

N° d'ordre : 4047

# THÈSE

En vue de l'obtention du : **DOCTORAT**

**Centre de Recherche** : Centre des Sciences de Matériaux

**Structure de Recherche** : Laboratoire des Matériaux, Nanotechnologies et Environnement

**Discipline** : Chimie-Physique

**Spécialité** : Électrochimie-Corrosion-Matériaux

Présentée et Soutenue le : 30 / 12 / 2024

par :

**Sabah AFTIMI**

## *Etude de la corrosion-abrasion de l'alliage inoxydable 904L en milieu phosphorique par émission acoustique: Quantification, suivi et actions mécanistiques*

Devant le JURY :

|                       |                                                          |                      |
|-----------------------|----------------------------------------------------------|----------------------|
| Ratiba BOUSSEN        | PES, Faculté des sciences, Université Mohammed V Rabat   | Présidente           |
| Mouloud EL MOUDANE    | PES, Faculté des sciences, Université Mohammed V Rabat   | Rapporteur/Examineur |
| Ahmed GHANIMI         | MCH, Faculté des sciences, Université Mohammed V Rabat   | Rapporteur/Examineur |
| Amar HABSAOU          | MCH, Faculté des sciences, Université Ibn Tofail Kénitra | Rapporteur/Examineur |
| Maria BOUDALIA        | MCH, Faculté des sciences, Université Mohammed V Rabat   | Co-Encadrante        |
| Abdelkbir BELLAOUCHOU | PES, Faculté des sciences, Université Mohammed V Rabat   | Directeur de thèse   |

Année Universitaire : 2024 - 2025

## Dédicaces

À mes chers parents,

Vous avez été mon premier soutien, ma plus grande source de motivation et d'inspiration. Votre amour inconditionnel, vos sacrifices et votre confiance en moi m'ont permis d'avancer avec détermination. Ce travail est le fruit de votre bienveillance et de vos encouragements constants.

Merci du fond du cœur.

À mon frère et ma sœur,

Vous avez toujours été là pour moi, dans les moments de joie comme dans les périodes plus difficiles. Votre présence, votre soutien et votre affection ont été une force précieuse tout au long de ce parcours. Merci pour votre présence et votre patience.

À ma chère famille, qui a toujours cru en moi et m'a soutenue dans chaque étape de ce parcours.

Votre amour, votre patience et vos encouragements ont été ma plus grande force.

À mes amis, pour leur présence inestimable, leur soutien indéfectible et leurs mots réconfortants dans les moments de doute.

À tous ceux qui ont été là, de près ou de loin, et qui ont contribué, par un geste, un mot ou une pensée, à rendre cette aventure plus belle et plus enrichissante.

Ce travail est aussi le vôtre. Merci du fond du cœur.

## Remerciements

Je souhaite exprimer ma sincère gratitude au laboratoire des matériaux nanotechnologies et environnement pour m'avoir intégrée au sein de ses équipes, ainsi que pour les ressources humaines, matérielles et scientifiques qui m'ont été allouées. Ce cadre de travail enrichissant a joué un rôle crucial dans la réalisation de mes recherches. Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à l'ensemble des membres du laboratoire pour leur bienveillance, leur disponibilité ainsi que pour les échanges enrichissants qui ont jalonné ces années.

Je souhaite exprimer ma sincère gratitude à mon directeur de thèse, monsieur **Abdelkbir BELLAOUCHOU** Professeur de l'enseignement supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat, pour son soutien constant, sa rigueur scientifique exemplaire et ses conseils éclairés tout au long de ce projet. Votre disponibilité ainsi que votre attention ont grandement contribué à mon progrès en toute confiance et tranquillité d'esprit. Je souhaite également exprimer ma sincère gratitude envers mon ancien directeur de thèse, monsieur **GUENBOUR Abdalah** Professeur de l'enseignement supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat, qui a pris sa retraite. Son expertise, ainsi que ses recommandations avisées tout au long de ce projet, ses encouragements et sa vision, ont considérablement contribué à l'enrichissement de ce travail.

Je remercie chaleureusement ma co-encadrante, madame **BOUDALIA Maria**, professeur habilité à la Faculté des Sciences de Rabat pour sa présence et son engagement lors de cette soutenance. Vos interrogations et remarques revêtent une importance considérable et contribuent de manière significative à l'enrichissement de cette recherche. Sans oublier son soutien et support au cours de la préparation de cette thèse.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers la présidente du jury, madame **BOUSSEN Ratiba** Professeur de l'enseignement supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat, pour avoir accepté d'assumer la présidence de cette soutenance. Votre présence constitue un honneur considérable, et votre expérience confère une valeur inestimable à cette étape finale de mon parcours.

Je tiens à adresser mes plus vifs remerciements au monsieur **EL MOUDANE Mouloud** Professeur de l'enseignement supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat pour le temps précieux qu'il a consacré à analyser et évaluer ce travail de recherche, et pour avoir accepté d'examiner er

de rapporter ce manuscrit. Vos remarques pertinentes, votre rigueur intellectuelle et vos observations constructives ont été d'une grande valeur pour l'amélioration de ce mémoire.

Je voudrais remercier infiniment le monsieur **Ahmed GHANIMI** Professeur de l'enseignement supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat, pour la bienveillante attention qu'il a accordée à ce travail et la participation à ce jury, et pour avoir accepté d'être rapporteur/examineur de ce manuscrit. Je lui exprime également toute ma reconnaissance pour ses remarques et ses questions pertinentes et enrichissantes.

Mes remerciements les plus sincères vont également envers monsieur **Amar HABSAOUI** Professeur habilité à la Faculté des Sciences de Kénitra pour sa généreuse implication dans l'analyse et l'évaluation de ce mémoire, et pour avoir accepté d'être rapporteur/examineur de ce manuscrit. Vos conseils avisés et vos suggestions enrichissantes ont contribué à élever la qualité de ce travail. Je suis profondément reconnaissante pour votre soutien et votre expertise.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude aux invités présents pour l'intérêt qu'ils portent à mes travaux, ainsi que pour les échanges enrichissants qui, je l'espère, perdureront au-delà de cette soutenance.

Je tiens également à exprimer ma gratitude envers ma famille et mes proches pour leur soutien indéfectible tout au long de cette aventure. Vos encouragements, votre patience et votre confiance en mes capacités m'ont conféré la motivation indispensable à la réalisation de ce projet.

Enfin, je souhaite exprimer une reconnaissance particulière envers mes ami(e)s et collègues, dont la présence et les échanges stimulants ont non seulement contribué à la productivité de cette période, mais ont également enrichi son aspect humain. Je tiens à exprimer ma gratitude à chacun d'entre vous pour les moments de convivialité que nous avons partagés, les éclats de rire ainsi que le soutien réciproque dont nous avons fait preuve.

## Résumé

Cette étude examine la corrosion-abrasion de l'acier inoxydable 904L dans l'acide phosphorique en utilisant l'émission acoustique (EA) in-situ. Des analyses électrochimiques et spectroscopiques ainsi que des analyses temporelles du signal d'émission acoustique et de la perte de masse ont été utilisées pour surveiller et évaluer la dégradation dynamique de cet alliage sous l'effet des impuretés chimiques et mécaniques. Les résultats électrochimiques indiquent que la passivité de l'acier inoxydable est influencée par la charge en particules solides, ce qui entraîne une couche moins stable. Le film passif généré dans ces conditions de corrosion-abrasion présente une diffusion importante de lacunes métalliques et rencontre des difficultés d'autoréparation. L'analyse des signaux d'EA et de ses paramètres souligne les défis de l'autoréparation du film passif et a montré que la quantité de particules de SiC modifie le mécanisme de dommage, passant du labourage à la micro-coupe.

Les mesures gravimétriques (à 24 gL<sup>-1</sup> en SiC) montrent un effet synergique d'environ 50 %, la composante mécaniques contribuant à 46 % de la perte totale. La surface est devenue hétérogène et rugueuse. La perte de masse du matériau est quasi-linéaire avec le signal d'émission acoustique pour une charge élevée de particules.

L'intégration de l'EA et de l'analyse électrochimique constitue une méthode efficace et durable pour l'évaluation en temps réel des taux d'abrasion-corrosion qui varient simultanément dans le milieu phosphorique pollué.

---

**Mots-clefs** : Corrosion-abrasion ; effet synergique ; émission acoustique ; acide phosphorique ; acier inoxydable.

## Abstract

This study examines the abrasion-corrosion of 904L stainless steel in phosphoric acid using in-situ acoustic emission (AE). Electrochemical and spectroscopic analyses, as well as temporal analyses of the acoustic emission signal and mass loss, were used to monitor and evaluate the dynamic degradation of this alloy under the effect of chemical and mechanical impurities. Electrochemical results indicate that the passivity of stainless steel is influenced by solid particle loading, resulting in a less stable layer. The passive film generated under these corrosion-abrasion conditions exhibits significant diffusion of metal vacancies and encounters difficulties in self-healing. Analysis of the EA signals and parameters highlights the challenges of passive film self-healing, and has shown that the amount of SiC particles changes the damage mechanism from ploughing to micro-cutting.

Gravimetric measurements (at  $24 \text{ gL}^{-1}$  in SiC) show a synergistic effect of around 50%, with the mechanical component contributing 46% of the total weight loss. The surface has become heterogeneous and rough. The mass loss of the material is quasi-linear with the acoustic emission signal for a high particle load.

The integration of AE and electrochemical analysis provides an effective and sustainable method for real-time assessment of simultaneously varying abrasion-corrosion rates in the polluted phosphorus environment.

---

**Keywords:** Corrosion-abrasion; synergistic effect; acoustic emission; phosphoric acid; stainless steel.

## Abréviation

|                   |                                                     |
|-------------------|-----------------------------------------------------|
| <b>CSC</b>        | <b>Corrosion sous contrainte</b>                    |
| <b>DFC</b>        | <b>Dynamique des fluides computationnelle</b>       |
| <b>DRX</b>        | <b>Diffraction des rayons X</b>                     |
| <b>EA</b>         | <b>Emission acoustique</b>                          |
| <b>ECS</b>        | <b>Electrode au calomel saturé</b>                  |
| <b>FFT</b>        | <b>Transformée de Fourier rapide</b>                |
| <b><i>HDT</i></b> | <b>Hit definition time</b>                          |
| <b><i>HLT</i></b> | <b>Hit lockout time</b>                             |
| <b>MEB</b>        | <b>Microscopie électronique à balayage</b>          |
| <b>mtm</b>        | <b>Million de tons métrique</b>                     |
| <b>PCO</b>        | <b>Potentiel a circuit ouvert</b>                   |
| <b>PDM</b>        | <b>Modèle des défauts ponctuels</b>                 |
| <b>PDP</b>        | <b>Polarisation dynamique de potentiel</b>          |
| <b><i>PDT</i></b> | <b>Peak defintion time</b>                          |
| <b><i>RMS</i></b> | <b>Root mean square</b>                             |
| <b>SIE</b>        | <b>Spectroscopie de l'impédance électrochimique</b> |
| <b>UV-Vis-IRP</b> | <b>Ultra violet-visible -infrarouge proche</b>      |
| <b>W.E</b>        | <b>Electrode de travail</b>                         |

## TABLE DES MATIERES

|                                                                          |           |
|--------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Dédicaces .....</b>                                                   | <b>i</b>  |
| <b>Remerciements .....</b>                                               | <b>ii</b> |
| <b>Résumé .....</b>                                                      | <b>iv</b> |
| <b>Abstract .....</b>                                                    | <b>v</b>  |
| <b>Abréviation .....</b>                                                 | <b>vi</b> |
| <b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>                                       | <b>1</b>  |
| <b>CHAPITRE I : Synthèse Bibliographique .....</b>                       | <b>4</b>  |
| I.1. Introduction .....                                                  | 5         |
| I.2. Corrosion .....                                                     | 5         |
| I.2.1. Définition et facteurs de corrosion .....                         | 5         |
| I.2.2. Aciers inoxydables austénitiques .....                            | 6         |
| I.2.2.1. Propriétés .....                                                | 6         |
| I.2.2.2. Catégories .....                                                | 7         |
| I.2.2.3. Passivité .....                                                 | 8         |
| I.2.3. Electrolyte et impuretés chimiques .....                          | 8         |
| I.2.3.1. Généralités .....                                               | 8         |
| I.2.3.2. Acide phosphorique .....                                        | 9         |
| a. <i>Minerais de phosphates</i> .....                                   | 9         |
| b. <i>Procédés de fabrication</i> .....                                  | 10        |
| c. <i>Propriétés chimiques de l'acide phosphorique</i> .....             | 12        |
| I.2.3.3. Agressivité chimique et mécanique de l'acide phosphorique ..... | 13        |
| I.3. Abrasion .....                                                      | 15        |
| I.3.1. Définition et mécanismes de l'abrasion .....                      | 15        |
| I.3.2. Facteurs influençant l'abrasion .....                             | 17        |

|          |                                                                         |    |
|----------|-------------------------------------------------------------------------|----|
| I.3.2.1. | Facteurs relatifs à la nature du matériau.....                          | 18 |
| I.3.2.2. | Facteurs relatifs aux conditions d'impact des particules.....           | 19 |
| I.3.2.3. | Facteurs relatifs à la nature du fluide et au type de l'écoulement..... | 20 |
| I.4.     | Corrosion- abrasion: Synergie /Antagonisme.....                         | 23 |
| I.5.     | Introduction à la technique d'émission acoustique.....                  | 25 |
| I.5.1.   | Technique d'émission acoustique .....                                   | 25 |
| I.5.1.1. | Définition.....                                                         | 26 |
| I.5.1.2. | Principales caractéristiques de l'EA.....                               | 26 |
| I.5.1.3. | Sources des émissions acoustiques.....                                  | 27 |
| I.5.1.4. | Signal de l'onde acoustique.....                                        | 29 |
| I.5.1.5. | Paramètres d'un signal acoustique .....                                 | 30 |
| a.       | <i>Paramètres d'acquisition:</i> .....                                  | 31 |
| b.       | <i>Paramètres classiques:</i> .....                                     | 31 |
| I.5.1.6. | Enregistrement et traitement de signal .....                            | 32 |
| I.5.2.   | Monitoring de la corrosion-abrasion par émission acoustique.....        | 33 |
| I.6.     | Conclusion.....                                                         | 37 |

## **CHAPITRE II : Méthodes et techniques expérimentales.....39**

|         |                                                                                   |    |
|---------|-----------------------------------------------------------------------------------|----|
| II.1.   | Dispositif et conditions expérimentales.....                                      | 40 |
| II.1.1. | Dispositif.....                                                                   | 40 |
| II.1.2. | Matériau.....                                                                     | 41 |
| II.1.3. | Milieu électrolytique.....                                                        | 42 |
| II.2.   | Mesures électrochimiques .....                                                    | 42 |
| II.2.1. | Mesure de potentiel à circuit ouvert: potentiel de corrosion.....                 | 43 |
| II.2.2. | Méthode stationnaire : polarisation potentio-dynamique (PDP).....                 | 44 |
| II.2.3. | Méthode non stationnaire : Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE).....   | 45 |
| II.3.   | Techniques de caractérisation.....                                                | 48 |
| II.3.1  | Microscopie électronique à balayage et spectroscopie à dispersion d'énergie ..... | 48 |
| II.3.2. | Diffraction des rayons X.....                                                     | 50 |
| II.3.3. | Spectroscopie UV-Visible-IRP.....                                                 | 51 |

## **CHAPITRE III : Comportement de l'acier inoxydable 904L face à la corrosion-abrasion dans l'acide phosphorique pollué.....53**

|          |                                                                                  |    |
|----------|----------------------------------------------------------------------------------|----|
| III.1.   | Introduction .....                                                               | 54 |
| III.2.   | Mesures électrochimiques .....                                                   | 55 |
| III.2.1. | Chrono- potentiométrie.....                                                      | 55 |
| III.2.2. | Courbes de polarisation .....                                                    | 56 |
| III.2.3. | Spectroscopie d'impédance électrochimique .....                                  | 59 |
| III.2.4. | Chrono-ampérométrie.....                                                         | 63 |
| III.3.   | Évaluation de la perte de masse.....                                             | 65 |
| III.4.   | Caractérisation de la surface.....                                               | 68 |
| III.4.1. | Diffraction des rayons X.....                                                    | 68 |
| III.4.2. | Spectroscopie UV-VIS-IRP .....                                                   | 69 |
| III.4.3. | Microscopie électronique à balayage et spectroscopie à dispersion d'énergie..... | 71 |
| III.5.   | Conclusions .....                                                                | 74 |

## **CHAPITRE IV : Surveillance en temps réel de l'abrasion -corrosion de l'acier inoxydable austénitique par émission acoustique dans l'acide phosphorique pollué.....75**

|         |                                                                                                         |    |
|---------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| IV.1.   | Introduction .....                                                                                      | 76 |
| IV.2.   | Etude de l'effet des particules de SiC sur l'abrasion -corrosion par analyse d'émission acoustique..... | 78 |
| IV.2.1. | Corrélation entre le potentiel de corrosion électrochimique et l'activité EA .....                      | 80 |
| IV.2.2. | Énergie EA.....                                                                                         | 82 |
| IV.2.3. | Analyse de la forme d'onde de l'EA.....                                                                 | 83 |
| IV.2.4. | Fréquence moyenne .....                                                                                 | 86 |
| IV.2.5. | Spectre de fréquences .....                                                                             | 89 |
| IV.2.6. | Analyse de la surface par MEB dans différentes conditions de chargement des particules de SiC           | 93 |
| IV.3.   | Corrélation entre les données de perte de masse et le signal EA à différents potentiels .....           | 95 |
| IV.4.   | Conclusions .....                                                                                       | 97 |

|                                          |            |
|------------------------------------------|------------|
| <b>CONCLUSION GENERALE .....</b>         | <b>98</b>  |
| <b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b> | <b>105</b> |
| <b>LISTE DES FIGURES .....</b>           | <b>128</b> |
| <b>LISTE DES TABLEAUX.....</b>           | <b>132</b> |

## INTRODUCTION GENERALE

La majorité de l'acide phosphorique mondial est produit par voie humide, représentant plus de 95 % de la production totale. Ce processus de fabrication implique la réaction entre des minerais de phosphate et de l'acide sulfurique concentré pour générer de l'acide phosphorique (26-28%  $P_2O_5$ ) ainsi qu'une boue de sulfate de calcium ( $CaSO_4$ ). Cette réaction est suivie par une étape de filtration de la boue acide pour éliminer les particules, puis par une phase de concentration et de purification de l'acide phosphorique. Malgré sa simplicité apparente, ce procédé est sujet à des problèmes sérieux d'abrasion et de corrosion[1], [2]. Les aciers inoxydables austénitiques étant les alliages les plus couramment utilisés dans les procédés de fabrication par voie humide[2]–[4]. Ils sont utilisés comme matériaux de conception tels que les agitateurs à hélice, les pompes centrifuges et les bacs de filtration, en raison de leur résistance à la corrosion qui repose sur leur état passif induit par la formation d'un film protecteur composé d'oxydes métalliques, ainsi que leur bonne résistance aux attaques mécaniques dues à l'abrasion[2], [5], [6] font que 70 % de la production mondiale d'acier inoxydable est destiné à des applications industrielles.

Dans cette optique s'inscrit l'engagement de la structure de recherche **LMNE** (laboratoire des matériaux nanotechnologie et environnement) à la faculté des sciences de Rabat dans l'étude de tout ce qui concerne la corrosion des alliages dans l'acide phosphorique et leurs usures. Et ce, en se focalisant sur les propriétés et les nuances des matériaux en contact avec l'environnement phosphorique[7]–[9], ou en mettant l'accent sur les impuretés chimiques et solides présentes dans la solution phosphorique ou sur les conditions thermiques [10]–[12]. Aussi, la prévention et la lutte contre les dégradations des matériaux dans les conditions simulées de l'industrie phosphorique[13]–[15]. Dans ce contexte de prévention se positionne ce mémoire de thèse.

La présence d'impuretés solides et chimiques lors de la production par voie humide de l'acide phosphorique, entraîne l'usure des matériaux par les phénomènes de corrosion et d'abrasion. Les interactions de la corrosion et de l'abrasion lorsqu'elles agissent simultanément sont compliquées à interpréter et à quantifier. Ces derniers peuvent générer un effet synergique sur la perte de matière et la dégradation des matériaux. D'où l'intérêt d'étudier ces phénomènes en couplant les méthodes électrochimiques et les méthodes de contrôle non destructives comme la technique d'émissions

acoustiques qui est une technique connue par sa facilité et sa passivité aussi le fait qu'elle peut être utilisée à temps continu et au cours du fonctionnement.

Notre équipe de recherche dirigée par le professeur **M. BELLAOUCHOU Abdelkbir** et le professeur **M. Abdallah GUENBOUR** a mené une étude approfondie dans le cadre du projet **APPHOS** intitulé « **Etude de la corrosion-abrasion de l'alliage inoxydable 904L en milieu phosphorique par émission acoustique : quantification, suivi et actions mécanistiques** ». Afin d'établir une corrélation entre l'émission acoustique et la corrosion-abrasion des aciers inoxydables dans les milieux phosphoriques. Avec la coopération du professeur **M. IDRISSE Hassane** qui nous a été très généreux dans le partage de son savoir et son expertise.

La technique de l'émission acoustique est une nouvelle et pour notre structure de recherche et pour le domaine de l'industrie phosphorique au Maroc. Elle est vaguement riche d'informations puisque les ondes acoustiques sont d'une sorte la langue des matériaux. Le suivi par émissions acoustiques peut tout détecter au fil du temps mais avant tout il faut rassembler un dictionnaire de traduction des ondes acoustiques en langage commun de corrosion et ceci par la réalisation des bases de données et des courbes de corrélation entre les ondes et les événements survenant au sein de la matière. Par conséquent notre étude a pour principaux objectifs :

- 1- Etudes de la corrosion-abrasion de l'acier inoxydable (904L) dans l'acide phosphorique 40% en présence d'impuretés chimiques (réalisation d'un montage expérimental adéquat ; Choix des conditions expérimentales ; Réalisation d'une étude gravimétrique ; Réalisation d'une étude électrochimique ; Caractérisation de la surface du matériau)
- 2- Suivi de la corrosion-abrasion de l'acier inoxydable dans l'acide phosphorique par émissions acoustiques (Mise au point du montage de l'émission acoustique ; Etude acoustique de l'impact de l'abrasion dans différentes conditions ; Quantification de la corrosion-abrasion par émission acoustique...)

Ce manuscrit se compose de quatre chapitres :

**Le premier chapitre**, est une synthèse bibliographique offrant une vue d'ensemble des définitions, des mécanismes et des facteurs influençant les phénomènes de corrosion et d'abrasion. En outre, une introduction à la technique d'émission acoustique est également présentée, mettant en lumière

les principaux aspects à considérer dans ce domaine, suivie d'une revue des études de suivi de la corrosion-abrasion par émission acoustique.

Dans **le deuxième chapitre**, nous décrivons les diverses méthodes et conditions expérimentales utilisées dans l'ensemble de nos essais, ainsi que les techniques d'analyse de surface employées.

**Le troisième chapitre** présente une étude électrochimique portant sur l'impact des impuretés solides à différentes concentrations sur la résistance à la corrosion-abrasion de l'alliage 904L dans un milieu d'acide phosphorique à 40 % polluée. Une évaluation de la perte de masse ainsi qu'une caractérisation de la surface de l'alliage et la quantification de la synergie ont été réalisées dans des conditions de corrosion-abrasion.

Au cours du **quatrième chapitre** notre objectif est de suivre le comportement acoustique de l'alliage 904L en temps réel dans l'acide phosphorique pollué vis-à-vis ses réponses électrochimiques. Par la suite, une démarche est entreprise afin d'établir une courbe de corrélation entre l'activité acoustique et les mesures gravimétriques.

**En conclusion**, une synthèse des résultats obtenus sera dressée, suivie d'une discussion sur les perspectives à envisager dans ce domaine de recherche.

# **CHAPITRE I :**

## **Synthèse Bibliographique**

## **I.1. Introduction**

L'alliage 904L est un acier inoxydable austénitique qui contient une composition élevée en nickel et en chrome, ainsi qu'en molybdène. Ces éléments confèrent à l'alliage une excellente résistance à la corrosion, le rendant particulièrement adapté aux environnements agressifs tels que ceux rencontrés dans la production d'acide phosphorique qui peuvent inclure des acides forts et des sels, connus pour leur potentiel corrosif élevé. En particulier l'effet d'abrasion qui est dû à la présence de particules en suspension.

Cette résistance est principalement due à sa capacité à former un film passif à sa surface qui dépend de plusieurs facteurs, dont le pH du milieu, la température et la présence d'impuretés. Malgré ses propriétés favorables, il existe des limites quant à son utilisation dans des environnements hautement corrosifs où les effets synergétiques de la corrosion et de l'abrasion peuvent dépasser les capacités de protection du film passif formé sur cet alliage. Il est donc crucial d'évaluer soigneusement les conditions spécifiques lors de la fabrication en utilisant des techniques d'évaluation spécifiques telles que l'émission acoustique.

Cette synthèse bibliographique consiste à donner un aperçu sur le phénomène de corrosion, le procédé de fabrication de l'acide phosphorique, les propriétés des aciers inoxydables austénitiques dans cette industrie et leur comportement, en particulier l'effet corrosion-abrasion a également été examiné. Enfin, nous rappelons la technique d'émission acoustique qui explique la formation et l'endommagement du film passif, afin de proposer un modèle permettant d'interpréter l'effet corrosion-abrasion.

## **I.2. Corrosion**

### **I.2.1. Définition et facteurs de corrosion**

La corrosion, un processus naturel et omniprésent, désigne la détérioration progressive d'un matériau, généralement un métal, avec son environnement. Il peut être sec ou humide. La corrosion sèche se produit à des températures extrêmement élevées, tandis que la corrosion humide ou aqueuse se produit à des températures plus basses en présence d'une solution aqueuse par réaction chimique[16].

Cette réaction, souvent électrochimique, altère les propriétés du matériau, fragilisant sa structure et affectant son apparence. L'étude de la corrosion aqueuse se base sur le contrôle de l'aspect thermodynamique à travers l'équation de Nernst et/ou le diagramme de Pourbaix, et l'aspect cinétique qui peut être mené par activation et/ou diffusion [17].

En outre, les solides contiennent des défauts tels que les dislocations, les vides, les zones sous contrainte du matériau, etc., chacun de ces facteurs ayant une influence sur les propriétés électrochimiques et pouvant conduire à des phénomènes de corrosion localisés[16], [17]. La composition de l'électrolyte et ses changements au cours des réactions sont très influents dans les phénomènes de corrosion. La contamination des électrolytes par des impuretés chimique catalyseur de corrosion peut constituer un autre problème grave.

Ce phénomène peut entraîner des défaillances catastrophiques des matériaux si les causes et la prévention de la corrosion ne sont pas bien comprises. Il existe de nombreux types de corrosion qui peuvent se produire dans l'environnement, à savoir la corrosion uniforme, la corrosion par piqûres, la corrosion par crevasses, la corrosion galvanique, la corrosion inter-granulaire et la corrosion induite par différents types d'écoulement [9], [18]–[21]. Les estimations montrent que la corrosion coûte des dommages de 5 % du produit national brut dans les pays industrialisés, dont une grande partie pourrait être évitée si les connaissances et les résultats de la science et de l'ingénierie de la corrosion étaient respectés[22].

Pour conclure, divers facteurs influencent la vitesse et le type de corrosion, tels que : la nature du métal (acier austénite), la nature de l'électrolyte (l'acide phosphorique polluée), le contact avec d'autres métaux et les contraintes mécaniques peuvent fragiliser le matériau et le rendre plus susceptible à la corrosion.

## **I.2.2. Aciers inoxydables austénitiques**

### **I.2.2.1. Propriétés**

La composition chimique et la structure atomique des métaux déterminent leur réactivité face aux agents corrosifs présents dans leur environnement[23], [24]. L'ajout d'éléments d'alliage spécifiques peut modifier les propriétés chimiques, électrochimiques et mécaniques du métal, le rendant plus ou moins résistant à la corrosion et à l'usure[25], [26]. Les alliages inoxydables

austénitiques se caractérisent par une teneur élevée en chrome (entre 16 et 26%) et en nickel (entre 6 et 22%), complétée par des éléments tels que le manganèse, le molybdène et le cuivre.

Cette composition spécifique donne naissance à une structure cristalline austénitique stable, riche en gamma-fer, qui confère au matériau ses propriétés exceptionnelles. Tel que le nickel permet de stabiliser la structure austénitique et d'augmenter la ductilité et la ténacité[25]. Ce qui peut réduire le taux de corrosion et peut être efficace dans les environnements acides[27]. Le cuivre augmente la résistance à la corrosion dans certains environnements acides et favorise une structure austénitique. Ainsi que la présence de molybdène améliore considérablement la résistance à la corrosion générale et localisée et augmente la résistance mécanique [28].

#### **I.2.2.2. Catégories**

Les aciers inoxydables austénitiques sont la catégorie la plus large des aciers inoxydables qui présentent une structure cristalline cubique à faces centrée (CFC) [29]–[31]. On les apprécie pour leur ductilité, leur capacité à être soudés et leur résistance à la corrosion[3]. En général, on y trouve deux sous-catégories. La sous-catégorie des aciers inoxydable dites aciers **inoxydables supra**, se caractérise par une concentration plus élevée d'azote (généralement comprise entre 0,4 % et 1 %). Leur résistance à la corrosion, à la fatigue et à la fragilisation à basse température est améliorée grâce à cette augmentation en azote. Puis les **aciers inoxydables super austénitiques**: Ce groupe comprend des aciers inoxydables austénitiques haute performance avec des propriétés améliorées[32], généralement obtenues grâce à une combinaison d'éléments d'alliage et d'un traitement thermique particulier.

Ces aciers offrent une résistance à la corrosion, une résistance mécanique et une tenue aux températures élevées supérieures à celles des nuances austénitiques et austénitiques supra standard. Le terme "super austénitique" englobe plusieurs nuances aux propriétés spécifiques adaptées à diverses applications. Parmi les nuances les plus fréquentes d'aciers inoxydables super austénitiques :

- **AISI 254 SMO** : est célèbre pour sa grande résistance à la corrosion par piqûres, à la corrosion en crevasses et aux milieux à base d'acide sulfurique.

- **AL-6XN** : Un acier inoxydable extrêmement résistant qui présente une résistance exceptionnelle aux milieux contenant des produits chimiques, du pétrole et du gaz, des systèmes de dessalement et de canalisations d'eau.
- **AISI 904L** : Un acier inoxydable extrêmement résistant à la corrosion sous contrainte induite par les chlorures (CSC) avec une grande résistance à la fissuration. Qu'on va étudier au cours de ce travail.

### **I.2.2.3. Passivité**

La passivité est définie lorsqu'un métal sensible à la corrosion subit une vitesse de corrosion plus faible dans des conditions environnementales spécifiques [23]. Elle est due à la formation d'une couche passive à la surface du métal afin de le protéger de la corrosion. En réaction avec son environnement, le métal crée un film passif avec une épaisseur comprise généralement entre 1 et 10 nm [16] et se compose d'oxydes métalliques ce qui interdit le transfert de charge à travers sa surface. Par conséquent empêcher les réactions chimiques.

La passivation est la terminologie utilisée pour décrire la transition d'un état actif à un état passif. La présence du film passif est cruciale car il réduit le taux de corrosion. En raison du film passif, la dissolution du métal passif est plus lente que celle d'un métal actif à un potentiel donné. Plusieurs modèles ont été proposés pour expliquer la formation, la dissolution et la décomposition du film passif [33], [34].

Le modèle des défauts ponctuels (PDM) proposé par Macdonald estime que pendant le processus de corrosion, les lacunes en oxygène et les interstitiels métalliques migrent de l'interface métal/film vers l'interface film/électrolyte, et les lacunes métalliques migrent de l'interface film/électrolyte vers l'interface métal/film [33]. Néanmoins, le film passif peut se briser électro-chimiquement, chimiquement et mécaniquement [1], [20], [34]–[36].

## **I.2.3. Electrolyte et impuretés chimiques**

### **I.2.3.1. Généralités**

La présence conjointe d'électrolytes et d'impuretés chimiques peut créer un effet synergique, amplifiant considérablement la vitesse et la gravité de la corrosion. Les électrolytes facilitent la migration des ions agressifs, tels que les ions chlorure et sulfate, vers les sites d'impuretés dans le métal, où ils peuvent déclencher des attaques localisées [1], [37]. Ensemble, l'électrolyte et les

impuretés favorisent les conditions conduisant à une dégradation accélérée du métal. Tel que les ions chlorures ( $\text{Cl}^-$ ) par exemple sont des acteurs particulièrement agressifs dans le processus de corrosion. Leurs propriétés chimiques leur permettent de pénétrer facilement les films passifs qui protègent normalement la surface du métal, les rendant plus vulnérables aux attaques.

De plus, les ions chlorure peuvent former des complexes solubles avec les ions métalliques, facilitant leur dissolution et la progression de la corrosion[38], [39]. De même pour les ions sulfate ( $\text{SO}_4^{2-}$ ): bien que moins agressifs que les ions chlorure, peuvent tout de même contribuer à la corrosion en plusieurs manières. Ils peuvent abaisser le pH de l'environnement et augmenter ainsi la vitesse de corrosion. De plus, les ions sulfate peuvent précipiter avec les ions métalliques, formant des sels peu solubles qui peuvent obstruer les pores du métal et favoriser la propagation de la corrosion sous-jacente[40], [41]. De plus, les impuretés peuvent perturber la structure du film passif, le rendant plus susceptible à la rupture et à la pénétration d'ions corrosifs[36], [42].

En résumé, les électrolytes et les impuretés chimiques, tels que les ions chlorures et sulfates, jouent un rôle crucial dans le phénomène de corrosion, favorisant la détérioration des matériaux métalliques et ayant des répercussions économiques et environnementales majeures, en particulier dans le contexte de l'acide phosphorique abordé dans notre étude.

### **I.2.3.2. Acide phosphorique**

#### **a. Minerais de phosphates**

Les minerais de phosphates utilisés pour la fabrication de l'acide phosphorique proviennent principalement de deux sources géologiques distinctes. Les gisements sédimentaires, qui représentent la principale source mondiale, se sont formés il y a des millions d'années par l'accumulation de dépôts marins riches en résidus d'organismes marins. Ces gisements se trouvent principalement dans des pays tels que le Maroc, la Chine, les États-Unis, le Moyen-Orient et l'Afrique du Nord.

En revanche, les gisements ignés, moins fréquents, résultent de l'altération de roches magmatiques contenant de l'apatite, un minéral phosphaté, et sont principalement localisés dans des zones de volcanisme ancien comme la Finlande, la Russie et le Brésil. Il est parfois possible de trouver une combinaison de ces deux types de gisements, ainsi que d'autres types tels que les gisements de guano et les gisements de phosphate d'origine résiduelle[43], [44]. Les réserves de phosphorite et

d'apatite ignée s'élèvent à 50 000 mtm (Million de tons métrique), dont 30% de  $P_2O_5$  au Maroc, avec des réserves estimées à 6 200 mtm. Khouribga est le principal site producteur, suivi de Gantour et Meskala comme figure dans la carte Figure 1 suivante [45], [46].

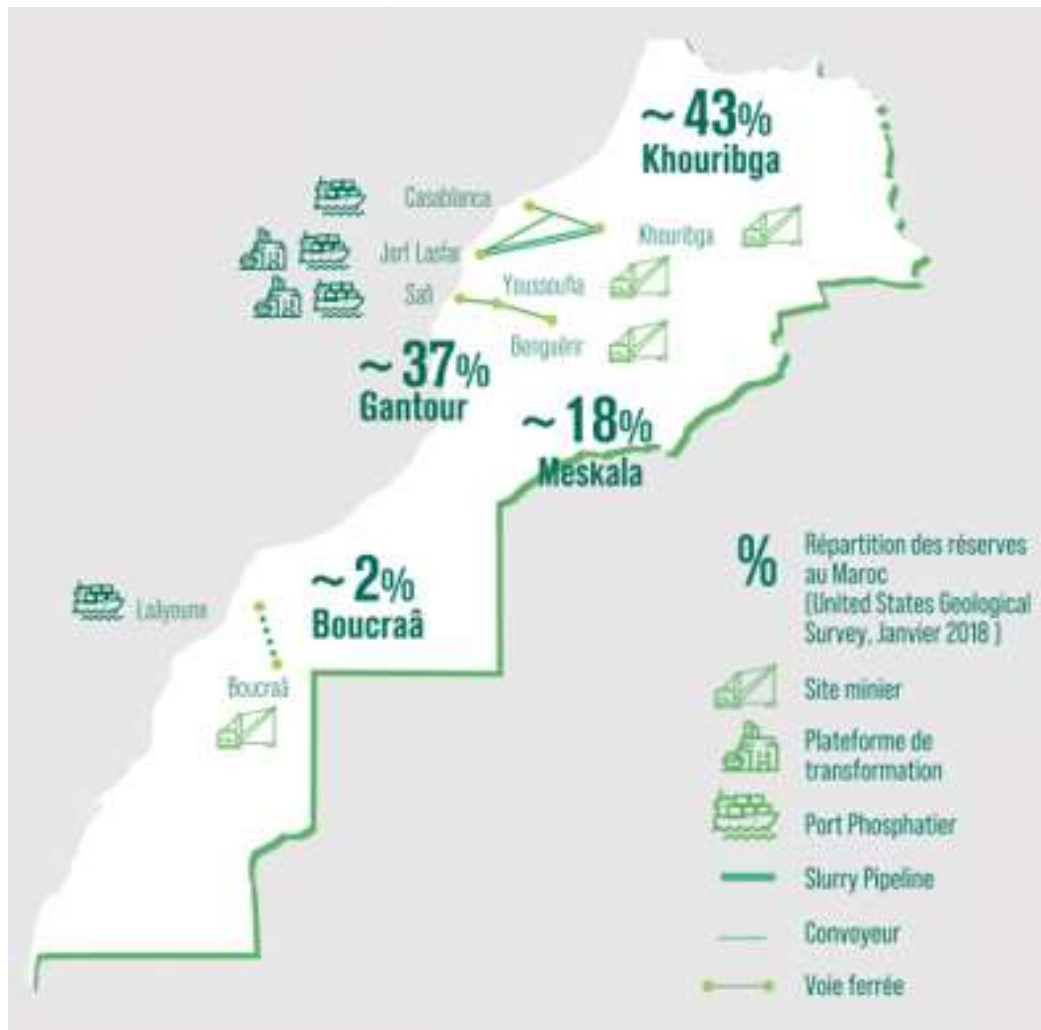


Figure 1. distribution de réserve de phosphate et des sites de l'OCP au Maroc [46]

## b. Procédés de fabrication

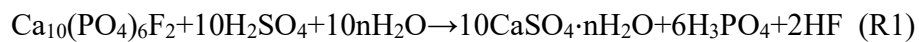
Depuis que Carl Wilhelm Scheele et Johan Gottlieb Gahn ont découvert le premier procédé de production d'acide phosphorique à partir de minerais phosphatés dissous dans l'acide sulfurique, la technologie de fabrication par voie humide a considérablement évolué avec le développement

du procédé à acide fort. D'autres technologies, comme le procédé thermique utilisant du phosphore élémentaire, ont été abandonnées en raison de leur forte consommation énergétique[47].

Le procédé par voie humide, est considéré comme l'approche la plus rentable pour la fabrication de l'acide phosphorique. Les étapes clés de ce processus de fabrication comprennent :

- 1- L'attaque des minerais par l'acide sulfurique
- 2- La filtration de la bouille
- 3- La concentration de l'acide

Il existe trois types de procédés, basés sur l'état de cristallisation du sulfate de calcium : anhydrite, hémi-hydrate et di-hydrate (R 1) [47]:



n : degré d'hydratation du sulfate de calcium

Selon les conditions opératoires (température, concentration de l'acide, etc.) et les valeurs de divers paramètres, on peut obtenir[10] :

- n=0 : formation d'anhydrite  $\text{CaSO}_4$  (50-55%  $\text{P}_2\text{O}_5$ ; T° : 120-130°C).
- n=0,5 : formation d'hémi-hydrate  $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$  (40-50%  $\text{P}_2\text{O}_5$  ; T° : 85-100°C).
- n =2 : formation de di-hydrate  $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  (26-32%  $\text{P}_2\text{O}_5$  ; T° : 70-85°C).

La plupart des phosphates doivent être concentrés ou enrichis avant leur utilisation ou leur vente sur le marché international. La composition chimique de l'acide phosphorique varie selon l'origine des phosphates et le procédé de production utilisé (Tableau 1).

Tableau 1.Composition chimique de l'acide phosphorique MAROC-PHOSPHORE I[10]

| Pourcentage en masse %        |      |                  |                                |                                |      |                 |                   |                  |       |      |      |
|-------------------------------|------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|-----------------|-------------------|------------------|-------|------|------|
| P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | Ca   | SiO <sub>2</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | MgO  | SO <sub>3</sub> | Na <sub>2</sub> O | K <sub>2</sub> O | U     | Cl   | F    |
| 30,41                         | 0,09 | 0,19             | 0,24                           | 0,0055                         | 0,33 | 1,44            | 0,11              | 0,02             | 0,013 | 0,06 | 1,60 |

### c. Propriétés chimiques de l'acide phosphorique

L'étude de la corrosion nécessite de comprendre le comportement du milieu étudié, ici l'acide phosphorique, un composé fortement acide. Sa dissociation dans la solution produit trois types de phosphates :

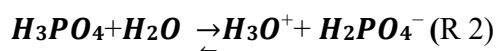
**Phosphates primaires** : faiblement acides

**Phosphates secondaires** : faiblement basiques

**Phosphates tertiaires** : très basiques et largement hydrolysés dans l'eau

Ces phosphates ont la capacité de donner naissance à divers sels.: phosphates primaires  $M_1H_2PO_4$ , phosphates secondaires  $M_2HPO_4$ , et phosphates tertiaires  $M_3PO_4$ [48]. L'acide phosphorique réagit avec les ions métalliques de transition pour former des complexes de phosphates en solution aqueuse. Tous les phosphates primaires  $M_1H_2PO_4$  sont facilement solubles dans l'eau, mais seuls les sels de métaux alcalins des phosphates secondaires  $M_2HPO_4$  et tertiaires  $M_3PO_4$  sont solubles[48].

Selon Pakhomov[49], pour étudier la corrosion des métaux dans le milieu phosphorique, il est important de considérer le degré de dissociation de l'acide. Dans les solutions diluées, l'acide phosphorique se dissocie en ions  $H_3O^+$  et  $H_2PO_4^-$  (R2):



L'acide phosphorique en solution aqueuse est un réducteur puissant, ce qui favorise la complexation et la précipitation avec les ions métalliques de transition à fort pouvoir oxydant[48].

La solvation est une propriété clé de l'acide. Dans les milieux  $H_2O-H_3PO_4$ , la plupart des cations sont moins solvatés et plus réactifs dans les solutions concentrées, à l'exception des ions de fer, qui sont plus solvatés et moins réactifs. Par contre, les anions sont plus solvatés dans les solutions concentrées[50]. La solvation des anions augmente avec le nombre de charges, ce qui joue un rôle important dans la corrosion des alliages en présence d'acide phosphorique.

#### **I.2.3.3. Agressivité chimique et mécanique de l'acide phosphorique**

Peu importe la méthode de fabrication choisie, la pureté de l'acide phosphorique est influencée par la composition initiale du minéral. Le phosphate naturel constitue donc la principale source des impuretés présentes sous forme dissoute ou en suspension dans l'acide. L'acide phosphorique pur présente une faible agressivité.

Cependant, sa corrosivité est considérablement augmentée par la présence d'impuretés telles que le fluorure d'hydrogène (HF), l'hexafluorosilicate d'hydrogène ( $H_2SiF_6$ ), l'excès d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ), les composés sulfurés et les chlorures provenant des phosphates ou de leur processus de lavage, surtout à des températures élevées. De plus, il est à noter la présence de 30 à 40 % en masse de matières solides en suspension, principalement composées de particules de gypse qui sont agitées et transportées vers l'unité de filtration.

Ainsi, le choix des matériaux pour les divers équipements d'une unité de production d'acide phosphorique est déterminé par plusieurs facteurs, notamment l'agressivité chimique de l'environnement, les effets mécaniques de l'abrasion et les effets thermiques. Le Tableau 2 synthétise les diverses conditions industrielles, les problèmes de corrosion rencontrés, ainsi que les types de matériaux des équipements les plus fréquemment utilisés aux différentes étapes de la production d'acide par voie humide.

Tableau 2. Les principaux problèmes de corrosion rencontrés dans les différentes phases de production de l'acide phosphorique par voie humide[15].

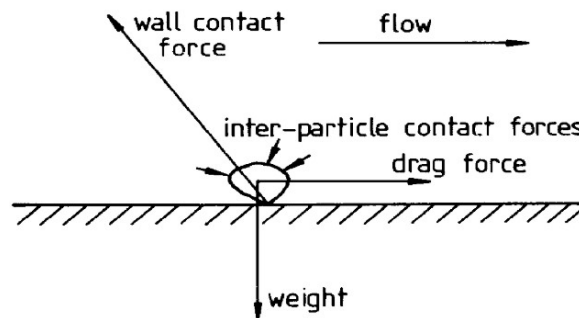
| Stade de fabrication                              | Attaque                                                                                                                                                                                                                                           | Filtration                                                                                                                                                               | Concentration                                                                                                                                                                                                                        |
|---------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Température                                       | 80°-100°                                                                                                                                                                                                                                          | 50°-80°                                                                                                                                                                  | 80°(tube à 120°)                                                                                                                                                                                                                     |
| Problèmes de corrosion                            | <p>*Forte corrosion par :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- fluor libre</li> <li>- chlorures</li> <li>- <math>H_2SiF_6</math></li> <li>- <math>H_2SO_4</math> en excès</li> </ul> <p>* Forte abrasion (50% des particules solides)</p> | <p>* Légère corrosion par :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Fluor</li> <li>- Chlorure</li> </ul> <p>* Fatigue- corrosion</p> <p>* Frottement- corrosion</p> | <p>* Très forte corrosion</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- <math>H_2SO_4</math></li> <li>- Fluor libre( trace)</li> <li>- Chlorure (trace)</li> </ul> <p>* Forte érosion</p> <p>* Corrosion sous transfert thermique</p> |
| Construction pour bonne résistance à la corrosion | <p>* Réacteurs en aciers caoutchoutés</p> <p>* Agitateurs en acier 18/10/Mo ou Uranus B6 (904L)</p> <p>* Pompes en fontes Cr ou Uranus B6</p>                                                                                                     | <p>* Filtres en aciers AISI 316,317 ou généralement Uranus B6 pour teneur en <math>Cl^-</math> élevés</p>                                                                | <p>* Echangeurs en aciers caoutchoutés ou graphite ou Uranus B6 ou hastelloy G</p> <p>* Tube échangeur en Uranus B6</p> <p>* Pompes en fontes Cr ou Uranus B6 ou Uranus B6P</p> <p>* Canalisations en aciers caoutchoutés</p>        |

### I.3. Abrasion

#### I.3.1. Définition et mécanismes de l'abrasion

L'abrasion est définie comme l'enlèvement mécanique de matière de la surface des matériaux. Il survient lorsque des particules solides transportées par un flux de liquide ou de gaz heurtent/impactent un matériau cible, ce qui entraîne la déformation, la fracture ou l'élimination totale du matériau cible[51]. L'étude de l'abrasion des matériaux se concentre sur la compréhension du type des particules solides, la nature de l'écoulement des fluides et sur l'étude des caractéristiques des matériaux et de leurs effets sur l'abrasion. Le mécanisme de l'abrasion était décrit différemment dans la bibliographie.

D'une manière générale, l'évolution du modèle d'usure de Finnie en tant que modèle de base le plus intéressant a conduit à des recherches essentielles sur les mécanismes d'usure. Avec l'hypothèse que les particules ont un caractère élastique et qu'elles sont inaltérables après le choc. Le modèle identifie les mécanismes d'enlèvement de matière pour les matériaux ductiles et fragiles. Dans le cas des matériaux ductiles, l'enlèvement de matière se fait par déplacement et découpe, tandis que dans les matériaux fragiles, l'enlèvement de matière se fait par intersection et propagation de fissures occasionnées par les chocs successifs sur la surface[52].

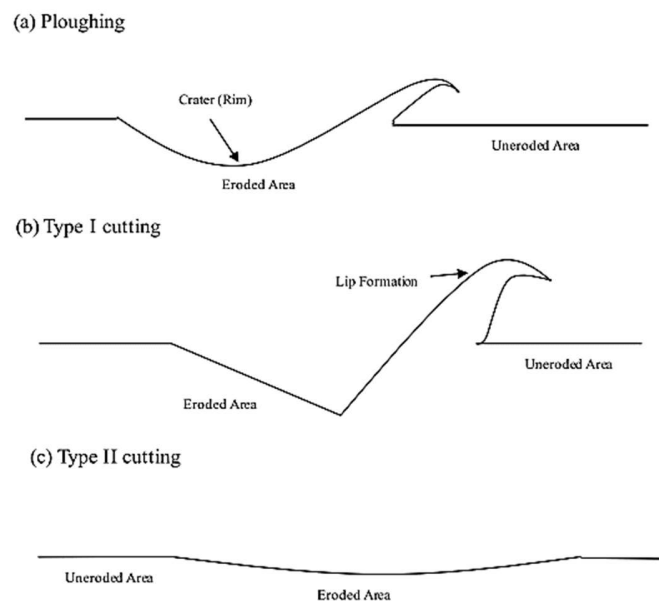


*Figure 2. Illustration schématique des principales forces agissant sur une particule solide dans un fluide en mouvement [32]*

Ce modèle n'a pas pu prédire avec précision l'abrasion ductile aux angles d'impact normaux, car seul le mécanisme de coupe (cutting) aux angles d'incidence rasante a été employé. Par la suite le modèle de Bitter[54], [55] combine deux mécanismes distincts : l'usure par déformation et l'usure par effet de coupe (cutting). Il énonce que ces deux mécanismes se produisent simultanément dans les matériaux ductiles. Son modèle a réussi à prédire l'usure d'un matériau ductile à des angles

d'impact normaux. Puisque il a identifié deux fortes attaques une par une déformation répétée lors d'une collision entraînant la rupture d'un morceau de matériau et l'autre causée par l'action coupante de la particule en mouvement libre. Selon lui, la coupure se produit lorsque des particules frappent un corps avec un angle aigu, grattant ainsi une partie de la surface. Ces rayures sont fortement influencées par la vitesse et l'angle d'impact des particules érodées[54], [55].

Aussi, Hutchings [56] a observé que la vitesse et l'angle d'impact étaient influencés par l'hydrodynamique locale du fluide, et il a cité les distinctes forces, agissant sur une particule solide lorsqu'elle est en contact avec la surface du matériau dans un milieu liquide en écoulement. La Figure 2 illustre ces diverses forces, telle que on trouve la force de trainée exercée par le fluide, la force gravitationnelles, les forces de contact due aux particules voisines interagissant les uns avec les autres puis la plus éminente la force de contact exercée par la surface.



*Figure 3. les mécanismes d'enlèvement de matière pour les matériaux ductiles à des angles aigus, tels que décrits par Hutchings [57].*

Par conséquent, Hutchings[58] a défini que le mécanisme de l'enlèvement de la matière de la surface se catégorise en trois sous mécanismes Figure 3 : le premier de labour ( **ploughing**) courant pour les particules arrondies, durant lequel la matière est déplacé vers le côté ou vers

l'avant par les particules, ce qui permet aux impacts ultérieurs de retirer le matériau fortement sollicité du bord du cratère. Le deuxième sous mécanisme est l'effet de coup type I (**cutting I**) dans lequel les particules roule vers l'avant et coupe la surface, formant ainsi une lèvre proéminente qui est éliminé par la suit par les heurtements ultérieurs, et le troisième type est l'effet de coup type II (**cutting II**) durant lequel la particule roule vers l'arrière et la particule angulaire coupe un bout de la surface. Les deux derniers mécanismes sont courants pour les particules angulaires.

Alors que Levy [59] suggère que la micro-coupe (**micro-cutting**) ou bien l'effet de coupe n'est pas le seul mécanisme, mais plutôt une combinaison entre la micro-extrusion et le forgeage pour tous les angles d'impact. Aussi, que l'usure commence lorsque la surface est couverte de cratères et de plaquettes, une fois la zone écrouie atteint sa dureté et son épaisseur stables. Ces plaquettes sont fragiles et peu adhérentes à la surface de d'où la possibilité de les briser en morceaux ou à les arracher complètement par les impacts ultérieurs (Figure 4).

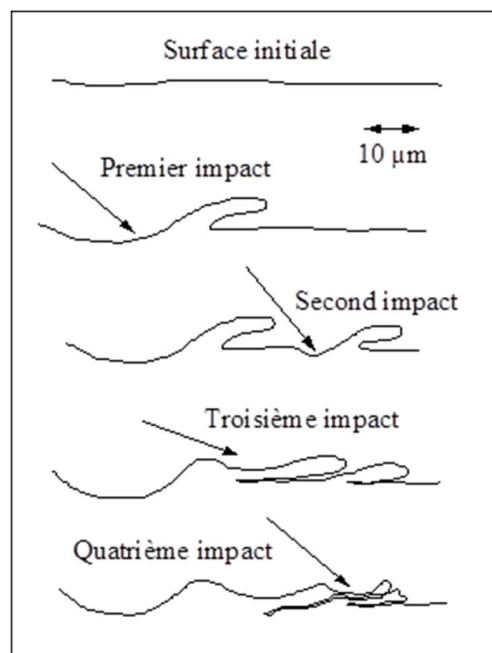


Figure 4. Schéma illustrant une séquence d'impact pour un matériau ductile selon Levy[59] .

### I.3.2. Facteurs influençant l'abrasion

Le Tableau 3 catégorise les nombreux paramètres qui influencent le processus de l'endommagement du matériau par usure, ces facteurs interagissent souvent entre eux d'où la complexité de ce phénomène [60].

Tableau 3. Les facteurs qui influencent l'abrasion

| Le Matériau       | Les particules abrasives | Le fluide      | Les conditions d'impacts            |
|-------------------|--------------------------|----------------|-------------------------------------|
| La dureté         | La dureté                |                | L'angle d'impacte                   |
| La ténacité       | La taille                | La viscosité   | La vitesse                          |
| La ductilité      | La masse                 | La température | Le type d'écoulement                |
| La microstructure | La forme                 | La composition | La température                      |
| La rugosité ...   | La concentration...      | La densité ... | Les interactions des particules ... |

#### I.3.2.1. Facteurs relatifs à la nature du matériau

Le taux d'usure des matériaux est généralement influencé par leurs caractéristiques. Parmi ces propriétés la ductilité et la fragilité (Figure 5), tel que plusieurs recherches ont souligné que les matériaux les plus ductiles sont plus sensibles à l'abrasion à des angles d'impact obliques (30°-50°) alors que les matériaux les plus fragiles subissent des abrasions maximales pour des angles d'impact proches de la normale [61]–[63].

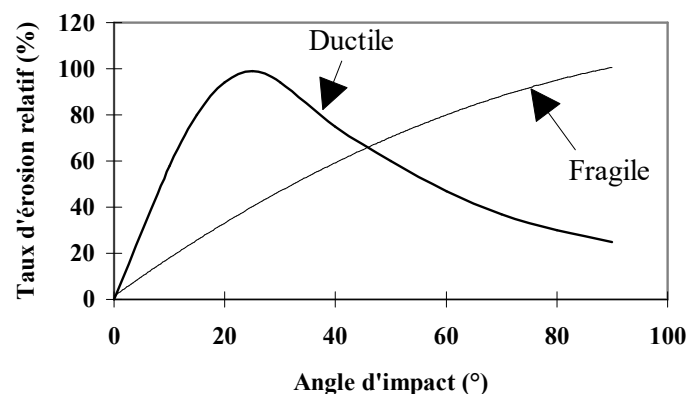


Figure 5. Comportement des métaux ductiles et fragiles vis à vis l'érosion en fonction de l'angle d'impact[52].

Aussi, la dureté qui est souvent liée à la résistance à la rayure, à l'usure et à la pénétration [64]. Des recherches ont démontrées que les matériaux ayant la capacité à s'écrouir peuvent atteindre une dureté maximale en s'adaptant plastiquement aux contraintes imposées par les impacts répétitifs de particules afin de résister à la micro-fracture, ce qui permet ainsi de minimiser les dommages par abrasion [65]. La Figure 6 montre que les duretés et les résistances à l'abrasion ont tendance à varier dans le même sens pour des familles d'alliages. Ce qui signifie aussi que la microstructure et la composition des alliages des matériaux peuvent également affecter leurs réponses vis-à-vis l'abrasion.

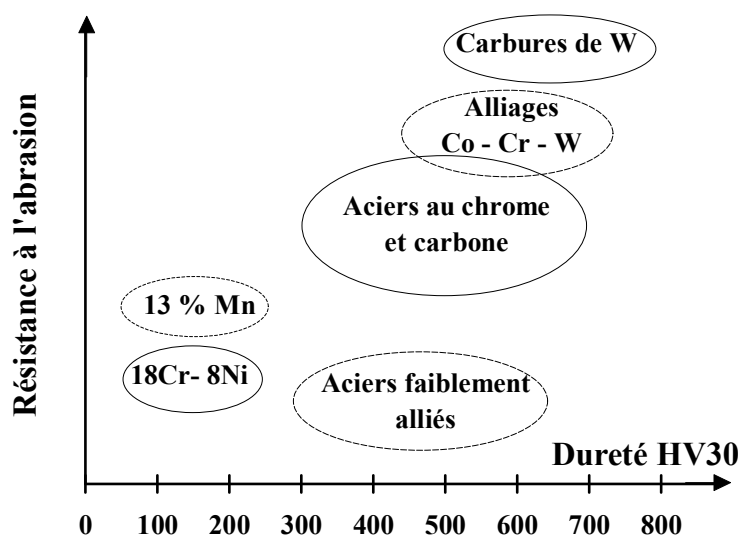


Figure 6. Caractéristiques de dureté et de résistance à l'abrasion (estimée par perte de masse) de différents matériaux[66].

### I.3.2.2. Facteurs relatifs aux conditions d'impact des particules

Diverses études ont été menées pour analyser l'influence des particules sur le phénomène d'usure[67]–[69]. En général, les fluides dans les procédés industriels contiennent des mélanges de particules présentant des concentrations variables, et se caractérisent par une grande diversité de propriétés. Alors que certaines particules sont fragiles et souple, d'autres sont rigides et maintiennent leur forme géométrique en cas d'impact. Des constations suggèrent que l'abrasion est plus intense avec l'augmentation de la dureté des particules ( $\text{SiC} > \text{Al}_2\text{O}_3 > \text{SiO}_2$ ).

Par ailleurs, La taille et la forme des particules ont un grand impact sur la façon dont la matière est arrachée mécaniquement, cela dépend souvent des autres facteurs impliqués dans le processus[70].

En effet, le mécanisme de coup (cutting) est plus marqué pour les particules angulaires, alors que le mécanisme de labourage (ploughing) prédomine pour les particules sphériques, entraînant ainsi la formation de cratères soit aigus et profonds, soit arrondis et peu profonds simultanément[57].

D'autre part, les recherches menées par Lin et al [61] ont étudié l'impact de la taille des particules sur le degré de dommage d'un matériau métallique en fonction de l'angle d'impact. Les résultats suggèrent qu'une augmentation de la taille moyenne des particules est corrélée à une diminution de l'angle d'impact requis pour atteindre un niveau d'usure maximal. Il est largement admis que l'usure est plus prononcée lorsque la taille moyenne des particules est plus élevée[61]. Tandis que d'autres recherches [71]–[75] ont pour objectif d'étudier l'effet de la forme des particules sur l'usure, ils ont même déterminé un paramètre nommé paramètre de pointe (spik parameter- SP) qui aide à décrire l'angularité de la particule[75]. Ce paramètre représente la limite de la particule par un ensemble de triangles. Plus le triangle est pointu et grand, plus la particule est érosive.

Lorsque les particules se déplacent à grande vitesse, leur énergie cinétique lors de l'impact est généralement assez importante pour causer des dommages à la surface impactée. Cependant, à faible vitesse des particules, l'abrasion n'est pas simplement la somme des dommages individuels causés par des impacts individuels. Il existe donc un seuil de concentration en particules en dessous duquel les dommages occasionnés demeurent négligeables pour la plupart des applications[76], [77].

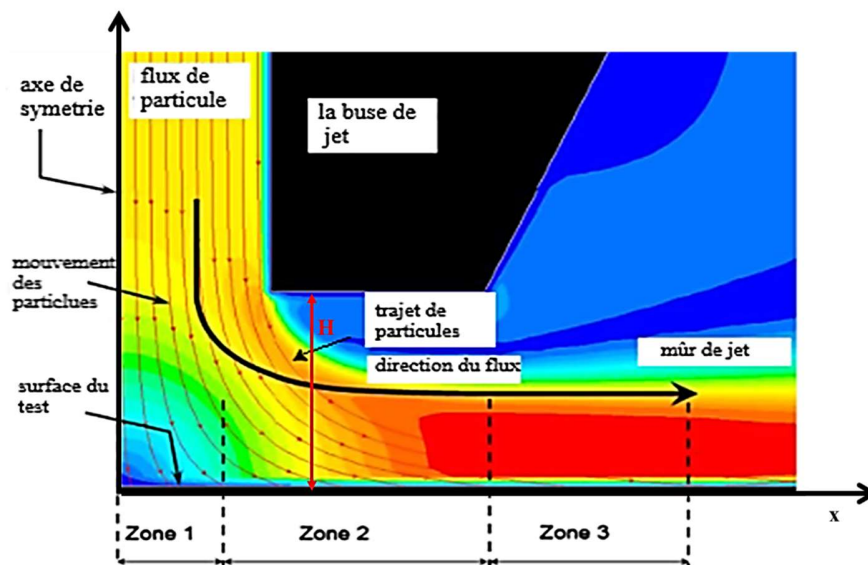
En revanche, l'effet de la température sur le phénomène d'abrasion dépend essentiellement de la nature du fluide dans lequel sont transportées les particules. Cependant, des observations ont montré que des impacts à grande vitesse de particules de carbure de silicium sur de l'indium peuvent localement induire une fusion[78].

### **I.3.2.3. Facteurs relatifs à la nature du fluide et au type de l'écoulement**

Le mouvement du fluide sur la surface du matériau génère une contrainte de cisaillement. Son intensité est conditionnée par les caractéristiques géométriques du système, l'état de surface du matériau (la rugosité et l'état d'oxydation) et la nature de l'écoulement (fonction de la vitesse et de la viscosité du fluide). Au-delà d'un seuil critique, cette contrainte de cisaillement entraîne une dégradation mécanique de la surface du métal ou de toute couche protectrice éventuelle qui pourrait la recouvrir.

De manière générale, on identifie deux principaux types d'écoulement : L'écoulement laminaire se distingue par une vitesse constante et des couches d'écoulement clairement définies et parallèles, tandis que l'écoulement turbulent se caractérise par des variations de vitesse du fluide dans le temps et l'espace en termes d'orientation et d'intensité. Les principes de l'hydrodynamique des écoulements impliquent l'utilisation de paramètres adimensionnels pour déterminer le type d'écoulement dans un conduit, tel que le nombre de Reynolds ( $Re$ ), pour quantifier le transport de matière, comme le nombre de Sherwood ( $Sh$ ), et pour évaluer la diffusion des espèces, comme le nombre de Schmidt ( $Sc$ ).

Pour notre étude, nous avons utilisé un dispositif à jet immergé. Dans cette configuration, l'écoulement présente quatre zones hydrodynamiques bien définies. Selon Le travail de Gnanavelu et al [79] il est possible d'acquérir des données d'usure en fonction de la position. Par l'outil de DFC (Dynamique des fluides computationnelle) qui est une méthode qui intègre la discipline de la mécanique des fluides aux mathématiques et à l'informatique.



*Figure 7. le mouvement des particules solide (flèches rouges) dans le jet d'impact et impact ultérieur sur la surface d'essai tel que prédit par la CFD (Dynamique des fluides computationnelle)[80].*

La Figure 7 extraite des travaux de Gnanavelu et al [80] montre que le mouvement des particules (flèches rouges) dans le jet d'impact et impact ultérieur sur la surface d'essai tel que prédit par la

DFC. La région d'usure de la surface d'essai est divisée en trois régions secondaires en fonction des angles d'impact[79], [81].

Les trois zones sont la zone 1 (région de stagnation), la zone 2 (région de transition) et la zone 3 (zone de jet de paroi). La région de stagnation est la zone à côté de l'axe d'intersection perpendiculaire de la buse et de la surface de l'échantillon. Il se caractérise par un angle d'impact élevé (environ 80°) mais une faible vitesse d'impact en raison de l'effet de décélération du fluide. La région de transition est la zone entre la région de stagnation et la région du jet de paroi où les particules frappent à des angles moyens à faibles entre 40° et 15° avec une forte turbulence locale lorsque le jet de fluide accélère le long de la direction radiale en s'alignant sur la surface de l'éprouvette.

L'inertie des particules pousse les particules à impacter la surface tandis que le fluide éloigne les particules de la surface. Dans la région du jet de paroi, le mouvement et les impacts des particules sont purement régis par l'écoulement de fluide à grande vitesse et la turbulence qui se désintègre dans l'environnement. Les particules suivent une ligne de courant qui permet un impact à faible angle (inférieur à 15°) en frottant et en grattant le long de la surface[80]. Dans un autre travail s'ajoute à ces trois zones une quatrième zone qui est en contact direct avec la surface de matériau, elle constitue la couche barrière hydrodynamique ou couche limite du fluide [82]. Ainsi, pour un dispositif à jet, les équations de transport de matière sont principalement fonction des distances H et x. Ces paramètres correspondent respectivement à la distance entre la sortie de la buse et la surface de l'échantillon, et à la distance radiale par rapport à l'axe de symétrie du jet[82], [83].

On outre, et on se basant sur le modèle de Finnie[52], [84] qui a suggéré que la perte de masse due à l'érosion par exemple est proportionnel à la vitesse on résolvant l'équation de motion et a prouvé que :

$$\Delta m_{\text{erosion}} \propto V^n$$

Par la suite les modèles des autres auteurs [85]–[87] adaptent le même modèle à travers l'énergie cinétique avec variation de la valeur de l'exposant 'n', tel que 'n' prend des valeurs entre 2 et 3,3.

Hutchings [88] par ailleurs en adoptant le même modèle a suggéré une relation simplifiée utilisant l'énergie cinétique lors d'un impact à incidence normale, en observant qu'au moins 90 % de l'énergie cinétique de la particule est dissipée par la déformation plastique de la cible.

De plus la viscosité du fluide, c'est-à-dire sa résistance à l'écoulement, affecte la vitesse des particules. Une viscosité plus élevée entraîne une décélération, réduisant l'énergie cinétique transférée lors de l'impact et diminuant les taux d'abrasion. L'étude de Clark et Burmeister[89] a montré que la variation de la viscosité du fluide réduit la vitesse d'impact pour toutes les tailles de particules, ce qui affecte les taux d'abrasion. L'augmentation de la viscosité du fluide accroît les forces de traînée des particules, ce qui réduit l'efficacité des collisions et éloigne les particules du matériau cible[90].

#### **I.4. Corrosion- abrasion: Synergie /Antagonisme**

Les sections précédentes ont traité de manière distincte l'abrasion et la corrosion. Cette partie se concentrera sur l'analyse de l'interaction entre l'abrasion par les particules solides et la corrosion, phénomène connu sous le nom d'abrasion -corrosion et leur synergie. Ce phénomène est courant dans divers secteurs tels que l'industrie pétrolière et gazière, l'industrie minière, les usines chimiques comme celles dédiées à la production de l'acide phosphorique, les centrales électriques et les usines de dessalement, où il occasionne des dommages aux équipements tels que les pompes, les roues, les vannes et les turbines, nécessitant ainsi des opérations de réparation ou de remplacement.

Ainsi, ce phénomène a fait l'objet de nombreuses études[63], [72], [91]–[99]. Il peut être défini comme l'effet résultant de l'interaction entre l'abrasion mécanique des particules solides et la corrosion électrochimique. Diverses recherches ont été entreprises afin de mieux appréhender l'interaction et la synergie entre l'abrasion et la corrosion[96], [100]–[105]. La synergie est définie comme l'augmentation du taux d'usure d'un matériau, qui dépasse la somme des taux d'effet résultant de l'abrasion pure et de la corrosion pure. Cet effet synergétique peut être exprimé de la manière suivante :

$$W_S = W_T - (W_A + W_C)$$

Ou,  $W_T$  représente le taux global d'usure engendré par le phénomène d'abrasion-corrosion, tandis que  $W_A$  correspond au taux d'effet attribué à l'abrasion seul. De même,  $W_C$  désigne le taux d'effet résultant de la corrosion seul, et  $W_S$  représente le taux supplémentaire induit par les effets synergiques. La synergie est considérée comme positive lorsque le taux total dû à l'abrasion - corrosion dépasse la somme des taux provenant de l'abrasion pure et de la corrosion pure.

En revanche, une synergie négative, également appelée antagonisme, est observée lorsque cette différence est inférieure à l'usure totale [106], [107]. La composante de la synergie est constituée de l'interaction entre l'effet de la corrosion sur l'abrasion ( $W_{C \rightarrow A}$ ) et l'effet de l'abrasion sur la corrosion ( $W_{A \rightarrow C}$ ), et peut être formulée comme suit :

$$W_S = W_{C \rightarrow A} + W_{A \rightarrow C}$$

Pour expliquer l'impact du phénomène d'abrasion sur l'accroissement de la corrosion des alliages passifs, il est pertinent de considérer la détérioration locale de la couche de passive due aux chocs des particules. Cette détérioration entraîne une activation locale du métal et, malgré une re-passivation rapide, le processus se répète, provoquant une dissolution progressive de toute la surface métallique. Lorsque le nombre d'impacts est élevé, les fréquences spatiales et temporelles des zones dé-passivées sont élevées. En fin de compte, la surface devient presque entièrement active. Dans de telles circonstances, des dommages très sévères dus à la corrosion sous abrasion se manifestent.

De la même manière, lorsqu'une surface métallique, qu'elle soit passivée ou non, est soumise à l'abrasion, sa rugosité augmente, ce qui entraîne une augmentation de la surface spécifique réelle de métal en contact avec l'électrolyte. Par conséquent, le courant de corrosion augmente pour une surface apparente identique de l'échantillon en contact avec le fluide. En outre, l'abrasion crée des hétérogénéités locales dans la répartition des contraintes et des propriétés électrochimiques subséquentes de la surface, notamment en favorisant des activités électrochimiques plus élevées dans les zones fortement impactées et les écailles résultants de l'abrasion de la surface. Ceci pourrait induire la formation d'une cellule galvanique électrochimique entre ces zones et les zones avoisinantes plus passives, ce qui pourrait entraîner localement une dissolution anodique sélective[86].

L'explication de l'augmentation de l'abrasion due à la corrosion est complexe. On peut tout d'abord envisager que la corrosion entraîne une altération locale des caractéristiques mécaniques et/ou structurales de la surface métallique. La nature de cette altération dépend du type de corrosion observé (corrosion par piqûres, corrosion sous contrainte...), en particulier de l'alliage concerné et des paramètres expérimentaux (milieu environnant, température, contraintes...). Par exemple, le travail de Zhou et al [108] (5) invoque un cas de diminution localisée des caractéristiques mécaniques d'un acier doux due à la fissuration inter-granulaire sous contrainte, ce qui conduit à une augmentation du taux d'usure.

De plus, une augmentation du taux de corrosion pourrait logiquement accroître la probabilité de rupture des lamelles, entraînant ainsi une augmentation de l'abrasion globale. Par exemple, Li et al [109] mentionnent que la propagation de fissures de type mécanique lors d'impacts successifs favorise la fragilité, entraînant ainsi le détachement des paillettes. En cas de corrosion uniforme, les pointes des fissures s'émoussent, ce qui limite leur ramification et leur propagation. Par conséquent, le détachement des paillettes de la surface est retardé.

Il est aussi possible d'envisager que pour les aciers inoxydables, notamment dans des environnements peu agressifs, les paillettes générées sont aplaties contre la surface par les impacts des particules. Une fois aplaties, la régénération de la couche passive agit comme un processus de "cicatrisation", se produisant assez rapidement pour empêcher le détachement de ces paillettes par dissolution des liaisons les retenant au substrat[110].

Toutefois, dans les cas où la modification de l'interface due à la corrosion ou à l'abrasion peut être significativement influencée par les deux phénomènes, entraînant ainsi une abrasion renforcée par la corrosion ou une corrosion renforcée par l'abrasion, les pertes dues à ces processus peuvent se situer soit dans la plage où l'abrasion domine, soit dans celle où la corrosion prédomine. Même si les composantes d'abrasion et de corrosion peuvent être estimées de manière générale, la synergie ou l'interaction entre l'abrasion et la corrosion ( $W_{C \rightarrow A}$  et  $W_{A \rightarrow C}$ ) est difficile à quantifier directement, ce qui limite l'analyse du mécanisme essentiel de l'abrasion -corrosion.

## **1.5. Introduction à la technique d'émission acoustique**

### **1.5.1. Technique d'émission acoustique**

#### **I.5.1.1. Définition**

Selon l'ASTM, l'émission acoustique (EA) est définie comme la libération d'énergie à partir de sources localisées à l'intérieur d'un matériau, sous forme d'ondes élastiques transitoires, causée par des micro-déplacements locaux en réponse à des sollicitations statiques ou dynamiques[111]. Les premières recherches sur l'émission acoustique ont été menées par Kaiser dans les années 1950. Cependant, des phénomènes d'émission acoustique comme le "cri de l'étain" sont connus depuis longtemps. On peut dire qu'un matériau "parle" lorsqu'il est soumis à une sollicitation. La technique de contrôle par émission acoustique permet ainsi de détecter les bruits émis par le matériau, tels que les ruptures, la formation de défauts et diverses autres détériorations qu'il subit[112].

L'énergie de contrainte élastique stockée est libérée, et une partie de celle-ci se propage loin de la source sous forme d'ondes élastiques. Car une partie est également convertie en énergie de contrainte thermique, de déformation superficielle et plastique. Seule une fraction de l'énergie disponible est convertie en ondes acoustiques qui se propagent dans toutes les directions jusqu'aux frontières du matériau. La répartition de l'énergie entre ces processus dépend à la fois de la nature du mécanisme source et des propriétés du matériau environnant. Les ondes émises renferment des informations sur les mécanismes physiques qui les ont générées. En analysant les vibrations à la surface du matériau causées par l'arrivée de ces ondes, on peut obtenir des données sur l'événement à l'origine des vibrations et identifier les modifications que subit le matériau. Actuellement, l'émission acoustique (EA) est appliquée dans plusieurs domaines :

- i. Surveillance en service : Contrôle des appareils sous pression (la principale application industrielle) et inspection de structures telles que les ponts.
- ii. Surveillance en fabrication : Contrôle de la qualité.
- iii. Caractérisation de l'endommagement des matériaux : Évaluation des dommages lors d'essais mécaniques ou physico-chimiques, comme la corrosion.

#### **I.5.1.2. Principales caractéristiques de l'EA**

La technique d'émission acoustique peut s'adapter à la plupart des matériaux. Parmi ces principales caractéristiques c'est [111], [113], [114]:

La source d'émission acoustique provient de la libération d'énergie à l'intérieur ou à la surface du matériau ou de la structure contrôlée. Cette libération d'énergie peut être causée par des mécanismes d'endommagement tels que la propagation d'une fissure. L'avantage de l'EA réside dans le fait qu'il s'agit d'une technique passive nécessitant un appareillage relativement simple, composé d'un réseau de capteurs récepteurs[115].

De plus, cette technique est adaptée au suivi des structures en fonctionnement. Cependant, pour détecter l'apparition des défauts, le matériau contrôlé doit être soumis à des sollicitations mécaniques ou dynamiques, comme dans le cas de la corrosion-abrasion dans notre projet. Lors de l'enregistrement des émissions acoustiques, il est nécessaire de choisir entre un enregistrement en continu ou par événements, en sélectionnant correctement le seuil de détection.

L'EA permet de détecter en temps réel soit les défauts évolutifs soit les endommagements soit des ruptures et ignore les défauts non-évolutifs ce qui permet de tracer chronologiquement l'apparition des défauts. Cela confère à l'EA l'avantage d'être une technique passive, permettant l'utilisation d'un appareillage relativement simple constitué d'un réseau de capteurs récepteurs.

L'inconvénient de la méthode EA est que les matériaux présentant des inhomogénéités dispersées d'une dimension donnée, ne donneront pas de résultats EA similaires[116].

Les signaux ont généralement une magnitude faible, cela nécessite des capteurs beaucoup sensibles ainsi que des amplificateurs et des préamplificateurs fiables. Les problèmes liés à cela sont l'influence du bruit ambiant, l'atténuation des signaux et le faible rapport signal sur bruit qui en résulte. Des techniques de traitement de données sophistiquées sont nécessaires pour détecter les sources des émissions acoustiques et les localiser.

En effet, grâce à l'EA, il est idéalement possible de détecter la présence d'un défaut au moment de sa création, de le localiser et de déterminer sa nature et sa gravité.[117]

#### **I.5.1.3. Sources des émissions acoustiques**

Les émissions acoustiques sont dues à la libération d'une portion de l'énergie mécanique sous formes des ondes élastique lors d'un réarrangement de structures intérieures des matériaux. Ces ondes eux même sont généré par une source à l'intérieur du corps du matériau mais dans la plupart des cas ni le type, ni le mécanisme de cette source ne sont connue.[112]

Généralement les émissions acoustiques peuvent être analysées d'un point de vue macroscopique qui présente les sources irréversibles des événements acoustiques dans le cas des processus de corrosion telle que :

- La dissolution du métal ;
- La formation du film épais (couche d'oxyde) ou de produit de corrosion ;
- Rupture ou décohésion de précipité ou d'inclusion ;
- La formation ou bien dégagements de bulles de gaz à la surface du métal ;
- Transformations martensitiques ;
- aussi la propagation des fissures ....

Ces sources microscopiques s'accompagnent avec de l'amorçage ou bien la propagation des endommagements qui donnent les types de corrosion généralisé, par pique, sélectives, par effet de crevasse, et la corrosion abrasion (Figure 8)... ce qui génère les émissions acoustiques macroscopiques. Selon Scruby [114] les émissions acoustiques peuvent se classer en deux types : primaire et secondaire. Les émissions primaires sont liées au processus irréversible subissent (une résonance lors de leur propagation induisant ainsi les émissions acoustiques secondaires, donnant l'exemple de fissures, la création d'une fissure génère des ondes primaires, et sa propagation s'accompagne par la déformation de son voisinage, générant ainsi des ondes acoustiques secondaires [114] .

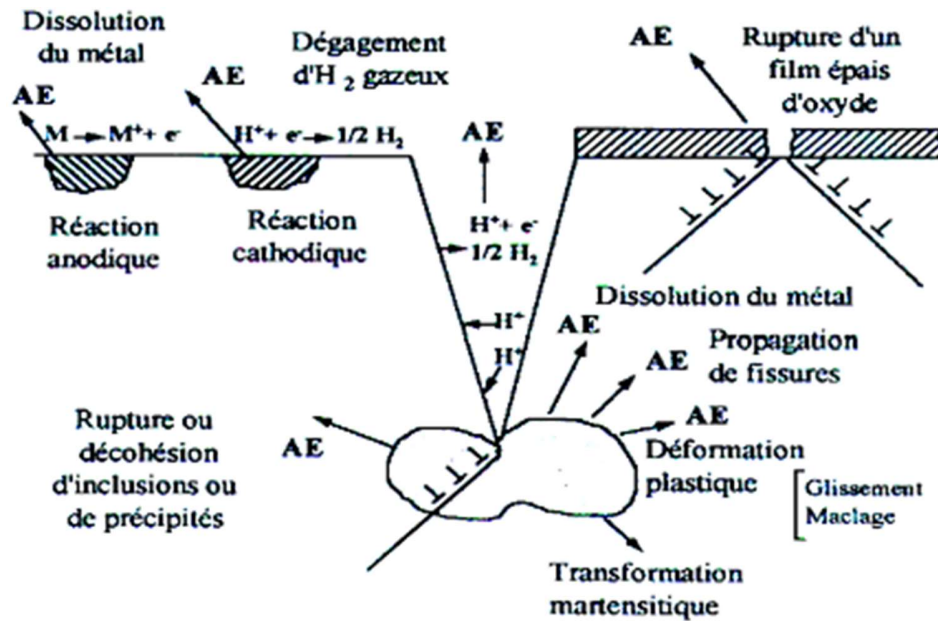


Figure 8: Les sources des émissions acoustiques dans la corrosion d'après yuyama[111], [118]

#### 1.5.1.4. Signal de l'onde acoustique

Le signal des ondes acoustiques (U(t)) acquis se diffère d'un type d'émission à un autre selon la source et les mécanismes générant cette émission il est donné par la formule [111]:

$$U(t) = S(t) * G(t) * C(t) * A(t)$$

Avec :

- S(t): le signal de la source
- G(t) : la fonction de green décrit l'effet de la propagation de l'onde acoustique dans le matériau
- C(t): dépend du type du capteur et de son effet sur le signal
- A(t): le système d'acquisition.

Un signal acoustique peut être sous la forme d'un signal continue ou bien discret (Figure 9) : Le signal continue décrit : des ondes d'amplitudes et de fréquences variables mais sans fin ou résultant de la superposition d'une grande quantité de signaux EA. Tandis que le signal Discret par salves (burst signal) : c'est-à-dire un événement unique se produisant dans le matériau ou ces signaux ont des points de début et de fin définis.

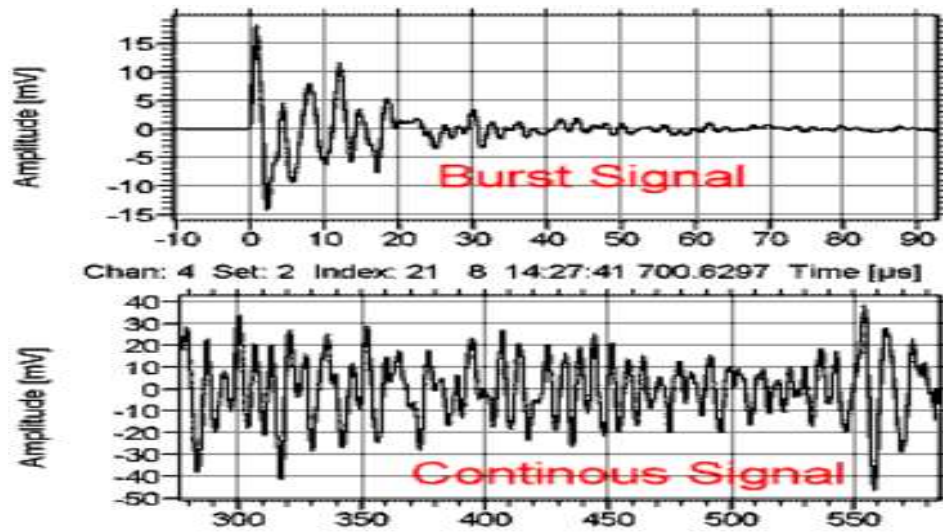


Figure 9: les types de signaux acoustiques

#### 1.5.1.5. Paramètres d'un signal acoustique

La Figure 10 montre la forme du signal acoustique, ainsi que ses paramètres généraux :

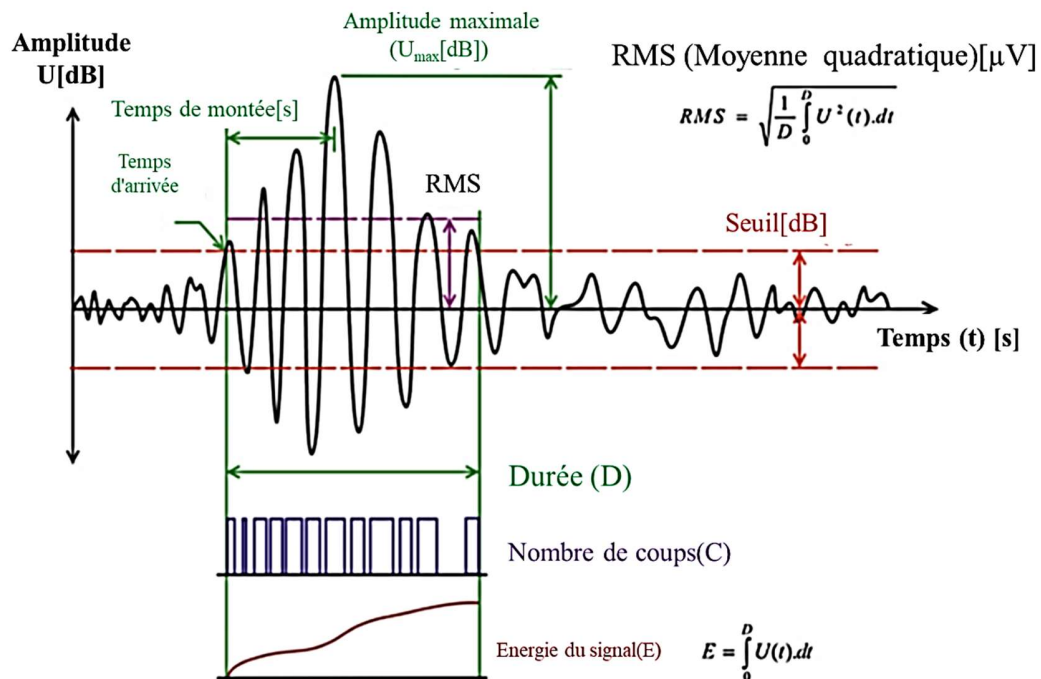


Figure 10: La forme générale et les paramètres utilisés pour l'analyse qualitative d'un signal d'émission acoustique

**a. Paramètres d'acquisition:**

- ***PDT (peak definition time) ou Fréquence de pique*** : caractéristique de fréquence signalée en kilohertz, qui est définie comme le point du spectre de puissance auquel la magnitude de crête est observée
- ***HDT (hit definition time)***: par exemple la durée, l'énergie et le nombre de coups de chaque salve.
- ***HLT (Hit Lockout Time)***: le temps mort qui suit l'acquisition de chaque salve, permettant l'enregistrement des données.
- ***Seuil (dB)***: est un paramètre crucial pour réaliser une acquisition exploitable de l'émission acoustique. Un ajustement approprié du seuil permet de filtrer les bruits parasites de l'environnement.

**b. Paramètres classiques:**

- ***Amplitude (dB)***: une tension de crête de la forme d'onde du signal.
- ***Énergie***: est définie comme l'énergie électrique dans un signal EA et est considérée comme l'énergie libérée par une source EA. L'énergie EA est l'intégrale de l'amplitude au carré ou absolue dans le temps de la durée du signal.
- ***RMS (root mean square)*** : La valeur effective est également appelée valeur quadratique moyenne: La valeur effective du signal EA représente le niveau d'énergie du signal EA et nous permet également d'évaluer le taux d'apparition de EA de la même manière que le taux de comptage EA, en particulier dans le cas de EA continue.
- ***Duration***: Le temps qui s'écoule entre le début et la fin d'un signal EA
- ***Temps de montée (Rise-Time)***: est l'intervalle de temps entre le premier franchissement de seuil et l'amplitude de crête
- ***Comptes (Counts)***: sont le nombre de fois qu'un signal d'émission acoustique dépasse une tension ou une amplitude de seuil prédéfinie (généralement au-dessus du niveau de bruit de fond) pendant un test.
- ***Fréquence moyenne*** : rapport entre le nombre de comptes et la durée de la salve.

#### **1.5.1.6. Enregistrement et traitement de signal**

Les approches de l'enregistrement et de l'analyse des signaux d'EA peuvent être divisées en deux groupes principaux : les techniques d'EA basées sur les paramètres (classiques) et celles basées sur les signaux (quantitatives) [119]. La raison pour laquelle il existe deux approches est liée aux développements rapides de la microélectronique. Auparavant, il n'était pas possible d'enregistrer et de stocker un grand nombre de formes d'onde (signaux) sur une période de temps suffisamment courte. Même si des progrès techniques importants ont été réalisés ces dernières années, il n'est toujours pas possible d'utiliser des techniques basées sur les signaux pour surveiller de grandes structures.

En outre, les coûts financiers relativement élevés et le temps nécessaire pour appliquer les techniques modernes basées sur les signaux expliquent pourquoi les techniques basées sur les paramètres restent populaires. Les écarts entre les deux approches sont de plus en plus réduits. Certains des dispositifs utilisés pour la technique EA classique sont désormais capables de stocker les formes d'onde des signaux EA détectés, même si ce n'est pas la fonction première de ces dispositifs.

L'idée est que les signaux sont complètement décrits par l'ensemble des paramètres, et que le stockage de cette quantité relativement faible de données de paramètres consomme moins de temps et d'espace de stockage que si des formes d'onde entières étaient.

L'objectif du traitement moderne des signaux EA est double : (1) discrimination entre les signaux EA apparaissant sur le fond de bruit et (2) identification de la source active parmi d'autres sources multiples possibles.

Le signal EA peut être représenté de différentes manières. La pratique la plus courante, qui est utilisée depuis le début de la méthode EA, consiste à réduire la forme d'onde EA à un ensemble de paramètres calculés dans le temps ou dans le domaine des fréquences. Selon la génération d'équipements et le schéma d'extraction des caractéristiques, l'ensemble des variables peut être plus ou moins large. Toutefois, il convient de souligner que nombre de ces variables, souvent définies de manière vague, ne fournissent que des informations très limitées, sur la source émettrice elle-même[119].

Alternativement à cette description "paramétrique", le signal EA peut être transformé dans un domaine fréquentiel en utilisant l'une des transformations classiques telles que la Transformation de Fourier Rapide (Fast Fourier Transform :FFT), Transformation de Fourier à court terme (Short-Time Fourier Transform : STFT), et méthode des ondelettes (ou wavelet transform), etc. La représentation fréquentielle ou temps-fréquence obtenue de la fonction de densité spectrale de puissance (DSP) peut être utilisée comme vecteur descriptif le traitement du signal[120]. Une analyse plus complète (et plus longue) des données est possible avec cette approche, mais généralement uniquement dans un environnement de post-traitement et non en temps réel[121].

### **1.5.2. Monitoring de la corrosion-abrasion par émission acoustique**

L'utilisation de la technique de l'émission acoustique dans la prédiction et la surveillance des dommages engendrés par l'abrasion et la corrosion peut contribuer à anticiper les défaillances, à prévenir les interruptions de production et à diminuer les coûts liés à ces phénomènes[112]. De plus, il est possible de surveiller les conduites et les installations enterrées ou éloignées à l'aide d'un unique capteur, ce qui permet de diminuer à la fois les coûts et la durée de l'inspection. Cette capacité est attribuable à son potentiel et à sa sensibilité accrue pour repérer précocement les signes de détérioration mécanique ou de dégradation globale des systèmes d'ingénierie[122], par opposition aux approches traditionnelles comme l'inspection visuelle et l'analyse des échantillons de perte de masse.

Généralement, l'évaluation acoustique examine un phénomène à l'aide d'ondes ultrasonores, que ce soit lors de son initiation ou de son développement. La surveillance et la prédiction de la corrosion s'appuient sur la théorie de la redistribution de l'énergie associée aux réactions chimiques de la corrosion métallique, ce qui engendre la libération d'ondes élastiques (émission acoustique). Par conséquent, tout processus de corrosion peut générer des émissions sonores. un phénomène ne peut être étudié par EA[114]. Lorsqu'il s'agit du phénomène d'abrasion, l'émission acoustique provient des chocs des particules contre la surface du métal.

En effet, selon les travaux de Hutchings[123] , lorsqu'il y a un impact , entre 1% et 5% de l'énergie cinétique des particules incidentes est convertie en énergie élastique transmise à la cible. Par ailleurs, il a été constaté que chaque particule obéit à une relation de proportionnalité entre l'énergie cinétique incidente ( $E_c$ ) et l'énergie élastique dissipée ( $W$ ) tel que  $W=k.E_c$ .

Par la suite, le travail de D.J. Buttle et C.B. Scruby [124] se penche sur l'étude des effets des particules abrasives sur les surfaces, en mettant l'accent sur la mesure de la dissipation de l'énergie cinétique des particules. Les expériences ont été réalisées en utilisant des particules de bronze et de verre de dimensions précises, ce qui a permis de quantifier les forces et les durées d'impact à diverses vitesses. Les résultats indiquent que la technique acoustique est capable d'estimer de manière précise la taille des particules, ce qui confirme son efficacité par rapport aux méthodes visuelles. De surcroît, leur étude pose les fondements théoriques permettant de distinguer les effets élastiques des effets provoquant une déformation plastique de la surface.

Par ailleurs, Certaines études antérieures ont cherché à appliquer cette technique dans le but de modéliser et de caractériser le taux de corrosion[125], [126]. Leurs résultats indiquent une élévation de l'activité EA en corrélation avec la vitesse de corrosion, atteignant un pic avant de commencer à décliner lorsque se forme une couche protectrice sur la surface de l'acier. De surcroît, l'évolution de l'hydrogène gazeux engendre la libération des signaux acoustiques émis pendant le processus de corrosion[127].

Les recherches effectuées par Oltra et al.[128], [129] ainsi que par Ferrer et al.[130] ont démontré de manière expérimentale la corrélation entre l'énergie cinétique des particules et l'énergie d'émission acoustique durant le processus d'abrasion. En recourant à des billes de verre de divers diamètres, à de l'acier inoxydable 316L et à une solution de sulfate de sodium (1 M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) à un pH de 7, dans un système d'impaction par jet (avec un angle d'impact de 90°) à une température de 25 °C, Oltra et al.[128] ont avancé que l'énergie d'émission acoustique, exprimée en valeur efficace(RMS), présente une relation de proportionnalité linéaire avec la racine carrée de l'énergie cinétique des particules en cours d'abrasion. Ils ont affirmé que l'usure mécanique, définie comme l'abrasion, en l'absence de corrosion, présente également une relation linéaire avec les paramètres d'EA après une heure d'exposition.

Ferrer et al. [173] ont mis en œuvre la technique d'émission acoustique associée aux mesures électrochimiques dans un système d'impact de jet afin d'examiner le phénomène d'abrasion - corrosion sur l'AISI 304 L en interaction avec un environnement corrosif constitué d'une solution de NaCl à 3 % en masse, acidifiée par l'ajout de HCl. L'érodant était constitué de particules de SiC avec une charge en masse variant de 1 à 8 % et une vitesse d'écoulement augmentant de 4 à 10

m/s. Une corrélation a été établie entre la variation de l'énergie acoustique et le potentiel de corrosion durant le test d'abrasion -corrosion.

Cette relation est illustrée par une augmentation brusque de l'énergie acoustique concomitante à une diminution du potentiel de corrosion lors de l'introduction de particules solides dans l'environnement. L'énergie acoustique ainsi que le potentiel de corrosion attestent de l'existence d'un flux d'énergie généré par les particules d'impact et d'une réaction de corrosion, respectivement, tout en indiquant un éclatement négligeable résultant des bulles.

Suite à la confirmation, ils ont employé le paramètre EA (RMS) afin de caractériser la perte de masse totale attribuable à l'abrasion pure, à la corrosion pure, ainsi qu'à leurs effets synergiques et à l'abrasion -corrosion. Ils ont constaté que la perte de masse totale résultant de l'ensemble des processus de dégradation (corrosion pure, abrasion pure et abrasion -corrosion) présente une augmentation linéaire en fonction de l'accroissement de l'activité EA, et ce, pour toutes les vitesses d'écoulement, les charges de particules et les angles d'impact analysés.

Ils ont aussi avancé que, à un faible taux d'abrasion, l'effet synergique tend à s'accroître avec l'augmentation de l'abrasion et est tributaire de l'angle d'impact. En revanche, à un taux d'abrasion élevé, cet effet synergique diminue, atteignant une valeur limite correspondant à 25 % de la perte de masse totale. Dans ce contexte, alors que le taux d'abrasion augmente de manière monotone, la perte de masse totale ainsi que l'effet synergique sont régies par le processus d'abrasion pure, indépendamment de l'angle d'impact.

Leurs résultats concordaient avec ceux de Oltra et al.[128] concernant la corrélation entre l'activité EA et les pertes de masse attribuables à l'abrasion pure, à la corrosion pure ainsi qu'à leur synergie. Néanmoins, ils ont observé que les dommages mécaniques et corrosifs peuvent être quantifiés à travers les événements cumulatifs de l'EA, bien qu'il soit difficile d'établir une corrélation claire avec les mesures réalisées lors d'impacts individuels.

Les travaux de Burstein et Sasaki [131], [132] réalisent des mesure des événements d'impact individuels, grâce à l'émission acoustique (EA), tout en permettant l'enregistrement simultané des transitions de courant électrochimique. Ils ont observé que chaque augmentation soudaine dans les variations de courant est corrélée à un événement d'émission acoustique (EA). Ces variations

soudaines du courant peuvent être associées à la rupture ou à l'élimination du film d'oxyde présent à la surface, causées par des particules abrasives individuelles.

La corrélation quantitative entre l'augmentation actuelle et le maximum de l'événement EA se renforce à mesure que l'angle d'impact diminue. La variation de courant résultant d'événements d'abrasion individuels démontre qu'en moyenne, l'augmentation du courant est plus significative et la durée de montée est plus étendue lors d'angles d'impact obliques, comparativement à ceux observés lors d'une incidence normale.

Les données relatives à la perte de masse révèlent que les valeurs maximales des taux d'abrasion et d'abrasion-corrosion se manifestent à des angles obliques variant entre 40° et 50°. De plus, il est observé que le taux d'abrasion-corrosion demeure systématiquement supérieur à celui de l'abrasion seule pour l'ensemble des angles analysés. Un synergisme positif est montré entre l'abrasion et la corrosion des aciers inoxydables dans une solution de chlorure, ce phénomène étant particulièrement accentué à des angles d'attaque plus obliques.

Parallèlement, les recherches menées par Ukpai et al [81], [126], [133] illustrent l'application des techniques d'émission acoustique (EA) pour surveiller l'usure, la corrosion induite par le CO<sub>2</sub>, ainsi que l'érosion-corrosion dans les matériaux des pipelines X65. Ces travaux mettent particulièrement l'accent sur l'interaction entre le dynamisme des particules, le comportement des matériaux et les conditions environnementales. Ils soulignent l'importance de l'émission acoustique en tant qu'outil de surveillance non destructif, ainsi que le rôle crucial de la dynamique des fluides computationnelle (DFC) dans l'interprétation des résultats obtenus. Se focalisent sur l'application de l'évaluation acoustique afin de caractériser les mécanismes d'usure lors du processus d'abrasion.

Les signaux d'EA ont été examinés afin d'identifier les phases de l'usure et de corréler les caractéristiques des signaux, telles que l'amplitude et l'énergie, avec des processus de dégradation spécifiques. Le dispositif expérimental était conçu pour moduler la vitesse des particules, la concentration des particules solides, ainsi que le type de solution, dans le but de simuler divers environnements érosifs. Les résultats ont révélé que des signaux d'émission acoustique étaient générés et mesurés lors des impacts de matériaux. L'énergie d'émission acoustique et les valeurs RMS augmentaient proportionnellement à l'énergie cinétique des impacts uniques, ainsi qu'à la vitesse d'écoulement ou à la concentration de sable lors des impacts multiples.

Les données obtenues par l'analyse des EA ont mis en évidence des variations en corrélation avec la gravité des dommages, où des signaux à basse fréquence sont associés à des dommages négligeables, tandis que des signaux à haute fréquence sont corrélés à la déformation plastique ou à la rupture du matériau. Le nombre d'événements EA a été employé pour identifier les impacts des particules et a été corrélé avec les prédictions théoriques.

Parallèlement, l'énergie EA a été associée à l'énergie d'impact des particules, telle que calculée par la dynamique des fluides computationnelle (DFC), révélant des relations exponentielles ou linéaires en fonction de la charge des abrasives. Un événement d'émission acoustique critique a été identifié comme un seuil de perte de masse significative, ce qui confère à l'EA un rôle essentiel en tant qu'outil de surveillance en temps réel et de prévision des dommages causés par l'abrasion et la corrosion au sein des pipelines.

L'étude menée par Droubi et al. [134]–[136] examine l'application de l'énergie d'émission acoustique (EA) en tant qu'indicateur diagnostique pour évaluer les effets des particules abrasives et de l'usure érosive sur l'acier au carbone dans des conditions d'écoulement de boue. Les recherches établissent une corrélation significative entre les signaux d'EA et les paramètres d'impact essentiels, tels que la vitesse, la taille et la concentration des particules.

La mise en place de modèles de distribution statistique, comme les distributions log-normales, permet d'améliorer l'interprétabilité et la prédictibilité des données d'EA, ce qui facilite une évaluation précise des schémas d'usure et des mécanismes d'extinction. Malgré les défis posés par le chevauchement des signaux et le bruit présents dans les systèmes de boues, l'étalonnage rigoureux et les plans d'expérience spécifiques ont mis en évidence le potentiel de l'EA pour la surveillance en temps réel.

## **I.6. Conclusion**

Le phénomène de corrosion-abrasion est présent dans de nombreuses unités industrielles, en particulier dans l'industrie phosphorique. C'est dans ce contexte que s'inscrit l'utilité de cette thèse, qui a pour objectif d'étudier ce phénomène afin de le quantifier, de mettre en place un suivi et d'identifier ses mécanismes d'action, en recourant à la technique de contrôle non destructif par émission acoustique. L'objectif consiste à analyser en profondeur les réponses électrochimiques

de chacun de ces deux phénomènes, ainsi que leur synergie, en s'appuyant sur leurs réponses électrochimiques relatives à l'alliage 904L dans un environnement phosphorique polluée.

Dans ce premier chapitre, nous avons souligné les phénomènes de corrosion et d'abrasion , ainsi que les facteurs qui interviennent dans chacun de ces processus. Il convient de préciser le type d'électrolyte, le matériau, ainsi que les conditions relatives au type d'écoulement et de contact. Cette étude propose une synthèse des connaissances relatives à la fabrication de l'acide phosphorique, ainsi qu'une analyse des matériaux inoxydables utilisés dans ce domaine. En exposant les propriétés d'agressivité chimique et mécanique de l'acide phosphorique. De plus, il convient d'examiner la synergie et les antagonismes entre la corrosion et l'abrasion.

Enfin, cette étude propose une introduction à la technique des émissions acoustiques ainsi qu'à ses différents aspects, notamment en ce qui concerne sa définition, ses caractéristiques, ses paramètres et le traitement des signaux acoustiques. Cela sera suivi d'une revue des applications de cette méthode de contrôle non destructif dans l'analyse de la corrosion et de l'abrasion.

Dans ce contexte, l'évolution dynamique de l'abrasion-corrosion de l'acier inoxydable austénitique 904L a été observée dans un environnement d'acide phosphorique, sous des conditions d'abrasion-corrosion, en recourant à la méthode de l'EA.

## **CHAPITRE II :**

### **Méthodes et techniques expérimentales**

Ce chapitre vise à exposer les différentes méthodes et conditions expérimentales appliquées dans l'ensemble de nos essais, ainsi que les techniques d'analyse de surface utilisées.

## **II.1. Dispositif et conditions expérimentales**

### **II.1.1. Dispositif**

Les expériences de corrosion-abrasion ont été menées en laboratoire en utilisant le dispositif expérimental illustré de manière schématique sur la Figure 11. Ce dispositif est principalement constitué d'une pompe péristaltique pour assurer la circulation du fluide. D'une cellule d'essai et de conduites en plastique PVC les reliant. La pompe péristaltique permet de maintenir la vitesse d'écoulement du fluide constant à la valeur 6,4 L/min.

La cellule d'essai en verre Pyrex est équipée de plusieurs ouvertures et d'un couvercle spécifique. Une ouverture latérale est prévue pour insérer le porte-échantillon (Figure 11), tandis que l'autre ouverture latérale permet l'introduction de la buse d'éjection du fluide en face de l'échantillon. Le couvercle a été spécifiquement conçu pour effectuer les tests et pour faciliter l'introduction des particules et pour accueillir les électrodes nécessaires aux mesures électrochimiques telles que l'électrode de référence est de type Calomel saturé  $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{KCl}$  Radiometer type XR100 et la contre-électrode est en Platine disposée parallèlement à l'échantillon dont la surface est de  $1\text{ cm}^2$  qui sont reliées au potentiostat/galvanostat (OrigaFlex - OGF01A ), contrôlés avec le logiciel OrigaMaster.

La géométrie de la cellule a été soigneusement étudiée afin d'éviter l'accumulation des particules. De plus, la cellule est équipée d'une double paroi avec circulation d'eau pour maintenir une température constante pendant les expériences. La boucle d'essai est isolée des vibrations extérieures potentielles grâce à des supports de fixation et des amortisseurs de vibration.

La Figure 12 montre en détail le porte échantillon dans lequel on a : l'échantillon, le guide d'onde qui est un cylindre métallique plein assurant le contacte électrique et permet la propagation des émissions acoustiques de leurs sources vers le capteur acoustique qui est de type céramique piézoélectrique bande passante  $\mu\text{R}80$ . L'ensemble du montage permet de coupler le suivie in-situ de la réponse électrochimique par émission acoustique.

L'acquisition d'émission acoustiques est effectuée au moyen d'un appareil Physical Acoustics-MISTRAS de référence 1283 USB AE Node (carte enfichable à un seul canal, résolution de 18 bits, fréquence d'échantillonnage max. 40 MSa.s<sup>-1</sup>, Physique Acoustics, USA). Le système est contrôlé par le logiciel AEwin de Physical Acoustics, reconnu pour son efficacité dans l'analyse des données en temps réel.

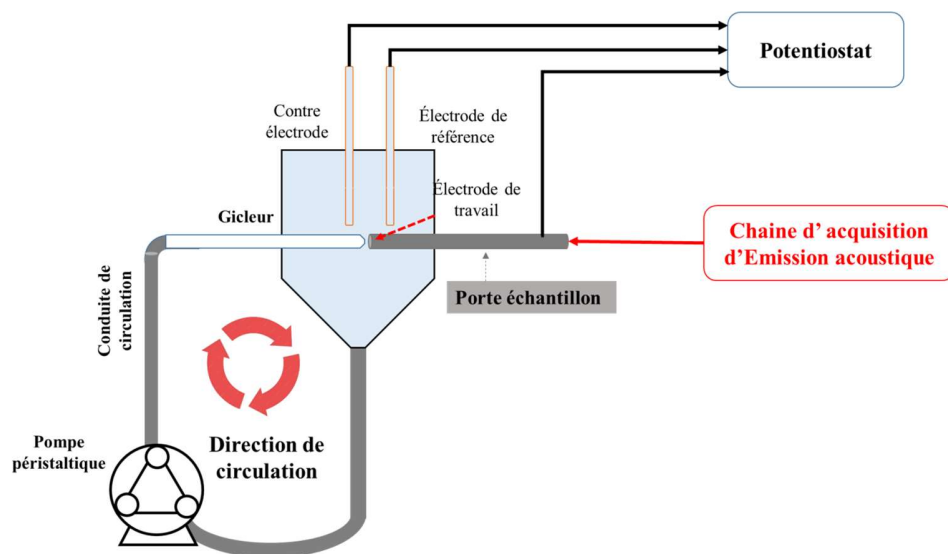


Figure 11: Montage expérimentale pour les tests de corrosion-abrasion

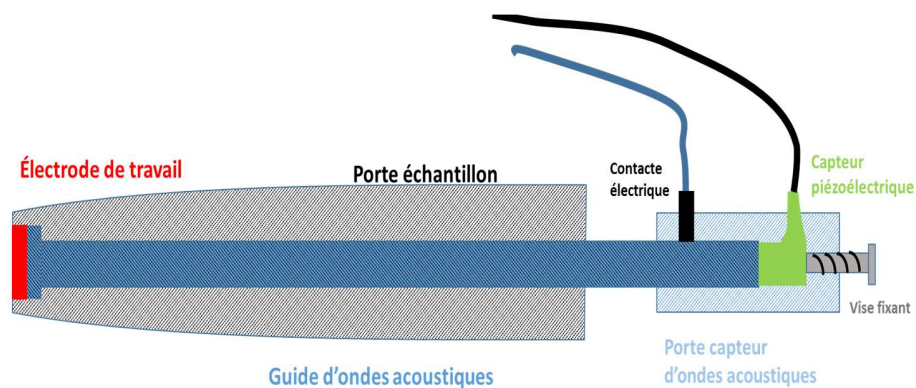


Figure 12: Porte échantillon et capteur d'onde acoustique.

## II.1.2. Matériau

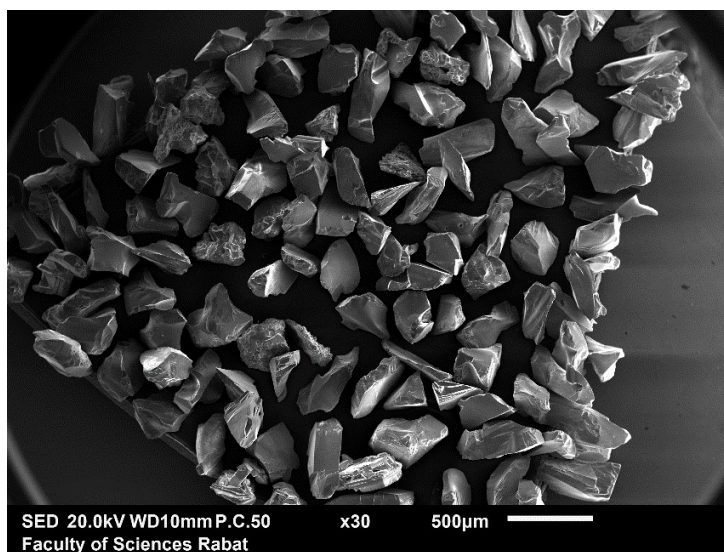
Le Tableau 4 présente la composition chimique de l'acier inoxydable austénitique utilisé dans cette étude UNS08904 connu sous le nom de 904L également sous le nom d'Uranus B6 de forme cylindrique avec une surface de  $0,64 \text{ cm}^2$  exposée à l'électrolyte. Avant les essais, le spécimen a été abrasé avec une série de papiers de grain SiC (180 à 1500).

*Tableau 4. Composition chimique de l'alliage 904L.*

| Eléments | Fe  | Cr    | Ni    | Mo   | Cu   | Mn   | C    | Si   | P    | S    | W    |
|----------|-----|-------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Masse %  | Bal | 20,77 | 25,09 | 4,37 | 1,50 | 1,84 | 0,01 | 0,15 | 0,03 | 0,01 | 0,13 |

### II.1.3. Milieu électrolytique

La solution électrolytique est composée de 40% d'acide phosphorique polluée par 4 %  $H_2SO_4$  et 0,42 % KCl (0,2 %  $Cl^-$ ) et des particules abrasives inerte de type SiC de granulométrie  $210 \mu\text{m}$  (Figure 13) avec différentes concentrations de 6 g/L ; 12g/L; 24g/L; et 30g/L.



*Figure 13. Morphologie des particules solides.*

## II.2. Mesures électrochimiques

Le processus de corrosion des métaux et des alliages se caractérise par un système électrochimique complexe. De nombreux mécanismes prennent place à l'interface entre le métal et la solution. De nombreux paramètres caractérisent l'état thermodynamique et

cinétique. On utilise des méthodes électrochimiques comme outil de décryptage et de résolution de ce système. Parmi lesquelles l'évaluation du potentiel à circuit ouvert ou bien le potentiel libre, le suivie de l'intensité de courant au cours de temps aussi l'étude de la spectroscopie de l'impédance électrochimique (SIE) et enfin l'étude des courbe de polarisation dynamique de potentiel (PDP)

### **II.2.1. Mesure de potentiel à circuit ouvert: potentiel de corrosion**

Le potentiel à circuit ouvert, également appelé potentiel de corrosion, potentiel libre ou potentiel mixte, représente le potentiel électrique en l'absence de courant dans un circuit non fermé. Le potentiel de corrosion, quant à lui, correspond au seuil à partir duquel la corrosion débute, reflétant ainsi la susceptibilité d'un matériau à la corrosion. Cette technique est considérée comme non destructive car elle n'implique pas de circulation de courant. Elle est fréquemment employée pour évaluer le potentiel du system libre ou bien en repos, ce qui constitue une étape fondamentale pour d'autres investigations.

Cette méthode enregistre uniquement le potentiel libre entre l'électrode de référence et l'électrode de travail, sans nécessairement garantir l'équilibre du système chimique. En tant que mesure thermodynamique, elle se distingue par son caractère entièrement électrolytique. Elle est concevable que les chercheurs soient intéressés par la stabilité de leurs réactions électrochimiques. En outre, l'observation du potentiel à circuit ouvert est une méthode qui peut fournir des informations sur cette question. Cette approche suggère que le système peut être stable, ou du moins suffisamment stable du point de vue thermodynamique, si le potentiel reste constant pendant une durée prolongée (minutes). Bien que la mesure de ce potentiel puisse être facile à réaliser avec un potentiostat, elle reste bénéfique.

En pratique, la contre-électrode est soit déconnectée, soit placée dans une résistance à très haute impédance afin de restreindre le flux de courant et le potentiel mesuré correspond à la différence entre les potentiels de l'électrode de travail et de l'électrode de référence. Le suivi de ce potentiel est essentiel pour la surveillance des phénomènes de corrosion et le meilleur moment pour effectuer des tests électrochimiques est lorsqu'il est stable au fil du temps. Par conséquent, il est donc indispensable de le mesurer avant de procéder à des tests électrochimiques.

Il peut être employé pour l'analyse de divers aspects tels que les couche barrière, les revêtements sacrificiels, les revêtements auto-régénérés, ainsi que les environnements corrosifs contenant des inhibiteurs de corrosion cathodiques, anodiques ou mixtes. Par exemple, pour un métal ou alliage passivable, lorsque l'allure du potentiel à circuit ouvert augmente au cours du temps indique que le matériau est passivé et les agents corrosifs ne parviennent pas à traverser l'interface entre la couche passive/métal. Inversement lorsque l'évolution du potentiel à circuit ouvert a diminué montre que le métal a un caractère actif et que les agents corrosifs présents dans l'environnement parviennent à traverser l'interface entre la couche passive/métal. Enfin, il reste à noter que le potentiel obtenu à l'équilibre électrochimique des réactions anodiques et cathodiques, est appelé potentiel d'équilibre.

### **II.2.2. Méthode stationnaire : polarisation potentio-dynamique (PDP)**

L'analyse des courbes de polarisation à l'interface entre un métal et une solution permet d'obtenir des informations sur les paramètres thermodynamiques et cinétiques. Cette technique est extrêmement efficace pour comprendre les mécanismes réactionnels. Elle est utilisée dans des conditions proches de l'équilibre, et les paramètres varient en fonction du système étudié.

Pour tracer ces courbes, nous utilisons un potentiostat pour balayer le potentiel entre l'électrode de travail et une électrode de référence sur une plage de valeurs spécifiques. Ensuite, nous mesurons la densité de courant entre l'électrode de travail et une contre-électrode en fonction du potentiel appliqué.

Ces courbes permettent de déterminer les paramètres électrochimiques caractérisant un système métal/solution, tels que le potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ), la densité de courant de corrosion ( $i_{corr}$ ), la résistance de polarisation ( $R_p$ ), la densité de courant critique ( $i_{crit}$ ), la densité de courant de passivité ( $i_p$ ), ainsi que les potentiels de passivation ( $E_p$ ), de piqûration ( $E_{pit}$ ), et de transpassivité ( $E_{tr}$ ) (Figure 14).

Sur le plan expérimental, nous traçons une courbe semi-logarithmique de la densité de courant en fonction du potentiel appliqué Figure 14. Chaque variation observée sur ces courbes reflète les différentes réactions électrochimiques. Les réactions d'activation suivent une relation linéaire entre le potentiel et le logarithme de la densité de courant.

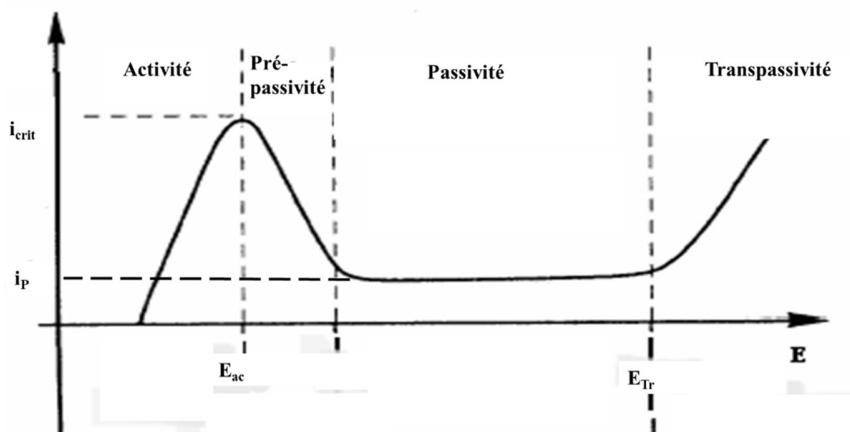


Figure 14. Exemple de courbe de polarisation potentio-dynamique.

### II.2.3. Méthode non stationnaire : Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

La spectroscopie d'impédance électrochimique est une méthode dynamique qui fournit des informations sur les étapes élémentaires du processus électrochimique global. La technique SIE (spectroscopie d'impédance électrochimique) est effectuée en appliquant des variations de tension de faible amplitude sur une plage de fréquence.

Elle implique l'application d'une perturbation potentielle sinusoïdale de faible amplitude sur l'échantillon à un certain nombre de fréquences discrètes ( $\omega$ ). La forme d'onde de courant résultante à chaque fréquence appliquée affichera une réponse sinusoïdale déphasée par rapport au potentiel appliqué, ce qui donnera des valeurs de résistance et de capacité qui peuvent donner des informations sur le comportement et les taux de corrosion, ainsi qu'une idée sur les mécanismes de corrosion à l'interface matériau-électrolyte (notamment en présence d'un film adsorbé ou d'un revêtement de matériau).

L'amplitude de la tension appliquée peut aller de 5 à 20 mV centrée sur le potentiel (libre ou imposé) avec des fréquences résultantes pour les mesures d'impédance de 100 kilohertz à quelques milli-hertz. L'impédance est ensuite calculée en divisant le potentiel par le courant en utilisant une arithmétique complexe afin de maintenir les informations de phase.

La mesure de l'impédance est possible car une double couche électrique (une séparation de charge entre la surface métallique et la solution) peut avoir des propriétés électriques similaires à celles

d'un simple circuit électrique composé de résistances et d'un condensateur comme illustré Figure 15.

L'impédance est un terme utilisé pour décrire la résistance au flux d'électrons dans les circuits à courant alternatif avec condensateurs et inductances. Une réactance capacitive double couche électrique ( $C_{dl}$ ) est similaire à la capacité du condensateur, qui est déterminée par le type de métal avec sa composition d'électrolyte associée. La résistance au transfert de charge ( $R_{ct}$ ) est similaire à la résistance à la corrosion, qui résiste au transfert d'électrons en excès vers des espèces électrochimiquement actives tandis que  $R_s$  est la résistance de la solution.

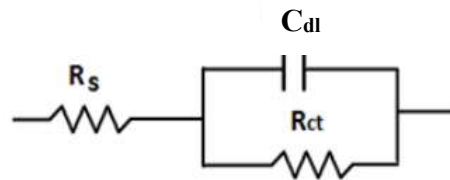


Figure 15: circuit simple d'impédance électrochimique.

Un condensateur ou une inductance prend du temps pour atteindre une charge complète, c'est-à-dire une relaxation, et cette période de charge présente un décalage entre les courbes d'amplitude de courant et de tension, comme le montre Figure 16. Ce décalage (ou angle de phase) et son amplitude sont différents pour chaque fréquence de tension de polarisation et ont tendance à être tracés comme des quantités positives pour les données SIE indépendamment du fait que leurs valeurs sont négatives.

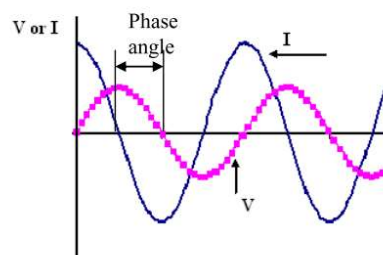


Figure 16: voltage du potentiel et la réponse du courant.

A un instant  $t$ , le potentiel de l'électrode est exprimé en fonction de sa composante stationnaire  $V_0$  et d'un terme sinusoïdal

$$V(t) = V_0 + \sin(\omega t)$$

Où  $\omega t$  décrit la pulsation du signal (reliée à la fréquence par  $\omega = 2\pi f$ ) et  $\Delta V$  son amplitude.

La perturbation sinusoïdale du potentiel induit un courant sinusoïdal, superposé au courant stationnaire et déphasé d'un angle  $\phi$ . Sa valeur est donc donnée par :

$$I(t) = I_0 + |\Delta I| \sin(\omega t - \phi)$$

Le comportement dynamique se réduit à l'analyse du rapport perturbation-réponse. Ainsi, l'impédance  $Z$  peut être définie comme un nombre complexe :

$$Z(\omega) = \frac{V(t)}{I(t)} = \frac{|\Delta V|}{|\Delta I|} (\cos \phi + j \sin(\phi)) = |Z| \exp(j\phi)$$

$$Z(\omega) = Z_{Re} + j Z_{im}$$

Avec

$$|Z| = \sqrt{Z_{Re}^2 + Z_{im}^2} \quad \text{et} \quad \tan \phi = \frac{Z_{im}}{Z_{Re}}$$

La représentation graphique d'une impédance  $Z(\omega) = Z_{Re} + j Z_{im}$  sur le plan complexe pour diverses fréquences est connue sous le nom de diagramme de Nyquist (Figure 17). Celui-ci consiste à tracer la partie imaginaire de l'impédance ( $-Z_{im}$ ) en fonction de sa partie réelle ( $Z_{Re}$ ). La fréquence n'est représentée que de manière indirecte dans ce diagramme. L'aspect de la courbe permet de reconnaître différentes étapes élémentaires du processus de corrosion, ainsi que d'évaluer le niveau de dégradation d'un matériau métallique dans son environnement.

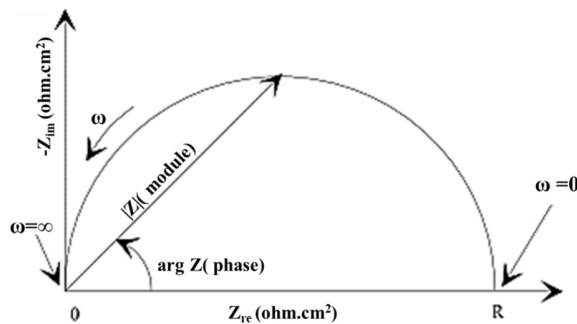


Figure 17. représentation de Nyquist

En revanche, le diagramme de Bode présente le logarithme du module et l'angle de déphasage de l'impédance en fonction du logarithme de la fréquence (Figure 18). L'analyse de l'impédance électrochimique en fonction de la fréquence permet de distinguer les différents phénomènes élémentaires en fonction de leur fréquence caractéristique.

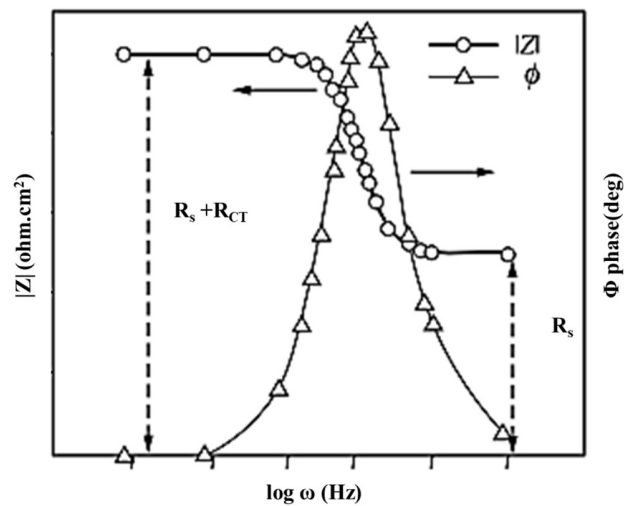


Figure 18. Représentation de Bode

Généralement, plusieurs circuits électriques peuvent générer le comportement observé. Afin d'obtenir une interprétation précise d'un système électrochimique et de le modéliser en fonction du système physique réel, il est essentiel de s'appuyer sur une compréhension préalable du comportement attendu. La corrélation entre le mécanisme électrochimique et le modèle électrique est proposée comme un moyen de représenter les phénomènes de corrosion pouvant se produire à l'interface métal/solution, notamment le transfert de charges, la diffusion et l'adsorption. Au cours de cette étude, le circuit utilisé correspond à celui représenté dans la Figure 19.

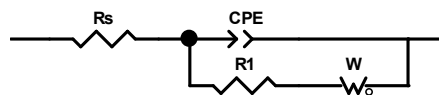


Figure 19. Circuit électrique équivalent de la surface de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique pollué, avec et sans particules solides.

### II.3. Techniques de caractérisation

#### II.3.1 Microscopie électronique à balayage et spectroscopie à dispersion d'énergie

Le fonctionnement de la microscopie électronique à balayage repose sur l'utilisation des signaux produits par les interactions entre les électrons primaires à haute énergie et le matériau étudié. Un faisceau d'électrons à énergie  $E_0$ , émis par un canon thermo-ionique (avec un filament de tungstène), frappe la surface du matériau cible. Sous l'impact de ces électrons, le matériau émet différents types de signaux. En synchronisant la détection du balayage du faisceau avec les électrons émis par le matériau, on peut reconstituer un signal visible sur un écran vidéo (Figure 20).

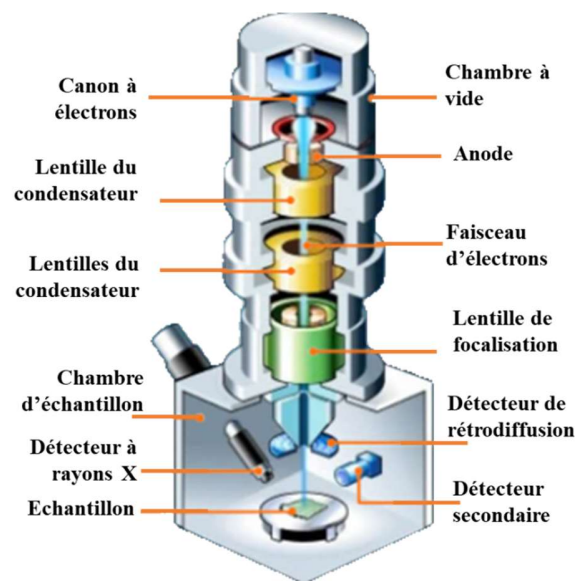


Figure 20. Schéma du fonctionnement du MEB équipé d'un détecteur de rayons X

Le contraste des images obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) est basé sur l'émission d'électrons. Pour un matériau conducteur, les zones claires sur l'image indiquent des régions à forte émission d'électrons, tandis que les zones sombres correspondent à des régions à faible émission. Dans le cas des images en électrons secondaires, une forte émission d'électrons peut résulter d'un relief prononcé (contraste topographique), d'un nombre atomique moyen élevé (contraste chimique) ou d'un effet de conduction électronique (contraste de charge). Pour les images en électrons rétrodiffusés, le contraste est principalement d'origine chimique.

Pour l'analyse par rayons X sur MEB, on collecte et classe les rayons X générés par les interactions entre l'échantillon et les électrons primaires incidents. Ces rayons sont détectés, puis un signal proportionnel à l'énergie du photon X incident est émis. Ce signal est amplifié et ajouté au spectre X via un système d'analyse multicanal.

Le spectre d'énergie X se présente sous forme d'un histogramme avec l'énergie en abscisse et le nombre d'impulsions détectées par canal d'énergie en ordonnée. Plusieurs pics caractéristiques apparaissent, correspondant aux éléments chimiques présents dans l'échantillon. Le JEOL JSM-IT100, utilisé pour cette analyse, permet l'identification des éléments par dispersion d'énergie des rayons X. Les électrons sont accélérés par une tension de 20 kV, offrant une résolution de 3 nm et des grossissements allant de x6 à x106. Un système d'analyse des signaux X émis par le matériau est également intégré.

### **II.3.2. Diffraction des rayons X**

La technique de diffraction des rayons X (DRX) a été employée pour examiner la structure des cristaux formés à la surface du matériau étudié. Tout corps cristallisé, comme les minéraux et les métaux, peut être analysé par DRX. Grâce à son faible coefficient d'absorption, les rayons X pénètrent profondément dans la matière. Lorsque des rayons X sont dirigés vers un plan réticulaire d'un cristal, la radiation incidente, ayant une intensité très faible, est partiellement réfléchi sur le plan atomique "d" selon un angle d'incidence " $\theta$ " (voir Figure 21).

Ce phénomène est dû aux interférences entre les radiations réfléchies par les plans parallèles. Pour que les ondes réfléchies soient en phase en atteignant le détecteur, les différents trajets parcourus par la radiation doivent être égaux à un nombre entier  $n$  de longueurs d'onde  $\lambda$ . Ainsi, le faisceau de rayons X est diffracté sur un réseau de plans cristallins selon la loi de Bragg :  $n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$

Dans notre étude, les mesures de DRX ont été effectuées avec un diffractomètre Shimadzu 6100, où le rayonnement X est généré par un tube en cuivre anticathode ayant une longueur d'onde de 1,541838 Å. Les intensités des raies de diffraction sont mesurées à l'aide d'un compteur monochromateur CM-4121 et d'un dispositif de fixation de film mince THA-1101. Les échantillons ont été balayés à une vitesse de 2 degrés par minute entre 40 et 120° (2 $\theta$ ) sous des conditions de 40 kV pour la tension du tube et de 30 mA pour le courant.

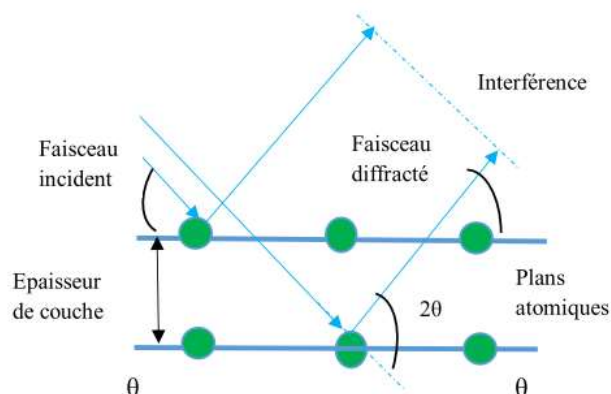


Figure 21. Loi de Bragg donnant les directions où les interfaces sont constructives.

### II.3.3. Spectroscopie UV-Visible-IRP

La spectroscopie repose principalement sur l'absorption d'énergie lumineuse par une substance. La spectroscopie dans les régions ultraviolette (UV), visible (Vis) et infrarouge proche (IRP) du spectre électromagnétique est souvent appelée spectroscopie électronique, car elle implique le transfert des électrons vers des orbitales atomiques ou moléculaires de haute énergie lorsque le matériau est exposé à la lumière.

Cet instrument utilise généralement une ou deux sources lumineuses et un monochromateur pour balayer le spectre à des intervalles définis. La relation entre l'énergie absorbée lors d'une transition électronique et la fréquence ( $\nu$ ), la longueur d'onde ( $\lambda$ ) et le nombre d'onde ( $\bar{\nu}$ ) du rayonnement impliqué est donnée par l'équation suivante :

$$\Delta E = h\nu = h \frac{c}{\lambda} = h\bar{\nu}c$$

Où «  $h$  » représente la constante de Planck, «  $c$  » la vitesse de la lumière, et «  $\Delta E$  » l'énergie absorbée lors de la transition électronique d'un état fondamental (énergie plus basse) à un état excité (énergie plus haute).

L'effet des conditions hydrodynamiques sur les produits de corrosion formés sur la surface du matériau dans l'acide phosphorique brut a été étudié à l'aide de la spectroscopie UV-Vis-IRP. La zone d'étude s'étend de 200 à 1000 nm. La spectroscopie UV-Vis-IRP a été utilisée pour examiner les propriétés chimiques de la surface à l'aide d'un spectrophotomètre Jasco V-670 équipé d'une

sphère d'intégration de 150 mm modèle ILN-925 (Figure 22), couvrant des longueurs d'onde entre 190 et 2700 nm.

Cette technique permet de détecter les transitions électroniques des atomes de métal dans la surface du matériau. Les régions spectrales étudiées sont : le proche infrarouge entre 780 et 1000 nm, le visible entre 380 et 780 nm, et l'UV entre 200 et 380 nm. Les spectres sont analysés en fonction de la dérivée seconde de la courbe d'absorbance.

Tous les essais ont été effectués dans notre Laboratoire Matériaux, Nanotechnologies et Environnement de la Faculté des Sciences à Rabat.

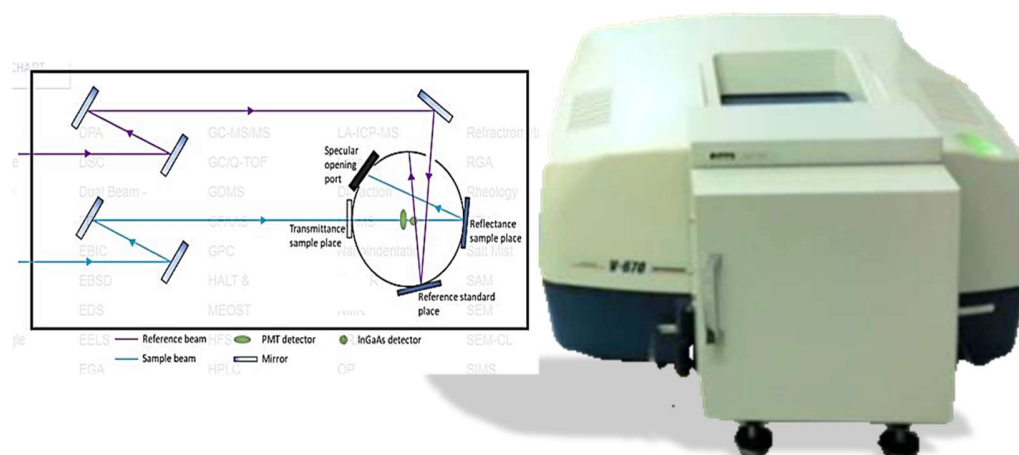


Figure 22. Spectrophotomètre UV-Vis-NIR (modèle Jasco V670) et Conception optique de la sphère d'intégration de 150 mm..

**CHAPITRE III :**  
**Comportement de l'acier inoxydable 904L face à la  
corrosion-abrasion dans l'acide phosphorique pollué**

### III.1. Introduction

La fabrication par voie humide de l'acide phosphorique fait appel à une grande variété de matériaux qui soutiennent l'ensemble des conditions d'interaction. Ensuite, le matériau en question doit avoir une bonne résistance de manière à réduire les frais d'entretien globaux.

Normalement, l'acide phosphorique est produit par l'attaque de roches phosphoriques par de l'acide sulfurique ou de l'acide chlorure dans des conditions thermiques spécifiques [2]. Pour cela, les aciers inoxydables austénitiques 904L sont utilisés comme matériaux de conception tels que les agitateurs à hélice, les pompes centrifuges et les bacs de filtration, en raison de leur aptitude spontanée à créer une couche passive protectrice à leur surface[2], [5], [6]. Mais les équipements fonctionnant dans des conditions hydrodynamiques sont soumis à des phénomènes fréquents tels que la corrosion et l'abrasion [5], [21], [132], [137]–[142].

La complexité des phénomènes de corrosion-abrasion est liée à la diversité des paramètres[6, 13–21] qui sont liés :

- L'environnement : pH, composition chimique, température, rhéologie de la solution corrosive....
- Les particules abrasives : forme, taille, dureté, concentration...
- La caractéristique du matériau : composition chimique, rugosité, morphologie de surface....
- Les conditions hydrodynamiques : angle d'impact, débit, type d'écoulement....

La corrosion-abrasion de l'acier inoxydable dans l'acide phosphorique a été largement étudiée. L'impact de l'abrasion sur la passivation des matériaux a fait l'objet d'un nombre considérable de recherches. Ils suggèrent que la présence d'abrasion détériore la protection de l'acier inoxydable contre la corrosion et influence la vitesse de formation du film passif qui conduit à son autoréparation délicate [104], [129], [150].

De nombreuses recherches ont montré que la présence d'impuretés chimiques et de particules fluides peut renforcer l'impact de l'abrasion par un effet synergique[151], [152]. Pour cela, de nombreux travaux suggèrent que la perte de matière est due aux mécanismes électrochimiques plus l'impact mécanique de l'abrasion et l'effet synergique des deux phénomènes [101], [110],

[151]. Néanmoins, l'acier inoxydable 904L dans un environnement d'acide phosphorique, contenant des impuretés qui favorisent la corrosion, doit encore être étudié pour comprendre son comportement dans des conditions de corrosion-abrasion.

Tout d'abord, dans ce chapitre, l'impact de la concentration des particules de fluide sur les paramètres électrochimiques de l'acier inoxydable 904L est évalué. Ensuite, une étude gravimétrique est réalisée pour s'assurer que l'effet synergique de la corrosion et de l'abrasion est approché, et enfin, la caractérisation de la surface à l'aide de différentes techniques est réalisée avec et sans abrasion.

## III.2. Mesures électrochimiques

### III.2.1. Chrono- potentiométrie

La Figure 23 résume les résultats de la chrono-potentiométrie qui élucident la variation du potentiel de corrosion en fonction du temps de l'acier inoxydable dans de l'acide phosphorique à 40 % en poids pollué par des ions,  $Cl^-$ ,  $SO_4^{2-}$  ions en présence de différentes concentrations de particules solides.

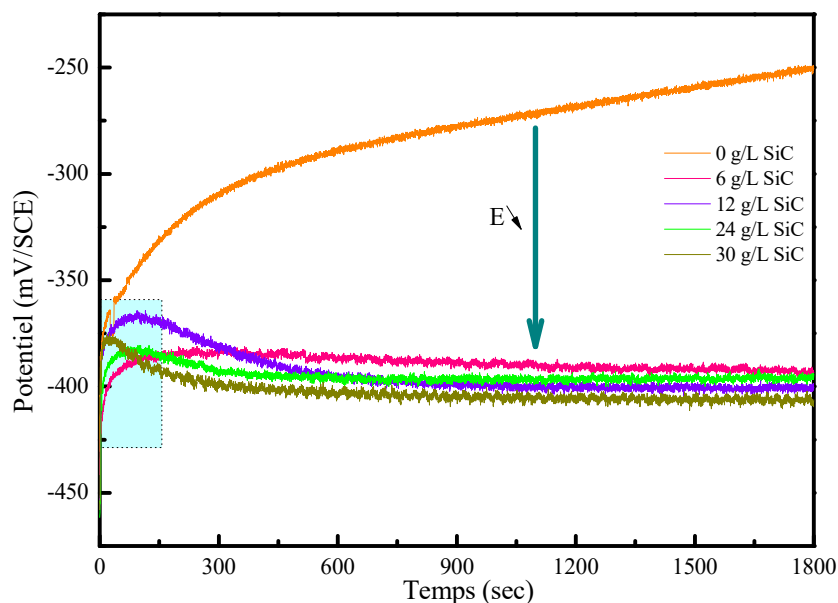


Figure 23. Variation de potentiels de corrosion de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique 40% pollué avec différents pourcentages des particules abrasives.

En absence de particules solides, on constate que le potentiel passe à un état passif pendant les 400 premières secondes d'immersion. Néanmoins, en présence de particules solides, avec une concentration de 6 g/L, 12 g/L, 24 g/L, et 30 g/L nous constatons que le potentiel de corrosion augmente au cours des 60 premières secondes d'immersion et qu'il diminue ensuite pour atteindre des valeurs constantes. Ce qui peut laisser supposer que l'alliage forme une couche passive instable qui est distraite dans ces conditions agressives et la formation d'une autre couche stable [153], [154]. En outre, après le début de l'essai, la valeur des potentiels de corrosion se stabilise rapidement. De plus, la diminution du potentiel de corrosion vers un potentiel moins noble reste stable au cours du temps, suggérant que la capacité à former une couche passive devient plus difficile.

Au contraire, en absence de particules solides, le potentiel de corrosion s'ennoblit avec le temps, ce qui confirme que l'acier inoxydable (904L) forme spontanément une couche passive à la surface, empêchant l'alliage d'entrer en contact avec les substances corrosives, en raison de la présence d'un pourcentage important de chrome et de nickel dans la composition du métal[155]. On peut en conclure que, sous l'effet de la corrosion-abrasion, la passivité de l'acier inoxydable se transforme en une couche moins stable et a une influence néfaste sur la détérioration de la passivité en milieu phosphorique.

### **III.2.2. Courbes de polarisation**

La Figure 24 illustre les courbes de polarisation de l'acier inoxydable dans de l'acide phosphorique pollué à 40% en présence de différentes concentrations de particules solides. Les courbes révèlent que l'alliage établit une large plage de passivation à la fois pour la corrosion et la corrosion-abrasion. En outre, aucun pic d'activation n'a été observé à toutes les concentrations, ce qui confirme que l'alliage forme spontanément la couche passive. L'ajout de particules solides modifie considérablement la densité de courant et le potentiel de corrosion de l'alliage. Le Tableau 5 résume les paramètres électrochimiques des courbes de polarisation.

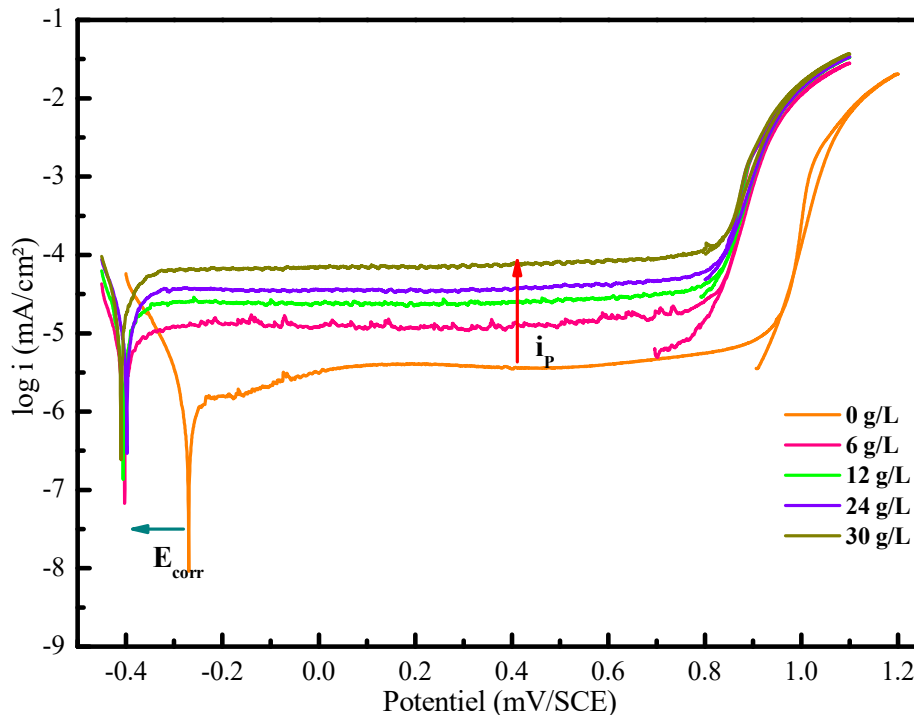


Figure 24. Les courbes de polarisation de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique pollué en présence de différents pourcentages des particules abrasives.

Avec l'ajout de particules solides, le potentiel de corrosion passe à une valeur moins noble de -267 mV/SCE à -419 mV/SCE, en outre, le potentiel transpassif diminue de 992,58 mV/SCE à 818 mV/SCE. De plus, l'ajout de particules solides augmente la densité de courant à des valeurs plus élevées, ce qui multiplie la densité de courant de corrosion de deux fois pour le 6 g/L à douze fois pour le 30 g/L (Figure 25), prouvant que la cinétique de la corrosion est élevée.

En outre, la Figure 25 montre que la densité de courant de passivité est multipliée par cinq pour 6 g/L et par 45 pour 30 g/L. De nombreux auteurs se sont intéressés à la manière dont le film passif de l'acier inoxydable a été établi, l'effet synergique a été vérifié entre les éléments d'alliage en particulier Cr, Ni, Mo, et Mn qui permet la stabilisation de la passivation [27], [28], [155]–[160].

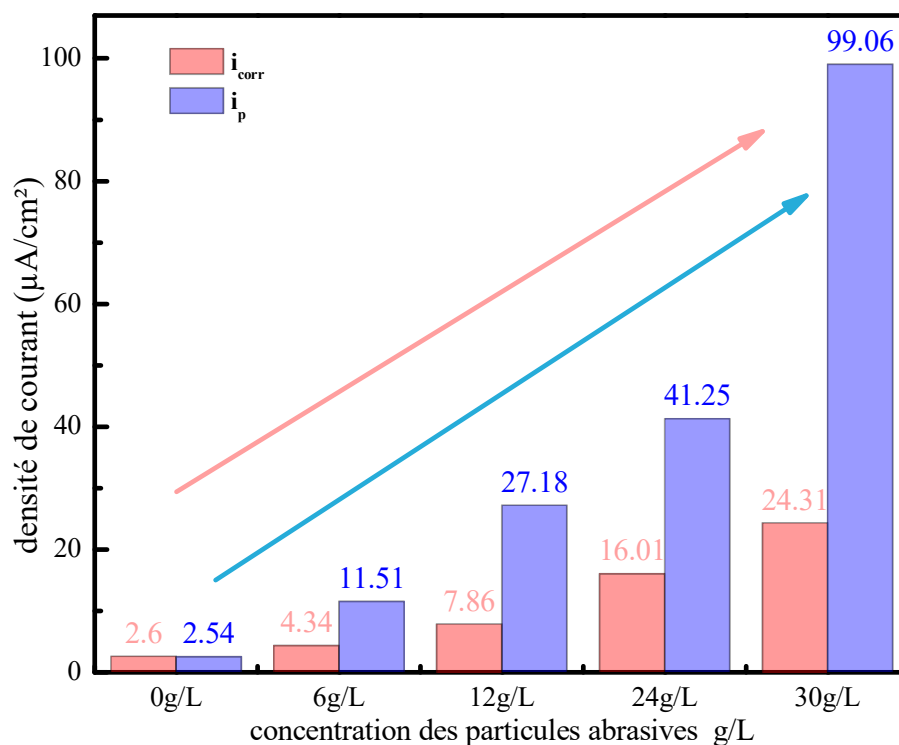


Figure 25. Evolution de la densité de courant de corrosion et de passivité de l'alliage en fonction de la concentration de particules solides dans la solution polluée à 40%.

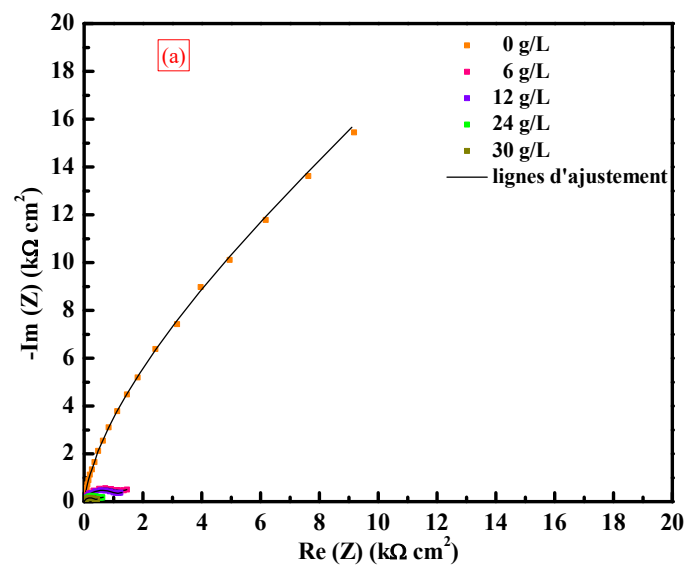
Tableau 5. Paramètres électrochimiques de l'alliage dans l'acide phosphorique pollué par des ions et, en présence de différents pourcentages de particules solides.

| Concentration<br>(g/L) | $i_{corr}$<br>( $\mu A/cm^2$ ) | $E_{corr}$<br>(mV/ECS) | $i_p$<br>( $\mu A/cm^2$ ) | $E_{tr}$<br>(mV/ECS) |
|------------------------|--------------------------------|------------------------|---------------------------|----------------------|
| 0                      | 2.6                            | -267                   | 2.54                      | 992.58               |
| 6                      | 4.34                           | -398                   | 11.51                     | 818                  |
| 12                     | 7.86                           | -401                   | 27.18                     | 824.6                |
| 24                     | 16.01                          | -400                   | 41.25                     | 827.9                |
| 30                     | 24.31                          | -416                   | 99.06                     | 835.2                |

En général, la passivation est la formation de complexes d'hydrates de métaux qui réagissent avec l'eau et permettent la formation d'une phase d'hydroxyde qui se déprotone pour former un film d'oxyde insoluble sur la surface [157], mais la présence de particules solides peut perturber ce processus, par coupure ou déformation plastique de la surface, ce qui peut influencer la cinétique de dépassivation pour qu'elle devienne supérieure à celle de la passivation [132]. D'autre part, une autre suggestion peut expliquer cela, la rugosité de la surface qui augmente avec l'augmentation des particules solides dans le liquide, selon une recherche récente publiée par Chen[161], En utilisant le modèle des défauts ponctuels, la rugosité de la surface peut détériorer la qualité du film passif en augmentant la densité des porteurs, réduisant ainsi l'autoréparation du film passif.

### III.2.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique

Pour vérifier la proposition mentionnée ci-dessus, l'impédance électrochimique de l'alliage dans l'acide phosphorique pollué à 40% en fonction de la concentration de particules solides a été réalisée et présentée avec les présentations de Nyquist et de Bode dans les Figure 26 & 27.



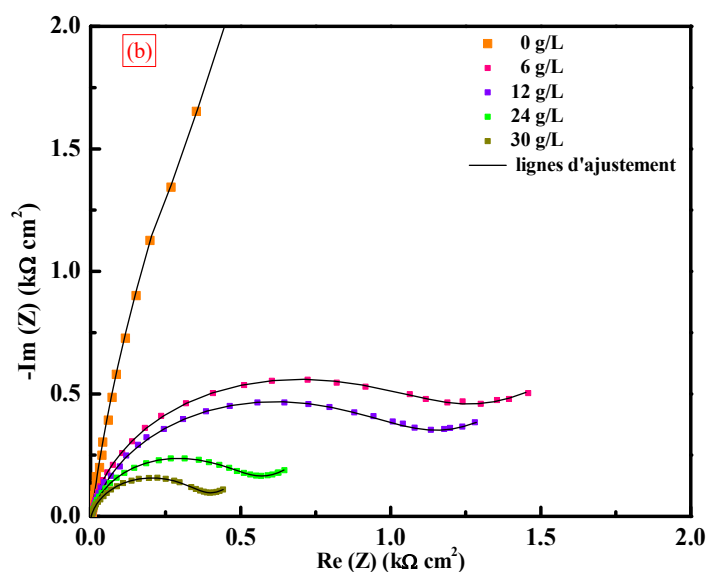


Figure 26. Présentation de Nyquist de la spectroscopie d'impédance électrochimique de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique pollué à 40% (a) avec et sans particules solides, (b) le zoom de la présentation de Nyquist en présence de particules solides.

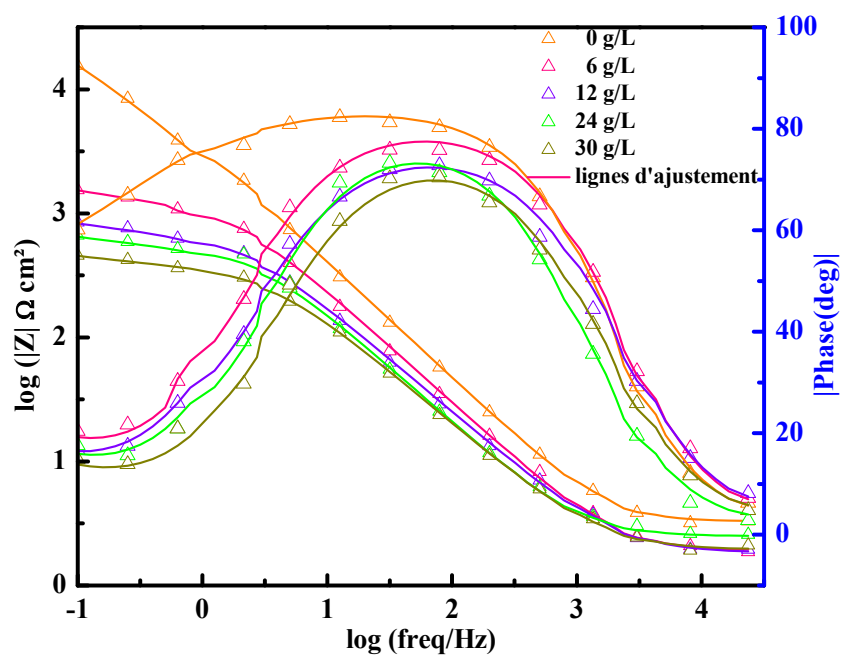


Figure 27. Présentation de Bode de la spectroscopie d'impédance électrochimique de l'alliage dans l'acide phosphorique pollué à 40% avec et sans particules solides.

Le diagramme de Nyquist montre un comportement capacitif dont le diamètre dépend de la concentration des particules solides. D'autre part, l'augmentation de la concentration des particules réduit l'impédance du matériau. Ceci est en accord avec la réduction du module d'impédance dans

la gamme des basses fréquences à la présentation de Bode. En général, la valeur de l'angle de phase est inférieure à 90° et diminue en fonction de la concentration des particules solides. Par ailleurs, l'ajout de particules solides réduit la valeur de l'angle de phase, ce qui signifie que la surface devient plus rugueuse et plus hétérogène [162]. Par conséquent, l'impédance électrochimique de l'interface électrode/électrolyte est loin d'être un condensateur idéal, typique des électrodes à l'état solide. Par conséquent, les spectres d'impédance prouvent la réponse d'un système passif par des boucles non parfaites.

Généralement, lorsque l'acier inoxydable est en contact avec un électrolyte, la couche passive développée à la surface est l'origine de la protection du matériau. En outre, pour simuler le comportement électrochimique de l'alliage dans l'acide phosphorique pollué sans et avec la présence de phénomènes de corrosion et d'abrasion, les résultats expérimentaux de l'impédance électrochimique ont été analysés en termes de circuit électrique équivalent et sont présentés dans la Figure 19.

Le circuit représente le comportement de la surface en absence et en présence des particules solides (Figure 19). Avec  $R_s$  est la résistance de l'électrolyte ;  $R_f$  est la résistance du film passif et CPE est l'élément de phase constant lié à la capacité du film passif. L'utilisation d'un CPE est nécessaire pour prendre en compte le comportement non idéal des éléments capacitifs [163]. L'impédance de l'élément à phase constante CPE est exprimée par la relation :

$$Z_{CPE} = \frac{1}{Q(j\omega)^a}$$

Q est le module CPE lorsque  $\omega = 1$  rad/s,  $\omega$  la fréquence radiale (rad/s), j le nombre complexe :  $j^2 = -1$  et 'a' est un paramètre caractéristique de la morphologie de l'interface décrivant la non-homogénéité de la surface. La valeur de cet exposant positif est inférieure à 1. Lorsque  $0,5 < a < 1$ , l'utilisation de la constante de l'élément de phase est utile pour simuler la capacité non idéale [162]. Cela implique également que le CPE décrit une dispersion de fréquence des constantes de temps due à des hétérogénéités locales sur la surface[164].

En outre, l'impédance de Warburg ( $Z_w$ ) est un paramètre utile dans ce circuit pour expliquer la croissance et l'endommagement de la couche passive qui apparaît en présence de particules solides. Dans le cadre de cette étude, ce type d'impédance représente la diffusion des lacunes du métal et

d'oxygène à travers le film passif [165]. De plus, le transport des lacunes des anions d'oxygène est négligeable par rapport au transport des lacunes des cations métalliques dans un environnement agressif [166], pour que l'impédance de Warburg est exprimée comme suit :

$$Z_W = \sigma_M \times \omega^{-1/2} (1 - j)$$

$\omega = 2\pi f$  (rad s<sup>-1</sup>),  $\sigma_M$  est le coefficient de Warburg, qui représente la résistance à la diffusion des lacunes cationiques à travers la couche passive.

*Tableau 6. Paramètres de l'impédance électrochimique de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique pollué, avec et sans particules solides.*

| Abrasive<br>SiC(g/L) | $R_s$<br>( $\Omega \text{ cm}^2$ ) | $Q$<br>( $\Omega^{-1} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^a$ ) | $a$   | $R_1$<br>( $\Omega \text{ cm}^2$ ) | $\sigma_M$<br>( $\Omega \text{ s}^{1/2} \text{ cm}^{-2}$ ) |
|----------------------|------------------------------------|------------------------------------------------------|-------|------------------------------------|------------------------------------------------------------|
| 0                    | 3,26                               | 50,86                                                | 0,937 | 11520,00                           | 14437,00                                                   |
| 6                    | 1,89                               | 94,59                                                | 0,911 | 1157,00                            | 310,99                                                     |
| 12                   | 1,82                               | 149,75                                               | 0,867 | 682,24                             | 149,06                                                     |
| 24                   | 2,48                               | 148,86                                               | 0,864 | 516,80                             | 121,53                                                     |
| 30                   | 1,92                               | 190,65                                               | 0,864 | 368,57                             | 69,50                                                      |

Le Tableau 6 indique les valeurs des différents paramètres du circuit équivalent du système étudié. En absence de particules solides, les valeurs extraites du circuit équivalent présenté dans la Figure 19 montrent une valeur élevée du coefficient de Warburg et de la résistance du film passif indiquant la présence du film passif compact et protecteur.

Par ailleurs, l'ajout de particules solides minimise la valeur du paramètre 'a', ce qui signifie que la rugosité de la surface augmente. Cela conduit à une diminution significative de  $R_1$  de 11520  $\Omega \text{ cm}^2$  à 368,57  $\Omega \text{ cm}^2$ , ce qui suggère que le film passif formé est plus hétérogène (moins compact ou endommagé)<sup>[42,44]</sup>. En outre, d'après les valeurs CPE, la capacité du film passif est augmentée d'environ 4 fois à 30 g/L. Il est connu que le module CPE est proportionnel à la permittivité et inversement proportionnel à l'épaisseur du film passif, les valeurs élevées pourraient indiquer que l'épaisseur de la couche passive est réduite [168] ou ont une permittivité intense.

$$C = \frac{\varepsilon \varepsilon_0}{d} S$$

Avec : C = capacité ;  $\varepsilon_0$  = permittivité du vide;  $\varepsilon$  = permittivité, et d = épaisseur du film.

Plusieurs auteurs [54], [55], [60], [169] ont étudié les mécanismes de ces dommages et ont proposé que l'abrasion puisse avoir au moins trois types d'actions sur la surface, le labour et deux types de coupe [141], y compris le film d'oxyde peut être détaché de la surface ou soumis à la déformation plastique. Une étude similaire a été réalisée par Guenbour et al.[170], qui explique l'affaiblissement de la passivation sous l'effet de l'abrasion consiste en une augmentation de la concentration en charges mobiles et une diminution de l'épaisseur des films passifs.

En outre, cela peut également être dû au fait que l'autoréparation du film passif est difficile dans des conditions d'abrasion -corrosion. La proposition indiquée peut être justifiée par la valeur du coefficient de Warburg, le paramètre diminue considérablement en présence de particules solides de 14437 à 310,99  $\Omega \text{ s}^{1/2} \text{ cm}^{-2}$  à 6 % et à 69.50  $\Omega \text{ s}^{1/2} \text{ cm}^{-2}$  pour 30%, ce qui implique que la diffusivité des lacunes cationiques dans la couche passive augmente progressivement.

Selon le Modèle de défaut de point[166], en milieu corrosif, la forte diffusivité des lacunes cationiques peut entraîner la condensation des lacunes cationiques à l'interface métal/film, ce qui inhibe la génération de lacunes oxygénées et réduit la croissance du film. Cependant, dans des conditions d'abrasion -corrosion, l'amincissement du film est principalement causé par l'effet synergique de deux aspects, mécanique (hydrodynamique, particules solide) et électrochimique (milieu corrosif)[171], et comme ce paragraphe étudie l'influence de la concentration des particules en suspension sur le film passif, on peut considérer que le film est en grande partie éliminé mécaniquement. En conséquence, la rugosité de la surface est augmentée, ce qui peut entraîner la formation d'un film passif ayant une faible résistance à la diffusion des lacunes cationiques.

### III.2.4. Chrono-ampérométrie

Ce mécanisme d'autoréparation est étudié au potentiel appliqué = + 600 mV/SCE. La Figure 28 illustre l'effet de la concentration de particules abrasives sur la densité de courant passif de l'alliage dans l'acide phosphorique pollué par des ions  $Cl^-$  et  $SO_4^{2-}$ . Nous remarquons qu'en absence de particules solides, la densité de courant passif chute brusquement et atteint l'état d'équilibre après quelques secondes, ce qui reflète la passivité spontanée de l'alliage.

On remarque également que la densité de courant passif augmente après l'ajout de particules solides (Figure 29), particulièrement, les fluctuations de la densité de courant passif sont augmentées avec les concentrations des particules, et elle atteint la valeur la plus élevée à la concentration de 30 g/L. Cela montre que le mécanisme d'autoréparation du film passif rencontre des difficultés lorsque la concentration de particules solides augmente.

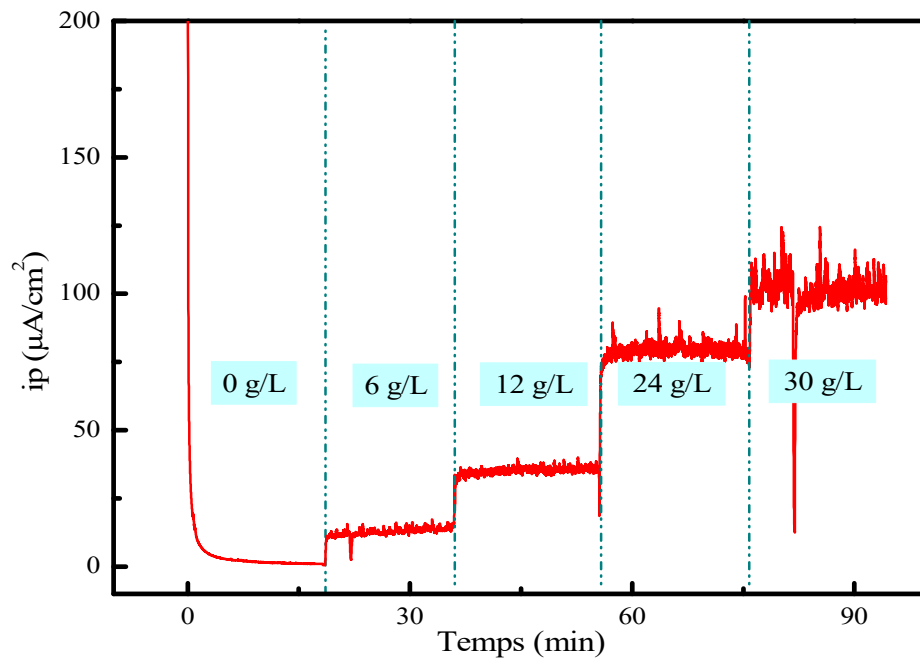


Figure 28. effet du pourcentage des particules abrasives sur la densité de courant passive ( $E=600\text{ mV}$ ) en fonction du temps.

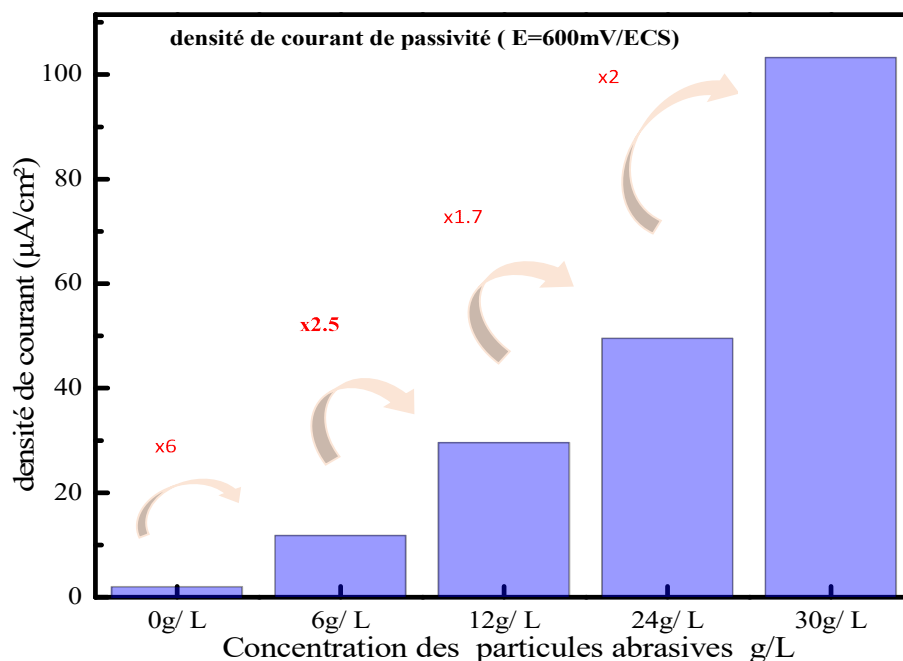


Figure 29. Densité de courant passif au potentiel appliqué 600 mV en fonction de la concentration en particules abrasives.

Généralement, lorsque l'acier inoxydable est exposé à des particules solides, trois processus contribuent à cette situation, la croissance et la dissolution du film passif et les dommages mécaniques[172]. De plus, l'ajout de 6 g/L de particules abrasives multiplie 6 fois les valeurs de densité de courant passif, puis les multiplie par 2 après l'ajout des autres concentrations.

Ceci montre que l'équilibre de croissance et de dissolution du film passif endure de difficultés, d'autant plus que les fluctuations de courant sont plus prononcées à des concentrations supérieures à 12 g/L, ce qui explique que la concentration de 24 g/L est adéquate pour étudier l'impact de la corrosion-abrasion sur le film passif.

### III.3. Évaluation de la perte de masse

L'effet de particules solides de 24 g/L sur l'acier inoxydable dans de l'acide phosphorique pollué à 40 % en poids a été effectué au potentiel de corrosion et au potentiel cathodique. La perte de masse totale a été mesurée avant et après chaque test pour calculer la vitesse de corrosion. À l'aide d'une balance Mettler Toledo (erreur =  $\pm 1 \times 10^{-5}$  g) la perte de masse a été mesurée dans le but de calculer la vitesse de corrosion à partir de la relation :

$$W(\mu g h^{-1} cm^{-2}) = \frac{\Delta m}{A \times t} \quad (Eq4)$$

avec  $\Delta m$  est la variation de masse des échantillons après une immersion de l'alliage dans les conditions dynamiques pour une période (t) de 4 heures ; la surface de contact  $A = 0,64 \text{ cm}^2$ .

La vitesse de corrosion est souvent exprimée en termes de perte d'épaisseur par unité de temps et peut être calculée à partir de la densité du courant de corrosion ou de la perte de masse [104]. La Figure 30 montre la vitesse de corrosion de l'acier inoxydable 904L en présence et en absence de 24 g/L de particules solides au potentiel cathodique ( $E_{\text{cath}}$ ) et au potentiel de corrosion ( $E_{\text{free}}$ ). On constate qu'en présence d'abrasion, les vitesses de corrosion sont plus élevées que celles observées en absence d'abrasion, en particulier dans les conditions de corrosion-abrasion, qui enregistre approximativement  $340 \mu g h^{-1} cm^{-2}$ .

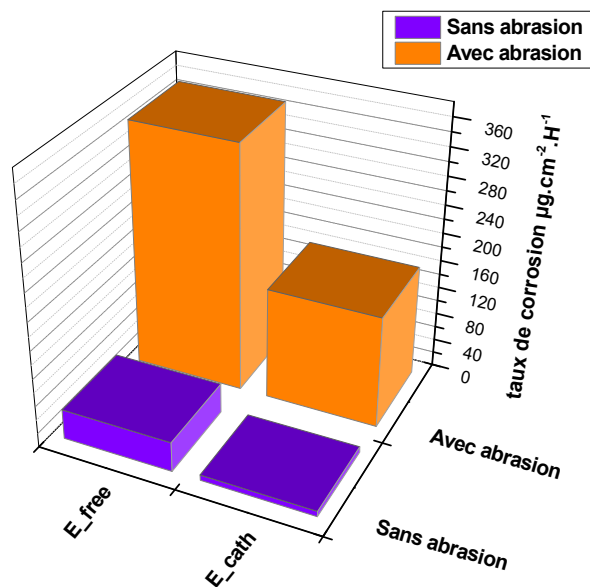


Figure 30. Le taux de corrosion de l'alliage dans l'acide  $H_3PO_4$  40%, avec et sans abrasion (24g/L).

En outre, pour expliquer le taux de perte de masse dû à l'effet synergique dans les conditions de corrosion-abrasion. Plusieurs auteurs ont proposé que la perte de masse totale puisse être exprimée comme suit [104], [140], [144]:

$$\Delta m_{totale} = \Delta m_{m\acute{e}canique} + \Delta m_{\acute{e}lectrochimiq} + \Delta m_{synergique}$$

Avec :

$\Delta m_{totale}$  = Le taux de perte de masse totale pendant l'immersion au potentiel de corrosion ;

$\Delta m_{m\acute{e}canique}$  = Le taux de perte de masse m\acute{e}canique pendant l'application du potentiel cathodique ;

$\Delta m_{\acute{e}lectrochim}$  = Le taux de perte de masse d\^u \`a l'effet \acute{e}lectrochimique ;

$\Delta m_{synergique}$  = Le taux de perte de masse d\^u \`a l'effet synergique.

Selon la norme ASMT G102, le taux de perte de masse par effet \acute{e}lectrochimique peut \^etre calcul\^e par l'\acute{e}quation de Faraday :

$$\Delta m_{electrochemica} = MR (g.m^{-2}j^{-1}) = k i_{corr} EW$$

Avec K le facteur de conversion  $8.954 \times 10^{-3} \left( \frac{g cm^2}{\mu A m^2 j} \right)$ , la densit\^e du courant de corrosion est donn\^ee par  $\mu A / cm^2$ , et EW est la masse \acute{e}quivalente de l'alliage sans unit\^e <sup>[50]</sup>.

Tableau 7. Taux de corrosion et perte de masse de l'alliage 904L lors de la corrosion-abrasion dans de l'acide phosphorique pollué \`a 40% en pr\^esence de 24 g/L de particules solides.

| Alliage     | EW    | $i_{corr}$   | $\Delta m_{elec}$ | $\Delta m_{mec}$  | $\Delta m_{tot}$  | $\Delta m_{synerg}$ |
|-------------|-------|--------------|-------------------|-------------------|-------------------|---------------------|
|             |       | $\mu A/cm^2$ | $g m^{-2} j^{-1}$ | $g m^{-2} j^{-1}$ | $g m^{-2} j^{-1}$ | $g m^{-2} j^{-1}$   |
|             | 23.95 | 16.01        | 3.43              | 38.44             | 84.38             | 42.51               |
| Pourcentage |       |              | 4.06%             | 45.56%            | 100%              | 50.38%              |

Le Tableau 7 résume la vitesse de corrosion et la perte de masse de l'alliage au cours de la corrosion-abrasion dans l'acide phosphorique pollué à 40 % en présence de 24 g/L de particules solides. En général, pour les aciers inoxydables dans l'acide phosphorique pollué, la vitesse de corrosion électrochimique est de  $3,56 \text{ g m}^{-2} \text{ j}^{-1}$  de l'ordre de 0,1 mm/an [174].

D'autre part, nous observons à partir les résultats du test gravimétrique que les effets mécaniques et synergiques représentent respectivement 45,56% et 50,38%, et que l'effet électrochimique ne représente que 4,06% de la perte de masse totale de l'alliage. Ainsi, le fait que la perte de masse totale soit régie par l'effet synergique peut être lié à l'effet mécanique qui renforce l'activation de l'attaque électrochimique, en particulier en présence d'impuretés telles que les ions chlorure, cet argument a été trouvé par Guenbour et al [152] qui ont suggéré que la grande importance de l'effet synergique est principalement due à l'activité combinée des particules solides et des ions chlorure.

### **III.4. Caractérisation de la surface**

#### **III.4.1. Diffraction des rayons X**

L'analyse DRX permet d'identifier la structure atomique des cristaux et la composition des surfaces. Le diffractogramme de l'alliage après immersion pendant 4 heures en présence et en l'absence de particules solides ( Figure 31), a montré que les cinq pics  $\gamma$  (110),  $\gamma$  (200),  $\gamma$  (220),  $\gamma$  (311) et  $\gamma$  (400) liés à la structure cristalline de l'acier inoxydable austénitique[36], [175], [176], ne se localisent pas aux mêmes angles d'incidence.

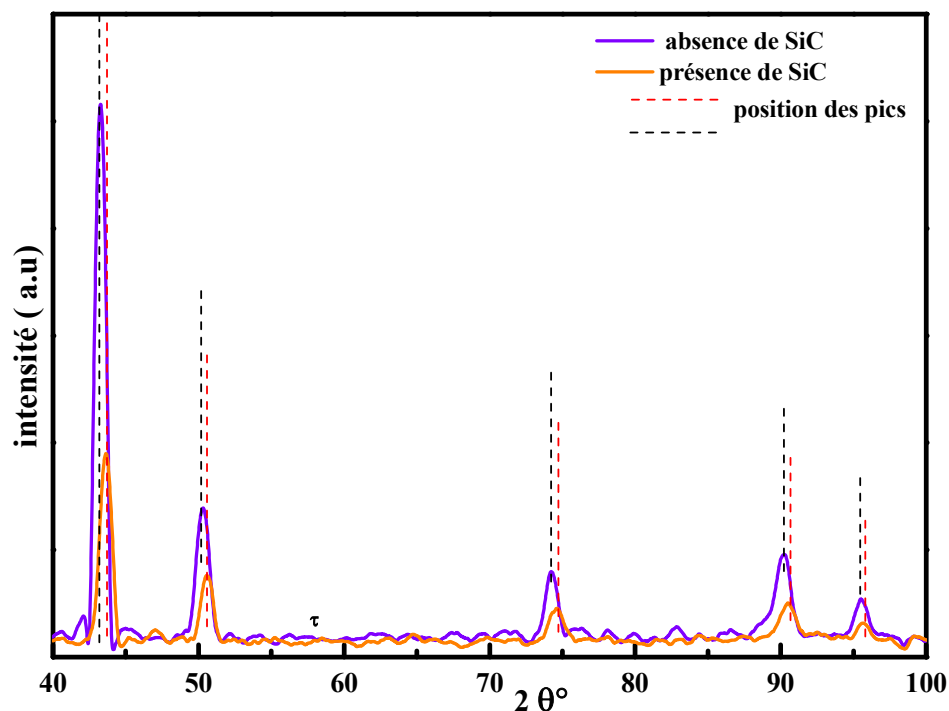


Figure 31. Diffractogrammes aux rayons X de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique 40% pollué avec et sans la présence de particules solides (24g/L).

En outre, il convient de noter que l'intensité des pics XRD de l'alliage diminue après l'ajout de particules solides, ce qui signifie que la rugosité de la surface causée par l'effet de détachement des particules solides influence les propriétés de surface.

### III.4.2. Spectroscopie UV-VIS-IRP

La Figure 32 illustre les résultats de la spectroscopie d'absorbance de l'échantillon d'acier inoxydable 904L avec et sans la présence de particules solides ; au cours de ce travail, nous avons utilisé la dérivée seconde de l'absorbance pour démontrer la composition chimique de la surface.

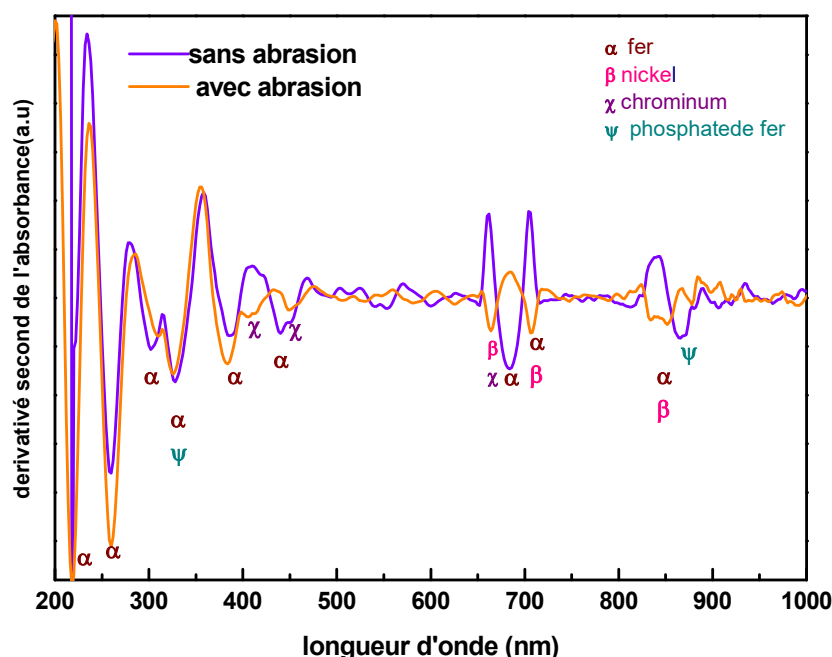


Figure 32. Dérivé seconde de l'absorbance de la surface en présence et en absence de l'abrasion (24 g/L).

La Figure 32 indique que les deux surfaces ont les mêmes pics d'absorbance, à l'exception de l'amplitude, ce qui suggère que la surface a presque les mêmes compositions chimiques. Le Tableau 8 résume les pics liés aux principaux éléments et composés qui composent la surface, qui est le fer avec le deuxième et le troisième degré d'oxydation sur les longueurs d'onde 708 nm et à 318, 425, 259 ; 301 nm respectivement. Le nickel avec un degré d'oxydation de +II, et le chrome (+III) aux longueurs d'onde 440, 470 et 683 nm, ainsi que le phosphate de fer aux longueurs d'onde 340 et 868 nm.

Le graphique montre que l'amplitude des pics du fer et du chrome diminue en présence d'abrasion, ce qui signifie que l'effet de détachement continu des particules solides diminue la quantité d'oxyde à la surface. En outre, nous mentionnons ici que la rugosité de la surface dans des conditions d'abrasion-corrosion réduit la qualité de la surface, ce qui peut également affecter les résultats de la spectroscopie d'absorbance.

Tableau 8. Longueur d'onde d'absorption UV-VIS-NIR des oxydes composant la surface.

| Oxydes                             | Degrée d'oxydation | Bande dans la littérature [nm]          | Longueur d'ondes expérimentales [nm] |
|------------------------------------|--------------------|-----------------------------------------|--------------------------------------|
| <b>Fe</b>                          | II                 | 825; 700 [177]; 820[178]                | 708;                                 |
|                                    | III                | 373; 427 [177], [178]<br>250; 300 [179] | 318; 425<br>259; 301                 |
| <b>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> | III                | 460; 603[180]                           | 683                                  |
|                                    |                    | 446; 548 [150]                          | 440 et 470                           |
|                                    |                    | 410;425[179]                            |                                      |
|                                    |                    | 355; 570 [181]                          |                                      |
|                                    |                    | 200-700[182]                            |                                      |
| <b>Nickel</b>                      | II                 | 200-450; 410 [183]; 400 [184]           | 847                                  |
|                                    |                    | 1400-900; 850-500; 550-370 [185]        |                                      |
|                                    |                    | 844; 711; 492 [185]                     |                                      |
|                                    |                    | <400                                    |                                      |
| <b>Phosphate de fer</b>            |                    | 867; [186]                              | 868; 340                             |
|                                    |                    | 225; 343; 365 [186]                     |                                      |
|                                    |                    | 230; 320 [187]                          |                                      |

#### III.4.3. Microscopie électronique à balayage et spectroscopie à dispersion d'énergie

La surface de l'échantillon a été observée avant et après immersion dans de l'acide phosphorique pollué avec et sans abrasion (Figure 33).

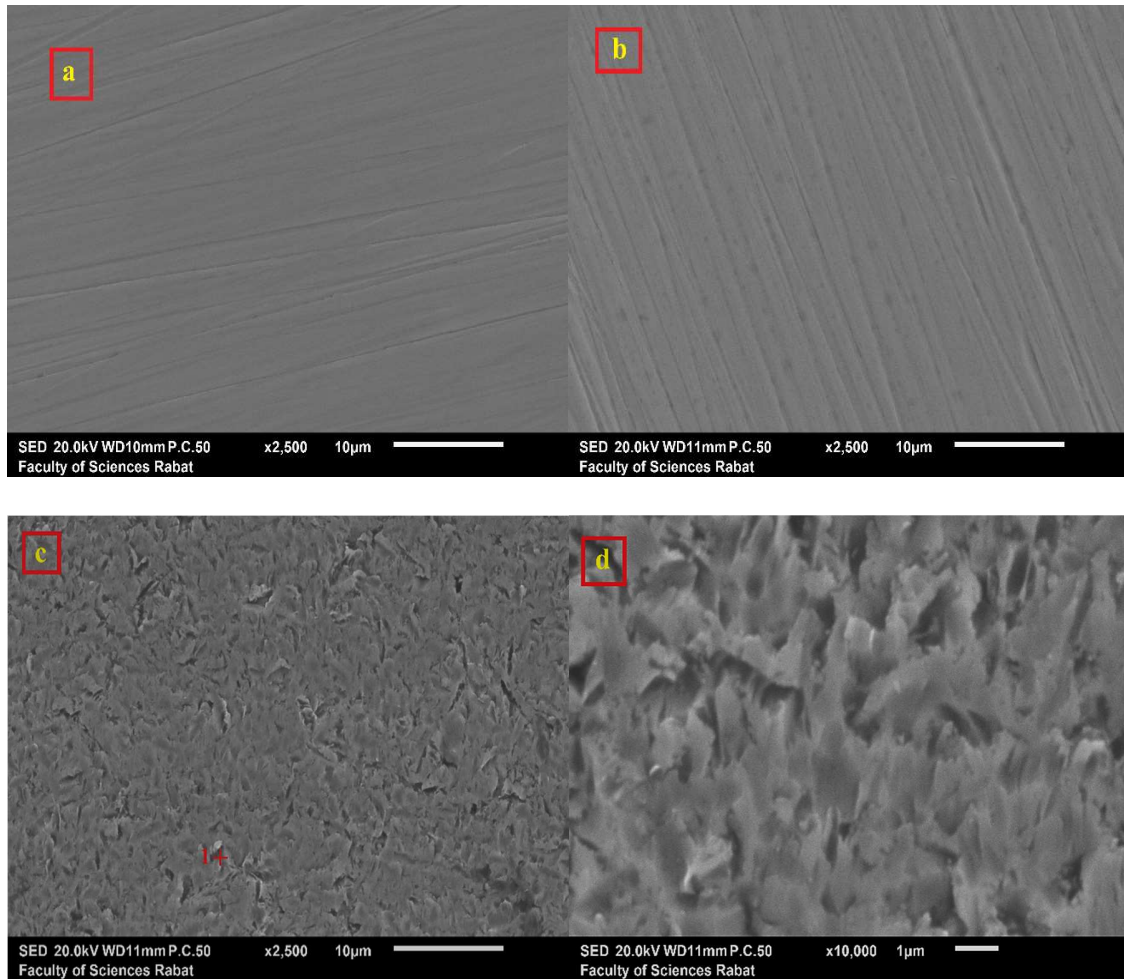


Figure 33. Images de MEB de la surface de l'alliage 904L, a) avant le test b) sans abrasion, c) et d) avec abrasion dans de l'acide phosphorique pollué à 40% (24 g/L).

Figure 33-a montre la surface de l'alliage avant le test, et la Figure 33-b présente la surface du matériau après immersion en absence de particules solides, comme observé, la surface du matériau reste intacte. Dans des conditions de corrosion-abrasion (Figure 33-c, d), une distribution aléatoire des empreintes de particules solides a été observée sur la surface, ce qui signifie que la surface est devenue hétérogène et rugueuse.

En général, la vitesse d'écoulement apporte de l'énergie cinétique aux particules solides, qui exercent une pression sur la surface, créant ainsi des cavités et un effet de détachement, ce qui est clairement observé dans la Figure 33-d. Par conséquent, cela peut induire une diminution de la densité des oxydes à la surface et une difficulté d'autoréparation des films passifs, comme l'expliquent les analyses SIE et chrono-ampérométrie. En outre, l'action continue des particules sur

la surface peut entraîner une fatigue ou une déformation du film passif formé et de l'alliage de base.

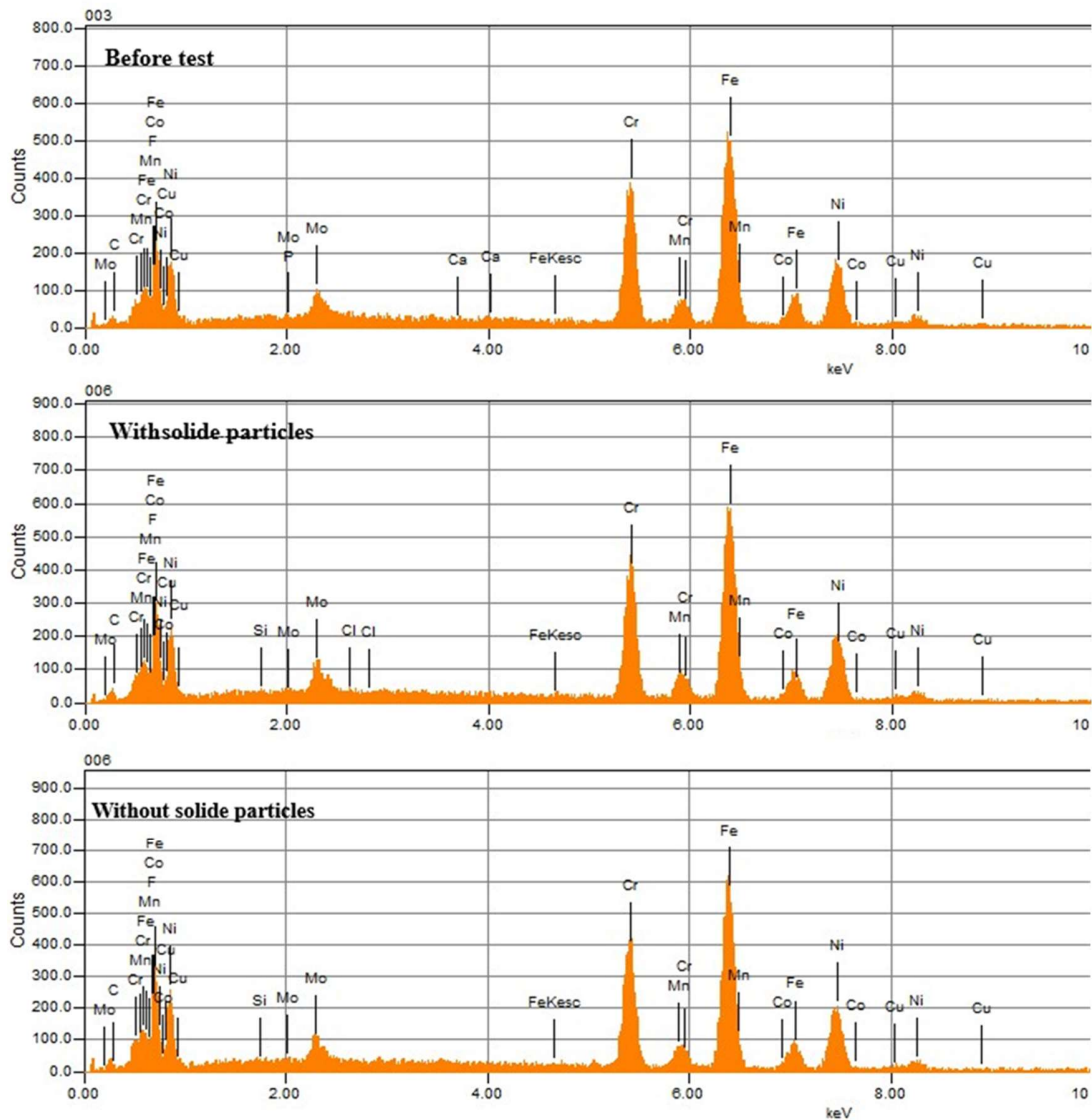


Figure 34. L'analyse EDX de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique 40% polluée avec et sans abrasion.

La figure ci-dessus (Figure 34) montre les analyses EDX de l'alliage 904L dans de l'acide phosphorique pollué et ceci dans des conditions hydrodynamiques avec et sans particules solides. En général, il n'y a pas de changement significatif dans les compositions chimiques de la surface de l'alliage, mais on note l'apparition d'ions chlorure dans les résultats avec particules solides, ce

qui suggère que les ions de chlorure sont effectivement adsorbés à la surface dans des conditions de corrosion-abrasion [171].

### III.5. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons tenté de fournir de nouvelles informations sur le comportement de l'acier inoxydable 904L (UB6) face à la corrosion et à l'abrasion, dans des conditions hydrodynamiques de l'acide phosphorique contaminé par des ions  $Cl^-$  et  $SO_4^{2-}$ , et avec différentes concentrations de particules solides. Les résultats ont prouvé que :

- La passivité de l'acier inoxydable se transforme en une couche moins stable avec un potentiel de corrosion réduit.
- La densité de courant de corrosion et la densité du courant passif augmentent pour atteindre des valeurs plus élevées, ce qui indique que le film passif est devenu moins protecteur.
- La qualité du film passif se détériore en raison de la faible résistance à la diffusion des lacunes cationiques.
- La difficulté de l'autoréparation du film passif a commencé à être plus prononcée à des concentrations de 24 g/L dont les effets mécaniques et synergiques présentent respectivement 45,56% et 50,38%.
- Le MEB a prouvé que la corrosion-abrasion crée des cavités et des effets de détachement qui rendent la surface hétérogène et rugueuse.

**CHAPITRE IV :**  
**Surveillance en temps réel de l'abrasion -corrosion de**  
**l'acier inoxydable austénitique par émission**  
**acoustique dans l'acide phosphorique pollué**

## IV.1. Introduction

Le phénomène d'abrasion-corrosion est un processus complexe qui implique la corrosion électrochimique des métaux ainsi que l'abrasion mécanique de la surface due à l'abrasion ou à l'impact[106]. Il a été rapporté que l'impact de l'abrasion -corrosion sur la perte de métal peut être beaucoup plus important que l'effet de ces processus individuels [188]. Ainsi, l'effet synergique représentant la somme de l'effet de la corrosion sur l'abrasion et de l'effet de l'abrasion sur la corrosion a été signalé [106].

En outre, des facteurs tels que la vitesse d'écoulement, l'angle d'impact, les propriétés des matériaux, les propriétés des particules abrasifs et les propriétés des fluides influencent le taux de perte de métal par abrasion -corrosion, ce qui rend ce processus plus complexe [189]. Néanmoins, des efforts ont déjà été déployés pour établir des modèles d'abrasion -corrosion et comprendre le mécanisme de ce processus[190]. Il est généralement admis que l'usure mécanique des échantillons d'acier est due à deux mécanismes principaux, à savoir la "coupe" et la "déformation", qui provoquent des fissures sous-surface ou des déformations plastiques du matériau. Dans le cas de solutions corrosives, les réactions électrochimiques sont également un facteur important de la forte corrosion du matériau [144].

Par ailleurs, dans l'industrie de l'acide phosphorique, ce phénomène a été étudié pour les aciers inoxydables, dont l'effet synergique entre l'abrasion par les particules solides et les impuretés chimiques contrôle la dégradation des matériaux, et les éléments d'alliage tels que le chrome, le molybdène et le nickel jouent un rôle crucial dans la prévention de la défaillance des matériaux [21]. En particulier, l'action de dépassivation par l'effet d'abrasion a été étudiée dans plusieurs travaux [2], [110], et il est démontré que le processus de corrosion-abrasion dépend des propriétés du matériau, de l'environnement corrosif, de la vitesse du fluide et de la rugosité de la surface.

Dans ce contexte, le suivi de la corrosion des aciers inoxydables dans des conditions industrielles pertinentes est essentielle pour atténuer les énormes pertes économiques et les problèmes de sécurité[191], [192]. Les méthodes électrochimiques classiques, telles que la spectroscopie d'impédance électrochimique, permettent de déterminer la vitesse de corrosion[193], Cependant, ces méthodes ne sont pas adaptées pour la surveillance in situ des processus d'abrasion -corrosion, car elles ne permettent pas de mesurer directement la perte de métal non faradique.

Pour évaluer de manière efficace le phénomène d'abrasion -corrosion, les chercheurs ont utilisé diverses méthodes au cours des dernières décennies, telles que les capteurs de résistance électrique, la méthode de signature de champ et la polarisation linéaire conjuguée à des mesures gravimétriques [106], [194]. Cependant, la plupart de ces méthodes présentent des limitations, notamment leur incapacité à effectuer des analyses en temps réel, leur caractère chronophage, la nécessité de disposer d'utilisateurs formés, et surtout, la difficulté à dissocier les pertes métalliques dues à l'abrasion et à la corrosion [106].

En tant qu'alternative efficace, la méthode d'émission acoustique (EA) a été exploitée pour surveiller la progression dynamique de la dégradation des matériaux, en détectant et en analysant les ondes élastiques transitoires libérées, résultant de la redistribution du flux d'énergie causée par les effets d'impact au sein d'un matériau[195]–[199]. La surveillance des EA s'est révélée utile pour évaluer de nombreuses formes de corrosion, notamment la corrosion par piqûres, la fissuration par corrosion sous contrainte (SCC), la corrosion en crevasse et la corrosion générale des métaux.

Il est important de noter que la méthode EA a été utilisée pour étudier l'effet synergique entre l'abrasion et la corrosion de l'acier inoxydable austénitique ; les résultats ont montré que l'effet synergique est lié à l'angle d'impact et aux taux d'abrasion[110], [200]. En ce qui concerne les caractéristiques des signaux d'émission acoustique (EA), ceux-ci peuvent être affectés par les propriétés des matériaux [201], telles que les propriétés mécaniques (par exemple, l'élasticité, la dureté et la ductilité) qui affectent la façon dont le matériau réagit aux contraintes et aux déformations. Le mécanisme d'abrasion -corrosion est également régi par d'autres facteurs tels que la fréquence de l'impact, la surface affectée et la vitesse de repassivation [202]. Toutefois, l'étude de l'évolution synchronisée des taux de corrosion et d'abrasion de l'acier inoxydable dans les environnements d'acide phosphorique est encore largement sous-exploitée.

Dans ce travail, la progression dynamique de l'abrasion -corrosion de l'acier inoxydable austénitique 904L a été surveillée dans le milieu de l'acide phosphorique dans des conditions d'abrasion -corrosion à l'aide de la méthode EA. Dans notre approche, le potentiel de corrosion électrochimique a été mesuré simultanément avec la réponse EA, ce qui a permis de découpler en ligne les composantes d'abrasion et de corrosion. L'effet de la charge en particules de SiC (6- 30 g L<sup>-1</sup>) sur la croissance du film passif a été étudiée et les résultats de l'activité EA ont été corrélés

avec la perte de masse de l'échantillon d'acier inoxydable 904L. L'analyse de la forme d'onde EA et de ses paramètres a permis d'obtenir des informations importantes sur le mécanisme d'abrasion -corrosion. L'analyse de la surface par microscopie électronique à balayage (MEB) a permis d'obtenir des informations importantes sur l'effet de l'abrasion -corrosion sur l'endommagement de la surface.

Nos conclusions s'appuient sur nos résultats précédents en démontrant que les caractéristiques spectrales transitoires, qui sont plus sensibles aux variations de l'énergie d'impact, peuvent servir d'indicateurs précoces de dommages. Cette approche améliore l'EA en tant qu'outil de surveillance de la corrosion et de l'abrasion en incorporant des conditions de charge dynamiques, ce qui permet d'approfondir notre compréhension de la progression de la corrosion et de l'abrasion et d'offrir un cadre plus robuste pour la maintenance prédictive dans des contextes opérationnels variés.

#### **IV.2. Etude de l'effet des particules de SiC sur l'abrasion -corrosion par analyse d'émission acoustique**

La technique EA est devenue un outil puissant pour la détection in situ des processus dynamiques de fatigue par corrosion [203]. Dans les données EA, les caractéristiques de la forme d'onde résultante et les événements EA mesurés peuvent être utilisés pour identifier la source de l'EA et le mécanisme d'abrasion -corrosion en cause [204]. Dans ce travail, afin de mieux comprendre les processus sous-jacents d'abrasion -corrosion pendant les essais et de distinguer la source d'EA, les paramètres de l'événement d'EA, notamment l'énergie ou l'amplitude, la forme, la fréquence et la durée de la forme d'onde d'EA, ont été évalués. L'EA se présente comme une onde élastique qui résulte d'une libération soudaine d'énergie à l'intérieur du matériau.

Bien que les résultats quantitatifs puissent différer en fonction des dimensions et des attributs de fréquence du capteur d'EA utilisé, les capteurs d'EA sont conçus pour détecter certaines gammes de fréquences. Les capteurs d'EA sont conçus pour détecter certaines gammes de fréquences ; par conséquent, un capteur spécialisé dans les hautes fréquences présentera une sensibilité accrue aux ondes d'EA produites par des événements soudains et à haute énergie tels que la propagation d'une fracture.

En revanche, les capteurs sensibles aux basses fréquences sont plus efficaces pour identifier les processus lents tels que la corrosion. De plus, les dimensions du capteur influencent sa résonance

et sa sensibilité : les capteurs plus grands peuvent détecter une gamme de fréquences plus large mais avec moins de précision, tandis que les capteurs plus petits ont tendance à être plus précis dans une gamme limitée. Par conséquent, le choix des capteurs est essentiel pour une détection précise des signaux d'émission acoustique en fonction des processus d'endommagement prévus [205]. C'est donc le capteur approprié qui a été utilisé pour cette étude.

Pour permettre au lecteur de suivre plus facilement les paramètres évalués de l'EA, la Figure 35 présente un graphique illustrant un signal d'EA émis et ses paramètres. Le signal recueilli par le capteur d'EA est également appelé "hit". Les signaux multiples provenant de la même source sont appelés "événement". L'amplitude est la tension la plus élevée mesurée d'un signal, tandis que la durée est le temps écoulé entre le début et la fin du signal. L'énergie de l'EA est l'aire intégrale sous la forme d'onde du signal de tension.

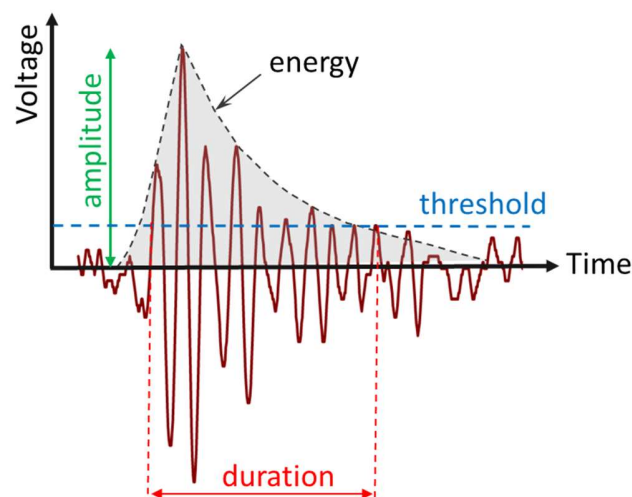


Figure 35. Exemple réel de signal de forme d'onde d'EA et illustration de ses paramètres.

Pour étudier l'effet de la charge de particules abrasives de SiC sur le taux d'abrasion -corrosion, le potentiel de corrosion a été mesuré en même temps que la réponse EA à différentes charges de particules. Les résultats de l'évaluation des paramètres d'activité EA et de la perte de masse sont examinés dans les sections suivantes.

#### IV.2.1. Corrélation entre le potentiel de corrosion électrochimique et l'activité EA

Afin d'évaluer simultanément les processus d'abrasion et de corrosion, le potentiel de circuit ouvert (OCP) a été enregistré de manière synchrone avec le signal EA sur l'échantillon d'acier inoxydable à différentes charges de particules de SiC. La Figure 36 montre l'évolution du potentiel de corrosion de l'acier inoxydable 904L et la tension efficace de l'activité EA en fonction du temps en présence de différentes charges de particules abrasives. Il a été rapporté que la tension efficace des signaux EA est un paramètre utile qui reflète la perte de masse liée à l'usure mécanique, permettant ainsi de distinguer la perte abrasive de la perte corrosive [81].

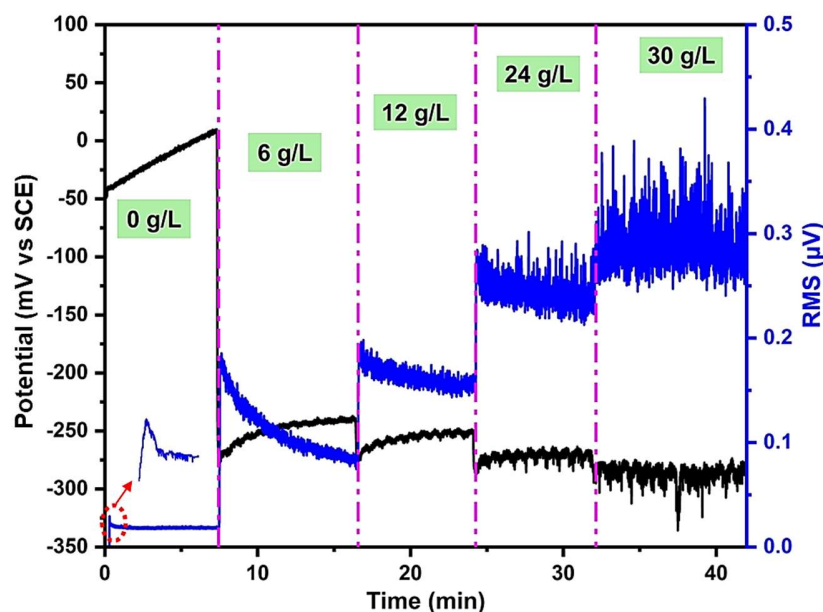


Figure 36 . Potentiel de corrosion (OCP) et tension efficace (RMS) du signal EA de l'acier inoxydable 904L dans de l'acide phosphorique pollué à 40 % en poids avec différentes charges de particules solides.

En absence de particules de SiC, le potentiel de corrosion passe progressivement à des valeurs plus positives, ce qui indique la formation d'une couche passive [206]. Cependant, le RMS de l'activité acoustique a brusquement atteint une valeur élevée, puis a instantanément diminué pour se stabiliser au fil du temps. Cela confirme l'effet du premier impact de l'écoulement du fluide et la contribution du bruit de circulation, suggérant que le débit n'affecte pas la passivation et la protection de l'alliage[21].

En outre, l'impact des bulles d'air peut être observé dans l'activité acoustique où une forte augmentation dans les 20 premières secondes avant une stabilisation a été remarquée dans le tracé de la tension efficace sans particules de SiC, voir le zoom sur cette partie dans la Figure 36. D'autre part, lorsque des particules de SiC étaient présentes dans le fluide, le potentiel de corrosion chute d'environ +10 mV à environ -270 mV (vs. SCE) et la capacité de repassivation de l'alliage diminue au fur et à mesure que la concentration en SiC augmente. Des fluctuations considérables du potentiel de corrosion ont été observées pour les charges de 24 et 30 g L<sup>-1</sup>.

Parallèlement à la diminution du potentiel, la valeur efficace de l'activité acoustique a augmenté, comme le montre la Figure 36. Les résultats démontrent qu'une baisse du potentiel de corrosion de l'acier inoxydable, indiquant une activité de corrosion élevée et une détérioration de la surface, s'accompagne d'une augmentation de l'activité acoustique. Cette corrélation inverse évidente entre l'évolution du potentiel de corrosion et l'activité acoustique indique qu'au fil du temps, lorsque la surface métallique devient de plus en plus réactive et subit une détérioration plus importante due à la corrosion et à l'abrasion, des micro-événements plus fréquents se produisent, entraînant davantage d'émissions acoustiques. Cette tendance s'aligne sur des études antérieures, indiquant que dans des circonstances combinées de corrosion et d'abrasion, l'absence d'une couche protectrice solide entraîne une usure accrue de la surface et une corrosion active, qui se traduisent toutes deux par des émissions acoustiques éminentes [113,213].

En outre, la forte augmentation de la courbe d'énergie acoustique est liée au premier impact des microbulles et des particules de SiC avec la surface de l'alliage, ce qui conduit à la génération d'une émission acoustique substantielle [198]. Pour les particules solides de concentrations de 6 et 12 g L<sup>-1</sup>, nous constatons que pour le premier impact, le potentiel de corrosion augmente (dans le sens négatif), puis se stabilise presque à la hauteur de -250 mV (vs. CES). Cela suggère que, bien que de telles concentrations puissent détruire la couche passive initialement formée, l'acier inoxydable est capable de régénérer une nouvelle couche passive ayant un potentiel proche de la plage active. Ceci s'explique par le fait que la première collision des particules sur la surface est suffisante pour générer la zone dépassivée. De plus, cette réponse potentielle s'accompagne d'une diminution progressive de la tension efficace, ce qui signifie que le film passif régénéré réduit l'impact des particules, voir schéma 1 ci-dessous.

À des charges élevées de 24 g L<sup>-1</sup> et plus, les particules détruisent la couche passive initialement formée et ne conduisent pas à la formation d'un nouveau film passif. De plus, les fluctuations de la dépassivation sont très prononcées, ce qui implique que la surface dépassivée est élargie et que la surface testée n'est pas complètement dépassivée, comme le montre le schéma 1 ci-dessous. De plus, l'activité acoustique présente de fortes fluctuations, ce qui prouve que le mécanisme spontané de repassivation est devenu difficile et que le taux de repassivation est influencé par la concentration des particules de SiC. Par conséquent, la relation entre le potentiel de corrosion libre (c.-à-d. OCP) et les fluctuations de la tension efficace avec l'effet de la concentration des particules permet d'expliquer l'étendue de la dépassivation de la surface.

#### IV.2.2. Énergie EA

Les données correspondantes sur l'énergie des émissions acoustiques sont présentées dans la Figure 37. Les données révèlent la même évolution générale que celle de la valeur efficace des signaux acoustiques, sauf que le paramètre de l'énergie montre qu'au-dessus de 24 g L<sup>-1</sup> de particules (Figure 37), des signaux acoustiques avec des valeurs d'énergie plus élevées et une distribution aléatoire sur l'échelle de temps ont été observés.

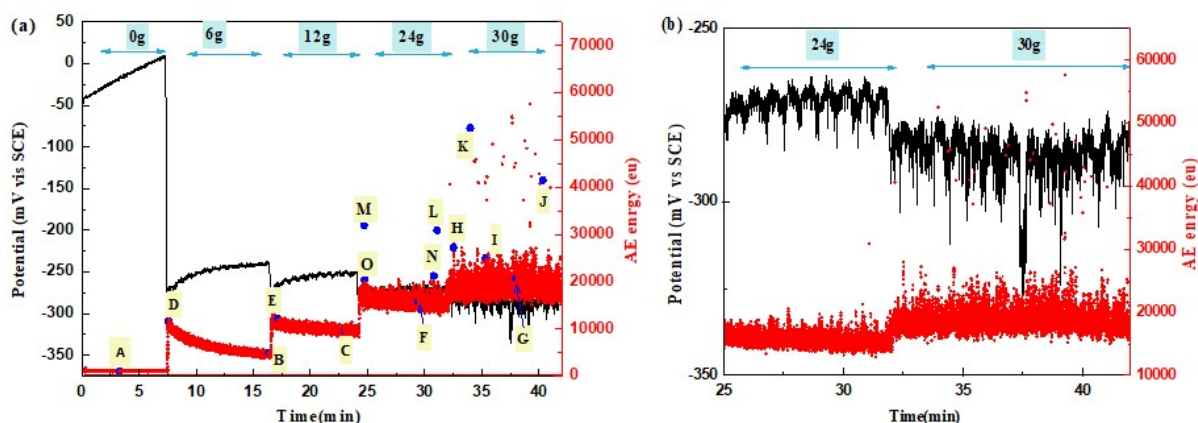


Figure 37. (a) Évolution du potentiel de corrosion et de l'énergie EA de l'acier inoxydable 904L dans une solution d'acide phosphorique polluée à 40 % en poids avec différentes charges de particules solides. (b) Zoom sur la fluctuation de l'activité EA et du potentiel de corrosion pour 24 et 30 g L<sup>-1</sup> de particules solides. (eu = 1E<sup>-18</sup> J).

En outre, une relation similaire a été obtenue entre les signaux d'énergie acoustique et le potentiel de corrosion libre détecté au cours des essais. Cette tendance est cohérente avec un rapport précédent de Ferrer et al.[110]. On constate également que la fréquence d'impact élevée affecte le

développement du potentiel de corrosion libre et les signaux d'énergie acoustique, qui sont sujets à de fortes fluctuations. Dans notre cas, ce type de signaux uniques indique que le mécanisme de dépasseivation-repassivation de la surface de l'alliage est devenu difficile. Cela peut s'expliquer par la densité des particules sur la surface, qui peut modifier la vitesse et la fréquence d'impact des particules, rendant l'auto-guérison de la couche d'oxyde plus difficile et augmentant ainsi l'activité EA. En outre, la fréquence d'impact élevée des particules de SiC acérées peut endommager la fine couche passive et conduire à une dépasseivation localisée de la surface, ce qui augmente les fluctuations du potentiel de corrosion libre.

#### **IV.2.3. Analyse de la forme d'onde de l'EA**

La forme d'onde du signal d'EA est un descripteur important pour obtenir des informations complètes sur la source d'EI. La Figure 38 montre la forme d'onde dans le domaine temporel des signaux acoustiques des différents événements correspondants (A, B, C, D, E, F, J, H, I, J, K, L, M, N et O) illustrés à la Figure 37, qui démontrent la réponse acoustique de l'alliage dans différentes conditions. Comme le montre la Figure 38, à des concentrations de particules inférieures à  $24 \text{ g L}^{-1}$ , les événements représentatifs sélectionnés sont caractérisés par une forme d'onde en rafale imparfaite, tandis qu'à  $24$  et  $30 \text{ g L}^{-1}$ , les événements identifiés présentent des formes d'ondes continues et en rafale imparfaites avec une amplitude et une fréquence variables et sans fin descendante.

En outre, en l'absence de particules de SiC, le signal imparfait de faible intensité représente les bruits de circulation du fluide. En revanche, avec l'ajout de  $6 \text{ g L}^{-1}$  de particules de SiC, la forme d'onde du signal a changé par rapport à l'absence de particules. Elle présente de multiples signaux d'éclatement et la forme du signal change pendant la première injection de particules (point D avec une tension EA élevée) et au potentiel de corrosion stabilisé (point B avec une amplitude plus faible). Cela indique que le premier impact a fortement accéléré la dissolution du film d'oxyde tandis que les impacts suivants n'ont pas empêché la croissance d'un nouveau film d'oxyde, réduisant ainsi l'activité EA. Le même comportement est noté pour  $12 \text{ g L}^{-1}$  ; la forme d'onde a été modifiée mais a montré une intensité plus faible par rapport à  $6 \text{ g L}^{-1}$ . À l'appui de cette observation, Birkin et al [198] ont également signalé, dans des conditions de particules uniques, que les événements de grattage produisaient des signaux d'émission acoustique plus faibles.

De plus, l'apparition des signaux acoustiques dépend de la géométrie et de la nature du matériau et du type de capteur de signaux acoustiques, mais surtout des phénomènes qui ont généré ces signaux acoustiques. Par conséquent, la forme d'onde du signal acoustique fournit des informations non ambiguës sur sa source. En général, dans les conditions d'abrasion -corrosion avec des particules de SiC, une déformation plastique du métal de base peut se produire, entraînant la formation de cratères et d'éclats [110], qui peuvent affecter la formation et la rupture du film d'oxyde, et par conséquent influencer l'hétérogénéité de la surface et l'origine des différentes sources de signaux acoustiques.

Par la suite, des formes d'onde de signal différentes pour chaque quantité de particules de SiC ont été détectées. En particulier, les points L et O à  $24 \text{ g L}^{-1}$  et les points I, J et K à  $30 \text{ g L}^{-1}$  présentaient une forme d'onde continue imparfaite contenant de nombreuses occurrences de haute intensité. Ce signal distinctif peut indiquer que le processus de dépassivation a progressé ou que la repassivation spontanée est devenue difficile, en particulier à des valeurs de tension d'EA comprises entre 0,1 et 0,4 mV, ce qui peut être lié à une situation dans laquelle la surface de l'alliage est devenue plus sensible à la dépassivation locale.

Par conséquent, la fréquence d'impact élevée des particules a affecté le taux de repassivation de la surface ; cela suggère également que les signaux détectés résultent de la rupture du film d'oxyde sur l'alliage. Par ailleurs, l'apparition de signaux continus peut être un signe précurseur de l'apparition d'une nouvelle source acoustique (de type "discret") - un saut de coupe des bords des éclats soudain causés par une augmentation des intensités de contrainte sur les copeaux.

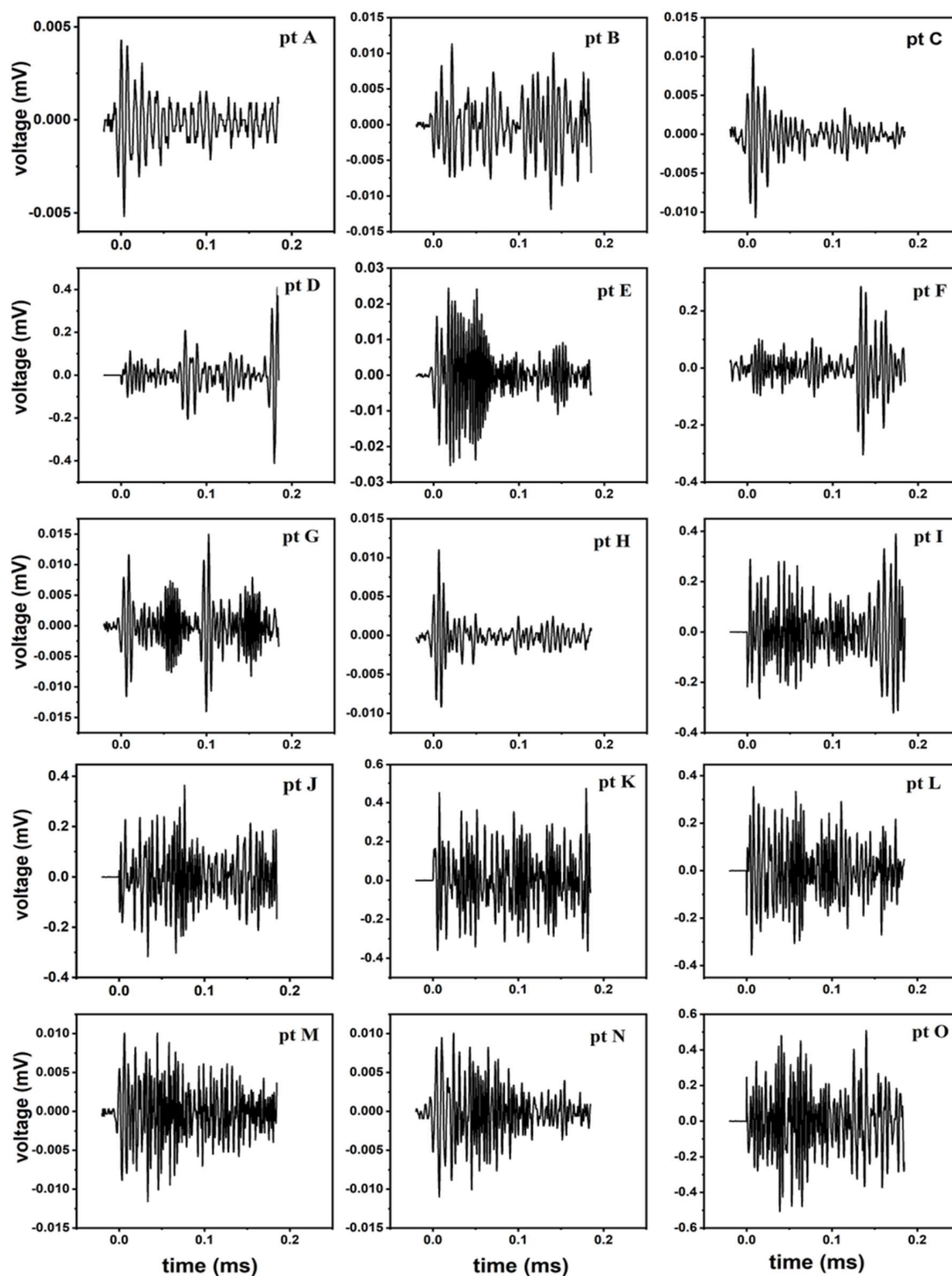


Figure 38. Domaine temporel des signaux d'émission acoustique pour différents événements apparus au cours de l'abrasion -corrosion de l'acier inoxydable 904L dans une solution d'acide phosphorique polluée à 40 % en poids.

#### IV.2.4. Fréquence moyenne

Comme l'ont vérifié plusieurs études, les approches d'analyse des données d'EA à l'aide des paramètres d'émission acoustique, notamment la fréquence moyenne, le temps de montée et l'amplitude, peuvent révéler des informations permettant de caractériser chaque dommage et son niveau. [195], [196], [207], [208]. En ce sens, la fréquence moyenne des formes d'ondes d'EA a été évaluée en fonction de l'amplitude et de la durée ; les spectres sont présentés dans les Figure 39 et 37. Dans le cas où aucune particule de SiC ne circulait, la plupart des événements apparaissant dans la plage des basses fréquences ( $\leq 100$  kHz) présentaient une amplitude comprise entre 40 dB et 60 dB, tandis que des événements d'une grande amplitude comprise entre 60 dB et 80 dB émergeaient autour de 100 kHz (Figure 39).

En outre, la présence de SiC se manifeste par l'apparition d'événements d'une amplitude plus élevée de 80 à 100 dB et d'une fréquence moyenne d'environ 200 kHz. En outre, de nouveaux événements d'une amplitude comprise entre 40 dB et 65 dB et d'une fréquence moyenne comprise entre 100 kHz et 200 kHz sont apparus après l'ajout de SiC (Figure 39). Cette altération peut fournir une indication sur le type de dommage [209], les événements de forte amplitude avec une fréquence moyenne d'environ 200 kHz peuvent principalement signifier une déformation plastique causée par le labourage (ploughing) [210].

Aussi, la Figure 40 montre la durée des événements d'EA pour différentes quantités de SiC impactant la surface de l'alliage. Il est important de noter que les durées des événements augmentent de manière significative à mesure que la charge de SiC augmente. Par exemple, la durée maximale est passée de 60 ms à 140 ms lorsque la quantité de SiC est passée de 6 à 30 g L<sup>-1</sup>. Une autre constatation est que les événements de longue durée apparaissent à des fréquences plus élevées avec l'augmentation du dosage du SiC. Notamment, pour les concentrations de 24 g L<sup>-1</sup> et 30 g L<sup>-1</sup>, de nouveaux événements d'une durée plus longue (110-140 ms) et d'une fréquence moyenne d'environ 250 kHz sont apparus.

En outre, dans le zoom avant de la région de faible durée de la distribution des durées (figure S1), nous observons l'apparition de nouveaux événements situés à et au-dessus de 50-100 kHz lorsque la concentration de SiC a été augmentée et leur durée augmente avec l'augmentation de la quantité de SiC avec une valeur maximale autour de 75 kHz qui est proche de la valeur de 50 kHz connue

comme une fréquence spécifique pour le processus de coupe[210]. Cette observation pourrait donc être le signe d'un processus de micro-coupage des bord des cratères dans ces conditions.

En outre, il a été signalé qu'en présence de particules de SiC, des facteurs importants peuvent influencer le phénomène de rayure, tels que la forme et la dureté des particules, la charge et la résistance au cisaillement à la surface affectée, conduisant à la création de cratères, d'éclats, de déformation plastique [110], [210]. Ainsi, l'étude de différentes charges de SiC a révélé un changement dans le mécanisme d'endommagement, passant d'événements EA dominés par le labourage à des événements EA dominés par la micro-coupe, en raison de l'impact à haute fréquence des particules de SiC sur la surface.

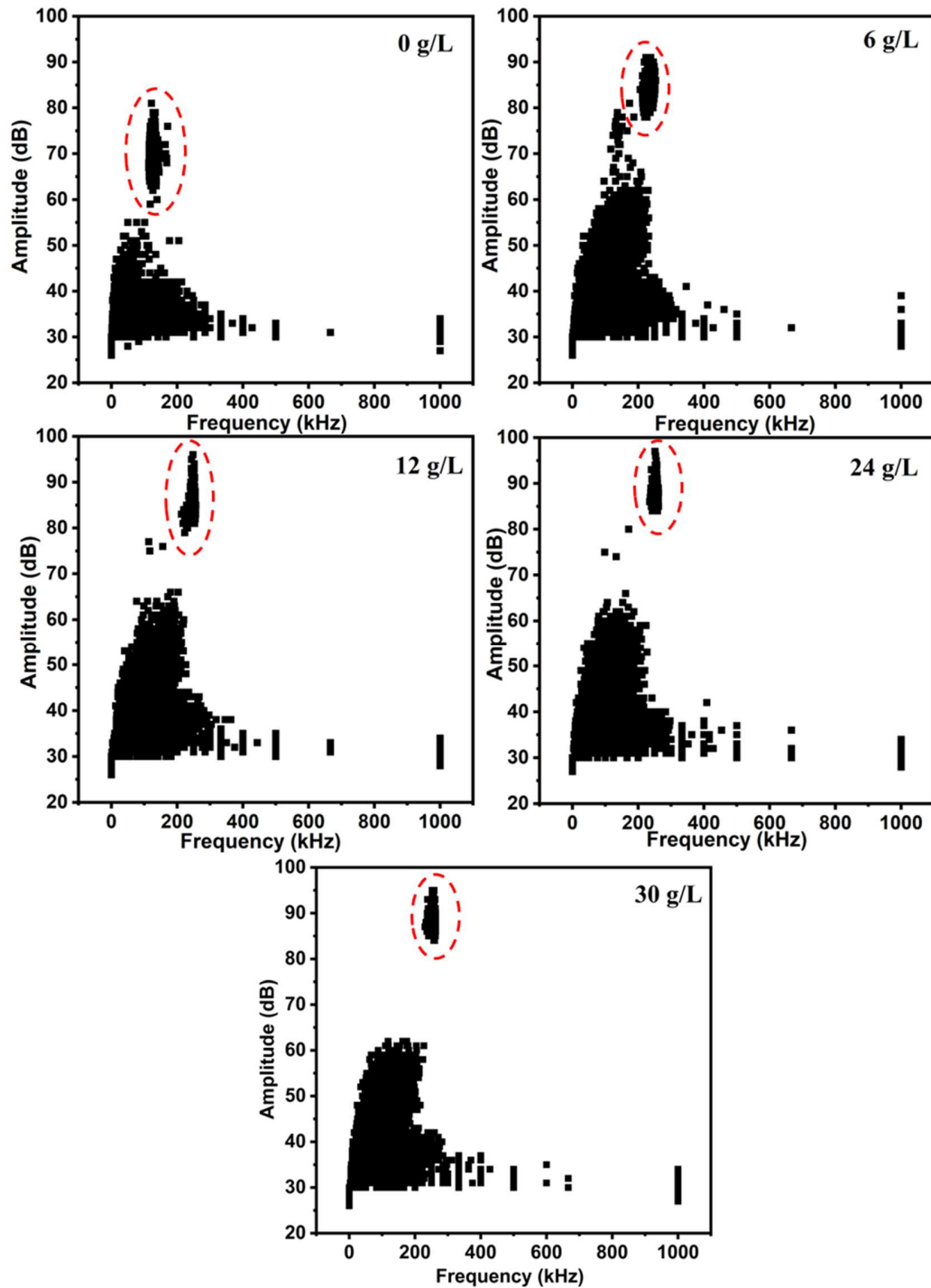


Figure 39. Distribution de l'amplitude des signaux acoustiques en fonction de la fréquence moyenne pour l'acier inoxydable 904L dans de l'acide phosphorique pollué à 40 % en poids avec différentes charges de particules solides.

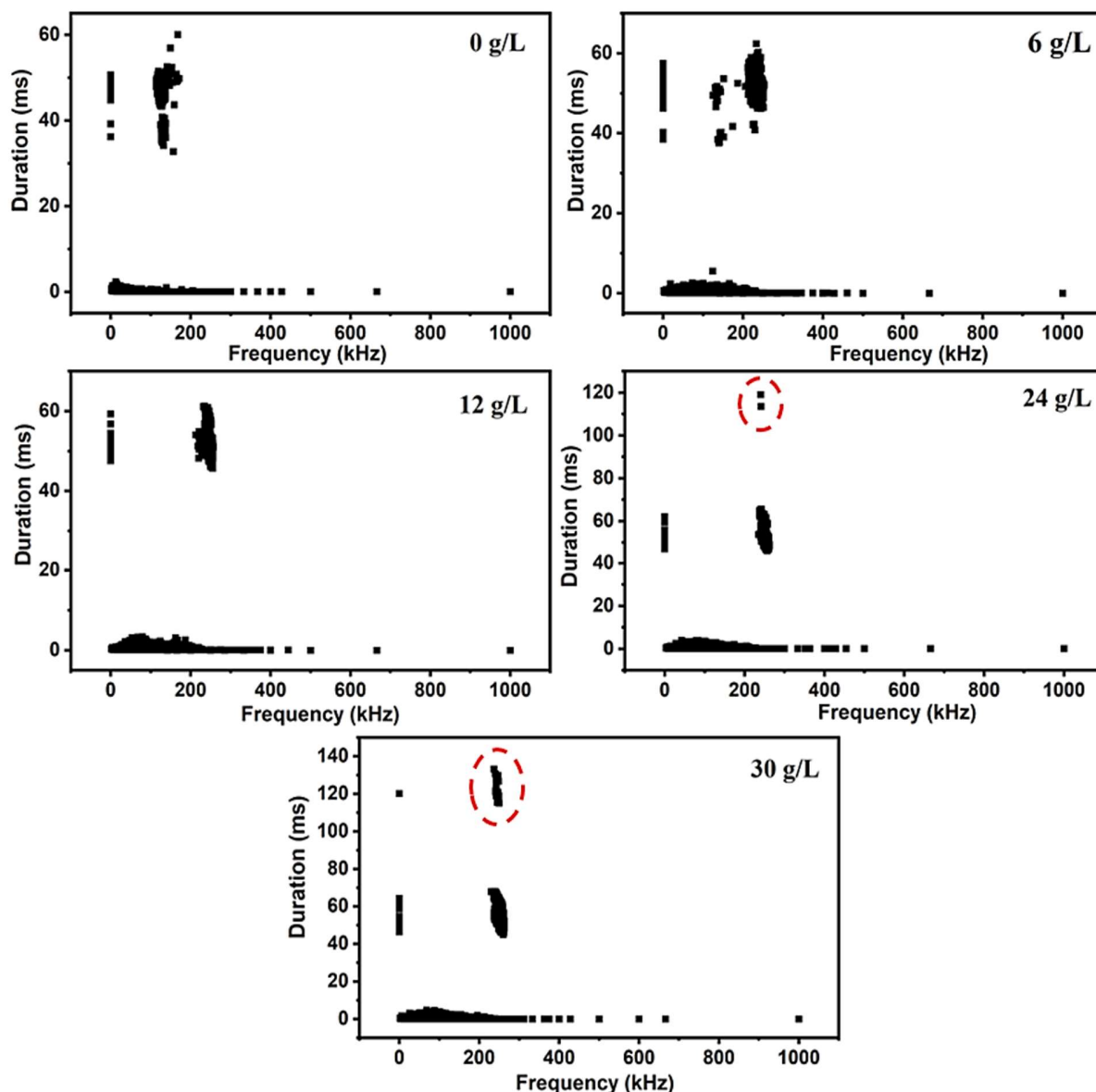


Figure 40. Distribution de la durée du signal EA en fonction de la fréquence moyenne pour l'acier inoxydable 904L dans de l'acide phosphorique pollué à 40 % en poids avec différentes charges de particules solides.

#### IV.2.5. Spectre de fréquences

Les ondes EA peuvent être utilisées pour élucider différents mécanismes, tels que ceux générés par des réactions chimiques et ceux générés mécaniquement. En général, les réactions chimiques entraînent des changements rapides de la surface, causés par la formation de produits chimiques sous forme de gaz, de solides ou de produits solubles ; ces processus impliquent souvent des échelles de temps plus longues et des changements structuraux à grande échelle. Ainsi, la fréquence

des ondes EA générées par les processus chimiques tend à être de basse fréquence [127], [211], le plus souvent inférieur à 100 kHz en fonction de la nature de la réaction et des matériaux impliqués et, dans certaines conditions environnementales, il peut être supérieur à cette valeur [127].

D'autre part, la génération mécanique d'ondes EA implique des processus physiques tels que la déformation, la fracture ou l'impact sur des matériaux soumis à des contraintes. Ces événements libèrent une énergie rapide à des intervalles de temps très courts, ce qui tend à produire des ondes EA à haute fréquence, de plus de 100 kHz à plusieurs MHz [211].

Pour ce faire, l'analyse des formes d'ondes d'EA dans une représentation du domaine des fréquences à l'aide de la transformée de Fourier rapide (FFT) est utilisée pour isoler des composantes de fréquence spécifiques qui peuvent être corrélées avec des phénomènes physiques ou des mécanismes d'endommagement particuliers. Pour ce faire, diverses analyses ont été effectuées, telles que les pics spectraux pour identifier les pics dans le spectre et indiquer les fréquences dominantes. En outre, plusieurs caractéristiques de fréquence importantes peuvent être déduites après l'exécution de la FFT [212], [213], telles que la fréquence de crête, qui se réfère à la fréquence à laquelle l'amplitude maximale se produit, et la fréquence du centroïde, qui fournit une mesure du "centre" de gravité de la fonction de densité spectrale de puissance.

La Figure 41 montre les analyses de fréquence des signaux acoustiques des différents événements correspondants (A, B, C, F, K et I) présentés à la Figure 37, qui représentent la réponse de l'alliage dans diverses conditions. Comme le montre la Figure 41, le spectre de fréquence du point A dans le cas où il n'y a pas de particules de SiC apparaît en dessous de 200 kHz. En outre, la présence de petits pics de fréquence dans la région des basses fréquences (<100 kHz) peut être due aux activités chimiques de l'échantillon. En revanche, les pics de fréquence dans la région haute fréquence (>100 kHz), avec une fréquence de pointe de 117,2 kHz et une fréquence centroïde de 118,9 kHz, peuvent représenter le bruit de l'écoulement des fluides.

En contrepartie, dans le cas de présence des particules de SiC, l'intensité du pic augmente de manière significative à mesure que la concentration des particules de SiC augmente (voir Figure 41). De plus, les événements se produisent sur une plage de fréquences plus large, et le spectre de fréquences présentes trois régions de pics de fréquence. Dans le cas des points B, C et F qui représentent respectivement 6 g L<sup>-1</sup>, 12 g L<sup>-1</sup> et 24 g L<sup>-1</sup>, les trois régions peuvent être divisées

comme suit : les activités chimiques de l'échantillon ( $< 100$  kHz), les bruits d'écoulement de fluide avec la présence de particules de SiC (entre  $100$  kHz et  $200$  kHz), et les effets d'abrasion ( $> 200$  kHz).

En outre, lorsque l'abrasion -corrosion devient significative comme dans le cas des points K et I à  $30 \text{ g L}^{-1}$ , un changement de ces régions est observé, les activités chimiques de l'échantillon et les bruits d'écoulement du fluide avec les particules de SiC ( $< 300$  kHz), les effets de l'abrasion (entre  $300$  kHz et  $400$  kHz), et de nouveaux pics de fréquence commencent à apparaître clairement à une fréquence supérieure à  $400$  kHz, conduisant au déplacement de la fréquence de crête et la fréquence du centroïde à une valeur supérieure à  $300$  kHz, ce qui est montré comme un exemple au point K, la fréquence de crête de  $327,1$  kHz et fréquence du centroïde de  $324,5$  kHz. Cela suggère que ces fréquences dominantes sont associées à des mécanismes spécifiques se produisant à la surface de l'alliage, où les dommages matériels deviennent significatifs et peuvent être dus aux effets combinés d'effets physiques (déformation plastique, labourage(ploughing) ou découpage) et de réactions électrochimiques ou chimiques (dissolution des ions métalliques) pendant l'abrasion - corrosion, ce qui entraîne généralement une plus grande perte de matière dans le fluide corrosif.

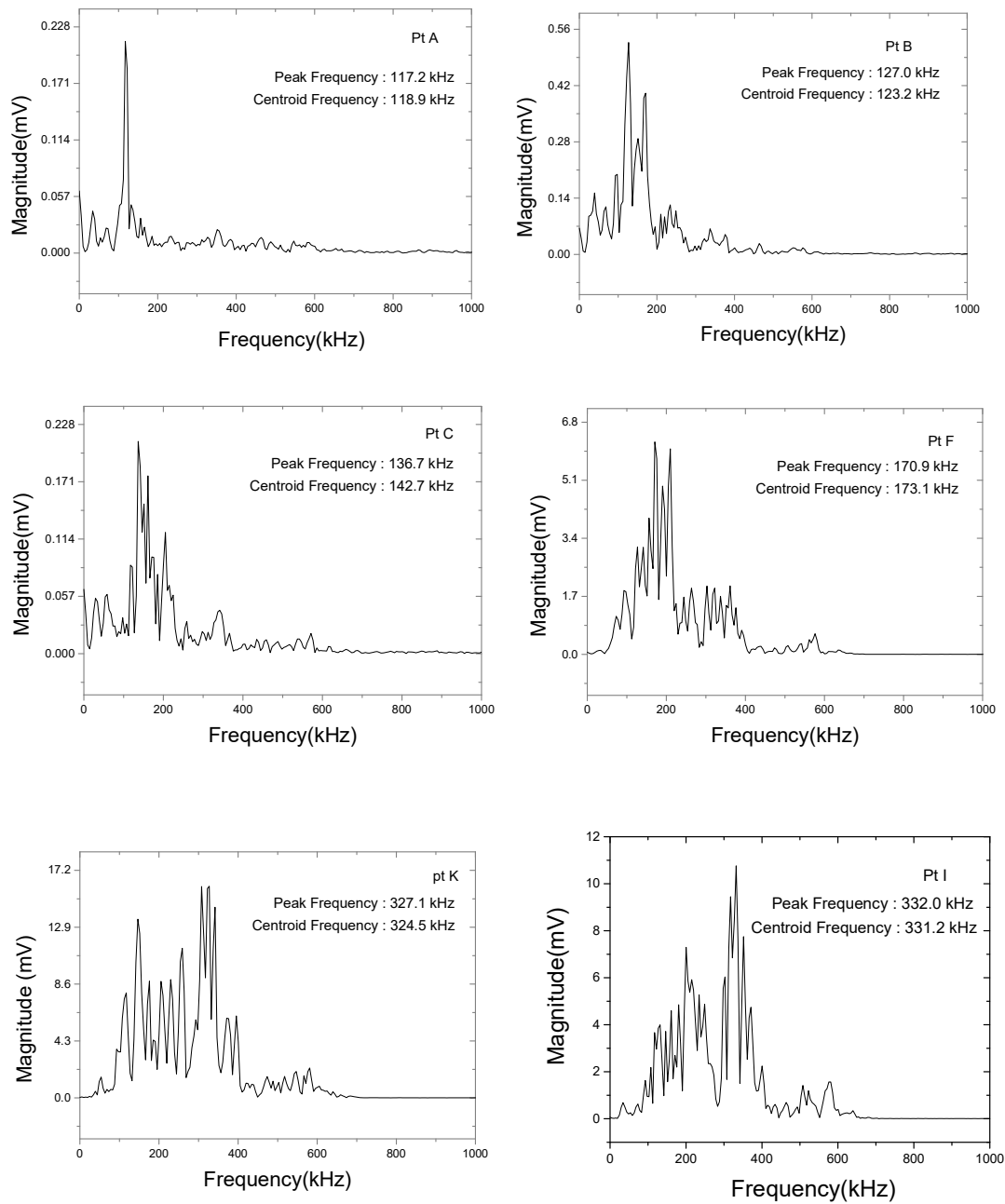


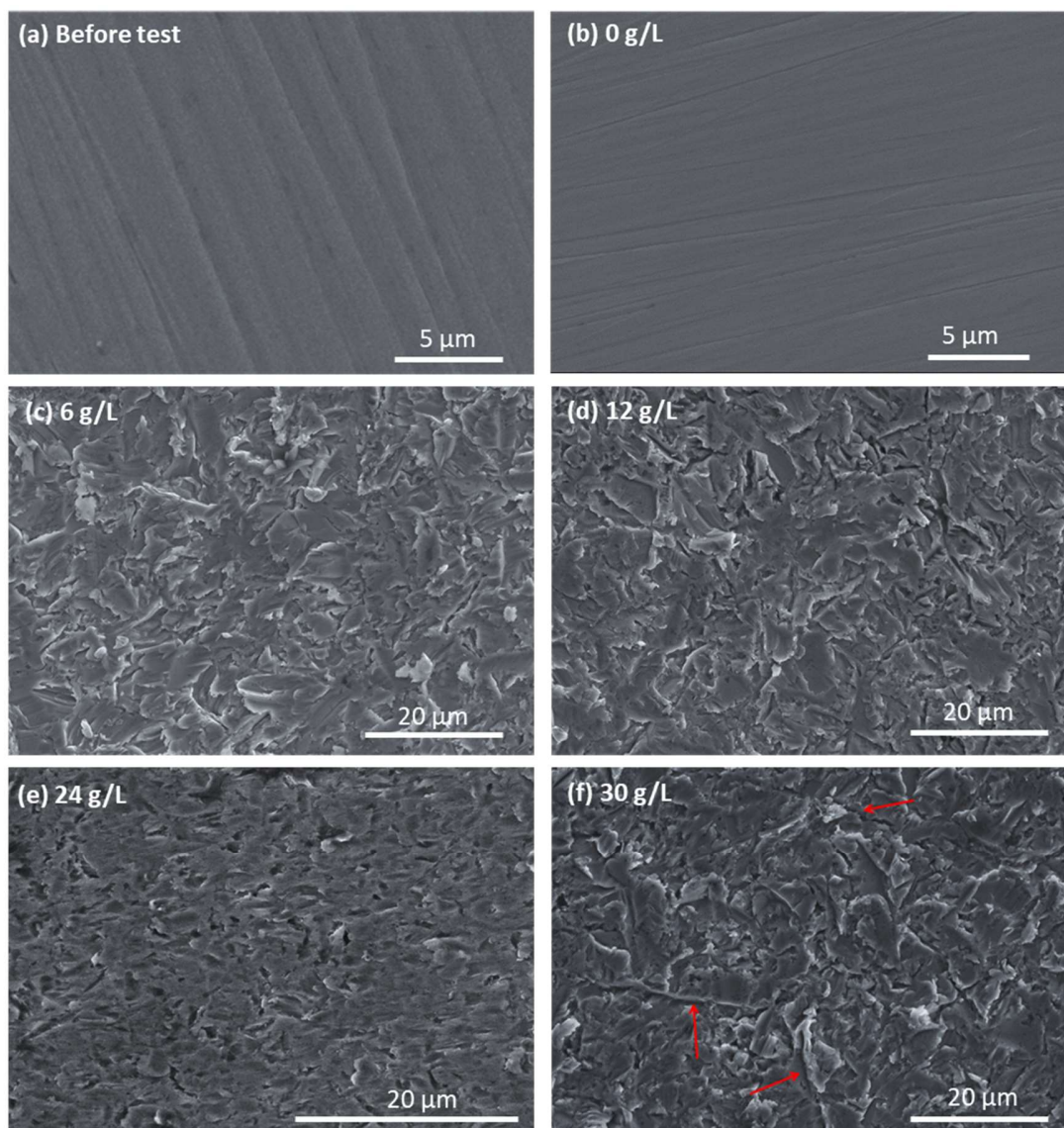
Figure 41. Représentations dans le domaine des fréquences de certains points de la Figure 37 à l'aide de la transformée de Fourier rapide (FFT).

#### **IV.2.6. Analyse de la surface par MEB dans différentes conditions de chargement des particules de SiC**

Pour contrôler les changements morphologiques de la surface qui se produisent avec des concentrations variables de particules de SiC, des images de MEB (Figure 42. Images de MEB de la surface de l'échantillon de l'alliage 904L montrant l'évolution morphologique de la surface érodée avec différentes charges de particules de SiC après toutes les 8 minutes. Figure 42) de la surface 904L avant et après une exposition de 8 minutes à un environnement d'abrasion -corrosion ont été enregistrées. L'imagerie MEB est essentielle pour comprendre l'évolution morphologique de la surface érodée.

En général, les modifications de la surface de l'alliage peuvent être affectées par divers facteurs tels que la fréquence des impacts des différentes particules, la surface moyenne affectée par la réaction d'impact des particules avec la surface, et la vitesse des processus de repassivation [214]. Lorsque le fluide est dépourvu de particules de SiC, la surface de l'acier inoxydable austénitique apparaît relativement lisse et uniforme, sans cratères ni dommages évidents, comme le montrent la Figure 42b et le Schéma 1.

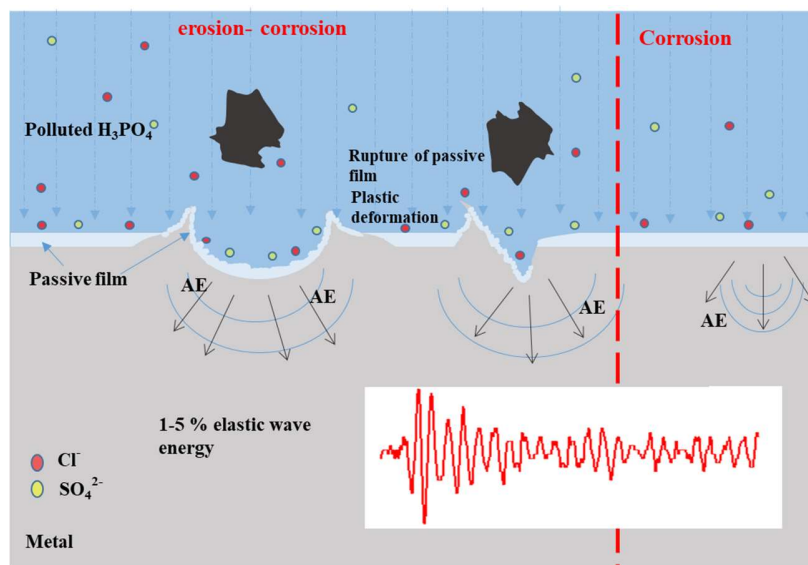
Au contraire, dans des conditions d'abrasion -corrosion (c'est-à-dire en présence de particules de SiC dans le fluide impactant la surface de l'échantillon), la surface devient plus irrégulière et présente une rugosité accrue et des squelettes écaillés, comme le montre la Figure 42c-f. Pour des charges de SiC plus élevées, le processus d'abrasion -corrosion a augmenté la rugosité en élargissant les cratères de surface et en éliminant le film d'oxyde protecteur passif, augmentant ainsi les dommages à la surface, comme le montrent les images MEB (c-f) et le Schéma 1.



*Figure 42. Images de MEB de la surface de l'échantillon de l'alliage 904L montrant l'évolution morphologique de la surface érodée avec différentes charges de particules de SiC après toutes les 8 minutes.*

En revanche, la surface rugueuse et les structures agglomérées peuvent également être liées à l'indentation normale de particules tranchantes ou à l'agrégation de particules à la surface. En plus, en raison de l'indentation normale des particules, nous percevons une déformation plastique de l'alliage [215] avec la formation de cratères et d'éclats résultant de phénomènes de rayures. De tels dommages mécaniques au cours des processus d'abrasion-corrosion sont cohérents avec les études précédentes sur l'acier inoxydable 304L dans des solutions salines et  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  [110].

En outre, le phénomène de rayure est plus évident à  $24 \text{ g L}^{-1}$  et  $30 \text{ g L}^{-1}$  de SiC. Cela peut s'expliquer par l'interaction de deux processus, à savoir le raclage et la découpe de copeaux fins, et leur effet commence probablement à dominer à  $24 \text{ g L}^{-1}$  en raison de la fréquence plus élevée de l'impact sur la surface et du caractère tranchant des particules. Par conséquent, les résultats du MEB confirment les conclusions de l'analyse EA et des mesures du potentiel de corrosion, qui montrent l'effet significatif des particules de SiC sur le processus d'abrasion -corrosion et les dommages de surface.



*Schéma 1. Illustration schématique des processus d'abrasion -corrosion et du comportement limité de dépassivation-repassivation.*

### **IV.3. Corrélation entre les données de perte de masse et le signal EA à différents potentiels**

Étant donné que le processus d'abrasion -corrosion entraîne des pertes de métal, il était important d'étudier l'effet de la corrosion se produisant au potentiel libre (PCO) par rapport à la corrosion à des potentiels cathodiques sur l'étendue des dommages subis par l'alliage. Ainsi, la mesure en temps réel de la perturbation mécanique réelle a été évaluée en termes de perte de masse. La méthode gravimétrie a été appliquée pour comparer la perte de masse au potentiel de corrosion libre avec celle au potentiel cathodique imposé de  $-600 \text{ mV}$  (par rapport au ECS). La Figure 43a montre la variation de la perte de masse en fonction du temps pour les deux potentiels en présence de  $24 \text{ g L}^{-1}$  de particules solides.

On peut remarquer que, pour les deux potentiels, la perte de masse augmente de façon monotone avec le temps d'immersion, mais sans corrélation linéaire parfaite (Figure 43a). Cela suggère que l'abrasion et la corrosion contribuent toutes deux à la perte de masse. Il est important de noter que la perte de masse au potentiel libre est plus importante que celle au potentiel cathodique. Ce comportement peut s'expliquer par la contribution des dommages corrosifs.

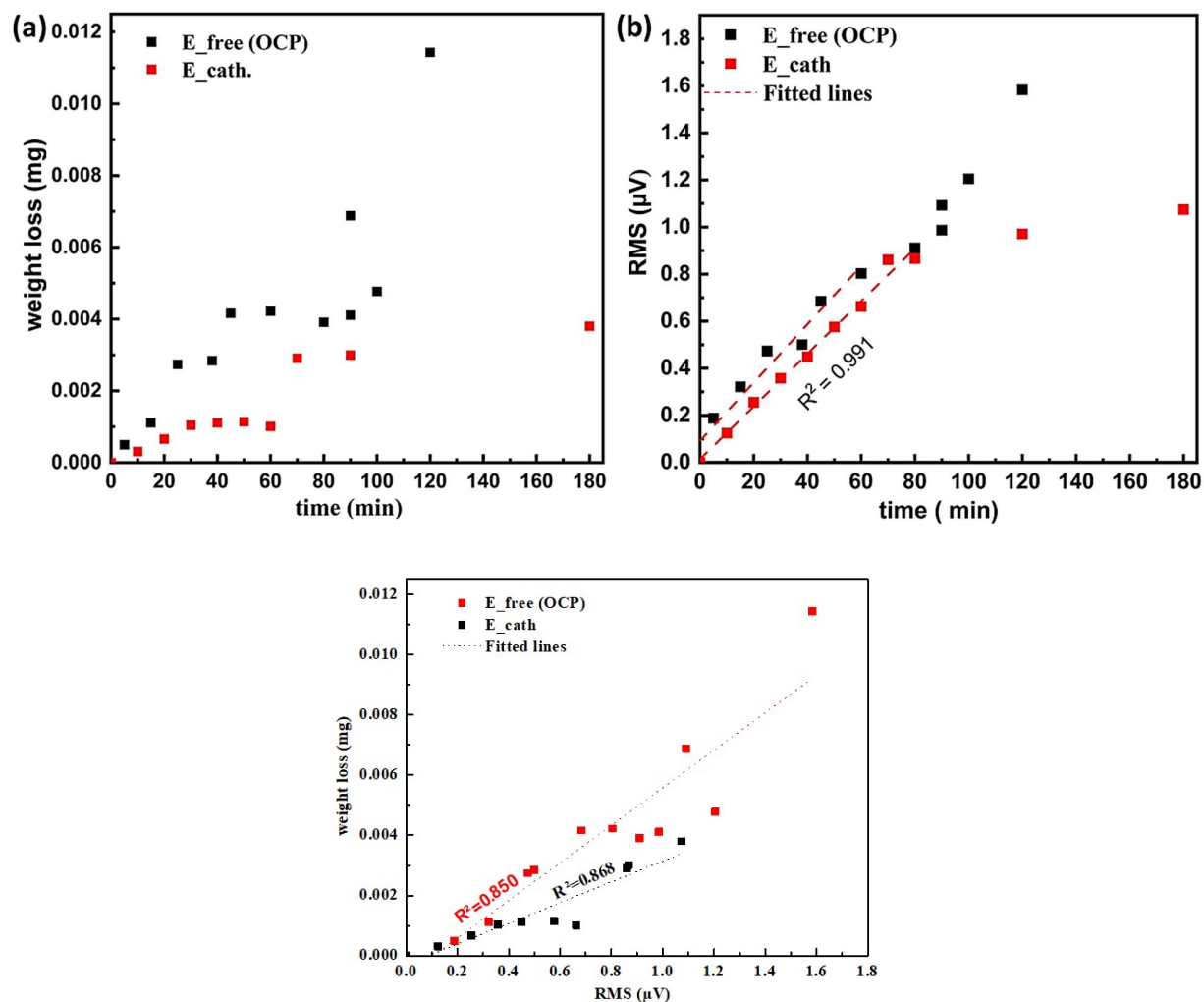


Figure 43. Evolution temporelle (a) de la perte de masse et (b) de la valeur efficace de la réponse du signal EA (RMS) de l'acier 904L au potentiel libre et au potentiel cathodique (-600 mV vs. SCE) après immersion dans de l'acide phosphorique pollué à 40 % en poids en présence de 24 g/L de particules solides. (c) Corrélation correspondante entre la perte de masse et le RMS.

Pour explorer la corrélation entre l'émission acoustique et la perte de masse dans ces conditions, l'évolution du RMS cumulé de l'EA de l'acier inoxydable 904L a été étudiée lors de l'immersion au potentiel libre et au potentiel cathodique (-600 mV vs SCE) dans de l'acide phosphorique pollué

à 40 wt% en présence de 24 g L<sup>-1</sup> (Figure 43b). Nous notons que la réponse acoustique est importante pendant l'abrasion car elle est liée à l'impact des particules abrasives. Comme le montre la Figure 43b, les valeurs efficaces sont plus élevées au potentiel libre qu'au potentiel cathodique, et elles présentent une relation linéaire plus raisonnable avec le temps (au moins jusqu'à 100 min avec un coefficient de corrélation  $R^2 = 0,991$ ).

En général, la formation d'une couche passive est connue pour montrer une diminution continue de l'activité et de l'intensité de l'EA [216], Cependant, l'augmentation de la valeur efficace du signal EA (RMS) avec le temps pourrait être liée à la difficulté d'autoréparation du film d'oxyde (Figure 43b). En outre, pour comprendre la corrélation entre la perte de métal et l'activité EA, les données relatives à la perte de masse ont été tracées en fonction de la valeur efficace du signal EA, comme le montre la Figure 43c. Une corrélation satisfaisante entre la perte de masse et la réponse acoustique pendant l'abrasion -corrosion a été révélée, ce qui permet de conclure que l'augmentation des dommages dus à la corrosion-abrasion est relativement linéaire avec l'augmentation de l'énergie acoustique efficace.

#### **IV.4. Conclusions**

La corrélation entre l'activité EA, le potentiel de corrosion et la perte de masse de l'acier inoxydable 904 L dans une solution d'acide phosphorique polluée dans des conditions d'abrasion -corrosion a été analysée pour détecter et surveiller la progression dynamique de la dégradation de l'acier. Cette étude a permis de tirer les conclusions suivantes :

- En combinant les analyses EA et les mesures électrochimiques du potentiel de corrosion, les effets interactifs des influences mécaniques et électrochimiques sur l'endommagement de l'acier inoxydable ont été efficacement élucidés. Les changements simultanés de l'effet d'abrasion et du comportement à la corrosion dans diverses conditions d'abrasion peuvent être étudiés en ligne en examinant différentes charges de particules de SiC.
- Il existe une relation entre l'activité EA (tension efficace et l'énergie des signaux acoustique) et le potentiel de corrosion en présence d'impacts de particules, ce qui permet de détecter l'étendue de la dépassivation de la surface et la difficulté d'autoréparation du film passif. Nous concluons également que les événements de dépassivation-repassivation sont dépendants dans des conditions d'abrasion -corrosion.

- La corrosion affecte le taux d'abrasion et vice versa, mais leur comportement n'est pas linéaire, comme le montre la linéarité imparfaite de la perte de masse en fonction du temps.
- Concernant la difficultés d'autoréparation du film passif, la forme d'onde des signaux EA a montré l'apparition d'une forme d'onde continue imparfaite de forte intensité, allant de 0,1 à 0,4 mV, qui peut être liée au fait que la surface de l'alliage devient plus sensible à la dépassivation locale ou pourrait suggérer un précurseur de l'apparition d'une nouvelle source acoustique (de type discret) : Lier aux sauts soudains des éclats de bords des coupes causés par l'intensification des contraintes exercées sur ces bords .
- L'analyse du spectre de fréquence moyen et les changements morphologiques de la surface ont révélé que la quantité de SiC modifie le mécanisme d'endommagement, passant d'événements d'EA dominés par le labourage à des événements d'EA dominés par la micro-coupure en raison de l'impact à haute fréquence des particules de SiC sur la surface.
- À une charge de particules de  $24 \text{ g L}^{-1}$ , la perte de masse de l'alliage et sa réponse acoustique sont corrélées pendant l'abrasion -corrosion, ce qui suggère que l'augmentation des dommages dus à la corrosion-abrasion est assez régulière avec l'augmentation de la tension efficace.

## CONCLUSION GENERALE

Le phénomène d'abrasion -corrosion des matériaux métalliques constitue un processus complexe impliquant une multitude de facteurs, notamment mécaniques, métallurgiques et électrochimiques. Ces facteurs ne sont pas indépendants, et leur caractérisation individuelle à l'aide des techniques classiques du domaine de la corrosion s'avère parfois impossible. Récemment, des recherches sur les phénomènes de corrosion localisée ont démontré que l'utilisation de la technique d'émission acoustique pourrait partiellement atténuer cette problématique. Notre recherche doctorale s'inscrit dans le cadre des travaux menés au sein du laboratoire des matériaux, des nanotechnologies et de l'environnement, dont l'un des objectifs principaux est l'analyse des phénomènes de corrosion et d'abrasion des matériaux.

Dans ce cadre, nous avons analysé le phénomène d'abrasion-corrosion en nous appuyant sur l'émission acoustique en relation avec des mesures électrochimiques. La démarche générale a consisté à caractériser les signaux acoustiques associés aux phénomènes responsables de la dégradation, à identifier les paramètres acoustiques les plus pertinents et à établir un protocole d'étude en milieu contrôlé. Dans le présent mémoire, nous avons présenté une étude portant sur la corrosion-abrasion de l'acier inoxydable 904L dans des environnements phosphoriques polluée par des chlorures et des sulfates, en considérant différentes concentrations de particules solides (6 g/L, 12 g/L, 24 g/L et 30 g/L).

Une revue bibliographique succincte préalable a permis de clarifier les caractéristiques du phénomène d'abrasion-corrosion ainsi que les facteurs susceptibles de l'influencer. Le mécanisme d'endommagement d'origine purement mécanique, tel que l'abrasion, est principalement déterminé par la nature ductile ou fragile du matériau, les conditions d'impact (telles que la vitesse et l'angle) ainsi que par les caractéristiques des particules solides impliquées. Dans un environnement corrosif, ces paramètres restent essentiels ; toutefois, leur influence relative fluctue en fonction de la nature des espèces chimiques présentes dans le milieu. Dans certaines conditions, l'ensemble des paramètres interagit et produit un effet de synergie entre l'abrasion et la corrosion, ce qui peut entraîner des conséquences désastreuses. Le milieu de l'acide phosphorique est évalué en raison de son agressivité tant sur le plan chimique que mécanique.

Après avoir exposé les principes fondamentaux de la technique d'émission acoustique, nous avons ensuite synthétisé les recherches majeures relatives à l'application de cette méthode dans l'analyse des phénomènes d'abrasion-corrosion. Cette revue de la littérature a validé la pertinence de l'étude

envisagée, notamment en illustrant la capacité de quantifier, par le moyen de l'émission acoustique, le nombre réel d'impacts ou leur "flux énergétique" à la surface d'un matériau.

L'approche expérimentale adoptée dans cette étude intègre une analyse électrochimique approfondie, réalisée à l'aide des techniques établies en électrochimie, telles que la courbe de polarisation, la chrono-potentiométrie, la chrono-ampérométrie et la spectroscopie d'impédance. Cette analyse est complétée par une étude gravimétrique, visant à évaluer la synergie entre les deux phénomènes se produisant simultanément, tout en assurant un suivi en temps réel des émissions acoustiques générées par l'alliage 904L. De plus, diverses techniques d'analyse, notamment la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectroscopie UV-Vis-IRP, et la diffraction des rayons X (DRX), sont également mises en œuvre. Le dispositif expérimental, la méthodologie employée ainsi que les caractéristiques du matériau et du milieu analysés sont exposés dans le deuxième chapitre.

Les essais d'abrasion-corrosion ont été effectués sur une boucle d'essai, permettant de moduler le régime d'abrasion à travers le contrôle de la vitesse d'écoulement du fluide, de la concentration et de la nature des particules, ainsi que des angles d'impact sur l'échantillon. Les essais ont été minutieusement analysés afin de favoriser le couplage, dans des conditions rigoureusement définies, entre l'émission acoustique et les mesures électrochimiques.

Les mesures acoustiques sont effectuées à l'aide d'un dispositif commercial dédié à l'acquisition et au traitement des signaux, auquel il est possible de connecter directement les appareils de mesure électrochimique.

Dans le contexte de notre recherche, et plus spécifiquement dans le but d'approfondir la compréhension du phénomène d'abrasion-corrosion de l'alliage 904L dans un environnement phosphorique en présence d'impuretés chimiques, nous visons à établir des courbes de corrélation entre l'émission acoustique et la réponse électrochimique. Dans cette optique, nous avons opté pour une analyse du comportement de cet alliage dans des conditions de corrosion-abrasion (chapitre III). Il convient ensuite de relier ces connaissances à sa réponse acoustique en temps réel dans des conditions dynamiques (chapitre IV).

La première étape de notre approche consistait à mettre en lumière les propriétés électrochimiques de l'alliage étudié en fonction des différentes concentrations de particules solides, dans le but

d'accroître l'agressivité mécanique du milieu. Le suivi de l'évolution de la chrono-potentiométrie et de la chrono-ampérométrie a révélé que la passivité de l'acier inoxydable se transforme en une couche moins stable, accompagnée d'une diminution du potentiel de corrosion. Par ailleurs, la densité du courant passif augmente, atteignant des valeurs plus élevées, ce qui suggère que le film passif a perdu une partie de son efficacité protectrice. La spectroscopie d'impédance électrochimique a révélé que la qualité de protection de ce film se dégrade en raison de la faible résistance à la diffusion des cations métalliques vacants. De surcroît, la complexité de l'autoréparation du film passif se manifeste de manière plus marquée à des concentrations de 24 gL<sup>-1</sup>. Ensuite, lors de l'étude gravimétrique de l'alliage 904L contenant 24 gL<sup>-1</sup> de SiC, il a été observé les effets mécanique et synergique ont contribué respectivement à 45,56 % et 50,38 % du taux de perte de masse totale pendant une période de 4 heures.

Les observations effectuées sur la surface de l'alliage, tant avant qu'après le processus de corrosion-abrasion, ont mis en évidence une diminution des oxydes responsables de la formation de la couche passive, comme cela a été observé à l'aide des techniques d'analyse UV-VIS-IRP. En outre, il a été observé que l'épaisseur du film en question avait diminué, comme l'a confirmé la Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE). Cette diminution pourrait résulter d'une déformation plastique, comme cela a été mis en évidence lors de l'analyse par diffraction des rayons X (DRX). Les images obtenues grâce à la microscopie électronique à balayage (MEB) ont permis d'observer que le phénomène de corrosion-abrasion provoque la création de cavités et des phénomènes de détachement de matière. Ces altérations conduisent à une surface présentant des irrégularités et une rugosité accrue.

L'objectif de la deuxième partie de cette étude est d'analyser la réponse acoustique en se basant sur les constatations établies précédemment. Dans le but de se rapprocher des conditions généralement rencontrées dans l'industrie, nous avons poursuivi une approche pluri-impacts, en augmentant de manière significative la concentration de particules de carbure de silicium en suspension dans le milieu. Nous avons constaté que l'émission acoustique est de type continu, résultant de la superposition de milliers de salves par seconde qui peuvent être liées à différentes sources à la fois. L'analyse de ces réponses acoustiques reposait sur une évaluation dans le domaine temporel des paramètres les plus indicatifs de la corrosion-abrasion, suivie d'une analyse dans le domaine

fréquentiel de diverses formes d'ondes des signaux modèles représentant différentes situations érosives.

La corrélation entre l'activité acoustique, le potentiel de corrosion et la perte de masse de l'acier inoxydable 904 L dans des conditions de corrosion-abrasion en milieu phosphorique pollué, visant à détecter et à surveiller la progression dynamique de la dégradation de l'acier. Nous avons confirmé que les effets interactifs des forces mécaniques et électrochimiques sur la dégradation de l'acier inoxydable ont été clairement élucidés par l'intégration de l'analyse de l'émission acoustique aux mesures du potentiel de corrosion électrochimique. Les modifications concomitantes de l'impact de l'abrasion et des propriétés de la corrosion dans différents contextes érosifs peuvent être étudiées en temps réel par l'analyse de l'effet de différentes charges en particules de SiC. Aussi que La corrosion influence le taux d'abrasion et réciproquement, cependant, leur interaction n'est pas de nature linéaire, comme l'illustre la relation non linéaire observée entre la perte de masse et le temps.

Il est possible d'établir un lien entre l'activité acoustique mesurée par la tension efficace et l'énergie des signaux acoustiques et le potentiel de corrosion lorsqu'il y a des impacts de particules. Cette relation permet de déterminer l'étendue de la dépassivation de la surface métallique ainsi que la capacité d'autoréparation du film passif qui la protège. Nous en arrivons également à la conclusion que les événements de dépassivation-repassivation sont interdépendants, particulièrement dans des conditions où l'abrasion et la corrosion agissent conjointement.

L'analyse de la forme d'onde des signaux acoustiques émis a révélé l'émergence d'une forme d'onde continue imparfaite, caractérisée par une intensité élevée variant de 0,1 à 0,4 mV. Cette observation pourrait être attribuée à une sensibilité accrue de la surface de l'alliage à la dépassivation locale, ou elle pourrait indiquer un précurseur à l'apparition d'une nouvelle source acoustique de nature discrète. Relier les sauts soudains des éclats des bords des coupes à l'intensification des contraintes exercées sur ces bords. Ce qui décrit la difficulté d'autoréparation du film passif.

De plus, l'analyse du spectre de fréquence moyen des signaux émis, ainsi que les modifications morphologiques de la surface, ont mis en évidence que la quantité de SiC influence le mécanisme d'endommagement. Ce dernier évolue d'événements d'EA principalement caractérisés par le

labourage « poulging » vers des événements d'EA dominés par la micro-coupure « micro-cutting », en raison de l'impact à haute fréquence des particules de SiC sur la surface.

L'analyse des formes d'ondes d'émission acoustique dans le domaine fréquentiel, réalisée à l'aide de la transformée de Fourier rapide (FFT), permet d'isoler des composantes de fréquence spécifiques susceptibles d'être corrélées avec des phénomènes physiques ou des mécanismes d'endommagement particuliers. En l'absence de particules solides, l'activité acoustique se manifeste en dessous de 200 kHz, tandis que l'activité chimique de l'échantillon se situe dans la plage des basses fréquences (<100 kHz). La région des hautes fréquences (>100 kHz) est susceptible de représenter le bruit généré par l'écoulement des fluides.

Cependant, en présence de particules de SiC, l'intensité du pic s'accroît proportionnellement à la concentration. De plus, les événements se montrent sur une plage de fréquences élargie, caractérisée par un spectre de fréquences comportant trois pics distincts. Pour les ondes correspondant aux concentrations en dessus de 24 g L<sup>-1</sup>, celles-ci sont classées en trois zones de fréquence distinctes : 1) Activités chimiques de l'échantillon observées à des fréquences inférieures à 100 kHz, 2) Bruits générés par l'écoulement de fluides contenant des particules de SiC dans la plage de 100 à 200 kHz, et 3) Effets d'abrasion détectés à des fréquences supérieures à 200 kHz.

Lorsque l'abrasion -corrosion devint plus significative (30 g L<sup>-1</sup> en SiC), le domaine fréquentiel de ces zones change, et de nouveaux pics de fréquence apparaissent de manière distincte à des fréquences supérieures à 400 kHz. Cela indique que ces fréquences dominantes sont liées à des mécanismes spécifiques se manifestant à la surface de l'alliage, où les dommages matériels deviennent notables. Ces dommages peuvent résulter des effets conjugués de phénomènes physiques (tels que la déformation plastique, le labourage ou le découpage) et de réactions électrochimiques ou chimiques (comme la dissolution des ions métalliques) durant le processus d'abrasion -corrosion, entraînant généralement une perte de matière accrue dans le fluide corrosif.

En fin, le suivi de la perte de masse et l'activité acoustique (RMS) au cours du temps pour la concentration de particule de 24 g L<sup>-1</sup>, montre la diminution de la masse de l'alliage ainsi que sa réponse acoustique présentent une corrélation durant le processus d'abrasion -corrosion, ce qui indique que l'accroissement des dommages liés à la corrosion-abrasion est relativement constant en fonction de l'augmentation de la tension efficace.

En conclusion, la technique d'émission acoustique constitue un outil particulièrement efficace pour la caractérisation en laboratoire des phénomènes de la corrosion-abrasion . Son application dans le contexte industriel s'avère également très prometteuse.

Pour la poursuite de cette étude, il serait pertinent de se rapprocher des conditions réelles rencontrées sur le terrain en procédant à un monitoring de la corrosion-abrasion . Cela impliquerait de modifier les différents facteurs influençant ce phénomène, tels que la vitesse et la température du fluide, ainsi que la morphologie, la nature et la taille des particules. Il sera indubitablement nécessaire de quantifier ces corrélations avec l'émission acoustique.

Il est indéniable que le passage par l'échelle pilote représente une étape cruciale dans la validation des résultats obtenus en laboratoire. Cette phase permet d'évaluer la faisabilité technique et économique de l'application de la technique de contrôle non destructif (EA) dans des conditions analogues à celles de l'échelle industrielle, tout en identifiant les ajustements requis avant un déploiement à grande échelle.

Cette approche pourrait aboutir à l'élaboration d'une base de données acoustique relative au phénomène d'abrasion-corrosion et, à court terme, à la conception d'un dispositif permettant la détection et le suivi en temps réel des dommages causés par l'abrasion-corrosion.

Il est également essentiel pour notre structure de recherche d'employer la technique d'émission acoustique dans l'intérêt d'identifier et de localiser les défauts résultant des différents types de corrosion, tels que la piquûre et la crevasse... Il convient également d'explorer des stratégies de protection contre la corrosion et l'abrasion , telles que le développement de matériaux hybrides, ainsi que d'analyser leur résistance à l'usure mécanique et chimique simultanément. Aussi, de diversifier les approches expérimentales et théoriques pour l'étude de la corrosion dans des milieux phosphoriques. Et d'utiliser les méthodes d'intelligence artificielle afin de modéliser les différentes variantes de corrosion ainsi que le taux de corrosion des alliages inoxydables dans des environnements phosphoriques, en recourant à l'émission acoustique in situ.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] A. Bellaouchou, A. Guenbour, and A. Benbachir, “Corrosion behavior of stainless steel in phosphoric acid polluted by sulfide ions,” *Corrosion*, vol. 49, no. 8, pp. 656–662, 1993, doi: 10.5006/1.3316097.
- [2] M. Schorr and B. Valdez, “The phosphoric acid industry: Equipment, materials, and corrosion,” *Corros. Rev.*, vol. 34, no. 1–2, pp. 85–102, 2016, doi: 10.1515/corrrev-2015-0061.
- [3] N. R. Baddoo, “Stainless steel in construction: A review of research, applications, challenges and opportunities,” *J. Constr. Steel Res.*, vol. 64, no. 11, pp. 1199–1206, 2008, doi: 10.1016/j.jcsr.2008.07.011.
- [4] H. H. Pariser, N. R. Backeberg, O. C. M. Masson, and J. C. M. Bedder, “Changing nickel and chromium stainless steel markets - A review,” *J. South. African Inst. Min. Metall.*, vol. 118, no. 6, pp. 563–568, 2018, doi: 10.17159/2411-9717/2018/V118N6A1.
- [5] P. Boillot and J. Peultier, “Use of stainless steels in the industry: Recent and future developments,” *Procedia Eng.*, vol. 83, pp. 309–321, 2014, doi: 10.1016/j.proeng.2014.09.015.
- [6] M. BenSalah, R. Sabot, E. Triki, L. Dhouibi, P. Refait, and M. Jeannin, “Passivity of Sanicro28 (UNS N-08028) stainless steel in polluted phosphoric acid at different temperatures studied by electrochemical impedance spectroscopy and Mott-Schottky analysis,” *Corros. Sci.*, vol. 86, pp. 61–70, 2014, doi: 10.1016/j.corsci.2014.04.056.
- [7] A. Guenbour, “Etude de l’influence de l’abrasion sur la corrosion et la passivité des aciers inoxydables en milieux phosphoriques,” Mohammed V, Faculté des sciences Rabat, 1989.
- [8] H. Iken, R. Basseguy, A. Guenbour, and A. Ben Bachir, “Classic and local analysis of corrosion behaviour of graphite and stainless steels in polluted phosphoric acid,” *Electrochim. Acta*, vol. 52, no. 7, pp. 2580–2587, 2007, doi: 10.1016/j.electacta.2006.09.013.
- [9] A. Guenbour, “Etude de l’influence de l’abrasion sur la corrosion et la passivité des aciers inoxydables en milieux phosphoriques,” Mohammed V, Faculté des sciences Rabat, 1989.

- [10] A. Bellaouchou, “Contribution à l’étude de mécanisme d’action des ions sulfures sur la corrosion de l’alliage UB6 en milieux phosphoriques,” Mohammed V, Faculté des sciences Rabat, 1993.
- [11] Y. Kerroum, “Étude du mécanisme d’action des ions fluorures sur la corrosion et la passivité de la fonte au chrome et de l’alliage 904L en milieux phosphoriques,” Mohammed V, Faculté des sciences Rabat, 2020.
- [12] S. Skal *et al.*, “Effect of abrasive particles on electrochemical behaviour of passive film formed on Alloy 59 in contaminated phosphoric acid,” *J. Mater. Environ. Sci.*, vol. 8, no. 9, pp. 3234–3246, 2017.
- [13] M. Boudalia, “Corrosion En Milieux Phosphoriques De L’Acier Inoxydable Austénitique 904L En Presence Des Inhibiteurs Ecologiques,” université mohamed V faculté des sciences Rabat, 2015.
- [14] S. Skal, “Études électrochimiques et spectroscopiques de la corrosion-abrasion des aciers inoxydables en milieux phosphoriques,” Mohamed V faculté des sciences Rabat, 2020.
- [15] A. Bellaouchou, “Inhibition et corrosion sous transfert thermique des aciers inoxydables en milieux phosphoriques,” Mohamed V faculté des sciences Rabat, 2002.
- [16] D. Landolt, *Corrosion and surface chemistry of metals*. EPFL press, 2007.
- [17] P. Marcus, *Corrosion mechanisms in theory and practice: Third edition*. 2011.
- [18] V. Ashworth, ‘*Corrosion for science and engineering*,’ vol. 32, no. 4. Longman, 1997.
- [19] S. Ningshen and U. K. Mudali, “Uniform Corrosion of Austenitic Stainless Steels,” *Corros. Austenitic Stainl. Steels*, pp. 37–73, 2002, doi: 10.1533/9780857094018.74.
- [20] B. T. Lu, Z. K. Chen, J. L. Luo, B. M. Patchett, and Z. H. Xu, “Pitting and stress corrosion cracking behavior in welded austenitic stainless steel,” *Electrochim. Acta*, vol. 50, no. 6, pp. 1391–1403, 2005, doi: 10.1016/j.electacta.2004.08.036.
- [21] A. Guenbour, M. A. Hajji, E. M. Jallouli, and A. Ben Bachir, “Study of corrosion-erosion behaviour of stainless alloys in industrial phosphoric acid medium,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 5, pp. 2362–2366, 2006, doi: 10.1016/j.apsusc.2006.05.005.

- [22] S. Zehra, M. Mobin, and J. Aslam, “An overview of the corrosion chemistry,” in *Environmentally Sustainable Corrosion Inhibitors: Fundamentals and Industrial Applications*, C. M. Hussain, C. Verma, and J. B. T.-E. S. C. I. Aslam, Eds. Elsevier, 2021, pp. 3–23.
- [23] H. M. Cobb, *The history of stainless steel*. ASM International, 2010.
- [24] R. O. Adams, “A review of the stainless steel surface,” *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.*, vol. 1, no. 1, pp. 12–18, 1983, doi: 10.1116/1.572301.
- [25] K. H. Lo, C. H. Shek, and J. K. L. Lai, “Recent developments in stainless steels,” *Mater. Sci. Eng. R Reports*, vol. 65, no. 4–6, pp. 39–104, 2009, doi: 10.1016/j.mser.2009.03.001.
- [26] A. Pramanik and A. K. Basak, Eds., *Stainless Steel Microstructure, Mechanical Properties and Methods of Application*. new york: Nova Science Publishers, Inc, 2015.
- [27] J. C. Rawers, “Alloying effects on the microstructure and phase stability of Fe-Cr-Mn steels,” *J. Mater. Sci.*, vol. 43, no. 10, pp. 3618–3624, 2008, doi: 10.1007/s10853-008-2576-3.
- [28] A. Guenbour, J. Faucheu, and A. Ben Bachir, “on the Mechanism for Improved Passivation By Addition of Molybdenum To Austenitic Stainless Steels in O-Phosphoric Acid.,” *Corrosion*, vol. 44, no. 4, pp. 214–221, 1988, doi: 10.5006/1.3583928.
- [29] R. Karimihaghighi and M. Naghizadeh, “Effect of alloying elements on aqueous corrosion of nickel-based alloys at high temperatures: A review,” *Mater. Corros.*, vol. 74, no. 8, pp. 1246–1255, 2023, doi: 10.1002/maco.202213705.
- [30] V. Maurice and P. Marcus, “Passive films at the nanoscale,” *Electrochim. Acta*, vol. 84, pp. 129–138, 2012, doi: 10.1016/j.electacta.2012.03.158.
- [31] S. El Hajjaji, L. Aries, J. p. Audouard, and F. Dabosi, “The influence of alloying elements on the corrosion resistance of stainless steels in phosphoric acid medium polluted by sulphide ions,” *Corros. Sci.*, vol. 37, no. 6, pp. 927–939, 1995, doi: 10.1016/0010-938X(95)00005-5.
- [32] J. L. Cardoso, A. L. Silva Nunes Cavalcante, R. C. Araujo Vieira, P. De Lima-Neto, and M.

- J. Gomes Da Silva, "Pitting corrosion resistance of austenitic and superaustenitic stainless steels in aqueous medium of NaCl and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>," *J. Mater. Res.*, vol. 31, no. 12, pp. 1755–1763, 2016, doi: 10.1557/jmr.2016.198.
- [33] D. D. MacDonald, "The history of the Point Defect Model for the passive state: A brief review of film growth aspects," *Electrochim. Acta*, vol. 56, no. 4, pp. 1761–1772, 2011, doi: 10.1016/j.electacta.2010.11.005.
- [34] A. Veluchamy, D. Sherwood, B. Emmanuel, and I. S. Cole, "Critical review on the passive film formation and breakdown on iron electrode and the models for the mechanisms underlying passivity," *J. Electroanal. Chem.*, vol. 785, pp. 196–215, 2017, doi: 10.1016/j.jelechem.2016.12.020.
- [35] I. Díez-Pérez, F. Sanz, and P. Gorostiza, "In situ studies of metal passive films," *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, vol. 10, no. 3–4, pp. 144–152, 2006, doi: 10.1016/j.cossms.2007.01.002.
- [36] Y. Kerroum, A. Guenbour, A. Bellaouchou, H. Idrissi, J. Garcia-Anton, and A. Zarrouk, "Chemical and Physical Effects of Fluoride on the Corrosion of Austenitic Stainless Steel in Polluted Phosphoric Acid," *J. Bio- Tribo-Corrosion*, vol. 5, no. 3, 2019, doi: 10.1007/s40735-019-0261-5.
- [37] C. Escriv-Cerdán, E. Blasco-Tamarit, D. M. García-García, J. García-Antón, and A. Guenbour, "Effect of potential formation on the electrochemical behaviour of a highly alloyed austenitic stainless steel in contaminated phosphoric acid at different temperatures," *Electrochim. Acta*, vol. 80, pp. 248–256, 2012, doi: 10.1016/j.electacta.2012.07.012.
- [38] M. F. Wang, X. G. Li, N. Du, Y. Z. Huang, and A. Korsunsky, "Direct evidence of initial pitting corrosion," *Electrochem. commun.*, vol. 10, no. 7, pp. 1000–1004, 2008, doi: 10.1016/j.elecom.2008.04.032.
- [39] C. Verma, E. E. Ebenso, and M. A. Quraishi, "Corrosion inhibitors for ferrous and non-ferrous metals and alloys in ionic sodium chloride solutions: A review," *J. Mol. Liq.*, vol. 248, pp. 927–942, 2017, doi: 10.1016/j.molliq.2017.10.094.
- [40] L. W. Shemilt, C. Y. Cha, E. Fiadzigbe, and A. B. Ponter, "Steel pipe corrosion under flow

- conditions-III. Effect of sulphate ion,” *Corros. Sci.*, vol. 20, no. 3, pp. 443–455, 1980, doi: 10.1016/0010-938X(80)90011-6.
- [41] A. Munis, M. Zheng, and T. Zhao, “Effect of sulfate and meta-silicate ions on pitting corrosion of stainless steel-316 in chloride containing simulated coal gasifier aqueous effluents,” *Mater. Res. Express*, vol. 6, no. 7, 2019, doi: 10.1088/2053-1591/ab160e.
- [42] H. Hajjaoui *et al.*, “The concentration effect of HF on pitting corrosion behavior of 904 L SS in a phosphoric environment,” *Inorg. Chem. Commun.*, vol. 158, no. P1, p. 111543, 2023, doi: 10.1016/j.inoche.2023.111543.
- [43] P. K. Pufahl and L. A. Groat, “Sedimentary and igneous phosphate deposits: Formation and exploration: An invited paper,” *Econ. Geol.*, vol. 112, no. 3, pp. 483–516, 2017, doi: 10.2113/econgeo.112.3.483.
- [44] S. J. Van Kauwenbergh, M. Stewart, and R. Mikkelsen, “World Reserves of Phosphate Rock... a Dynamic and Unfolding Story,” *Better Crop.*, vol. 97, pp. 18–20, 2013.
- [45] R. El Bamiki, O. Raji, M. Ouabid, A. Elghali, O. K. Yazami, and J. L. Bodinier, “Phosphate rocks: A review of sedimentary and igneous occurrences in Morocco,” *Minerals*, vol. 11, no. 10, pp. 1–23, 2021, doi: 10.3390/min11101137.
- [46] OCP group, “Rapport annuel 2022,” 2022. [Online]. Available: <https://www.ocpgroup.ma/fr/Publications-recentes>.
- [47] R. Gilmour, *Phosphoric Acid Purification, Uses, Technology, and Economics*. USA: CRC Press, 2013.
- [48] A. F. Holleman and Wiberg, *Inorganic chemistry*, 1st ed. Academic Press, 2001.
- [49] V. S. Pakhomov and A. G. Parshin, “Corrosion resistance of some stainless steels in phosphoric acid,” *Chem. Pet. Eng.*, vol. 9, no. 5, pp. 429–431, 1973, doi: 10.1007/BF01155637.
- [50] C. Louis and J. Besslere, “Concentrated Phosphoric Acid Media : Acid-Base ,Oxidation-Reduction, and Solvation Properties,” *Amercan Chem. Soc.*, vol. 31, no. 4, pp. 472–474, 1986.

- [51] J. Larsen-Basse, "Role of microstructure and mechanical properties in abrasion," *Scr. Metall. Mater.*, vol. 24, no. 5, pp. 821–826, 1990, doi: 10.1016/0956-716X(90)90119-2.
- [52] I. Finnie, "Erosion of surfaces by solid particles," *Wear*, vol. 3, no. 2, pp. 87–103, 1960, doi: 10.1016/0043-1648(60)90055-7.
- [53] I. M. Hutchings, "Wear by particulates," *Chem. Eng. Sci.*, vol. 42, no. 4, pp. 869–878, 1987, doi: 10.1016/0009-2509(87)80045-3.
- [54] J. G. A. Bitter, "A study of erosion phenomena part I," *Wear*, vol. 6, no. 1, pp. 5–21, 1963, doi: 10.1016/0043-1648(63)90003-6.
- [55] J. G. A. Bitter, "A study of erosion phenomena. Part II," *Wear*, vol. 6, no. 3, pp. 169–190, 1963, doi: 10.1016/0043-1648(63)90073-5.
- [56] I. M. Hutchings and R. E. Winter, "The erosion of ductile metals by spherical particles," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 8, no. 1, pp. 8–14, 1975, doi: 10.1088/0022-3727/8/1/010.
- [57] I. M. Hutchings, *Tribology: friction and wear of engineering materials*, Second edi., vol. 13, no. 3. UK, 1992.
- [58] I. M. Hutchings and R. E. Winter, "Particle erosion of ductile metals: A mechanism of material removal," *Wear*, vol. 27, no. 1, pp. 121–128, 1974, doi: 10.1016/0043-1648(74)90091-X.
- [59] A. V. Levy, "The platelet mechanism of erosion of ductile metals," *Wear*, vol. 108, no. 1, pp. 1–21, 1986, doi: 10.1016/0043-1648(86)90085-2.
- [60] I. Finnie, "Some observations on the erosion of ductile metals," *Wear*, vol. 19, no. 1, pp. 81–90, 1972, doi: 10.1016/0043-1648(72)90444-9.
- [61] L. Fuyan and S. Hesheng, "The effect of impingement angle on slurry erosion," *Wear*, vol. 141, no. 2, pp. 279–289, 1991, doi: 10.1016/0043-1648(91)90274-X.
- [62] M. A. Al-Bukhaiti, S. M. Ahmed, F. M. F. Badran, and K. M. Emara, "Effect of impingement angle on slurry erosion behaviour and mechanisms of 1017 steel and high-chromium white cast iron," *Wear*, vol. 262, no. 9–10, pp. 1187–1198, 2007, doi: 10.1016/j.wear.2006.11.018.

- [63] N. Andrews, L. Giourntas, A. M. Galloway, and A. Pearson, “Effect of impact angle on the slurry erosion-corrosion of Stellite 6 and SS316,” *Wear*, vol. 320, no. 1, pp. 143–151, 2014, doi: 10.1016/j.wear.2014.08.006.
- [64] M. E. Broz, R. F. Cook, and D. L. Whitney, “Microhardness, toughness, and modulus of Mohs scale minerals,” *Am. Mineral.*, vol. 91, no. 1, pp. 135–142, 2006, doi: 10.2138/am.2006.1844.
- [65] J. D. B. de Mello, W. S. Labiapari, M. A. N. Ardila, S. A. G. Oliveira, and H. L. Costa, “Strain Hardening: Can it Affect Abrasion Resistance?,” *Tribol. Lett.*, vol. 65, no. 2, 2017, doi: 10.1007/s11249-017-0850-8.
- [66] F. Ferrer, “Etude et contrôle de l’abrasion-corrosion de matériaux métallique en milieu aqueux : caractérisation de l’endommagement par émission acoustique et technique électrochimiques,” INSA de Lyon, 1998.
- [67] P. J. Esteves, V. Seriacopi, M. C. S. de Macêdo, R. M. Souza, and C. Scandian, “Combined effect of abrasive particle size distribution and ball material on the wear coefficient in micro-scale abrasive wear tests,” *Wear*, vol. 476, p. 203639, 2021, doi: 10.1016/j.wear.2021.203639.
- [68] A. Baptista *et al.*, “Influence of the ball surface texture in the dragging of abrasive particles on micro-abrasion wear tests,” *Wear*, vol. 476, p. 203730, 2021, doi: 10.1016/j.wear.2021.203730.
- [69] R. Gåhlin and S. Jacobson, “The particle size effect in abrasion studied by controlled abrasive surfaces,” *Wear*, vol. 224, no. 1, pp. 118–125, 1999, doi: 10.1016/S0043-1648(98)00344-5.
- [70] A. V. Levy and P. Chik, “The effects of erodent composition and shape on the erosion of steel,” *Wear*, vol. 89, no. 2, pp. 151–162, 1983, doi: 10.1016/0043-1648(83)90240-5.
- [71] V. B. Nguyen, Q. B. Nguyen, Y. W. Zhang, C. Y. H. Lim, and B. C. Khoo, “Effect of particle size on erosion characteristics,” *Wear*, vol. 348–349, pp. 126–137, 2016, doi: 10.1016/j.wear.2015.12.003.
- [72] N. Lin, H. Arabnejad, S. A. Shirazi, B. S. McLaury, and H. Lan, “Experimental study of

- particle size, shape and particle flow rate on Erosion of stainless steel,” *Powder Technol.*, vol. 336, pp. 70–79, 2018, doi: 10.1016/j.powtec.2018.05.039.
- [73] Z. Nie, C. Fang, J. Gong, and Z. Y. Yin, “Exploring the effect of particle shape caused by erosion on the shear behaviour of granular materials via the DEM,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 202, pp. 1–11, 2020, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2020.05.004.
- [74] M. Roy, Y. Tirupataiah, and G. Sundararajan, “Effect of particle shape on the erosion of Cu and its alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 165, no. 1, pp. 51–63, 1993, doi: 10.1016/0921-5093(93)90626-P.
- [75] G. W. Stachowiak, “Particle angularity and its relationship to abrasive and erosive wear,” *Wear*, vol. 241, no. 2, pp. 214–219, 2000, doi: 10.1016/S0043-1648(00)00378-1.
- [76] R. Macchini, M. S. A. Bradley, and T. Deng, “Influence of particle size, density, particle concentration on bend erosive wear in pneumatic conveyors,” *Wear*, vol. 303, no. 1–2, pp. 21–29, 2013, doi: 10.1016/j.wear.2013.02.014.
- [77] P. G. Shewmon, “Particle size threshold in the erosion of metals,” *Wear*, vol. 68, no. 2, pp. 253–258, 1981, doi: 10.1016/0043-1648(81)90094-6.
- [78] R. Brown and J. W. Edington, “The melting of metal targets during erosion by hard particles,” *Wear*, vol. 71, no. 1, pp. 113–118, 1981, doi: 10.1016/0043-1648(81)90145-9.
- [79] A. Gnanavelu, N. Kapur, A. Neville, J. F. Flores, and N. Ghorbani, “A numerical investigation of a geometry independent integrated method to predict erosion rates in slurry erosion,” *Wear*, vol. 271, no. 5–6, pp. 712–719, 2011, doi: 10.1016/j.wear.2010.12.040.
- [80] A. B. Gnanavelu, “A geometry independent integrated method to predict erosion wear rates in a slurry environment,” University of Leeds School of Mechanical Engineering, 2010.
- [81] J. I. Ukpai, R. Barker, X. Hu, and A. Neville, “Exploring the erosive wear of X65 carbon steel by acoustic emission method,” *Wear*, vol. 301, no. 1–2, pp. 370–382, Apr. 2013, doi: 10.1016/j.wear.2012.11.036.
- [82] B. Poulson, “Electrochemical measurements in flowing solutions,” *Corros. Sci.*, vol. 23, no. 4, pp. 391–430, 1983, doi: 10.1016/0010-938X(83)90070-7.

- [83] A. Mishra, H. Yadav, L. Djenidi, and A. Agrawal, “Experimental study of flow characteristics of an oblique impinging jet,” *Exp. Fluids*, vol. 61, no. 3, pp. 1–16, 2020, doi: 10.1007/s00348-020-2923-y.
- [84] S. S. Rajahram, “Erosion - corrosion mechanisms of stainless steel UNS S31603,” University of southampton, 2010.
- [85] B. A. Lindsley and A. R. Marder, “The effect of velocity on the solid particle erosion rate of alloys,” *Wear*, vol. 225–229, no. I, pp. 510–516, 1999, doi: 10.1016/S0043-1648(99)00085-X.
- [86] M. M. Salama, “Alternative to API 14E erosional velocity limits for sand laden fluids,” *Proc. Annu. Offshore Technol. Conf.*, vol. 4, pp. 721–733, 1998, doi: 10.4043/8898-ms.
- [87] G. Sundararajan and P. G. Shewmon, “A new model for the erosion of metals at normal incidence,” *Wear*, vol. 84, no. 2, pp. 237–258, 1983, doi: 10.1016/0043-1648(83)90266-1.
- [88] I. M. Hutchings, “A model for the erosion of metals by spherical particles at normal incidence,” *Wear*, vol. 70, no. 3, pp. 269–281, 1981, doi: 10.1016/0043-1648(81)90347-1.
- [89] H. M. I. Clark and L. C. Burmeister, “The influence of the squeeze film on particle impact velocities in erosion,” *Int. J. Impact Eng.*, vol. 12, no. 3, pp. 415–426, 1992, doi: 10.1016/0734-743X(92)90156-N.
- [90] L. Tang *et al.*, “The effect of fluid viscosity on the erosion wear behavior of Ti(C,N)-based cermets,” *Ceram. Int.*, vol. 41, no. 3, pp. 3420–3426, 2015, doi: 10.1016/j.ceramint.2014.10.141.
- [91] J. Z. Yi, H. X. Hu, Z. B. Wang, and Y. G. Zheng, “On the critical flow velocity for erosion-corrosion in local eroded regions under liquid-solid jet impingement,” *Wear*, vol. 422–423, pp. 94–99, 2019, doi: 10.1016/j.wear.2019.01.069.
- [92] S. Aftimi *et al.*, “New Insights on the Corrosion–Erosion Behavior of 904L Stainless Steel in Phosphoric Acid Containing Impurities,” *J. Bio- Tribo-Corrosion*, vol. 10, no. 1, 2024, doi: 10.1007/s40735-024-00818-4.
- [93] J. Jiang, M. A. Islam, Y. Xie, and M. M. Stack, “Some Thoughts on Modeling Abrasion-

- Corrosion: Wear by Hard Particles in Corrosive Environments,” *J. Bio- Tribo-Corrosion*, vol. 10, no. 1, pp. 1–23, 2024, doi: 10.1007/s40735-023-00811-3.
- [94] Y. Jia, X. Deng, Q. Wang, C. Li, and Z. Wang, “Correlation between microstructure, mechanical properties, and slurry erosion behavior of hot-rolled dual-phase steel,” *Wear*, vol. 540–541, no. January, p. 205266, 2024, doi: 10.1016/j.wear.2024.205266.
- [95] M. A. Islam, J. (Jimmy) Jiang, and Y. Xie, “Optimizing material selection: A study of erosion-corrosion performance in homogeneous and carbide-containing materials,” *Wear*, vol. 536–537, no. August 2023, p. 205181, 2024, doi: 10.1016/j.wear.2023.205181.
- [96] G. Fan *et al.*, “Experimental Study on the Erosion-Corrosion Characteristics of Desulfurization Slurry on Stainless Steel Pipe Materials,” *ACS Omega*, vol. 9, no. 6, pp. 7132–7142, Feb. 2024, doi: 10.1021/acsomega.3c09065.
- [97] V. Javaheri, D. Porter, and V. T. Kuokkala, “Slurry erosion of steel – Review of tests, mechanisms and materials,” *Wear*, vol. 408–409, no. May, pp. 248–273, 2018, doi: 10.1016/j.wear.2018.05.010.
- [98] S. S. Rajahram, T. J. Harvey, and R. J. K. Wood, “Full factorial investigation on the erosion-corrosion resistance of UNS S31603,” *Tribol. Int.*, vol. 43, no. 11, pp. 2072–2083, 2010, doi: 10.1016/j.triboint.2010.05.012.
- [99] R. J. K. Wood, J. C. Walker, T. J. Harvey, S. Wang, and S. S. Rajahram, “Influence of microstructure on the erosion and erosion-corrosion characteristics of 316 stainless steel,” *Wear*, vol. 306, no. 1–2, pp. 254–262, 2013, doi: 10.1016/j.wear.2013.08.007.
- [100] Z. Yu, M. Chen, F. Li, S. Zhu, and F. Wang, “Synergistic effect of corrosion and wear of the 316 stainless steel in molten zinc alloy at 460 °C,” *Corros. Sci.*, vol. 165, no. December, p. 108411, 2020, doi: 10.1016/j.corsci.2019.108411.
- [101] K. Pondicherry, D. Fauconnier, and P. De Baets, “Synergism in multi-asperity abrasion-corrosion of martensitic and dual phase steels in three aqueous electrolytes,” *Wear*, vol. 452–453, no. March, p. 203286, 2020, doi: 10.1016/j.wear.2020.203286.
- [102] Y. Núñez, M. Mafra, R. E. Morales, P. C. Borges, and G. Pintaude, “The effect of plasma nitriding on the synergism between wear and corrosion of SAF 2205 duplex stainless steel,”

- Ind. Lubr. Tribol.*, vol. 72, no. 9, pp. 1117–1122, 2020, doi: 10.1108/ILT-08-2019-0302.
- [103] B. W. Madsen, “Measurement of erosion-corrosion synergism with a slurry wear test apparatus,” *Wear*, vol. 123, no. 2, pp. 127–142, 1988, doi: 10.1016/0043-1648(88)90095-6.
- [104] S. W. Watson, F. J. Friedersdorf, B. W. Madsen, and S. D. Cramer, “Methods of measuring wear-corrosion synergism,” *Wear*, vol. 181–183, no. PART 2, pp. 476–484, 1995, doi: 10.1016/0043-1648(95)90161-2.
- [105] Y. Xu, Q. Zhang, H. Chen, and Y. Huang, “Understanding the interaction between erosion and corrosion of pipeline steel in acid solution of different pH,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 25, pp. 6550–6566, 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.07.109.
- [106] Y. Xu, L. Liu, Q. Zhou, X. Wang, M. Y. Tan, and Y. Huang, “An overview of major experimental methods and apparatus for measuring and investigating erosion-corrosion of ferrous-based steels,” *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 2, 2020, doi: 10.3390/met10020180.
- [107] H. X. Guo, B. T. Lu, and J. L. Luo, “Interaction of mechanical and electrochemical factors in erosion-corrosion of carbon steel,” *Electrochim. Acta*, vol. 51, no. 2, pp. 315–323, 2005, doi: 10.1016/j.electacta.2005.04.032.
- [108] S. Zhou, M. M. Stack, and P. C. Newman, “Characterization of Synergistic Effects between Erosion and Corrosion in an Aqueous Environment Using Electrochemical Techniques,” *Mater. und Org.*, vol. 52, no. 12, pp. 934–952, 1996.
- [109] Y. Li, G. T. Burstein, and I. M. Hutchings, “Influence of environmental composition and electrochemical potential on the slurry erosion-corrosion of aluminium,” *Wear*, vol. 181–183, no. PART 1, pp. 70–79, 1995, doi: 10.1016/0043-1648(95)90010-1.
- [110] F. Ferrer, H. Idrissi, H. Mazille, P. Fleischmann, and P. Labeeuw, “Study of abrasion-corrosion of AISI 304L austenitic stainless steel in saline solution using acoustic emission technique,” *NDT E Int.*, vol. 33, no. 6, pp. 363–371, 2000, doi: 10.1016/S0963-8695(99)00061-4.
- [111] T. Le Gall, “Simulation de l emission acoustique : Aidè a l’identification de la signature acoustique des mécanismes d’endommagement,” INSA de Lyon, 2016.

- [112] S. Gholizadeh, Z. Lemana, and B. T. H. T. Baharudinb, “A review of the application of acoustic emission technique in engineering,” *Struct. Eng. Mech.*, vol. 54, no. 6, pp. 1075–1095, 2015, doi: 10.12989/sem.2015.54.6.1075.
- [113] G. christian U and M. Ohtsu, Eds., *acoustic Emission Testing*. springer- Verlag Berlin Heidelberg, 2008.
- [114] C. B. Scruby, “An introduction to acoustic emission,” *J. Phys. E.*, vol. 20, no. 8, pp. 946–953, 1987, doi: 10.1088/0022-3735/20/8/001.
- [115] G. Gautschi, “Acoustic Emission Sensors,” in *Piezoelectric Sensorics*, 2002, pp. 199–207.
- [116] B. A. Behrens, S. Hübner, and K. Wölki, “Acoustic emission—A promising and challenging technique for process monitoring in sheet metal forming,” *J. Manuf. Process.*, vol. 29, pp. 281–288, 2017, doi: 10.1016/j.jmapro.2017.08.002.
- [117] D. Evseev, B. Medvedev, P. Medvedev, G. Strautmanis, and S. Samoshkin, “Acoustic emission approach to determining survivability in fatigue tests,” *Procedia Comput. Sci.*, vol. 149, pp. 282–287, 2019, doi: 10.1016/j.procs.2019.01.136.
- [118] S. Yuyama, “Applications of Acoustic Emission To Problems Caused By Corrosion.,” *Boshoku gijutsu*, vol. 35, no. 3, pp. 163–170, 1986, doi: 10.3323/jcorr1974.35.3\_163.
- [119] M. Ohtsu, M. Enoki, Y. Mizutani, and M. Shigeishi, *Principles of the Acoustic Emission (AE) Method and Signal Processing*. The Japanese Society for Non-Destructive Inspection, 2016.
- [120] M. F. Shehadeh, “Monitoring of Long Steel Pipes using Acoustic Emission,” *Analysis*, no. January, 2006.
- [121] E. Pomponi and A. Vinogradov, “A real-time approach to acoustic emission clustering,” *Mech. Syst. Signal Process.*, vol. 40, no. 2, pp. 791–804, 2013, doi: 10.1016/j.ymssp.2013.03.017.
- [122] N. Cangussu, E. Andrade, P. Soares, and L. Maia, “Ecological Brick Manufactured with Addition of Ceramic Waste BT - Recent Advances in Structural Engineering and Construction Management,” 2023, pp. 461–470.

- [123] S. C. Hunter, "Energy absorbed by elastic waves during impact," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 5, no. 3, pp. 162–171, 1957, doi: 10.1016/0022-5096(57)90002-9.
- [124] D. J. Buttle and C. B. Scruby, "Characterization of particle impact by quantitative acoustic emission," *Wear*, vol. 137, no. 1, pp. 63–90, 1990, doi: 10.1016/0043-1648(90)90018-6.
- [125] M. G. Droubi and N. H. Faisal, "Application of acoustic emission to predict corrosion," *14th Int. Conf. Slov. Soc. Non-Destructive Test. &quot;Application Contemp. Non-Destructive Test. Eng. Conf. Proc.*, vol. 2017-Septe, pp. 271–278, 2017, [Online]. Available: <http://www.ndt.net/?id=22578>.
- [126] J. I. Ukpai, "Erosion-Corrosion Characterisation for Pipeline Materials Using Combined Acoustic Emission and Electrochemical Monitoring," University of Leeds School of Mechanical Engineering, 2013.
- [127] K. Wu, N. Yatagai, K. Ito, T. Shiraiwa, and M. Enoki, "Direct evidence of hydrogen bubble evolution as an acoustic emission source in metal corrosion," *Corros. Sci.*, vol. 240, p. 112429, Nov. 2024, doi: 10.1016/j.corsci.2024.112429.
- [128] R. Oltra, B. Chapey, and L. Renaud, "Abrasion-corrosion studies of passive stainless steels in acidic media using acoustic emission techniques," *Corros. Sci.*, vol. 35, no. 1–4, pp. 641–645, 1993, doi: 10.1016/0010-938X(93)90199-Q.
- [129] R. Oltra, B. Chapey, and L. Renaud, "Abrasion-corrosion studies of passive stainless steels in acidic media: combination of acoustic emission and electrochemical techniques," *Wear*, vol. 186-187 pa, pp. 533–541, 1995, doi: [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(95\)07170-9](https://doi.org/10.1016/0043-1648(95)07170-9).
- [130] F. Ferrer, H. Idrissi, H. Mazille, P. Fleischmann, and P. Labeeuw, "On the potential of acoustic emission for the characterization and understanding of mechanical damaging during abrasion-corrosion processes," *Wear*, vol. 231, no. 1, pp. 108–115, Jun. 1999, doi: 10.1016/S0043-1648(99)00120-9.
- [131] K. Sasaki and G. T. Burstein, "Observation of a threshold impact energy required to cause passive film rupture during slurry erosion of stainless steel," *Philos. Mag. Lett.*, vol. 80, no. 7, pp. 489–493, 2000, doi: 10.1080/09500830050057198.
- [132] G. T. Burstein and K. Sasaki, "Effect of impact angle on the slurry erosion-corrosion of

- 304L stainless steel,” *Wear*, vol. 240, no. 1–2, pp. 80–94, 2000, doi: 10.1016/S0043-1648(00)00344-6.
- [133] J. I. Ukpai, R. Barker, X. Hu, and A. Neville, “Determination of particle impacts and impact energy in the erosion of X65 carbon steel using acoustic emission technique,” *Tribol. Int.*, vol. 65, pp. 161–170, 2013, doi: 10.1016/j.triboint.2013.03.012.
- [134] M. G. Droubi, R. L. Reuben, and G. White, “Statistical distribution models for monitoring acoustic emission (AE) energy of abrasive particle impacts on carbon steel,” *Mech. Syst. Signal Process.*, vol. 30, pp. 356–372, 2012, doi: 10.1016/j.ymssp.2011.12.017.
- [135] M. G. Droubi and R. L. Reuben, “Monitoring acoustic emission (AE) energy of abrasive particle impacts in a slurry flow loop using a statistical distribution model,” *Appl. Acoust.*, vol. 113, pp. 202–209, 2016, doi: 10.1016/j.apacoust.2016.06.026.
- [136] M. G. Droubi, R. L. Reuben, and G. White, “Monitoring acoustic emission (AE) energy in slurry impingement using a new model for particle impact,” *Mech. Syst. Signal Process.*, vol. 62, pp. 415–430, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.ymssp.2015.01.023.
- [137] V. G. Efremenko, K. Shimizu, T. Noguchi, A. V. Efremenko, and Y. G. Chabak, “Impact-abrasive-corrosion wear of Fe-based alloys: Influence of microstructure and chemical composition upon wear resistance,” *Wear*, vol. 305, no. 1–2, pp. 155–165, 2013, doi: 10.1016/j.wear.2013.06.006.
- [138] J.-P. Audouard, A. Desestret, and G. Vallier, “Comportement en corrosion-abrasion des aciers inoxydables spéciaux en milieux phosphoriques industriels,” *Matériaux Tech.*, vol. 67, no. 12, pp. 439–450, Apr. 1979, doi: 10.1051/mattech/197967120439.
- [139] L. Zeng, G. A. Zhang, and X. P. Guo, “Erosion-corrosion at different locations of X65 carbon steel elbow,” *Corros. Sci.*, vol. 85, pp. 318–330, 2014, doi: 10.1016/j.corsci.2014.04.045.
- [140] FanAiming, LongJinming, and TaoZiyun, “An investigation of the corrosive wear of stainless steels in aqueous slurries,” *Wear*, vol. 193, no. 1, pp. 73–77, 1996, doi: 10.1016/0043-1648(95)06684-5.
- [141] M. M. Stack, B. D. Jana, and S. M. Abdelrahman, “Models and mechanisms of erosion-

- corrosion in metals,” *Tribocorrosion Passiv. Met. Coatings*, pp. 153–186, 2011, doi: 10.1016/B978-1-84569-966-6.50006-3.
- [142] S. S. Rajahram, T. J. Harvey, and R. J. K. Wood, “Evaluation of a semi-empirical model in predicting erosion-corrosion,” *Wear*, vol. 267, no. 11, pp. 1883–1893, 2009, doi: 10.1016/j.wear.2009.03.002.
- [143] J. H. Neilson and A. Gilchrist, “Erosion by a stream of solid particles,” *Wear*, vol. 11, no. 2, pp. 111–122, 1968, doi: 10.1016/0043-1648(68)90591-7.
- [144] M. Maher, I. Iraola-Arregui, H. Ben Youcef, B. Rhouta, and V. Trabadelo, “The synergistic effect of wear-corrosion in stainless steels: A review,” *Mater. Today Proc.*, vol. 51, no. xxxx, pp. 1975–1990, 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.05.010.
- [145] X. Xu, S. van der Zwaag, and W. Xu, “The scratch and abrasive wear behaviour of a tempered martensitic construction steel and its dual phase variants,” *Wear*, vol. 358–359, pp. 80–88, 2016, doi: 10.1016/j.wear.2016.04.005.
- [146] N. Ojala *et al.*, “Effects of composition and microstructure on the abrasive wear performance of quenched wear resistant steels,” *Wear*, vol. 317, no. 1–2, pp. 225–232, 2014, doi: 10.1016/j.wear.2014.06.003.
- [147] X. Xu, W. Xu, F. H. Ederveen, and S. van der Zwaag, “Design of low hardness abrasion resistant steels,” *Wear*, vol. 301, no. 1–2, pp. 89–93, 2013, doi: 10.1016/j.wear.2013.01.002.
- [148] V. Ratia, I. Miettunen, and V. T. Kuokkala, “Surface deformation of steels in impact-abrasion: The effect of sample angle and test duration,” *Wear*, vol. 301, no. 1–2, pp. 94–101, 2013, doi: 10.1016/j.wear.2013.01.006.
- [149] J. H. Neilson and A. Gilchrist, “An experimental investigation into aspects of erosion in rocket motor tail nozzles,” *Wear*, vol. 11, no. 2, pp. 123–143, 1968, doi: 10.1016/0043-1648(68)90592-9.
- [150] S. Skal *et al.*, “Erosion–Corrosion Effect on the Alloy 316L in Polluted Phosphoric Acid,” *J. Bio- Tribo-Corrosion*, vol. 5, no. 3, 2019, doi: 10.1007/s40735-019-0270-4.
- [151] W. Gou, H. Zhang, H. Li, F. Liu, and J. Lian, “Effects of silica sand on synergistic erosion

- caused by cavitation, abrasion, and corrosion,” *Wear*, vol. 412–413, no. April, pp. 120–126, 2018, doi: 10.1016/j.wear.2018.07.023.
- [152] A. Guenbour, J. Faucheu, A. Ben Bachir, F. Dabosi, and N. Bui, “Electrochemical study of corrosion-abrasion of stainless steels in phosphoric acids,” *Br. Corros. J.*, vol. 23, no. 4, pp. 234–238, 1988, doi: 10.1179/000705988798270631.
- [153] Y. Kerroum, A. Guenbour, A. Bellaouchou, H. Idrissi, J. García-Antón, and A. Zarrouk, “The corrosion of white cast iron in polluted phosphoric acid medium contains fluoride ions,” *Anal. Bioanal. Electrochem.*, vol. 11, no. 4, pp. 497–509, 2019, [Online]. Available: <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85067025650&partnerID=40&md5=23e7faefbc41e48f4b6ca53fcf47d264>.
- [154] J. J. Kim and Y. M. Young, “Study on the passive film of type 316 stainless steel,” *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 8, no. 10, pp. 11847–11859, 2013, doi: 10.1016/s1452-3981(23)13227-5.
- [155] A. J. Sedriks, “Effects of Alloy Composition and Microstructure on the Passivity of Stainless Steels,” *Corrosion*, vol. 42, no. 7, pp. 376–389, 1986, doi: 10.5006/1.3584918.
- [156] V. Maurice, H. Peng, L. H. Klein, A. Seyeux, S. Zanna, and P. Marcus, “Effects of molybdenum on the composition and nanoscale morphology of passivated austenitic stainless steel surfaces,” *Faraday Discuss.*, vol. 180, pp. 151–170, 2015, doi: 10.1039/c4fd00231h.
- [157] V. Maurice and P. Marcus, “Adsorption layers and passive oxide films on metals,” *Tribocorrosion Passiv. Met. Coatings*, pp. 29–64, 2011, doi: 10.1533/9780857093738.1.29.
- [158] I. Olefjord, B. Brox, and U. Jelvestam, “Surface Composition of Stainless Steels During Anodic Dissolution and Passivation Studied By Esca,” *Proc. - Electrochem. Soc.*, vol. 84–9, pp. 388–401, 1984, doi: 10.1149/1.2113683.
- [159] I. Olefjord, “The passive state of stainless steels,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 42, no. C, pp. 161–171, 1980, doi: 10.1016/0025-5416(80)90025-7.
- [160] N. Sato, “Anodic Breakdown of Passive Films on Metals,” *Zair. to Kankyo/ Corros. Eng.*, vol. 47, no. 2, pp. 78–85, 1998, doi: 10.3323/jcorr1991.47.78.

- [161] J. Chen, Y. Ma, J. Yin, T. Hu, and Q. Zhou, “Effect of surface roughness on the characteristics of passive film formed on 5083 Al alloy in pH 8.4 Borate Buffer Solution,” *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 16, pp. 1–10, 2021, doi: 10.20964/2021.11.02.
- [162] R. de Levie, “On the impedance of electrodes with rough interfaces,” *J. Electroanal. Chem.*, vol. 261, no. 1, pp. 1–9, 1989, doi: 10.1016/0022-0728(89)87121-9.
- [163] V. Encinas-Sánchez, M. T. de Miguel, M. I. Lasanta, G. García-Martín, and F. J. Pérez, “Electrochemical impedance spectroscopy (EIS): An efficient technique for monitoring corrosion processes in molten salt environments in CSP applications,” *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 191, pp. 157–163, 2019, doi: 10.1016/j.solmat.2018.11.007.
- [164] C. Escriv-Cerdán, E. Blasco-Tamarit, D. M. García-García, J. García-Antón, and A. Guenbour, “Effect of potential formation on the electrochemical behaviour of a highly alloyed austenitic stainless steel in contaminated phosphoric acid at different temperatures,” *Electrochim. Acta*, vol. 80, pp. 248–256, 2012, doi: 10.1016/j.electacta.2012.07.012.
- [165] C. Y. Chao, L. F. Lin, and D. D. Macdonald, “A Point Defect Model for Anodic Passive Films: III . Impedance Response,” *J. Electrochem. Soc.*, vol. 129, no. 9, pp. 1874–1879, 1982, doi: 10.1149/1.2124318.
- [166] D. Macdonald and G. Englehardt, “The Point Defect Model for Bi-Layer Passive Films,” *ECS Trans.*, vol. 28, no. 24, pp. 123–144, 2010, doi: 10.1149/1.3496427.
- [167] M. Boudalia, A. Guenbour, A. Bellaouchou, R. M. Fernandez-Domene, and J. Garcia-Anton, “Corrosion behaviour of a highly alloyed austenitic alloy UB6 in contaminated phosphoric acid,” *Int. J. Corros.*, vol. 2013, 2013, doi: 10.1155/2013/363826.
- [168] I. Bösing, I. Bobrov, J. Epp, M. Baune, and J. Thöming, “Influence of systematically changed martensite content on the passive film properties of austenitic stainless steel in neutral electrolyte,” *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 15, no. 1, pp. 319–333, 2020, doi: 10.20964/2020.01.09.
- [169] G. P. Tilly, “Erosion caused by airborne particles,” *Wear*, vol. 14, no. 1, pp. 63–79, 1969, doi: 10.1016/0043-1648(69)90035-0.
- [170] A. Guenbour, N. Bui, J. Faucheu, Y. Segui, A. Ben Bachir, and F. Dabosi, “The electrical

- properties of passive films formed on stainless steels in phosphoric acids,” *Corros. Sci.*, vol. 30, no. 2–3, pp. 189–199, 1990, doi: 10.1016/0010-938X(90)90073-E.
- [171] Y. Du, G. Yang, S. Chen, and Y. Ren, “Research on the erosion-corrosion mechanism of 304 stainless steel pipeline of mine water in falling film flow,” *Corros. Sci.*, vol. 206, 2022, doi: 10.1016/j.corsci.2022.110531.
- [172] S. Barril, S. Mischler, and D. Landolt, “Influence of fretting regimes on the tribocorrosion behaviour of Ti6Al4V in 0.9 wt.% sodium chloride solution,” *Wear*, vol. 256, no. 9–10, pp. 963–972, 2004, doi: 10.1016/j.wear.2003.11.003.
- [173] ASTM-Standards, “Standard practice for calculation of corrosion rates and related information from electrochemical measurements,” in *Astm G 102-89*, no. Reapproved, 1999, pp. 1–7.
- [174] D. Landolt, *Corrosion and surface chemistry of metals*, vol. 10, no. 5. 2007.
- [175] A. Sanati, K. Raeissi, and H. Edris, “Investigation of the corrosion behavior of cathodic arc evaporated stainless steel coating in 3.5% NaCl,” *Prot. Met. Phys. Chem. Surfaces*, vol. 53, no. 5, pp. 902–909, 2017, doi: 10.1134/S2070205117050197.
- [176] M. Ziętała *et al.*, “The microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of 316 L stainless steel fabricated using laser engineered net shaping,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 677, no. November, pp. 1–10, 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.09.028.
- [177] N. Bunnag *et al.*, “Study of Fe ions in aquamarine and the effect of dichroism as seen using UV–Vis, NIR and x-ray,” *Radiat. Phys. Chem.*, vol. 177, no. July, 2020, doi: 10.1016/j.radphyschem.2020.109107.
- [178] C. Chankhanttha, P. Thanasuthipitak, and P. Kidkhunthod, “Iron K-edge xanes study of heated green beryl from Madagascar,” *Walailak J. Sci. Technol.*, vol. 13, no. 12 Special Issue, pp. 977–983, 2016, doi: <https://wjst.wu.ac.th/index.php/wjst/article/view/2380>.
- [179] Y. Kerroum *et al.*, “Effect of fluoride on corrosion behavior of UNS N08904 stainless steel in polluted phosphoric acid,” *J. Mol. Liq.*, vol. 265, pp. 390–397, 2018, doi: 10.1016/j.molliq.2018.06.008.

- [180] M. Le Calvar and M. Lenglet, “UV-Vis-NIR and FTIR Reflectance Studies of the Initial Stage of Oxidation of 80 Ni-20 Cr Alloy,” *Stud. Surf. Sci. Catal.*, vol. 48, no. C, pp. 575–580, 1989, doi: 10.1016/S0167-2991(08)60718-1.
- [181] M. S. Al-Buriahi, Y. S. M. Alajerami, A. S. Abouhaswa, A. Alalawi, T. Nutaro, and B. Tonguc, “Effect of chromium oxide on the physical, optical, and radiation shielding properties of lead sodium borate glasses,” *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 544, no. June, p. 120171, 2020, doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2020.120171.
- [182] H. E. Ali *et al.*, “The visible laser absorption property of chromium-doped polyvinyl alcohol films: synthesis, optical and dielectric properties,” *Opt. Quantum Electron.*, vol. 51, no. 2, pp. 1–12, 2019, doi: 10.1007/s11082-019-1760-9.
- [183] K. Annadurai, V. Sudha, G. Murugadoss, and R. Thangamuthu, “Electrochemical sensor based on hydrothermally prepared nickel oxide for the determination of 4-acetaminophen in paracetamol tablets and human blood serum samples,” *J. Alloys Compd.*, vol. 852, p. 156911, 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.156911.
- [184] M. I. Hossain *et al.*, “Electrical and Optical Properties of Nickel-Oxide Films for Efficient Perovskite Solar Cells,” *Small Methods*, vol. 4, no. 9, pp. 1–10, 2020, doi: 10.1002/smtd.202000454.
- [185] M. Moutataouia, F. El bachraoui, Y. Tamraoui, M. Lamire, S. Krimi, and B. Manoun, “Crystal structure and optical properties of a new nickel magnesium diphosphate,” *J. Mol. Struct.*, vol. 1223, 2021, doi: 10.1016/j.molstruc.2020.128983.
- [186] I. Bogrekci and W. S. Lee, “Spectral measurement of common soil phosphates,” *Trans. Am. Soc. Agric. Eng.*, vol. 48, no. 6, pp. 2371–2378, 2005, doi: 10.13031/2013.20076.
- [187] Y. Yin, H. Zhang, P. Wu, B. Zhou, and C. Cai, “Iron phosphate nanostructures synthesized by microwave method and their applications in biosensing,” *Nanotechnology*, vol. 21, no. 42, 2010, doi: 10.1088/0957-4484/21/42/425504.
- [188] J. Owen, C. Ramsey, R. Barker, and A. Neville, “Erosion-corrosion interactions of X65 carbon steel in aqueous CO<sub>2</sub> environments,” *Wear*, vol. 414–415, no. September, pp. 376–389, 2018, doi: 10.1016/j.wear.2018.09.004.

- [189] M. M. Stack and G. H. Abdulrahman, "Mapping erosion-corrosion of carbon steel in oil-water solutions: Effects of velocity and applied potential," *Wear*, vol. 274–275, pp. 401–413, 2012, doi: 10.1016/j.wear.2011.10.008.
- [190] R. Khan, H. H. Ya, W. Pao, and A. Khan, "Erosion-corrosion of 30°, 60°, and 90° carbon steel elbows in a multiphase flow containing sand particles," *Materials (Basel)*, vol. 12, no. 23, 2019, doi: 10.3390/ma12233898.
- [191] A. Najem *et al.*, "Experimental and DFT Atomistic Insights into the Mechanism of Corrosion Protection of Low-Carbon Steel in an Acidic Medium by Polymethoxyflavones from Citrus Peel Waste," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 170, no. 9, p. 093512, 2023, doi: 10.1149/1945-7111/acfa69.
- [192] F. Z. Eddahhaoui *et al.*, "Experimental and computational aspects of green corrosion inhibition for low carbon steel in HCl environment using extract of *Chamaerops humilis* fruit waste," *J. Alloys Compd.*, vol. 977, no. December 2023, 2024, doi: 10.1016/j.jallcom.2023.173307.
- [193] M. Boudalia *et al.*, "Phosphate glass doped with niobium and bismuth oxides as an eco-friendly corrosion protection matrix of iron steel in HCl medium: Experimental and theoretical insights," *J. Alloys Compd.*, vol. 938, p. 168570, 2023, doi: 10.1016/j.jallcom.2022.168570.
- [194] K. Liu, W. Jiang, W. Chen, L. Liu, Y. Xu, and Y. Huang, "Probing the Dynamic Progression of Erosion–Corrosion of X65 Pipeline Steel Using the Electrical Resistance Method in Conjunction with Galvanostatic Polarization," *Lubricants*, vol. 10, no. 12, 2022, doi: 10.3390/lubricants10120345.
- [195] P. R. Prem and A. R. Murthy, "Acoustic emission monitoring of reinforced concrete beams subjected to four-point-bending," *Appl. Acoust.*, vol. 117, pp. 28–38, 2017, doi: 10.1016/j.apacoust.2016.08.006.
- [196] K. Zhao, D. Yang, C. Gong, Y. Zhuo, X. Wang, and W. Zhong, "Evaluation of internal microcrack evolution in red sandstone based on time–frequency domain characteristics of acoustic emission signals," *Constr. Build. Mater.*, vol. 260, p. 120435, 2020, doi:

10.1016/j.conbuildmat.2020.120435.

- [197] L. Calabrese and E. Proverbio, “A Review on the Applications of Acoustic Emission Technique in the Study of Stress Corrosion Cracking,” *Corros. Mater. Degrad.*, vol. 2, no. 1, pp. 1–30, 2021, doi: 10.3390/cmd2010001.
- [198] P. R. Birkin and J. L. Barber, “Particle induced surface erosion – Tumbling and direct impact; a high-speed electrochemical, acoustic and visual study,” *Wear*, vol. 428–429, no. February, pp. 147–153, 2019, doi: 10.1016/j.wear.2019.02.011.
- [199] K. Wu and J. W. Byeon, “Morphological estimation of pitting corrosion on vertically positioned 304 stainless steel using acoustic-emission duration parameter,” *Corros. Sci.*, vol. 148, no. June, pp. 331–337, 2019, doi: 10.1016/j.corsci.2018.12.031.
- [200] L. Nohal, P. Mazal, F. Vlastic, and M. Svobodova, “Acoustic emission response to erosion-corrosion and creep damage in pipeline systems,” *Procedia Struct. Integr.*, vol. 23, no. 2019, pp. 227–232, 2019, doi: 10.1016/j.prostr.2020.01.091.
- [201] L. Cheng, Q. Sun, R. Yan, M. Veljkovic, R. M. Groves, and R. Yan, “Deformation stage identification in steel material using acoustic emission with a hybrid denoising method and artificial neural network,” *Mech. Syst. Signal Process.*, vol. 222, p. 111805, Jan. 2025, doi: 10.1016/j.ymssp.2024.111805.
- [202] M. M. Stack, B. D. Jana, and S. M. Abdelrahman, “Models and mechanisms of erosion–corrosion in metals,” in *Tribocorrosion of Passive Metals and Coatings*, D. Landolt and S. B. T.-T. of P. M. and C. Mischler, Eds. Woodhead Publishing, 2011, pp. 153–187e.
- [203] C. Jirarungsatien and A. Prateepasen, “Pitting and uniform corrosion source recognition using acoustic emission parameters,” *Corros. Sci.*, vol. 52, no. 1, pp. 187–197, 2010, doi: 10.1016/j.corsci.2009.09.001.
- [204] C. Jomdecha, A. Prateepasen, and P. Kaewtrakulpong, “Study on source location using an acoustic emission system for various corrosion types,” *NDT E Int.*, vol. 40, no. 8, pp. 584–593, 2007, doi: 10.1016/j.ndteint.2007.05.003.
- [205] N. Angelopoulos and V. Kappatos, “An Experimental Assessment Using Acoustic Emission Sensors to Effectively Detect Surface Deterioration on Steel Plates,” *Sensors*, vol.

24, no. 19, 2024, doi: 10.3390/s24196462.

- [206] M. Lindgren, S. Siljander, R. Suihkonen, P. Pohjanne, and J. Vuorinen, “Erosion–corrosion resistance of various stainless steel grades in high-temperature sulfuric acid solution,” *Wear*, vol. 364–365, pp. 10–21, Oct. 2016, doi: 10.1016/j.wear.2016.06.007.
- [207] D. G. Aggelis, D. V. Soulioti, N. Sapouridis, N. M. Barkoula, A. S. Paipetis, and T. E. Matikas, “Acoustic emission characterization of the fracture process in fibre reinforced concrete,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 25, no. 11, pp. 4126–4131, 2011, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2011.04.049.
- [208] S. Shahidan, R. Pulin, N. Muhamad Bunnori, and K. M. Holford, “Damage classification in reinforced concrete beam by acoustic emission signal analysis,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 45, pp. 78–86, 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.03.095.
- [209] J. H. Lee, M. R. Lee, J. T. Kim, V. Luk, and Y. H. Jung, “A study of the characteristics of the acoustic emission signals for condition monitoring of check valves in nuclear power plants,” *Nucl. Eng. Des.*, vol. 236, no. 13, pp. 1411–1421, Jul. 2006, doi: 10.1016/j.nucengdes.2006.01.007.
- [210] M. Haas, K. El Syaad, U. Cihak-Bayr, A. Pauschitz, and M. Gröschl, “Examination of undisturbed acoustic emission generated by experimentally modelled two-body abrasive wear events,” *Tribol. Int.*, vol. 141, no. July 2019, p. 105912, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.triboint.2019.105912.
- [211] M. Hoq and H. Shin, “Correlation of acoustic emission signatures with electrochemical and mechanical behavior in Li-ion batteries: A comprehensive method for in-operando acoustic emission analysis,” *Next Energy*, vol. 6, p. 100189, Jan. 2025, doi: 10.1016/j.nxener.2024.100189.
- [212] H. Bi *et al.*, “Evaluation of the acoustic emission monitoring method for stress corrosion cracking on aboveground storage tank floor steel,” *Int. J. Press. Vessel. Pip.*, vol. 179, no. September 2019, p. 104035, 2020, doi: 10.1016/j.ijpvp.2019.104035.
- [213] M. Chai *et al.*, “In situ monitoring of high-temperature creep damage in CrMoV high-strength structural steel using acoustic emission,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 446, no.

August, p. 137996, 2024, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2024.137996.

- [214] P. Novák and A. Macenauer, “Erosion-corrosion of passive metals by solid particles,” *Corros. Sci.*, vol. 35, no. 1–4, pp. 635–640, Jan. 1993, doi: 10.1016/0010-938X(93)90198-P.
- [215] Q. B. Nguyen *et al.*, “Slurry erosion characteristics and erosion mechanisms of stainless steel,” *Tribol. Int.*, vol. 79, pp. 1–7, Nov. 2014, doi: 10.1016/j.triboint.2014.05.014.
- [216] M. Y. Chai, Q. Duan, D. D. Wang, and Z. X. Zhang, “Acoustic emission behavior of 316LN stainless steel during oxide film formation in high temperature aqueous environment,” *Mater. Corros.*, vol. 67, no. 9, pp. 967–977, Sep. 2016, doi: 10.1002/maco.201508735.

## LISTE DES FIGURES

|                                                                                                                                                                                                           |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 1. distribution de réserve de phosphate et des sites de l'OCP au Maroc[46].....                                                                                                                    | 10 |
| Figure 2.Illustration schématique des principales forces agissant sur une particule solide dans un fluide en mouvement [32].....                                                                          | 15 |
| Figure 3. les mécanismes d'enlèvement de matière pour les matériaux ductiles à des angles aigus, tels que décrits par Hutchings [57]. ....                                                                | 16 |
| Figure 4. Schéma illustrant une séquence d'impact pour un matériau ductile selon Levy[59] ...                                                                                                             | 17 |
| Figure 5. Comportement des métaux ductiles et fragiles vis à vis l'érosion en fonction de l'angle d'impact[52]. ....                                                                                      | 18 |
| Figure 6. Caractéristiques de dureté et de résistance à l'abrasion (estimée par perte de masse) de différents matériaux[66].....                                                                          | 19 |
| Figure 7.le mouvement des particules solide (flèches rouges) dans le jet d'impact et impact ultérieur sur la surface d'essai tel que prédit par la CFD (Dynamique des fluides computationnelle)[80]...... | 21 |
| Figure 8: Les sources des émissions acoustiques dans la corrosion d'après yuyama[111], [118]                                                                                                              | 29 |
| Figure 9: les types de signaux acoustiques .....                                                                                                                                                          | 30 |
| Figure 10: La forme générale et les paramètres utilisés pour l'analyse qualitative d'un signal d'émission acoustique.....                                                                                 | 30 |
| Figure 11: Montage expérimentale pour les tests de corrosion-abrasion .....                                                                                                                               | 41 |
| Figure 12: Porte échantillon et capteur d'onde acoustique.....                                                                                                                                            | 41 |
| Figure 13. Morphologie des particules solides. ....                                                                                                                                                       | 42 |
| Figure 14. Exemple de courbe de polarisation potentio-dynamique. ....                                                                                                                                     | 45 |
| Figure 15: circuit simple d'impédance électrochimique. ....                                                                                                                                               | 46 |
| Figure 16: voltage du potentiel et la réponse du courant. ....                                                                                                                                            | 46 |
| Figure 17.représentation de Nyquist.....                                                                                                                                                                  | 47 |

|                                                                                                                                                                                                                                                                    |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 18. Représentation de Bode .....                                                                                                                                                                                                                            | 48 |
| Figure 19. Circuit électrique équivalent de la surface de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique pollué, avec et sans particules solides.....                                                                                                                    | 48 |
| Figure 20. Schéma du fonctionnement du MEB équipé d'un détecteur de rayons X.....                                                                                                                                                                                  | 49 |
| Figure 21. Loi de Bragg donnant les directions où les interfaces sont constructives. ....                                                                                                                                                                          | 51 |
| Figure 22. Spectrophotomètre UV–Vis-NIR (modèle Jasco V670) et Conception optique de la sphère d'intégration de 150 mm.....                                                                                                                                        | 52 |
| Figure 23. Variation de potentiels de corrosion de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique 40% pollué avec différents pourcentages des particules abrasives. ....                                                                                                 | 55 |
| Figure 24. Les courbes de polarisation de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique pollué en présence de différents pourcentages des particules abrasives.....                                                                                                     | 57 |
| Figure 25. Evolution de la densité de courant de corrosion et de passivité de l'alliage en fonction de la concentration de particules solides dans la solution polluée à 40%.....                                                                                  | 58 |
| Figure 26. Présentation de Nyquist de la spectroscopie d'impédance électrochimique de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique pollué à 40% (a) avec et sans particules solides, (b) le zoom de la présentation de Nyquist en présence de particules solides. .... | 60 |
| Figure 27. Présentation de Bode de la spectroscopie d'impédance électrochimique de l'alliage dans l'acide phosphorique pollué à 40% avec et sans particules solides.....                                                                                           | 60 |
| Figure 28. effet du pourcentage des particules abrasives sur la densité de courant passive ( $E=600$ mV) en fonction du temps.....                                                                                                                                 | 64 |
| Figure 29. Densité de courant passif au potentiel appliqué 600 mV en fonction de la concentration en particules abrasives. ....                                                                                                                                    | 65 |
| Figure 30. Le taux de corrosion de l'alliage dans l'acide $H_3PO_4$ 40% , avec et sans abrasion (24g/L). ....                                                                                                                                                      | 66 |
| Figure 31. Diffractogrammes aux rayons X de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique 40% pollué avec et sans la présence de particules solides (24g/L). ....                                                                                                       | 69 |

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 32. Dérivé seconde de l'absorbance de la surface en présence et en absence de l'abrasion (24 g/L). .....                                                                                                                                                                                                                                                                    | 70 |
| Figure 33. Images de MEB de la surface de l'alliage 904L, a) avant le test b) sans abrasion , c) et d) avec abrasion dans de l'acide phosphorique pollué à 40% (24 g/L).....                                                                                                                                                                                                       | 72 |
| Figure 34. L'analyse EDX de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique 40% polluée avec et sans abrasion.....                                                                                                                                                                                                                                                                        | 73 |
| Figure 35. Exemple réel de signal de forme d'onde d'EA et illustration de ses paramètres. ....                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 79 |
| Figure 36 . Potentiel de corrosion (OCP) et tension efficace (RMS) du signal EA de l'acier inoxydable 904L dans de l'acide phosphorique pollué à 40 % en poids avec différentes charges de particules solides.....                                                                                                                                                                 | 80 |
| Figure 37. (a) Évolution du potentiel de corrosion et de l'énergie EA de l'acier inoxydable 904L dans une solution d'acide phosphorique polluée à 40 % en poids avec différentes charges de particules solides. (b) Zoom sur la fluctuation de l'activité EA et du potentiel de corrosion pour 24 et 30 g L <sup>-1</sup> de particules solides. (eu = 1E <sup>-18</sup> J). ..... | 82 |
| Figure 38. Domaine temporel des signaux d'émission acoustique pour différents événements apparus au cours de l'abrasion -corrosion de l'acier inoxydable 904L dans une solution d'acide phosphorique polluée à 40 % en poids. ....                                                                                                                                                 | 85 |
| Figure 39. Distribution de l'amplitude des signaux acoustiques en fonction de la fréquence moyenne pour l'acier inoxydable 904L dans de l'acide phosphorique pollué à 40 % en poids avec différentes charges de particules solides.....                                                                                                                                            | 88 |
| Figure 40. Distribution de la durée du signal EA en fonction de la fréquence moyenne pour l'acier inoxydable 904L dans de l'acide phosphorique pollué à 40 % en poids avec différentes charges de particules solides.....                                                                                                                                                          | 89 |
| Figure 41. Représentations dans le domaine des fréquences de certains points de la Figure 37 à l'aide de la transformée de Fourier rapide (FFT). .....                                                                                                                                                                                                                             | 92 |
| Figure 42. Images de MEB de la surface de l'échantillon de l'alliage 904L montrant l'évolution morphologique de la surface érodée avec différentes charges de particules de SiC après toutes les 8 minutes.....                                                                                                                                                                    | 94 |

Figure 43. Evolution temporelle (a) de la perte de masse et (b) de la valeur efficace de la réponse du signal EA (RMS) de l'acier 904L au potentiel libre et au potentiel cathodique (-600 mV vs. SCE) après immersion dans de l'acide phosphorique pollué à 40 % en poids en présence de 24 g/L de particules solides. (c) Corrélation correspondante entre la perte de masse et le RMS. .... 96

## LISTE DES TABLEAUX

|                                                                                                                                                                                            |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tableau 1. Composition chimique de l'acide phosphorique MAROC-PHOSPHORE I[10] .....                                                                                                        | 12 |
| Tableau 2. Les principaux problèmes de corrosion rencontrés dans les différentes phases de production de l'acide phosphorique par voie humide[15].....                                     | 14 |
| Tableau 3. Les facteurs qui influencent l'abrasion.....                                                                                                                                    | 18 |
| Tableau 4. Composition chimique de l'alliage 904L. ....                                                                                                                                    | 42 |
| Tableau 5. Paramètres électrochimiques de l'alliage dans l'acide phosphorique pollué par des ions et, en présence de différents pourcentages de particules solides. ....                   | 58 |
| Tableau 6. Paramètres de l'impédance électrochimique de l'alliage 904L dans l'acide phosphorique pollué, avec et sans particules solides.....                                              | 62 |
| Tableau 7. Taux de corrosion et perte de masse de l'alliage 904L lors de la corrosion-abrasion dans de l'acide phosphorique pollué à 40% en présence de 24 g/L de particules solides. .... | 67 |
| Tableau 8. Longueur d'onde d'absorption UV-VIS-NIR des oxydes composant la surface.....                                                                                                    | 71 |