



TRAVAUX PRATIQUE 4

Étude de la corrosion par piqûres de l'acier inoxydable

Comprendre le rôle de la couche passive et les conditions de sa rupture.

Sommaire :

1 Introduction

- 1 Définition de la corrosion par piqûres
- 1 Notions étudiées dans ce TP

2 Instruments et matériel nécessaires

3 Étapes expérimentales

- 3 Préparation du matériel
- 4 Préparation des solutions électrolytiques
- 4 Déroulement de l'expérience et protocole à suivre

5 Analyse des résultats

- 5 Questions
- 6 Courbes expérimentales obtenues

8 Pour aller plus loin

10 Annexes

- 11 Annexe 1 : Photos du matériel utilisé
- 12 Annexe 2 : Mise en fonctionnement de l'OGS055
- 13 Annexe 3 : Organigramme et paramètres utilisés
- 14 Annexe 4 : Fin de manipulation et rangement
- 15 Annexe 5 : Corrigé des questions

Introduction

• Qu'est ce que la corrosion par piqûre ?

L'acier est un alliage de fer et de carbone. Contrairement à l'acier au carbone, la présence d'au moins 10,5 % de chrome dans l'acier inoxydable lui confère des propriétés de résistance à la corrosion. En effet, au contact de l'oxygène, une couche d'oxyde de chrome se forme à la surface du matériau.

Cette couche passive le protège et présente la particularité de pouvoir se régénérer spontanément. Une rupture locale de ce film passif peut entraîner une corrosion par piqûres. Si l'environnement est suffisamment agressif pour empêcher la repassivation de la zone affectée, la corrosion peut alors se propager en profondeur dans le métal.

Au cours de cette expérience, nous utiliserons la méthode électrochimique dite de la "corrosion par piqûres", qui consiste à augmenter le potentiel (scan aller) jusqu'à atteindre le potentiel de piqûres du métal, caractérisé par une hausse rapide du courant.

La deuxième phase de la méthode consiste à diminuer le potentiel (scan retour) afin d'observer la repassivation du métal.

Au cours de ce TP, les notions suivantes seront étudiées :

- Les systèmes oxydant réducteur impliqués dans les phénomènes électrochimiques ;
- Le montage expérimental utilisé pour la mesure de la corrosion ;
- Les différents types de corrosion ;
- La corrosion par piqûres et le phénomène de passivation.

Instrument et matériels nécessaires :

Voici la liste des éléments utilisés dans le cadre de ce TP :

- **Mini-potentiostat portable Origastat : OGS055**

- Avec son câble USB 2.0 ;
- Avec l'adaptateur secteur AC/DC 12V.

- **Logiciel de pilotage Origamaster 5**

- **Electrodes et embout :**

- Électrode de référence au calomel Hg/HgCl 120 mm ;
- Electrode de travail StaTrod ;
- Avec un embout de ø2 mm en acier inoxydable 316L ;
- Electrode auxiliaire à fil de platine ø1 mm.

- **Cellule :**

- Cellule en verre avec stand

- **Autres :**

- Kit de polissage ;
- Eau distillée/déminéralisée ;
- Balance de précision fine ;
- Fioles jaugées de 100mL ;
- Sel de NaCl.

À noter que d'autres potentiostats de la gamme Origastat, ainsi que ceux de la gamme Origaflex, peuvent également être utilisés pour ce TP.

Les photos et codes articles de chaque matériel et instrument mentionnés ci-dessus sont disponibles en annexe 1 (page 11).

Les différentes étapes à suivre :

Afin de garantir la bonne réalisation de ce TP, chaque étape a été soigneusement définie et doit être suivie dans l'ordre indiqué ci-dessous.

• **Préparation du matériel pour l'expérience :**

Electrode auxiliaire et électrode de travail :

- Rincer les électrodes à l'eau distillée avant utilisation et les sécher soigneusement.
- Polir l'embout de 316L délicatement si nécessaire à l'aide du kit de polissage.

Électrode de référence :

- Rincer l'électrode à l'eau distillée.
- Vérifier le niveau de liquide de remplissage.
- Ajuster le KCL saturé si besoin.

Cellule electrochimique :

- Rincer la cellule.
- Installer les trois électrodes en respectant les conditions suivantes : elles ne doivent pas se toucher et doivent être à la même hauteur.

Préparation de l'OGS055 :

- Brancher le câble d'alimentation ainsi que le câble USB reliant l'appareil à l'ordinateur. (voir annexe 2, page 12).
- Allumer l'instrument à l'aide du bouton situé à l'avant (voir annexe 2, page 12).

Préparation du logiciel :

- Ouvrir et lancer le logiciel OrigaMaster 5.
- Selon le déroulement prévu, ouvrir l'organigramme préétabli ou le créer (voir annexe 3, page 13).

Les différentes étapes à suivre :

- **Préparation des solutions électrolytiques :**

Dans le but d'observer l'impact de la concentration en sel sur les mesures electrochimiques, il est nécessaire de préparer les différentes solutions présentées dans le tableau suivant.

| | Concentration en [NaCl] |
|------------|-------------------------|
| Solution 1 | 0,7 M |
| Solution 2 | 1,05 M |
| Solution 3 | 1,4 M |

- **Déroulement de l'expérience :**

Protocole à suivre :

- Verser la solution 1 (NaCl 0,7 M) dans la cellule en verre.
- S'assurer que les extrémités des électrodes sont bien immergées dans la solution.
- Lancer l'organigramme correspondant via le logiciel OrigaMaster 5 (voir annexe 3, page 13).
- Une fois la mesure terminée, rincer les électrodes et la cellule à l'eau distillée.
- Répéter les étapes précédentes avec la solution 2 (NaCl 1,05 M) puis la solution 3 (NaCl 1,4 M).
- Une fois les trois courbes enregistrées, les superposer afin de procéder à l'analyse comparative des résultats.

- **Fin de l'expérience :**

A la fin de l'expérience, veuillez ranger soigneusement le matériel comme indiqué en annexe 4 (page 14).

Analyse des résultats : questions

Afin de guider la réflexion et d'approfondir l'interprétation des résultats obtenus, répondez aux questions suivantes en vous appuyant sur les courbes expérimentales et vos connaissances théoriques.

- **Identification des potentiels caractéristiques :**

Indiquez, sur la courbe obtenue avec la solution 1, les points suivants :

- le potentiel libre ;
- le potentiel de corrosion métastable ;
- le potentiel de corrosion par piqûre ;
- le potentiel de passivation.

- **Paramètre de mesure :**

Pourquoi est-il important d'utiliser une vitesse d'échantillonnage faible pour analyser correctement la corrosion métastable ?

- **Influence de la concentration en NaCl :**

Commentez l'évolution du potentiel de piqûres et du potentiel de passivation lorsque la concentration en NaCl augmente.

- **Conclusion générale :**

Que pouvez-vous conclure quant à l'influence de la concentration en sel sur le comportement électrochimique observé ?

Courbes expérimentales obtenues

Remarque : Même si l'allure générale des courbes reste similaire, plusieurs facteurs peuvent en modifier la forme : état de surface de l'électrode, pureté du métal, température ou conditions expérimentales. De légères variations sont donc normales et ne remettent pas en cause la validité de l'expérience.



Figure 1 : Corrosion par piqûres sur l'acier 316L dans la solution 1



Figure 2 : Corrosion par piqûres sur l'acier 316L dans la solution 2

Courbes expérimentales obtenues

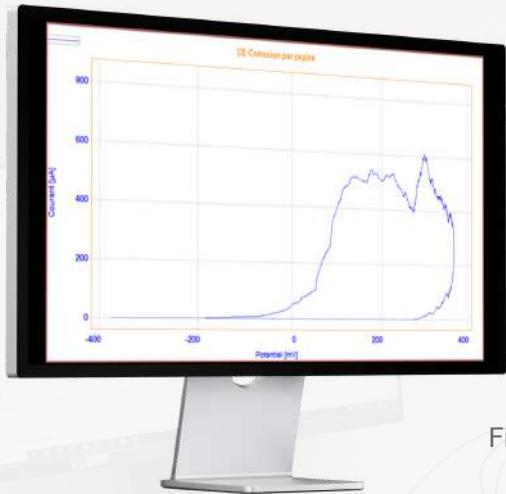


Figure 3 : Corrosion par piqûres sur l'acier 316L dans la solution 3



Figure 4 : Corrosion par piqûres sur l'acier 316L dans les 3 solutions.

Pour aller plus loin :

Si vous souhaitez approfondir l'étude de la corrosion par piqûres, plusieurs pistes expérimentales peuvent être explorées :

- **Comparer différents inox :**

Réaliser la même manipulation avec un acier inoxydable de composition différente pour observer l'influence des éléments d'alliage.

- **Changer de métal :**

Tester un autre métal comme l'aluminium afin d'analyser ses comportements spécifiques face à la corrosion localisée.

- **Identifier un métal inconnu :**

Réaliser des courbes sur un métal inconnu et les comparer à celles obtenues sur des métaux de référence pour tenter d'en déterminer la nature.

ANNEXES

Annexe 1 - Photos du matériel utilisé



Code : AR02407

OGS055



Câble et adaptateur



Origamaster 5



Tête visseable S7



Code : OGR003

REF : Electrode Calomel



Tête visseable S7



Code : OGV004

AUX : Electrode Platine



Banane mâle ø4 mm



Embout ø2 mm
Code / AR02005



Code : E100GL033CIAL

WRK : StaTrod et embout



Code : AR02052CIAL

Cellule en verre avec stand



Code : AR01647CIAL

Kit de polissage

Annexe 2 - Mise en fonctionnement de l'OGS055

Cette annexe présente le câblage complet du mini-potentiostat OGS055 utilisé dans le TP, incluant :

- le bouton d'allumage “power”
- le branchement de l'alimentation (adaptateur AC/DC 12 V),
- la liaison USB 2.0 pour la communication avec l'ordinateur via le logiciel Origamaster 5.
- le raccordement des électrodes (référence, auxiliaire, travail)



Image 1 : Vue de profil de l'OGS055



Image 2 : Vue derrière de l'OGS055

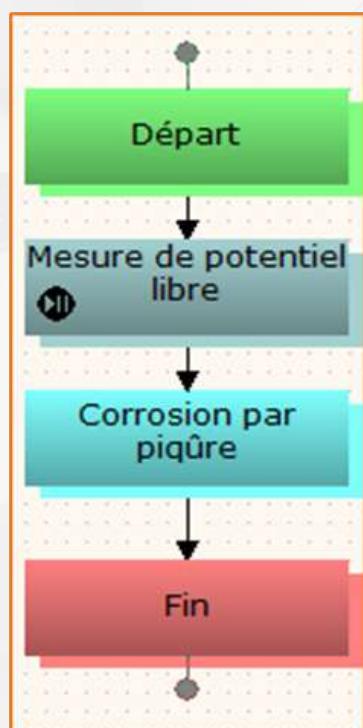
Annexe 3 - Organigramme et paramètres

Cette annexe présente l'organigramme utilisé dans le logiciel Origamaster 5, intégrant les deux méthodes employées lors de l'expérimentation :

- Mesure du potentiel libre ;
- Mesure de la corrosion par piqûres.

L'organigramme illustre le déroulement de la manipulation tandis qu'un tableau récapitule les paramètres définis pour chacune des deux méthodes, tels qu'ils ont été saisis dans le logiciel.

Ces éléments permettent de comprendre et de reproduire les conditions expérimentales ayant conduit au tracé des courbes.



| Mesure de potentiel libre | |
|---------------------------|---|
| + | Durée 4, min. |
| + | Cadence de mesure (sec.) 0.2 |
| + | Seuil de dérive (mV/min.) 0 |
| + | Polarise à la fin No |
| + | Sauvegarder les points Yes |
| + | Entrée auxiliaire No |
| + | Rejection 50 Hz Yes |
| Corrosion par piqûre | |
| + | Potentiel initial (mV) 0, FREE |
| + | Vitesse de balayage (mV/sec.) 1, 0.08, 0.08 |
| + | Seuil de courant (mA) 0.2 |
| + | Seuil de potentiel (mV) 1500, REF |
| + | Durée de maintien du potentiel (sec.) 10 |
| + | Inverse le sens du balayage Yes |
| + | Stop potentiel inverse (mV) -1, FREE |
| + | Stop courant inverse (mA) -2 |
| + | Compensation de chute Ohmique No |
| + | Gamme maximum Auto |
| + | Gamme minimum Auto |
| + | Filtre numérique 0 |
| + | Ouvre le circuit à la fin Yes |
| + | Rejection 50 Hz Yes |

Annexe 4 - Rangement du matériel

À l'issue de l'expérience, un rangement soigneux du matériel est essentiel pour garantir sa longévité et maintenir des conditions optimales pour les prochaines utilisations.

- **Mini-potentiostat portable Origastat : OGS055**

- Débrancher tous les câbles reliant l'appareil, puis le ranger dans un placard.

- **Électrode de référence :**

- Pour un stockage de courte durée (< 1 jour) : Débrancher l'électrode, la nettoyer avec de l'eau distillée, puis la plonger jusqu'au lendemain dans une solution identique à la solution de remplissage (ex. : KCl saturé).
- Pour un stockage de longue durée (> 1 jour) :



| ETAPE 1 | ETAPE 2 | ETAPE 3 | ETAPE 4 | ETAPE 5 | ETAPE 6 | ETAPE 7 |
|---|--|--|--|--|---|--|
| Procéder au nettoyage extérieur de l'électrode avec de l'eau distillée. | Vider l'électrode et rincer l'intérieur avec de l'eau distillée afin d'enlever les cristaux. | Prélever de la solution de remplissage adéquate. | Remplir l'électrode avec la solution de remplissage. | Refermer le bouchon de l'électrode et le recouvrir avec du parafilm. | Mettre de la solution dans le capuchon. | Insérer le capuchon de l'électrode et le recouvrir avec du parafilm. |

- **Electrode auxiliaire à fil de platine :**

- Nettoyer délicatement la surface de la contre-électrode avec de l'eau distillée.
- Refermer le capuchon autour de la tige de platine et conserver l'électrode dans sa boîte jusqu'à la prochaine utilisation.

- **Electrode de travail StaTrod :**

- Rincer l'embout à l'eau distillée, le polir si nécessaire, puis le sécher.
- Séparer l'embout du corps de l'électrode et conserver les deux éléments dans un endroit sec.

Annexe 5 - Corrigé des questions de la page 5

Afin de guider la réflexion et d'approfondir l'interprétation des résultats obtenus, répondez aux questions suivantes en vous appuyant sur les courbes expérimentales et vos connaissances théoriques.

• Identification des potentiels caractéristiques :

Indiquez, sur la courbe obtenue avec la solution 1, les points suivants :

- le potentiel libre (PL);
- le potentiel de corrosion métastable (PCM);
- le potentiel de corrosion par piqûre (PCP);
- le potentiel de passivation (PP).

Réponse :



Annexe 5 - Corrigé des questions de la page 5

Afin de guider la réflexion et d'approfondir l'interprétation des résultats obtenus, répondez aux questions suivantes en vous appuyant sur les courbes expérimentales et vos connaissances théoriques.

- **Paramètre de mesure :**

Pourquoi est-il important d'utiliser une vitesse d'échantillonnage faible pour analyser correctement la corrosion métastable ?

Réponse :

Lorsque la vitesse d'échantillonnage est trop élevée, l'appareil n'a pas le temps de mesurer correctement le potentiel de corrosion métastable, car le pic est trop brutal et soudain.

- **Influence de la concentration en NaCl :**

Commentez l'évolution du potentiel de piqûres et du potentiel de passivation lorsque la concentration en NaCl augmente.

Réponse :

Le potentiel de piqûration reste relativement stable lorsqu'on modifie la concentration de NaCl, tandis que le potentiel de passivation diminue progressivement à mesure que la concentration augmente.

- **Conclusion générale :**

Que pouvez-vous conclure quant à l'influence de la concentration en sel sur le comportement électrochimique observé ?

Réponse :

Plus la concentration en NaCl est élevée, plus la passivation du métal est altérée, ce qui favorise significativement la corrosion.

Une idée de TP ?

N'hésitez pas à nous en faire part !

Chez Origalys, nous concevons des travaux pratiques sur mesure, adaptés à vos besoins pédagogiques.

Contactez-nous, construisons ensemble les TP de demain !



10/07/2025

Origalys ElectroChem SAS

555 Chemin du bois
69140 RILLIEUX-LA-PAPE
FRANCE

Tel. +33 (0)9 54 17 56 03
Fax. +33 (0)9 59 17 56 03

contact@origalys.com