



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature
Sciences de la matière

MÉMOIRE DE MASTER

Sciences de la matière
Physique
Physique des matériaux

Réf.

Présenté et soutenu par :

Salima MESSERHI

Le : 28-06-2022

Etude caractéristique des propriétés mécaniques de l'acier X70 et sa tenue à la corrosion

Jury :

Dr	Amel NACEUR	MAA	Université de Biskra	Président
Dr	Noureddine OUHABAB	MAA	Université de Biskra	Examineur
Dr	Nawel BENYAHIA	MCB	Université de Biskra	Rapporteur

Année universitaire : 2021/2022

Remerciements

Le remerciement infini avant tous est à Dieu.

*Je remercie le président **M^{me} Amel Naceur** et les membres du jury : **Mr Nouredine Ouhabab** et **M^{me} Benyahia Nawel** de leur intérêt pour ma thèse et Leur efforts déployés.*

*J'exprime mes profonds remerciements à Madame **Dr Benyahia Nawel**, encadreuse de cette thèse et pour son aide précieuse pour l'aboutissement de ce travail.*

*Je remercie **Mr. Ismail Guettela**, le responsable du hall technologique, de nous avoir ouvert ses portes à tout moment*

Je remercie tous les enseignants du département science de la matière ainsi de la faculté des sciences exactes et des sciences de la nature.

Un grand merci à tous mes ami(e)s et collègues.

À tous ceux qui M'aide de près ou de loin pour que cette œuvre soit achevée.

Merci Beaucoup

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

À l'âme de mes parents

À toute ma famille

À mon encadreuse

À tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce projet.

Liste des abréviations

API : Américan Petroleum Institute.

HSLA : High Strength Low Alloy (Les aciers faiblement alliés à haute limite d'élasticité)

CC : Cubique Centrée.

CFC : Cubique à Face Centrée.

Red : Réducteur

Ox : Oxydant

pH : potentiel d'hydrogène

Re, Rp (MPa) : La limite d'élasticité

Rm : La résistance à la traction

A% : Le pourcentage d'allongement après rupture

ORP : Potentiel d'oxydoréduction

AC1 : Limite inférieure de la région α -ferrite + austénite

AC3 : Limite supérieure de la région α -ferrite + austénite

Pa, MPa, GPa, Kg/cm² : (Unités de pression).

(") : Pouce, (1pouce = 25,4 millimètre).

m : Mètre (Unité de longueur).

N : Newton (Unité de force).

E (GPa) : Module de Young

v : Coefficient de Poisson.

HV [kgf mm⁻²] : dureté Vickers

F (N) : force appliquée

MB : Métal de base

ZAT : Zone Affectée Thermiquement

ZF : zone fondue

ZL : La zone de liaison

BF : ferrite bainitique

GBF : ferrite bainitique granulaire

FPA : ferrite proeutectoïde allotriomorphe

PF : ferrite polygonale

WF : ferrite de Widmanstätten

AF : ferrite aciculaire

B : bainite

HCl : Acide Chlorhydrique

FTIR : Spectromètre infrarouge

V_l(μs) : la vitesse de propagation longitudinale

V_t(μs) : la vitesse de propagation transversale

ρ(g/cm³) : la masse volumique

V_{corr} (g/mm².h) : Vitesse de corrosion

S (mm²) : Surface de l'échantillon

t (h) : temps de l'expérience

Δm (g) : différence de masse

M₁(g) : la masse de l'échantillon avant l'immersion

M₂(g) : la masse de l'échantillon après l'immersion

SOMMAIRE

Introduction générale	1
Chapitre I : LES PIPELINES ET LEURS ACIERS	3
I.1- Les pipelines	4
I.1.1 Introduction	4
I.1.2 Généralités sur les pipelines	4
I.1.3 Procède de fabrication des tubes de pipelines	6
I.2 : Les Aciers pour pipelines	14
I.2.1 Introduction	14
I.2.2 L'élaboration de l'acier	14
I.2.3 Les aciers pour pipeline	15
I.2.4 Diagramme d'équilibre Fe-C	18
I.2.5 Traitements isothermes	23
I.2.6 Les traitements thermiques	24
I.3. Conclusion :	30
Chapitre II : LA CORROSION	31
II.1 Introduction	32
II.2 Définition de la corrosion	32
II.2.1 Corrosion dans les pipelines	33
II.2.2 Différents types de corrosion	34
II.2.3 Principe de la corrosion électrochimique	35
II.2.4 Corrosion des aciers en milieu acide	35
II.2.5 Diagramme potentiel-pH du fer	37
II.2.6 La résistance à la corrosion	38
II.2.7 Moyens de protection contre la corrosion	38
II.3 Conclusion	39
Chapitre III : MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES	40
III.1 Introduction :	41
III.2 Nomenclature d'acier API 5L X70	41
III.3 Présentation et procédure expérimentale	41
III.3.1 Présentation de l'échantillon de travail	41
III.3.2 Préparation des échantillons	42
III.3.3 Les traitements thermiques	43
III.3.4 Caractérisation des propriétés mécaniques	45
III.3.5 Essais d'ultrasons	45

III.3.6 Essai de microdureté	46
III.3.7 Caractérisation électrochimique	48
III.3.8 Méthode gravimétrique	50
III.3.9 La spectrométrie infrarouge.....	51
Chapitre IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS	53
IV.1 But de l'étude	54
IV.2 Etude du comportement mécanique.....	55
IV.3. Etude du comportement électrochimique	59
IV.3.1. L'évolution du potentiel de l'électrolyte en fonction du temps d'immersion	60
IV.3.2. Les mesures de la masse perdue	65
IV.4. Caractérisation par spectrométrie infrarouge	68
Conclusion générale	78
Références	80
Annexe.....	88

Liste des tableaux

Tableau I-1: Propriétés mécaniques des aciers pour tubes selon la norme API	16
Tableau I-2: Rôle et influence des éléments chimiques ajoutés dans l'acier pour pipe	17
Tableau I-3: Les caractéristiques des différentes phases	22
Tableau I-4: La vitesse de refroidissement selon la nature du bain de trempe	25
Tableau III-1: Composition chimique des différents constituants de l'acier X70.....	41
Tableau III-2: protocole de traitement thermique.....	44
Tableau IV-1: Les mesures de module de Young de l'acier X70 sans et avec traitements thermiques	55
Tableau IV-2: Les mesures de la microdureté HV3,10 de l'acier X70 sans et avec traitement thermique.....	58
Tableau IV-3: Influence des traitements thermiques sur la vitesse de corrosion de l'acier X70 pendant 23 jours d'immersion dans HCl (1M).....	66
Tableau IV-4: Influence des traitements thermiques sur l'épaisseur perdue de l'acier X70 pendant 23 jours d'immersion dans HCl (1M).....	67
Tableau IV-5: Regroupement des bandes identifiées après immersion 23 jours dans HCl (1M).....	73
Tableau I: Valeurs mesurées de module de Young et coefficient de Poisson	88
Tableau II: La suivie de la réaction de l'acierX70 avec l'acide chlorhydrique 1M.....	89
Tableau III: La suivie de la réaction de l'acierX70 chauffé à 700°C et trempé à l'eau froide avec l'acide chlorhydrique 1M.....	90
Tableau IV: La suivie de la réaction de l'acierX70 chauffé à 700°C et trempé à l'huile avec l'acide chlorhydrique 1M.....	91
Tableau V: Les Tests de la masse perdue	92

Liste des figures

Figure I-1: Pipelines	5
Figure I-2: Réseau de transport par canalisation	6
Figure I-3: Des tubes à différents formes de soudure	7
Figure I-4: Tubes soudés en spirale	7
Figure I-5: Technique de fabrication des tubes soudés en spirale	8
Figure I-6: Fabrication des tubes soudés. (a) Formage en U, (b) formage en O et (c) soudage	8
Figure I-7: Machine d'expansion.....	9
Figure I-8: Présentation macrographique d'un joint soudé.....	10
Figure I-9: Corrélation des sections de la zone thermiquement affectée ZAT avec le Diagramme d'équilibre Fe-C	11
Figure I-10: Micrographies optiques montrant la microstructure du métal de base(a), zone affectée	12
Figure I-11: Obtention des tubes sans soudure	13
Figure I-12: Elaboration de l'acier	15
Figure I-13: Diagramme d'équilibre Fe-C métastable ou à cémentite	19
Figure I-14: Structure ferritique	20
Figure I-15: Structure cémentite	20
Figure I-16: Structure perlitique	21
Figure I-17: Structure austénitique	21
Figure I-18: Structure martensitique	22
Figure I-19: Diagramme TTT	23
Figure I-20: Le cycle thermique	24
Figure I-21: Microstructures de l'acier X70 après Refroidissement à l'air	27
Figure I-22: Microstructures de l'acier X70 après Refroidissement à l'eau	28
Figure I-23: Microstructures de l'acier X70 après Refroidissement à l'huile.....	29
Figure II-1: Causes des ruptures de pipelines en cours d'exploitation	32
Figure II-2: Corrosion interne	34
Figure II-3: Corrosion externe	34
Figure II-4: Différents types de corrosion.....	34
Figure II-5: Corrosion du fer en milieu acide.	36
Figure II-6: Courbe d'équilibre E-pH de Fer-eau à 25 0C.....	37

Figure III-1: fraiseuse	42
Figure III-2: fraiseuse	42
Figure III-3: polisseuse mécanique	42
Figure III-4: échantillons après polissage.....	42
Figure III-5: protocole suivi pour les traitements thermiques	43
Figure III-6: fours électriques.....	44
Figure III-7: Montage de la mesure de la célérité des ultrasons.....	46
Figure III-8: Image d’empreinte dureté Vickers.....	47
Figure III-9: microduremètre.....	47
Figure III-10: A: pied à coulisse électronique, B: balance à quatre chiffre D: pH-mètre et agitateur, C: Acide chlorhydrique, E: Bac à ultrason.....	48
Figure III-11: les 13 béchers.....	49
Figure III-12: L’évolution visuelle des échantillons durant 23 jours d’immersion dans HCl (1M).....	49
Figure III-13: échantillons après 23 jours d’immersion dans HCL (1M).....	50
Figure III-14: les 13 échantillons après 23 jours d’immersion dans HCL après le nettoyage.....	50
Figure III-15: Spectromètre infrarouge	51
Figure III-16: Schéma d’un spectromètre FTIR	51
Figure III-17: Les régions du Spectromètre infrarouge.....	52
Figure IV-1: Les différents traitements thermiques réalisés	54
Figure IV-2: Influence des traitements thermiques sur le module de Young de l’acier X70.....	56
Figure IV-3: Evolution de E de l’acier X70 en fonction de la vitesse de refroidissement. 57	
Figure IV-4: Influence des traitements thermiques sur la microdureté de l’acier X70.....	58
Figure IV-5: Evolution de la microdureté de l’acier X70 en fonction de la vitesse de refroidissement	59
Figure IV-6: L’évolution de V_{ORP} de l’électrolyte HCl (1M) contenant l’acier X70 chauffé à (700°C,750°C,800°C) puis trempé dans l’eau froide en fonction du temps.....	60
Figure IV-7: L’évolution de V_{ORP} de l’électrolyte HCl (1M) contenant l’acier X70 chauffé à (700°C,750°C,800°C) puis trempé dans l’huile en fonction du temps.....	61
Figure IV-8: L’évolution de V_{ORP} de l’électrolyte HCl (1M) contenant l’acier X70 chauffé à (700°C,750°C,800°C) puis refroidie à l’air en fonction du temps.	62
Figure IV-9: L’évolution de V_{ORP} de l’électrolyte HCl (1M) contenant l’acier X70 chauffé à (700°C,750°C,800°C) puis refroidie dans le four en fonction du temps.....	62

Figure IV-10: L'évolution de V_{ORP} de l'électrolyte HCl (1M) contenant l'acier X70 chauffé à 700°C, puis refroidie dans (l'eau, l'huile, l'air et le four) en fonction du temps.	63
Figure IV-11: L'évolution de V_{ORP} de l'électrolyte HCl (1M) contenant l'acier X70 chauffé à 750°C, puis refroidie dans (l'eau, l'huile, l'air et le four) en fonction du temps.	64
Figure IV-12: L'évolution de V_{ORP} de l'électrolyte HCl (1M) contenant l'acier X70 chauffé à 800°C, puis refroidie dans (l'eau, l'huile, l'air et le four) en fonction du temps.	64
Figure IV-13: Le volume des solutions le dernier jour (après 23 jours d'immersion).....	65
Figure IV-14: Influence des traitements thermiques sur la vitesse de corrosion de l'acier X70 pendant 23 jours d'immersion dans HCl (1M).....	67
Figure IV-15: Influence des traitements thermiques sur l'épaisseur perdue de l'acier X70 pendant 23 jours d'immersion dans HCl (1M).....	68
Figure IV-16: Spectre infrarouge [63]	69
Figure IV-17: Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 à l'état brut et avec refroidissement dans (l'eau froide, l'huile, l'air et le four) après un chauffage à 700°C....	69
Figure IV-18: Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 à l'état brut et avec refroidissement dans (l'eau froide, l'huile, l'air et le four) après un chauffage à 750°C....	70
Figure IV-19: Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 à l'état brut et avec refroidissement dans (l'eau froide, l'huile, l'air et le four) après un chauffage à 800°C....	70
Figure IV-20: Spectre infrarouge de la couche métallique de l'acier X70 issu du refroidissement dans le four après un chauffage à 800°C et de l'oxydes de fer III procuré du laboratoire.....	71
Figure IV-21: Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 avec et sans traitement thermique à 700°C après immersion 23 jours dans HCl (1M).	72
Figure IV-22: Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 avec et sans traitement thermique à 750°C après immersion 23 jours dans HCl (1M).	72
Figure IV-23: Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 avec et sans traitement thermique à 800°C après immersion 23 jours dans HCl (1M).	73

Introduction générale

Les pipelines constituent le mode de transport d'hydrocarbures le mieux qui respecte l'environnement [1] et le plus économique. Pour augmenter la rentabilité d'un pipeline, il est nécessaire d'élever sa résistance et améliorées ces caractéristiques mécaniques et chimiques [02].

Le risque de rupture d'un pipeline débute dès sa pose et se concrétise au fil du temps d'exploitation au cours duquel les défaillances se font en plusieurs étapes. La fréquence de rupture est influencée par les facteurs de vieillissement du matériau, du milieu environnant, des changements climatiques et de la pression de service du réseau [1]. En service les pipelines sont souvent en contact avec un milieu agressif liquide ou gazeux, donc le phénomène de corrosion est un problème de surface ou plus précisément d'interface entre un métal et un milieu agressif liquide ou gazeux [3]. C'est pourquoi il est nécessaire de choisir un acier adapté à la fabrication des pipelines.

L'acier aux carbones micro-alliés standardisés et dénommés X70 par la norme API 5L convient pour la fabrication de pipelines au transport de l'huile et le gaz naturel à haute pression [4].

Cependant ce dernier souffre de sérieux problèmes en particulier la corrosion qui fragilise les zones soudées et les zones qui présentent des défauts structuraux et de fabrication [5].

En conséquence, l'objectif de ce travail est de simuler l'acier X70 à la zone affectée thermiquement (ZAT) par un traitement thermique aux températures: 700°C, 750°C et 800°C et un refroidissement à différentes vitesses: eau froide, huile, air, four. Puis étudier l'effet de ces traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et les propriétés électrochimiques dans une solution acide chlorhydrique (HCl) 1M.

Pour réaliser notre but nous avons utilisé plusieurs techniques de mesures et méthodes de caractérisations : mesure de microdureté, mesure par ultrason, la méthode de la masse perdue et caractérisation par spectrométrie infrarouge FTIR.

Notre travail est divisé en quatre chapitres :

- Le premier chapitre contient deux parties, la première a été consacrée à l'étude théorique des pipelines et la seconde partie sera consacrée pour les aciers destinés à leur fabrication

en termes de composition chimique et de propriétés mécaniques, ainsi qu'un aperçu du traitement thermique.

- le deuxième chapitre comprend l'étude de la corrosion : ses causes, ses types et les moyens de la réduire.

- Le troisième chapitre récapitule les différentes procédures expérimentales réalisées au sein de cette étude et un aperçu sur les méthodes de mesure et de caractérisation.

- Le dernier chapitre regroupe l'ensemble des résultats obtenu lors de ce travail à savoir : l'effet de différentes vitesses de refroidissement après les traitements thermiques de 700°C, 750°C et 800°C sur les propriétés mécaniques et la tenue de l'acier X70 à la corrosion.

Enfin nous terminons par une conclusion générale récapitulative.

Chapitre I

LES PIPELINES ET LEURS ACIERS

I.1 Les pipelines

I.1.1 Introduction

Les pipelines sont le moyen le plus utilisé pour transporter les hydrocarbures: liquides et gazeux, et plusieurs études ont été menées et sont toujours en cours sur eux jusqu'à présent en raison de leur grande importance dans l'industrie.

Dans ce chapitre, nous montrerons : sa définition, son mode de fabrication et ses propriétés.

I.1.2 Généralités sur les pipelines

Les pipelines sont le plus souvent construits à partir des tôles d'acier déformés en tubes soudés bout à bout, revêtus extérieurement et intérieurement [6].

Selon le produit transporté, les pipelines sont nommés différemment. Leurs techniques de construction et d'exploitation diffèrent fonction de certaines réglementations. Les principaux systèmes de transport par pipeline concernent:

- Les gazoducs pour le transport du gaz naturel.
- Les oléoducs pour le transport du pétrole et des hydrocarbures liquides.
- Les aqueducs, conduites ou émissaires utilisés pour l'eau douce et l'irrigation [7].

Environ 8 millions de tonnes de pipelines sont produites chaque année dans le monde. La plus grande partie des tubes est composée de matériaux de grade standard, inférieur aux aciers de grade X70. Les grades supérieurs X70 et X80 sont aujourd'hui utilisés pour les pipelines sur longues distances, et les grades X90 et X100 sont en cours d'évaluation. Les développements des aciers X70 et X120 sont en cours la recherche sur l'X100 a commencée depuis 1978 et se poursuit toujours [6].



Figure I.1 : Pipelines

En Algérie, ALFA PIPE ex ALFATUS est une entreprise spécialisée dans la fabrication des tubes pour canalisation d'hydrocarbures et hydrauliques. Elle dispose d'un système de contrôle qualité assurant la conformité du produit selon les normes internationales API et ISO 9001-2008. ALFA PIPE a pour rôle de produire des tubes soudés en spirale à partir des bobines de tôles. Actuellement, la plupart des commandes concerne des tubes 48 pouces (1219.2 mm) et de longueur entre 9 à 12 m, conformément aux normes API 5L et NFA 49150. La qualité du matériau importé sous forme de bobine est vérifiée dans un laboratoire qualifié [8].

L'Algérie possède un réseau de transport d'hydrocarbures qui s'étend sur tout le territoire national (**Figure I.2**), avec 28 canalisations, il relie les champs de production aux raffineries et aux points de commercialisation. Ce réseau achemine presque tous les types d'hydrocarbures non raffinés, sa longueur est estimée à plus de 16000 km [9].

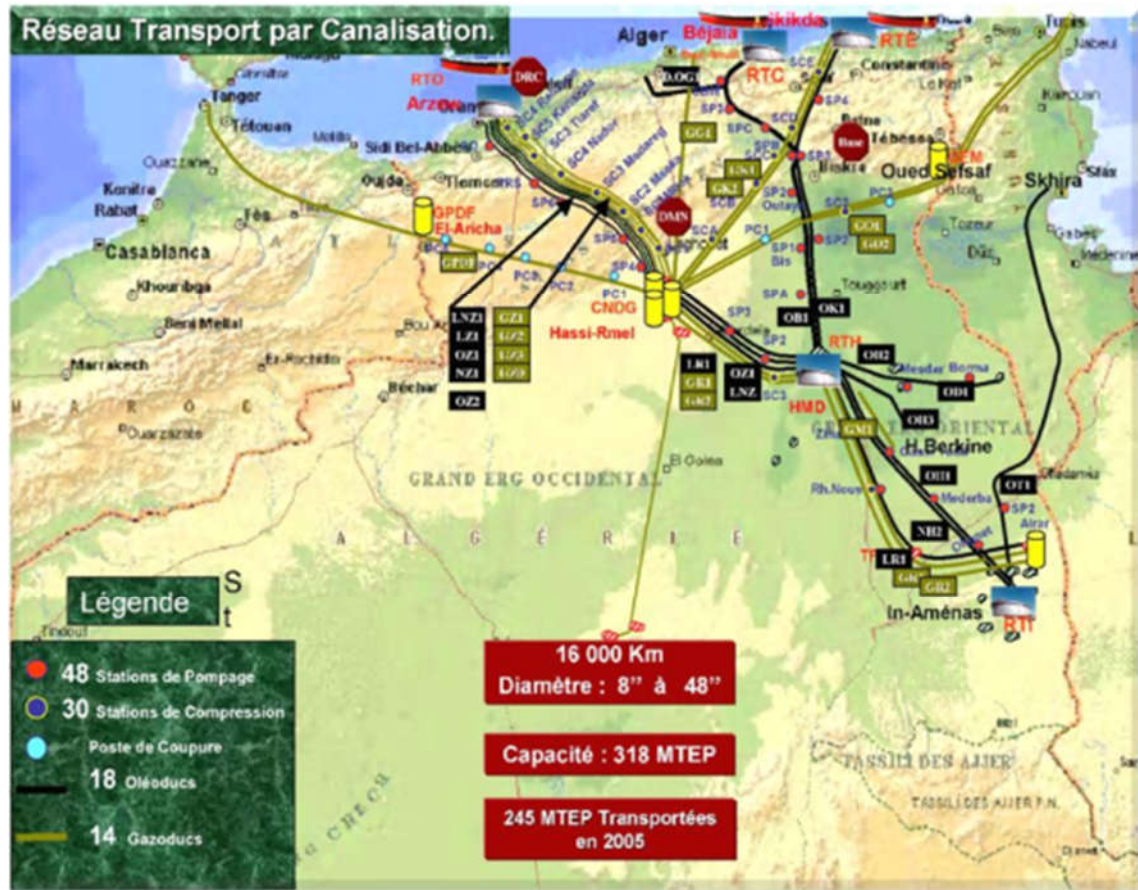


Figure I. 2: Réseau de transport par canalisation [10]

I.1.3 Procède de fabrication des tubes de pipelines

La multiplicité des diamètres et des épaisseurs de tubes et le développement avec le temps de leurs techniques de fabrication constituent les raisons de la diversité du réseau de transport gazier algérien. On retrouve: (**figure I.3**)

- Les tubes soudés sous la forme en spirale.
- Les tubes soudés sous forme longitudinale.
- Les tubes formés sans soudure [11].



Figure I. 3: Des tubes à différents formes de soudure [6]

I.1.3.1 Les tubes soudés sous forme spirale

Les procédures de fabrication des tubes soudés en spirale sont faites par cintrage de bande de feuilles d'acier de la forme d'un tuyau et la soudure ensemble, cette technique de production passe par des étapes, comme l'indique la (figure I.4) [12]



Figure I. 4: Tubes soudés en spirale [13]

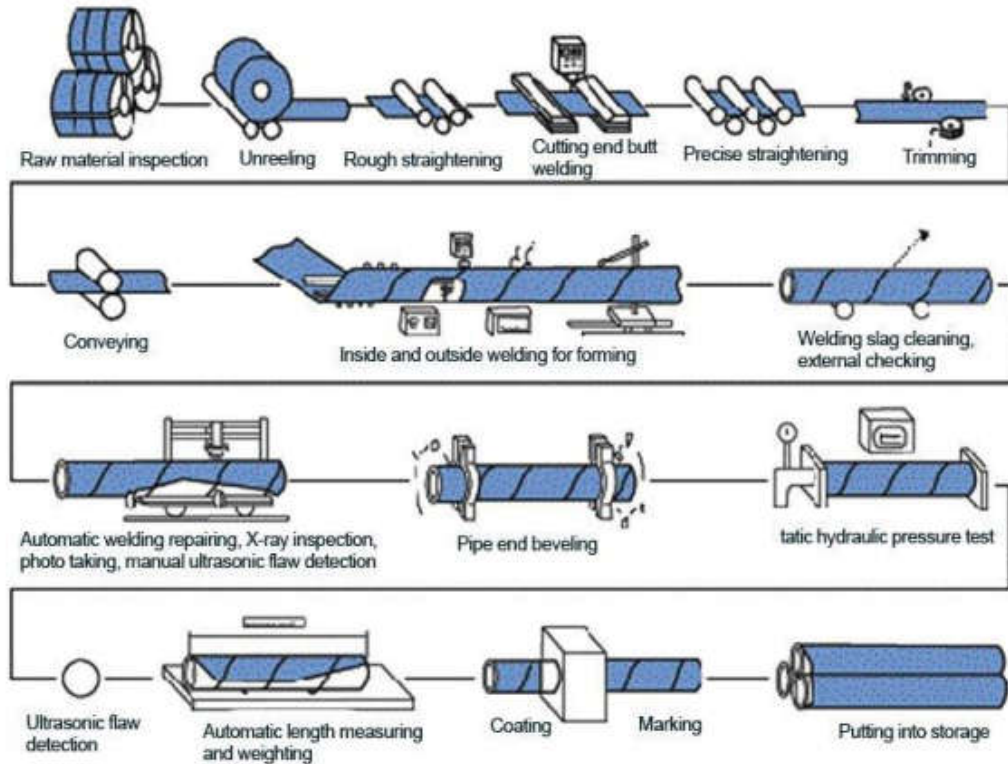


Figure I. 5: Technique de fabrication des tubes soudés en spirale [12]

I.1.3.2 Les tubes soudés sous forme longitudinale

Les tubes de grand diamètre soudés longitudinalement sont fabriqués selon le procédé "UOE", désignation qui reprend la variation de forme au cours de la fabrication ; le croquage, la forme « U », la forme « O » et enfin l'expansion. Ce procédé comporte trois étapes principales qui sont le formage, le soudage et l'expansion-calibrage [10].

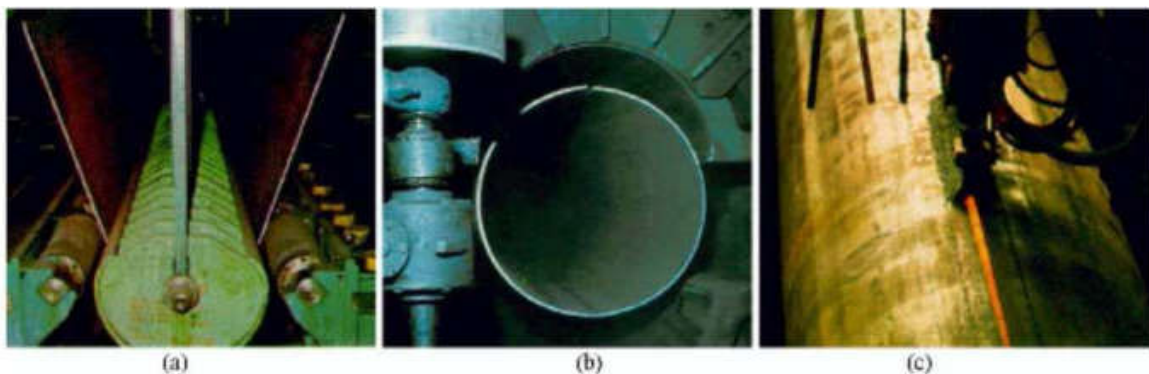


Figure I. 6: Fabrication des tubes soudés. (a) Formage en U, (b) formage en O et (c) soudage [14]

•Le formage

Après croquage des rives de la tôle, celle-ci est pliée en deux étapes en utilisant deux presses de forme différente. La première confère au tube une forme en 'U', tandis que la seconde lui donne une forme circulaire (**figure I. 6 - a, b**) [7].

•**Le soudage** : cette étape est effectuée intérieurement et extérieurement à l'aide de têtes soudeuses automatiques en utilisant la technique de soudage à l'arc sous flux [11] (**figure I. 6-c**).

•L'Expansion et calibrage

Dans le but d'obtenir des tubes de section parfaitement circulaire, les tubes après être soudés sont soumis à une expansion mécanique ou hydraulique qui leur fait subir une augmentation de diamètre de 1 à 1.5 %. Cette opération a pour conséquence de relaxer les contraintes résiduelles [10] (**figure I.7**).

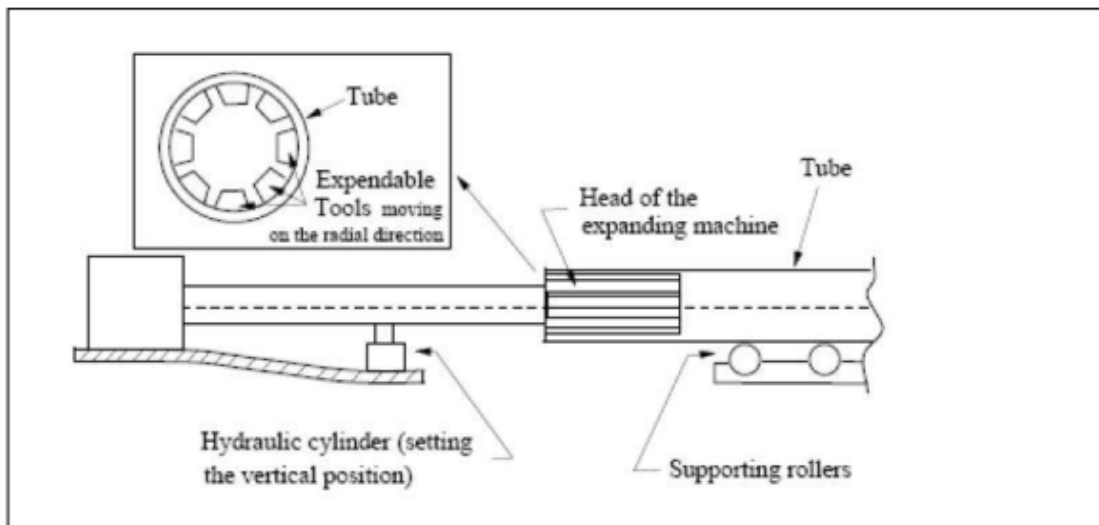


Figure I. 7: Machine d'expansion [10]

I.1.3.2.1 Caractéristiques de la soudure

Sur la macrographie d'une section transversale d'un joint soudé (**figure I.8**), on distingue les zones suivantes:

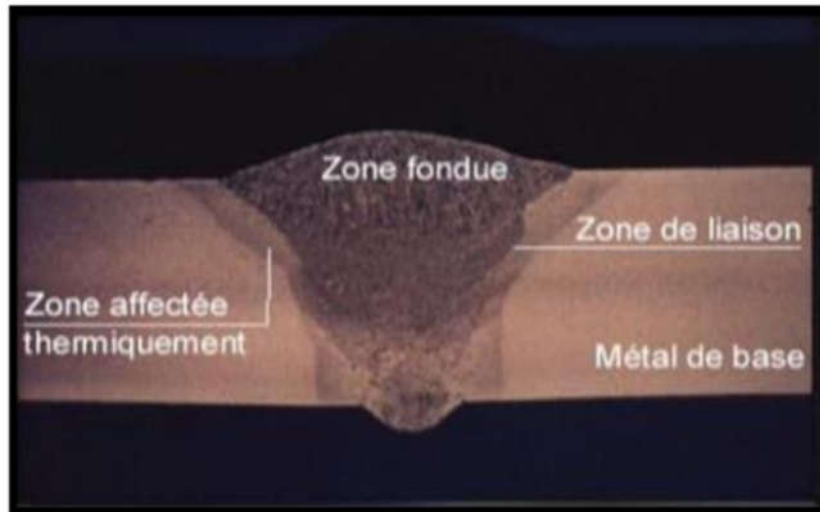


Figure I. 8: Présentation macrographique d'un joint soudé [15]

1-La zone fondue

La zone fondue (nommée ZF) où l'état liquide a été atteint et dans laquelle été élaborée la composition chimique. La structure métallurgique obtenue après solidification dépend du cycle de refroidissement on distingue, au sein de cette zone, des gradients de composition, de la partie la plus chaude vers la moins [11]. La microstructure du métal fondu (**figure I.10 c**) est constituée de ferrite polygonale dominante ferrite aciculaire autour des inclusions et des îlots de perlite [16].

2. La zone affectée thermiquement

La zone affectée thermiquement (nommée ZAT ou HAZ) cette zone se trouve en bordure de la zone fondue sur une largeur plus ou moins grande ayant été soumise à l'élévation de température sans être portée à la fusion [11]. A l'approche du cordon de soudure en proche de la ZAT on remarque une organisation plus homogène des grains, dans la ZAT (**figure I.10 b**) ils apparaissent des grains de ferrite aciculaire sous forme d'aiguilles à grains fin. Les précipités des micros alliages affinent les grains d'austénite même après la transformation à une structure ferritique polygonale à grains fin [16].

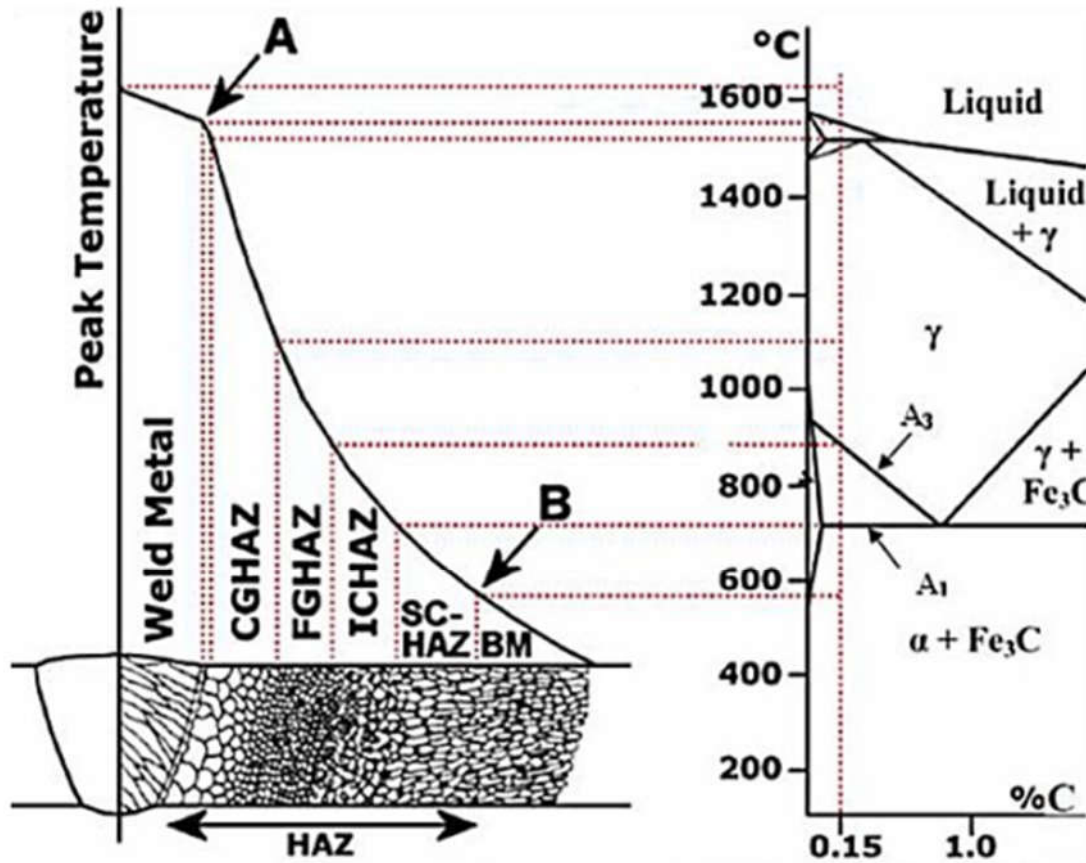


Figure I. 9: Corrélation des sections de la zone thermiquement affectée ZAT avec le Diagramme d'équilibre Fe-C [17-18]

3. La zone de liaison

La zone de liaison (nommée Z.L), c'est la frontière entre la zone fondue (Z.F) et la zone affectée thermiquement (Z.A.T). C'est la limite entre le métal qui s'est solidifié après être fondu et le métal qui est resté à l'état solide au cours de l'opération de soudage [19].

4. Le métal de base

Le métal de base (nommé M.B), cette partie est suffisamment loin de la source de chaleur et ne subit pas ainsi de transformation métallurgique significative lors de l'opération de soudage [20]. A cause du laminage, l'acier X70 présente une structure fine orientée en bandes alternées de ferrite et perlite : ferrite en blanc et perlite en foncé [16] (figure I.10 a).

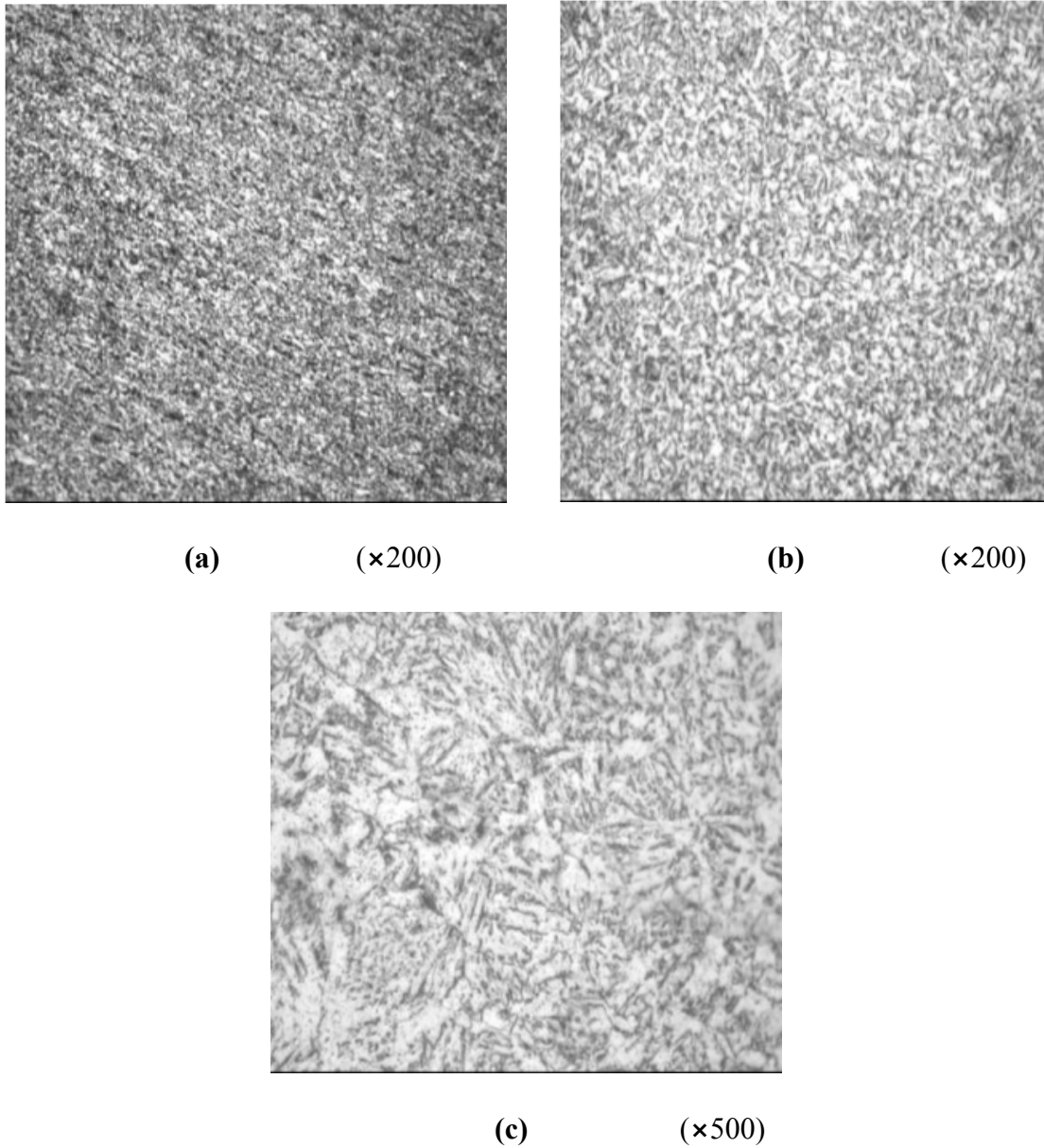


Figure I. 10: Micrographies optiques montrant la microstructure du métal de base(a), zone affectée thermiquement(b) et métal fondu(c) de l'acier X70 [16]

I.1.3.3 Les tubes sans soudure

Les tubes formés sans soudure, sont généralement de petits diamètres et de longueur de moins de 450 mm, les méthodes principales de fabrication de ce type de tube se font de la façon suivante ; le métal est contenu entre la filière et l'aiguille, et par des pressions de poussées axiales, on obtient un tube monobloc sans soudure [10 - 21].

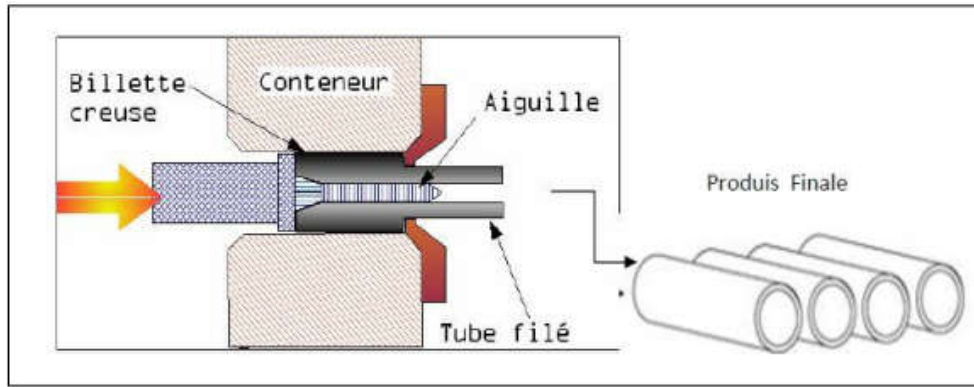


Figure I. 11: Obtention des tubes sans soudure [10]

I.1.3.4 Revêtement

1-Revêtement extérieur : En polyéthylène en tri couches. Le revêtement est constitué de :

- ✓ Une couche de résine époxydique appliquée par pulvérisation électrostatique de 50-80 microns d'épaisseur.
- ✓ Une deuxième couche en copolymère destiné à assurer l'adhérence polyéthylène.
- ✓ Une couche de polyéthylène extrudé.

Les avantages du revêtement extérieur en polyéthylène se caractérisent par une grande inertie chimique, une excellente adhérence de revêtement sur le corps de l'acier [22 - 23].

2-Revêtement intérieur

Les étapes de l'enrobage intérieur sont les suivants : Le rinçage des tubes présentant des parties graisseuses et huileuses avec un jet d'eau chaude à haute pression. Séchage des tubes rincés ou humides par un brûleur à gaz. Grenaillage par jet d'acier pour enlever la calamine et l'oxyde et l'oxyde de fer.

Enrobage des tubes par projection de peinture avec pompe RS, ceci pour faciliter l'écoulement surtout quand ils sont utilisés pour le transport du gaz et des fluides et les préserver contre la corrosion [13 - 24].

I.2 Les Aciers pour pipelines (Les aciers à haute limite d'élasticité)

I.2.1 Introduction

L'acier est un alliage de fer et de carbone. La teneur en carbone variant de 0,1 à 2%. Historiquement, sa fabrication fut longtemps un « secret » d'alchimiste, voire un secret d'Etat. L'acier possède un ensemble de propriétés mécaniques remarquables : une forte résistance à la traction et aux chocs, une bonne élasticité, une excellente dureté, qui lui assurent des emplois de plus en plus nombreux. Au cours du XXe siècle, l'acier est devenu le produit phare de la grande industrie [25].

Depuis plus de 25 ans, les industries de la métallurgie et de la sidérurgie développent de nouveaux types d'aciers, appelés aciers à haute limite d'élasticité (acier HLE), afin de diminuer le prix de revient des pipelines. Ces métaux, qui possèdent de bonnes propriétés mécaniques, permettent de diminuer l'épaisseur des pipelines, donc de minimiser la quantité de matériau nécessaire à leur élaboration. Le coût de fabrication d'un pipeline étant essentiellement déterminé par cette quantité, l'usage d'aciers HLE permet de réaliser de fortes économies. Ou alors, ces matériaux ayant de bonnes caractéristiques mécaniques, l'épaisseur du pipeline peut être inchangée mais la pression interne est alors accrue et, par là même, la quantité d'hydrocarbures convoyée [26 - 27].

I.2.2 L'élaboration de l'acier

L'Acier est un alliage fer-carbone contenant moins de 2 % de carbone, et d'autres éléments. Le fer contenu dans l'acier provient soit de minerai, soit du recyclage [28].

Où les minerais de fer sont:

- fer +oxygène (les oxydes)
- fer+ oxygène +hydrogène (les hydroxydes)
- fer+ oxygène +carbone (les carbonates)
- fer+ soufre (les sulfures).

la (figure I.12) regroupe les étapes de l'élaboration de l'acier.

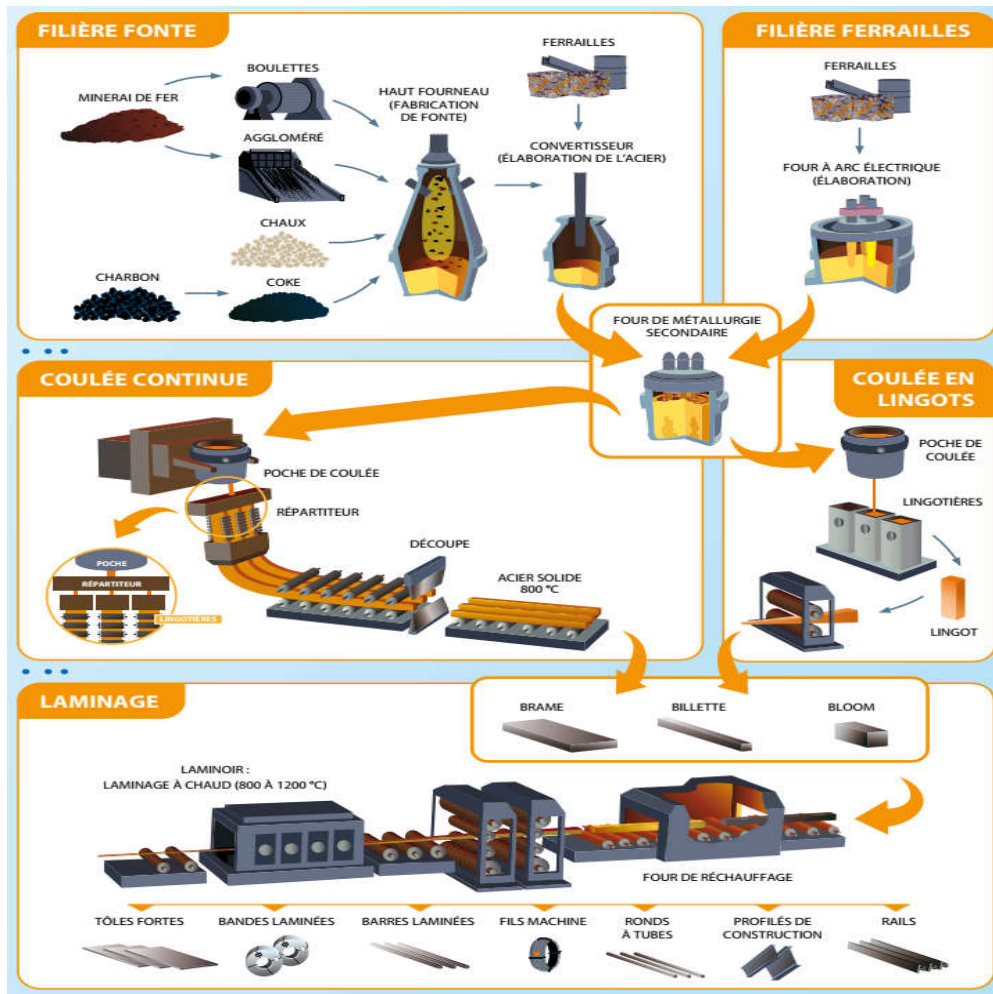


Figure I. 12: Elaboration de l'acier [28]

I.2.3 Les aciers pour pipeline

Les qualités d'acier couramment utilisés dans la construction des pipelines sont définies dans deux spécifications API qui sont adoptées depuis 1992 par l'industrie pétrolière américaine dénommée :

- 5L pour les qualités normales.
- 5LX pour les qualités a haute résistance [29]

Les qualités d'acier les plus employées ont les propriétés mécaniques présentées dans le (tableau I.1) suivent :

Tableau I-1: Propriétés mécaniques des aciers pour tubes selon la norme API [29]

Spécification API	Grade	Limite d'élasticité (MPa)	Résistance à la rupture (MPa)
5L	A	206	422
5L	B	245	412
5LX	X42	284	412
5LX	X46	314	441
5LX	X52	363	461
5LX	X56	382	510
5LX	X60	402	539
5LX	X65	448	530
5LX	X70	483	566
5LX	X80	551	620

I.2.3.1 Composition chimique d'acier des pipelines

Les aciers des tubes peuvent être divisés en deux groupes :

- ✓ Premier groupe aciers au carbone faiblement alliés : on trouve les aciers ferrito-perlitique X42 à X52 (selon API) renfermant jusqu'à 0,3 % C, 1,6 % Mn, 0,7 % Si.
- ✓ Deuxième groupe aciers à faible teneur en carbone : on trouve les aciers ferrito-perlitiques faiblement alliés à basse teneur en carbone X56, X50, X65, X70 renfermant 0,12 % C, 0,45 % Si, 0,25 % S, 1,9 % Mn, 0,1 % V, 0,1Nb, 0,015 % Al [12].

I.2.3.2 Influence des éléments d'additions sur la microstructure

Les éléments d'alliages utilisés se répartissent selon 5 familles:

1. Les éléments gamma gènes :(Ni, Mn, Cu). Élargissent le domaine de stabilité de l'austénite, abaissent les températures de transition (gamma, alpha).

2. Les éléments alpha gènes : limitent ou empêchent la formation de l'austénite et élèvent les températures de transformation (Si, Cr, Mo, Ti).

3. Les graphitisants : Si, Ni, Cu...(ne forment pas de carbures, ils se retrouvent en solution dans la ferrite),

4. Les carburigènes: Cr, Mn, Mo, W, V, Ti, Nb... ce sont des éléments qui forment dans les alliages Fe-C des carbures particulièrement stable, étant donné que le fer lui-même forme avec le carbone un carbure (cémentite) on obtient selon la nature de l'élément d'alliage et selon la quantité ajoutée.

5. Les désoxydants : Mn, Si, Al, Ti, Nb, pour fixer l'oxygène dissous dans le métal liquide.

Chaque élément d'addition a un effet spécifique que l'on résume ci-dessous [6]

Tableau I-2: Rôle et influence des éléments chimiques ajoutés dans l'acier pour pipe [6]

	Influence et Rôle de l'élément chimique ajouté dans l'acier
le Carbone (C)	La faible teneur en carbone et en éléments d'alliage permet de garantir la bonne soudabilité de l'acier
le Silicium (Si)	agit principalement par effet de solution solide, il a également le rôle de désoxydant
l'Aluminium (Al)	est employé comme désoxydant lors des traitements en poche de l'acier liquide, l'aluminium et le silicium sont des éléments présents de faibles teneurs.
Soufre et Phosphore (S, P)	la très faible teneur en impuretés (S et P) est caractéristique d'une faible teneur inclusion aïre et d'une bonne résistance à la corrosion
le Calcium (Ca)	L'addition de calcium est effectuée lors du traitement de l'acier liquide en poche pour contrôler la morphologie des inclusions.
le Vanadium (V)	fait augmenter la résistance des aciers faiblement alliés et améliore leur soudabilité
Le Manganèse (Mn)	agit à la fois par durcissement de solution, augmentation de la qualité de perlite, affinement du grain ferrique, par conséquent, il améliore la ductilité de l'acier dans des limites déterminés
le Titane (Ti)	Améliore la résistance de la ductilité. comme élément de substitution.

le Niobium (Nb)	est un modificateur d'acier qui améliore le travail de l'acier durant la production et améliore la soudabilité. Les effets les plus favorables de niobium apparaissent à de faible teneur (0.02 à 0.03%).
le Chrome (Cr)	il augmente la résistance à la rupture des aciers faiblement alliés, sa teneur reste inférieure à 1% tout au moins dans les aciers soudables.
le Nickel (Ni)	il améliore les caractéristiques mécaniques des aciers travaillant à basse température 190°C avec une teneur de 3% à 9% ainsi que la résistance à la corrosion
le Cuivre (Cu)	c'est un élément d'addition de teneur généralement inférieure à 0.5% il améliore la résistance à la corrosion dans certain milieu aqueux

I.2.4 Diagramme d'équilibre Fe-C

Le diagramme d'équilibre Fe-C (**figure I.13**) est une représentation graphique indiquant la composition des phases et la structure d'alliage Fe-C, élaboré sous la pression ordinaire supposant des vitesses de chauffage et de refroidissement extrêmement faibles [30].

Les domaines de solubilité du carbone sont désignés par γ et α respectivement, la solubilité étant très faible à l'état α contrairement à l'état γ qui est plus grande, ce qui explique l'étendue du domaine γ par rapport au domaine α qui est extrêmement réduit [31].

Ce diagramme est très important pour les opérations de production, formage, soudage, et traitement thermique des aciers et des fontes. Avant de l'utiliser, il est nécessaire d'en comprendre parfaitement chaque région [32].

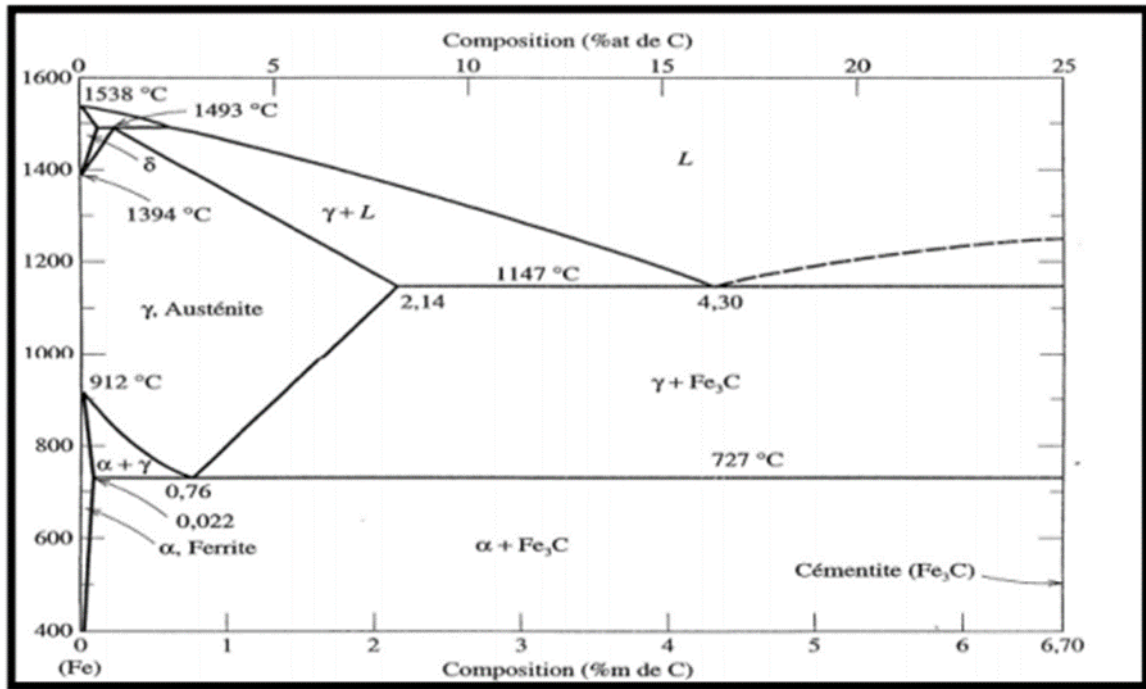


Figure I. 13: Diagramme d'équilibre Fe-C métastable ou à cémentite [37]

Où :

□ Fer : %C < 0,008%, phase α.

□ Aciers : %C < 2,14%, phase α et Fe₃C. En pratique : %C < 1%

- Pour un acier eutectoïde (%C = 0,76), l'austénite γ solide se transforme totalement en perlite (α + Fe₃C) .
- Pour un acier hypoeutectoïde (%C < 0,76), l'austénite γ solide se transforme en α + (α + Fe₃C) .
- Pour un acier hypereutectoïde (%C > 0,76), l'austénite γ solide se transforme en perlite (α + Fe₃C) + cémentite (Fe₃C)

□ Fontes : 2,14% < %C < 6,70%, phase α et Fe₃C

En général : 2,14% < %C < 4,5% [34]

I.2.4.1 Les principales phases de diagramme de phase

I.2.4.1.1 La ferrite

Cette phase contient une très petite quantité de carbone. La ferrite est aussi connue sous le terme de ferrite α ou fer α. Cette phase contient un maximum de 0,02 % de carbone

à 727°C. Lorsque la température augmente jusqu'à 912°C, la teneur en carbone dans la ferrite tend vers zéro. Aussi, lorsque la ferrite est refroidie à température ambiante, la quantité de carbone diminue. La formation de la ferrite commence dès qu'un acier ou une fonte est refroidie en dessous de 727°C. La structure ferritique est cubique centrée et est à la fois ductile et tenace [35] (**figure I.14**).



Figure I. 14 : Structure ferritique [35]

I.2.4.1.2 La cémentite

La cémentite pure a la formule moléculaire Fe_3C . Elle contient 6.69% de carbone, et pour cela elle s'accompagne d'une augmentation de la dureté et de la fragilité. Cette phase est aussi connue sous le terme carbure de fer [36] (**figure I.15**)

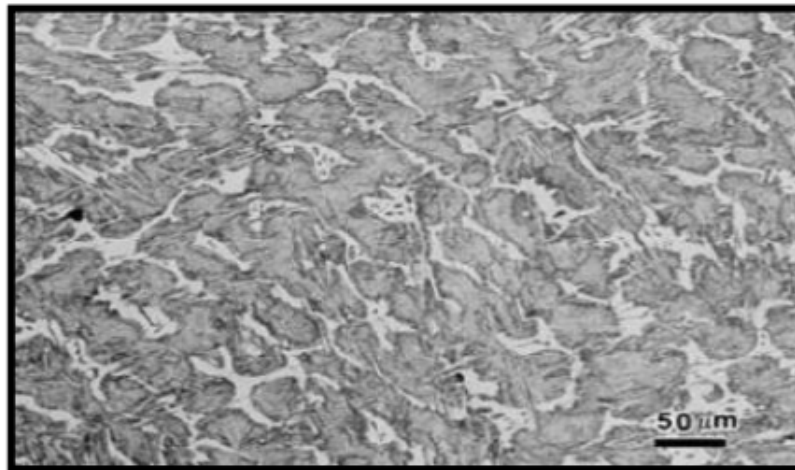


Figure I.15 : Structure cémentite [35]

I.2.4.1.3 La perlite

La perlite est une combinaison de ferrite et de cémentite ($\alpha+Fe_3C$). Ces deux phases se trouvent en couches alternées dans la microstructure.

La perlite pure se forme à 727°C, et contient 0.76 % de carbone. Cette phase comporte toujours 0.76% de carbone. Pour un acier ou de la fonte contenant plus de 0.76 % de carbone, la perlite se forme avec de la cémentite (**figure I.16**) [37]



Figure I. 16 : Structure perlitique [37]

I.2.4.1.4 L'austénite

L'austénite est une solution solide présente au-dessus de 727°C et en dessous de 1538°C, elle a une structure cubique face centrée. L'austénite à une structure plus compacte que la ferrite (**figure I.17**) [38].

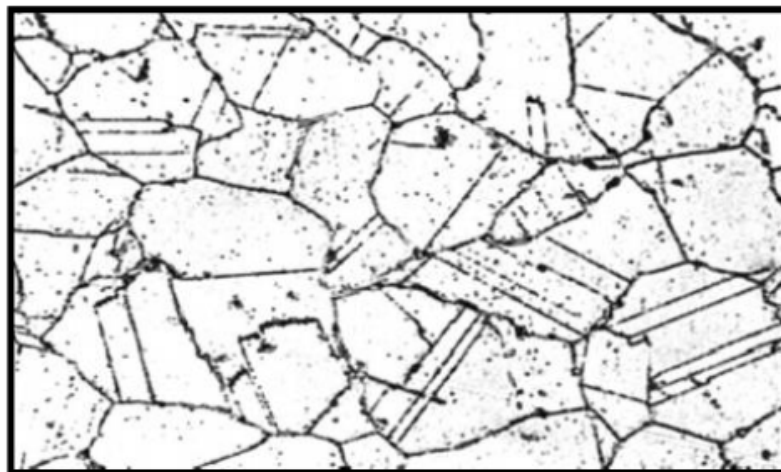


Figure I. 17 : Structure austénitique [35]

I.2.4.1.5 La martensite

La martensite est une phase obtenue à partir de l'austénite par refroidissement. En effet, à partir d'une maille d'austénite CFC, une maille de martensite quadratique centrée est obtenue avec les atomes de carbones qui se placent entre les atomes de fer (**figure I.18**) [38]

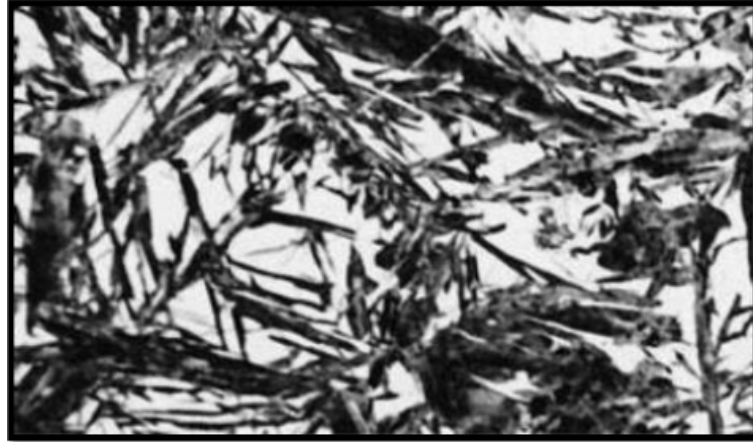


Figure I. 18 : Structure martensitique [38]

I.2.4.1.6 Le point eutectoïde

Le point eutectoïde, est un point important sur le diagramme fer-carbone. Il se situe à 0.76% de carbone et 727°C. Lorsque le refroidissement d'un acier passe par ce point, de la perlite se forme [5]. La microstructure de ces aciers est une combinaison de ferrite et de perlite [36].

Nous résumons ce qui précède dans le (**tableau I.3**).

Tableau I-3 : Les caractéristiques des différentes phases [25]

Phase	Réseau Cristallin	Constante du Réseau	Domaine d'existence	Solubilité Maximale	Désignation structure
Fe δ	CC	a = 2,93 Å T= 1425°C	1539>T>1394°C	0,10 % T=1487°C	δ -Ferrite
Fe γ	CFC	a = 3,65 Å T=1100°C	1394>T>912°C	2,11 % T=1148°C	Austénite
Fe α	CC	a = 2,86 Å T=20°C	T < 912°C	0,02 % T=727°C	Ferrite

Fe_3C	Rhomboédrique	$a = 45,15 \text{ \AA}$ $b = 50,84 \text{ \AA}$ $c = 67,30 \text{ \AA}$ $T = 20^\circ C$	$T < 1330^\circ C$	Cémentite
---------	---------------	---	--------------------	-----------

I.2.5 Traitements isothermes (les courbes T.T.T)

Les lois de décomposition de l'austénite hors équilibre sont très importantes pour les traitements thermiques. Il est d'usage, pour représenter ces lois de refroidissement, d'utiliser des réseaux de courbes nommées courbes d'iso-structures à transformations isothermes, notées T.T.T. ces derniers sont à tracer en portant en ordonnées la température et en abscisses les logarithmes du temps. Un diagramme T.T.T est les lieux des points correspondant à une composition γ % d'austénite transformée [33].

En températures décroissantes :

- ✓ Le domaine repéré A + F est le domaine Ferritique.
- ✓ Le domaine nommé A + F + C est le domaine Perlitique.
- ✓ Le domaine marqué A + F + C est le domaine Bainitique.
- ✓ Le domaine repéré A + M est le domaine Martensitique.

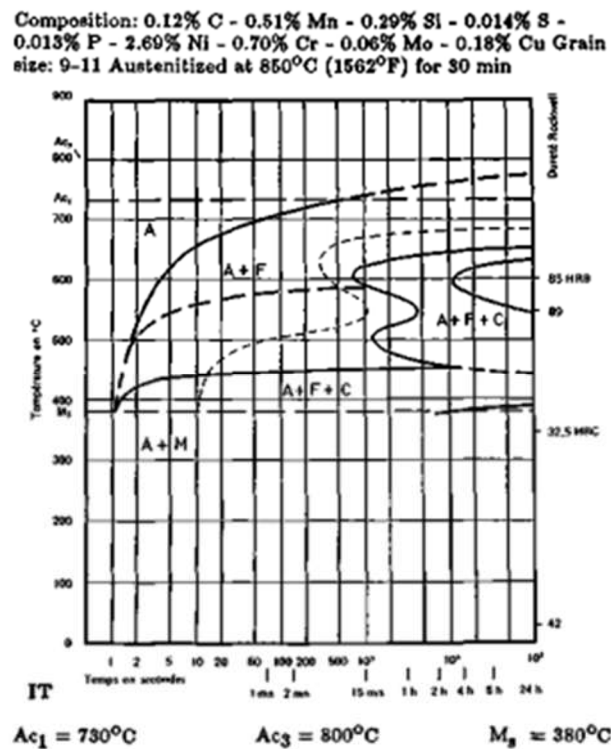


Figure I. 19 : Diagramme TTT [39]

I.2.6 Les traitements thermiques

Les traitements thermiques se définissent comme étant « l'ensemble des opérations de chauffage et de refroidissement contrôlé » appliqués à des métaux et alliages qui restent néanmoins à l'état solide. De manière générale, les traitements thermiques agissent au niveau microstructural des métaux (matrice, précipités, dislocations, etc.). Ils permettent de modifier les propriétés mécaniques (en les augmentant ou en les diminuant), les propriétés physiques (les conductibilités thermiques et électriques) et les propriétés chimiques (la résistance à la corrosion). La variation de la température en fonction du temps est appelée cycle thermique (chauffage, maintien et refroidissement) [40] (figure I.20)

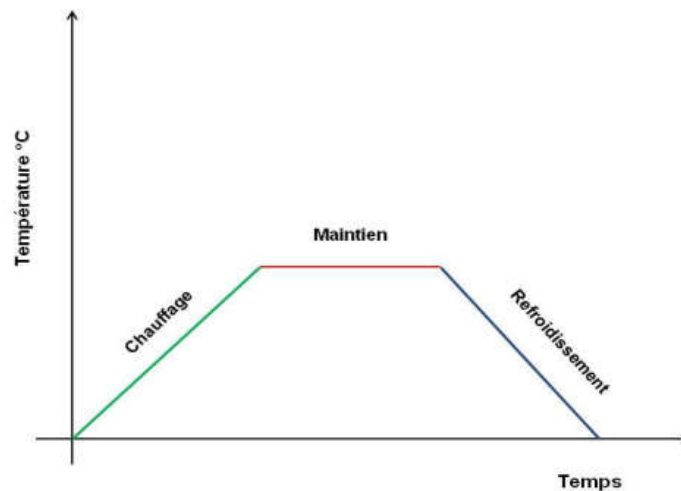


Figure I.20 : Le cycle thermique [40]

Les traitements thermiques agissent sur la matrice en modifiant la nature de ses constituants et parfois même en transformant profondément la structure. De même, les aciers alliés à structure austénitique nécessitent le plus souvent un traitement thermique spécifique pour obtenir une matrice déterminée. Les divers résultats pratiques que l'on peut viser par traitements thermiques de la matrice des aciers sont les suivants [33] :

- La réduction des contraintes internes,
- L'accroissement de l'usinabilité,
- L'obtention d'une bonne ténacité,
- L'augmentation des caractéristiques mécaniques,
- L'augmentation de la résistance à l'usure.

Les traitements thermiques sont définis comme suit [33] :

1. Trempe

On cherche à refroidir rapidement la pièce pour empêcher la précipitation du carbone au cours du refroidissement depuis la température d'austénitisation jusqu'à la température ambiante[41]. Après chauffage et maintien, les pièces sont soumises à un refroidissement selon le mode approprié, dont la vitesse est réglée par le milieu de trempe utilisé, refroidissement qui peut se faire en air calme, air soufflé, dans l'huile, en bains de sels, etc., et suivant les alliages des pièces et les caractéristiques recherchées. Pour obtenir une trempe efficace, on est amené à chauffer le métal à une température assez élevée jusqu'au domaine austénitique [42]. La vitesse de refroidissement selon la nature du bain de trempe est indiqué dans le (tableau I.4) Suivent :

Tableau I-4: La vitesse de refroidissement selon la nature du bain de trempe [40]

Nature du bain	Vitesse de refroidissement
Saumure	220 °C / seconde
Eau froide	160 °C / seconde
Eau tiède	150 °C / seconde
Eau chaude	140 °C / seconde
Huile de trempe	70 °C / seconde
Air soufflé	20 °C / seconde
Air calme	2 °C / seconde
Dans un moule de sable	0,05 °C / seconde
Dans le four	0,01 °C / seconde (ou selon la programmation du cycle)

Ces dernières années le laminage contrôlé a été complété par le refroidissement accéléré par arrosage à l'eau afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des tôles. Cela a permis d'accroître la résistance de l'acier de laminage contrôlé, jusqu'à 700 MPa, sans modifier pratiquement la ténacité à la rupture et la teneur en froid. A des vitesses de refroidissement suffisamment élevées les éléments perlitiques de la structure sont remplacés par une structure bainitique. Dans les aciers ferritiques, de telles vitesses font augmenter la quantité de bainite à basse teneur en carbone. Les meilleures améliorations des propriétés mécaniques sont réalisables dans les aciers de classe bainitique à teneur en carbone particulièrement basse.

De tels aciers ont une grande perspective pour l'emploi dans la fabrication des tubes pour la réalisation des gazoducs de grand diamètre et haute pression de service [12].

2. Revenu

Le revenu est un traitement thermique pratique, généralement après trempe, et qui a pour but de corriger les défauts causés par la trempe d'un acier (contraintes internes et fragilités). Le chauffage de l'acier trempé est effectué à une température inférieure à AC_1 , (selon la résistance exigée), suivi d'un maintien à cette température et au refroidissement jusqu'à la température ambiante [43].

3. Recuit

Les aciers possèdent un caractère apte d'acquérir grâce à des traitements thermiques variés, toute une gamme de propriétés très différentes. Les recuits en général amèneront les alliages en équilibre physico-chimique et mécanique. Ils tendent à réaliser l'équilibre structural en faisant disparaître les états hors d'équilibre résultants des traitements thermiques et mécaniques antérieurs [43].

I.2.6.1 Effet des traitements thermiques sur la microstructure de l'acier

Une étude réalisée par F. SERBIS (mémoire de mastère [44]) sur l'effet du chauffage et du refroidissement dans différents milieux sur la microstructure d'un acier microallié HSLA X70; indique un changement dans la taille des grains de l'acier (figures [I.21] , [I.22) et [I.23])).

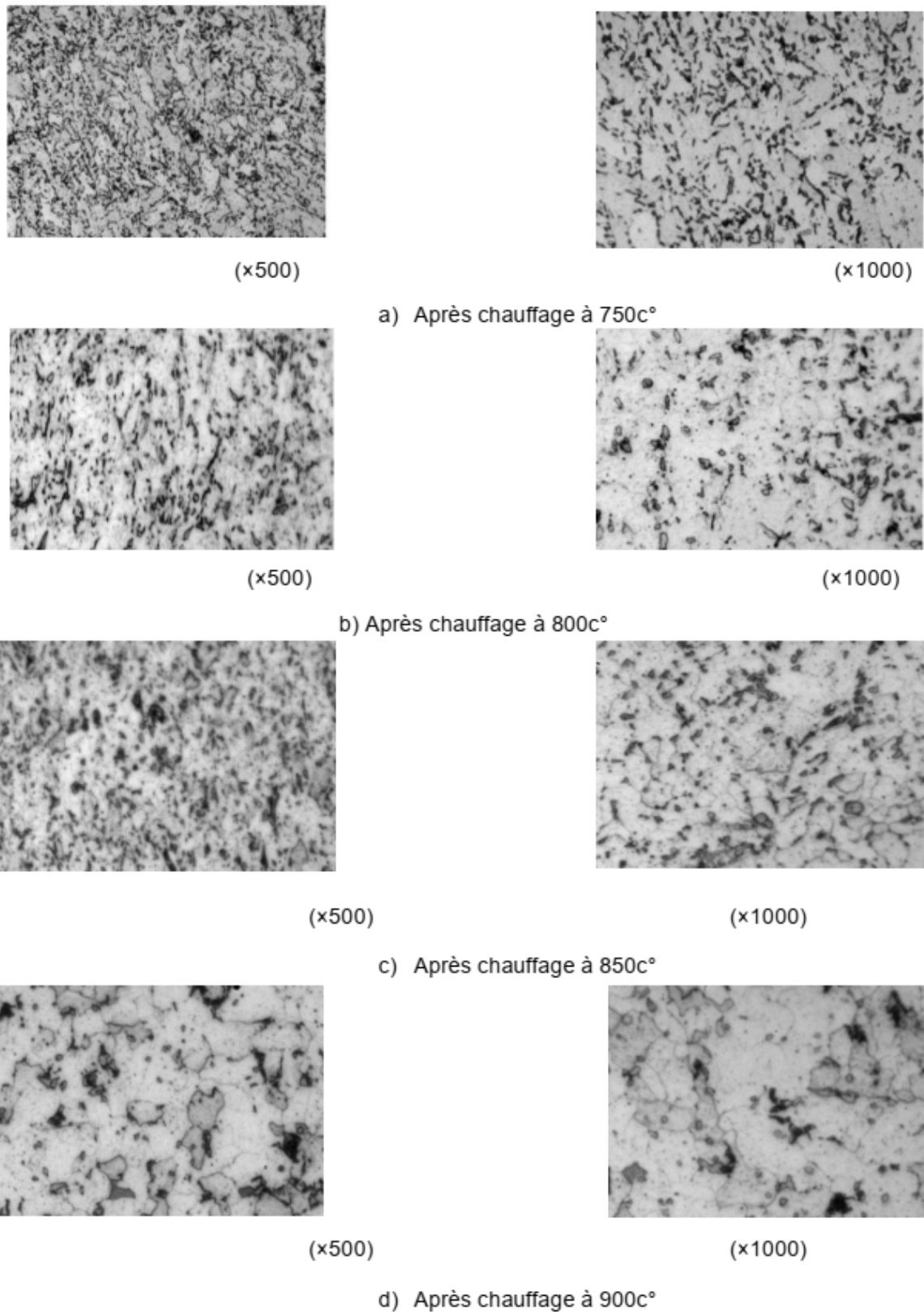


Figure I. 21 : Microstructures de l'acier X70 après Refroidissement à l'air [44]

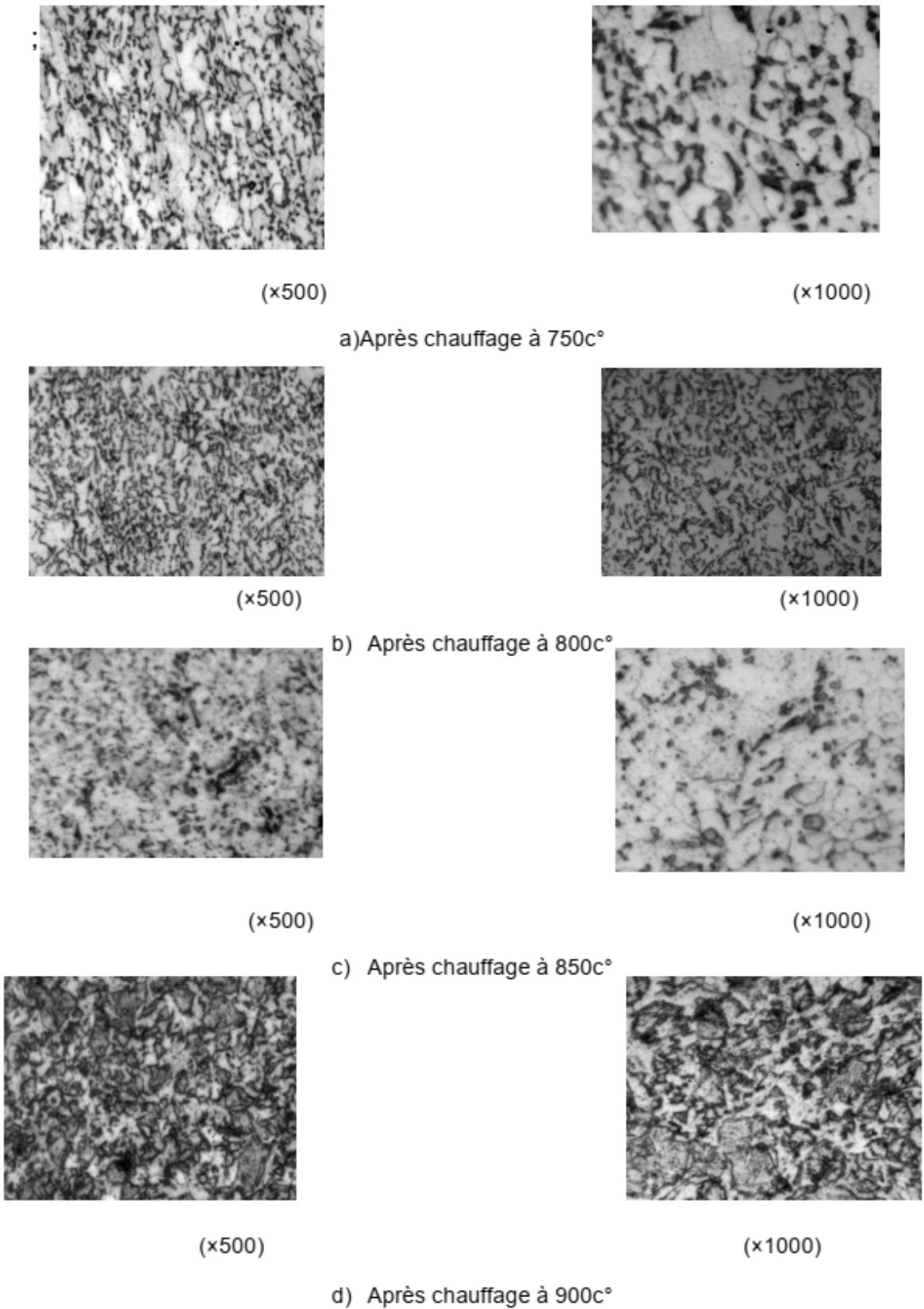
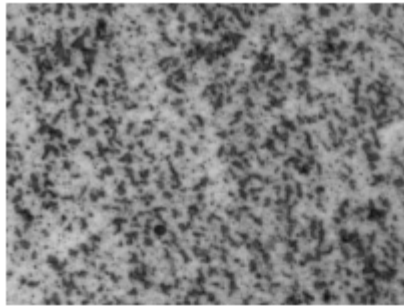
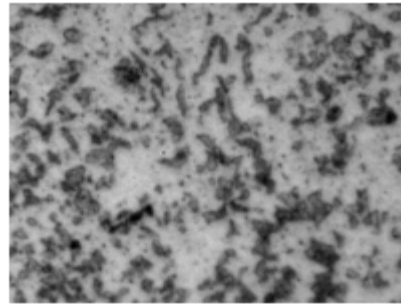


Figure I. 22 : Microstructures de l'acier X70 après Refroidissement à l'eau [44]

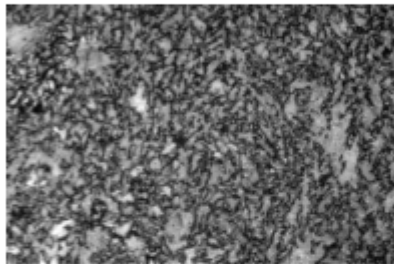


(x500)

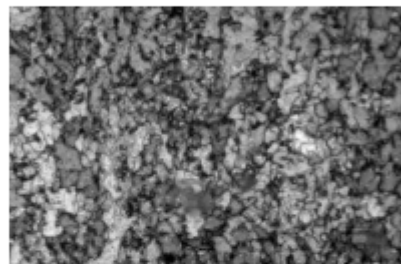


(x1000)

a) Après chauffage à 750c°

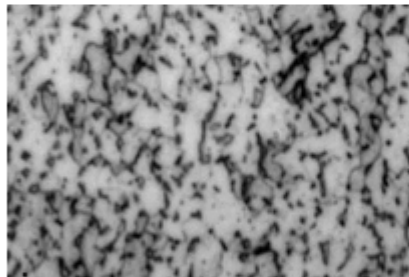


(x500)

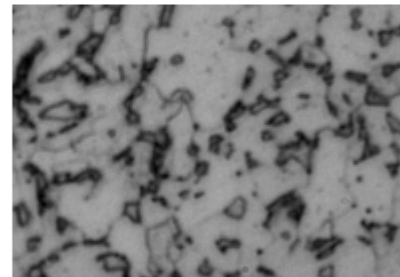


(x1000)

b) Après chauffage à 800c°

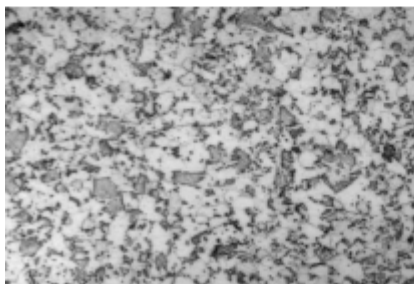


(x500)

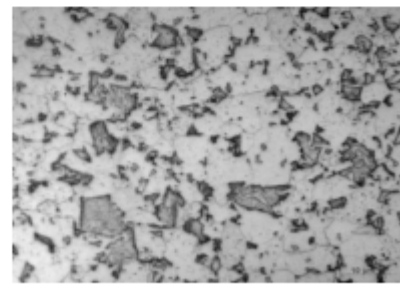


(x1000)

c) Après chauffage à 850c°



(x500)



(x1000)

d) Après chauffage à 900c°

Figure I. 23 : Microstructures de l'acier X70 après Refroidissement à l'huile [44]

I.3. Conclusion

La demande de pipeline augmente chaque jour pour transporter des hydrocarbures parce qu'ils sont moins chers que d'autres moyens et le plus sûr.

C'est pourquoi la recherche est toujours en cours pour améliorer ses propriétés mécaniques et chimiques et sa résistance aux facteurs externes.

Chapitre II

LA CORROSION

II.1 Introduction

En raison du contact des pipelines avec différents milieux : eau - sol - air, elles sont toujours exposées à des défauts qui causent des dommages à la vie des personnes et à l'environnement, en plus des pertes économiques importantes.

Ces canalisations de transport (pipeline) constituent le moyen le plus sûr de transporter les hydrocarbures. Toutefois, elles peuvent subir des pertes de confinement accidentelles, dont les principales causes sont :

- des travaux d'excavation à proximité de la canalisation,
- des phénomènes de corrosion externe,
- des phénomènes de corrosion interne (si le fluide transporté est corrosif),
- des défauts de matériau ou de construction,
- ou encore des événements naturels tels que la foudre, les mouvements de terrain, les inondations ... [45]



Figure II. 1 : Causes des ruptures de pipelines en cours d'exploitation [6]

II.2 Définition de la corrosion

La corrosion est une réaction chimique ou électrochimique entre un matériau, généralement un métal, et son environnement qui entraîne une dégradation du matériau et

de ses propriétés. Il existe trois types de corrosion : la corrosion chimique, la corrosion électrochimique et la corrosion bactérienne [46].

Elle correspond au retour de la matière à son état le plus stable. Dans le cas du fer, par exemple, la forme stable dans la nature n'est pas le métal mais l'oxyde, c'est pourquoi une pièce en acier exposée sans protection à une atmosphère humide tend à se transformer en rouille (oxyde de fer hydraté).

Les phénomènes de corrosion sont généralement classés en deux grandes catégories:

- La corrosion électrochimique (ou corrosion humide)
- La corrosion à haute température (ou corrosion sèche) [47].

II.2.1 Corrosion dans les pipelines

II.2.1.1 Pertes de métal dues à la corrosion interne (figure II.2)

Les pertes de métal sont provoquées le plus souvent par des attaques chimiques de la surface interne de la conduite. Ce type de corrosion est favorisé par la présence de sulfure d'hydrogène et de dioxyde de carbone dans le gaz et la présence de bactéries sulfate-réductrices dans le cas des oléoducs. La protection des pipelines contre la corrosion interne se fait principalement par envoi d'inhibiteurs de corrosion et biocides mélangés au fluide [02].

II.2.1.2 Pertes de métal dues à la corrosion externe (figure II.3)

Pertes de métal provoquées le plus souvent par des phénomènes de type électrochimique et chimique de la surface externe de la conduite. Les principaux facteurs favorisant ce type de corrosion sont :

- Les défauts de revêtement de la conduite.
- Les insuffisances du système de protection cathodique.
- L'agressivité du sol (sol de faible résistivité électrique).

La protection des pipelines contre la corrosion externe se fait par les revêtements des canalisations et la protection cathodique [02].



Figure II. 2 : Corrosion interne [29]



Figure II. 3 : Corrosion externe [29]

II.2.2 Différents types de corrosion

D'une manière générale, la corrosion se présente sous deux aspects:

1• Corrosion uniforme: il y a attaque à la même vitesse de toute la surface du métal. Les dimensions sont réduites, mais les caractéristiques mécaniques du métal restent inchangées [48].

2• Corrosion localisée : l'attaque se fait en certains points de la surface du métal par piqûres ou sillons. La perte de poids est relativement faible, mais les caractéristiques mécaniques sont sensiblement affectées [48].

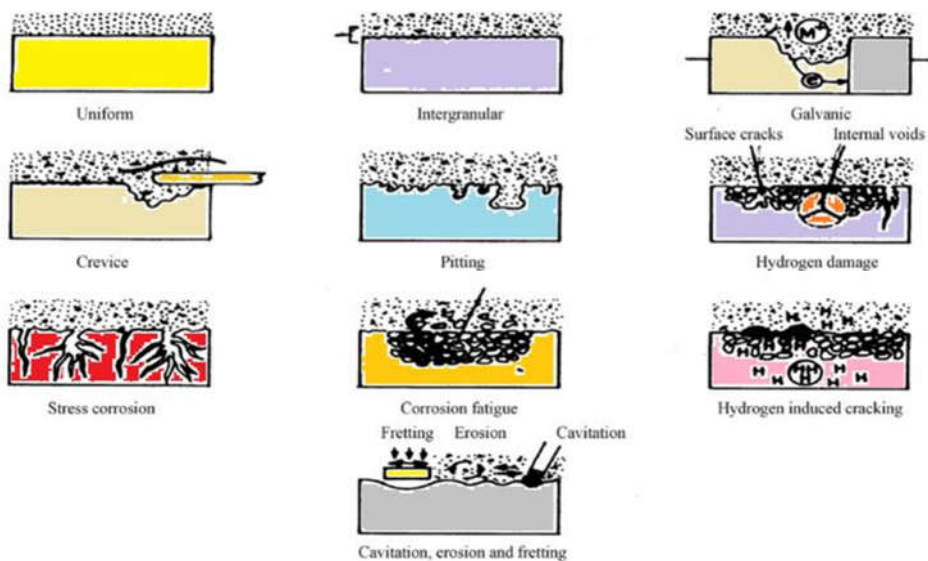


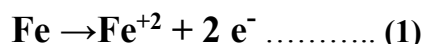
Figure II. 4 : Différents types de corrosion [49]

II.2.3 Principe de la corrosion électrochimique

La corrosion se passe comme le fonctionnement d'une pile électrique :

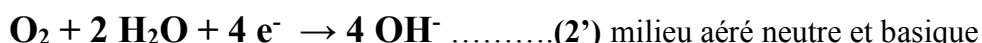
- L'anode est l'électrode d'où partent les cations : elle se dissout
- La cathode est l'électrode d'où partent les anions : elle n'est pas attaquée.

La corrosion d'un métal comme le fer, placé comme anode, est la résultante d'un processus qui peut être schématisé par l'équation suivante:



Cette équation signifie simplement que les atomes du métal (Fe) sous l'action d'un processus de corrosion se transforment en ions positifs (Fe^{+2}) qui quittent le métal pour passer dans le milieu. Il y a un changement d'état de la matière lié à la réaction de dissolution du métal. Ce changement d'état s'accompagne de la libération d'électron (2e^{-} dans le cas de fer).

La conservation de la neutralité du milieu impose que les électrons émis par la réaction de dissolution (1) soient consommés dans une deuxième réaction, qui est la cathode :



La deuxième réaction (2 et 2') est liée à la nature du milieu avec lequel le matériau est en contact (électrolyte). Cette réaction provient de la décomposition du milieu.

Lors d'un processus de corrosion, la surface du matériau est donc nécessairement le siège de deux réactions:

- Réaction de dissolution ou d'oxydation (réaction anodique).
- La réaction de décomposition du milieu: « réduction » (réaction cathodique) [25].

II.2.4 Corrosion des aciers en milieu acide

1-Réactions de corrosion

La corrosion des métaux est due à une réaction d'oxydo-réduction irréversible entre le métal et un agent oxydant contenu dans l'environnement. L'oxydation du métal implique la réduction de l'agent oxydant [50].



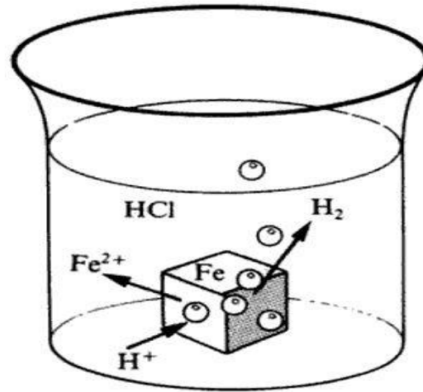


Figure II. 5 : Corrosion du fer en milieu acide [50]

2-Potentiel d'électrode des métaux

Les échanges de courant électrique à l'interface métal-électrolyte sont régis par des différences de potentiel. A chaque réaction chimique correspond un potentiel dit d'électrode qui peut être déterminé par l'équation de Nernst [46] :

$$E = E^0 - \frac{RT}{n_e F} \ln \frac{a_{red}}{a_{ox}} \rightarrow E = E^0 + \frac{RT}{n_e F} \ln \frac{a_{ox}}{a_{red}}$$

E^0 : Potentiel standard (ou normal) de la réaction électrochimique. Par convention, le potentiel standard de la réaction : $2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$ est pris égal à zéro. L'électrode standard à hydrogène constitue l'électrode officielle de mesure des potentiels d'électrode.

R : constante des gaz parfaits, égale à $8,314570 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$

T : température en K

a : activité chimique de l'oxydant et du réducteur (généralement égal à la concentration pour des solutions suffisamment diluées).

F : constante de Faraday, égale à $96\,485 \text{ C.mol}^{-1}$

n_e : nombre d'électrons transférés dans la demi-réaction.

L'échelle de Nernst permet de voir la valeur des potentiels de chaque élément par rapport à une électrode à hydrogène.

II.2.5 Diagramme potentiel-pH du fer (Pourbaix)

Il nous permet d'étudier l'aspect thermodynamique de la corrosion pour mieux comprendre le comportement d'un métal dans un milieu aux différentes valeurs de pH et en fonction du potentiel. On peut prévoir ainsi les réactions thermodynamiquement possibles. Le diagramme potentiel-pH d'un système *Matériau* – H₂O est tracé à $T = 25^{\circ}\text{C}$ et une pression totale constante de 1 bar. Le diagramme $E - pH$ présente plusieurs domaines caractéristiques de chacune des espèces susceptibles d'exister.

- Domaine de stabilité : le métal est stable et inattaquable.
- Domaine de prédominance : la concentration en espèces dissoutes est supérieure à $10^{-6} \text{ mol. L}^{-1}$.
- Domaine d'existence : le métal est recouvert d'une couche d'oxyde qui peut le protéger de la corrosion [51].

Le diagramme de Pourbaix localise également les frontières des produits métalliques de corrosion insolubles du métal dissous avec les limites en concentration d'ions libres [52].

La (figure II.6) présente le diagramme $E-pH$ de Pourbaix du système ($Fe- H_2O$) à 25°C .

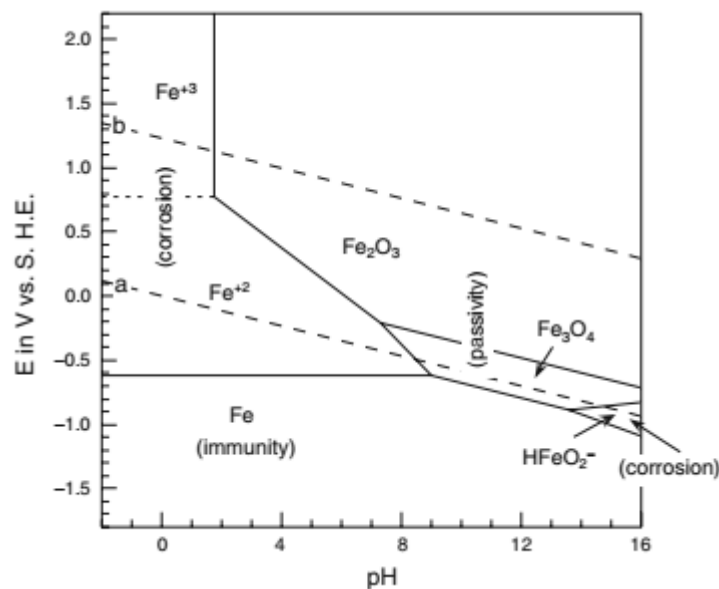


Figure II. 6 : Courbe d'équilibre $E-pH$ de Fer-eau à 25°C [53]

II.2.6 La résistance à la corrosion

La résistance à la corrosion est la capacité d'un matériau à ne pas se dégrader sous l'effet de la combinaison chimique de l'oxygène et du métal. Parmi les métaux ferreux résistant à la corrosion, nommons entre autres l'acier inoxydable [40].

Vitesse de corrosion mm/ an	Résistance à la corrosion
< 0.05	Très résistant
< 0.5	Résistant
0.5 à 1	Peu résistant
> 1	non résistant

II.2.7 Moyens de protection contre la corrosion

Il existe plusieurs moyens de lutte contre la corrosion qui peuvent être classés en :

- Choix judicieux de matériaux : permettant d'éviter ou de limiter la corrosion. Il y a aussi possibilité de limiter la corrosion en agissant sur la conception de l'installation.
- Contrôle du milieu corrosif : on peut parfois agir sur certains paramètres physico-chimiques, comme la température, le pH (alcalinisation), le dégazage, le pouvoir oxydant (désaération, addition de produits oxydants...). La protection par les inhibiteurs de corrosion et emploi d'additifs chimiques à faible concentration : c'est le cas des inhibiteurs de corrosion et des bactéricides [50].
- Traitements de surface et revêtements : le but est de constituer une barrière aussi parfaite que possible entre le milieu agressif et le métal. On distingue les traitements de surface (phosphatation, chromisation, anodisation...), les peintures, les revêtements organiques (pour la protection des pipelines enterrés notamment), les revêtements métalliques divers (galvanisation, nickelage...) [50].
- Protections électriques : il s'agit de modifier le comportement électrochimique du métal dans le milieu corrosif par l'intermédiaire d'un courant électrique. La protection anodique, assez peu utilisée, consiste à maintenir le potentiel d'un alliage passivable dans un domaine de passivité stable, en élevant son potentiel sous l'effet d'un faible courant anodique. La protection cathodique, beaucoup plus répandue, et objet du présent ouvrage, consiste, au contraire, à abaisser le potentiel du métal à un niveau suffisamment bas pour que la corrosion

soit éliminée, ceci, sous l'effet d'un courant cathodique. Enfin, des systèmes de drainage de courants vagabonds permettent de se mettre à l'abri de leurs effets. [50]

II.3 Conclusion

Les pipelines peuvent se détériorer au cours du temps suite à des réactions de nature électrochimique au contact de l'environnement qui les entoure. Ce processus est connu sous le terme « corrosion » [54]. Plusieurs études ont été menées pour trouver des solutions à ce problème.

Chapitre III

MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

III.1 Introduction

L'objectif de ce mémoire est l'étude de l'influence du traitement thermique et différentes méthodes de refroidissement sur les propriétés mécaniques élastiques (microdureté – module de Young – coefficient de poisson) et la résistance à la corrosion de l'acier X70

III.2 Nomenclature d'acier API 5L X70

API 5L X70, désigne la spécification imposée par la norme API (American Petroleum Institute) qui est conçue pour être admissible à l'industrie de pétrole selon les exigences de la législation et de l'environnement. L'acier API 5L X70 est désigné par sa limite élastique.

- **5L** : spécification pour les pipelines.
- **X** : le grade de l'acier, désignation de catégorie pour le pipeline de haute résistance.
- **Les deux nombres après le X** sont la valeur de la limite élastique minimale. Par exemple X70 a une limite élastique minimale de 70 psi (483MPa) [44]

Toutes les expériences ont été réalisées au sein de laboratoire du physique et hall de mécanique à l'université Mohamed Khider Biskra.

III.3 Présentation et procédure expérimentale

III.3.1 Présentation de l'échantillon de travail

Pour réaliser cette étude nous avons procuré des échantillons de COSIDER Canalisation, Oumache, Biskra, Algérie, avec une taille de (40 mm × 40mm) découpée des plages sans soudure d'un pipeline de type X70.

Le tableau (III.1) présente la composition chimique massique de l'acier non allié de type X70. (Annexe I)

Tableau III-1 : Composition chimique des différents constituants de l'acier X70.

Les éléments	C	S	P	SI	Mn	Al	Nb	V	Ti	Ni	Cu	Cr	Mo	B	
masse	Min	54	1	2	172	1330	15	37	5	1	5	10	10	5	0.1
%															
X10 ⁻³	Max	87	15	20	432	1686	50	60	58	15	97	250	117	5	0.5

III.3.2 Préparation des échantillons

Pour une préparation préliminaire des surfaces de nos échantillons nous avons taillé tous les échantillons à l'aide d'une fraiseuse verticale de type PMO FV 2.5. Cette procédure a été réalisée dans le hall de mécanique de l'université Mohamed Khider Biskra, à fin d'avoir des échantillons prêts pour l'étape suivante (**figure III.1 et III.2**).



Figure III.1: fraiseuse



Figure III.2: fraisage des échantillons

Suivi d'une préparation de surface réalisé par une polisseuse mécanique mené d'un papier abrasif de différentes granulométries de SiC : 80, 250, 400, 800, 1000, 1200 et 2000 jusqu'à l'obtention d'une surface miroir (**figure III.3 et III.4**).



Figure III.3 : polisseuse mécanique



Figure III.4 : échantillons après polissage

III.3.3 Les traitements thermiques

Pour réaliser l'objectif de cette étude nous avons gardé un échantillon témoin sans traitement thermique et le reste des spécimens chacun a subi un traitement thermique bien précis suivant le protocole décrit ci-dessous, (**figure III.5**) à l'aide des fours électriques de la (**figureIII.6**).

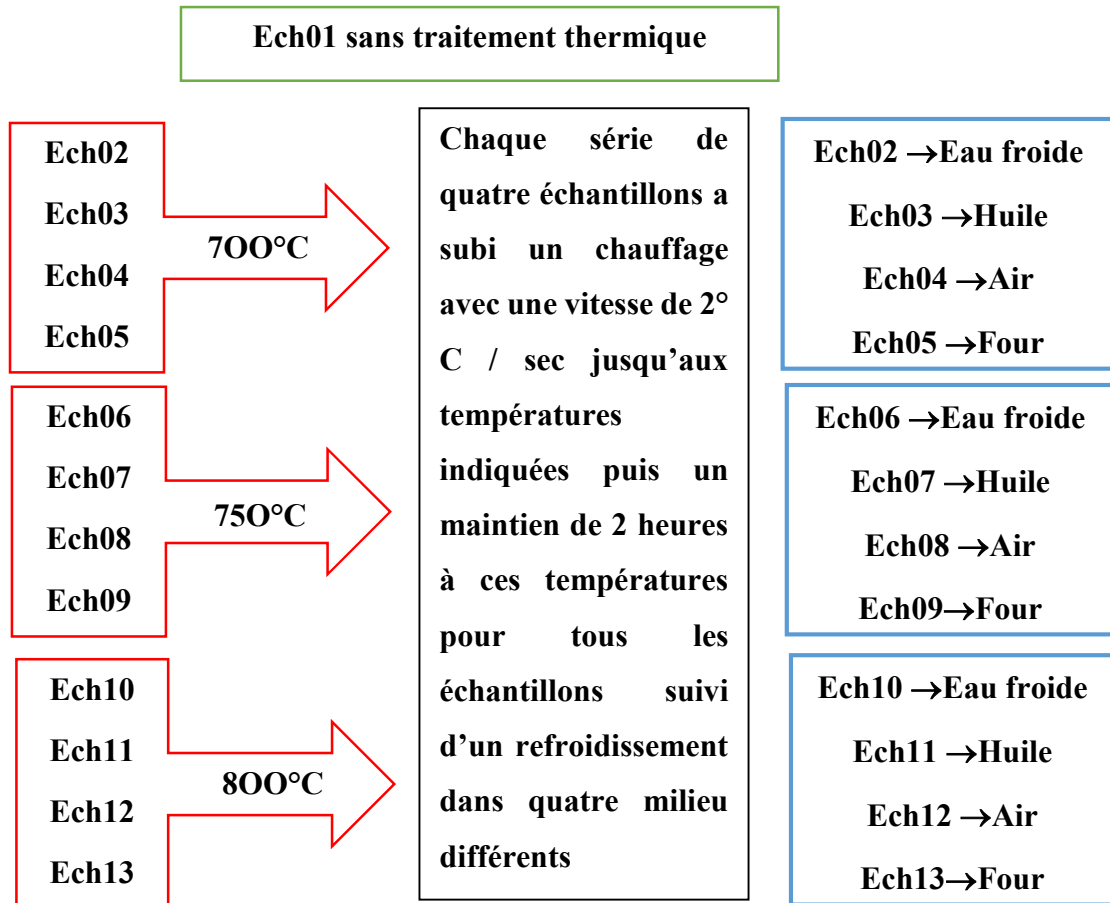


Figure III.5 : protocole suivi pour les traitements thermiques



Figure III.6 : fours électriques

En conséquence nous avons treize échantillons de différentes vitesses de refroidissement. Tableau ci-dessous (tableau III.2).

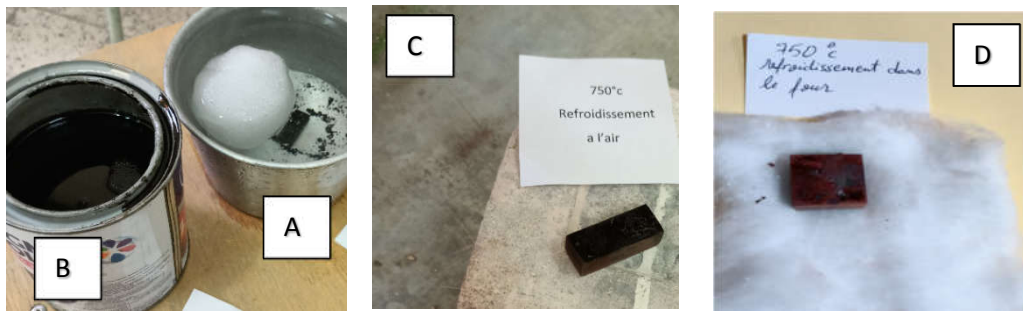


Figure III.7 : Les différentes formes de refroidissement dans A: l'eau froide, B: l'huile, C: l'air, D: le four.

Tableau III-2 : protocole de traitement thermique

Etat brut sans traitement thermique: Ech01			
Après chauffage à 700°C puis refroidissement dans			
Eau froide Ech02	Huile Ech03	Air Ech04	Four Ech05
Après chauffage à 750°C puis refroidissement dans			
Eau froide Ech06	Huile Ech07	Air Ech08	Four Ech09
Après chauffage à 800°C puis refroidissement dans			
Eau froide Ech10	Huile Ech11	Air Ech12	Four Ech13

Suite à ces traitements thermiques les échantillons ont perdu leurs brillances et une couche d'oxyde s'est développée. Pour déterminer la nature de ces oxydes nous avons effectué une caractérisation de cette couche résultante à l'aide de la spectrométrie infrarouge (FTIR).

III.3.4 Caractérisation des propriétés mécaniques

Afin d'étudier l'effet des traitements thermiques, réalisés antérieurement, sur le comportement mécanique de l'acier X70, nous avons effectué une caractérisation des propriétés mécaniques à l'aide de deux mesures à savoir: l'ultrason et la microdureté Vickers.

Pour ce faire un polissage mécanique est plus que nécessaire pour éliminer les résidus des traitements thermiques, et avoir des surfaces propres brillante et parallèle.

III.3.5 Essais d'ultrasons

Les constants élastiques peuvent être mesurés par ultrasons. Ces constantes peuvent être des constantes pour des matériaux isotropes (Module d'Young, Constante de Poisson, Module de cisaillement) ou anisotropes.

La vitesse de propagation des ondes ultrasonores est directement reliée aux constantes élastiques du matériau au premier ordre. Les constantes élastiques traduisent en fait la propension d'un matériau à se déformer en réponse à une contrainte donnée. Les ondes élastiques ou ondes ultrasonores provoquent une vibration dans le matériau et vont donc être sensibles à l'élasticité du matériau [55].

Le module de Young est la contrainte mécanique qui engendrerait un allongement de 100% de la longueur initiale d'un matériau, si on pouvait l'appliquer réellement.

Pour le mesurer, un signal électrique est transformé en onde de déformation par un transducteur piézoélectrique [56]. Cette onde se propage dans l'échantillon puis se réfléchit et refait le chemin inverse [57]. On mesure le temps τ entre deux échos successifs sur l'oscilloscope et on en déduit la vitesse des ondes ultrasonores : $V = 2e/\tau$

L'utilisation de transducteurs qui génèrent des ondes longitudinales ou transversales permet de remonter aux caractéristiques d'un matériau élastique linéaire et isotrope par les deux vitesses associées V_L et V_t [58]

➤ **Module de Young :**
$$E = \rho \times V_t^2 \times \frac{(3V_L^2 - 4V_t^2)}{(V_L^2 - V_t^2)}$$

➤ **Coefficient de Poisson :**
$$\nu = \frac{V_L^2 - 2V_t^2}{2(V_L^2 - V_t^2)}$$

$V_L(\mu s)$: la vitesse de propagation longitudinale : $V_L = \frac{2e}{\tau_L}$

$V_t(\mu s)$: la vitesse de propagation transversale : $V_t = \frac{2e}{\tau_t}$

$\rho (g/cm^3)$: la masse volumique : $\rho = \frac{m}{V}$

Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un montage pulse/écho. Dans ce montage, on utilise un seul transducteur pour générer et détecter les ondes ultra sonores. Le montage représenté sur la (**figure III.8**) ce compose de:

- D'un récepteur d'impulsions électrique.
- Deux transducteurs modèle MR101 : un à ondes transverses et un autre longitudinales
- D'un fréquencesmètre de type OLYMES model 5800 et d'un oscilloscope de type HAMAG.

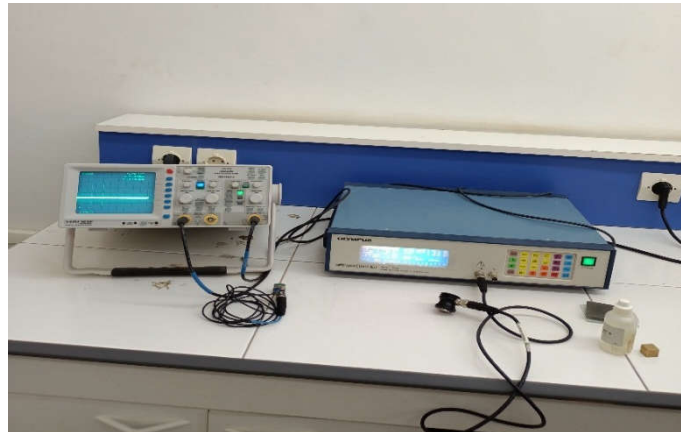


Figure III.8 : Montage de la mesure de la célérité des ultrasons

III.3.6 Essai de microdureté (Microdureté Vickers)

Dans ce travail l'essai de microdureté adopté est celui de Vickers qui a été conçue dans les années 1920 par les ingénieurs de la société Vickers en Angleterre [14].

La mesure de microdureté Vickers est réalisée avec une pointe pyramidale normalisée en diamant d'angle au sommet entre faces égale à 136° et de base carrée. L'empreinte (**figure III.9**), a une forme carrée de l'ordre de μm , la mesure est effectuée à l'aide d'un microscope. En mesurant la moyenne "d" des deux diagonales du carré "d₁" et "d₂", nous calculons la microdureté de l'échantillon par la relation suivante [59] :

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136}{2}\right)}{g \cdot d^2}$$

Avec

- **HV**: Dureté Vickers
- **F**: Force appliquée [N]
- **d**: Moyenne des diagonales de l’empreinte [mm]
- **g**: Accélération terrestre [m/s^2]

L’essai de dureté est un outil essentiel de distinction des matériaux et d’analyse, de développement et d’amélioration des matériaux et des technologies dans le cadre de la recherche fondamentale (science et techniques des matériaux, diagnostic des matériaux).

Il permet de collecter des valeurs caractéristiques (valeurs de dureté) qui sont d’une importance décisive pour l’application des matériaux dans l’industrie (aptitude d’un matériau pour un composant technique), pour leur réception dans le cadre de contrôles d’assurance qualité (inspection en entrée et en sortie), pour la discrimination des matériaux (par exemple dans le cas de confusion entre matériaux) et pour la clarification en cas de sinistres (analyse des dommages) [60].

Dans ce travail l’essai de microdureté a été effectué à l’aide d’un appareil Wolpert Wilson Instruments™ (**figure III.10**), où une moyenne de quatre valeurs a été calculée pour chaque échantillon (la force appliqué est d’une charge de 300 kgf pendant 10 secondes).

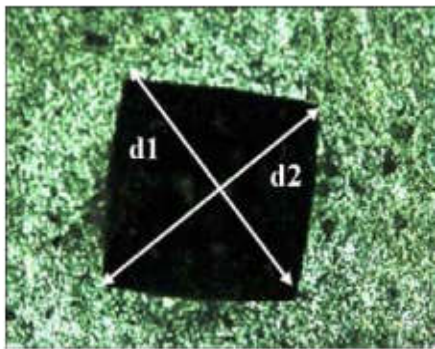


Figure III.9: Image d’empreinte dureté Vickers [14]



Figure III.10 : microduremètre

III.3.7 Caractérisation électrochimique

Dans cette partie du travail nous avons étudié l'effet des différents traitements thermiques sur le comportement électrochimique de l'acier X70 dans une solution corrosive d'acide chlorhydrique (HCl) à 1 molarité. Pour ce faire nous avons effectué deux mesures : le potentiel de l'électrolyte en fonction du temps d'immersion à l'aide d'un pH-mètre et la masse perdue en suivant le protocole ci-dessous:

Avant toutes mesures, tous les échantillons ont subi une préparation de surface:

→ Une mécanique par un polissage avec du papier émeri de granulométrie allant de (800-1000-1200-2000) pour éliminer la surface endommagée par les empreintes de la microdureté.

→ La seconde, un nettoyage de la surface des échantillons avec l'acétone suivie, d'un lavage à l'eau distillée et enfin un séchage sous un flux d'air.

→ Une fois la préparation de l'état de surface est achevée, les dimensions des échantillons sont mesurées par un pied à coulisse pour calculer ensuite la surface puis pesés par une balance de précision à quatre chiffres pour enregistrer la masse initiale m_1 (figure III.11).



Figure III.11 : A: pied à coulisse électronique, B: balance à quatre chiffre, D: pH-mètre et agitateur, C: Acide chlorhydrique, E: Bac à ultrason

→ Préparation de trois litre d'électrolyte HCl (1M) en mélangeant 251.16 ml de l'acide chlorhydrique (35-38%) avec 2781.84 ml d'eau distillée.

→ Cette solution est bien agitée avec un agitateur magnétique afin d'avoir une solution homogène. La solution a été préparée juste avant l' utilisation.

→ Immersion des échantillons dans une position inclinée dans des petits béchers contenant 200 ml de l'électrolyte HCl (1M). Voir la (**figure III.12**).

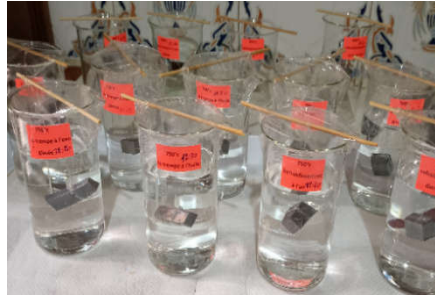


Figure III.12 : les 13 béchers

→ Un prélèvement de potentiel **ORP** de l'électrolyte au cours de l'immersion à l'aide d'un pH-mètre.

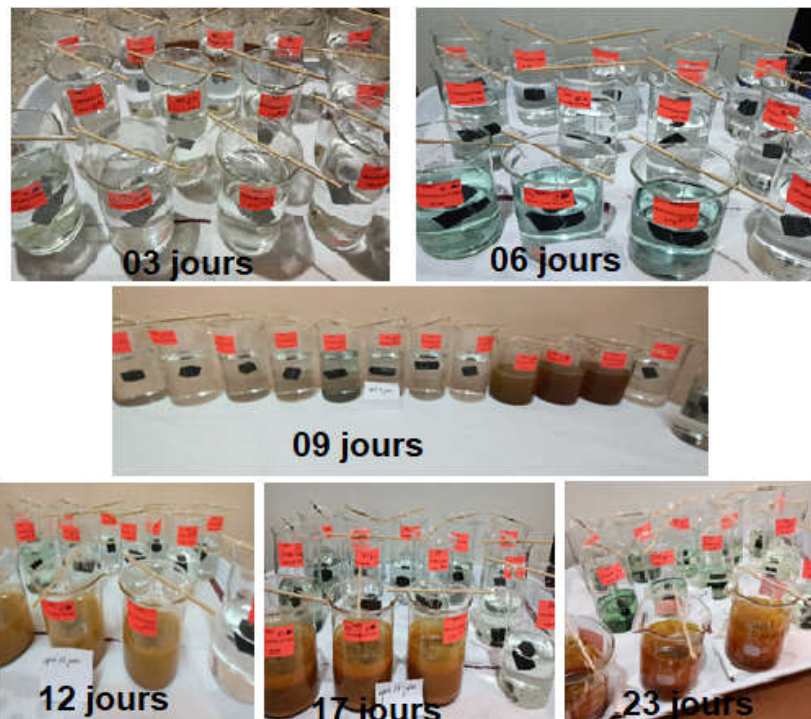


Figure III.13 : L'évolution visuelle des échantillons durant 23 jours d'immersion dans HCl (1M)

→ Après une durée de 23 jours d'immersion, les échantillons sont retirés de la solution (figure III.14)



Figure III.14 : échantillons après 23 jours d'immersion dans HCl (1M)

→ Une analyse des produits de corrosion résultants sur les surfaces de chaque échantillon a été réalisée avant le nettoyage par un spectromètre infrarouge FTIR (figure III.16)

→ les échantillons ont été lavés et nettoyés avec l'eau distillée dans un bac à ultrason séchée puis pesées pour enregistré la masse finale m_2 .



Figure III.15 : les 13 échantillons après 23 jours d'immersion dans HCl après le nettoyage.

III.3.8 Méthode gravimétrique (la perte de masse)

Cette technique de mesure a été utilisée pour calculer la vitesse de corrosion ; c'est une méthode relativement simple ; elle consiste à exposer des échantillons de surface (S) dans un milieu corrosif maintenue à température constante pendant un temps (t) (23 jours dans

notre cas), et à mesurer la différence de masse des échantillons avant et après l'essai. La vitesse de corrosion est donnée par la relation suivante :

❖ **vitesse de corrosion :**
$$V_{\text{corr}} = \frac{\Delta m}{S * t}$$

$\Delta m = m_1 - m_2$

où **m₁** et **m₂** désignent respectivement les masses avant et après l'essai en mg.

S : la surface de l'échantillon, exposée en cm².

t : le temps d'exposition dans la solution en h.

❖ **Epaisseurs perdues :** Epaisseurs perdues (mm/an) =
$$\frac{3.65 * \Delta m}{S * \rho * \Delta t}$$

Où

ρ : densité du métal (g.cm⁻³)

Δt : durée d'exposition (jour)

III.3.9 La spectrométrie infrarouge

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique de mesure qui utilise l'interaction de lumière IR avec les vibrations moléculaires et permet l'acquisition de spectres infrarouges. Le signal mesuré est un interférogramme. Le spectre IR est calculé en utilisant la transformée de Fourier [80].

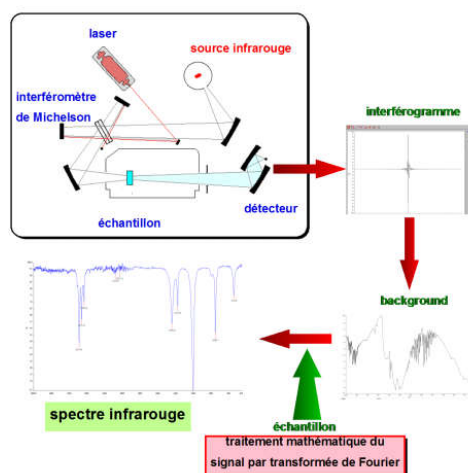


Figure III.16: Spectromètre infrarouge **Figure III.17:** Schéma d'un spectromètre FTIR [61]

III.3.9.1 Différentes régions du spectre infrarouge

Dans un spectre infrarouge, il y a beaucoup de bandes d'absorption, surtout dans la partie droite. Un spectre IR comprend 4 régions importantes (**figure III.18**):

4 000 – 2 500 cm^{-1} : régions d'étirement des liaisons C-H, N-H et O-H

2 500 – 2 000 cm^{-1} : régions d'étirement des liaisons triples $\text{C}\equiv\text{C}$ ou $\text{C}\equiv\text{N}$

2 000 – 1 500 cm^{-1} : régions d'étirement des liaisons doubles $\text{C}=\text{C}$ ou $\text{C}=\text{O}$

1 500 cm^{-1} : régions des liaisons simples C-O, C-F, C-Cl...

Les trois premières régions servent à détecter la présence de **groupements fonctionnels** présents dans la molécule.

La dernière est complexe, et elle est caractéristique du composé. C'est la **région des empreintes digitales** [61].

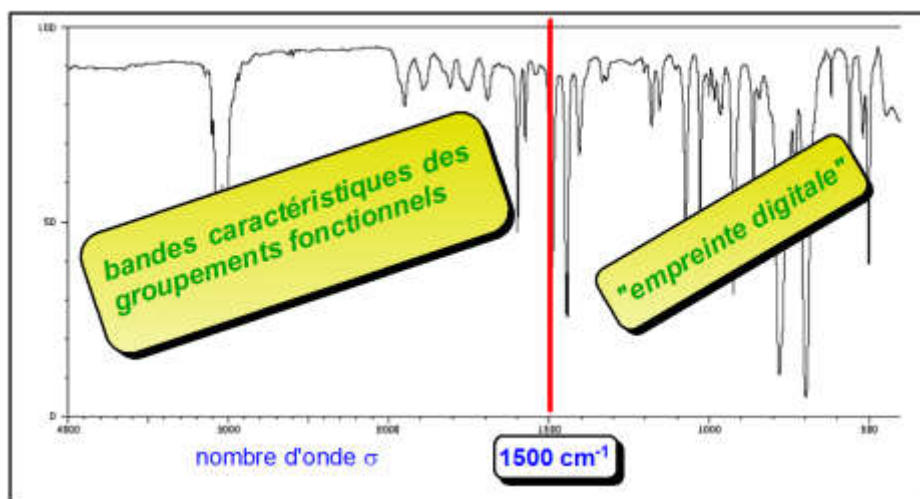


Figure III.18 : Les régions du Spectromètre infrarouge [61]

Chapitre IV

RESULTATS

ET DISCUSSIONS

IV.1 But de l'étude

L'objectif de ce travail est d'étudier le comportement mécanique et électrochimique de l'acier AIP 5L X70, issu d'un tube de pipeline soudés sous forme spirale, après avoir subi différents traitements thermiques.

Ces traitements thermiques se composent d'un chauffage avec une vitesse de (2°C /seconde), un maintien pendant deux heures à une des températures choisie (700°C, 750°C ou 800°C) puis un refroidissement rapide par trempe dans l'eau froide ou dans l'huile, ou bien un refroidissement plus tranquille à l'air ou dans le four suivant la (**figure IV.1**) présenté ci-dessous.

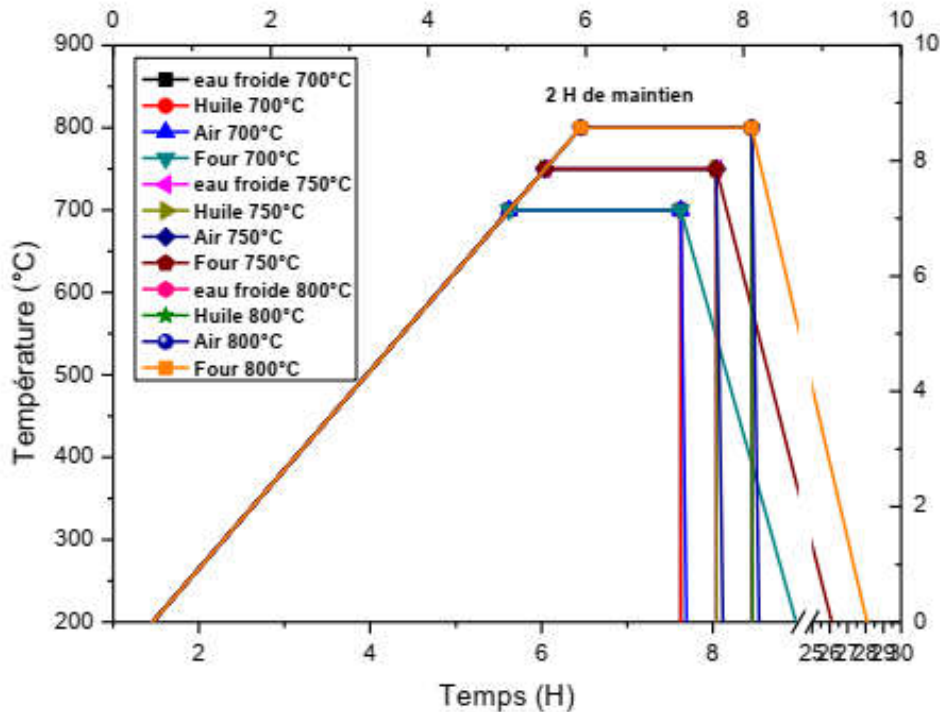


Figure IV.1: Les différents traitements thermiques réalisés.

En conséquence, le comportement mécanique de ces échantillons a été étudié par des mesures de module de Young et des mesures de microdureté HV. Puis le comportement électrochimique a été mis en évidence par la technique de la perte de masse.

Enfin nous avons réalisé une petite caractérisation des produits d'oxydation et de corrosion par spectrométrie infrarouge.

Partie I : présentation des résultats

IV.2 Etude du comportement mécanique

A. Caractérisation par ultrason (module de Young et coefficient de Poisson)

Pour mettre en évidence l'évolution du comportement mécanique de l'acier X70 suite aux traitements thermiques effectués antérieurement, des mesures par ultrason ont été réalisées et nous a permis de calculer le module de Young et le coefficient de Poisson rapportés sur les **tableaux (IV.1 et Annexe.I)**. La représentation de ces mesures sur la **figure IV.2** nous a permis de noter les observations suivantes :

Tableau IV-1 : Les mesures de module de Young de l'acier X70 sans et avec traitements thermiques

Module de Young E (GPa)			
Etat brut	191,48		
Après traitement thermique à 700°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Huile	Air	Four
207,22	202,05	220,06	205,11
Après traitement thermique à 750°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Huile	Air	Four
191,80	194,25	225,39	207,78
Après traitement thermique à 800°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Huile	Air	Four
213,80	208,12	218,03	227,12

→ Pour la plus faible vitesse de refroidissement ($V_{\text{Four}}=0,01^{\circ}\text{C}/\text{sec}$) on remarque une légère augmentation du module de Young pour les températures 700°C et 750°C par rapport à la valeur de l'échantillon de base (**191,48**), mais l'augmentation est plus notable pour 800°C qui note la plus grande valeur de (**227,12 GPa**).

→ En ce qui concerne le refroidissement à l'air ($V_{\text{Air}}=2^{\circ}\text{C}/\text{sec}$) la **figure IV.3** indique un accroissement de E presque de la même valeur pour les deux températures 700°C et 750°C et une diminution du module de Young pour la température 800°C à une valeur légèrement inférieure à ceux des deux températures précédentes.

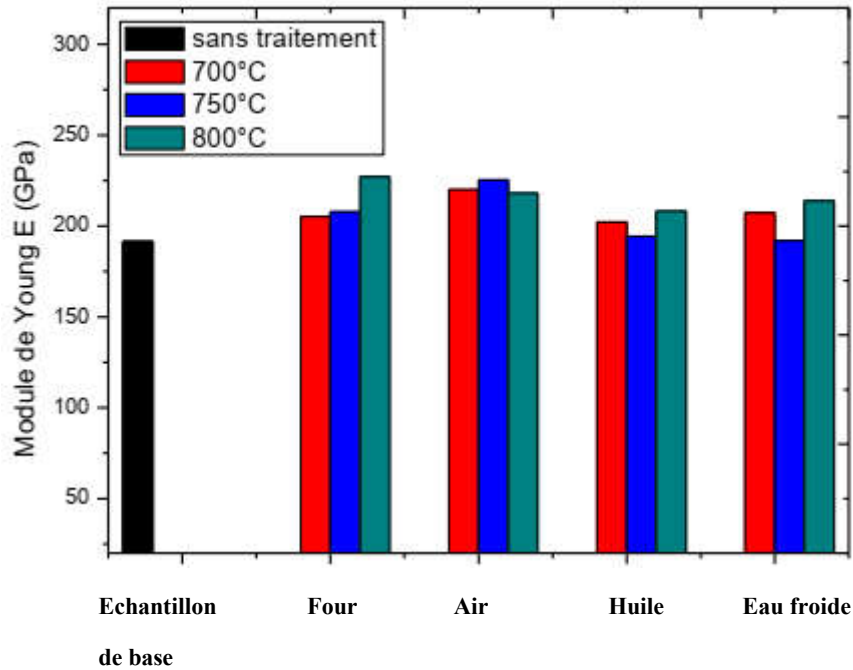


Figure IV.2 : Influence des traitements thermiques sur le module de Young de l'acier X70

→ Quant aux grandes vitesses de refroidissement les valeurs de E des échantillons traités à 800°C sont en dessous de ceux traités à 700°C avec presque la même différence (≈ 6 GPa) et de la même allure ; une diminution pour les échantillons trempés dans l'huile ($V_{\text{Huile}}=70^{\circ}\text{C}/\text{sec}$) puis un accroissement pour ceux trempés dans l'eau froide ($V_{\text{Eau froide}} = 160^{\circ}\text{C}/\text{sec}$).

→ Il faut noter également que le module de Young chute à des valeurs presque semblables à celui de l'échantillon de base (**191,48** GPa) avec (**194,25** GPa) pour l'échantillon trempés dans l'huile et (**191,80** GPa) pour celui trempé dans l'eau froide pour la température de chauffage 750°C.

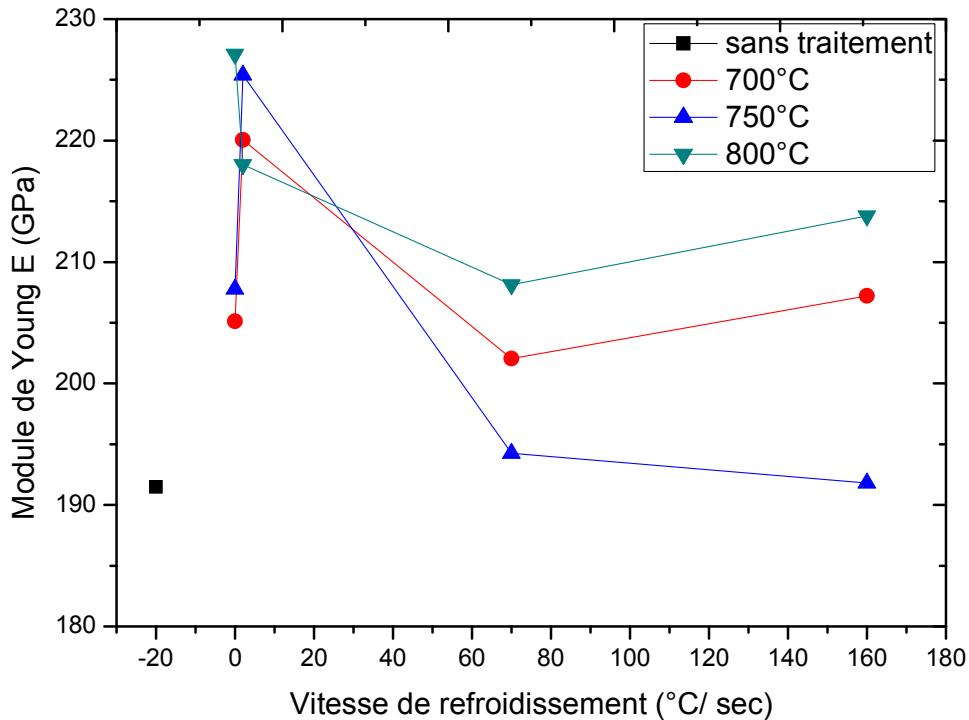


Figure IV.3: Evolution de E de l'acier X70 en fonction de la vitesse de refroidissement

B. Caractérisation par microdureté HV

Pour mieux comprendre l'influence engendré par les traitements thermiques réalisés antérieurement sur le comportement mécanique de l'acier X70, nous avons effectué des mesures de microdureté Vickers, dont les résultats sont regroupés dans le **tableau IV.2**

La **figure IV.5** représente l'évolution de la microdureté HV_{0,3/10} en fonction de la vitesse de refroidissement. D'après les résultats obtenus, nous notons ce qui suit :

→ La microdureté de tous les échantillons diminue avec l'augmentation de la température de chauffage, sauf pour les deux échantillons chauffés à (750°C et 800°C) et refroidit à l'air qui échappe à la règle avec les valeurs de **(177.35 et 157.9)** respectivement.

→ Toutes les mesures sont en dessous de la microdureté de l'échantillon de base (**257.4**) à l'exception de l'échantillon chauffé à 700°C et refroidie dans l'eau froide qui note presque la même valeur (**258.2**). D'ailleurs c'est à cette température de chauffage qu'on note les plus grandes valeurs de la microdureté.

Tableau IV-2 : Les mesures de la microdureté HV_{0.3/10} de l'acier X70 sans et avec traitement thermique.

Microdureté HV_{0.3/10}			
Etat brut	257.4		
Après traitement thermique à 700°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Air	Huile	Four
258.2	230	220.6	168.9
Après traitement thermique à 750°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Air	Huile	Four
224.38	177.35	184.96	118.2
Après traitement thermique à 800°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Air	Huile	Four
155.66	157.9	195.63	110.93

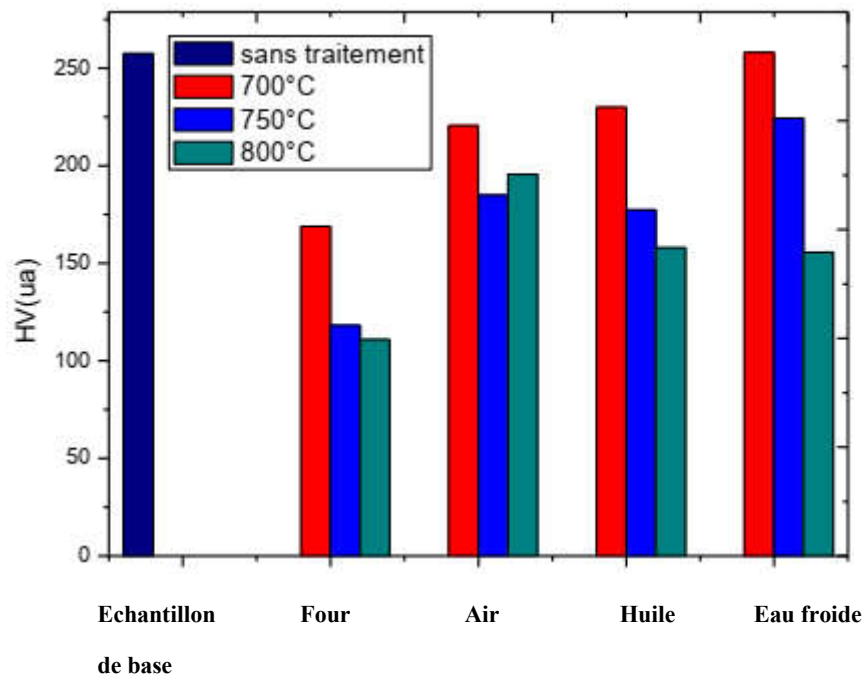


Figure IV.4 : Influence des traitements thermiques sur la microdureté de l'acier X70

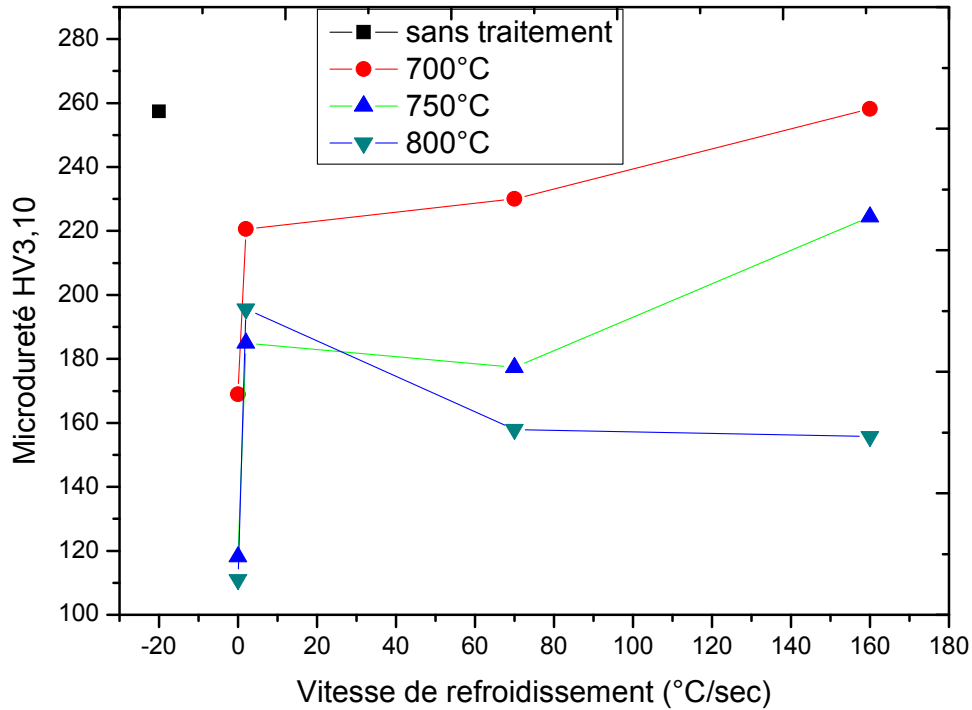


Figure IV.5 : Evolution de la microdureté de l'acier X70 en fonction de la vitesse de refroidissement

→ Les deux courbes de la microdureté en fonction de la vitesse de refroidissement (chauffage à 700°C et à 750°C) ont presque la même allure ; avec un accroissement notable pour les faibles vitesses de refroidissement et une augmentation moins prononcée pour les grandes vitesses.

→ En ce qui concerne les échantillons chauffés à 800°C, la microdureté note une grande différence pour les faibles vitesses de refroidissement et une valeur rapprochée pour les grandes vitesses.

IV.3. Etude du comportement électrochimique

Dans cette partie de l'étude notre but a été de mettre en évidence l'influence des traitements thermiques réalisés antérieurement sur le comportement électrochimique de l'acier X70 dans une solution acide.

Pour ce faire nous avons suivi l'évolution du potentiel de l'électrolyte HCl (1M) pendant les 23 jours d'immersion des différents échantillons puis la mesure de la perte de masse nous a permis de calculer la vitesse de corrosion.

IV.3.1. L'évolution du potentiel de l'électrolyte en fonction du temps d'immersion

L'ensemble des résultats obtenus ont été regroupés dans les tableaux (Annexe II, III, IV). Ainsi pour comprendre mieux l'influence de tous les paramètres (température de chauffage et vitesse de refroidissement) sur le comportement électrochimique de l'acier X70 nous avons représenté ces différents résultats de la manière suivante :

A. L'effet de la température du chauffage

→ Le comportement de tous les échantillons est le même jusqu'au sixième jour où on note une diminution notable de la valeur du potentiel ORP.

→ Pour les échantillons trempés dans l'eau froide, l'évolution du potentiel ORP d'échantillon témoin et celui chauffé à 700°C sont presque identiques. Tandis que l'échantillon chauffé à 750°C note une légère diminution à partir du quatorzième jour, contrairement à celui chauffé à 800°C qui enregistre une brusque diminution à partir du sixième jour où le potentiel indique une fluctuation autour de 240 (mV) jusqu'au quatorzième jour puis une fluctuation autour de 260 (mV) (figure IV.6).

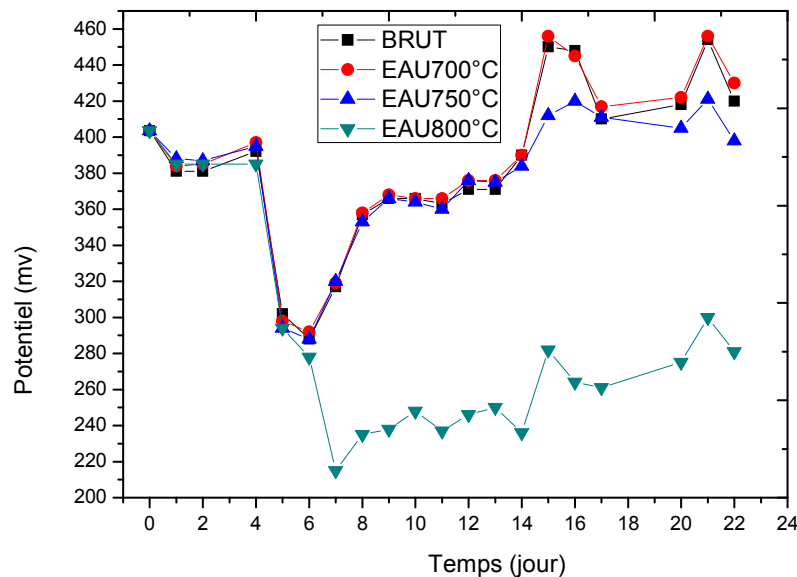


Figure IV.6 : L'évolution de V_{ORP} de l'électrolyte HCl (1M) contenant l'acier X70 chauffé à (700°C, 750°C, 800°C) puis trempé dans l'eau froide en fonction du temps.

→ L'évolution du potentiel ORP de l'échantillon témoin, et ceux trempés dans l'huile après avoir chauffés à 700°C et 750°C enregistre presque le même comportement. Par contre l'échantillon chauffé à 800°C indique une brusque diminution à partir du sixième jour où le potentiel indique une fluctuation autour de 240 (mV) jusqu'au quatorzième jour puis une fluctuation autour de 280 (mV) (**figure IV.7**).

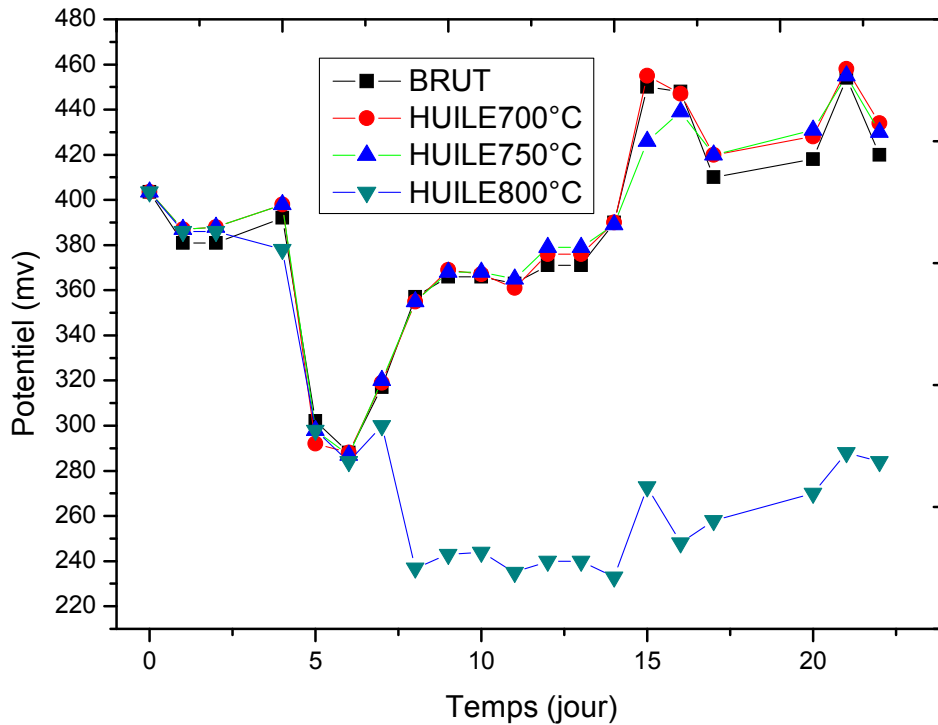


Figure IV.7 : L'évolution de V_{ORP} de l'électrolyte HCl (1M) contenant l'acier X70 chauffé à (700°C, 750°C, 800°C) puis trempé dans l'huile en fonction du temps.

→ La **figure IV.8** montre clairement que les échantillons refroidis à l'air et ceux trempés dans l'huile ont le même comportement.

→ L'évolution du potentiel ORP de tous les échantillons refroidies dans le four sont identiques à l'échantillon de base jusqu'au quatorzième jour où ce dernier indique une petite baisse dans le potentiel (**figure IV.9**).

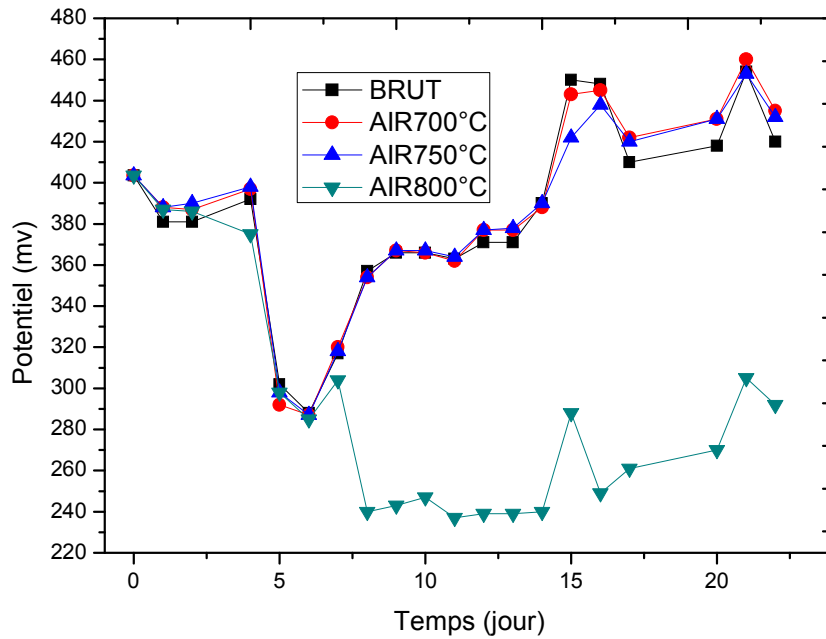


Figure IV.8 : L'évolution de V_{ORP} de l'électrolyte HCl (1M) contenant l'acier X70 chauffé à (700°C, 750°C, 800°C) puis refroidie à l'air en fonction du temps.

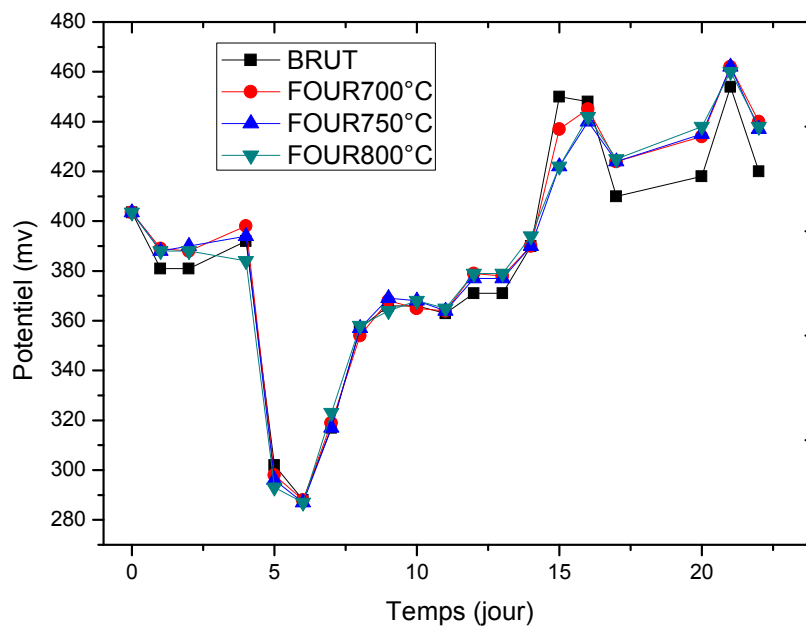


Figure IV.9 : L'évolution de V_{ORP} de l'électrolyte HCl (1M) contenant l'acier X70 chauffé à (700°C, 750°C, 800°C) puis refroidie dans le four en fonction du temps.

B. L'effet de la vitesse de refroidissement

Sur les **figures (IV.10 , IV.11 , IV.12)** ci-dessous nous avons représenté l'effet de la vitesse de refroidissement sur le comportement électrochimique de l'acier X70 dans une solution d'acide chlorhydrique HCl 1M en fonction du temps après un chauffage à 700°C, 750°C et 800°C respectivement.

D'après ces résultats on peut constater que :

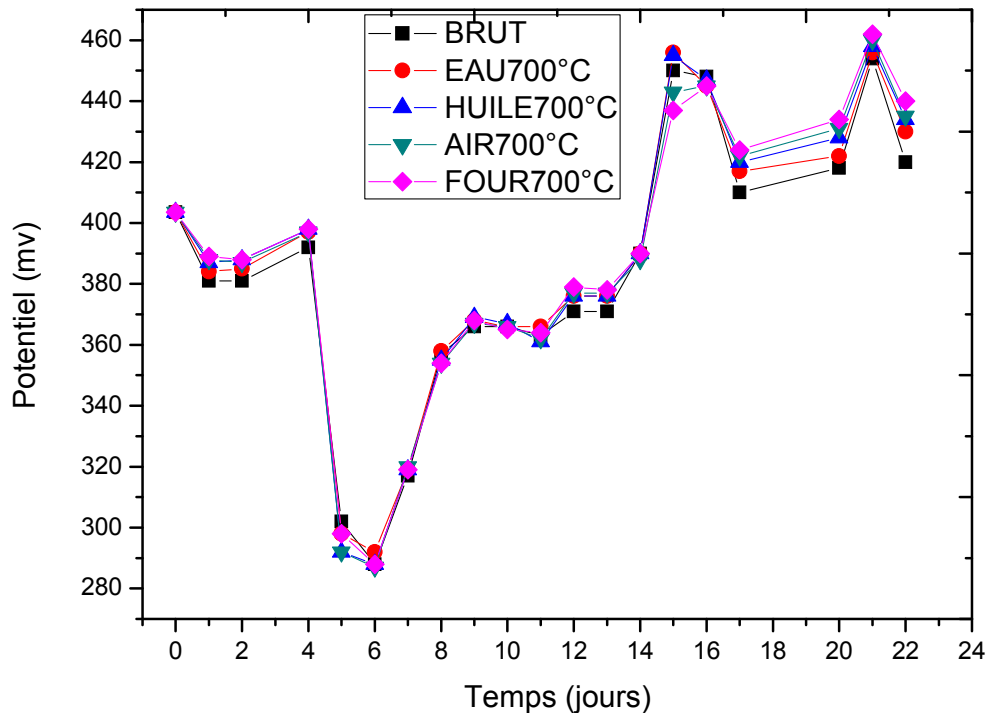


Figure IV.10 : L'évolution de V_{ORP} de l'électrolyte HCl (1M) contenant l'acier X70 chauffé à 700°C, puis refroidie dans (l'eau froide, l'huile, l'air et le four) en fonction du temps.

→ Les vitesses de refroidissement après le chauffage à 700°C et 750°C n'ont aucune influence sur le comportement électrochimique de l'acier X70 pendant les 23 jours d'immersion dans HCl (1M). Ainsi le même constat a été relevé pour l'échantillon refroidi au four après un chauffage à 800°C.

→ Contrairement à ceux refroidies dans l'eau froide, l'huile et l'air après le chauffage à 800°C puisque les courbes de la **figure IV.12** indiquent une baisse de potentiel dès le septième jour d'immersion.

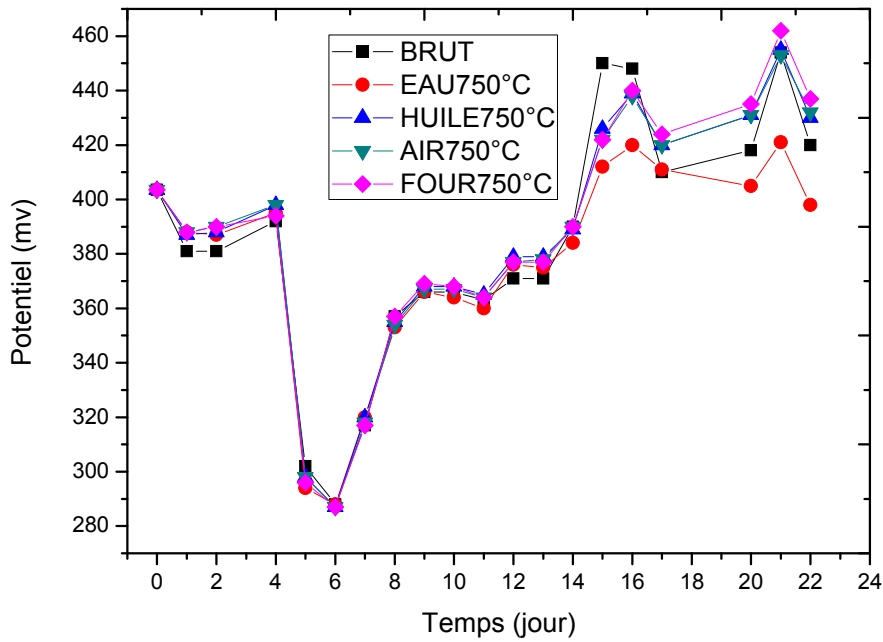


Figure IV.11 : L'évolution de V_{ORP} de l'électrolyte HCl (1M) contenant l'acier X70 chauffé à 750°C, puis refroidie dans (l'eau, l'huile, l'air et le four) en fonction du temps.

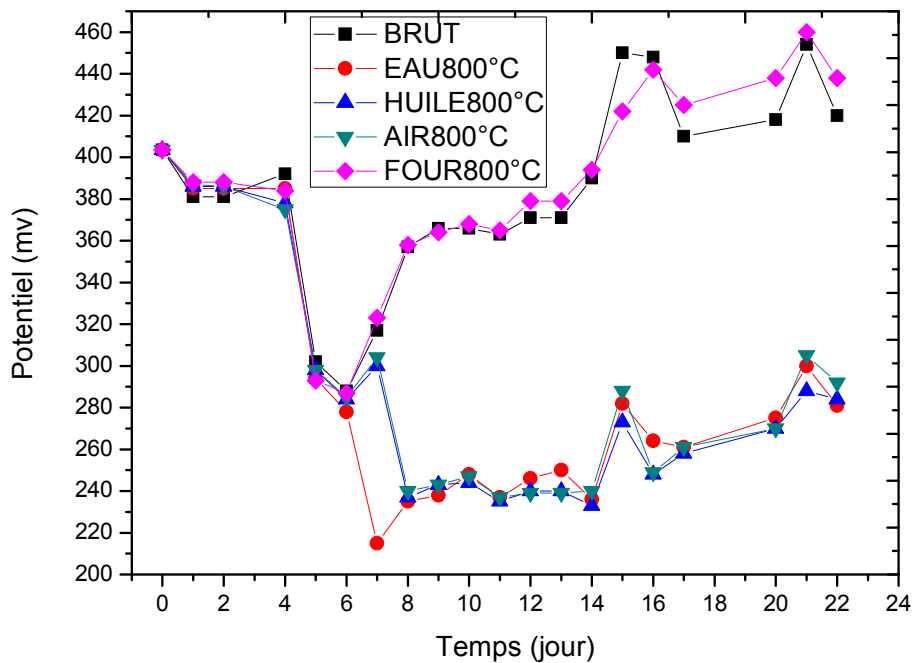


Figure IV.12 : L'évolution de V_{ORP} de l'électrolyte HCl (1M) contenant l'acier X70 chauffé à 800°C, puis refroidie dans (l'eau, l'huile, l'air et le four) en fonction du temps.

IV.3.2. Les mesures de la masse perdue (corrosion)

A. Les observations visuelles

Dans ce paragraphe nous décrivons l'ensemble des observations relevées sur les électrolytes et l'état de surface des échantillons lors des tests de corrosion.

→Le cinquième (5) jour, la solution vire au bleu turquoise (présence d'ions fer(II)) dans des échantillons chauffés à 800°C et refroidis à l'eau, à l'huile et à l'air. Au septième (7) jour, la couleur vire au brun moutarde (présence d'ions fer(III)), c'est-à-dire les jours où le potentiel d'oxydoréduction ORP a diminué.

→ Chaque jour, les échantillons noircissent, sauf ceux qui ont été refroidis au four.

→ Le septième (07) jour, la solution de l'échantillon à 750°C l'eau froide prene la couleur bleu turquoise. Mais la solution du reste des échantillons n'a pas changé de couleur.

→ Le neuvième (09) jour, un précipité rouge-brun apparaît dans les solutions : 800°C (eau + huile + air).

→ On a remarqué que le type de corrosion est par piqure sur certaines faces et uniforme sur d'autres du même échantillon (**figure III.15**).

→ Les solutions qui ont beaucoup diminué sont celles qui ont les échantillons 800°C (eau + huile + air), comme le montre la **figure IV.13** avec $V_0 = 200$ ml,

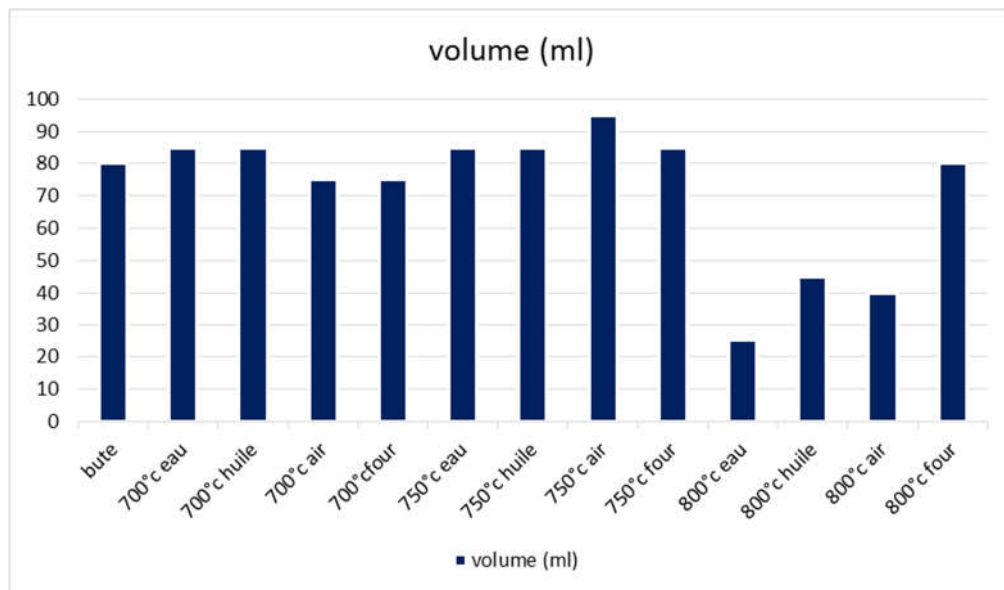


Figure IV.13 : Le volume des solutions le dernier jour (après 23 jours d'immersion)

B. Vitesse de corrosion

Après 23 jours d’immersion dans le HCl (1M) la vitesse de corrosion et l’épaisseur perdue ont été calculées et rapportés sur les **tableaux (IV.3) et (IV.4)** respectivement. Ces résultats ont été représentés sur Les **figures (IV.14) et (IV.15)** qui montrent l’effet des traitements thermiques sur la vitesse de corrosion et l’épaisseur de corrosion, respectivement, de l’acier X70 dans une solution d'acide chlorhydrique HCl de 1 M.

L’analyse de ces résultats nous a permet d’obtenir les constatations suivantes :

→ Pour la plus petite vitesse de refroidissement (refroidissement au four) nous avons noté que la vitesse de corrosion est plus basse que celle de l’échantillon de base, à noter aussi que la vitesse de corrosion à 700°C est supérieure à ceux de 800°C et 750°C qui sont presque identique avec une valeur de ($\approx 1,5 \times 10^{-6}$ (g/hmm²))

→ En ce qui concerne les échantillons refroidis à l’air ; la vitesse de corrosion de l’échantillon qui a été chauffé à 700°C est presque identique à celle de l’échantillon de base avec une valeur de ($\approx 3,4 \times 10^{-6}$ (g/hmm²)). Mais la vitesse de corrosion pour les deux autres échantillons est plus supérieure avec ($5,6 \times 10^{-6}$ (g/hmm²) pour 750°C et $4,01 \times 10^{-6}$ (g/hmm²) pour 800°C).

→ Les échantillons trempés dans l’huile indiquent une vitesse de corrosion croissante avec l’augmentation du chauffage et des valeurs qui ne sont pas trop loin de la vitesse de corrosion de l’échantillon de base.

→ Pour la grande vitesse de refroidissement on enregistre la plus grande valeur de la vitesse de corrosion ($5,93 \times 10^{-6}$ (g/hmm²)) de l’échantillon chauffé à 750°C. Tandis que les deux autres échantillons chauffés à 700°C et 800°C ont une vitesse de corrosion qui n’est pas trop loin de la vitesse de corrosion de l’échantillon de base.

Tableau IV.3 : Influence des traitements thermiques sur la vitesse de corrosion de l’acier X70 pendant 23 jours d’immersion dans HCl (1M)

Vitesse de corrosion (g/hxmm ²) (x10 ⁻⁶)			
Etat brut	3,374726128		
Après traitement thermique à 700°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Huile	Air	Four
2,925193604	2,513058308	3,418526993	2,294321561

Après traitement thermique à 750°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Huile	Air	Four
5,930314711	3,394790543	5,689149515	1,520253486
Après traitement thermique à 800°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Huile	Air	Four
3,761930835	3,940633469	4,012304215	1,526935419

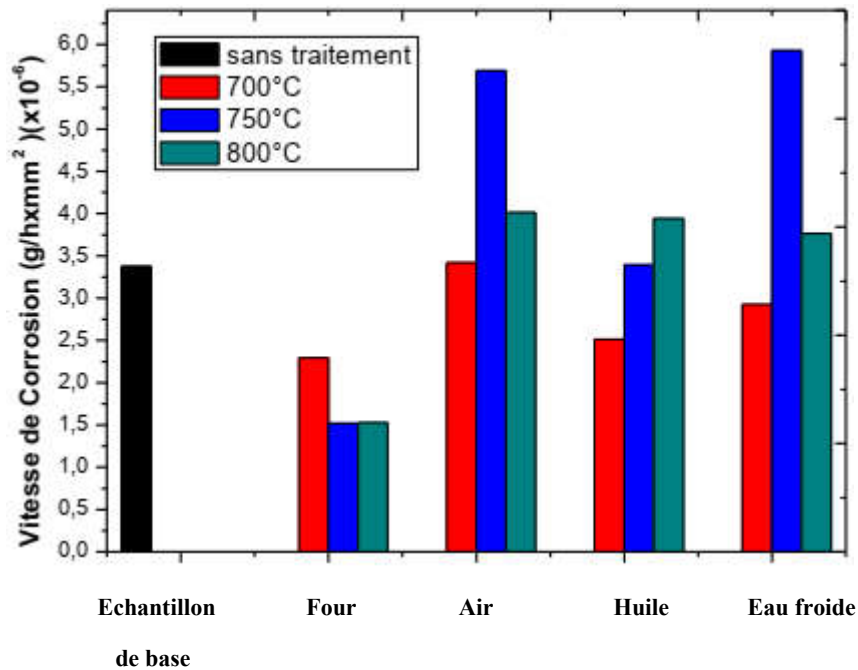


Figure IV.14 : Influence des traitements thermiques sur la vitesse de corrosion de l'acier X70 pendant 23 jours d'immersion dans HCl (1M)

Tableau IV.4 : Influence des traitements thermiques sur l'épaisseur perdue de l'acier X70 pendant 23 jours d'immersion dans HCl (1M)

Epaisseurs perdues (mm/an) (x10⁻⁶)			
Etat brut	376,5936418		
Après traitement thermique à 700°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Huile	Air	Four
326,429248	280,4380991	381,4814835	256,02875
Après traitement thermique à 750°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Huile	Air	Four

661,7777945	378,8326772	634,8656019	169,6486693
Après traitement thermique à 800°C puis refroidissement dans			
Eau froide	Huile	Air	Four
419,8027276	439,7445756	447,7424831	170,3943219

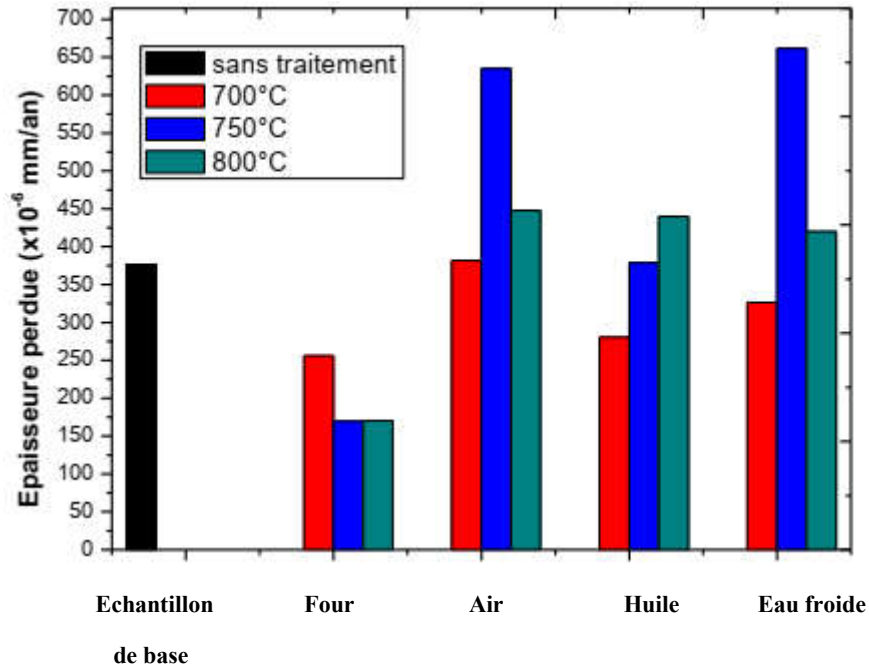


Figure IV.15 : Influence des traitements thermiques sur l'épaisseur perdue de l'acier X70 pendant 23 jours d'immersion dans HCl (1M)

IV.4. Caractérisation par spectrométrie infrarouge

1. Les produits d'oxydation

Suite aux traitements thermiques réalisées antérieurement, une couche métallique friable est apparue sur les surfaces de ces échantillons. Pour avoir une idée sur la nature de cette couche nous avons réalisé une analyse par spectrométrie infrarouge de la surface de ces échantillons et la comparé avec l'échantillon de base (sans traitement thermique) (figures IV (17, 18, 19)).

Ainsi, la fine couche résultante de l'échantillon chauffé à 800°C et trempé dans l'eau froide a été récupérée et analysé puis comparé avec la poudre de l'oxyde de fer III (Fe₂O₃) procuré du laboratoire de chimie (figure IV.20)

L'analyse de ces spectres nous a permis d'identifier les bandes d'absorption des principales fonctions suivantes :

→ Les deux bandes situées à 2853 et 2923 cm^{-1} correspondent à l'élongation de la liaison (C-H)

→ Une bande à 2350 cm^{-1} attribuée à l'élongation de CO_2

→ La liaison Fe-O peut être caractérisée par les deux bandes de vibration à 420 et 576 cm^{-1} [62] [63]

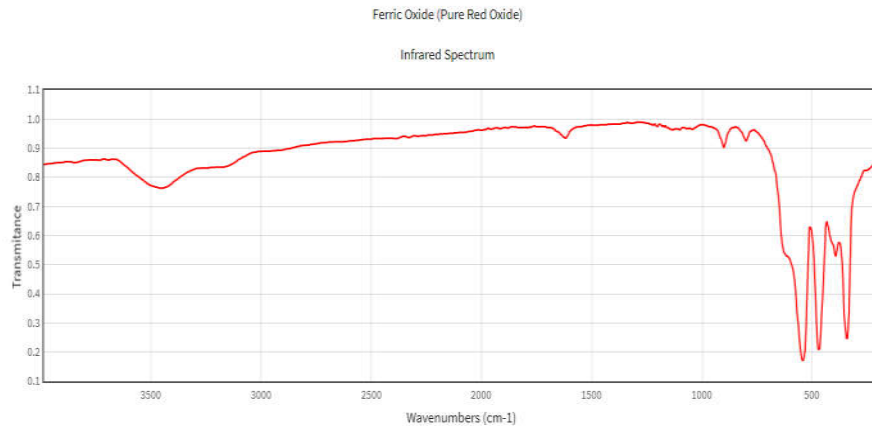


Figure IV.16 : Spectre infrarouge [63]

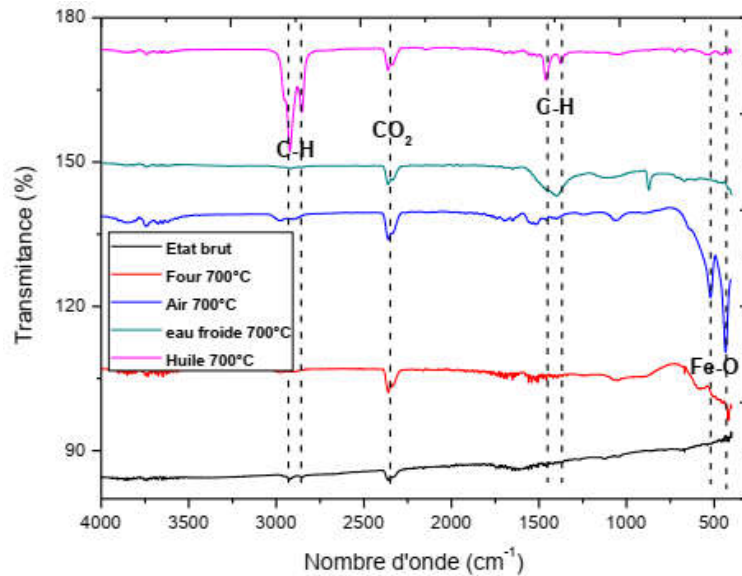


Figure IV.17 : Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 à l'état brut et avec refroidissement dans (l'eau froide, l'huile, l'air et le four) après un chauffage à 700°C.

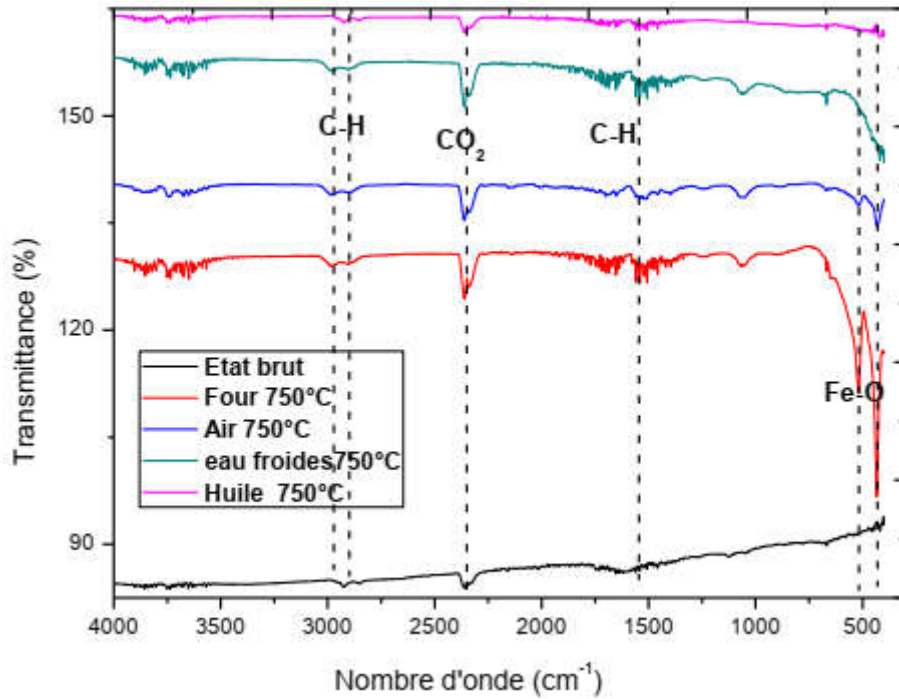


Figure IV.18 : Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 à l'état brut et avec refroidissement dans (l'eau froide, l'huile, l'air et le four) après un chauffage à 750°C.

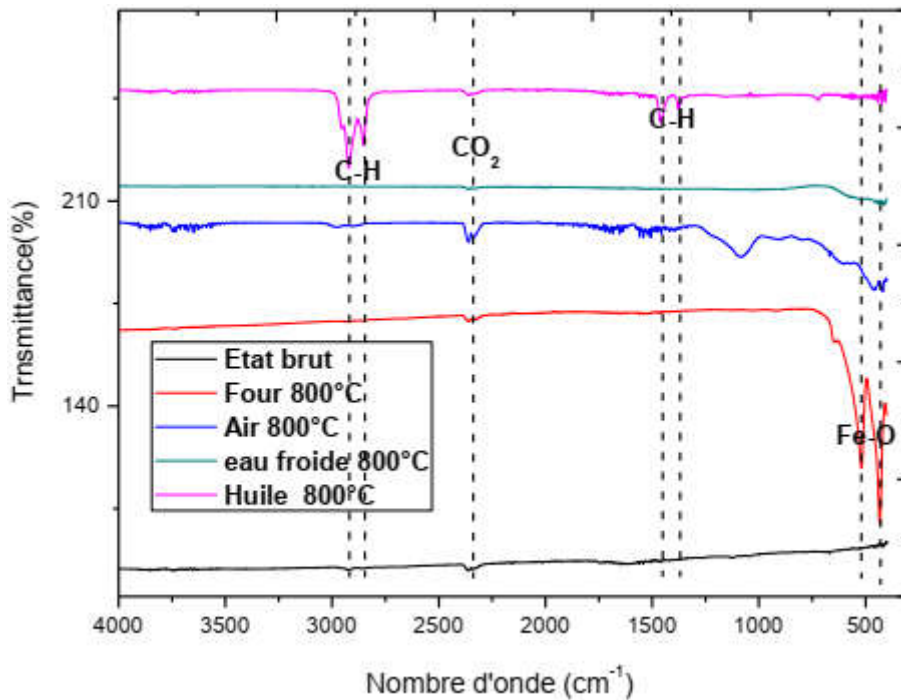


Figure IV.19 : Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 à l'état brut et avec refroidissement dans (l'eau froide, l'huile, l'air et le four) après un chauffage à 800°C.

→ On note une concordance parfaite entre les deux spectres de la **figure IV.20**

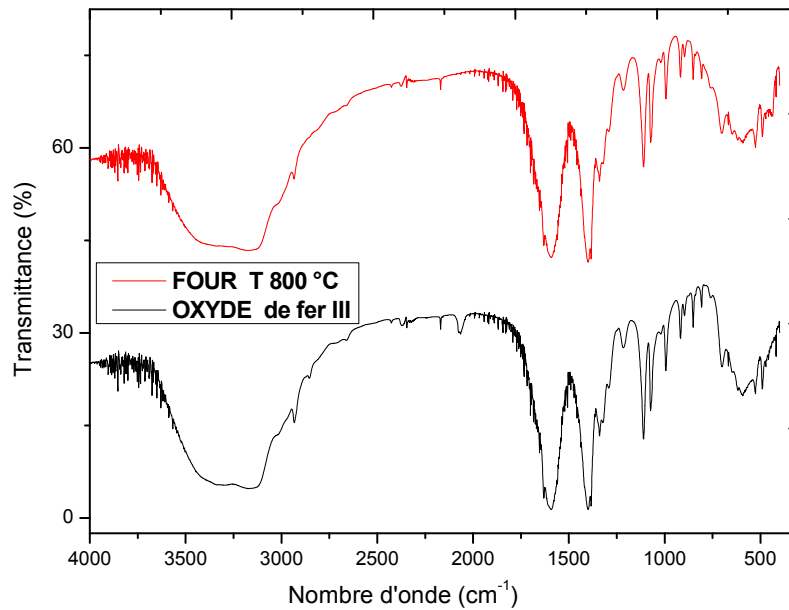


Figure IV.20 : Spectre infrarouge de la couche métallique de l'acier X70 issu du refroidissement dans le four après un chauffage à 800°C et de l'oxydes de fer III procuré du laboratoire.

2. Les produits de corrosion

Après l'étude électrochimique dans une solution chlorhydrique à (1 M) la surface des différents échantillons a été couverte des produits de corrosion après une immersion de 23 jours.

En conséquence pour mettre en évidence la nature de ces produits de corrosion nous avons réalisé une analyse de ces surfaces par spectrométrie infrarouge avant le nettoyage, représenté sur les **figures IV (21, 22, 23)**

L'analyse de ces courbes nous a permis de faire les observations suivantes :

→ La plupart des bandes ont été identifiées et regroupées dans le **(tableau IV.5)** ci-dessous et qui correspondent à des liaisons de fonctionnement des oxydes de fer résultantes des réactions d'oxydoréduction.

→ L'allure générale de tous ces courbes est presque identique la différence est notée au niveau de l'intensité des bandes.

→ Pour les échantillons chauffés à 700°C sont classé de manière suivante (four, air, état brut, huile et eau froide)

→ Pour les échantillons chauffés à 750°C sont classé de manière suivante (état brut, eau froide, air, huile et four)

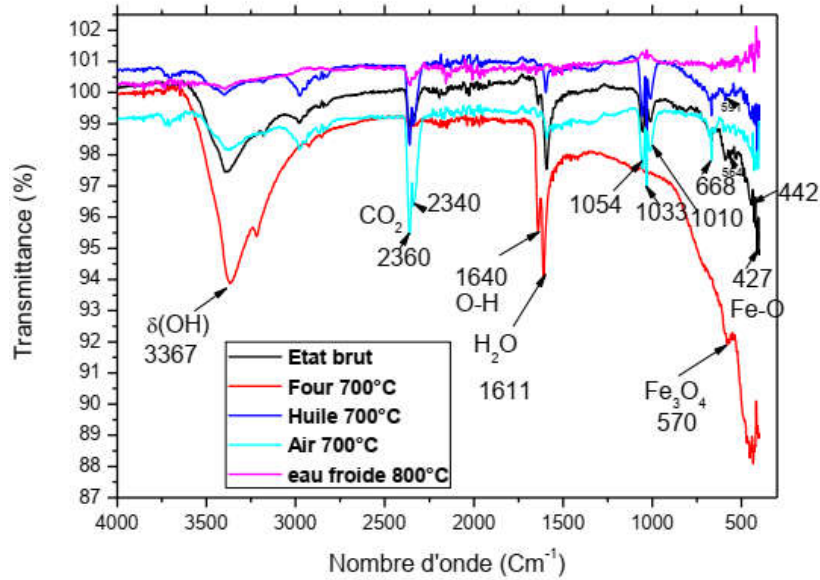


Figure IV.21 : Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 avec et sans traitement thermique à 700°C après immersion 23 jours dans HCl (1M).

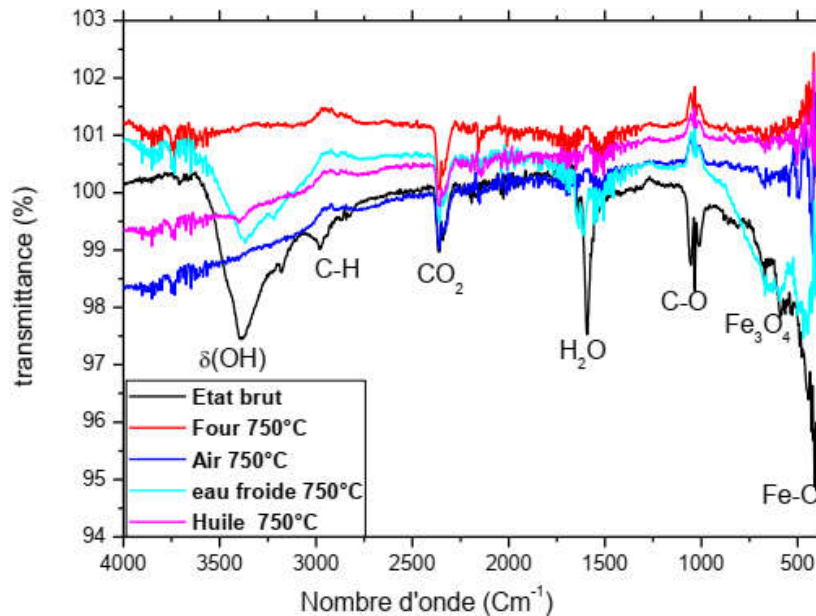


Figure IV.22 : Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 avec et sans traitement thermique à 750°C après immersion 23 jours dans HCl (1M).

→ Pour les échantillons chauffés à 800°C sont classé de manière suivante (huile, eau froide, état brut, four, et air).

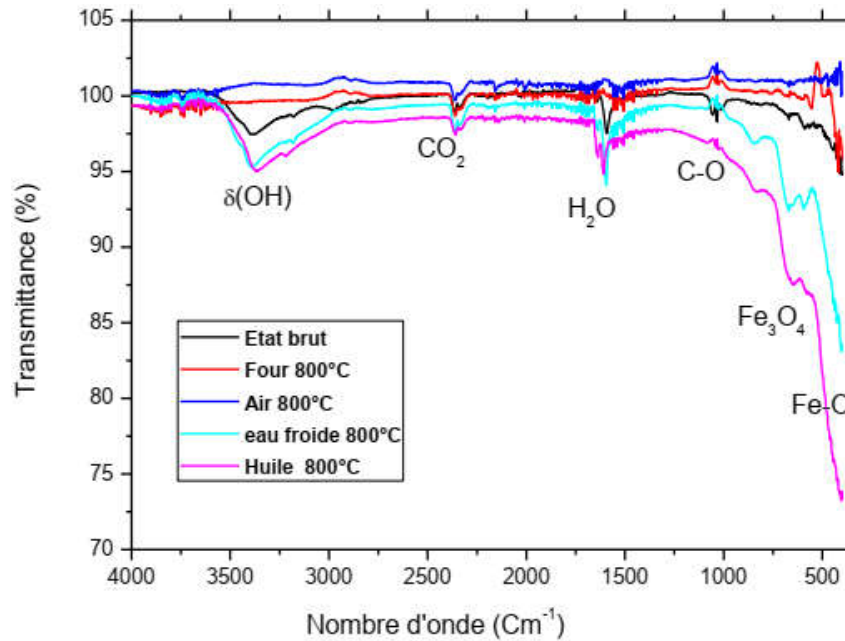


Figure IV.23 : Spectre infrarouge des surfaces de l'acier X70 avec et sans traitement thermique à 800°C après immersion 23 jours dans HCl (1M).

Tableau IV.5 : Regroupement des bandes identifiées après immersion 23 jours dans HCl (1M).

composé	Liaison	Bande d'absorption (cm ⁻¹)	Référence
H ₂ O	O-H Vibr d'élongation asymétrique	3440	[64]
	O-H vibr de cisaillement	1633	
CO ₂		2340	[65]
	C-H	2360	[66]
	C=O	1640 1611	[67]
	C-O	1054, 1033	[68]

Fe ₃ O ₄	Vibration Fe-O	570,583	[69]- [70]
Fe ₂ O ₃	Vibration Fe-O	420 et 576	[71]
α- Fe ₂ O ₃	Vibration d'elongation Fe ³⁺ - O ²⁻	552, 561	[72]
		442	[73]

Partie II : Discussion et interprétation des résultats

Notre échantillon de travail est un acier micro-alliés à faible pourcentage de carbone (0.054-0.087), dénommés X70 par la norme API 5L et utilisé principalement dans la fabrication des pipelines.

Dans le cadre de ce travail notre acier a subi divers traitements thermiques : un chauffage avec une vitesse de (2°C /seconde), un maintien pendant deux heures à (700°C, 750°C ou 800°C) puis un refroidissement rapide par trempe dans l'eau froide (160 °C/sec) ou dans l'huile (70°C/sec), refroidi à l'air (2°C/sec) ou dans le four (0,01 °C/sec).

On peut récapituler les résultats obtenu dans le paragraphe précédent de la manière suivante

- Le module de Young change peut avec les traitements thermiques effectués et d'une manière aléatoire.
- La microdureté HV_{0.3/10} augmente avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement
- La microdureté diminue avec l'augmentation de la vitesse de chauffage
- Les plus faibles vitesses de corrosion enregistré sont ceux des échantillons refroidît dans le four (très faible vitesse de refroidissement)

On peut expliquer ces résultats par la variation de la microstructure qui dépend fortement de la vitesse de refroidissement. Puisque à faible vitesse, le carbone et le fer peuvent diffuser librement (par germination et croissance). A plus grande vitesse de refroidissement, seul le carbone peut diffuser, la transformation est en partie displacive.

Les diverses études réalisées sur la variation de microstructure de l'acier X70 en fonction de la température de transformation montre que cet alliage se compose principalement de : ferrite proeutectoïde allotriomorphe (FPA) ferrite polygonale (PF), ferrite de Widmanstätten (WF), ferrite aciculaire (AF), bainite (B) et martensite (M) dans l'ordre des températures de transformation décroissantes [74 -75 -76].

D'autre part, une étude réalisée par R. Shukla et al [77] sur les propriétés thermo-mécanique de l'acier microallié, montre que l'augmentation de la vitesse de refroidissement donne des microstructures à faible taille de grain et une augmentation de la microdureté. Par contre l'augmentation de la vitesse de chauffage donne des gros grains et diminue la microdureté [77].

Pour la partie électrochimique nous avons constaté qu'il existe plusieurs paramètres qui il faut prendre en compte: l'état, la composition et la microstructure de la surface, le pH et la température de l'électrolyte.

En conséquence les résultats obtenus varient d'une manière aléatoire à l'exception des échantillons refroidie dans le four qui note les plus faibles vitesses de corrosion.

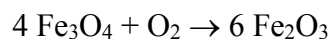
À cause probablement de leurs microstructures composées de gros grain ; donc moins de joint de grain qui sont considéré comme des emplacements idéales pour la formation des produits de corrosion

→ La fine couche d'oxyde résultante suite au traitement thermique ne peut être que l'oxyde de fer III.

En effet, à haute température nous avons la formation d'oxyde de fer (II), et puisque il est thermodynamiquement instable en dessous de 575 °C, quand on sort l'échantillon du four il se dismute en fer métallique et oxyde de fer (II,III) Fe₃O₄ [78]

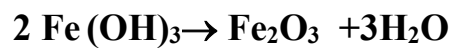
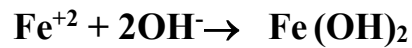
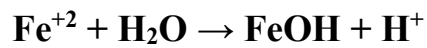
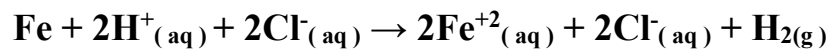
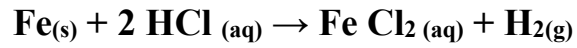


En présence d'oxygène:



→ L'analyse des produits de corrosion qui a révélé l'existence de plusieurs bandes fonctionnelles correspondant peut être aux oxydes Fe₃O₄, Fe₂O₃, et α -Fe₂O₃.

En effet les équations d'oxydoréduction ci-dessous expliquent les différentes réactions surfaciques entre la surface de l'acier et la solution. [79]



CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Depuis la deuxième révolution industrielle à la fin du XIX^e siècle, la demande à l'énergie dans le monde est devenue de plus en plus grandissante. Actuellement le pétrole et le gaz naturel fait partie des trois principales sources d'énergies utilisées dans le monde [80].

Pour transporter cette énergie à moindre cout un concept industriel de transport par pipeline en acier a été mise en œuvre pour la première fois par les russes. Depuis l'industrie des pipelines n'a pas cessé de se développer et faire des performances techniques et conomiques. En 2020, dans le monde, la longueur des pipelines est estimée à 2 000 000 (km), pour environ les deux tiers concernent les gazoducs, un tiers les oléoducs et marginalement les autres [81].

Cependant, les pipelines souffrent de sérieux problèmes en particulier la corrosion qui fragilise les zones soudées et les zones qui présentent des défauts structuraux et de fabrication. Et peut causer d'énormes dégâts.

De ce fait, l'objectif de ce travail est porté sur l'influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques élastiques de l'acier micro-allier X70 et sa résistance à la corrosion dans une solution chlorhydrique à (1M).

Ces traitements thermiques se compose d'un chauffage avec une vitesse de (2°C /seconde), un maintien pendant deux heures à une des températures choisie (700°C, 750°C ou 800°C) puis un refroidissement rapide par trempe dans l'eau froide ou dans l'huile, ou bien un refroidissement plus tranquille à l'air ou dans le four.

Ainsi, le comportement mécanique de ces échantillons a été étudié par des mesures de module de Young et des mesures de microdureté HV. Puis le comportement électrochimique a été mis en évidence par la technique de la perte de masse.

Ensuite, nous avons réalisé une petite caractérisation des produits d'oxydation et de corrosion par spectrométrie infrarouge.

L'analyse de l'ensemble des résultats obtenu, nous a permet de faire les constatations suivantes :

→ Le module de Young change peut avec les traitements thermiques effectués et d'une manière aléatoire.

→ La microdureté HV_{0.3/10} augmente avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement

- La microdureté diminue avec l'augmentation de la vitesse de chauffage
- Les plus faibles vitesses de corrosion enregistré sont ceux des échantillons refroidit dans le four (très faible vitesse de refroidissement)
- La fine couche d'oxyde résultante suite au traitement thermique ne peut être que l'oxyde de fer III.
- L'analyse des produits de corrosion qui a révélé l'existence de plusieurs bandes fonctionnelles correspondant peut être aux oxydes Fe_3O_4 , Fe_2O_3 , et $\alpha-Fe_2O_3$.

Perspective

Pour mieux cerner ce sujet complexe les résultats présenté dans ce travail nécessite plusieurs méthodes de caractérisation complémentaires comme :

- La diffraction à rayon X (DRX), qui permet d'étudier les différentes phases du matériau.
- Caractérisation par micrographies optiques ou par microscope électronique à balayage (MEB) pour mettre en évidence la microstructure obtenue suit aux traitements thermiques
- Dans le domaine de la corrosion, la spectroscopie d'impédance électrochimique (S I E) présente plusieurs avantages. Elle permet la détermination précise de la vitesse de corrosion même dans le cas où le métal est recouvert d'une couche protectrice.

Références

- [01] A. Belalia, A. Rahmani, M. Aberkane, Z. Azari, "Analyse de la dégradation en service d'un acier de gazoduc de nuance api 5l x52", Première Conférence Internationale de Mécanique – ICM2010, 23 et 24 novembre 2010, Laboratoire de Mécanique, Université Mentouri Constantine.
- [02] D. Neggaz, "Intitulé Optimisation des Méthodes de Réparation des Gazoducs", thèse de doctorat, Université des sciences et de la technologie d'Oran 'Mohamed Boudiaf', 2020
- [03] W. Boughaba, "Etude comparative du comportement à la corrosion de deux aciers HLE avec l'étude de l'influence de la température dans H₂SO₄", mémoire de master, université Badji Mokhtar- Annaba, 2018.
- [04] H. Dehdouh, A. Ziouche, A. Kouache, B. Idir, "L'influence du traitement thermique sur la corrosion du x60 et x70 aciers en milieu marin", Séminaire National, « Matériaux – Corrosion » 'SNMC2' Skikda – 27, 28 Novembre 2013
- [05] B. Hireche, H. Ferhat, "Etude de l'effet inhibiteur des huiles essentielles de Cyprès (Cupressus Sempervirens. L) sur la corrosion de l'acier X70 (sans et avec soudure)", Mémoire de Master, Université de Biskra, 2019
- [06] H. Berrekia, "Modélisation et comportement d'endommagement des tubes d'acier utilisés pour l'exploitation pétrolier", thèse de doctorat, Université des sciences et de la technologie d'Oran 'Mohamed Boudiaf', 2019
- [07] R. Seklal, O. Gadra, "Admissibilité des défauts dans les Gazoduc", mémoire de master, Centre Universitaire Belhadj Bouchaib d'Ain-Temouchent, 2020
- [08] O. Bouledroua, M. Ouled Mbereick, M. Hadj Meliani, "Qualification d'un Acier API 5L X70: Etude Expérimentale et Validation Numérique", Revue « Nature & Technologie». A- Sciences fondamentales et Engineering, n° 13/ Juin 2015. Pages 34-39
- [09] M. Ferhat ; Med. A. Djeridane ; H.A. benhorma, "inhibition de la CORROSION du joint de soudure de l'acier X70 en milieu H₂SO₄ 1N", Third International Conference on Energy, Materials, Applied Energetics and Pollution ICEMAEP2016, October 30-31, 2016, Constantine, Algeria
- [10] F. Hadjoui, "Etude du comportement en fatigue des aciers pour pipelines à différents grades", thèse de doctorat, Université Abou Bekr Belkaid – Tlemcen, 2013
- [11] Y. Benabdelmoumene, A. Chergui, "Analyse d'endommagement d'une fissure circonférentielle elliptique dans un pipeline API 5L X65 soumis aux chargement mixte (pression & moment), mémoire de master, Centre Universitaire Belhadj Bouchaib d'Ain-Temouchent, 2020

- [12] B. Nekkaa, “Intitulé Réparation d’un gazoduc corrodé par un système composite stratifié”, thèse de doctorat, Université des sciences et de la technologie d'Oran ‘Mohamed Boudiaf’, 2019
- [13] D. Zelmati, ” Etude des Propriétés Mécaniques et de la Ténacité du Polyéthylène Haute Densité Destiné au Revêtement des Pipelines de Gaz”, mémoire de Magister, Université Badji Mokhtar –Annaba.2005
- [14] B. Issasfa, ” Etude de l’endommagement, entretien et réparations des tubes de transport des hydrocarbures en utilisant des matériaux composites”, Mémoire de Magister, Université 08 Mai 45 de Guelma, 2010
- [15] R. Varisellaz, “Soudage, Eléments de conception de réalisation ‘’, Duodi, 1987.
- [16] A.Deliou, B. Bouchouicha, K. Belkaid, S. Boulkroune, M. Chaour, G. Slimani, ” étude de la résistance a la fatigue des aciers pour pipeline x70”, Research Center in Industry technologies CRTI, Cheraga, Algiers, 2018
- [17] S. Benarrache, H A. Benhorma, ” Effet des Traitements Thermiques sur la Formation et la Dissolution des Carbures et Nitrures dans le Cordon de Soudure de l’Acier X70”. RSSI, Vol. 03, No. 01, Décembre (2013) 13-19
- [18] محسن علي، "دراسة ميتالورجية لحام الفولاذ المستخدم في أنابيب النفط"، أطروحة ماجستير، المعهد العالي للعلوم التطبيقية والتكنولوجيا-سوريا، 2014
- [19] H.Granjon, “Bases métallurgiques de soudage ‘’, Publication du soudage et de ses applications, Paris ,1995.
- [20] N. Chérifi, “Effet du soudage par TIG sur l’aluminium industriel 1050A ‘’, Thèse Doctorat, Université de Biskra, 2015.
- [21] I.Djedid, ”étude sur les défaillances des aciers API-5LX60 pour pipeline cas de la ligne GZ1”, mémoire de master. Université Abou Bekr Belkaid – Tlemcen, 2013
- [22] H. Bouchelliga, ” Identification expérimentale des caractéristiques mécaniques de l’acier X70 D’ALFAPIPE”, mémoire de master, Université Badji Mokhtar Annaba, 2016
- [23] | S.Behissa, ” Contrôle de la qualité du revêtement tri-couche et anti-corrosif du pipe au niveau de l’entreprise ALFAPIPE (Ghardaïa)”, mémoire de master, Université de Ghardaïa, 2017
- [24] A.Remma, S.Bendara, ” Contrôle Qualité des Soudures de l’Acier X70 Réalisées par les Procédés SAW et SMAW”, mémoire de master, Université de Ghardaïa, 2021
- [25] L. S. Rakotondraibe, ” Etude d’un dispositif de protection cathodique des pipelines d’ambatovy alimenté par énergie solaire photovoltaïque”, Mémoire d’ingénieur Matériaux, Université D’Antananarivo, 2009

- [26] I.Morro, "Fragilisation par l'hydrogène gazeux d'un acier ferrite-perlitique de grade API X80", thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2009
- [27] T. Trung Luu, "déchirure ductile des aciers à haute résistance pour gazoducs (x100)", thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006.
- [28] La Fédération Française de l'Acier, "comment fabrique-t-on l'acier. FFA 2012
- [29] A. Boualem, B. Bailiche, "effet des propriétés mécaniques et des paramètres géométriques des patches en composites sur le comportement en rupture des pipelines", Mémoire de Master, Centre Universitaire Belhadj Bouchaib d'Ain Témouchent, 2015.
- [30] Q. Auzoux, "Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques influence de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire", Thèse de Doctorat, l'École Nationale Supérieure des Mines, Paris, 2004.
- [31] M. Zaoui, "Influence des traitements thermiques sur la rupture fragile des constructions soudées, cas des soudures épaisses", Thèse de Doctorat, Université Mentouri, Constantine, 2009.
- [32] N. Guelai et F. Boutarfif, "Comportements mécaniques Des aciers faiblement alliés avant et après cémentation", Mémoire de Master, Université de Tébessa, 2016
- [33] N. Cherifi, C. Bessah, "influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques d'un acier à outils pour travail à chaud (x38crmov5-1)", Mémoire de Master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2016
- [34] L. Hattali, Cours "M2104 – Mise en œuvre et comportement des matériaux", Université Paris Sud IUT Cachan, 2013.
- [35] A. Achouri, "Caractérisations mécaniques et structurelles d'un acier de construction des pipelines (API 5LX60)", Mémoire de Master, Université de Biskra, 2017
- [36] F. Bounab, "Évolutions microstructurales lors des traitements thermiques imposés à un acier faiblement allié (53MnSi4)", Mémoire de Master, Université de Biskra, 2013
- [37] J. I. Abassi, "Étude microstructurale d'un joint soudé par procédé SMAW d'acier X70", mémoire de master, Université Mohamed Khider de Biskra, 2020
- [38] L. Aussiel, "Méthodes de caractérisation des propriétés thermomécaniques d'un acier martensitique", Mémoire de Magister, école technologie supérieure, Québec, 2016
- [39] F. George, V. Vander, "TTT-Diagrams-Atlas of Time-Temperature Diagrams for Irons and Steels, ASM International, USA, 1991

- [40] R. Langevin, "guide d'auto-apprentissage pour les opérateurs en traitement thermique", PERFORM, Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2015
- [41] P. Hairy, "Les mécanismes de la trempe des aciers", www.CTIF.com
- [42] N. Rahimi, "Etude de l'influence du traitement thermique sur le comportement à l'usure d'un acier forgé", Mémoire de Master, Université Badji Mokhtar- Annaba, 2018
- [43] A. Debabi, M.N.Fetita, "Etude des caractéristiques mécaniques d'un joint de soudure après application d'un traitement thermique", Mémoire de Master, Université Mohamed Boudiaf - M'sila, 2018
- [44] F.Serbis, "traitements thermiques d'un acier microallié HSLA X70 évolution de la microstructure", Mémoire de Magister, Université Saad Dahlab de Blida, 2013
- [45] INERIS, "Canalisations de transport, Guide de détermination des mesures de protection propres aux bâtiments", Version 2 décembre 2016
- [46] B. Grosogeat, P. Colon, "La Corrosion", Université Médicale Virtuelle Francophone, 2010
- [47] N.Thuy Le, "Protection cathodique", INERIS DRA-PREV - 01/2008
- [48] T. Bellahcene, "Etude de la nocivité des défauts dans les canalisations sous environnement hydrogène, thèse de doctorat, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou
- [49] <https://www.pinterest.com/pin/118078821465005845/>
- [50] J.M. Djeghlaf, "La synergie entre l'ion iodure et un inhibiteur vert contre la corrosion de l'acier API 5LX70 en milieu HCl", mémoire de master, Université Mohamed Khider de Biskra, 2019
- [51] F. Abdelli, "Dimensionnement d'un système de protection cathodique pour un bac de stockage d'hydrocarbure", mémoire de master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2017
- [52] D. Bouzidi, "corrosion et protection cathodique des conduites souterraines", mémoire de la maîtrise en génie concentration en génie de l'environnement M.Eng, Université du Québec, 2011
- [53] S. Gastaud, "La protection cathodique des canalisations enterrées", TSM numéro 6 - 2012 - 107e année

- [54] R. Akkouche, ‘‘Corrosion des aciers dans les sols : mécanismes et cinétiques associés aux périodes transitoires d’humidification/séchage’’, thèse de doctorat, Université de La Rochelle, 2017
- [55] <https://www.sofranel.com/fr/mesures-des-constantes-elastiques>
- [56] M.Boucheffirat, ‘‘Analyse spectrale en contrôle non destructif par Ultrasons’’, mémoire de master, Université de Jijel.2019
- [57] G. Mayer, J.Gigon. Mesure par ultrasons des constantes élastiques des solides. J. Phys. Radium,1955, 16 (8-9), pp.704-706.
- [58] A. Hidouri, ‘‘cours de caractérisation des matériaux’’, Institut Supérieur des Etudes Technologiques de Gafsa, Tunisie.2018
- [59] M. Ben Amara, ‘‘Caractérisation mécanique d’un acier destiné au transport du CO₂ Supercritique’’, thèse de doctorat, Université de Lorraine, 2015. Français
- [60] M. Mehalli, E.Benamor, ‘‘Identification expérimentale des caractéristiques mécaniques de l’acier X70 D’ALFAPIPE’’, mémoire de master, Université Kasdi Merbah Ourgla.2020
- [61] .Dautet, ‘‘Cours de chimie de première période de PCSI chapitre11 - spectroscopie IR’’. Lycée général et technologique Jean Dautet La Rochelle
- [62] C. Yang, R. Yi and G. Gao, ‘‘Hydrothermal Synthesis and Characterization of Single-Crystalline α -Fe₂O₃ Nanocubes, Hindawi Publishing Corporation Journal of Nanomaterials Volume 2011.
- [63] <https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=B6004683&Units=SI&Mask=80#IR-Spec>
- [64] G. Wojciechowski and B. Brzezinski, ‘‘Formation of hydrogenbonded complexes of 3,3’,5,5’-tetrabromo-2,2’-biphenol with MTBD and triethylamine,’’ Journal of Molecular Structure, vol. 616, no. 1–3, pp. 67–71, 2002.
- [65] Grundy, W. M., Young, L. A., and Young, E. F., ‘‘Discovery of CO₂ ice and leading-trailing spectral asymmetry on the Uranian satellite Ariel’’, Icarus, **162**, p. 229, 2003
- [66] Nejad, M.S.; Khatami, M.; Bonjar, G.H.S. Extracellular Synthesis Gold Nanotriangles Using Biomass of Streptomyces microflavus. IET Nanobiotechnol. 2016, 10, 33–38
- [67] Ahmed, S.; Ahmad, M.; Swami, B.L.; Ikram, S. Green Synthesis of Silver Nanoparticles Using Azadirachta Indica Aqueous Leaf Extract. J. Radiat. Res. Appl. Sci. 2016, 9, 1–7

- [68] Khatami, M.; Mehnipor, R.; Poor, M.H.S.; Jouzani, G.S. Facile Biosynthesis of Silver Nanoparticles Using *Descurainia Sophia* and Evaluation of Their Antibacterial and Antifungal Properties. *J. Clust. Sci.* **2016**, *27*, 1601–1612
- [69] Arakha, M.; Pal, S.; Samantarrai, D.; Panigrahi, T.K.; Mallick, B.C.; Pramanik, K.; Mallick, B.; Jha, S. Antimicrobial Activity of Iron Oxide Nanoparticle Upon Modulation of Nanoparticle-Bacteria Interface. *Sci. Rep.* **2015**, *5*, 14813
- [70] Márquez, Teresa Campo, María Cotto, Ramón Polanco¹, Rolando Roque, Pedro Fierro, José María Sanz, Eduardo Elizalde, Carmen Morant ,”Soft Nanoscience Letters, Vol.1 No.2(2011), Article ID:4564,8 pages. Synthesis and Characterization of Monodisperse Magnetite Hollow Microspheres Francisco
- [71] Qin, Congren Yang, Ran Yi, and Guanhua Gao¹. Hindawi,” Hydrothermal Synthesis and Characterization of Single-Crystal line α -Fe₂O₃ NanocubesWenqing ‘’,Publishing Corporation Journal of Nanomaterials Volume 2011
- [72] Minhua Su a,b,n, Chun He c,d, Kaimin Shih ,”Facile synthesis of morphology and size-controlled α -Fe₂O₃ and Fe₃O₄ nano-and microstructures by hydrothermal”,solvothormal process: The roles of reaction medium and urea dose *j.ceramint.*2016.06.111.
- [73] S. Sobhanardakani, A. Jafari, R.Zandipak, A. Meidanchi,”Removal of heavy metal (Hg(II) and Cr(VI)) ions from aqueous solutions using Fe₂O₃@SiO₂ thin films as a novel adsorbent. *Process Safety and Environmental Protection* (2018)
- [74] E. Boucard, “Étude de l’influence de l’état métallurgique de l’austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone”. Thèse doctorat (2014).
- [75] S. Lubin , “Etude des mécanismes de la transformation de phase bainitique dans les aciers bas carbone”. Thèse doctorat (2009).
- [76] S. Yamamoto- H. Yokoyama-K. Yamada and M. Nlikura “ Effects of the Austenite Grain crystallized Austenite Region and Microstructure”. *ISIJ International*, Vol. 35 1995, No.8, pp.1020-1026.
- [77]] R. Shukla - S.K. Ghosh - D. Chakrabarti et S. Chatterjee,” Materials Microstructure, texture, property relationship in thermo-mechanically processed ultra-low carbon microalloyed steel for pipeline application ,*Science & Engineering A* 587 (2013) 201 –208

[78] E. J. W. Verwey, ‘‘Electronic Conduction of Magnetite (Fe₃O₄) and its Transition Point at Low Temperatures ‘’, Nature, vol. 144, 19 août 1939, p. 327-328

[79] G. Buxbaum, G. Pfaff, ‘‘ Industrial Inorganic Pigments » 3^e édition, Wiley-VCH 2005

[80] BP Statistical Review of world energy, BP, 11 juin 2019

[81] Alain Maire, Le transport par pipeline, 2ditions Technip, 2011, 303 p., P. 3-4

ANNEXE

Annexe

Module de Young et coefficient de Poisson

Tableau I : Valeurs mesurées de module de Young et coefficient de Poisson

Echantillon		e (mm)	$\tau_L \times 10^{-6}$ (s)	$V_L \times (10^6)$ (mm/s)	$\tau_t \times 10^{-6}$ (s)	$V_t \times (10^6)$ (mm/s)	E (GPa)	ν (%)
Etat brute		12,11	4,38	5,53	7,32	3,31	191,48	0,27
Après traitement thermique à 700°C puis	Eau froide	12,49	4,19	5,96	7,84	3,19	207,22	0,30
	Huile	12,06	4,07	5,93	7,68	3,14	202,05	0,30
	Air	12,08	4,07	5,94	7,28	3,32	220,06	0,27
	Four	12,17	4,10	5,94	7,68	3,17	205,11	0,30
Après traitement thermique à 750°C puis	Eau froide	7,51	2,95	5,09	4,62	3,25	191,80	0,16
	Huile	8,49	2,91	5,84	5,52	3,08	194,25	0,31
	Air	9,46	3,17	5,97	5,62	3,37	225,39	0,27
	Four	11,89	3,97	5,99	7,46	3,19	207,78	0,30
Après traitement thermique à 800°C puis	Eau froide	13,92	4,71	5,91	8,54	3,26	213,80	0,28
	Huile	13,93	4,71	5,92	8,7	3,20	208,12	0,29
	Air	13,76	4,61	5,97	8,36	3,29	218,03	0,28
	Four	12,01	3,99	6,02	7,12	3,37	227,12	0,27

L'évolution du potentiel de l'électrolyte en fonction du temps d'immersion

Tableau II : La suivie de la réaction de l'acierX70 avec l'acide chlorhydrique 1M

Echantillon	Après traitement thermique à 700°C puis				
	Etat brut	refroidissement dans			
$V_0=200$ ml			Eau froide	Air	Huile
$T \approx 25^\circ\text{C}$					
Temps d'immersion	ORP (mV)	ORP (mV)	ORP (mV)	ORP (mV)	ORP (mV)
Après 01 jour	381	384	388	387	389
Après 02 jours	381	385	387	388	388
Après 04 jours	392	397	397	398	398
Après 05 jours	302	298	292	292	298
Après 06 jours	288	292	287	288	288
Après 07 jours	317	319	320	319	319
Après 08 jours	357	358	354	355	354
Après 09 jours	366	368	367	369	368
Après 10 jours	366	366	366	367	365
Après 11 jours	363	366	362	361	364
Après 12 jours	371	376	377	376	379
Après 13 jours	371	376	377	376	378
Après 14 jours	390	390	388	390	390
Après 15 jours	450	456	443	455	437
Après 16 jours	448	445	445	447	445
Après 17 jours	410	417	422	420	424
Après 20 jours	418	422	431	428	434
Après 21 jours	454	456	460	458	462
Après 22 jours	420	430	435	434	440

Tableau III : La suivie de la réaction de l'acierX70 chauffé à 700°C et trempé à l'eau froide avec l'acide chlorhydrique 1M

Echantillon	Etat brut	Après traitement thermique à 750°C puis refroidissement dans			
		Eau froide	Air	Huile	Four
Temps d'immersion	ORP (mV)	ORP (mV)	ORP (mV)	ORP (mV)	ORP (mV)
Après 01 jour	381	388	388	387	388
Après 02 jours	381	387	390	388	390
Après 04 jours	392	395	398	398	394
Après 05 jours	302	294	298	298	296
Après 06 jours	288	288	287	287	287
Après 07 jours	317	320	318	320	317
Après 08 jours	357	353	354	355	357
Après 09 jours	366	366	367	368	369
Après 10 jours	366	364	367	368	368
Après 11 jours	363	360	364	365	364
Après 12 jours	371	376	377	379	377
Après 13 jours	371	375	378	379	377
Après 14 jours	390	384	390	389	390
Après 15 jours	450	412	422	426	422
Après 16 jours	448	420	438	439	440
Après 17 jours	410	411	420	420	424
Après 20 jours	418	405	431	431	435
Après 21 jours	454	421	453	455	462
Après 22 jours	420	398	432	430	437

Tableau IV : La suivie de la réaction de l'acier X70 chauffé à 700°C et trempé à l'huile avec l'acide chlorhydrique 1M

Echantillon	Etat brut	Après traitement thermique à 800°C puis refroidissement dans			
		Eau froide	Air	Huile	Four
Temps d'immersion	ORP (mV)	ORP (mV)	ORP (mV)	ORP (mV)	ORP (mV)
Après 01 jour	381	385	387	386	388
Après 02 jours	381	385	386	386	388
Après 04 jours	392	385	375	378	384
Après 05 jours	302	294	298	298	293
Après 06 jours	288	278	285	284	287
Après 07 jours	317	215	304	300	323
Après 08 jours	357	235	240	237	358
Après 09 jours	366	238	243	243	364
Après 10 jours	366	248	247	244	368
Après 11 jours	363	237	237	235	365
Après 12 jours	371	246	239	240	379
Après 13 jours	371	250	239	240	379
Après 14 jours	390	236	240	233	394
Après 15 jours	450	282	288	273	422
Après 16 jours	448	264	249	248	442
Après 17 jours	410	261	261	258	425
Après 20 jours	418	275	270	270	438
Après 21 jours	454	300	305	288	460
Après 22 jours	420	281	292	284	438

Tableau V : Les Tests de la masse perdue

N° Echant	désignation Ech	Surface mm ²	Mass e inti (g)	Masse final (g)	Δm (g)	Vitesse corr (g/hxmm ²)(x10 ⁻⁶)	epaisseurs_perdus (mm/an)
1	Etat brut	937,0594	15,6258	13,8802	1,7456	3,374726128	376,5936418
2	700° eau G	918,9284	14,9408	13,457	1,4838	2,925193604	326,429248
3	700° Huile	901,7392	14,614	13,3631	1,2509	2,513058308	280,4380991
4	700° a l'air	893,31	13,5593	11,8736	1,6857	3,418526993	381,4814835
5	700° Four	1137,9702	20,2603	18,8191	1,4412	2,294321561	256,02875
6	750° eau G	1322,974	20,3363	16,0055	4,3308	5,930314711	661,7777945
7	750° Huile	1236,496	20,2203	17,9032	2,3171	3,394790543	378,8326772
8	750° a l'air	1235,762	21,1514	17,2706	3,8808	5,689149515	634,8656019
9	750° Four	1062,585	18,0068	17,1151	0,8917	1,520253486	169,6486693
10	800° eau G	2144	50,1086	45,6564	4,4522	3,761930835	419,8027276
11	800° Huile	2120,6956	49,0981	44,4851	4,613	3,940633469	439,7445756
12	800° a l'air	2089,045	48,1335	43,5067	4,6268	4,012304215	447,7424831
13	800° Four	1223,56	21,8581	20,8268	1,0313	1,526935419	170,3943219

ملخص

يهدف هذا العمل إلى دراسة تطور الخصائص الميكانيكية لفولاذ X70 المستخدم في صناعة أنابيب نقل النفط بعد تعرضه لمعالجة حرارية عند: (800°C, 750°C, 700°C) ثم تبريده بأربعة سرعات مختلفة: (الماء البارد-الزيت-الهواء-الفرن)، وكذا خصائصه الكهروكيميائية (مقاومة التآكل) بعد الغمر في محلول حمضي من HCl 1M. لمتابعة هذه التطورات استعملنا تقنيات: طيف الأشعة تحت الحمراء FTIR، الذبذبات الصوتية، الصلادة وتقنية فقدان الكتلة. من النتائج المتحصل عليها تبين ما يلي: * تنخفض قيمة الصلادة Hv بزيادة درجات التسخين وتزيد بارتفاع سرعة التبريد * معامل يونغ E لم يتأثر كثيرا بعد المعالجة الحرارية * سرعة التآكل تزيد بداية من 750°C وتسجل أعلاها بالتبريد في الهواء وأصغرها بالتبريد في الفرن.

كلمات مفتاحية: API 5L X70 – خط انابيب – معالجة حرارية-التآكل

Résumé

Ce travail a pour objectif d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques de l'acier X70 utilisé dans la fabrication des pipelines après un traitement thermique à : 800°C, 750°C, 700°C) puis refroidi à quatre vitesses différentes : (eau froide - huile - air - four), ainsi que ses propriétés électrochimiques (résistance à la corrosion) après immersion dans une solution acide d'HCl 1M. Les techniques utilisées sont : la spectroscopie FTIR, la microdureté et ultrason, ainsi que la perte de masse. **Les résultats obtenus** montrer que : * La valeur de la microdureté Hv diminue avec l'augmentation des degrés de chauffe et augmente avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement * Le module d'Young E n'est pas beaucoup affecté après le traitement thermique * La vitesse de corrosion augmente à partir de 750°C et la plus grande est enregistré par refroidissement à l'air et a plus petite par refroidissement dans le four.

Mots clés : API 5L X70 - pipeline - traitement thermique - corrosion

Abstract

This work aims to study the development mechanical properties of steel X70 used in the manufacture of pipelines after being heat treated at: 800°C, 750°C, 700°C) and then cooled at four different speeds: (cold water- oil - air- oven), As well as corrosion resistance after immersion in an acidic solution of HCl 1M. To follow these developments, we used: FTIR, ultrasound, hardness and mass loss method. **The results obtained** are: * The value of the microhardness Hv decreases with increasing heating degrees and increases with increasing cooling speed. * Young's modulus E was not affected much after heat treatment * Corrosion speed increases starting from 750°C and the highest is recorded by cooling in the air and the smallest by cooling in the oven.

Keywords: API 5L X70 - pipeline - heat treatment - corrosion