

MATÉRIAUX

2014

24-28 nov.

Montpellier



RECUEIL DES RÉSUMÉS
Colloques 06

Sommaire

- [06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM](#) (n=88)
- [Index des auteurs](#)

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

CM-06-8

Influence de la corrosion sur la tolérance aux dommages d'un alliage d'aluminium aéronautique 2024 dans une solution acide

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-8

H. Yousfi, M. Laribi.

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE - Alger (Algérie).

La corrosion est la principale cause de dégradation des métaux avant l'usure et la fatigue. Il s'agit d'un processus lent qui se traduit par une altération de l'aspect. Une diminution de la masse et des caractéristiques mécaniques. Il existe différents mécanismes de corrosion qui induit par une diminution régulière de la quantité de matière sur toute la surface du matériau ainsi que des propriétés mécaniques, proportionnellement à la perte d'épaisseur.

La corrosion localisée procède par piqûre en affectant rapidement l'aptitude à la déformation du matériau, alors que la surface peut rester indemne. Différents facteurs peuvent être à l'origine de la corrosion, mais dans la majorité des cas il s'agit d'un processus électrochimique dû à la présence simultanée d'un métal corrodable et d'un milieu oxydant jouant le rôle d'électrolyte.

Ce travail a pour objectifs d'améliorer la compréhension des mécanismes qui régissent le phénomène de fatigue-corrosion dans les structures d'avions

Nous sommes tout d'abord intéressés à une étude complète de la cinétique de corrosion intergranulaire à l'aide d'essais d'immersion en milieu acide HCl. On a constaté la présence d'une zone dénudée en cuivre le long du joint de grain qui nous a permis de suivre l'évolution d'un défaut de corrosion localisée sur la surface de l'alliage 2024, ce défaut atteint très rapidement une profondeur limite due au confinement du milieu.

Par la suite l'alliage 2024 sujette à un chargement cyclique, les piqûres peuvent provoquer la naissance précoce de fissures de fatigue et de ce fait entraîner une diminution significative de la durée de vie en fatigue. Cet effet synergique entre les piqûres de corrosion et la fatigue est mieux connu sous le nom de fatigue-corrosion. Il s'agit d'un mécanisme de rupture relativement fréquent qui associe matériau, contrainte variable au cours du temps et environnement. En présence d'un milieu agressif, cette contrainte variable au cours du temps a deux impacts sur la durée de vie puisqu'elle abaisse la limite de fatigue et peut augmenter la vitesse de propagation.

Ce défaut de corrosion dont la cinétique est importante dans les premières heures qui est rapidement transformé en fissure émoussée transgranulaire de fatigue .

-

CM-06-13

Etude du comportement à long terme de pièces de réseaux d'eau intérieurs en polyamide 66 renforcé de fibres de verre

06 - Corrosion, Vieillessement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-13

J. Dausseins ¹, X. Colin ², O. Correc ¹.

¹Centre Scientifique et Technique du Bâtiment - Nantes (France), ²laboratoire Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux - Paris (France).

Le polyamide 66 renforcé fibres de verre est aujourd'hui considéré pour le remplacement de certains éléments métalliques d'accessoires de robinetterie des réseaux d'eau intérieurs. Cependant, ce matériau doit également montrer sa durabilité à long terme et dans un environnement potentiellement agressif combinant les effets de l'eau, de l'oxygène et du dioxyde de chlore, un puissant désinfectant, mais aussi l'effet mécanique de la pression hydrostatique de l'eau .

Des essais de vieillissement accéléré menés sur des films de polyamide 66 non stabilisé dans des conditions simplifiées (eau distillée, pression atmosphérique) ont montré que cette matrice composite est très sensible à l'hydrolyse et à l'oxydation. Cependant, la principale réaction qui se produit à la température d'alimentation en eau du banc d'essai (i.e. 17°C) est l'oxydation amorcée par l'attaque radicalaire au dioxyde de chlore ClO₂, radical libre à l'état fondamental. Cette réaction cause la coupure des liaisons C-N et la formation de groupements terminaux de type carbonyles. Le phénomène de coupures de chaîne provoque une chute de la masse molaire et, par conséquent, détruit le réseau d'enchevêtrements de la phase amorphe. Dès lors, le polyamide 66 perd sa ductilité dès les faibles taux d'avancement de la réaction d'oxydation, en particulier quand sa masse molaire moyenne en nombre atteint une valeur critique de 17 kg.mol⁻¹.

A ce stade, un modèle semi-empirique est en cours d'élaboration pour prédire le couplage "chimie-mécanique" responsable de la défaillance prématurée de certaines éléments de pièces en polyamide 66 renforcé en fibres de verre en condition d'usage.

Dans cette communication seront présentés :

- L'étage "chimique" dont la fonction est de calculer les profils de modifications chimiques dans la couche superficielle en contact avec l'eau désinfectée. Un système d'équations différentielles a été dérivé du schéma mécanistique déjà établi pour l'oxydation du polyamide 66 pur, mais complété par les réactions de stabilisation et l'attaque radicalaire du polyamide 66 par le dioxyde de chlore.
- L'étage "mécanique" dont la fonction est de calculer le temps à la rupture sous les effets combinés de la dégradation chimique et de la pression d'eau hydrostatique. Ce dernier étage est composé d'une loi de fluage et d'un critère de rupture établis à partir des courbes de régression ($\text{Log}(\text{contrainte circonférentielle}) = f(\text{temps à rupture})$) dans une eau pressurisée non désinfectée.

AF-06-18

Optimisation d'un analyseur IRTF en ligne pour l'analyse des fumées toxiques issues des gaz de combustion

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-18

P. Bernard-Moulin.

Thermo Scientific - Villebon (France).

La spectroscopie IRTF présente de nombreux avantages pour l'analyse des gaz industriels tels que la mesure multicomposants, l'intégration facile dans le procédé et la stabilité dans le temps des étalonnages. La configuration du système de mesure doit tenir compte des besoins en termes de vitesse d'acquisition des données, choix de la cellule gaz en fonction de la sensibilité et des débits, dispositif de transfert des effluents vers la cellule de mesure et exigences de facilité d'utilisation et de souplesse du logiciel.

Dans l'introduction il est montré pourquoi les composés gazeux sont particulièrement bien adaptés pour une analyse par IRTF du fait de leur structure fine qui permet d'identifier et de quantifier des bandes caractéristiques même dans le cas de mélanges complexes.

La partie expérimentale présentera les améliorations apportées à l'analyseur équipé de cellules gaz 2M ou 10M pour permettre la mesure des gaz produits lors d'une combustion de matériaux jusqu'à une fréquence de 5Hz à 0,5cm⁻¹ de résolution

La spécificité de la combustion et les risques de fuites associés a conduit au développement d'un analyseur à double zone de purge et avec 2 faisceaux de mesure. L'amélioration a porté également sur les fenêtres amovibles et nettoyables de la cellule gaz.

L'utilisation d'un algorithme de calcul de type CLS2 a permis de gérer les interférences entre gaz et la non linéarité

Les résultats et la discussion seront présentés notamment dans le cadre de l'inflammation d'une revêtement pour lequel 19 gaz sont mesurés afin d'évaluer la toxicité.

Les domaines d'applications d'un tel analyseur sont multiples en combustion des matériaux:

- Matériaux de construction
- Textiles(vêtements,papiers peints)
- Electronique
- Particulier(téléphone,TV)
- Industriel(transformateurs,fusibles,cablages)•Transport(ferroviaire,air,automobile)
- Fabricants de convertisseurs catalytiques
- Militaire
- Laboratoires sous contrat
- Analyse de procédés de fabrication

AF-06-27

Etude du comportement électrochimique d'une anode sacrificielle en aluminium activée par l'étain

06 - Corrosion, Vieillessement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-27

S. Lameche, A. Benchettara, F. Kellou.

Laboratoire d'Electrochimie Corrosion -Métallurgie et Chimie Minérale, Faculté de chimie BP32 El Alia Bab Ezzouar 16111 - Alger (Algérie).

Cette étude examine l'effet de l'élément Sn sur le comportement électrochimique de l'alliage Al-5%Zn dans l'eau de mer. Le potentiel à circuit ouvert, la polarisation potentiodynamique ainsi que la méthode de la spectroscopie d'impédance électrochimique ont été utilisées au cours de cette investigation. Les résultats montrent clairement, que l'étain active le binaire Al- 5% Zn en déplaçant le potentiel de corrosion dans le sens des potentiels cathodiques. Les résultats obtenus par la spectroscopie d'impédance électrochimique sont en bon accord avec ceux déduits de la polarisation potentiodynamique.

Le tracé des courbes de polarisation potentiodynamique relatives à l'aluminium et à ses alliages ont mis en évidence l'effet catalytique de Sn sur la réaction de réduction de l'oxygène au contact du binaire Al-5%Zn. L'alliage Al-Zn-Sn présente une faible résistance de polarisation (R_p) comparativement à celle de l'aluminium et des autres alliages, ce qui atteste de l'effet activateur de l'élément Sn.

AF-06-32

irradiation effects on GaAs space solar cell

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-32

A. Belghachi ¹, L. Varani ².

¹université de Béchar - Béchar (Algérie), ²université Montpellier II - Montpellier (France).

GaAs solar cells, as other semiconductor devices, suffer degradation of their electrical and physical properties under particle irradiation (electrons and protons) in space environment. In this work, the numerical simulation is used to model the effect of 1MeV electron irradiation fluence on the performance degradation of a single junction GaAs solar cell, and to identify the defects responsible for the degradation of the output parameters GaAs solar cells. We have found that the GaAs solar cell is sensitive to 10^{16} cm⁻² electron irradiation fluence, and the electron defects, E3 and E4, and the hole defect H4, created by 1 MeV electron irradiation, are the most responsible of the degradation of short circuit current (J_{sc}), these defects not only degrade the short circuit current but also the open circuit voltage (V_{oc}),

AF-06-38

VIEILLISSEMENT PAR VENT DE SABLE D'UN UN POLYETHYLENE TRAITÉ PAR PLASMA FROID

**06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#AF-06-38

N. Hassini ¹, A. Dobbi ², B. Abderahmani ³.

¹université d'oran - Oran (Algérie), ²université de ouargla - Oaurgla (Algérie),
³IHFR - Oran (Algérie).

A cause de son rapport prix qualité, le matériau le plus utilisé en plasticulture, dans le pourtour méditerranéen, est le polyéthylène basse densité (PEbd). Malheureusement sa durée d'utilisation peut être relativement courte, particulièrement lorsque le matériau est confronté certains aléas climatiques, tel que le vent de sable. Dans la plasticulture, les mécanismes de dégradation du polyéthylène s'initient en surface et s'y concentrent le plus. Dans tous les cas, l'état de surface du matériau va jouer un rôle prépondérant dans la durée de vie de celui-ci.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés aux modifications induites l'évolution des propriétés de surface du PEbd par un plasma froid de type Glidarc (Arc glissant) sur des films neufs et d'autres soumis à un vieillissement naturel par vent de sable dans la région de Ouargla. Des traitements plasmagènes de courtes durées sont appliquées aux films de PEbd neutres d'épaisseurs 180 µm. Quelques secondes seulement suffisent pour observer ces modifications, sur les échantillons témoins. Les échantillons ainsi traités sont ensuite soumis à un vieillissement naturel dans la région de Ouargla, caractérisée par des vents de sables très fréquents. La caractérisation des effets du traitement plasma et de sa combinaison avec un vent de sable est réalisée à l'aide de l'XPS (X ray Photoelectron Spectroscopy) et de la FTIR (Fourier Transform InfraRed spectrometry).

AF-06-52

Mesure d'épaisseurs des dépôts de corrosion dans les matériaux de gainages par la réflectivité des neutrons.

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-52

K. Cheraitia ¹, A. Lounis ², B. Guédioura ², S. Benfattoum ².

¹Doctorant université - Alger (Algérie), ²université - Alger (Algérie).

Mesure d'épaisseurs des dépôts de corrosion dans les matériaux de gainages par la réflectivité des neutrons.

K. Cheraitia*1, A. Lounis1, B. Guedioura2, S. Benfattoum1

1Laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux. U.S.T.H.B, BP 32 El Alia. Alger. Algérie

2Division réacteur. CRND. Draria. 16050 Alger. Algérie.

*Auteur correspondant : cheraitiak@yahoo.fr

Mots clés : Réflectivité des neutrons, Caractérisation structurale, Combustible MTR, Corrosion.

Résumé

L'objectif de nos travaux est d'appliquer la spectrométrie neutronique pour progresser dans la détermination de la cinétique de corrosion de l'alliage Al-Fe-Ni utilisé comme matériau de gainage dans les réacteurs de recherche type MTR. En effet, la connaissance précise de l'épaisseur de la couche d'hydroxyde d'aluminium de la plaque combustible contribuera fortement à la qualification du combustible utilisé dans le réacteur nucléaire de recherche Nur (CRND. Draria. Alger). Cependant l'utilisation des techniques de spectrométries neutroniques nécessite la connaissance d'un maximum d'informations sur le système physique étudié. Ces informations peuvent être obtenues par des techniques complémentaires. Dans une première partie nous avons utilisé la microscopie optique et électronique à balayage pour examiner la surface de l'échantillon avant et après dépôt de corrosion ainsi que l'observation de la morphologie des surfaces externes complétée par une microanalyse EDS. Dans une deuxième partie les études de caractérisations structurales des échantillons ont été effectuées au moyen de la technique de la réflectivité de neutrons. L'exploitation s'est faite à l'aide de logiciel PARRATT32.

Les micrographies obtenues montrent un état surfacique rugueux ainsi que la présence d'une hétérogénéité chimique suite à un phénomène d'altération inévitable induit par une oxydation par passivation de l'aluminium, notons aussi l'oxydation du fer suite au milieu oxygéné de nos essais.

Après avoir déterminé et fixé les positions des angles θ_0 en rotation, angle zéro du détecteur et la translation X_0 on lance le balayage ($\theta-2\theta$), qui nous donne la courbe de la réflectivité (I/I_0) en fonction du vecteur d'onde Q .

Nous avons déterminé les épaisseurs suivantes : $e_1 = 224,39$ nm avec $\Delta Q_1 = 0,28\text{nm}^{-1}$ qui correspond à la couche de Al_2O_3 et $e_2 = 51,50$ nm avec $\Delta Q_2 = 0,122\text{nm}^{-1}$ qui correspond à une couche $\text{Al}(\text{OH})_3$ qui s'y prête à l'oxydation et forme finalement par diffusion de O_2 , l'espèce Al_2O_3 .

AF-06-78

Preparation and reactivity of sol-gel titania films on FeCrAl alloys and their influence on transition alumina inhibition during oxidation at high temperatures

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-78

R. Chegroune, M. Keddam.

USTHB - Alger (Algérie).

The sol-gel TiO₂ coatings were applied in order to improve the rapid transformation of alumina scales developed on a model Fe–20Cr–5Al alloy during oxidation at high temperatures. The titanium-containing sol-gel coatings were prepared from titanium tetra-isopropoxide (tetra-isopropyl-orthotitanate TIPT) and the preparation conditions (solvent, concentration, pH) were studied and adapted to the present use. The gel obtained in the retained conditions was studied in terms of temperature evolution in conditions representing the first stages of FeCrAl oxidation. It was shown that the amorphous coating began to crystallize to anatase at 200°C, transforming to rutile at 600°C; this latter phase was the only titanium-containing phase at 800°C. Observation of the weight change of coated samples during the heating procedure before oxidation detected mass loss before slow oxidation to a good protective alpha alumina scale.

CM-06-94

Corrosion sous contraintes en milieu REP d'un acier inoxydable irradié par un faisceau d'ions

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-94

J. Gupta ¹, L. Laffont ², J. Hure ³, M.C. Lafont ⁴, B. Tanguy ³, E. Andrieu ².

¹CEA SACLAY, ENSIACET-CIRIMAT - Gif Sur Yvette/ Toulouse (France),
²ENSIACET-CIRIMAT - Toulouse (France), ³CEA SACLAY - Gif Sur Yvette (France), ⁴ENSIACET - CIRIMAT - Toulouse (France).

Des fissures intergranulaires au niveau des vis de liaison en acier inoxydable austénitique (AA) 316 écroui dans les Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) ont été observées, révélant un phénomène de corrosion sous contrainte assistée par l'irradiation (IASCC). L'objectif de ce travail est de comprendre l'effet des conditions de changement mécanique sur la sensibilité des AA à l'IASCC. Pour cela, des échantillons d'acier 304L ont été irradiés aux protons (3.2MeV, 350°C), caractérisés en termes de microstructure (boucles de Frank, cavités, fig 1a and 2) et de propriétés mécaniques (nano-dureté, fig 3) et testés en milieu REP, révélant la présence de fissures intergranulaires (fig 1b).

CM-06-100

Comportement d'alliages de cuivre pour chambres de combustion soumis à des cycles d'oxydation-réduction.

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-0100

B. Lefez ¹, H. Duval ², T. Da Silva Botelho ², G. Inglebert ², S. Begoc ³, J. Riccius ⁴, B. Hannoyer ¹, B. Lefez ⁵.

¹Université de Rouen, GPM UMR 6634 CNRS - St Etienne Du Rouvray (France), ²Supméca, LISMMA EA2336 - Saint-Ouen (France), ³Centre national d'études spatiales (CNES), DLA - Paris (France), ⁴Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR) - Hardthausen (Allemagne), ⁵CRT Analyses et Surface 2 Voie de l'innovation - Val De Reuil (France).

Les alliages à base cuivre sont utilisés en revêtement interne dans les chambres de combustion des moteurs à propergol liquide. Ils sont soumis à de sévères conditions d'oxydation et de réduction. Des cycles successifs d'oxydation et de réduction à 750°C ont été reproduits au sein d'une ATG. Le comportement de trois matériaux a été suivi : Cu OFHC, CuCrNb et CuCrZr.

Après 44 cycles de 2min d'oxydation (sous air) suivi de 6 min de réduction (sous CO), l'analyse des courbes ATG révèle que les alliages ternaires (CuCrNb et CuCrZr) présentent des gains de masse beaucoup plus faibles que celui du Cu OFHC.

Les analyses MEB-EDS mettent en évidence que la surface des échantillons est constituée uniquement de cuivre recristallisé.

L'étude de la section des échantillons révèle une structure multicouche poreuse dans le cas du Cu OFHC et feuilletée pour les alliages ternaires.

Ces structures sont dues à la réduction plus ou moins partielle des oxydes de cuivre et à l'existence d'oxydes secondaires tels que CuCrO_2 , CrNbO_4 ou Cr_2O_3 . La composition de ces oxydes a été obtenue par analyses en MEB-EDS et par spectroscopie Raman.

Ces résultats sont en accord avec ceux des très rares publications (1-4) que l'on peut trouver en rapport avec le comportement de ce type d'alliage et dans ces conditions thermodynamiques.

1) Ogbuji, L. A Table-Top Technique for Assessing the Blanching Resistance of Cu Alloys. *Oxidation of Metals*, 2005, 63, 383-399

2) Morgan, D. B. Investigation of Copper Combustion Chamber Degradation by Blanching. NASA Conf. Publication 3012: Advanced Earth-to-Orbit Propulsion Tech., 1988, Vol. {II}

3) Ogbuji, L. & Humphrey, D. L. Oxidation-Reduction of Advanced New Copper Alloys. *Oxidation of Metal*, 2003

4) Ogbuji, L. & Humphrey, D. L. Comparison of the oxidation rates of some new copper alloys *Oxidation of metals*, 2003, 60, 271-291

CM-06-116

Développement de tests représentatifs pour l'évaluation de la sensibilité à la corrosion sous contrainte de laiton α,β' utilisé pour des composants de robinetterie gaz

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-116

C. Berne ¹, E. Andrieu ², J. Reby ³, J.M. Sobrino ⁴, C. Blanc ².

¹Laboratoire commun CETIMAT : CETIM, Matériaux métalliques et surfaces & Université de Toulouse, CIRIMAT, UPS / INPT / CNRS, Equipe MEMO - Toulouse (France), ²Université de Toulouse, CIRIMAT, UPS / INPT / CNRS, Equipe MEMO - Toulouse (France), ³CETIM, Matériaux métalliques et surfaces - Nantes (France), ⁴CETIM, Matériaux métalliques et surfaces - Senlis (France).

Des composants de robinetterie, utilisés pour la distribution de gaz, peuvent subir, dans certains cas, des endommagements se traduisant par des fissures traversantes, imputées à des phénomènes de corrosion sous contrainte (CSC). Dans ce cadre, il apparaît judicieux de développer des tests accélérés pour évaluer la sensibilité à la CSC des laitons utilisés pour la fabrication de composants. Pour être représentatif et fiable, un test de référence doit reproduire les endommagements développés en service. La présente étude a pour objectif d'élaborer un montage de CSC et des protocoles de test permettant une évaluation pertinente de la sensibilité à la CSC.

Les essais ont été réalisés sur des échantillons en laiton α,β' CuZn40Pb2 (CW617N), prélevés sur des barres de matriçage utilisées pour la fabrication de robinets. Les tests accélérés ont été effectués en milieu NaNO_3 (1). La première étape de l'étude correspond au développement d'une cellule de CSC qui permet une maîtrise des paramètres clés (charge, environnement...). La seconde étape est de comparer les endommagements (morphologies des fissures, quantification de la

dissolution...) développés par divers protocoles de test à ceux observés sur les composants de robinetterie en service. Le but est de déterminer les paramètres de test les plus représentatifs de l'endommagement de service.

Le présent travail présente les résultats obtenus pour ce qui concerne les deux étapes décrites précédemment. La discussion est axée sur la nature prédictive du test en relation avec les conditions d'utilisation normale des composants (2) (3). L'influence de la mise en forme du robinet (modifications de microstructures, contraintes résiduelles) est également discutée, ce qui ouvre des perspectives à cette étude.

1. **S.A. Fernandez, M.G. Alvarez**, Passivity breakdown and stress corrosion cracking of α -brass in sodium nitrate solutions. *Corrosion Science*. 2011, Vol. 53, pp.82-88.

2. **C. Mapelli, A. Gruttaduria, M. Bellogini**, Analysis of the factors involved in failure of a brass sleeve mounted on an electro-valve. *Engineering Failure Analysis*. 2010, Vol. 17, pp.431-439.

3. **C. Mapelli, D. Mombelli, S. Barella, A. Gruttaduria**, Influence of the residual stresses induced by tool wear on the failure of brass electro-valves. *Engineering Failure Analysis*. 2013, Vol. 27, pp.141-149.

"Ce travail a été effectué dans le cadre du laboratoire commun CETIMAT, au sein duquel le CIRIMAT et le CETIM collaborent pour certains aspects de leurs recherches."

CM-06-126

ETUDE DE LA PIQURATION PAR METAL DUSTING D'UN ALLIAGE CHROMINO-FORMEUR

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-126

A. Fabas¹, D. Monceau¹, A. Rouaix-Vande Put¹, P. Lamesle², S. Doublet³.

¹CIRIMAT - Toulouse (France), ²ICA - Albi (France), ³Air Liquide CRCD - Les Loges En Josas (France).

Lorsque des alliages métalliques sont placés dans une atmosphère hautement carburante ($a_c \gg 1$), il y a un risque de corrosion catastrophique par le carbone. Ce phénomène est appelé metal dusting. L'alliage est désintégré en une poussière de particules métalliques et de carbone graphitique, appelée « coke »¹. Ce phénomène se caractérise par un temps d'incubation pouvant atteindre des durées importantes suivi d'une dégradation très rapide.

Les études effectuées sur des matériaux pouvant former des oxydes protecteurs (Cr_2O_3 , Al_2O_3) ont toutes mis en avant que la dégradation par metal dusting se produisait par un phénomène de piqûration²⁻³. Toutefois, il n'existe pas, à notre connaissance, de modélisation cinétique de la piqûration pour ce mode de dégradation.

Trois échantillons de l'alliage commercial chromino-formeur 800HT (28,4Ni-45,6Fe-22,4Cr-1,1Al-1Si-0,7Ti-0,7Mn) ont été placés pendant 5000h dans une atmosphère H_2 -CO-CO₂-CH₄-H₂O à 570°C sous 21 bars de pression. ($a_c=32, P_{O_2}= 7,1 \times 10^{-26}$ bar). Leur variation de masse et l'évolution de leurs morphologies de surface ont été enregistrées toutes les 500h. Une analyse d'images de surface a été effectuée afin de déterminer les paramètres géométriques caractéristiques de la piqûration. Les échantillons ont été analysés par MEB, DRX et Raman après retrait définitif à 2000h, 3500h et 5000h pour évaluer le volume des piqûres et rechercher les mécanismes qui pourraient expliquer la germination et la propagation des piqûres.

Une modélisation utilisant les paramètres expérimentaux extraits des caractérisations a été effectuée pour simuler la cinétique de piqûration à la surface d'un échantillon. Il a permis de relier la cinétique de germination et de croissance de piqûres isolées à la cinétique d'attaque globale d'un échantillon. Le modèle a ensuite été développé afin de simuler la perte de masse surfacique d'un échantillon. Deux modèles d'estimation de la durée de vie d'une pièce (un modèle conservatif et un modèle descriptif) en ont été déduits.

Références

- 1.H.J. Grabke; R. Krajak; J.C.N. Paz, *On the Mechanism of Catastrophic Carburization - Metal Dusting*, Corrosion Science 1993, 35, (5-8), 1141
- 2.Y. Nishiyama; N. Otsuka; T.Kudo, *Metal dusting behaviour of Cr-Ni steels and Ni-base alloys in a simulated syngas mixture*, Corrosion Science 2006, 48, (8), 2064
- 3.K. Natesan.; Z. Zeng; V.A. Maroni; W.K. Soppet; D.L. Rink, *Metal dusting research at Argonne National Laboratory*, In MTI Meeting, National, A., Ed. Orlando, 2002

CM-06-129

Etude de l'amorçage de fissure de Corrosion Sous Contrainte de l'Alliage 82, alliage à base de nickel soudé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-129

E. Chaumon¹, J. Crépin², C. Duhamel², C. Guerre³, E. Héripé⁴, M. Sennour², I. De Curières⁵.

¹CEA / Mines Paristech - Gif Sur Yvette (France), ²Mines Paristech - Evry (France), ³CEA - Gif Sur Yvette (France), ⁴LMS - Ecole Polytechnique - Palaiseau (France), ⁵IRSN - Fontenay Aux Roses (France).

La Corrosion Sous Contrainte (CSC) des alliages à base de nickel est un des principaux phénomènes de dégradation dans les Réacteurs à Eau Pressurisée (REP). De nombreuses études ont été réalisées pour comprendre le comportement en CSC de ces alliages en milieu primaire des REP. Les alliages à base de nickel sont utilisés pour des pièces massives ou comme métal d'apport dans les liaisons bi-métalliques (acier faiblement allié/acier inoxydable et acier faiblement allié/alliage à base de nickel de type A600 ou A690). Le retour d'expérience montre que le nombre de cas de fissuration par CSC dans les soudures à base de nickel a augmenté depuis les années 90. Seuls 3 cas concernent l'Alliage 82 (A82), alliage de l'étude.

Suite aux observations de fissures de CSC avec des fronts intergranulaires et hétérogènes lors des essais de propagations, l'étude s'est orientée sur le comportement à l'amorçage de fissures de CSC afin de déterminer les paramètres microstructuraux qui l'influencent. Dans ce but, l'étude est composée de trois axes : une caractérisation de la microstructure à l'aide des analyses EBSD, une caractérisation micro-mécanique locale à l'aide de l'étude des champs de déformation et enfin-la localisation des sites d'amorçage de fissures de CSC issus

des essais d'amorçage interrompus (1500h, 2500h et 3500h) en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C.

Les paramètres pouvant influencer la sensibilité à l'amorçage de fissures de CSC en milieu primaire sont étudiés. Ces paramètres sont la teneur en chrome de d'Alliage 82, le procédé de soudage, l'état métallurgique de la soudure ou encore l'orientation du prélèvement des éprouvettes dans le cordon de soudure. Les résultats issus des essais d'amorçage ont permis de confirmer une fissuration intergranulaire et perpendiculaire au sens de sollicitation. La caractérisation de la microstructure des nuances d'Alliage 82 étudiés a mis en évidence le fait que le procédé de soudage peut modifier de façon significative la microstructure et notamment la texture cristallographique. De plus, les mesures de champs cinématiques issus de la corrélation d'image avant et après mise en forme des éprouvettes U-bend ont présenté une localisation de la déformation. Les premiers résultats montrent que le critère de déformation n'est pas suffisant pour prévoir les sites d'amorçage des fissures. Il n'a pas été non plus mis en évidence de relations entre les caractéristiques de la microstructure et les mesures de champs de déformation. Des statistiques corrélant la localisation des sites d'amorçage avec la microstructure seront également proposées. Ces résultats seront complétés par une étude numérique afin de reproduire les localisations observées expérimentalement et identifier le critère associé à la fissuration (contrainte d'ouverture).

CM-06-134

Etude des cinétiques et mécanismes de corrosion de matériaux métalliques dans des conditions type UVEOM

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-134

E. Schaal ¹, N. David ¹, P.J. Panteix ¹, C. Rapin ¹, M. Vilasi ¹, F. Maad ², J.M. Brossard ².

¹Institut Jean LAMOUR - Nancy (France), ²Veolia Environnement Recherche et Innovation - Limay (France).

L'incinération est une méthode d'élimination des ordures ménagères qui est de plus en plus utilisée car elle permet à la fois : (i) de réduire le volume des déchets de 90%, (ii) de produire de l'énergie thermique/électrique, et ce, de manière contrôlée vis-à-vis de l'environnement. Cependant, la corrosion subie par les échangeurs de chaleur situés à l'intérieur de l'incinérateur entraîne des coûts importants en matériaux et maintenance. Trois mécanismes de corrosion distincts sont recensés :

- l'attaque par la phase gazeuse [1,2];
- la corrosion sous dépôt [3,4];
- la corrosion par les phases fondues [5].

L'influence des paramètres environnementaux sur la résistance à la corrosion de nombreux alliages reste au cœur des recherches actuelles. Une difficulté majeure dans ces recherches est la multitude de paramètres à prendre en compte pour les essais de corrosion (température, composition de l'atmosphère gazeuse, gradient de température, nature des dépôts...).

Cette étude vise, par l'intermédiaire de tests de corrosion simplifiés, à étudier l'influence de trois paramètres expérimentaux sur les cinétiques de corrosion :

- la teneur en chlorure dans les cendres ;
- la présence de phase fondue ;
- la composition des alliages.

Les essais sont réalisés en creuset sous air en conditions isothermes (entre 450 et 650°C). Deux types d'alliages (un base fer et un base nickel) sont testés en parallèle dans des cendres à différentes teneurs en chlorures alcalins pendant des durées de 100, 500 et 1000h. Les principales données extraites de ces essais sont : (i) la perte de masse et d'épaisseur et (ii) la nature et l'épaisseur des produits de corrosion. L'ensemble de ces résultats permet d'établir des cinétiques de corrosion en fonction des paramètres expérimentaux. Ces essais modèles seront comparés à ceux obtenus avec le pilote de corrosion développé conjointement avec VERI [6].

Références

- [1] GRABKE, H. J., *Materials at High Temperatures*, 11, 1993, 23-29
- [2] GRABKE, H. J., REESE, E., SPIEGEL, M., *Corrosion Science*, 37, 1995, 1023-1043
- [3] SPIEGEL, M., GRABKE, H. J., *Materials and Corrosion*, 47, 1996, 179-189
- [4] REICHELT, J., PFRANG-STOTZ, G., BERGFELDT, B., SEIFERT, H., KNAPPC, P., *Waste Management*, 33, 2013, 43-51
- [5] VIKLUND, P., *Licentiate thesis, KTH Royal Institute of Technology*, 2011
- [6] LEBEL, F., RAPIN, C., MARECHE, J. F., PODOR, R., CHAUCHERIE, X., GUERNION, P. Y., BROSSARD, J. M., *Materials Science Forum*, 595-598, 2008, 271-280

KN-06-140

Corrosion à l'interface fer-argile pendant 40 mois à 90°C : une approche structurale et microscopique

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#KN-06-140

M.L. Schlegel, F. Martin, M. Borrull, C. Blanc, M. Fenart, E. Foy.

CEA saclay - Gif-Sur-Yvette (France).

Les couches de corrosion se formant l'interface entre un acier au carbone et des argilites callovo-oxfordiennes en conditions de stockage de déchets nucléaires en milieu géologique profond (90°C, en milieu réducteur et saturé en eau) ont fait l'objet d'une caractérisation minéralogique et chimique à l'aide de techniques microspectroscopiques.

Pour des temps de corrosion élevés de 7 à 40 mois, une distribution hétérogène de la corrosion à l'interface acier-argilite est mise en évidence, avec la formation d'une bicouche superficielle fine (~5 µm) constituée de silicate de Fe (en interne) et de sidérite (FeCO₃) enrichie en Ca vers l'extérieur. Cette bicouche localement enrichie en sulfure de Fe et Zn recouvre des poches de corrosion larges et peu profondes (~50 µm) remplies de silicates de Fe ou, pour les zones peu corrodées, de chukanovite (Fe(OH)₂CO₃) ou de magnétite (Fe₃O₄). Les argilites transformées au contact du métal contiennent de la sidérite enrichie en Ca et Mg (ankérite). L'environnement moléculaire du Si présent dans les silicate de Fe a été caractérisé par microspectroscopie d'absorption X et correspond à celui de phyllosilicate de Fe. De la magnétite est aussi détectée, mais toujours au contact avec l'acier, et seulement dans les zones peu ou pas corrodées. Les couches de corrosion formées dans une « crevasse » modèle (un espace entre deux demi-barreaux séparés par un disque de téflon) ont aussi été caractérisées. Ces couches sont d'épaisseurs faibles et elles sont homogènes, essentiellement constituées de silicate de fer avec une couche fine externe de sidérite. Ces résultats montrent que les faibles vitesses de corrosion mesurées pour ces échantillons (~10 µm/an) correspondent à la mise en place d'une interface spécifique, comparable à celles déjà observées sur d'autres

échantillons d'interface métal-argilite compacte. Cette interface compacte protège le métal de la corrosion en limitant les flux de matière de et vers la surface. Des calculs thermodynamiques de solubilité effectués à 90°C permettent d'expliquer la prédominance de sidérite en milieu argileux, et apportent des précisions sur les conditions de formation des phyllosilicate de Fe en couche interne. Ces nouveaux éléments permettront de contraindre les mécanismes de transformation de l'interface fer-argilite qui seront implémentés dans un modèle prédictif de la corrosion des surconteneurs nucléaires.

Ces travaux ont été financés par l'Andra, EDF, et le CEA.

AF-06-161

Dependence between microstructure and corrosive mechanism of AZ91D, WE43 and Elektron magnesium alloys in solution containing 0.01% chloride ions

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-161

A. Dobkowska, B. Adamczyk-Cieslak, J. Mizera.

Ecole Polytechnique nde Varsovie - Varsovie (Pologne).

Magnesium alloys are well known in modern industry because of their low density. The strength to density ratio of magnesium alloys exceeds the others common materials. This is important issue in motorization where the reducing weight is necessary. The magnesium alloys, in spite of low density, are characteristic because of the vibration damping capability and good weldability. The restricted application of this materials is caused by their low corrosion resistance in many environments [1-3]. The aim of this work was to characterize the corrosion resistance of AZ91D, WE43 and Elektron magnesium alloys using Potentiodynamic Polarization Test in environment containing 0.01% chloride ions at room temperature. The SEM surface observations were made, also. The alloy microstructures were examined using optical microscope and X-ray diffractometer. Author explained a phenomenon of corrosion processes in examined materials. It was stated that analyzed magnesium alloys were in passive state and all of them were influenced by microgalvanic corrosion. The measured galvanic behavior strongly depends on microstructures of examined magnesium alloys.

References:

Blawer T, Hort N., Kainer K.U., Automotive applications of magnesium and its alloys, Center for Magnesium Technology, Institute for Materials Research, 2004
Kainer KU, Kaiuser F., Eds. Magnesium alloys and technology, Weinheim: Wiley – VCH GmbH, 2003
Mordike B.L., Kainer KU, Eds. Magnesium alloys and their applications, Frankfurt: Werkstoff-Informationsgesellschaft 1998

CM-06-167

Compréhension des modes de dégradation d'outillages de traitement thermique

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-167

C. Parrens ¹, B. Malard ², J.L. Dupain ³, D. Poquillon ².

¹Messier Bugatti Dowty & CIRIMAT - Oloron-Sainte-Marie (France), ²CIRIMAT - Toulouse (France), ³Messier Bugatti Dowty - Oloron-Sainte-Marie (France).

Des vitesses de déformation et des zones de fragilisation inattendues ont été observées sur des outillages de traitement thermique en acier réfractaire. Ces outillages sont utilisés pour suspendre et conformer des pièces aéronautiques de grandes dimensions lors du traitement dans des fours sous atmosphère contrôlée.

La compréhension des phénomènes mis en jeu est essentielle pour garantir le bon dimensionnement des pièces. Une dégradation mal anticipée et/ou une rupture prématurée peuvent mettre en danger des opérateurs ou immobiliser la production. La complexité du problème vient de la taille des pièces, associée à une hétérogénéité de la microstructure, de l'atmosphère gazeuse utilisée et de la sollicitation mécanique cyclique.

L'étude consiste donc, dans une première étape, à identifier et à quantifier les paramètres du vieillissement afin d'évaluer leur influence sur l'évolution des propriétés mécaniques et les lois de comportement en fluage du matériau.

Dans le but de comprendre et caractériser le comportement du matériau dans ces conditions spécifiques d'utilisation, des essais de fluage in situ sont réalisées. En parallèle, des essais mécaniques et une caractérisation approfondie du matériau au cours de son vieillissement apportent un éclairage sur ses modes de dégradation.

CM-06-188

Application de la perméation d'hydrogène à la prédiction des risques de fissuration interne des aciers

**06 - Corrosion, Vieillessement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#CM-06-188

C. Forot ¹, J. Kittel ¹, E. Roguet ², N. Désamais ³, C. Travel-Condat ³, J. Creus ⁴, X. Feaugas ⁴.

¹IFP Energies Nouvelles - Rond-Point De L'échangeur De Solaize, Bp3, 69360 Solaize (France), ²IFP Energies Nouvelles - 1 Et 4 Avenue De Bois-Préau, 92852 Rueil-Malmaison (France), ³Technip - Rue Jean Huré, 76580 Le Trait (France), ⁴Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur Pour l'Environnement - Fre-Cnrs 3474, Université De La Rochelle, Avenue Michel Crépeau, La Rochelle Cedex 17000 (France).

Les conditions actuelles de production de pétrole et de gaz évoluent vers des environnements de plus en plus en plus difficiles : pressions très élevées, champs très acides (CO₂ / H₂S), très grandes profondeurs pour les champs offshore. Ces contraintes ont un impact fort sur les choix de matériaux. Pour certaines applications, l'emploi d'aciers carbone à très haute limite d'élasticité est nécessaire, et il est alors primordial de s'assurer de la bonne tenue de ces nuances à la fissuration en présence d'H₂S. Cette question est particulièrement importante pour les milieux très faiblement concentrés en H₂S. Pour ces environnements, les temps d'incubation avant fissuration peuvent en effet être longs, et les retours d'expériences sont encore assez limités.

Ce travail, qui s'inscrit dans le cadre d'une thèse, porte sur les risques de fissuration par H₂S d'aciers faiblement alliés à très haute limite d'élasticité utilisés pour les fils d'armure de conduites flexibles transportant le pétrole et le gaz. L'accent est mis sur les conditions de sévérité modérées, caractérisées par des teneurs faibles mais non nulles en H₂S dans le milieu corrosif et une acidité modérée. Dans cette

présentation, nous étudierons le chargement, la diffusion et le piégeage de l'hydrogène par des mesures de perméation. Nous illustrerons en particulier l'impact de la microstructure sur les propriétés de diffusion, et nous examinerons différents modèles de diffusion – piégeage pour rendre compte de nos résultats expérimentaux.

AF-06-194

Etude électrochimique de l'effet des extraits de plantes naturelles sur la couche d'oxyde à la surface d'une armature en acier en milieu béton synthétique.

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-194

D. Benmessaoud Left ¹, M. Zertoubi ¹, S. Khoudali ², A. Essaqui ², A. Missouri ¹, M. Benaissa ², A. Irhzo ¹, M. Azzi ¹.

¹Laboratoire Interface Matériaux, Environnement, Faculté des Sciences, Université Hassan II Casablanca, B.P 5366 Maârif - Casablanca (Maroc),

²Equipe de Chimie Agroalimentaire et Chimie des Substances Naturelles Végétales et Marines, Faculté des Sciences, université Hassan II Casablanca, B.P 5366 Maârif - Casablanca (Maroc).

Résumé

Les armatures métalliques utilisées dans les structures en béton sont protégées par des couches d'oxydes adhérentes qui passivent le métal. Ces couches sont formées grâce à l'alcalinité élevée du milieu ($\text{pH} > 13$). Cette protection dépend de la présence ou l'absence d'agents agressifs (Cl^- , SO_4^{2-} et CO_2). Toutefois ces derniers pénètrent dans le béton et parviennent sous l'effet de la diffusion à l'armature et provoquent un phénomène de corrosion à la surface de l'armature.

Afin de protéger les armatures et lutter contre ce phénomène, plusieurs mesures de protection ont été mises en œuvre. On trouve que l'utilisation des inhibiteurs de corrosion est la pratique la plus facile à mettre en œuvre et la moins onéreuse. Depuis les années 90, un certain nombre d'inhibiteurs ont été utilisés. Les résultats obtenus ont prouvé leurs efficacités. Ces produits sont généralement de nature minérale ou organique, mais la plupart d'entre eux ont été classés comme produits

toxiques. Récemment, les recherches sont orientées vers d'autre source d'inhibiteurs à base d'extrait de plantes considérés comme produits non toxiques et biodégradables.

L'objectif de notre travail est de tester des extraits de plantes riches en molécules organiques naturelles dans des milieux béton synthétique. Afin de voir leur comportement vis-à-vis de la couche d'oxyde qui protège la surface de l'acier. Les techniques utilisées sont : le potentiel libre, la spectroscopie d'impédance électrochimique, la voltamétrie linéaire, la DRX et le MEB. Les résultats obtenus sont intéressants. Ils seront présentés et commentés.

Références :

D. Benmessaoud Left, M. Zertoubi, A. Irhzo, M. Azzi ; Revue: Huiles et Extraits de plantes comme inhibiteurs de corrosion pour différents métaux et alliages dans le milieu acide chlorhydrique. (Review: oils and extracts plants as corrosion inhibitors for different metals and alloys in hydrochloric acid medium); J. Mater. Environ. Sci. 4 (6) (2013) 855-866.

D. Benmessaoud Left, M. Zertoubi, S. Khoudali, M. Benaïssa, A. Irhzo, M. Azzi ; L'inhibition de la corrosion des armatures métalliques dans des solutions béton synthétique en présence de NaCl 3% par l'extrait du *Chamaerops humilis* L. Journées d'Electrochimie (JE 2013), le 8-11 juillet 2013 Paris – France.

CM-06-204

Evolution microstructurale de deux alliages base titane sous irradiation aux ions Ti^{2+}

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-204

E. Jouanny ¹, M. Dehmas ², S. Doriot ³, J. Malaplate ³, L. Allais ⁴, M. Le Thuaut ¹, T. Millot ¹, P. Trocellier ⁵.

¹DCNS/CESMAN, Centre Nantes – Indret - 44620 La Montagne (France), ²Institut Jean Lamour - SI2M, CNRS UMR 7198, Université de Lorraine, Parc de Saurupt, CS 50840 - F-54011 Nancy Cedex (France), ³CEA-DEN, Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux, CEA/Saclay - F-91191 Gif-Sur-Yvette (France), ⁴CEA-DEN, Département des Matériaux pour le Nucléaire, CEA/Saclay - F-91191 Gif-Sur-Yvette (France), ⁵CEA-DEN, Service de Recherches de Métallurgie Physique, Laboratoire JANNUS, CEA/Saclay - F-91191 Gif-Sur-Yvette (France).

Cette étude vise à décrire l'évolution sous irradiation de deux alliages de titane de fabrication industrielle afin de fournir des éléments de connaissance pour leur emploi dans le domaine nucléaire. La faible activation du titane sous irradiation, sa faible densité, ses bonnes propriétés mécaniques et sa bonne tenue à la corrosion, en font, en effet, un très bon candidat pour une utilisation sous irradiation, notamment au sein des structures internes des réacteurs nucléaires.

La caractérisation des matériaux à l'état de réception montre le caractère monophasé du T40 (grade 2) et biphasé du TA6V (grade 5) avec une phase β riche en vanadium V (20%) et une phase α en contenant 2,5%. Les conditions d'irradiation simulées par SRIM (ions Ti^{2+} , énergie 6 MeV, flux 5×10^{11} ions/cm²/s) fournissent un profil de dommage homogène de plusieurs dpa sur 500 mm de profondeur en quelques heures. Après irradiation à 450°C de 1 et 4 dpa, sur la plateforme d'accélérateurs JANNUS-Saclay, une précipitation fine de phase β riche en V, orientée préférentiellement dans la phase α (fig. 1), est notée dans le TA6V, en plus des boucles <a>, communes aux deux nuances (fig. 2). Un comptage des défauts, à

partir de micrographies MET, révèle une évolution des défauts d'irradiation avec la dose et le matériau.

AF-06-225

Etude de l'effet des chlorures sur la corrosion d'une armature en acier dans un milieu béton carbonaté synthétique à différentes concentrations.

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-225

A. Missour, M. Zertoubi, D. Benmessaoud Left, A. Irhzo, M. Azzi.

Laboratoire Interface Matériaux, Environnement, Faculté des Sciences, Université Hassan II Casablanca, B.P 5366 Maârif - Casablanca (Maroc).

Résumé

La corrosion est l'une des principales pathologies rencontrées dans les constructions en béton, que ce soit dans des ouvrages d'arts ou bien dans le bâtiment [1,2].

Dans le béton, l'acier est protégé par la formation d'un film passif grâce à l'alcalinité élevée du milieu ($\text{pH} \approx 13,5$). Cependant ce film peut être détruit par deux mécanismes, la présence des chlorures à des concentrations excédants le seuil critique 0,4-1% par apport à la masse du béton ou la réduction du pH de la solution interstitielle ($\text{pH} \approx 9,5$) suite à sa réaction avec le CO_2 de l'atmosphère [2].

Partout dans le monde, un grand intérêt a été porté à l'étude de l'effet des chlorures sur la corrosion des armatures dans des milieux fortement basiques. Mais peu sont les travaux réalisés dans des milieux carbonatés en présence des ions Cl^- .

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet des chlorures à différentes concentrations dans le milieu carbonaté, afin de comprendre le comportement des aciers vis-à-vis de ces agents agressifs. L'étude est réalisée par des techniques électrochimiques telles que l'évolution du potentiel libre, la voltamétrie linéaire et la spectroscopie d'impédance électrochimique, complétée par des techniques d'analyse de surface telle que le MEB-EDX. Les résultats obtenus sont encourageants.

Références :

[1] Vervisch-Fortuné Isabelle ; Sensibilité de la technique d'émission acoustique à la corrosion des armatures dans le béton ; Thèse de Doctorat de l'université de Toulouse- Paul Sabatier ; 2009

[2] Marco Ormellese, Luciano Lazzari, Sara Goidanich, Gabriele Fumagalli, Andrea Brenna, A study of organic substances as inhibitors for chloride-induced corrosion in concrete, Corrosion Science 51 (2009) 2959–2968.

AF-06-234

Contrôle non destructif des métaux sans contact par la technique des micro-ondes

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-234

M. Boudjerda, M. Zergoug, M. Amir.

Welding and NDT Research Centre (CSC) BP 64 CHERAGA-ALGERIA - Chéraga (Algérie).

L'objectif réalisé dans cette a été consacré à la présentation d'une technique de contrôle non destructif sans contact sur les métaux par les micro-ondes. Cette technique permet la détection des fissures à la surface des métaux. Nous avons utilisé pour cela une antenne micro-ruban conçue pour fonctionner à une fréquence autour de 8 GHz. Le logiciel de simulation HFSS (High Frequency Structure Simulator) est utilisé pour calculer la variation de la fréquence de résonance induite par le défaut ainsi que la variation du coefficient de réflexion; ce défaut est assimilé à une rainure de forme rectangulaire. Les résultats de simulation sont très intéressants car nous avons arrivé à détecté des fissure de profondeur inférieur à 0.2 mm, d'autre part, les procédés de contrôle ultrasonore industriels ne permettent pas toujours de détecter de façon satisfaisante les défauts débouchant de faible profondeur (inférieure à 5 mm) localisés près de la surface d'inspection .

CM-06-273

Indentations de surfaces cimentaires et bioréceptivité de bétons au contact d'une eau douce de rivière

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-273

K. Ben Ahmed ¹, N. Serres ², C. Fond ¹, F. Feugeas ².

¹Laboratoire ICube - Université de Strasbourg - Strasbourg (France),

²Laboratoire ICube - INSA de Strasbourg - Strasbourg (France).

Les microorganismes vivants peuvent coloniser la surface des bétons en formant des biofilms qui provoquent la bioaltération (tâches/salissures) et, dans certains cas, la biodétérioration du matériau. La bioréceptivité d'un matériau est une propriété de surface à maîtriser pour limiter les phénomènes de bioaltération. Elle représente son aptitude à être colonisé par des organismes vivants sans nécessairement subir une biodétérioration.

Cette étude s'intéresse à la bioréceptivité d'un ouvrage en béton au contact d'une eau douce de rivière (la Lauch, Alsace). En effet, la bioaltération des bétons dans ce type d'environnement n'est que très peu étudiée. Des cultures bactériennes sur milieux sélectifs gélosés de différents prélèvements de biofilms sur l'ouvrage ont été effectuées. La présence de bactéries sulfo-oxydantes (BSO), sulfato-réductrices (BSR) et thiosulfato-réductrices (BTR) a été mise en évidence. La bioréceptivité du béton vis-à-vis de ces bactéries, fréquemment incriminées dans la biodétérioration des bétons, étant ainsi établie, les biofilms formés sont susceptibles de participer à la dégradation des surfaces cimentaires.

Lors de la biodétérioration, c'est une zone de faible épaisseur (de l'ordre du millimètre) qui est potentiellement altérée. Différentes techniques permettent la mise en évidence de la biodétérioration des matériaux cimentaires (perte de masse, évolution de la composition chimique...) mais peu de méthodes rendent compte de l'altération des propriétés mécaniques à une telle échelle. C'est pourquoi, une technique utilisant l'indentation a été mise au point et permis de déterminer le

module d'Young E d'une pâte de CEM III (fig. 1). Pour une charge maximale de 20 N, la profondeur maximale de pénétration h_{max} est d'environ 30 μm (fig. 1) ce qui est adapté à l'épaisseur des couches biodétériorées.

Fig. 1. E et h_{max} mesurés pour 20 N de charge.

CM-06-305

Mécanisme de détérioration des différentes pierres utilisées dans les monuments historiques de la province de Souk Ahras en Algérie.

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-305

A. Gheris.

Maitre de conférences - Souk Ahras (Algérie).

La région de Souk Ahras en Algérie abrite divers monuments historiques construits par plusieurs civilisations, les plus anciens jusqu'à les plus récents. Les pierres utilisées dans la plupart de ces monuments sont détériorées en raison de divers effets. L'identification correcte des mécanismes de détérioration est importante pour les travaux de réparations et de restaurations. Dans cette étude, nous avons essayé de déterminer les propriétés physico-mécaniques et les mécanismes de détérioration des pierres de constructions utilisés dans les différents monuments historiques dans la région Souk Ahras. Des essais in-situ et non destructifs de mesure de perméabilité à l'air et à l'eau ont été réalisés dans deux sites, le premier concerne les ruines romaines de la ville antique de Mador, le second est l'ancienne mairie de la ville de Souk Ahras symbole de style d'architecture coloniale unique dans son genre (il existe seulement deux à travers l'Algérie). Cette campagne compare en outre le prélèvement de 20 échantillons de pierres de construction de différentes tailles et différents types. Ces échantillons ont été soumis au divers analyses physico-chimique et de pétrographie dans le laboratoire. Les principales causes de détérioration observées dans les pierres de calcaire et de grés sont celles qui présentent une faible résistance et une porosité avec un taux d'humidité élevé, en particulier au niveau des capillaires. Une détérioration significative observée sur les échantillons de pierres était également due à l'utilisation d'un lot de pierres de propriété plus faible par rapport au reste qui constitue le même mur, même si elles provenaient des mêmes carrières. Ajouté à cela, des effets négatifs de l'érosion due

à l'écoulement d'eau de surface sur les parements des murs, favorisant ainsi la décoloration et la perte de résistance

CM-06-320

Inhibition de la corrosion de l'alliage d'aluminium 2024 : effet de synergie entre la 8-hydroxyquinoline et le benzotriazole

06 - Corrosion, Vieillessement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-320

S. Marcelin, N. Pébère.

CIRIMAT - Toulouse (France).

Ce travail est dédié à l'étude de l'inhibition de la corrosion de l'alliage d'aluminium 2024 (AA2024) par deux agents chélatants, la 8-hydroxyquinoline (8-HQ) et le benzotriazole (BTA). La 8-HQ et le BTA sont connus pour leur action inhibitrice de la corrosion de l'aluminium et du cuivre, respectivement [1, 2].

Des mesures électrochimiques ont été réalisées dans une solution neutre de Na_2SO_4 (0,1 M) + NaCl (0,05 M). Les concentrations testées pour la 8-HQ (3 mM) et pour le BTA (10 mM) ont été choisies proches de leurs limites de solubilité. Les courbes courant-tension et les mesures d'impédance ont confirmé que les deux molécules sont des inhibiteurs de corrosion efficaces. Un effet de synergie de la protection contre la corrosion a clairement été montré par le mélange des deux inhibiteurs. La 8-HQ agit à la fois sur la couche d'alumine et sur les particules intermétalliques grâce à ses propriétés chélatantes [3]. Une action supplémentaire sur les particules est apportée par le BTA.

Une attention particulière a été apportée à l'action des deux inhibiteurs sur les particules intermétalliques en réalisant des mesures d'impédance locale sur une électrode modèle (couple Al/Cu) [4]. En comparant les résultats obtenus avec et sans inhibiteurs de corrosion, il a été conclu que la présence de la 8-HQ ou du BTA diminue faiblement le couplage galvanique entre le cuivre et l'aluminium. Par contre, le couplage galvanique est significativement réduit lorsque les inhibiteurs sont en mélange dans la solution. Sans inhibiteur, une crevasse a été clairement observée à

l'interface Al/Cu alors qu'en présence du mélange d'inhibiteurs, l'interface Al/Cu n'est pas endommagée.

Références

[1] C. Casenave, N. Pébère, F. Dabosi, Materials Science Forum, 192-194 (1995) 599.

[2] S.V. Lamaka, M.L. Zheludkevich, K.A. Yasakau, M.F. Montemor, M.G.S. Ferreira, Electrochim. Acta, 52 (2007) 7231.

[3] G.C. Cicileo, B.M. Rosales, F.E. Varela, J.R. Vilche, Corros. Sci., 40 (1998) 1915.

[4] J.-B. Jorcin, C. Blanc, N. Pébère, B. Tribollet, V. Vivier, J. Electrochem. Soc., 155 (2008) C46.

Remerciements

Ce travail est réalisé dans le cadre du projet AERO² avec le support financier de l'Agence Nationale de la Recherche (ANR-2011-RMNP-001 (2012-2015)). Les auteurs remercient les partenaires du projet : Airbus Group Innovations (Dr. S. Senani et M. Villatte), le LCMCP (Dr. L. Nicole, Dr. F. Ribot et A. Perrot) et Pylote SAS (Dr. M.-L. Desse et Dr. L. Marchin).

AF-06-329

Étude électrochimique de l'Influence de l'addition de 15% Co et 2% Ti sur l'aluminium pur dans une solution saline à 3.5% NaCl

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-329

N. Sassane ¹, M.Y. Debili ², N.E. Boukhris ³.

¹Etudiante en doctorat - Annaba (Algérie), ²professeur - Annaba (Algérie),
³maitre de conférence - Annaba (Algérie).

Cette étude est basée sur la recherche d'effets d'addition de certains éléments sur le comportement électrochimique de l'aluminium pur. Des caractérisations structurales complémentaires sur l'alliage d'aluminium Al-15 %Co-2%Ti, ont été effectuées par microscopie optique et par spectroscopie de diffraction des rayons x.

L'effet de l'addition de 15%Co et 2% Ti sur le comportement à la corrosion , dans une solution de chlorure de sodium à 3.5 % est étudié à l'aide de méthode électrochimique et métallographique. ce qui nous a permis d'obtenir les valeurs de I_{corr} ; V_{corr} et R_p grâce à la méthode de Tafel.

Les résultats obtenus montrent que :

D'une part, que l'addition de 15 % en Co améliore fortement les propriétés électrochimiques et métallurgiques par formation de deux phases Al_9Co_2 , $Al_{13}Co_4$ et d'autre part que l'ajout de 2 % en Ti active fortement l'aluminium. En effet, en présence de titane et de cobalt le potentiel de corrosion est déplacé vers une valeur plus positive. Ce résultat plaide en faveur de la dissolution de l'aluminium.

CM-06-334

Influence d'une couche passive sur la cinétique de réduction de l'acide nitrique

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-334

M. Benoit ¹, B. Gwinner ¹, V. Vivier ², C. Sanchez-Sanchez ², B. Tribollet ², C. Bataillon ³.

¹CEA/DEN/DANS/DPC/SCCME/Laboratoire d'Etude de la Corrosion Non Aqueuse - Saclay (France), ²CNRS-UPMC, UMR 8235, Laboratoire Interfaces et Systèmes Electrochimiques - Paris (France),

³CEA/DEN/DANS/DPC/SCCME/Laboratoire d'Etude de la Corrosion Aqueuse - Paris (France).

Dans le procédé de traitement du combustible nucléaire usé, l'étape de dissolution dans l'acide nitrique concentré est essentielle. Pour résister à ces milieux très acides et oxydants, des matériaux passifs comme le zirconium ou les aciers inoxydables ont été choisis pour construire les équipements industriels. En effet, la présence d'une couche passive a pour effet de ralentir les réactions d'oxydo-réduction à l'interface métal / acide nitrique. L'objectif de ce travail a été d'étudier spécifiquement le rôle de cette couche sur la cinétique de réduction de l'acide nitrique.

Dans un premier temps, la réduction de l'acide nitrique sur une électrode inerte (or) a été étudiée. Des essais de chronoampérométrie ont mis en évidence des processus complexes fonctions du potentiel. Se basant sur la littérature [1,2], différents mécanismes ont pu être identifiés : le mécanisme de Vetter s'établit entre les potentiels de 1,15 V/ENH et 0,85 V/ENH, puis un phénomène d'autocatalyse se met en place jusqu'à 0,65 V/ENH (mécanisme de Schmid).

Dans un second temps, la cinétique de réduction de l'acide nitrique a été étudiée sur un matériau passif (zirconium). Un préalable nécessaire a été la formation d'une couche d'oxyde (ZrO₂) maîtrisée en surface du matériau. La croissance du film d'oxyde a été effectuée en polarisant l'électrode dans le domaine anodique, le temps

de polarisation permettant d'obtenir l'épaisseur désirée. Le suivi in situ de l'épaisseur a été réalisé en parallèle par coulométrie et spectroscopie d'impédance électrochimique. L'épaisseur finale du film a été également vérifiée de manière ex situ par spectroscopie de photoélectrons X et sonde de mercure. Les résultats obtenus sont comparables et l'épaisseur du film est de l'ordre de la dizaine de nanomètre pour une polarisation de trente minutes. Comme pour l'or, l'étude de la cinétique de réduction a ensuite été effectuée sur ce film d'oxyde par chronoampérimétrie. On observe une densité de courant très inférieure à celle mesurée sur électrode d'or. De plus, on remarque l'absence du processus de Vetter et la nécessité d'une importante surtension pour enclencher le processus de réduction autocatalytique.

[1]V.P. Razygraev, et al., Features of cathode reduction of boiling solutions of nitric acid on a platinum electrode, Zh. Prikl. Khim., 61, 1988, p. 71-79.

[2]D. Sicsic in Modélisation thermodynamique et cinétique de la réduction de l'acide nitrique concentré, Université de Pierre et Marie Curie, Paris, 2011.

CM-06-346

Protection contre la corrosion d'un acier au carbone par un revêtement époxy contenant des oxydes de fer modifiés par un composé silané

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-346

T.X.H. To ¹, A.T. Trinh ¹, T.T. Nguyen ¹, X.H. Nguyen ², N. Pebere ³.

¹Institut de Technologie Tropicale - Hanoi (Viet nam), ²Université de Hanoi - Hanoi (Viet nam), ³Université de Toulouse, CIRIMAT - Toulouse (France).

Dans cette étude des nanoparticules d'oxydes de fer : magnétite (Fe₃O₄) et hématite (α-Fe₂O₃) ont été synthétisées par la méthode hydrothermale puis modifiées par le N-(2-aminoéthyl-3-aminopropyl) triméthoxysilane (ATS). Les produits synthétisés ont été caractérisés par MEB-FEG, DRX, FT-IR et la mesure de potentiel de Zêta. La magnétite et l'hématite ont une taille uniforme, de l'ordre 60-80 nm et l'ATS a bien été greffé à la surface des nanoparticules. Ces nanoparticules modifiées par l'ATS ont ensuite été incorporées dans un revêtement époxy, à la concentration de 3 %, pour la protection contre la corrosion de l'acier au carbone. La performance vis-à-vis de la corrosion des revêtements époxy contenant les nanoparticules a été caractérisée par spectroscopie d'impédance électrochimique. Les diagrammes ont été obtenus pour différents temps d'immersion dans une solution de NaCl à 3 %. Il a été montré que l'incorporation de nano-magnétite dans la résine époxy apporte une protection élevée comparativement avec le revêtement époxy seul ou le revêtement époxy contenant les nanoparticules d'hématite. De plus, le traitement par le composé ATS conduit à l'amélioration de la protection par le revêtement époxy pour le cas de la nano-hématite mais ce traitement n'est pas efficace avec les nanoparticules de magnétite. Ce résultat peut être expliqué par l'agglomération de nano-magnétite dans l'époxy même avec le traitement de surface.

CM-06-399

Influence des produits de corrosion sur le comportement des aciers inoxydables en milieu acide nitrique et en présence d'ions oxydants

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-399

A. Fallet ¹, N. Gruet ¹, S. Costenoble ², P. Moisy ².

¹CEA - Saclay (France), ²CEA - Marcoule (France).

Les aciers inoxydables sont largement utilisés comme matériaux de structure pour les équipements des usines de retraitement. Dans le milieu caractéristique de la dissolution des combustibles usés, milieu acide nitrique concentré, la connaissance des ions oxydants issus du combustible, et leur degré d'oxydation, est une nécessité pour mieux appréhender les phénomènes de corrosion et prédire les risques associés. La présence d'ions oxydants peut changer la réaction cathodique et peut conduire à une évolution du potentiel de corrosion vers le domaine transpassif. Dans ce domaine, les aciers peuvent subir une corrosion intergranulaire.

Les espèces produites lors de la dissolution du matériau, majoritairement Cr, Ni, Fe pour l'acier 304L, et celles générées par la réduction du milieu comme HNO₂ peuvent avoir une influence sur l'oxydation du matériau et/ou la réduction des ions oxydants en milieu acide nitrique. En effet, il a été montré que pour une faible concentration en Cr(VI) (espèce oxydante), la couche d'oxydes protectrice des aciers inoxydables pouvait être renforcée et ainsi, diminuer la vitesse de corrosion de ces aciers [1]. Le fer est quant à lui connu pour catalyser la réduction de l'acide nitrique [2].

Ainsi, le but de ce travail est de qualifier l'impact des produits de corrosion sur la réduction d'un ion oxydant comme le cérium(IV) et l'oxydation du matériau en milieu acide nitrique. L'étude se divisera en deux parties :

- Des essais électrochimiques sur matériau inerte permettant d'évaluer l'influence des produits de corrosion sur la réduction du cérium en milieu acide nitrique.
- Des essais électrochimiques sur acier inoxydable permettant d'évaluer l'influence des produits de corrosion sur l'oxydation du matériau en milieu acide nitrique et en présence de cérium.

Dans un premier temps, l'influence des produits de corrosion (Fe, Cr, Ni et HNO_2 essentiellement) est étudiée séparément puis l'influence globale (présence de toutes les espèces) est analysée.

[1] : Plante, G. (1969): "Contributions à l'étude de la passivité d'aciers inoxydables en milieu nitrique bouillant." Thèse Université de Paris.

[2] : Schosger, J.P (1996) : "Contributions à la connaissance du comportement de l'acier Z3 CN 18-10 dans l'acide nitrique concentré, chaud et confiné." Thèse Institut National Polytechnique Toulouse.

CM-06-420

Système d'analyse des émissions de COV émis par les peintures, simple d'utilisation et peu onéreux

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-420

O. Dupuis ¹, M.H. Delvaux ¹, Y. Laroussi ¹, C. Lefevre ¹, A. Teillet ¹, M. Deschamps ², P. Remontet ².

¹non - Limelette (Belgique), ²non - Paris (France).

Les peintures sont sources d'émissions de composés organiques volatils (COV) connus aujourd'hui pour les risques qu'ils occasionnent sur la santé humaine. La qualité de l'air intérieur est au coeur des considérations législatives notamment en France et en Allemagne. Au niveau Européen, l'harmonisation des tests et logos fait partie des réflexions en cours. Cependant, actuellement, les systèmes de mesure des émissions de COV sont compliqués et nécessitent du personnel qualifié. L'accès à ces techniques est donc compliqué et onéreux pour la plupart des fabricants de peintures.

Dans ce cadre, le CoRI (Coatings Research Institute - Belgique) et l'Unifap (Union des Fabricants de Peintures et vernis - France) ont uni leurs chercheurs pour développer un système simple d'utilisation et peu onéreux (par rapport aux systèmes actuels: chambre européenne, chambre de Flec ou micro-chambres) en vue de mesurer les émissions de COV des peintures. Les résultats obtenus montrent que le dispositif mis au point permet une appréciation qualitative et quantitative du niveau d'émission d'une peinture appliquée. Il permet de comparer des revêtements et il représente également un outil prédictif pour autant que la composition de ces derniers soit connue.

CM-06-426

Durabilité des géopolymères sous irradiation

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-426

F. Chupin ¹, A. Dannoux-Papin ¹, J.B. D'espinoze De Lacaille ², M. Bennati-Granier ¹.

¹Laboratoire de Chimie des Fluides complexes et Irradiation, CEA Marcoule, DEN/DTCD/SPDE - Bagnols Sur Cèze (France), ²Laboratoire de Sciences et Ingénierie de la Matière Molle, ESPCI - Paris (France).

De nouvelles matrices d'enrobage sont à l'étude dans le cadre de la gestion des déchets radioactifs spécifiques pour lesquels les formulations cimentaires conviennent peu. Les géopolymères sont notamment étudiés pour l'immobilisation des déchets magnésiens. Ce sont des matériaux inorganiques alumino-silicatés, amorphes et mésoporeux[1]. Leur structure est composée de silicates (SiO_4) et d'aluminates (AlO_4). La charge négative du groupement AlO_4 est compensée par un cation alcalin.

L'objectif de cette étude est de déterminer l'impact des irradiations (α , β , γ) sur les géopolymères et de comprendre l'influence des paramètres de formulation et d'irradiation sur les mécanismes radicalaires et les modifications structurales sous irradiation. Pour cela, plusieurs formulations de géopolymères sont irradiées en faisant varier la dose, le débit de dose et la nature de l'irradiation.

Une étude[2] a montré l'impact des irradiations gamma sur les résistances mécaniques. Pour des échantillons irradiés jusqu'à 1 MGy, une amélioration de la résistance mécanique en compression de 10% a été observée par rapport à des échantillons non irradiés. Il y aurait donc une densification des géopolymères sous irradiation. Ces résultats seront complétés par des mesures de résistance sur des échantillons irradiés jusqu'à 9 MGy et par des caractérisations structurales permettant de comprendre l'origine de cette densification (écroulement du réseau poreux et/ou meilleure organisation du réseau tridimensionnel).

Il semblerait donc que les irradiations aient un effet positif sur les géopolymères dans le contexte du stockage des déchets. Cependant, pour des irradiations avec des ions lourds, l'apparition de nouvelles phases cristallines (fragilisant la matrice) est observée par DRX, alors que ce n'est pas le cas en irradiation gamma. Il s'agit de phases s'observant habituellement lors d'un vieillissement en température jusqu'à 1100°C. Ceci indique soit un effet du dépôt d'énergie, soit un effet du débit de dose.

Afin de démontrer quel effet entraîne les différences observables aux ions lourds et aux gammas, l'effet du débit de dose sera étudié en simulant les gammas par des irradiations électroniques.

Toutes ces modifications structurales seront confirmées par différentes techniques analytiques telles que les spectroscopies IR et RMN, le MEB et l'analyse SAXS.

[1] Duxson et al Colloids and Surfaces A 269, 47-58, 2005

[2] Lambertin et al Journal of Nuclear Materials 443, 311-315, 2013

AF-06-489

EFFET DES MILIEUX AGRESSIFS SUR LES PROPRIETES PHYSICO CHIMIQUE ET MECANIQUES DES CIMENTS

**06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#AF-06-489

S. Boualleg ¹, M. Bencheikh ¹, C. Pierre ².

**¹laboratoire Géomatériaux , université de Msila - Msila (Algérie), ²LMDC-INSA
GCU ,135 av de Rangueil, Toulouse cedex04 - Toulouse (France).**

La procédure expérimentale avait pour vocation principale l'analyse des mécanismes de dégradation des pâtes de ciment et mortier, à base de pouzzolane et calcaire exposés à des différents traitements chimiques à savoir les nitrates d'ammonium, les sulfates de magnésium, les sulfates de sodium, le chlorure de sodium et l'acide sulfurique. Quantifier l'effet des différents milieux d'environnement sur les caractéristiques mécaniques. Les modifications chimiques ont été analysées par diffractométrie DRX et la carbonatation accélérée par les nitrates. Voir plus l'effet d'adjuvant sur les caractéristiques mécaniques et chimiques des mortiers. On a constaté que l'adjonction d'adjuvant est plus importante que celle des mortiers témoins à cause de ces caractéristiques, surtout la réduction d'eau (E/C), qui est liée à l'augmentation notable de la vitesse de durcissement pour les premiers jours. Et par conséquent l'augmentation de la résistance mécanique. Visant comme objectif la possibilité d'élaboration d'un ciment résistant aux milieux agressifs.

AF-06-532

EVALUATION DE L'EFFICACITE INHIBITRICE D'UN DERIVE DE BASE DE SCHIFF VIS-A-VIS DE LA CORROSION DE L'ACIER XC38 EN MILIEU HCl 1M

**06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#AF-06-532

A. Fellah, Y. Baba Hamed, I. Ichchou, Y. Harek, L. Larabi.

**Laboratoire de Chimie Analytique et d'Electrochimie (LCAE), Département de
Chimie, Faculté des Sciences, Université de Tlemcen – 13000- Algérie -
Tlemcen (Algérie).**

L'emploi des inhibiteurs est une des méthodes les plus utilisées pour protéger les métaux contre la corrosion, en particulier en milieu acide. Il est établi que les composés organiques contenant l'azote ou l'azote et le soufre sont d'un intérêt particulier. A ce propos, les bases de schiff sont très utilisées comme inhibiteurs de corrosion du fer et ses alliages en milieu acide.

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés au comportement d'un dérivé de base de schiff, nommé le 4-(hydrazonométhyl)-N, N-diméthylaniline (HD), sur l'inhibition de la corrosion de l'acier XC38 dans une solution acide chlorhydrique 1M en faisant appel aux méthodes électrochimique de polarisation et mesure d'impédance. L'étude a montré que le HD présente des propriétés inhibitrices de corrosion importantes dans ce milieu. En effet, l'efficacité inhibitrice de ce composé augmente avec la concentration pour atteindre l'ordre de 90% à $5 \times 10^{-3}M$. Par ailleurs, les courbes de polarisation indiquent que le HD est inhibiteur mixte bien qu'un léger déplacement du potentiel vers les valeurs positives soit remarqué. En outre, la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) a révélé des changements de paramètres d'impédance montrant ainsi que l'adsorption du HD sur la surface du métal se fasse via la formation d'un film protecteur. Les efficacités

inhibitrices obtenues par les méthodes de droites cathodiques de Tafel, la résistance de polarisation et la SIE sont concordantes.

CM-06-565

Couplage oxydation/mécanique en fonction de la température et de la vitesse de sollicitation de l'alliage 718 direct aged

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-565

M. Perrais ¹, D. Poquillon ¹, E. Andrieu ¹, A. Seror ², A. Burteau ³.

¹CIRIMAT - Toulouse (France), ²SNECMA - Moissy Cramayel (France),
³TURBOMECA - Bordes (France).

Lors de sollicitations à hautes températures en atmosphère oxydante, les effets de la vitesse de sollicitation sur la distribution et le type d'endommagement sont déterminants. Les modes de déformation et plus globalement l'homogénéité de la plasticité dépendent de la vitesse de déformation. D'autre part, sous atmosphère oxydante, un couplage entre l'état mécanique local et l'oxydation peut modifier le type d'endommagement sous certaines conditions de température et de vitesse de déformation. La compréhension de ces couplages est fondamentale pour dimensionner les pièces forgées en alliage 718 et en maîtriser la durée de vie.

La démarche de cette étude consiste à réaliser des essais de traction à différentes températures, différentes vitesses de sollicitation et pour différentes déformations plastiques cumulées sur des éprouvettes de structure en forme de V, dont la géométrie est propice à l'amorçage de défaut. La déformation locale est mesurée par corrélation d'image. Ces mesures sont ensuite comparées à des calculs éléments finis.

L'observation au MEB des zones sollicitées en traction sur les éprouvettes en V permet de quantifier l'endommagement par un relevé des défauts en nombre, en

taille et en nature. On différencie ainsi les amorçages reliés aux carbures/carbonitrides de ceux qui ne le sont pas.

Des essais complémentaires, en atmosphère neutre et pour d'autres séquences de chargement permettent de compléter l'analyse des mécanismes d'amorçage.

CM-06-572

Monitoring de la corrosion localisée par émission acoustique : construction d'une bibliothèque de données expérimentales et utilisation de la transformée en ondelettes et de l'algorithme Random Forests

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-572

J. Tang¹, N. Morizet¹, M. Fregonese¹, N. Godin¹, B. Normand¹, L. Diguët².

¹INSA de LYON - MATEIS UMR 5510 - Villeurbanne (France), ²SOLVAY SA - Bruxelles (Belgique).

Les équipements des industries chimiques sont soumis à des sollicitations chimiques et mécaniques qui peuvent conduire à des vieillissements sous l'effet de la corrosion localisée, cette dernière pouvant être détectée par émission acoustique (EA). L'objet de ce travail est de définir un protocole de classification supervisée qui permet de séparer les signaux résultant de phénomènes de corrosion (caverneuse, par piqûre, ...) du bruit environnant. Afin d'optimiser la segmentation des données d'EA, les signaux sont soumis à un traitement préliminaire et débruités par ondelettes. Puis, 30 descripteurs issus du domaine temporel, fréquentiel et des ondelettes sont calculés et utilisés pour la classification. Cette dernière utilise une version optimisée de l'algorithme Random Forests (proposé par L. Breiman et A. Cutler en 2001), appliquée à des données d'EA, et repose sur la construction de forêts d'arbres décisionnels. Il a été choisi pour ses performances, sa très grande vitesse d'exécution ainsi que son efficacité dans la gestion de grandes bases de données. Il nécessite néanmoins la création d'une bibliothèque d'apprentissage robuste. Cette dernière a été obtenue grâce au développement et à la mise en œuvre d'essais expérimentaux spécifiques visant à simuler l'effet de divers paramètres, influant sur

la corrosion elle-même (pH, teneur en ions chlorures, serrage d'un dispositif de caverne) et sur le bruit environnant (circulation de fluide, chauffage), et représentatifs de conditions de process industriel. Cette démarche a permis la validation de la méthode de classification et son application sur des données de laboratoire.

L'approche mise en place ouvre des perspectives innovantes pour l'identification en temps réel, sur site industriel, des phénomènes de corrosion localisée. Ce travail a été financé par le FUI AXELERA IREINE.

AF-06-604

Etudes bioélectrochimiques de la corrosion des aciers galvanisés employés dans les systèmes de distribution d'eau sanitaire

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-604

F. Tosar, F. Delaunois, V. Vitry.

Université de Mons - Mons (Belgique).

Ce travail a pour objectif de caractériser l'influence d'un développement bactérien sur un substrat en acier galvanisé et d'en comprendre les mécanismes. En effet, ces dernières décennies, les vitesses de corrosion observées sur des installations en fonctionnement ont dépassé les estimations initiales, réduisant leur durée de vie. Les analyses réalisées ont mené à l'hypothèse d'une corrosion accélérée par la présence de bactéries sulfato-réductrices (BSR), qui transforment les sulfates présents dans l'eau en acide sulfhydrique (H₂S), hautement corrosif.

Le principal objectif est de caractériser l'influence électrochimique d'un biofilm bactérien sur le substrat métallique. On s'intéressera donc à l'évolution de paramètres électrochimiques en fonction du temps. Les paramètres étudiés sont la résistance aux transferts de masse (résistance de diffusion) et de capacité du biofilm ainsi que la résistance au transfert de charge. Ces observations ont été faites sur base de tests d'impédance électrochimique et de polarisation. Ces essais ont été réalisés sur 2 substrats métalliques (acier au carbone et acier galvanisé) et 3 milieux de culture préalablement stérilisés. Parmi ces milieux de culture, un est resté stérile (blanc), les deux autres ont étéensemencés respectivement avec une souche commerciale de BSR et avec un prélèvement réalisé sur une installation en service où la présence de bactéries a été observée.

En parallèle, pour caractériser les effets physico-chimiques du développement bactérien sur les mécanismes de corrosion, l'évolution de l'épaisseur de la couche

de galvanisation a été suivie, ainsi que la composition en éléments et en phases des produits de corrosion qui se sont formés (respectivement EDS et DRX). La composition de l'eau et du biofilm a également été quantifiée au niveau élémentaire (ICP-AES), ionique (spectromètre UV-visible) et chimique (chromatographie ionique).

CM-06-618

**Lutte contre les phénomènes d'usure -
Caractérisation - Choix et mise en
œuvre de matériaux**

**06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#CM-06-618

D. Mattiuzzi.

métallurgiste - Courtaboeuf (France).

Définition des différents phénomènes d'usure érosion - corrosion - abrasion, et notamment des phénomènes d'usure combinés.

Méthodes de choix de matériaux résistants et des modes d'application en fonction de ces phénomènes d'usure.

Présentations d'applications et réalisations industrielles.

CM-06-636

Etude du comportement de colonies de fissures courtes de Corrosion Sous Contrainte

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-636

J. Bolivar¹, L. Corré¹, P. Pineau², M. Fregonese¹, J. Réthoré², M.C. Baietto², C. Duret-Thual³, O. Calonne⁴, P. Combrade⁵, F. Bumbieler⁶, A. Proust⁷.

¹INSA de LYON - MATEIS UMR 5510 - Villeurbanne (France), ²INSA de LYON - LaMCoS UMR 5259 - Villeurbanne (France), ³Institut de la Corrosion - Fraisses (France), ⁴AREVA NP - Le Creusot (France), ⁵ACXCOR - Le Bessat (France), ⁶Andra - Bure (France), ⁷Mistras Group SA - Sucy En Brie (France).

Un problème/facteur important de vieillissement pour de nombreux systèmes constitués de pièces métalliques fonctionnant dans un environnement où l'eau est présente éventuellement sous pression et à haute température est la fissuration par corrosion sous contrainte (CSC). Actuellement, les modèles utilisés pour prédire le vieillissement de ces installations, purement empiriques, sont fondés sur des mesures de laboratoire du temps d'amorçage de la fissuration et de vitesses de propagation de fissures longues ; ils ne prennent pas en compte les étapes de croissance et de coalescence des fissures courtes qui peuvent occuper une part prépondérante de la durée de vie d'un composant. Par voie de conséquence, ils fournissent des estimations de durée de vie très « conservatives » et conduisent à des périodicités des opérations d'examens non destructifs non optimisées. Dans ce contexte, l'enjeu de ce travail est la construction d'un modèle de prédiction de durée de vie plus réaliste. Il s'agit d'une part, de mettre en œuvre des techniques permettant l'acquisition plus rapide et plus précise des données empiriques, et, d'autre part, de développer les simulations mécaniques nécessaires à la construction de modèles décrivant le comportement de colonies de fissures courtes de CSC.

Ce projet comporte deux grands volets de travail qui sont développés en parallèle et de manière coordonnée.

Le premier volet est expérimental ; il vise à obtenir des réseaux de fissures de CSC sur des aciers inoxydables austénitiques et des alliages de nickel en milieux représentatifs du milieu primaire des réacteurs à eau sous pression, et sur des aciers peu alliés en milieu représentatif des conditions de stockage géologique. Les essais sont suivis par émission acoustique, bruit électrochimique et corrélation d'images numériques.

Le second volet relève de l'analyse par corrélation d'images et de la modélisation de l'amorçage, de la propagation de l'interaction et de la coalescence de colonies de fissures courtes en vue d'une prédiction plus réaliste de la durée de vie de composants susceptibles de périr par CSC.

Ce projet est supporté par l'ANR MATETPRO.

CM-06-690

Méthode de monitoring de la corrosion localisée par la technique d'émission acoustique : information diagnostic et aide à la décision

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-690

A. Proust, T. Faure, J.C. Lenain.

MISTRAS GROUP SA - Sucy En Brie (France).

La corrosion est une des causes majeures de la dégradation des structures industrielles et génie civil. Le coût de la corrosion est estimé à 3 à 4% de PIB. La corrosion a été longtemps considérée comme une fatalité.

Les modes de corrosion localisée sont effectivement difficilement prévisibles, la responsabilité est encore trop souvent reportée sur un mauvais choix de matériaux. Cependant, une grande partie des problèmes de corrosion peut être imputée à un manque de connaissance des conditions réelles locales à la fois électrochimiques et métallurgiques.

A partir du moment où une mesure peut apporter des informations sur un mécanisme de corrosion, de sa cinétique corrélée à des paramètres de production ; des solutions de lutte contre la corrosion peuvent être envisagées. Le monitoring de la corrosion peut alors être abordé non seulement pour continuer à produire en maîtrisant le risque induit par la corrosion déjà amorcée, mais aussi de manière plus préventive sur des installations ou des pathologies qui n'ont pas été encore découvertes.

De nombreuses techniques d'électrochimie et d'analyse chimique ou biologique sont utilisées en laboratoire pour caractériser les cinétiques de corrosion. Leur application sur site industriel se démocratise, mais reste la plupart du temps intrusive et applicable sur une zone assez limitée dans l'espace. L'émission acoustique est une méthode non intrusive qui permet de suivre l'activité de la corrosion localisée de type

piqûre et fissuration sous contrainte sur l'ensemble ou sur une partie d'une installation en temps réel, notamment avec la technologie Corpac™.

Cet article présente à travers des exemples industriels concrets l'intérêt du monitoring de la corrosion localisée par émission acoustique et les solutions de lutte contre la corrosion qui ont pu être mises en œuvre.

CM-06-703

APPORTS DE L'EMISSION ACOUSTIQUE COUPLEE A L'ANALYSE THERMOGRAVIMETRIQUE POUR LA COMPREHENSION DE LA CORROSION DU FER PAR METAL DUSTING

**06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#CM-06-703

**E. Serris ¹, O. Al Haj ¹, V. Peres ¹, M. Cournil ¹, F. Grosjean ², J. Kittel ²,
F. Ropital ².**

**¹Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne - Saint-Etienne
(France), ²IFPEN - Solaize (France).**

La corrosion à haute température d'alliages métalliques (fer, nickel, alliages de cobalt) représente un enjeu majeur dans de nombreux domaines industriels. Grâce à sa sensibilité et à son caractère non destructif, l'émission acoustique (AE) apparaît comme une méthode intéressante pour suivre en service les dégradations des équipements soumis à des formes sévères de corrosion comme le metal dusting en pétrochimie. Le but de notre étude est d'établir une base de données qui assigne les phénomènes de corrosion à haute température aux signaux acoustiques.

L'analyse thermogravimétrique (TGA) a été couplée avec l'émission acoustique. Un guide d'ondes spécifique en alumine compatible avec une atmosphère réductrice riche en carbone comme avec une atmosphère oxydante a été développé. Son fonctionnement a été validé grâce à l'étude de l'oxydation d'un alliage de zirconium dont la couche de zircone superficielle se fissure après la transition cinétique et au refroidissement.

Des échantillons de fer pur préalablement oxydés, la couche superficielle d'oxydes de fer favorisant le processus de carburation, ont été corrodés à 650°C sous un mélange gazeux contenant 5% d'isobutane et 5% d'hydrogène dans l'hélium. Les

étapes préliminaires d'oxydation et de réduction (avant l'injection de l'atmosphère carburante) sont non émissives en accord avec l'absence de fissures dans les échantillons. Des signaux acoustiques sont en revanche détectés après une augmentation significative de la masse de l'échantillon pendant le palier isotherme. Ils cessent au refroidissement. La prise de masse est due à plus de 90% au dépôt de graphite pulvérulent qui contient des particules de fer et à la diffusion du carbone dans l'échantillon. La caractérisation par microscopie électronique de coupes d'échantillons prélevés à différents stades de l'essai nous permet d'attribuer les signaux d'émission acoustique d'amplitudes et énergies modérées à l'étape de carburation. Les évènements émissifs semblent provoqués par l'insertion du carbone dans la couche externe qui est poreuse après réduction et par la formation de la cémentite.

CM-06-723

Monitoring on line de la corrosion localisée par électrochimie : de l'utilisation des techniques de polarisation et de bruit électrochimique aux applications industrielles

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-723

L. Dignet ¹, V. Roche ², R. Nogueira ², F. Dussaut ³.

¹SOLVAY - Bruxelles (Belgique), ²LEPMI - Saint Martin D'hères (France),

³Orignalys - Rillieux La Pape (France).

Mots clés : Corrosion localisée, Monitoring, Mesures en ligne, Bruit électrochimique, Electrochimie, Industries chimiques, Procédé chimique, acier inoxydable.

Résumé

Les équipements des industries chimiques sont soumis à des sollicitations chimiques qui peuvent conduire à des vieillissements sous l'effet de différents mécanismes de corrosion tels que la corrosion localisée ou la corrosion intergranulaire pour les aciers inoxydables. Qu'il s'agisse de procédés dits batch ou de procédés continus, les conditions de procédés et donc les milieux chimiques au contact des matériaux métalliques sont constamment modifiés. La simple température est ainsi un paramètre très fluctuant. Partant du constat que l'on ne dispose pas assez d'outils intégrés pour réaliser des mesures et un monitoring on line de la corrosion, des

développements ont été réalisés sur la base de techniques électrochimiques innovantes pour l'industrie chimique, notamment le bruit électrochimique (ECN).

Les premiers travaux réalisés au laboratoire ont permis de définir les paramètres d'acquisition (fréquence, durée...) du bruit électrochimique pour la mesure des phénomènes de corrosion localisée. Des alternatives de traitement statistique des signaux ont également été proposées. Elles permettent d'apporter des résultats complémentaires aux résultats de la résistance de bruit (R_n) et de l'indice de corrosion localisée ou « pitting factor » (PF).

En parallèle, les aspects technologiques sont revus sur le design des électrodes et sur les spécifications des outils de mesure (filtre analogique...).

Au final, des applications industrielles sont proposées et réalisées. Elles permettent une estimation quantitative ou qualitative des phénomènes de corrosion localisée. En corolaire, d'éventuelles mesures correctives sont mises en place pour assurer la fiabilité des équipements industriels et éviter ainsi des incidents majeurs pouvant avoir un impact sur l'environnement, la sécurité et les manques à produire industriels.

Le travail est issu du projet collaboratif AXELERA IREINE, avec financement par le FUI10.

CM-06-724

Mécanismes et cinétiques d'oxydation du SiC à hautes températures et faibles pressions d'oxygène ; application au gainage des réacteurs rapides à gaz

06 - Corrosion, Vieillessement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-724

L. Brissonneau ¹, N. Hun ², F. Rebillat ³.

¹CEA, DEN, DTN/SMTA/LIPC Cadarache - Saint Paul Lez Durance (France),
²Métaux Spéciaux - Plombières (France), ³LCTS, Université de Bordeaux I - Pessac (France).

Les réacteurs rapides à gaz font partie des différents concepts étudiés dans le cadre du forum Génération IV pour la production d'énergie nucléaire. Les composites SiC/SiC sont des matériaux particulièrement intéressants pour le gainage du combustible grâce, entre autres, à leur résistance à la corrosion à haute température.

Les mécanismes et les cinétiques d'oxydation du carbure de silicium dans les conditions normales de fonctionnement doivent être identifiés et quantifiés, dans la mesure où la corrosion peut dégrader les propriétés mécaniques du composite. Un système expérimental a été développé pour quantifier l'oxydation du SiC à hautes températures et très faibles pressions partielles d'oxygène. Un soin particulier a été apporté à l'exploitation des résultats bruts obtenus par ATG (prise en compte de la dérive à long terme...); le système expérimental a été modélisé afin de pouvoir s'affranchir des limites dues au transport du gaz réactionnel. De plus, la seule variation de masse ne suffit pas pour déterminer le mécanisme d'oxydation qui peut coupler simultanément de la formation de silice et de la volatilisation de SiO : des mesures d'épaisseur de silice formée et de quantités de gaz consommé doivent être intégrées pour expliquer les processus en jeu. Il apparaît que dans de telles conditions expérimentales, des mécanismes de réaction interfaciale et de volatilisation viennent s'ajouter au mécanisme de limitation de l'oxydation par diffusion des espèces gazeuses à travers la couche de silice.

Les cinétiques de chaque mécanisme sont déterminées en fonction de la température et de la pression partielle en O₂, en particulier la réaction d'interface conduisant à la production de SiO et la diffusion de l'oxygène dans la silice. Ils sont ensuite utilisées dans un modèle numérique de l'oxydation des composites. Le modèle est utilisé pour prédire la durée de vie du composite dans les conditions normales de fonctionnement d'un réacteur (première approche).

CM-06-755

Evaluation probabiliste de la robustesse de simulations de contrôles non destructifs par ultrasons - Application à des matériaux hétérogènes anisotropes

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-755

G. Blatman, B. Chassignole, P.E. Lhuillier, C. Trottier, F. Rupin.

EDF R&D - Moret-Sur-Loing (France).

EDF R&D étudie la propagation des ondes ultrasonores (US) dans certains matériaux polycristallins constitutifs de structures et de composants de centrales nucléaires à eau pressurisée. En effet, la structure hétérogène et anisotrope de ces matériaux peut induire des phénomènes complexes et perturbateurs et ainsi conduire à une dégradation importante des performances des contrôles non destructifs. L'utilisation de la modélisation numérique (code éléments finis ATHENA 2D) permet, à partir d'une description adaptée de la microstructure du matériau, de simuler la réponse ultrasonore obtenue expérimentalement. Ainsi, la représentation d'une soudure austénitique en domaines homogènes d'orientations moyennes différentes permet de reproduire des phénomènes de déviations et de divisions du faisceau (cas 1). De plus, une modélisation de matériaux polycristallins à l'échelle du grain permet de rendre compte de l'atténuation de l'onde US et de l'apparition d'un bruit dit « de structure », qui devient important lorsque la taille des hétérogénéités est de l'ordre de la longueur d'onde utilisée (cas 2).

Dans les 2 cas d'étude considérés, une difficulté de la simulation réside dans une connaissance imparfaite des paramètres d'entrée. Cette incertitude peut être prise en compte par une démarche probabiliste, qui consiste à représenter les paramètres d'entrée par des variables aléatoires. L'exécution d'un ensemble de calculs ATHENA

2D associées à des tirages particuliers de ces variables permet ensuite de quantifier la robustesse des résultats.

Pour le cas 1, les constantes élastiques du matériau et les orientations des domaines homogènes équivalents ont été respectivement représentées par des distributions à support borné et gaussiennes. Des intervalles de confiance cohérents avec des résultats expérimentaux ont été obtenus pour les réponses US. De plus, la présence de configurations particulières pouvant conduire à une mauvaise interprétation des résultats du contrôle a été mise en évidence.

Concernant le cas 2, on s'est attaché à estimer l'influence de la distribution statistique de la taille des grains de la microstructure simulée sur les résultats de simulation. Pour cela, différents modèles de microstructures 2D qui permettent de contrôler la distribution de taille de grain ont été mis en œuvre. L'étude a ainsi permis d'évaluer l'impact du paramètre «distribution de taille de grains» sur l'atténuation et le niveau de bruit rétrodiffusé dans les structures à gros grains.

AF-06-758

Comportement des aciers inoxydables austénitiques sensibilisés vis-à-vis des traitements acides de décontamination utilisés pour les réacteurs à neutrons rapides

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-758

A. Martin-Garin, L. Brissonneau.

CEA, DEN DTN/SMTA/LIPC Cadarache - Saint Paul Lez Durance (France).

Les structures et composants du circuit primaire des réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium sont généralement réalisés en acier austénitique inoxydable, qui du fait de sa mise en forme (soudage) ou de leur histoire thermique dans le réacteur, peuvent avoir été sensibilisés. Durant le fonctionnement du réacteur, des radio-contaminants se sont déposés et ont pu diffuser dans l'épaisseur des composants.

Or, lors des opérations de réparation ou de démantèlement, la contamination doit être ramenée à un niveau acceptable pour permettre l'intervention des opérateurs. Pour cela, les composants sont plongés dans des bains acides dont la fonction est de dissoudre l'épaisseur de matériau contaminée. Cependant, l'attaque ne doit pas altérer l'intégrité mécanique des composants ni celle des structures du puits de lavage/décontamination. Dans le cadre du démantèlement de la centrale Phénix, un nombre important de composants devant être décontaminés, et il faut s'assurer de fait que les zones soudées des structures du puits de lavage ne seront pas attaquées de façon trop importante par les solutions de décontamination.

La décontamination des composants est basée sur une attaque de l'acier par l'acide sulfurique modérée par la présence d'acide phosphorique. La limitation de la quantité de l'acide phosphorique est cependant souhaitée pour diminuer le coût de retraitement des effluents. Il faut donc trouver une composition permettant à la fois

d'assurer la décontamination, limiter la corrosion des structures et le coût de retraitement des effluents.

L'étude a été menée sur diverses nuances aciers ayant subi des traitements de sensibilisation différents. Elle montre que les nuances peu sensibilisées (contenant peu de carbone ou ayant subi un traitement relativement court) sont très peu affectées par la corrosion, même pour de faibles ou nulles teneurs en acide phosphorique dans la solution acide. En revanche, il a été observé que la profondeur d'attaque intergranulaire des nuances sensibilisées augmente rapidement avec le nombre d'essais, à des valeurs très importantes en absence d'acide phosphorique.

Ces résultats ont conduit à conserver une teneur minimale en acide phosphorique pour protéger les structures de lavage et à prolonger l'étude sur des matériaux et des conditions de soudage plus représentatifs de l'état réel du puits.

AF-06-789

Efficacité d'un dépôt polymère sur la protection contre l'oxydation à haute température d'un alliage métallique commercial AISI 304

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-789

F. Riffard, E. Joannet, H. Buscail, R. Rolland, S. Perrier.

LVEEM - Le Puy En Velay (France).

La durabilité des matériaux métalliques à haute température est généralement liée au caractère protecteur des couches barrières constituées par des oxydes comme la silice, générés par la corrosion ou déposés par différents procédés.

Du fait d'une plus grande affinité pour l'oxygène, le silicium subit une oxydation interne et préférentielle en développant un film continu le long des joints de grains du métal. La présence de silice à l'interface métal-oxyde permet alors une diminution de la vitesse d'oxydation de l'alliage. Cependant, cet oxyde, thermodynamiquement très stable, n'a pas de raison d'être protecteur sauf s'il limite la diffusion externe des cations.

L'objectif de notre étude a donc été d'étudier l'efficacité d'un dépôt superficiel d'un précurseur polymère à base de silicium sur la protection à 900°C d'un acier austénitique commercial AISI 304. La densification du dépôt initial a permis de mettre en évidence l'établissement d'un film de silice quasiment continu, adhérent et dense. Ce dépôt s'avère particulièrement protecteur puisque son état vitrifié préserve l'alliage brut en isolant le matériau de l'oxygène, et ainsi en limitant la croissance des oxydes $Mn_{1,5}Cr_{1,5}O_4$ et Cr_2O_3 comme le montre l'analyse in-situ par diffraction des rayons X. L'analyse par thermogravimétrie d'un échantillon brut montre une forte ré-accelération du processus d'oxydation, induit par la croissance d'oxyde de fer Fe_2O_3 qui s'avère catastrophique pour la protection de l'acier à 900°C. La même analyse sur l'acier revêtu révèle une cinétique d'oxydation extrêmement lente, attestant du

rôle particulièrement bénéfique du dépôt initial, qui joue efficacement le rôle de barrière limitant la diffusion cationique externe en particulier du fer.

CM-06-793

Effet de la corrosion aqueuse sur la durée de vie en fatigue de l'acier inoxydable martensitique X4CrNi16-4 à grand nombre de cycles (10⁵ à 10⁷ cycles)

06 - Corrosion, Vieillessement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-793

M. El May ¹, N. Saintier ², O. Devos ³, A. Rozinoer ⁴.

¹Arts et Métier ParisTech I2M, CNRS UMR 5295 - 33405 Talence (France), ²Arts et Métier ParisTech I2M, CNRS UMR 5295 - 33405 Talence (France), ³Université de Bordeaux, I2M, CNRS UMR 5295 - 33405 Talence (France), ⁴GE Oil & Gas - Thermodyn SAS - 71200 Le Creusot (France).

L'augmentation des performances des compresseurs centrifuges en terme de conception et cycle de vie nécessite de comprendre l'effet de l'environnement sur la durée de vie en fatigue de certains aciers utilisés. L'objectif de cette étude est de caractériser l'endommagement en fatigue-corrosion d'un acier inoxydable martensitique (X4CrNi16-4), utilisé dans la fabrication des éléments tournants de ces machines.

Des essais de fatigue-corrosion à grande durée de vie (entre 10⁵ et 10⁷ cycles) ont été réalisés avec un suivi continu du potentiel de corrosion et des mesures d'impédance électrochimique in-situ. Ce protocole expérimental a permis d'identifier les interactions entre le chargement mécanique cyclique et l'activité électrochimique à la surface des éprouvettes. L'analyse combinée des zones d'amorçages de fissures sous MEB et des mesures électrochimiques in-situ ont mis en évidence un scénario d'amorçage de fissures de fatigue en ambiance corrosive. Ce scénario implique des phénomènes de couplage entre le chargement cyclique (fatigue) et l'activité électrochimique à la surface (corrosion). Le rôle de ce couplage

mécanique/environnement sur la durée de vie totale en fatigue-corrosion sera discuté et comparé avec une autre nuance d'acier inoxydable.

CM-06-817

Influence de la microstructure sur le comportement en corrosion d'un acier inoxydable martensitique X4CrNiMo16.5.1

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-817

S. Ringeval ¹, V. Vignal ², S. Thiébaud ¹, K. Tabalaiev ², C. Dessolin ¹, O. Heintz ², F. Herbst ², R. Chassagnon ².

¹CEA, DAM, centre d'études de Valduc - Is-Sur-Tille (France), ²ICB, UMR 5209 CNRS - Université de Bourgogne - Dijon (France).

La sensibilité à la corrosion par piqûres d'un acier inoxydable martensitique X4CrNiMo16.5.1 trempé-revenu a tout d'abord été quantifiée en milieu NaCl au moyen d'une microcellule électrochimique possédant un capillaire de diamètre adapté à sa microstructure triphasée (matrice martensitique contenant des films inter-lattes d'austénite résiduelle et parsemée d'ilots de ferrite). Cette technique a permis d'isoler le comportement des différentes phases et de définir un protocole basé sur un essai potentiostatique pulsé permettant d'obtenir rapidement un nombre important de petites piqûres à la surface du matériau. La localisation et la morphologie des piqûres ont alors pu être étudiées par EBSD de manière statistique (les environs de 40 piqûres ont été cartographiés).

Il a été montré que les ilots de ferrite, l'austénite résiduelle et les inclusions ne sont pas des sites précurseurs à la corrosion. Ceci est en bon accord avec les caractéristiques du film passif formé à la surface de ces différentes phases, en termes de composition chimique et de degré d'homogénéité, obtenues par XPS et spectroscopie Auger. Ainsi, les sites précurseurs doivent être recherchés dans la matrice martensitique et la technique EBSD a permis de proposer un premier critère d'apparition basé sur les désorientations locales. Le rôle d'une déformation sur la sensibilité à la corrosion a également été étudié, toujours en lien avec ce critère.

CM-06-820

Evaluation du gonflement d'un revêtement organique par DMA et SECM

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-820

S. Mallarino, G. Bouvet, S. Cohendoz, D. Trinh, X. Feugas, S. Touzain.

LaSIE - La Rochelle (France).

Dans un travail récent [1], nous avons étudié le vieillissement hygrothermique d'un système polyépoxyde de type DGEBA / TETA, élaboré sous forme de films libres et supportés afin de mieux comprendre les mécanismes d'absorption d'eau et leur influence sur la dégradation de revêtement organique anticorrosion.

Dans cette étude, nous avons utilisé une résine polyépoxyde de type DGEBA / DAMP afin de la comparer avec les résultats obtenus pour le système DGEBA / TETA. Les deux systèmes sont totalement réticulés, mais possèdent des densités de réticulation différentes. L'effet de la structure du réseau sur les propriétés initiales et les paramètres d'absorption d'eau sont examinés. Au cours du vieillissement, le processus de diffusion suit un comportement pseudo-fickien (en 3 étapes) pour les différentes températures. Nous avons souhaité modéliser ce comportement en utilisant des coefficients de diffusion moyens non constants. Les deux conséquences majeures de l'absorption d'eau sont la plastification et le gonflement du polymère. Dans un premier temps, grâce à la DSC, nous avons déterminé la Tg des échantillons secs et humides pour nos deux systèmes. Dans un deuxième temps, nous avons choisi de suivre les variations dimensionnelles des échantillons au cours de l'absorption d'eau. Pour cela, le gonflement de films libres d'environ 100 microns d'épaisseur a été estimé en utilisant la DMA (fig. 1) alors que celui des revêtements a été estimé à l'aide de la microscopie électrochimique à balayage. Il est montré que les films libres et supportés (films appliqués sur un substrat métallique) se comportent différemment. Ceci peut être expliqué par la présence de l'interface polymère / métal qui influe sur le gonflement lors de l'absorption de l'eau. Les causes de ces variations dimensionnelles seront discutées.

[1] Nguyen Dang, D. Thèse, Université de La Rochelle, 2012.

CM-06-863

Choix de la microstructure d'aciers inoxydables dans les processus de tribocorrosion

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-863

V. Dalbert, N. Mary, C. Verdu, B. Normand, S. Saedlou.

INSA-LYON MATEIS - Villeurbanne (France).

Dans les méthodes de sélections des matériaux, il est souvent question du choix d'une microstructure en fonction de ses propriétés de résistance soit mécaniques soit chimiques. Dans le cas des aciers inoxydables, cela portent généralement sur des comparaisons entre les microstructures austénitiques, austéno-ferritiques ou ferritiques. Ceci implique généralement, en plus de la modification microstructurales, une évolution de la chimie globale du matériau afin de stabiliser une phase par rapport à une autre. Il devient alors plus difficile de discuter finement de l'influence de la microstructure sur les propriétés mécano-chimiques du matériau. Parmi les caractérisations des matériaux disponibles, la tribocorrosion permettent de décrire le comportement à l'usure des matériaux en s'intéressant aux propriétés physico-chimiques de la surface. De plus, l'utilisation de frottements alternatifs permet de quantifier les cinétiques de passivation du matériau.

A partir d'un acier inoxydable ferritique commercial, une microstructure biphasée présentant une composition chimique globale identique a été élaborée. La croissance de la phase martensitique induit une répartition inhomogène en chrome entre une phase ferritique enrichie et une phase martensitique appauvrie. Cette différence de chimie locale va ainsi modifier le comportement mécanique des matériaux mais également leur comportement électrochimique.

Lors des essais de tribocorrosion, la détermination des volumes d'usures mais également l'identification des mécanismes d'usures permet de discuter de l'opportunité du traitement de biphasage sur l'optimisation des propriétés de résistance à la tribocorrosion dans des solutions sulfates avec différentes valeurs de

pH. Les variations de courant et de potentiel au cours des phases de frottement mais aussi de repos renseignent sur les mécanismes contrôlant les phases de dépassivation et de repassivation. Leurs analyses se basent sur la germination/croissance du film passif en deux étapes synthétisée par des processus d'adsorption 2D puis la croissance 3D du film passif. La quantification de ces temps caractéristiques liés à chacune de ces étapes en fonction de la microstructure étudiée permet de discuter des effets de la variation locale de chimie dans la microstructure sur la reformation du film passif. Finalement, l'ensemble des informations issues de l'usure et des cinétiques de passivation conduit à discuter de l'opportunité du traitement thermique de biphasage.

CM-06-958

Analyse des causes de la corrosion d'un sealine

**06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#CM-06-958

S. Gastaud.

CJP Expertise - Pélissanne (France).

Ce document reprend le déroulement et les conclusions d'une expertise suite à la découverte d'une corrosion extrêmement rapide ayant mené à une perte de confinement sur une conduite immergée de 6,3 mm d'épaisseur en un peu plus de 3 mois.

CM-06-993

ETUDE DE LA RESISTANCE A LA CORROSION D'UN REVETEMENTS D'ACIER INOXYDABLE 316L OBTENUS PAR PROJECTION DYNAMIQUE A FROID

**06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#CM-06-993

Y. Wang ¹, B. Normand ¹, N. Marry ¹, H. Liao ².

¹Mateis - Villeurbanne (France), ²LERMPS - Belfort-Montbéliard (France).

Dans ce travail, des revêtements d'aciers inoxydables 316L sont déposés par la technique de Cold Spray sur un substrat en alliage d'aluminium 6061. Des observations au microscope électronique à balayage sur des coupes de revêtements montrent une épaisseur d'environ 140 µm, une forte rugosité de surface mais également un faible taux de porosité estimé à environ 0,2%. Afin d'optimiser les propriétés mécano-chimiques de l'interface substrat/revêtement, un traitement thermique est réalisé à 500°C à l'air du laboratoire ou sous vide.

Le comportement à la corrosion des revêtements élaborés est étudié en milieu acide en faisant varier la concentration en H₂SO₄ de 0,1 à 1 mol/L. Les mesures électrochimiques sont réalisées à partir d'un montage classique à trois électrodes. Sur la base de l'enregistrement des courbes en potentiel ouvert et des courbes de polarisation, le comportement électrochimique des différents revêtements est décrit en fonction de la vitesse d'agitation de la solution, de sa concentration.

Les résultats montrent que la variation de concentration en acide sulfurique de la solution affecte le courant de corrosion mais également la valeur de courant au niveau de plateau passif sans pour autant modifier le potentiel de corrosion. L'agitation du milieu ne joue quant à elle qu'un faible rôle sur le positionnement du

plateau passif. Finalement, les revêtements élaborés présentent de bonnes caractéristiques de résistance à la corrosion sur un alliage d'aluminium.

CM-06-1004

Caractérisation morphologique, microstructurale et comportement à la corrosion des revêtements nanocomposites Zn-Ni / CeO₂

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM

#CM-06-1004

C. Rebere ¹, L. Exbrayat ¹, R. Ndong ¹, E. Calvie ², M. Sarret ³, C. Muller ³, P. Steyer ², C. Savall ¹, J. Creus ¹.

¹Université de la Rochelle - La Rochelle (France), ²INSA de Lyon - Lyon (France), ³Universite de barcelona - Barcelona (Espagne).

Le développement de nouveaux revêtements protecteurs associant des propriétés mécaniques et/ou tribologiques optimisées avec des résistances améliorées à la corrosion est une activité de recherche majeure ces dernières années. Parmi les alternatives envisageables, les revêtements composites à matrice métallique suscitent des intérêts particuliers. L'incorporation de nanoparticules céramiques permet d'accroître les propriétés mécaniques de la matrice métallique, cependant l'influence sur la réactivité de surface reste très controversée.

Nous avons étudié l'influence de l'incorporation de nano-particules de cériine CeO₂ sur les caractéristiques morphologiques et microstructurales des alliages Zn-Ni (8-12% pds) électrodéposés à partir d'un bain acide base chlorure. L'incorporation des particules de cériine modifie la morphologie des dépôts de Zn-Ni contrairement aux observations menées sur des revêtements de Zn pur [1]. Néanmoins, les teneurs en particules insérées semblent plus importantes. Le comportement en corrosion par des techniques électrochimiques stationnaires et non stationnaires de revêtements nanocomposites est étudié pour différents états métallurgiques et teneurs en particules. Les résultats sont comparés à un système modèle Zn/CeO₂ ceci dans

l'objectif de mieux comprendre l'impact de l'incorporation des particules sur la réactivité des revêtements métalliques.

[1] L. Exbrayat, P. Steyer, C. Rébéré, C. Berziou, C. Savall, P. Ayrault, E. Tertre ; G.L. Joly Pottuz, J. Ceus. *J. Solid State Electrochem.* 18 (2014) 223-233.

CM-06-1007

Caractérisation du comportement en oxydation de 4 alliages commerciaux (RA 602CA; Inconel 693; Manaurite 40XO; Sumitomo 696) destinés aux applications en atmosphère carburante

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1007

L. Aranda, L. Portebois, S. Mathieu, Y. Bouizi, M. Vilasi, S. Mathieu.

Institut Jean Lamour - Vandoeuvre Lès Nancy (France).

La composition des alliages commerciaux utilisés dans les applications à haute température varie en général très peu. Ces nuances contiennent généralement 25 %m. de chrome, leur conférant un comportement en oxydation globalement chromino-formeur. Ces alliages contiennent également des additions mineures d'Al, Mn, Si, etc. qui peuvent influencer fortement sur la résistance à l'oxydation. Selon la nature et la quantité de ces ajouts mineurs, le comportement en oxydation peut varier largement de sorte que le comportement spécifique de ces alliages industriels multi-élémentaires est généralement difficile à anticiper et justifie à chaque nouvelle nuance développée une étude spécifique.

Cette étude porte sur la tenue à l'oxydation de 4 nuances industrielles (602CA, Inconel 693, Manaurite 40XO et Sumitomo 696). Ces alliages conservent des propriétés mécaniques élevées à haute température et sont résistants en atmosphère carburante. Le but de ce travail est d'évaluer leur résistance à l'oxydation à 950°C dans des environnements contenant de forte (air industriel) et de faible teneur en oxygène. L'eau étant généralement présente dans les atmosphères réductrices des installations industrielles, les essais d'oxydation sous faible pression d'oxygène ont été réalisés dans un mélange Ar -H₂O (10 % d'humidité absolue). Dans ce travail, le comportement à l'oxydation est étudié par thermogravimétrie. Les produits d'oxydation sont caractérisés par diffraction des rayons X et microscopie à balayage (canon à émission de champ). Une attention particulière a été portée à la

préparation des échantillons. Pour éviter les artefacts liés à la préparation, ils ont été polis à l'aide d'un faisceau d'ions.

A 950°C, la vitesse d'oxydation de ces alliages est systématiquement supérieure en présence de vapeur d'eau. L'effet est particulièrement évident pour les alliages contenant de l'aluminium (602CA, 696 et 40XO). Pour ces alliages, l'oxydation interne de l'aluminium associée au développement d'une couche d'oxyde de chrome épaisse a été systématiquement observée. Par conséquent la vapeur d'eau a considérablement augmenté la diffusivité de l'oxygène dans la chromine pour ces alliages contenant de l'aluminium. Le silicium contribue à limiter la porosité à la fois à l'interface substrat-oxyde et au sein de la couche de chromine.

CM-06-1026

Vieillissement des composites à matrice minérale Comparaison CEM-liant ettringitique

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1026

M. Michel, E. Prud'homme, J. Ambroise.

LGCIE-INSA-UCBL - Villeurbanne (France).

Les composites ciment verre (CCV) sont réalisés communément avec des fibres alcali-résistantes et un micro-mortier de ciment Portland. Le suivi des caractéristiques mécaniques après vieillissement accéléré sont comparées à celle d'un CCV dont le liant est un liant ettringitique. La caractéristique principale, en dehors des hydrates formés, est qu'il ne libère pas de chaux au cours de son hydratation. Les résultats obtenus montrent que la perte de ductilité est nettement plus faible. Elle s'explique par une densification de l'interface fibre-matrice qui augmente la résistance frictionnelle des fibres sans pour autant les ancrer dans la matrice.

CM-06-1029

Inhibiteurs de corrosion innovants pour circuits de refroidissement semi-ouverts

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1029

C. Foret ¹, P. Blériot ¹, W. Hater ².

¹ICL Water Solutions - Vaas (France), ²ICL Water Solutions - Düsseldorf (Allemagne).

La corrosion des échangeurs thermiques et des canalisations dans les circuits de refroidissement peut entraîner des dommages sérieux allant jusqu'à des arrêts de production qui engendrent des coûts économiques importants.

Les stratégies de traitement anticorrosion couramment utilisées pour la protection des installations de refroidissement mettent en œuvre des inhibiteurs à base de phosphates, de phosphonates, de zinc et des combinaisons de ces derniers.

Si la protection apportée par ces différents inhibiteurs est généralement efficace, ces actifs chimiques présentent en revanche plusieurs inconvénients : faible biodégradabilité, présence de métaux lourds, nécessité de maîtriser le pH de l'eau du circuit par addition d'un acide minéral...etc.

Il y a donc un réel besoin de disposer d'inhibiteurs de corrosion ayant un meilleur profil environnemental et une efficacité anticorrosion importante voire optimisée.

Notre présente étude montre les premiers résultats de deux inhibiteurs de corrosion nouvellement développés. Les deux molécules sont exemptes de métaux, et, pour une des deux, ne contient pas de phosphore.

Des tests comparatifs d'efficacité anticorrosion ont été effectués en présence d'acier au carbone à différentes concentrations de chaque d'inhibiteur et avec différentes qualités d'eau (plus ou moins agressive). Des tests de corrosion accélérés utilisant

des techniques électrochimiques, par exemple voltampérométrie, mesure de la résistance de polarisation (spectroscopie d'impédance électrochimique), ont été appliquées ainsi que des tests à long terme en laboratoire utilisant des pilotes simulateurs de circuits d'eau. De plus, l'efficacité antitartre de ces nouveaux inhibiteurs a été étudiée.

Les résultats des tests de corrosion montrent une efficacité excellente des deux substances sur la tenue de l'acier carboné, au moins similaire aux performances des inhibiteurs de corrosion classiquement utilisés et commercialisés.

En outre, la molécule contenant du phosphore a démontré des propriétés inhibitrices de précipitation du carbonate de calcium comparables, voire meilleures que celles obtenues en présence de polycarboxylates. Ainsi, cet inhibiteur pourrait constituer la base d'un traitement complet (tout-en-un) antitartre et anticorrosion d'un circuit industriel de refroidissement. Enfin, le second inhibiteur pourrait constituer une alternative « verte » dans le cadre d'une stratégie de traitement antitartre-anticorrosion sans métaux lourds et sans phosphore.

CM-06-1042

The influence of the baking time on the Hydrogen Embrittlement of Martensitic steels

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1042

A. Oudriss ¹, E. Conforto ¹, C. Berziou ¹, S. Cohendoz ¹, C. Savall ¹, J.M. Sobrino ², J. Creus ¹, X. Feaugas ¹.

¹Université de La Rochelle-LaSIE - La Rochelle (France), ²CETIM-Senlis - Senlis (France).

Martensitic Steels may be subject to hydrogen embrittlement (HE) sometime following surface treatments. This type of damage appears to be dependent on baking time during which hydrogen can leave the sample and/or be redistributed within the material. The present study aims to identify the evolution of different states of hydrogen in a martensitic steel during the desorption phase and to evaluate their effects on the mechanical behavior in simple tension test on smooth specimens [1]. Clearly, during baking phase meaningful competition exists between the desorption and the deep trapping on specific defects (vacancies and dislocations) of diffusible hydrogen. The transition between these two regimes involve a times range for which the initially ductile rupture becomes a quasi-cleavage process which results to decohesion and/or shearing of martensite laths. The latter is directly correlated to a time at which the flux of hydrogen is maximized. For low hydrogen mobility we observed classical ductile fracture with decohesion of precipitate and inclusions segregated near prior austenitic grain-boundaries.

[1] A. Oudriss, A. Fleurentin, G. Courlit, E. Conforto, C. Berziou, C. Rébéré, S. Cohendoz, J. Creus, X. Feaugas "Consequence of the hydrogen desorption on tensile properties of martensitic steel", Mat. Sci. Eng. A, 598 (2014) 420-428.

KN-06-1049

On the implication of hydrogen and grain boundaries character on intergranular fracture

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#KN-06-1049

A. Oudriss ¹, J. Bouhattate ¹, C. Savall ¹, J. Creus ¹, X. Feaugas ¹, F. Martin ², P. Laghoutaris ², J. Chêne ².

¹Université de La Rochelle-LaSIE - La Rochelle (France), ²CEA-Saclay - Saclay (France).

The intergranular fracture promoted by hydrogen ingress in the material depends on densities and organizations of defects near grain boundaries. Particularly, we illustrate first the relation between the grain boundary character and the different defects and trapping sites stored, and their consequences on hydrogen transport and segregation [1]. High-angle Random boundaries (R) are considered as a disorganized phase where the hydrogen diffusion is accelerated, while the Special boundaries (Coincident Site Lattice, CSL) constitute a potential zone for hydrogen trapping due to the high density of trapping sites as dislocations and vacancies. The predominance of one phenomenon depends on several parameters, such as the grain size, the probability of grain boundaries connectivity, the grain boundaries energy and the excess of free volume. Additionally, our experiments confirm that hydrogen promotes vacancies formation, probably in grain boundaries. In a second part, we have explored the role of the Random grain boundaries on damage assisted by hydrogen. Tensile strengthening is reduced under hydrogen flux when the fraction of random grain boundaries increases. These results support the idea that hydrogen flux promotes intergranular fracture more than the hydrogen concentration.

[1] A. Oudriss, J. Creus, J. Bouhattate, E. Conforto, C. Berziou, C. Savall, X. Feaugas, "Grain size and grain-boundary effects on diffusion and trapping of hydrogen in pure nickel", *Acta Materialia*, 60 (2012) 6814–6828.

CM-06-1177

Des traitements de surface et des techniques de fabrication optimisés pour les composants des réacteurs à spectre rapide refroidis au sodium

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1177

E. Horowitz.

EDF - Montrouge (France).

« Le prototype Français refroidi au sodium, ASTRID, devrait fonctionner à partir de 2026 , en se conformant aux exigences de « GEN IV » en matière de durée de vie, de sûreté et de rendement énergétique ; des moyens sont recherchés pour optimiser la tenue au vieillissement des composants.

Certaines études ont pour but de mettre au point des revêtements adaptés aux gainages de combustibles ainsi qu' aux tubes de protection des assemblages de combustibles.

D'autres travaux concernent des parties moins irradiées du réacteur, il s'agit d'améliorer les distributions de contraintes résiduelles au voisinage des surfaces métalliques : en imposant des contraintes résiduelles de compression, on obtient des composants moins fragiles, ce qui peut permettre notamment, d'éviter les fissurations assistées par corrosion sous contrainte (SCC).

Des organismes français et chinois développent des techniques de « grenailage à fréquence ultrasonique » en utilisant le martèlement de petites sphères ou aiguilles en acier inoxydable.

De manière concurrente, des sociétés américaines ou japonaises ont développé des techniques de grenailage par jet d'eau utilisables pour une maintenance préventive de la SCC dans les internes des réacteurs nucléaires ; des sociétés de ces mêmes

pays ont mis au point des techniques de grenailage par faisceau laser « nanopulsé », c'est-à-dire que la durée de chaque pulsation du laser est de quelques nanosecondes ; ce type de traitement est efficace pour améliorer la tenue à la fatigue et à la SCC de pièces en AISI316 ou de lames en acier ferrochromé (avec 12% de Chrome) ;

D'autres traitements par laser dix fois plus économes en puissance produite peuvent suffire à améliorer des surfaces métalliques, en diminuant les risques de SCC et de corrosion par piqûre, et en limitant la rugosité.

Parallèlement, des techniques de passivation chimiques sont nécessaires pour stabiliser la couche superficielle d'oxyde de chrome qui protège les pièces métalliques ; dans l'avenir, il serait souhaitable de parvenir à combiner les procédés de grenailage et de passivation ».

KN-06-1195

Nanostructure et propriétés locales de couches d'oxydes formées en environnement simulé des réacteurs à eau pressurisée

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#KN-06-1195

V. Maurice, T. Massoud, L.H. Klein, A. Seyeux, P. Marcus.

CNRS - Chimie ParisTech - Paris (France).

Un des défis matériaux majeurs pour la poursuite d'une utilisation sûre, fiable et rentable des réacteurs nucléaires pour la production d'énergie est le développement de la compréhension des mécanismes fondamentaux responsables de la dégradation par corrosion et corrosion sous contrainte des aciers et des alliages inoxydables utilisés comme matériaux de structure. De nombreuses études des films d'oxydes formés sur ces substrats en milieu primaire ont porté sur l'épaisseur, la composition, la morphologie et la structure des films passifs mais peu sur leurs propriétés locales.

Dans ce travail, la microscopie à force atomique (AFM) et l'AFM conducteur équipé d'un module Résiscope ont été appliqués à l'étude de films passifs formés en surface de l'acier inoxydable 316L et d'un alliage base nickel (Alliage 690) à 325°C en milieu primaire simulé des REP. L'objectif était double : i) caractériser à l'échelle nanoscopique la morphologie de la couche protégeant le substrat contre la corrosion généralisée et ii) obtenir des données originales sur la relation entre nanostructure et propriétés locales (résistance électrique) de couches de composition complexes.

Les résultats ont été rationalisés en termes de variation locale de la résistivité et donc de la composition des couches. Sur l'inox 316L, les données montrent que les films ont une morphologie nanogranulaire qui augmente en inhomogénéité avec le temps d'oxydation du fait de la croissance tridimensionnelle non uniforme des grains d'oxyde à l'échelle nanométrique. Les cartes de résistance électrique ont été

obtenues à l'échelle des grains et des joints de grains de la couche. La résistance des couches varie entre $\sim 10^8$ et $\sim 10^{11.5}$ Ω à température ambiante et leur résistivité entre $\sim 10^1$ et $\sim 10^{4.5}$ $\Omega\cdot\text{cm}$. La majeure partie des films présente une variation s'étalant sur 1 ordre de grandeur avec des variations locales atteignant 2-3 ordres de grandeur. Ces variations sont attribuées à la composition de la couche interne des films variant de Cr(III) (Cr_2O_3) non mélangé dans les zones de résistivité élevées à Cr(III) mélangé à Fe(II) (FeCr_2O_4) dans les zones de faible résistivité. La résistance plus élevée mesurée aux joints de grains de la couche externe est attribuée à l'appauvrissement de la couche interne en Fe(II) et à la formation d'une phase pure de Cr_2O_3 , promue par une diffusion plus rapide de Fe(II) au travers de la couche externe.

Des résultats obtenus sur l'Alliage 690 seront également discutés.

CM-06-1198

Durabilité et comportement en oxydation de l'acier austénitique 304L

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1198

A. Col, V. Pascal, V. Parry, Y. Wouters.

SIMAP - Saint Martin d'Hères (France).

La cinétique d'oxydation de l'acier inoxydable 304 L suit un régime parabolique, traduisant une cinétique limitée par la diffusion à travers la couche d'oxyde formée[1] Cette couche d'oxyde est de structure duplexe, comportant en extérieur une couche de structure spinelle de composition type $(Mn, Cr, Fe)_3O_4$, et sur l'intérieur une couche riche en chrome de structure corindon[2].

Sous certaines conditions de température et d'atmosphère, l'oxydation peut devenir catastrophique. Le régime cinétique présente alors une brusque accélération de la prise de masse, liée à la formation d'oxydes non protecteurs riches en fer. L'origine de ce phénomène est encore mal connue ; plusieurs explications ont été avancées[3, 4] . La rupture mécanique de la couche d'oxyde protectrice sur un substrat partiellement déchromé à l'interface métal-oxyde est le plus cité. Dans cette situation, Lobb et al. ont montré [5, 6] que la teneur en chrome à l'interface métal-oxyde est d'environ 14%Cr.

Ce travail porte sur le comportement en oxydation de l'acier austénitique 304L à 850°C sous flux d'oxygène sec de 10L/h pendant 48h, 72h, 192h et 312h. La morphologie, la chimie et la microstructure des couches d'oxyde formées ont été étudiées par MEB, EDS et Spectroscopie Raman respectivement.

L'analyse Raman a montré que jusqu'à 200h, l'oxyde est composé d'oxyde de chrome protecteur. Le spectre de l'échantillon oxydé 312h présente une phase type spinelle Fe_3O_4 . L'observation MEB de la coupe transverse de cet échantillon montre la formation de nodules non protecteurs d'oxyde mixte de structure complexe caractéristiques d'une oxydation catastrophique de l'acier.

Une cartographie X de l'échantillon oxydé 312h, a été réalisée à la limite entre le métal et la couche d'oxyde. Elle permet d'identifier les phases présentes dans les nodules d'oxyde observés, qui n'ont pas la structure usuelle d'un nodule de fer. En effet, le nodule est biphasé, et riche en nickel et en chrome. Ces nodules sont à étudier afin de les identifier en composition, phases et comprendre leur mécanisme de formation.

[1] Lussana, D., Baldissin, D., Massazza, M., & Baricco, M. Oxidation of Metals (2013).

[2] Basu, S. N., & Yurek, G. J. Oxidation of Metals, N°3/4, 1991

[3] Asteman, H., Svensson, J., & Johansson, L. Oxidation of Metals, N°3/4, 2002

[4] Evans, H. E., & Donaldson, A. T. Oxidation of Metals, N°5/6, 1999

[5] Lobb, R. C., & Evans, H. E. Corrosion Science, Vol 23, N°1

[6] Lobs, R. C., & Evans, H. E. Corrosion Science, Vol 24, N°5

AF-06-1200

INFLUENCE DE L'AJOUT D'UN SUPERPLASTIFIANT DE TYPE POLYCARBOXYLATE SUR LES PROPRIETES RHÉOLOGIQUE ET PHYSICO-MÉCANIQUE DES CIMENTS COMPOSÉS (CEMII) DANS LE MILIEU AGRESSIF

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-1200

A. Benmounah, M. Samar, R. Kheribet, K. Benyounes, C. Oubraham.

Unité de Recherche Matériaux, Procédés et Environnement (UR/MPE)- Faculté des Sciences de l'Ingenieur, Université M'hamed Bougara de Boumerdes - Boumerdes (Algérie).

Compte tenu de son programme ambitieux de développement (construction de bâtiments, d'autoroutes et autres infrastructures) , l'Algérie a des besoins urgents et considérables en ciment. Les ciments produits actuellement, sont les ciments composés CEM II et les ciments résistants aux sulfates (CRS) qui peuvent être utilisés dans les environnements agressifs. Néanmoins, les quantités de ciments résistants aux sulfates (CRS) produites par les deux cimenteries de Lafarge (M'silla) et Ain el Kebira, n'arrivent pas à satisfaire les besoins du marché national. Afin de palier a ce manque de ciment résistants aux sulfates, il serait intéressant d'essayer de modifier et d'améliorer les propriétés rhéologiques et physico-mécaniques, ainsi que le comportement des ciments composes CEM II dans les milieux agressifs par l'ajout lors du gâchage, de superplastifiant de nouvelle génération de type polycarboxylate contenant des nanoparticules de silice. Le présent travail se propose donc d'étudier l'influence de l'ajout d'un superplastifiants de type polycarboxylate de nouvelle génération sur les propriétés

rhéologiques et physico-mécaniques des ciments aux ajouts (CEMII), ainsi que leur comportement dans les milieux agressifs et de faire une étude comparative avec les ciments résistants aux sulfates (CRS). Les résultats obtenus, montrent une amélioration remarquable des propriétés physico-mécaniques et un bon comportement des mortiers à base des ciments aux ajouts CEMII avec polycarboxylate dans les milieux agressifs, comparativement aux mortiers des ciments résistants aux sulfates (CRS). L'examen des photos MEB et des diffractogrammes (DRX) des échantillons de mortiers de ciments CEM II avec ajout de superplastifiant après 03 mois de conservation dans un milieu agressif, montrent une diminution de la quantité de portlandite Ca(OH)_2 , une densification de la matrice cimentaire et ceci, grâce à la présence de nanoparticules de silice qui assurent un effet de remplissage, une diminution de la porosité et une augmentation des résistances mécaniques.

CM-06-1204

Oxydation de l'acier inoxydable 316L(N) en milieu sodium liquide

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1204

M. Rivollier ¹, J.L. Courouau ¹, M.L. Giorgi ², F. Jomard ³, M. Tabarant ¹, S. Vaubailon ¹.

¹CEA - Gif-Sur-Yvette (France), ²école centrale Paris - LGP - Chatenay-Malabry (France), ³Université Versailles Saint-Quentin - LGPM - Versailles (France).

Dans la conception des réacteurs nucléaires à neutrons rapides, dits réacteurs de 4ème génération, le sodium liquide est prévu comme fluide caloporteur. L'acier austénitique 316L(N) est le matériau de référence pour les structures de la cuve, des circuits primaires et des échangeurs de chaleur. Afin de vérifier la durée de vie du réacteur, la corrosion des aciers austénitiques par le sodium liquide est étudiée dans les conditions nominales de fonctionnement, ainsi que dans des conditions transitoires attendues ou non. Lors d'essais réalisés en sodium statique à 550 °C, à des teneurs faibles en oxygène de l'ordre de 10 µg/g (installation « CorroNa »), la formation et la croissance d'une couche de chromite de sodium (NaCrO₂) est observée, associée à une zone appauvrie en chrome sous-jacente. La morphologie et la croissance de ces couches affectées par ce type de corrosion seront précisées.

Par ailleurs, l'étape cinétiquement déterminante doit être caractérisée pour être en mesure de réaliser des prédictions des effets de la corrosion sur le long terme. Les mécanismes d'oxydation en milieu sodium liquide sont étudiés. Tout d'abord, le sens de croissance de l'oxyde est recherché. Des essais de marquage inerte et de marquage isotopique (¹⁶O - ¹⁸O) sont effectués. Les caractérisations sont réalisées par spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford (RBS), spectroscopie à décharge lumineuse (GD-OES et GD-MS), et la spectrométrie de masse à ionisation secondaire (SIMS). Les résultats montrent une croissance de l'oxyde par l'interface métal/oxyde et permettent d'évaluer le coefficient de diffusion de l'oxygène dans la couche de chromite de sodium.

CM-06-1231

Effet de l'addition de l'extrait de la pulpe de Jujube (la plante Zizyphus Lotus) sur le comportement électrochimique de Cuivre en milieu acide chlorhydrique molaire

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1231

A. Jmiai, B. El Ibrahim, R. Oukhrib, S. El Issami, L. Bazzi.

Laboratoire Matériaux et Environnement - Agadir (Maroc).

Effet de l'addition de l'extrait de la pulpe de Jujube (la plante Zizyphus Lotus) sur le comportement électrochimique de Cuivre en milieu acide chlorhydrique molaire

La corrosion n'est pas seulement une source de gaspillage de matière première et d'énergie, elle peut aussi provoquer des accidents aux conséquences graves et contribuer à la pollution de l'environnement. La corrosion affecte la plupart des secteurs industriels, cause un grand préjudice à l'économie mondiale et peut coûter des milliards de dollars chaque année [1]. Afin de ralentir ou de prévenir les phénomènes de corrosion dus au contact permanent d'un matériau avec une solution acide, l'utilisation des inhibiteurs écologiques tels que les extraits des plantes naturelles s'avère une méthode efficace [2, 3]. En effet, ces substances garantissent d'une part une efficacité élevée à un prix peu coûteux, et d'autre part les produits naturels sont respectueux de l'environnement et écologiquement acceptable.

Le cuivre et ces alliages sont les matériaux les plus utilisés dans de nombreuses applications industrielles, plus particulièrement dans les industries chimiques, les

centrales thermiques, dans les systèmes de chauffage et de refroidissement. Le choix de ce métal est justifié par ses propriétés mécaniques et essentiellement ses propriétés conductrices.

Dans le cadre de notre travail, nous avons étudié le comportement de Cuivre en milieu HCl 1M en absence et en présence des extraits de la pulpe de Jujube de la plante de Zizyphus Lotus comme inhibiteur. Cette étude a été menée en utilisant des techniques électrochimiques à savoir les méthodes stationnaires par l'extrapolation de la courbe de Tafel et les méthodes transitoires par l'analyse des diagrammes d'impédance électrochimiques.

Les résultats obtenus ont montré que l'addition de l'extrait de la pulpe de jujube du Zizifus Lotus au milieu corrosif ralentit le processus de corrosion; cela se traduit par une augmentation de l'efficacité inhibitrice qui atteint une valeur maximale de 94% à 4g/L de l'extrait à 25°C.

[1] J.J. Lamoureux, Précis de Corrosion, (1994) 14.

[2] F. Mounir, S. El Issami, Lh. Bazzi, R. Salghi, L. Bammou, L. Bazzi, A. Chihab Eddine & O. Jbara., IJRRAS 13 (2) 2012.

[3] L. Afia, R. Salghi, L. Bammou, Lh. Bazzi, B. Hammouti, L. Bazzi, Acta Metall. Sin. 25(1) (2012) 10-18.

CM-06-1247

Étude des propriétés anticorrosives d'un revêtement du polypyrrole sur l'acier au carbone

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1247

A. El Jaouhari ¹, M. Laabd ¹, M. Bazzaoui ¹, A. Albourine ¹, N. Aarab ¹, J.I. Martins ².

¹laboratoire LME faculté des sciences agadir - Agadir (Maroc), ²Faculdade de Engenharia, Departamento de Engenharia Química, Universidade do Porto - Porto (Portugal).

Les polymères conducteurs sont de plus en plus recherchés dans l'industrie en raison de leurs potentialités d'application dans différents domaines telles que les batteries légères, les composants électroniques, les capteurs électrochimiques et la protection contre la corrosion... [1-2]. Parmi ces polymères conducteurs, le polypyrrole est considéré comme le plus prometteur en raison de sa bonne stabilité thermique et sa haute conductivité électrique. Ces caractéristiques ouvrent à ce matériau un large champ d'applications.

L'objectif de ce travail est de proposer des revêtements à base du polypyrrole, et d'évaluer ses performances anticorrosives lors de la protection de l'acier au carbone dans un milieu salin agressif (NaCl 3%). Le revêtement à été effectué par dépôt électrochimique de polypyrrole sur l'acier au carbone par trois modes (galvanostatique, potentiostatique et voltamétrie cyclique) et dans les différents milieux électrolytiques, les revêtements ainsi synthétisés ont été caractérisés par la microscopie électronique à balayage (MEB), le microscope laser et l'analyse XPS.

L'étude du comportement à la corrosion et l'évolution du pouvoir protecteur de ces revêtements ont été réalisés par un test d'immersion, par des techniques électrochimiques stationnaires (courbes de polarisations, OCP) et non stationnaires (spectroscopie d'impédance électrochimique), et la détermination de la vitesse de corrosion est effectuée par la technique gravimétrie.

[1] M.K. Ram, O. Yavuz, V. Lahsangah , M. Aldissi, *Sens. Actuators B. Chem.*, 106, p. 750-757 (2005).

[2] P. Herrasti, A.I. del Rio, J. Recio, *Electrochim. Acta*, 52 (2007) 6496–6501.

CM-06-1257

**Recommandations pour la
compatibilité entre mises à la terre et
protection cathodique**

**06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#CM-06-1257

P. Cefracor.

CEFRACOR - Paris (France).

Ce document rédigé par la commission PCRA du CEFRACOR rend compte des solutions proposées pour rendre compatible la protection cathodique et les mises à la terre. Sont pris en compte les impératifs techniques, réglementaires et normatifs afin de proposer des solutions acceptables quelle que soit la situation rencontrée.

CM-06-1261

Observation expérimentale et caractérisation du développement de l'endommagement dynamique du cuivre sous différentes conditions de triaxialité

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1261

L. Pillon.

CEA, DAM, DIF - Arpajon (France).

La rupture des matériaux ductiles résulte de mécanismes ayant lieu à l'échelle microscopique : la nucléation de pores qui grossissent, fusionnent et forment des fissures. Dans la littérature, on trouve de nombreuses études proposant des modèles permettant de décrire chaque étape de ce processus complexe. Un des modèles les plus connus à ce jour est le modèle de Gurson [1]. Il permet de décrire le comportement plastique d'un matériau ductile poreux ainsi que le développement de la porosité qui lui est associé. De nombreuses extensions existent pour dépasser les hypothèses simplificatrices du modèle initial, parmi lesquelles le modèle de Perrin qui prend en compte les phénomènes visco-plastiques, essentiels pour décrire l'endommagement aux fortes vitesses de déformation [2]. Ainsi, le modèle de Gurson-Perrin (GPm) permet de décrire le développement de l'endommagement en fonction de la vitesse de déformation et du niveau de triaxialité, celle-ci étant définie comme le rapport entre la contrainte moyenne [σ_m] et la contrainte équivalente [σ_e]

Dans le GPm, des paramètres libres doivent être ajustés sur des références expérimentales adaptées : l'évolution de l'endommagement doit alors être observée pour des vitesses de déformations caractéristiques de sollicitations dynamiques et pour différentes conditions de triaxialité. Néanmoins, aucune expérience existante ne permet de remplir les caractéristiques nécessaires à une caractérisation adaptée.

Dans la première partie de ce travail, nous indiquons les limites des techniques expérimentales actuellement utilisées pour caractériser le GPm. Nous présentons alors un nouveau concept expérimental permettant une caractérisation adaptée du GPm. Dans la deuxième partie, nous présentons les résultats d'une première campagne de caractérisation réalisée sur du cuivre CuC2 ainsi qu'une première comparaison avec des simulations utilisant le GPm. Cette dernière a permis de confirmer la pertinence de ce nouveau concept expérimental pour la caractérisation du GPm.

[1] A. Gurson, J. Eng. Mat. Tech., 99 (1977)

[2] G. Perrin, J.Eng. Mech. 128 (2002)

AF-06-1276

THE INFLUENCE OF AZ91D MAGNEZIUM ALLOYS PRODUCED BY DIFFERENT METHODS FOR THEIR CORROSION BEHAVIOUR IN AGRESSIVE SOLUTION

**06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#AF-06-1276

J. Mizera, A. Dobkowska, B. Adamczyk-Cieslak, J. Zdunek.

Ecole Polytechnique de Varsovie - Varsovie (Pologne).

The present work includes the comparison between the way of production to corrosion behaviour of AZ91D magnesium alloys. The alloys were produced by permanent-mould casting, pressure die casting and by pressure die casting with the subsequent heat treatment. It is well known that the porosity of the microstructures strongly determine the corrosion resistance of these alloys during the final products life cycle.

To describe the porosity of mentioned above materials the X-ray tomography was made. Studies of the microstructure were carried out using a optical microscope. The corrosion behaviour was examined using the Potentiodynamic Tests in solution containing aggressive ions at room temperature.

The results indicates that the highest degree of porosity is typical for AZ91D obtained by permanent – mould casting. The corrosion resistance of that alloy is quite poor. The better corrosion resistance is typical for alloy produced by pressure die casting. The degree of the porosity is lower, also. There is every indication that the heat treatment eliminates the porous in the microstructure of AZ91D magnesium alloy and in this case the corrosion processes are proceeding slower.

The corrosion resistance is strongly determined by presence of porous in the microstructure. Based on results, found that the lower porosity in the microstructure, the better corrosion resistance in AZ91D magnesium alloy.

CM-06-1318

Résistance à la corrosion d'un acier C15 dans différentes solutions interstitielles de bétons

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1318

S. Chakri ¹, I. Frateur ¹, A. Galtayries ², P. Marcus ², E. Sutter ¹, B. Tribollet ¹, V. Vivier ¹, S. Zanna ².

¹UPMC/CNRS - Paris (France), ²CNRS/Paristech - Paris (France).

Dans un béton sain (non carbonaté), l'alcalinité de la solution interstitielle contenue dans les pores engendre la formation d'une couche d'oxydes et/ou d'hydroxydes de fer sur la surface des armatures, les protégeant ainsi contre la corrosion. Les principaux cations et anions présents dans la solution interstitielle sont Ca^{2+} , Na^+ , K^+ , OH^- et SO_4^{2-} . Les ions sodium et potassium proviennent des oxydes alcalins, tels que Na_2O et K_2O , qui entrent dans la composition du ciment. Quant aux ions sulfate, ils peuvent provenir du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ajouté lors de la fabrication du ciment, d'agents de contamination ou encore de l'eau utilisée lors du gâchage. La qualité du film d'oxydes formé à la surface de l'acier dépend, outre du pH et de la température, de la composition chimique de la solution et particulièrement, de la présence d'ions sulfate.

Cette étude a pour objectif global d'évaluer l'influence de la composition chimique de la solution interstitielle d'un béton jeune (quelques minutes après gâchage du ciment) ou mature (entre 7 et 28 jours de conservation) sur la qualité du film d'oxydes formé sur la surface d'un acier doux C15 généralement employé comme armature métallique dans les bétons de constructions. Pour ce faire, des mesures électrochimiques (suivi du potentiel libre de corrosion E_{corr} en fonction du temps d'immersion, courbes de polarisation, et spectroscopie d'impédance électrochimique) ont été combinées à des analyses de surface (XPS), à différents potentiels anodiques et cathodiques. Les résultats obtenus dans les différentes solutions interstitielles synthétiques ont été comparés à ceux obtenus dans une solution de

référence NaOH 0,1 M, à pH 13, simulant l'environnement basique des armatures métalliques.

La comparaison entre le tracé des courbes de polarisation stationnaires et celui obtenu avec une vitesse de balayage de 0,5 mV/s met en évidence que le comportement réel du système ne peut être décrit que par des mesures réalisées dans des conditions de stationnarité stricte. Les mesures d'impédance électrochimique réalisées au potentiel de corrosion et à des potentiels anodiques permettent de caractériser la couche passive à la surface de l'acier. Dans le domaine cathodique, l'analyse couplée des courbes de polarisation et des diagrammes d'impédance montre qu'en fonction du potentiel appliqué, la vitesse de la réaction de réduction de l'oxygène dissous varie, selon qu'elle se produise sur une surface oxydée ou sur une surface nue.

CM-06-1321

Modélisation de la durée de vie d'alliages FeNiCr soumis à la corrosion à haute température sous cendres ou à la dégradation par « metal dusting »

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1321

S. Camperos ¹, D. Monceau ¹, P. Floquet ², J.M. Brossard ³.

¹CIRIMAT - Toulouse (France), ²LGC - Toulouse (France), ³VEOLIA - Paris (France).

Les alliages de structures FeNiCr, aciers austénitiques ou alliages à base de nickel utilisés dans l'industrie pétrochimique et dans les Unités de Valorisation des Déchets ménagers, subissent des attaques importantes du milieu à haute température (400°C-800°C). Le phénomène de « metal dusting » est observé dans les atmosphères à haute activité de carbone ($aC > 1$) dans les reformeurs tubulaires des usines de production de gaz de synthèse, et les phénomènes de corrosion à chaud sous cendres sont observés dans les tubes des échangeurs de chaleur des usines de combustion des déchets. Ces phénomènes sont complexes et le risque de corrosion conduit à des arrêts fréquents pour réparation.

Pour limiter l'impact de la dégradation par « metal dusting » et la corrosion à haute température, sur la disponibilité et les coûts d'exploitation des installations, il est impératif de comprendre des mécanismes de corrosion, d'identifier des paramètres clés qui les gouvernent et d'optimiser la sélection des matériaux pour les installations opérationnelles, ainsi que d'adopter une stratégie de maintenance préventive à travers des méthodologies de prédiction.

Afin de développer des modèles de prédiction de durée de vie des matériaux soumis aux conditions de dégradation par « metal dusting » et corrosion chaude, deux bases de données ont été construites pour intégrer des données expérimentales du projet ANR SCAPAC ainsi que des données provenant de la littérature.

L'utilisation de ces bases de données a permis l'analyse statistique de 2500 données pour le « metal dusting » et 1200 données pour la corrosion à haute température par différentes méthodes statistiques. Des informations importantes comme l'identification de la donnée de sortie qui décrit le mieux la vitesse de dégradation des matériaux, les paramètres clés qui montrent une plus grande corrélation avec la vitesse de dégradation et les corrélations existantes entre les différents paramètres, ont été obtenus grâce à la procédure statistique d'analyse en composantes principales (ACP).

L'analyse des corrélations statistiques dans la base expérimentale et théorique a été réalisée, pour la construction d'un modèle de prédiction de durée de vie par la méthode de Régression Linéaire Multiple (RLM) avec un sens physique, dans un domaine de validité déterminé.

AF-06-1326

Oxydation isotherme d'alliages réfractaires à haute entropie de mélange

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-1326

I. Guillot, J. Baux, C. Blondel, L. Liliensten, P. Dubot, J.P. Couzinié.

ICMPE - UMR 7182 - Thiais (France).

Une nouvelle classe d'alliages réfractaires dits à haute entropie de mélange ont été élaborés par fusion à l'arc électrique. Ces matériaux multi-constituants présentent une faible enthalpie de mélange ΔH_{mix} et une grande entropie de mélange ΔS_{mix} favorisant la formation de solutions solides monophasées. Ces phases confèrent au matériau des propriétés mécaniques très intéressantes avec notamment une limite d'élasticité élevée et une bonne plasticité. La stabilité des microstructures à haute température leur permet de conserver un comportement mécanique – pour les nuances les plus réfractaires – supérieur à celles des superalliages conventionnels à température supérieure à 800°C. L'étude concerne des alliages HEA réfractaires de composition $\text{Ti}_{20}\text{Zr}_{20}\text{Hf}_{20}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ et $\text{Ti}_{35}\text{Zr}_{27,5}\text{Hf}_{27,5}\text{Nb}_5\text{Ta}_5$ qui cristallisent respectivement dans les structures cc et orthorhombique. Le comportement à l'oxydation isotherme à l'air de ces alliages a été étudié par thermogravimétrie pour des températures comprises entre 450°C et 700°C. Les résultats de l'analyse thermique présentent d'un gain de masse rapide et continu durant l'oxydation au-delà de 500°C. Dans les deux cas, les premiers stades de l'oxydation suivent une loi cinétique parabolique avec une énergie d'activation proche de 90 kJ.mol⁻¹, ce qui témoigne d'un même mécanisme d'oxydation (fig). La morphologie de la couche d'oxyde, analysée en microscopie électronique à balayage (MEB) fait état d'une couche d'oxyde non adhérente qui se fissure sous l'effet des contraintes dues à l'expansion volumique des oxydes. Des oxydes simples ZrO_2 , TiO_2 , HfO_2 , Nb_2O_5 , TaO_2 ou mixtes $(\text{Ti,Zr})\text{O}_4$ ont été mis en évidence par DRX et par spectroscopie de photoélectrons X (XPS). Ces alliages présentent une très faible résistance à l'oxydation, même pour de basses températures, au regard de leurs températures de fusion voisines de 2000°C.

CM-06-1345

Etude des mécanismes de formation et d'écaillage de couches d'oxyde formées sous vapeur d'eau à haute température pour les matériaux de structure des générateurs de vapeur des RNR

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1345

M.C. Demizieux ¹, C. Desgranges ¹, L. Martinelli ¹, J. Favergeon ².

¹CEA - Saclay (France), ²Laboratoire Roberval - Compiègne (France).

Cette étude s'inscrit dans le cadre du développement des réacteurs de génération IV à neutrons rapides, pour lesquels l'acier ferrito-martensitique Fe-9Cr T91 est candidat en tant que matériau de structure des générateurs de vapeur. L'oxydation du T91 en milieu vapeur d'eau conduit à la formation d'une couche d'oxyde duplex type spinelle, parfois recouverte d'une couche d'hématite en fonction de la pression partielle en oxygène du milieu. Les contraintes résultant de la croissance de l'oxyde peuvent conduire à des fissurations et un décollement de la couche, jusqu'à un écaillage de celle-ci. L'écaillage induit alors une perte des propriétés protectrices de la couche et une augmentation de la cinétique de croissance de l'oxyde. L'objectif de cette étude est d'étudier la cinétique de croissance de l'oxyde et d'identifier les principales déformations et contraintes affectant la couche jusqu'à écaillage en milieu vapeur d'eau à 550°C. Dans ce contexte, deux types d'expériences ont été menées parallèlement. L'une a permis de déterminer *in situ* l'origine des contraintes qui se développent au sein du système métal/oxyde, lors de la croissance de la couche en milieu Ar/H₂/H₂O en fonction du temps. Ces essais ont été réalisés grâce à un appareil de déflexion, à différentes pressions partielles en vapeur d'eau. La seconde expérience a permis de déterminer *in situ* par thermogravimétrie la prise de masse d'échantillons lors de l'oxydation du T91. Les conditions ont été similaires aux essais

de déflexion, seule la vapeur d'eau a été remplacée par D_2O . Des analyses par spectroscopie à décharge lumineuse sur les échantillons oxydés ont permis de localiser de manière précise le deutérium dans la couche. Les résultats obtenus ont été interprétés grâce à des modèles de cinétique de croissance et mécanismes de rupture de la couche d'oxyde précédemment établis. Différents modèles analytiques et numériques, prenant en compte à la fois l'élasticité et la viscoplasticité des systèmes ont été utilisés pour déterminer quantitativement et qualitativement toutes les déformations générées lors d'un cycle d'oxydation. L'influence des défauts types pores et cavités dans la couche de magnétite sur la rupture par cloquage de la couche a également été étudiée. Finalement, un mécanisme global est proposé, prenant en compte le rôle de l'hydrogène sur la relaxation des contraintes dans la couche et l'influence de l'écaillage sur la cinétique de croissance de la couche d'oxyde.

CM-06-1385

Corrosion des aimants permanents NdFeB dans des environnements humides

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1385

S. Brick Chaouche ¹, A. Haddad ², G. Nezzal ².

¹Laboratory Research Methods of Industrial Engineering-Environment, Faculty of Mechanical Engineering –Process Engineering, USTHB BP. 32 - EL ALIA 16110 - BAB EZZOUAR- ALGER – ALGERIA - Alger (Algérie),

²LabLaboratory Science and Engineering Materials, Faculty of Mechanical Engineering –Process Engineering, USTHB BP. 32 - oratory Research Methods of Industrial Engineering-Environment, Faculty of Mechanical Engineering – Process Engineering, USTHB BP. 32 - EL ALIA 16110 - BAB EZZOUAR- ALGER – ALGERIA - Alger (Algérie).

Ce travail examine la tenue à la corrosion des aimants permanents de type NdFeB dans des environnements humides à température ambiante, et son effet sur leurs propriétés magnétiques.

Plusieurs techniques électrochimiques et méthodes d'analyses de surface seront utilisées, y compris la méthode de perte de poids, les courbes de polarisation, la résistance de polarisation, la Spectroscopie d'Impédance Electrochimique (SIE), Infrarouge à Transformées de Fourier (FTIR), Microscopie Electronique à Balayage couplé à la Spectroscopie Dispersive en Energie (MEB-EDAX), et la Diffraction des Rayons X (DRX) ...et d'autres techniques. Ceci vas nous permettre de mieux interpréter le comportement de ces matériaux et d'en déduire leurs performances à long terme contre la corrosion.

CM-06-1392

Etude par MET et FIB-3D de l'Oxydation Interne dans les Bronzes alpha : Morphologie, Dispersion et Croissance de l'oxyde SnO₂

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1392

M. Dubey, S. Jouen, X. Sauvage, F. Cuvilly, B. Hannyer.

Université de Rouen - Saint Etienne Du Rouvray (France).

Dans les bronzes monophasés alpha, la cinétique d'oxydation à l'air diminue lorsque la teneur en étain dans l'alliage augmente. Ceci est expliqué par la formation d'oxyde d'étain SnO₂ dans la couche d'oxydation qui bloque la diffusion du cuivre vers la surface. A ce jour, malgré le rôle primordial que joue l'oxyde d'étain dans le mécanisme d'oxydation des bronzes, aucune étude approfondie n'a été menée sur la formation, la morphologie, la dispersion et la croissance du SnO₂.

La formation et la croissance de l'oxyde SnO₂ a ainsi été l'objectif visé lors de l'oxydation de bronzes monophasés CuSn4 et CuSn8, conduite à haute température sur des temps courts (600°C, quelques heures, sous air). Les résultats montrent une oxydation interne de l'étain dans l'alliage conduisant à la formation de particules lamellaires de SnO₂ qui croissent suivant des directions cristallographiques privilégiées. L'analyse par tomographie FIB-MEB de la couche d'oxydation interne et sa reconstruction en 3D a permis de mettre en évidence une distribution homogène et une fraction volumique élevée d'oxyde d'étain. Ces résultats, couplés avec une analyse EBSD ont également permis de définir les directions de croissance du SnO₂ dans l'alliage. L'étude de l'interface Cu/SnO₂ à l'échelle atomique par MET confirme les directions de croissance de l'oxyde dans la matrice et met en évidence les relations d'orientation cristalline et la composition chimique qui permettent l'accommodation des deux réseaux cristallins.

CM-06-1418

Simulation et caractérisation de la durabilité d'aciers inoxydables permettant la sélection de matériaux pour la ligne d'échappement automobile

06 - Corrosion, Vieillessement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1418

S. Saedlou, P.O. Santacreu.

Aperam - Isbergues (France).

L'évolution des normes concernant l'émission des particules et des NOx a conduit à l'augmentation de la complexité de la conception de la ligne d'échappement incluant désormais filtre à particules et systèmes de réduction des NOx par catalyse sélective. La ligne d'échappement n'est plus désormais une pièce que le client peut changer facilement ; sa durabilité a donc à être étudiée pour assurer une plus longue durée de vie. D'un point de vue de la corrosion, l'ajout de systèmes de dépollution a conduit à des conditions plus sévères pour les nuances d'aciers inoxydables utilisées. En particulier les silencieux sont exposés à des températures plus élevées durant la phase de régénération du filtre à particules ainsi que des condensats plus acides du fait de la présence de sulfures dans certains gazoles. Pour caractériser la performance des matériaux dans ces conditions sévères. Pour caractériser la performance des matériaux dans ces conditions sévères, une méthode a été développée pour simuler l'environnement présent à l'intérieur du silencieux par des cycles composés d'étapes d'oxydation et d'immersion dans un condensat synthétique. La méthode de simulation « dip/dry » permet de simuler le mode de corrosion le plus sévère rencontré dans les silencieux, la corrosion cavernueuse. Pour s'adapter au mode de conduite, les cycles, entièrement automatisés, peuvent être modifiés en température et durée, simulant par exemple une conduite urbaine ou plutôt routière. Par ailleurs l'impact de divers paramètres (sulfur, pH) sur l'agressivité des condensats peut également être étudié. En fin d'essai la profondeur de piqûres

est mesurée sur chaque échantillon et la cinétique de corrosion ainsi que la probabilité de perforation évaluée grâce à la méthode statistique des valeurs extrêmes. Dans ces conditions d'essai les ferritiques à 17% de chrome offrent un bon comportement à la corrosion. Parmi eux les ferritiques stabilisés contenant du molybdène – EN 1.4521 (K44X) et l'EN 1.4513 (K33X) – présentent les meilleures performances techniques tout en restant des alternatives économiques aux nuances EN 1.4404 et 1.4301.

KN-06-1429

LA PROTECTION CATHODIQUE : UNE TECHNIQUE MAJEURE DE LUTTE CONTRE LA CORROSION

**06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité,
Endommagement - Inclut une Journée Industrielle
du CEM**

#KN-06-1429

M. Roche.

CEFRACOR - Paris (France).

La technique de la protection cathodique contre la corrosion des matériaux métalliques au contact des milieux électrolytiques moyennement corrosifs, comme les sols, les eaux ou le béton, est aujourd'hui mature et efficace, dans la mesure où la qualité de sa conception, de sa mise en œuvre et du contrôle de son efficacité est assurée dans de bonnes conditions. Née au 19ème siècle, son développement date de l'essor des industries pétrolières, gazières et chimiques et de la marine mais elle est aujourd'hui utilisée dans d'autres secteurs industriels voire domestiques. De nos jours, les systèmes galvaniques ou à courant imposé sont bien connus et largement utilisés, parfois exigés par la réglementation, pour de nombreuses applications : pipelines, navires, ouvrages marins côtiers et offshore, ouvrages en béton armé aériens, enterrés ou immergés, surfaces internes de réservoirs ou canalisations, surfaces externes de réservoirs de stockage enterrés, sous talus ou reposant sur le sol, etc.

Cette technique n'est devenue réellement efficace et sûre que depuis le développement de recommandations et de normes permettant d'assurer une meilleure garantie du respect des règles de l'art. Par la suite, cette démarche a été complétée par la certification de la compétence du personnel par vérification par tierce-partie du personnel. Le système français, appliquant les normes NF EN ISO/CEI 17024 et NF EN 15257, est aujourd'hui opéré par la branche CFPC (Conseil Français de la Protection Cathodique) du CEFRACOR (Centre Français de l'Anticorrosion) sous la marque déposée « CEFRACOR Certification / Protection cathodique ». Plus de 600 certificats auront été attribués à l'été 2014 pour les différents niveaux de compétence et secteurs d'application.

La présentation se propose de traiter des aspects suivants de la protection cathodique :

- Historique
- Principes et critères d'efficacité
- Applications principales dans les différents secteurs d'application : Ouvrages au contact du sol, ouvrages en mer, ouvrages en béton armé, intérieur des équipements
- Le rôle du CEFRACOR
- L'état de la normalisation
- La Certification du personnel
- La documentation.

AF-06-1483

Suivi de l'oxydation sèche de d'aciers inoxydables et de base nickel à faibles températures.

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-1483

L. Brissonneau, E. Brunet, S. Alloul.

CEA/DEN, DTN/SMTA/LIPC, Cadarache - Saint Paul Lez Durance (France).

Pour les futurs réacteurs rapides refroidis au sodium, le CEA développe des capteurs ultra-sonores fonctionnant à haute température. Ils sont constitués d'un cristal piézoélectrique assemblés dans un boîtier en acier inoxydable austénitique. Il a été montré que si le boîtier était fermé de façon étanche, l'oxygène contenu était rapidement consommé par l'acier à 550°C, et la faible pression partielle d'oxygène résultante entraînait la réduction du cristal piézoélectrique et en suivant une dégradation du signal. La parade actuelle consiste à amener de l'air en permanence dans le boîtier, mais au prix d'une complexité plus grande du montage. L'utilisation d'un nouveau matériau, traité thermiquement ou non, permettrait de ralentir suffisamment la consommation d'oxygène.

Les vitesses d'oxydation des aciers inoxydables austénitiques étant lentes aux températures d'intérêt, il a été choisi de suivre la consommation de l'oxygène dans un dispositif conçu spécialement, utilisant une sonde à oxygène Micropoas®. Ce système présente de plus l'intérêt d'être représentatif de la problématique étudiée.

Les comportements des aciers 304L, 316L et de l'inconel 600 ont été testés avant ou après traitement thermique (96h à 700°C ou 800°C) autour de 560°C. La consommation d'oxygène par les matériaux non traités thermiquement est extrêmement rapide (moins de deux heures). Les traitements thermiques permettent d'obtenir des couches d'oxydes mixtes de fer/chrome surmontés d'oxyde de fer de quelques dixièmes de µm à quelques micromètres. Ils peuvent ralentir la consommation de l'oxygène du système sur des durées allant de quelques heures à

quelques semaines. Les meilleurs résultats ont été obtenus de façon inattendue sur l'acier 304L.

Un premier modèle a été développé, basé sur une cinétique limitée par la diffusion dans la couche d'oxyde, prenant en compte la croissance de celle-ci et l'abaissement de la pression partielle d'oxygène, pour déterminer les constantes cinétiques de consommation de l'oxygène, afin de pouvoir extrapoler les résultats aux temps longs (quelques années d'utilisation du capteur). Certains essais sont cohérents avec une limitation de la cinétique par la diffusion de cations chargés +III.

Les résultats montrent que les couches formées par le traitement thermique réalisé ne sont pas suffisantes pour limiter la consommation d'oxygène. D'autres matériaux ou traitements thermiques conduisant à des couches plus passivantes doivent être recherchés.

CM-06-1518

Influence d'une pré-déformation en torsion sur la fissuration assistée par l'environnement d'un acier ferrito-perlitique écroui en milieux aqueux

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1518

A. Vancostenoble ¹, C. Bosch ¹, C. Duret-Thual ², D. Delafosse ¹.

¹Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne - Saint-Etienne (France), ²Institut de la Corrosion - Fraisses (France).

Les effets d'une pré-déformation en torsion sur la sensibilité à la fissuration assistée par l'environnement d'un acier ferrito-perlitique sont étudiés au moyen d'essais de traction lente réalisés en milieux aqueux à différents potentiels électrochimiques. Les résultats montrent que la sensibilité à la fissuration est considérablement augmentée avec la pré-déformation en torsion aussi bien à potentiel libre que sous protection cathodique. Les modifications de la microstructure, notamment la réorientation des lamelles de perlite par rapport à direction de chargement, jouent un rôle important. A potentiel cathodique, elles favorisent à la fois la diffusion de l'hydrogène le long de chemins où le nombre de barrières à cette diffusion a diminué, et le piégeage de l'hydrogène aux interfaces ferrite/cémentite, ce qui contribue finalement à amorcer de manière plus précoce une fissuration. A potentiel libre, la direction des lamelles de cémentite quasi-parallèle à la direction du cisaillement maximal, contribue à augmenter la vitesse de dissolution et la progression des fissures assistée par ce mécanisme.

KN-06-1521

Effet de l'hydrogène sur le comportement en fatigue oligocyclique d'un acier trempé revenu à haute limite d'élasticité

06 - Corrosion, Vieillessement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#KN-06-1521

C. Bosch ¹, F. Vucko ², D. Delafosse ¹.

¹Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne - Saint-Etienne (France), ²institut de la corrosion - Brest (France).

Le comportement en fatigue oligocyclique d'un acier HLE trempé revenu a été étudié à l'air et sous polarisation cathodique en milieu NaCl désaéré. Les analyses détaillées des courbes d'érouissage cyclique, des boucles d'hystérésis d'où contraintes internes et effectives ont été extraites, et de la durée de vie de l'acier sont présentées pour une gamme d'amplitudes de déformation plastique cyclique de 0.2% à 2.0%. Une attention particulière est portée sur le rôle de l'hydrogène introduit par PC sur l'évolution des contraintes internes et effectives en fonction de l'amplitude de la déformation plastique.

Quelle que soit l'amplitude de déformation plastique et les conditions d'hydrogénation, à l'air et sous polarisation cathodique, un adoucissement cyclique immédiat a lieu au cours des premiers cycles de fatigue avant d'atteindre un état stationnaire. A l'air, la contrainte effective évolue comme la contrainte totale avec une diminution légèrement plus importante, tandis que la contrainte interne atteint le plateau dès les premiers cycles. De plus, une augmentation de l'amplitude de la déformation plastique entraîne une augmentation de la contrainte effective, mais pas de la contrainte interne. Sous polarisation cathodique, la contrainte interne décroît plus fortement avant d'atteindre un état stationnaire sur le plateau, mais à un niveau plus élevé que celui atteint à l'air. La contrainte effective diminue de manière continue avec une vitesse plus élevée et des niveaux de contrainte plus faibles que ceux obtenus à l'air. Ces résultats sont mis en regard des mécanismes de

développement des structures de dislocations en plasticité cyclique et du rôle de l'hydrogène sur la diminution de la durée de vie sous polarisation cathodique.

AF-06-1541

Caractérisation du gonflement et de la microstructure d'aciers représentatifs des internes de REP par irradiation aux particules chargées

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-1541

B. Michaut ¹, B. Descamps ², J. Malaplate ¹, T. Jourdan ³, A. Renault ¹, C. Pokor ⁴, L. Fournier ⁵, F. Sefta ⁴.

¹CEA-DEN, Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux, CEA/SaclayF-91191 - Gif-Sur-Yvette (France), ²CSNSM-IN2P3, Université Paris Sud, Bâtiments 104 et 108 - Orsay Campus (France), ³CEA-DEN, Service de Recherches de Métallurgie Physique, CEA/SaclayF-91191 - Gif-Sur-Yvette (France), ⁴EDF R&D, MMC, Site des Renardières, 77818 - Môtret-Sur-Loing (France), ⁵AREVA NP, Tour AREVA, 1 place Jean Millier, 92084 - Paris La Défense (France).

Afin de prolonger le fonctionnement des réacteurs nucléaires à eau pressurisée (REP) de 40 à 60 ans, s'assurer de la bonne stabilité des structures internes sous irradiation est nécessaire. Les internes devraient alors avoir subi une dose pouvant atteindre ~120 dpa (déplacement par atome). Une telle dose en réacteurs à neutrons rapides, à 400°C, conduit à un gonflement macroscopique modéré. L'existence de ce gonflement des internes REP n'est aujourd'hui pas avérée, toutefois la prolongation à 60 ans ainsi que des facteurs potentiellement aggravants (transmutation et faible flux de neutrons rapides) pourraient conduire à un net gonflement. Cette étude sur le gonflement, phénomène qui se décompose en une période d'incubation (germination de cavités) suivie de l'apparition d'un gonflement macroscopique (croissance des cavités), porte sur des nuances en 304 hypertrempé (Hyp) et 316 écrouis (Ecr) typiques des matériaux d'internes. La caractérisation des états de réception révèle des microstructures proches en termes de tailles de grain et teneur en ferrite.

Les irradiations aux ions lourds permettent d'obtenir rapidement des doses élevées sans activation et sont utilisées pour reproduire les microstructures d'irradiation obtenues aux neutrons. Des irradiations à doses faibles (5 dpa) et modérées (jusqu'à 40 dpa) aux ions Fe (énergie 10 MeV, flux $\sim 2 \times 10^{12}$ ions/cm²/s) sont menées à JANNuS pour investiguer le début du phénomène de gonflement. Des premières observations en microscopie électronique à transmission sur le 304 Hyp bas carbone confirment la formation de défauts d'irradiation, dont des cavités (diamètre quelques dizaines de nm) (figure), indiquant un gonflement microscopique. Des modélisations en dynamique d'amas sont aussi menées pour affiner la paramétrisation afin de décrire l'évolution de la microstructure sous irradiation aux électrons, dans un premier temps.

KN-06-1548

Caractérisation de revêtements antidérapants pour pont d'envol de porte-avion

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#KN-06-1548

A.C. Lasne ¹, C. Favennec ¹, C. Hubert ², J.P. Pautasso ³.

¹DCNS - Lorient (France), ²DGA - Balma (France), ³DGA - Bagneux (France).

Suite aux évolutions des réglementations environnementales et la mise en place de la réglementation européenne REACh, les revêtements peinture, et en particulier ceux comportant des fonctionnalités spécifiques aux navires militaires de la Marine Nationale, sont confrontés à une série d'obsolescences. Les revêtements antidérapants pour ponts d'envols et plateformes hélicoptères sont ainsi directement impactés.

Les revêtements homologués pour ces zones étaient jusqu'à présent des formulations développées par le Ministère de la Défense et sont devenus, de manière abrupte, obsolètes suite à l'arrêt de fabrication de l'un de leur composant. Ces revêtements participent directement au caractère opérationnel des navires, il a donc été nécessaire de mettre en place un programme de qualification de technologies alternatives.

Les exigences de qualification des revêtements de ponts d'envol de porte-avions sont nombreuses et particulièrement sévères. Elles doivent garantir :

- la haute durabilité pour les zones de roulage et de parking vis-à-vis de la performance anticorrosion,
- la sécurité des marins et des aéronefs vis-à-vis du risque de glissade sur ponts secs, humides ou huileux,
- la résistance du revêtement à l'abrasion, qui doit être en même temps peu abrasif pour les brins de catapulte,
- la résistance du revêtement aux impacts,

- la compatibilité des revêtements avec les trains d'appontage des avions qui peuvent être fortement sollicités,
- la stabilité colorimétrique du revêtement et une faible réflectivité vis-à-vis des pilotes d'avions.

Sur la base de ces exigences, une sélection de nouveaux candidats a été réalisée, basée sur des formulations commerciales ainsi que sur des reformulations d'anciens revêtements, en coopération avec différents fabricants de peinture.

Un programme de qualification a été élaboré, basé sur les standards OTAN (AEP 63) et sur les normes du Ministère de la Défense Français (NORMDEF) en étroite coopération entre la Marine, la DGA, le Service de Soutien de la Flotte, Dassault et DCNS.

L'étude a permis d'aboutir à la qualification de nouvelles solutions technologiques, mais a également mis en évidence de nombreuses incertitudes sur la représentativité et la reproductibilité des méthodes standards de caractérisation :

- de la performance anticorrosion,
- de la détermination de la profondeur de texture,
- de la mesure des coefficients de frottement,
- de la mesure du brillant spéculaire pour des revêtements antidérapants.

CM-06-1574

Effet de la température sur le contrôle et le monitoring par Ondes Guidées et Emission Acoustique,

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1574

S. Yaacoubi, W. Yaacoubi, M. El Mountassir, P. Brustolin.

institut de soudure - Yutz (France).

La détection des défauts dans les structures au moyen de la technique des ondes guidées et de la méthode d'Emission Acoustique, constitue un véritable challenge pour la technique le contrôle non destructif aussi bien que pour le SHM (Structural Health Monitoring). Les problèmes de détection de défauts sont accentués par des facteurs extérieurs qui peuvent rendre la tâche du contrôle ou Monitoring impossible. Ces facteurs extérieurs peuvent être l'humidité, la pluie, le vent, la température, fluide environnant ou acheminé par les pipes (par exemple, etc. Dans cette communication, on se focalise sur la température. Un modèle analytique expliquant comment la température peut impacter les données informatiques du contrôle / monitoring sera exposé. Un logiciel de traitement de signal et de compensation de l'effet indésirable de la température sera discuté. Des résultats expérimentaux sur des structures d'échelle 1/1 seront présentés.

Des méthodes de compensations de bruit causé par le changement de la température ont été développées, l'objectif de ce stage est de les implanter et faire une comparaison entre ces méthodes pour voir les avantages et les inconvénients d'une par rapport à l'autre.

CM-06-1621

Fluoropolymer coatings in harsh environments

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1621

H. Gjersoe Brouzes.

area manager - Kvistgaard (Danemark).

The presentation will share experiences gained in applying fluoropolymer coatings on different steel parts for preventing corrosion in sulphuric acid atmosphere.

The case study focuses on the advantages that a sulphuric acid plant can gain by using the Solvay coating system to manage corrosion, hereby showing how fluorocarbons can provide superior protection sulphuric acid in harsh environments as compared to steel alone.

Specific information will be provided about the application and its effectiveness.

As an applicator of fluorocarbon coating solutions since 1969, Accoat will share knowledge of coating process best practices in the chemical processing industry.

Finally, additional information will be provided to prevent corrosion within the oil and gas industry using coating technology DuPont™ StreaMax™. This coating technology provides flow solutions in another type of pipe systems: downhole production tubulars.

AF-06-1631

Modélisation numérique de l'endommagement d'un matériau à comportement fragile

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-1631

S. Khelifi ¹, N.E. Hannachi ², F. Khelfoune ¹.

¹USTHB - Alger (Algérie), ²UMMTO - Yizi-Ouzou (Algérie).

Les matériaux hétérogènes à matrice fragile se comportent de manière adoucissante, après la phase élastique du comportement sous l'effet d'un chargement mécanique. Cette phase due à la dégradation du matériau peut être modélisée par la mécanique de l'endommagement continu.

Dans ce travail, le modèle élastique endommageable de Mazars, spécifique au béton est utilisé, pour simuler le comportement du matériau. L'endommagement est représenté par la variable D qui vient pondérer le module d'Young. Le modèle est isotrope, mais cela ne compromet pas la prise en compte du comportement dissymétrique du béton vis-à-vis de la traction et de la compression. En effet, ceci est possible par le choix d'une surface seuil appropriée. Le modèle est implémenté dans un programme éléments finis travaillant avec interface GID, pour la simulation du comportement réel du matériau jusqu'à la ruine. Les résultats sont visualisés grâce à l'interface GID. L'application du programme à des structures simples montre la capacité du modèle à décrire avec précision le comportement d'un tel matériau. Cependant, le modèle se heurte à des insuffisances physiques et numériques dues d'une part à sa formulation locale et d'autre part à l'emploi de la méthode des éléments finis pour la résolution numérique.

L'objectif principale de notre travail est alors, de mettre en évidence les limites d'une telle formulation en exploitant les résultats issus de la simulation.

CM-06-1662

Modèle de détermination de la durée de vie d'un textile technique utilisé en façade de bâtiments à partir du suivi du vieillissement hydrolytique accéléré.

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1662

I. Krimi, L. Wirbel, Z. Dakhli, Z. Lafhaj.

Ecole Centrale de Lille - Villeneuve D'ascq (France).

Les textiles techniques, utilisés dans le bâtiment, présentent des avantages techniques, environnementaux et architecturaux considérables. En effet, leur légèreté, leur résistance mécanique ainsi que leur souplesse permettent de donner des formes et des couleurs uniques aux façades des bâtiments, le tout porté par une structure légère, ce qui permet de réduire les impacts environnementaux de certains matériaux tel l'acier. Cependant, leur durabilité n'est pas suffisamment connue et définie par la littérature. Cette étude présente des indicateurs de performance sélectionnés à partir d'une analogie structurale avec le béton. Le textile étudié est dégradé selon un protocole expérimental de vieillissement hydrolytique accéléré qui a été mis en place au laboratoire. L'évolution des indicateurs de performance sélectionnés est suivie par des essais mécaniques et physiques, et une corrélation entre ces indicateurs est établie pour avoir un critère de fin de vie. Un modèle d'estimation de durée de vie, basé sur des méthodes d'extrapolation à partir du vieillissement accéléré, est présenté dans l'article, ce modèle permet de cerner la tenue des matériaux aux différentes sollicitations afin d'avoir une idée sur leur durabilité. Dans cet article, nous présenterons dans la première partie, le contexte de l'étude, son originalité et les principaux défis. La deuxième partie est dédiée à la description du dispositif expérimental qui a été mis en place pour l'étude de la durabilité du nouveau matériau. La troisième partie est consacrée à l'introduction du nouveau matériau, son concept, son rôle et ses principales propriétés et enfin la dernière partie sera consacrée à la présentation des principaux résultats et leurs analyses.

KN-06-1702

Les applications des aciers inox austénoferritiques: Première décennie des "Lean duplex"

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#KN-06-1702

F. Weisang-Hoinard ¹, E. Stark ².

¹Outokumpu AB - Torshalla (Suède), ²Outokumpu AB - Avesta (Suède).

L'acier inox austénoferritique LDX2101® a été développé afin d'offrir une alternative économique et optimisée d'un point de vue poids à l'acier duplex standard 2205 dans les environnements où ce dernier est surqualifié d'un point de vue résistance à la corrosion. Cette nuance est sur le marché depuis plus d'une décennie et est utilisée dans de nombreuses applications. D'autres producteurs d'inox ont développé des produits similaires basés sur le même profil que le LDX2101®. Nous illustrons comment utiliser les propriétés spécifiques de résistance à la corrosion et propriétés mécaniques de ces nuances à travers un certain nombre de cas concrets d'application du LDX2101® telles que:

Elements de génie civil tels que les ponts

Pipelines

Flexibles en Offshore

Ballons d'eau chaude domestiques et industriels

Reservoir de stockage et de transport

..

Nous discutons rapidement de la philosophie du développement de cette nuance duplex multi-usage et en illustrons les futures possibilités à travers un autre duplex à

basse teneur en Ni récemment développé le LDX2404® et à travers la version améliorée du 2304, le EDX2304™.

CM-06-1705

Fluoropolymères dans la résistance à la corrosion – View d’ensemble de techniques d’applications pour les polymères partiellement fluorés

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#CM-06-1705

B. Neubauer ¹, G. Maggi ².

¹Solvay - Bruxelles (Belgique), ²Solvay - Bollate (Italie).

Les fluoropolymères ont été utilisés dans la résistance à la corrosion depuis presque 7 décades.

Les polymères partiellement fluorés ont souvent des meilleures propriétés de perméation et mécaniques que les polymères complètement fluorés.

Pour cette raison on peut les trouver dans les tubes pression, en couche protectrice sur l’acier ou comme revêtement anticorrosion à haute performance sur des composites à base de fibre de verre. Les différentes techniques sont souvent complémentaires.

Les polymères partiellement fluorés peuvent servir dans des domaines très différents comme pour la protection contre les fumées corrosives dans des usines de désulfuration ou semi-conducteurs, en désalination en contact avec l’eau de mer, dans des environnements très abrasifs, dans la production de médicaments ou d’aliments.

Le vieillissement de ces polymères est déterminé par différentes techniques en fonction de l’exposition dans l’application. Ainsi on peut effectuer des simple tests d’immersion, des tests de perméation ou d’exposition aux rayons UV ou autres.

La présentation donnera une vue sur les différentes technologies d'application et illustrera la variété des tests pour assurer une bonne tenue sur le terrain.

.

AF-06-1735

Contribution à la modélisation et l'identification de l'endommagement par fatigue dans les matériaux composites à matrice thermodurcissable

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-1735

N. Chaibi, M.E.A. Belouchrani, T. Saoudi.

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique - Alger (Algérie).

L'endommagement dans le cas des matériaux composites est caractérisé par des dégradations irréversibles préjudiciables. Il s'agit principalement de mécanismes de microfissuration de la matrice, des cohésions de l'interface et de rupture de fibres. Néanmoins, sous sollicitations cycliques la détérioration des composites s'opère dès les premiers cycles, et augmente progressivement jusqu'à la rupture finale.

Le présent travail consiste en une contribution à la modélisation et l'identification de l'endommagement par fatigue des composites à matrice thermodurcissable. A cet effet, le modèle proposé dans ce cadre a été formulé et implémenté dans un code de calcul éléments finis ANSYS à travers APDL. Pour ce fait, deux approches complémentaires ont été développées (expérimentale et numérique). Les essais de fatigue en traction-traction ont permis de prédire la cinétique d'endommagement permettant l'identification des paramètres du modèle. Une stratégie d'identification basée sur une technique inverse a été donc développée en faisant appel à la méthode d'optimisation de Levenberg-Marquardt pour la minimisation d'une fonction « objectif », qui est construite à partir de la somme des écarts quadratiques entre les grandeurs calculées et celles mesurées. Cette stratégie d'identification a permis enfin de déterminer quatre paramètres (sens longitudinal) du modèle.

AF-06-1741

MECANISMES DE DEGRADATION DE MATERIAUX A BASE DE SIO₂

06 - Corrosion, Vieillissement, Durabilité, Endommagement - Inclut une Journée Industrielle du CEM

#AF-06-1741

N. Tahiri.

Ecole des Mines de Douai; Université Cadi ayyad Marrakech - Douai (France).

MECANISMES DE DEGRADATION DE MATERIAUX A BASE DE SIO₂

N TAHIRI^{1,2}, L KHOUCHAF², M ELAATMANI¹, A ZEGZOUTI¹, M Daoud¹

¹université Cadi Ayyad, Département de Chimie, Faculté des Sciences Semlalia, Marrakech, Morocco.

²Université Lille Nord de France, Centre de Recherche de l'Ecole des Mines de Douai, Douai, France.

Résumé

La silice naturelle est un matériau qui présente un réel intérêt dans de nombreux domaines surtout celui du génie civil. C'est l'un des constituants principaux du béton, elle présente le squelette de ce matériau. Cependant, une réaction chimique qui s'appelle la réaction alcali-silice entre la silice réactive des granulats et les alcalins du ciment contenus dans la solution interstitielle entraîne des endommagements des bétons.

Les mécanismes réactionnels locaux de cette réaction consistent en une attaque et une destruction du réseau siliceux dans les granulats par les ions hydroxydes contenus dans la solution interstitielle, suivie de la création d'un gel expansif et donc l'endommagement du béton. Les éléments prédominants sont les ions alcalins, les ions hydroxydes, les ions calcium et les différentes formes de silice [1, 2].

Des études ont montré qu'une silice cristalline à réseau compact comme le quartz non contraint est résistante à l'attaque par la RAS [3]. En revanche, la présence des défauts dans la structure de la silice naturelle fait augmenter sa réactivité chimique.

Des études antérieures ont confirmé la présence des groupements silanols (défauts structuraux) dans la silice naturelle qui entrent directement dans l'étape d'initiation de la RAS [4]. D'autres études ont montré que ce type de défaut peut être réduit par un traitement thermique [5]. D'après ces études, un traitement thermique de cette silice entraîne la réduction des silanols et la formation de nouveaux ponts siloxanes Si-O-Si.

L'objectif de ce travail consiste à améliorer la compréhension de la réactivité du granulat durant le déroulement de la dégradation et l'évolution de la structure au cours de l'attaque.

Référence

[1]: Khouchaf L, Boinski F, J. Vacuum 81 (2007) 599–603

[2]: Hamoudi A, Khouchaf L, Depecker C, Revel B, Montagne L, Cordier P, J. non Cryst.354 (2008) 5074–5078

[3]: Prezzi M, Monteiro P J M and Sposito G, J. ACI Materials 94 (1997) 10-17

[4]: Verstraete J, Khouchaf L, Bulteel D, Garcia-Diaz E, Flank A M and Tuilier M H, J. Cement and Concrete Research 34 (2004) 581–586

[5]: Schmidt P, Badou A and Fröhlich F, J. Spectrochimica Acta A 81 (2011) 552-559

MATÉRIAUX

2014

24-28 nov.

Montpellier

Index des auteurs

Index des auteurs :

A

Aarab N. [01247](#) | CM-06-1247
Abderahmani B. [00038](#) | AF-06-38
Adamczyk-Cieslak B. [00161](#) | AF-06-161, [01276](#) | AF-06-1276
Al Haj O. [00703](#) | CM-06-703
Albourine A. [01247](#) | CM-06-1247
Allais L. [00204](#) | CM-06-204
Alloul S. [01483](#) | AF-06-1483
Ambroise J. [01026](#) | CM-06-1026
Amir M. [00234](#) | AF-06-234
Andrieu E. [00094](#) | CM-06-94, [00116](#) | CM-06-116, [00565](#) | CM-06-565
Aranda L. [01007](#) | CM-06-1007
Azzi M. [00194](#) | AF-06-194, [00225](#) | AF-06-225

B

Baba Hamed Y. [00532](#) | AF-06-532
Bailetto M.C. [00636](#) | CM-06-636
Bataillon C. [00334](#) | CM-06-334
Baux J. [01326](#) | AF-06-1326
Bazzaoui M. [01247](#) | CM-06-1247
Bazzi L. [01231](#) | CM-06-1231
Begoc S. [00100](#) | CM-06-100
Belghachi A. [00032](#) | AF-06-32
Belouchrani M.E.A. [01735](#) | AF-06-1735
Ben Ahmed K. [00273](#) | CM-06-273
Benaissa M. [00194](#) | AF-06-194
Bencheikh M. [00489](#) | AF-06-489
Benchettara A. [00027](#) | AF-06-27
Benfattoum S. [00052](#) | AF-06-52
Benmessaoud Left D. [00194](#) | AF-06-194, [00225](#) | AF-06-225
Benmounah A. [01200](#) | AF-06-1200
Bennati-Granier M. [00426](#) | CM-06-426
Benoit M. [00334](#) | CM-06-334
Benyounes K. [01200](#) | AF-06-1200
Bernard-Moulin P. [00018](#) | AF-06-18
Berne C. [00116](#) | CM-06-116
Berziou C. [01042](#) | CM-06-1042
Blanc C. [00116](#) | CM-06-116, [00140](#) | KN-06-140
Blatman G. [00755](#) | CM-06-755
Blériot P. [01029](#) | CM-06-1029
Blondel C. [01326](#) | AF-06-1326
Bolivar J. [00636](#) | CM-06-636
Borrull M. [00140](#) | KN-06-140
Bosch C. [01518](#) | CM-06-1518, [01521](#) | KN-06-1521
Boualleg S. [00489](#) | AF-06-489
Boudjerda M. [00234](#) | AF-06-234
Bouhattate J. [01049](#) | KN-06-1049
Bouizi Y. [01007](#) | CM-06-1007
Boukhris N.E. [00329](#) | AF-06-329
Bouvet G. [00820](#) | CM-06-820
Brick Chaouche S. [01385](#) | CM-06-1385
Brissonneau L. [00724](#) | CM-06-724, [00758](#) | AF-06-758, [01483](#) | AF-06-1483
Brossard J.M. [00134](#) | CM-06-134, [01321](#) | CM-06-1321
Brunet E. [01483](#) | AF-06-1483
Brustolin P. [01574](#) | CM-06-1574
Bumbieler F. [00636](#) | CM-06-636
Burteau A. [00565](#) | CM-06-565
Buscail H. [00789](#) | AF-06-789

C

Calonne O. [00636](#) | CM-06-636
Calvie E. [01004](#) | CM-06-1004
Camperos S. [01321](#) | CM-06-1321
Cefracor P. [01257](#) | CM-06-1257
Chaibi N. [01735](#) | AF-06-1735
Chakri S. [01318](#) | CM-06-1318
Chassagnon R. [00817](#) | CM-06-817
Chassignole B. [00755](#) | CM-06-755
Chaumon E. [00129](#) | CM-06-129
Chegroune R. [00078](#) | AF-06-78
Chêne J. [01049](#) | KN-06-1049
Cheraitia K. [00052](#) | AF-06-52
Chupin F. [00426](#) | CM-06-426
Cohendoz S. [00820](#) | CM-06-820, [01042](#) | CM-06-1042
Col A. [01198](#) | CM-06-1198
Colin X. [00013](#) | CM-06-13
Combrade P. [00636](#) | CM-06-636
Conforto E. [01042](#) | CM-06-1042
Corré L. [00636](#) | CM-06-636
Correc O. [00013](#) | CM-06-13
Costenoble S. [00399](#) | CM-06-399
Cournil M. [00703](#) | CM-06-703
Courouau J.L. [01204](#) | CM-06-1204
Couzinié J.P. [01326](#) | AF-06-1326
Crépin J. [00129](#) | CM-06-129
Creus J. [00188](#) | CM-06-188, [01004](#) | CM-06-1004, [01042](#) | CM-06-1042, [01049](#) | KN-06-1049
Cuvilly F. [01392](#) | CM-06-1392

D

Da Silva Botelho T. [00100](#) | CM-06-100
Dakhli Z. [01662](#) | CM-06-1662
Dalbert V. [00863](#) | CM-06-863
Dannoux-Papin A. [00426](#) | CM-06-426
Dausseins J. [00013](#) | CM-06-13
David N. [00134](#) | CM-06-134
De Curières I. [00129](#) | CM-06-129
Debili M.Y. [00329](#) | AF-06-329
Dehmas M. [00204](#) | CM-06-204
Delafosse D. [01518](#) | CM-06-1518, [01521](#) | KN-06-1521
Delaunoy F. [00604](#) | AF-06-604
Delvaux M.H. [00420](#) | CM-06-420
Demizieux M.C. [01345](#) | CM-06-1345
Désamais N. [00188](#) | CM-06-188
Descamps B. [01541](#) | AF-06-1541
Deschamps M. [00420](#) | CM-06-420
Desgranges C. [01345](#) | CM-06-1345
D'espinoze De Lacaille J.B. [00426](#) | CM-06-426
Dessolin C. [00817](#) | CM-06-817
Devos O. [00793](#) | CM-06-793
Diguët L. [00572](#) | CM-06-572, [00723](#) | CM-06-723
Dobbi A. [00038](#) | AF-06-38
Dobkowska A. [00161](#) | AF-06-161, [01276](#) | AF-06-1276
Doriot S. [00204](#) | CM-06-204
Doublet S. [00126](#) | CM-06-126
Dubey M. [01392](#) | CM-06-1392
Dubot P. [01326](#) | AF-06-1326
Duhamel C. [00129](#) | CM-06-129
Dupain J.L. [00167](#) | CM-06-167
Dupuis O. [00420](#) | CM-06-420
Duret-Thual C. [00636](#) | CM-06-636, [01518](#) | CM-06-1518
Dussaut F. [00723](#) | CM-06-723
Duval H. [00100](#) | CM-06-100

E

El Ibrahim B. [01231](#) | CM-06-1231
El Issami S. [01231](#) | CM-06-1231
El Jaouhari A. [01247](#) | CM-06-1247
El May M. [00793](#) | CM-06-793
El Mountassir M. [01574](#) | CM-06-1574
Essaqui A. [00194](#) | AF-06-194
Exbrayat L. [01004](#) | CM-06-1004

F

Fabas A. [00126](#) | CM-06-126
Fallet A. [00399](#) | CM-06-399
Faure T. [00690](#) | CM-06-690
Favennec C. [01548](#) | KN-06-1548
Favergeon J. [01345](#) | CM-06-1345
Feaugas X. [00188](#) | CM-06-188, [00820](#) | CM-06-820, [01042](#) | CM-06-1042, [01049](#) | KN-06-1049
Fellah A. [00532](#) | AF-06-532
Fenart M. [00140](#) | KN-06-140
Feugeas F. [00273](#) | CM-06-273
Floquet P. [01321](#) | CM-06-1321
Fond C. [00273](#) | CM-06-273
Foret C. [01029](#) | CM-06-1029
Forot C. [00188](#) | CM-06-188
Fournier L. [01541](#) | AF-06-1541
Foy E. [00140](#) | KN-06-140
Fratureur I. [01318](#) | CM-06-1318
Fregonese M. [00572](#) | CM-06-572, [00636](#) | CM-06-636

G

Galtayries A. [01318](#) | CM-06-1318
Gastaud S. [00968](#) | CM-06-958
Gheris A. [00305](#) | CM-06-305
Giorgi M.L. [01204](#) | CM-06-1204
Gjersoe Brouzes H. [01621](#) | CM-06-1621
Godin N. [00572](#) | CM-06-572
Grosjean F. [00703](#) | CM-06-703
Gruet N. [00399](#) | CM-06-399
Guédioura B. [00052](#) | AF-06-52
Guerre C. [00129](#) | CM-06-129
Guillot I. [01326](#) | AF-06-1326
Gupta J. [00094](#) | CM-06-94
Gwinner B. [00334](#) | CM-06-334

H

Haddad A. [01385](#) | CM-06-1385
Hannachi N.E. [01631](#) | AF-06-1631
Hannoyer B. [00100](#) | CM-06-100, [01392](#) | CM-06-1392
Harek Y. [00532](#) | AF-06-532
Hassini N. [00038](#) | AF-06-38
Hater W. [01029](#) | CM-06-1029
Heintz O. [00817](#) | CM-06-817
Herbst F. [00817](#) | CM-06-817
Héripré E. [00129](#) | CM-06-129
Horowitz E. [01177](#) | CM-06-1177
Hubert C. [01548](#) | KN-06-1548
Hun N. [00724](#) | CM-06-724
Hure J. [00094](#) | CM-06-94

I

Ichchou I. [00532](#) | AF-06-532
Inglebert G. [00100](#) | CM-06-100
Irhzo A. [00194](#) | AF-06-194, [00225](#) | AF-06-225

J

Jmiai A. [01231](#) | CM-06-1231

Joannet E. [00789](#) | AF-06-789
Jomard F. [01204](#) | CM-06-1204
Jouanny E. [00204](#) | CM-06-204
Jouen S. [01392](#) | CM-06-1392
Jourdan T. [01541](#) | AF-06-1541

K

Keddam M. [00078](#) | AF-06-78
Kellou F. [00027](#) | AF-06-27
Khelfoune F. [01631](#) | AF-06-1631
Khelifi S. [01631](#) | AF-06-1631
Kheribet R. [01200](#) | AF-06-1200
Khoudali S. [00194](#) | AF-06-194
Kittel J. [00188](#) | CM-06-188, [00703](#) | CM-06-703
Klein L.H. [01195](#) | KN-06-1195
Krimi I. [01662](#) | CM-06-1662

L

Laabd M. [01247](#) | CM-06-1247
Laffont L. [00094](#) | CM-06-94
Lafhaj Z. [01662](#) | CM-06-1662
Lafont M.C. [00094](#) | CM-06-94
Laghoutaris P. [01049](#) | KN-06-1049
Lameche S. [00027](#) | AF-06-27
Lamesle P. [00126](#) | CM-06-126
Larabi L. [00532](#) | AF-06-532
Laribi M. [00008](#) | CM-06-8
Laroussi Y. [00420](#) | CM-06-420
Lasne A.C. [01548](#) | KN-06-1548
Le Thuaut M. [00204](#) | CM-06-204
Lefevre C. [00420](#) | CM-06-420
Lefez B. [00100](#) | CM-06-100, [00100](#) | CM-06-100
Lenain J.C. [00690](#) | CM-06-690
Lhuillier P.E. [00755](#) | CM-06-755
Liao H. [00993](#) | CM-06-993
Lilensten L. [01326](#) | AF-06-1326
Lounis A. [00052](#) | AF-06-52

M

Maad F. [00134](#) | CM-06-134
Maggi G. [01705](#) | CM-06-1705
Malaplate J. [00204](#) | CM-06-204, [01541](#) | AF-06-1541
Malard B. [00167](#) | CM-06-167
Mallarino S. [00820](#) | CM-06-820
Marcelin S. [00320](#) | CM-06-320
Marcus P. [01195](#) | KN-06-1195, [01318](#) | CM-06-1318
Marry N. [00993](#) | CM-06-993
Martin F. [00140](#) | KN-06-140, [01049](#) | KN-06-1049
Martinelli L. [01345](#) | CM-06-1345
Martin-Garin A. [00758](#) | AF-06-758
Martins J.I. [01247](#) | CM-06-1247
Mary N. [00863](#) | CM-06-863
Massoud T. [01195](#) | KN-06-1195
Mathieu S. [01007](#) | CM-06-1007, [01007](#) | CM-06-1007
Mattiuzzi D. [00618](#) | CM-06-618
Maurice V. [01195](#) | KN-06-1195
Michaut B. [01541](#) | AF-06-1541
Michel M. [01026](#) | CM-06-1026
Millot T. [00204](#) | CM-06-204
Missour A. [00194](#) | AF-06-194, [00225](#) | AF-06-225
Mizera J. [00161](#) | AF-06-161, [01276](#) | AF-06-1276
Moisy P. [00399](#) | CM-06-399
Monceau D. [00126](#) | CM-06-126, [01321](#) | CM-06-1321
Morizet N. [00572](#) | CM-06-572
Muller C. [01004](#) | CM-06-1004

N

Ndong R. [01004](#) | CM-06-1004
Neubauer B. [01705](#) | CM-06-1705
Nezzal G. [01385](#) | CM-06-1385
Nguyen X.H. [00346](#) | CM-06-346
Nguyen T.T. [00346](#) | CM-06-346
Nogueira R. [00723](#) | CM-06-723
Normand B. [00572](#) | CM-06-572, [00863](#) | CM-06-863,
[00993](#) | CM-06-993

O

Oubraham C. [01200](#) | AF-06-1200
Oudriss A. [01042](#) | CM-06-1042, [01049](#) | KN-06-1049
Oukhrib R. [01231](#) | CM-06-1231

P

Panteix P.J. [00134](#) | CM-06-134
Parrens C. [00167](#) | CM-06-167
Parry V. [01198](#) | CM-06-1198
Pascal V. [01198](#) | CM-06-1198
Pautasso J.P. [01548](#) | KN-06-1548
Pebere N. [00346](#) | CM-06-346
Pébère N. [00320](#) | CM-06-320
Peres V. [00703](#) | CM-06-703
Perrais M. [00565](#) | CM-06-565
Perrier S. [00789](#) | AF-06-789
Pierre C. [00489](#) | AF-06-489
Pillon L. [01261](#) | CM-06-1261
Pineau P. [00636](#) | CM-06-636
Pokor C. [01541](#) | AF-06-1541
Poquillon D. [00167](#) | CM-06-167, [00565](#) | CM-06-565
Portebois L. [01007](#) | CM-06-1007
Proust A. [00636](#) | CM-06-636, [00690](#) | CM-06-690
Prud'homme E. [01026](#) | CM-06-1026

R

Rapin C. [00134](#) | CM-06-134
Rebere C. [01004](#) | CM-06-1004
Rebillat F. [00724](#) | CM-06-724
Reby J. [00116](#) | CM-06-116
Remontet P. [00420](#) | CM-06-420
Renault A. [01541](#) | AF-06-1541
Réthoré J. [00636](#) | CM-06-636
Riccius J. [00100](#) | CM-06-100
Riffard F. [00789](#) | AF-06-789
Ringeval S. [00817](#) | CM-06-817
Rivollier M. [01204](#) | CM-06-1204
Roche V. [00723](#) | CM-06-723
Roche M. [01429](#) | KN-06-1429
Roguet E. [00188](#) | CM-06-188
Rolland R. [00789](#) | AF-06-789
Ropital F. [00703](#) | CM-06-703
Rouaix-Vande Put A. [00126](#) | CM-06-126
Rozinoer A. [00793](#) | CM-06-793
Rupin F. [00755](#) | CM-06-755

S

Saedlou S. [00863](#) | CM-06-863, [01418](#) | CM-06-1418
Saintier N. [00793](#) | CM-06-793
Samar M. [01200](#) | AF-06-1200
Sanchez-Sanchez C. [00334](#) | CM-06-334
Santacreu P.O. [01418](#) | CM-06-1418
Saoudi T. [01735](#) | AF-06-1735
Sarret M. [01004](#) | CM-06-1004

Sassane N. [00329](#) | AF-06-329
Sauvage X. [01392](#) | CM-06-1392
Savall C. [01004](#) | CM-06-1004, [01042](#) | CM-06-1042,
[01049](#) | KN-06-1049
Schaal E. [00134](#) | CM-06-134
Schlegel M.L. [00140](#) | KN-06-140
Sefta F. [01541](#) | AF-06-1541
Sennour M. [00129](#) | CM-06-129
Seror A. [00565](#) | CM-06-565
Serres N. [00273](#) | CM-06-273
Serris E. [00703](#) | CM-06-703
Seyeux A. [01195](#) | KN-06-1195
Sobrinho J.M. [00116](#) | CM-06-116, [01042](#) | CM-06-1042
Stark E. [01702](#) | KN-06-1702
Steyer P. [01004](#) | CM-06-1004
Sutter E. [01318](#) | CM-06-1318

T

Tabalaiev K. [00817](#) | CM-06-817
Tabarant M. [01204](#) | CM-06-1204
Tahiri N. [01741](#) | AF-06-1741
Tang J. [00572](#) | CM-06-572
Tanguy B. [00094](#) | CM-06-94
Teillet A. [00420](#) | CM-06-420
Thiébaud S. [00817](#) | CM-06-817
To T.X.H. [00346](#) | CM-06-346
Tosar F. [00604](#) | AF-06-604
Touzain S. [00820](#) | CM-06-820
Travel-Condât C. [00188](#) | CM-06-188
Tribollet B. [00334](#) | CM-06-334, [01318](#) | CM-06-1318
Trinh A.T. [00346](#) | CM-06-346
Trinh D. [00820](#) | CM-06-820
Troceller P. [00204](#) | CM-06-204
Trottier C. [00755](#) | CM-06-755

V

Vancostenoble A. [01518](#) | CM-06-1518
Varani L. [00032](#) | AF-06-32
Vaubaillon S. [01204](#) | CM-06-1204
Verdu C. [00863](#) | CM-06-863
Vignal V. [00817](#) | CM-06-817
Vilasi M. [00134](#) | CM-06-134, [01007](#) | CM-06-1007
Vitry V. [00604](#) | AF-06-604
Vivier V. [00334](#) | CM-06-334, [01318](#) | CM-06-1318
Vucko F. [01521](#) | KN-06-1521

W

Wang Y. [00993](#) | CM-06-993
Weisang-Hoinard F. [01702](#) | KN-06-1702
Wirbel L. [01662](#) | CM-06-1662
Wouters Y. [01198](#) | CM-06-1198

Y

Yaacoubi W. [01574](#) | CM-06-1574
Yaacoubi S. [01574](#) | CM-06-1574
Yousfi H. [00008](#) | CM-06-8

Z

Zanna S. [01318](#) | CM-06-1318
Zdunek J. [01276](#) | AF-06-1276
Zergoug M. [00234](#) | AF-06-234
Zertoubi M. [00194](#) | AF-06-194, [00225](#) | AF-06-225