

# Nouvelle stratégie de sélection des primaires d'adhésion pour revêtements tricouches

Valérie Sauvant-Moynot, Jacky Grenier, Jean Kittel

► **To cite this version:**

Valérie Sauvant-Moynot, Jacky Grenier, Jean Kittel. Nouvelle stratégie de sélection des primaires d'adhésion pour revêtements tricouches. 4ème Journées d'Aix sur la protection cathodique et revêtements associés, Jun 2006, Aix-en-Provence, France. hal-02475646

**HAL Id: hal-02475646**

**<https://hal-ifp.archives-ouvertes.fr/hal-02475646>**

Submitted on 12 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.

# NOUVELLE STRATEGIE DE SELECTION DES PRIMAIRES D'ADHESION POUR REVÊTEMENTS TRICOUCHES

**Valérie SAUVANT-MOYNOT<sup>a</sup>, Jacky GRENIER<sup>a</sup>, Jean KITTEL<sup>a</sup>**

*<sup>a</sup>IFP Lyon – BP3 – 69390 Vernaison – FRANCE  
+33 (0) 4 78 02 26 85, [valerie.sauvant@ifp.fr](mailto:valerie.sauvant@ifp.fr)  
+33 (0) 4 78 02 20 05, [jacky.grenier@ifp.fr](mailto:jacky.grenier@ifp.fr)  
+33 (0) 4 78 02 27 83, [jean.kittel@ifp.fr](mailto:jean.kittel@ifp.fr)*

## **RESUME**

Three layer organic coatings are being widely used to protect steel pipelines from external corrosion, in addition to cathodic protection. They consist of an epoxy primer layer (FBE) providing adhesion to steel, overlaid by an intermediate modified polyolefin layer ensuring the proper anchoring of the top-coat to the epoxy primer, and a thick polyolefin external top-coat – polyethylen or polypropylen.

Since the permeability of polyolefin materials to water is not negligible, polyolefins do not prevent water ingress into sub-layers after a few months service. Then soaked water in the epoxy primer layer directly affects its adhesive properties to the steel pipe. Recent case studies reported large scale disbondments of three-layer polyolefin (3-LPE) coatings, which could favour corrosion beneath the coating and lead to possible major damage if cathodic protection is shielded. Therefore, it is necessary to better investigate the adhesion strength of fusion-bonded epoxy primer to steel taking into account the water diffusing through the topcoat within the lifetime of pipeline.

A methodology was developed at IFP to examine the adhesion of FBE primer to steel under wet exposure: peel tests were carried out on pipe rings industrially coated with FBE & intermediate polyolefin layers only, aged in water to simulate the water ingress through the topcoat. This new method is proposed to contribute to the selection of FBE for anticorrosion purpose or could be further developed as accelerated method in pre-qualification tests.

This paper examined the adhesive behaviour of sub-layers (FBE+intermediate polyolefin on the one hand, FBE on the other hand) aged in liquid water at 60°C. Results are compared to those obtained in vapor at the same temperature and discussed. In addition, long term ageing of complete and undamaged 3-LPE coatings were performed in liquid water at 20°C and 60°C to illustrate the effective loss of adhesion of the coating due to the water permeation and to highlight the benefits of an accelerated methodology.

**Mots-clés :** 3-LPE, FBE, accelerated method, water permeation

## INTRODUCTION

Les canalisations en acier pour le transport de gaz ou de fluides pétroliers nécessitent d'être protégées contre la corrosion. Une technique assez courante consiste à combiner deux méthodes de protection complémentaires :

- la protection cathodique, mode de protection électrochimique active,
- l'utilisation d'un revêtement organique externe, mode de protection passive.

L'utilisation du revêtement a pour but de réduire autant que possible la surface d'acier exposé au milieu extérieur, et donc la demande en courant électrique pour la protection cathodique. Les vitesses de corrosion élevées de l'acier dans les conditions de service des conduites enterrées soulignent la nécessité d'utiliser **un revêtement pour constituer une barrière efficace et durable au passage des espèces corrosives**. Néanmoins, les zones endommagées (métal mis à nu) sont, en contrepartie, protégées de la corrosion par la protection cathodique.

Rappelons les paramètres principaux dont dépendent les performances d'un revêtement.

i) En premier lieu, la **qualité de la préparation de surface et de l'application** conditionnent l'absence de pollution à l'interface métallique, l'absence de défauts dans le revêtement (lacunes ou zones revêtues sur de très faibles épaisseurs), mais aussi le bon déroulement des réactions de cuisson & post-cuisson.

ii) Un autre facteur clé qui gouverne les propriétés barrières est la **perméabilité** du revêtement aux espèces moléculaires auxquelles il est exposé. En effet, ces espèces moléculaires diffusent à travers la membrane que constitue le revêtement suivant un processus thermiquement activé. La perméabilité d'un matériau à une espèce moléculaire est une propriété intrinsèque, produit du coefficient de diffusion et de la solubilité. Le flux de perméation à travers un revêtement organique est proportionnel à la perméabilité et inversement proportionnel à l'épaisseur du revêtement (comportement diffusionnel classique au sens de Fick).

iii) L'efficacité à long terme du revêtement dépend de la durabilité des matériaux constitutifs du revêtement et des liaisons adhésives revêtement/métal, en particulier de leur résistance aux **endommagement d'origine chimique**, comme l'hydrolyse en présence d'eau. La durabilité d'un matériau est également une propriété intrinsèque, liée à sa nature chimique.

iv) Enfin, les **endommagements d'origine mécanique** (accidentels lors de la pose ou d'une inspection) affectent également les performances à long terme d'un revêtement ; les phénomènes de gonflement différentiel entre le substrat et le revêtement pendant le service (lors de cyclage en température, ou de la plastification du polymère par entrée d'eau) sont également à classer dans cette catégorie comme de possibles et redoutables facteurs d'endommagement mécanique du revêtement et des liaisons adhésives revêtement / métal.

Concernant la perméation des espèces corrosives à travers les revêtements tricouches, aucune donnée officielle de perméabilité à l'eau n'est disponible auprès des fournisseurs. IFP a proposé une première simulation de prise en eau des systèmes tricouches sur la base de données génériques, qui estime à une année environ le temps nécessaire à la saturation du primaire si le système est maintenu continûment à 60°C [1]. Certes, la détermination des coefficients de diffusion et de solubilité à 60°C pour chacun des constituants permettrait sans aucun doute d'affiner la simulation. Toutefois, il est clair que la perméabilité à l'eau des polyoléfinnes ne permet pas d'éviter la pénétration de l'eau - rapide, devant la durée de vie du revêtement - jusqu'à la couche du primaire FBE. Ceci affecte inmanquablement les propriétés d'adhésion du FBE sur l'acier qui conditionnent les performances du système de revêtement.

En effet, quelques cas de décollement massifs des revêtements tricouches ont été rapportés récemment, sans que des défauts macroscopiques et traversant aient été mis en évidence [2-4]. Dans ces situations, il existe un risque de corrosion sous le revêtement, la protection cathodique pouvant être écrantée par le revêtement externe isolant. Un tel phénomène est particulièrement à craindre lorsque l'électrolyte est peu conducteur. **Il est donc important d'étudier la durabilité de l'adhésion du primaire époxy sur le métal dans des conditions représentatives du service.**

Dans les normes actuelles de pré-qualification industrielle des tricouches, typiquement les documents NF A 49-710 ou DIN 30670 pour le PE et NF A 49-711 ou DIN 30768 pour le PP, seuls des essais pour mesurer l'adhérence des revêtements tricouches neufs sont spécifiés ainsi que des essais de résistance au décollement cathodique. Ces derniers permettent d'évaluer l'adhérence d'un revêtement endommagé jusqu'au métal et placé sous protection cathodique : la perte d'adhérence est la conséquence de l'eau diffusée à travers le revêtement non endommagé, de l'eau diffusée à l'interface FBE/acier via le trou, et de la polarisation cathodique. Aucun essai n'évalue la tenue au vieillissement du FBE affecté par la diffusion d'eau à travers les couches supérieures du revêtement. **Aussi, une méthodologie dite "du tricouche écorché" a été proposée par IFP afin d'évaluer rapidement et spécifiquement la perte d'adhérence du FBE sur le métal en raison de la perméation de l'eau à travers un top-coat non endommagé [1] .**

Basé sur la méthodologie "du tricouche écorché", cet article présente des résultats expérimentaux récents obtenus sur des portions de canalisation revêtues d'une couche unique du primaire d'adhésion ou d'un bicouche primaire + couche intermédiaire, soumis à un vieillissement en immersion dans l'eau déionisée ou en phase vapeur. L'évolution de l'adhérence a été évaluée par des mesures de force de pelage (bicouche) et arrachement de plots (monocouche). L'objectif est de discuter la pertinence de cette nouvelle méthodologie expérimentale pour sélectionner les primaires FBE et donner lieu au développement d'une procédure de vieillissement accéléré pour la qualification des tricouches.

## **PROTOCOLE EXPERIMENTAL**

### **Système de revêtement**

L'étude porte sur des systèmes de revêtement externe tricouches (primaire époxy + PE adhésif + top-coat PE), bicouches (primaire époxy + PE adhésif) et monocouches (primaire époxy), appliqués sur un même tube acier (diamètre 0,14 m ; longueur 12 m) par la société SOCOTUB suivant la spécification technique SPEC PC Rv 06 de Gaz de France. Le tube a été ensuite découpé en viroles de 25 cm de longueur. Il est à noter, en écho au paragraphe i de l'introduction, que la procédure d'application prend bien en compte les points critiques reconnus dans le métier tels que :

- les conditions opératoires (degré d'humidité, température, ventilation) durant les phases de préparation de la surface d'acier et d'application ;
- l'état de préparation de surface visé (degré de propreté & rugosité, en préconisant systématiquement l'usage d'une grenaille référencée neuve) qui conditionne l'adhésion ;
- le cycle de cuisson de la résine qui conditionne l'avancement de la polymérisation;
- l'inspection du revêtement après application (porosité à l'éponge).

Les caractéristiques des systèmes de revêtement tricouches, bicouches et monocouche à l'étude sont groupées dans le Tableau 1.

**Tableau 1 : Caractéristiques des systèmes tricouche / bicouche/ monocouche à l'étude**

<b>Epaisseur moyenne (µm)</b>	<b>Tricouche</b>	<b>Bicouche</b>	<b>Monocouche</b>
Primaire FBE	94	94	94
Adhésif	351	351	/
Top-coat PEMD	2893	/	/

### Conditions de vieillissement

Des cellules de vieillissement en verre ont été spécialement conçues pour réaliser les vieillissements sur tubes revêtus prototypes dans des conditions les plus représentatives de celles rencontrées sur le terrain : surface extérieure du pipe exposée à un électrolyte (potentiellement mis en circulation et refroidi) et intérieur du pipe chauffé. A ce stade, les essais ont été conduits en isotherme. Les différentes conditions de vieillissement à l'étude sont récapitulées dans le Tableau 2.

**Tableau 2 : Récapitulatif des conditions de vieillissement**

<b>Revêtement</b>	<b>Etude</b>	<b>Température</b>	<b>Durée (jours)</b>	<b>Milieu</b>
Monocouche FBE	1	60°C	0, 21, 28, 42	95% HR <sup>a</sup> [1]
	2	60°C	0, 10, 21, 28, 42, 49	Eau déionisée
Bicouche FBE+adhésif	1	60°C	0, 21, 28, 42	95% HR <sup>a</sup> [1]
	2	60°C	0, 10, 21, 28, 42, 49	Eau déionisée
3LPE non rainuré	3	60°C	0, 21, 42, 49	Eau déionisée
	4	20°C	0, 21, 42, 49, 119	Eau déionisée

<sup>a</sup> Hygrométrie contrôlée (95%) dans une enceinte fermée contenant une solution saturée en K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Dans les études 1 et 2, les revêtements monocouches et bicouches ont été vieillis, respectivement, en humidité relative et en eau déionisée liquide afin d'analyser l'influence de la concentration en eau sur la perte d'adhérence du FBE (ces deux cas d'exposition à l'eau pure simulent l'eau filtrée par le top-coat PE). Dans les études 3 et 4, des vieillissements long terme sur tricouches non endommagés ont été réalisés en complément des vieillissements court terme sur systèmes écorchés pour démontrer que l'eau diffusant à travers le top-coat induit effectivement une perte d'adhérence.

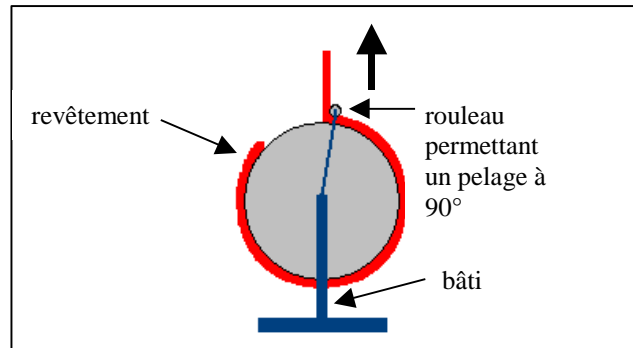
### Méthodes de caractérisation

#### Adhérence du tricouche FBE

L'adhérence des revêtements tricouches est classiquement évaluée par pelage (Figure 1). La bande à peler (largeur 0.028 m) est réalisée par rainurage du revêtement vieilli jusqu'au métal afin d'évaluer la perte d'adhérence causée par l'eau diffusée à travers le top-coat. Un montage de pelage inspiré par les travaux de GDF [5, 6] a été développé afin de maintenir un angle de pelage contrôlé de 90°. La virole est maintenue à chacune de ses extrémités par des flasques en libre rotation sur un axe confondu avec l'axe de symétrie de la virole, afin de minimiser les frottements liés au montage. Cet ensemble est fixé sur la traverse mobile de la machine de traction. La bande pelée est fixée entre les mors de la machine, reliés à une cellule de charge de 1 ou 10 kN. La mesure de la force nécessaire au pelage (vitesse de 5 mm/min à 50 mm/min selon le cas) permet de déterminer l'énergie de pelage,  $g$  (J/m<sup>2</sup>) :

$$g = F / L \quad (1)$$

avec  $F$  = force de pelage (N)  
 $L$  = largeur de la bande pelée (m).



**Figure 1 : Schéma de principe du montage de pelage des viroles**

#### Adhérence du bicouche FBE / adhésif

L'adhérence des revêtements bicouches est également évaluée par pelage (Figure 1), et c'est là un des points forts de la méthodologie proposée. Cela conduit en effet à une mesure directe de l'adhérence résiduelle du FBE (pas de colle à utiliser) et quantitative (tout autour du tube). La bande à peler est réalisée par rainurage du revêtement bicouche vieilli jusqu'au métal (largeur 0.02 m), afin d'évaluer la perte d'adhérence du bicouche au cours du vieillissement dans l'eau.

#### Adhérence du monocouche FBE

La mesure d'adhérence du FBE sur le métal selon la norme ISO 4624 consiste à coller un plot métallique sur le revêtement époxy, puis à mesurer la force nécessaire à son arrachement. Trois plots aluminium sont collés sur chaque revêtement (temps de prise = 24 h) puis arrachés après détourage. Les résultats, donnés sous forme de valeur moyenne et écart type, sont exprimés en MPa (*N.B.*  $1 \text{ MPa} = 0,1 \text{ N/m}^2$ ). L'étude de la zone d'arrachement permet de déterminer le type de rupture :

- A/B : adhésive, quand la séparation a lieu à l'interface de deux matériaux,
- B : cohésive, quand la séparation a lieu à l'intérieur même d'un matériau,
- B/Y : entre la colle et le plot ; dans ce cas; adhérence du FBE  $\geq$  valeur mesurée.

## RESULTATS

### **Vieillissement de tricouches non endommagés**

Des vieillissements longs termes dans l'eau déionisée à 60°C et 20°C ont été menés dans les études 3 et 4 sur des portions de canalisation revêtues d'un tricouche non endommagé. Au terme des essais, une mesure d'adhérence a été effectuée quand cela était possible.

En effet, le pelage du revêtement tricouche non vieilli est quasi impossible (difficulté à amorcer une bande sans endommager le revêtement et amorcer une zone de striction au sein du polymère durant l'essai). Une mesure de force de pelage sur une faible longueur (environ 6 mm) avait permis de déterminer une énergie de pelage de l'ordre de  $26 \text{ kJ/m}^2$  [1].

Adhérence après 21j de vieillissement à 20°C & 60°C dans l'eau déionisée (Figure 2)

Le pelage des tubes après 21 jours de vieillissement est impossible à réaliser, que ce vieillissement ait été effectué à 20 ou à 60°C : l'adhérence du revêtement est trop importante.



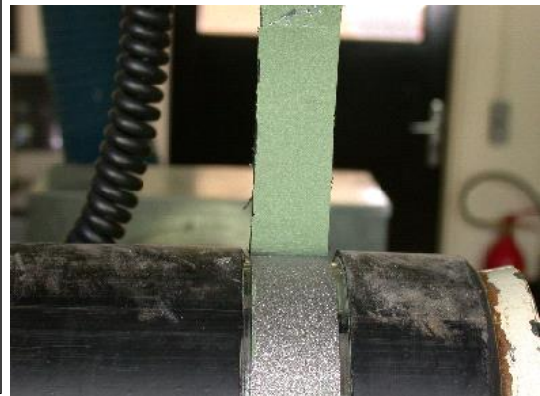
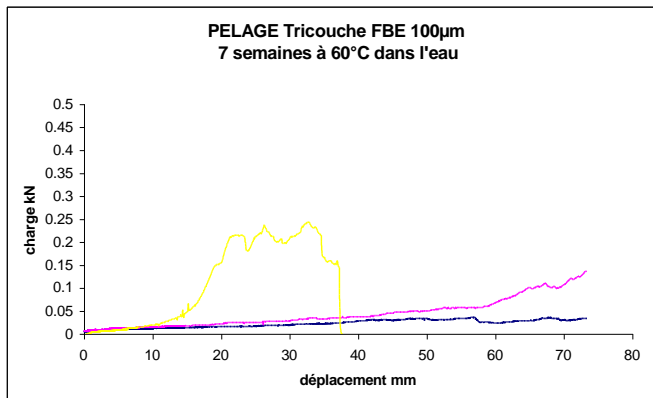
**Figure 2 : Pelage de revêtement tricouche non rainuré vieillis 21 jours dans l'eau déionisée à 20°C (gauche) ; à 60°C (droite)**

Adhérence après 42j de vieillissement à 20°C & 60°C dans l'eau déionisée

Le pelage des tubes après 42 jours de vieillissement est impossible à réaliser, que ce vieillissement ait été effectué à 20 ou à 60°C : il n'y a pas de perte d'adhérence du revêtement pendant le vieillissement.

Adhérence après 49j de vieillissement 60°C dans l'eau déionisée (Figure 3)

La force nécessaire au pelage de la bande n'est pas homogène sur la circonférence du tube : on observe une zone d'adhérence très faible (force < 50 N) sur 25 cm de la circonférence ; sur les 10 cm restant, la force de pelage atteint 200 N. Le métal est mis à nu, brillant et sans trace de corrosion.



**Figure 3 : courbe de pelage d'un revêtement tricouche vieilli 49 jours dans l'eau déionisée à 60°C**

La perte en eau du polymère à l'interface métal/revêtement a été évaluée à 0,7 % par Analyse Thermo Gravimétrique (ATG) immédiatement après pelage de la bande. En considérant que l'eau ne se solubilise pas dans l'adhésif en première approximation, cela correspond à 3,3 % de prise en eau massique dans le FBE.

Ce résultat démontre que la pénétration de l'eau jusqu'à la couche du primaire FBE est effective après quelques semaines à 60°C compte tenu de la perméabilité à l'eau des polyoléfines – ce qui est rapide devant la durée de vie du revêtement. Ce résultat valide également les simulations de perméation [1], cf. Figure 4 pour le tricouche à l'étude.

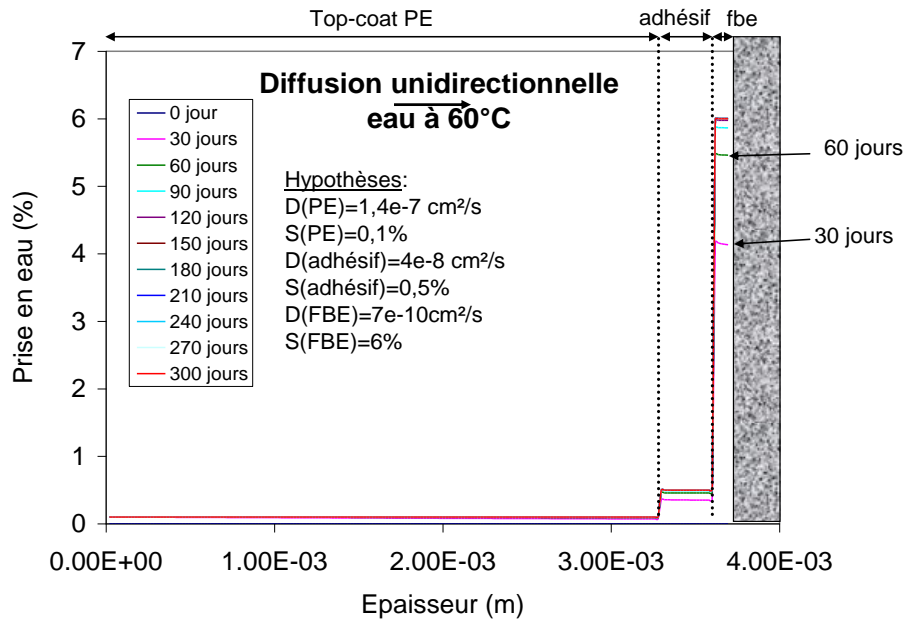


Figure 4 : Profils de concentration en eau simulés dans un revêtement tricouche vieilli à 60°C dans l'eau

Adhérence après 119j de vieillissement à 20°C dans l'eau déionisée

Après un vieillissement de 119 jours dans l'eau déionisée à 20°C, le revêtement tricouche présente toujours une très bonne adhérence. Le pelage reste impossible à réaliser. Ce résultat souligne la nécessité de définir une procédure de vieillissement accéléré pour sélectionner et qualifier les FBE.

**Viellissement de revêtements bicouches non endommagés**

Les résultats de l'étude 2, présentés dans ce papier, seront discutés par rapport aux résultats de l'étude 1 déjà publiés [1].

Adhérence avant vieillissement : pelage sur bicouche impossible.

Adhérence après 10j de vieillissement dans l'eau déionisée à 60°C (Figure 5)

Le pelage de la bande se fait très facilement, la force de pelage varie entre 6 et 10 N ce qui donne une énergie de l'ordre de 400 J/m<sup>2</sup>. Le pelage de la bande laisse le métal à nu, sans trace de corrosion.

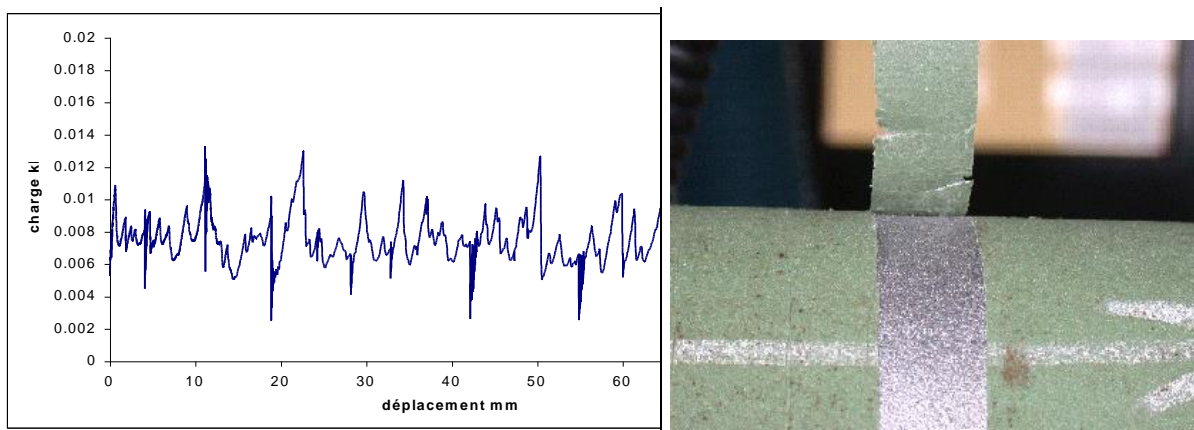


Figure 5 : Pelage d'un revêtement FBE + adhésif vieilli 10 j dans l'eau déionisée à 60°C



Adhérence après 21j de vieillissement dans l'eau déionisée à 60°C (Figure 6)

La force de pelage varie entre 6 et 10 N soit une énergie moyenne stable de 400 J/m<sup>2</sup>. Le pelage fait apparaître le métal à nu, brillant, sans trace de corrosion.

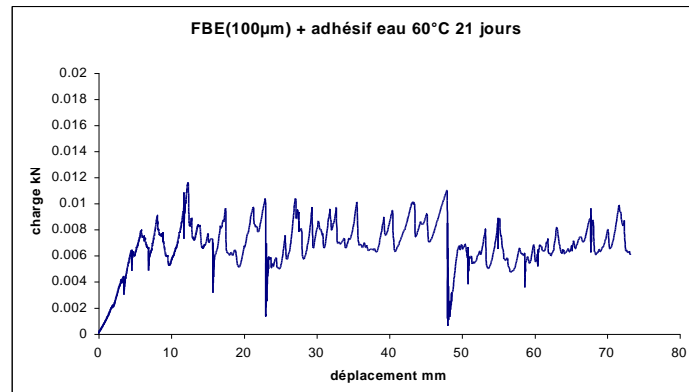


Figure 6 : Courbe de pelage d'un revêtement FBE + adhésif vieilli 21 j dans l'eau déionisée à 60°C

Adhérence après 28j de vieillissement dans l'eau déionisée à 60°C (Figure 7)

La force de pelage varie typiquement entre 5 et 9 N soit une énergie moyenne de 350 J/m<sup>2</sup>. Cette fois, des particules métalliques de couleur grise sont visibles sur la bande pelée.

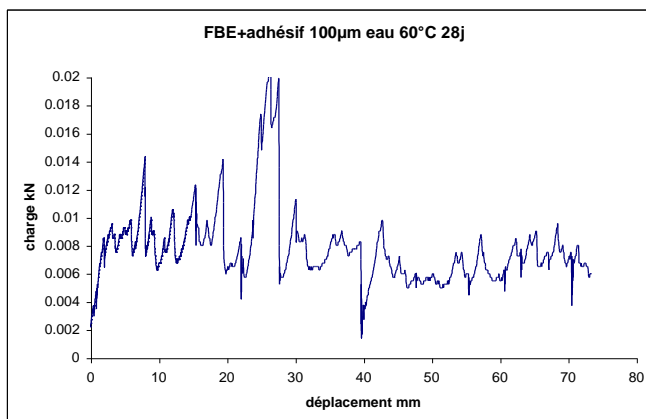


Figure 7 : Pelage d'un revêtement FBE + adhésif vieilli 28 j dans l'eau déionisée à 60°C

Adhérence après 42j de vieillissement dans l'eau déionisée à 60°C (Figure 8)

La force de pelage varie de 5 à 10 N pour une énergie moyenne de 375 J/m<sup>2</sup>. Le métal mis à nu est gris-noir (signe de corrosion) et la bande pelée est couverte de particules métalliques.

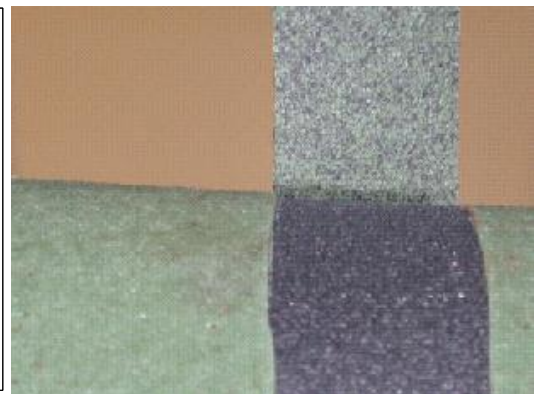
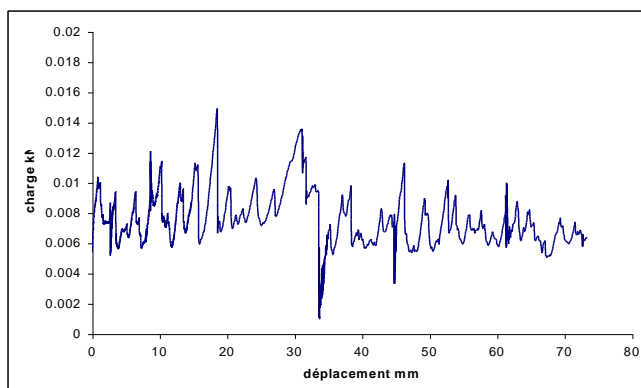


Figure 8 : Pelage d'un revêtement FBE + adhésif vieilli 42 j dans l'eau déionisée à 60°C

### Adhérence après 49j de vieillissement dans l'eau déionisée à 60°C

La force de pelage varie typiquement de 15 à 25 N, ce qui correspond à une énergie moyenne de 1000 J/m<sup>2</sup>. Le pelage laisse apparaître le métal noir, signe manifeste de corrosion du substrat entraînée lors de l'arrachement. La résistance à l'arrachement du métal corrodé de plus en plus profondément permet d'expliquer l'augmentation de l'énergie de pelage observée.

La perte en eau du bicouche vieilli 49 jours en eau déionisée à 60°C a été évaluée par ATG à 1,7 %, ce qui correspond à une prise en eau dans le FBE de 8 % environ. Cette valeur relativement élevée suggère que le FBE subit un endommagement hydrolytique.

### **Analyse des résultats et discussion**

Le Tableau 3 récapitule les mesures d'adhérence sur revêtements bicouches vieillis à 60°C en eau déionisée et donne les résultats des mesures d'adhérence sur les tubes revêtus de monocouche FBE vieillis dans les mêmes conditions.

Pour comparaison sont inclus les résultats des mesures d'adhérence sur les mêmes tubes revêtus de monocouche et bicouches et vieillis à 60°C à 95% d'HR [1].

**Tableau 3 : Récapitulatif des énergies moyennes de pelage sur revêtements bicouche (FBE+adhésif) et mesures d'adhérence moyennes sur monocouche (FBE) vieillis à 60°C en eau liquide et comparaison aux résultats obtenus au cours d'un vieillissement à 95% d'humidité relative [1].**

revêtement	milieu	10 j	21 j	28 j	42 j	49 j
<b>bicouche FBE/adhésif</b> pelage impossible	95% HR 60°C <i>étude 1</i>	–	375 J/m <sup>2</sup> métal brillant	375 J/m <sup>2</sup> métal brillant	250 J/m <sup>2</sup> métal brillant	–
	Eau déionisée 60°C <i>étude 2</i>	400 J/m <sup>2</sup> métal brillant	400 J/m <sup>2</sup> métal brillant	350 J/m <sup>2</sup> <b>métal gris</b>	375 J/m <sup>2</sup> <b>métal gris noir</b>	750 J/m <sup>2</sup> <b>métal noir particules</b>
<b>FBE</b> > 17 MPa B/Y	95% HR 60°C <i>étude 1</i>	–	> 7 MPa B/Y métal brillant	6 ± 2 MPa A/B métal brillant	5 ± 1 MPa A/B métal brillant	–
	Eau déionisée 60°C <i>étude 2</i>	5 ± 1 MPa A/B métal brillant	5 ± 2 MPa A/B métal brillant	5 ± 1 MPa A/B <b>métal gris noir</b>	5 ± 1 MPa A/B <b>métal gris noir</b>	5 ± 1 MPa A/B <b>métal noir fbc cloqué</b>

Concernant les revêtements bicouches vieillis à 60°C dans 95% d'humidité relative, il avait été observé [1] que l'énergie de pelage moyenne décroît dans le temps mais laisse le métal brillant durant les 42 jours du vieillissement. Pour le vieillissement en eau déionisée, si les résultats obtenus sont comparables après 21 jours, on note en revanche l'apparition de corrosion sur le métal dès 28 jours d'immersion ; cette corrosion se développe avec le temps mais semblerait agir comme un promoteur d'adhérence (ancrage mécanique), en limitant la perte d'adhérence du bicouche observée après 28 j de vieillissement.

Des phénomènes analogues ont pu être observés pour les revêtements monocouches FBE :

- la rupture devient adhésive (type A/B) en cours du vieillissement, permettant une évaluation quantitative de l'adhérence résiduelle du FBE sur le métal ;

- l'adhérence moyenne diminue avec le temps au cours du vieillissement en humidité relative, le métal sous le revêtement restant brillant durant les 42 j d'exposition ;
- la corrosion du substrat se développe après 28 jours d'immersion en eau liquide. La perte d'adhérence reste limitée mais on peut noter l'apparition de cloquage dans le FBE après 49 jours d'exposition à l'eau liquide, signe manifeste de la dégradation du primaire (endommagement hydrolytique).

D'après la thermodynamique, la quantité d'eau absorbée à l'équilibre de saturation dans un polymère exposé à de l'eau dépend de la fugacité de l'eau dans le milieu extérieur. La fugacité de l'eau liquide à 60°C et 1 bar est égale, en première approximation, à la pression de vapeur saturante soit 0,20 bar. Pour une humidité relative de 95% obtenue dans une enceinte fermée contenant une solution saturée en  $K_2SO_4$ , la fugacité correspondante est de 0,19 bar ( $0,95 \cdot 0,2$ ). Aussi, étant données les valeurs voisines de fugacité de l'eau dans les deux milieux étudiés, on attend une prise en eau à l'équilibre similaire dans les revêtements pour les études 1 et 2, donc la perte d'adhérence du revêtement humide par gonflement/plastification des liaisons adhésives [7] sera a priori similaire dans les deux études – ce qui est observé.

Ces similarités, en revanche, ne permettent pas d'expliquer facilement les différents comportements observés pour le développement de la corrosion du substrat. D'après la littérature [8], la corrosion est initiée en présence de microcavités à l'interface métal-polymère, lorsque l'eau condense, stimulant alors le transport des ions et la corrosion. Une explication pourrait être d'origine cinétique, dans la mesure où le mouillage entre un revêtement et l'eau liquide ne limite pas le flux de diffusion, alors que celui-ci est beaucoup plus faible en phase gaz. Des travaux sont en cours pour confirmer ces hypothèses.

## CONCLUSION

Les points forts de la méthodologie "du tricouche écorché" développée pour étudier le vieillissement des primaires d'adhérence FBE sous l'effet de la diffusion d'eau à travers le top-coat (non endommagé) sont les suivants :

- ✓ L'étude s'effectue sur des **portions de canalisation revêtues industriellement**.
- ✓ Le principal **facteur d'accélération est la suppression du top-coat**, de façon à mettre en contact directement l'eau liquide ou vapeur avec le système bicouche (primaire + adhésif) non endommagé ; ainsi, les essais ne seront pas réalisés à une température plus élevée que la température maximum de service afin d'éviter l'activation de réactions chimiques dont les effets sont moindres dans les conditions de service.
- ✓ **L'adhérence résiduelle est évaluée quantitativement par pelage du revêtement bicouche en l'état humide vieilli**, rainuré juste après la sortie du conditionnement ; cela est largement plus satisfaisant qu'une mesure d'adhérence sur FBE monocouche vieilli par arrachement de plot (où le temps de prise de la colle à température ambiante est souvent de 24 heures) ou par quadrillage.

## REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier madame V. Lachet pour son aide en thermodynamique, monsieur X. Lefèbvre pour la modélisation de la prise en eau et monsieur S. Duval pour les nombreux échanges sur le thème des revêtements.

## REFERENCES

1. V. Sauvart-Moynot, S. Duval, J. Kittel, X. Lefèbvre, *Contribution to a better FBE selection for 3 layer polyolefin coatings*, 16<sup>th</sup> Pipeline Protection Conference, Paphos, Cyprus, 2-4 November 2005.
2. M. Roche, *External corrosion of pipelines: What risk ?*, 14<sup>th</sup> SPE Middle East Oil and Gas Show and Conference, Bahrain, 12-15 March 2005.
3. P. Carpentiers, R. Gregoor, A. Pourbaix, *Corrosion under disbanded coatings of cathodically protected pipelines*, EUCOCORR 2004, Nice, France, Sept. 13-16, 2004.
4. G. Portesan, J. Taves, G. P. Guidetti, *Cases of massive disbondment with three layer PE pipeline coatings*, 3<sup>èmes</sup> journées CEFACOR : Protection cathodique et revêtements associés - Ouvrages enterrés ou exposés au milieu marin, Aix-en-Provence (France), 6-7 juin 2002, pp. 93 – 100.
5. F. Coeuille, *Revêtements polymères de canalisation de fluide : caractérisation et évolution de l'adhésion en milieu agressif*, Thèse ENSMP, Paris, France, 9 Juillet 2002
6. M. Meyer, X. Campagnolle, *Impact of aging process of three layers extruded polyethylene coatings on their adhesion on pipelines steels*, BHR Group 15<sup>th</sup> International Conference on Pipeline Protection, ed. J. Duncan and D. Norman, Aachen, Germany, 29-31 October 2003, pp. 59 – 79.
7. H. Leidheiser, W. Funke, *Water disbondment and wet adhesion of organic coatings on metals: A review and interpretation*, JOCCA, Vol. 70, N° 5, 1987, pp. 121-132.
8. D. Greenfield, D. Scantlebury, *The protective action of organic coatings on steel: A review*, JCSE, Vol. 3, Paper 5, 2000.