiques).....	3
I.2.3 Aciers inoxydables austénitiques (amagnétiques).....	3
I.3. Film passif des aciers inoxydables	3
I.3.1. Epaisseurs des films passifs.....	5
I.3.2. Composition chimique des films passifs.....	5
I.3.3. Structure en couches.....	6
I.3.4. Modification de la composition de l'alliage sous les films passifs.....	7
I.3.5. Structure atomique des films passifs	7
I.3.6. Défauts structuraux dans l'alliage sous les films passifs.....	7
I.4. Assemblage par soudure des aciers inoxydables	8
I.4.1. Principe du Soudage TIG.....	8
I.4.2. Electrode TIG.....	9
I.4.3. Gaz de protection.....	10
I.4.4. Le bain fondu	10

Chapitre II : Corrosion Localisée.

II.1. Définition de la corrosion.....	11
II.2. Différentes formes de la corrosion	11
II.2.1. Corrosion uniforme.....	11
II.2.2. Corrosion localisée.....	11
II.2.2.1. Corrosion sous contrainte.....	11
II.2.2.2. Corrosion par piqûres.....	12

II.2.2.3. Corrosion cavernuse.....	13
II.2.2.4. Corrosion intergranulaire.....	13
II.3. Mécanismes de la corrosion localisée.....	14
II.3.1. Influence des hétérogénéités du matériau et du milieu.....	15
II.3.1.1. Hétérogénéité du matériau	15
II.3.1.2. Hétérogénéité du milieu.....	15
II.3.2. Caractères généraux de la corrosion localisée.....	16
II.3.3. Rupture du film passif	18
II.4. Méthodes de protection de la corrosion localisée.....	18
II.4.1. Empêcher la formation de sites préférentiels d'oxydation et de réduction.....	19
II.4.2. Empêcher l'acidification locale.....	19
II.4.3 Repasser le métal dans la cavité acide.....	19
II.4.4. Former une couche protectrice dans les cavités acides.....	19
II.4.5. Diminuer l'affinité de la corrosion localisée.....	20

Chapitre III : Matériaux et Procédures Expérimentales.

III.1. Matériau utilisé et milieux d'attaque.....	21
III.2. Procédure expérimentale.....	23
III.2.1. Etude gravimétrique.....	23
III.2.2. Caractérisation métallurgique.....	25
III.2.3 Caractérisation mécanique.....	26

Chapitre III : Résultat et discussions.

IV.1. Introduction.....	28
IV.2. Etude gravimétrique	28
IV.3. Caractérisations métallurgique	32
IV.4 . Caractérisation mécanique.....	34
Conclusion.....	37

Références

Annexe

Conclusion générale

Les aciers inoxydables sont largement utilisés dans l'industrie pétrolière, pour la production et le transport de pétrole brut ou de gaz, dans l'industrie chimique, dans l'industrie nucléaire, dans le domaine maritime, la médecine...

Ces aciers sont très intéressants, aussi bien pour leur résistance à la corrosion.

Dans ce travail, nous avons étudié le comportement de l'acier inoxydable 316l soudé dans le milieu agressif seul, ainsi que les facteurs qui affectent la vitesse de corrosion de l'acier, notamment la température, la concentration et le temps d'immersion. Pour réaliser cette étude nous avons utilisé la méthode de perte de poids.

Les résultats obtenus montrent que la vitesse de corrosion augmente avec l'augmentation de la température.

Les ions de chlorures sont des agents de la corrosion localisée ; leur présence peut notamment conduire à la formation de piqûres.

La corrosion démunie en fonction de l'augmentation (%NaCl) pour les 316l soudé et non soudé, ce qu'explique que le chlore adsorbé par la couche passive forme un chlorure métallique qui renforce cette couche



Liste des figures

Figure I.1. Représentation schématique du film passif.....	7
Figure II.1. Corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable.....	12
Figure II.2. corrosion par piqures.....	12
Figure II.3. Une caverne de corrosion.....	13
Figure II.4. Corrosion intergranulaire d'un acier inoxydable.....	14
Figure II.5. Représentation théorique des distributions des lignes de courant à travers un défaut superficiel.....	16
Figure II.6. Courbe intensité-potentiel typique d'un acier inoxydable.....	18
Figure III.1. Microstructure de l'acier 316l.....	21
Figure.III.2. acier inox 316l soudé.....	21
Figure III.3. Polisseuse.....	23
Figure III.4. microscope optique.....	25
Figure III.5. Microduromètre semi-automatique du type Zwick.....	26
Figure IV.1. Evolution de la vitesse de la corrosion en fonction de la température dans 3%NaCl.....	29
Figure IV.2. Evolution de la vitesse de la corrosion en fonction de la température dans 4%NaCl.....	30
Figure 3. Evolution de la vitesse de la corrosion en fonction de la température dans 5%NaC.....	30
Figure IV.4. Evolution de la vitesse de la corrosion en fonction de la température dans 5%NaCl +1% acide acétique.....	31
Figure IV.5. Evolution de la vitesse de la corrosion en fonction de la température dans 5%NaCl +1% acide citrique.....	31
Figure IV.6. Zones de soudure de l'acier inoxydable 316Lsoudé.....	33
Figure.IV.7. La zone fondue (ZF).....	34
Figure IV.8. Microdureté de 316l non soudé.....	35
Figure IV.9. Microdureté de 316l soudé.....	35

Liste des tableaux

Tableau I.1. Epaisseurs des films passifs en milieu acide sur différents métaux et alliages.....	5
Tableau I.2. Concentration en chrome dans les films passifs formés sur différents alliages inoxydables.....	6
Tableau III.1 : Limites de composition chimique de l'acier 316L.....	22
Tableau III.2. Présentation des solutions étudiées.....	23

Références

- [1] Wilfried PACQUENTIN application a l'amélioration de la résistance a la corrosion localisée des aciers inoxydables. Thèse de Doctorat l'Université de Bourgogne (2011)
- [2]. P. Marcus and V. Maurice, "Comparison of Atomic Structures of Passive Films on Chromium and on Ferrite Stainless Steels", Laboratoires de Physico-chimie des Surfaces CNRS-URA, Paris (1997)
- [3] D. Landolt, "Corrosion et Chimie de Surfaces des Métaux", 1^{ère} Ed. Lavoisier, Lausanne (1993), pp. 468.
- [4]. J.C. Bavay, "Les Aciers Inoxydables Austénitiques", Les Editions de Physique (1994), pp.565-589.
- [5]. Agatino, "Semiconducting properties of passive film on stainless steels", Electrochimica Acta, Vol. 34, (1989), pp.203-210.
- [6]. D.P. Agatino, S. Deepak, S. Ulrich, "Photoelectrochemical study of passive film on stainless steel in neutral solutions", Electrochemical Acta, Vol.36, (1991), pp.345-352
- [7]. F. Dabosi, G. Beranger, B. Baroux, "Corrosion Localisée", Les Editions de Physique, (1994).
- [8]. S.A.M. Refaey, F. Taha and A.M. Abd El-Malak, "Corrosion and inhibition of stainless steel pitting corrosion in alkaline medium and the effect of Cl anions", Applied Surface Science, 242, (2005), pp.114-120.
- [9]. W. Cheng, J. Feng, W. Fuhui., "The Characterization and Corrosion Resistance of Cerium Chemical Conversion Coatings for 304 Stainless Steel", Science Corrosion, 46, (2004), pp. 75-89.
- [10] Lionel DEPRADEUX ; simulation numérique du soudage – acier 316l validation sur cas tests de complexité croissante école doctorale des sciences de l'ingénieur de lyon 2004.
- [11]. P. Clavier, "Prévention de la Corrosion", 2^{ème} Ed., Paris, (1977).
- [12]. H. Uhlig, "Corrosion et Protection", 2^{ème} Ed. Dunod, Paris, (1970).
- [13]. M. Joly, Y. Ballet, "Techniques de l'Ingénieur", Paris, (1984)
- [14]. A.J. Sedriks, International Metals Reviewers, 28, (1983), pp. 295-307.
- [15]. G. Pinard Legry et A. Pourbaix, "Corrosion Localisée" Les Editions de

Physique, (1994).

[16]. L.L. Shreir, Corrosion, chap. Localized Corrosion, Ed. Newnes, pp. 1-130, (1976).

[17]. C. Peyrat, O. Raquet, M. Helie, G. Santarini, "Etude phénoménologique de l'amorçage et de la propagation de fissures de corrosion sous contrainte. Application à l'acier inoxydable Z2CN18.10 dans le chlorure de magnésium", Annales de Chimie Sciences des Matériaux, 24, (1999), pp. 281-294.

[18] P. Marcus, J.M. Herbelin, "The Application of Surface Analysis Methods to Environmental/Material Interactions", Electrochem. Soc. Proc., (1991), pp. 222-224.

[19] .A. Jenssen, L.G. Ljungberg, J. Walmsley and S. Fisher, "Importance of Molybdenum on Irradiation-Assisted Stress Corrosion Cracking in Austenitic Stainless Steels", Corrosion – Nace, (1998), p. 48.

[20] .A. Pourbaix, "Corrosion Localisée- B: Caractères généraux, Réactions en jeu Principe de protection" Les Editions de Physique, (1994), p. 17.

[21]. H. Tsuchiya, S. Fujimoto, O. Chihara and T. Shibata, "Semiconductive behavior of passive films formed on pure Cr and Fe–Cr alloys in sulfuric acid solution", Electrochimica Acta, 47, (2002), pp. 4357-4366.

[22]. G.T. Burstein, C. Liu, R.M. Souto, S.T. Vines, "Origins of pitting corrosion", Corrosion Engineering Science and Technology, 39, (2004), p. 25.

[23]. H. Wise, J. Oudar, "Materials Concepts in Surface Reactivity and Catalysis", Academic Press, (1990).

[24]. S. Hastuty, A. Nishikata, T. Tsuru, "Pitting corrosion of type 430 stainless steel under chloride solution droplet", Corrosion Science, 52, (2010), pp.2035-2043.

[25]. G. Salvago, L. Magagnin, M. Bestetti, "Unified Approach to Localized and General Corrosion of Stainless Steels", Politecnico di Milano, Italy, (2002).

[26] .E.Y. Na, J.Y. Ko, S.Y. Baik, "Electrochemical evaluation of crevice corrosion of 430 ferritic stainless steel using the microcapillary tube technique", Desalination, Vol. 186, (2005), pp.65-74.

II.1. Définition de la corrosion

Corrosion, du latin *corrodere*, signifie ronger, attaquer. C'est une interaction physico-chimique entre le matériau et son environnement, entraînant des modifications dans les propriétés du métal [11].

II.2. Différentes formes de la corrosion

La corrosion peut se produire soit d'une façon uniforme soit d'une façon localisée. De ce fait, on peut distinguer différentes formes de corrosion :

II.2.1. Corrosion uniforme

Lorsqu'on ne distingue pas, sur toute la surface du métal, à l'échelle macroscopique, les sites cathodiques des sites anodiques, on appelle cette forme d'attaque corrosion uniforme [12].

II.2.2. Corrosion localisée

La corrosion localisée est définie comme étant une attaque qui se déroule en un milieu spécifiquement anodique d'une surface d'un matériau. Dans ce cas de réaction, on distingue clairement les zones anodiques et cathodiques [7, 13, 14].

Il existe différents types de corrosion localisée des aciers inoxydables :

La corrosion localisée en milieux neutres [15, 16] regroupe :

- La corrosion sous contrainte,
- La corrosion par piqûres,
- La corrosion caverneuse,
- La corrosion intergranulaire.

On peut trouver d'autres formes de corrosion localisées qui sont souvent des dérivées des précédentes telles que : la corrosion galvanique, la corrosion sélective, l'érosion-corrosion, la corrosion sous frottement [7], etc.

II.2.2.1. Corrosion sous contrainte

Ce type de corrosion est causé par l'action conjuguée d'une contrainte mécanique et d'un milieu corrosif. Dans ce cas, la corrosion est localisée et apparaît sous forme de fissures [17-18].

La figure II.1 représente la section d'une vis en acier inoxydable ayant subi la corrosion sous contrainte.



Figure II.1. Corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable [19].

II.2.2.2. Corrosion par piqûres

C'est la manifestation classique de l'attaque des chlorures sur les aciers inoxydables. Seule une faible surface externe est affectée, mais l'attaque se prolongeant en profondeur, la résistance mécanique de l'équipement est rapidement affectée [16].

Elle dépend dans une large mesure de la présence d'ions chlorures dans le milieu : C'est une forme d'attaque localisée induite par dépassivation locale dans des conditions localement réductrices (fig. II .2).

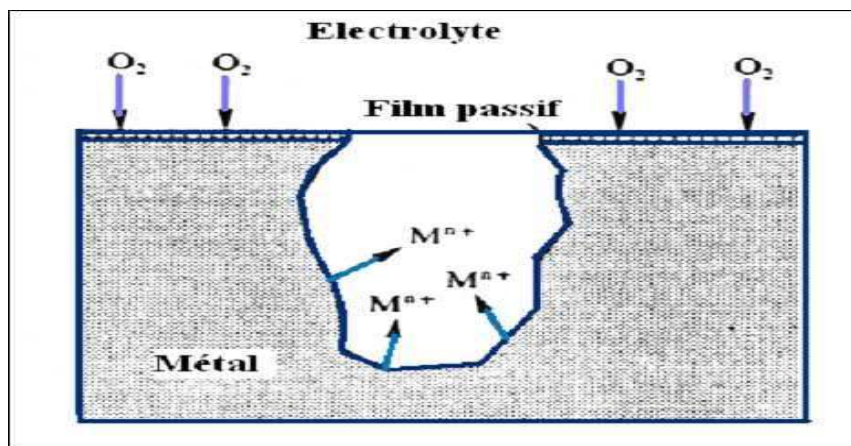


Figure II.2 .corrosion par piqûres [20].

II.2.2.3. Corrosion caverneuse

Tous les types d'aciers inoxydables sont susceptibles de subir une corrosion caverneuse (Joints, replis,...) [16]. Cette forme d'attaque est liée à des phénomènes d'hydrolyse et, en conséquence, à une diminution locale du pH, les ions Cl^- jouant un rôle important [21]. Dans la figure (II.3), on observe une caverne de corrosion formée sous calorifuge à la surface d'un acier inoxydable.

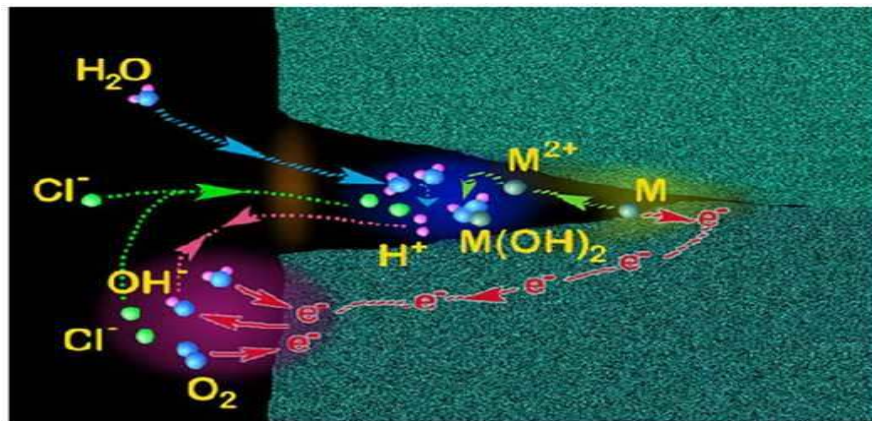


Figure II.3. Une caverne de corrosion [22].

II.2.2.4. Corrosion intergranulaire

La corrosion se développe aux points de jonction des grains du métal, détruisant progressivement la cohésion du matériau (Fig. II.4). Cette manifestation est quasiment invisible à l'œil nu mais affecte considérablement la résistance mécanique du métal. Elle se rencontre dans les aciers inoxydables et est due généralement à la précipitation de carbures chrome aux joints de grains qui appauvrissent en chrome les zones adjacentes et les rendent plus sensibles à la corrosion [15, 23].

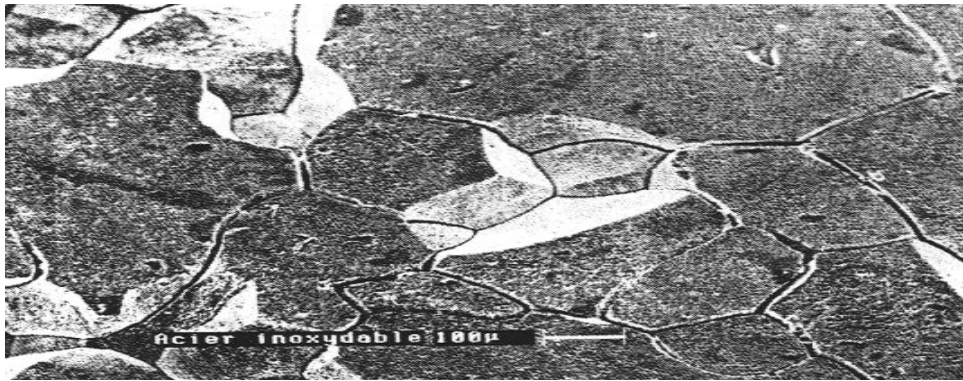


Figure II.4. Corrosion intergranulaire d'un acier inoxydable [15].

La précipitation du carbure de chrome est favorisée par un refroidissement lent entre 500 et 900°C au cours de la fabrication de la pièce. Ce phénomène se rencontre particulièrement dans les zones proches des soudures. Si le risque de corrosion existe, il est recommandé :

- d'employer des aciers inoxydables à faible teneur en carbone (304L, 316L, ...).
- d'employer un métal d'apport très pauvre en carbone (< 0,03%) pour les soudures.
- de procéder à un traitement thermique des zones affectées par les soudures pour dissoudre les carbures de chrome.

II.3. Mécanismes de la corrosion localisée

Les alliages passivables sont ceux qui sont les plus sensibles à la corrosion localisée. Un exemple typique est celui des aciers inoxydables en milieux chlorurés, où le film d'oxyde de chrome est localement détruit par les chlorures.

Ces formes de corrosion sont d'autant plus nocives que le rapport entre les aires des surfaces anodiques et des surfaces cathodiques est petit. En effet, cela conduit, pour un courant de corrosion global de faible intensité, à l'existence d'une densité locale de courant qui peut atteindre des valeurs très élevées. Cette dissolution locale importante peut alors provoquer la formation de défauts comme des piqûres, des cavernes ou des fissures, susceptibles, en endommageant les pièces ou les ensembles, de diminuer la durée de vie des pièces [7].

Il est donc important de pouvoir mesurer, à chaque fois que cela s'avère nécessaire, le "Degré d'avancement" de ce type de dégradation ou bien encore de prévoir la durée

de vie d'une pièce soumise à la corrosion localisée. Pour cela, il est indispensable de bien cerner les différents paramètres qui peuvent intervenir dans Les différentes étapes du processus de dégradation.

II.3.1. Influence des hétérogénéités du matériau et du milieu

L'existence d'hétérogénéités dans le système métal milieu est le facteur essentiel pour le déclenchement d'une corrosion localisée [20, 16]. Ces hétérogénéités peuvent se rencontrer aussi bien dans le matériau que dans le milieu.

II.3.1.1. Hétérogénéité du matériau

L'hétérogénéité du matériau est un facteur primordial de la corrosion localisée en milieu aqueux. Les fluctuations moléculaires au sein de la double couche produit une hétérogénéité à l'interface métal-électrolyte. Cette dernière peut s'amplifier et conduire à des vitesses d'attaque différentes selon les zones considérées. Dans de nombreux cas, ce processus conduira à une augmentation de la rugosité plutôt qu'à une corrosion localisée au sens habituel du terme [7].

II.3.1.2. Hétérogénéité du milieu

L'hétérogénéité du milieu, dû à la variation de sa composition, conduira à un effet de couplage galvanique. Cette variation du milieu entrainera une variation de l'intensité de la réaction cathodique. C'est notamment le cas des attaques par piles de concentration : d'après la loi de Nernst, plus la concentration du milieu en ions augmente, plus le potentiel du métal est élevé.

Dans certains cas, la réaction anodique peut se trouver affectée par une variation locale de pH. C'est le cas notamment du phénomène bien connu d'aération différentielle découvert par U.R. Evans en 1923, lorsqu'une pièce de fer est plongée dans un milieu neutre non tamponné (par exemple NaCl) ; on observe un accroissement de la vitesse de corrosion dans les zones non aérées (ou mal aérées) et, au contraire, une diminution de l'attaque dans les zones aérées. Ce phénomène est expliqué par le fait que le pH de la zone aérée (cathodique) devient plus élevé (réduction de l'oxygène) et contribue à passiver le métal. La corrosion dans les recoins commence souvent par cette étape (corrosion par effet de crevasse, corrosion filiforme, etc.). Le contraire se passe lorsqu'il s'agit d'un milieu acide : l'aération contribue à accroître la vitesse de corrosion des zones aérées (en l'absence de passivation).

En présence de moins de 80% d'humidité, pour l'acier inoxydable AISI 430, le phénomène de corrosion par piqûres se produit à une concentration de 4M de $MgCl_2$ [20].

Le phénomène de la corrosion localisée se caractérise par la coexistence, à la surface du métal, d'anodes avec la surface restée passive qui se comporte comme une cathode, ce qui conduit à un couplage galvanique. La figure (II.5) présente les distributions de courant entre un site de corrosion locale (anode) et la surface passive (cathode).

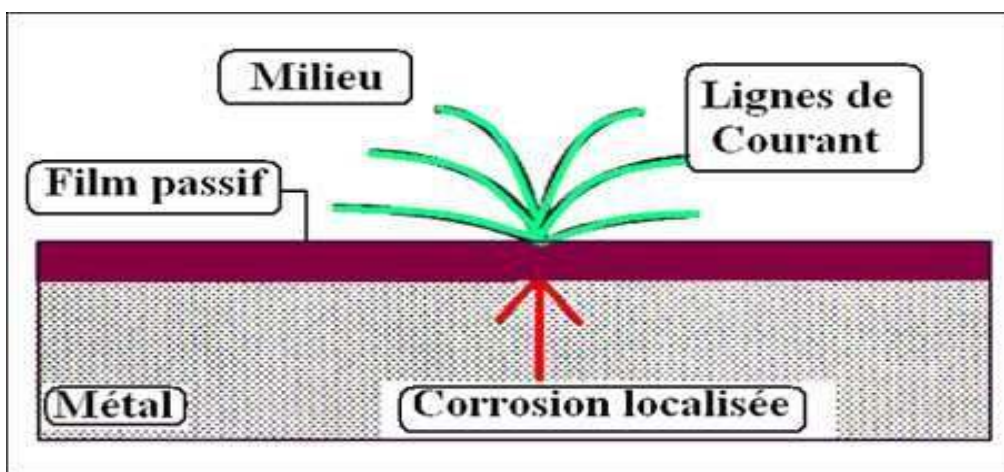


Figure II.5. Représentation théorique des distributions des lignes de courant à travers un défaut superficiel [21].

L'étude de la corrosion cavernueuse de l'acier inoxydable AISI 430 montre que le Potentiel varie entre le fond de la piqure et la surface de l'échantillon [22].

II.3.2. Caractères généraux de la corrosion localisée [7]

Les caractères généraux de la corrosion localisée sont :

- la présence des défauts sur le film passif est la cause de chacun de ces types de corrosion.
- l'obstacle des échanges entre la solution présente dans les cavités et celle située en dehors des cavités est dû à des géométries locales particulières de ces deux types de corrosion. Le mot "cavité" décrit une piqûre, une caverne, ou une fissure.
- les échanges sont limités par la géométrie de ces cavités qui sont partiellement

Obstruées par des dépôts inertes ou par des produits de corrosion, ou qui sont fines et profondes.

- lorsque les échanges sont limités, la diffusion, la migration et la convection se produisent. La diffusion est le phénomène qui tend à uniformiser la composition du milieu en tout point ; la migration est le déplacement des ions sous l'effet d'un champ électrique et de courant électrique ; la convection est le déplacement par une action physique (agitation, différence de pression ou de température).

- les oxydants, et principalement l'oxygène, les ions contenus dans les solutions (chlorures, sulfates, bicarbonates, etc.) Et les produits de réaction qui se développent dans les cavités (produits de corrosion) ou en dehors des cavités, jouent un rôle important dans la corrosion.

- les réactions qui se produisent dans les cavités occluses et en dehors de ces cavités sont d'emblée différentes, en raison des différences d'accès de l'oxygène dissous, par exemple.

- la corrosion localisée implique la formation des sites préférentiels d'oxydation et de réduction.

- lorsque les anions OH^- sont présents, des réactions d'acidification se produisent. La corrosion localisée ne peut donc s'exercer qu'en présence d'un oxydant et n'aura lieu qu'en présence d'anions autre que OH^- , tels que Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^-

. - lorsque la corrosion localisée se développe, des ions Cl^- , SO_4^{2-} , etc., diffusent depuis la solution extérieure vers la cavité pour équilibrer les charges positives des ions métalliques.

La cavité agit comme une véritable pompe à anions et il n'existe pas a priori de concentration limite en Cl^- , SO_4^{2-} , etc., en dessous de laquelle la corrosion localisée est impossible.

II.3.3. Rupture du film passif

La figure II.6 présente la courbe intensité potentiel type d'un matériau passif, en l'occurrence l'acier inoxydable. Celle-ci présente un domaine de passivité plus ou moins étendu pour lequel le courant de corrosion est très faible. La rupture du film passif se produit à partir du domaine transpassif pour un potentiel appelé potentiel de transpassivation ou potentiel de pique.

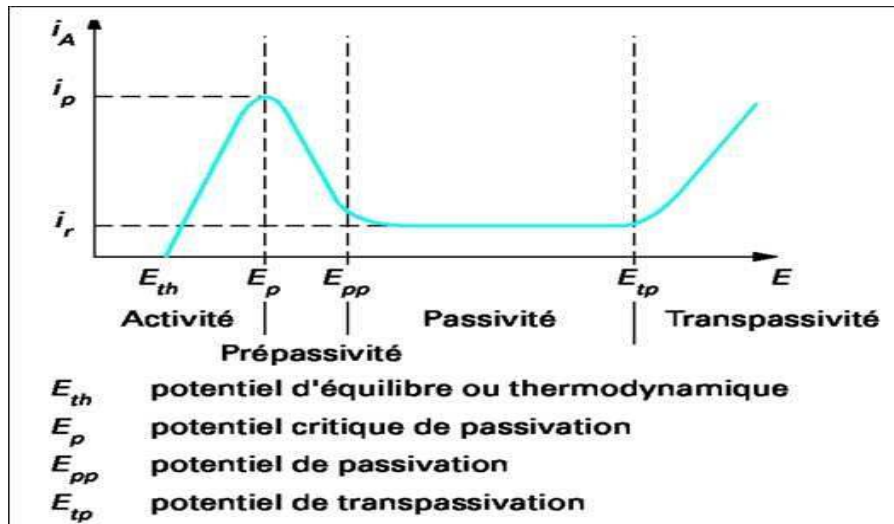


Figure II.6. Courbe intensité-potentiel typique d'un acier inoxydable.

La rupture du film passif dépend de plusieurs facteurs de natures chimique, métallurgique, mécanique ou électrochimique.

II.4. Méthodes de protection de la corrosion localisée

Les différentes méthodes de protection de la corrosion localisée sont [7] ;

- empêcher la formation de sites locaux préférentiels d'oxydation et de réduction
- empêcher l'acidification locale.
- repasser le métal dans la cavité acide.
- former une couche protectrice dans les cavités acides.
- diminuer l'affinité de la corrosion localisée.

II.4.1. Empêcher la formation de sites préférentiels d'oxydation et de réduction

Tout recoin dû à la géométrie des pièces, à des dépôts, à des assemblages particuliers, est sujet à l'amorçage de la corrosion caverneuse. Des surfaces moins exposées à un brassage intense et uniforme de la solution sont susceptibles d'être des amorces de corrosion localisée.

Pour lutter contre la corrosion localisée des aciers inoxydables, une circulation importante permanente est particulièrement nécessaire. Une grande propreté métallurgique, notamment du point de vue des inclusions non métalliques, est également capitale.

II.4.2. Empêcher l'acidification locale [7]

L'acidification locale est inhibée si les ions métalliques précipitent dans les cavités sous une forme autre qu'un oxyde ou un hydroxyde. Les précipités les moins solubles dans les conditions qui existent dans les cavités sont les plus efficaces. Le ferromolybdène de fer exerce ce rôle et les molybdates doivent en principe être de bons inhibiteurs contre la corrosion localisée.

II.4.3 Repassiver le métal dans la cavité acide [7].

Si la forme de la cavité est close et si la solution dans la cavité est saturée en FeCl_2 , la repassivation anodique du fer peut se produire.

En réalité, les cavités ne sont pas totalement fermées et une repassivation Correcte parait difficile. On connaît cependant quelques cas de corrosion localisée d'acier inoxydable AISI 316 ou des additions de nitrates ont permis de stopper la corrosion caverneuse.

II.4.4. Former une couche protectrice dans les cavités acides

L'addition des éléments au fer et aux aciers, tel que le molybdène, le tungstène, le silicium et peut être le cuivre forment des composés insolubles dans les conditions acide et réductrice et sont a priori susceptibles d'apporter une certaine protection. Une étude expérimentale [22] a montré que MoO_2 apporte une remarquable protection en milieu acide chloruré concentré, dans des conditions peu ou pas oxydantes. Le rôle tungstène contre la corrosion localisée des aciers inoxydables a été souligné principalement lorsqu'il intervient comme élément d'alliage, et peut-être moins Lorsqu'il est présent comme tungstate dissous WO_4^{--} .

II.4.5. Diminuer l'affinité de la corrosion localisée [7].

La protection cathodique a pour but de réaliser un état d'immunité de toute la structure, mais dans le cas d'une protection cathodique légère, on peut diminuer l'affinité de corrosion dans les cavités selon les conditions d'acidité et de concentration qui y règnent. Cela est obtenu en abaissant le potentiel de l'ensemble de la structure en-dessous d'un potentiel que l'on appelle potentiel de protection contre la propagation de la corrosion localisée.

I.1. Introduction

Les aciers sont des matériaux très utilisés dans des domaines variés tels le nucléaire ou le naval pour ne citer qu'eux. Leur durée de vie risque dans ces cas d'être réduite, étant données leurs conditions d'utilisation, telles que la température, la pression, la chimie du milieu. Une augmentation de leur durée de vie implique le renforcement de leur résistance à la corrosion [1].

Les aciers inoxydables, malgré leur nom, peuvent dans certaines conditions, être le siège de différentes formes de corrosion. Pour remédier à ce problème, un certain nombre d'éléments chimiques peuvent être ajoutés en quantité modulable pour adapter l'acier aux conditions physico-chimiques qui caractérisent son utilisation. Ainsi, sont souvent ajoutés des éléments comme le molybdène, le nickel, et le chrome, car paradoxalement, c'est le chrome, métal qui s'oxyde très facilement, qui confère à l'acier inoxydable sa résistance à l'oxydation en formant spontanément un film passif à la surface du matériau. C'est ce film, composé principalement d'oxydes et d'hydroxydes qui protégera l'acier de la corrosion [1].

Sous certaines conditions et dans des milieux agressifs, le film passif peut se rompre localement sans arriver à se reconstituer, ainsi le matériau devient vulnérable, et peut s'oxyder de façon irréversible et se dégrader jusqu'à sa complète dissolution.

La rupture du film s'opère souvent à cause de défauts présents à la surface de l'acier inoxydable, la corrosion étant alors qualifiée de localisée.

Si le changement de nuance n'est pas envisagé, l'augmentation de la résistance à la corrosion des aciers inoxydables est possible en améliorant leurs propriétés de surface [1].

I.2. Présentations des diverses catégories d'aciers inoxydables**I.2.1. Aciers inoxydables martensitiques (magnétiques)**

Ces aciers, de structure quadratique, sont représentés par les nuances à 13% Cr. Ils sont obtenus par un réchauffage à haute température d'un acier inoxydable riche en carbone suivi d'un refroidissement rapide appelé « trempe ».

Ces aciers contiennent deux classes :

I.2.1.1. Aciers martensitiques à transformation directe

L'hypertrempe conduit à une structure austénitique (bonne formabilité) lorsque le point M_s est en-dessous de la température ambiante. Cependant, cette austénite peut facilement être transformée en martensite de faible dureté (%C faible).

I.2.1.2. Aciers martensitiques à transformation indirecte

L'intervalle $M_F - M_s$ étant au-dessus de l'ambiante les traitements sont simples ;

- trempe martensitique conduisant à une résistance de 1000 M Pa.
- revenu de durcissement entre 350 – 600C.

I.2.2. Aciers inoxydables ferritiques (magnétiques)

Bien que certaines nuances aient des teneurs en chrome allant jusqu'à 30%, les nuances Z8C17 et Z8CD17-01 sont représentatives de cette catégorie d'aciers inoxydables. Ils sont de structure C.C.

I.2.3 Aciers inoxydables austénitiques (amagnétiques)

Dans cette catégorie, on trouve les nuances de bases Z6CN18-09 (304) qui ont été modifiées à bas carbone Z2CN18-10 ou des nuances stabilisées Z6CNT18-10 essentiellement pour l'amélioration de la tenue à la corrosion ainsi que les nuances au molybdène : Z6CND17-11 a donné naissance à Z2CND17-12 et Z6CNDT17-13. Ils sont de structure c.f.c.

Enfin, on peut dire que les diverses classes d'aciers inoxydables, cités précédemment, permettent de couvrir une vaste gamme de propriétés mécaniques, et apportent en outre une caractéristique qui leur est propre : la résistance à la corrosion.

I.3. Film passif des aciers inoxydables

Dans certains cas, les oxydes ou hydroxydes formés à l'interface métal/solution sont suffisamment bien organisés pour constituer un film protecteur vis-à-vis de la dissolution anodique, grâce à la résistance qu'ils offrent au passage des cations. C'est le cas des aciers inoxydables qui ont la particularité de développer un film d'oxydes dit film passif protecteur leur conférant une bonne résistance à la corrosion. L'existence de ces formes oxydées superficielles peut être prévue par les diagrammes potentiel-pH de Pourbaix [2].

Pour des raisons cinétiques, la corrosion du métal en milieu aqueux, thermodynamiquement inévitable, devient alors pratiquement négligeable et l'on dit que l'interface entre le métal et la solution est passivée. Le film protecteur qui présente ce phénomène est appelée film passif.

Les films passifs des aciers inoxydables (ferritique ou austénitique) sont enrichis en élément de chrome [3,4] : des teneurs de 50 à 90 % de Cr ont été déterminées sur les films recouvrant des aciers inoxydables austénitiques.

L'expression de structure "bicouche" du film passif est généralement formulée pour décrire le film. La couche interne du film directement en contact avec le métal est constituée d'un mélange d'oxydes de chrome et de fer enrichi en oxyde de chrome. La partie externe du film contient des hydroxydes mixtes de chrome et de fer.

L'enrichissement en chrome peut s'expliquer par une dissolution préférentielle du fer dans la solution et par la faible mobilité du chrome [2]. Des structures plus complexes de type spinelle contenant $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ sont également évoquées.

Les caractéristiques du film passif dépendent du potentiel de polarisation. Di Paola [5]. Évoque l'existence d'un potentiel critique de 0,4 V /ECS : en-dessous de cette valeur, le film formé sur des aciers inoxydables austénitiques et ferritiques contient essentiellement du chrome, alors qu'au-delà de ce potentiel, le fer et le chrome composent le film.

Le pH du milieu influe aussi sur la cinétique de formation de la bicouche : en milieu acide, la bicouche est constituée dès la première minute de polarisation sur un alliage XCr17Cr, alors qu'il faut une polarisation supérieure à 5 minutes en milieu neutre pour obtenir un film stratifié.

En solution chlorurée, les analyses de surface ont montré que des ions Cl^- étaient présents dans la partie externe des films formés par passivation électrochimique [6].

Parmi les propriétés du film passif, qui sont en relation directe avec les phénomènes de corrosion localisée des métaux et des alliages passivables, on peut citer [7]:

- épaisseur des films passifs,
- composition chimique et état chimique dans les films passifs,
- structures en couches,
- modification de la composition de l'alliage sous le film passif,
- structure atomique des films passifs,

- défauts structuraux à l'interface métal (film passif),
- propriétés acido-basiques des surfaces d'oxydes.

I.3.1. Epaisseurs des films passifs [7]

Les films formés sur les métaux et alliages passivables sont généralement très minces : 1 à 3 nm pour les films formés sur des alliages inoxydables à base de nickel ou de fer. Les épaisseurs des films passifs déterminés sur différents métaux et alliage sont indiquées dans le tableau I.1.

Tableau I.1. Epaisseurs des films passifs en milieu acide sur différents métaux et alliages [7].

Métal / alliage	Epaisseur (\AA)
Ni	10
Cr	13
Ni- 25 Fe	10
Ni - 21 Cr - 8Fe	11
Fe -17 Cr	24
Fe-17 Cr-2 Mo	21
Fe- 17Cr- 13 Ni	12
Fe -18 Cr -14 Ni -1.5 Mo	12

D'après le tableau précédent, on constate que pour un alliage, donné dans un environnement déterminé, l'addition de molybdène ne modifie pas l'épaisseur du film passif de façon significative.

I.3.2. Composition chimique des films passifs [7]

Généralement, les films passifs sont constitués d'oxyde et d'hydroxyde. Dans le cas des alliages, le principale constituant cationique du film n'est pas nécessairement le métal de base de l'alliage, mais souvent l'un des éléments d'addition fortement oxydable. Pour les aciers inoxydables, le chrome est le principal constituant du film passif formé sur les aciers inoxydables austénitique et ferritique, ainsi que sur les alliages inoxydables à base de nickel.

La concentration en chrome dans les films passifs formés sur différents alliages inoxydables est indiquée dans le tableau I.2

Tableau I.2. Concentration en chrome dans les films passifs formés sur différents alliages inoxydables [7].

Alliage	fraction de chrome
Fe-17Cr-13Ni	0.5
Fe-18Cr-14Ni-1.5Mo	0.5
Fe Cr Ni Mo	0.7
Ni-21Cr-8Fe	0.9

Il existe une relation étroite entre la composition de film passif et la résistance à la corrosion par piqûres. Ainsi, dans le cas des aciers ferritiques Fe -17% Cr en milieu neutre, le vieillissement de la couche passive par maintien potentiostatique dans le domaine passif apporte une amélioration considérable de la résistance à la corrosion par piqûres en milieu neutre chloruré [6]. Cette amélioration est liée à la modification du film passif, en particulier à l'augmentation de la concentration en chrome dans la partie interne de la couche d'oxyde.

I.3.3. Structure en couches

Sur plusieurs métaux et alliages, en particulier des aciers inoxydables et des alliages inoxydables à base de nickel, des structures appelées « bicouches » ont été mises en évidence [7]. Ces structures bicouches consistent en une couche interne d'oxyde et une couche externe d'hydroxyde (Fig. I.1).

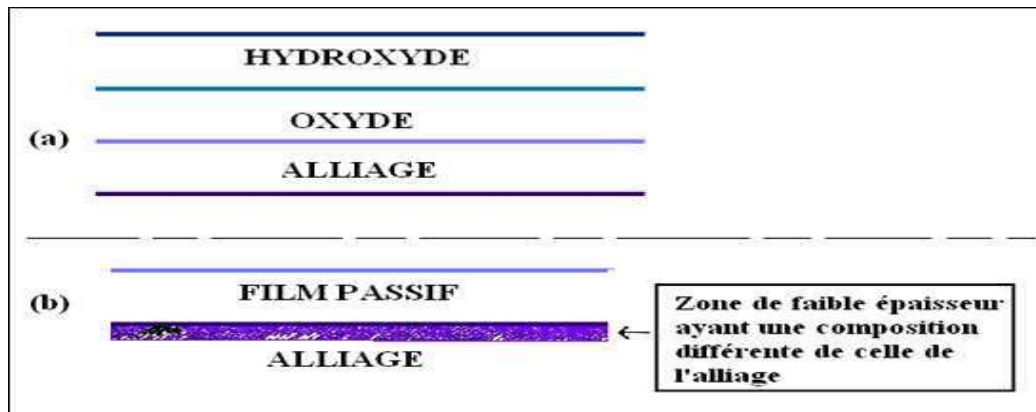


Figure I.1. Représentation schématique du film passif : (a) modèle bicouche des couches Passives. (b) : zone de composition modifiée pouvant exister sous le film passif [7].

I.3.4. Modification de la composition de l'alliage sous les films passifs

En-dessous du film passif, une zone de faible épaisseur (quelques Å à quelques nanomètres) peut avoir une composition notablement différente de l'alliage en raison de la dissolution sélecteur susceptible de se produire avant ou pendant la croissance du film passif. La figure I.6 représente schématiquement ce phénomène. Ainsi, une zone enrichie en nickel a été observée sous le film passif formé sur des alliages fer nickel. Un autre enrichissement en chrome a été observé sous le film passif formé sur un alliage Fe - 17% Cr [7].

I.3.5. Structure atomique des films passifs

Il n'existe que peu de données concernant la structure de film passif. Les questions fondamentales relatives au caractère amorphe ou cristallin des films passifs et en relation avec les propriétés protectrices restant largement ouverte, même si des travaux utilisant la diffraction d'électrons ont pu montrer le caractère cristallin dans le cas du Nickel ou non cristallin dans le cas d'alliage de Fer-Chrome [7].

I.3.6. Défauts structuraux dans l'alliage sous les films passifs

Une surface d'acier industriel n'est cependant pas recouverte uniformément par une couche passive, mais présente inévitablement des défauts structuraux qui subsistent après la croissance du film passif et dont l'existence a été démontrée sur des alliages nickel-molybdène ainsi que sur des aciers inoxydables

Austénitiques avec et sans molybdène par des mesures fines basées sur la canalisation d'ions hélium [8, 9].

Parmi ces défauts, on trouve les inclusions affleurâtes, formées généralement pendant l'élaboration dans le bain d'acier et qui peuvent influencer de manière importante les probabilités d'amorçage des piqures. Il s'agit principalement d'oxydes, de silicates, de sulfures et éventuellement de nitrures. Ces inclusions, et tout particulièrement les inclusions de sulfures de manganèse fréquemment observées dans les aciers inoxydables, représentent en effet des sites de nucléation privilégiés pour les piqures [7].

I.4. Assemblage par soudure des aciers inoxydables [5]

Les procédés de soudage existants restent valables dans l'ensemble ; on recherche naturellement des soudures saines, sans porosités, dotées d'une bonne résistance mécanique, mais ici il faut en outre qu'elles conservent les qualités de résistance à la corrosion qui sont celles des matériaux de base.

Le meilleur moyen pour souder les aciers inoxydables, lorsque c'est possible, est le soudage avec métal d'apport austénitique. Tous les procédés traditionnels sont utilisables, soudage à l'arc à l'électrode enrobée, le soudage à l'arc submergé, les procédés sous atmosphère inerte comme le TIG et le MIG, le soudage plasma. Le flux d'argon ou d'hélium autour de l'arc électrique empêche l'oxydation du bain de fusion ainsi que pendant le transfert du métal d'apport.

I.4.1. Principe du Soudage TIG

Le soudage TIG (Tungsten Inert Gas), est un procédé de soudage dit « par fusion ». Le principe du TIG est de créer un arc électrique entre une électrode réfractaire (c'est à dire non fusible) en tungstène et la pièce à souder.

L'électrode et le bain fondu sont protégés contre l'oxydation de l'air par un bouclier de gaz inerte, généralement de l'argon pur. Parfois un mélange Argon-Hélium est utilisé pour augmenter la pénétration du bain de fusion, l'ajout d'Hélium permettant d'augmenter la tension d'arc en raison du potentiel d'ionisation plus élevé de celui-ci. L'Hydrogène, parfois présent dans le mélange gazeux, joue un rôle similaire à l'Hélium [10].

Contrairement à d'autres procédés de soudage comme le laser ou le faisceau d'électrons, qui mettent en jeu de fortes densités d'énergie ($> 10^6$ W/cm²) et provoquent la vaporisation d'une partie du métal, le TIG ne provoque que la fusion du métal, avec dans certain cas une vaporisation très localisée.

Le soudage TIG n'apporte que des calories à la pièce à souder, et s'effectue sans métal d'apport, contrairement à d'autres procédés à l'arc (électrode enrobée, MIG, MAG...). Néanmoins, un supplément de matière peut être apporté, sous forme de fil ou baguette. Le métal d'apport peut être de même constitution que le métal de base (soudage homogène), ou de constitution différente (soudage hétérogène).

Le TIG est un procédé facilement mécanisable. Il est très utilisé, entre autre, dans l'industrie nucléaire pour la réalisation des tuyauteries de circuit primaire des centrales nucléaires de type REP. Le TIG est en effet bien adapté pour la fabrication de tubes roulés soudés en acier inoxydable austénitique. Dans ce cas on utilise le courant continu avec pôle positif relié à la pièce à souder (polarité directe), qui permet de localiser le plus grand apport de chaleur sur le métal à fondre.

I.4.2. Electrode TIG

Lors du soudage TIG de l'acier inoxydable, on soude en courant continu avec l'électrode au pôle négatif. La majorité de la chaleur va donc vers la pièce à souder. Le matériau de l'électrode est généralement du tungstène avec 2% d'oxyde de thorium. Pour des raisons de santé, ce type d'électrode n'est presque plus utilisé (rayonnement radio actif minimal). Il existe des électrodes en tungstène qui sont alliées à ce qu'on appelle des 'terres rares' qui ont une durée de vie plus longue. Il y a, entre autres, des électrodes de tungstène avec 2% d'oxyde de lanthane (La₂O₃) ou avec 2% d'oxyde de cérium (CeO₂). Un diamètre d'électrode trop petit entraîne une surchauffe ou la fusion de l'électrode, avec un grand risque d'avoir des inclusions de tungstène dans la soudure. Un trop grand diamètre provoquent une instabilité de l'arc et/ou une pénétration insuffisante (mauvais rapport largeur-profondeur du bain de fusion). Lors du soudage en courant continu, l'électrode doit être affûtée (figure 3). L'affûtage de l'électrode doit se faire dans la direction de la pointe et non être concentrique; le poli doit être aussi parfait que possible (la pointe doit être brisée – surface plane de 0,8 mm) [10].

I.4.3. Gaz de protection

Dans la plupart des cas, on utilise l'argon comme gaz de protection. La tension d'amorçage avec ce gaz est relativement faible. La pureté du gaz doit être supérieure à 99,99%. Compte tenu de la pureté souhaitée, il faut veiller à l'étanchéité de tout le système de conduite de gaz.

I.4.4. Le bain fondu

Le bain de fusion créé lors du soudage TIG (éventuellement alimenté par un apport extérieur de matière) est le siège de processus thermophysiques très complexes mettant en jeu des phénomènes thermiques, convectifs, chimiques et électromagnétiques interdépendants. Ces mouvements de convection du métal liquide influencent de façon importante les transferts de chaleur et la forme du cordon

IV.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats des expériences menées au cours de ce travail et leur interprétation.

IV.2. Etude gravimétrique

Cette méthode relativement simple d'utilisation est préférée par rapport à d'autres types d'essais. Elle consiste à exposer des échantillons de surface S à un milieu corrosif maintenue à température varie, et à mesurer la différence de masse des échantillons avant et après chaque essai. La vitesse de corrosion est déterminée après cinq jours (Les tableaux IV.1, ..., IV.6)

Dans cette partie nous avons étudié l'influence de la température sur la corrosion du l'acier inoxydable 316l soudé et non soudé dans les plusieurs milieux.

En général, la température a un effet important sur les phénomènes de Corrosion : La vitesse de corrosion augmente lorsque la température augmente.

Selon les résultats obtenus, on remarque que la vitesse de corrosion augmente avec l'augmentation de la température, car la température accélère la cinétique des réactions.

L'effet de la présence du cordon de soudure augmente cette vitesse de corrosion ce qui explique l'hétérogénéité structurale due au procédé de soudure.

Ces résultat montrent que l'augmentation de la température favorise la tendance de l'acier inoxydable étudié a présenté une corrosion par piqure.

Comme tous les alliages passivable ils sont sensible à la corrosion localises (par piqures) en présence de solution contentent des halogènes ou leur (Cl^- , Cl_2).

L'adsorption des anions de Cl^- sur le film passif de l'acier inoxydable est une des raisons de développement de ces piqûres. Il est connu qu'une attaque par des chlorures est initiée par l'adsorption d'ions chlorures sur une surface métallique.

La partie du film adsorbé est appelée l'oxyde contaminé»

Le Cl est adsorbé par la couche passive, en formant un chlorure métallique qui renforce cette couche, alors il fait la diminution de la vitesse de corrosion.

Cette hypothèse est appuie par nos résultats :

Pour 316l soudé et non soudé la vitesse de corrosion augmente en fonction de température. Les valeurs pour les températures (30⁰C, 40⁰C ,50⁰C) en milieux 3%NaCL sont respectivement : Cas 316l non soudé : 1.39 ; 1.73 ; 2.43, et Cas 316l soudé : 1.73 ; 1.97 ; 2.89

En remarque que la vitesse de corrosion de l'acier 306l soudé plus élevés pas rapport 316l non soudé.

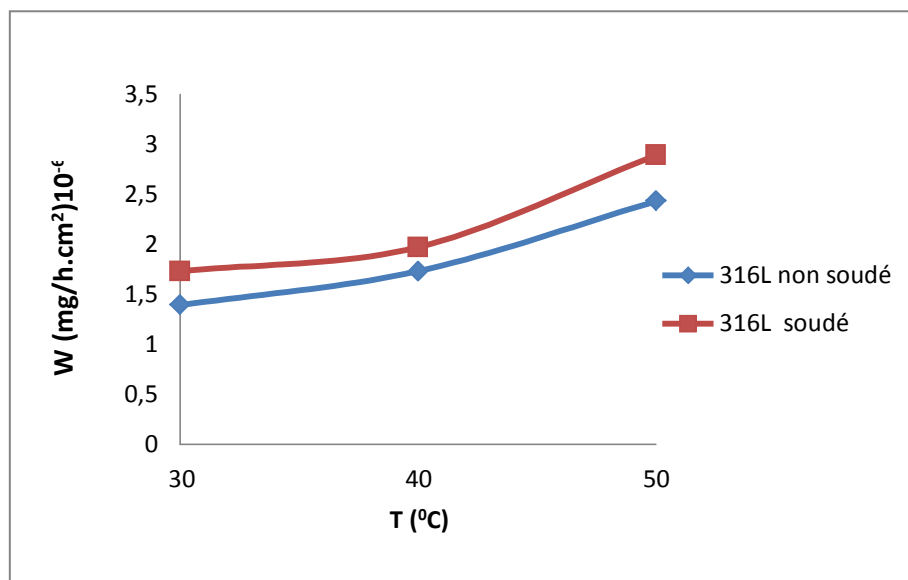


Figure IV.1 .Evolution de la vitesse de la corrosion en fonction de la température dans 3%NaCL

Presque même les remarque pour la vitesse de corrosion en fonction de température dans les d'autres milieux (4%NaCL, 5%NaCL, 5%NaCL+1%acide acétique , 3%NaCL+1%citrique).

Pour le milieu 4%NaCl (316l non soudé : 1.04, 1.39, 2.08) et (316l soudé : 1.27, 1.73, 2.15).

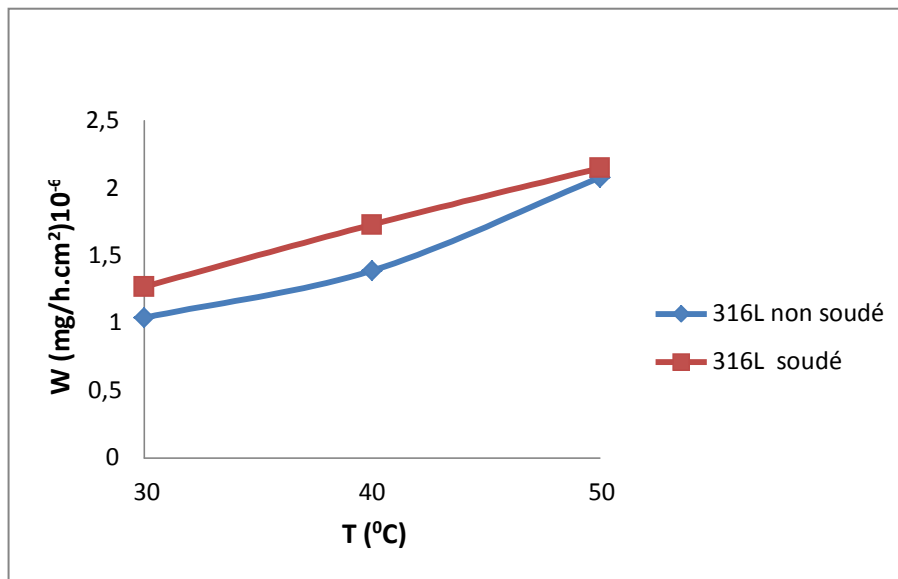


Figure IV.2. Evolution de la vitesse de la corrosion en fonction de la température dans 4%NaCl.

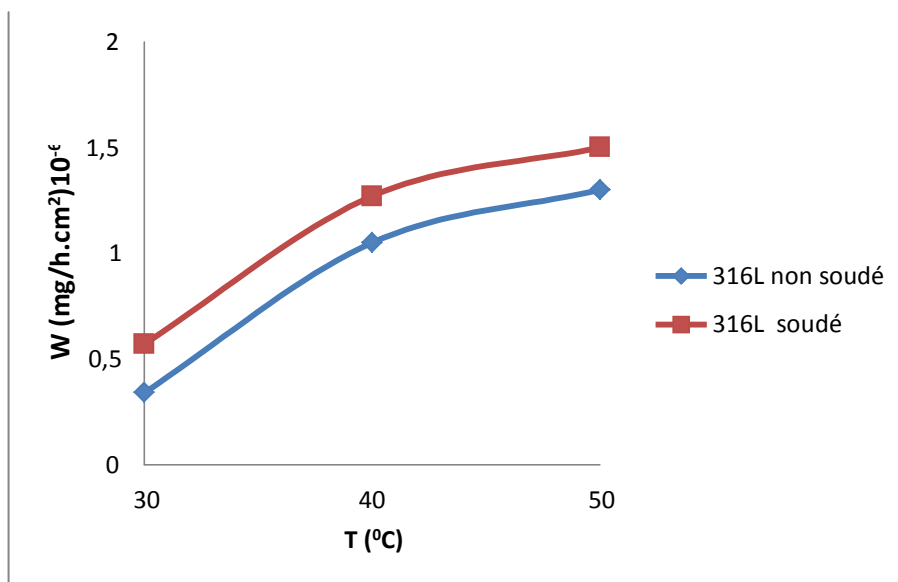


Figure 3. Evolution de la vitesse de la corrosion en fonction de la température dans 5%NaCL

Pour le milieu 5%NaCl (316l non soudé : 0.34, 1.15, 1.27 et 316l soudé : 0.57, 1.27, 1.50).

Pour le milieu 5%NaCl +1% acide acétique (316l non soudé : 0.69, 0.92, 1.39 et 316l soudé : 1.15, 1.39, 1.50).

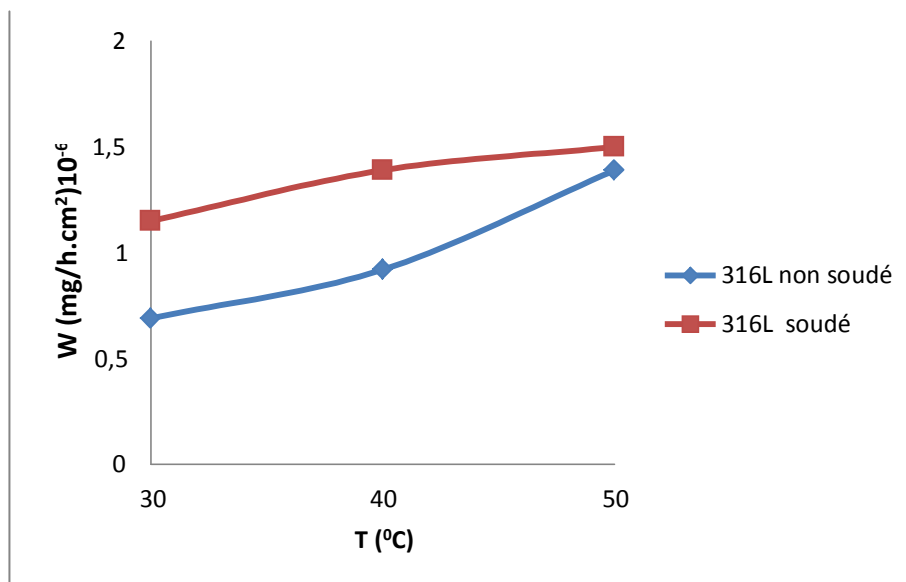


Figure IV.4. Evolution de la vitesse de la corrosion en fonction de la température dans 5%NaCl +1% acide acétique

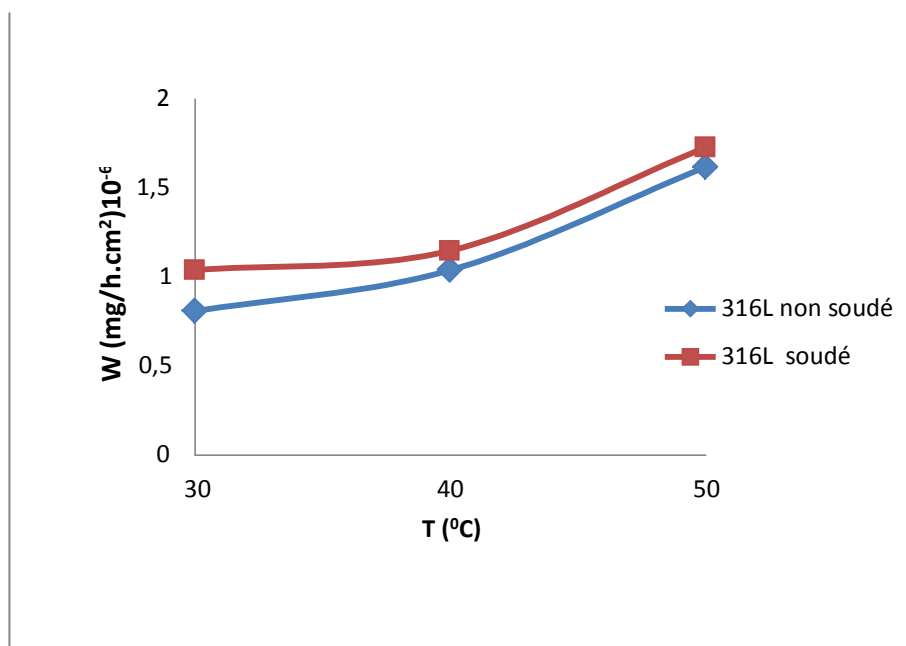


Figure IV.5. Evolution de la vitesse de la corrosion en fonction de la température dans 5%NaCl +1% acide citrique

Pour le milieu 5%NaCl +1% acide citrique (316l non soudé : 0.81, 1.04, 1.62 et 316l soudé : 1.04, 1.15, 1.73).

IV.3. Caractérisations métallurgique

- **Caractérisations structurale**

L'étude au microscope optique permet d'étudier la microstructure du matériau. Les échantillons subissent un repolissage mécanique sur papiers abrasifs de granulométrie décroissante (180 à 1200), un polissage jusqu'à l'aspect miroir est nécessaire. Les échantillons sont ensuite rincés à l'eau distillée puis séchés à l'air comprimé.

Afin de révéler la microstructure, le polissage mécanique est suivi d'une attaque chimique dans une solution 10g de chlorure ferrique $FeCl_3$ +30ml d'acide chlorhydrique ($\rho= 1.19\text{mg/l}$) +120ml d'eau, pendant 30s à 2 min.

La caractérisation métallographique est effectuée au moyen d'observation par microscope optique des différentes zones de soudure (ZAT, ZF et BM).

En utilisant le microscope optique, l'analyse micrographique permet de mettre en évidence la morphologie des différentes zones des joints soudés.

L'utilisation d'une solution d'attaque chimique adéquate est nécessaire pour bien révéler les structures métallurgiques.



Figure IV.6. Zones de soudure de l'acier inoxydable 316L soudé.

Le refroidissement de noyau fondu va progresser de la périphérie vers le centre, et il sera d'autant plus rapide que le gradient de températures est élevé, ce qui influe sur les propriétés mécaniques et la structure des tôles soudées (variation de dureté, la taille des grains des 3 zones...).

L'observation micrographique de ces zones montre la forme des grains et des joints de grains constituant ce matériau.

L'analyse révèle une nette tendance au grossissement des grains dans la zone affectée thermiquement (ZAT) par rapport aux grains du métal de base. Ce grossissement est dû à l'apport thermique important lors du soudage et qui a affaibli la dureté dans cette zone.

La frontière entre la zone fondue (ZF) et la zone affectée thermiquement (ZAT) est très nette, particulièrement l'aspect de la structure de solidification dans la zone fondue est plus fine (Figure IV.6)

La zone fondue observée présente bien une structure *dendritique* brute de solidification.

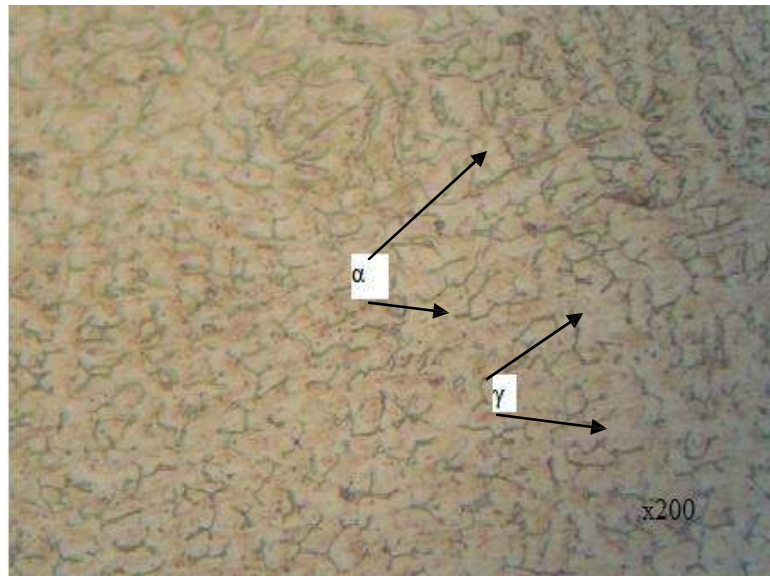


Figure. IV.7. La zone fondue (ZF).

La structure de la zone fondue est très fine par rapport à la structure du métal de base. Elle a un aspect brut de solidification, composée de deux phases ; phase (γ) austénite et phase (α) ferrite (**Figure IV.7**).

IV.4. Caractérisation mécanique

- **Microdureté :**

La mesure de la microdureté est employée généralement pour caractériser un matériau. Il s'agit de s'assurer de sa résistance mécanique et de vérifier l'absence de fragilité à la suite des traitements mécaniques ou thermiques subit.

Des essais de microdureté Vickers (par un pénétrateur pyramidal en diamant) ont été réalisés sur des coupes transversales aux cordons de soudure afin d'établir des filiations sur l'ensemble des zones de soudure (Mb, ZAT et ZF).

Les mesures ont été effectuées à partir du milieu du cordon sous une charge de 200g.

La courbe moyenne montre une évolution globale de la microdureté. Elle est caractérisée par une diminution rapide à partir du milieu de la ZAT jusqu'à au niveau de la zone de fusion, puis la microdureté remonte dans la seconde moitié pour rejoindre la valeur caractéristique de la microdureté du métal de base MB.

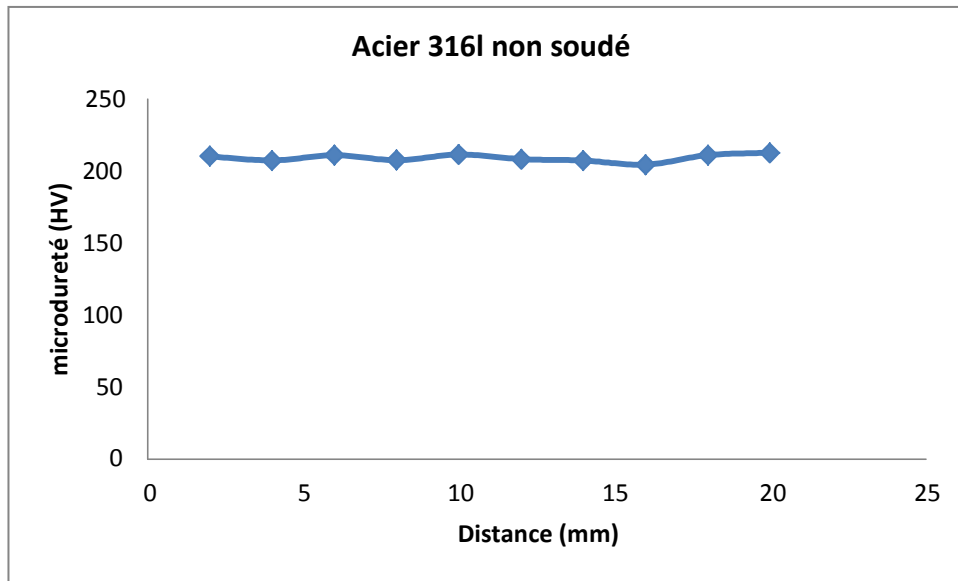


Figure IV.8. Microdureté de 316l non soudé.

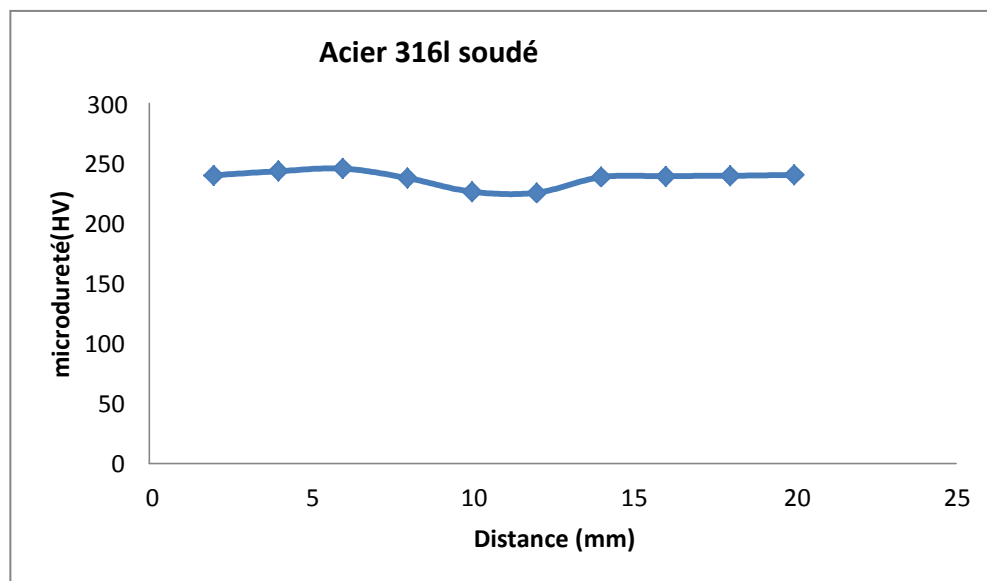


Figure IV.9. Microdureté de 316l soudé.

Nous constatons que la valeur de la microdureté mesurée dans la zone fondue (ZF) est plus importante par rapport à celle de la zone affectée thermiquement.

Ceci est dû à la structure brute de solidification qui est dendritique, et les différentes orientations des dendrites ainsi que la forte proportion de ferrite (mode de solidification et condition de refroidissement).

L'augmentation de la microdureté d'une zone à une autre, et cette augmentation est relativement importante au niveau de la **ZAT** (la zone où la structure est sensibilisée par un grossissement de grain).

Ce chapitre a pour but de présenter la méthode expérimentale gravimétrique utilisée dans ce mémoire. Une description des matériaux, caractérisation métallurgique et mécanique, et des montages effectués.

III.1. Matériau utilisé et milieux d'attaque

❖ Matériaux utilisés

L'acier 316L est un acier inoxydable austénitique. Cet acier est utilisé dans le domaine de la production d'énergie électronucléaire, de par ses propriétés de résistance à des sollicitations mécaniques, chimiques et thermiques sévères.

Cet acier possède une matrice austénitique stable de la température ambiante jusqu'à sa température de fusion, il n'y a donc pas lors du soudage de transformations structurales à l'état solide dans la Zone Affectée Thermiquement



Figure III.1. Microstructure de l'acier 316L. **Figure. III.2.** Acier inox 316L soudé.

La particularité des aciers inoxydables est la présence de chrome (>12%), qui favorise la résistance dans les milieux oxydants, en assurant la formation d'une couche de passivité. Grâce à l'ajout de différents éléments d'alliage en plus du chrome, il est possible d'obtenir une grande variété d'aciers inoxydables, qui différencient par les caractéristiques métallurgiques que par les propriétés thermo physiques ou mécaniques. Ces caractéristiques peuvent également être modifiées

Par des traitements thermiques et / ou mécaniques particuliers. La famille des aciers austénitiques dont fait partie le 316L est l'une des grandes familles d'acier inoxydable.

Les aciers inoxydables type 316L sont constitués d'une matrice austénitique Fer-Chrome-Nickel, c'est à dire un réseau d'atomes de fer cubique face centrés, avec des atomes en solution solide d'insertion (comme le carbone ou l'azote) et des atomes en solution solide de substitution (Molybdène, silicium, manganèse...). Des impuretés (souffre, phosphore) sont également présentes en faible quantité. Les limites de composition du 316L sont données dans le tableau ci-dessous.

Tableau III.1 : Limites de composition chimique de l'acier 316L.

Compo	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
Min	0	0	1,6	0	0	17	12	2,30
max	0,03	0,5	2	0,035	0,025	18	12,5	2,70

D'une manière générale, certains éléments chimiques seront dits gammagènes, car ils auront tendance à stabiliser la phase austénitique. C'est le cas du Nickel, dont la teneur supérieure à 12% dans le 316L assure la stabilité de la structure austénitique de 20°C à la température de fusion (1450°C environ).

Les éléments dit gammagènes sont ceux, à de rares exceptions près, qui ont une structure Cubique Faces Centrées (CFC), comme l'austénite. Ce sont : Ni, Mn, Co, Cu, Ti... Le Carbone et l'azote sont également des éléments gammagènes puissants, même en faible quantité.

A l'inverse les autres éléments sont dits alphagènes. Les éléments alphagènes, de structure Cubique Centrée (CC) sont : Cr, Si, Mo,...

❖ Les milieux corrosifs utilisés

Les solutions utilisées dans no essai gravimétrique sont regroupées dans le tableau (III.2).

Tableau III.2. Présentation des solutions étudiées.

Solution	3% NaCl	4% NaCl	5% NaCl	5% NaCl+ 1% acide citrique	5% NaCl+ 1% acide acétique
----------	---------	---------	---------	----------------------------------	----------------------------------

La solution de 5% NaCl par exemple est préparée par la dissolution de 50g de NaCl en poudre cristallisé dans un litre d'eau distillée, puis agitée par un barreau aimanté afin d'avoir une solution homogène.

III.2. Procédure expérimentale**III.2.1. Essai gravimétrique****❖ Préparation de l'échantillon :**

Les étapes sont préparées comme suit :

- Prélèvement d'échantillon à l'aide d'une guillotine, dans ce cas les échantillons sous forme rectangulaire.
- Polissage, les échantillons d'acier subissent un polissage au papier abrasif de granulométrie décroissante (du grain 180 jusqu'au 1200).

**Figure III.3.** Polisseuse.

- Les échantillons sont ensuite rincés à l'eau distillée, dégraissés par l'éthanol et séchés à l'étuve.

Les essais de perte de poids sont effectués en fixant un échantillon sur un file support en polymère dans un bûcher contenant 100 ml de l'électrolyte.

Un bain marie a été utilisé pour permettre le maintien de l'électrolyte à la température désirée. Les échantillons utilisés sont rectangulaires.

Les échantillons subissent un rinçage à l'eau distillée, un dégraissage à l'éthanol et un rinçage à l'eau distillée, enfin un séchage. Les échantillons sont pesés après et avant chaque essai.

❖ Mesure le taux et la vitesse de corrosion

Le taux de corrosion, par la méthode de perte de masse, est déterminé par la formule suivante :

$$\Delta m = m_0 - m_1$$

m_0 (mg) : la masse de l'échantillon avant l'essai.

m_1 (mg) : la masse de l'échantillon après l'essai.

Δm (mg) : la perte de masse (le taux de corrosion) de l'échantillon.

La vitesse de corrosion (W) est déterminée par la l'équation suivante :

$$W = \Delta m / st$$

Δm : la perte de masse en mg.

S : la surface exposée en cm^2 .

t : le temps d'exposition dans la solution en heure.

III.2.2. Caractérisation métallurgique

❖ Caractérisation structurale

- **Microscope Optique (MO)**

Afin de mettre en évidence la microstructure de nos échantillons, nous avons effectué l'examen métallographique des surfaces polies au microscope optique.

Nous avons utilisé un microscope optique de type hund wetzlar T100 équipé de 4 objectifs de grossissement 40, 100, 200 et 400 fois et de deux oculaires avec un grossissement de 2 fois. L'acquisition des micrographies a été effectuée au moyen d'une caméra vidéo solidaire du microscope et reliée à un ordinateur contenant le logiciel d'acquisition (Eye'sCora) et de traitement des résultats (PicedCora).

- **Principe du microscope optique**

Le principe du microscope métallographique repose sur la réflexion de la lumière par les échantillons métalliques et l'agrandissement des images effectué par un jeu de lentilles

Disposées dans les objectifs et les oculaires. Une source lumineuse émet une lumière focalisée grâce à un condenseur et éclaire l'échantillon pour donner une image agrandie grâce à la lentille objective. Un miroir permet de transformer l'image sur l'oculaire et sur la caméra.

L'étalonnage de mesure des dimensions réelles après agrandissement est effectué au moyen d'une réglette, fournie avec le microscope, de 1 mm de taille, divisée en 100 subdivisions.



Figure III.4. microscope optique.

III.2.3 Caractérisation mécanique

- **Microdureté**

Elle permet la mesure de la dureté des matériaux sans les endommager.

- **Description:**

Un microduromètre semi-automatique du type **Zwick** à pénétration **Vickers** avec une charge de mesure de 200 g relié à un micro-ordinateur, permet la mesure automatique de la microdureté grâce à un logiciel approprié.

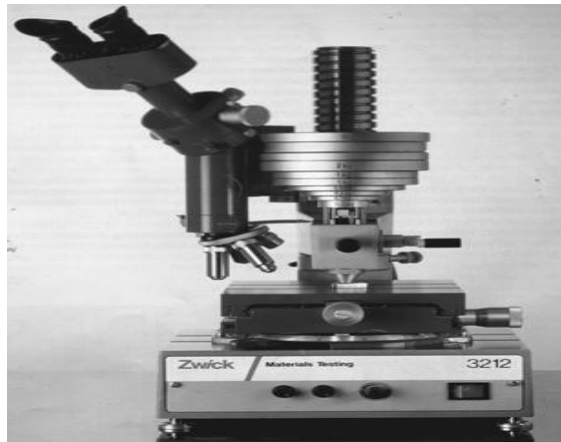


Figure III.5. microduromètre semi-automatique du type Zwick.

- **Principe de la méthode:**

Il consiste à exercer sur la surface de l'échantillon à étudier une force constante pendant un temps (t) donné à l'aide d'un poinçon en diamant très dure appelé pénétrateur; ce dernier ayant une forme pyramidale à base carrée. La dureté Vickers (Vickers Hardness) est alors définie par le rapport $H_V = m/S$.

Avec m: la charge appliquée (en kg) par le pénétrateur.

S: surface latérale (en mm^2) de l'emprunt pyramidale et elle est définie par:

$$S = \frac{1}{2} d^2 / \sin 136^\circ / 2$$

Il suffit de mesurer la longueur de la diagonale de la base carrée de l'empreinte pour accéder à la valeur de la dureté Vickers.

On déduit donc les valeurs de la dureté à partir de la mesure d_1 et d_2 des deux diagonales et on en calcule la moyenne. Cette procédure est répétée pour dix empreintes, et la moyenne des valeurs obtenues est prise comme valeur de Hv pour le matériau étudié.

Introduction

La grande importance des aciers et spécialement des aciers inoxydables pour l'industrie n'est plus à démontrer. L'utilisation de ces aciers touche beaucoup de réalisations de l'ingénieur des plus grandes ou plus petites, du fait de leurs très grandes résistances à la corrosion uniforme. Celle-ci est due à la formation d'une couche protectrice, appelée film passif, de quelques nanomètres d'épaisseur à la surface de l'alliage.

Ces aciers, en contrepartie, peuvent être sensibles à la corrosion localisée avec pour conséquence un endommagement et des dégradations parfois importants sur site industriel. La détection de ce type de corrosion joue donc un rôle important dans la prévention des risques industriels, tant sur les plans économique, qu'environnemental et sécuritaire.

De nombreuses études ont été réalisées afin de mieux comprendre et maîtriser les mécanismes responsables du développement de la corrosion localisée des aciers inoxydables.

L'objectif de cette étude est caractériser le phénomène de la corrosion localisée des aciers inoxydables. Plus précisément, on cherchera à étudier la vitesse de corrosion de l'acier inoxydable 316l soudé et non soudé en fonction de température dans un milieu agressif.

Le travail que nous présentons dans ce mémoire est subdivisé en quatre chapitres qui se terminent par une conclusion.

- Les deux premiers chapitres consacrés à une étude bibliographique.
- Le troisième chapitre est consacré à des méthodes expérimentales.
- Quatrième chapitre pour les résultats et l'interprétation.
- La conclusion générale sur l'ensemble de ce travail.

Annexe

Acier 316l non soudé

Tableau IV.1. Influence de la température sur la vitesse de corrosion de l'acier en différents milieux à T= 30⁰C

milieu	3%NaCL	4%NaCL	5% NaCL	5% NaCL +1%acide citrique	5% NaCL +1%acide acétique
Poids avant	6.1380	6.0555	6.0878	6.0206	6.3357
Poids après	6.1360	6.0534	6.0856	6.0204	6.3348
Δm	0.002	0.0021	0.0022	0.0002	0.0009
V(10 ⁻⁶) (mg/h.cm ²)	2.31	2.34	2.54	2.31	1.043

Tableau IV.2. Influence de la température sur la vitesse de corrosion de l'acier en différents milieux à T=40⁰C.

milieu	3%NaCL	4%NaCL	5% NaCL	5% NaCL +1%acide citrique	5% NaCL +1%acide acétique
Poids avant	6.4372	5.4963	6.4995	6.3333	6.4544
Poids après	6.4357	5.4951	6.4960	6.3315	6.4523
Δm	0.0015	0.0012	0.0035	0.0018	0.0021
V(10 ⁻⁶) (mg/h.cm ²)	1.73	1.39	4.05	2.086	2.43

Tableau IV.3. Influence de la température sur la vitesse de corrosion de l'acier en différents milieux à T=50⁰C.

milieu	3%NaCL	4%NaCL	5% NaCL	5% NaCL +1%acide citrique	5% NaCL +1%acide acétique
Poids avant	5.0706	6.5001	5.7059	5.3102	5.7729
Poids après	5.0673	6.4970	5.7020	5.3067	5.7695
Δm	0.0033	0.0031	0.0039	0.0035	0.0034
$V(10^{-6})$ (mg/h.cm ²)	3.82	3.59	4.52	4.056	3.94

Acier 316l soudé

Tableau IV. 4. Influence de la température sur la vitesse de corrosion de l'acier en différents milieux à T=30⁰C.

milieu	3%NaCL	4%NaCL	5% NaCL	5% NaCL +1%acide citrique	5% NaCL +1%acide acétique
Poids avant	6.6510	6.5759	6.0059	6.3132	5.7557
Poids après	6.6530	6.5742	6.0051	6.3128	5.7551
Δm	0.0015	0.0017	0.0008	0.0004	0.0006
$V(10^{-6})$ (mg/h.cm ²)	1.73	1.97	0.927	0.463	0.695

Tableau IV.5. Influence de la température sur la vitesse de corrosion de l'acier en Différents milieux à T=40⁰C.

milieu	3%NaCL	4%NaCL	5% NaCL	5% NaCL +1%acide citrique	5% NaCL +1%acide acétique
Poids avant	6.7462	5.9388	6.1251	5.9288	6.0625
Poids après	6.7456	5.9377	6.1248	5.9287	6.0617
Δm	0.0006	0.0011	0.0003	0.0001	0.0008
$V(10^{-6})$ (mg/h.cm ²)	0.695	0.127	0.347	0.115	0.927

Tableau IV.6. Influence de la température sur la vitesse de corrosion de l'acier en différents milieux à T=50 C.

milieu	3%NaCL	4%NaCL	5% NaCL	5% NaCL +1%acide citrique	5% NaCL +1%acide acétique
Poids avant	6.7260	5.9036	5.8819	6.4228	6.2293
Poids après	6.7256	5.9030	5.8812	6.4226	6.2287
Δm	0.0004	0.0006	0.0007	0.0002	0.0006
$V(10^{-6})$ (mg/h.cm ²)	0.463	0.695	0.811	0.231	0.695