



## **Bilan 2012 – Commissions Corrosion Haute Température et Protection Conseil Scientifique du CEFRACOR**

**Octobre 2013 - Paris**

Compte Rendu d'Activités au sein des Groupes de Travail

En 2012, la commission Corrosion Haute Température et Protection s'est réunie à 3 reprises en suivant le rythme de fonctionnement que la commission s'était imposée :

- 24/05/2013 lors d'une session ouverte en parallèle de la conférence HTCPM2012 (environ 45 participants)
- 01/06/2012 à l'occasion des journées scientifiques et techniques du CEFRACOR (10 participants)
- 29/11/2012 en session Plénière au CEFRACOR (17 participants)

Les réunions réunissent en moyenne entre 15 et 20 personnes ce qui est légèrement en baisse. La commission doit continuer à se renouveler en matière d'animation et doit chercher à intégrer de nouveaux participants notamment industriels.

### **GT1 : Normalisation (animateur P. Leparlouër– SETARAM)**

Suite à la remise du document «*Corrosion of Metals and Alloys– Thermogravimetric (continuous measurement) method for isothermal and cyclic exposure at high temperature under corrosive conditions*» aux participants du groupe ISOTC156/WG13 (réunion de travail à Stockholm le 16 septembre 2011 en parallèle de la conférence Eurococr), il a été demandé de compléter le projet de norme par une partie relative au traitement des données. Un accord de principe a été obtenu pour que cette proposition française devienne un WD (Working Draft) bien que l'animateur allemand ne soit pas favorable à ce projet de norme.

Le principe de proposer ce type de norme a été acté par le secrétariat du WG13 à Paris en Juin 2012 après de longue discussion sur le besoin industriels de ce type de norme et la non concurrence avec les autres normes déjà proposées (Essais discontinus).

La France via ces représentants de la commission CHT&P et le groupe de travail de l'ANR SCAPAC (Air Liquide, Veolia, IJL, CIRIMAT) a également initié le 18 dec 2012 à la Dechema une proposition de norme sur le « metal dusting » lors de la réunion ISO TC 156 / WG13. Il est encore demandé aux porteurs de ce projet de norme de justifier son besoin par rapport à la norme déjà existante sur la corrosion par les gaz chauds et de démontrer qu'il y a une demande industrielle.

Les discussions se sont poursuivies sur les autres normes suivant le processus validation ISO (cf CR plénière de réunion)

Les discussions entre le CEFRACOR et l'AFNOR ont conduit à nommer officiellement Pierre Leparloueur, Daniel Monceau et JM Brossard, représentants du CEFRACOR au sein de l'AFNOR

### **GT2 : Hot corrosion (animateur M. Vilasi, IJL Nancy)**

L'année qui s'est écoulée a permis de poursuivre les actions de collaboration et de consolidation des partenariats entre les divers membres de ce groupe de travail, industriels ou

chercheurs du CEA, du CNRS et de l'université. Ceci s'est concrétisé d'une part par le dépôt du GDR «EVACOHT» et d'autre part par différentes actions dans les domaines de la corrosion par le « verre fondu à haute température », dans celui des « sels fondus à haute température » et d'autres plus spécifiques comme le Metal Dusting et les métaux liquides. L

#### A. Corrosion par les verres fondus.

\* Sous l'impulsion de E. Chauvin (AREVA) un travail de caractérisation des matériaux corrodés et de diagnostic de la corrosion lors du procédé de vitrification des déchets nucléaires a réuni un consortium de chercheurs du CEA Saclay et Marcoule, du CNRS IJL-Nancy et de AREVA. Un projet de thèse a été défini (CIFRE-AREVA démarrage 2013).

\* Un projet ANR (CEA (Marcoule et Cadarache)-IPG-(IJL-Nancy)) visant à étudier la solubilité du chrome dans les verres et les oxydes précurseurs du combustible nucléaire a été déposé en Janvier 2012.

\* Un workshop intitulé « Rédox dans les verres » a été préparé en collaboration avec le GDR « Verre » en fin d'année 2012. Sa tenue aura lieu en Mars 2013 à Nancy.

\* Les verres de type CMAS, agent corrosifs des aubes de turbines aéronautiques, a fait l'objet de travaux collaboratifs entre SAFRAN, ICAR, ONERA et IJL-NANCY. Il s'agissait de la corrosion des barrières thermiques déposées sur des alliages de Nickel (deux thèses en cours soutenances prévues en 2013), de niobium (projet STREP HYSOP) ou sur des céramiques eutectiques (dépôt et acceptation de l'ANR Matetpro CINATRA – démarrage en Mars 2013). Les conditions de tests sur le banc brûleur de ICAR ont été définies.

#### B. Corrosion par les sels fondus

\* Corrosion par  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dans les turbines aéronautiques : action entre les partenaires industriels SAFRAN et universitaires La Rochelle –IJL Nancy visant à relancer des activités de caractérisation expérimentale de la corrosion de type II afin de se réappropriier la connaissance physico-chimique ce type de dégradation (Action menée sous l'impulsion de P. Bihle et négociation d'une co-tutelle de thèse en cours).

\* Corrosion par  $\text{NaCl}$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  lors de l'incinération des ordures ménagères : poursuite de l'ANR SCAPAC (*Veolia, Air Liquide, CIRIMAT-Toulouse, IJL-Nancy, SEDIS*)

#### C. Corrosion par les dépôts de carbone « Metal Dusting »

Application au réformage du gaz naturel : poursuite de l'ANR SCAPAC (*Veolia, Air Liquide, CIRIMAT-Toulouse, IJL-Nancy, SEDIS*)

#### D. Corrosion par les métaux liquides

\* Pb-Bi Liquide : fluide caloporteur mis en œuvre dans les réacteurs nucléaires. Etude des mécanismes de la corrosion induite par l'alliage métallique liquide et modélisation dans le cadre d'une collaboration entre le CEA de Saclay et l'UTC de Compiègne (Thèse de M. Roy)

\* Na liquide : Autre fluide caloporteur du domaine nucléaire.

i) L'étude de la protection des alliages de vanadium contre la corrosion par de nouveaux revêtements de siliciures (Thèse N. Chaia) est menée dans le cadre d'une collaboration entre le CEA Saclay et l'IJL-Nancy.

ii) Dépôt de l'ANR MYRIADE (CEA Saclay-LERMS-IJL (Nancy) – Réponse Janvier 2013) ayant pour objectif de développer de nouveaux revêtements protecteurs de la corrosion par Na pour alliages de Zirconium.

### **GT3 Technologies pour le contrôle et/ou le suivi *in-situ* de la corrosion haute température (animatrice V. Peres - ENSMSE)**

L'année 2012 a été l'occasion d'établir la nouvelle feuille de route du GT3 suite au transfert de l'animation fin 2011.

Le groupe de travail souhaite reprendre la démarche initiée par J. Favergeon(UTC). Il s'agira de dresser un bilan des technologies CND utilisées pour la mise en évidence de la corrosion à haute température dans le but de conseiller les industriels dans leur mise en œuvre. A la demande de plusieurs industriels, le groupe a échangé sur quelques pratiques utilisées industriellement ou dans les laboratoires de corrosion, le contrôle par émission acoustique ou la diffraction des rayons X par exemple. Nous aimerions poursuivre ces travaux en échangeant sur d'autres technologies, existantes ou émergentes. Pour recenser de manière exhaustive les besoins, un questionnaire simplifié (annexe) a été transmis par mailing fin 2012.

Suite à ce recensement, le groupe de travail propose de réaliser des fiches descriptives détaillées et objectives des méthodologies connues (principe de la méthode, mise en œuvre, traitements des données, coûts, avantages, inconvénients, applications potentielles...) à raison de 3 à 4 fiches par an. Ces fiches pourraient ensuite être mises en ligne sur le site de la commission.

Des présentations scientifiques sont envisagées à chaque réunion de la commission corrosion haute température. M. Boinet (Saint Gobain) a présenté en novembre 2012 la technologie CND Radar pour détecter des défauts dans des blocs de céramique réfractaire.

L'organisation du GT3 est à consolider avec la recherche d'un co-animateur.

### **GT4 Céramiques thermostructurales (animateur F. Rebillat, LCTS Bordeaux),**

Les échanges scientifiques initiés en 2010 entre les participants de ce groupe se poursuivent. Jacques Poirrier (université d'Orléans), animateur de la commission mixte GFC/SF2M « Matériaux Céramiques Réfractaires » en relation avec Anne Leriche (université de Valenciennes), présidente du GFC a été invité à présenter la commission et les principales thématiques scientifiques abordées lors de la réunion plénière de décembre 2011. Cette présentation a confirmé les centres d'intérêts communs entre le milieu des céramistes et des métallurgistes sur le développement de matériaux céramiques résistant à haute température et en milieu oxydant et/ou corrosif, en faisant apparaître des démarches, des compétences et des difficultés communes sur notamment :

- La résistance à l'oxydation/corrosion des céramiques par des milieux gazeux,
- La stabilité chimique vis-à-vis de la corrosion par des milieux liquides corrosifs,
- La mise en place de moyens expérimentaux de suivi de l'oxydation/corrosion à haute température,
- Les techniques de caractérisation des modifications structurales, de visualisation des fronts de dégradation et d'analyses physico-chimiques,
- Le développement de méthodes numériques pour reproduire et prévoir les phénomènes de dégradations chimiques,
- L'approche thermodynamique des équilibres solide/liquide/gaz à hautes températures dans l'anticipation des processus d'évolutions des interfaces entre ces différentes phases,
- La détermination de constantes thermodynamiques à haute température (puisque'un manque est clairement identifié),
- La mise en oeuvre de ces matériaux céramiques, comme matériaux massifs, sous forme de

composites ou comme revêtements.

Ces échanges ont pour principal objectif de permettre aux différents acteurs scientifiques et industriels confrontés à ces problématiques de se connaître et de consolider ce réseau de compétences.

### **GT5 : Formation Continue (C. Desgranges, CEA Saclay)**

En 2011 il a été convenu que l'activité de ce GT5 serait maintenue sous le thème de la Formation Continue. C. Desgranges conserve l'animation de ce GT en relation avec la commission Formation Continue du CEFRACOR.

Suite à l'école d'été COROHT réservé à un public français, l'idée d'une Formation Continue en anglais ayant pour cible prioritaire les industriels a émergé entre D. Monceau et C. Desgranges. L'objectif serait d'inviter des intervenants de renommées Internationales du domaine de la corrosion haute température pour dispenser des cours magistraux. Les noms qui émergent sont les suivants : M. Schutze, D.J Young, W.J. Quadackers N. Simms et M. Spiegle.

Des industriels invités pourraient quant à eux animer des workshops faisant état de leurs problématiques de corrosion.

Les personnes à impliquer dans cette formation continue ont été contactées et la formation devrait se tenir au printemps 2013 dans la région de Toulouse.

### **GT6 : Session Jeunes Chercheurs (Animateurs : Aurélie Rouaix et Stéphane Mathieu)**

Le GT6 Jeunes chercheurs a été initié fin 2011, lors de la réunion de la commission de décembre. Les objectifs définis pour ce GT sont :

- i) d'apporter une tribune aux jeunes chercheurs travaillant dans le domaine de la corrosion à haute température en organisant des séminaires de jeunes chercheurs lors des rencontres annuelles de la commission haute température,
- ii) de rassembler les données de ces jeunes chercheurs (banque de CVs détaillés) afin qu'ils puissent solliciter ou être sollicité en fonction de leur domaines de compétences,
- iii) de faire connaître les sujets de thèse développés dans les laboratoires représentés dans la commission,
- iv) de faire connaître les outils disponibles dans la communauté corrosion haute température.

Ce groupe de travail débuta en décembre 2011 via la présentation de deux jeunes chercheurs, Thomas Gheno et Ludovic Charpentier, lors de la journée de la commission Corrosion à Haute Température. Une réunion de ce GT a eu lieu lors du congrès HTCPM VIII en mai 2012 où se trouvait un nombre élevé de doctorants, de post-doctorants et de jeunes chercheurs. Les objectifs du GT leur avaient été présentés, permettant d'initier une démarche de collecte d'informations. Fin 2012, une douzaine de fiche étaient remplies sur la base d'un "template" établi de façon à cibler en une page les informations pertinentes. Ces fiches seront rendues disponibles en 2013 sur le site de la commission. Enfin, à chaque journée de la commission, un ou deux jeunes ont la possibilité de présenter leurs travaux. En décembre 2012, Ludovic Douminge a pu exposer ses résultats sur le comportement en oxydation de composites à matrices céramiques auto-cicatrisante

**GT7 : Tenue des Revêtements Haute Température en Atmosphère Complexe (A ; Denoirjean – SPCTS)**

Alain Denoirjean (SPCTS Limoges) a accepté, en 2011, de prendre en charge l'animation du GT7 sur la tenue des revêtements haute température en atmosphère complexe ». Malheureusement les activités de M. Denoirjean ne lui ont pas permis de dégager du temps pour l'animation de ce GT.

F. Rébillat (GT4) assure toutefois le lien avec la commission Mixtes REVES (CEFRACOR / GFC / SF2M) animées par G. Bertrand.

Les membres de la commission CHT&P confirment leur intérêt de voir émerger une réelle activité au sein de ce GT.