

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة عمار تليجي - الأغواط -

UNIVERSITE AMAR TELIDJI-LAGHOUAT-

Faculté de TECHNOLOGIE



THESE

Présentée pour l'obtention du **grade de DOCTEUR EN SCIENCES**

En : GENIE MECANIQUE

Spécialité :

Par : NOUREDDINE Moustafa

Sujet

EFFETS DES FACTEURS METALLURGIQUES ET ENVIRONNEMENTAUX SUR LES CORDONS DE SOUDURES DES ACIERS HSLA X70 ET X52

Soutenue publiquement, le 25/11/2020, devant le jury composé de :

Mr. BENALIA Mokhtar	Professeur	Univ. Laghouat	Président
Mr. ALLAOUI Omar	Professeur	Univ. Laghouat	Directeur de thèse
Mr. ZIDELMEL Sami	MCA	Univ. Laghouat	Examineur 1
Mr. BENHORMA H. A.	Professeur	Univ. Laghouat	Examineur 2
Mr. ALLAOUI L. A.	MCA	ENS Laghouat	Examineur 3
Mr. AISSAT Sahraoui	MCA	Univ. Tيارت	Examineur 3

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Abstract

The aim of this work is to study the effect of tempering on the corrosion behavior of X70 and X52 HSLA (high-strength low alloy) steel weldments in aerated solution of 1M sulfuric acid and in aerated solution of 1M sodium hydroxide. Two different temperatures, 450 °C and 650 °C, were selected to investigate the tempering effect on samples used in this study. Through the results obtained from microstructural characterization, tensile tests, microhardness tests, and potentiodynamic tests, it was observed that the mechanical properties were optimal after tempering. Additionally, the polarization resistance increased after tempering by reduction of factors that induce corrosion, such as residual stress. Electrochemical impedance spectroscopy was also performed to clear the mechanism and kinetics of corrosion.

Keywords: Corrosion, Tempering, HAZ, X52, X70, Electrochemical polarization, EIS.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet du revenu sur le comportement à la corrosion des soudures en aciers X70 et X52 HSLA (acier à haute limite élastique) dans une solution aérée d'acide sulfurique 1M et dans une solution aérée d'hydroxyde de sodium 1M. Deux températures différentes, 450 ° C et 650 ° C, ont été sélectionnées pour étudier l'effet de revenu sur les échantillons utilisés dans cette étude. Grâce aux résultats obtenus à partir de la caractérisation microstructurale, mécaniques et des essais électrochimiques, il a été observé que les propriétés mécaniques étaient optimales après revenu. De plus, la résistance à la polarisation a augmenté après le revenu en réduisant les facteurs qui induisent la corrosion, tels que les contraintes résiduelles.

Mots clés : Corrosion, revenu, HAZ, X70, X52, polarisation électrochimique, EIS.

نبذة مختصرة

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير التقسية على سلوك التآكل لحامات فولاذية X70 HSLA و X52 (سبيكة عالية القوة) في محلول حمض الكبريتيك المهبوبتركيز 1مول في اللتر و في محلول هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 1 مول في اللتر. تم اختيار درجتي حرارة مختلفتين ، 450 درجة مئوية و 650 درجة مئوية ، للتحقق من تأثير التقسية على العينات المستخدمة في هذه الدراسة. من خلال النتائج التي تم الحصول عليها من توصيف البنية المجهرية واختبارات الشد واختبارات الصلابة الدقيقة واختبارات الجهد الديناميكي ، لوحظ أن الخصائص الميكانيكية كانت مثالية بعد التقسية. بالإضافة إلى ذلك ، زادت مقاومة الاستقطاب بعد التقليل عن طريق تقليل العوامل التي تسبب التآكل ، مثل الإجهاد المتبقي. كما تم إجراء التحليل الطيفي للمعاوقة الكهروكيميائية لمسح آلية وحركية التآكل.

الكلمات المفتاحية: التآكل ، التقسية ، HAZ ، X70 ، X52 ، الاستقطاب الكهروكيميائي ، EIS.

Liste des abréviations

HSLA: (High Strength Low Alloy) Haute limite élastique

TMCP: (Thermomechanical Controlled Processing) Traitement thermomécanique contrôlé

AcC : (Accelerated Cooling) Refroidissement accéléré

ZAT: Zone Affectée Thermiquement

TTM : Traitement Thermomécanique

SCC: (Stress Corrosion Cracking) Corrosion sous contrainte

Red-Ox: Réduction-Oxydation

PRCI: (Pipeline Research Council International)

PC : Protection Cathodique

MF : Métal fondu

MB : Métal de base

ECS : Electrode au calomel saturé

ENH : Electrode normale à hydrogène

OCP : (Open circuit potential) Potentiel de corrosion à l'abandon

EIS : (Electrochemical impedance spectroscopy) Spectroscopie d'impédance électrochimique

M-A : Composé martensite-austénite

CGHAZ : Zone affectée thermiquement à gros grains

TV : Traitement de vieillissement

MEB : Microscope électronique à balayage

ST : Sans traitement

Liste des symboles

α : Ferrite

γ : Austénite

I_a : Courant anodique

I_c : Courant cathodique

E_{corr} : Potentiel de corrosion

I_{corr} : Courant de corrosion

$\%_{absolu}$: La teneur (massique) en eau du sol.

m_{humid} : La masse de l'échantillon de sol dont on veut connaître la teneur en eau.

$m_{sèche}$: La masse de l'échantillon de sol après séchage complet

V_{corr} : La vitesse de corrosion

k : Coefficient de transfert de masse

C_W : La concentration des espèces à la paroi métallique

C_B : La concentration des espèces dans le fluide

Re : Nombre de Reynolds

Sc : Nombre de Schmidt

Sh : Nombre de Sherwood

v : Vitesse du fluide

ν : Viscosité cinématique

D : Coefficient de diffusion

E_{Redox} : Le potentiel du couple Ox/Red

E^0 : Le potentiel standard du couple Ox/Red

R : La constante des gaz parfaits

T : La température en K

N : Le nombre d'électron impliqués dans la réaction

F : La constante de Faraday

$[Red]$: L'activité des ions réducteurs

$[Ox]$: L'activité des ions oxydants

α_A : Coefficient de transfert de charge associé à la réaction anodique

t : Temps

i : la densité de courant (mA/cm²),

i_{corr} : La densité du courant de corrosion (mA/cm²),

E : potentiel imposé à l'électrode de travail par rapport à l'électrode de référence (mV),

E_{corr} : Le potentiel de corrosion du métal (mV),

b_c et b_a : sont respectivement les pentes de Tafel cathodique et anodique

R_p : Résistance de polarisation

R_s : Résistance de solution

W : Impédance de Warburg

Sommaire

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre 1.....	3
1. Les aciers à haute limite élastique	3
1.1. Définition	4
1.2. Les aciers HSLA catégories et caractéristiques.....	4
1.2.1. Les aciers HSLA résistants à la corrosion atmosphérique	4
1.2.2. Les aciers microalliés ferrito-perlitique	5
1.2.3. Les aciers perlitiques de construction	6
1.2.4. Les aciers de ferrite aciculaire	7
1.2.5. Les aciers à double phase (dual phase)	9
1.2.6. Les aciers de forme d'inclusion contrôlé	9
1.3. Propriétés des aciers HSLA	9
1.3.1. Éléments de microalliage	9
1.3.2. Composés : carbures, nitrures, oxydes.....	10
1.3.3. Précipitation.....	11
1.3.4. Propriétés propres à chaque élément.....	11
1.3.5. L'effet des éléments de microalliage sur les propriétés.....	12
1.3.6. Autres dispersoïdes.....	19
1.4. Corrosion des cordons de soudure des aciers au carbone	22
1.4.1. Corrosion des pipelines	23
1.4.2. Causes de la corrosion des pipelines.....	23
Chapitre 2.....	24
2. Corrosion des aciers.....	26
2.1. Définition de la corrosion	26
2.2. Le contrôle électrochimique de la corrosion	28
2.3. Les paramètres environnementaux influant sur la corrosivité du sol.....	30
2.3.1. Les paramètres directs.....	31
2.3.2. Les paramètres électrochimiques	45
Chapitre 3.....	48
3.1. Matériaux utilisés.....	48

Sommaire

3.2. Traitements thermiques	49
3.3. Caractérisation microstructurale	51
3.4. Essais mécaniques.....	52
3.4.1. Essais de traction.....	52
3.4.2. Essais de dureté	53
3.4.3. Essai de résilience.....	54
3.5. Tests électrochimiques	56
3.5.1. Méthode De Polarisation Potentiodynamique.....	57
3.5.2. Mesure du potentiel de corrosion à l'abandon (OCP).....	58
3.5.4. Spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS).....	58
Chapitre 4	60
4.1. Caractérisation chimique	60
4.2. Caractérisation microstructurale	62
4.2.1. Microstructure du cordon de soudure sans traitement thermique	62
4.2.2. Microstructure du cordon de soudure après revenu.....	64
4.3. Caractérisation mécanique	65
4.3.1. Essais de traction.....	69
4.3.2. Effet de vieillissement.....	70
Effet du traitement de vieillissement sur les propriétés mécaniques de l'acier X70 étudié	70
Effet du traitement de vieillissement sur les propriétés mécaniques du cordon soudé de l'acier X70.....	71
Effet du traitement de vieillissement sur le comportement mécanique d'un cordon de soudure de l'acier X70 revenu à 450 °C	72
Effet du traitement de vieillissement le comportement mécanique du cordon de soudure revenu à 650 °C.....	74
4.3.3. Essais de dureté	75
4.3.4. Essais de résilience	77
4.4. Etude fractographique par le (MEB) :	79
4.4.1. Fractographies des éprouvettes bruts	79
4.4.2. Fractographies des éprouvettes soudées sans traitement thermique.....	79
4.4.3. Fractographies des éprouvettes soudées et recuit à 450 °C	80
4.4.4. Fractographies des éprouvettes soudées et recuit à 650 °C	81
4.5. Caractérisation électrochimique	82
4.5.1. Immersion d'un acier X70 dans une solution acide (H ₂ SO ₄ , 1M).....	83

Sommaire

4.5.2. Immersion d'un acier X70 dans une solution basique (NaOH, 1M)	86
4.5.3. Immersion d'un acier X52 dans une solution acide (H ₂ SO ₄ , 1M).....	89
4.5.4. Immersion d'un acier X52 dans une solution basique (NaOH, 1M)	90
4.6. Spectroscopie d'impédance électrochimique.....	91
4.6.1. Immersion d'un acier X70 dans une solution acide (H ₂ SO ₄ , 1M).....	91
4.6.2. Immersion d'un acier X70 dans une solution d'hydroxyde de sodium 1M.....	93
4.6.3. Immersion d'un acier X52 dans une solution acide (H ₂ SO ₄ , 1M).....	95
4.6.4. Immersion Dans une solution d'hydroxyde de sodium 1M.....	96
Conclusion générale	102
Références	103

Liste des figures

Figure 1.1. Effet de l'addition des éléments d'alliage sur la limite d'élasticité.....	6
Figure 1.2. La résilience et la limite d'élasticité d'un acier laminé de 25 mm à une structure bainitique à ultra bas carbone.	7
Figure 1.3. Durcissement en fonction de la taille et de la quantité des précipités	12
Figure 1.4. Intérêt de la combinaison de deux éléments de microalliage pour le durcissement [4].....	13
Figure 1.5. Influence combinée de l'affinement du grain et de la précipitation sur la limite d'élasticité et la température de transition.....	15
Figure 1.6. Dureté sous cordon et fissuration d'un acier microallié	16
Figure 1.7. Influence d'une addition de niobium ou de vanadium sur les propriétés. 17 mécaniques des zones affectées par la chaleur (ZAT).....	17
Figure 1.8. Influence du revenu sur les propriétés mécaniques des ZATs	18
Figure 1.9. Influence de la présence de TiN sur la résilience Charpy V à -20 °C en fonction de la distance de l'entaille à la ligne de fusion (soudure sous flux)	19
Figure 1.10. Nucléation de lamelles de ferrite sur des particules d'oxyde de titane, Éprouvette trempée à partir de 600 °C en cours de refroidissement pendant un cycle thermique de simulation.....	20
Figure 1.11. Influence de TiO sur la température de transition Charpy V en fonction du pic de température de la zone affectée par la chaleur (ZAT).....	21
Figure 2.1. Définition du potentiel de corrosion	27
Figure 2.2. Étapes réactionnelles lors de la corrosion d'un métal en milieu liquide ..	28
Figure 2.3. Les trois phases d'un sol.....	30
Figure 2.4. Effet de la teneur en eau sur les classes de corrosivité du sol	35
Figure 2.5. Vitesse de corrosion et résistivité de sol.....	39

Sommaire

Figure 2.6. Vitesse de corrosion et potentiel d'abandon.....	46
Figure 3.1. Conception du joint soudé	53
Figure 3.2. Illustration du processus de traitement thermique.....	54
Figure 3.3. Illustration du traitement thermique de vieillissement	55
Figure 3.4. Eprouvette de de traction retirée du pipeline X70, l'axe de chargement est perpendiculaire au cordon de soudure et le renfort de soudure est laissé intact	56
Figure 3.5. Représentation schématique de la ligne de microdureté	58
Figure 3.6. Forme de l'éprouvette de résilience et la position de l'entaille	59
Figure 3.7. Les éprouvettes pour l'essai de résilience normalisées	59
Figure 3.8. Les électrodes utilisées dans les tests électrochimiques.	60
Figure 3.9. Potentiostat/galvanostat de type voltalab pgz 301.....	61
Figure 4.1. Micrographies optiques des trois zones de soudure pour l'échantillon tel que reçu.....	68
Figure 4.2. Microstructure du cordon de soudure sans traitement thermique en trois zones, métal de base (BM), zone affectée thermiquement (ZAT) et métal de soudure (MF).....	69
Figure 4.3. Micrographies optiques des trois zones du cordon de soudure pour l'échantillon revenu à 450 ° C	71
Figure 4.4. Microstructure du cordon de soudure revenu à 450 ° C en trois zones, Métal de base (MB), Zone affectée thermiquement (ZAT) et Métal fondu (MF)	72
Figure 4.5. Micrographies optiques des trois zones de soudure pour l'échantillon revenu à 650 ° C	72
Figure 4.6. Microstructure du cordon de soudure revenu à 650 ° C en trois zones, Métal de base (MB), Zone affectée thermiquement (ZAT) et Métal fondu (MF)	74
Figure 4.7. Courbes contrainte-déformation pour l'acier X-70 soudé et revenu, à différentes températures de revenu	75
Figure 4.8 Courbes de traction des éprouvettes bruts, avant et après le traitement de vieillissement.	76
Figure 4.9 Courbes de traction des éprouvettes soudées sans traitement thermique, avant et après le traitement de vieillissement.	77

Sommaire

Figure 4.10 Courbes de traction des éprouvettes soudées et revenues à 450 °C avant et après le traitement de vieillissement	78
Figure 4.11 Courbes de traction des éprouvettes soudées et revenues à 650 °C, avant et après le traitement de vieillissement.	80
Figure 4.12. Courbe de traction pour les quatre éprouvettes après le traitement de vieillissement	81
Figure 4.13. Illustration des zones de mesure de dureté dans le cordon de soudure ..	82
Figure 4.14. Micro-dureté à travers le cordon de soudure de l'acier X-70 étudié	83
Figure 4.15. Fractographies des éprouvettes bruts, a) avant et b) après le traitement de vieillissement	85
Figure 4.16. Fractographies des éprouvettes soudée sans traitement thermique, a) avant et b) après le traitement de vieillissement.....	86
Figure 4.17. Fractographies des éprouvettes soudée et revenu à 450 °C, a) avant et b) après le traitement de vieillissement.....	87
Figure 4.18. Fractographies des éprouvettes soudée et revenu à 650 °C, a) avant et b) après le traitement de vieillissement.....	88
Figure 4.19. Courbes de polarisation potentiodynamique des échantillons revenus avec l'échantillon reçu dans une solution acide (1 M H ₂ SO ₄ , pH 1,7).....	90
Figure 4.20. Courbe de Polarisation pour différentes températures de revenu de l'acier X70, dans une solution d'acide sulfurique 1M.	91
Figure 4.21. Courbe de Polarisation et droites de Tafel pour échantillon ST de l'acier X70, dans une solution NaOH de concentration 1M/L.....	92
Figure 4.22. Courbe de Polarisation et droites de Tafel pour échantillon revenu à 450°C de l'acier X70, dans une solution NaOH de concentration 1M/L.....	93
Figure 4.23. Courbe de Polarisation et droites de Tafel pour échantillon revenu à 650°C de l'acier X70, dans une solution NaOH de concentration 1M/L.....	94
Figure 4.24. Courbe de Polarisation pour différentes températures de revenu de l'acier X70, dans une solution d'hydroxyde de sodium 1M.	95
Figure 4.25. Courbe de Polarisation pour différentes températures de revenu de l'acier X52, dans une solution acide (H ₂ SO ₄ , 1M).	95
Figure 4.26. Courbe de Polarisation pour différentes températures de revenu de l'acier X52, dans une solution d'hydroxyde de sodium 1M.	96

Sommaire

Fig 4.27. Diagrammes de Nyquist mesurés sur les trois échantillons étudiés de l'acier X70 au potentiel de circuit ouvert.....	96
Fig 4.28. Diagramme de magnitude démontrant la dépendance temporelle de l'impédance électrochimique pour les échantillons étudiés	97
Fig.4.29. Diagramme de Bode pour les trois échantillons étudiés	99
Figure 4.30. Modèle de circuit électrique équivalent simulant l'interface métal corrosif / électrolyte pour les trois échantillons étudiés	99
Figure 4.31. Diagramme de Nyquist pour les trois échantillons étudiés dans une solution basique	101
Figure 4.32. Circuit équivalent du diagramme de Nyquist illustré dans la figure 4.32	101
Figure 4.33. Diagramme de Nyquist pour les trois échantillons étudiés dans une solution acide	102
Figure 4.34. Circuit équivalent du diagramme de Nyquist illustré dans la figure 4.33	102
Figure 4.35. Diagramme de Nyquist pour les trois échantillons étudiés dans une solution basique	103
Figure 4.36. Circuit équivalent du diagramme de Nyquist illustré dans la figure 4.35	104



INTRODUCTION GENERALE



Introduction générale

Les pipelines de transport de gaz et de pétrole sont exposés à plusieurs facteurs métallurgiques (effets de soudage), mécaniques (contraintes internes et externes) et environnementaux (corrosion). Ces facteurs peuvent provoquer des défauts qui altèrent la résistance à la rupture du pipeline dans la zone du joint de soudure. Le cycle de chauffage et de refroidissement qui se produit pendant le processus de soudage affecte la microstructure et les propriétés mécaniques des soudures et du métal de base adjacent. Par conséquent, la résistance à la corrosion des soudures autogènes et des soudures réalisées avec du métal d'apport correspondant peut-être inférieure à celle du métal de base correctement recuit [1].

Les grands phénomènes provoquant la rupture se produisent dans la zone affectée par la chaleur comme la fissuration par corrosion sous contrainte (SCC). Cette zone contient une microstructure à grains grossiers (CGHAZ) très dure et fragile et elle contient également des contraintes résiduelles dues aux cycles thermiques de soudage. La combinaison de ces deux phénomènes avec la corrosion conduit à la formation de fissures dans cette zone.

Les opérations de traitement thermique avant et après le soudage permettent d'éliminer ou de minimiser ces défauts entraînant un risque de rupture. Le préchauffage avant soudage et le post-chauffage (après soudage) permettent de détendre et de soulager le cordon de soudure des contraintes résiduelles en les minimisant et également d'améliorer la ductilité des soudures. Cependant, le terme de « revenu » est également utilisé pour l'opération de soulagement des contraintes et réduire la dureté développée lors du soudage [2].

Les températures recommandées pour la réduction des contraintes des aciers à faible teneur en carbone sont de 595 ° C à 675 ° C. Une heure par pouce (25.4 mm) d'épaisseur est la base utilisée pour déterminer la durée de maintien à la température souhaitée. Des périodes plus longues sont nécessaires à 595 ° C pour obtenir le même degré de soulagement des contraintes qu'à 675 ° C [2].

Suqiang Zhang et al. [3] ont utilisé la polarisation potentiodynamique et la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) pour étudier l'effet du cycle thermique

Introduction générale

de soudage sur la corrosion électrochimique de l'acier Q315NS en solution acide, ils ont constaté que la corrosion électrochimique de différentes zones affectées par la chaleur (ZAT) était différente dans H_2SO_4 et HCl , en raison de différentes microstructures. Le métal de base (MB) et les zones affectées par la chaleur (ZAT) dans La solution H_2SO_4 a un certain comportement de passivation, alors qu'il n'y avait pas de comportement de passivation dans la Solution de HCl . Les résistances à la corrosion dans les ZATs sont inférieures à celles du MB. De plus, la résistance à la corrosion dans la zone CGHAZ est la plus faible.

Dans cette étude, deux températures distinctes, $450\text{ }^\circ\text{C}$ et $650\text{ }^\circ\text{C}$ ont été sélectionnées pour étudier l'effet du revenu sur les propriétés mécaniques et le comportement à la corrosion des joints soudés de l'acier X70. Deux milieux ont été choisis pour faire les tests électrochimiques, le premier est une solution d'acide sulfurique (H_2SO_4 , 1M) ; et l'autre est une solution d'hydroxyde de sodium ($NaOH$, 1M). Un acier X52 a été aussi subi aux mêmes tests électrochimiques dans les mêmes solutions que l'acier X70.

Cette thèse est divisée en quatre chapitres et une conclusion générale, le premier chapitre est consacré à la présentation des aciers à haute limite élastique et leurs propriétés mécaniques et il traite aussi le soudage et la corrosion de ces aciers.

Le deuxième chapitre contient la définition de la corrosion, et les facteurs environnementales et électrochimiques influant sur la corrosivité des sols.

Les matériaux et les techniques expérimentales utilisées dans ce travail sont illustrées dans le troisième chapitre, ces expériences permettent de faire des caractérisations métallurgiques, mécaniques et électrochimiques.

Les résultats de ce travail sont exposés avec des commentaires et interprétations adéquats dans le quatrième chapitre, l'influence des facteurs métallurgiques, mécaniques et électrochimiques les uns sur les autres sont aussi expliqués dans ce chapitre.

La conclusion contient les points clés de cette recherche et des perspectives pour les prochains travaux.



LES ACIERS A HAUTE LIMITE ELASTIQUE



Les aciers à haute limite élastique

Définition

Les aciers faiblement alliés à haute limite élastique (HSLA) sont un groupe d'aciers à faible teneur en carbone qui utilisent un peu d'éléments d'alliage pour atteindre les limites d'élasticité supérieures à 275 MPa en état laminé ou normalisé. Ces aciers ont des meilleures propriétés mécaniques et améliorent parfois la résistance à la corrosion que les aciers au carbone laminés. D'ailleurs, parce que la haute limite élastique des aciers HSLA peut être obtenue à basse teneur en carbone, la soudabilité des aciers HSLA est comparable ou meilleur à celui des aciers doux [8].

1.1. Les aciers HSLA, catégories et caractéristiques

Les aciers micro alliés à haute limite élastique incluent beaucoup de catégories standards et de propriétés industrielles conçues pour fournir des combinaisons spécifiques désirées, des propriétés telles que la limite d'élasticité, la dureté, la formabilité, la soudabilité et la résistance à la corrosion atmosphérique. Ces aciers ne sont pas considérés comme des aciers alliés, quoique leurs propriétés désirées soient réalisées par l'utilisation de petites additions d'éléments d'alliage.

Les aciers HSLA sont classifiés comme une catégorie d'acier séparée, qui est semblable à l'acier doux laminé avec des propriétés mécaniques augmentées obtenues par (la petite) addition judicieuse des éléments de micro-alliage et, peut-être, des techniques de traitement spéciales.

Le facteur déterminant responsable de l'amélioration des propriétés mécaniques des aciers à haute résistance actuellement utilisés repose sur les voies complexes de traitement thermomécanique contrôlé (TMCP) suivies d'un refroidissement accéléré (AcC). Par ce procédé, le laminoir est devenu un outil métallurgique important non seulement capable d'obtenir la forme finale du produit, mais aussi de produire des aciers microalliés à plus haute résistance par affinage des grains, ayant une teneur en carbone réduite et donc une excellente soudabilité sur le terrain.

Les aciers HSLA peuvent être divisés en six catégories [8] :

1.1.1. Les aciers HSLA résistants à la corrosion atmosphérique

Les premiers aciers HSLA développés étaient les aciers résistants à la corrosion. Ces aciers contiennent de cuivre et d'autre éléments qui augmentent la résistance à la

Les aciers à haute limite élastique

corrosion, le durcissement de la solution-solide, et un certain affinement de grain de la microstructure de ferrite. L'effet de durcissement de plusieurs éléments d'alliage est montré dans la figure 1.1. Le vanadium et/ou le niobium peut améliorer la limite d'élasticité de ces aciers ; l'addition du niobium également améliore la dureté. Une normalisation ou un laminage et refroidissement commandés peuvent également affiner la taille de grain (et améliorer ainsi la dureté et la limite d'élasticité). Cependant, si la normalisation ou le refroidissement accéléré sont employés pour affiner la taille de grain, l'effet du carbone et des éléments de micro-alliage contenus sur la trempabilité et le potentiel pour des transformations indésirables à la bainite supérieur et à la ferrite de Widmanstätten doivent être considérées.

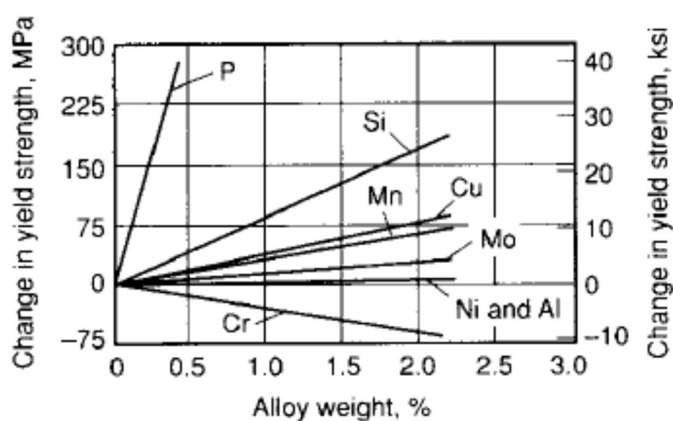


Figure 1.1 : Effet de durcissement de plusieurs éléments d'alliage [4]

1.1.2. Les aciers microalliés ferrito-perlitique

L'addition des éléments de micro-alliage tels que le niobium et le vanadium augmente la limite d'élasticité d'acier laminé à chaud sans teneur élevée de carbone et/ou de manganèse. Les propriétés des matériaux structuraux ont résulté de la découverte qu'une très petite quantité de niobium et de vanadium ($< 0.10\%$) durcissent les aciers de carbone-manganèse sans interférer le traitement suivant. La teneur de carbone a pu être réduite ainsi pour améliorer la soudabilité et la dureté parce que les effets de durcissement du niobium et du vanadium ont compensé la réduction de la dureté en raison de la réduction du taux de carbone.

Les aciers à haute limite élastique

Le développement des procédés de laminage couplés à l'ajout des éléments d'addition a produit la limite d'élasticité élevée accompagnés d'un abaissement progressif du taux de carbone. Beaucoup de la classe des aciers HSLA micro-alliés ont le contenu de carbone bas que 0.06% ou même s'abaisse, pourtant peut encore développer des limites d'élasticité de 485 MPa. La haute limite élastique est réalisée par les effets combinés de la taille de grain fin développé pendant le laminage à chaud et de la précipitation durcissant cela est dû à la présence du vanadium, du niobium, et du titane.

Les divers types des aciers micro-alliés ferrito-perlite incluent :

- Les Aciers micro-alliés au vanadium.
- Les Aciers micro-alliés au niobium
- Les Aciers micro-alliés au niobium-molybdène
- Les Aciers micro-alliés au niobium-vanadium
- Les Aciers micro-alliés au vanadium-azote
- Les Aciers micro-alliés au titane
- Les Aciers micro-alliés au niobium-titane
- Les Aciers micro-alliés au vanadium-titane

Ces aciers peuvent également inclure d'autres éléments pour la résistance à la corrosion et le durcissement de la solution solide, ou augmenter la trempabilité (si des produits de transformation autres que la ferrite-perlite sont désirés).

1.1.3. Les aciers perlitiques de construction

Les aciers perlitiques de construction sont un groupe spécifique d'aciers HSLA ayant des propriétés mécaniques développés (et, dans certains cas, la résistance à la corrosion) sont obtenus par l'addition des quantités modérées d'un ou plusieurs éléments de micro-alliage autres que le carbone. Certains de ces aciers sont des aciers de carbone-manganèse et diffèrent des aciers au carbone ordinaires seulement en ayant un plus grand contenu de manganèse. D'autres aciers de construction perlitiques contiennent un peu d'éléments d'alliage, qui sont ajoutés pour augmenter la soudabilité, la formabilité, la dureté, et la résilience.

Les aciers perlitiques de construction sont caractérisés par des limites d'élasticités dans la gamme de 290 à 345 MPa. Ils ne sont pas prévus pour la trempe et ne devraient pas

Les aciers à haute limite élastique

être soumis à un tel traitement. Pour certaines applications, ils peuvent être recuits, normalisés, ou soumis à un effort relaxé, processus qui peuvent changer les propriétés mécaniques. Quand ces aciers sont employés en structures soudées, le soin doit être pris dans le choix de catégorie et dans les spécifications des détails de procédure de soudage. Certaines catégories peuvent être soudées sans préchauffage ou postchauffage. Les inconvénients de base de ces aciers sont que la microstructure perlitique augmente la température de transition mais n'améliore pas la limite d'élasticité.

1.1.4. Les aciers de ferrite aciculaire

Une autre approche au développement des aciers HSLA est d'obtenir une microstructure de ferrite aciculaire très fine et de haute résistance, au lieu de la microstructure polygonale habituelle de ferrite, pendant la transformation de refroidissement des aciers à ultra bas carbone ($< 0.08\% \text{ C}$) avec la trempabilité suffisante (par des additions de manganèse, de molybdène, et/ou de bore). Le niobium peut également être employé pour le durcissement par précipitation et l'affinement de grain. La différence principale entre la structure de la ferrite aciculaire (désignée également sous le nom de la bainite à faible teneur en carbone) et celle de la ferrite polygonale est que la première est caractérisée par une densité de dislocation élevée, et les grains fins fortement ovales qui ne sont pas exhibés en ferrite polygonale.

Les aciers de ferrite aciculaire peuvent être obtenus par trempe ou, de préférence, par le refroidissement à l'air avec les alliages appropriés pour la trempabilité. L'avantage principal de ce type d'acier HSLA est la combinaison peu commune de haute limite d'élasticité (415 à 690 MPa), de la résilience élevée (fig. 1.2), et de la bonne soudabilité. Une application importante de ces aciers est le pipeline. Les propriétés d'un acier de ferrite aciculaire laminé sont récapitulées dans la figure 1.2. L'application principale de l'acier de ferrite aciculaire implique les canalisations d'hydrocarbures dans des conditions arctiques. Cette application exige une combinaison de dureté supérieure, de haute résistance, d'excellente résistance à la fissuration induite par l'hydrogène et la soudabilité de premier ordre de champ.

Les aciers à haute limite élastique

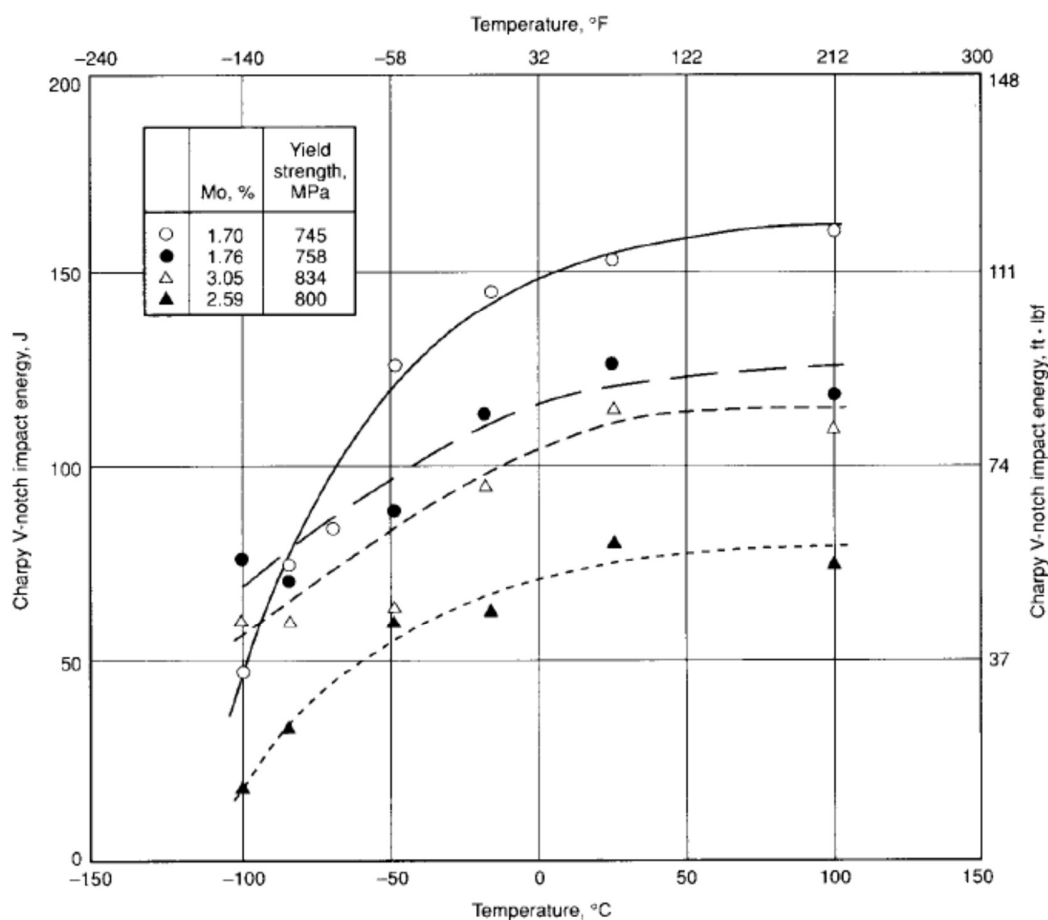


Figure 1.2 : La résilience et la limite d'élasticité d'un acier laminé de 25 mm à une structure bainitique à ultra bas carbone. Les teneurs nominales des éléments d'alliage a inclus 0.024 à 0.027% C, 0.92 à 1.00% Mn, 3.54 à 3.63% Ni, et 0.050 à 0.055% Nb [4]

En réponse à ces besoins, les chercheurs ont développé un acier de ferrite aciculaire dur pour le pipeline par l'optimisation du contenu de carbone et de niobium, l'addition du bore, et/ou l'application du refroidissement en ligne accélérée. Dans ce pipeline, le contenu optimum de carbone s'étend de 0.01 à 0.05%. En dessous de 0.01% de carbone, les grains de la zone affectée thermiquement (ZAT) proches de la zone fondue sont fragilisés, à cause de la fissuration intergranulaire induit par l'hydrogène et de la perte de dureté dans la ZAT. L'addition du bore et/ou de l'application du refroidissement en ligne accélérée assure une dureté supérieure et une haute résistance, avec des caractéristiques de soudage souhaitables.

Les aciers à haute limite élastique

Plusieurs catégories pour le service arctique sont disponibles : X-65, X-70, X-80, X-100 et X-120. Une composition X-70 inclut 0.03% C, 0.25% silicium, 1.91% manganèse, 0.008% P, 0.001% S, 0.048% N, plus le titane, le bore, et le calcium.

1.1.5. Les aciers à double phase (dual phase)

Ces aciers ont une microstructure de ferrite polygonale (de 80 à 90%) et des îles de martensite de 10 à 20% dispersées dans toute la matrice de ferrite. Le terme de dual phase se rapporte à la prédominance dans la microstructure de deux phases, la ferrite et la martensite. Ces aciers ont une basse limite d'élasticité et une résistance à la traction approximativement de 550 MPa. Les aciers Dual-phase peuvent être produits à partir des aciers à faible teneur en carbone de trois manières :

- L'austénitisation intercritique des aciers de carbone-manganèse a suivi du refroidissement rapide.
- un laminage à chaud avec des éléments favorisant la formation de ferrite tels que le silicium et les éléments qui retardent la transformation tels que le chrome, le manganèse, et/ou le molybdène.
- Le recuit continu de l'acier laminé à froid de carbone-manganèse a suivi de trempe et adoucissement.

1.1.6. Les aciers de forme d'inclusion contrôlé

Un développement important dans les aciers HSLA micro-alliés est l'utilisation du contrôle de la forme d'inclusion. Les inclusions de sulfure, qui sont plastique aux températures de laminage et ainsi s'allongent et aplatissent pendant le laminage, affectent défavorablement la ductilité dans (par l'épaisseur) la direction transversale courte. L'objectif principal du contrôle de la forme d'inclusion est de produire des inclusions de sulfure avec la plasticité négligeable même aux températures de laminage les plus élevées.

1.2. Propriétés des aciers HSLA

1.2.1. Éléments de micro-alliage

La teneur limite qui distingue les aciers micro-alliés des aciers faiblement alliés se situe aux environs de 0,1 % C [4]. Dans le cas des aciers faiblement alliés, pour une teneur inférieure à 0,1 % C les effets des éléments métalliques en solution solide homogène sont

Les aciers à haute limite élastique

considérés comme très faibles. Dans le cas du micro-alliage, la formation de composés très fins et très nombreux modifie considérablement les microstructures et les propriétés [4].

Les éléments principaux de micro-alliage sont :

- le titane ;
- le niobium ;
- le vanadium.

Le mode d'action des trois éléments retenus passe par les phénomènes de précipitation, mais avec des interactions avec les phénomènes métallurgiques de transformation de phase, de recristallisation après écrouissage à chaud ou à froid et de blocage des mouvements des joints de grain ou des dislocations [4].

1.2.2. Composés : carbures, nitrures, oxydes

Les composés formés par les éléments de micro-alliage sont de plusieurs types [4] :

- Des précipités qui se forment en phase solide ;
- Des composés qui se forment au moment de la solidification ;

Il est donc nécessaire de distinguer deux classes [4] :

- Les précipités proprement dits qui peuvent être redissous en phase solide à haute température : carbures, carbonitrures, certains nitrures ;
- Les précipités pratiquement insolubles : oxydes, oxysulfures, oxycarbosulfures, TiN, etc.

Le micro-alliage le plus important actuellement est celui des aciers avec précipités formés à l'état solide qui sont des carbures, des nitrures ou des carbonitrures qui peuvent être dissous par réchauffage. Les principaux précipités formés à partir des trois éléments de base sont les suivants [4] :

- Pour le vanadium, les carbures VC et les nitrures VN ;
- Pour le niobium, il s'agit du carbonitride Nb C_xN_y ;
- Pour le titane, il s'agit du carbure TiC, dans une certaine mesure de TiN, et, dans certains cas, de carbonitride (TiCN).

Tous ces précipités sont caractérisés par leur nature, leur maille et leur répartition ; ils sont en général de structure cubique avec des paramètres de maille assez voisins, de l'ordre de 0,4 à 0,5 nm. Des structures hexagonales sont parfois signalées.

Les aciers à haute limite élastique

Les précipités agissent sur :

1. La taille de grain austénitique (grain γ) par épinglage des joints et par effet sur la recristallisation ;
2. L'état d'écrouissage de la matrice par un blocage de la recristallisation ;
3. La taille de grain ferritique (grain α) par freinage du grossissement et par le cumul des effets précédents ;
4. La dureté de la matrice par un effet durcissant [4].

1.2.3. Précipitation

La précipitation des carbures, nitrures et carbonitrures peut avoir lieu dans quatre contextes différents [4] :

1. Dans le domaine austénitique au refroidissement s'il est suffisamment lent, et conformément aux conditions d'équilibre ;
2. Dans le domaine ferritique ou ferrito-perlitique au moment de la transformation de phase ;
3. Après un refroidissement suffisamment rapide, en évitant le domaine de précipitation, refroidissement suivi d'un revenu que la phase transformée soit de la ferrite, de la bainite ou de la martensite ;
4. Au cours d'un recuit de recristallisation de produits écrouis à froid, en général au moment du chauffage et à condition qu'une certaine proportion de l'élément soit restée en solution.

1.2.4. Propriétés propres à chaque élément

Titane

Élément d'addition bien connu pour désoxyder, dénitrurer ou fixer l'azote, le titane était réputé délicat à utiliser en raison de la formation de précipités grossiers, cubiques, très durs (surtout de nitrures mais aussi des oxycarbosulfures) et très néfastes pour la ductilité, la ténacité, la tenue en fatigue et l'usinabilité. Les progrès de la métallurgie secondaire et l'emploi du vide ont permis de s'affranchir de ces inclusions et l'on peut ainsi utiliser le titane en microalliage avec des précipitations fines. Comme indiqué dans les conditions

Les aciers à haute limite élastique

générales, la présence de titane en solution puis la précipitation ont pour conséquence de retarder la recristallisation, de durcir la matrice en fixant l'azote et le carbone [4].

Niobium

Ce sont sans doute les précipités les plus fins qui sont obtenus d'où un durcissement global très intéressant ; le niobium est également très efficace pour le contrôle des grains en TTM (traitement thermomécanique) [4].

Vanadium

Le vanadium facilement redissout peut se révéler plus souple d'emploi que le niobium ou le titane quand les cycles thermiques sont plafonnés en température spécialement en traitement thermique ou en formage à partir de basses températures ; mais en contrepartie, il ne permet pas de contrôler le grain par les effets de recristallisation ou de blocage des joints. Il faut également tenir compte d'une interaction vanadium aluminium en ce qui concerne la formation de nitrures ; la disponibilité de l'azote pour la formation de VN dépend des conditions de précipitation du nitrure d'aluminium qui peut se substituer à VN suivant les conditions d'équilibre et de cinétique ; si l'azote est sous la forme de NAl, le durcissement sera dû au carbure VC seul [4].

1.2.5. L'effet des éléments de micro-alliage sur les propriétés

L'effet global des éléments de micro-alliage sur les propriétés mécaniques est la somme de l'effet durcissant des précipités et des modifications de structure par suite des changements de la taille des grains ou d'autres sous-structures ; il est donc nécessaire, pour chaque propriété, de distinguer l'effet des précipités (durcissement, fragilisation...), l'effet induit sur la microstructure, comme l'affinement de grain, et l'effet indirect par d'éventuels changements de la composition de base de la nuance, comme une baisse de la teneur en carbone [4], [8].

Durcissement

L'effet de durcissement par les précipités dépend de leur nature, de leur nombre et de leur taille figure 1.3. On constate que la nature du précipité joue un rôle en plus de l'effet de taille. Les précipités des divers éléments Nb, Ti, V sont indépendants les uns des autres, leurs effets sont additifs du moins tant que le carbone (ou l'azote) est en quantité suffisante

Les aciers à haute limite élastique

; il est donc possible de faire des combinaisons à deux éléments ou même à trois dans certains cas [4]. En effet, on a un double avantage :

- La mise en solution est plus facile qu'avec une forte teneur en un seul élément ;
- On profite d'un meilleur coefficient de durcissement au début de chaque courbe du fait que le durcissement est parabolique (figure 1.4). La saturation du durcissement s'explique par une augmentation de la taille des précipités et par un moindre rôle de la cohérence quand les précipités sont relativement plus gros [4].

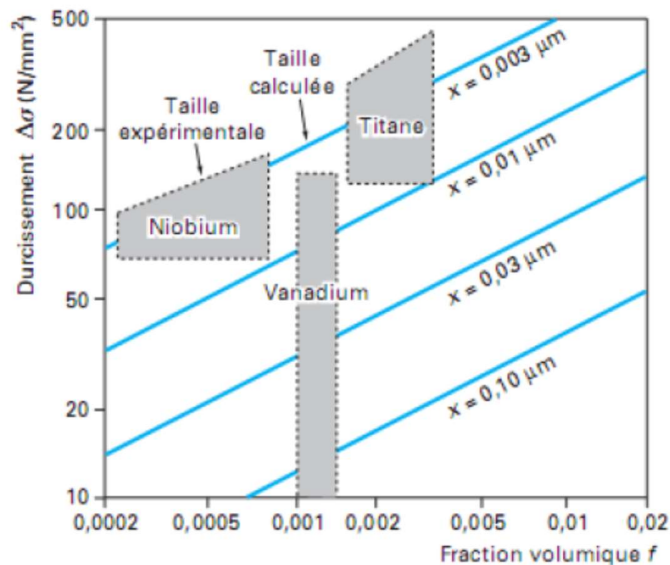


Figure 1.3 : Durcissement en fonction de la taille et de la quantité des précipités [5].

Contrôle du grain

Outre le durcissement direct de la matrice, les précipités permettent de régler la taille des grains par plusieurs mécanismes.

a) Affinement du grain γ

La taille du grain austénitique γ va être déterminée par l'ensemble des opérations de chauffage, les déformations, les temps entre déformations et la vitesse de refroidissement. Malgré un gros grain de départ après mise en solution à haute température, il se produit au cours d'un laminage ou d'un forgeage en plusieurs passes un affinement du grain, au moins en présence de niobium ou de titane. Entre les passes de laminage, il y a également un grossissement après la recristallisation à grains fins du métal déformé : ce grossissement

Les aciers à haute limite élastique

très rapide à température élevée, pour une matrice sans précipité est fortement ralenti par des précipités [4].

b) Affinement du grain α

L'influence des précipités sur la taille de grain ferritique α va passer d'abord par l'hérédité du grain γ quand il y a changement de phase ; des grains γ fins donneront des grains α fins avec une relation dépendant de la vitesse de refroidissement [4].

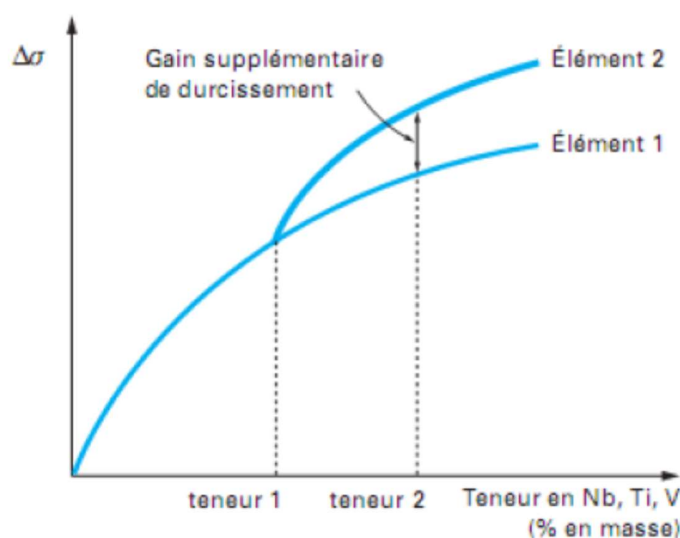


Figure 1.4 : Intérêt de la combinaison de deux éléments de micro-alliage pour le durcissement [5].

Effet global

L'augmentation globale de la limite d'élasticité σ_e et de la résistance à la rupture par traction R_m correspond à la somme du durcissement intragranulaire par les précipités et de l'effet de la taille de grain, qui peut être aussi important que le premier ; par rapport à un acier de référence, le durcissement global peut atteindre plus de 200 Mpa, soit pour un acier extra doux. La figure 1.5 montre la conjugaison des deux phénomènes [4].

Ductilité

Ductilité à température ambiante

La ductilité d'une phase durcie varie en fonction inverse de sa dureté, mais l'effet est différent suivant qu'il s'agit de précipités ou d'affinement de structures. Pour apprécier l'effet global, il faut également tenir compte de la diminution de la teneur en carbone ou des éléments d'alliage que permet le micro-alliage. Dans certains cas, la baisse de ductilité

Les aciers à haute limite élastique

est compensée par les adaptations de la nuance de base, et notamment par une amélioration de la propreté inclusionnaire (baisse du soufre et de la teneur en oxygène) qui permet le développement de nuances à haute résistance capables de supporter des formages difficiles [4].

Ductilité à chaud

La fragilisation par les précipités entraînant une forte baisse de la ductilité est manifeste quand les grains sont grossiers et écrouis ; c'est ce qui se produit à haute température, quand du métal brut de coulée est déformé dans une gamme de température voisine du domaine de précipitation ; La déformation faible ne permet pas le déclenchement de la recristallisation, les grains déformés et durcis sont fragiles et la ductilité mesurée par la striction à chaud tombe à des niveaux très bas [4].

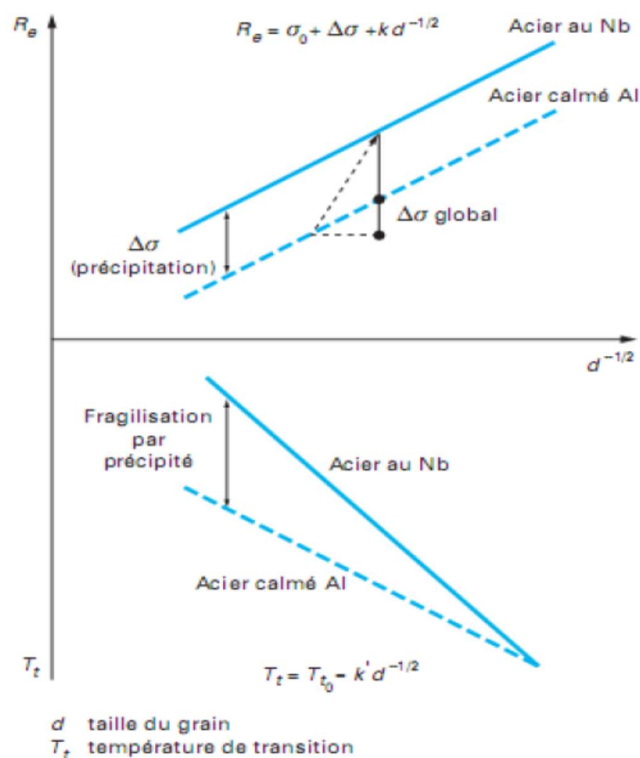


Figure 1.5 : Influence combinée de l'affinement du grain et de la précipitation sur la limite d'élasticité et la température de transition [5].

Ténacité

Les aciers à haute limite élastique

Il est nécessaire de distinguer l'effet fragilisant d'une précipitation de l'effet indirect des changements de microstructure souvent très favorable d'où un effet d'amélioration global. Pour les structures bainitiques ou martensitiques, c'est l'affinement du grain austénitique γ qui joue un rôle favorable sur l'amorçage et la propagation des clivages. En ce qui concerne l'effet fragilisant des précipités, il semble bien qu'il dépende également de la taille de grain, la fragilisation n'est plus apparente pour les grains les plus fins. Cela pourrait être lié au mécanisme d'amorçage des clivages. Cela fait que l'on retrouve une fragilisation par les précipités dans les zones affectées par le soudage soit à forte énergie avec refroidissement lent, soit par précipitation lors d'un traitement de relaxation des contraintes [4].

Vieillessement

La fixation de l'azote et du carbone libre par les éléments de micro-alliage a toujours des conséquences sur la réduction de la sensibilité au vieillissement après écrouissage. Les aciers sans élément interstitiel sont complètement non vieillissants qu'ils soient au titane, au niobium ou au Ti-Nb ou Ti-V. En effet, dans ces nuances l'azote est fixé par l'aluminium et tout le carbone est fixé par l'élément carburigène en excès. Quand l'élément est sous-stoechiométrique, il fixe une certaine quantité de carbone libre, ce qui réduit ou retarde le vieillissement mais ne le supprime pas complètement. De ce fait, les aciers microalliés sont pratiquement peu vieillissants [4].

Soudabilité

La soudabilité est une propriété complexe qui dépend beaucoup de la composition chimique de la nuance et, en particulier, de la teneur en carbone qui détermine la dureté de la martensite, qui se forme dans certaines conditions de soudage, et sa sensibilité à la fragilisation par l'hydrogène. Il est donc très intéressant de pouvoir changer les caractéristiques grâce au micro-alliage, car cela permet d'abaisser la teneur en carbone et dans certains cas aussi les éléments d'alliage qui figurent dans les formules de carbone équivalent caractérisant la trempabilité des aciers en conditions de soudage. L'effet durcissant des éléments de micro-alliage est sans commune mesure avec leur faible effet sur la trempabilité des aciers (seul le vanadium figure dans certaines formules de carbone équivalent) : les aciers micro-alliés ont ainsi pris une grande place dans les aciers

Les aciers à haute limite élastique

soudables. Cet abaissement de la teneur en carbone est très favorable pour la sensibilité à la fissuration à froid, mais aussi pour l'amélioration de la ténacité du métal de base ainsi que des zones affectées. La figure 1.6 montre ainsi une comparaison entre une nuance classique et une nuance micro-alliée en utilisant un essai classique de fissuration par l'essai d'implant. Néanmoins, l'effet durcissant et fragilisant des précipités peut se faire sentir dans les zones qui subissent des cycles thermiques à haute température telles que les zones affectées par la chaleur et le métal fondu. La figure 1.7 montre ainsi les variations des mesures de ténacité en fonction des teneurs en niobium et vanadium, et des conditions de soudage qui déterminent les cycles thermiques [4].

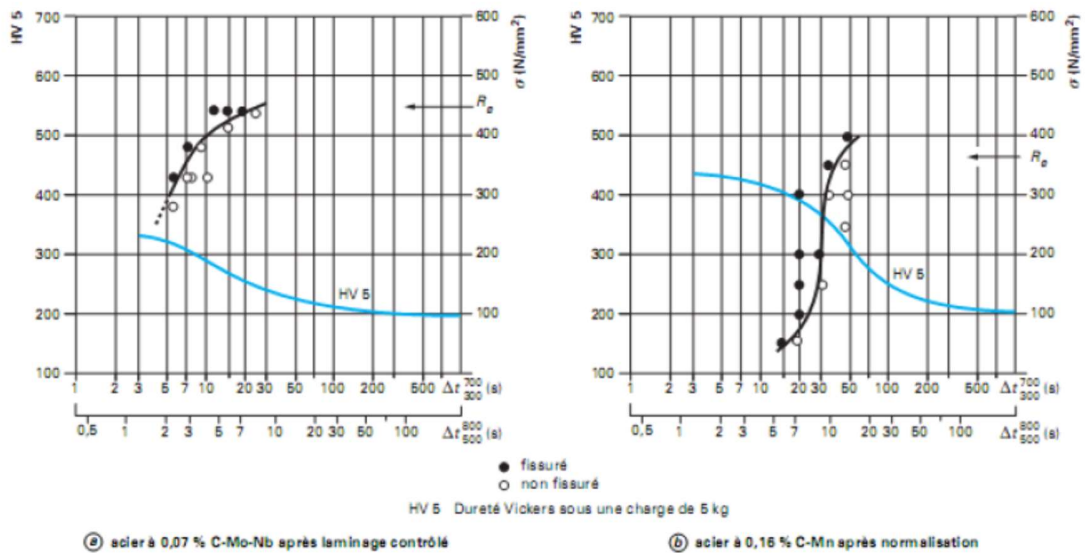


Figure 1.6 : Dureté sous cordon et fissuration d'un acier micro-allié [5].

Les aciers à haute limite élastique

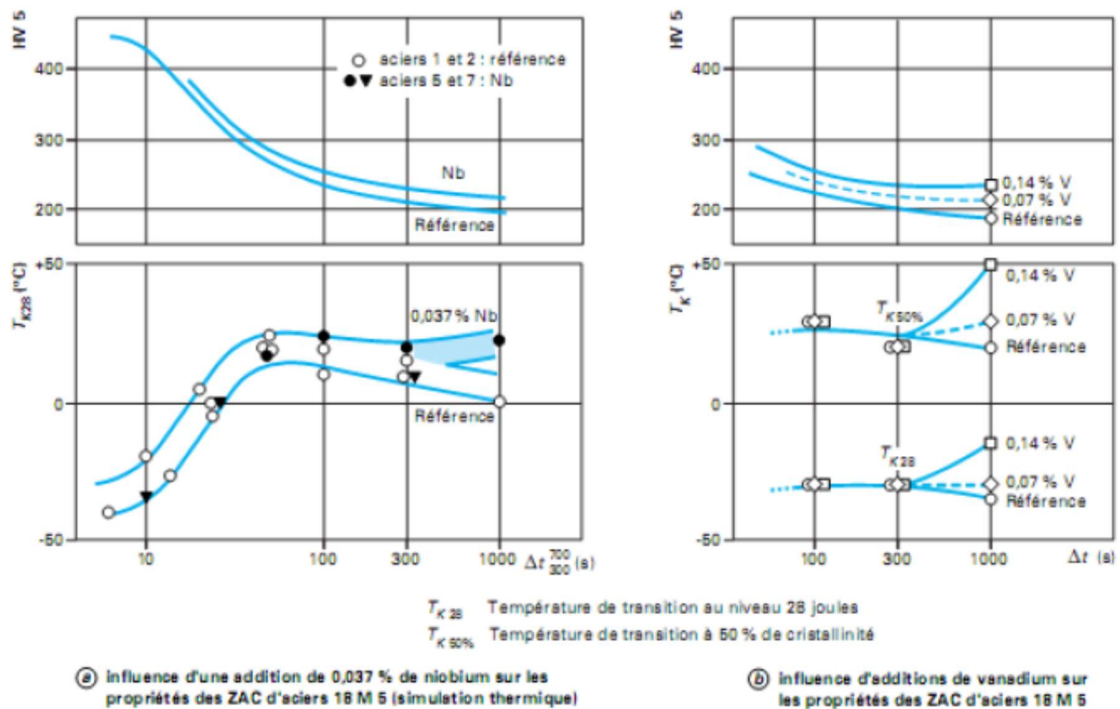


Figure 1.7 : Influence d'une addition de niobium ou de vanadium sur les propriétés mécaniques des zones affectées par la chaleur (ZAT) [5].

Dans le métal fondu, la teneur en élément dépend de la dilution avec le métal d'apport, ce qui dépend de l'énergie de soudage ; il se produit ensuite une re précipitation si la vitesse de refroidissement le permet. La variation de ténacité est encore plus complexe quand il s'agit de soudures multipasses avec superposition de cycles thermiques. Dans ce cas, les températures atteintes à une certaine distance provoquent la précipitation. Des modèles permettent la prévision des durcissements et de là les variations de ténacité [4]. Enfin, la précipitation peut également se produire au cours de traitements de revenu comme les traitements de relaxation des contraintes (figure 1.8).

Les aciers à haute limite élastique

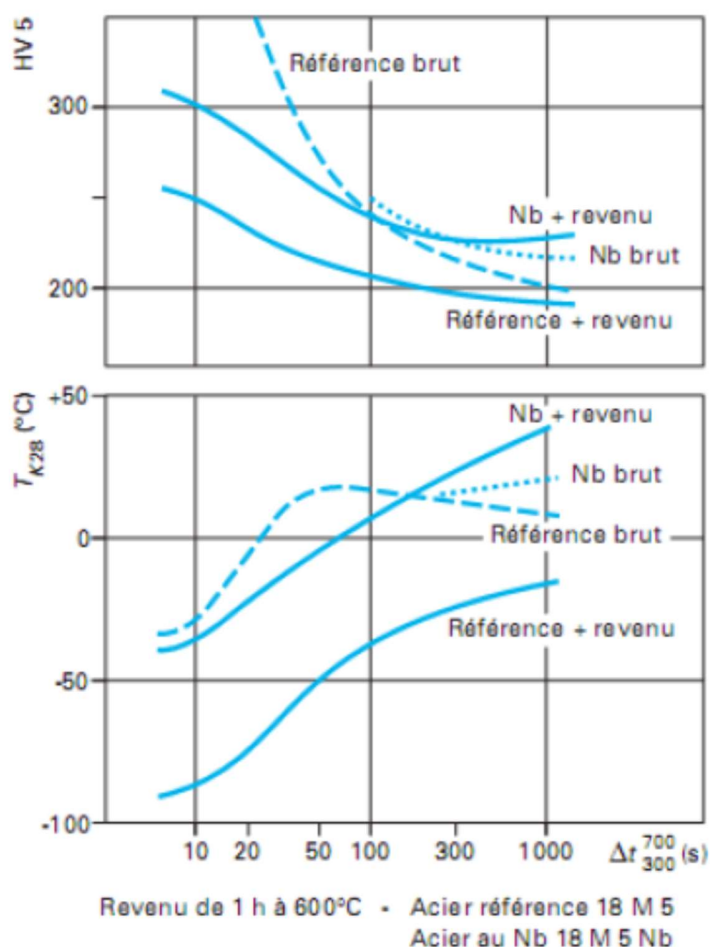


Figure 1.8 : Influence du revenu sur les propriétés mécaniques des zones affectées par la chaleur (ZAT) [5].

1.2.6. Autres dispersoïdes

Rôle des oxydes

Les évolutions de la métallurgie secondaire, avec l'emploi du vide et de laitiers spécialement choisis en fonction de la nature des inclusions désirées, permettent de créer des inclusions d'oxydes plus ou moins monophasées, mais surtout très fines. Leur rôle peut être analogue à celui de certains précipités en bloquant des joints de grains ou en facilitant la germination de phases ; cela peut se révéler très précieux quand il y a réfusé du métal comme dans des soudures [4]. Les inclusions les plus utilisées dans cet objectif sont les oxydes de titane ou de zirconium en notant que, le plus souvent, elles ne sont pas

Les aciers à haute limite élastique

monophasées. L'oxyde de base dans les aciers calmes étant l'alumine Al_2O_3 , la pratique de désoxydation doit être modifiée. Il peut s'agir également de nitrures se formant à la solidification comme le nitrure de titane TiN. Les inclusions fines permettent un certain contrôle des grains austénitiques en cours de laminage, mais leur gros intérêt concerne la limitation du grossissement des grains dans les zones affectées par la chaleur (ZAT) des joints soudés et leur rôle sur les microstructures, en facilitant la germination fine lors de la transformation [4].

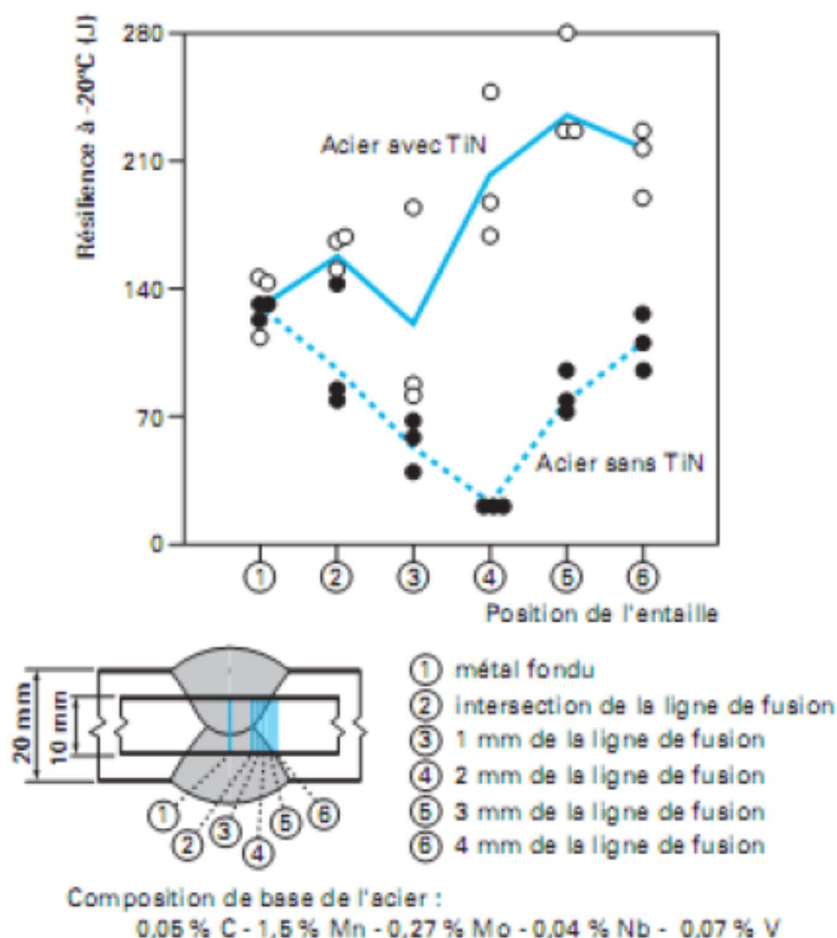


Figure 1.9 : Influence de la présence de TiN sur la résilience Charpy V à -20 °C en fonction de la distance de l'entaille à la ligne de fusion (soudure sous flux) [5].

Rôle des inclusions fines dans les zones soudées

Les éléments dissous dans le métal fondu et les zones affectées ne permettent guère le contrôle des grains qui sont relativement grossiers en raison des hautes températures en

Les aciers à haute limite élastique

soudage à forte énergie d'où la création de structures relativement fragiles (Widmanstätten, bainites inférieures grossières, composés martensite-austénite fragiles dits M-A...). Par contre, des particules ultrafines, non solubles à haute température, permettent :

- Soit d'empêcher le grossissement des grains, comme c'est le cas des nitrures de titane fins ;
- Soit de favoriser la germination de ferrites aciculaires fines, autour d'inclusions d'oxydes de composition bien choisies comme TiO , et d'éviter la création des composés M-A (martensite-austénite résiduelle).

La figure 1.9 montre l'influence bénéfique de la présence de TiN fins sur la taille des grains dans la zone affectée et la valeur de la résilience. La figure 1.10 montre la nucléation de lamelles de ferrite autour de particules d'oxydes (TiO dans ce cas) et la figure 1.11 l'effet de TiO sur la température de transition en fonction de la température du pic atteinte lors de la simulation du soudage [4].

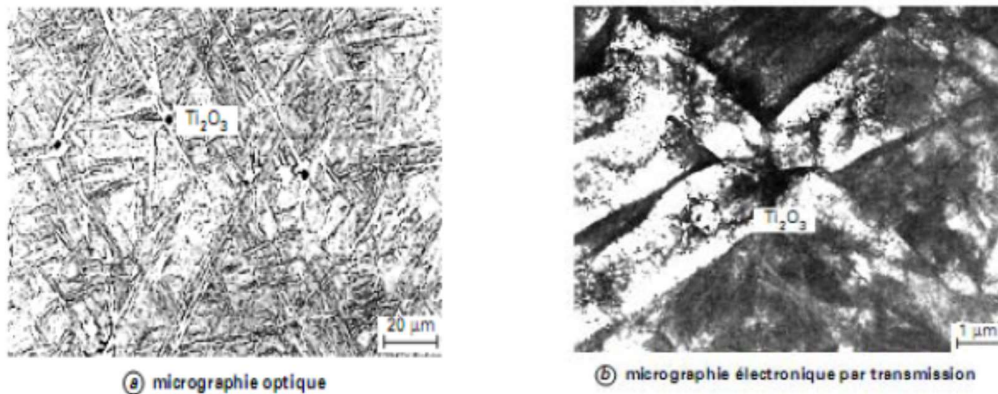


Figure 1.10 : Nucléation de lamelles de ferrite sur des particules d'oxyde de titane, Éprouvette trempée à partir de 600 °C en cours de refroidissement pendant un cycle thermique de simulation [4].

Les aciers à haute limite élastique

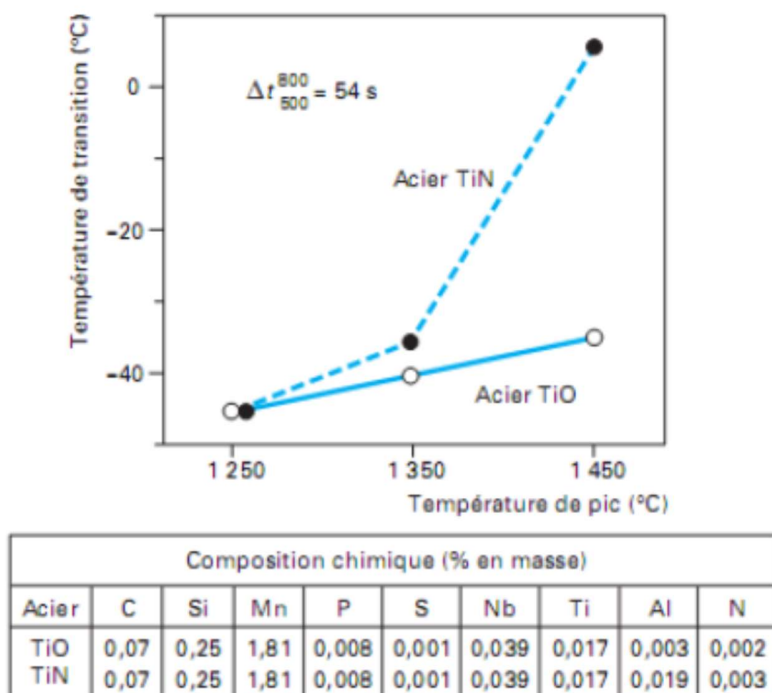


Figure 1.11 : Influence de TiO sur la température de transition Charpy V en fonction du pic de température de la zone affectée par la chaleur (ZAT) [5].

Pendant le soudage, le métal de base, la ZAT et les passes du métal fondu subissent des contraintes dues à l'expansion et à la contraction thermiques. Lors de la solidification, des niveaux élevés de contrainte résiduelle, souvent proches de la limite d'élasticité du matériau, restent dus au retrait de la soudure. Les effets de concentration des contraintes résultant de discontinuités géométriques, telles que le renforcement des soudures (excès de métal fondu) et le manque de pénétration totale de la soudure (dangereux en raison de la probabilité de corrosion par crevasses et de la possibilité de fissuration par fatigue), sont également importants en raison de la possibilité de la fissuration sous contrainte-corrosion (SCC) dans certains environnements.

1.3. Corrosion des cordons de soudure des aciers au carbone

Le comportement à la corrosion des joints soudés des aciers au carbone dépend d'un certain nombre de facteurs. Il faut tenir compte des effets de la composition chimique du métal de base et du métal d'apport de soudage et des différents procédés de soudage utilisés. Parce que les aciers au carbone subissent des transformations métallurgiques à

Les aciers à haute limite élastique

travers le métal fondu et la ZAT, les microstructures et morphologies deviennent importantes. Une large gamme de microstructures peut être développée en fonction des taux de refroidissement, et ces microstructures dépendent de l'apport d'énergie, du préchauffage, de l'épaisseur du métal, de la taille du cordon de soudure et des effets de réchauffage dus au soudage multipasse. En raison de leurs compositions chimiques et de leurs inclusions de soudure différentes (oxydes et sulfures), les microstructures des métaux de soudure sont généralement très différentes de celles du ZAT et du métal de base. De même, le comportement à la corrosion peut également varier.

En outre, les niveaux de dureté seront les plus bas pour les apports de chaleur élevés, tels que ceux produits par les soudures à arc submergé, et seront les plus élevés pour les soudures à faible énergie (avec des taux de refroidissement plus rapides). Selon les conditions de soudage, les microstructures de métal de soudure ont généralement tendance à être à grain fin avec un flux basique et un peu plus grossières avec des compositions de flux acide ou rutile (TiO_2).

1.3.1. Corrosion des pipelines

Les Pipelines jouent un rôle extrêmement important à travers le monde en tant que moyen de transport de gaz et de liquides sur de longues distances depuis leurs sources jusqu'aux consommateurs finaux. Le grand public n'est pas au courant du nombre de pipelines qui sont continuellement en service comme principal moyen de transport. Un pipeline en fonctionnement enterré est plutôt discret et fait rarement sa présence, sauf aux vannes, aux stations de pompage ou de compression ou aux terminaux. Parce que les pipelines ne sont pas visibles, ils ne sont pas aussi visibles que les plates-formes de forage, les raffineries ou les usines de traitement du gaz.

Le contrôle de la corrosion des pipelines dans le monde est réalisé dans la grande majorité des cas grâce à l'utilisation d'une protection cathodique combinée à un revêtement diélectrique approprié. Le système de protection cathodique applique un courant de protection à la surface extérieure de l'acier du pipeline où il est exposé aux sols adjacents aux imperfections du système de revêtement. Le système de revêtement permet de réduire considérablement la quantité totale de courant de protection requise pendant la durée de

Les aciers à haute limite élastique

vie du pipeline. Les considérations de contrôle de la corrosion devraient commencer pendant la phase de conception d'un pipeline et devraient se poursuivre pendant la phase de construction et toute la durée de vie économique du pipeline.

1.3.2. Causes de la corrosion des pipelines

Sols différents. Un pipeline enterré, même de longueur relativement courte, rencontrera presque inévitablement des sols de composition variable. Il peut y avoir des variations de nature physique (par exemple, des différences de grossièreté et de granulométrie) ainsi que des variations de type (par exemple, roche, limon et argiles). Des variations supplémentaires peuvent être de nature chimique, telles que le pH et les constituants chimiques.

Lorsqu'un pipeline traverse des sols différents, l'acier du pipeline dans un électrolyte de sol particulier assume souvent un potentiel galvanique quelque peu différent du potentiel de portions du même pipeline traversant des sols différents ailleurs le long du tracé du pipeline. De telles différences de potentiel galvanique entre différentes zones d'un même pipeline peuvent se produire à l'échelle macroscopique (c'est-à-dire sur plusieurs kilomètres sur le trajet du pipeline) ou à l'échelle microscopique (à quelques centimètres les uns des autres ou même sur des distances plus courtes).

Aération différentielle. Un pipeline traversant des sols qui ont des niveaux variables de concentration en oxygène sera soumis à une activité de cellule de corrosion où la partie de l'acier du pipeline dans la zone de plus faible concentration en oxygène est anodique par rapport aux autres zones du pipeline où il y a une plus grande concentration d'oxygène. Cette forme d'activité de corrosion est également appelée cellule de concentration.

Métaux dissemblables. Les pipelines ayant des matériaux de construction différents (par exemple, des tuyaux en acier au carbone avec des robinets ou des vannes en laiton) qui sont en contact avec un électrolyte commun sans isolation électrique entre les deux métaux peuvent être soumis à une corrosion intense. Un exemple de corrosion de métaux différents est l'utilisation d'alliages de magnésium, d'alliages d'aluminium (dans l'eau de mer) et de zinc comme anodes galvaniques (sacrificielles) pour la protection des structures en acier au carbone telles que les pipelines.



CORROSION DES ACIERS



Corrosion des aciers

2. Corrosion des aciers

2.1. Définition de la corrosion

La corrosion est définie comme une interaction physico-chimique entre un métal et son milieu environnant entraînant des modifications dans les propriétés du métal et pouvant conduire à une dégradation significative de la fonction du métal, du milieu environnant ou du système technique dont ils font partie. Dans le cadre de notre problématique, cette interaction est de nature électrochimique, c'est-à-dire mettant en jeu au moins une réaction anodique et une réaction cathodique [7].

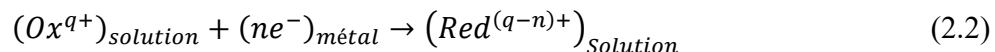
Le processus de corrosion implique au minimum deux « demi-réactions » électrochimiques interfaciales distinctes, mais couplées, qui constituent une électrode dite *mixte* :

1. La réaction anodique correspond au passage en solution des ions métalliques, c'est-à-dire à la corrosion du métal proprement dite :



La production des cations correspond à un courant interfacial ou transfert de charge, du métal vers la solution. Par convention, il s'agit d'un courant affecté du signe positif, appelé courant anodique et noté I_a .

2. La réaction cathodique consomme les électrons produits par l'oxydation du métal et implique la réduction à la surface du métal d'une espèce dissoute oxydante :



Cette réaction correspond à un courant interfacial cathodique I_c , circulant depuis la solution vers le métal. Par convention, ce courant est affecté d'un signe négatif. En situation de corrosion libre, ces deux courants sont, globalement et pour l'ensemble de la surface exposée, égaux, de sorte qu'aucune charge électrique nette ne traverse l'interface [7].

Dans un milieu acide aéré, la réaction cathodique dominante correspond à la réaction de réduction de l'oxygène dissous :

Corrosion des aciers



Pour un milieu neutre ou basique aéré, la réduction de l'oxygène dissous s'écrit :



A pH suffisamment acide, la réduction cathodique des protons H^+ pour former une molécule de dihydrogène peut devenir significative voire dominante :

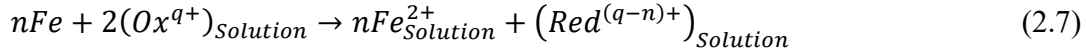


Lorsque le milieu est suffisamment désaéré ou bien suffisamment alcalin, la réduction dite « réduction cathodique » de l'eau peut devenir significative ou dominante :



On note que dans tous les cas, la réaction cathodique s'accompagne d'une augmentation du pH, puisqu'elle consomme des H^+ ou produit des ions OH^- .

La réaction globale du processus de corrosion s'écrit :



Ainsi pour tout système métal/milieu en situation de corrosion homogène, le potentiel électrochimique du métal correspondant à un courant total ($I=I_a+I_c$) globalement nul est appelé potentiel de corrosion libre et noté E_{corr} . En corrosion libre, il n'y a aucune circulation nette de courant interfacial, on parle d'équilibre électrique, mais il ne s'agit, en aucun cas, d'équilibre thermodynamique réversible. En corrosion libre, les deux « demi-réactions » interfaciales d'oxydation et de réduction sont spontanées à l'interface électrode/électrolyte. La valeur absolue de l'un ou l'autre des deux courants interfaciaux débités par chaque demi-réaction, qui sont égaux, est appelée courant de corrosion I_{corr} :

$$I_{corr} = I_a = -I_c \quad (2.8)$$

La valeur du potentiel de corrosion de cette électrode mixte se situe entre les valeurs des potentiels électrochimiques d'équilibre thermodynamique réversibles des deux demi-réactions d'oxydation et de réduction (Fig. 2.2) [7].

Corrosion des aciers

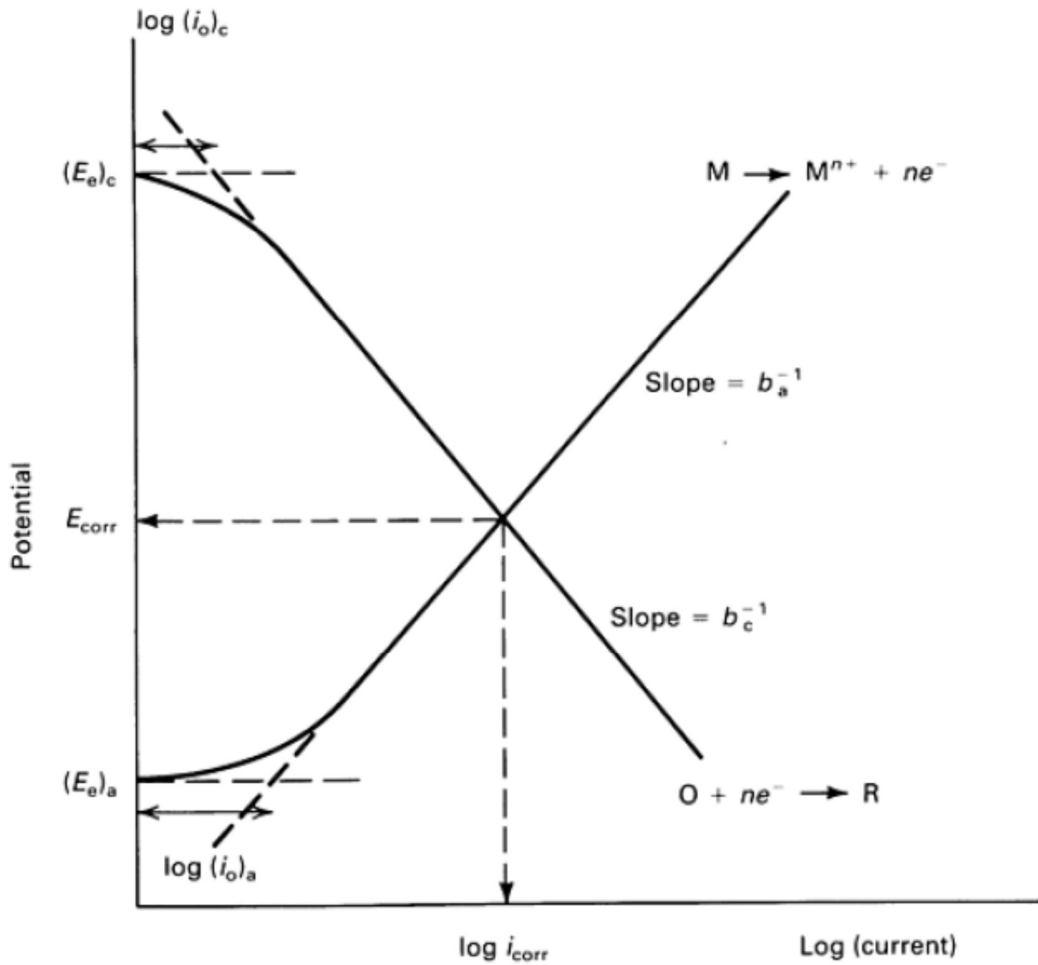


Figure 2.1 : Définition du potentiel de corrosion [6]

La figure 2.1 fournit une représentation schématique d'un diagramme de polarisation en coordonnées $E-\log|i|$ où i est le courant débité par chaque couple Red-Ox, pour une valeur correspondante du potentiel électrochimique. Ce type de diagramme, appelé « diagramme d'Evans » combine dans une même représentation à la fois un facteur thermodynamique (le potentiel électrochimique) et un facteur cinétique (les courants i débités par chaque couple Red-Ox). Contrairement aux potentiels électrochimiques réversibles qui sont des quantités thermodynamiques, le potentiel de corrosion est une quantité qui dépend des cinétiques relatives des deux demi-réactions cathodiques et anodiques, c'est-à-dire qu'il dépend des paramètres qui dictent la rapidité des réactions cathodiques et anodiques présentes [7].

2.2. Le contrôle électrochimique de la corrosion

Les processus de corrosion comportent donc au moins une réaction partielle anodique et une réaction partielle cathodique, impliquant chacune plusieurs étapes comme le montre la figure 2.2 dans le cas d'un métal immergé dans un milieu liquide. Chaque étape élémentaire a sa vitesse propre. La régulation de la réaction en chaîne est assurée par l'étape élémentaire qui a la vitesse la plus faible (étape lente limitante) [7].

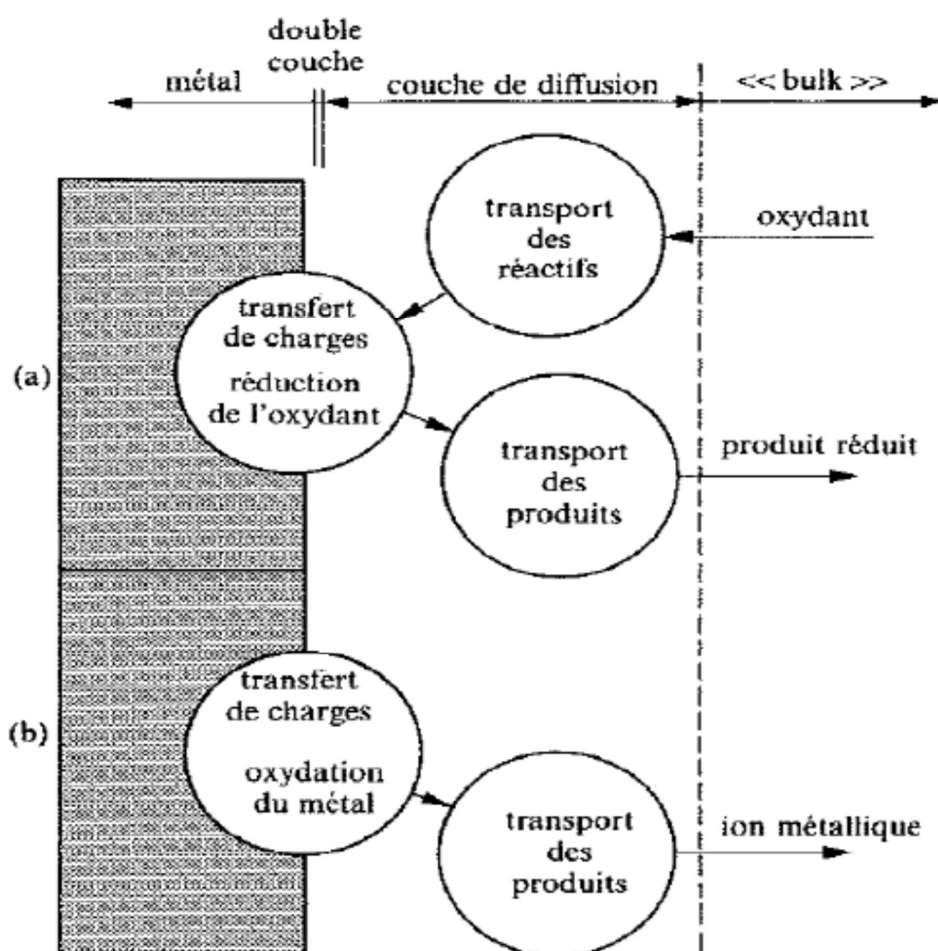


Figure 2.2 : Étapes réactionnelles lors de la corrosion d'un métal en milieu liquide : (a) réaction partielle cathodique, (b) réaction partielle anodique [7]

D'un point de vue cinétique, on distingue 3 catégories de processus de corrosion suivant l'étape réactionnelle limitante :

Corrosion des aciers

- La corrosion contrôlée par la cinétique des réactions de transfert de charges anodiques ou cathodiques à l'interface métal/électrolyte.
- La corrosion contrôlée par la rapidité du transport de masse, au sein de l'électrolyte, de l'oxydant ou de l'ion métallique oxydé, ou bien des produits de la réaction de réduction de l'oxydant. Le transport peut se faire sous la forme de diffusion due à un gradient de concentration, de migration sous l'effet d'un champ électrique, ou de convection sous l'effet d'une agitation mécanique forcée.
- La corrosion contrôlée par les propriétés des films passifs, où la réaction est alors souvent contrôlée par le transfert de masse de l'ion métallique oxydé au sein du film passif [7].

Dans un mécanisme à plusieurs étapes, en ce qui concerne la corrosion de l'acier en milieu aqueux de pH neutre ou en sol :

- Le processus anodique est généralement contrôlé par la réaction de transfert de charges,
- Le processus cathodique est contrôlé :
 - Soit par la réaction de transfert de charges en une étape, la réduction de l'eau par exemple
 - Soit par la diffusion, celle de l'oxygène dissous, qui doit diffuser depuis la surface libre de la phase aqueuse jusqu'à la surface de la canalisation
 - Soit par les 2 et on parle de contrôle mixte partiellement diffusionnel [7].

2.3. Les paramètres environnementaux influant sur la corrosivité du sol

Le sol est un milieu hétérogène, triphasique solide/liquide/gaz (Fig. 2.3). La fraction minérale de la phase solide est généralement le résultat de la désagrégation mécanique ou chimique des roches de l'écorce terrestre. Elle est avant tout un *mélange* d'éléments solides insolubles, le squelette du sol : ce sont des combinaisons oxygénées du silicium, de l'aluminium, du fer, du calcium et du magnésium, ainsi que du carbonate de calcium dans les terrains calcaires. A côté de ce squelette, les constituants solubles, OH^- , H^+ , mais aussi Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} et Cl^- , SO_4^{2-} passent dans l'eau du sol et ce sont

Corrosion des aciers

eux qui peuvent influencer sur les processus de corrosion. La phase solide peut aussi contenir une fraction organique provenant de l'activité biologique se développant dans la couche de sol considérée ou dans les couches de sols placées au-dessus. Cette fraction n'est a priori pas considérée dans le cadre de cette étude, car dans le cas des sols non sujets à corrosion bactérienne, son importance vis-à-vis de la corrosivité des sols est en principe limitée. La deuxième phase est donc constituée par l'eau pouvant circuler ou non entre les particules et la troisième concerne les gaz, soit à l'état gazeux soit dissous dans les solutions de sol [7].

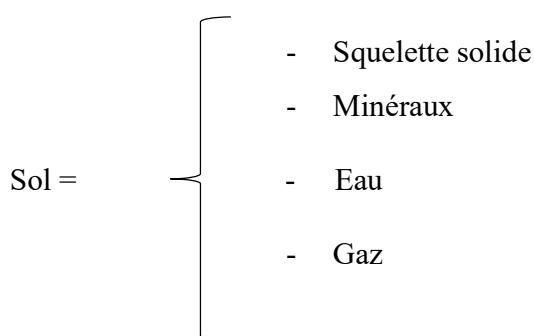


Figure 2.3 : Les trois phases d'un sol

2.3.1. Les paramètres directs

Sous le terme *paramètres directs*, ont été rassemblés les paramètres environnementaux qui concernent une des trois phases décrites plus haut. La granulométrie permet d'analyser la partie solide. La teneur en eau, la chimie du sol ainsi que le pH se rapportent à la partie liquide du sol. Enfin nous étudierons l'aération du sol pour la partie *gaz* mais il est clair que, d'un point de vue corrosion, le niveau d'aération d'un sol influe directement sur la teneur en oxygène dissous de la phase aqueuse qui s'y développe. Cependant nous caractériserons cette propriété au moyen d'un autre paramètre, le potentiel redox, regroupant les paramètres électrochimiques caractéristiques d'un sol [7].

a) *La granulométrie et la texture*

La granulométrie répartit les particules dans différentes classes de sol en fonction de leur taille (Tableau 2.1).

Corrosion des aciers

Tableau 2.1 : Taille des particules et classe de sol [7]

Diamètre des particules (mm)	Classe de sol
< 0.002	Argile
De 0.002 à 0.050	Limon
De 0.050 à 2	Sable

Le terme *texture* permet une désignation des sols en fonction de la répartition dans des classes de dimension des éléments minéraux. Le terme *texture* est à rapprocher des termes *cohésion* et *plasticité*.

La norme DIN 50929 : 1985 cote le facteur granulométrie en considérant uniquement la proportion de particules fines (diamètre inférieur à 60 μ m) : si cette proportion dépasse 50 %, le facteur est coté avec une note de risque élevée. Si le facteur est proche de 0, on peut considérer que le sol est de type sable, et la note attribuée est de 4. La norme DIN cote donc implicitement les sols sableux comme des sols non agressifs. Cette norme prend en compte dans sa cotation le risque de corrosion influencée par des métabolismes bactériens. Ainsi tous les paramètres conduisant à une faible aération sont cotés négativement et accroissent la note de corrosivité du sol. La norme AFNOR A05-250 : 1990 présente un mode de cotation similaire à celui de la norme DIN, mais avec une qualification plus précise et plus graduelle des différentes sources d'hétérogénéités du sol pouvant conduire à des macro-couplages sur les ouvrages de grandes dimensions. Elle prend en compte les textures lourdes, de type argilo-sableux et les sols perméables et grenus, comme le sable par exemple. Elle attribue, classiquement, une plus forte corrosivité aux premiers, c'est-à-dire aux sols argileux [7].

En lien avec la teneur en eau, la texture d'un sol peut influencer sur plusieurs paramètres : la teneur en eau, l'aération, la résistivité et la perméabilité. Le lien entre corrosivité et texture n'est pas établi dans la littérature, en revanche celui entre type de sol et résistivité est proposé par la norme NF C 15-100 : 2002. La norme DIN 50929 (tout comme l'AFNOR A05-250) associe une faible résistivité à un facteur élevé de corrosivité.

Corrosion des aciers

La mise en correspondance de ces deux normes aboutit à une classification par « gammes de corrosivité » des différents types de sols, présentée dans le tableau 2.2 [7].

Tableau 2.2 : Echelle de corrosivité en fonction du type de sol [7]

Type de sol	Résistivité selon la norme NF C 15-100 : 2002 ($\Omega \cdot m$)	Agressivité de sol associé par la norme DIN 50929 : 1985
Argile plastique	50	Agressif
Marnes et argiles compactes	100 à 200	Peu à très peu agressif
Limon	20 à 100	Peu à très agressif
Sable argileux	50 à 500	Peu à très peu agressif
Sable silicieux	200 à 3000	Peu à théoriquement pas agressif

Les sables sont donc considérés comme des milieux peu agressifs en l'absence de cycles humide/sec et les argiles peuvent présenter des comportements très différents, tout comme les limons.

Les argiles, qui ont les plus faibles tailles de particules et le minimum de volume entre les particules, tendent à réduire les mouvements de l'air et de l'eau et peuvent développer des conditions de très faible aération lorsqu'elles sont humides. Le sable est constitué de particules de taille plus grande et favorise de fortes aérations et des différences de teneur en eau en fonction de la profondeur. Un sol sableux a tendance à être plus aéré qu'un sol limoneux puisque les pores entre les particules sont plus gros. Pour un sol limoneux, si la part de particules fines est importante, celles-ci vont colmater les interstices et rendre le sol moins aéré et moins perméable. La texture influence aussi les propriétés de drainage du sol : un sol sableux sera plus drainant qu'une argile et donc plus sujet à l'influence des cycles humides/secs [7].

b) La chimie du sol

Corrosion des aciers

La composition chimique du sol, et en conséquence la composition chimique de la phase aqueuse présente dans le sol exerce une influence décisive sur la corrosivité d'un sol vis-à-vis de l'acier. Au-delà de la teneur en oxygène dissous et du pH de la phase aqueuse, il est bien connu que certaines espèces minérales dissoutes dans les eaux d'un sol peuvent influencer notablement sur sa corrosivité. Seules les principales espèces influentes sont passées en revue ici [7].

Les chlorures

Les chlorures peuvent naturellement être présents dans le sol, en conséquence d'une eau souterraine saumâtre. En corrosion électrochimique en milieu aqueux aéré, les chlorures peuvent entraver la formation de films protecteurs *pseudo-passivants* à base de produits de corrosion (oxydes) où favoriser la pénétration locale de ces films et induire ou renforcer des phénomènes de corrosion localisée.

Ainsi, plus la concentration en chlorure augmente, plus la cotation de corrosivité du sol est accrue. La norme DIN 50929 : 1985 ne prend pas en compte isolément la concentration des chlorures, elle définit un paramètre égal à la somme de la concentration en chlorure par le double de la concentration en sulfate [7].

Les sulfates

En corrosion électrochimique en milieu aqueux aéré, les sulfates peuvent, bien qu'à un degré nettement moindre que les chlorures, jouer un rôle analogue à ceux-ci en entravant la formation de films protecteurs à base de produits de corrosion (oxydes) ou en dégradant la protectivité de films existants. Selon la norme DIN 50929 : 1985, à partir d'une concentration de sulfates de 192 ppm (équivalent à 2 mmol.kg⁻¹ obtenu sur extrait acide) le sol est considéré comme agressif.

Il est bien connu que les sulfates constituent la source d'énergie alimentant le métabolisme des bactéries sulfato-réductrices, lequel peut conduire à des corrosions localisées sévères, typiques dans les sols argileux. La norme DIN 50929 : 1985 a tendance à « surcoter » l'impact des teneurs en sulfates élevées. Parallèlement, l'échelle de corrosivité de cette norme n'est pas très graduée pour différencier la cotation d'autres

Corrosion des aciers

facteurs typiques des sols non ou très faiblement argileux. Cette norme n'est donc pas la plus appropriée pour coter les types de sol sélectionnés sans bactérie sulfurogène [7].

Il est généralement admis que les chlorures et les sulfates ont une influence néfaste sur la corrosivité du sol car ils diminuent la résistivité du sol et affectent directement les réactions électrochimiques à la surface du métal. Leur influence est le plus souvent prise en compte indirectement dans la mesure de la résistivité du sol [7].

Les carbonates

Les bicarbonates et les carbonates proviennent de la dissolution du dioxyde de carbone dans les solutions de sol ou bien de la dissolution de roches carbonatées présentes dans la roche mère constitutive du socle d'origine du sol considéré. En présence d'ions calcium et/ou magnésium en teneurs suffisantes dans la phase aqueuse du sol, l'accroissement du pH local de cette phase au voisinage de l'interface dans les zones cathodiques va favoriser la précipitation de carbonates de calcium et de magnésium à la surface de la canalisation. Ces dépôts peuvent être fortement adhérents et créer ainsi une barrière imperméable [7].

En corrosion libre, la présence de bicarbonates ou carbonates dans les sols, et l'augmentation du pH concomitante à la présence de calcium et magnésium, accroissent la propension du sol à favoriser la formation de films de produits de corrosion, ou de dépôts, plus ou moins protecteurs. De plus, la formation de ces dépôts calco-magnésiens est favorisée par l'application d'une protection cathodique, qui accroît elle-même le pH de la phase aqueuse du sol dans la zone interfaciale, et vers des niveaux plus élevés qu'en corrosion libre. Aussi la formation de ces dépôts signale, en règle générale, qu'une protection cathodique significative s'applique sur la surface d'acier [7].

c) La teneur en eau

La teneur en eau correspond au pourcentage en masse d'eau présente entre les particules du sol par rapport à la masse totale de sol. Elle peut être exprimée en pourcentage absolu selon la formule :

Corrosion des aciers

$$\%_{absolu} = \frac{m_{humide} - m_{sèche}}{m_{humide}} \times 100 \quad (2.9)$$

Avec

$\%_{absolu}$, la teneur (massique) en eau du sol.

m_{humid} , la masse de l'échantillon de sol dont on veut connaître la teneur en eau.

$m_{sèche}$, la masse de l'échantillon de sol après séchage complet.

Les sources principales de l'eau du sol sont d'une part l'eau de précipitation et d'autre part l'eau des nappes phréatiques souterraines.

Il n'y a pas de corrosion électrochimique dans un environnement totalement sec : soit sans eau liquide constituant l'électrolyte, soit sans une humidité relative suffisante de la phase gazeuse permettant une condensation locale à la surface du métal. Dans le sol, l'eau est nécessaire pour l'ionisation de l'état oxydé à la surface du métal, et pour l'ionisation de la solution du sol, sans lesquelles la continuité électrique du courant supportant l'activité corrosive ne peut pas être maintenue [7].

Après l'étude de 87 sites où sont enterrées des canalisations présentant de forte corrosion, Booth et al [8]. considèrent qu'un sol ayant une teneur en eau supérieure à 20% devient potentiellement agressif vis-à-vis d'un acier ordinaire non protégé par un revêtement et /ou par une protection cathodique [8]. Cette valeur seuil est reprise par les deux cotations de corrosivité des normes A05-250 : 1990 et DIN 50929 : 1985, toutefois les poids affectés à ce paramètre y sont faibles. Par des études en laboratoire sur des coupons d'acier doux enterrés dans un sol argilo-limoneux, Ismail propose une classification légèrement plus nuancée avec trois paliers de corrosivité mais la tendance générale est la même : plus le sol est humide, plus il est corrosif (Fig. 2.4).

Corrosion des aciers

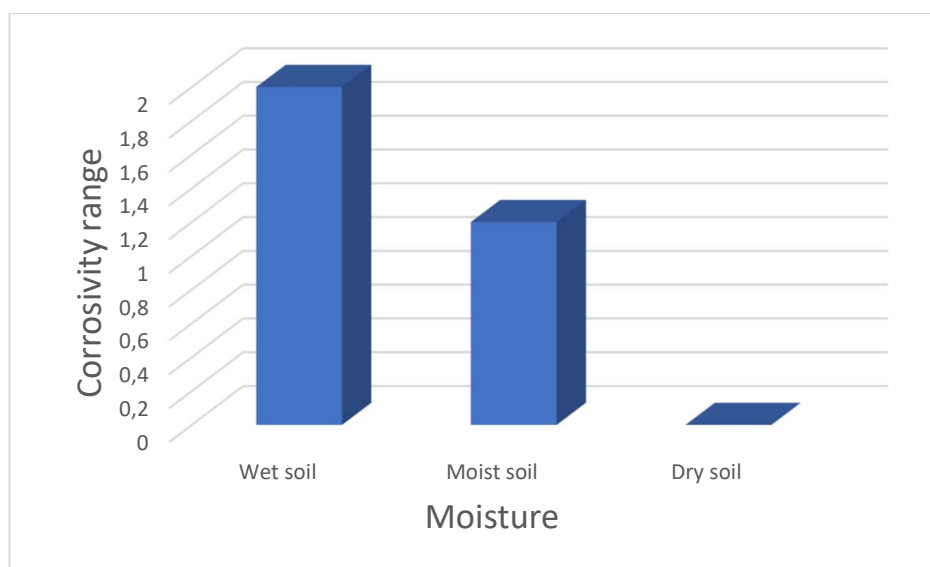


Figure 2.4 : Effet de la teneur en eau sur les classes de corrosivité du sol

Dans la cotation de corrosivité de Spickelmire [9], plus que la teneur en eau en elle-même c'est le niveau de la nappe phréatique et surtout sa possibilité de battement qui est important. Certes il considère qu'un sol constamment humide est plus corrosif qu'un sol totalement sec (note de 2 pour le sol humide et note de 0 pour un sol sec) mais le plus grand danger pour la canalisation est de multiples changements de teneur en eau c'est-à-dire l'alternance de périodes sèches et de périodes humides (note maximale attribuée : 6). La norme DIN exprime aussi l'influence des cycles humide/sec.

Plusieurs études en laboratoire montrent cependant que les vitesses de corrosion présentent un pic de corrosivité pour une teneur en eau intermédiaire. Pour Gupta [10], le maximum de corrosion est atteint pour des taux d'humidité compris entre 25 et 35 % en masse par rapport à la saturation et diminue ensuite pour des taux d'humidité plus élevés. Selon Ismail, les vitesses de corrosion sont maximales pour un sol présentant des teneurs en eau plus élevées, entre 40 et 60% massique. Dans le cadre d'une étude du PRCI (Pipeline Research Concil International) de 1983 pour laquelle 7 sols naturels de passage de canalisations ont été étudiés en laboratoire, sur échantillons plans de surface de 15 cm² environ en conditions contrôlées et constantes, les vitesses de corrosion présentent des comportements différents pour des sols de granulométries distinctes par exemple : un sable

Corrosion des aciers

grossier et une argile fine. Dans le premier cas la vitesse maximale correspond à un fort taux d'humidité (25%), dans l'autre cas à une faible teneur en eau (9%). Cette étude montre que l'évolution de la vitesse de corrosion avec la teneur en eau est différente pour chaque type de sol [7].

d) Le pH

Selon la norme A05-250 : 1990, dans la majorité des cas, les pH des sols naturels sont compris entre 5 et 9. Les terrains de pH inférieurs à 5,5 ne se rencontrent à l'état naturel que pour des tourbes ou pour des sols argilo-siliceux. Des pH très acides (<4 typiquement) ou très alcalins (>9 typiquement) sont généralement l'indice d'une pollution d'origine industrielle (scories, remblais industriels...) [7].

La relation générale entre le pH du sol et la corrosivité est donnée dans le tableau 2.3.

Tableau 2.3 : Echelle de corrosivité en fonction du pH [7]

pH	Type	Corrosivité attendue
<5,5	Acide	Sévère
5,5-6,5	Légèrement acide	Modérée
6,5-7,5	Neutre	Faible
>7,5	Alcalin	Faible

Seuls les sols inhabituellement acides, de pH inférieur à 5,5, se caractérisent par une corrosivité fortement accrue.

D'après Uhlig [11], le taux de corrosion dans un électrolyte aqueux oxygéné est indépendant du pH lorsque ce dernier est compris entre 4 et 10 : il dépend alors seulement de la rapidité du transport de l'oxygène jusqu'aux zones cathodiques du métal. Cette assertion doit être nuancée dans le cas de la corrosion en milieu sol. En effet, la quasi absence de convection peut, dans le cas de sols ayant une assez forte teneur en eau, ralentir considérablement le transport d'oxygène. La réaction cathodique de réduction des protons (et/ou de l'eau) peut alors devenir significative devant celle de l'oxygène dissous quelque soit le pH [11].

Corrosion des aciers

e) La température

Les températures subies par les canalisations enterrées sont généralement comprises entre 5 et 15°C. Ce n'est que dans le cas de fortes températures, supérieures à 30 °C, que la vitesse de corrosion augmente significativement avec la température [12]. Dans le cas inverse, la présence de gel n'a pas d'influence sur la vitesse de corrosion, sauf dans les cas particuliers de couplages macroscopiques zones gelées/zones non gelées, ou d'alternance gel/dégel, ou de situation d'érosion/corrosion. La vitesse de corrosion sera plus forte dans les zones non soumises au gel par rapport aux zones gelées [13]. Ainsi dans les intervalles de température que peut rencontrer la majorité des canalisations, l'influence de la température sur la corrosivité de sol est faible. Notons toutefois qu'en sortie de station de compression, sur quelques dizaines de mètres, la température du gaz est plus importante que sur le reste du réseau du fait de la compression. Le phénomène est inversé en sortie de poste de détente.

f) L'aération

L'air présent dans les sols est soit à l'état gazeux, soit à l'état dissous dans la solution interstitielle.

Si le milieu est aéré, le stock d'oxygène est maintenu constant. La circulation de l'oxygène est facilitée par la présence de pores grossiers car ceux-ci retiennent l'eau moins longtemps que les pores fins dans lesquels la diffusion de l'oxygène dissous est lente. En règle générale, la teneur en oxygène de la phase gazeuse d'un sol est légèrement inférieure à celle de l'atmosphère. Cette teneur baisse lors des périodes de pluies [14]. A 20 °C, la teneur en oxygène dissous d'une eau au contact de l'atmosphère est au maximum de 6 mL/litre de solution, mais elle est plus faible dans le cas d'eaux stagnantes. À l'inverse, les eaux froides, renouvelées régulièrement, peuvent avoir des concentrations en oxygène beaucoup plus importantes.

La présence du dioxyde de carbone est également importante car le pH du sol est contrôlé par la pression partielle du gaz carbonique, ainsi qu'éventuellement par la présence d'autres espèces aux propriétés acidobasiques. En général, moins la concentration

Corrosion des aciers

en oxygène dissous est basse, moins il y a d'activité biologique et donc moins le pH de la solution de sol est bas. La teneur en CO₂ de la phase gazeuse du sol, en moyenne de 1 %(volume), peut atteindre 5 à 10 % en milieu biologiquement très actif. Les eaux des sols sont souvent, particulièrement en cas d'aération médiocre ou faible, caractérisées par une concentration en oxygène dissous beaucoup plus faible et une concentration en CO₂ beaucoup plus élevée que les eaux directement exposées à l'atmosphère. Le CO₂ dissous est influent sur la nature des produits de corrosion, mais même aux teneurs les plus élevées observées en sol, son agressivité reste faible vis-à-vis de l'acier [7].

g) La résistivité

La résistivité électrique apparente du sol est principalement due à la résistivité de la solution interstitielle. Cette résistivité est inversement proportionnelle au nombre des porteurs de charge (les ions) et à leur mobilité, cette mobilité dépendant notamment du diamètre des ions. Ainsi plus la solution est riche en ions, plus la conductivité de la solution est forte et donc plus la résistivité du sol est faible [7].

Petrocokino propose l'échelle de corrosivité suivante (Tab. 2.4) [15] :

Tableau 2.4 : Echelle de corrosivité en fonction de la résistivité du milieu

Résistivité du sol ($\Omega \cdot m$)	Classe de corrosivité
<5	Très corrosif
5 à 15	Corrosif
15 à 24	Moyennement corrosif
> 24	Peu ou pas corrosif

Ainsi, dans un sol peu résistif, les réactions électrochimiques se font facilement et la corrosivité du sol augmente. Les travaux de Booth et al, les ont conduit à proposer, dans leur méthode de classification approchée de la corrosivité des sols, qu'une résistivité moyenne (mesurée sur des échéances de temps longues) inférieure à 20 $\Omega.m$ caractérise un sol agressif [8].

Corrosion des aciers

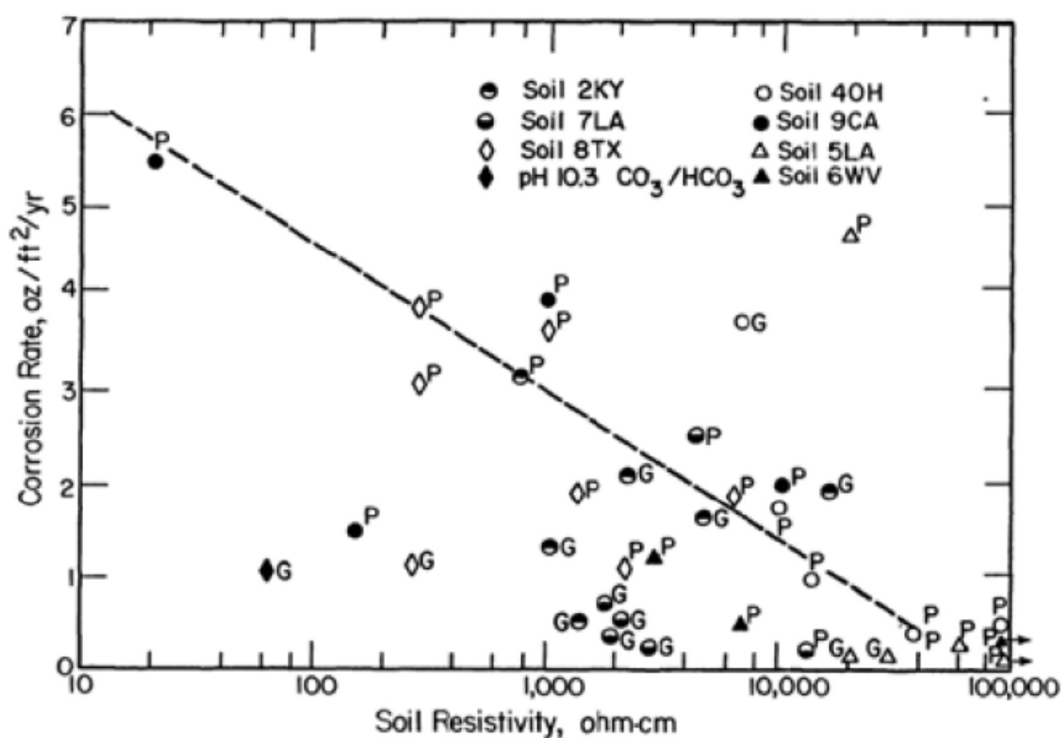


Figure 2.5 : Vitesse de corrosion et résistivité de sol [16]

Tableau 2.5 : la texture des sols appréciée sur la base des données du rapport PRCI

Désignation du sol	Texture
2KY	Sable grossier
4OH	Argile lourde
5LA	Sable argileux
6WV	Argile lourde
7LA	Limon argilo-sableux
8TX	Sable argileux
9CA	Argile

Le graphique de la figure 2.5 concerne les résultats de l'étude du PRCI de 1983. Les résultats sont présentés sous la forme d'un diagramme représentant la vitesse libre de corrosion uniforme (indice G sur le graphe) ou la vitesse de progression en profondeur des piqûres (indice P sur le graphe) en fonction de la mesure de la résistivité des différents sols

Corrosion des aciers

étudiés. Les résultats obtenus dans les 7 sols considérés ont été comparés à ceux obtenus dans une solution carbonatée de $\text{pH} = 10,3$. Tous les essais ont été faits avec une surface libre du sol exposée à un air reconstitué [7].

Le tableau 2.5 donne la texture des sols appréciée sur la base des données du rapport PRCI et en utilisant la classification de Jamagne [17].

La ligne droite en pointillés illustre simplement la tendance générale à ce que la corrosivité du sol diminue lorsque la résistivité augmente. Cependant, on notera sur ce graphe que cette tendance reste « approximative », et qu'elle est plus significative lorsque l'on considère les attaques de corrosion localisée. En revanche, cette tendance n'est pas retrouvée lorsque l'on considère l'ensemble des résultats d'attaque de corrosion généralisée. On observe même, lorsque l'on considère les résultats d'attaque généralisée par sol, que, pour certains sols, tel le sol 2KY qui a une texture de sable grossier, la tendance serait plutôt inverse. On note également, par exemple, qu'à un sol (7LA), qui a une texture de limon argilo-sableux, correspond, pour une gamme de résistivité entre 2000 et 4000 $\Omega\cdot\text{cm}$, une vitesse de corrosion généralisée toujours inférieure ou nettement inférieure à $40 \mu\text{m}\cdot\text{an}^{-1}$ alors qu'un sol (4OH), qui a une texture d'argile lourde, testé dans des conditions de teneur en eau relativement faible, avec une résistivité plus élevée (env. 7000 $\Omega\cdot\text{cm}$) a donné lieu à des vitesses de corrosion généralisée beaucoup plus élevées, de l'ordre de $150 \mu\text{m}\cdot\text{an}^{-1}$ [7].

On note par ailleurs que l'acier peut subir en sol des phénomènes de piqûre pratiquement dans toute la gamme des résistivités : par exemple le sol 5LA : sable argileux lorsqu'il est testé en conditions de résistivité élevée, donne lieu par ailleurs à une vitesse de corrosion généralisée faible, de $4 \mu\text{m}\cdot\text{an}^{-1}$ environ. Ainsi on ne peut que relier très approximativement résistivité et vitesse de corrosion. Seule une tendance très générale peut être suggérée, sans oublier cependant que les vitesses de pénétration des piqûres peuvent être d'un ordre de grandeur supérieur aux vitesses de corrosion uniformes [7].

Cette dispersion des résultats s'explique par le fait que la résistivité dépend simultanément des constituants et de la structure du milieu, de sa teneur en sels minéraux dissous, de sa teneur en eau et de sa température [7].

Corrosion des aciers

h) Vitesse / débit de fluide

Le débit ou la vitesse du fluide est également une variable complexe. Son influence sur la corrosion dépend de l'alliage, des constituants fluides, des propriétés physiques des fluides, de la géométrie et du mécanisme de corrosion. Ces relations sont mieux discutées en termes d'exemples spécifiques. Dans un certain nombre de cas, la vitesse de corrosion est déterminée par la vitesse de transfert d'une espèce entre la surface et le fluide. Cette situation se produit lorsque la réaction de corrosion elle-même est très rapide et que l'un des réactifs ou produits de corrosion ont une faible solubilité dans le fluide. La vitesse de corrosion devient fonction du gradient de concentration et s'exprime par :

$$V_{corr} = k(C_W - C_B) \quad (2.10)$$

Où V_{corr} est la vitesse de corrosion, k est un coefficient de transfert de masse, C_W est la concentration des espèces à la paroi métallique et C_B est la concentration des espèces dans le fluide. La valeur de k peut souvent être corrélée avec les quantités sans dimension nombre de Reynolds (Re) et nombre de Schmidt (Sc). Le coefficient de transfert de masse est exprimé en termes de nombre de Sherwood (Sh). Ces nombres sont liés aux propriétés physiques du fluide et de la géométrie par :

$$Re = \frac{vd}{\nu} \quad (2.11)$$

$$Sc = \frac{\nu}{D} \quad (2.12)$$

$$Sh = \frac{kd}{D} \quad (2.13)$$

Où v est la vitesse du fluide, d est une longueur caractéristique (par exemple, le diamètre du tuyau), ν est la viscosité cinématique (viscosité absolue divisée par la densité) et D est le coefficient de diffusion.

Pour de nombreuses géométries, ces quantités peuvent être liées par :

$$Sh = aRe^b Sc^c \quad (2.14)$$

Corrosion des aciers

Où a , b et c sont des constantes. Les équations 2.10, 2.11, 2.12, 2.13 et 2.14 indiquent que le taux de corrosion peut être calculé s'il dépend du taux de transfert de masse d'une espèce depuis ou vers le fluide. Les seules informations requises sont la géométrie, la vitesse du fluide et les propriétés physiques. Il existe un certain nombre d'exemples de corrosion qui suivent ce comportement. La corrosion des aciers au carbone dans une solution d'acide sulfurique H_2SO_4 concentré est régie par le taux de transfert de masse de $FeSO_4$ à partir d'une couche saturée en surface. La corrosion de l'acier au carbone dans l'eau dans une plage de pH presque neutre est régie par le taux de transfert de masse de l'oxygène dissous du fluide à la surface. Si une couche d'hydroxyde de surface poreuse se forme, le taux de transfert de masse peut devenir limité par diffusion à travers le film poreux [6].

Cet effet de la vitesse du fluide a des ramifications pour une attaque localisée, en particulier la corrosion par piqûres et crevasses. La présence d'un écoulement de fluide peut parfois être bénéfique pour prévenir ou diminuer une attaque localisée. Par exemple, il a été démontré que l'acier inoxydable de type 316 se fosse dans l'eau de mer au repos mais pas dans l'eau de mer en mouvement. Lorsque l'eau de mer se déplace, le taux de transfert de masse d'oxygène est suffisamment élevé pour maintenir une surface complètement passive, mais en l'absence de flux, le transfert de masse d'oxygène est trop lent et la surface ne peut pas rester passive. Cette observation indique que parfois la vitesse du fluide peut être bénéfique même si la vitesse de corrosion implique le transfert de masse d'un réactif ou d'un produit. La propension à une attaque localisée de se produire peut parfois être diminuée en maintenant un mouvement fluide suffisant [6].

Dans d'autres circonstances, l'écoulement de fluide peut provoquer un type d'érosion d'une surface par la force mécanique du fluide lui-même. Ce processus commun est appelé impact. Le processus implique l'élimination du métal ou de l'alliage par la contrainte de cisaillement de paroi élevée créée par le fluide en circulation. Des exemples d'une telle érosion se produisent soit là où le fluide est contraint de tourner, par exemple dans les coudes de tuyaux, soit lorsque des contraintes de cisaillement de surface élevées peuvent exister, par exemple, sur les coques de navires [6].

Corrosion des aciers

Il existe des preuves qu'une contrainte critique de cisaillement de la paroi peut être définie pour un alliage au-dessus duquel un impact provoque une érosion et au-dessous duquel une telle érosion est absente. Ainsi, la contrainte de cisaillement peut être traduite à une vitesse maximale. Ce phénomène a été mis en évidence pour les alliages cuivre-nickel et les alliages d'aluminium en eau salée [6].

Lorsque des solides sont présents dans le liquide, ils peuvent provoquer une usure ou une corrosion par érosion solide. L'usure est causée par le mouvement relatif des solides par rapport à la surface. Là encore, une telle usure est plus fréquente lorsque le fluide est contraint de changer de direction ou lorsque des contraintes de cisaillement élevées se produisent. Les particules doivent pénétrer la sous-couche laminaire avec suffisamment de force pour éliminer le film passif sur l'alliage. Par conséquent, des contraintes de cisaillement élevées sont souvent nécessaires pour que ce type d'érosion se produise. Ce problème peut être important dans des systèmes tels que l'eau salée transportant des solides (par exemple, le sable ou le charbon) et l'acier au carbone transportant de l'air plus des particules [6].

2.3.2. Les paramètres électrochimiques

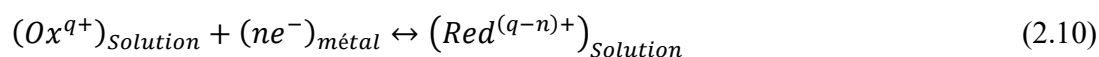
a) Le potentiel d'oxydo-réduction

Le potentiel d'oxydo-réduction ou potentiel redox d'un sol est défini comme le potentiel d'équilibre thermodynamique d'une électrode inerte (généralement en platine) mesuré relativement à une électrode de référence. Ce potentiel est un indicateur de la capacité du sol à donner ou à accepter un électron sur une électrode métallique. En condition d'aérobie, la disponibilité de l'oxygène du sol est élevée et le potentiel redox est plus positif que celui mesuré dans des conditions moins aérées. Dans un sol anaérobie, les accepteurs d'électron autre que l'oxygène, comme l'eau ou les ions H^+ déterminent le potentiel redox du sol [18]. Pour Dillman, le potentiel redox du sol traduit de manière pratique les propriétés oxydantes ou réductrices du sol, c'est-à-dire qu'il est régi par espèces électro-actives présentes à la surface de l'électrode de mesure [14]. Ainsi pour King et al. [18], le potentiel redox est « une indication du niveau (i.e. des concentrations) des agents oxydants et réducteurs actifs à la surface de l'électrode de mesure ».

Corrosion des aciers

Dans les systèmes simples dans lesquels le potentiel redox est contrôlé par un couple Redox prédominant, le redox est, en théorie donné par le potentiel (thermodynamique) réversible de ce couple. Cependant il convient de souligner ici que la mesure du potentiel redox d'un électrolyte au moyen d'une électrode de platine est une mesure difficile le plus souvent plutôt approximative, particulièrement en milieu sol, car expérimentalement il est difficile d'obtenir, à la surface du platine, les conditions correspondant à l'équilibre thermodynamique réversible du ou des couples redox influents présents. Cette mesure doit être considérée, en règle générale et particulièrement en milieu sol, plutôt comme indicative du pouvoir oxydant-réducteur du sol [7].

Considérons une réaction d'oxydo-réduction quelconque où les deux espèces, Ox et Red, sont toutes deux présentées à l'état dissous dans la solution :



Le potentiel d'équilibre thermodynamique du couple $Ox^{q+}/Red^{(q-n)+}$ dépend entre autres des concentrations du milieu en espèces oxydante et réductrice et de la température selon la loi de Nernst.

$$E_{Redox} = E^0 - \frac{RT}{nF} \ln \frac{[Red]}{[Ox]} \quad (2.11)$$

Avec

E_{Redox}	Le potentiel du couple Ox/Red
E^0	Le potentiel standard du couple Ox/Red
R	La constante des gaz parfaits
T	La température en K
N	Le nombre d'électron impliqués dans la réaction
F	La constante de Faraday
[Red]	L'activité des ions réducteurs

Corrosion des aciers

[Ox]

L'activité des ions oxydants

Généralement pour les sols, le potentiel redox est compris entre -0,300 et + 0,600 V/ESH, soit environ -0,600 et + 0,300 V/Cu/CuSO₄ [DUC-1970]. Starkey et Wight proposent une classification de la corrosivité des sols en fonction du potentiel redox [19]. Pour argumenter l'utilisation du potentiel redox comme un indicateur de corrosivité, Starkey et Wight ont mesuré ce potentiel dans différents sols de passage de canalisations. Les résultats ont été corrélés avec la sévérité de la corrosion des canalisations et ils en ont conclu les résultats présentés dans le tableau 2.6.

Tableau 2.6 : Echelle de corrosivité en fonction du potentiel redox [19]

Potentiel redox (mV/ENH)	Classe de corrosivité
- de 100	Sévère
Entre 100 et 200	Modérée
Entre 200 et 400	Faible
+ de 400	Non corrosive

Selon cette échelle de corrosivité, un faible potentiel redox implique une forte corrosivité du sol. Ceci s'explique par le fait que les auteurs ont pris en considération les risques de corrosion associés aux processus bactériens sulfurogènes, qui se développent essentiellement en conditions anoxiques (i.e. pour des potentiels redox bas). Comme pour l'échelle de corrosivité de Spickelmire concernant les sulfates [9], cette échelle est relative à la présence de bactéries sulfurogènes et n'est pas pertinente pour classer la corrosivité naturelle des sols qui sont testés dans notre étude.

On observe qu'en tendance générale, la vitesse de corrosion diminue lorsque le potentiel redox augmente. Cette tendance est en accord avec l'échelle de corrosivité proposée par Starkey et Wight [19]. Un sol aéré, pourtant caractérisé par un plus grand pouvoir oxydant, s'avère moins corrosif qu'un sol désaéré. Ces résultats soulignent l'importance des situations de forte aération et de grande accessibilité de l'oxygène à la surface du métal. King et Jack ont clairement montré qu'elles conduisent à des effets de « pseudo-passivation » en milieu sol à faible teneur en eau [18].

b) Le potentiel d'abandon

Le potentiel d'abandon est le potentiel mesuré entre un coupon d'acier de même nature, ou de nature proche de celle de la canalisation et une électrode de référence au cuivre-sulfate de cuivre le plus souvent. Ce n'est pas un paramètre du sol en lui-même mais sa valeur peut cependant, donner des renseignements sur le pouvoir oxydant du sol et donc indirectement, en particulier, son aération [7].

King et Jack [18] soulignent que la mesure du potentiel d'abandon est un paramètre donnant une information différente (et plus « riche ») de celle du potentiel redox, en précisant que « le redox donne une évaluation du statut aérobie-anaérobie du sol tandis que le potentiel d'abandon reflète les vitesses relatives d'arrivée et de consommation de l'oxygène à la surface de la pièce de métal utilisée pour le mesurer ». Dans le cas de la mise en place d'une PC, la valeur du potentiel d'abandon est nécessaire pour définir le potentiel de protection à appliquer selon la norme EN 12954 : 2001.

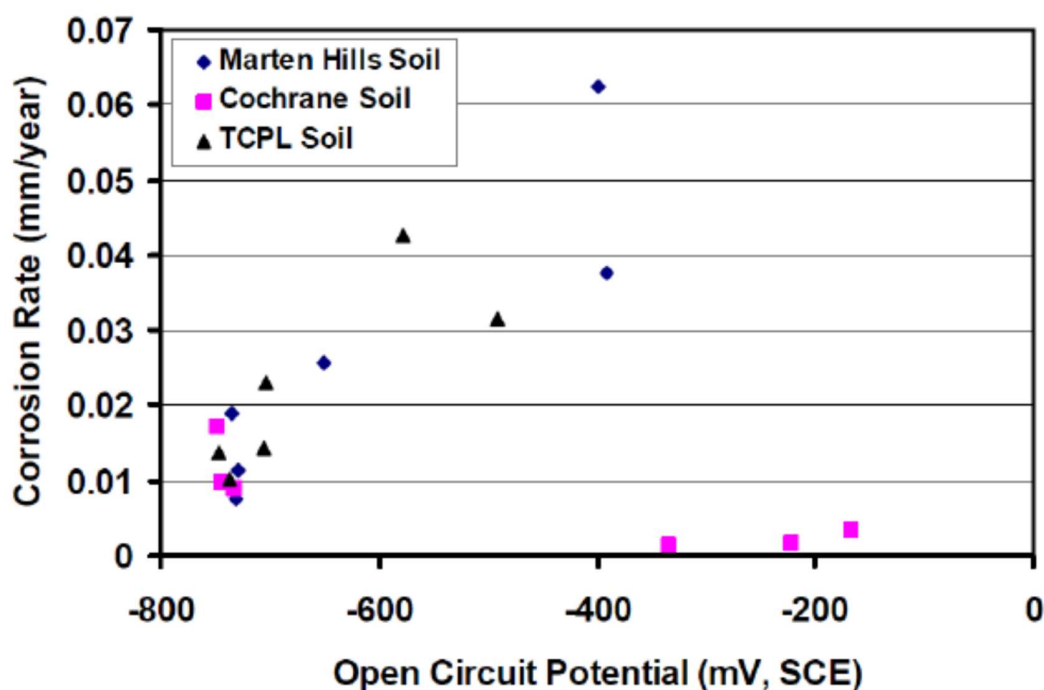


Figure 2.6 : Vitesse de corrosion et potentiel d'abandon [18]

Corrosion des aciers

King et Jack ont montré qu'il est possible de relier, en conditions d'expositions relativement stables, vitesse de corrosion et potentiel d'abandon (Fig. 2.6) [18].

Sur le graphe de la figure 2.6, deux régions apparaissent.

- 1) En dessous d'environ -380 mV/ECS, la vitesse de corrosion décroît linéairement avec le potentiel d'abandon.

La corrélation s'exprime sous la forme suivante :

$$V_{corr} = 1,1 \times 10^{-4}(E'_{ab}) + 0.1048 \quad (2.12)$$

Où V_{corr} est en mm/an

Et E'_{ab} est en mV par rapport à la référence Cu/CuSO₄

- 2) Au-dessus de -380 mV/ECS, la vitesse de corrosion chute brutalement à des valeurs très faibles. Ce phénomène traduit la formation de couches protectrices « pseudo-passives », qui peut effectivement se produire dans des sols très oxygénés, lorsque la teneur en eau est faible [7].

Le potentiel d'abandon est donc clairement relié à l'aération et à l'attaque de corrosion. King et Jack ont d'ailleurs proposé une corrélation théorique entre le potentiel d'abandon et le potentiel redox sous la forme [18] :

$$E_{ab} = B + \frac{4}{\alpha_A} E_{Redox} \quad (2.13)$$

Avec B, une constante et α_A le coefficient de transfert de charge associé à la réaction anodique. Cette corrélation n'est valable que lorsque l'oxygène est le principal oxydant impliqué dans le processus de corrosion de l'acier, que le transport d'oxygène vers la surface est l'étape limitante pour la corrosion de l'acier et lorsqu'enfin, par ailleurs, la mesure du redox reflète bien l'équilibre réversible de la réaction d'oxydoréduction de l'oxygène dissous du sol [7].



TECHNIQUES EXPERIMENTALES



3.1. Matériaux utilisés

Le premier matériau étudié est un pipeline en acier à haute limite d'élasticité de grade API 5L X-70 utilisé pour le transport du pétrole et gaz. Le diamètre extérieur et l'épaisseur du pipeline étudié sont respectivement de 1,07 m (42") et 12,7 mm (0,5"). L'analyse chimique du métal de base et du métal d'apport (E8018-G, fil standard) est présentée dans le tableau 3.1, tandis que le fil est revêtu par du fer en poudre de type à faible teneur en hydrogène.

Le deuxième matériau utilisé dans la présente étude est un acier à haute limite élastique X52. Cet acier a été reçu soudé et sous forme de tronçons de pipeline de diamètre 24 cm (9,5"), d'épaisseur 10 mm (0,4"). La composition chimique de cet acier est donnée dans le tableau 3.2.

Le procédé de soudage utilisé est le soudage à l'arc submergé ; l'ensemble soudé est homologué par des tests de soudage destructifs (traction, dureté, résilience). Le soudage de ces pipes nécessite une préparation des bords à assembler avec un chanfrein en V, et un nettoyage parfait de ces bords de toutes pollutions (oxydes, films organiques, graisses, ...). L'alignement des extrémités est réglé de manière à minimiser les inégalités entre les éléments à assembler (fig. 3.1).

Les compositions chimiques des aciers étudiés X70 et X52 sont présentées respectivement dans les tableaux 3.1 et 3.2.

Tableau 3.1 : Composition chimique de l'acier API X-70 utilisé dans cette étude

Eléments (wt %)	C	Mn	Si	Cu	Nb	Cr	P	S	Ni	Mo	V	Fe
Métal de base	0.075	1.79	0.335	0.162	0.04	<0.055	0.016	0.01	<0.031	0.016	<0.01	97.4
Métal d'apport	0.06	1.24	0.48	0.37	<0.01	0.04	0.008	0.006	0.62	0.01	0.02	97.1

Tableau 3.2 : Composition chimique de l'acier API X-52 utilisé dans cette étude

Eléments (wt %)	C	Mn	Si	Cu	Nb	Cr	P	S	Ni	Mo	V	Fe
Métal de base	0.13	1.01	0.28	0.02	-	0.02	0.016	0.009	0.02	0.03	0.58	97.8
Métal d'apport	0.15	0.6	0.1	-	-	-	0.015	0.015	0.85	0.1	-	98.1

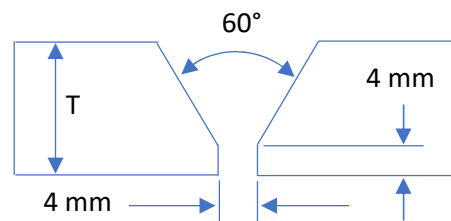


Figure 3.1 : Conception du joint soudé

3.2. Traitements thermiques

Deux températures de revenu ont été sélectionnées pour étudier l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et sur le comportement à la corrosion des joints soudés des aciers X-70 et X-52. La première à 450 ° C et la seconde à 650 ° C, le processus de revenu est le suivant ; préchauffage de la température ambiante jusqu'à 300 ° C, suivi d'un chauffage régulier jusqu'à la température sélectionnée avec une vitesse de refroidissement égale à 150 ° C / heure. Le temps de maintien a été choisi en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette (une heure pour chaque pouce d'épaisseur), pour les éprouvettes de traction ; le temps de maintien était de 30 minutes et pour les autres échantillons ; le temps de maintien était de 15 minutes. Les échantillons ont été refroidis dans un four jusqu'à 300 ° C avec une vitesse de refroidissement égale à 150 ° C / heure, puis ils ont été refroidis à l'air (Fig. 3.2).

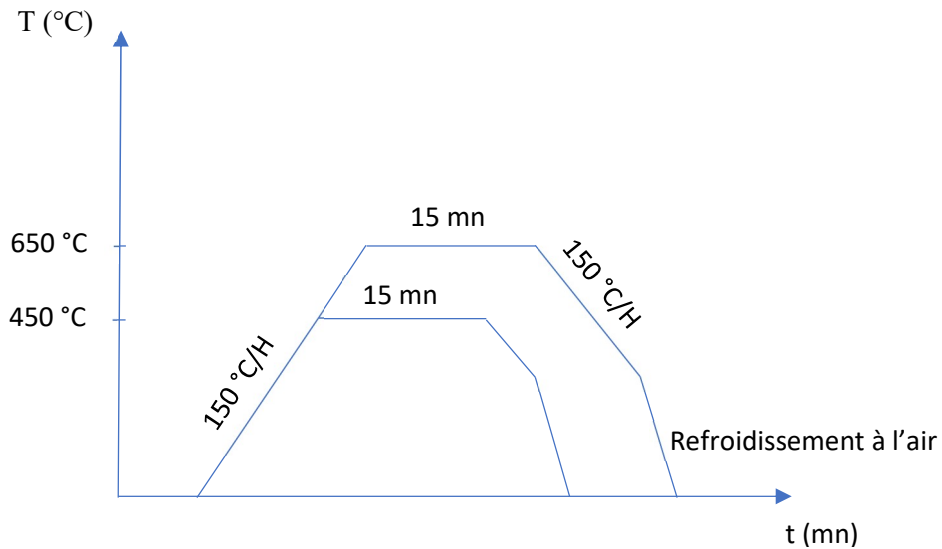


Figure 3.2 : Illustration du processus de traitement thermique

Traitement de vieillissement après écrouissage

Le vieillissement est une évolution dans le temps des propriétés des matériaux à des températures proches de la température ambiante. Or, les métaux et les aciers en particulier sont formés de grains dont la structure cristalline est très stable et n'est modifiable que par des transformations de phase à haute température ou par des précipitations de composés en général au-dessus de 500 $^{\circ}\text{C}$. De ce fait, les propriétés des aciers n'évoluent normalement pas en fonction du temps. Il existe néanmoins un phénomène d'évolution de propriétés à basse température en relation avec la diffusion d'atomes interstitiels mobiles de carbone et d'azote sous certaines conditions : c'est ce phénomène que l'on désigne par vieillissement des aciers.

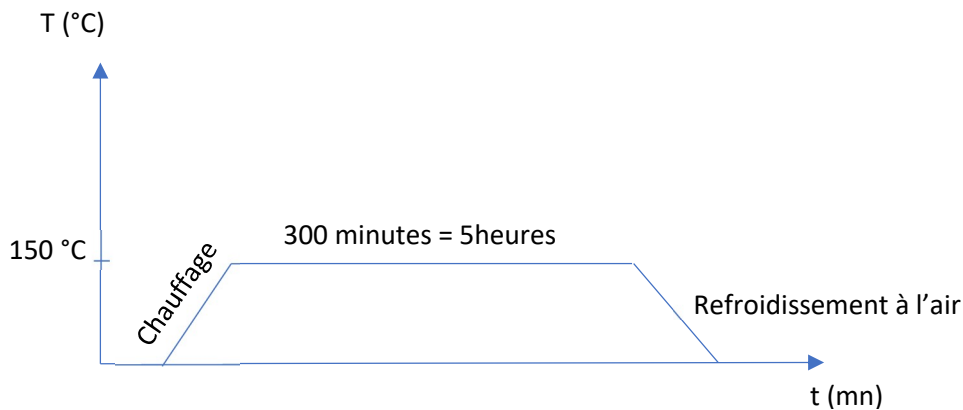


Figure 3.3 : Illustration du traitement thermique de vieillissement

Le traitement de vieillissement après déformation consiste à chauffer les éprouvettes déformées à 150 °C pendant 5 heures puis elles sont refroidies à l'air (Fig. 3.3).

3.3. Caractérisation microstructurale

L'examen métallographique met en évidence les hétérogénéités qui existent dans le métal ; il est donc particulièrement bien appliqué en soudage car cette opération entraîne, dans l'espace métallique, de nombreuses modifications structurales. Il est important d'examiner et caractériser la microstructure du joint soudé et de comprendre sa formation et son effet sur les propriétés.

Les échantillons métallographiques sont obtenus par des coupes transversales du joint soudé et ils ont les dimensions suivantes (15 mm × 12 mm × 5 mm). Deux échantillons ont été soumis à un traitement thermique de revenu, et le troisième reste sans traitement thermique en tant que témoin (appelé *reçu* dans ce travail). Le revenu consiste à chauffer jusqu'à 450 °C pour le premier échantillon et 650 °C pour le deuxième échantillon, avec un temps de maintien de 15 minutes puis refroidi à 300 °C dans le four suivi d'un refroidissement à l'air. Après polissage, les échantillons ont été attaqués chimiquement avec une solution de NITAL 4% pendant 10 secondes, puis rincés et séchés. L'acquisition des images a été réalisée par un microscope optique LEICA DMLM et un microscope électronique à balayage TESCAN (SEM).

3.4. Essais mécaniques

La meilleure façon d'évaluer les performances d'une soudure est d'établir ses propriétés mécaniques [20].

3.4.1. Essais de traction

Les éprouvettes pour l'essai de traction (figure 3.4) doivent avoir une longueur d'environ 9 pouces (230 mm) et une largeur d'environ 1 pouce (25 mm). Aucune préparation n'est nécessaire, des essais de traction sont parfois effectués pour comparer les résistances du métal de base et du métal fondu. Un exemple de ce type d'essai est l'essai de traction transversale, dans lequel l'échantillon est retiré de la soudure de sorte que l'axe de chargement est perpendiculaire au cordon de soudure et que le renfort de soudure reste intact. Le but de ce test est de vérifier qu'une défaillance de surcharge se produira dans le métal de base (MB) plutôt que dans le métal fondu (MF) ou la zone affectée par la chaleur (ZAT) [20]. Les essais de traction ont été effectués suivant la norme ASTM E 8M [21], par la machine d'essai mécanique INSRTON avec une force de capacité égale à 600 KN, et la vitesse d'essai appliquée était de 3 mm/minute à température ambiante.



Figure 3.4 : Eprouvette de de traction retirée du pipeline X70, l'axe de chargement est perpendiculaire au cordon de soudure et le renfort de soudure est laissé intact

Pour chaque traitement thermique, trois éprouvettes ont été prélevées pour effectuer les essais de traction, le premier groupe reste sans traitement thermique ; les deux autres groupes d'éprouvettes ont été revenues à 450 ° C et à 650 ° C, avec une demi-heure de temps de maintien suivi d'un refroidissement du four à 300 ° C, puis refroidis à l'air.

Essais de traction après vieillissement

Pour connaître le vieillissement de l'acier X-70 (sans soudage et sans traitement thermique) deux éprouvettes de traction ont été subi à l'essai de traction, la première a été chargée jusqu'à la rupture ; et la deuxième a été précontraint (déformé jusqu'à 16%)

puis elle a été subie à un traitement de vieillissement (figure 3.3) pendant 5 heures. La deuxième éprouvette après le traitement de vieillissement a été subie à l'essai de traction de nouveau jusqu'à la rupture.

Pour voir l'effet de soudage sur le vieillissement de l'acier X-70 deux éprouvettes de traction ont été prélevées transversalement au cordon de soudure. La première a été chargée jusqu'à la rupture ; et la deuxième a été précontraint (déformé jusqu'à 16%) puis elle a été subie à un traitement de vieillissement (figure 3.3) pendant 5 heures. La deuxième éprouvette après le traitement de vieillissement a été subie à l'essai de traction de nouveau jusqu'à la rupture.

Pour voir l'effet de soudage et revenu à 450 °C sur le vieillissement de l'acier X-70 deux éprouvettes de traction ont été prélevées transversalement au cordon de soudure et elles ont été revenu à 450 °C. La première a été chargée jusqu'à la rupture ; et la deuxième a été précontraint (déformé jusqu'à 16%) puis elle a été subie à un traitement de vieillissement (figure 3.3) pendant 5 heures. La deuxième éprouvette après le traitement de vieillissement a été subie à l'essai de traction de nouveau jusqu'à la rupture.

Pour connaître l'effet de soudage et revenu à 650 °C sur le vieillissement de l'acier X-70 deux éprouvettes de traction ont été prélevées transversalement au cordon de soudure et elles ont été revenu à 650 °C. La première a été chargée jusqu'à la rupture ; et la deuxième a été précontraint (déformé jusqu'à 16%) puis elle a été subie à un traitement de vieillissement (figure 3.3) pendant 5 heures. La deuxième éprouvette après le traitement de vieillissement a été subie à l'essai de traction de nouveau jusqu'à la rupture.

3.4.2. Essais de dureté

Une utilisation courante des valeurs de dureté dans les spécifications de soudure consiste à contrôler la formation de microstructures qui pourraient avoir une ductilité et une ténacité faibles et sont donc sujettes à la fissuration. Par exemple, dans les aciers pour pipelines, la formation de martensite dans la zone ZAT est préoccupante en raison du potentiel de fissuration. Ce problème est résolu en spécifiant des valeurs maximales pour les traversées de micro-dureté sur plusieurs sections de la soudure. Les valeurs de

dureté sont également utilisées comme indicateur de la sensibilité à certaines formes de fissuration par corrosion sous contrainte [20].

Les tests de microdureté nécessitent des coupes bien polies et attaquées chimiquement pour prendre les valeurs des ZAT, MB et MF. La Figure 3.5 montre les empreintes de chaque zone suivant une ligne qui traverse les trois zones dans le milieu de la pièce. Des indentations ont été faites avec le testeur de microdureté MVK-H2 Mitutoyo en utilisant une charge de 300 g appliquée pendant 10 secondes, et chaque valeur de dureté était une moyenne de trois mesures.

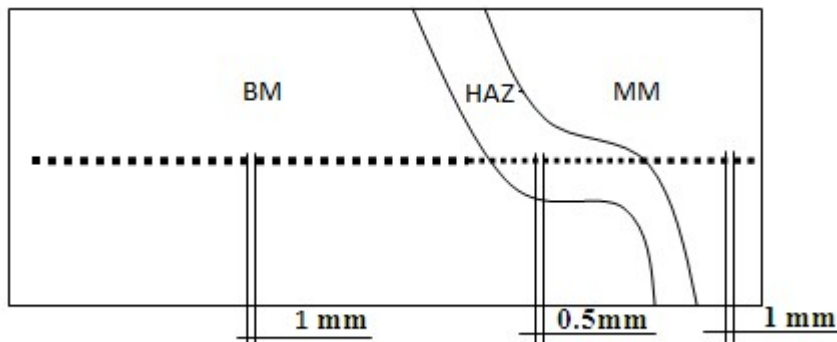


Figure 3.5 : Représentation schématique de la ligne de microdureté

3.4.3. Essai de résilience

La résilience est l'énergie exprimée en J/cm^2 , nécessaire pour produire la rupture de l'éprouvette placée sur deux appuis. Ces essais sont destinés à caractériser la fragilisation du métal sous l'action d'un choc soit pour la mesure des propriétés mécaniques du métal à l'ambiante, soit pour la détermination de la température de transition ductile-fragile sous contraintes triaxiales (flexion sous entaille) [22].

Les éprouvettes de résilience ont été prélevées transversalement du cordon de soudure, l'entaille de chaque éprouvette a été placée dans la zone affectée par la chaleur à proximité du métal de soudure. Les dimensions de chaque spécimen étaient de 10 mm x 10 mm x 55mm (figure 3.6). L'éprouvette de résilience est soutenue sur les deux extrémités et est cassé par un seul coup d'un pendule qui frappe le milieu de l'échantillon sur le côté non entaillé [23]. Le testeur de ténacité au choc Karl Frank GMBH de type 53580 a été utilisé pour mesurer l'énergie absorbée, tandis que la capacité de chargement de la machine de résilience était de 300 J, la température des échantillons était également de $-10^{\circ}C$ pendant le test.

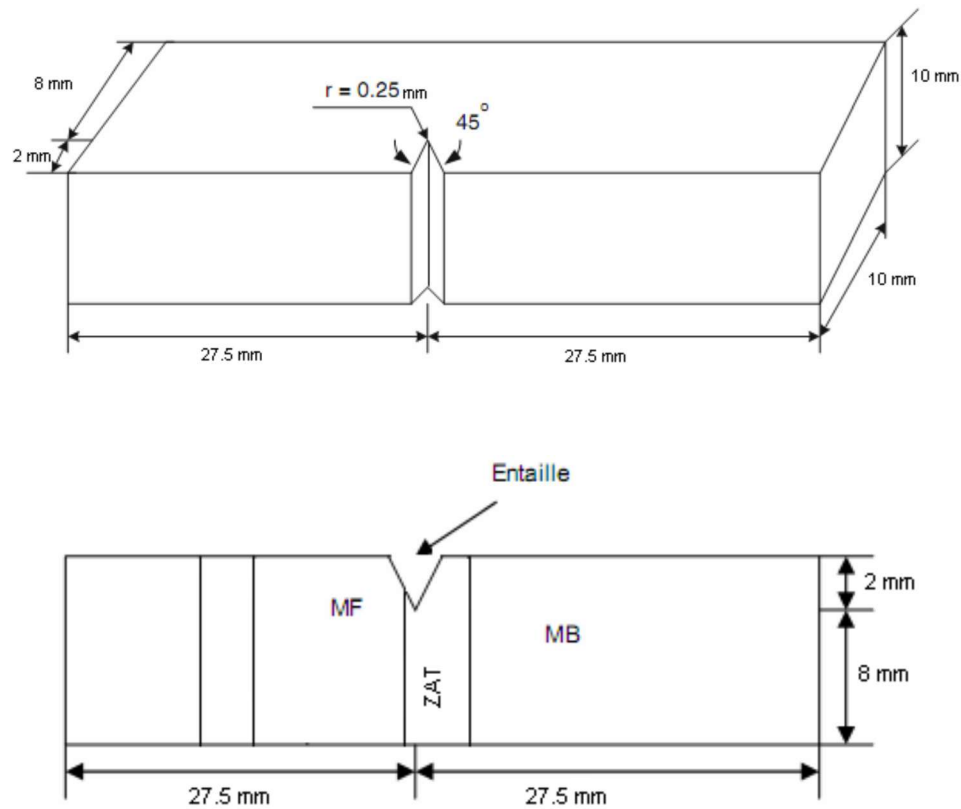


Figure 3.6 : Forme de l'éprouvette de résilience et la position de l'entaille



Figure 3.7 : Les éprouvettes pour l'essai de résilience normalisées.

3.5. Tests électrochimiques

Les tests électrochimiques sont effectués dans une cellule, équipée d'un montage conventionnel à trois électrodes : l'électrode auxiliaire ou contre électrode est

Techniques expérimentales

une électrode en platine, l'électrode de référence est une électrode au calomel saturé (ECS) et l'électrode de travail est un échantillon de l'acier étudié. La section de la surface d'acier exposée au milieu corrosif est d'environ 1 cm^2 . L'ensemble des essais a été effectué sur une surface propre.

L'électrode de travail de forme de disque disposée près de l'électrode de référence pour minimiser l'influence de la chute ohmique.

Les essais électrochimiques ont été effectués dans une cellule électrochimique à double paroi de capacité de 250 ml à trois électrodes :

- L'électrode de travail est une coupe transversale du cordon de soudure (MB, ZAT, MF).
- La contre électrode est un disque en platine, de surface 1 cm^2 , placé vis-à-vis de l'électrode de travail.
- L'électrode de référence est une électrode au calomel saturée ECS (+0.244 V/ENH).

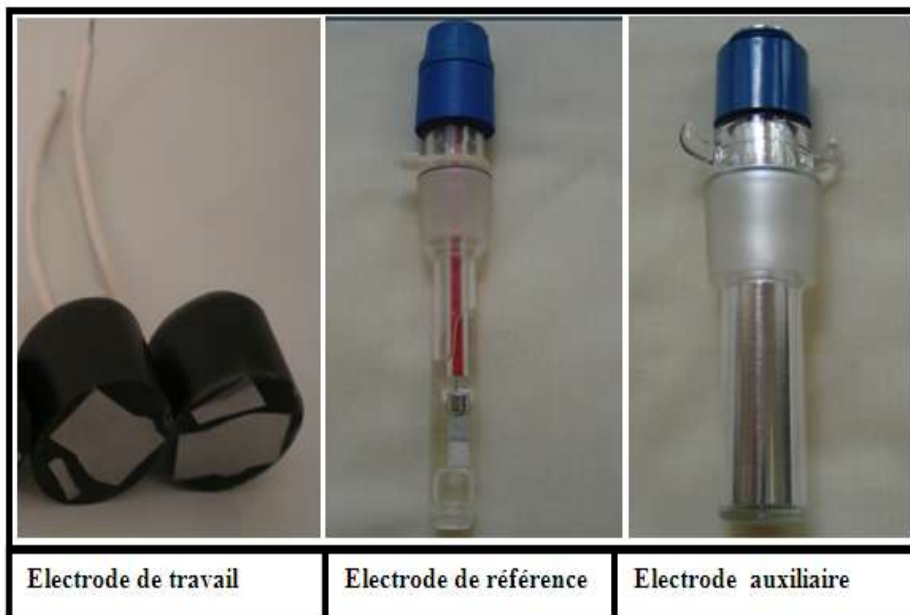


Figure 3.8 : Les électrodes utilisées dans les tests électrochimiques.

Techniques expérimentales

Notre étude est réalisée dans deux solutions :

Une solution de chlorure de sodium (NaOH) ; de 1 mole/Litre de concentration, préparé à partir d'une solution commerciale d'hydroxyde de Sodium.

Une solution d'acide sulfurique (H₂SO₄) de concentration 1 mole/litre ; le PH mesuré de la solution est égal à 1.7 et la température environ 25°C.

On utilise un POTENTIOSTAT/GALVANOSTAT de type VOLTALAB PGZ 301, (figure 3.9).



Figure 3.9 : Potentiostat/galvanostat de type voltalab pgz 301

Les échantillons prélevés pour les tests d'électrochimie ont été poli jusqu'à 1200 avec un papier abrasif ensuite ils ont été rincé et séché à l'air ambiant.

3.5.1. Méthode De Polarisation Potentiodynamique

Cette méthode consiste à balayer une gamme de potentiel du domaine anodique au domaine cathodique avec une vitesse constante de potentiel. Elle est utilisée pour les caractéristiques « active/passive » d'un système redox matériau-solution. On trace la courbe $I = f(E)$ qui nous permettra de déterminer les différentes caractéristiques électrochimiques. La vitesse de balayage du potentiel varie en général de 0.01 mV/s à 50 mV/s.

Techniques expérimentales

Lorsqu'on impose un potentiel à l'électrode de travail différent de celui de l'équilibre, le courant I qui circule à travers le système électrode-solution est relié à la surtension de transfert de charge par la relation de Butler–Volmer.

Cette relation est donnée par l'expression suivante :

$$i = i_{corr} \left[\exp \frac{2.3(E-E_{corr})}{b_a} - \exp \frac{-2.3(E-E_{corr})}{b_c} \right] \quad (3.1)$$

Où i : la densité de courant (mA/cm^2),

i_{corr} : La densité du courant de corrosion (mA/cm^2),

E : potentiel imposé à l'électrode de travail par rapport à l'électrode de référence (mV),

E_{corr} : Le potentiel de corrosion du métal (mV),

b_c et b_a : sont respectivement les pentes de Tafel cathodique et anodique. Elles sont comptées positivement et sont exprimées en (V/décade).

La courbe globale $I = f(E)$ ne permet pas de déterminer directement la valeur de i_{corr} puisqu'on ne sait pas tracer les courbes élémentaires anodiques et cathodiques.

La détermination de la valeur de i_{corr} passe par les cas particuliers d'application de la relation (3.1) telle que la loi de Tafel [24].

3.5.2. Mesure du potentiel de corrosion à l'abandon (OCP)

Pour mesurer le potentiel de corrosion à l'abandon, on fait appel à la méthode potentiométrique. Elle consiste à suivre l'évolution du potentiel d'abandon en fonction du temps $E = f(t)$.

La détermination de cette tension est indispensable avant chaque mesure électrochimique et permet d'avoir le temps de stabilisation et de montrer les aptitudes de l'échantillon à la réactivité ou à la passivité. Néanmoins, ce potentiel n'est pas une caractéristique du métal et dépend des conditions expérimentales, en particulier de la nature, concentration et température du réactif, mais aussi de l'état de surface du métal. La

Techniques expérimentales

réaction électrochimique n'est plus réversible puisque la nature de l'interface métal-solution varie avec le temps.

Cependant, le potentiel tend vers une valeur stationnaire pour une durée d'immersion d'un métal qui dépend de sa nature et de celle du réactif. C'est une grandeur complexe qui donne des renseignements très utiles sur le fonctionnement des micropiles locales qui interviennent dans les phénomènes de corrosion [24].

3.5.4. Spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS)

Un potentiostat et une cellule à trois électrodes ont été utilisés pour effectuer des expériences électrochimiques. L'électrode en platine a été utilisée comme contre-électrode (CE), l'électrode en calomel saturé (SCE, 0,242V/ENH) comme électrode de référence (RE) et un petit échantillon rectangulaire d'acier API 5L X-70 monté en résine époxy avec une zone d'exposition de 1 cm² comme électrode de travail. Les échantillons étudiés ont été polis à l'aide de papiers abrasifs au carbure de silicium à grain 320, 600 et 1200 [8].

Pour les tests de spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS), les mesures ont été effectuées avec une même configuration et dans les mêmes conditions que celles décrites dans le test de polarisation. Une longueur d'onde de 10 mV d'amplitude sur une gamme de fréquences de 10 MHz à 10 KHz a été appliquée. Avant le début de chaque test, les échantillons ont été immergés pendant 30 minutes dans les solutions pour établir le potentiel du circuit ouvert.



RESULTATS ET INTERPRETATIONS



Résultats et interprétation

L'effet des facteurs métallurgiques et environnementales sur les propriétés des aciers HSLA a été étudié par un ensemble des caractérisations chimiques, métallurgiques, mécaniques et électrochimiques.

4.1. Caractérisation chimique

On constate que la composition présentée dans le tableau 3.1 contient une faible teneur en carbone et éléments d'addition tels que le nickel, le chrome, le molybdène, le vanadium et le cuivre qui sont également faible. Ces éléments contribuent à l'amélioration de la limite d'élasticité, la dureté, la résilience et la soudabilité.

La faible teneur en carbone est nécessaire pour améliorer la soudabilité et la résilience de l'acier. Les éléments de micro-alliage sont le niobium, le cuivre et le vanadium, mais l'élément qui a un grand effet est le niobium. Ces éléments contribuent à l'amélioration de la limite d'élasticité, la dureté, la résilience et la soudabilité.

Le niobium est un élément de micro-alliage efficace qui améliore l'acier par trois mécanismes. D'abord, il affine l'austénite et, finalement, la structure de grain de ferrite pendant le laminage en empêchant la recristallisation et la croissance de grain. En second lieu, il supprime la nucléation de la ferrite polygonale par son effet fort de trempabilité. Troisièmement, le niobium augmente la dureté par la précipitation des particules ultrafines de Nb (C, N) pendant le refroidissement à la température de laminage de finition ou pendant un traitement suivi d'un revenu [25].

On remarque aussi la présence des autres éléments avec des teneurs affectant comme le manganèse, le nickel et le cuivre. Le manganèse remplit la fonction d'élue de diminuer la température de transformation pour favoriser la formation de la ferrite aciculaire et de diminuer la tendance de précipitation de Nb(C, N) dans l'austénite en augmentant le produit de solubilité. Le manganèse semble également avoir un effet en soi bénéfique sur la dureté. La teneur de manganèse a été limitée par 1.4 % dans la norme pour empêcher la formation des phases durs comme la bainite et le composé (M-A) susceptible de former des zones fragiles.

Résultats et interprétation

En plus, l'augmentation de la teneur en titane du métal fondu a diminué la quantité de manganèse dans les inclusions, tandis que les niveaux de titane dans les inclusions ont été augmentés. Par conséquent, la nature des inclusions change des inclusions de base de Mn (comme MnS) à la base de Ti tels que TiC, TiN, TiO et Ti₂O₃. La teneur de titane est aussi limitée dans la norme par 0.06 % parce que l'excès simultané dans les teneurs de manganèse et titane (en plus des valeurs indiquées) conduit à la formation des phases durs. Mais dans le cas où la teneur de titane est faible (0.01%), on peut augmenter la teneur de manganèse jusqu'à 2% sans voir l'augmentation des phases dures [26].

B. Beidokhti et autres ont trouvé que le métal fondu qui contient un pourcentage élevé de ferrite aciculaire et une bonne répartition des carbonitrides titane a abouti à la meilleure performance dans les services agressives. Les meilleures propriétés du service ont été obtenues lors de deux compositions, 1,40% Mn 0,08% Ti et 1,92% Mn 0,02% Ti [26].

Le nickel est un élément gamma-gène, donc il diminue la température de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ et favorise la formation de la ferrite aciculaire. Le cuivre ayant aussi plusieurs effets : il augmente la quantité de la ferrite aciculaire aux dépens d'autres constituants, affine la microstructure dans toutes les zones du métal de soudure, augmente le pourcentage des microphases uniformément dans toutes les régions, change la composition chimique des inclusions, mais le cuivre ayant un effet mauvais qui est la diminution de la résilience.

On remarque qu'il y a une différence entre la composition chimique du métal de base et celle du métal fondu. Cette différence semble claire dans la teneur du manganèse, silicium et le molybdène. La diminution de la teneur en manganèse dans le métal fondu est due sa faible teneur dans le métal d'apport et due aussi à leur contribution à la formation des inclusions non métalliques.

Le silicium favorise la formation de la ferrite polygonale par l'augmentation de la température de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ parce qu'il est un élément alpha-gène. Le rôle principal du molybdène est celui d'un agent de trempabilité, favorisant la formation de la ferrite aciculaire et empêchant la formation de la ferrite polygonale et de la perlite.

Résultats et interprétation

4.2. Caractérisation microstructurale

Les microstructures des trois échantillons étudiés (telles que reçu, revenus à 450 ° C et à 650 ° C) ont été examinées dans trois zones dans le métal de base, ZAT et le métal fondu.

4.2.1. Microstructure du cordon de soudure d'un acier X-70 sans traitement thermique

La microstructure du métal de base se compose de bainite supérieure, de ferrite et de perlite. Cette microstructure est obtenue par refroidissement accéléré après laminage à chaud de l'austénite non recristallisée. Cette combinaison offre d'excellentes propriétés de résistance et de dureté [27].

La composition chimique du métal fondu est différente de celle du métal de base, d'où une microstructure différente. Cette composition résulte du mélange du métal déposé par le produit de soudage avec le métal de base, et la proportion de ce dernier varie d'un passage à l'autre. La microstructure de chaque point du métal fondu (MF) dépend de la vitesse de refroidissement et de la température maximale atteinte.

Les soudures multipasses sont généralement considérées comme ne comprenant que deux régions :

- La région primaire (brute de solidification) où la microstructure se développe pendant que la soudure se refroidit de la phase liquide à la température ambiante ;
- Région réchauffée ou secondaire, où les régions avec la microstructure primaire originale sont réchauffées aux températures au-dessus de la température A_{c1} . Les régions revenues qui sont aussi réchauffées aux températures légèrement basses sont aussi considérées appartenues à cette catégorie.

La microstructure du métal de soudure se compose de perlite, de ferrite aciculaire et de ferrite quasi polygonale (Fig.4.1). La ferrite aciculaire est obtenue par la présence des inclusions non métalliques (oxydes SiO_2 , MnO , etc. et sulfures MnS , CuS , etc.) provenant du métal d'apport ; on observe l'apparition de la ferrite aciculaire formée autour des

Résultats et interprétation

inclusions. L'autre facteur qui favorise la formation de ferrite aciculaire est le molybdène. Le taux de ferrite aciculaire dans ces passes augmente en fonction de trois facteurs, le taux de refroidissement, les inclusions (dépend de la teneur en oxygène) et les éléments d'alliage (MB) [27].

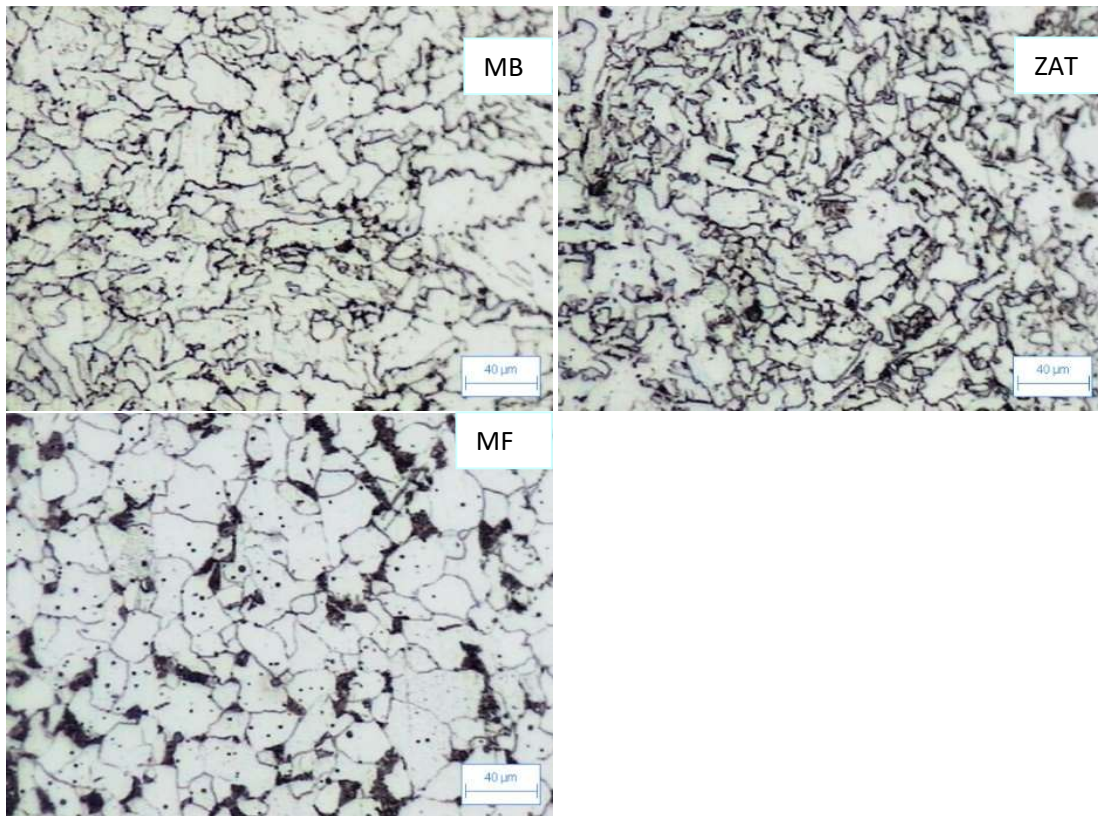


Figure 4.1 : Micrographies optiques des trois zones de soudure pour l'échantillon tel que X70 reçu

Dans la zone des grains grossiers de la ZAT (CGHAZ), lorsqu'ils sont chauffés à haute température, les précipités qui affinent les grains d'austénite se dissolvent, et cette dissolution permet et favorise l'élargissement du grain austénitique. La microstructure de la zone à gros grains est constituée de ferrite polygonale, de ferrite aciculaire, de martensite et d'austénite retenue (figure 4.2). La valeur élevée de dureté (250 HV) trouvée dans cette zone indique l'existence de la martensite [20]. Ces phases sont dues à l'effet de la température maximale élevée atteinte causée par les cycles de soudage thermique.

La zone à grains fins adjacente à la zone à grains grossiers a une microstructure polygonale en ferrite à grains fins, et la dissolution des précipités est partielle à la

Résultats et interprétation

température de réchauffage de cette zone (légèrement supérieure à Ac_3). Ces précipités affinent les grains d'austénite en épinglant les joints de grains ; ce raffinement des grains d'austénite conduit après la transformation à une microstructure ferritique polygonale à grains fins [27].

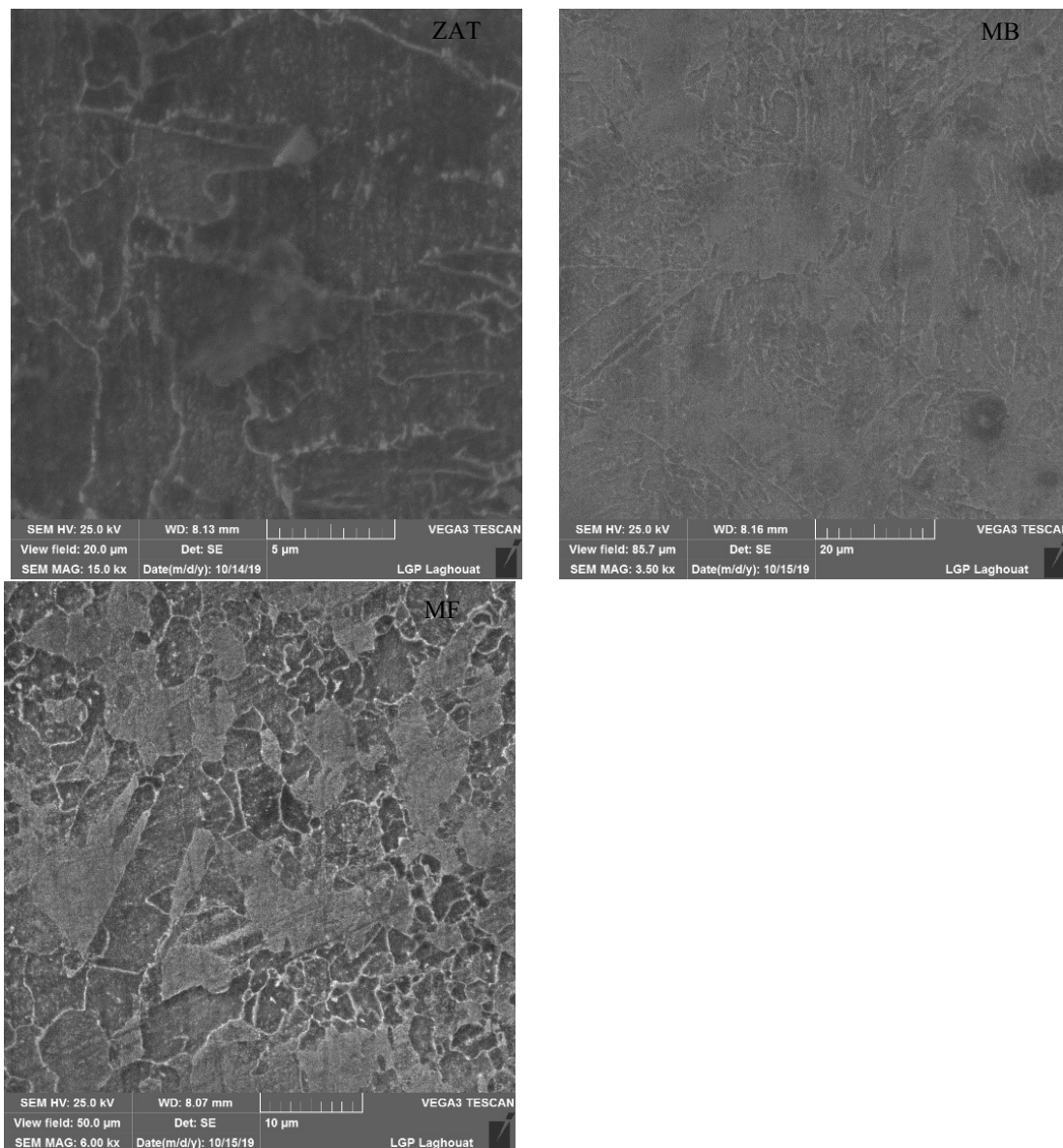


Figure 4.2 : Microstructure du cordon de soudure d'un acier X70 sans traitement thermique en trois zones, métal de base (BM), zone affectée thermiquement (ZAT) et métal de soudure (MF).

Résultats et interprétation

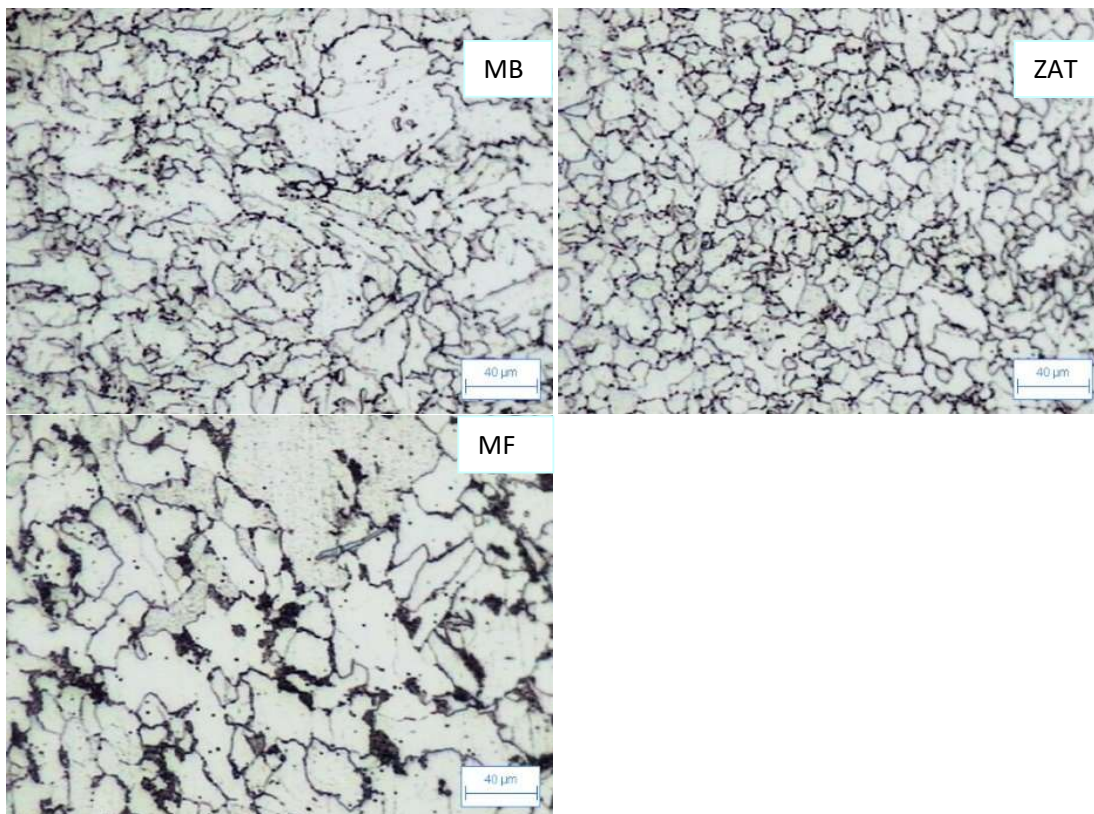
4.2.2. Microstructure du cordon de soudure d'un acier X-70 après revenu

Le but de ces traitements thermiques est d'identifier la température optimale de traitement thermique pour obtenir les microstructures à bon comportement mécanique dans les trois zones (MB, ZAT, MF).

A. Revenu à 450 ° C

En général, la microstructure du métal fondu reste inchangée, elle est constituée de ferrite aciculaire, de perlite et de ferrite quasi polygonale (Fig.4.3), mais la différence observée entre ces deux microstructures est que le taux de ferrite aciculaire diminue après trempe.

La microstructure de la ZAT à gros grains est composée de ferrite polygonale, de ferrite quasi polygonale et de traces de perlite (Fig.4.4).



Résultats et interprétation

Figure 4.3 : Micrographies optiques des trois zones du cordon de soudure d'un acier X70 pour l'échantillon revenu à 450 ° C

Dans le métal de base, on peut facilement voir que la quantité de précipitations augmente, et cela en raison de la formation de carbures de Nb et de Cu au cours du processus de revenu. La microstructure du métal de base se compose de bainite, perlite et ferrite (Fig. 4.3 et 4.4).

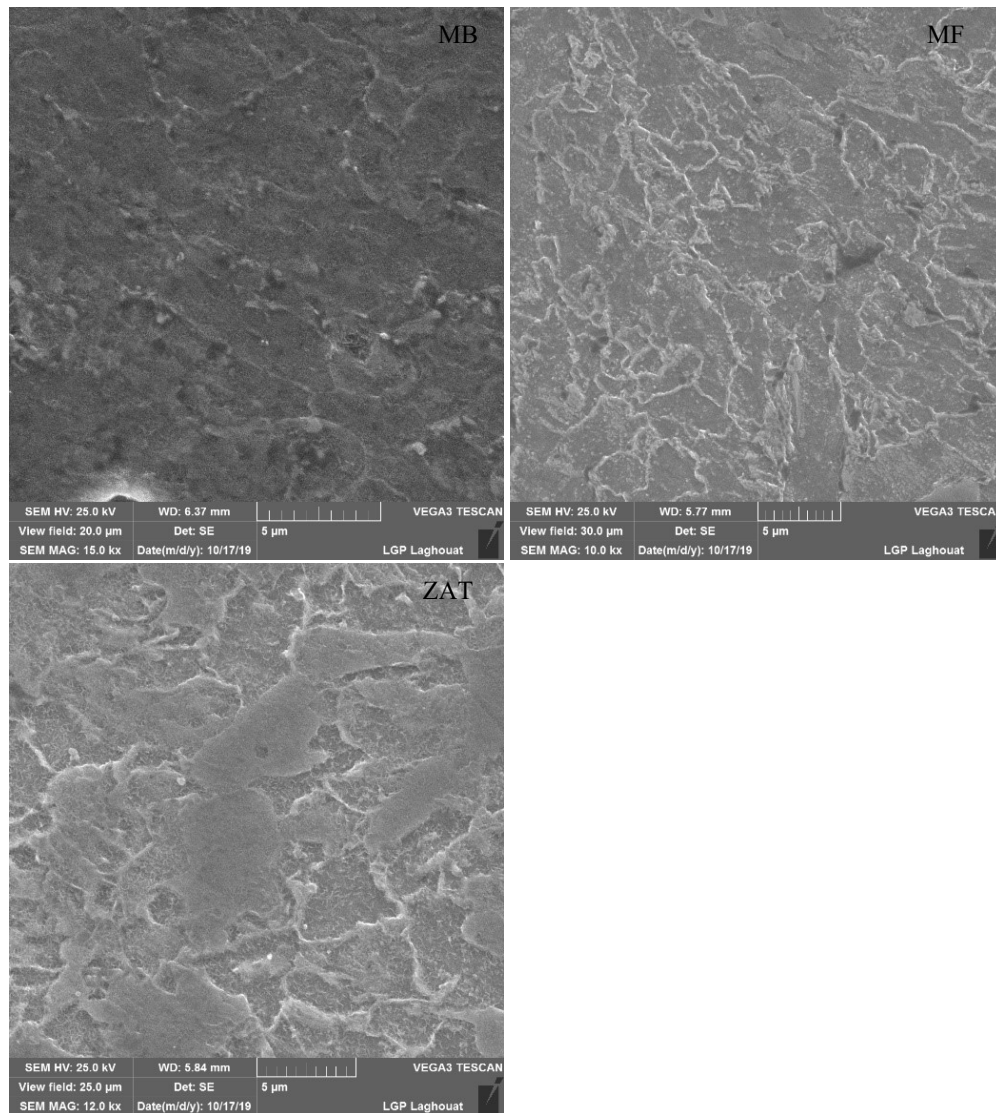


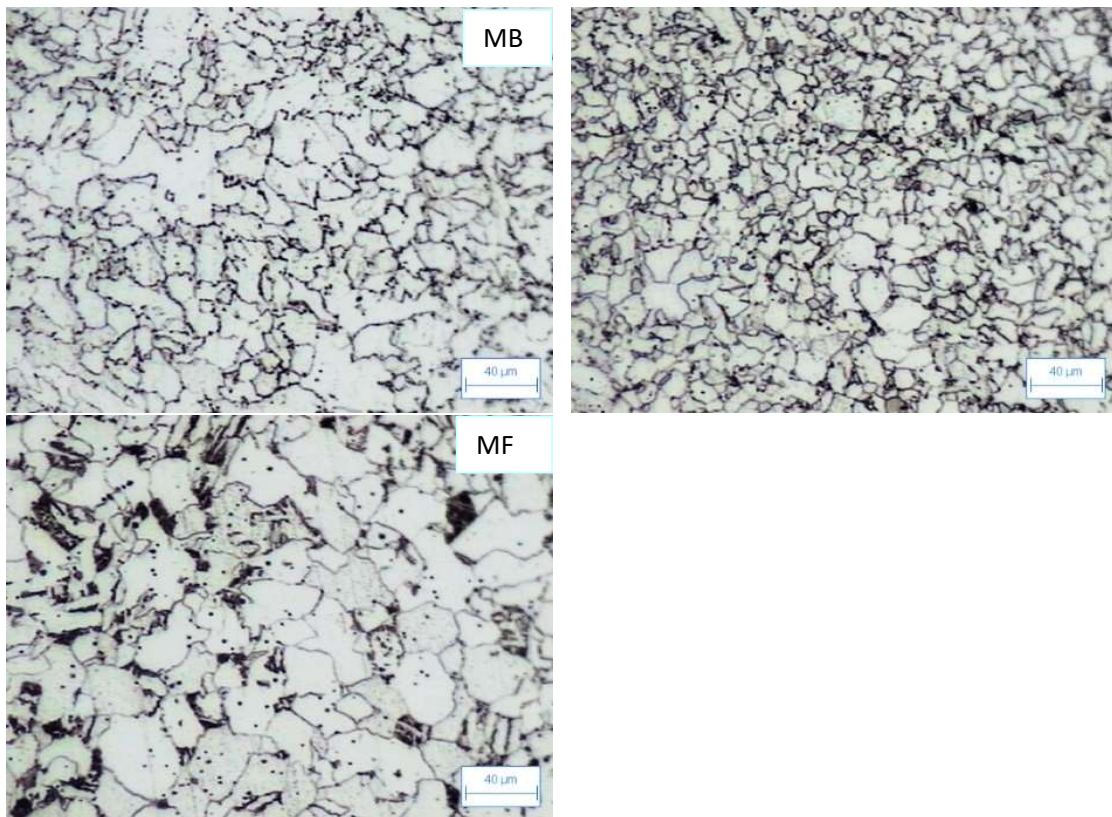
Figure 4.4 : Microstructure du cordon de soudure d'un acier X70 revenu à 450 ° C en trois zones, Métal de base (MB), Zone affectée thermiquement (ZAT) et Métal fondu (MF)

Résultats et interprétation

B. Revenu à 650 ° C

L'échantillon revenu à 650 ° C présente des microstructures différentes dans les trois zones (MF, ZAT et MB) par rapport à celle revenu à 450 ° C, cette différence est due à la grande mobilité des atomes (diffusion) qui existe à cette température.

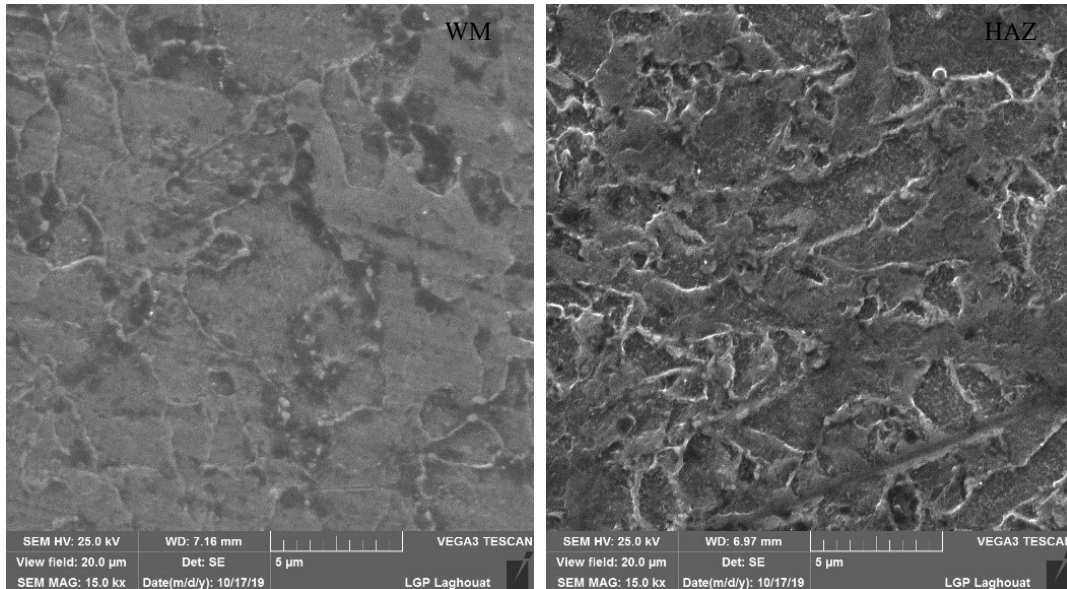
Il est à noter que le taux de perlite augmente dans le métal fondu et dans le CGHAZ, également le taux de ferrite aciculaire diminue avec l'augmentation de la température de revenu et le temps de maintien. Les constituants de cette zone sont la ferrite aciculaire, la ferrite quasi polygonale et la perlite (fig. 4.5). La coalescence des précipités semble très nette à cette température, il est facile de distinguer les gros précipités formés dans la matrice de ferrite.



Résultats et interprétation

Figure 4.5 : Micrographies optiques des trois zones de soudure pour l'échantillon revenu à 650 ° C

La zone à gros grains chauffée à 650 ° C présente une microstructure différente de la microstructure de cette zone dans l'échantillon sans traitement thermique, les phases observées dans cette zone sont de la perlite avec un taux supérieur au taux existant à 450 ° C, quasi- ferrite polygonale (Fig.4.6). Les constituants de martensite et d'austénite retenue (M-A) ont été transformés en ferrite et cémentite, et le taux de gros précipités formés dans la matrice de ferrite est également observé. La microstructure de la zone à grains fins à 650 ° C est composée de ferrite polygonale à grains fins et de perlite, mais la teneur en perlite a augmenté par rapport à la vitesse trouvée à 450 ° C.



Résultats et interprétation

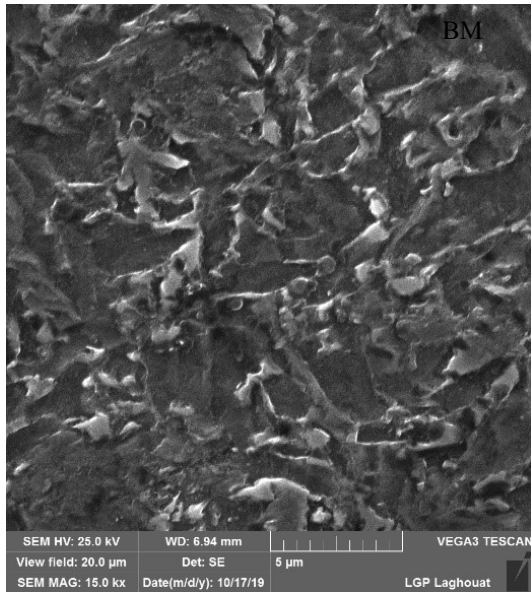


Figure 4.6 : Microstructure du cordon de soudure d'un acier X70 revenu à 650 ° C en trois zones, Métal de base (MB), Zone affectée thermiquement (ZAT) et Métal fondu (MF)

Les transformations survenues lors du revenu à 650 ° C peuvent être classées comme suit [28] :

- Le revenu a provoqué une détente et une précipitation des carbures aux joints de grains ;
- Dégradation partielle de la perlite avec une sphéroïdisation associée des films de cémentite formés aux joints de grains ;
- Le rapport de la ferrite aciculaire a diminué (par rapport à la soudure non revenu) et les quantités de carbure et d'autres secondes phases formées dans les joints de grains ont augmenté ;
- La transformation de la phase d'austénite retenue par la martensite (M-A) en ferrite et cémentite ;
- La transformation de micro-précipités cohérents (Nb et Cu) en précipités incohérents et grossiers ;

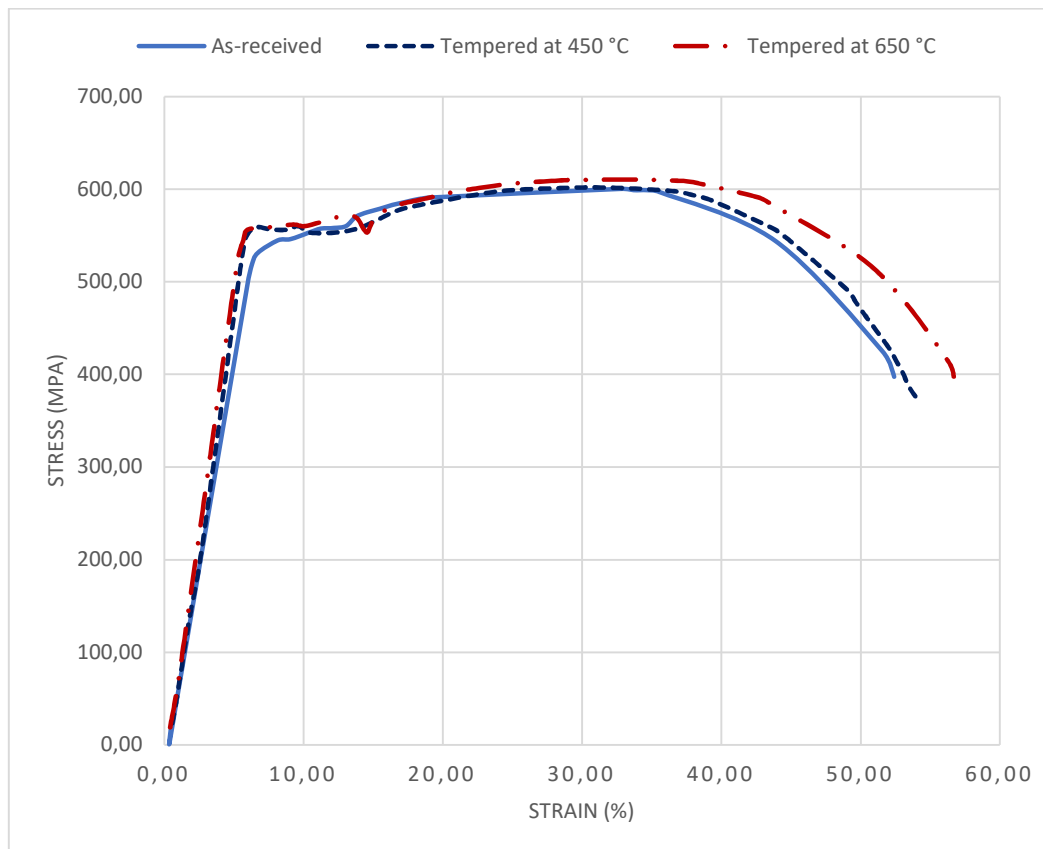
Le grossissement des précipités permet la coalescence et le grossissement de la cémentite, car les carbures nanométriques empêchent la coalescence de la cémentite [2].

Résultats et interprétation

4.3. Caractérisation mécanique

4.3.1. Essais de traction

Les résultats des essais de traction pour les trois éprouvettes sont présentés dans la figure 4.7 et le tableau 4.1. Les essais de traction montrent que la limite d'élasticité et la résistance maximale à la traction n'ont pas beaucoup affecté le revenu à 450 ° C et 650 ° C. Comme indiqué dans le tableau 4.1 ; tandis que l'allongement augmente avec l'augmentation de la température de revenu (tableau 4.1). Par conséquent, ces traitements thermiques ont conservé les bonnes propriétés mécaniques (limite d'élasticité et résistance maximale à la traction), et ont diminué la fragilité de l'acier (augmentation de l'allongement). La rupture des éprouvettes de traction s'est produite dans le métal de base ; cela montre que le cordon de soudure a une résistance supérieure à celle du métal de base.



Résultats et interprétation

Figure 4.7 : Courbes contrainte-déformation pour l'acier X-70 soudé et revenu, à différentes températures de revenu

Tableau 4.1 : Propriétés mécaniques des éprouvettes étudiés

Eprouvettes		Limite d'élasticité (MPa)	Résistance maximale à la traction (MPa)	Allongement (%)
Premier Groupe	Reçu	545	605	52.2
	Revenu à 450 °C	560	604	53
	Revenu à 650 °C	555	609	56.9
Deuxième Groupe	Reçu	544	668	45.5
	Revenu à 450 °C	566	670	43
	Revenu à 650 °C	537	630	46
Troisième Groupe	Reçu	517	606	53
	Revenu à 450 °C	533	617	52
	Revenu à 650 °C	513	603	56

4.3.2. Effet de vieillissement

Effet du traitement de vieillissement sur les propriétés mécaniques de l'acier X70 étudié

Figure 4.8 donne les courbes de traction des éprouvettes bruts, avant et après le traitement de vieillissement.

Résultats et interprétation

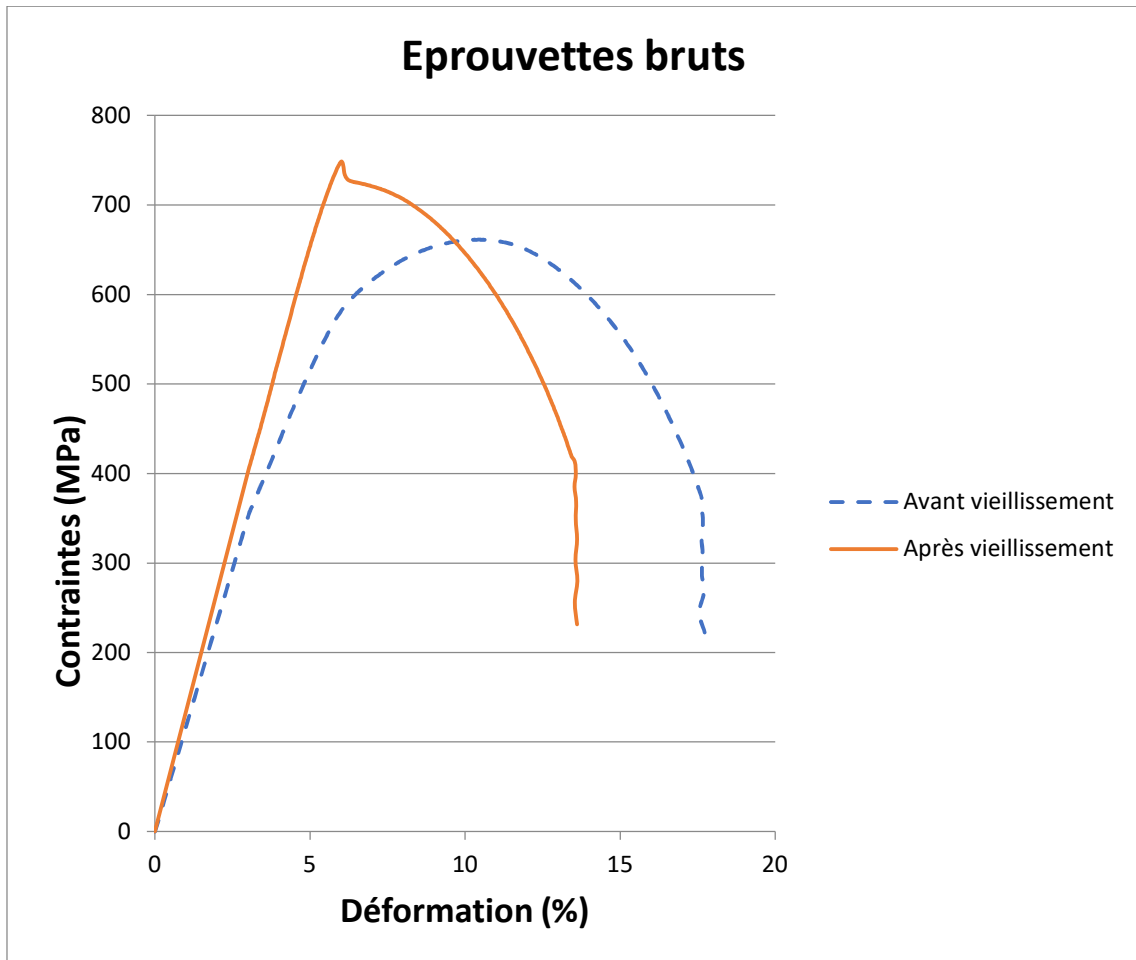


Figure 4.8 : Courbes de traction des éprouvettes brutes, avant et après le traitement de vieillissement.

Le tableau 4.2 présente les propriétés mécaniques des éprouvettes de traction brutes avant et après le traitement de vieillissement.

Tableau.4.2 : Propriétés mécaniques de l'éprouvette étudiée brutes avant et après le traitement de vieillissement.

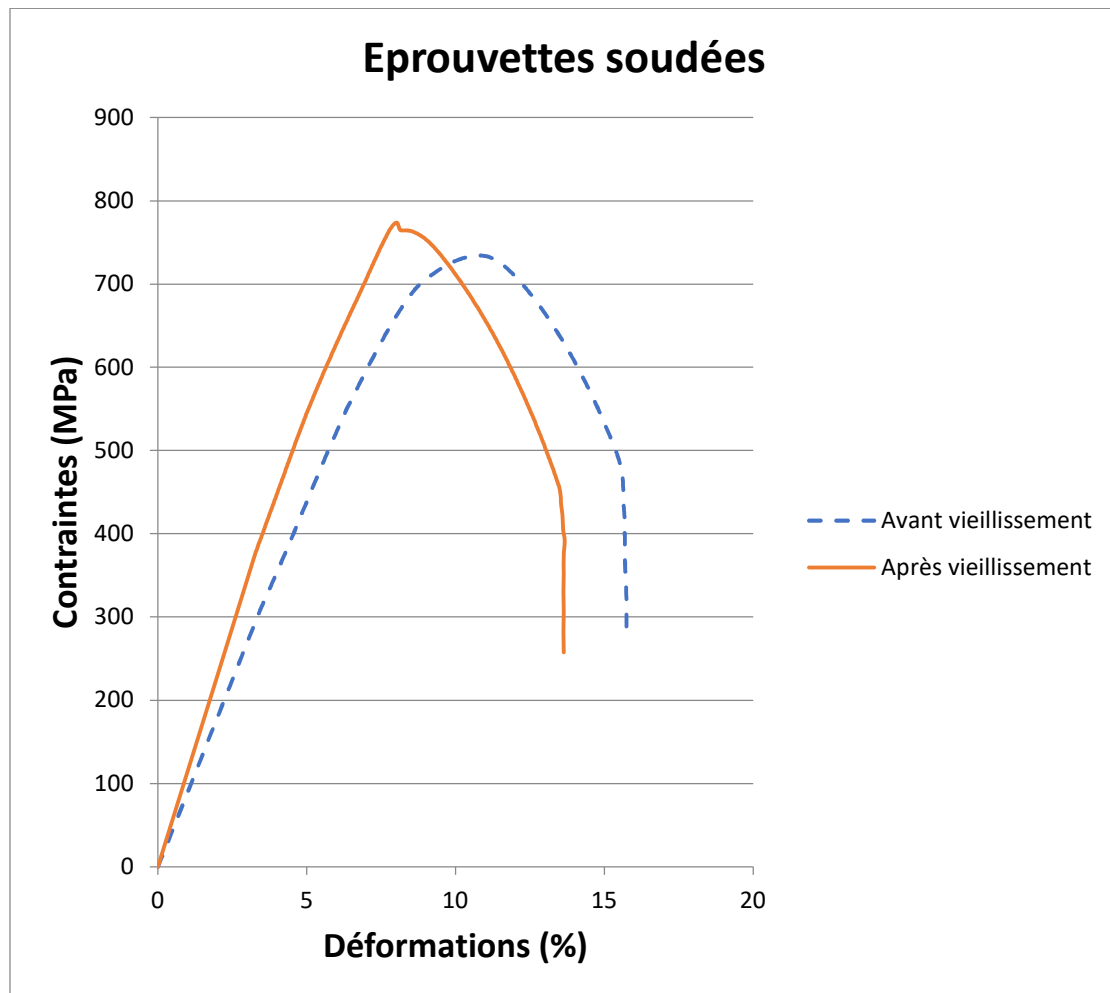
Eprouvette	Re0.2 [MPa]	Rm [MPa]	Allongement (%)
Brut avant TV	578.14	661.26	31.15
Brut après TV	737.74	742.63	25.98

Résultats et interprétation

On remarque que le traitement de vieillissement appliqué sur les éprouvettes brutes (sans soudage, sans traitement thermique) augmente la limite d'élasticité et la résistance maximale, et diminue la ductilité. Mais les valeurs obtenues de la ductilité (allongement) sont toujours supérieures aux valeurs minimales exigées par la norme API (22 %).

Effet du traitement de vieillissement sur les propriétés mécaniques du cordon soudé de l'acier X70

La figure 4.9 donne les courbes de traction des éprouvettes soudées sans traitement thermique, avant et après le traitement de vieillissement.



Résultats et interprétation

Figure 4.9 : Courbes de traction des éprouvettes soudées sans traitement thermique, avant et après le traitement de vieillissement.

Le tableau 4.3 présente les propriétés mécaniques des éprouvettes de traction soudées sans traitement thermique, avant et après le traitement de vieillissement.

Tableau.4.3 : Les propriétés mécaniques des éprouvettes soudées sans traitement thermique, avant et après le traitement de vieillissement

Eprouvette	Re0.2 [MPa]	Rm [MPa]	Allongement (%)
Soudée sans traitement thermique avant TV	610.58	734.21	28.65
Soudée sans traitement thermique après TV	642.68	773.57	26.45

On remarque que le traitement de vieillissement appliqué sur les des éprouvettes soudées sans traitement thermique augmente la limite d'élasticité et la résistance maximale, et diminue la ductilité. Mais les valeurs obtenues de la ductilité (allongement) sont toujours supérieures aux valeurs minimales exigées par la norme API (22 %).

Effet du traitement de vieillissement sur le comportement mécanique d'un cordon de soudure de l'acier X70 revenu à 450 °C

La figure 4.10 donne les courbes de traction des éprouvettes soudées et revenues à 450 °C avant et après le traitement de vieillissement.

Résultats et interprétation

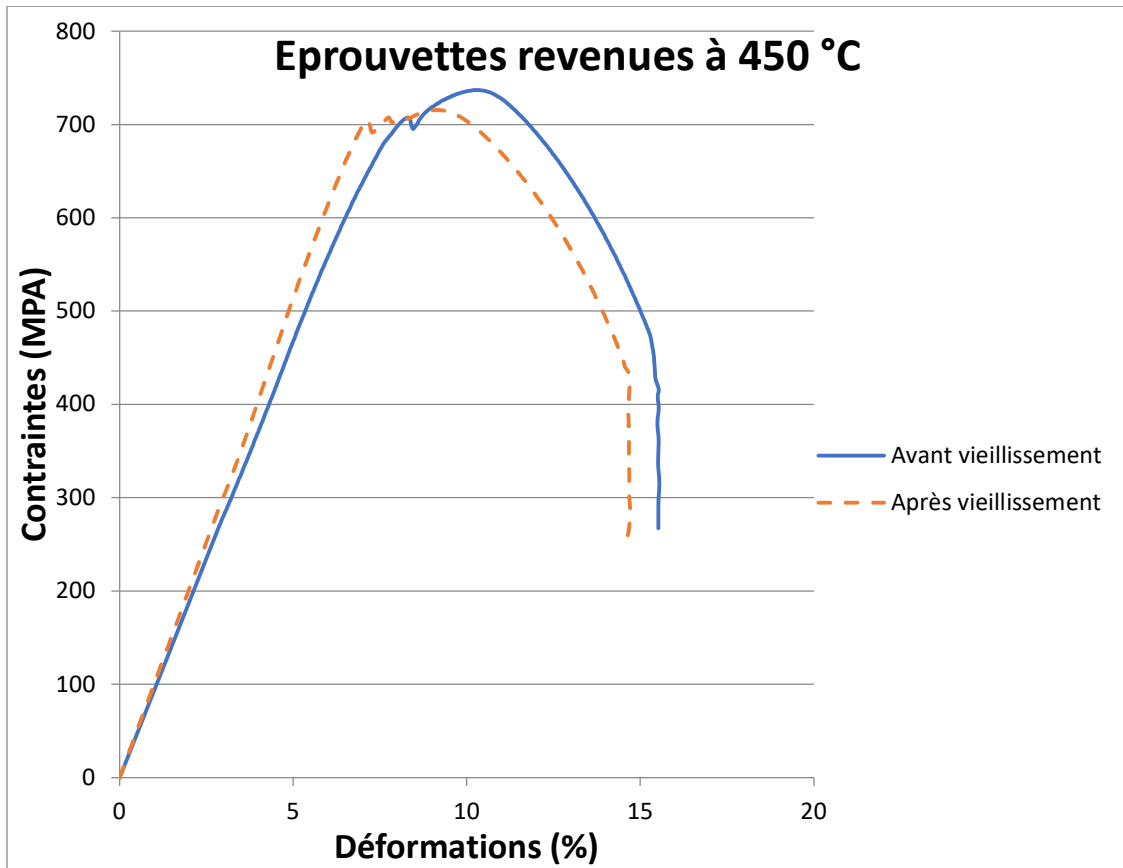


Figure 4.10 : Courbes de traction des éprouvettes soudées et revenues à 450 °C avant et après le traitement de vieillissement

Le tableau 4.4 présente les propriétés mécaniques des éprouvettes de traction soudées et revenues à 450 °C avant et après le traitement de vieillissement.

Tableau.4.4 : Propriétés mécaniques des éprouvettes étudiées soudées et revenues à 450 °C avant et après le traitement de vieillissement.

Eprouvette	Re0.2 [MPa]	Rm [MPa]	Allongement (%)
Soudée et revenue 450 °C avant TV	629.00	736.89	27.15

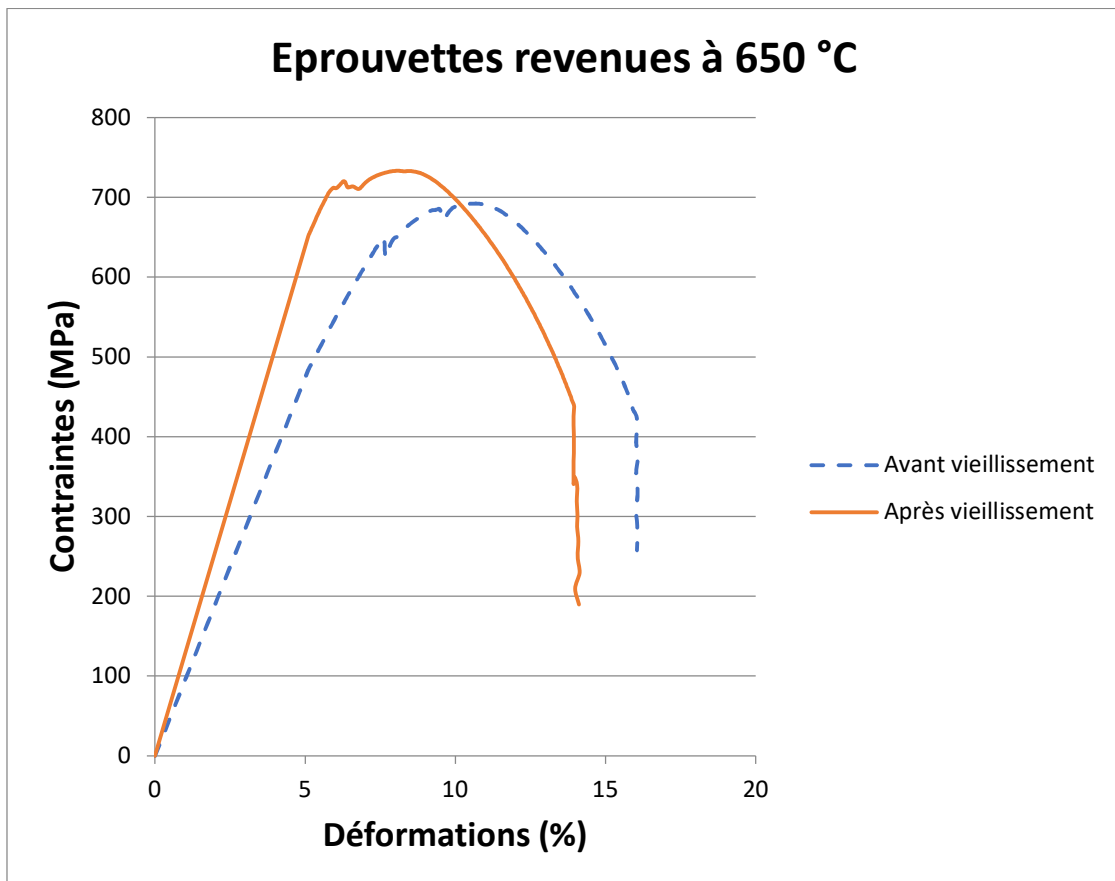
Résultats et interprétation

Soudée et revenue 450 °C après TV	672.19	715.50	26.09
--------------------------------------	--------	--------	-------

On remarque que le traitement de vieillissement appliqué sur les éprouvettes soudées et revenues à 450 augmente la limite d'élasticité et la résistance maximale, et diminue la ductilité. Mais les valeurs obtenues de la ductilité (allongement) sont toujours supérieures aux valeurs minimales exigées par la norme API (22 %).

Effet du traitement de vieillissement le comportement mécanique du cordon de soudure revenu à 650 °C.

La figure 4.11 présente les courbes de traction des éprouvettes soudées et revenues à 650 °C, avant et après le traitement de vieillissement.



Résultats et interprétation

Figure 4.11 : Courbes de traction des éprouvettes soudées et revenues à 650 °C, avant et après le traitement de vieillissement.

Tableau.4.5 : Les propriétés mécaniques des éprouvettes soudées et revenues à 650 °C, avant et après le traitement de vieillissement.

Eprouvette	Re0.2 [MPa]	Rm [MPa]	Allongement (%)
Soudée et revenue 650 °C avant TV	596.48	692.28	29.07
Soudée et revenue 650 °C après TV	696.54	733.37	26.63

On remarque que le traitement de vieillissement appliqué sur les éprouvettes soudées et revenues à 650 °C augmente la limite d'élasticité et la résistance maximale, et diminue la ductilité. Mais les valeurs obtenues de la ductilité (allongement) sont toujours supérieures aux valeurs minimales exigées par la norme API (22 %).

Résultats et interprétation

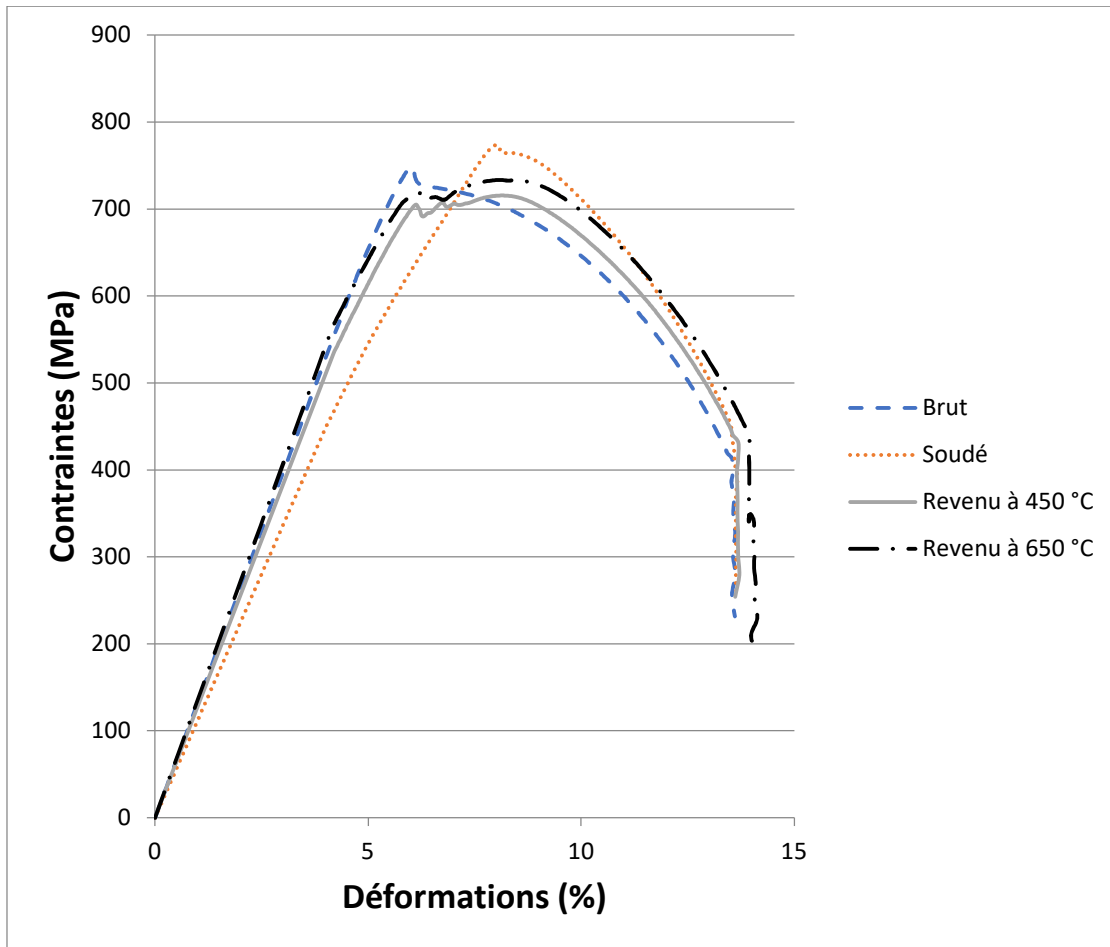


Figure 4.12 : Courbe de traction pour les quatre éprouvettes après le traitement de vieillissement

4.3.3. Essais de dureté

Le but principal des tests de microdureté est de vérifier la présence de martensite dans la zone ZAT [27]. La figure 4.14 montre la variation de la micro-dureté Vickers mesurée à travers le métal fondu, ZAT et le métal de base dans les trois échantillons étudiés.

On constate que la dureté des trois zones (MF, ZAT et MB) diminue après le revenu à 450 °C et 650 °C. La dureté de la zone CGHAZ à gros grain affectée par la chaleur de l'échantillon reçu dépasse 240 HV, la valeur associée à la présence de martensite. Et elle diminue de manière significative après le revenu, cela peut être dû à la transformation

Résultats et interprétation

partielle de la martensite et de l'austénite retenue en ferrite et cémentite [2]. Cette diminution de la dureté est également due à la relaxation de ce cordon de soudure des contraintes résiduelles après revenu [29,30]. T. Shrestha et al [31], ont affirmé que la diminution de la dureté était également attribuée à la diminution de la densité de dislocation et au grossissement de précipités. L'acier X-70 conserve une bonne dureté après le traitement thermique de revenu.

Tableau 4.6 : Les résultats de dureté des échantillons étudiés.

Ech	Zone	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Ech N°1	MF				123				105				130
	ZAT			120				98				127	
Témoin	MB	160	202			176	188			188	144		
Ech N°2 TT 450C°	MF				189				196				148
	ZAT			166				155				175	
	MB	209	194			219	197			224	212		
Ech N°3 TT 650C°	MF				193				146				168
	ZAT			160				135				131	
	MB	190	201			190	206			189	169		

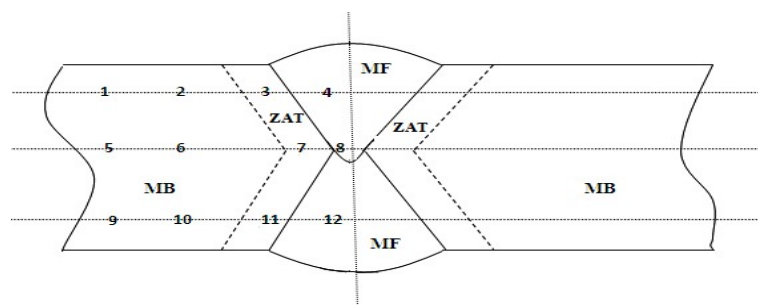


Figure 4.13 : Illustration des zones de mesure de dureté dans le cordon de soudure

Résultats et interprétation

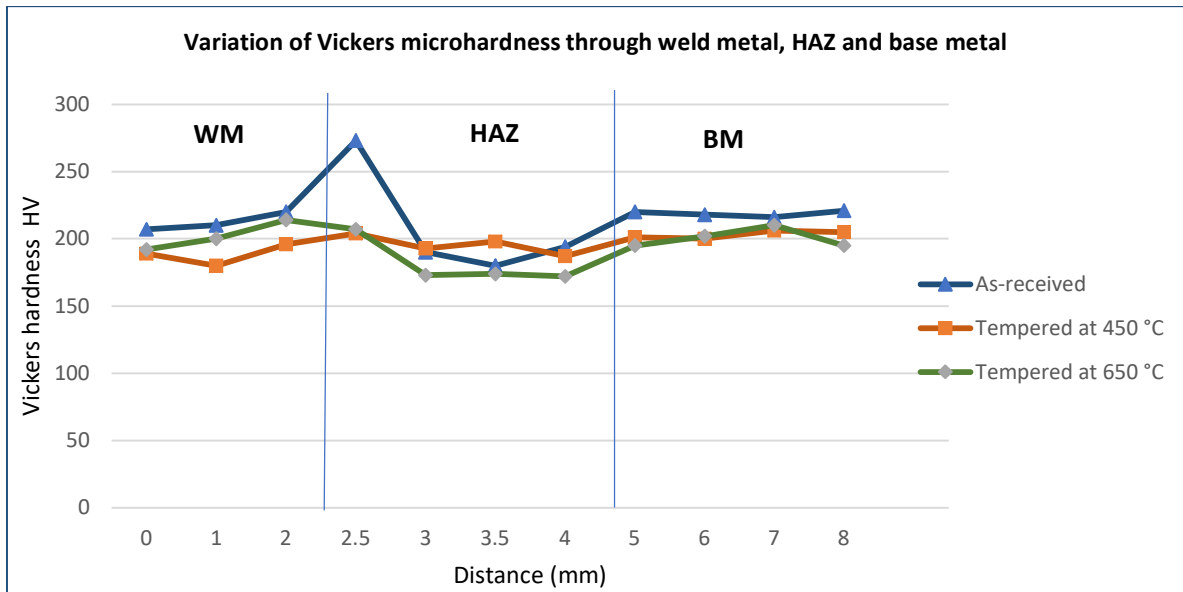


Figure 4.14 : Micro-dureté à travers le cordon de soudure de l'acier X-70 étudié

4.3.4. Essais de résilience

Les résultats obtenus à partir des tests de résilience (tableau 4.7) montrent que la ténacité diminue après le revenu et que l'énergie absorbée au revenu à 450 ° C est faible par rapport que celle obtenue au revenu à 650 ° C, notez que les échantillons ont été refroidis lentement à partir de la température de revenu dans le four jusqu'à 300 ° C puis refroidi à l'air. Lorsque les aciers faiblement alliés sont refroidis lentement à partir d'un revenu au-dessus de 575 ° C ou sont revenu pendant des périodes prolongées entre 375 et 575 ° C, une perte de ténacité se produit qui se manifeste par une fragilisation par rapport à celle résultant des cycles de revenu normaux et des vitesses de refroidissement relativement rapides. On pense que la cause de la fragilisation des éprouvettes revenues est la précipitation de composés contenant des éléments rares tels que l'étain, l'arsenic, l'antimoine et le phosphore, ainsi que du chrome et / ou du manganèse [2]. La résistance et la ténacité des échantillons revenus à 450 ° C sont contrôlées par la taille de grain austénitique antérieure et par la précipitation du cuivre. L'effet de la taille de grain antérieure de l'austénite sur les deux propriétés est essentiellement le même qu'à l'état de trempe, dès le début de grossissement de grain. La majeure partie de la résistance restante provient de la précipitation de fines grappes CC de cuivre cohérentes. Les précipités de

Résultats et interprétation

cuivre cohérents créent des champs de déformation cohérents qui forcent les dislocations à se plier pour atteindre leur état de basse énergie. Les champs de déformation de cohérence augmentent la contrainte requise pour qu'une dislocation se déplace à travers la matrice, augmentant ainsi la résistance. Alors que l'interaction des champs de déformation de cohérence et des dislocations augmente la résistance, l'incapacité des dislocations à se déplacer dégrade la ténacité. À 650 ° C de température de revenu, les précipités de cuivre se transforment de CC cohérent en CFC incohérent, la croissance des particules augmente l'espacement entre les particules, ce qui diminue le nombre d'interactions entre les dislocations et les particules de cuivre et, par conséquent, la force diminue à mesure que la température de revenu augmente [28].

L'augmentation de la ténacité de l'acier revenu à 650 °C est due à plusieurs facteurs. Premièrement, les particules de cuivre ductiles incohérentes peuvent agir comme inhibiteurs de fissures. Les particules de cuivre ductile absorbent l'énergie de déformation en se déformant plastiquement pour empêcher la propagation de la fissure.

Deuxièmement, une relaxation importante se produit, réduisant l'impact de la sous-structure de dislocation et de son énergie associée. Il faut mettre plus d'énergie dans le matériau pour qu'une fissure se propage.

Enfin, la distribution fine des carbures de Nb précipités dans la matrice de ferrite sert à dévier les fissures, forçant les fissures à dépenser de l'énergie pour se propager autour des carbures [28].

Tableau 4.7 : Résultats des essais de résilience pour les échantillons étudiés

Echantillon	Reçu	Revenu à 450°C	Revenu à 650°C
Energie absorbée (J/cm ²)	121	62	90

Résultats et interprétation

4.4. Etude fractographique par le (MEB)

4.4.1. Fractographies des éprouvettes bruts

L'examen des faciès de rupture par le MEB des éprouvettes de traction étudiées permet de connaître le type de la rupture, ductile, fragile ou mixte. La figure 4.15 montre les fractographies des éprouvettes bruts, avant et après le traitement de vieillissement.

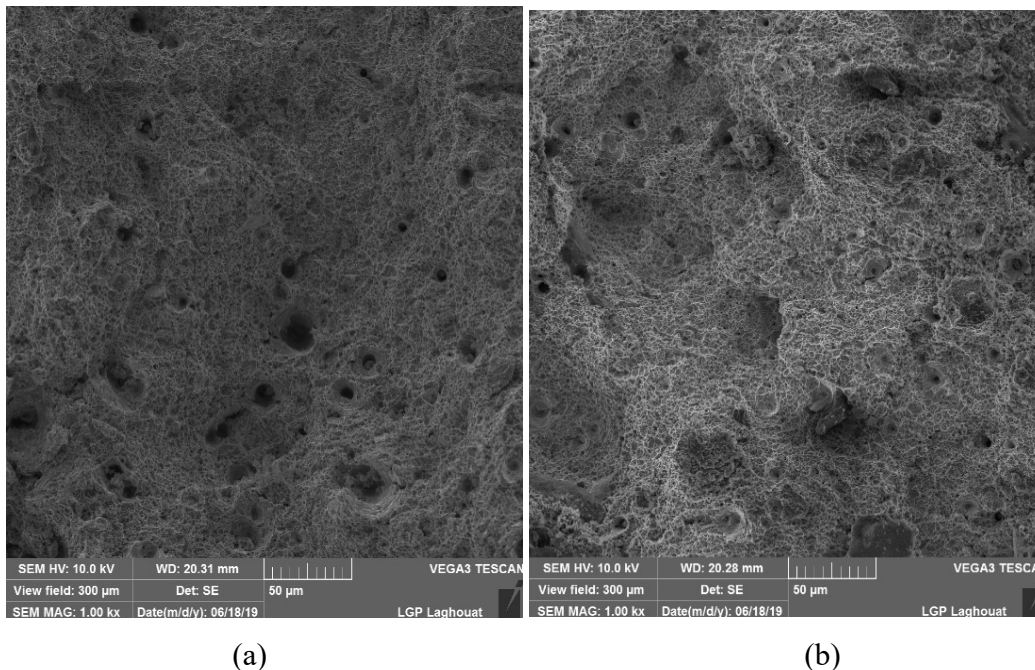


Figure 4.15 : Fractographies des éprouvettes bruts, a) avant et b) après le traitement de vieillissement

La présence des cupules et microcupules dans les deux fractographies signifie que la rupture est ductile dans les deux cas. Ces cupules se forment autour des précipités et microprécipités formées dans l'acier.

4.4.2. Fractographies des éprouvettes soudées sans traitement thermique

La figure 4.16 montre les fractographies des éprouvettes soudées sans traitement thermique, avant et après le traitement de vieillissement.

Résultats et interprétation

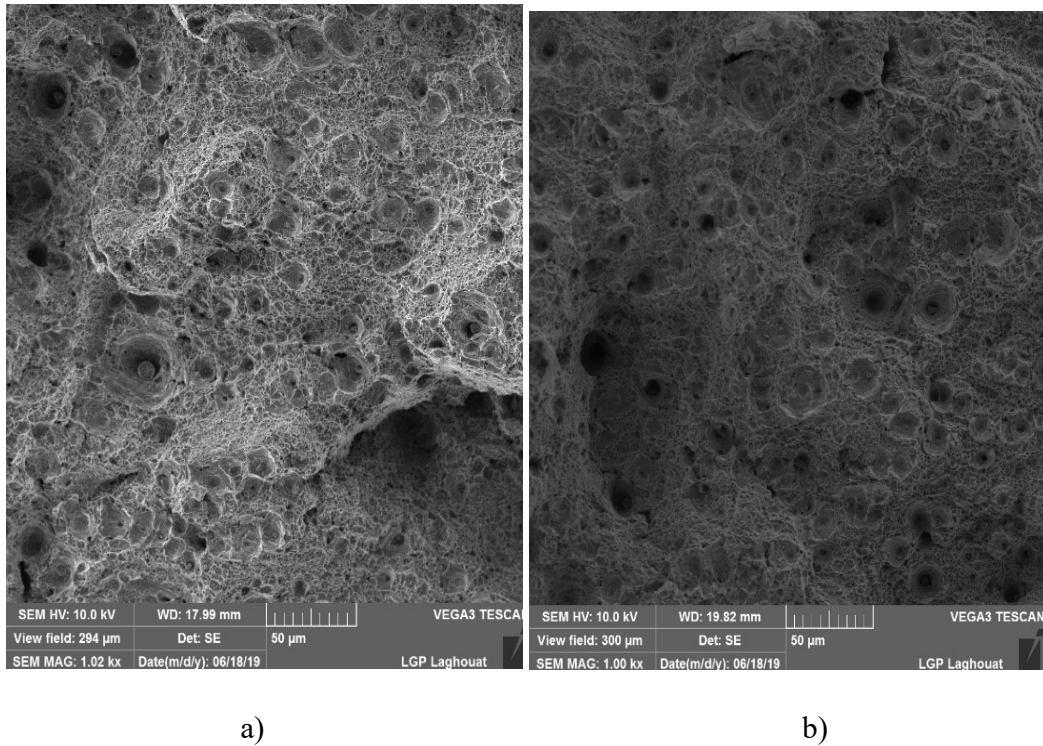


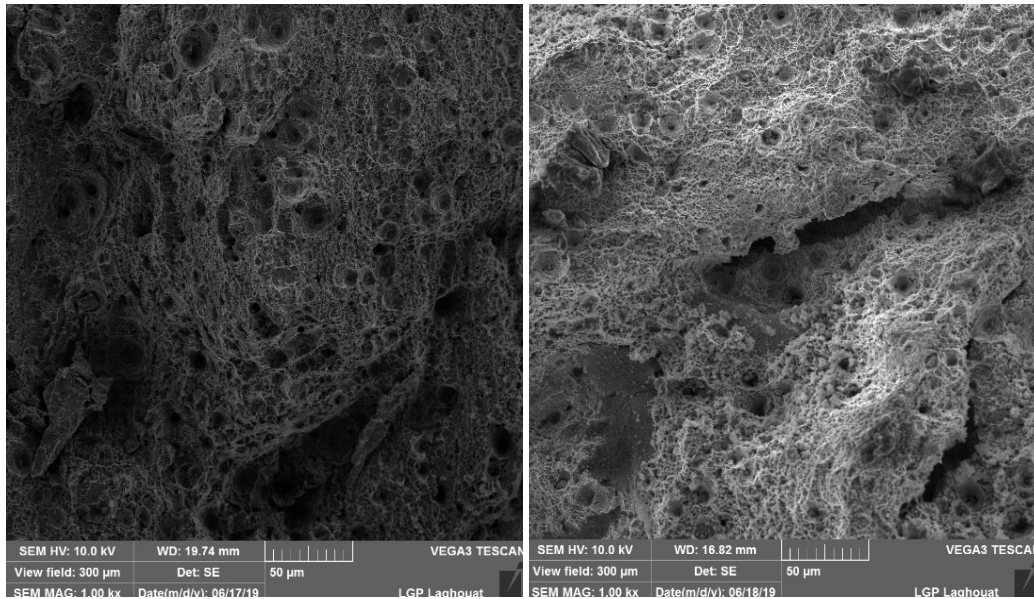
Figure 4.16 : Fractographies des éprouvettes soudée sans traitement thermique, a) avant et b) après le traitement de vieillissement

La présence des cupules et microcupules dans les deux fractographies signifie que la rupture est ductile dans les deux cas.

4.4.3. Fractographies des éprouvettes soudées et recuit à 450 °C

La figure 4.17 montre les fractographies des éprouvettes soudées et revenues à 450 °C, avant et après le traitement de vieillissement.

Résultats et interprétation



a)

b)

Figure 4.17 : Fractographies des éprouvettes soudée et revenu à 450 °C, a) avant et b) après le traitement de vieillissement

On remarque dans ce cas-là que la rupture est aussi ductile comme les autres cas.

4.4.4. Fractographies des éprouvettes soudées et recuit à 650 °C

La figure 4.18 montre les fractographies des éprouvettes soudées et revenues à 650 °C, avant et après le traitement de vieillissement.

Les fractographies des éprouvettes soudées et revenues à 650 °C, avant et après le traitement de vieillissement montrent une présence d'une rupture par clivage dominée par la rupture ductile. Le clivage se produit par séparation directe le long de plans cristallographiques due à une simple rupture de liaisons atomiques.

Cette étude comprenait la microscopie (MEB) de la structure de l'analyseur microscopique et mécanique des contraintes de traction, ainsi que le test de rigidité. Nous avons testé le traitement thermique pour réduire les contraintes internes et déterminer la composition cristalline de l'échantillon.

Résultats et interprétation

Le but de ces expériences est de connaître l'effet de soudage et les traitements thermiques sur le vieillissement d'un acier HSLA X70. Il a été trouvé que l'acier X 70 brut s'affecte un peu par le traitement de vieillissement mais il reste toujours résistant et ductile. Après le soudage et le traitement de vieillissement, l'acier présente le même comportement comme le cas précédent. Les éprouvettes soudées et revenues présentent une bonne résistance au vieillissement mieux que l'acier brut.

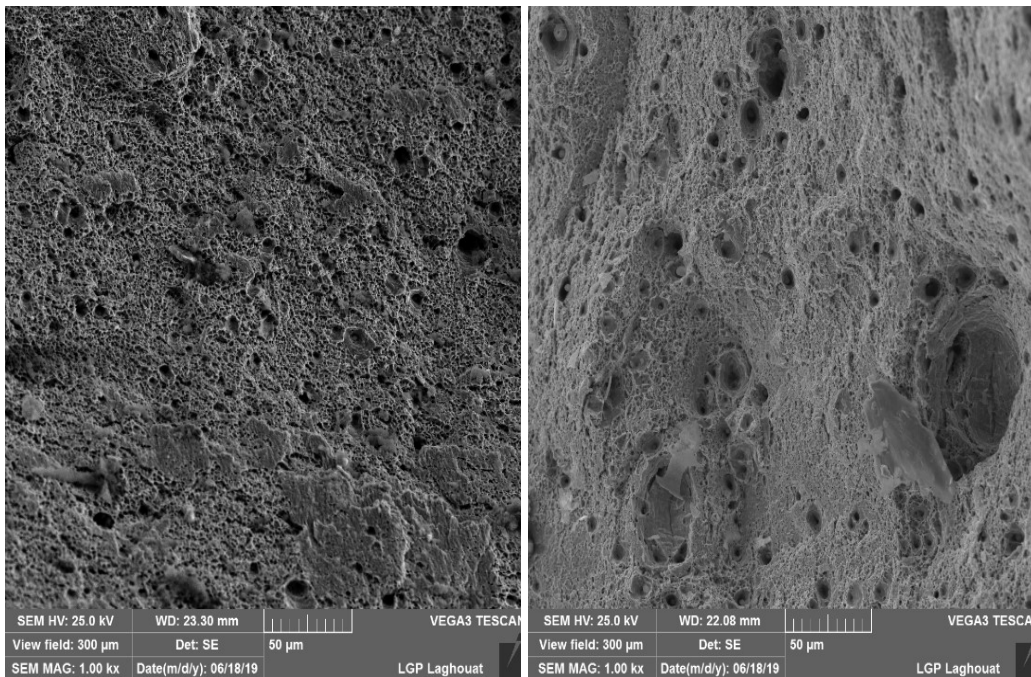


Figure 4.18 : Fractographies des éprouvettes soudée et revenu à 650 °C, a) avant et b) après le traitement de vieillissement

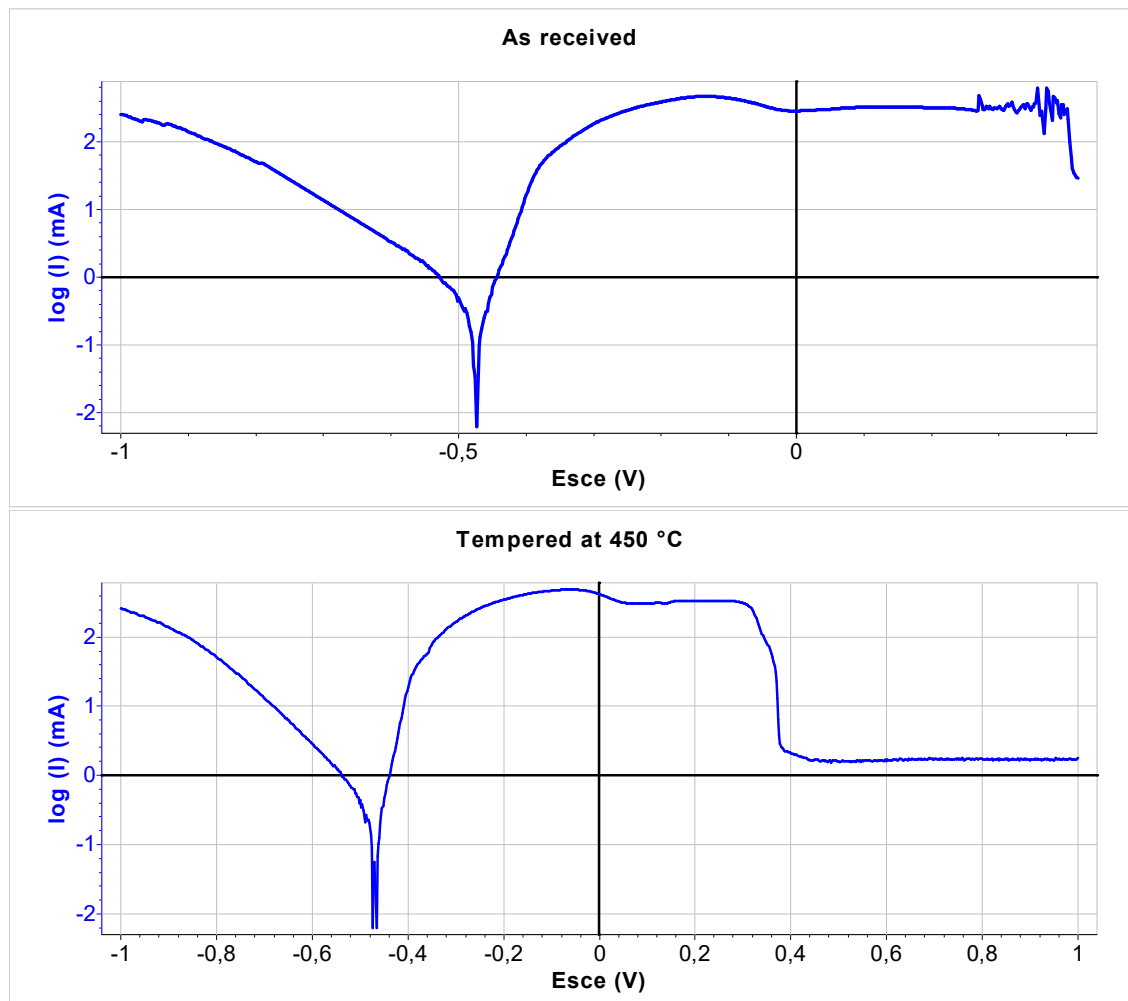
4.5. Caractérisation électrochimique

Le but de cette caractérisation électrochimique est de connaître le comportement à la corrosion du joint soudé d'un acier X70 dans une solution d'acide sulfurique avant et après le revenu, cette caractérisation est réalisée par un potentiel de circuit ouvert OCP, spectroscopie d'impédance électrochimique EIS et méthode potentiodynamique. Cette dernière est basée sur le tracé des courbes de polarisation ($\log i = f(E)$), tiré de l'équation électrochimique principale de Buttler-Volmer.

Résultats et interprétation

4.5.1. Immersion d'un acier X70 dans une solution acide (H_2SO_4 , 1M)

La figure 4.19 montre les courbes de polarisation potentiodynamique des échantillons revenus et l'échantillon reçu, les potentiels de corrosion et les densités de courant de corrosion des trois échantillons sont répertoriés dans le tableau 4.8. Selon les hypothèses de Tafel, la polarisation anodique et cathodique permet d'obtenir courbes à branches linéaires connues sous le nom de "droites de Tafel".



Résultats et interprétation

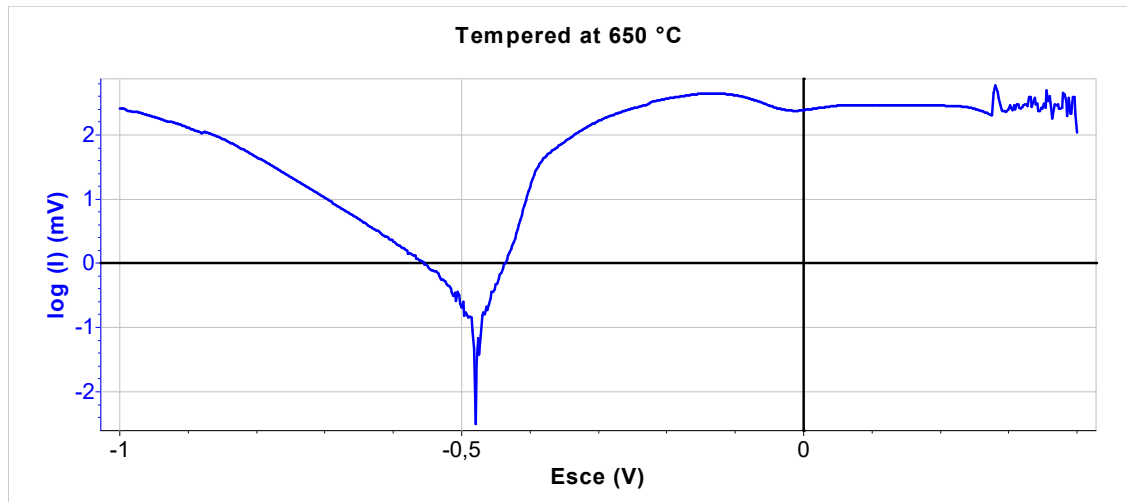


Figure 4.19 : Courbes de polarisation potentiodynamique des échantillons revenus avec l'échantillon reçu dans une solution acide (1 M H₂SO₄, pH 1,7)

L'intersection des droites de Tafel donne les valeurs de la densité de courant, le potentiel de corrosion, la vitesse de corrosion, les coefficients de Tafel et la résistance de polarisation. La méthode de Tafel est utilisée pour mesurer la densité de courant de corrosion i_{corr} , qui peut être déterminée graphiquement, ou en utilisant la relation Stern-Gerry, qui est fonction de la résistance de polarisation et des droites de Tafel Ba et Bc. Les droites de Tafel dessinées pour les polarisations cathodique et anodique des trois échantillons de l'acier étudié sont présentées dans le tableau 4.8.

Tableau 4.8 : Paramètres de corrosion extraits des courbes de polarisation potentiodynamiques

Echantillon	E(i=0) mV	Rp Ohm.cm ²	I _{corr} mA/cm ²	Ba mV	Bc mV	Vitesse de corrosion mm/an
Reçu	-547	174,93	0,166	111,8	-315	1,944
Revenu à 450 °C	-540,8	609,72	0,0405	59,3	-335,7	0,4736
Revenu à 650°C	-521,8	447,43	0,0436	51,6	-268,6	0,5094

La résistance de polarisation représente la capacité d'un acier à empêcher le passage du courant dans une solution donnée. L'acier plus résistant à la corrosion a la plus haute

Résultats et interprétation

résistance de polarisation. R_p et la vitesse de corrosion actuelle sont inversement proportionnelles. Par conséquent, l'échantillon revenu à 450 ° C est le plus résistant à la corrosion $R_p = 609,72 \text{ Ohm.cm}^2$, puis l'échantillon revenu à 650 ° C, il est plus résistant à la corrosion que l'échantillon sans traitement $R_p = 174,93 \text{ Ohm.cm}^2$.

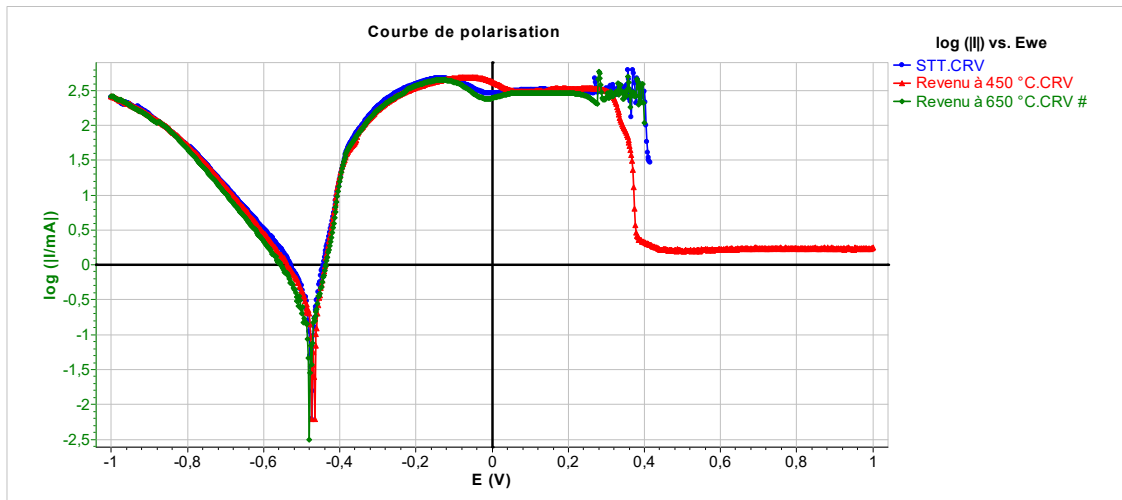


Figure 4.20 : Courbe de Polarisation pour différentes températures de revenu de l'acier X70, dans une solution d'acide sulfurique 1M.

La vitesse de corrosion diminue après revenu à 450 ° C, cette diminution peut être due à la réduction des contraintes résiduelles après le revenu. Les contraintes résiduelles générées par le soudage sont trop fortes et favorisent l'augmentation du taux de corrosion [1]. De plus, le Nb améliore la résistance à la corrosion de l'acier HSLA en raison de la microstructure homogène résultant de la précipitation du NbC dans l'acier [33]. Le carbure et le carbonitride dissous pendant le processus de soudage ne peuvent pas reprécipiter pendant ce temps de refroidissement rapide à l'air mais ils peuvent reprécipiter pendant le revenu et améliorer la résistance à la corrosion. Les éléments de formation de carbure (carbures de Cu et carbures de Nb) retardent la coalescence de la cémentite pendant le revenu et forment de nombreuses petites particules de carbure [2].

Tous les échantillons ont connu une soudaine diminution de la densité de courant avec l'augmentation du potentiel. Le terme « passif » est utilisé car la diminution soudaine de la densité de courant est similaire à la formation d'un film passif. Le comportement de

Résultats et interprétation

type passif n'était stable que dans une petite région potentielle et la densité de courant a commencé à augmenter à mesure que le potentiel augmentait. Cela implique que la réduction de la densité de courant est probablement le résultat de la saturation de la solution près de la surface de l'échantillon et du dépôt de produit de corrosion [3].

Il a également été observé que le taux de corrosion augmente pour l'échantillon revenu à 650 ° C par rapport à celui revenu à 450 ° C, cette diminution de la résistance à la corrosion est due à l'augmentation du rapport de la cémentite dans la microstructure par rapport à celui de soudure non recuite, et celui revenu à 450 ° C. La coalescence de la cémentite sera autorisée lorsque les carbures nanométriques deviendront gros et incohérents [2, 33]. Une corrosion galvanique sera établie entre la cémentite coalescée et la matrice de ferrite (Fig.4.3), ce qui augmente le taux de corrosion ainsi que la transformation des carbures nanométriques de Nb en gros précipités incohérents.

4.5.2. Immersion d'un acier X70 dans une solution basique (NaOH, 1M)

Les figures 4.21, 4.22 et 4.23 montrent les courbes de polarisations et les droites de Tafel pour les trois échantillons, brut, recuit à 450 ° C et à 650 ° C respectivement dans une solution basique de NaOH avec une concentration 1M.

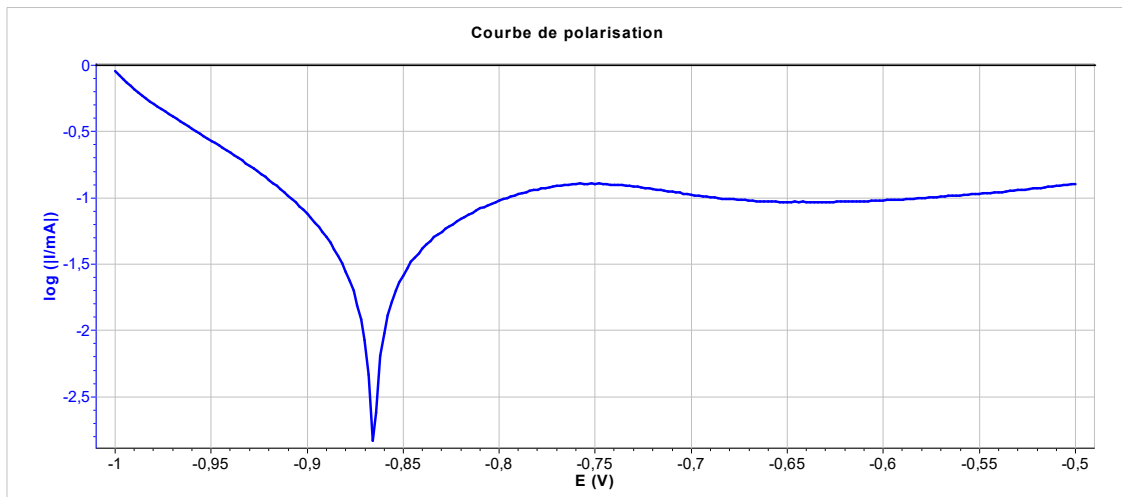


Figure 4.21 : Courbe de Polarisation et droites de Tafel pour échantillon ST de l'acier X70, dans une solution NaOH de concentration 1M/L.

Résultats et interprétation

Tableau 4.9 : Résultats obtenus de droites de Tafel pour l'échantillon brut de l'acier X70, dans une solution (NaOH, 1M).

E(i=0)	-868.7 mV
i corrosion	29.7116 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$
Rp	856.16 $\text{ohm}\cdot\text{cm}^2$
Beta a	207.7 mV
Beta c	-109.6 mV
Vitesse de Corrosion	347.5 $\mu\text{m}/\text{AN}$

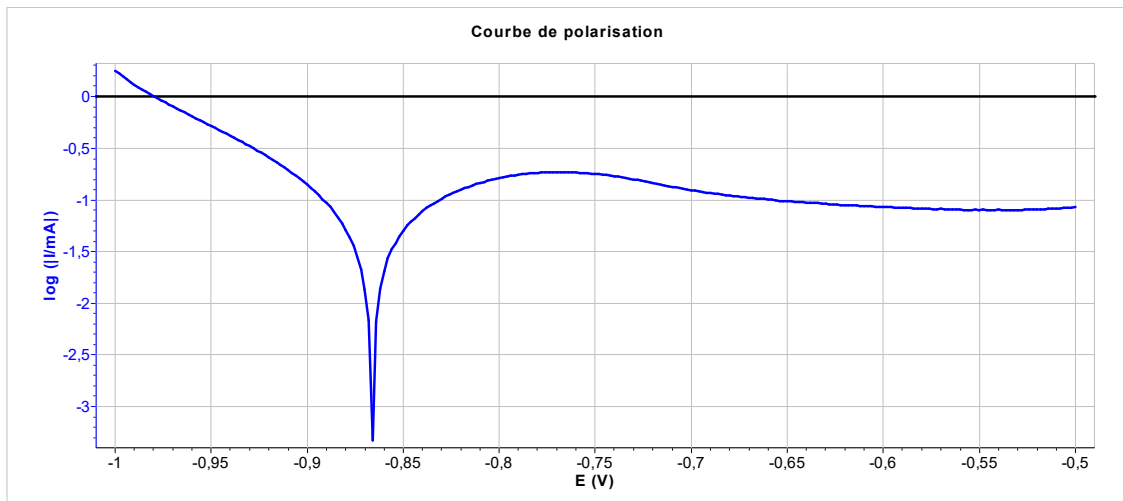


Figure 4.22 : Courbe de Polarisation et droites de Tafel pour échantillon revenu à 450°C de l'acier X70, dans une solution NaOH de concentration 1M/L.

Tableau 4.10 : Résultats obtenus de droites de Tafel pour l'échantillon revenu à 450°C de l'acier X70, dans une solution NaOH 1M

E(i=0)	-869.3 mV
i corrosion	0.0513 mA/cm^2
Rp	479.26 $\text{ohm}\cdot\text{cm}^2$
Beta a	227.3 mV
Beta c	-104.8 mV
Vitesse de Corrosion	599.8 $\mu\text{m}/\text{AN}$

Résultats et interprétation

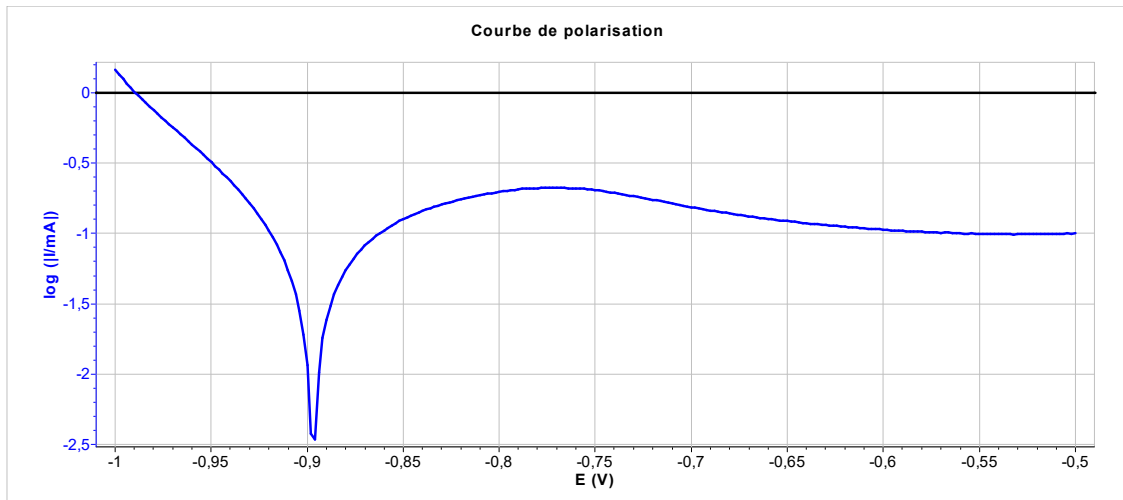
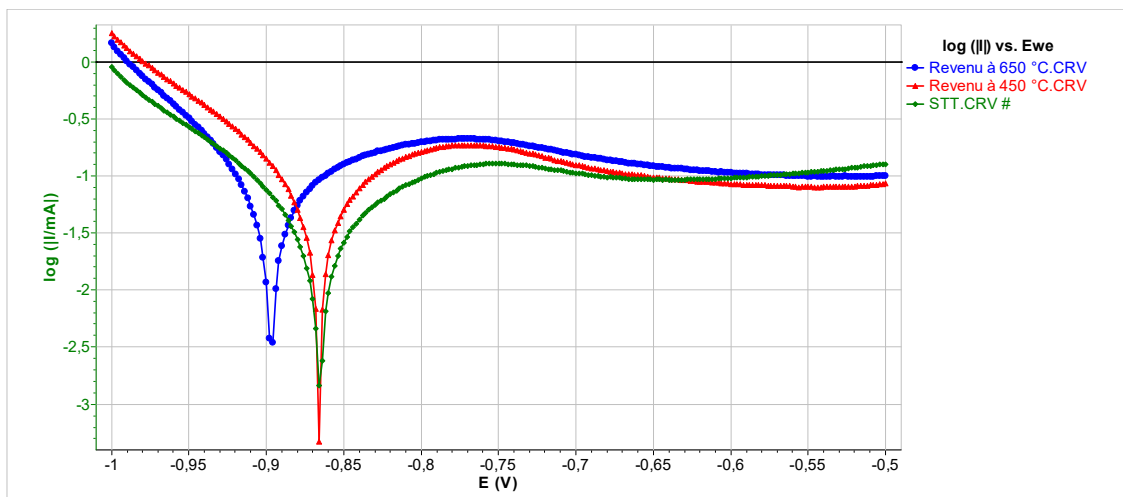


Figure 4.23 : Courbe de Polarisation et droites de Tafel pour échantillon revenu à 650°C de l'acier X70, dans une solution (NaOH, 1M).

Tableau 4.11 : Résultats obtenus de droites de Tafel pour l'échantillon revenu à 650°C de l'acier X70, dans une solution (NaOH, 1M)

E(i=0)	-899.9 mV
i corrosion	41.9986 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$
Rp	452.77 $\text{ohm}\cdot\text{cm}^2$
Beta a	179.5 mV
Beta c	-79.5 mV
Vitesse de Corrosion	491.2 $\mu\text{m}/\text{AN}$



Résultats et interprétation

Figure 4.24 : Courbe de Polarisation pour différentes températures de revenu de l'acier X70, dans une solution d'hydroxyde de sodium 1M.

La vitesse de corrosion augmente si on fait des traitements thermiques de revenu sur le cordon, mais ces valeurs restent très inférieures aux valeurs obtenues dans une solution acide.

4.5.3. Immersion d'un acier X52 dans une solution acide (H₂SO₄, 1M)

La figure 4.25 montre les courbes de polarisations pour les trois échantillons, brut, recuit à 450 °C et à 650 °C respectivement dans une solution d'acide sulfurique de concentration 1M.

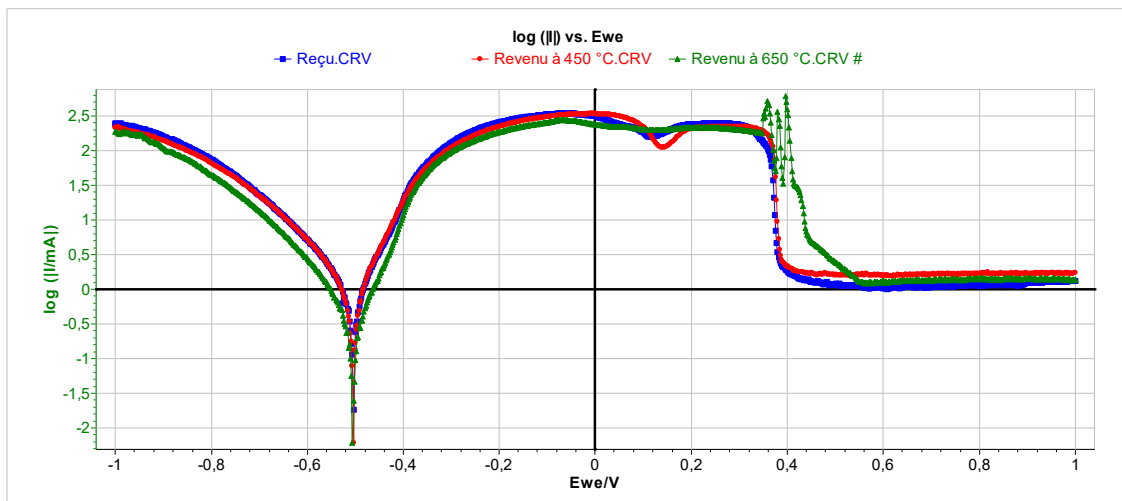


Figure 4.25 : Courbe de Polarisation pour différentes températures de revenu de l'acier X52, dans une solution acide (H₂SO₄, 1M).

Tableau 4.12 : Résultats obtenus de la courbe de polarisation pour les trois échantillons

Echantillon	Sans traitement	Revenu à 450	Revenue à 650
Rp (ohm.cm ²)	30.00	27.72	49.93
Vitesse de corrosion (mm/AN)	12.16	14.12	11.28

Comme il est indiqué dans le tableau précédent les résultats de la résistance de polarisation sont directement proportionnels avec la vitesse de corrosion, Cette vitesse

Résultats et interprétation

diminue avec l'augmentation de R_p . On remarque que le revenu à 650 °C améliore la résistance du matériau étudié à la corrosion par l'effet de relaxation.

4.5.4. Immersion d'un acier X52 dans une solution basique (NaOH, 1M)

La figure 4.26 montre les courbes de polarisations pour les trois échantillons, brut, recuit à 450 °C et à 650 °C respectivement dans une solution basique de NaOH avec une concentration 1M.

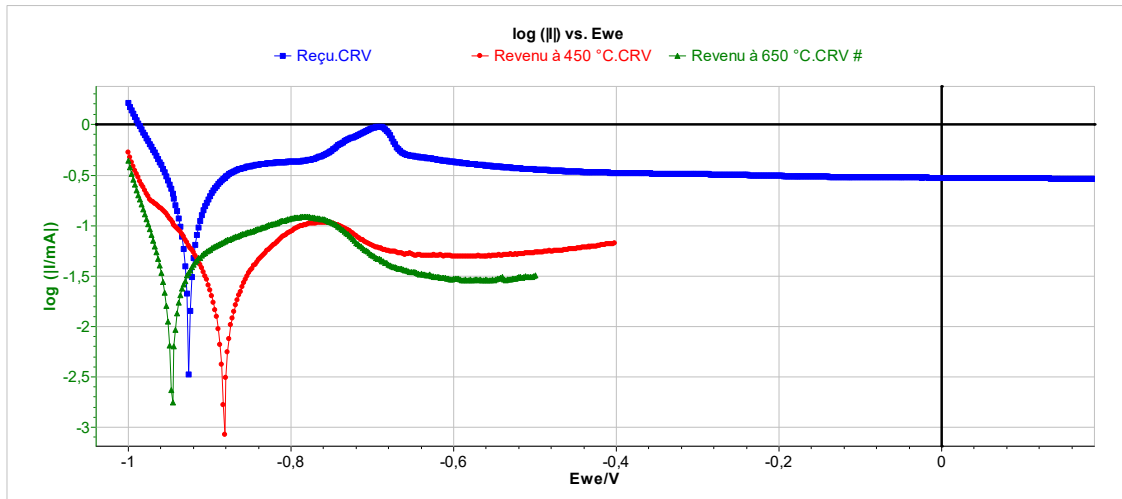


Figure 4.26 : Courbe de Polarisation pour différentes températures de revenu de l'acier X52, dans une solution d'hydroxyde de sodium 1M.

Tableau 4.13 : Résultats obtenus de la courbe de polarisation pour les trois échantillons immergés dans une solution basique

Echantillon	Sans traitement	Revenu à 450	Revenue à 650
R_p	151.99 ohm.cm ²	1.03 kohm.cm ²	516.71 ohm.cm ²
Vitesse de corrosion	1.064 mm/An	226.0 µm/An	545.8 µm/An

Comme il est indiqué dans le tableau 4.13 les résultats de la résistance de polarisation sont directement proportionnels avec la vitesse de corrosion. Cette vitesse diminue avec l'augmentation de R_p . Puis on a remarqué que la résistance de polarisation augmente avec l'augmentation de la température de revenue.

On a remarqué aussi que la résistance de polarisation et la vitesse de corrosion au cas de NaOH sont très différentes que celles du cas de H₂SO₄.

Résultats et interprétation

4.6. Spectroscopie d'impédance électrochimique

4.6.1. Immersion d'un acier X70 dans une solution acide (H_2SO_4 , 1M)

Dans cette technique, une perturbation de potentiel sinusoïdal de faible amplitude est appliquée à l'électrode de travail à un certain nombre de fréquences discrètes. À chacune de ces fréquences, la forme d'onde de courant résultante présentera une réponse sinusoïdale qui est déphasée avec le signal de potentiel appliqué d'une certaine quantité. L'impédance électrochimique est un facteur de proportionnalité dépendant de la fréquence qui agit comme une fonction de transfert en établissant une relation entre le signal de tension d'excitation et la réponse en courant du système. En tant que telle, une impédance électrochimique est une caractéristique fondamentale du système électrochimique qu'elle décrit. Une connaissance de la dépendance en fréquence de l'impédance pour un milieu corrosif permet de déterminer un circuit électrique équivalent approprié décrivant ce système.

Les figures 4.27, 4.28 et 4.29 présentent successivement des diagrammes de Nyquist, magnitude et de Bode pour les échantillons testés électrochimiquement dans une solution d'acide sulfurique 1M. Tous les spectres d'impédance examinés montrent une seule boucle capacitive (demi-cercle) et il n'y a pas d'impédance de Warburg, ce qui suggère que la corrosion de l'acier X70 dans une solution d'acide sulfurique 1 M est principalement contrôlée par un processus de transfert de charge dans les conditions de circuit ouvert, et généralement liée au comportement à double couche. De plus, ces diagrammes ont une forme similaire pour tous les échantillons testés avec une température de revenu différente, ce qui indique qu'il n'y a pratiquement aucun changement dans le mécanisme de corrosion. De plus, ces diagrammes de Nyquist ne sont pas des demi-cercles parfaits et cela peut être attribué à la dispersion de fréquence de l'impédance interfaciale. Ce comportement est le résultat de la rugosité de surface, de l'hétérogénéité chimique de la surface et du processus d'adsorption-désorption de molécules inhibitrices sur la surface de l'acier HSLA. En conséquence, les données EIS sont simulées par le circuit équivalent proposé, et il est présenté sur la figure 4.30 [3].

Résultats et interprétation

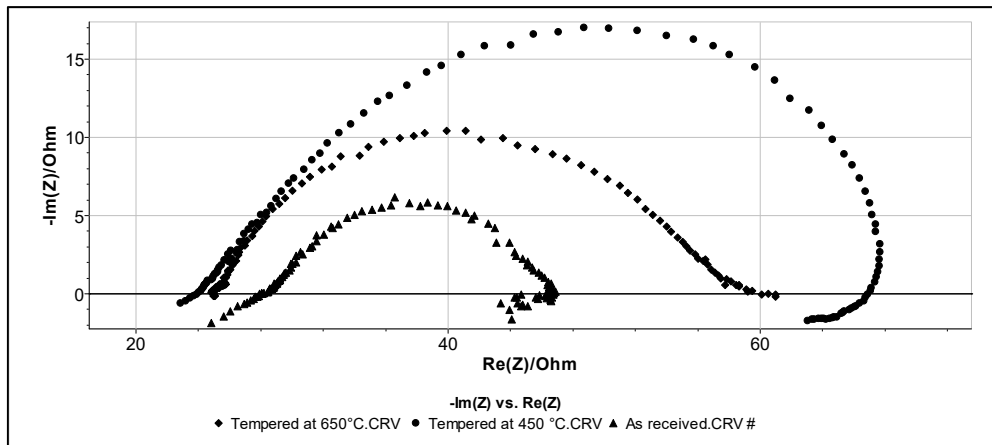


Figure 4.27 : Diagrammes de Nyquist mesurés sur les trois échantillons étudiés de l'acier X70 au potentiel de circuit ouvert dans une solution acide (H₂SO₄, 1M)

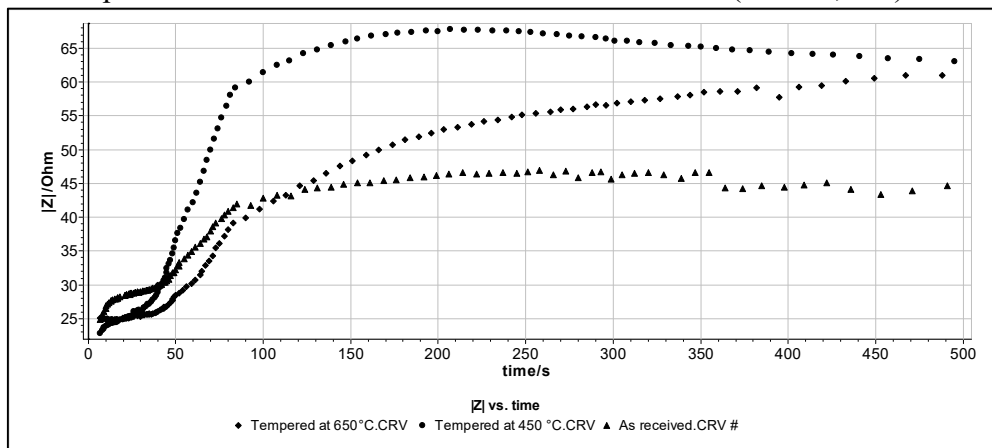


Figure 4.28 : Diagramme de magnitude démontrant la dépendance temporelle de l'impédance électrochimique pour les échantillons étudiés dans une solution acide (H₂SO₄, 1M)

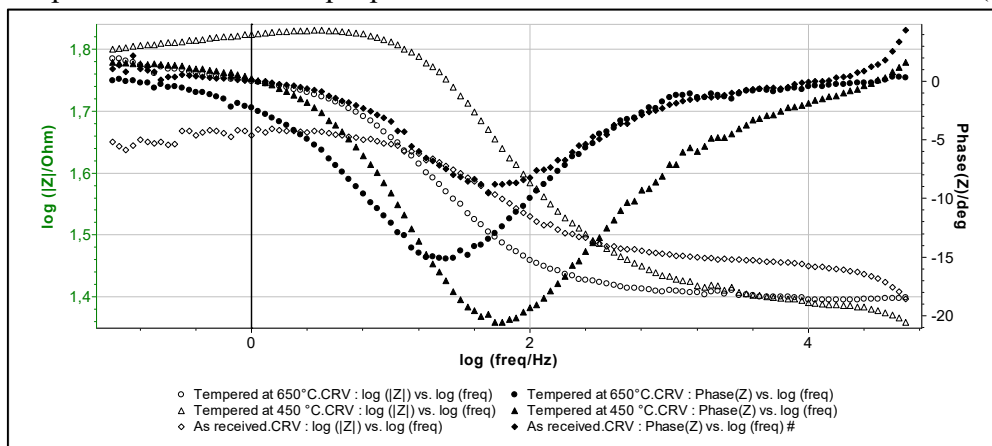


Figure 4.29 : Diagramme de Bode pour les trois échantillons étudiés dans une solution acide (H₂SO₄, 1M)

Résultats et interprétation

Le type de processus de corrosion est une combinaison d'une réaction de corrosion composée de deux réactions électrochimiques simples et une double couche. La corrosion se déroulerait uniformément à la surface.

La réaction de corrosion du cordon de soudure d'un acier X-70 dans un acide sulfurique 1 M peut être considérée comme entrant dans cette catégorie :



Pour ce processus de corrosion, le circuit modèle est celui illustré à la figure 3.30.

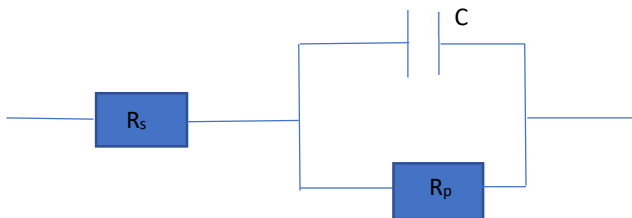


Figure 4.30 : Modèle de circuit électrique équivalent simulant l'interface métal corrodant / électrolyte pour les trois échantillons étudiés

Le circuit est une résistance R_p en parallèle avec un condensateur C . L'ensemble du circuit parallèle est en série avec une autre résistance R_s . L'utilité de ce modèle pour la réponse en fréquence réside dans le fait que R_s est égal à la résistance de solution non compensée par le potentiostat et R_p est égal à la résistance de polarisation tant que la mesure est effectuée au potentiel de corrosion. La capacité double couche est créée par le changement de tension à travers l'interface. Du côté métallique de l'interface, il peut y avoir un excès (ou une carence) d'électrons. Cet excès (ou déficit) est équilibré du côté de la solution par des ions de charge opposée. Certains sont spécifiquement adsorbés à la surface (couche interne). D'autres sont adsorbés de manière non spécifique et sont hydratés. Ils s'étendent dans la solution dans la couche diffuse. La réponse de cette structure interfaciale à une tension variable peut être modélisée par un condensateur [34].

Résultats et interprétation

4.6.2. Immersion d'un acier X70 dans une solution d'hydroxyde de sodium 1M

Le diagramme de Nyquist dans ce cas-là ayant la forme d'une droite de pente 45° pour les trois échantillons ; la forme de ce diagramme est différente de celle du cas précédent, ce type d'impédance est appelée impédance de *Warburg* et il suggère que le mécanisme de corrosion est contrôlé la diffusion des ions à travers une couche de diffusion vers la surface de l'électrode de travail (par une autre expression il est contrôlé par le transfert de matière), et par le transfert de charge.

Le circuit équivalent de ce diagramme est composé d'une impédance de Warburg désignée par W , et une résistance de polarisation (R_p ou R_{ct}) reliées en parallèle avec une capacité C et l'ensemble de ces trois composants est relié en série avec une résistance de solution comme il est illustré dans la figure 4.31.

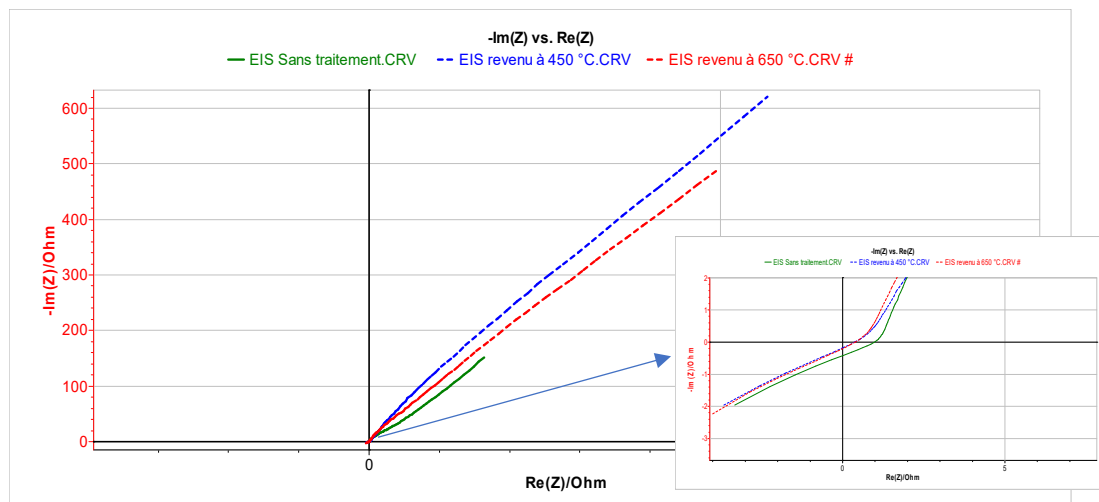


Figure 4.31 : Diagramme de Nyquist pour les trois échantillons étudiés dans une solution basique

Résultats et interprétation

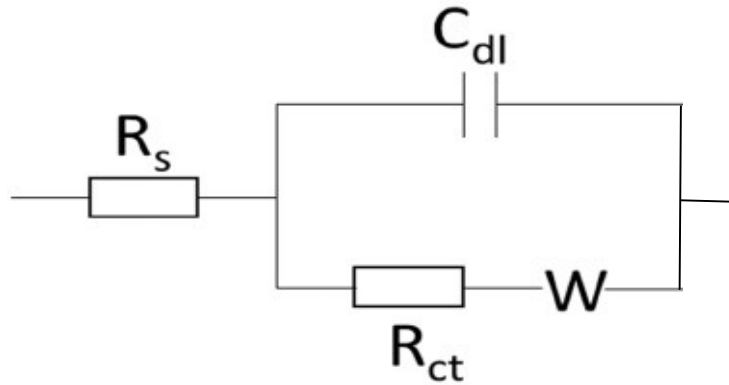


Figure 4.32 : Circuit équivalent du diagramme de Nyquist illustré dans la figure 4.32

Les réactions d'oxydation et de réduction dans ce cas-là sont comme suit :

Pour l'oxydation



Pour la réduction



4.6.3. Immersion d'un acier X52 dans une solution acide (H_2SO_4 , 1M)

Le diagramme de Nyquist ayant la forme d'un demi-cercle pour les trois échantillons ; la première intersection avec l'axe des abscisses donne la résistance de solution, et la deuxième intersection avec cet axe donne la résistance de polarisation. De ce diagramme on peut connaître quel est le meilleur traitement qui donne au cordon une bonne résistance à la corrosion, d'après la figure 4.33 on remarque que le cordon sans traitement thermique donne une bonne résistance à la corrosion.

Résultats et interprétation

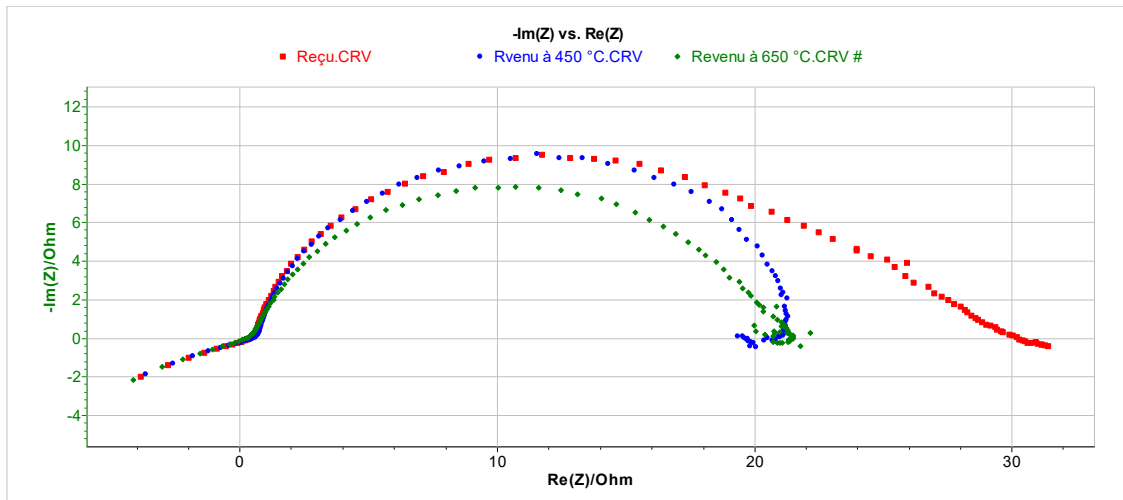


Figure 4.33 : Diagramme de Nyquist pour les trois échantillons étudiés dans une solution acide (H₂SO₄, 1M)

La figure 4.34 représente le circuit équivalent de ce diagramme de Nyquist, ce circuit est constitué d'une capacité reliée en parallèle avec une résistance de polarisation (nommée aussi résistance de transfert de charge R_{ct}), l'ensemble de ces deux composants est relié en série avec une résistance de solution.

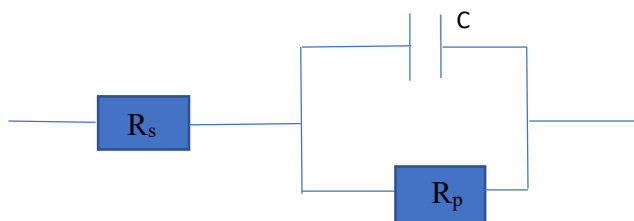


Figure 4.34. Circuit équivalent du diagramme de Nyquist illustré dans la figure 4.33

D'après le circuit équivalent on peut dire que le mécanisme de corrosion est contrôlé par le transfert de charge (de l'électrode vers la solution).

Les réactions qui misent en jeu sont :



Pour l'oxydation

Et

Résultats et interprétation



Pour la réduction

4.6.4. Immersion dans une solution d'hydroxyde de sodium 1M

Le diagramme de Nyquist (figure 4.35) dans ce cas-là ayant la forme d'une droite de pente 45° pour les trois échantillons ; la forme de ce diagramme est différente de celle du cas précédent, ce type d'impédance est appelée impédance de *Warburg* et il suggère que le mécanisme de corrosion est contrôlé la diffusion des ions à travers une couche de diffusion vers la surface de l'électrode de travail (par une autre expression il est contrôlé par le transfert de matière), et par le transfert de charge.

Le circuit équivalent de ce diagramme (figure 4.36) est composé d'une impédance de Warburg désignée par W , et une résistance de polarisation (R_p ou R_{ct}) reliées en parallèle avec une capacité C et l'ensemble de ces trois composants est relié en série avec une résistance de solution comme il est illustré dans la figure 4.36.

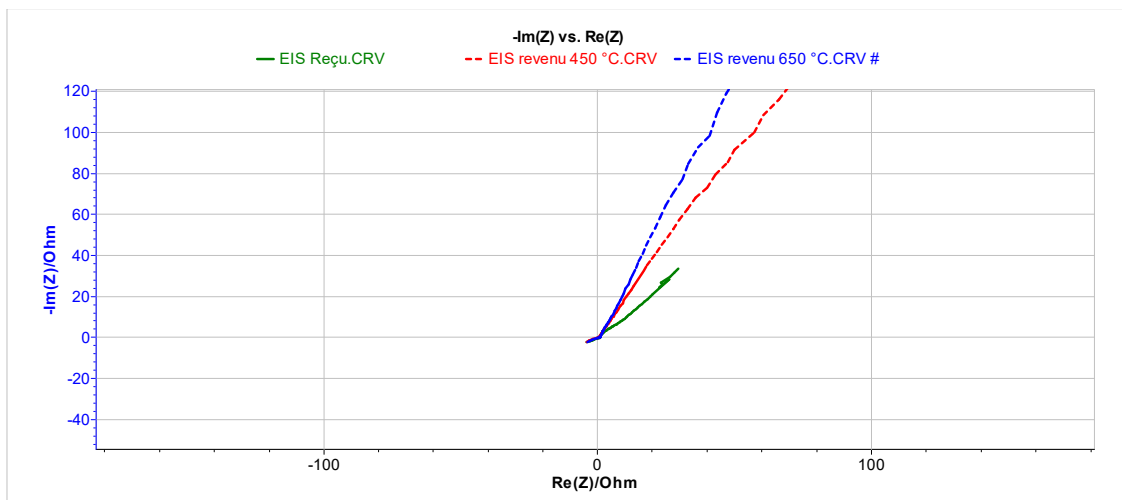


Figure 4.35. Diagramme de Nyquist pour les trois échantillons étudiés dans une solution basique

Résultats et interprétation

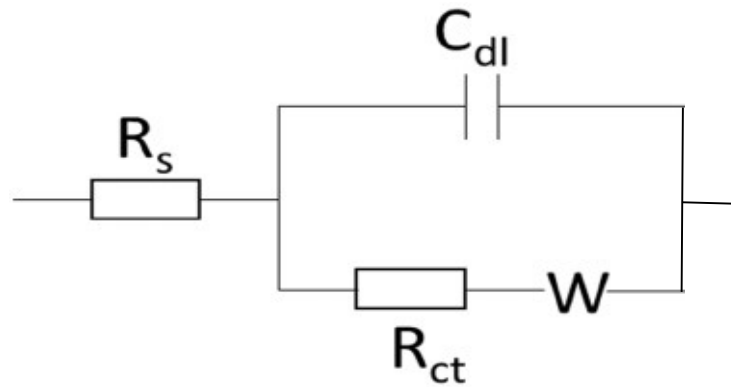


Figure 4.36. Circuit équivalent du diagramme de Nyquist illustré dans la figure 4.35

Les réactions d'oxydation et de réduction dans ce cas-là sont comme suit :

Pour l'oxydation



Pour la réduction





CONCLUSION GENERALE



Conclusion générale

Conclusion générale

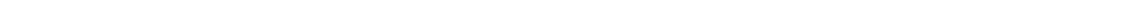
Le traitement thermique des cordons de soudure de pipelines fabriqués des acier de type HSLA X70 et X52, par un revenu après soudage donne des bonnes propriétés mécaniques, métallurgiques et chimiques, les résultats de cette recherche sont comme suit :

- La microstructure a changé un peu après le post-chauffage, alors qu'il s'est produit des précipitations de nano-carbures dans la soudure revenue à 450 ° C, et un grossissement de ces précipitations s'est produit à 650 ° C de température de revenu.
- Légères modifications de la limite d'élasticité, de la résistance ultime à la traction et de l'allongement après revenu à 450 ° C et à 650 ° C.
- La dureté après revenu devient optimale et ne diminue pas avec l'augmentation de la température de revenu.
- La résilience diminue après revenu à 450 ° C en raison de l'effet du durcissement attribué par la précipitation de nano-carbures dans les joints de grains, tandis que cet effet a disparu après revenu à 650 ° C en raison du grossissement des précipitations.
- Le cordon de soudure revenu à 450 ° C présente une bonne résistance à la corrosion grâce à l'effet de soulagement des contraintes résiduelles, et à la présence de précipitations de niobium et de cuivre.
- La vitesse de corrosion a augmenté après revenu à 650 ° C, en raison de l'augmentation du taux des carbures grossiers dans la matrice de ferrite, et cela améliore la corrosion galvanique entre la ferrite et les carbures

Après cette étude on a trouvé que la température optimale de revenu est à 650 °C, mais il reste d'étudier l'influence du temps de maintien de revenu sur le comportement mécanique et chimique.



REFERENCES



Références

- [1] A. Wahid, DL. Olson, DK. Matlock, C.E. Cross, *Corrosion of weldments*, Metals handbook Vol.6 welding, brazing and soldering. ASM international, Cleveland, pp 2590–2601, 1993. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v06.a0001471>
- [2] R. N. Penha, L. C. F. Canale, J. Vatauvuk, S. Lampman, *Tempering of steels*, ASM handbook Vol.4 Steel Heat Treating Fundamentals and Processes, ASM international, Cleveland, pp 327–347, 2013. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v04a.a0005815>
- [3] S. Zhang, F. Shu, H. Zhao, G. Wang, S. Wang, W. Wang, Effect of weld thermal cycle on the electrochemical corrosion of Q315NS steel in acidic solution. *AIP Conf Proc* 1829, pp 1–4, 2017. <https://doi.org/10.1063/1.4979738>
- [4] ASM International. ASM handbook: Volume 1. Materials Park, OH: ASM International. 1990. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v01.9781627081610>
- [5] M. GRUMBACH, Aciers microalliés, Technique de l'ingénieur M4 525, 2000.
- [6] ASM International. ASM handbook: Volume 13. Materials Park, OH: ASM International. 2005. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v13b.9781627081832>
- [7] J. B. JORCIN, Spectroscopie d'impédance électrochimique locale : caractérisation de la délamination des peintures et de la corrosion des alliages Al-Cu, Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, Université de Toulouse, France, 2007. <http://ethesis.inp-toulouse.fr/archive/00000494/>
- [8] G.H. Booth, A.W. Cooper, P.M. Cooper, Criteria of Soil Aggressiveness towards Buried Metals, II, Assessment of Various Soils, *Br. Corros. J.*, Vol. 2, pp 109-115, 1967. <https://doi.org/10.1179/000705967798326939>
- [9] B. Spickelmire, Corrosion Considerations for Ductile Iron Pipe, *Materials Performance*, Vol. 41, n°7, pp 16-23, 2002. [https://doi.org/10.1061/40690\(2003\)26](https://doi.org/10.1061/40690(2003)26)
- [10] S.K. Gupta, B.K. Gupta, The critical soil moisture content in the underground corrosion of mild steel, *Corrosion Science*, Vol. 19, pp 171-178, 1979. [https://doi.org/10.1016/0010-938x\(79\)90015-5](https://doi.org/10.1016/0010-938x(79)90015-5)
- [11] H. H. Uhlig, R. W. Revie, Corrosion and Corrosion Control, *John Willeys Sons troisième Edition*, 1985.
- [12] A.D. Zdunek, T.J. Barlo, G. Warfield, Effect of Temperature on Cathodic Protection Criteria, *Materials performance*, Vol 31, Num 11, p 22-27, 1992.

Références

- [13] T. O. D. Hanley, Electrical freezing potentials and corrosion rates in clay sludge. *Canadian Geotechnical Journal*, volume 22 issue 4, pp 599-604, 1985. <https://doi.org/10.1139/t85-080>
- [14] P. Dillman, Corrosion des objets archéologiques ferreux, *Techniques de l'Ingénieur*, cor-675, 2004.
- [15] D. Petrocokino, Protection anodique, protection cathodique, *Techniques de l'Ingénieur*, cor-1010, 1979.
- [16] J. Barlo, et al., An Assessment Of The Criteria For Cathodic Protection Of Buried Pipelines, *PRCI, Catalog N°. L51439e, contract PR-3-129*, 1983.
- [17] M. Jamagne, Sols - paysages – aménagements, *Service d'Etude des Sols, INRA, Montpellier*, pp 173, 1972. [https://doi.org/10.1016/0016-7061\(73\)90052-9](https://doi.org/10.1016/0016-7061(73)90052-9)
- [18] F. King, T. Jack, The Role of Redox and Corrosion Potentials in the Corrosion of Line Pipe Steel, *PRCI, PR-261-9711, Catalog n° L51906*, 2001.
- [19] R. L. Starkey and K. M. Wight, “Anaerobic Corrosion of Iron in Soil—A Condensation,” *CORROSION*, vol. 3, no. 5, pp. 227–232, May 1947. <https://doi.org/10.5006/0010-9312-3.5.227>
- [20] C.B. Dallam, B.K. Damkroger, Characterization of welds, *Metals handbook Vol.6 welding, brazing and soldering*. ASM international, Cleveland, pp. 248–270, 1993. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v06.a0001343>
- [21] ASTM E8M Standard test methods for tension testing of metallic materials. *ASTM International, West Conshohocken*, 2009. https://doi.org/10.1520/e0008_e0008m-16a
- [22] Mechanical Testing of Welded Joints, *Metals handbook Vol.6, Mechanical Testing and Evaluation*, pp. 845–852, 2000. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v08.a0003325>
- [23] ASTM E23-18, Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials. *ASTM International, West Conshohocken*, 2018. <https://doi.org/10.1520/e0023-18>
- [24] A. j. Bard, L.R. Faulkner, *ELECTROCHEMICAL METHODS, Fundamentals and applications, 2nd Edition, Department of chemistry and biochemistry, University of Texas*, 2001.
- [25] M. Gräf, J. Schröder, V. Schwinn and K. Hulka, Production of Large Diameter Pipes Grade X 70 with High Toughness Using Acicular Ferrite Microstructures, *International Conference on Application and Evaluation of High Grade Linepipes in Hostile Environments November 8-9, Yokohama, Japan*, 2002. <https://doi.org/10.1115/ipc2002-27155>

Références

- [26] B. Beidokhti, A. Dolati, and A. H. Koukabi, “Effects of alloying elements and microstructure on the susceptibility of the welded HSLA steel to hydrogen-induced cracking and sulfide stress cracking,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 507, no. 1–2, pp. 167–173, May 2009. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.11.064>
- [27] Tang and W. Stumpf, “The role of molybdenum additions and prior deformation on acicular ferrite formation in microalloyed Nb–Ti low-carbon line-pipe steels,” *Materials Characterization*, vol. 59, no. 6, pp. 717–728, Jun. 2008. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2007.06.001>
- [28] H. Sharifi, S. Raisi, and M. Tayebi, “The effect of stress relieving treatment on mechanical properties and microstructure of different welding areas of A517 steel,” *Materials Research Express*, vol. 4, no. 12, p. 126508, Dec. 2017. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aa97c2>
- [29] M. Masoumi, C. C. Silva, and H. F. G. de Abreu, “Effect of Rolling in the Recrystallization Temperature Region Associated with a Post-Heat Treatment on the Microstructure, Crystal Orientation, and Mechanical Properties of API 5L X70 Pipeline Steel,” *Materials Research*, vol. 20, no. 1, pp. 151–160, Dec. 2016. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2016-0651>
- [30] C. H. Lee, H. K. D. H. Bhadeshia, and H.-C. Lee, “Effect of plastic deformation on the formation of acicular ferrite,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 360, no. 1–2, pp. 249–257, Nov. 2003. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(03\)00477-5](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(03)00477-5)
- [31] T. Shrestha, S. Alsagabi, I. Charit, G. Potirniche, and M. Glazoff, “Effect of Heat Treatment on Microstructure and Hardness of Grade 91 Steel,” *Metals*, vol. 5, no. 1, pp. 131–149, Jan. 2015. <https://doi.org/10.3390/met5010131>
- [32] Q. Zhao, “Effects of Nanosized Nb Carbide Precipitates on the Corrosion Behavior of High-Strength Low-Alloy Steel in Simulated Seawater,” *International Journal of Electrochemical Science*, pp. 7989–7996, Sep. 2017. <https://doi.org/10.20964/2017.09.35>
- [33] M. H. Avazkonandeh-Gharavol, M. Haddad-Sabzevar, and A. Haerian, “Effect of copper content on the microstructure and mechanical properties of multipass MMA, low alloy steel weld metal deposits,” *Materials & Design*, vol. 30, no. 6, pp. 1902–1912, Jun. 2009. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2008.09.023>
- [34] ASTM G106-89, Standard practice for verification of algorithm and equipment for electrochemical impedance measurements. ASTM International, West Conshohocken, 2010. <https://doi.org/10.1520/g0106-89r15>