



HAL
open science

Réactivité d'une amine filmante pour la protection des aciers au carbone application à l'industrie nucléaire

J. Baux, N. Pebere, S. Delaunay, J. Tireau, M. Roy, D. You

► **To cite this version:**

J. Baux, N. Pebere, S. Delaunay, J. Tireau, M. Roy, et al.. Réactivité d'une amine filmante pour la protection des aciers au carbone application à l'industrie nucléaire. Journée Toulousaine d'Electrochimie, Jul 2016, Toulouse, France. cea-02439447

HAL Id: cea-02439447

<https://cea.hal.science/cea-02439447>

Submitted on 26 Feb 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Réactivité d'une amine filmante pour la protection des aciers au carbone : application à l'industrie nucléaire

Jordan Baux^{1, 2}, N. Pébère¹, S. Delaunay², J. Tireau², M. Roy³, D. You³

[1] CIRIMAT Toulouse

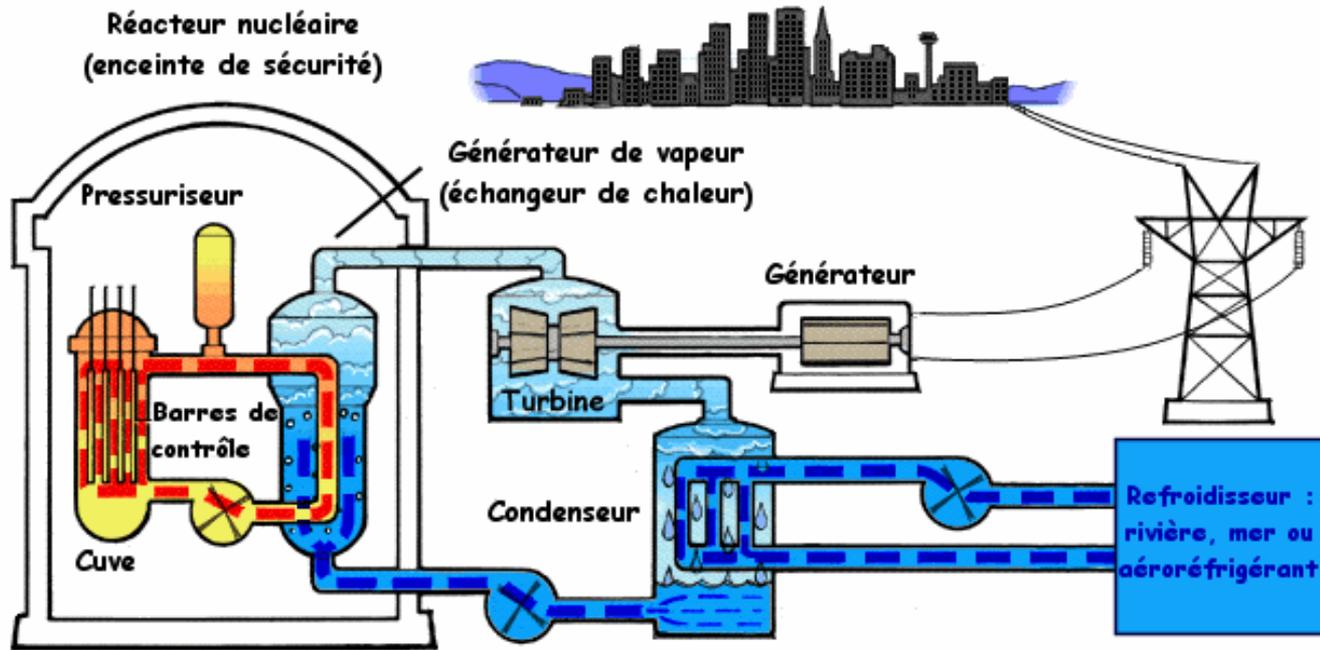
[2] EDF Lab Les Renardières

[3] DEN – Service d'Etude du Comportement des Radionucléides (SECR), CEA Saclay.

Journée Toulousaine d'électrochimie – 12/07/2016

- Contexte industriel
 - Fonctionnement d'une centrale nucléaire REP
 - Les amines filmantes pour la protection contre la corrosion
- Méthodes expérimentales
 - Dépôt du film inhibiteur
 - Caractérisation du film (Spectroscopie d'impédance électrochimique, microscopie optique, angle de contact)
- Résultats
 - Caractérisation des propriétés inhibitrices des films par électrochimie pour différentes conditions de dépôt
 - Mesures d'angle de contact et observations au microscope optique
- Conclusions et perspectives

Principe de fonctionnement d'une centrale nucléaire REP :

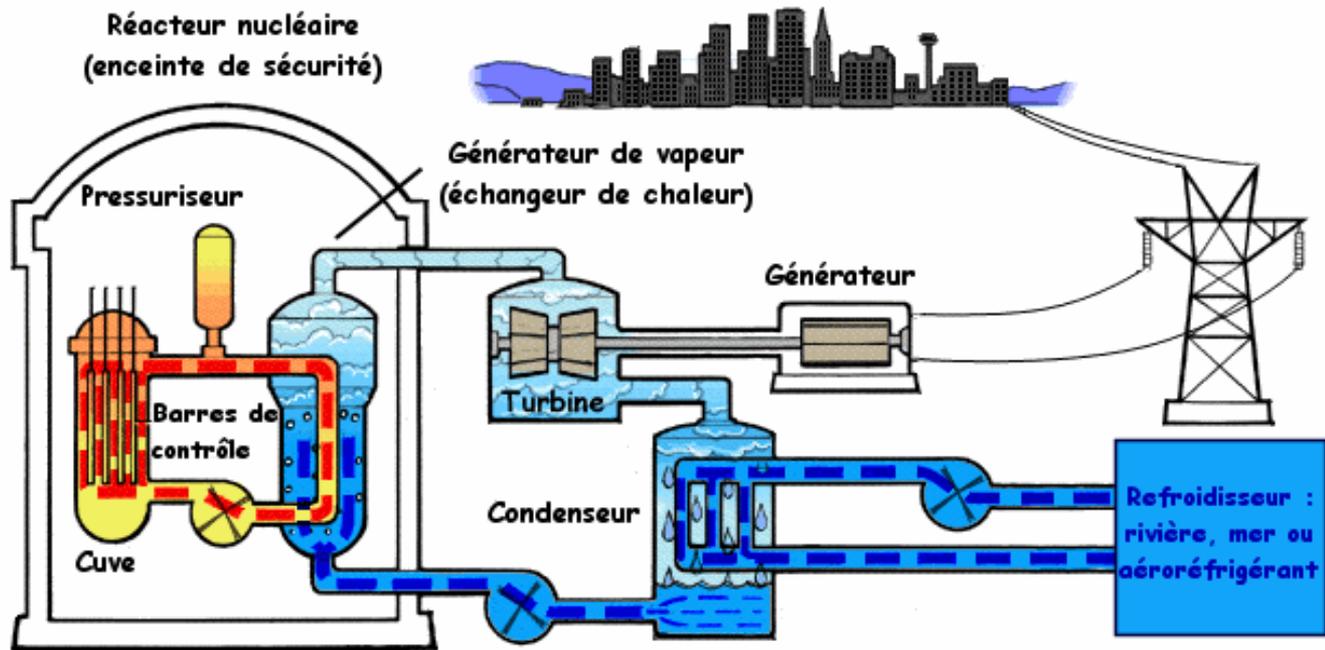


En fonctionnement : Corrosion du circuit secondaire (corrosion-érosion)

Conditionnement chimique du fluide secondaire :

- Milieu alcalin (pH 9,2 – 9,8 avec NH_3 et ETA)
- Milieu réducteur et désaéré (hydrazine)

Principe de fonctionnement d'une centrale nucléaire REP :

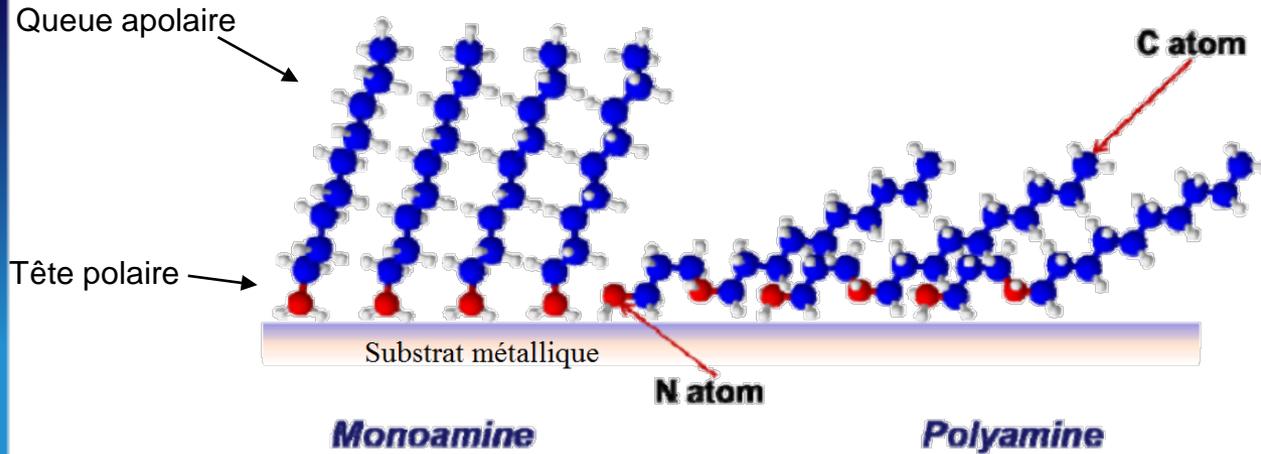


A l'arrêt : **Corrosion généralisée**

Etude d'alternatives aux méthodes de conservation à l'arrêt :

- Limiter la corrosion généralisée
- Simplifier la mise en œuvre

➔ Les Amines Filmantes (AF)



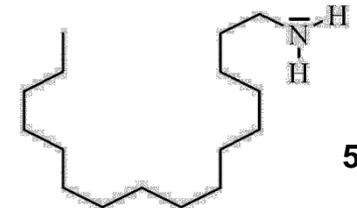
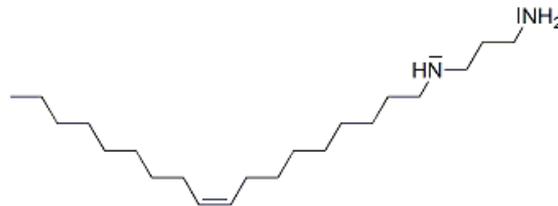
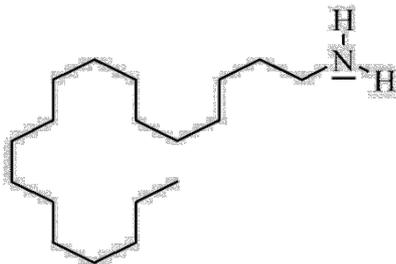
$T < 100^\circ\text{C}$ Physisorption
 $T > 100^\circ\text{C}$ Chimisorption

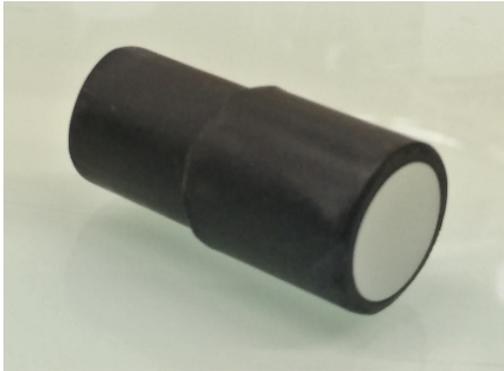
Les amines filmantes :

- Efficaces en milieu légèrement alcalin
- Résistantes en température (450°C max)
- Volatiles

Circuit secondaire :

- pH = 9,2 – 9,8
- Température max = 275°C
- Circuit diphasique eau / vapeur





Acier au carbone

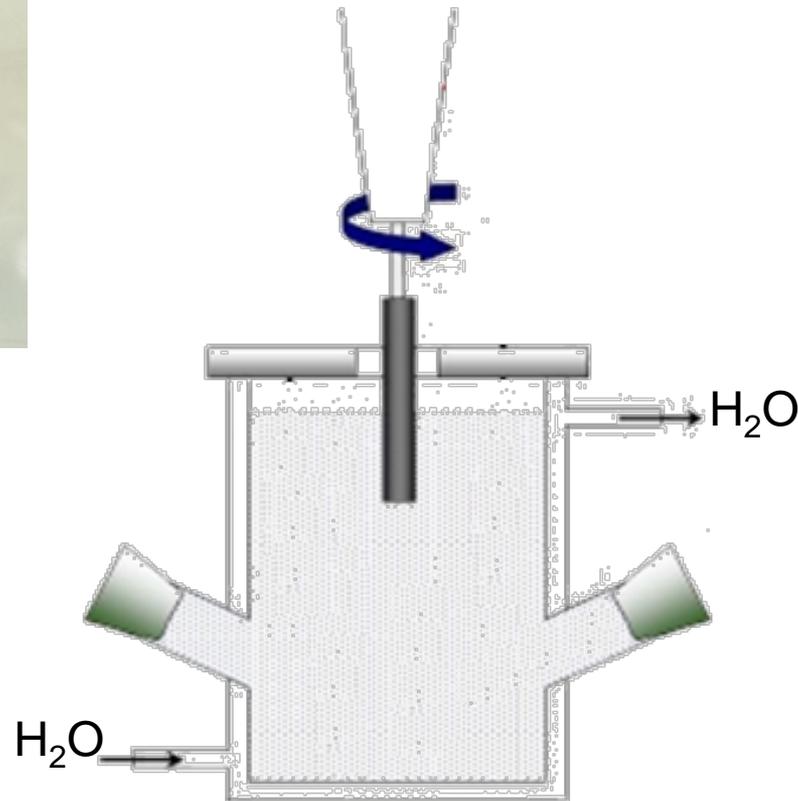
Dépôt 30 min

$T^\circ = 25 - 80^\circ\text{C}$

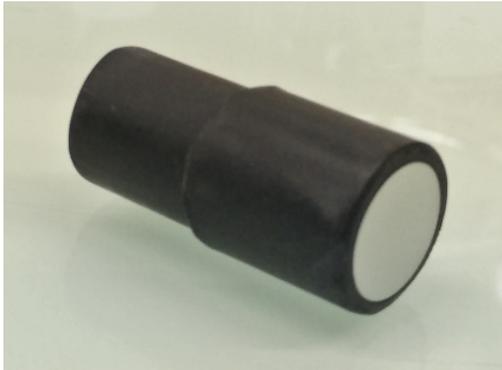
$[\text{AF}] = 10 - 100 \text{ mg/l}$

$\text{pH} = 7 - 10$

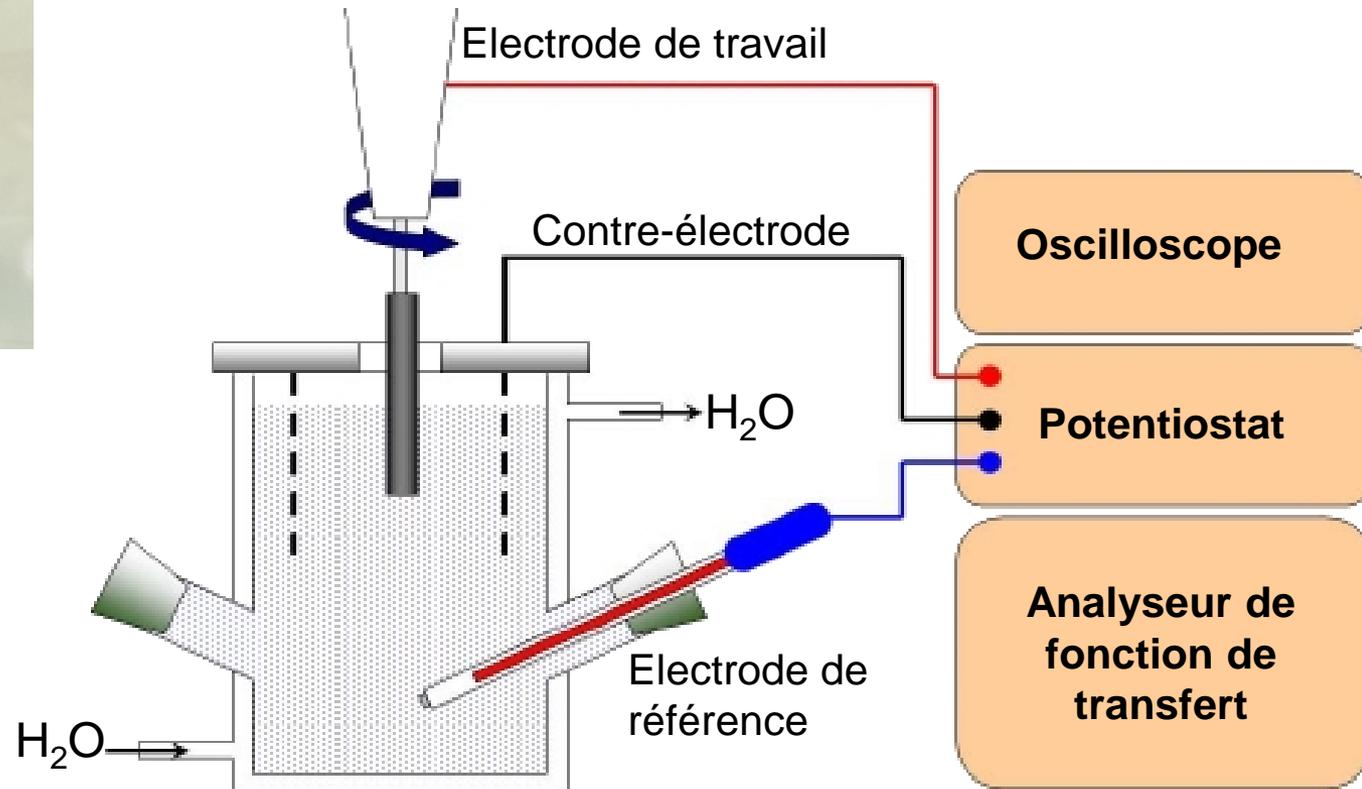
$\Omega = 500 - 4000 \text{ tr/min}$



Electrolyte: $10^{-3}\text{M Na}_2\text{SO}_4$

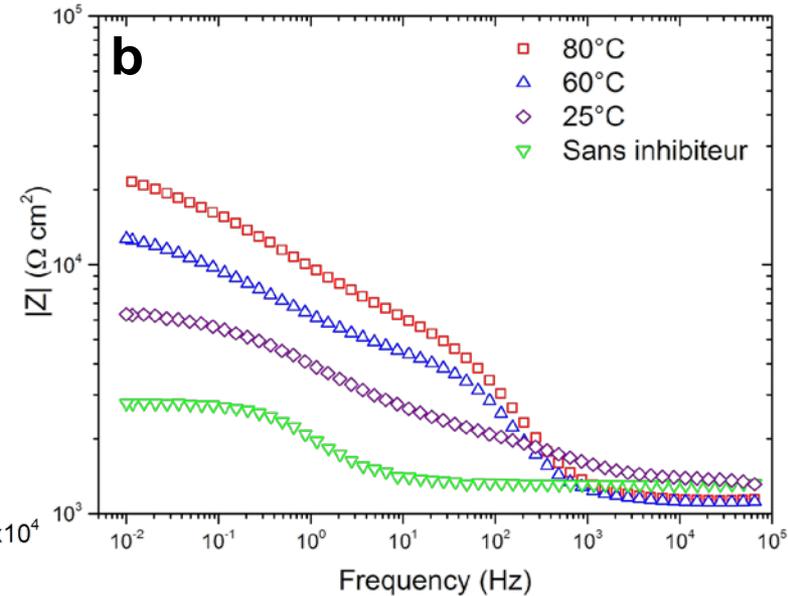
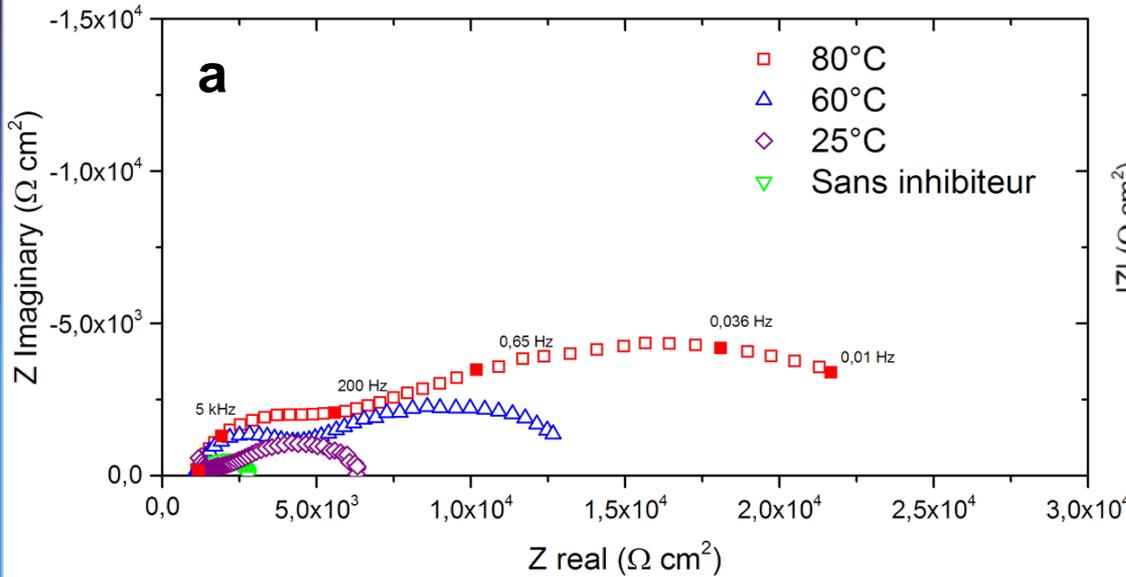


Acier au carbone



Electrolyte : $10^{-3}\text{M Na}_2\text{SO}_4$
Vitesse de rotation de l'électrode : 500 tr/min

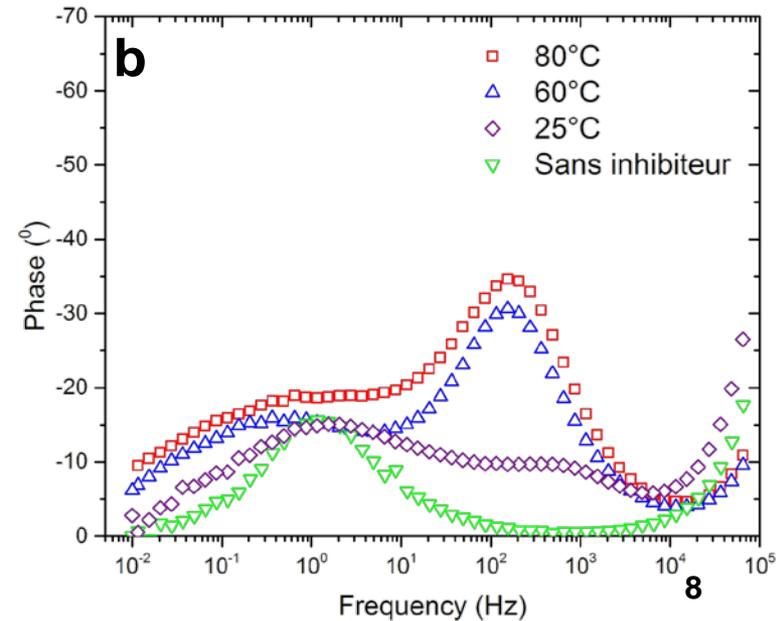
Effet de la température



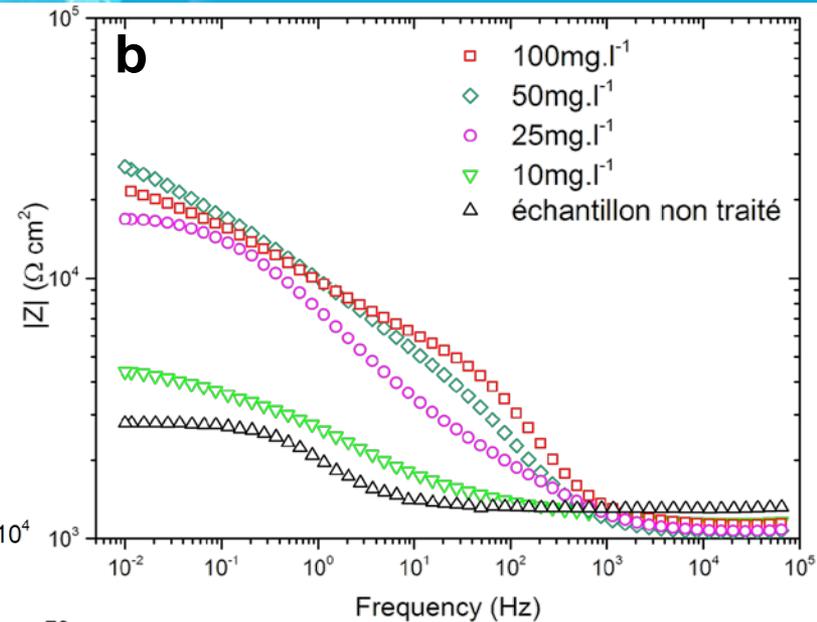
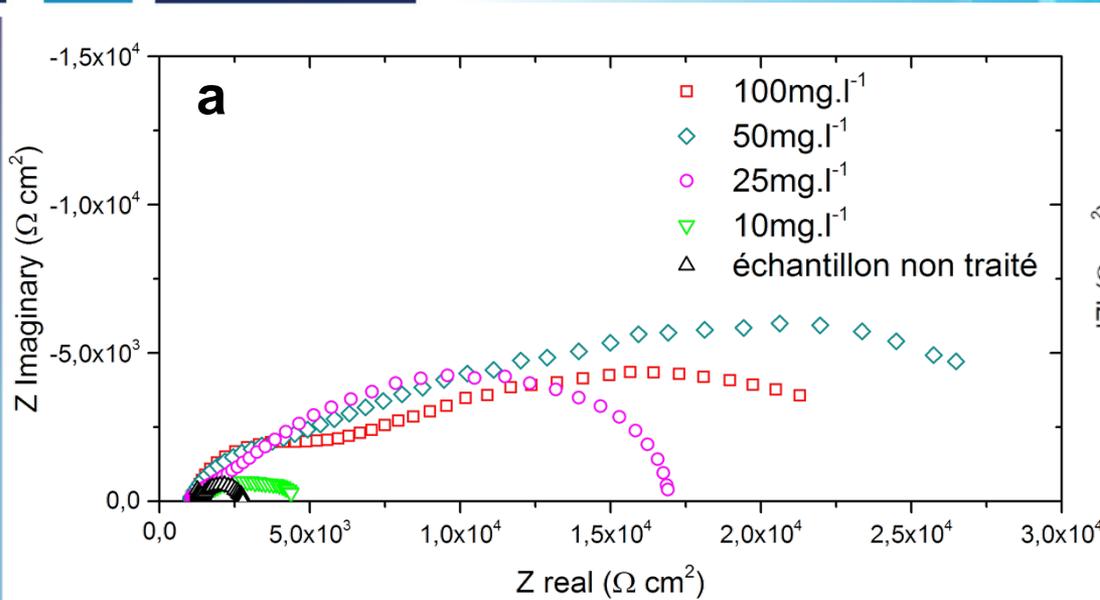
Diagrammes d'impédance en coordonnées de
(a) Nyquist, et (b) Bode, d'échantillons traités
à différentes températures.
(pH = 10, Ω = 500 tr.min⁻¹, [AF] = 100 mg.l⁻¹).

Constante de temps HF → formation film d'AF

↗ T° favorable à la formation du film



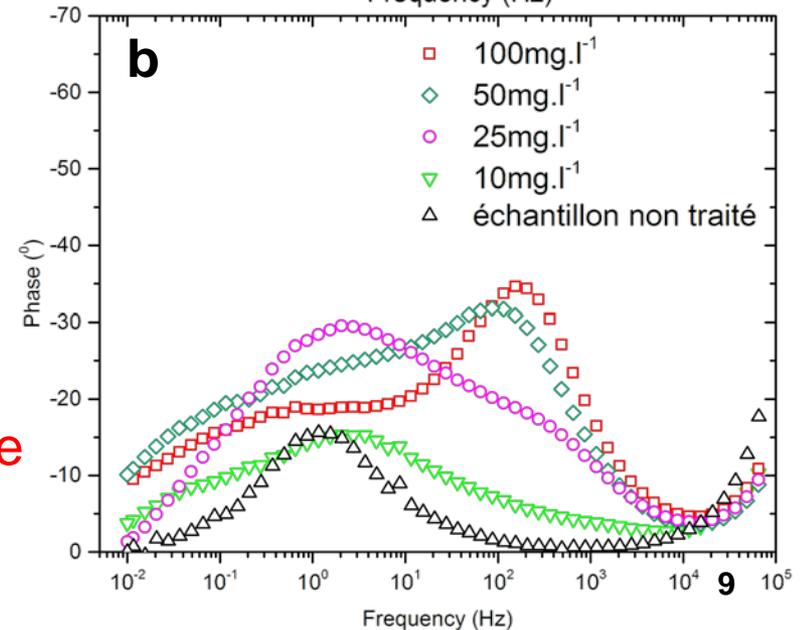
Effet de la concentration

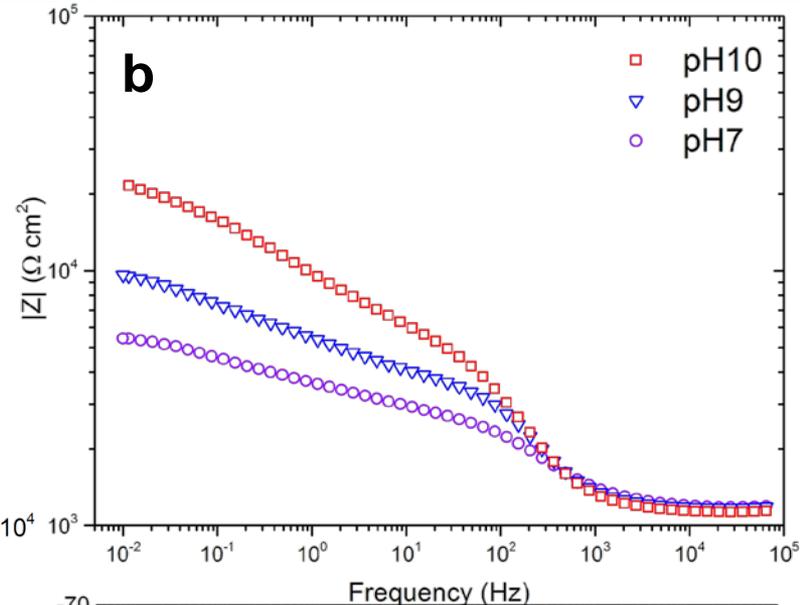
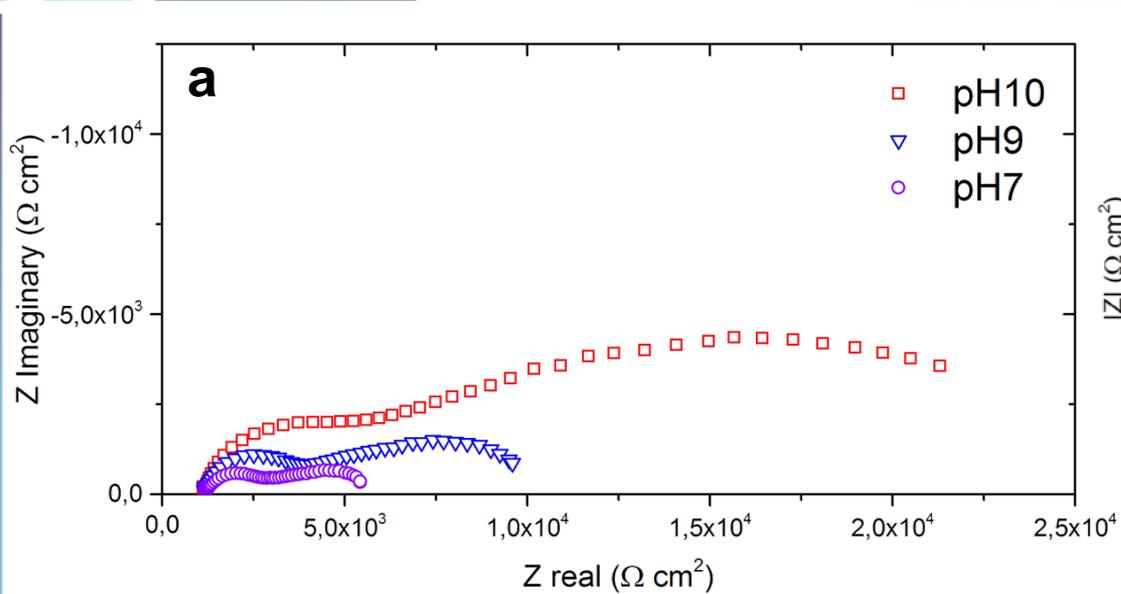


Diagrammes d'impédance en coordonnées de
(a) Nyquist, et (b) Bode, d'échantillons traités avec
différentes concentrations en AF.
(pH = 10, $\Omega = 500 \text{ tr.min}^{-1}$, $T^\circ = 80 \text{ }^\circ\text{C}$).

Seuil de concentration $\sim 25 \text{ mg/l}$

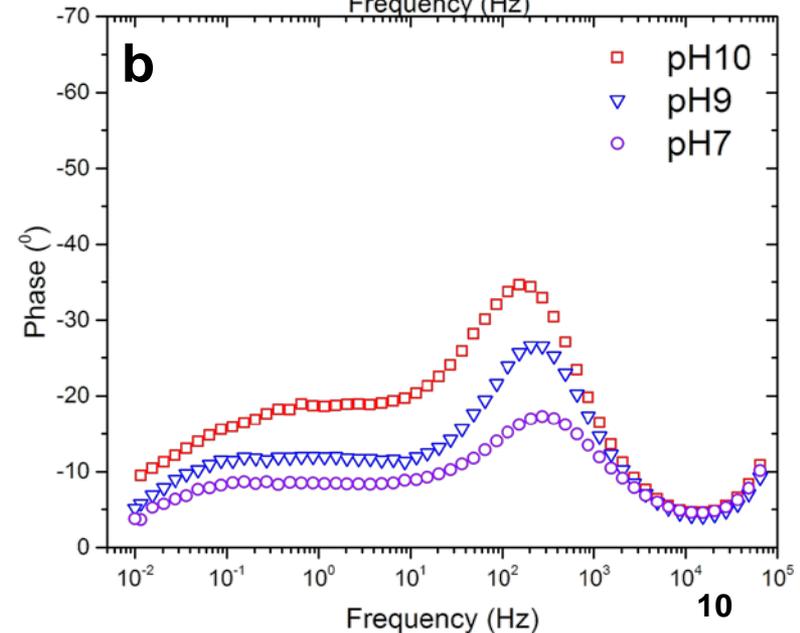
Valeur de la concentration micellaire critique



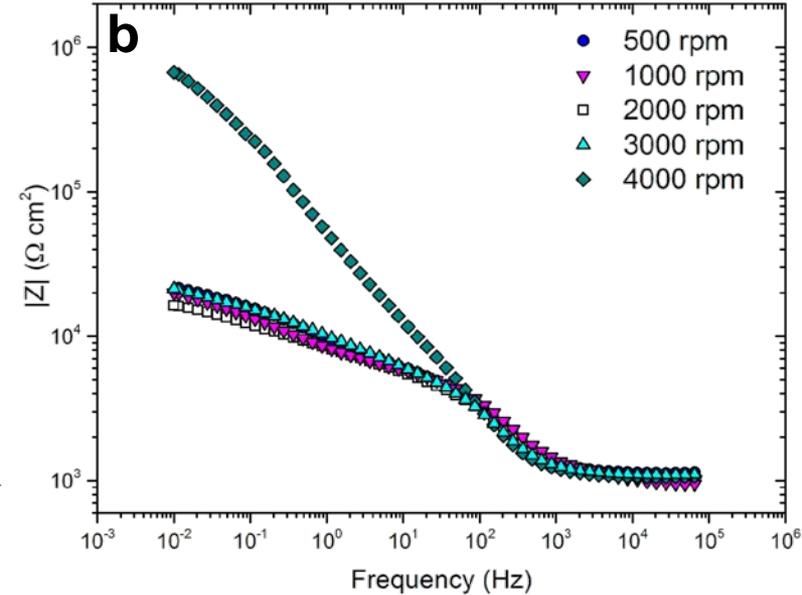
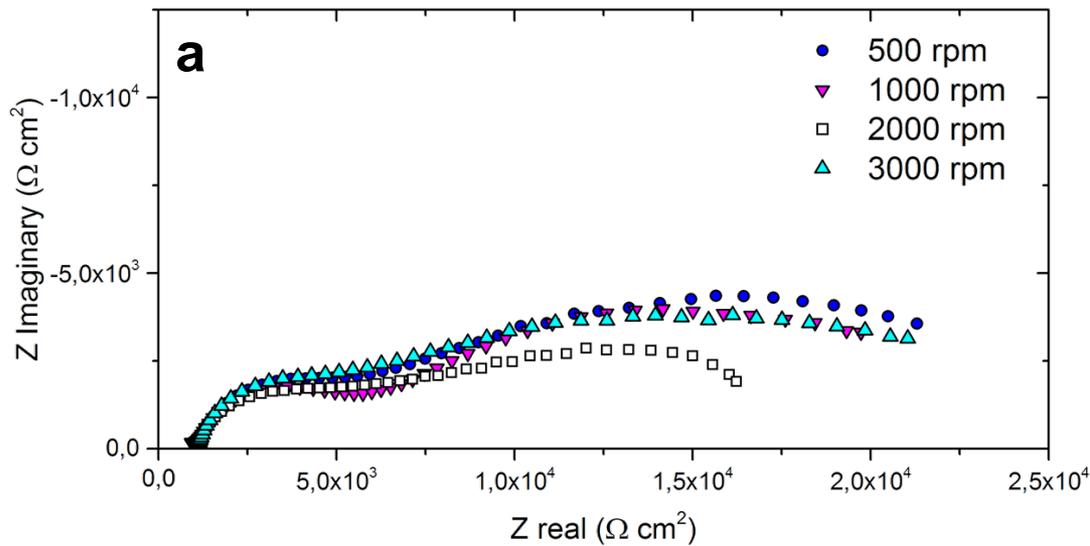


Diagrammes d'impédance en coordonnées de
(a) Nyquist, et (b) Bode, d'échantillons traités pour
différentes valeurs de pH.
([AF] = 100 mg.l⁻¹, Ω = 500 tr.min⁻¹, T° = 80 °C).

Efficacité \nearrow quand pH \nearrow



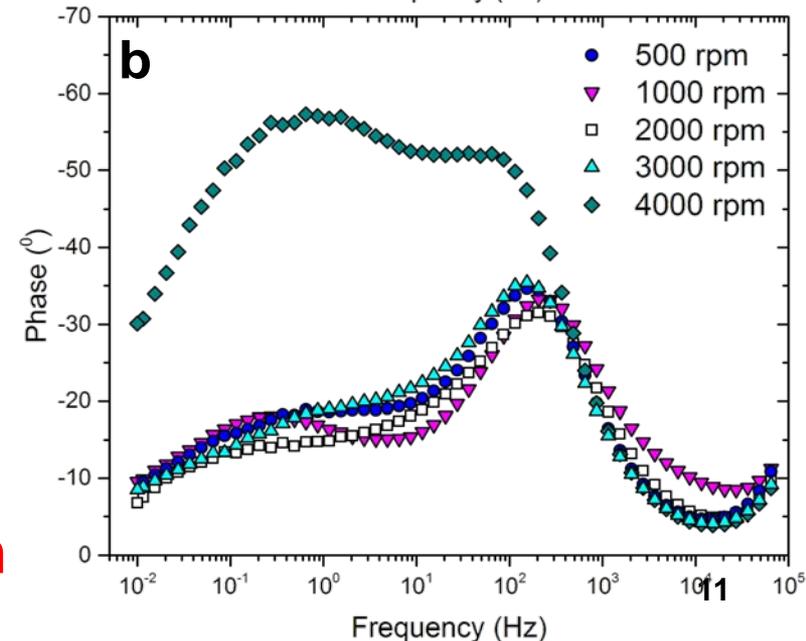
Effet de l'hydrodynamique



Diagrammes d'impédance en coordonnées de (a) Nyquist, et (b) Bode, d'échantillons traités pour différentes conditions hydrodynamiques. ([AF] = 100 mg.l⁻¹, pH = 10, T° = 80 °C).

Pas d'effet significatif entre 500 tr/min et 3000 tr/min

Impédance élevée pour 4000 tr/min

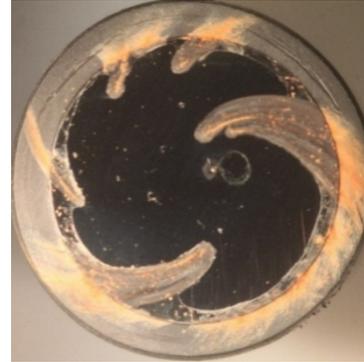


Observations de surface

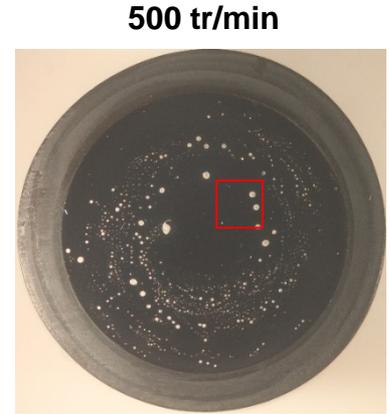
Observations au microscope optique (x5) et à la loupe binoculaire :



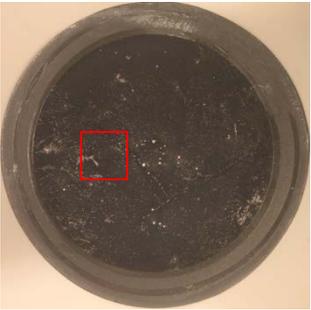
avant traitement



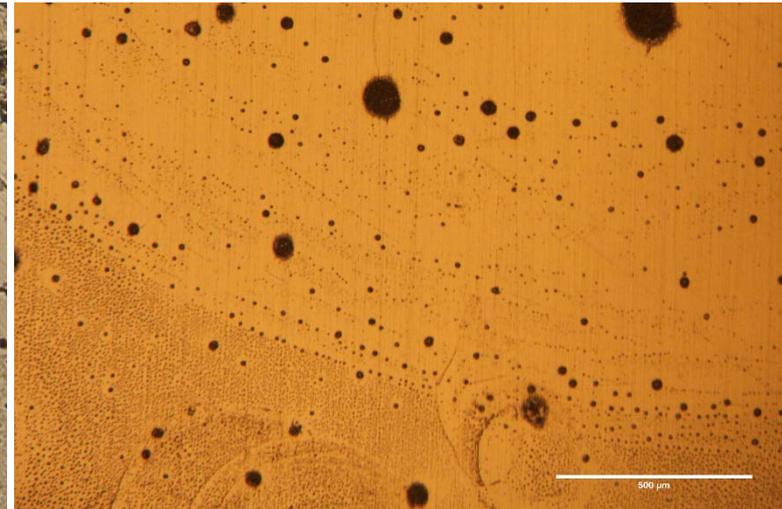
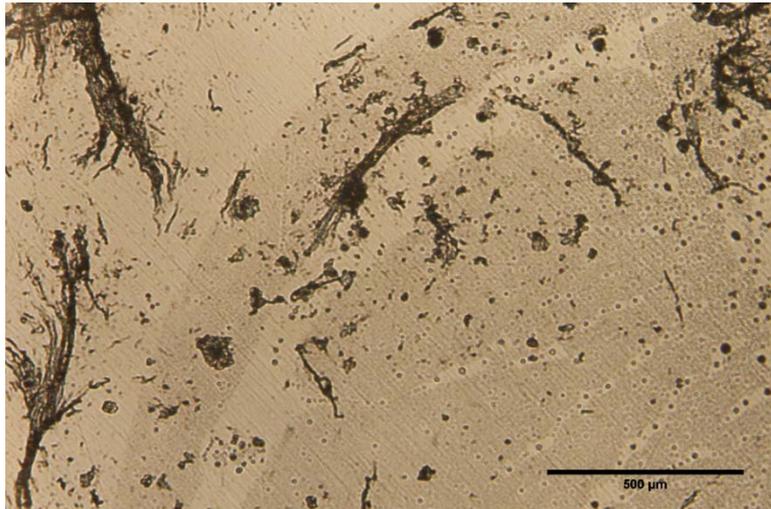
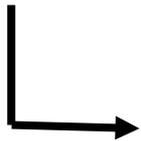
30 min à 80°C sans AF

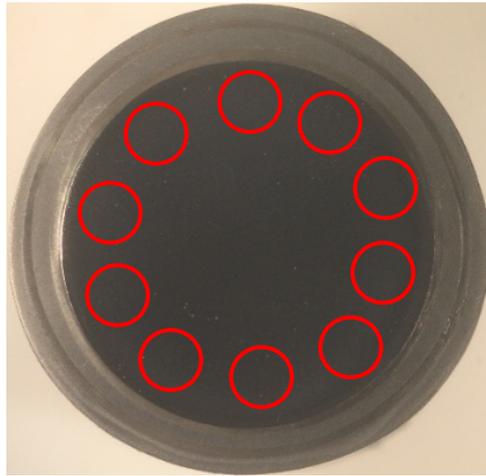


30 min à 80°C avec AF

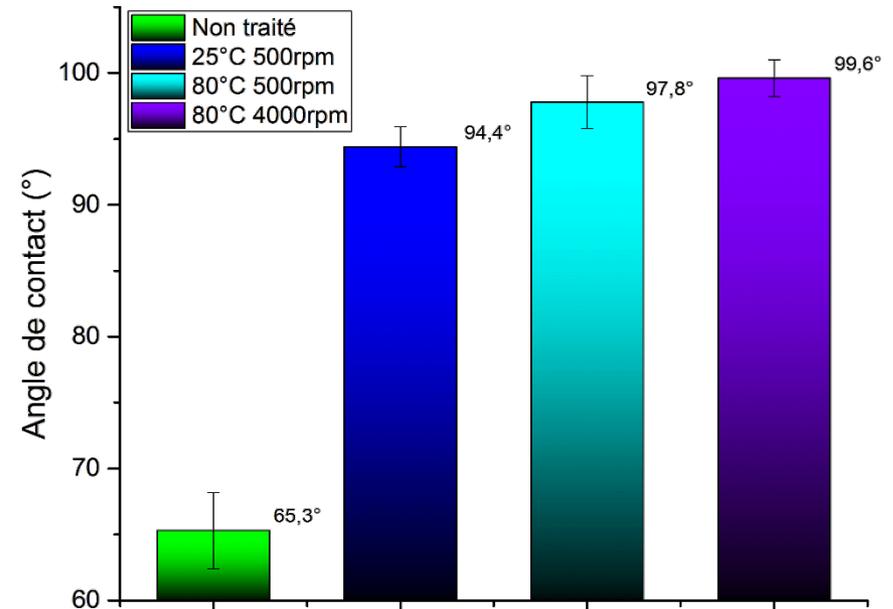
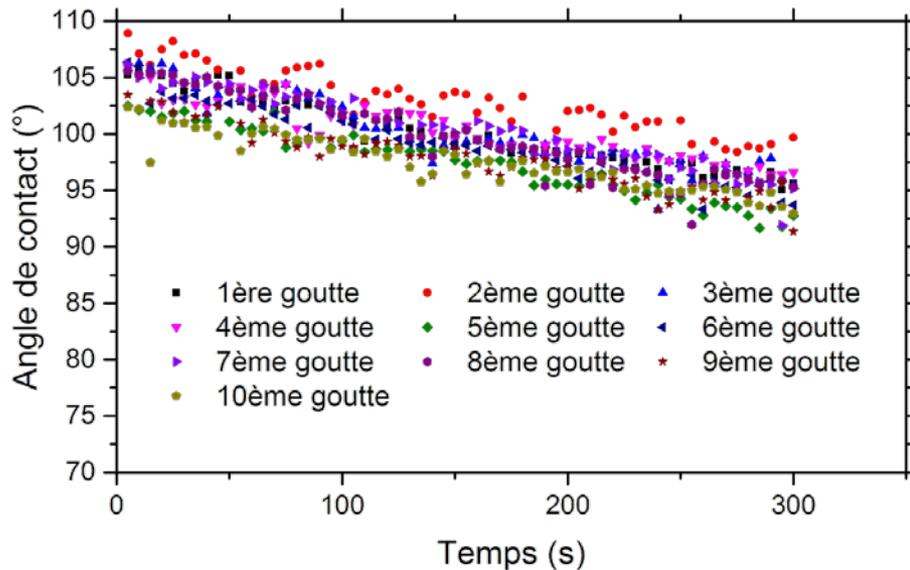
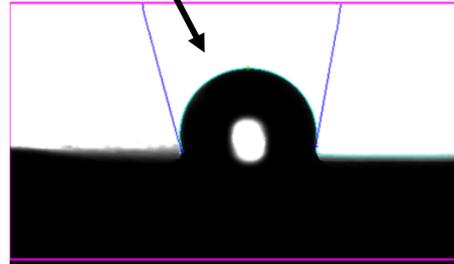


4000 tr/min

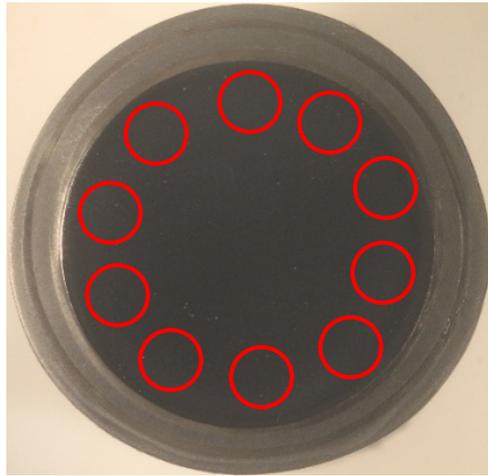




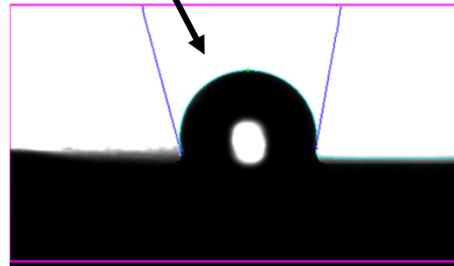
Volume goutte : 1,5 – 2 μ l



Mesures d'angles de contact

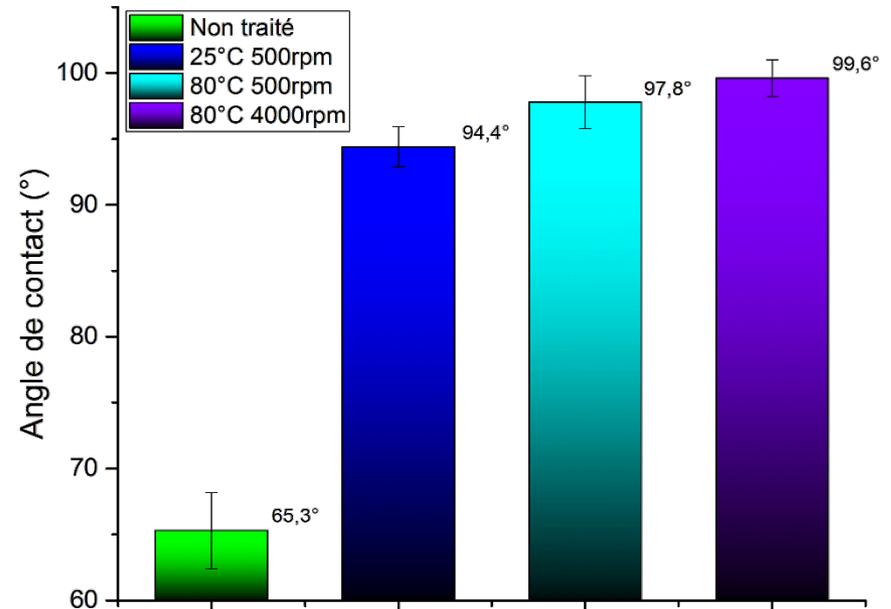
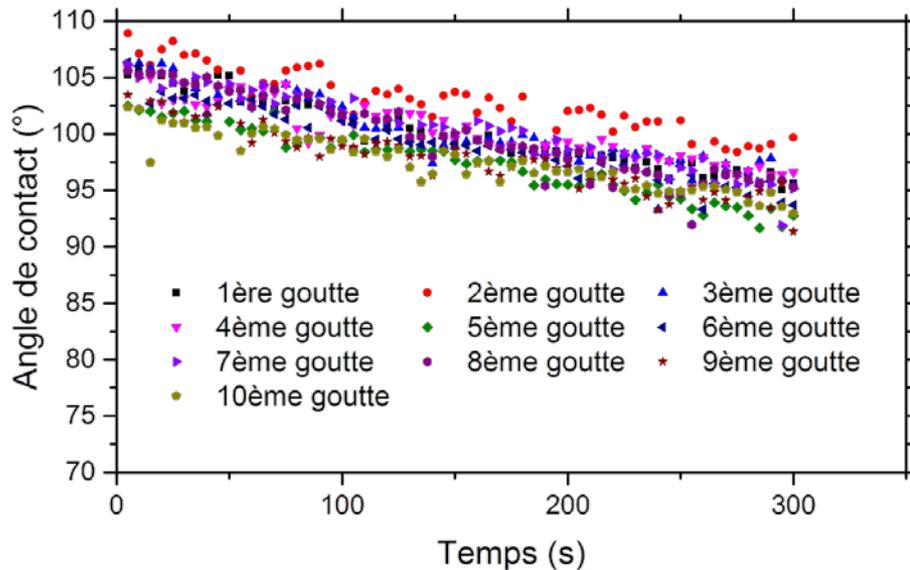


Volume goutte : 1,5 – 2 μ l



Angle de contact \uparrow \Rightarrow hydrophobie \uparrow

\Rightarrow Film plus compact ?



- Tous les paramètres étudiés ont une influence sur la formation et l'efficacité des films d'AF.
- Mesures d'angle de contact en accord avec les mesures d'impédance

Perspectives

- Analyse plus fine des données d'impédance.
- Caractérisation des films formés par AFM et spectroscopie Raman.
- Etudier l'efficacité de films formés en milieu désaéré et réducteur.



Merci de votre attention