

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département : Métallurgique

Divisions laboratoires-

SANATRACH Mémoire de Projet de

Fin d'Etudes

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

Etude de l'endommagement d'un casing 7 pouces de la région

Haoud Berkaoui

Lydia MEBARKI et ZANE Ibtihal

Sous la direction de : M. M.E.DJEGHLAL Professeur

Mme. F.KHOUKHI

Présenté et soutenu publiquement le (27/06/2019)

Composition du Jury :

Président	M. M.N.MESRATI,	Pr	ESTA
Rapporteur	M. M.E.DJEGHLAL,	Pr	ENP
Examineur	M. A.BOUDIAF,	Enseignant Chercheur	EMP
Examineur	M. A.GANA,	Chef du département	SONATRACH

ENP 2019

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département : Métallurgique

Divisions laboratoires-

SANATRACH Mémoire de Projet de

Fin d'Etudes

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

Etude de l'endommagement d'un casing 7 pouces de la région

Haoud Berkaoui

Lydia MEBARKI et ZANE Ibtihal

Sous la direction de : M. M.E.DJEGHLAL Professeur

Mme. F.KHOUKHI

Présenté et soutenu publiquement le (27/06/2019)

Composition du Jury :

Président	M. M.N.MESRATI,	Pr	ESTA
Rapporteur	M. M.E.DJEGHLAL,	Pr	ENP
Examineur	M. A.BOUDIAF,	Enseignant Chercheur	EMP
Examineur	M. A.GANA,	Chef du département	SONATRACH

DEDICACES

Je dédie cet humble travail à :

Mes chers parents ;

Mes sœurs et mon petit frère Ilyas ;

A toute ma famille ;

Mes amis et mes collègues.

Ibtihal

Je dédie cet humble travail à :

Mes chers parents ;

Ma sœur et mon frère ;

A toute ma famille ;

Mes amis et mes collègues.

Lydia

Remerciements

On tient tout d'abord à présenter nos plus vifs remerciements à notre promoteur Mr M.E.Djeghlal pour sa disponibilité, son aide, ses précieux conseils et les orientations qui nous à prodigué.

On remercie également tous les enseignants du département pour tous les efforts consentis durant tout le cursus universitaire.

On tient à exprimer notre gratitude à Mr N.MESRATI de nous avoir fait l'honneur d'accepter la présidence du jury, ainsi qu'aux membres du jury Mr A.GANA et Mr A. BOUDIAF qui ont bien voulu apporter leurs critiques, observations et recommandations pour parfaire ce travail.

Nos remerciements s'adressent aussi à Mme F. KHOUKHI qui nous a encadré et au personnel de la Division Laboratoires-SONATRACH pour leur aide et leur disponibilité.

Aussi, on adresse nos remerciements à tous ceux qui ont contribué, de loin ou de près à la réalisation de ce travail.

ملخص

الغرض من هذه الدراسة هو تحديد اسباب تلف الغالف ٧ بوصة من نفة المسمخدمة في منزاعة API 5CT grade N80 الزنط في جزوب الجزائر على مستوى منطبة حوض بركاوي .

الكلمات

مروزة ، صالبة ، الجر .

Abstract

The purpose of this study is to identify the causes of the damage of a 7 inch casing designed from a carbon steel API 5CT grade N80 used in the oil industry in southern Algeria at the level of the region of Haoud Berkaoui.

Keywords

Resilience, hardness, traction.

Résumé

L'objet de cette étude est d'identifier les causes de l'endommagement d'un casing 7 pouces conçu à partir d'un acier au carbone API 5CT grade N80 utilisé dans l'industrie pétrolière au sud de l'Algérie au niveau de la région de Haoud Berkaoui.

Mots clés

Résilience, dureté, traction.

TABLE DE MATIERES

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des sigles	
Liste des abréviations	

INTRODUCTION GENERALE..... 15

HISTORIQUE DE LA REGION.....16

PARTIE 1 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE 1 : GENERALITE SUR LES ACIERS

1.1 Introduction	20
1.2 Les différents types d'acier	21
1.3 Propriétés mécaniques des aciers.....	23
1.4 Influence des éléments d'addition	24
1.5 Comportement vis-à-vis à la corrosion.....	24

CHAPITRE 2 : CORROSION

2.1 Introduction	27
2.2 Définition.....	27
2.3 Les principaux risques dus à la corrosion.....	27
2.4 Corrosion par le dioxyde de carbone	28
2.4.1 Equipements concernés par la corrosion par le CO ₂	28
2.4.2 Mécanisme et paramètres influant sur la corrosion par le CO ₂	28
2.4.3 Principaux facteurs influant sur la corrosion par le dioxyde de carbone	29
2.4.4 Remèdes contre la corrosion par CO ₂	32
2.5 Corrosion par l'eau contenant de L'H ₂ S.....	32
2.5.1 Équipements concernés par la corrosion par le H ₂ S	32
2.5.2 Mécanisme et paramètres influant sur la corrosion par l'H ₂ S	33
2.6 Les différentes manifestations de la corrosion	34
2.6.1 La corrosion uniforme	34
2.6.2 La corrosion galvanique	35
2.6.3 La corrosion par piquûre	35
2.6.4 La corrosion caverneuse	36
2.6.5 La corrosion sous contrainte	37
2.7 Les principaux facteurs de corrosion	38
2.8 Notions d'électrochimie	38
2.8.1 Réactions électrochimiques.....	38

TABLE DE MATIERES

2.8.2 Mécanismes des réactions électrochimiques.....	39
2.8.3 Le transfert de masse	39
2.8.4 Le transfert de charge	40
2.8.5 Diagramme de Pourbaix du fer	40
2.9 Les inhibiteurs de corrosion	41
2.9.1 Définition	41
2.9.2 Mode d'action des inhibiteurs de corrosion	42
2.9.3 Les classes d'inhibiteurs de corrosion.....	42

PARTIE 2: APPAREILLAGES, RESULTATS ET INTRPRETATONS

CHAPITRE 3 : APPAREILLAGES ET PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

3.1 Les essai mécaniques	46
3.2 Etude métallurgique.....	47
3.2.1 Prélèvement de l'échantillon	47
3.2.2 Polissage.....	48
3.2.3 Spectrométrie de fluorescence X.....	49
3.2.4 Analyse par microscope optique (MO)	50
3.2.5 Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)	52
3.2.6 Diffraction des rayons X (DRX).....	53
3.3 Etudes de la corrosivité	54
3.3.1 Perte de poids.....	54
3.3.2 Etudes électrochimiques.....	55
3.3.2.1 Suivi du potentiel à l'abondan (OCP)	55
3.3.2.2 Courbe de polarisation.....	55
3.3.2.3 Spéctromtrie d'impédance électrochimique (SIE)	56
3.3.2.4 Chaîne électrolyttique.....	56

CHAPITRE 4 : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

4.1 Détermination de la composition chimique de l'acier Grade N8.....	63
4.2 Observation par microscope optique (MO).....	64
4.2.1 Observation avant l'attaque chimique.....	64
4.2.2 Observation après l'attaque chimique	64
4.3 Observation par microscope électronique à balayage (MEB).....	65
4.3.1 Echantillon exposé à l'eau de gisement non traité.....	65
4.3.2 Echantillon exposé à l'eau de gisement traité avec des inhibiteurs de corrosion	67
4.3.3 Caractérisation de la corrosion de l'acier N80 par DRX.....	68
4.4 Essais mécaniques.....	77
4.4.1 Mesure de dureté.....	77

TABLE DE MATIERES

4.4.2 Traction	77
4.4.3 Résilience	78
4.5 Etude de la corosivité.....	79
4.5.1 Technique de perte de poids.....	79
4.5.2 Techniques électrochimiques	80
4.5.2.1 Technique du potentiel à circuit ouvert OCP.....	80
4.5.2.2 Technique de Tafel (courbe de polarisation)	81
4.5.2.3 Technique de résistance de polarisation linéaire LRP (Avec et sans injection de l'inhibiteur de corrosion à base d'amine)	82
4.5.2.4 Spectroscopie d'impédance électrochimique à T35°C.....	84
4.5.2.5 Spectroscopie d'impédance électrochimique à température de 60°C	84
Bibliographies	90
Annexe.....	92

TABLE DE MATIERES

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1: Influence des éléments d'addition sur les caractéristiques mécaniques des aciers	24
Tableau 3.1 : Composition chimique de l'eau de gisement HBK.....	59
Tableau 3.2 : Les propriétés physiques et chimiques de l'inhibiteur de corrosion.....	60
Tableau 4.1 : Composition chimique des échantillons en pourcentage massique	63
Tableau 4.2 : Résultats de l'analyse DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique sans inhibiteur	72
Tableau 4.3 : Résultats de l'analyse DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 10 ppm.....	73
Tableau 4.4 : Résultats de l'analyse DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 20 ppm.....	74
Tableau 4.5 : Résultats de l'analyse DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 30 ppm.....	75
Tableau 4.6 : Les mesures de dureté obtenue expérimentalement.....	77
Tableau 4.7 : Les paramètres des essais de traction expérimentaux.....	77
Tableau 4.8 : Les paramètres des essais de traction selon API 5CT grade N80.....	78
Tableau 4.9 : L'énergie de résilience obtenue expérimentalement.....	78
Tableau 4.10 : Résultats du suivi du Potentiel de corrosion en fonction du temps.	79
Tableau 4.11 : Paramètres électrochimiques relevés du tracé de Tafel	80
Tableau 4.12 : Paramètres électrochimiques relevés par la technique de résistance de polarisation linéaire LRP	81
Tableau 4.13 : Résultats obtenus par la technique de perte de poids.....	83
Tableau 4.14 : paramètres électrochimiques relevé par technique de spectroscopie d'impédance électrochimique d'une électrode de grade N80 immergée dans une eau de gisement à 35°C	84

TABLE DE MATIERES

Tableau 4.15 : paramètres électrochimiques relevé par technique de spectroscopie d'impédance électrochimique d'une électrode de grade N80 immergée dans une eau de gisement à 60°C	84
---	----

TABLE DE MATIERES

LISTE DES FIGURES

Figure I : situation géographique de la région de Haoud Berkaoui. (In, WEC SONATRACH.2005)	
Figure 1.1 : Diagramme d'équilibre fer-carbone [3]	21
Figure 1.2 : Microstructure d'un acier hypo eutectoïde [4].....	21
Figure 1.3 : Structure perlitique [4].....	22
Figure 1.4 : Microstructure d'un acier hyper eutectoïde [4].....	22
Figure 1.5 : Variation des propriétés mécaniques des aciers au carbone en fonction de la teneur en carbone [5]	23
Figure 1.6 : La variation de la vitesse de corrosion de l'acier dans l'eau en fonction du pH [7]	25
Figure 2.1 : pH de l'eau de condensation sous pression de CO ₂ et H ₂ S [10].....	30
Figure 2.2 : Influence de la température et la pression partielle de CO ₂ sur la vitesse de corrosion de l'acier au carbone [10]	31
Figure 2.3 : Influence de la teneur en chrome des aciers sur la vitesse de corrosion par le CO ₂ [10].....	31
Figure 2.4 : La corrosion uniforme [12]	35
Figure 2.5 : Piqûration d'une plaque d'acier [13]	36
Figure 2.6 : Corrosion caverneuse [13].....	36
Figure 2.7 : Corrosion sous contrainte [13].....	37
Figure 2.8 : Etapes réactionnelles électrochimiques [14].....	39
Figure 2.9 : Diagramme de Pourbaix (Potentiel-pH) relatif au fer [16]	41
Figure 3.1 : Epruvette de traction.....	46
Figure 3.2 : La polisseuse utilisée au niveau du laboratoire métallurgique.....	49
Figure 3.3 : Principe d'un analyseur à fluorescence X	50
Figure 3.4 : Le microscope utilisé à la DTD.	52
Figure 3.5 : Microscope électronique à balayage utilisé au niveau de la DTD.....	53

TABLE DE MATIERES

Figure 3.6 : Représentation simplifiée d'une chaîne de mesures électrochimiques.....	57
Figure 3.7 : Chaîne de mesure électrochimique utilisée au niveau de la DTD.	58
Figure 3.8 : Électrode de travail	61
Figure 4.1 : Observation métallographique de la surface d'acier grade N80 avant attaque chimique	64
Figure 4.2: Observation métallographique de la surface d'acier grade N80 après attaque chimique	64
Figure 4.3: Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement non traité. Grossissement x 100	65
Figure 4.4 : Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement non traité. Grossissement x 1000	65
Figure 4.5: Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement non traité. Grossissement x 4000.....	66
Figure4.6: Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement traité par un inhibiteur de corrosion huile. Grossissement x 100	67
Figure 4.7 : Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement traité par un inhibiteur de corrosion huile. Grossissement x 1000	67
Figure 4.8 : Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement traité par un inhibiteur de corrosion huile. Grossissement x 4000.....	68
Figure 4.9 : Le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 corrodé dans un milieu multiphasique sans inhibiteur	69
Figure 4.10 : Le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 10 ppm.....	69
Figure 4.11: Le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 20 ppm.....	70
Figure 4.12 : Le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 30 ppm.....	70
Figure 4.13 : Le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 30 ppm (à 3°)	71

TABLE DE MATIERES

Figure 4.14: Les pics de diffractogramme de DRX de l'acier API N80 corrodé dans un milieu multiphasique sans inhibiteur	73
Figure 4.15 : Les pics de diffractogramme de DRX de l'acier API N80 corrodé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 10 ppm.....	74
Figure 4.16 : Les pics de diffractogramme de DRX de l'acier API N80 corrodé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 20 ppm.....	75
Figure 4.17: Les pics de diffractogramme de DRX de l'acier API N80 corrodé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 30 ppm.....	76
Figure 4.18 : Evolution de la vitesse de corrosion en fonction de la concentration de l'inhibiteur	79
Figure 4.19: Evolution du potentiel de corrosion en fonction du temps d'une électrode de travail en acier grade N80 immergée dans une eau de Gisement.	79
Figure 4.20 : Tracé des courbes de tafel d'une électrode de travail en acier N80 immergée dans une eau de gisement	81
Figure 4.21 : Evolution de la résistance de polarisation de l'acier N80 en fonction de la concentration de l'inhibiteur de corrosion.....	82
Figure 4.22 : Histogramme représente l'efficacité du traitement par l'inhibiteur de corrosion à différentes concentrations.....	83
Figure 4.23 : Evolution de la vitesse de corrosion (mm/an) en fonction de la concentration de l'inhibiteur (ppm)	83
Figure 4.24: Diagrammes de Nyquist et de bode à T 35°C d'une électrode en acier grade N80 à différentes concentrations d'inhibiteur de corrosion	85
Figure 4.25: Diagrammes de Nyquist et de bode à T 60°C d'une électrode en acier grade N80 à différentes concentrations d'inhibiteur de corrosion	86

TABLE DE MATIERES

LISTE DES SIGLES

Symbole	Signification	Unité
i_{corr}	Densité de courant de corrosion	A.cm-2
E_{corr}	Potentiel de corrosion	V /ECS
T	Température	° c
R_p	Résistance de polarisation linéaire avec inhibiteur	Ω /cm2
R_{p0}	Résistance de polarisation linéaire sans inhibiteur.	Ω /cm2
R_e	Résistance de l'électrolyte	Ω /cm2
E_0	Potentiel standard	V
A %	Allongement après rupture	
R_e	Limite élastique	MPa
R_m	Résistance à la rupture	MPa

TABLE DE MATIERES

LISTE DES ABREVIATIONS

API: American Petroleum Institut

HBK: Haoud Berkaoui

MO: Microscope optique

MEB: Microscope électrique à balayage

DRX : Diffraction des rayons X

PPM : Particule par million

ECS : Electrode au calomel saturé

Ecorr : Potentiel de corrosion

SIE : Spectroscopie d'impédance électrochimique

OCP : Potentiel à circuit ouvert

Rp : Résistance de polarisation

Rtc : Résistance de transfert de charge

ICDD: The International Centre for Diffraction Data

LRP : Résistance de Polarisation Linéaire

Introduction générale

Introduction générale

L'industrie pétrolière et gazière subit d'importantes pertes économiques en raison de problèmes liés à la corrosion. Le phénomène de corrosion peut être causé par des gaz acides dissous dans le pétrole comme le sulfure d'hydrogène (H₂S) ou le dioxyde de carbone (CO₂), par les eaux de gisement ou par la nature des matériaux utilisés.

Pour y remédier, plusieurs choix sont envisageables: assurer la maintenance, utiliser des matériaux non-corrodables pour la construction des plateformes, ou choisir des conduites en acier résistant à la corrosion, et protégées par l'ajout d'additifs chimiques injectés en continu ou en discontinu (inhibiteurs).

SONATRACH utilise pour les casings producteurs de pétrole des aciers au carbone de la norme américaine API tel que le N80 sur le quel s'est porté notre étude au sein du département de corrosion de la division laboratoire. Une dégradation rapide et importante a été constatée sur un Casing 7'' de la région Haoud Berkaoui, le but de notre recherche a été d'identifier les causes de l'endommagement de ce dernier avec différentes techniques d'études.

Tout d'abord nous nous sommes intéressées à la conformité du matériau par rapport aux normes API et fiches techniques en termes de composition chimique et de propriétés mécaniques (essais de traction, dureté et résilience). Ensuite, nous avons effectué une étude métallographique afin de déterminer les phases existantes en utilisant le microscope optique et le microscope électronique à balayage.

En dernier lieu, nous avons étudié le comportement du matériau vis-à-vis de la corrosion en milieu agressif et en présences de différentes concentrations d'inhibiteurs avec des méthodes d'étude électrochimiques.

Historique de la région

Située dans la wilaya de Ouargla, à 700 km au sud-est d'Alger et à 100 km à l'Ouest de Hassi-Messaoud avec une superficie de 6300 km², Houd Berkaoui représente une des dix principales zones productrices d'hydrocarbures du Sahara Algérien. La région est composée de plusieurs champs: Houd Berkaoui, Benkahla, Guellala et de champs périphériques.

I.1. Champ Haoud-Berkaoui

Le gisement de Haoud-Berkaoui s'étend sur une superficie de 175 Km², La profondeur moyenne est de 3550 m, Actuellement le soutirage de l'huile se fait naturellement (déplétion naturelle) et artificiellement (gaz-lift). La pression du gisement est maintenue par l'injection d'eau (dans certaines zones) [1].

I.2. Champ de Benkahla

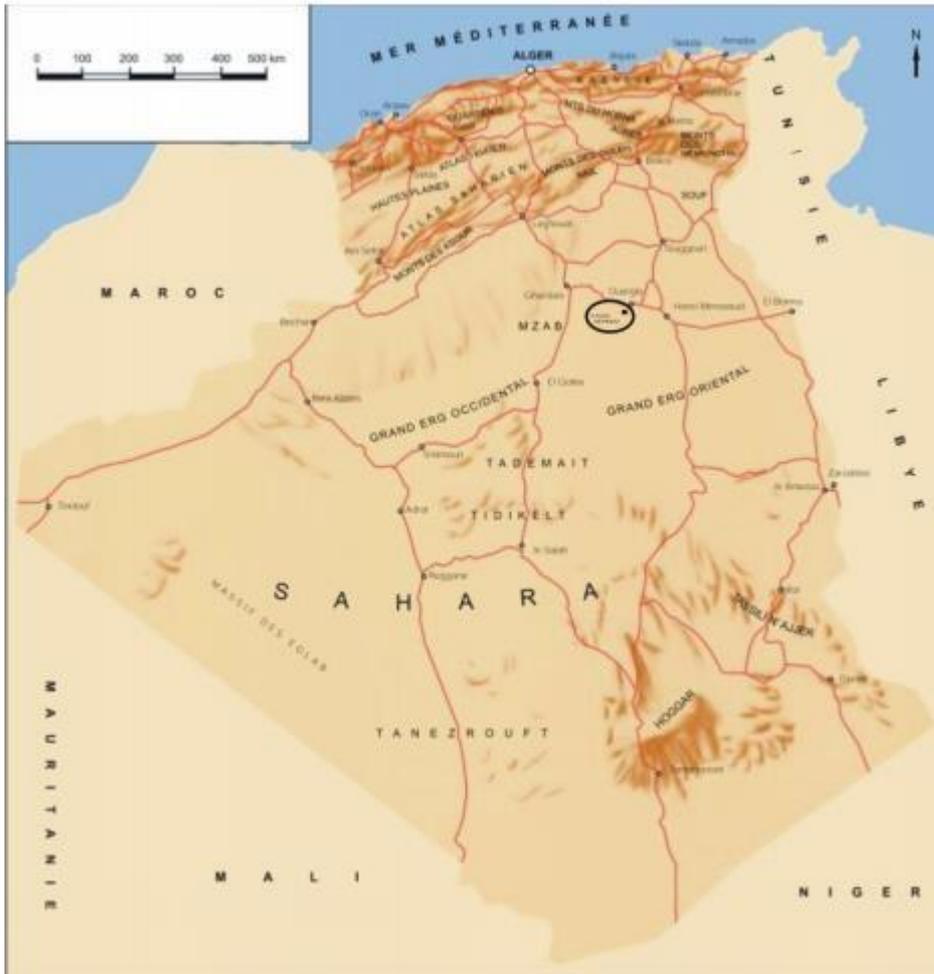
Le gisement de Benkahla s'étend sur une superficie de 72 Km², La profondeur moyenne est de 3550 m. Il produit par sa propre énergie de gisement aidé par le maintien de pression et le gas-lift [1].

I.3. Champ de Guellala

Le gisement de Guellala à une surface de 35 Km². La profondeur moyenne est de 3500 m, (Série inférieure) [1].

I.4. La Périphérie

Il existe plusieurs autres champs périphériques où la production se fait soit naturellement par déplétion ou artificiellement par le gaz-lift. Parmi ces petits champs on a : N'goussa, Drâa Tamra, Guellala Nord-Est, Hani et El Beida, Mokh El Kabech, Boukhazana ...etc [1].



**Figure I : situation géographique de la région de Haoud Berkaoui
(In, WEC SONATRACH. 2005)**

I. Activités principales de la Direction Régionale HBK

- Le premier Centre de traitement d'huile de HBK a été mis en service en 1967 ; Actuellement on dispose de cinq (05) Centres de traitement d'huile et une unité de traitement de gaz.
- Chaque Centre de Production reçoit du brut, provenant de divers puits, le stabilise, le stocke dans des bacs avant son expédition (vers les lignes TRC).
- Le gaz récupéré de la stabilisation est comprimé et acheminé vers l'usine de traitement de gaz de Guellala qui en soutire du GPL, du gaz de vente et du gaz-lift.
- Injection d'eau pour maintenir la pression dans le gisement.
- Actuellement la production en huiles est de l'ordre de 5500 tonnes/j, le GPL est aux environs de 160 tonnes/j [2]

PARTIE I
RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE 1

GENERALITE SUR LES ACIERS

1.1 Introduction

L'acier a été découvert très tôt dans l'histoire, sa matière première est abondante (minerai) et il est facile à travailler et peu onéreux. Matériau par excellence de la révolution industrielle, il est classé selon la norme européenne EN 10027 en six catégories principales :

- Les aciers non-alliés d'usage général (construction) ;
- Les aciers non-alliés spéciaux, pour traitement thermique, malléables, soudables, forgeables,...
- Les aciers faiblement alliés ;
- Les aciers fortement alliés ;
- Les aciers inoxydables ;
- Les aciers rapides, pour les outils à forte vitesse de coupe ;

L'acier est le matériau le plus utilisé dans l'industrie pétrolière. Il existe de nos jours sous de nombreuses nuances aux propriétés très diverses. Dans le cas de notre étude, le matériau utilisé est un acier au carbone de nuance N80 qui est destiné aux équipements des puits producteurs de pétrole.

L'acier est un alliage de fer et de carbone en proportions diverses, ainsi les aciers titrent moins de 2,1% de Carbone (limite théorique). Au delà de cette teneur l'alliage est nommé fonte. La limite de 2,1% correspond à l'extrémité du palier eutectique γ -Fe₃-C du diagramme fer carbone (figure 1.1). Ainsi tout au moins à l'équilibre les aciers se solidifient sans apparition d'eutectique c'est-à-dire en absence de carbures Fe₃C primaires inversement aux fontes. Les carbures pourront toujours être dissouts dans le domaine austénitique à l'inverse des fontes [3]. D'autres éléments d'alliage peuvent être ajoutés en quantités diverses.

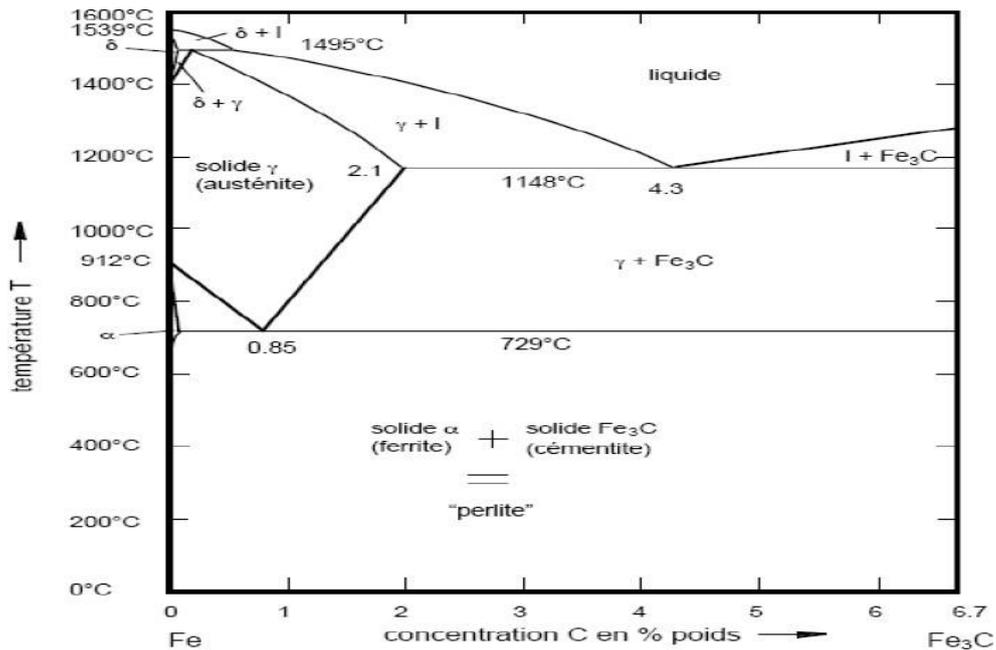


Figure 1.1 : Diagramme d'équilibre fer-carbone [3].

1.2 Les différentes structures de l'acier

En fonction de la teneur en carbone on distingue trois structures d'acier :

- %C compris entre 0,002 % et 0,85 % : l'acier est du type hypoeutectoïde formé de perlite (ferrite α + cémentite Fe₃C) caractérisé par une structure en lamelles enveloppées dans une phase ferritique comme le montre la figure 1.2 [4].

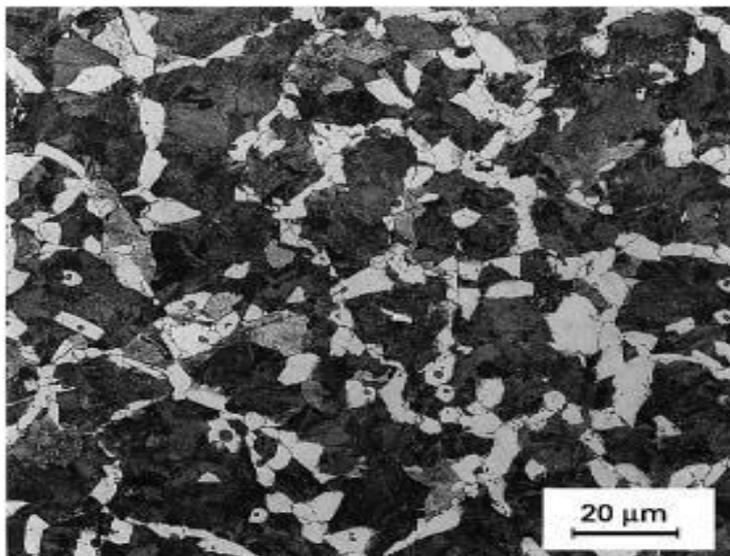


Figure 1.2 : Microstructure d'un acier hypo eutectoïde [4].

Chapitre 1 : Généralité sur les aciers

- %C = 0,85% : l'acier est du type eutectoïde formé de 100% perlite (ferrite α + cémentite Fe_3C) caractérisé par une structure en lamelles comme illustré dans la figure 1.3 [4].

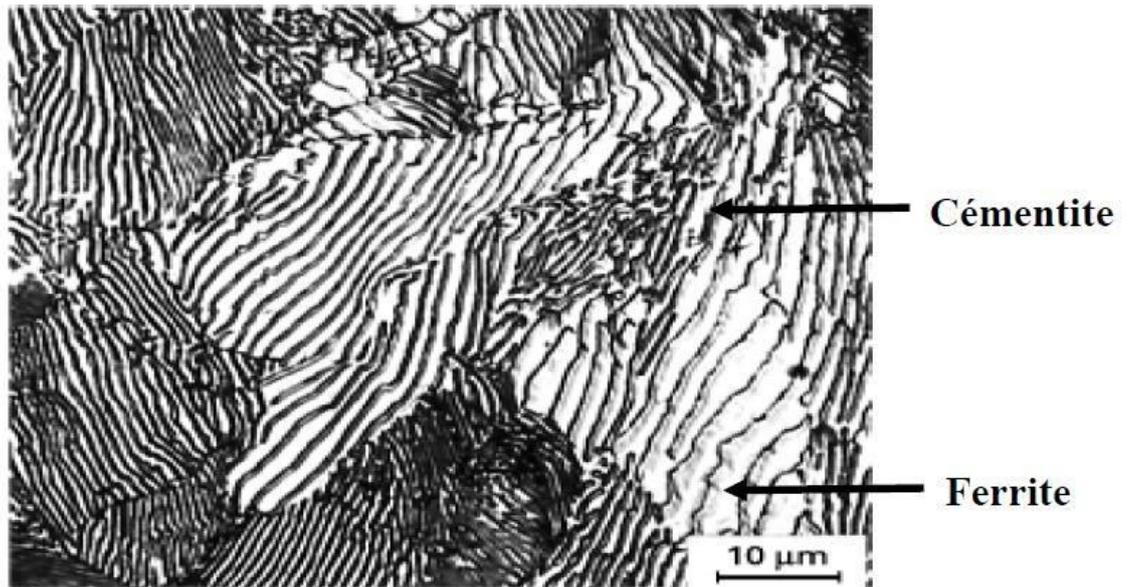


Figure 1.3 : Structure perlitique [4].

- %C \in] 0,85%, 2,1% [: l'acier est du type hyper eutectoïde formé de perlite (ferrite + cémentite Fe_3C) caractérisée par une structure en lamelles enveloppées dans de la cémentite [4], comme illustré dans la figure 1.4.

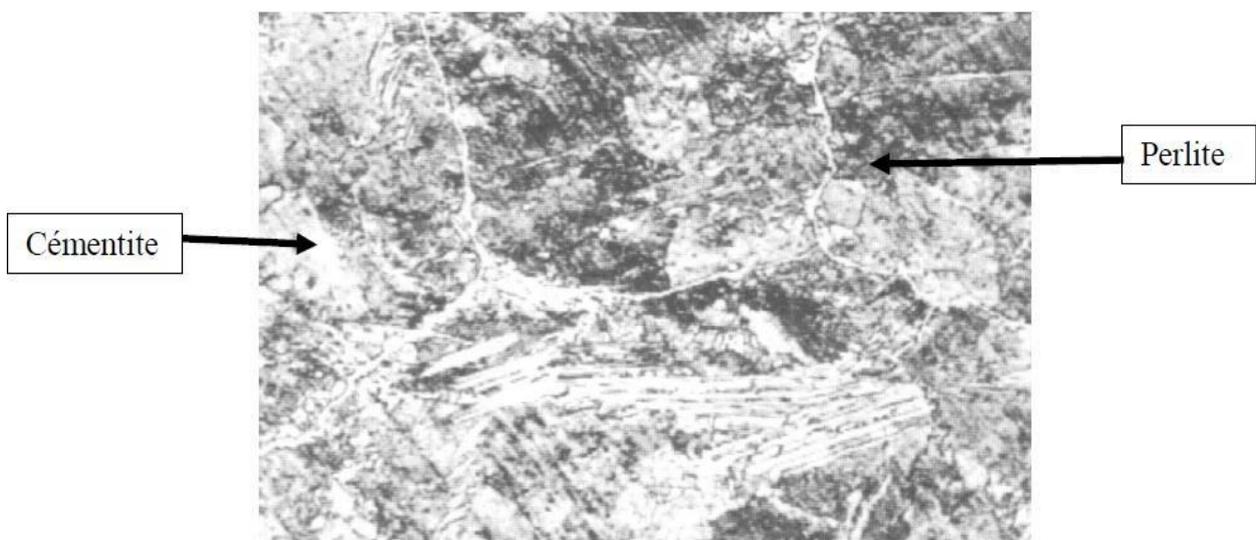


Figure 1.4: Microstructure d'un acier hyper eutectoïde [4].

1.3 Propriétés mécaniques des aciers

L'intérêt majeur des aciers réside dans le cumul de valeurs élevées dans les propriétés mécaniques fondamentales: résistance aux efforts, module d'élasticité, limite élastique, résistance mécanique, dureté et résistance aux chocs (résilience).

De ce fait les aciers restent privilégiés dans presque tous les domaines d'application techniques:

- Équipements publics (rails, signalisation) ;
- Industrie chimique, pétrochimique, pharmaceutique et nucléaire (cuves, réacteurs, tubing) ;
- Moyens de transport (automobile, aéronautique, ferroviaire, aérospatial) ;
- Médical (instruments et appareils) ;
- Produits destinés au grand public (meubles, ustensiles de cuisine, électroménager)..... etc.

Les propriétés des aciers peuvent être modifiées en ajoutant d'autres éléments, principalement métalliques, et on parle d'aciers alliés. De plus, on peut encore améliorer grandement leurs caractéristiques par des traitements thermiques (notamment les trempes) prenant en surface ou à cœur de la matière ; on parle alors d'aciers traités [5].

La figure 1.5 montre la variation des propriétés mécaniques des aciers au carbone en fonction de la teneur en carbone.

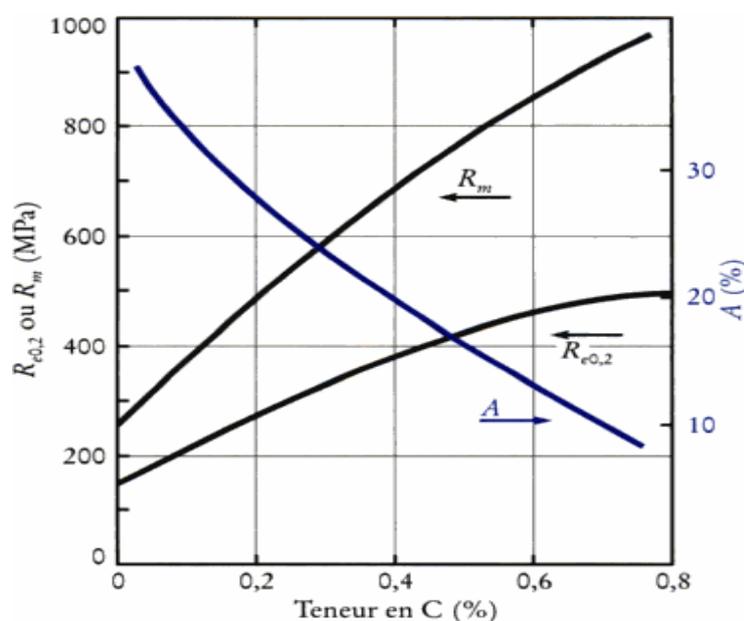


Figure 1.5 : Variation des propriétés mécaniques des aciers au carbone en fonction de la teneur en carbone [5].

Chapitre 1 : Généralité sur les aciers

1.4 Influence des éléments d'addition

Quelque soit l'élément d'addition ajouté à l'acier, sa contribution est très importante. Le tableau 1.1 ci-dessous représente l'influence des éléments d'addition sur les caractéristiques mécaniques des aciers.

Tableau 1.1: Influence des éléments d'addition sur les caractéristiques mécaniques des aciers [6].

	Résistance à la traction	Limite élastique Re	Résistance à l'usure	Résilience	Dureté à froid	Dureté à chaud	A%
Carbone	↗	↗	↗	↘	↗		↘
Chrome	↗	↗	↗	↘	↗		↘
Manganèse	↗	↗	↗		↗		↘
Molybdène	↗	↗				↗	
Nickel	↗	↗	↗	↗			↘
Silicium	↗	↗	↗		↗		
Tungstène	↗	↗	↗		↗	↗	

1.5 Comportement vis-à-vis à la corrosion

Le problème majeur qui se pose dans l'utilisation des aciers au carbone est leur faible résistance à la corrosion au contact d'un milieu aqueux. Dans la figure 1.6 ci-dessous, on montre la variation de la vitesse de corrosion en fonction du pH.

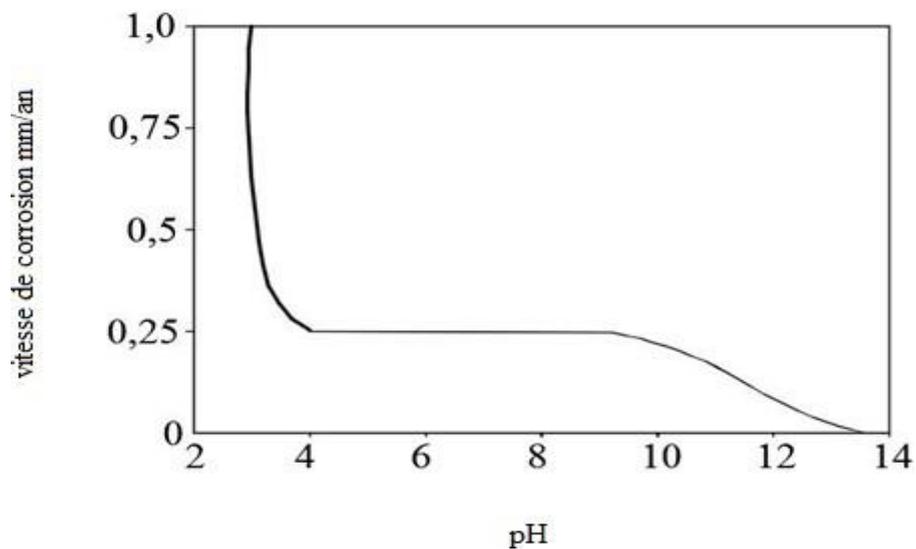


Figure 1.6 : La variation de la vitesse de corrosion de l'acier dans l'eau en fonction du pH [7].

Les aciers au carbone rouillent au contact de l'air humide et doivent être protégés par des revêtements. En milieu aqueux, leur résistance à la corrosion dépend du pH. Aux pH bas, il y a réduction de protons et la corrosion est d'autant plus élevée que le milieu est acide. En milieu neutre, le transport de l'oxygène contrôle la cinétique de corrosion qui alors ne varie pas en fonction du pH. En fin, en milieu alcalin, on observe une passivation spontanée et une forte réduction de la vitesse de corrosion [7].

CHAPITRE 2

CORROSION

2.1 Introduction

Les équipements métalliques sont soumis à diverses formes de dégradation dans l'industrie pétrolière, certaines sont liées au phénomène de dissolution du métal: il s'agit de la corrosion.

La corrosion est le phénomène suivant lequel les métaux ont tendance, sous l'action d'agents atmosphériques ou de réactifs chimiques, à retourner à leur état original d'oxyde, carbonate, plus stable par rapport au milieu considéré, et ainsi à subir une détérioration de leurs propriétés.

2.2 Définition

La corrosion est une réaction inter faciale irréversible d'un matériau, avec un agent corrosif de son environnement (milieu corrosif), qui implique une consommation du métal et une production d'une forme réduite de l'agent corrosif. Lorsqu'il est en présence d'humidité, et non protégé par des revêtements métalliques, des peintures ou des inhibiteurs de corrosion, l'acier au carbone, se corrode et tend à retrouver son état naturel d'oxyde de fer. Ce changement d'état des atomes de fer correspond à une dissolution anodique, et il est donc contrôlé par des réactions électrochimiques [8].

2.3 Les principaux risques dus à la corrosion

La corrosion est l'une des causes principales de rupture de canalisations d'hydrocarbures. Les principaux risques de corrosion des pipelines étaient très clairement identifiés par les expériences antérieures. Les pertes économiques en matériel attribuées à la corrosion en général sont très importantes. On distingue :

- Des pertes de production (fuites dans les canalisations, émissions de gaz,...).
- Coût de l'entretien et du contrôle (mise en peinture, protection cathodique).
- Coût dû à l'utilisation de matériaux plus nobles.
- Contamination du produit par les produits de corrosion.
- Arrêt de production.

La corrosion n'est pas seulement une source de gaspillage de matières premières et d'énergie, elle peut en plus provoquer des accidents graves, et contribuer à la pollution de l'environnement naturel [8].

2.4 Corrosion par le dioxyde de carbone

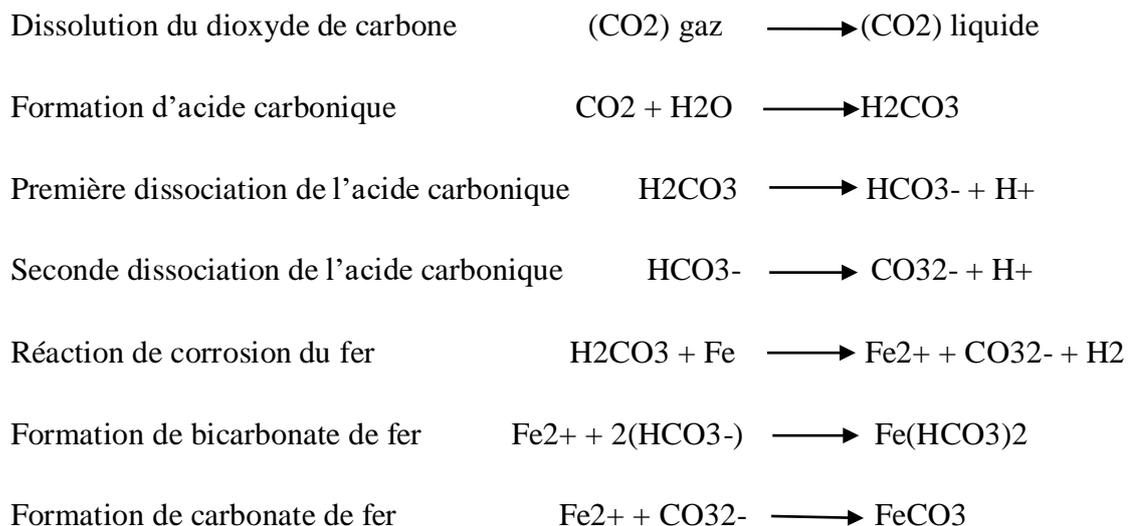
2.4.1 Equipements concernés par la corrosion par le CO₂

L'eau contenant de l'acide carbonique dissous est un milieu corrosif des aciers au carbone et faiblement alliés. Comme le CO₂ est un gaz acide présent dans tous les champs pétroliers en quantité plus ou moins importante, cette corrosion concerne tous les équipements de production pétrolière pour lesquels il peut y avoir contact d'eau libre contenant de l'acide carbonique avec les aciers au carbone et faiblement alliés : on peut citer les tubings de puits, têtes de puits, séparateurs, pipelines, pompes, etc [9].

2.4.2 Mécanisme et paramètres influant sur la corrosion par le CO₂

Le dioxyde de carbone dissous dans l'eau conduit à plusieurs formes de corrosion des aciers au carbone et faiblement alliés : corrosion généralisée ainsi que trois variantes de corrosion localisée qui sont la corrosion par piqûre (pitting), la mesa attack et la corrosion localisée provoquée par des turbulences hydrodynamiques (flow induced localized corrosion) [9].

La dissolution du dioxyde de carbone dans l'eau conduit à la formation d'acide carbonique qui réagit avec les aciers au carbone et faiblement alliés pour former des carbonates et hydrogénocarbonates de fer :



2.4.3 Principaux facteurs influant sur la corrosion par le dioxyde de carbone

La corrosion des aciers au carbone et faiblement alliés par l'acide carbonique dissous dans l'eau est influencée par de nombreux facteurs chimiques, physiques et métallurgiques indépendants :

- Composition de l'eau (présence d'éléments basique ou acides voire des acides organiques). L'acidité de l'eau, dans laquelle du CO_2 est dissous, dépend de sa composition. De plus, la composition de l'eau peut gouverner des conditions de sursaturation (notamment en Fe^{2+} et ou HCO_3^- et ou CaCO_3) qui jouent un rôle essentiel sur la formation et la stabilité de la couche de carbonate de fer ;
- La présence, la nature et la concentration des hydrocarbures associés à l'eau ainsi que les conditions hydrodynamiques sont aussi des facteurs importants. En effet, lorsqu'il n'y a pas présence d'eau libre à la surface de l'acier mais adsorption d'un film continu d'hydrocarbure, la corrosion n'a pas lieu. Vis-à-vis des dépôts de corrosion, des vitesses de circulation élevées ainsi que des turbulences locales peuvent entraîner leur arrachement et une accélération de la corrosion ;
- La pression partielle de CO_2 est un paramètre prédominant : en effet, la solubilité de ce gaz est directement proportionnelle à cette grandeur. L'acidité de l'eau dépend de ce paramètre et de nombreux modèles ont été développés permettant de calculer le pH de l'eau afin d'estimer une vitesse de corrosion. Lorsqu'il y également présence de H_2S , sa pression partielle doit également être prise en compte dans le calcul de l'acidité de l'eau, comme l'indique la figure 2.1 ;
- La température affecte fortement la nature et morphologie des dépôts de corrosion qui se forment à la surface des aciers peu alliés. Comme le montre la figure 2.2, pour des températures supérieures à 70°C , la faible solubilité de FeCO_3 et la sursaturation élevée en cet élément favorisent la formation d'un dépôt de carbonate de fer protecteur. En dessous de 70°C , la température active le processus de dissolution électrochimique de l'acier ;
- La métallurgie des aciers au carbone, faiblement alliés ou inoxydables : la composition chimique, les traitements et l'état microstructural sont des facteurs

Chapitre 2 : Corrosion

affectant la corrosion par le CO₂. La teneur en chrome joue un rôle prédominant, comme l'indique la figure 2.3, sur laquelle nous pouvons constater que l'addition de 3% de Cr dans l'acier diminue d'un facteur 10 sa vitesse de corrosion du fait de la formation d'un carbonate métallique plus protecteur. La présence en faible quantité de V, Ti, Mo, Si et Cu s'avère également bénéfique pour ralentir la vitesse de corrosion des aciers micro alliés [10]. Lorsque la teneur en chrome de l'acier est de plus de 11% la surface de celui-ci est alors protégée par une couche mince d'oxyde qui est très résistante vis-à-vis de la corrosion par le dioxyde de carbone.

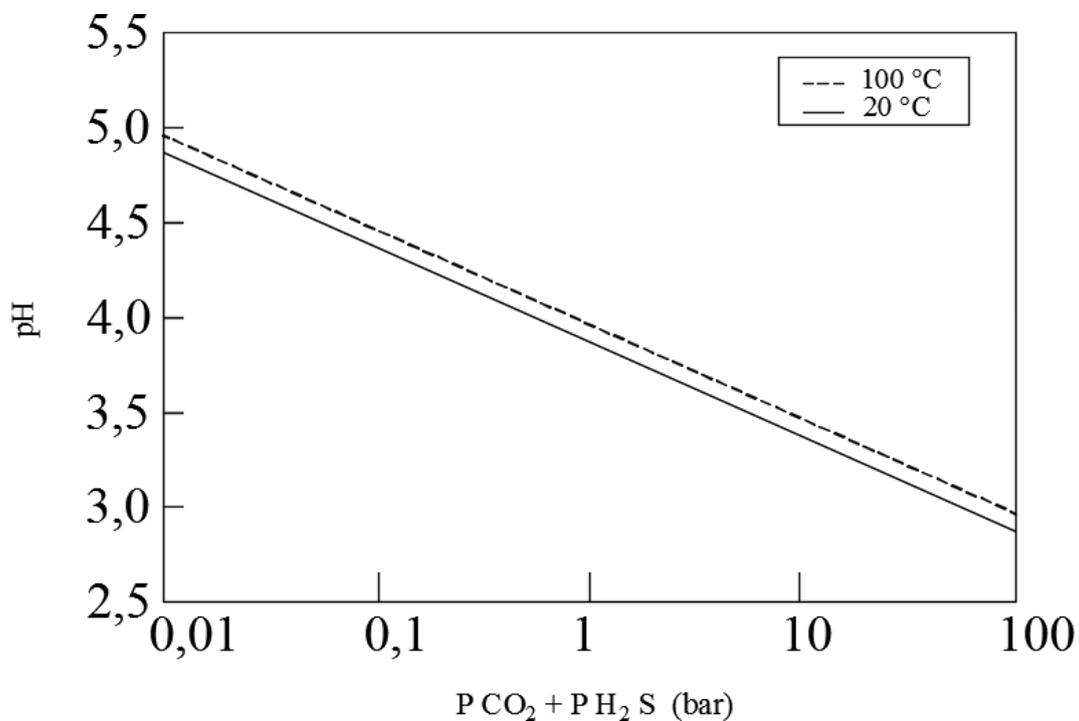


Figure 2.1 : pH de l'eau de condensation sous pression de CO₂ et H₂S [10].

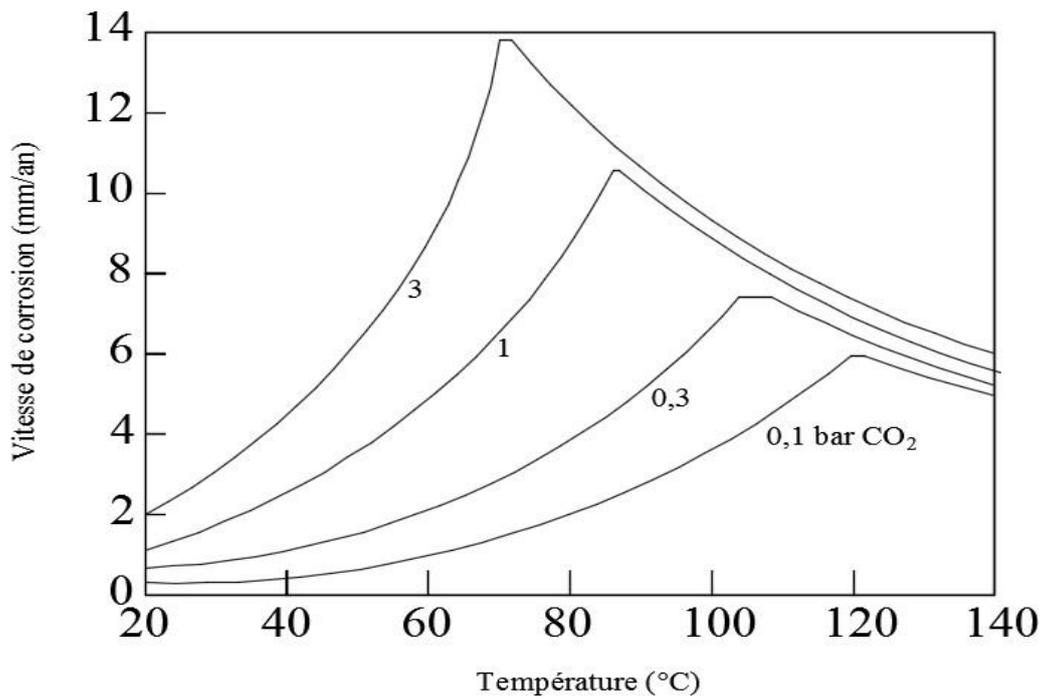


Figure 2.2 : Influence de la température et la pression partielle de CO₂ sur la vitesse de corrosion de l'acier au carbone [10].

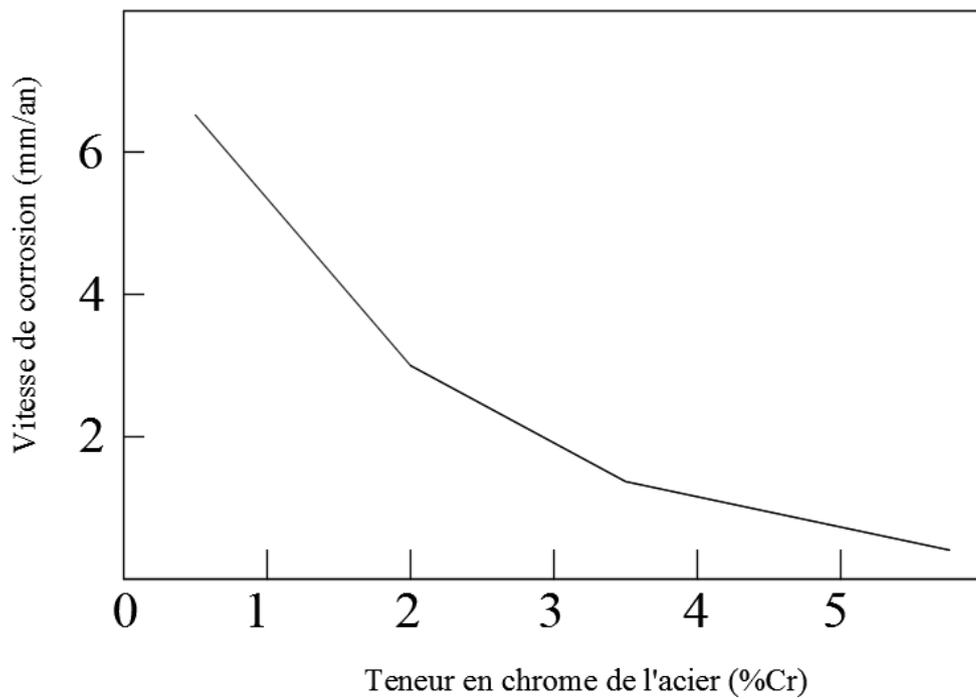


Figure 2.3 : Influence de la teneur en chrome des aciers sur la vitesse de corrosion par le CO₂ [10].

2.4.4 Remèdes contre la corrosion par CO₂

Les principaux remèdes pour s'affranchir de cette corrosion sont :

- Injection d'inhibiteurs de corrosion.
- Injection d'agents neutralisants pour amener le pH au dessus de 6, pour les condenseurs de vapeur et les pipelines de gaz humides acides chauds dont le contrôle de la formation d'hydrates est réalisé à l'aide de glycol ;
- Utilisation d'un acier inoxydable dont la composition sera sélectionnée non plus en fonction de la pression partielle de CO₂ mais en fonction de la salinité de l'eau et de la température ;
- Utilisation de revêtements ou plaquages résistant à la corrosion :
 - Revêtement organiques (notamment pour les zones d'accumulation d'eau), uniquement dans les appareils à pression,
 - Placage (cladding) en acier inoxydable, voire en alliage de nickel pour les appareils à pression ou les pipelines (notamment si, en plus de l'acide carbonique dissout, des quantités importantes d'acides minéraux ou organiques sont présentes dans l'eau) [10].

2.5 Corrosion par l'eau contenant de L'H₂S

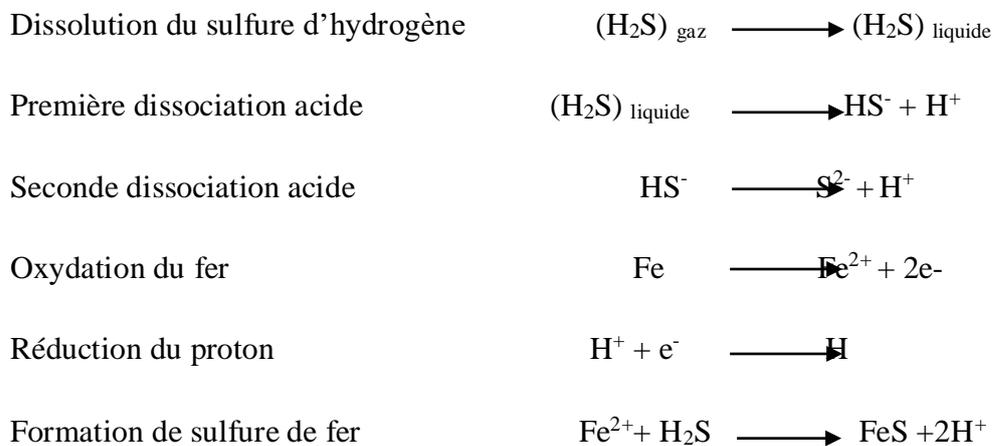
2.5.1 Équipements concernés par la corrosion par le H₂S

Au même titre que le CO₂, le sulfure d'hydrogène est un gaz acide facilement soluble dans l'eau. En solution aqueuse, la corrosion de l'H₂S vis-à-vis des aciers au carbone et des aciers faiblement alliés est très proche de celle du CO₂. Mais, l'H₂S possède une caractéristique supplémentaire : il favorise fortement l'absorption d'hydrogène dans les aciers et peut conduire à des problèmes de fissuration pour fragilisation par l'hydrogène.

Comme l'H₂S est un gaz acide présent dans de nombreux champs pétroliers, ces formes de corrosion concernent tous les équipements de production pétrolière pour lesquels il peut y avoir contact d'eau libre contenant du sulfure d'hydrogène avec les aciers au carbone et faiblement allié : on peut citer les tubings de puits, têtes de puits, tuyauteries, appareils à pression (séparateurs), pipelines, pompes, etc [11].

2.5.2 Mécanisme et paramètres influant sur la corrosion par l'H₂S

Le sulfure d'hydrogène dissous par l'eau se comporte de façon très similaire au CO₂ vis-à-vis de la corrosion uniforme des aciers. L'H₂S est, en effet, plus soluble mais moins acide que le CO₂, le pH final de la solution est donc très proche (quoique un peu moins acide) pour une même pression partielle de H₂S ou de CO₂. Les réactions de corrosion sont pour l'essentiel l'oxydation du fer et la réduction du proton. En présence d'H₂S, le principal produit de corrosion formé est le sulfure, qui peut dans certaines conditions former un dépôt adhérent et protecteur en surface des aciers. Dans ce cas, les vitesses de corrosion sont sensiblement plus faibles que celle rencontrées en milieu carbonique pur. De façon générale, il est considéré que la présence d'H₂S réduit la sévérité de la corrosion par perte de matière du à l'effet du CO₂.



Néanmoins, le risque majeur en présence d'H₂S n'est pas la corrosion uniforme, mais les différentes formes de fissuration par fragilisation par l'hydrogène. Suite à la réaction de réduction du proton, l'hydrogène atomique peut suivre deux voies distinctes :

- Soit réagir avec un autre atome d'hydrogène pour former une molécule d'H₂ en solution,
- Soit pénétrer dans le métal sous forme d'hydrogène absorbé.

Ces deux réactions se produisent en surface du métal et font intervenir des intermédiaires absorbés. En présence d'H₂S, l'équilibre entre ces deux réactions est fortement déplacé au profit de l'absorption. Le mécanisme précis n'est pas clairement établi : certains auteurs [11] considèrent que le H₂S absorbé en surface de l'acier joue un rôle de poison à la recombinaison de l'hydrogène, favorisant la réaction de chargement ; d'autres auteurs [11] évoquent un

Chapitre 2 : Corrosion

mécanisme de chargement direct de l'hydrogène depuis la solution vers le métal, par l'intermédiaire d' H_2S absorbé. Quel que soit le mécanisme exact, on retiendra que, la présence d' H_2S favorise le chargement en hydrogène atomique dans le métal, entraînant des problèmes très spécifiques de fragilisation qui peuvent conduire à des fissurations. Ces modèles de défaillance constituent le principal risque en milieu H_2S .

Les principaux paramètres qui affectent la sévérité du milieu vis-à-vis des risques de fissuration par H_2S sont le pH, la pression partielle en H_2S , la teneur en chlorures et la température.

L'effet du pH et l'effet de la pression partielle sont très liés. Les valeurs de pH plus faibles conduisent généralement à des vitesses de corrosion plus fortes, par augmentation de la réaction cathodique de réduction du proton. Dans le même temps, la quantité d'hydrogène disponible pour pénétrer dans le métal est également augmentée. La pression partielle en H_2S affecte également fortement les phénomènes de chargement de l'acier par l'hydrogène. Une augmentation de pression partielle en H_2S conduit à une accélération du chargement en hydrogène.

2.6 Les différentes manifestations de la corrosion

La corrosion que l'on peut définir d'une manière simple comme étant la dégradation du métal par action du milieu environnant est, par contre, un phénomène très complexe, lié au milieu d'attaque, à la nature du métal, aux conditions d'emploi et au temps.

Les principaux types de corrosion observés dans les aciers au carbone sont les suivants :

2.6.1 La corrosion uniforme

C'est la forme la plus classique de corrosion, elle se caractérise par l'existence de plusieurs processus électrochimiques élémentaires qui se produisent uniformément sur toute la surface considérée. La corrosion uniforme est relativement facile à quantifier par des mesures de perte de masse ou d'épaisseur et sa progression sur une structure en service peut être suivie par des contrôles périodiques (figure 2.4) [12].

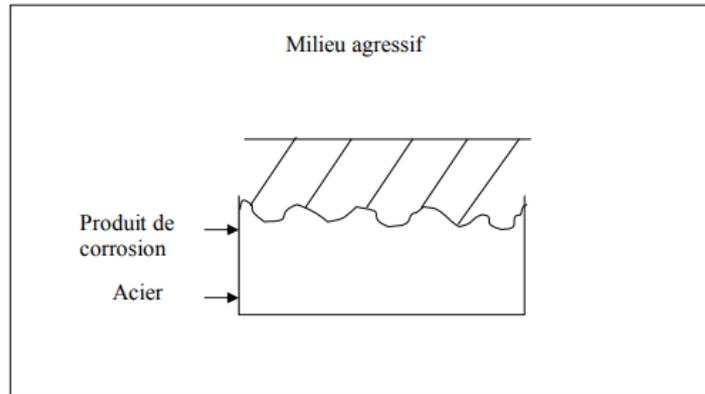


Figure 2.4 : La corrosion uniforme [12].

2.6.2 La corrosion galvanique

Elle est aussi appelée corrosion bimétallique, elle est due à la formation d'une pile électrochimique entre deux métaux. La dégradation du métal le moins résistant devient intensive car il se comportera comme une anode [12].

2.6.3 La corrosion par piqûre

La piqûration est une autre forme de corrosion très localisée, qui se manifeste par de petites piqûres ou de petites cavités sur le métal. Elle s'amorce habituellement sur la partie supérieure d'une surface horizontale et se propage presque verticalement vers le bas. Cette forme de corrosion est extrêmement insidieuse puisqu'elle peut passer inaperçue et ne causer qu'une très faible perte de matériaux avant que ne survienne la défaillance. La figure 2.6 donne un exemple de piqûration. Le mécanisme de la piqûration est probablement le même que celui de la corrosion cavernueuse, car l'oxydation se produit dans la cavité elle-même et est assortie d'une réduction complémentaire à la surface. On suppose que la gravité favorise la croissance de piqûre devient de plus en plus concentrée et dense à mesure que la piqûre s'étend. Celle-ci s'amorce souvent sur un défaut de surface localisé tel qu'une rayure ou une légère variation de composition. De fait, on a constaté que les échantillons à surface polie résistaient mieux à la piqûration. Les aciers inoxydables sont quelque peu sujets à cette forme de corrosion, mais l'ajout d'environ 2% de molybdène en accroît beaucoup la résistance [13].

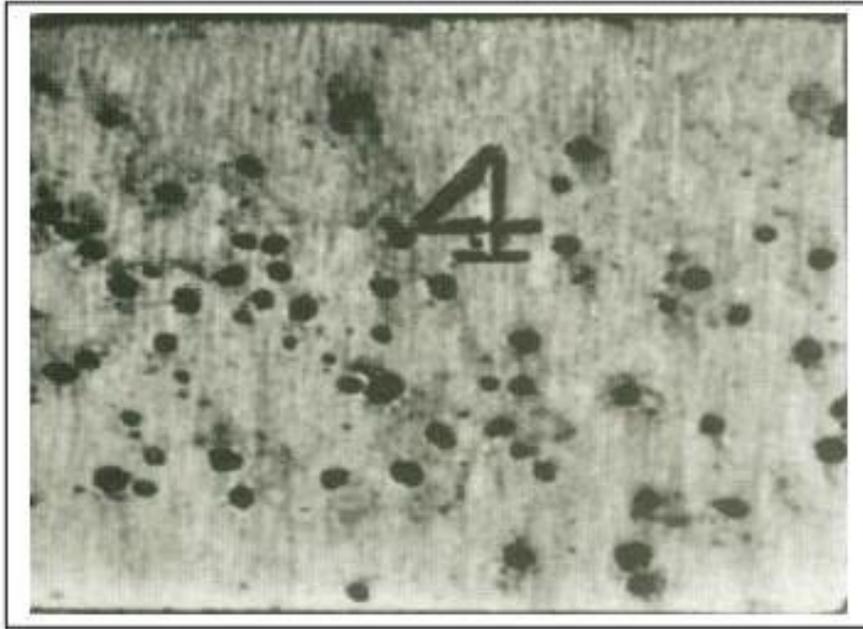


Figure 2.5: Piqûration d'une plaque d'acier [13].

2.6.4 La corrosion caverneuse

La corrosion caverneuse est un type de corrosion qui se produit dans des interstices entre matériaux de même nature, dépôt diverse, des zones de recoin. Où des matériaux métalliques se trouvent localement en contact avec un milieu corrosif confiné. Le processus de développement de la corrosion caverneuse n'est pas fondamentalement différent de celui de la corrosion par piqûre, cependant la cinétique et la morphologie de l'attaque s'étend en largeur à la surface de l'interstice ou sous le dépôt (figure 2.6) [9].

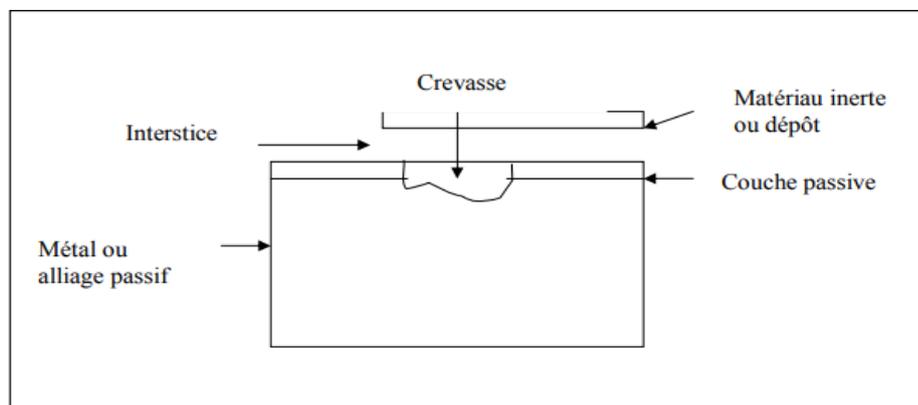


Figure 2.6 : Corrosion caverneuse [13].

2.6.5 La corrosion sous contrainte

C'est une fissuration du métal (figure 2.7) qui résulte de l'action commune d'une contrainte mécanique et d'une réaction électrochimique ; La corrosion sous contrainte est caractérisée par un temps d'incubation. Plus la contrainte est élevée, plus le temps d'incubation est court. Les fissures s'amorcent ensuite et se propagent alors d'une façon relativement rapide. Les fissures sont initiées par des défauts de surface, elles peuvent être intergranulaires ou transgranulaires, simples ou branchées suivant l'environnement et la structure du métal. Leur propagation est perpendiculaire à la direction de la contrainte. La corrosion sous contrainte est influencée par certains facteurs métallurgiques

- Composition du métal ;
- Orientation des grains ;
- Composition et répartition des précipités ;
- Dislocations, traitement thermique [13].

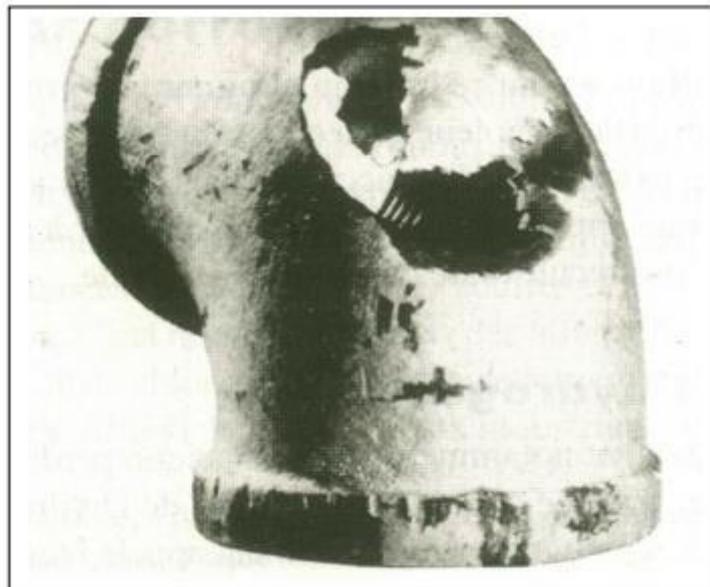


Figure 2.7 : Corrosion sous contrainte [13].

2.7 Les principaux facteurs de corrosion

La vitesse de corrosion d'un métal dans un milieu corrosif dépend de :

- **La température:** accélère les phénomènes de corrosion, car elle diminue les domaines de stabilité des métaux et accélère les cinétiques de réactions et de transport.
- **L'acidité:** une forte concentration en protons dans la solution augmente l'agressivité du milieu. La corrosion augmente avec la diminution du PH du milieu.
- **Le régime hydrodynamique:** les hydrodynamiques fixent les vitesses de réactions en contrôlant le transport de matière par l'établissement d'une couche limite de diffusion des espèces, appelée couche de Nernst, ce qui explique l'importance de l'agitation de l'électrolyte lors des essais de corrosion en laboratoire.
- **La salinité :** Les chlorures sont des ions agressifs, souvent à l'origine de corrosions localisées, leur présence en solution s'accompagne d'effets complémentaires.
- **Les ions Chlorure :** la présence d'ions chlorure dans l'eau augmente sa corrosivité en réduisant, en particulier, le pouvoir protecteur des couches de surfaces et en conduisant ainsi à des attaques localisées [14].
- **La pression :** En règle générale, la pression a peu d'influence sur la solubilité des sels. Cependant, les variations de pression provoquent des variations de concentration en gaz dissous, et dans certains cas, des déplacements d'équilibre susceptible de modifier les conditions de précipitation.

2.8 Notions d'électrochimie

2.8.1 Réactions électrochimiques

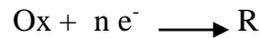
La corrosion est le phénomène par lequel les métaux et alliages subissent de leur environnement une attaque qui les fait retourner à l'état d'ions métalliques, état plus stable. Il s'agit de réactions d'oxydoréduction :



Les phénomènes de corrosion sont importants lorsque le métal est placé au contact de solutions aqueuses. Cette corrosion humide est dans la plupart des cas de nature électrochimique : elle se manifeste lorsque le métal et l'électrolyte sont en présence et qu'il

Chapitre 2 : Corrosion

existe une hétérogénéité soit dans le métal, soit dans la solution. Elle résulte de l'établissement de courants locaux dus à l'existence de piles locales, la réduction cathodique et l'oxydation anodique étant localisées en deux zones distinctes :



Ce transfert de charge se produit à l'interface entre deux phases de natures différentes ; la cinétique électrochimique relève donc de la cinétique chimique hétérogène.

2.8.2 Mécanismes des réactions électrochimiques

La réaction électrochimique est généralement une succession d'étapes élémentaires (figure 2.8). Ces processus sont [14]:

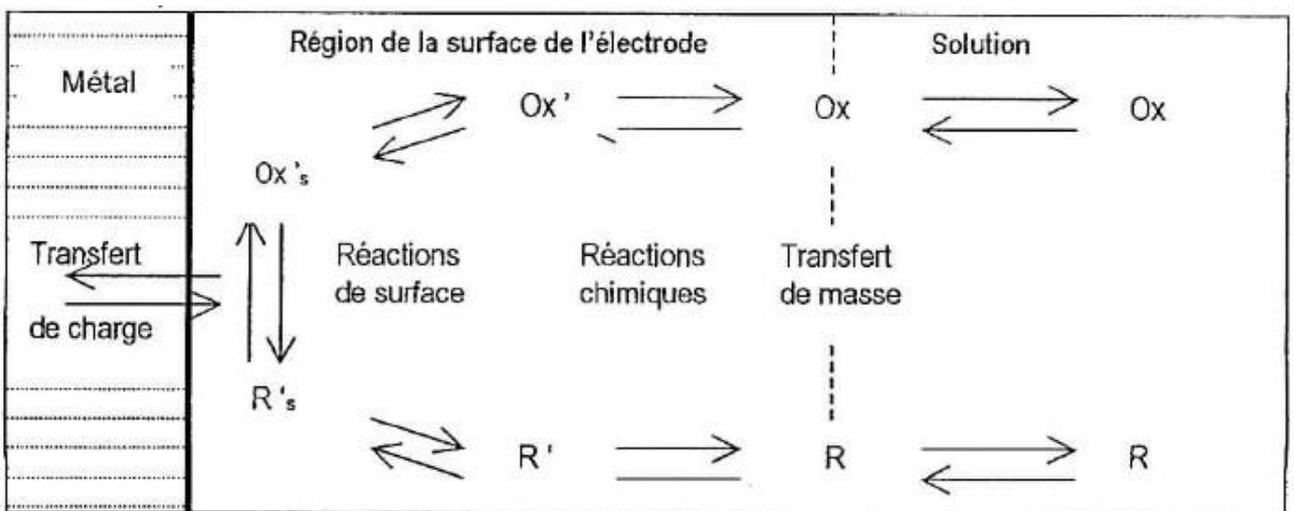


Figure 2.8: Etapes réactionnelles électrochimiques [14].

2.8.3 Le transfert de masse

C'est le transport de matière entre la solution et la surface de l'électrode (apport de réactif et / ou départ du produit). On distingue trois modes de transport de matière en solution :

- **La migration** : déplacement des ions sous l'effet du champ électrique dans un gradient de potentiel électrique.
- **La diffusion** : déplacement de matière des milieux les plus concentrés vers les moins concentrés. La diffusion est le déplacement sous l'effet d'un gradient de potentiel

Chapitre 2 : Corrosion

chimique. La réaction électrochimique provoque une variation des concentrations des espèces au voisinage de l'électrode.

- **La convection** : les déplacements dus à des phénomènes autres que migration et diffusion sont rangés sous le nom de convection. Ils sont dus à un gradient de température, gradient de pression, ou à l'agitation mécanique de la solution [15].

2.8.4 Le transfert de charge

Le transfert des électrons se produit à la surface de l'électrode dans la double couche de l'ordre de la dizaine d'angströms.

- **Des réactions chimiques**

Telles que des déshydratations, des complexations, des échanges de protons etc

Peuvent intervenir avant ou après le transfert des électrons.

- **Des réactions de surface**

Telles que l'adsorption et la désorption ou la croissance de cristaux.

Ainsi, des phénomènes de différente nature peuvent opposer une inertie à l'évolution du système sous l'effet d'une polarisation de l'électrode, et limiter la vitesse de la réaction électrochimique globale. On distingue trois types de polarisations :

- Polarisation de concentration : lorsque la limitation est due au transfert de masse.
- Polarisation d'activation : lorsque la réaction à l'électrode est limitante.
- Polarisation de résistance : liée à la chute ohmique dans l'électrolyte ou à un film résistant autour de l'électrode [16,17].

2.8.5 Diagramme de Pourbaix du fer

Le diagramme de Pourbaix (figure 2.9) résume les données thermodynamiques et permet de prévoir le comportement électrochimique et de corrosion de n'importe quel métal dans un milieu (souvent l'eau). Les principales utilisations de ce diagramme sont :

- Prévoir le sens des réactions spontanées (pour pH et E donnés).
- Estimer la composition des produits de corrosion.
- Prévoir les changements à apporter au milieu pour prévenir ou réduire la corrosion.

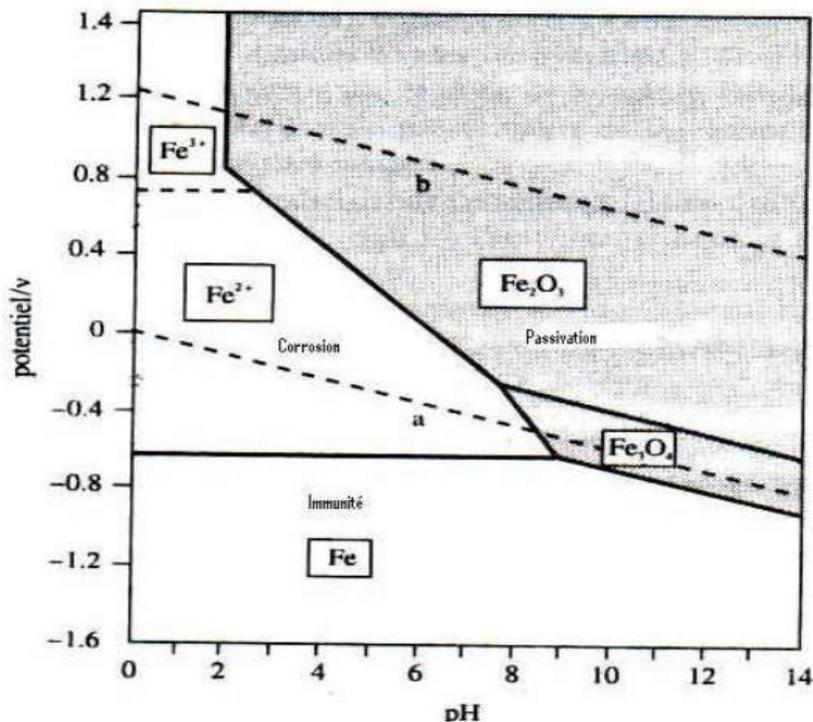


Figure 2.9 : Diagramme de Pourbaix (Potentiel-pH) relatif au fer [16].

Dans le diagramme simplifié du fer, On a trois domaines :

- Domaine de corrosion : où le fer se dissout dans la solution et forme des sels et des hydroxydes soluble.
- Domaine de passivité : c'est un domaine où le métal est protégé contre la solution et cela si le film en question possède des qualités élevées de protection (uniforme, adhérent et mécaniquement stable).
- Domaine d'immunité ou le fer reste à l'état métallique et ne peut donc se corroder, les réactions d'oxydation n'étant plus possibles [16].

2.9 Les inhibiteurs de corrosion

2.9.1 Définition

Un inhibiteur est une substance qui diminue la corrosion lorsqu'elle est ajoutée à un environnement en faible concentration [18]. L'inhibition retarde les réactions d'électrodes comme le transfert de charges ou le transport de masse et spécialement le processus de corrosion. Il consiste en l'utilisation de substances chimiques dite inhibiteurs de corrosion,

Chapitre 2 : Corrosion

qui, en les ajoutant en petites quantités à l'environnement corrosif, réduisent la vitesse de corrosion du métal par action sur le milieu ou sur la surface du métal.

D'une manière générale, un inhibiteur de corrosion doit être stable aux températures d'utilisation, et être stable en présence des autres constituants du milieu mais également ne pas influencer sur la stabilité des espèces contenues dans ce milieu, être efficace à faible concentration ; peu onéreux et compatible avec les normes de non-toxicité [19].

2.9.2 Mode d'action des inhibiteurs de corrosion

L'inhibiteur de corrosion a un mécanisme d'action qui est fonction du système de corrosion (métal+ milieu) en présence duquel il se trouve. Quelque soit le mécanisme exact par lequel chaque inhibiteur agit dans les conditions dans lesquelles il est placé, il existe un certain nombre de considérations de base valables pour tous les inhibiteurs:

- L'interposition d'une barrière entre le métal et le milieu corrosif (peinture).
- Le renforcement d'une barrière préexistante (injection de courant).
- La formation d'une barrière par l'interaction entre l'inhibiteur et une ou plusieurs espèces du milieu [20].

2.9.3 Les classes d'inhibiteurs de corrosion

Il existe plusieurs façons de classer les inhibiteurs. Des classements simples peuvent être proposés [20] :

Selon la formulation des produits

a) Les inhibiteurs organiques

Les molécules organiques sont promises à un développement plus que certain en d'inhibiteurs inorganiques pour des raisons d'écotoxicité essentiellement. Les inhibiteurs organiques sont généralement constitués de sous-produits de l'industrie pétrolière. Ils possèdent au moins un centre actif susceptible d'échanger des électrons avec le métal, tel que l'azote, l'oxygène, le phosphore ou le soufre [20]. Les groupes fonctionnels usuels, permettant leur fixation sur le métal, sont :

- Le radical aminé (-NH₂) ;

- Le radical mercaptan (-SH) ;
- Le radical hydroxyle (-OH) ;

b) Les inhibiteurs minéraux

Les inhibiteurs minéraux sont utilisés en milieux alcalins et presque jamais en milieux acides. Les molécules minérales se dissocient en solution et les anions et les cations assurent en fait l'inhibition. Les oxyanions de type XO_4^{n-} (les chromates, les molybdates, les silicates, les phosphates) sont les plus importants inhibiteurs minéraux. Maintenant, l'emploi de la plupart de ces produits est réglementé car ils créent des problèmes pour l'environnement [20].

PARTIE 2

APPAREILLAGES, RESULTATS ET
INTERPRETATIONS

CHAPITRE 3
APAREILLAGES ET PROTOCOLES
EXPERIMENTAUX

3.1 Les essais mécaniques

Les propriétés mécaniques des métaux et alliages sont d'un grand intérêt puisqu'elles conditionnent non seulement les problèmes de mise en forme des matériaux mais également leur comportement en service dans des applications industrielles extrêmement diversifiées, il est donc nécessaire de mesurer ces grandeurs physiques par des essais.

Effectués au niveau du laboratoire ENGTP les essais mécaniques ont apporté des renseignements précis et fiables sur les performances de l'acier API 5CT grade N80. Dans le domaine pétrolier on s'intéresse essentiellement aux trois principaux essais : Résilience, dureté et traction.

a) Essai de traction

Il s'agit d'un des essais les plus pratiqués et qui permet de déterminer les caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux : limite d'élasticité (R_e), résistance à la traction (R_m), allongement à la rupture notamment (Δl).

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction généralement jusqu'à rupture en vue de déterminer une ou plusieurs caractéristiques mécaniques. On impose en général une déformation croissante à une éprouvette sur laquelle on a tracé deux repères initialement distants de L_0 (figure 3.1), et on mesure simultanément l'effort F et l'allongement ($L-L_0$).

Où :

L_0 : la longueur initiale entre repère et L : longueur total de l'éprouvette.

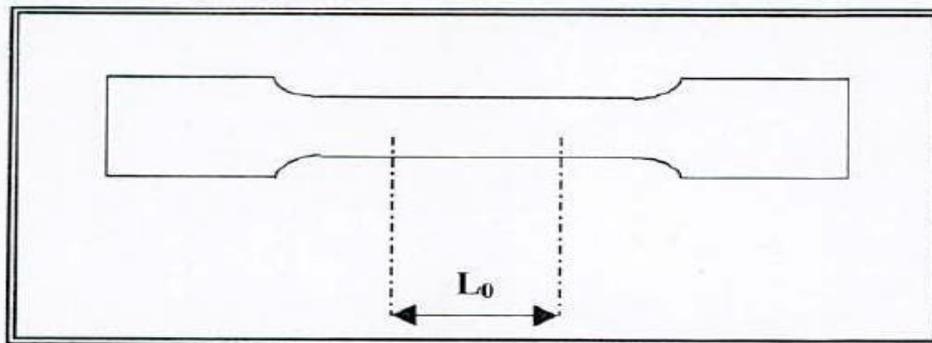


Figure 3.1: Eprouvette e traction.

b) Essai de résilience

L'essai de résilience est un complément à l'essai de traction. Il s'agit de rompre en un seul coup une éprouvette entaillée afin de mesurer l'énergie nécessaire pour effectuer cette rupture, Cette énergie est exprimé en joule par unité de surface.

c) Essai de dureté

L'essai de dureté à pour but de déterminer la dureté superficielle des métaux. Il consiste à enfoncer un pénétrateur, dont les formes et les dimensions varient en fonction du type d'essai, dans le métal à tester. La charge est constante et on mesure la surface ou la profondeur de l'empreinte laissée dans le matériau. L'empreinte sera d'autant plus importante que le matériau sera mou.

On distingue trois principaux essais :

- les essais Brinell (HB) ;
- les essais Rockwell (HR) ;
- les essais Vickers (HV) ;

Dans le cas de notre étude, l'essai Vickers a été utilisé.

3.2 Etude métallurgique

La caractérisation métallurgique consiste à déterminer la composition chimique de chaque échantillon afin d'analyser sa microstructure. Avant de commencer tout travail expérimental, de façon générale et une observation micrographique de façon particulière, il est conseillé de bien préparer son échantillon afin de parvenir à des résultats corrects et adéquats, pour cela on doit suivre un enchaînement de procédures.

3.2.1 Prélèvement de l'échantillon

Les échantillons d'acier de grade N80 ont été prélevés au niveau de la région de HBK. Le prélèvement a été effectué sur des échantillons bruts grâce à une tronçonneuse. Lors du découpage, les surfaces sont abondamment lubrifiées par un mélange d'eau et d'huile, afin d'éviter un échauffement excessif des surfaces des pièces pouvant modifier la microstructure initiale des matériaux.

3.2.2 Polissage

On a tout d'abord enrobé les échantillons destinés à l'observation métallographique dans de la résine à froid, en mélangeant deux volumes de la poudre de résine à un volume de liant pour donner une crème laiteuse qui se solidifie au bout de 7 à 10 minutes à température ambiante. Le polissage s'est fait en deux étapes :

a) Le pré polissage

On a effectué le prépolissage par frottement de l'échantillon sur des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine, avec une lubrification à l'eau pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon. A noter que le facteur important est la vitesse linéaire et que celle-ci varie rapidement suivant la position de l'échantillon (centre ou périphérie) sur le disque abrasif.

Les granulométries utilisées sont (dans l'ordre d'utilisation) : 60-120-240-280-400-800-1200.

b) Le polissage de finition

Il existe deux principales étapes de polissage de finition :

➤ Polissage à la pâte diamantée

Sur une toile adhésive en soie on a vaporisé la suspension diamantée, et on a ajouté ensuite une huile pour éviter tout échauffement. Les différentes granulométries utilisées sont entre 6μ et 1μ . À chaque changement de granulométrie on lave notre échantillon à l'aide d'eau distillée et d'éthanol, sans quoi l'échantillon présenterait des traces en queue de comète causées par les impuretés collées à la surface.

➤ Polissage à l'alumine

On a frotté l'échantillon, en sens inverse de la rotation, sur un disque en feutre, imbibé d'une suspension d'alumine. La granulométrie de l'alumine utilisée est de $0.05\mu\text{m}$. On prendra les mêmes précautions d'hygiène des échantillons pour éviter les risques de contaminations d'inclusions extérieures.

La figure 3.2 représente la polisseuse utilisée.



Figure 3.2 : La polisseuse utilisée au niveau du laboratoire métallurgique.

3.2.3 Spectrométrie de fluorescence X

Pour déterminer la composition chimique des échantillons métalliques, nous avons utilisé la technique de spectrométrie de fluorescence X. L'analyse par fluorescence X nous a permis d'obtenir les taux massiques des éléments plus lourds que le carbone (Fe, Mn, Cr, Mo, . . .). Les résultats ainsi obtenus vont être comparés aux compositions chimiques garanties par les normes pour s'assurer de la conformité de notre matériau.

Les analyses chimiques ont été effectuées au DTD, la figure 3.3 ci-dessous représente le schéma de principe de l'appareillage

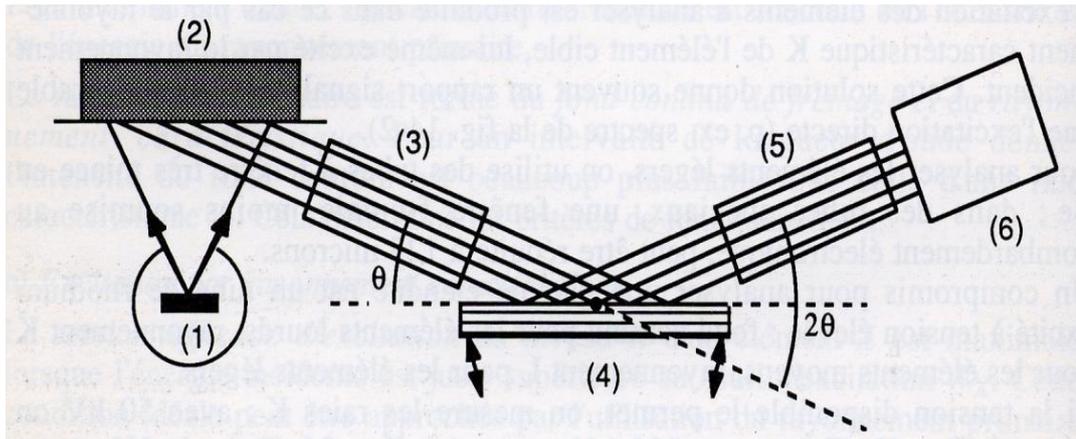


Figure 3.3 : Principe d'un analyseur à fluorescence X.

1 : tube à rayon x

2 : échantillon avec une face inferieure plane

3 : collimateur d'entrée fixe à fentes de Soller

4 : cristal analyseur orientable, réglé à l'angle de Bragg Θ

5 : collimateur de sortie à fentes de Soller orienté avec le détecteur à un angle 2Θ par rapport au faisceau incident pour recevoir le rayonnement sélectionné

6 : détecteur

3.2.4 Analyse par microscope optique (MO)

L'analyse métallographique a pour but de définir la structure cristalline des échantillons. Cette étude se fait à l'aide d'un microscope optique.

Les microscopes utilisés en métallurgie sont des microscopes fonctionnant par réflexion (Figure 3.4). Les parties essentielles de ce microscope sont :

- Une platine orientable destinée à recevoir l'échantillon.
- Un dispositif d'éclairage.
- Un dispositif d'observation constitué d'un objectif et d'un oculaire et d'un projectif (pour photographie).

Le grossissement total produit par l'objectif et l'oculaire est limité à 1000 fois. A ce grossissement on observe une image floue, c'est l'effet brouillard qui est dû à la lumière

Chapitre 3 : Appareillages et protocoles expérimentaux

réfléchi, pour atténuer cet effet on règle le contraste interférentiel qui permet de révéler des différences de niveau très faibles sur les surfaces polies, mais il permet aussi une netteté meilleure.

➤ **Analyse sans attaque chimique**

En premier lieu, on a observé l'échantillon poli directement sans attaque chimique afin d'examiner les inclusions non métalliques ou les hétérogénéités telles que : les fissures et les porosités.

➤ **Analyse avec attaque chimique**

Il y a attaque préférentielle ou coloration de certains constituants par rapport à d'autres. L'attaque chimique donne des différences de relief ou de coloration, entre les différents constituants ou entre les cristaux différemment orientés d'une même phase, ce qui permet de les observer.

Elle peut dans certains cas révéler des inégalités de concentration des solutions solides :

- Dissolution des joints de grains d'une même phase ;
- Dissolution des joints interphases ;
- Dissolution des surfaces des grains en fonction de leur orientation cristallographique ;
- Formation d'une couche superficielle adhérente de produits de réaction et dont l'épaisseur est fonction de l'orientation du grain sur lequel elle se développe : ces couches sont d'épaisseur assez faible pour donner des couleurs d'interférence.

L'attaque est effectuée par immersion de l'échantillon dans la solution adéquate, pendant un temps suffisant pour que la microstructure soit visible. Pour notre acier au carbone, on a utilisé du NITAL 2%.



Figure 3.4: Le microscope utilisé à la DTD.

3.2.5 Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)

Pour affiner l'investigation des microstructures et confirmer les résultats obtenus par Microscopie optique, on a été appelé à utiliser la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) investigation réalisée au niveau de la division laboratoire SONATRACH (figure 3.5) en utilisant le signal produit par l'émission d'électrons secondaire qui sont sensibles au micro relief de la surface optique. Il est couplé à un système de microanalyse (EDX). Les échantillons doivent présenter une conductibilité superficielle de l'électricité pour écouler les charges.

Le principe général du microscope électronique à balayage (M.E.B) consiste à focaliser, à l'aide d'une sonde électronique, un faisceau très fin d'électrons (appelés électrons primaires) sur une aire réduite de la surface de l'échantillon, ainsi l'aire totale qu'on désire explorer est balayée point par point par le faisceau électronique.

L'interaction électrons – matière donne lieu à divers rayonnements spécifiques (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons transmis, électrons Auger et rayons X) qui

Chapitre 3 : Appareillages et protocoles expérimentaux

transportent des informations sur l'objet dont ils sont issus le traitement de ces rayons permet de déduire la description de l'objet traité.

L'observation de notre échantillon au MEB a été faite avec et sans inhibiteur de corrosion.



Figure 3.5 : Microscope électronique à balayage utilisé au niveau de la DTD.

3.2.6 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X consiste à appliquer un rayonnement de la longueur d'onde des rayons X ($0.1 < \lambda < 10\text{nm}$) sur un échantillon argileux orienté ou non. Le rayonnement pénètre le cristal, il y a absorption d'une partie de l'énergie et excitation des atomes avec émissions de radiations dans toutes les directions. Les radiations émises par des plans atomiques qui sont en phase vont engendrer un faisceau cohérent qui pourra être détecté. La condition pour que les radiations soient en phase s'exprime par la loi de Bragg.

A partir du spectre de diffraction de l'échantillon (rayonnement X caractéristique), sont obtenus les indices cristallins hkl déterminés par la relation de Bragg qui traduit la condition de réflexion du rayon incident par les plans réticulaires :

$$n\lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin\theta$$

Avec : n : l'ordre de réflexion

Chapitre 3 : Appareillages et protocoles expérimentaux

λ : Longueur d'onde du rayon

d_{hkl} : distance inter-réticulaire

θ : l'angle de Bragg, angle formé par le plan hkl et le rayon incident ou de réflexion.

3.3 Etude de la corrosivité

Cette étude a pour but de présenter les méthodes expérimentales, électrochimique et d'analyses utilisées lors de notre travail. Une description des matériaux, de l'électrolyte, et des montages effectués permet, dans un premier temps, de fixer une démarche expérimentale assurant une bonne reproductibilité des résultats. Les techniques électrochimiques sont à leur tour présentées, de manière à souligner leur intérêt et leur pertinence dans l'étude de comportement à la corrosion de l'acier API N80, et d'évaluer l'efficacité et le mécanisme d'action des inhibiteurs.

3.3.1 Perte de poids

La perte de poids est la méthode quantitative la plus ancienne de mesure de la corrosion, et qui se base sur la construction réelle du système. C'est une méthode simple, elle donne des informations très utiles à des prix relativement bas et sans perturbation des systèmes. Son principe est l'immersion de plusieurs échantillons dans des milieux corrosifs considérés (eau de gisement) pendant une durée bien définie.

Pour étudier aussi l'efficacité de nos inhibiteurs de corrosion on s'est principalement basé sur cette méthode, on a prélevé 4 échantillons qu'on a pesé et mis dans 4 différentes fioles, chaque fiole contient une quantité d'eau de gisement et un inhibiteurs de corrosion à bases d'amines qui est fréquemment utilisé pour prévenir des éventuels problèmes de corrosion. Les concentrations de l'inhibiteur varient d'une fiole à l'autre (10ppm, 20ppm, 30ppm).

Le but de cette méthode est l'évaluation la vitesse de corrosion qui se définit comme une perte de poids par unité de surface et de temps et qui est exprimé en (mm /an).

La formule suivante exprime la vitesse de corrosion: $V_{corr} = \frac{\Delta P}{t \rho S} \times 3.65$ (mm/an)

$$\Delta P = P_i - P_f$$

P_i : masse de l'échantillon avant test en [mg]

Chapitre 3 : Appareillages et protocoles expérimentaux

Pf : masse de l'échantillon après test en [mg]

S : surface de l'échantillon exposé au milieu corrosif en [cm²]

t : temps d'immersion en [jour]

ρ : masse volumique 7.8 g/cm³

3.3.2 Etudes électrochimiques

3.3.2.1 Suivi du potentiel à l'abandon (OCP)

Cette technique simple apporte des informations préliminaires sur la nature des processus se produisant à l'interface métal/électrolyte. Elle nous a permis de connaître le potentiel de corrosion (E_{corr}) est un indicateur qualitatif de l'état de corrosion d'un substrat métallique dans un milieu électrolytique, il est référé par rapport à une électrode au calomel saturé. Cette mesure nous a aussi permis d'avoir la durée d'immersion minimale nécessaire à l'établissement d'un état stationnaire indispensable pour le tracé des courbes de polarisation, et des diagrammes d'impédance électrochimique.

3.3.2.2 courbes de polarisation

Les courbes courant-tension stationnaires ont permis d'estimer la vitesse de corrosion, elles sont déterminées en appliquant, à l'aide d'un potentiostat, différents potentiels entre une électrode de travail et une électrode de référence (ECS). Un courant stationnaire s'établit après un certain temps. Il est mesuré entre l'électrode de travail et une contre-électrode (ou électrode auxiliaire).

Cette méthode nous a aussi permis de déterminer d'une façon précise les paramètres électrochimiques d'un métal au contact d'un électrolyte à savoir : la vitesse instantanée de corrosion, le potentiel de corrosion, les pentes de Tafel, la résistance de polarisation, les courants limites de diffusion. Elle donne des mesures rapides et sa mise en œuvre est relativement simple.

3.3.2.3 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

La Spectroscopie d'Impédance Électrochimique (SIE) est une méthode traduisant la fonction de transfert expérimentale reliant l'intensité du courant, traversant une interface donnée, à la différence de potentiel correspondant, Elle permet de séparer et/ou d'identifier les contributions des différents phénomènes chimiques et électrochimiques élémentaires se déroulant à l'interface métal-solution, notamment par leur temps de relaxation. Les phénomènes rapides se produisent à hautes fréquences tandis que les phénomènes lents ont lieu à basses fréquences. Cette technique d'analyse est largement répandue dans différents secteurs de recherche notamment en génie électrique, électrochimie, micro-électronique, industrie pharmaceutique.

Les avantages et les inconvénients de la SIE

➤ **Avantages**

L'impédance électrochimique est devenue un moyen de recherche et de développement et nécessite des mesures électriques qui peuvent être enregistrées d'une manière automatique. Les résultats peuvent être corrigés en introduisant les différents paramètres variables comme le transport de masse, la vitesse de réaction et l'influence de la composition chimique des solides sur la conductance. Les analyses de l'impédance électrochimiques sont basées sur les circuits équivalents prévisionnels et expérimentaux.

➤ **Inconvénients**

L'inconvénient majeur de l'impédance électrochimique réside dans l'interprétation des résultats, parce qu'il est parfois difficile de trouver le circuit électrique équivalent qui correspond le mieux à l'interface électrode/solution

3.3.2.4 Chaîne électrolytique

L'étude des processus électrochimiques cités précédemment nécessite un appareillage capable de contrôler et mesurer les potentiels et/ou les courants électriques sur une interface électrochimique. On a utilisé une cellule électrochimique à trois électrodes: électrode de travail, électrode de référence et contre électrode (ou électrode auxiliaire), qui nous a permis de tracer les courbes de polarisation.

Comme illustré sur la figure 3.6, La chaîne électrochimique comprend :

Chapitre 3 : Appareillages et protocoles expérimentaux

- Un potentiostat/ galvanostat type EGG modèle 273 ;
- Une unité de traitement informatique composée d'un micro-ordinateur IBM type PS/2 muni d'un logiciel M352 permettant de calculer les paramètres électrochimiques ;
- Une cellule électrochimique comprenant :
 - Une électrode de travail ;
 - Une électrode de référence au calomel saturé (ESC) ;
 - Deux contre électrodes en graphite de 5 mm de diamètre chacune, permettant la circulation du courant ;
 - Deux systèmes d'alimentation, un pour injecter le gaz, l'azote dans notre cas, et l'autre pour l'évacuer.

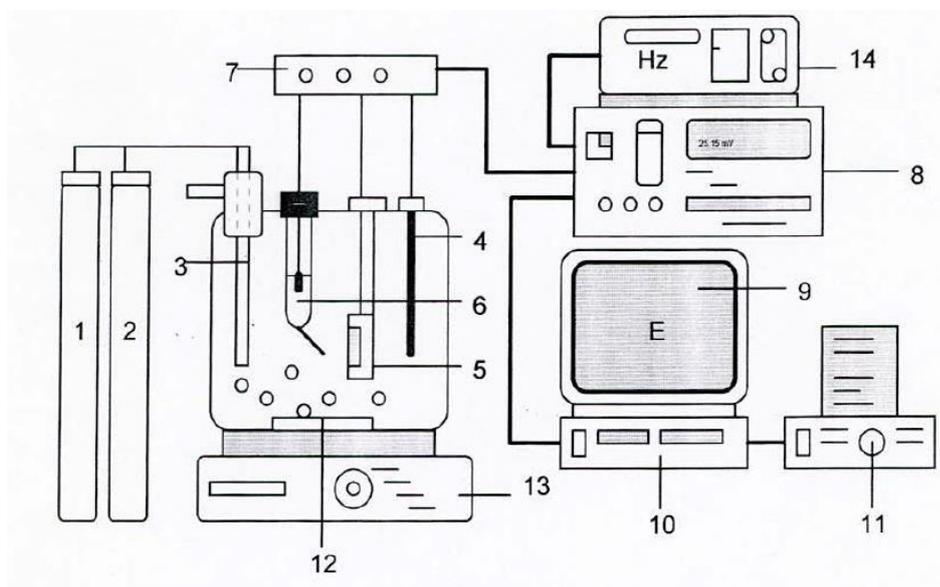


Figure 3.6 : Représentation simplifiée d'une chaîne de mesures électrochimiques.

1-Bouteille d'azote.

2-Bouteille de CO₂.

3-Barboteur.

4-Electrode.

5-Electrode de travail.

6-Electrode de référence.

8-Potentiostat_Galvanostat.

9-Ecran.

10-Unité centrale.

11-Imprimante.

12-Barreau magnétique.

13-Agitateur.



Figure 3.7: Chaîne de mesure électrochimique utilisée au niveau de la DTD.

Avant chaque test électrochimique, le protocole suivant a été suivi :

- Polir l'acier utilisé par une polisseuse.
- Remplir la cellule avec de l'eau jusqu'à 700 ml, mettre en place les électrodes de travaille, de référence et les électrodes auxiliaires.
- Barboter avec de l'azote gazeux N₂ dans la solution afin d'éliminer l'oxygène.
- Saturer la solution avec du CO₂ gazeux, en maintenant le débit de CO₂ constant tout le long de l'expérience.
- Mettre en marche l'installation.

La cellule électrochimique qu'on a utilisé est composé de :

a) Milieu de travail

Chapitre 3 : Appareillages et protocoles expérimentaux

L'électrolyte est une eau de gisement prélevée d'un puits producteur d'huile de la région de Haoud Berkaoui sa composition chimique est donnée dans le tableau 3.1 ci-dessous.

Tableau 3.1 : Composition chimique de l'eau de gisement HBK.

	HBK – BKO3	
pH	4.05 (à 25.3°C)	
Cations	Mg/l	Méq/l
Ca ⁺⁺	34388.96	1719.43
Mg ⁺⁺	2504.96	206
Na ⁺	37927.77	1649.03
K ⁺	1547.04	39.67
Sr ⁺⁺	1065	24.31
Ba ⁺⁺	1049.56	15.29
Fe ⁺⁺	2859.52	102.42
Total		3756.15
Anions	Mg/l	Méq/l
Cl ⁻	138849.61	3916
CO ₃ ⁻	00	00
HCO ₃ ⁻	00	00
SO ₄ ⁻	00	00
Total		3916
Extrait sec mg/l	225050	
MES mg/l	562	
CE ms/cm	197.3	

Lors de notre étude, différentes concentrations d'inhibiteurs ont été ajoutés en ordre croissant (10ppm, 20ppm, 30ppm) afin d'étudier leur efficacité.

Chapitre 3 : Appareillages et protocoles expérimentaux

Composition physiques et chimique de l'inhibiteur de corrosion utilisé

L'inhibiteur utilisé est à base d'amine dont les propriétés physiques et chimiques sont représentées dans le tableau (3.2).

Tableau 3. 2 : Les propriétés physiques et chimiques de l'inhibiteur de corrosion.

<u>Propriétés physiques et chimiques</u>	
Etat physique (à 20°C)	Liquide
Couleur	Ambre
Nature chimique	A base d'aminesquaternaires
solubilité	Soluble dans l'eau
pH	3
Masse volumique [Kg/m ³]	864.77
Densité relative à 25°C	1.003-1.073
Point d'éclair [°C]	> 100 °C
Température d'ébullition[°C]	--

b) Electrodes de travail

Nous avons retenu dans cette étude un échantillon de l'acier API N80, qui a été prélevé d'un casing provenant de la région de Haoud Berkaoui appartenant à SONATRACH. Ce matériau nous a été fourni par la division technologie et développement (DTD ex-CRD) de Boumerdes.

Chapitre 3 : Appareillages et protocoles expérimentaux

Les électrodes de travail en acier au carbone sont découpées sous forme de cylindre de base 0.282 Cm^2 . Un fil électrique, inséré dans une gaine en verre, est introduit dans l'électrode à l'aide d'un perçage effectué sur ce dernier. Les électrodes ainsi formées, sont ensuite enrobées dans une résine thermodurcissable, telle qu'une seule face soit exposée au milieu agressif (voir la figure3.8).

La surface exposée des électrodes est polie mécaniquement avec des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (60, 240, 320, 400, 600, 800, 1200) sous un flux d'eau. Elle est immergée dans un bain d'acétone pendant quelques secondes afin de la dégraisser. Ces électrodes sont enfin rincées à l'eau distillée puis séchées à l'air libre.

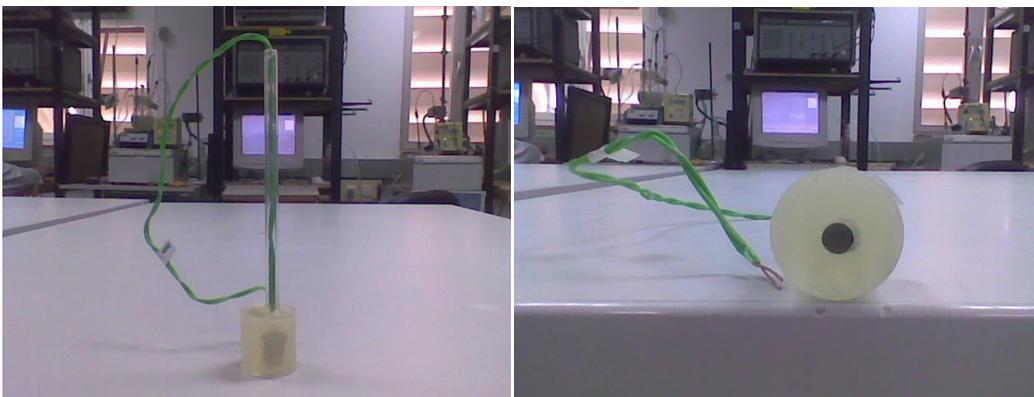


Figure3.8 : Électrode de travail.

c) Electrode de référence

L'électrode de référence est le deuxième composant-clé de la cellule électrochimique. Elle possède un potentiel spécifique et constant, ce qui permet d'imposer un potentiel précisément défini à l'électrode de travail. Ceci est important, étant donné que le potentiostat ne permet de contrôler que la différence de potentiel imposé entre deux électrodes. Notons également que de ce fait il est indispensable de mentionner la nature de l'électrode de référence utilisée pour toutes mesures électrochimiques. L'électrode de référence utilisée au niveau de la DTD est l'électrode au calomel saturée (ECS): $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2$, dont le potentiel standard par rapport à l'électrode standard à hydrogène est 241 mV .

d) Electrode auxiliaire (ou contre électrode)

L'électrode auxiliaire assure le passage du courant dans la cellule électrochimique.

CHAPITRE 4
RESULTATS ET INTERPERTATIONS

Chapitre 4 : Résultats et interprétations

4.1 Détermination de la composition chimique de l'acier Grade N80

L'objectif principal de cette étude est de vérifier la conformité de l'acier N80 utilisé par la SONATRACH à la nuance originale de fabrication, selon API 5CT grade N80. Le tableau 4.1 ci-dessous représente les résultats de l'analyse chimique obtenus, ainsi que les spécifications originales de fabrication.

Tableau 4.1 : Composition chimique des échantillons en pourcentage massique.

	Al	Si	P	S	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Nb	Mo	W	C
N80	0,035	0,323	0,010	0,005	0,001	0,136	0,121	1,553	96,755	0,015	0,061	0,151	<0,001	0,014	0,001	0,820
Spécification API 5CT grade N80(%)	-	-	0.030 max	0.030 max	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Interprétation

En premier lieu, nous constatons que notre échantillon à été élaboré à partir d'alliage constitué de fer (élément principal) et d'autres éléments d'addition parmi les quels le carbone est le plus important. En examinant aussi composition chimique, on constate que les taux des éléments d'addition sont inférieurs à 8%, nous déduisons alors que notre acier est faiblement allié.

Les teneurs en phosphore (P) et en soufre (S) n'excèdent pas 0.03% en masse, par conséquence, l'échantillon est chimiquement conforme à sa nuance originale, selon API 5CT grade N80.

4.2 Observation par microscope optique (MO)

L'observation au microscope optique a donné les figures suivantes :

4.2.1 Observation avant l'attaque chimique

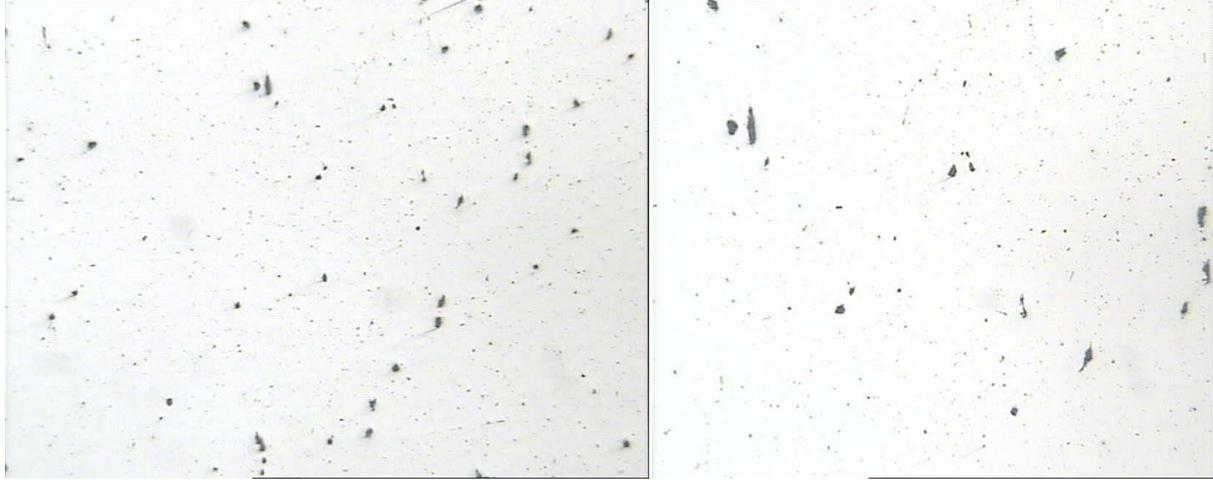


Figure 4.1 : Observation métallographique de la surface d'acier grade N80 avant attaque chimique.

Interprétation

D'après la figure 4.1, on remarque la présence d'inclusions sur la surface observée. Leur présence s'explique soit par la difficulté de l'élimination de certaines d'entre elles lors de l'élaboration ou par leur passage dans l'acier lors de l'opération de désoxydation. Elles peuvent aussi être ajoutées en vue de l'amélioration des propriétés de l'acier.

4.2.2 Observation après l'attaque chimique

L'observation au microscope optique après attaque a donné sur la figure 4.2 suivante

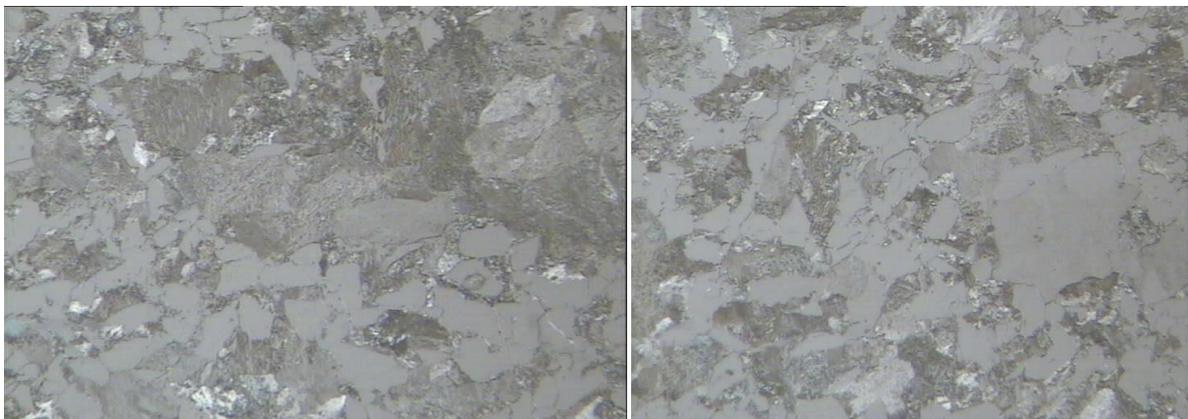


Figure 4.2: Observation métallographique de la surface d'acier grade N80 après attaque chimique

Interprétation

L'acier N80 observé figure 4.2, représente une structure d'équilibre caractérisée par une succession régulière de bande ferrite-perlite. La plage grise représente la perlite, la plus sombre représente la ferrite et la blanche représente la cémentite.

4.3 Observation par microscope électronique à balayage (MEB)

Pour l'observation de certains détails de la microstructure des matériaux, il est nécessaire d'utiliser des grossissements supérieurs à 1000 (limite de la microscopie optique) et de recourir aux techniques de la microscopie électronique.

4.3.1 Echantillon exposé à l'eau de gisement non traité

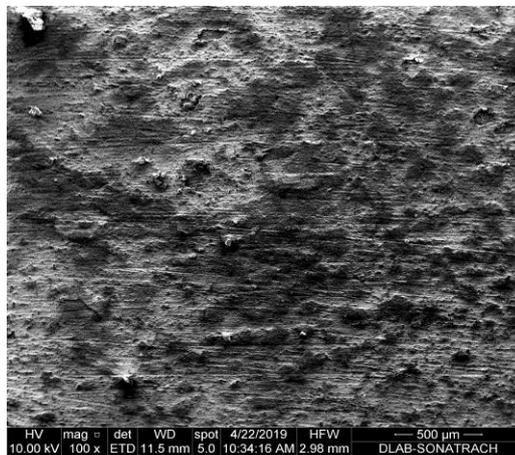


Figure 4.3 : Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement non traité. Grossissement x 100.

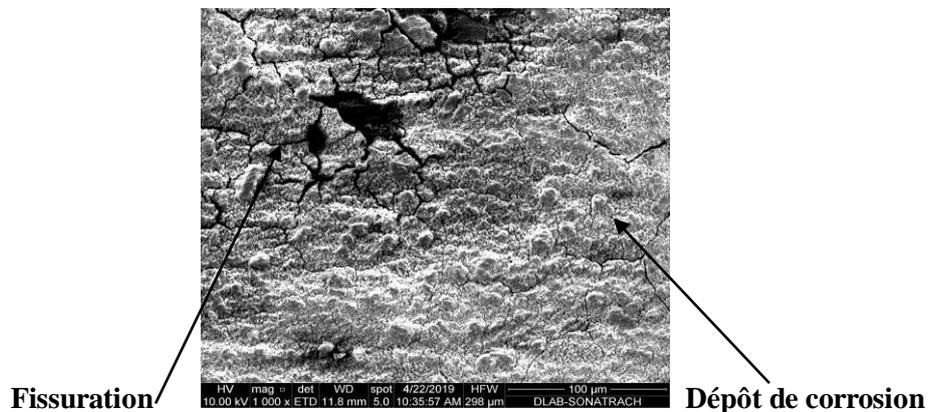


Figure 4.4 : Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement non traité. Grossissement x 1000.

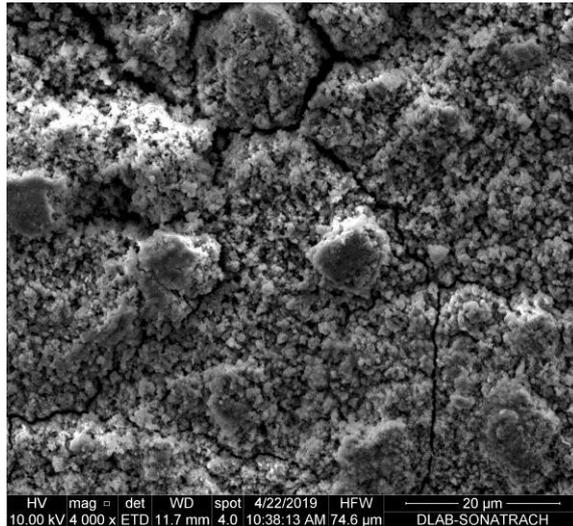


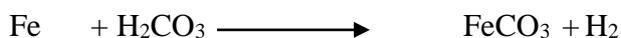
Figure 4.5: Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement non traité. Grossissement x 4000.

Interprétation :

Les micrographies obtenues par microscopie à balayage viennent conforter celles obtenues par microscopie optique, et ce pour affirmer le déroulement du processus de corrosion.

A l'aide du MEB, on observe carrément un phénomène de fissuration inter granulaire et d'érosion-corrosion, probablement dû à l'impact des bulles de CO₂ sur la surface du métal, mais aussi à l'agressivité du milieu (présence de Cl⁻ et PH = 4.05) : effet de synergie.

Les dépôts de corrosion sont clairement visibles par le MEB pour notre échantillon. Ces produits de corrosion sont, sans doute, le FeCl₂ et le FeCO₃ selon les réactions suivantes :



Notons qu'on a une dégradation du matériau et que sa surface présente un dépôt caractéristique de sels de chlore. Les fissurations observées sont très sévères et se propagent de façon aléatoire, ce qui indique que le matériau dans son ensemble est incompatible dans le contexte dans lequel il est placé. On remarque que le matériau attaqué présente un phénomène de craquage.

4.3.2 Echantillon exposé à l'eau de gisement traité avec des inhibiteurs de corrosion

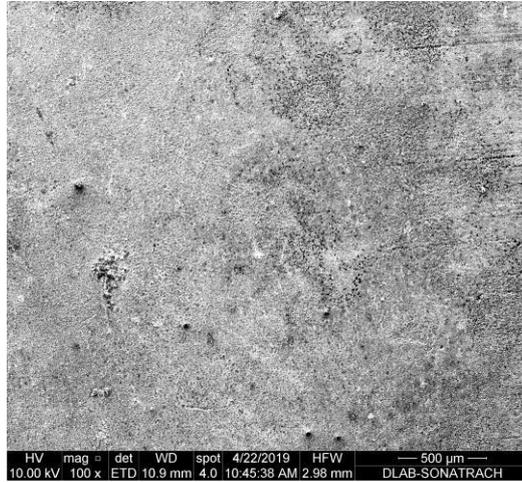


Figure4.6: Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement traité par un inhibiteur de corrosion huile. Grossissement x 100.

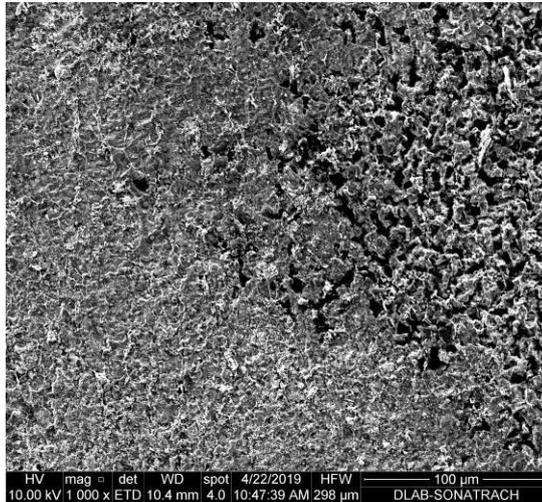


Figure 4.7 : Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement traité par un inhibiteur de corrosion huile. Grossissement x 1000.

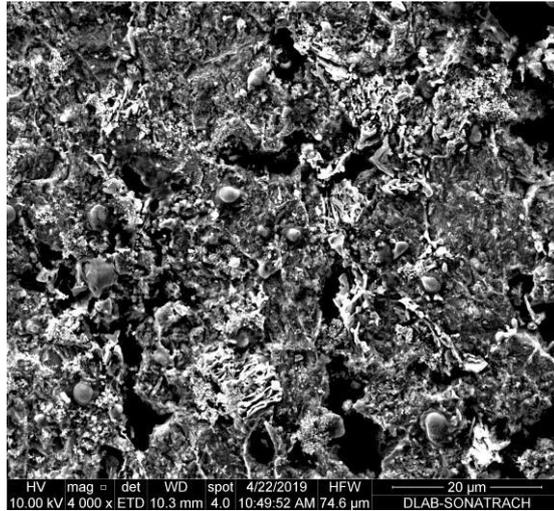


Figure 4.8 : Caractérisation de la surface d'acier grade N80 par le MEB – Echantillon exposé à l'eau de gisement traité par un inhibiteur de corrosion huile. Grossissement x 4000.

Interprétation

Les micrographies des échantillons traités avec inhibiteurs présentent des structures de dépôts des inhibiteurs à la surface des matériaux étudiés. Le dépôt semble homogène et recouvre pratiquement toute la surface traitée.

4.3.3 Caractérisation de la corrosion de l'acier API N80 par DRX

Les figures suivantes représentent le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en absence d'inhibiteur et en présence des différentes concentrations d'inhibiteur de corrosion (10 ppm, 20 ppm, 30 ppm), obtenu avec un angle en incidence rasante égal à (5°).

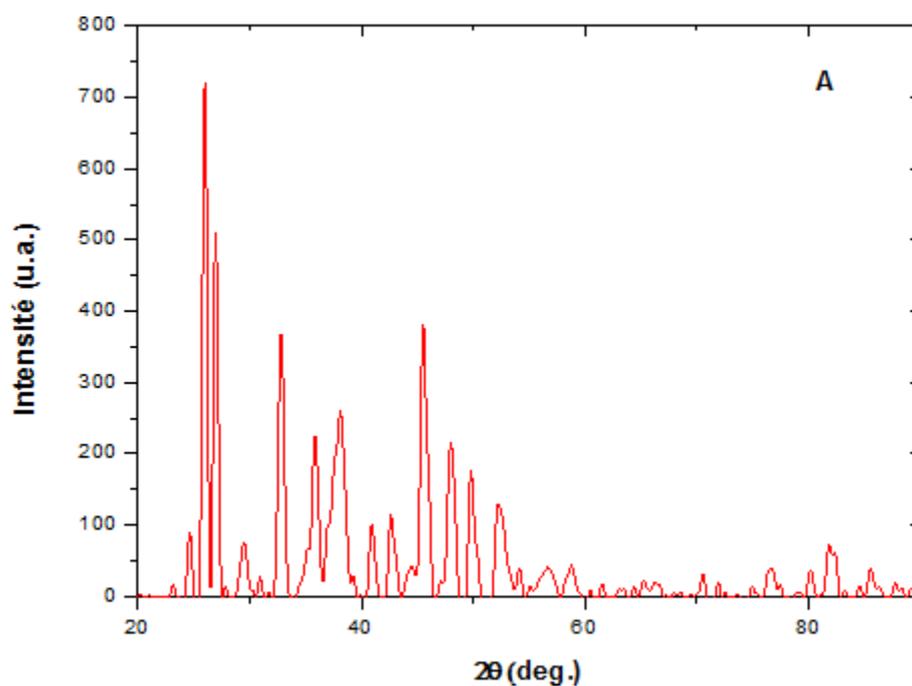


Figure 4.9: Le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 corrodé dans un milieu multiphasique sans inhibiteur.

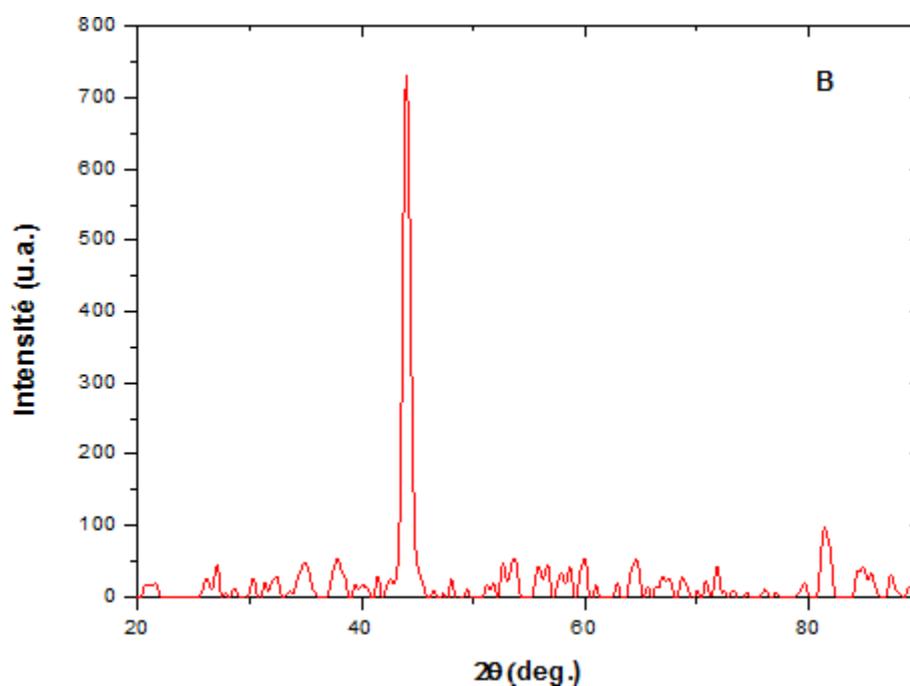


Figure 4.10: Le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 10 ppm.

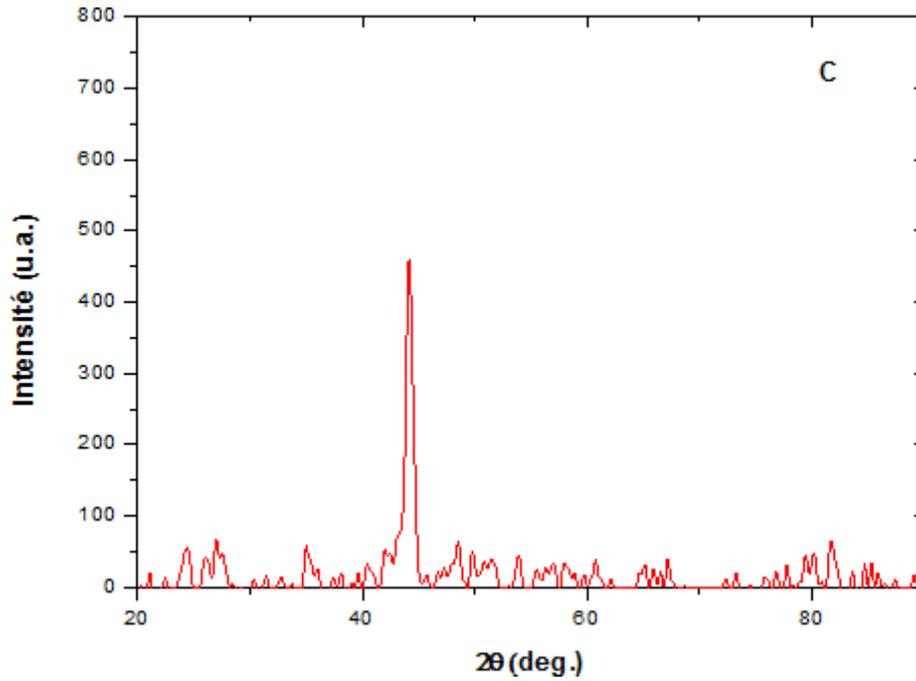


Figure 4.11: Le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 20 ppm.

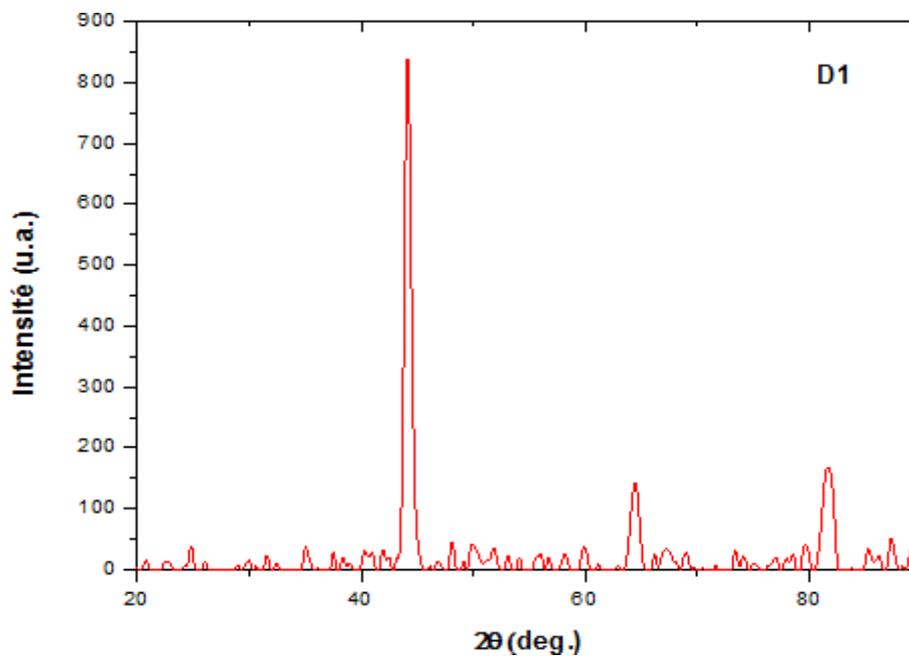


Figure 4.12: Le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 30 ppm.

La figure 4.13 représente le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur de corrosion à 30 ppm. L'angle en incidence rasante est de (3°).

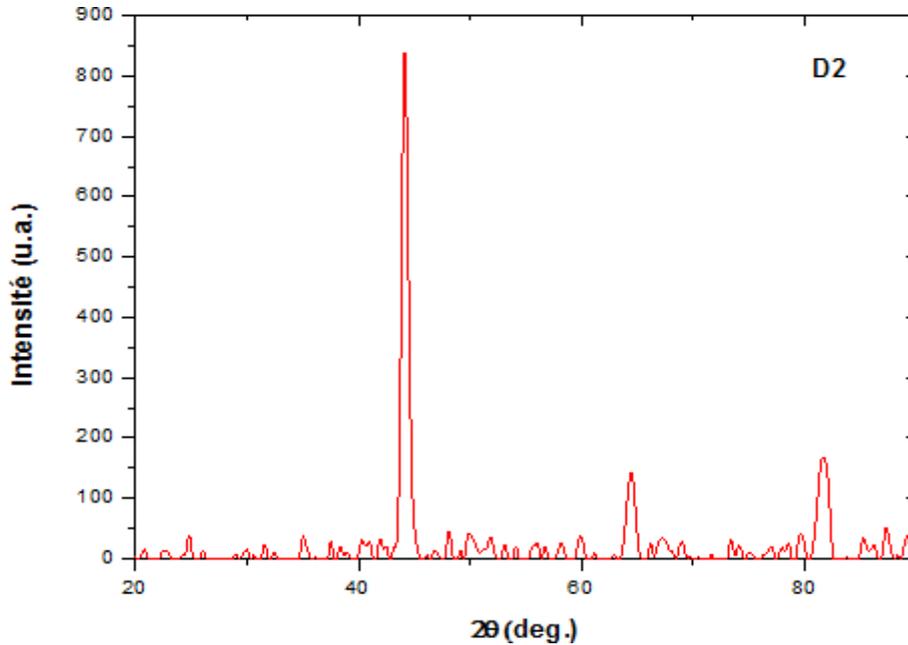


Figure 4.13: Le diffractogramme de DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 30 ppm (à 3°).

➤ Identification des pics de l'acier API N80

Pour identifier les différentes phases présentes sur la surface de l'acier, on a utilisé La bases de données ICDD (The International Centre for Diffraction Data).

Chapitre 4 : Résultats et interprétations

Echantillon A : l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique sans inhibiteur.

Tableau 4.2 : Résultats de l'analyse DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique sans inhibiteur.

	pic 1	pic 2	pic 3	pic 4	pic 5	pic 6	pic 7	pic 8	pic 9	pic 10	pic 11	pic 12
2θ(deg.)	24,6480	26,0560	27,0860	29,5240	32,9000	35,9130	38,2600	40,9860	42,7570	44,4530	45,4830	48,1180
d_{hkl}(Å)	3,6089	3,4170	3,2893	3,0230	2,7201	2,4985	2,3505	2,2002	2,1131	2,0363	1,9926	1,8894
I (u.a.)	91,3000	718,6080	503,6860	75,0220	364,7300	225,7740	260,6900	102,8600	110,1730	42,9370	380,7720	213,9780
I (%)	12,7051	100,0000	70,0919	10,4399	50,7551	31,4182	36,2771	14,3138	15,3314	5,9750	52,9874	29,7767
I₀ (%)	34,4000	4,0000	5,0000	3,0000	99,9000	4,0000	19,9000	22,0000	17,6000	100,0000	53,0000	32,0000
hkl	(0 1 2)	(0 2 0)	(1 0 1)	(1 1 1)	(1 0 4)	(2 0 0)	(1 1 0)	(2 0 1)	(1 1 3)	(1 1 0)	(1 1 2)	(1 3 1)
La phase	FeCO ₃	Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe ₃ C	FeCO ₃	Fe ₃ C	FeCO ₃	Fe ₃ C	FeCO ₃	Fe	Fe ₃ C	Fe ₃ C
N° ICDD	01-083-1764	00-035-0772	01-079-6181	00-035-0772	01-083-1764	00-035-0772	01-083-1764	00-035-0772	01-083-1764	00-006-0696	00-035-0772	00-035-0772
a,b,c										a=2,8797Å		
D(nm)												
F (h,k,0)												
F(0,0,l)												

	pic 13	pic 14	pic 15	pic 16	pic 17	pic 18	pic 19	pic 20	pic 21
2θ(deg.)	49,9040	52,3420	54,1290	56,7480	58,8230	76,6600	80,2330	81,8230	85,5780
d_{hkl}(Å)	1,8259	1,7465	1,6929	1,6209	1,5685	1,2420	1,1954	1,1762	1,1339
I (u.a.)	174,5790	127,6310	35,6230	39,8700	41,5210	38,4540	35,6230	73,6060	37,0390
I (%)	24,2941	17,7609	4,9572	5,5482	5,7780	5,3512	4,9572	10,2429	5,1543
I₀ (%)	9,8000	18,6000	5,0000	8,0000	13,3000	2,0000	4,0000	30,0000	4,0000
hkl	(0 2 4)	(0 1 8)	(2 0 2)	(2 1 2)	(3 0 1)	(0 3 3)	(3 0 6)	(2 1 1)	(0 0 4)
La phase	FeCO ₃	FeCO ₃	Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe ₃ C	FeCO ₃	Fe	Fe ₃ C
N° ICDD	01-083-1764	01-083-1764	00-035-0772	00-035-0772	01-079-6181	01-079-6181	01-083-1764	00-006-0696	00-035-0772
a,b,c								a=2,8810Å	
D(nm)									
F (h,k,0)									
F(0,0,l)									

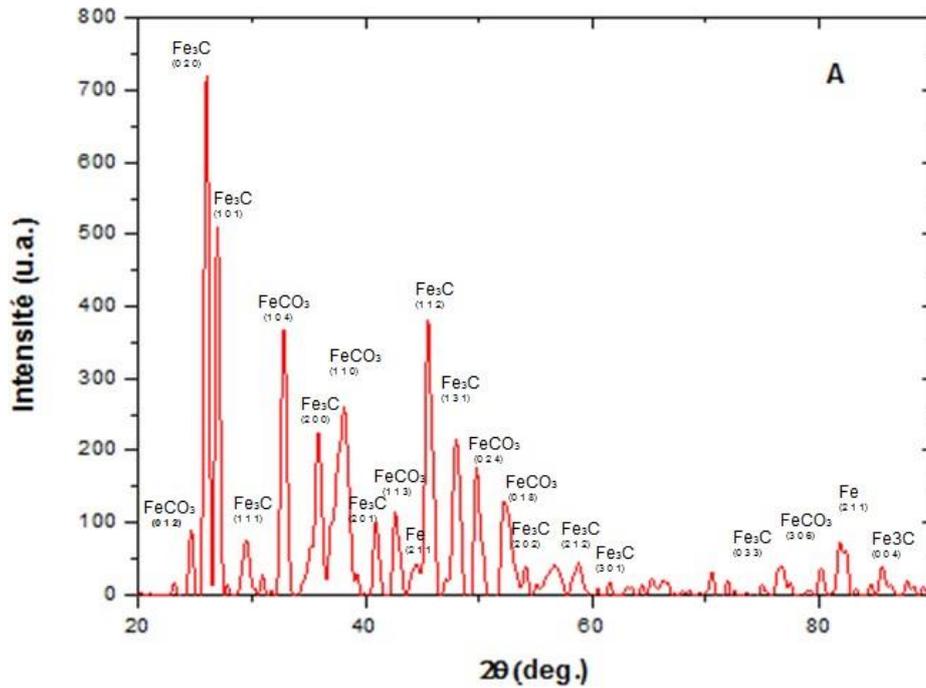


Figure 4.14: Les pics de diffractogramme de DRX de l'acier API N80 corrodé dans un milieu multiphasique sans inhibiteur.

Echantillon B : l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 10 ppm.

Tableau 4.3: Résultats de l'analyse DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 10 ppm.

	pic 1	pic 2	pic 3	pic 4	pic 5	pic 6	pic 7	pic 8	pic 9	pic 10	pic 11
2θ(deg.)	26,98	34,959	37,867	44,07	53,644	56,658	58,62	59,943	64,531	71,769	81,33
d_{hkl}(Å)	3,3020	2,5645	2,3740	2,0531	1,7071	1,6232	1,5735	1,5419	1,4429	1,3141	1,1821
I (u.a.)	42,9370	47,4190	53,0810	727,3370	53,3170	43,1730	40,1060	51,9020	48,8530	38,6900	95,7820
I (%)	5,9033	6,5195	7,2980	100,0000	7,3304	5,9358	5,5141	7,1359	6,7167	5,3194	13,1689
I₀ (%)	4	4	35	100	5	8	2	8	20	17	20
hkl	(0 2 0)	(0 2 6)	(2 1 0)	(1 1 0)	(2 0 2)	(2 1 2)	(2 3 1)	(3 1 1)	(2 0 0)	(1 2 3)	(2 1 1)
La phase	Fe ₃ C	FeCO ₃	Fe ₃ C	Fe	Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe	Fe ₃ C	Fe
N° ICDD	00-035-0772	01-083-1764	00-034-0001	00-006-0696	00-035-0772	00-035-0772	00-035-0772	00-034-0001	00-006-0696	00-035-0772	00-006-0696
a,b,c				a=2,9009 Å					a=2,8858 Å		a=2,8955 Å
D(nm)											
F (h,k,0)											
F(0,0,l)											

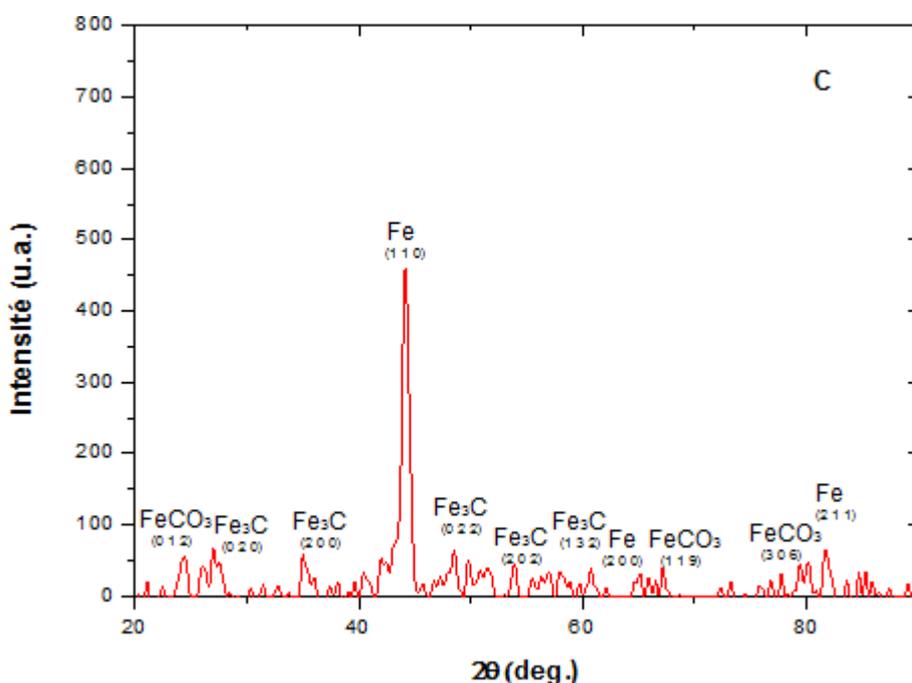


Figure 4.15 : Les pics de diffractogramme de DRX de l'acier API N80 corrodé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 10 ppm.

Echantillon C : l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 20 ppm.

Tableau 4.4 : Résultats de l'analyse DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 20 ppm.

	<i>pic 1</i>	<i>pic 2</i>	<i>pic 3</i>	<i>pic 4</i>	<i>pic 5</i>	<i>pic 6</i>	<i>pic 7</i>	<i>pic 8</i>	<i>pic 9</i>	<i>pic 10</i>	<i>pic 11</i>
2θ(deg.)	24,3440	26,9630	35,0470	44,1450	48,4750	53,8190	60,6760	65,0820	67,1560	80,0990	81,7940
d_{hkl}(Å)	3,6533	3,3041	2,5582	2,0498	1,8764	1,7020	1,5250	1,4320	1,3927	1,1971	1,1765
I (u.a.)	55,9290	67,4920	58,7610	459,7050	66,0760	48,6130	38,4660	32,5660	42,7130	45,7810	64,6600
I (%)	12,1663	14,6816	12,7823	100,0000	14,3736	10,5748	8,3675	7,0841	9,2914	9,9588	14,0655
I₀ (%)	34,4000	4,0000	4,0000	100,0000	5,0000	5,0000	2,0000	20,0000	22,0000	11,0000	30,0000
hkl	(0 1 2)	(0 2 0)	(2 0 0)	(1 1 0)	(0 2 2)	(2 0 2)	(1 3 2)	(2 0 0)	(1 1 9)	(3 0 6)	(2 1 1)
La phase	FeCO ₃	Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe	Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe	FeCO ₃	FeCO ₃	Fe
N° ICDD	01-083-1764	00-035-0772	00-035-0772	00-006-0696	00-035-0772	00-035-0772	00-035-0772	00-006-0696	01-083-1764	01-083-1764	00-006-0696
a,b,c				a=2,8989 Å				a=2,8640 Å			a=2,8818 Å
D(nm)											
F (h,k,0)											
F(0,0,l)											

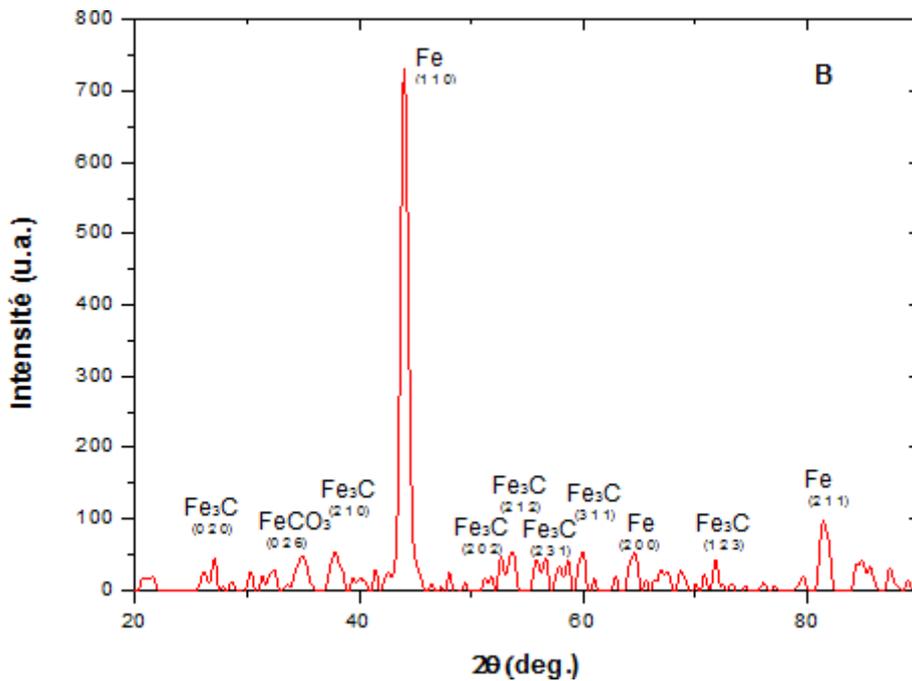


Figure 4.16 : Les pics de diffractogramme de DRX de l'acier API N80 corrodé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 20 ppm.

Echantillon D : l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 30 ppm.

Tableau 4.5 : Résultats de l'analyse DRX de l'acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 30 ppm.

	pic 1	pic 2	pic 3	pic 4	pic 5	pic 6
2θ(deg.)	35,0650	44,1660	48,1180	49,9400	64,3650	81,6410
$d_{hkl}(\text{Å})$	2,5570	2,0489	1,8894	1,8247	1,4462	1,1784
I (u.a.)	38,4840	842,9370	46,7110	44,8540	143,5850	171,7190
I (%)	4,5655	100,0000	5,5415	5,3212	17,0339	20,3715
I_0 (%)	4,0000	100,0000	5,0000	43,0000	20,0000	30,0000
hkl	(2 0 0)	(1 1 0)	(0 2 2)	(2 2 1)	(2 0 0)	(2 1 1)
La phase	Fe ₃ C	Fe	Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe	Fe
N° ICDD	00-035-0772	00-006-0696	00-035-0772	01-083-1764	00-006-0696	00-006-0696
a,b,c		a=2,8976 Å			a=2,8924 Å	a=2,8864 Å
D(nm)						
F (h,k,0)						
F(0,0,l)						

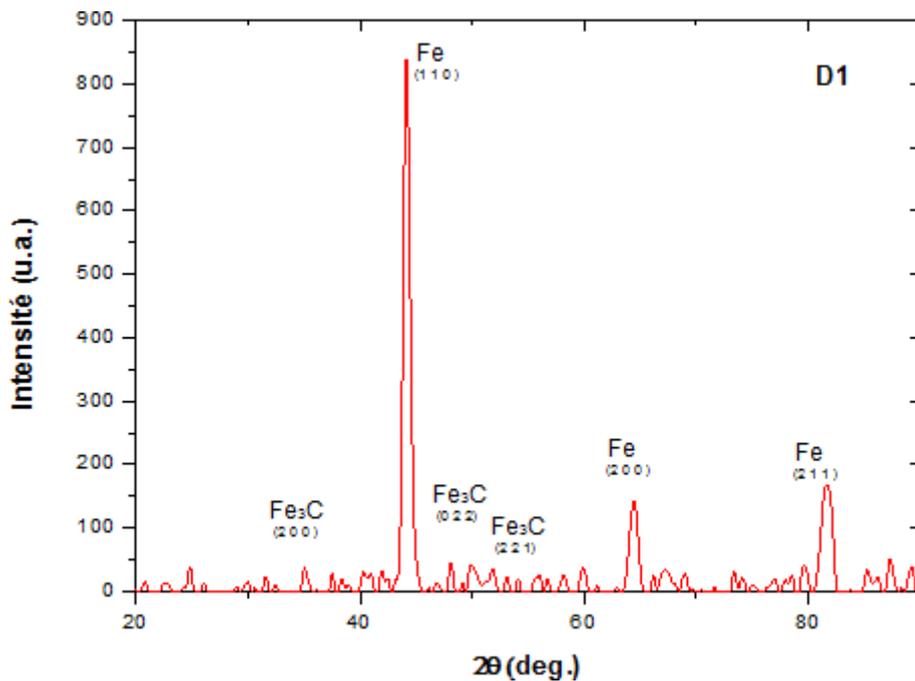


Figure 4.17: Les pics de diffractogramme de DRX de l'acier API N80 corrodé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 30 ppm.

Interprétation de résultats

Les diffractogrammes obtenus montrent la présence de trois phases dans les échantillons A, B, C :

- Carbonate de fer (FeCO_3), résulte de processus de corrosion (un produit de corrosion).
- Le fer (Fe) et le carbure de fer (Fe_3C), font partie de la microstructure de l'acier API N80.

On remarque l'absence de la phase qui correspond au carbonate de fer (FeCO_3) dans l'échantillon D (acier API N80 immergé dans un milieu multiphasique en présence d'inhibiteur à 30 ppm), cela est dû à l'effet de l'inhibition sur la surface de l'acier (une couche protectrice se forme qui empêche la dégradation du fer et la formation de produit corrosion (FeCO_3)).

Donc la concentration de l'inhibiteur seuil pour que la couche protectrice se forme sur la surface de l'acier est 30 ppm.

Chapitre 4 : Résultats et interprétations

Pour des concentrations inférieures à 30 ppm (échantillon B (10 ppm), C (20 ppm)), on remarque la présence de produit de corrosion, cela est dû à l'inefficacité de la couche protectrice formée.

- Pour l'échantillon A : le pic le plus intense correspond à la phase (FeCO_3) a été observé à $2\theta=26.05^\circ$, ce qui correspond au plan (0 2 0).
- Pour l'échantillon B : le pic le plus intense correspond à la phase (Fe) a été observé à $2\theta=44.07^\circ$, ce qui correspond au plan (1 1 0).
- Pour l'échantillon C : le pic le plus intense correspond à la phase (Fe) a été observé à $2\theta=44.14^\circ$, ce qui correspond au plan (1 1 0).
- Pour l'échantillon D : le pic le plus intense correspond à la phase (Fe) a été observé à $2\theta=44.16^\circ$, ce qui correspond au plan (1 1 0).

4.4 Essais mécaniques

4.4.1 Mesure de dureté

Tableau 4.6 : Les mesures de dureté obtenues expérimentalement

Les échantillons	Type dureté	Dureté 1	Dureté 2	Dureté 3	Dureté 4	Dureté 5	Dureté 6	Dureté ⁽¹⁾ moyenne
N80	HV 10	297	308	292	304	296	294	299

Exigence API 5CT grade N80 pour la dureté : aucune

4.4.2 Traction

Tableau 4.7 : Les paramètres des essais de traction obtenues expérimentalement

Échantillon	Éprouvette	Limite élastique, Re(MPa)	Résistance à la rupture, Rm (MPa)	Allongement après rupture, A (%)
A	01	665,25	734,26	25,00
	02	742,07	831,47	24,00
	03	653,23	733,04	25,00
	la limite élastique moyenne	686,85(*)	766,25(*)	24,66(*)

Chapitre 4 : Résultats et interprétations

Tableau 4.8 : Les paramètres des essais de traction selon API 5CT grade N80.

Les paramètres de traction	Limite élastique, Re (MPa)		Résistance à la rupture, Rm (MPa) minimale	Allongement après rupture, A (%) minimale
	Minimale	Maximale		
Spécification API 5CT grade N80	552	758	689	19

4.4.3 Résilience

Tableau 4.9 : L'énergie de résilience obtenue expérimentalement.

Désignation repère	Type et dimension	Dimension (mm)	Energie (j)			Valeur moyenne (j)
			Epr1	Epr2	Epr3	
Tube	EP 06mm	05x10	63	66	56	62

L'énergie de résilience minimum selon la norme API 5CT grade N80, est de 41 J.

Interprétation

La structure est homogène et la dureté des phases obtenue est très légèrement fluctuante de l'ordre de 2.3% car nous sommes dans un contexte de structure ferrite-perlite dont les différences de dureté sont non significatives.

L'allongement est de l'ordre de 25%, avec une limite élastique de l'ordre de 686 MPa inclus dans la fourchette de tolérance et une résistance à la rupture de 766 MPa représentant les valeurs du cahier de charge API grade 80 dont le minimum est de l'ordre de 689 MPa.

La valeur moyenne de l'essai de résilience obtenue est de 62 J, en sachant que le minimum requis selon la norme API 5CT grade N80 est de 41 J, on conclut donc que notre matériau est conforme du point de vu résilience.

Notons que les conformités structurale et mécanique du N80 en tant que propriétés d'emploi ont été vérifiées. De ce fait, nous pouvons conclure que ce matériau est conforme à ce stade de l'étude.

4.5 Etude de la corrosivité

4.5.1 Technique de perte de poids

Tableau 4.10: Résultats obtenus par la technique de perte de poids.

Echantillon	P _i (g)	P _f (g)	Surface (cm ²)	ΔP (g)	Temps (jour)	Vcorr (mm/an)
A (témoin)	37.09	37.02	35.02	0.06	21	0.0038
B (10ppm)	37.16	37.12	35.02	0.04	21	0.0025
C (20ppm)	37.65	37.62	35.02	0.03	21	0.0019
D (30ppm)	37.40	37.38	35.02	0.02	21	0.00127

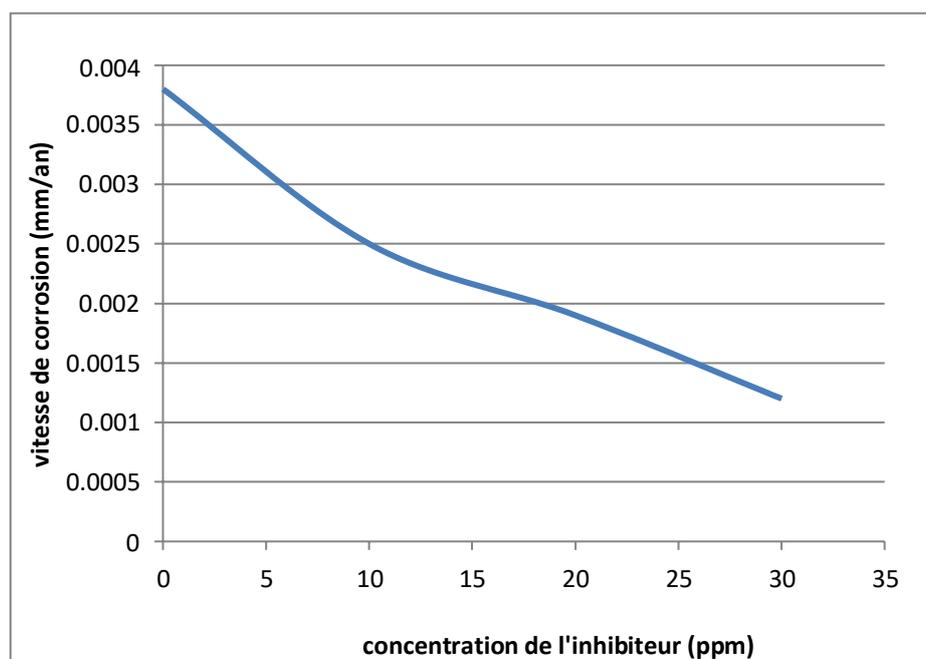


Figure 4.18 : Evolution de la vitesse de corrosion en fonction de la concentration de l'inhibiteur

Interprétation

D'après la figure 4.18 on remarque que les vitesses de corrosion obtenues par la technique de perte de poids diminuent à chaque fois que la concentration de l'inhibiteur augmente.

4.5.2 Techniques électrochimiques

4.5.2.1 Technique du potentiel à circuit ouvert (OCP)

Le suivi du potentiel en circuit ouvert permet d'enregistrer les modifications à l'interface entre le matériau et l'environnement. La figure 4.19 présente l'évolution du potentiel libre de l'acier N80 dans la solution (eau de gisement).

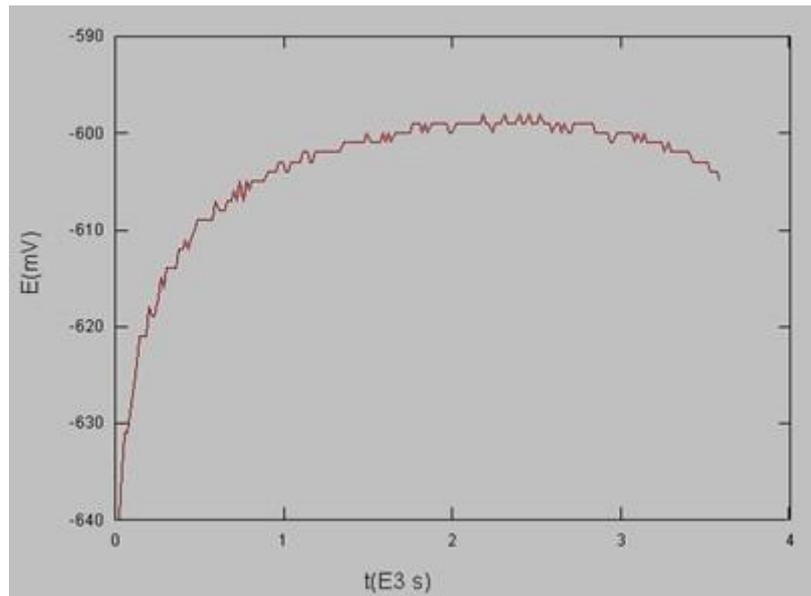


Figure 4.19: Evolution du potentiel de corrosion en fonction du temps d'une électrode de travail en acier grade N80 immergée dans une eau de gisement.

Tableau 4.11 : Résultats du suivi du Potentiel de corrosion en fonction du temps.

Echantillon	Ecorr V/ECS	Temps de stabilisation Secondes
Eau de gisement de HBK	0.605	3600

Interprétation

Le potentiel de stabilisation obtenue est de l'ordre de 0.605 V/ECS selon le diagramme de Pourbaix, ce potentiel est classé dans le domaine de corrosion pour une électrode en acier grade N80 immergé dans une eau industriel de pH 4.05.

4.5.2.2 Technique de Tafel

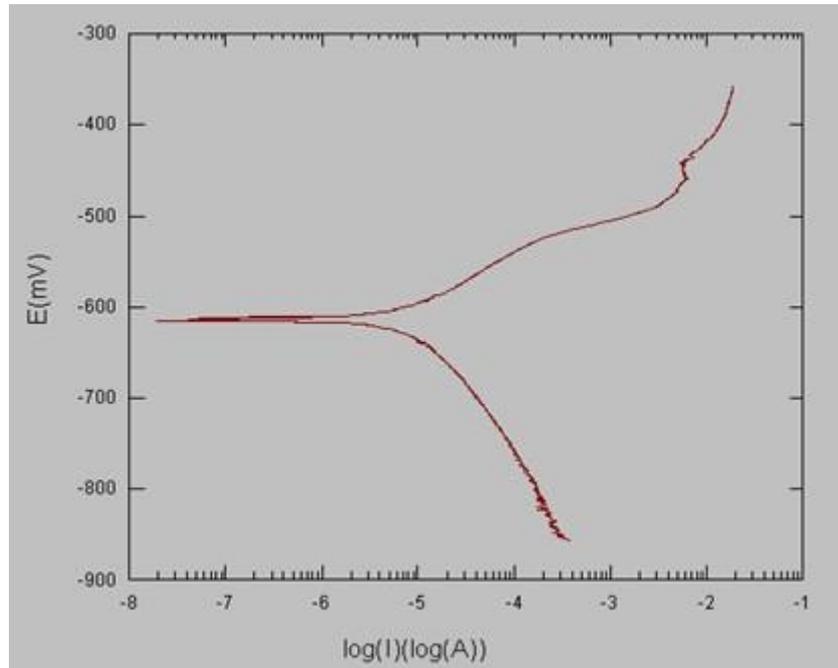


Figure 4.20 : Tracé des courbes de Tafel d'une électrode de travail en acier N80 immergée dans une eau de gisement.

Tableau 4.12 : Paramètres électrochimiques relevés du tracé de Tafel.

Paramètres électrochimiques	I _{cor} (μ A/cm ²)	V _{cor} (mm/an)	V _{cor} (mpy)	Observation
Résultats	36,16	0,450	17,75	Corrosion sévère

D'après le tableau 4.12 : la vitesse de corrosion de l'acier immergé dans une eau de gisement non traité est de 0.450 mm/an soit 17.75 MPY.

Cette corrosion est considérée sévère selon la norme NACE RP 0775-99 [21].

4.5.2.3 Technique de résistance de polarisation linéaire LRP (Avec et sans injection de l'inhibiteur de corrosion à base d'amine)

Tableau 4.13 : Paramètres électrochimiques relevés par la technique de résistance de polarisation linéaire LRP.

Paramètres	0 ppm	10 ppm	20 ppm	30 ppm
R_p (KΩ)	0,232	0,575	3,255	4,818
R_p (KΩ.cm ²)	8,124	20,13	113,99	168,72
V_{cor} (mm/an)	0,609	0.246	0,043	0,029
I_{cor} (μ A/cm ²)	93,44	37,75	6,671	4,507
E_{cor} V/ECS	-0,676	-0,669	-0,684	-0682
Efficacité %	0	59.64	92.87	95.18

L'efficacité est calculée par la formule suivante : $Eff \% = \frac{R_{pinh} - R_{p0}}{R_{pinh}} \times 100$

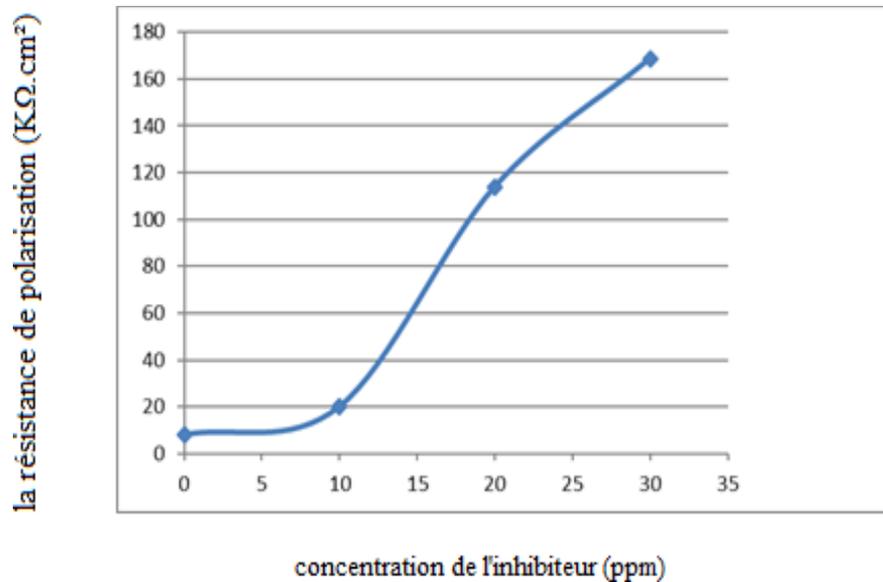


Figure 4.21: Evolution de la résistance de polarisation de l'acier N80 en fonction de la concentration de l'inhibiteur de corrosion.

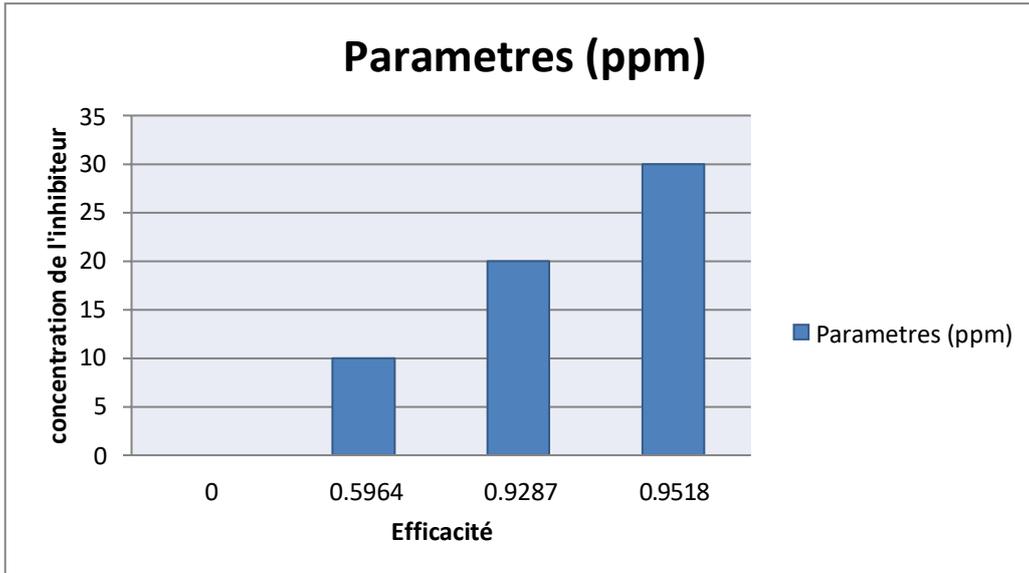


Figure 4.22 : Histogramme représente l'efficacité du traitement par l'inhibiteur de corrosion à différentes concentrations.

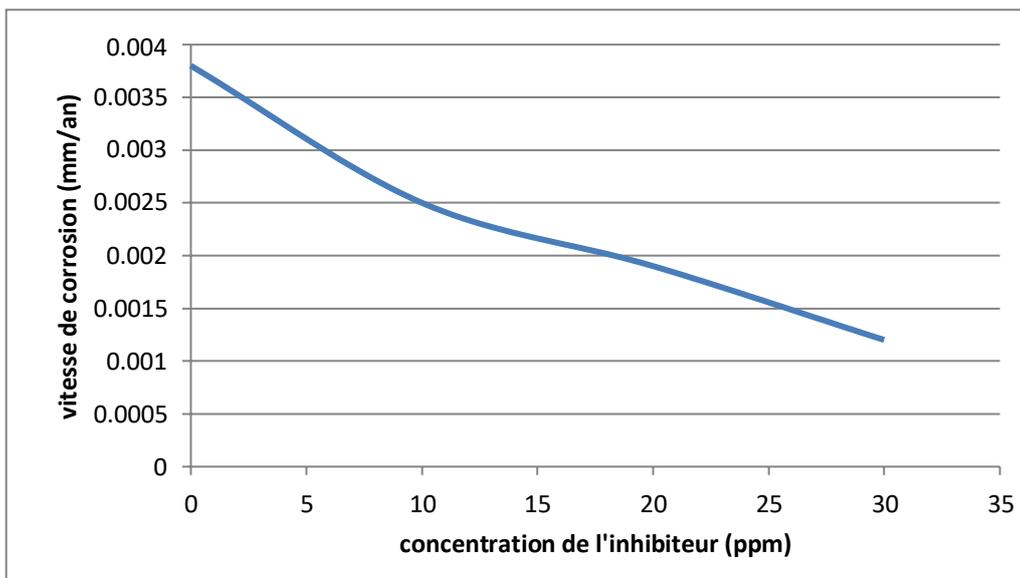


Figure 4.23 : Evolution de la vitesse de corrosion (mm/an) en fonction de la concentration de l'inhibiteur (ppm).

Interprétation

Les résistances de polarisation représentent l'aptitude d'un acier à empêcher le passage du courant dans un milieu donné. Plus l'acier est résistant à la corrosion plus la résistance de polarisation est élevée.

L'évolution des paramètres de corrosion, intensité du courant et résistance de polarisation est donnée sur le tableau 4.13, ces deux paramètres sont inversement proportionnels.

Chapitre 4 : Résultats et interprétations

En effet, la résistance de polarisation de l'acier grade N80 est égale à $4.818 \text{ K}\Omega \cdot \text{cm}^2$ après injection de 30 ppm de l'inhibiteur de corrosion ce qui donne une densité de courant plus faible $4.507 \mu\text{A}/\text{cm}^2$.

Les valeurs des vitesses de corrosion enregistrées pour chaque concentration sont représentées dans le tableau 4.13. En injectant 10 à 30 ppm de l'inhibiteur de corrosion, une diminution de la vitesse de corrosion est constatée par rapport à l'échantillon non traité (à blanc), la vitesse de corrosion diminue de 0.609 mm/an jusqu'à 0.029 mm/an en injectant 30 ppm de l'inhibiteur de corrosion.

4.5.2.4 Spectroscopie d'impédance électrochimique à T35°C

Tableau 4.14: paramètres électrochimiques relevé par technique de spectroscopie d'impédance électrochimique d'une électrode de grade N80 immergée dans une eau de gisement à 35°C.

	R_s ($\text{K}\Omega \cdot \text{cm}^2$)	R_{tc} ($\text{K}\Omega \cdot \text{cm}^2$)	R_p ($\text{K}\Omega \cdot \text{cm}^2$)	C_{dl} Farad/ cm^2	$\theta(^{\circ})$
Témoin	0.0018	0.571	0.5728	2.180×10^{-5}	-70
10 ppm	0.0018	0.800	0.8018	3.025×10^{-5}	-71
20 ppm	0.0019	2.394	2.3959	5.82×10^{-5}	-72
30 ppm	0.0035	9.765	9.7685	0.00056	-75

4.5.2.5 Spectroscopie d'impédance électrochimique à température de 60°C

Tableau 4.15 : paramètres électrochimiques relevé par technique de spectroscopie d'impédance électrochimique d'une électrode de grade N80 immergée dans une eau de gisement à 60°C.

	R_s ($\text{K}\Omega \cdot \text{cm}^2$)	R_{tc} ($\text{K}\Omega \cdot \text{cm}^2$)	R_p ($\text{K}\Omega \cdot \text{cm}^2$)	C_{dl} Farad/ cm^2	$\theta(^{\circ})$
Témoin	0.0021	0.250	0.252	0.00014	-53
10 ppm	0.0026	17.641	17.6436	0.00022	-68
20 ppm	0.0026	30.410	30.4126	0.00039	-69
30 ppm	0.0038	41.612	41.6158	0.00055	-70

Chapitre 4 : Résultats et interprétations

Les figures 4.24 et 4.25 présentent les diagrammes d'impédance en représentation de Nyquist et de Bode, tracés aux différentes températures étudiées

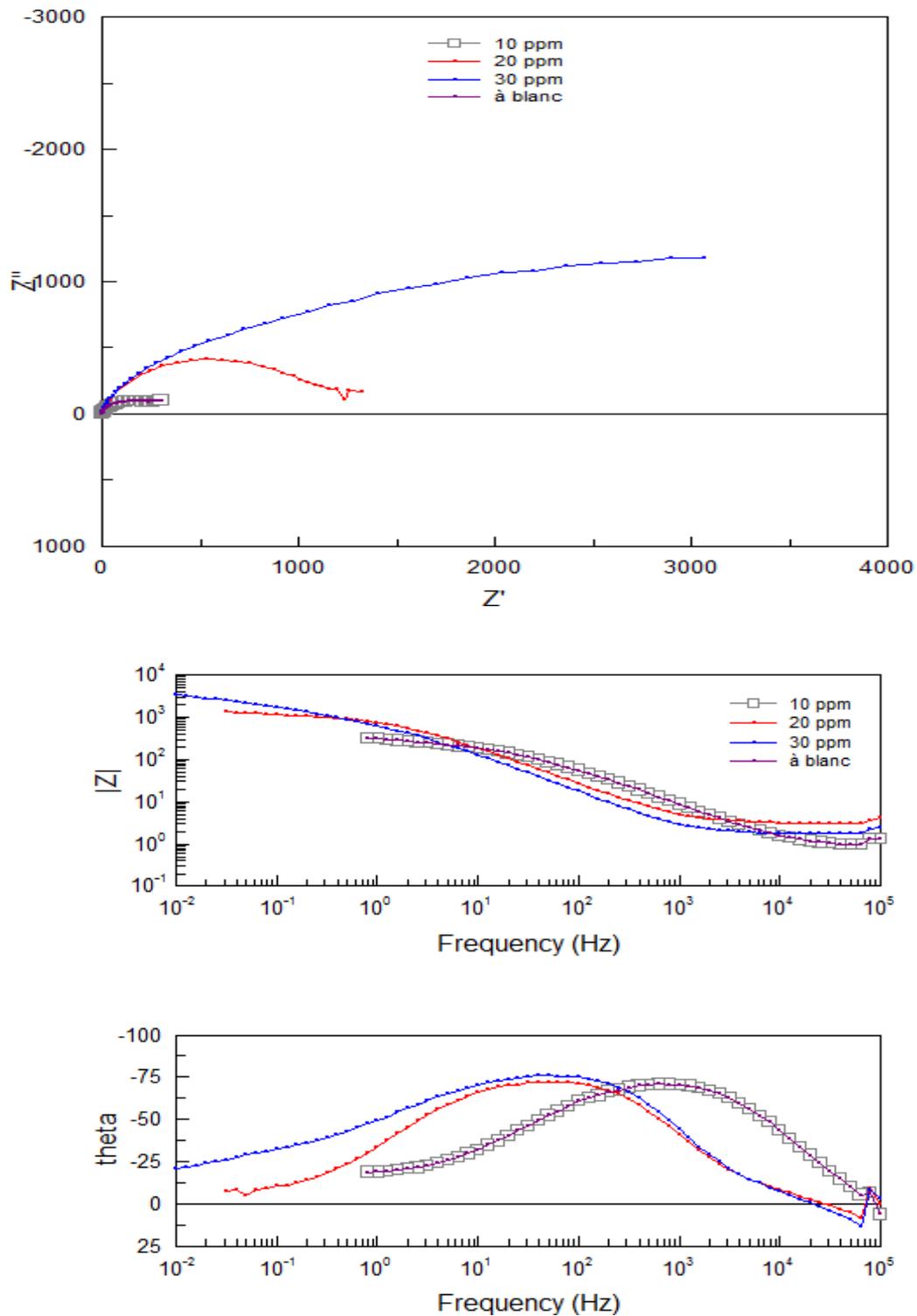


Figure 4.24 : Diagrammes de Nyquist et de Bode à T 35°C d'une électrode en acier grade N80 à différentes concentrations d'inhibiteur de corrosion.

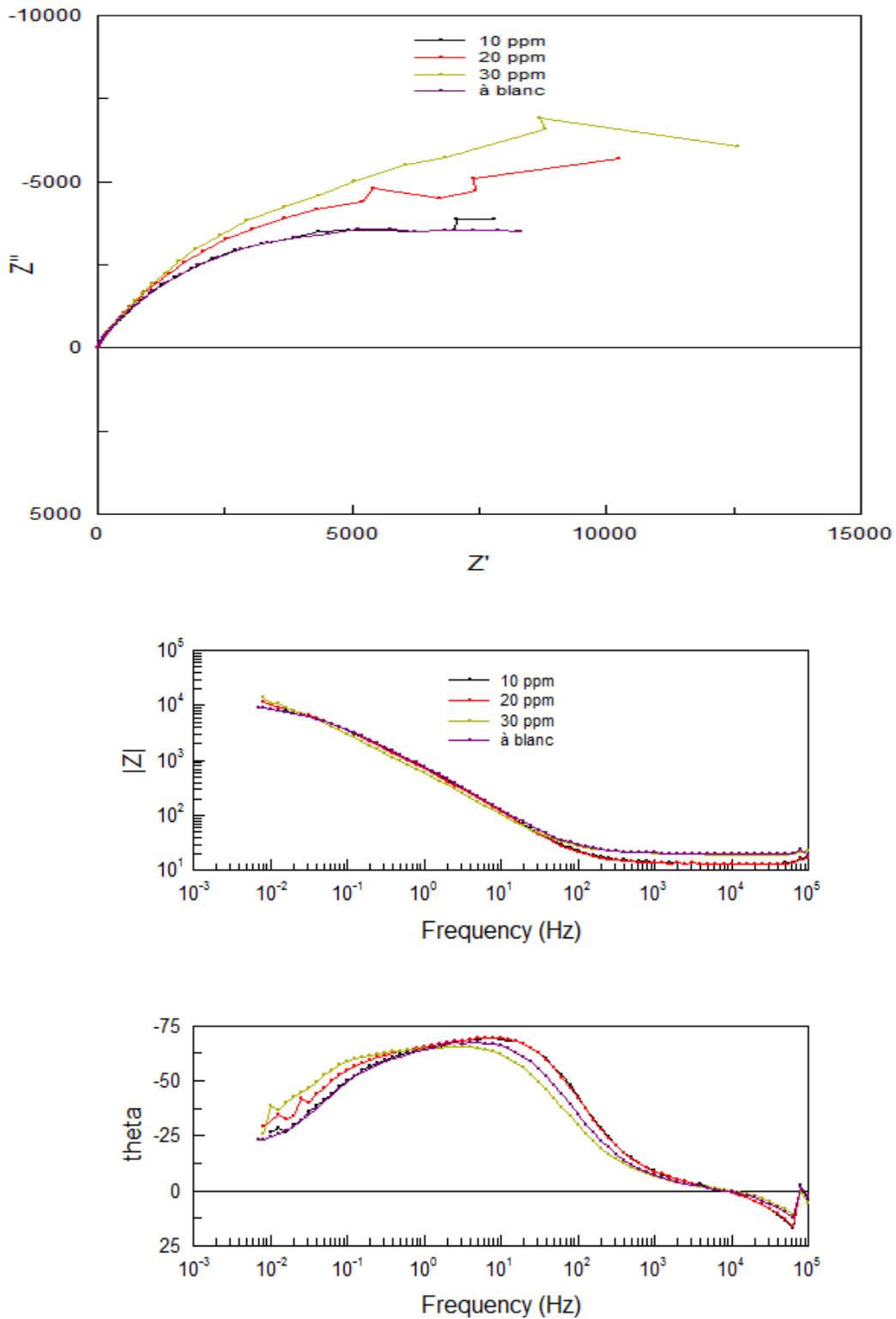


Figure 4.25 : Diagrammes de Nyquist et de bode à T 60°C d'une électrode en acier grade N80 à différentes concentrations d'inhibiteur de corrosion

Interprétation

D'après les représentations de bode et de nyquist obtenus par SEI pour tester l'efficacité de l'inhibiteur de corrosion injecté pour l'acier grade N80, nous remarquons des demi-cercles qui augmentent en fonction de l'augmentation de la concentration en produit de traitement. Ces demi-cercles représentent la résistance de transfert de charge sur la surface métallique. Le balayage de cette surface se fait par l'angle θ , et l'échange des anions et des cations entre l'interface métal – solution forme une double couche C_{dl} , la capacité augmente dans le cas de corrosion et diminue dans un système traité efficacement.

En injectant l'inhibiteur de corrosion à T 35°C des résistances de transfert de charge enregistré pour chaque concentration sont de l'ordre de 9.765 $K\Omega \cdot cm^2$ à température 35 °C à 30 ppm et de 41.612 $K\Omega \cdot cm^2$ à température 60 °C à 30 ppm.

CONCLUSION

Les équipements métalliques utilisés dans les installations pétrolières sont souvent soumis aux problèmes majeurs de corrosion. Afin de lutter contre cette dernière, on injecte des inhibiteurs qui sont des produits chimiques organiques ou minéraux qui limitent la corrosion. La corrosion entraîne chaque année des pertes considérables pour l'industrie pétrolière qui se chiffrent en milliards de Dinars et plus grave encore, elle peut causer des dommages irréversibles à l'environnement et à la vie humaine.

Les travaux réalisés nous ont permis de :

- Etudier la conformité chimique et mécanique de l'acier N80 ;
- Suivre le courant en fonction du potentiel de l'acier au carbone N80 dans le milieu en présence et en absence de l'inhibiteur, pour déterminer les paramètres électrochimiques de l'acier (R_p , V_{corr} , I_{corr} et E_{corr}) et en déduire l'efficacité de l'inhibiteur de corrosion ;

- Suivre le potentiel libre et le courant de l'acier au carbone N80 dans le milieu en présence de l'inhibiteur de corrosion, pour déterminer les paramètres électrochimiques cités ci-dessus et en déduire l'efficacité de l'inhibiteur de corrosion ;

- Au terme de cette étude, tests et comparaisons effectuées, nous avons abouti aux résultats suivants :
- L'acier N80 utilisé est conforme chimiquement et mécaniquement aux normes exigées par l'API ;
- Une analyse microstructurale plus approfondie (MO, MEB) sur l'acier N80 nous a permis de déceler les zones fragiles (joints de grains, limite de deux phases, inclusions,...) pouvant amorcer le processus de corrosion ;
- L'eau de gisement a une influence prépondérante sur la dégradation de l'acier (présence de chlorures, $pH = 4.05$) ;
- L'inhibiteur de corrosion à base d'amine inhibe efficacement la corrosion de l'acier N80 dans un milieu corrosif. Son efficacité augmente avec l'augmentation de sa concentration de 59.64% à 10 ppm à 95.18% à 30 ppm. L'action inhibitrice est due à l'adsorption de cet inhibiteur par la formation des liaisons intermoléculaires aux

surface des métaux, tout en formant un film protecteur qui sert de barrière bloquante, qui empêcherait les ions corrodants de l'électrolyte d'atteindre la surface de l'électrode.

- La concentration de l'inhibiteur seuil pour que la couche protectrice se forme sur la surface de l'acier est 30 ppm.
- La résistance de polarisation (R_p) augmente avec l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur, cela est dû à la formation d'un film protecteur sur la surface de l'acier.

Les conditions du site Haoud Berkaoui à savoir :

- La composition de l'eau qui est acide ;
- La nature et la composition des hydrocarbures associés à l'eau ainsi que les conditions hydrodynamiques ;
- Les pressions partielles du CO_2 et H_2S ;
- La métallurgie des aciers au carbone faiblement alliés (composition) et l'aspect- microstructural ;
- La température ;
- Le pH.

Font que l'utilisation de cette nuance d'acier (N80) n'est pas la plus adaptée puisqu'il se corrode d'une manière sévère.

Afin d'améliorer la tenue des équipements, il est recommandé de procéder comme suit :

- L'injection continue d'une concentration plus élevée d'inhibiteur de corrosion ;
- Injection d'agents neutralisants pour amener le pH au dessus de 6 ;
- Utilisation de revêtements résistants à la corrosion ;

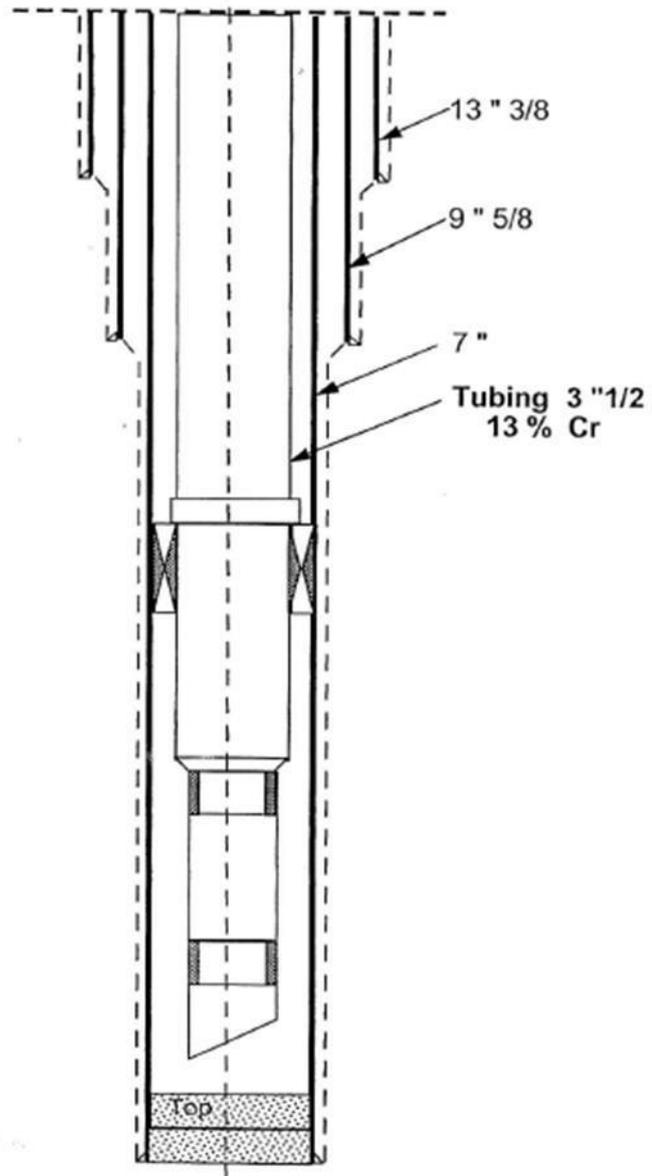
Toutefois, l'utilisation d'un acier inoxydable à 13% de chrome, qui présente de bonnes propriétés mécaniques et structurales avec une injection continue d'inhibiteur, serait plus adaptée pour éviter le risque de fissuration et de corrosion sévère.

Bibliographies

- [1] MEBROUKI, MEZZAR. “ Etude et optimisation de gaz lift effectué dans les puits pétrolière du champ de Haoud Berkaoui”. Université d’Ouargla 2013.
- [2] Fichiers « généralité de région de Berkaoui » obtenu à Sontrach DP.
- [3] J. BARALIS, G. MAEDER. “Précis de Métallurgie, (élaboration, structures- propriétés et normalisation)”. 5ème édition, Nathan, 1990.
- [4] B. THOMAS, J.H.SCHMITT. “Durcissement des Aciers : Rôle de la microstructure”. Techniques de l’ingénieur, m 4341, 2002.
- [5] J. BENARD. “Métallurgie Générale”, Masson et C’e, 1969.
- [6] G. MURRY. “Transformations dans les aciers”. Techniques de l’Ingénieur, Réf M 1115, (1997).
- [7] Mars G. FONTANA. “Corrosion engineering”. Third edition, 1988.
- [8] LANDLOT.D. “Traite des matériaux : corrosion et chimie de surface des métaux.
“E.d .Press Polytechniques et universitaires Romandes, vol 12,1993.
- [9] KERMANI. MB and MORSHED. “Carbn dioxide corrosion in oil and gas production: a compendium”, (2003). Corrosion 59, 8, pp. 659-683.
- [10] KERMANI. MB and SMITH. LM “Predocting CO2 corrosion in the oil and gas industry”, The institute of materials, London, (1997).
- [11] NACE MR0175/ISO 15156-2 (2003). “Petroleum and natural gas industries: materials for use in H2S containing environments in oil and gas production. Part 2, Cracking-resistant carbon and low alloy steel, and the use of cast iron”.

- [12] G.P.RAY, R.A.JARMAN and J.G.THOMAS. " Corrosion SCI", vol25 ,N°3, 1985.
- [13]:Allen J. BARD & Larry R. FAULKNER."Electrochimie Principes, méthodes et applications", 1983.
- [14] J. SARRAZIN&M. VERDAGUER. " L'oxydoréduction Concepts et expériences ",1991.
- [15] HERBERT H. UHLIG & R. WINSTON REVIE."Corrosion and corrosion control", third edition, 1985. pages 299 et 300.
- [16] M. POURBAIX," Atlas of Electrochemical Equilibria in A queous Solutions", 2nd édition, NACE, Houston, Texas, 1974.
- [17] J.J.Lamoureux. "Précis de corrosion", Ed Beau chemin, canada, 1994,p40.
- [18] H. UHLIG, "Corrosion et Protection", DUNOD, 1970.
- [19] P. Boumersbach, C. Dumont, J.P. Millet. "Electrochemical characterization of a corrosion inhibitor, influence of temperature on the inhibition mechanism", 20th, meeting of the electrochemical society, Quebec City (CANADA), 15-20, Mai 2005.
- [20] P.BOUMERSBACH, C.DUMONT, J.P.MILLET."Electrochemical characterization of a corrosion inhibitor: influence of temperature on the inhibition mechanism." 207th meeting of the electrochemical society, 15-20 mai 2005, Quebec City (Canada).
- [21] Norme américaine, API SPECIFICATION 5CT, Specification for Casig and Tubig (U.S. Customary Unit), fifth edition, april 1, 1995.

ANNEXE



Tête de puits de Haoud Berkaoui