

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

Ecole Nationale Polytechnique – Alger



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

En vue de l'obtention du
Diplôme d'ingénieur d'état en Métallurgie

THEME :

**Caractérisations métallographique et électrochimique de l'acier API
5L grade B et de l'alliage d'aluminium 2024 T351.**

Dirigé par :

Mr. DJEGHLAL Med Elamine

Réalisé par :

*AIT MOHAND Annia
MANSEUR Soumia*

Juin 2012

Ecole Nationale Polytechnique 10, Avenue Hassan Badi. El-Harrach. Alger

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du centre de recherche et de développement (CRD) de Boumerdes au département des traitements des hydrocarbures (TRH), SONATRACH.

Nous tenons tout d'abord à remercier notre promoteur à l'ENP Monsieur Mohamed El Amine DJEGHLAL d'avoir assisté et suivi notre travail de près et de loin, pour son aide précieuse et ses conseils judicieux.

Nous remercions également notre promotrice au CRD Madame Farida LAADJAL-ADJAL pour le suivi scientifique qu'elle a réalisé, notamment en ce qui concerne l'étude électrochimique.

Nous adressons nos sincères remerciements à Monsieur Essaid SALHI pour avoir assuré la présidence de notre jury de soutenance ainsi que Monsieur Kamel ABADLI et Monsieur Nadir MESRATI, qui ont accepté d'examiner notre travail.

Nous sommes également très reconnaissantes envers Monsieur Mohamed Amine GANA, chef de département CRD pour la pleine confiance qu'il nous a accordée tout au long de ce travail, et Monsieur Hassen NAOUI Ingénieur au CRD d'avoir assuré la partie métallographique de cet ouvrage.

Enfin, une pensée particulière à tous nos professeurs de l'Ecole Nationale Polytechnique, en particulier du Département de Métallurgie, de nous avoir suivi durant le cycle de notre formation et sans qui on ne serait jamais arrivé à ce stade.

*A nos très chers et tendres parents,
A toutes nos familles,
Et tous nos amis.*

« L'avenir appartient à ceux qui croient à la beauté de leur rêve. »

Éléonore Roosevelt

Résumé :

L'objet de cette présente étude consiste à étudier le comportement de la corrosion de l'acier API 5L grade B qui est très utilisé dans l'industrie des transports des hydrocarbures. Dans le but de pallier ce problème qui porte préjudice à la durée de vie de l'ouvrage concerné, on a tenté à substituer l'acier par l'aluminium qui a un très bon niveau de résistance à la corrosion. Une mise en évidence de la microstructure des deux matériaux a été établie ainsi que leur électrochimie. Aussi, la soudabilité de l'aluminium a été introduite.

Mots clés : acier API 5L grade B, aluminium 2024 T351, électrochimie, métallographie, soudabilité.

ملخص:

الغرض من هذه الدراسة هو تحديد سلوك تأكل الفولاذ API صنف L5، الذي يستخدم على نطاق واسع في نقل المحروقات. حاولنا من أجل التغلب على هذه المشكلة التي تضر حياة المعدن تعويض الفولاذ بالالومنيوم 2024 الذي لديه مستوى جيد جدا في المقاومة للتآكل. تم تسليط الضوء على الدراسة المجهرية و الكهروكيميائية الخاصة بالفولاذ و الالومنيوم. أيضا، تم إدخال قابلية اللحام لهذا الاخير.

الكلمات الرئيسية : الفولاذ، الالومنيوم 2024، الكهروكيميائية، الدراسة المجهرية، قابلية اللحام.

Abstract:

The purpose of this study is to investigate the behavior of the corrosion of steel API 5LGrade B, which is widely used in the transportation industry of hydrocarbons. In order to overcome this problem which is detrimental to the life of the work concerned, we tried to substitute steel by aluminum which has a very good level of corrosion resistance. A high light of the microstructure of both materials has been established and their electrochemistry. Also, the welding of aluminum was introduced.

Keys words: steel, electrochemistry, aluminum, microstructure, welding

SOMMAIRE

Liste des figures.....	I
Liste des tableaux.....	III

INTRODUCTION GENERALE.....	1
----------------------------	---

CHAPITRE I **Les Aciers au Carbone**

I.1 Introduction.....	5
I.2 Propriétés physico-chimiques du fer.....	5
I.3 Rôle du carbone.....	6
I.4 Diagramme Fer-Carbone.....	6
I.5 Aciers à structure ferrito-perlitique.....	9
I.6 Effet des éléments d'alliage sur les aciers.....	10
I.7 Traitements thermiques.....	12
I.7.1 Le recuit.....	13
I.7.1.1 Recuit d'homogénéisation.....	13
I.7.1.2 Recuit d'adoucissement.....	13
I.7.1.3 Recuit de stabilisation.....	13
I.7.2 La trempe.....	13
I.7.3 Le revenu.....	13
I.8 Inconvénients et avantages des aciers.....	14
I.9 La corrosion des aciers.....	15
I.9.1 Généralités.....	15
I.9.2 Les réactions électrochimiques de la corrosion des aciers.....	15
I.9.3 Diagramme potentiel-pH du Fer.....	15
I.10 Influence des paramètres physico-chimiques sur les aciers.....	17
I.10.1 Influence de la concentration de l'oxygène.....	17
I.10.2 Influence du pH.....	17
I.10.3 Influence des sels dissous.....	19

CHAPITRE II **L'Aluminium et Ses Alliages**

II.1 Historique.....	21
II.2 Principales caractéristiques de l'aluminium.....	21
II.2.1 La légèreté.....	21
II.2.2 La tenue à la corrosion.....	22
II.2.3 La conductivité thermique.....	22
II.2.4 Conductibilité et conductivité électriques.....	22
II.2.5 La facilité de mise en œuvre.....	22
II.2.6 Le recyclage.....	23
II.3 Propriétés physiques de l'aluminium.....	23
II.4 Classification.....	23
II.5 Les familles d'alliages.....	24
II.5.1 Les éléments d'alliage.....	25
II.5.2 Les éléments d'addition.....	26
II.5.3 Les impuretés.....	27
II.6 Les alliages de moulage.....	27
II.7 Les alliages de corroyage.....	27

II.8 Le principe du durcissement structural.....	28
II.8.1 La mise en solution.....	29
II.8.2 La trempe	30
II.8.3 La maturation.....	30
II.8.4 Le revenu	31
II.9 Désignation des états métallurgiques	32
II.10 Diagramme d'équilibre du système Aluminium-Cuivre.....	32
II.11 La corrosion de l'aluminium et ses alliages.....	33
II.11.1 Généralités.....	33
II.11.2 Les réactions électrochimiques de la corrosion de l'aluminium.....	33
II.11.3 Diagramme potentiel-pH de l'aluminium	34
II.11.4 Comportement électrochimique de l'aluminium.....	35
II.12 Influence des paramètres physico- chimique sur l'aluminium.....	35
II.12.1 Rôle du film d'oxyde.....	35
II.12.2 Influence du pH	36
II.12.3 Influence de l'acide et de la base ou des sels dissous.....	37

CHAPITRE III

Aspect Electrochimique

III.1 Généralités.....	38
III.2 Les réactions électrochimiques élémentaires de la corrosion.....	38
III.3 Couche double à l'interface métal /électrolyte.....	39
III.4 Notion de potentiel.....	39
III.4.1 Tension d'électrode.....	39
III.4.2 électrode de référence.....	40
III.5 mesure des potentiels standards.....	40
III.6 Potentiel d'équilibre.....	41
III.7 Potentiel de corrosion	43
III.8 Polarisation et surtension d'une électrode.....	43
III.9 loi de Butler Volmer.....	44
III.10 Les courbes de polarisations.....	45
III.11 Morphologie de corrosion.....	46
III.11.1 La corrosion générale ou corrosion uniforme.....	46
III.11.2 Corrosions localisées.....	46
III.11.2.1 La corrosion par piqure	47
III.11.2.2 Corrosion par crevasses	48
III.11.2.3 Corrosion filiforme.....	48
III.11.3 Corrosions structurales.....	49
III.11.3.1 Corrosion transcristalline et la corrosion intercristalline.....	49
III.11.3.2 La corrosion feuilletante	50
III.11.3.3 La corrosion sous contrainte	51
III.11.4 Corrosion galvanique	52

Chapitre IV

Techniques Expérimentales

IV.1 Préparation micrographique des échantillons.....	54
IV.1.1 Présentation des échantillons.....	54
IV.1.2 découpage et mise en forme des échantillons.....	54
IV.1.3 Enrobage	54
IV.1.4 Polissage	55
IV.1.5 Nettoyage et conservation.....	55

IV.1.6 Attaque chimique.....	56
IV.2 Analyse microscopique.....	56
IV.2.1 Observation au microscope optique.....	56
IV.3 Analyse de la composition chimique.....	56
IV.3.1 Spectrométrie de fluorescence X.....	56
IV.4 Diffraction des rayons X.....	57
IV.4.1 Principe d'analyse	57
IV.4.2 Conditions expérimentales	57
IV.5 Essai de dureté.....	58
IV.5.1 Principe de l'essai de pénétration.....	58
IV.5.2 Essai Brinell.....	58
IV.5.3 Essai Vickers.....	59
IV.5.4 Mode opératoire.....	59
IV.6 Caractérisation électrochimique.....	59
IV.6.1 Suivi du potentiel d'abandon au cours du temps.....	59
IV.6.2 Courbe de polarisation potentiodynamique.....	61
IV.6.3 Les essais électrochimiques.....	61
IV.6.3.1 Préparation des électrodes de travail.....	61
IV.6.3.2 Préparation de la surface à étudier.....	62
IV.6.3.3 Appareillage.....	62
IV.6.3.4 Milieu de travail.....	64
IV.6.3.5 Conditions opératoires	65

Chapitre V

Résultats et Discussion

V.1 Analyse chimique	67
V.1.1 Analyse chimique des échantillons.....	67
V.1.2 Analyse chimique du milieu corrosif.....	68
V.2 Résultats des analyses DRX.....	68
V.3 Calcul de la dureté.....	70
V.4 Caractérisations métallographiques.....	71
V.5 Analyse d'image.....	76
V.7 Caractérisations électrochimiques.....	77
V.8 Soudage de l'aluminium.....	83
V.8.1 Problématiques et objectifs.....	83
V.8.1.1 Première problématique : Opératoire	83
V.8.1.2 Deuxième problématique.....	84
V.8.2 Le procédé TIG	87
V.8.3 Composition chimique du métal d'apport	86
V.8.4 Préparation des pièces à souder.....	86
V.8.5 Nettoyage.....	87
V.8.6 Le bridage.....	88
V.8.7 Macrographies des soudures.....	89
V.8.8 Contrôle visuel.....	90
V.8.9 Caractérisation mécanique des soudures.....	93
V.8.10 Analyse des microduretés des soudures TIG.....	94

CONCLUSION GENERALE.....	96
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	99

LISTE DES FIGURES

<i>Figure I.1</i> diagramme fer-carbone.....	8
<i>Figure I.2</i> Influence des éléments en solution solide sur les propriétés de la ferrite.....	12
<i>Figure I.3</i> Diagramme E-pH du fer/eau à 25°C.....	12
<i>Figure I.4</i> Influence de la concentration de l'oxygène dissout sur la vitesse de corrosion.....	16
<i>Figure I.5</i> Influence du pH sur la vitesse de corrosion du fer.....	17
<i>Figure I.6</i> Influence des sels dissous sur la vitesse de corrosion.....	18
<i>Figure II.1</i> Influences des éléments d'addition sur la masse volumique de l'aluminium.....	26
<i>Figure II.2</i> Séquence du durcissement structural.....	28
<i>Figure II.3</i> Influence de la température sur la maturation du 2024.....	30
<i>Figure II.4</i> Courbes typiques de revenu : cas 2024.....	31
<i>Figure II.5</i> Diagramme d'équilibre de phases stables et métastables du système Al-Cu.....	33
<i>Figure II.6</i> Diagramme potentiel-pH pour le système aluminium/eau à 25°C.....	34
<i>Figure II.7</i> Couches et adsorption sur le film d'oxyde d'aluminium.....	36
<i>Figure III.1</i> Courbe de polarisation $E=f(i)$	45
<i>Figure III.2</i> Mécanisme de la piqûration de l'aluminium.....	47
<i>Figure III.3</i> Mécanisme de corrosion cavernueuse de l'aluminium.....	48
<i>Figure III.4</i> Corrosion filiforme de l'aluminium peint.....	49
<i>Figure III.5</i> a) Corrosion intercrystalline. b) Corrosion transcristalline.....	50
<i>Figure III.6</i> Corrosion feuilletante.....	51
<i>Figure III.7</i> Fissure de corrosion sous contrainte propagation électrochimique.....	51
<i>Figure III.8</i> Corrosion galvanique.....	52
<i>Figure IV.1</i> Opération de l'enrobage d'une électrode.....	55
<i>Figure IV.2</i> Principe d'un analyseur à fluorescence X.....	57
<i>Figure IV.3</i> Evolution du potentiel d'abandon dans le temps.....	60
<i>Figure IV.4</i> Electrode de travail.....	62
<i>Figure IV.5</i> Chaîne électrochimique.....	63
<i>Figure IV.6</i> Montage de la Cellule électrochimique.....	64
<i>Figure V.1</i> Diffractogramme de l'acier API 5L grade B.....	69
<i>Figure V.2</i> Spectre d'analyse chimique Energie utilisée 20 KeV.....	70
<i>Figure V.3</i> Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % avant immersion dans le milieu corrosif	72
<i>Figure V.4</i> Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % avant immersion dans le milieu corrosif	72
<i>Figure V.5</i> Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % avant immersion dans le milieu corrosif	73
<i>Figure V.6</i> Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % avant immersion dans le milieu corrosif	73
<i>Figure V.7</i> Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % avant immersion dans le milieu corrosif	74

Figure V.8 Microstructure de l'alliage d'aluminium 2024 T351 ayant subi une attaque chimique avec le réactif Keller avant immersion dans le milieu corrosif	74
Figure V.9 Microstructure de l'alliage d'aluminium 2024 T351 ayant subi une attaque chimique avec le réactif Keller avant immersion dans le milieu corrosif	75
Figure V.10 Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nitral 2 % après immersion dans le milieu corrosif	75
Figure V.11 Évolution du potentiel d'abandon en fonction du temps de l'acier API 5L grade B dans le milieu réel avant et après filtration.....	78
Figure V.12 Tracé des droites de Tafel de l'acier API 5L X52 dans le milieu réel avant filtration.....	79
Figure V.13 Tracé des droites de Tafel de l'acier API 5L X52 dans le milieu réel après filtration.....	79
Figure V.14 Évolution du potentiel d'abandon en fonction du temps de l'aluminium 2024-T351 dans le milieu reconstitué à 100 mg/l NaCl.....	80
Figure V.15 Tracé des droites de Tafel de l'Aluminium 2024-T351 dans le milieu reconstitué à 100mg/l NaCl.....	81
Figure V.16 Macrographie montrant une irrégularité dans le passe de pénétration et une initiation de fissure	83
Figure V.17 Radiographie d'une soudure d'aluminium	84
Figure V.18 Rupture du joint de base de soudure.....	85
Figure V.19 Fissuration du métal et la zone fondue.....	85
Figure V.20 Fissuration à chaud.....	88
Figure V.21 Etat de bord nettoyé.....	89
Figure V.22 Phénomènes de déformations.....	89
Figure V.23 Macrographie soudure 1.....	89
Figure V.24 Macrographie soudure 2.....	89
Figure V.25 Macrographie soudure 3.....	89
Figure V.26 Etat de surface d'un polissage d'un joint soudé avant attaque chimique.....	91
Figure V.27 Microstructure du métal de base avant soudage.....	91
Figure V.28 Micrographies montrant les porosités sphériques et inter-dendritiques structure à gros grains avec épitaxie et Zone surmûrie de la ZAT.	92
Figure V.29 Profils de micro duretés des trois soudures TIG.....	95

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 Propriétés du fer.....	5
Tableau I.2 Les phases du système Fe-Fe ₃ C.....	7
Tableau I.3 structures biphasées composites apparaissant au cours d'un refroidissement lent des alliages Fe-C.....	8
Tableau II.1 Production mondiale d'aluminium en (tonnes).....	21
Tableau II.2 Propriétés physique de l'aluminium.....	23
Tableau II.3 Familles d'alliages d'aluminium.....	24
Tableau II.4 Influence des éléments d'alliage.....	25
Tableau II.5 Familles d'alliages de corroyage	28
Tableau II.6 Conditions de traitement thermique de durcissement structural pour du 2024.....	29
Tableau II.7 Durée de mise en solution.....	29
Tableau II.8 Définition de l'état métallurgique suivant la norme EN515.....	32
Tableau III Potentiel standard de quelques métaux par rapport à l'électrode standard à hydrogène.....	40
Tableau V.1 Composition chimique de l'acier API 5L X52.....	67
Tableau V.2 Composition chimique nominale de l'alliage 2024T351 (norme EN).....	67
Tableau V.3 Composition chimique de l'eau d'injection provenant de la région d'IN –AMENAS.....	68
Tableau V.4 Dureté Vickers de l'acier API 5L grade B.....	70
Tableau V.5 Dureté Brinell de l'acier API 5L grade B.....	71
Tableau V.6 Dureté vickers de l'aluminium 2024 T 351.....	71
Tableau V.7 Taux et surface de phase de l'échantillon I	76
Tableau V.8 Taux et surface de phase de l'échantillon II.....	76
Tableau V.9 Taux et surface de phase de l'échantillon III.....	77
Tableau V.10 Paramètres électrochimiques relevés à partir des courbes de Tafel de l'acier API 5L grade B immergé dans l'échantillon d'eau reconstituée.....	80
Tableau V.11 Paramètres électrochimiques relevés à partir des courbes de Tafel de l'aluminium 2024 immergé dans l'eau reconstituée.....	82
Tableau V.12 Paramètres de soudage TIG.....	86
Tableau V.13 Composition chimique en poids du métal d'apport ER5554.....	86
Tableau V.14 Dureté des trois soudures TIG.....	94

INTRODUCTION

La corrosion est un phénomène universel causant la dégradation des matériaux métalliques, de façon générale, dans divers domaines y compris l'industrie pétrolière ce qui amène à des enjeux économiques considérables (5 tonnes d'acier sont corrodés par seconde à travers le monde).

En 2008, 88,7 millions de barils de pétrole ont été raffinés par jour dans le monde. Par baril de pétrole produit, le coût de la corrosion est d'environ 0,3 à 0,6 \$ par baril ce qui correspond à environ 3,7 % du coût global de production dans cette industrie.

Le transport des dérivés pétroliers est réalisé principalement par pipelines, qui sont fabriqués soit en aciers au carbone ou en aciers faiblement alliés ; ces derniers occupent une place privilégiée dans tous les secteurs industriels dans notre pays.

Avec 25 millions de tonnes de consommation mondiale annuelle, l'aluminium occupe la première place de la métallurgie des métaux non ferreux. De par ses caractéristiques intrinsèques connues, sa résistance à la corrosion, et sa longévité, ce dernier offre de grandes opportunités quant à son application dans différents secteurs industriels.

Ce travail a pour principal objectif, l'étude de faisabilité de la substitution de l'acier API 5L grade B de la raffinerie de Stah, située à In Amenas par l'alliage d'aluminium 2024 T351, dans certaines installations d'équipements pétrochimiques. Aussi, l'accent a été mis sur l'aspect électrochimique et métallurgique de l'acier et de l'alliage d'aluminium d'un point de vue comportement structural et résistance à la corrosion.

Notons que cette tentative, a été demandée par le CRD qui à travers ses axes de recherche, s'intéresse de près à ce genre de matériaux qui peut faire l'objet d'investigations poussées pour répondre aux attentes des demandeurs.

Il est notable que pour cette étude, nous avons mis l'accent sur l'aspect soudabilité des alliages d'aluminium et leur comportement d'un point vu structural car le rivetage pose des problèmes de corrosion in-situ, et que l'utilisation de ce genre de matériaux est tributaire des différentes installations à caractère tubing ou pipes.

Ce manuscrit s'articule sur cinq chapitres. Les deux premiers consistent en une présentation générale des deux matériaux étudiés, respectivement, les aciers au carbone et les alliages d'aluminium. Leurs propriétés physico-chimiques seront présentées, ainsi que leur comportement électrochimique et les effets des éléments d'alliage.

Le troisième chapitre est consacré aux aspects électrochimiques ou seront développées des notions électrochimiques et cinétiques ainsi que différentes morphologies de corrosion associées aux matériaux étudiés.

Dans le quatrième chapitre, sont présentées les techniques expérimentales ainsi que les dispositifs de mesure utilisés qui ont permis de mener à bien ce travail.

Dans le dernier chapitre, les interprétations des résultats expérimentaux sont développées. L'ensemble du travail a été parachevé par une conclusion générale. Des recommandations sont données pour la continuation de ce travail qui va ouvrir de nouvelles perspectives dans le domaine cité.

CHAPITRE I

LES ACIERS AU CARBONE

I.1 Introduction

Les aciers au carbone représentent 90% de la production d'acier d'où sont développés toute une gamme d'aciers alliés et leur domaine d'application s'avère inéluctable et très vaste. Le carbone est l'élément le moins cher et le plus efficace pour durcir le fer, il est ajouté à ce dernier dans des proportions variant de 0,04% à 4% pour faire des aciers faiblement alliés, à moyenne ou forte teneur en carbone. Les propriétés mécaniques dépendent à la fois de la teneur en carbone et du traitement thermique [1].

Le fer et le carbone sont les constituants de base, d'autres éléments entrent aussi en jeu et déterminent ainsi des aciers spéciaux comme les aciers au chrome ou les aciers au nickel qui sont des aciers inoxydables.

I.2 Propriétés physico-chimiques du fer

Le fer pratiquement pur n'est pas mécaniquement très performant. Ses caractéristiques de résistance (la limite d'élasticité, la résistance à la traction mais aussi la dureté, la ténacité...) sont faibles ; en contre partie ses caractéristiques de plasticité (l'allongement à la rupture, la striction mais aussi l'énergie de rupture par choc sur éprouvette entaillée...) sont très élevées [2].

Tableau I.1- Propriétés du fer.

caractéristique	Valeur	Remarque
Numéro atomique	26	
Masse volumique	7 870 kg.m ⁻³	20 °C
Point de fusion	1535°C	
Point d'ébullition	2750°C	
Module d'élasticité longitudinal E	211 400 N/mm ²	20 °C
Coefficient de dilatation	11,2 · 10 ⁻⁶ K ⁻¹	20 °C
Capacité thermique massique	444 J · kg ⁻¹ · K ⁻¹	20 °C
Conductivité thermique	73,3 W · m ⁻¹ · K ⁻¹	20 °C
Résistivité	10,1 μΩ · cm	20 °C
Résistance à la traction R_m	180 à 290 MPa	20 °C Fer α pur
Limite d'élasticité R_e	100 à 170 MPa	20 °C Fer α pur
Allongement à la rupture	40 à 50 %	20 °C Fer α pur

I. 3 Le rôle du carbone

Le carbone est un constituant essentiel, sa présence confère aux aciers leurs propriétés.

De façon générale, l'augmentation de la teneur en carbone a pour résultats :

- le relèvement de la dureté ;
- la diminution de la densité de l'acier ;
- la diminution de la conductibilité thermique ;
- l'élévation de la sensibilité à la trempe ;
- la dégradation de la soudabilité [3].

I.4 DIAGRAMME FER- CARBONE

Les aciers au carbone à leur sortie d'aciérie ont été déformés à haute température (généralement laminés), puis lentement refroidis jusqu'à température ambiante (normalisée). La microstructure ainsi obtenue devrait être proche de la situation d'équilibre telle qu'elle peut être réduite à partir du diagramme Fe-C (fig. I.1). Le tableau I.2 fait la liste des phases du système Fe- Fe₃C et le tableau I.3 détaille les structures eutectiques et eutectoïdes qui peuvent apparaître au cours d'un refroidissement lent. Quand la phase γ est refroidie en dessous de 914°C, les grains de α germent aux joints et la structure se transforme en phase α . Si nous refroidissons un acier de composition eutectoïde (0,80 m%C) en dessous de 723°C, des colonies de perlite germent aux joints de grains et la microstructure devient entièrement perlitique [1].

Tableau I.2- Les phases du système Fe-Fe₃C [1].

Phase	Structure	Description et commentaire
Liquide	Empilement Aléatoire	Solution liquide de C dans Fe
δ	C.C	Solution solide interstitielle désordonnée de C dans du fer CC. La solubilité maximale à 1492°C est 0.08m%. Le fer δ est la phase stable du fer pur entre 1391°C et 1536°C
γ (austénite)	CFC	Solution solide interstitielle désordonnée de C du fer CFC. La solubilité maximale à 1130°C est 1.7m%. Le fer γ est la phase stable du fer pur entre 914°C et 1391°C.
α (ferrite)	CC	Solution solide interstitielle désordonnée de C dans du fer CC. La solubilité maximale à 723°C est de 0.035 m%. le fer α est la phase stable du fer pur en dessous de 914°C.
Fe ₃ C (cémentite)	Complexe	Composé chimique défini de fer et de carbone, dur et fragile, contenant 25 at% (6,7m%)de carbone.

Tableau I.3- Structures biphasées composites apparaissant au cours d'un refroidissement lent des alliages Fe-C [1].

Nom de la structure	Description et commentaires
Perlite	Structure composite eutectoïde, formée de plaquettes de α alternant avec des plaquettes de Fe_3C , produite lors du refroidissement de la phase α à 0,80 m% C en dessous de 723°C ; la perlite germe aux joints de grains de la phase α . Elle apparait dans les aciers de toute teneur en carbone et est quelque fois improprement appelée une phase. C'est en fait un mélange de deux phases α et Fe_3C , avec 88,5m de α et 11,5m% de Fe_3C . Les grains étant en principe des monocristaux, il est incorrect de parler de grains de perlite ; nous dirons qu'elle forme des colonies.
Lédéburite	Structure composite eutectique, formée de plaquettes de β alternant avec des plaquettes de Fe_3C , obtenue lors de la solidification dessous de 1130°C d'un liquide contenant 4,3m% de C. ici encore ce n'est pas une phase. La lédéburite apparait lors de la solidification des fontes, et même dans ce cas la phase β de la lédéburite en dessous de 723°C se transforme en $\beta+Fe_3C$.

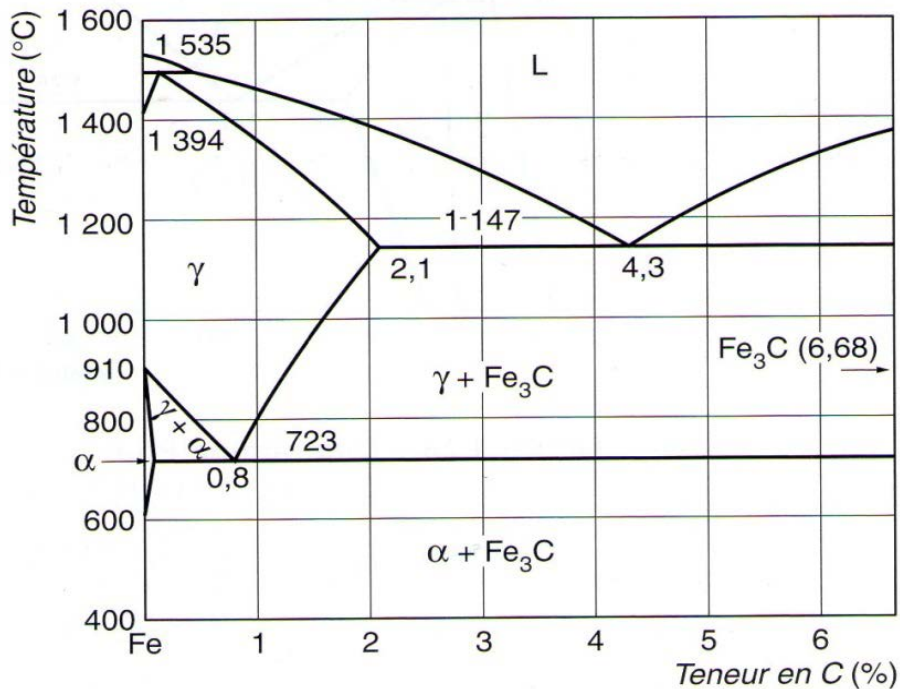


Figure I.1 – diagramme fer-carbone [4].

I.5 Aciers à structure ferrito-perlitique

La très grande majorité des aciers d'usage générale est livrée et employée à l'état ferrito-perlitique. Ceci signifie qu'ils sont constitués de grains de ferrite juxtaposés avec des grains de perlite – agrégat constitué lui-même de particules de ferrite et de particule de carbure de fer Fe_3C [4].

▪ Ferrite

La ferrite est constituée essentiellement de fer α qui ne peut contenir en solution solide d'insertion qu'au maximum 0,02 % de carbone, vers 725 °C, et encore bien moins à plus basses températures.

Par contre, ce fer α est susceptible d'admettre en solution solide de substitution des éléments d'alliages tels que Mn, Si, Ni, Cu... ou des impuretés comme P. Par effet de solution solide, tous ces éléments vont engendrer un durcissement de la ferrite.

Il faut néanmoins noter que les performances mécaniques de la ferrite sont assez modestes. Elles dépendent cependant aussi de la taille des grains. En effet lors de la déformation plastique, les dislocations doivent franchir les joints des grains pour se propager et, pour ce faire, il est nécessaire d'appliquer une contrainte locale supérieure à la contrainte critique de franchissement ; ce fait est responsable d'un durcissement qui est traduit par la loi de Hall-Petch :

$$R_e = \sigma_0 + k d^{-1/2} \quad (\text{I.1})$$

Avec

R_e : limite d'élasticité ;

σ_0 : paramètre intégrant les autres facteurs de durcissement de la ferrite ;

d : diamètre moyen des grains de ferrite.

Une autre loi de même type, celle de Cottrell Petch traduit l'influence bénéfique de l'affinement des grains de ferrite qui abaisse la température de transition du métal et améliore de ce fait sa résistance à la rupture fragile.

Cette taille de grains de ferrite dépend des éléments suivants :

- De la taille initiale des grains d'austénite avant la formation de la ferrite au cours de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

- Des conditions de refroidissement lors de la formation de la ferrite ; plus le refroidissement est rapide plus les grains formés sont petits [4].

▪ **Perlite**

La perlite contient pratiquement tout le carbone de ces aciers sous forme de carbures précipités. L'agrégat perlitique est ainsi constitué d'une juxtaposition de petites particules de ferrite et de carbure. Ces particules sont d'autant plus fines que cette perlite s'est formée :

- à partir d'une austénite à grains fins ;
- au cours d'un refroidissement relativement rapide dans son domaine de formation.

L'accélération du refroidissement, en affinant la taille des constituants formés, augmente très sensiblement la dureté et donc les performances mécaniques de résistance [4].

I.6 Effet des éléments d'alliages sur les aciers

Les aciers d'usage général de base sont des aciers au carbone ; ils contiennent toutefois quelques éléments autres, présents pour différentes raisons.

• **Le cuivre**

Il prend part au durcissement par effet de solution solide et diminue les sensibilités des aciers non alliés à la corrosion atmosphérique – probablement en neutralisant les effets nocifs du soufre [4].

• **Le manganèse**

Participe à la désoxydation, il fixe en outre le soufre sous forme de sulfures et permet le forgeage et le laminage du métal à chaud. La proportion de manganèse qui subsiste en solution solide joue plusieurs rôles :

- durcissement de la ferrite par effet de solution solide ;
- diminution de la teneur en carbone de la perlite et augmentation corrélative de la proportion de celle-ci ;
- augmentation de la trempabilité qui, à vitesse de refroidissement identique permet d'affiner la structure ferrito-perlitique et d'augmenter la proportion de perlite.

- **Le soufre**

Impureté résiduelle, cet élément est fixé sous forme de sulfure de manganèse. Les progrès des procédés sidérurgiques ont permis d'abaisser très sensiblement les proportions présentes dans les aciers.

- **Le phosphore**

Impureté résiduelle, cet élément est présent en solution solide de substitution. Il durcit la ferrite et dégrade sa résistance à la rupture fragile.

- **Le silicium**

Il est nécessaire à la désoxydation en cours d'élaboration. De ce fait, une certaine proportion est fixée sous forme d'oxydes dans les inclusions ; la part non oxydée, et donc en solution solide, participe au durcissement de la ferrite.

- **Nickel**

Le nickel peut-être présent pour affiner la structure, en augmentant la trempabilité, et pour améliorer la résistance à la rupture fragile.

- **Chrome et molybdène**

Ils participent à la formation de la cémentite de la perlite, voir de carbures spécifiques, ils augmentent la trempabilité. Ils améliorent les caractéristiques de résistance à la température ambiante et à chaud.

- **Niobium et vanadium**

Ils participent à la formation de carbures et carbonitrures. Ces précipités très fins, bien dispersés dans la ferrite, engendrent un durcissement important qui est utilisé pour la fabrication des aciers à haute limite d'élasticité. A teneur en carbone identique, le durcissement obtenu est important ; à caractéristiques de résistance identique, on peut diminuer la teneur en carbone [4].

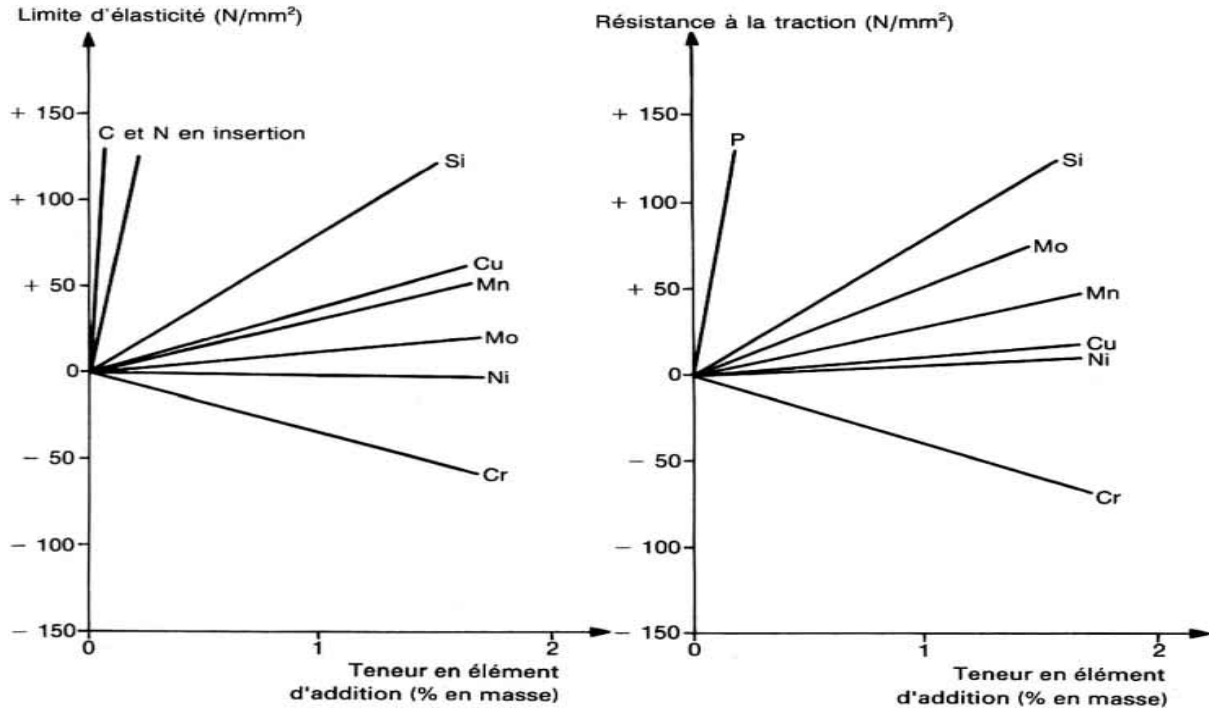


Figure I.2- Influence des éléments en solution solide sur les propriétés de la ferrite [2].

I.7 Traitement thermique

Les divers procédés de traitement thermique ont pour but le durcissement ou l'adoucissement du métal. Plusieurs procédés permettent d'aboutir à un même résultat mais, en général, l'un d'eux seulement est plus économique ou plus sûr [5].

Les principaux paramètres de ces procédés sont :

- La composition du matériau traité ;
- La température de maintien ;
- Le temps de maintien ;
- Les vitesses de chauffage et /ou de refroidissement ;
- L'atmosphère ou le milieu de traitement ;
- La profondeur de matière traitée[6].

I.7.1 Le recuit

Le but de ce traitement est d'amener le métal dans un état d'équilibre le plus complet possible. Il agit sur la structure du métal en lui donnant une structure micrographique correspondant au diagramme d'équilibre. Suivant le but à atteindre on peut distinguer plusieurs types de recuits:

I.7.1.1 Recuit d'homogénéisation

A pour effet de combattre les effets de ségrégation chimique et structurale des pièces forgées et des lingots coulés, sa température de chauffage est de $(Ac_3 + 200^\circ C)$.

I.7.1.2 Recuit d'adoucissement

Il s'applique aux pièces trempées pour faciliter leur usinage. Le refroidissement doit être d'autant plus lent que l'acier est riche en carbone.

I.7.1.3 Recuit de stabilisation

Un recuit conduit à la stabilité des formes et des dimensions des pièces par superposition des autocontraintes. Il se pratique au-dessous d' Ac_1 , pour l'ensemble des aciers d'outillage, la température usuelle se situe entre 600 et 700°C.

I.7.2 La trempe

Tremper un acier, c'est le maintenir à la température ambiante dans un état hors d'équilibre. Ce traitement est destiné à donner à l'acier les qualités de dureté et de résistance à l'usure. Pour réaliser une tempe, dans la transformation austénite ~ martensite, la vitesse de refroidissement doit être au moins égale à la vitesse de trempe (V_c). Le choix du mode de refroidissement dépend à la fois de la trempabilité de l'acier et de la forme de la pièce. Les modes les plus fréquemment utilisés sont: l'air libre, l'huile, eau ou le vide.

I.7.3 Le revenu

C'est un traitement thermique appliqué exclusivement aux pièces trempées. Son but est d'atténuer certains effets néfastes de la trempe et en particulier la fragilité de la martensite. D'une manière plus précise, c'est de réaliser un meilleur compromis entre les caractéristiques mécaniques évoluant dans les sens opposés, et ceci en fonction de l'emploi de la pièce traitée. Il consiste en un chauffage et un maintien à une température inférieure à Ac_1 [6].

I.8 Inconvénients et avantages des aciers

Les alliages ferreux définis ci-dessus présentent, par rapport aux autres matériaux métalliques ou non, deux points faibles :

- La densité du fer, de l'ordre de 7,8 est relativement élevée. Ceci conduit donc souvent à des structures plus lourdes pouvant être un inconvénient pour certaines applications telles que l'aéronautique par exemple. Ainsi s'explique la concurrence des alliages d'aluminium, ou des matériaux composites.
- Leur résistance à la corrosion, même à la corrosion atmosphérique, est, sans autre précaution, relativement médiocre ; le fer « rouille ». Cependant, de nombreuses solutions ont été développées pour résoudre ce problème. Des revêtements, tels que galvanisation, peinture, aluminisation améliorent considérablement le comportement des alliages ferreux. Surtout, les aciers inoxydables ont des résistances à la corrosion exceptionnelles, au prix d'addition des éléments d'alliage.

Inversement, les alliages ferreux possèdent trois caractéristiques très favorables et largement utilisées :

- Leurs propriétés mécaniques sont élevées en conservant, toutes choses égales par ailleurs, une bonne ténacité. Pour cette raison, ce sont en général, des matériaux très surs pour la réalisation de structures fortement sollicitées.
- Leur module d'élasticité est très élevé comparé à celui des autres matériaux. Ceci permet la construction de structures rigides, c'est-à-dire présentant de faibles déformations sous l'effet des contraintes.
- De façon générale, le prix des alliages ferreux, et tout particulièrement celui des aciers au carbone, est relativement faible. Ce sont des produits économiques.

On comprend donc qu'en pratique, pour une application donnée, il est nécessaire d'associer ces différentes propriétés pour déterminer l'optimum technico-économique.

On notera que les aciers ne sont concurrencés par les produits plus légers, tel que l'aluminium, le titane ou les composites qu'au prix de surcoûts notables c'est-à-dire dans les cas où le gain de poids peut être largement valorisé [4].

I.9 La corrosion des aciers

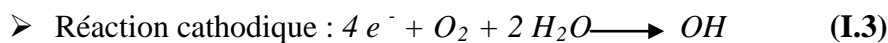
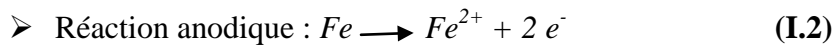
I.9.1 Généralités

La corrosion est le phénomène de dégradation le plus répandu dans les unités de procédés. Il est à l'origine de la majorité des défaillances d'équipements sous pression. Le quart de la production annuelle mondiale d'acier est détruit par la corrosion. Environ cinq tonnes d'acier détruites par seconde du seulement à la corrosion humide.

Dans tous les cas de corrosion d'un acier ou d'une fonte c'est le fer qui est attaqué [13].

I.9.2 Les réactions électrochimiques de la corrosion des aciers

A la surface du métal, il se passe deux réactions



Pour arriver à l'état ferrique, le fer passe par plusieurs étapes, de l'oxyde ferreux hydraté à l'hydroxyde ferreux en hydroxyde ferrique connu sous le nom de rouille.

A noter que selon la vitesse d'oxydation on obtient à la surface du matériau des oxydes de fer plus au moins hydraté et de structures cristallographiques différentes [13].

I.9.3 Diagramme potentiel-pH du fer

Le diagramme de Pourbaix résume les données thermodynamiques et permet de prévoir le comportement électrochimique et de corrosion de n'importe quel métal dans l'eau.

Les principales utilisations de ce diagramme sont :

- prévoir le sens des réactions spontanées (pour pH et E donnée) ;
- estimer la composition des produits de corrosion ;
- prévoir les changements à apporter au milieu pour prévenir ou réduire la corrosion.

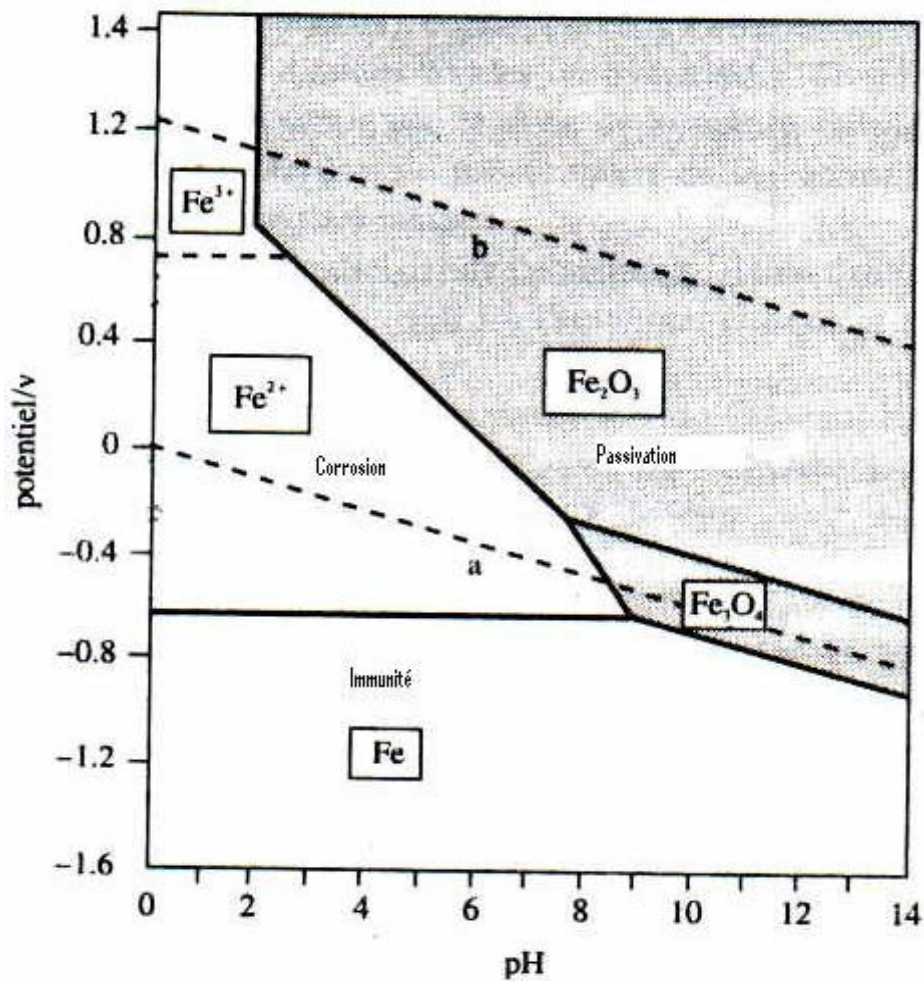


Figure I.3 – Diagramme E-pH du fer [16].

Dans le diagramme simplifié du fer, l'air est divisé en trois domaines

- Domaine de corrosion : ou 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 c'est le domaine de la protection cathodique.

II.10 Influence des paramètres physico- chimique sur l'acier

II.10.1 Influence de la concentration en oxygène

La vitesse de corrosion est proportionnelle à la vitesse de diffusion de l'oxygène. En absence d'oxygène dissout, la vitesse de corrosion des aciers faiblement alliés est négligeable. L'influence de l'oxygène est donnée par la figure suivante :

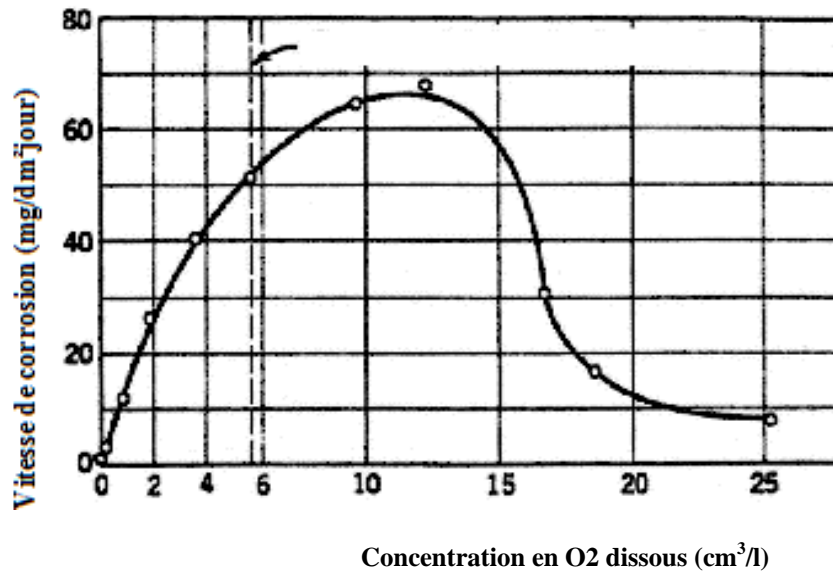


Figure I.4 - Influence de la concentration de l'oxygène dissout sur la vitesse de corrosion [3].

D'après le graphe on remarque que La vitesse de corrosion augmente avec la concentration de l'oxygène dissout jusqu'à une valeur critique, au-delà de laquelle la corrosion diminue, ceci est expliqué par la passivation du fer par l'oxygène [13].

II.10.2 Influence du pH

Le pH est un facteur important dans le phénomène de la corrosion. De nombreuses réactions chimiques ou électrochimiques interviennent dans ce phénomène, dépendent du pH de la solution. La courbe de la figure I.9 illustre l'influence du pH sur la vitesse de corrosion pour le fer.

- Dans le domaine acide $\text{pH} < 4$, la corrosion augmente quand le pH diminue ;
- Dans le domaine $4 < \text{pH} < 10$ on remarque que la vitesse de corrosion est indépendante du pH et dépend seulement de la vitesse à laquelle l'oxygène diffuse vers la surface du métal ;
- Au-dessus du $\text{pH} > 10$ la vitesse de corrosion est indépendante du pH , elle dépend seulement de la vitesse à laquelle l'oxygène diffuse vers la surface du métal [13].

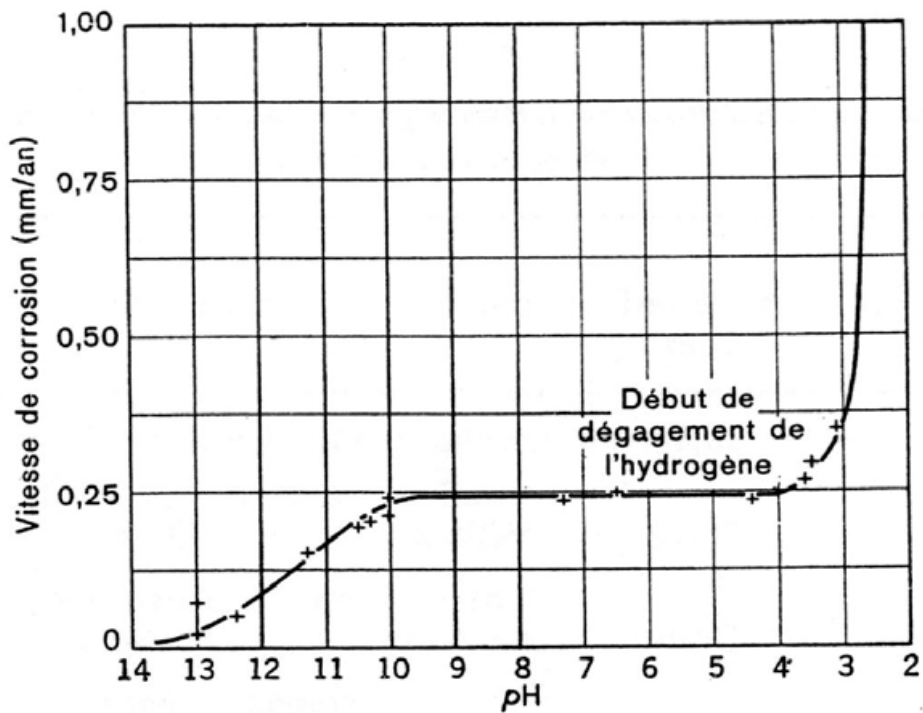


Figure I.5- Influence du pH sur la vitesse de corrosion du fer [3].

II.10.3 Influence des sels dissous

L'influence du chlorure de sodium sur la corrosion du fer dans l'eau saturée d'air et à température ambiante, est montrée sur la figure suivante :

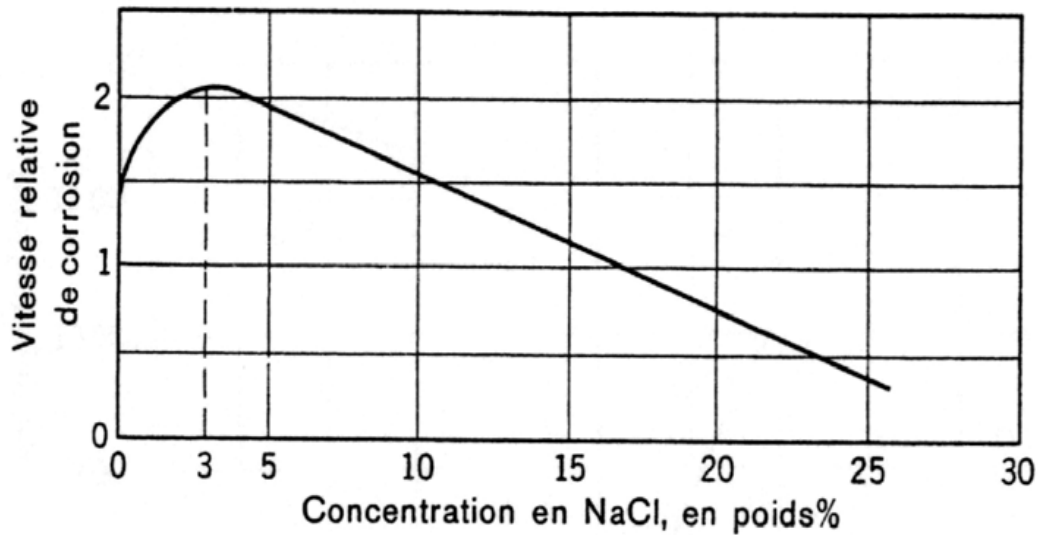


Figure I.6- Influence des sels dissouts sur la vitesse de corrosion [3].

D'après le graphe la vitesse de corrosion croit tout d'abord avec la concentration de NaCl jusqu'à 3% puis elle décroît. Cette diminution de la vitesse de corrosion est liée étroitement à la croissance de la concentration en NaCl et la solubilité de l'oxygène qui diminue avec l'augmentation de la concentration de NaCl. Ceci explique la chute de la vitesse de corrosion aux concentrations élevées de NaCl [13].

CHAPITRE II

LES ALLIAGES D'ALUMINIUM

II.1 Historique

L'aluminium a connu un développement spectaculaire depuis sa naissance en 1854 symbolisé par la présentation à l'Académie des Sciences, par le chimiste français Sainte-Claire Deville, d'un petit lingot réalisé par voie chimique. Mais le véritable début du développement industriel de l'aluminium et de ces alliages se produit en 1886 avec l'invention du procédé d'électrolyse d'aluminium par Paul Héroult en France et Charles Martin Hall aux Etats- unis. L'aluminium est aujourd'hui le premier métal non ferreux ; en tonnage, il a supplanté l'étain dans les années 1920 le plomb dans les années 1940, le zinc puis le cuivre dans les années 1950 (**tableau II.1**).

Tableau II.1 – Production mondiale d'aluminium en (tonnes) [4].

Année 1888	39
Année 1900.....	5 700
Année 1930.....	269 000
Année 1960.....	4 624 000
Année 1993.....	19 816 000
Année 1997.....	21 800 000

Un tel développement repose bien évidemment sur les propriétés particulières de l'aluminium : **léger, tenace, résistant à la corrosion conducteur de la chaleur et de l'électricité et décoratif** ; les alliages d'aluminium se prêtent également à tous les processus de transformation : laminage, filage, matriçage, moulage...etc. Ceci explique qu'ils soient aujourd'hui utilisés dans la plus part des grands marchés industriels : transports terrestres, maritimes ou aérospatial, emballages, bâtiments, etc. [4].

II.2 Principales caractéristiques de l'aluminium

Avec 25 millions de tonnes de consommation mondiale annuelle, l'aluminium occupe la première place de la métallurgie des métaux non ferreux. La production d'aluminium primaire connaît une croissance régulière depuis 1950.

Le développement des applications de l'aluminium et de ses alliages, la croissance régulière et soutenue de la consommation s'expliquent par plusieurs propriétés qui ont autant d'atouts décisifs dans le choix des utilisateurs, en particulier dans le transport, le bâtiment, l'industrie électronique et l'emballage [7].

II.2.1 La légèreté

Les découvreurs d'aluminium avaient été impressionnés par la faible densité de ce métal, soit trois fois moindre que celle des aciers, l'allègement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50% par rapport à une structure équivalente en acier ordinaire ou en acier inoxydable. Cela est possible en tenant

compte du module d'élasticité (le tiers de celui de l'acier), des limites de fatigue des assemblages soudés ou boulonnés en alliages d'aluminium. Pour cela il ne faut pas faire une simple transposition de l'acier à l'aluminium, mais intégrer les propriétés spécifiques de l'aluminium [7].

II.2.2 La tenue à la corrosion

Grâce à la couche d'oxyde qui se forme à leur surface, les alliages d'aluminium sont résistants à la corrosion. Afin d'améliorer ces prédispositions, l'anodisation peut rendre cette couche protectrice plus épaisse et adaptée à l'exposition. Dans ce cas, l'aluminium et ses alliages peuvent être utilisés sans protection supplémentaire dans les revêtements extérieurs de bâtiments. En revanche, dans les milieux corrosifs, les alliages d'aluminium peuvent subir les effets de la corrosion et de la précipitation, aussi la connaissance du milieu dans lequel le produit sera utilisé est un critère déterminant [8].

II.2.3 La conductivité thermique

L'aluminium non allié a une excellente conductivité thermique, de l'ordre de 60% de celle du cuivre, le plus performant des métaux usuels. La conductivité thermique des alliages d'aluminium dépend de leur composition et de leur état métallurgique.

Cette propriété a été à l'origine du remplacement dès la fin du XIX^e siècle du cuivre étamé dans la fabrication des ustensiles de cuisine domestiques et collectifs en alliage d'aluminium.

Dès qu'il est question d'échange thermique, l'utilisation de l'aluminium est toujours envisagée, pourvu bien sûr que le milieu s'y prête quand il s'agit d'échange liquide-liquide ou liquide-gaz [7].

II.2.4 Conductibilité et conductivité électriques

La conductibilité électrique de l'aluminium pur atteint 60% de celle du cuivre. Un conducteur en aluminium, dont la masse est inférieure à celle d'un conducteur en cuivre, dépense moins de calories et a un échauffement moindre.

Les alliages d'aluminium présentent une conductibilité thermique supérieure à l'acier et sont ainsi utilisés pour les moules dans l'industrie de plasturgie [8].

II.2.5 La facilité de mise en œuvre

Pour travailler les alliages d'aluminium, il n'est pas nécessaire, dans la plus part des cas, de disposer d'équipements ou de machines-outils spécifiques. En revanche, il est recommandé d'affecter un atelier pour alliages d'aluminium séparé de celui des aciers et surtout de celui des alliages cuivreux [7].

II.2.6 Le recyclage

L'aluminium est un des métaux dont le recyclage est le plus attractif tant sur le plan énergétique que sur le plan économique.

La refusion de l'aluminium ne représente que 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir du minerai.

L'expérience de plusieurs dizaines d'années de récupération des « vieux métaux » montre que les déchets d'aluminium ont toujours une valeur marchande supérieure à celle de la ferraille [7].

II.3 Propriétés physiques de l'aluminium

Les principales propriétés physiques de l'aluminium non allié sont indiquées dans le tableau II.1.

Tableau II.2-Propriétés physique de l'aluminium [7].

Propriété	unité	valeur	remarque
Numéro atomique		13	
Masse volumique	Kg.m ⁻³	2 698	
Point de fusion	°C	660,45	sous 1 013.10 ⁻³ bar
Point d'ébullition	°C	2 056	sous 1 013.10 ⁻³ bar
Energie interne et massique u	J.kg ⁻¹	3.98 10 ⁵	
Capacité thermique massique C_p	J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	897	à 25 °C
Conductivité thermique	W.m ⁻¹ .K ⁻¹	237	à 27 °C
Résistivité électrique	10 ⁻⁹ Ω.m	26,548	à 25 °C
Module d'élasticité longitudinal E	MPa	69 000	
Coefficient de poisson		0,33	

II.4 Classification

Les alliages d'aluminium peuvent être classés suivant plusieurs méthodes :

Suivant leur composition chimique :

- Aluminium à divers degrés de pureté ;
- Les alliages avec une classification à partir de l'élément d'alliage principal :

Cu, Mg, Mn, Zn, Si.

Suivant le mode de fabrication des demi-produits, on distingue :

- Alliages moulés ;
- Alliages corroyés.

Suivant la possibilité de durcissement par traitement, on distingue :

- Alliages susceptibles de durcissement structural ;
- Alliages non susceptibles de durcissement structural (écrouissage) [9].

II.5 Les familles d'alliages

Les produits en aluminium appartiennent tous à l'une des huit familles d'alliages. Ils sont disponibles sous forme de :

- Produits moulés ;
- Demi-produits corroyés : laminés, filés ou matricés.

Les alliages d'une même famille présentent un ensemble de propriétés communes, par exemple : l'aptitude au moulage, les caractéristiques mécaniques, l'aptitude au filage, la résistance à la corrosion, etc. celles-ci peuvent varier notablement d'une famille à l'autre, si bien qu'il n'est pas toujours possible, ni d'ailleurs souhaitable, pour un usage donné, de changer de famille [7].

Tableau II.3– Familles d'alliages d'aluminium [7].

Elément d'alliage	Famille des moulés	Famille des corroyés
Aucun	10000	10000
Cuivre	20000	20000
Manganèse		30000
Silicium	40000	40000
Magnésium	50000	50000
Magnésium et silicium		60000
Zinc et cuivre	70000	70000

Les alliages industriels sont constitués :

- D'éléments d'alliage ;
- D'éléments d'addition ;
- D'impuretés.

II.5.1 Les éléments d'alliage

Ils sont ajoutés en quantité variant de 1 à 7% (en teneur pondérale) pour les alliages de corroyage et plus, jusqu'à 20% de silicium dans les alliages de moulage [7].

Tableau II.4– Influence des éléments d'alliage [7].

Élément	Influence
Cuivre	Alliage à durcissement structural Améliore les caractéristiques mécaniques Diminue la résistance à la corrosion Diminue la conductivité électrique Facilite l'usinage Rend le soudage très difficile Bonne aptitude aux traitements de surfaces
Manganèse	Alliage à durcissement par écrouissage Améliore les caractéristiques mécaniques Facilite l'emboutissage Bonne tenue à la corrosion
Magnésium	Alliage à durcissement par écrouissage Améliore la tenue à la corrosion Alliage soudable Bonne aptitude aux traitements de surfaces
Silicium	Alliage à durcissement structural, si présence de 0,3 à 0,6% de magnésium Améliore la coulabilité de l'aluminium Diminue l'usinabilité Diminue le coefficient de dilatation linéique Bonne tenue à la corrosion pour les alliages sans cuivre

Silicium+	Alliage à durcissement structural
Magnésium	Améliore les caractéristiques mécaniques Améliore l'aptitude au filage Très bonne tenue à la corrosion Très bonne aptitude aux traitements de surfaces
Zinc	Améliore les caractéristiques mécaniques Alliage soudable s'il n'y a pas d'addition de cuivre Tenue à la corrosion médiocre

II.5.2 Les éléments d'addition

Ils sont ajoutés en plus faible quantité, en général moins de 1% et sont là pour améliorer certaines propriétés telle que la finesse du grain de fonderie, la trempabilité, la soudabilité, etc. Les additions classiques sont le chrome, le manganèse (ces deux éléments améliorent la soudabilité), le nickel (améliore la tenue à chaud), le titane (affinage de la structure de fonderie), le béryllium, le zirconium, le plomb (alliages de décolletage), etc. [7].

La présence de certains éléments dans l'aluminium diminue la masse volumique (par ordre de diminution croissante : B, Si, Be, Mg, Li). D'autres éléments, en revanche, augmentent la masse volumique de l'aluminium (par ordre d'augmentation croissante : Ti, V, Ga, Zr, Zn, Cr, Mn, Fe, Cu, Ni, Pb) [10].

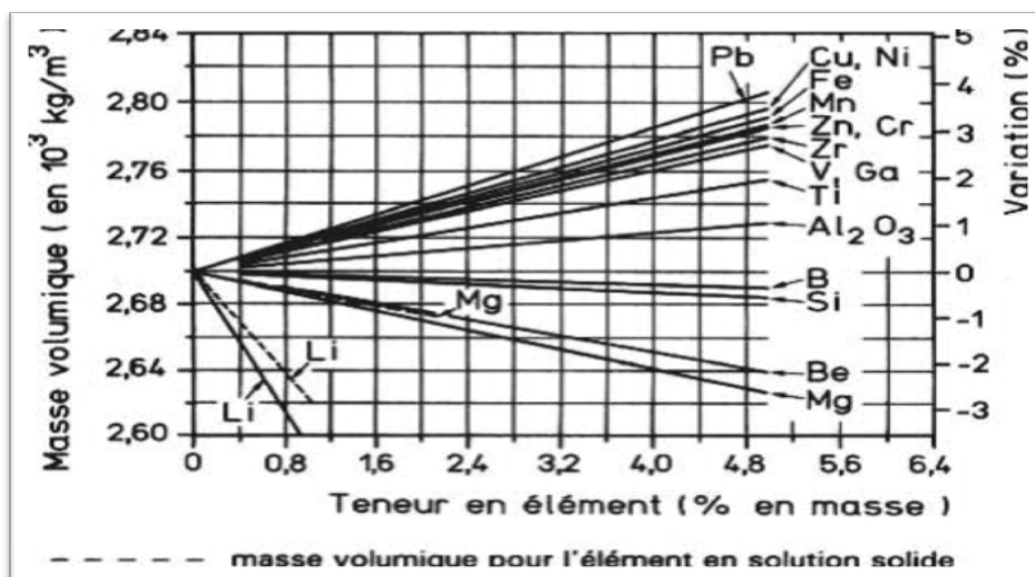


Figure I.1-Influences des éléments d'addition sur la masse volumique de l'aluminium [10].

II.5.3 Les impuretés

Le fer et le silicium sont les deux impuretés majeures de l'aluminium non allié de la famille 1000 dont la teneur totale détermine le titre du métal.

La teneur des impuretés peut varier suivant l'alliage de l'ordre de la ppm dans le raffiné à 1 000-2 000 ppm dans la plupart des alliages de corroyage.

Le niveau des teneurs en impuretés des alliages de moulage peut être plus élevé pour les alliages de seconde fusion [7].

II.6 Les alliages de moulage

On distingue les alliages :

- de premières fusions, élaborés à partir d'aluminium primaire, issus de l'électrolyse ;
- de seconde fusion, (appelés aussi alliage d'affinage). Ils sont élaborés par refusion des déchets récupérés.

Les principaux alliages de moulages sont :

- aluminium non allié, famille 1000 ;
- alliages au silicium, famille 4000 ;
- alliages au cuivre, famille 2000 ;
- alliages au magnésium, famille 5000 ;
- alliages au zinc, famille 7000 [7].

II.7 Les alliages de corroyage

D'un point de vue métallurgique, les familles d'alliages d'aluminium de corroyage se divisent en deux groupes très distincts tant par la gamme de fabrication que par certaines propriétés. Ce sont :

- les alliages à durcissement par écrouissage ;
- les alliages à durcissement structural.

Tableau II.5– Familles d'alliages de corroyage [7].

Mode de durcissement	Famille	Élément d'alliage	Etendue de la teneur (%)	Éléments d'addition	Résistance mécanique R_m (MPa)
Durcissement par écrouissage	1000	Aucun		Cu	50-160
	3000	Manganèse	0,5 à 1,5	Mg, Cu	100-240
	5000	Magnésium	0,5 à 5	Mn, Cr	100-340
	8000	Fer et silicium	Fe : 0,6 à 2 Si : 0,3 à 1		130-190
Durcissement structural	6000	Magnésium et silicium	Mg : 0,5 à 1,5 Si : 0,5 à 1,5	Cu, Cr	200-320
	2000	Cuivre	2 à 6	Si, Mg	300-480
	7000	Zinc et magnésium	Zn : 5 à 7 Mg : 1 à 2	Cu	Sans cuivre 320-350 Avec cuivre 430-600
	4000	Silicium	0,8 à 1,7		150-400

II.8 Le principe du durcissement structural

Les caractéristiques mécaniques maximales de ces alliages sont obtenues par un traitement contenant trois étapes :

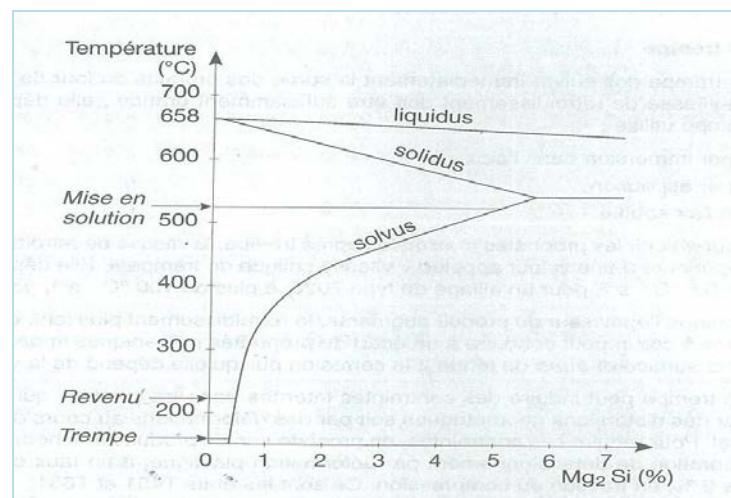


Figure II.2- Séquence du durcissement structural [7].

- un chauffage à une température élevée, définie pour chaque alliage, pour effectuer la mise en solution des éléments d'alliage dans l'aluminium ;
- un refroidissement rapide, appelé « la trempe », en général par immersion dans l'eau à la température ambiante. Il a pour effet de maintenir les éléments d'alliage et d'addition en solution solide sursaturée dans l'aluminium ;
- un maintien :
 - à la température ambiante, autour de 20 °C. C'est la « maturation » ;
 - ou à la température élevée, entre 100 et 200 °C, appelé « revenu ». Il provoque la formation de précipités durcissant à partir de la solution solide sursaturée [7].

II.8.1 La mise en solution

Consiste à porter l'alliage à une température supérieure à la température de solvus de manière à ce que tous les atomes de soluté (éléments d'alliages et d'addition) se retrouvent en solution. La température de mise en solution est généralement comprise entre 400 et 550°C [21].

La durée de mise en solution, comptée à partir du moment où le cœur du demi-produit atteint la température de consigne, doit être suffisante. Elle dépend de l'épaisseur (ou du diamètre) du demi-produit et du type de four (**tableau II.6**) [7].

Tableau II.6- Conditions de traitement thermique de durcissement structural pour du 2024 [7].

alliage	Etat	Mise en solution Température (°C)	Milieu de trempe	Maturation durée minimale (j)
2024	T3	495± 5	Eau ≤ 40 °C	4

L'épaisseur de l'échantillon de travail est de 10mm d'où la durée de sa mise en solution est indiquée ds le tableau II.7.

Tableau II.7- Durée de mise en solution [7].

Epaisseur ou diamètre (mm)	Durée minimale de maintien en température (min)	
	Four air	four bain de sel
6,25-12,0	20	10

II.8.2 La trempe

La trempe doit suivre immédiatement la sortie des produits du four de mise en solution.

La vitesse de refroidissement doit être suffisamment grande, elle dépend du mode de trempe utilisé :

- par immersion dans l'eau;
- par aspersion;
- à l'air soufflé.

C'est un refroidissement suffisamment rapide après mise en solution, de manière à empêcher la décomposition de la solution solide en précipités d'équilibre grossiers. Une solution solide sursaturée dite de « substitution » est ainsi obtenue, dans laquelle les atomes de soluté sont positionnés aux nœuds du réseau CFC de l'aluminium [21].

II.8.3 La maturation

Ou vieillissement naturel est le maintien, après la trempe, à température ambiante ou inférieure. Cette étape permet une décomposition lente de la solution solide sursaturée et la formation de petits amas d'atomes de soluté, les zones de « Guinier-Preston » ou GP. L'étape de maturation peut s'accompagner d'un écrouissage (ou traction contrôlée) de 1 à 2% de déformation du matériau de manière à relaxer les contraintes et à augmenter la densité de lacunes par déformation plastique et donc à augmenter la densité des sites de germination des précipités durcissants [21].

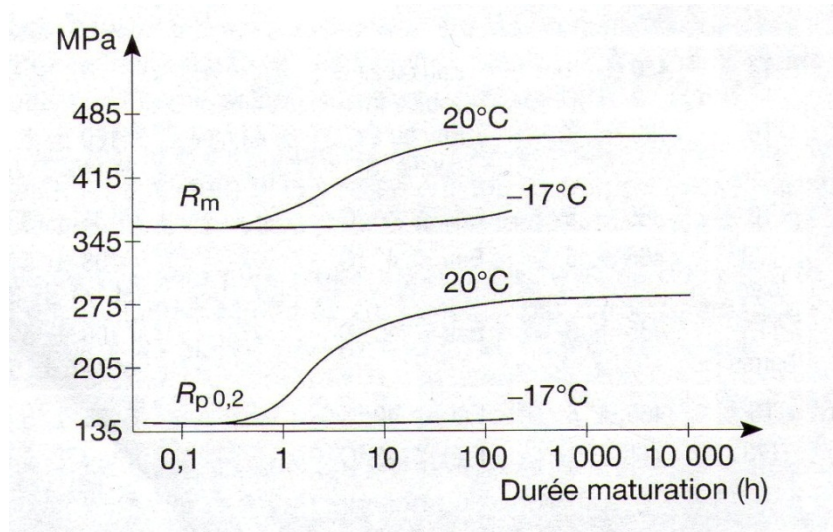


Figure II.3- Influence de la température sur la maturation du 2024 [7].

II.8.4 Le revenu

C'est un chauffage ultérieur à des températures inférieures aux températures de mise en solution, typiquement de l'ordre de 100 à 200°C. Cette étape permet d'accélérer les phénomènes de décomposition de la solution solide sursaturée et donc la précipitation, responsable du durcissement de l'alliage [21].

Au cours du revenu il y a précipitation abondante d'éléments durcissants qui sont les composés intermétalliques : Al_2CuMg pour le 2024.

Cette précipitation se traduit par une augmentation des propriétés mécaniques. Le durcissement est fonction de la température et de la durée de maintien.

Les conditions de revenu : température, durée, temps d'attente entre trempe et revenu, sont propres à chaque alliage. Au cours d'un revenu isotherme, l'évolution de la résistance mécanique en fonction du temps prend l'allure d'une courbe en forme de cloche (figure II.4) avec un maximum pour la durée t [7].

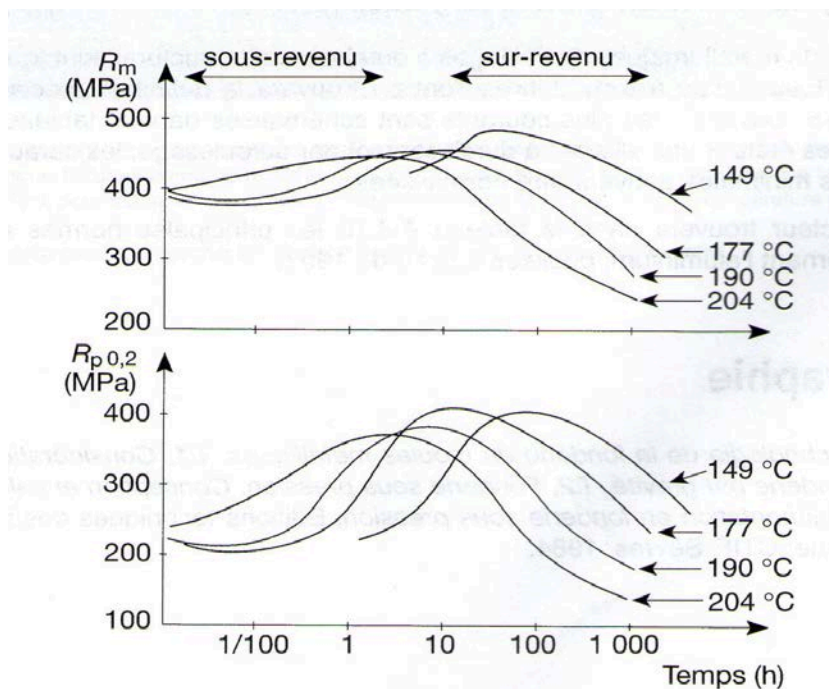


Figure II.4- Courbes typiques de revenu : cas 2024 [7].

II.9 Désignation des états métallurgiques

Les états métallurgiques des alliages à durcissement structural sont tous désignés par la lettre T suivi d'un à cinq chiffres dont on trouvera la définition précise dans la norme EN 515 dans le tableau II.8.

Tableau II.8 – Définition de l'état métallurgique suivant la norme EN515 [7].

Etat	Mise en solution	Traction contrôlée	Ecroûissage	Maturation	Revenu normal	Surrvenu
T3						
T351						
T4						
T6						
T7351						
T8						

II.10 Diagramme d'équilibre du système Aluminium-Cuivre

Le diagramme d'équilibre Al-Cu est présenté à la figure II.5. Au point eutectique, le liquide est en équilibre avec une solution solide contenant 5,7 % en masse de cuivre et le composé CuAl_2 [22].

Il nous indique qu'entre 500 et 580°C, l'alliage Al—4%Cu est monophasé : le cuivre fait dans l'aluminium une solution solide désordonnée de substitution. En dessous de 500°C l'alliage devient biphasé $\alpha + \text{Al}_2\text{Cu}$. Au fur et à mesure que la température diminue, la proportion d' Al_2Cu augmente. A la température ambiante, les proportions d'équilibre sont de 93% de phase α de 7% d' Al_2Cu [14].

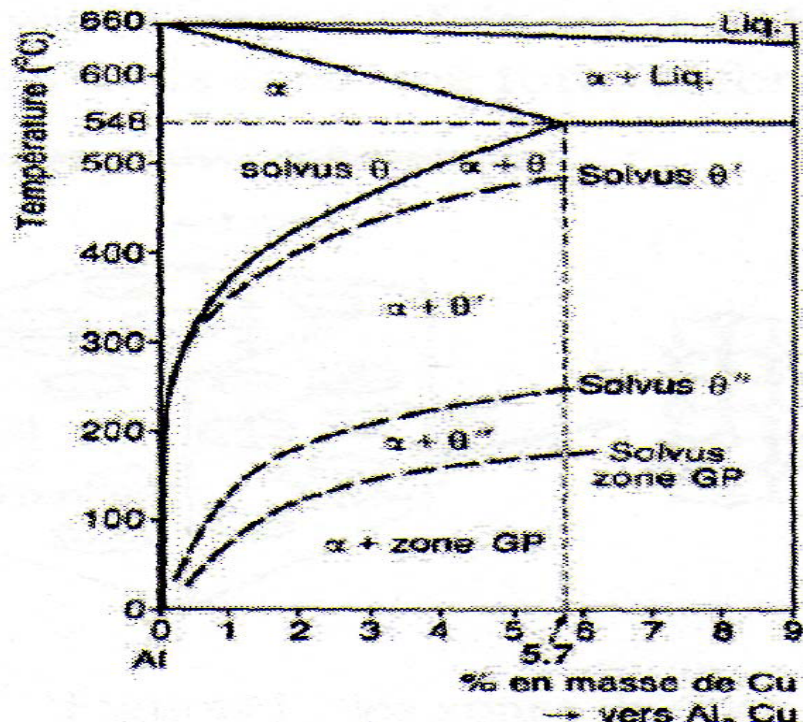


Figure II.5-Diagramme d'équilibre de phases stables et métastables du système Al-Cu [22].

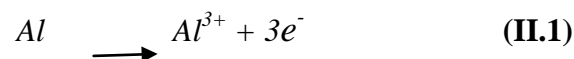
II.11 La corrosion de l'aluminium et ses alliages

II.11.1 Généralités

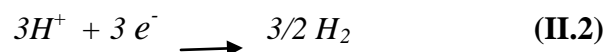
Bien que très réactif et ayant une grande affinité pour l'oxygène, l'aluminium et la plupart de ses alliages développent une grande résistance aux corrosions, qu'il s'agisse de corrosion atmosphérique, aqueuse ou de corrosion par les huiles et d'autres produits chimique. Le revêtement naturel de l'aluminium, constitué d'une couche d'oxyde qui rend le métal inerte, représente une protection face aux attaques de l'air, de la température de l'humidité, et face à certaines agressions chimiques. Même si elle est grattée, cette couche d'oxyde d'aluminium se reforme très rapidement. [9].

II.11.2 Les réactions électrochimiques de la corrosion de l'aluminium

L'oxydation de l'aluminium dans l'eau a lieu suivant la réaction :



Cette réaction est équilibrée par une réduction simultanée des ions présents pour capter les électrons ainsi libérés ;



La corrosion de l'aluminium dans un milieu aqueux est la somme des deux réactions électrochimiques d'oxydation et de réduction ;



La corrosion de l'aluminium se traduit par la formation d'alumine qui est insoluble dans l'eau et précipite sous forme d'un gel blanc [7].

II.11.3 Diagramme potentiel-pH de l'aluminium

L'aluminium et certains de ses alliages, sont de plus en plus utilisés dans la construction navale et la fabrication de réservoirs d'eau. Il est donc intéressant de considérer le diagramme de corrosion de ces métaux.

L'aluminium est un métal très négatif ($E = -1,66 \text{ V}$ à l'état actif ; $E = -0,7 \text{ V}$ à l'état passif). On voit qu'un léger abaissement de la négativité de ce métal et de ses alliages (protection cathodique) permettra de maintenir le métal dans un domaine de passivité cathodique [11].

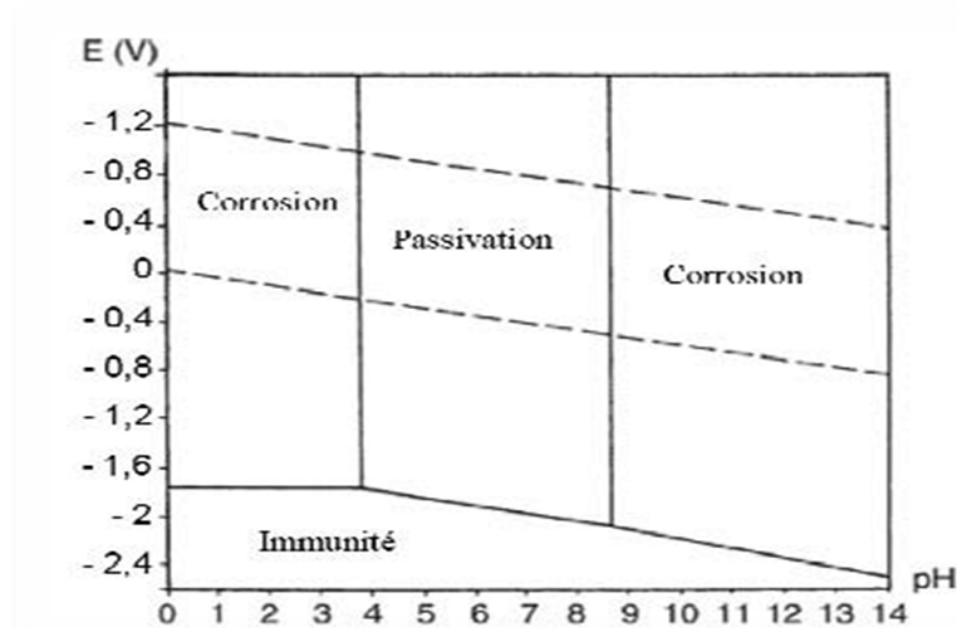
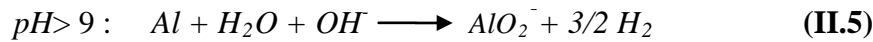


Figure II.6- Diagramme de Pourbaix du système Al-H₂O à 25°C dans les cas d'une passivation par l'hydrargillite Al₂O₃, H₂O [21].

Il apparaît trois domaines définissant trois états possibles de l'aluminium dans l'eau à 25°C :

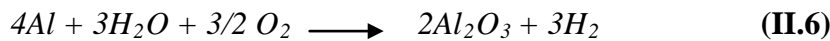
- La corrosion ou dissolution de l'aluminium, correspondant à un degré d'oxydation +III. Ce domaine est défini pour des valeurs de *pH* inférieures à 4 et supérieures à 9. L'importante concentration en *H*⁺ ou en *OH*⁻ permet respectivement les réactions électrochimiques (II.4) et (II.5):





La concentration en espèces dissoutes est par définition supérieure à 10^{-6} M.

- Le domaine de passivation est compris entre les pH 4 et 9, et est déterminé par la stabilité de l'oxyde ou hydroxyde d'aluminium au degré d'oxydation $+III$. Les faibles concentrations en H^+ et OH ne permettant pas les réactions (II.4) et (II.5), la formation du film d'oxyde est la réaction prédominante :



La concentration en espèces dissoutes est par définition inférieure à 10^{-6} M.

- L'immunité est le domaine de stabilité de l'aluminium au degré d'oxydation zéro. Il correspond à des potentiels très négatifs, qu'il n'est pas possible d'atteindre en solution aqueuse. La concentration en espèces dissoutes est par définition inférieure à 10^{-6} M.

Les diagrammes de Pourbaix ne tiennent compte que des équilibres thermodynamiques et en aucun cas des aspects cinétiques. Ils ne rendent donc pas compte des vitesses de corrosion [21].

II.11.4 Comportement électrochimique de l'aluminium

Le comportement électrochimique de l'aluminium est influencé par le film d'oxyde naturel qui régit la tenue à la corrosion de l'aluminium. Le potentiel qu'on mesure sur l'aluminium n'est pas celui du métal, mais un potentiel mixte entre le film d'oxyde et le métal. Il n'est pas possible de mesurer celui du métal du fait que le film d'oxyde se reforme instantanément en milieu oxydant dont l'eau, en une fraction de seconde, le millième et même moins [9].

II.12 Influence des paramètres physico- chimiques sur l'aluminium

II.12.1 Rôle du film d'oxyde

La très bonne tenue à la corrosion de l'aluminium et ses alliages est due à la présence permanente sur le métal d'un film continu d'oxyde d'aluminium appelé « alumine » qui le rend « passif » à l'environnement. Ce film se forme dès que le métal est mis au contact d'un milieu oxydant : l'oxygène de l'air, l'eau.

Bien qu'il ait une très faible épaisseur, entre 5 et 10 nanomètres, ce film d'oxyde constitue une barrière entre le métal et le milieu environnant. Sa stabilité physico-chimique a donc une très grande importance sur la résistance à la corrosion de

l'aluminium et de ses alliages. Elle dépend, en particulier, des caractéristiques du milieu [4].

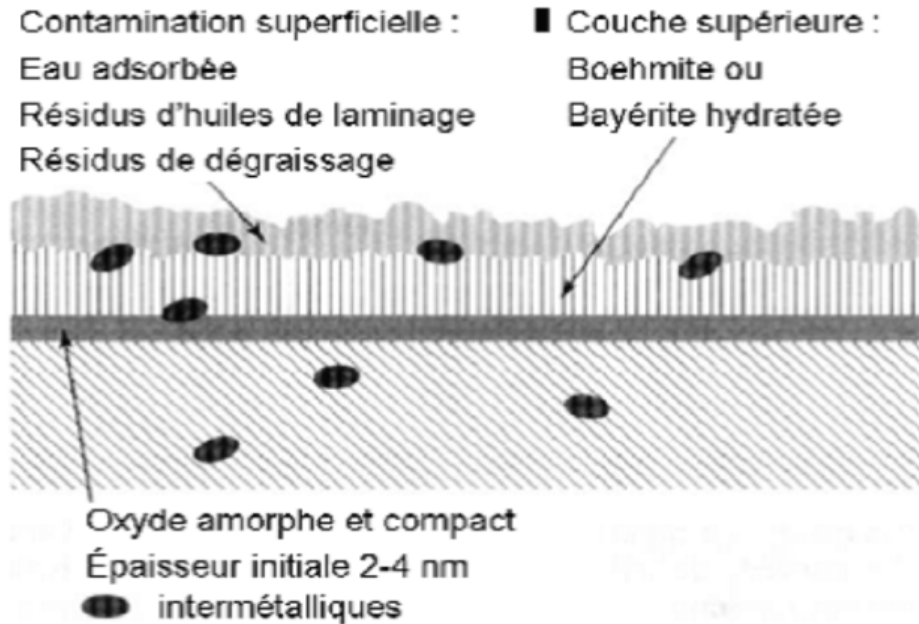


Figure II.7- Couches et adsorption sur le film d'oxyde d'aluminium [21].

II.12.2 Influence du pH

Notamment, la vitesse de dissolution de ce film d'oxyde dépend du pH du milieu corrosif. Elle est très forte en milieu acide et en milieu alcalin, mais elle est faible, et à son minimum dans les milieux proches de la neutralité pH 5 à 9. Les eaux naturelles : de rivière, de source, de pluie, de distribution ont un pH généralement voisin de 7. L'eau de mer a un pH voisin de 8. Le film d'oxyde est donc très stable dans tous ses milieux. C'est ce qui explique la très grande longévité de toiture, du matériel de signalisation routière..., en alliage d'aluminium non protégé, exposé aux intempéries.

II.12.3 Influence de l'acide et de la base ou des sels dissous

La nature de l'acide, de la base ou des sels dissous a un rôle prépondérant.

Les hydracides, tels que l'acide chlorhydrique, l'acide sulfurique, attaquent fortement l'aluminium et ses alliages. La vitesse d'attaque augmente avec la concentration ; par contre, l'acide nitrique concentré n'a pas d'action sur l'aluminium et ses alliages. Par sa fonction oxydante, il contribue même à renforcer très légèrement la couche d'oxyde naturel.

C'est également vrai en milieu alcalin : la soude caustique et la potasse, même à faible concentration, attaquent l'aluminium et ses alliages. Par contre, à pH identique les solutions d'ammoniaques n'ont qu'une action très modérée sur l'aluminium et ses alliages [4].

CHAPITRE III

ASPECT

ELECTROCHIMIQUE

III.1. Généralités

Au contact d'eau ou de solution aqueuse, les matériaux métalliques sont thermodynamiquement instables, particulièrement en présence d'oxydants, et leur tendance naturelle à s'oxyder donne lieu à la corrosion dite « aqueuse ». Cette oxydation se produit soit par dissolution du matériau dans le milieu aqueux, soit par la formation d'oxydes, d'hydroxydes ou d'oxyhydroxydes plus ou moins complexes adhérents ou non aux surfaces corrodées. Ceci se traduit par une perte de matière qui peut affecter les propriétés d'usage des installations souvent par la perte de leurs propriétés mécaniques.

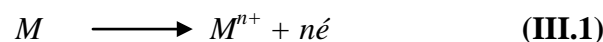
Dans la majorité des cas pratiques, les matériaux métalliques ne doivent leur survie qu'à une cinétique d'oxydation limitée par la formation sur leur surface de films oxydés minces et adhérents qui ralentissent les processus d'oxydation parfois jusqu'à les rendre parfaitement négligeables à l'échelle de la durée de vie des matériels ; les matériaux travaillant dans ces conditions sont dits « passivables » ; c'est le cas des alliages d'aluminium.

L'étude de la corrosion aqueuse des matériaux métalliques est donc l'étude des réactions et processus associés qui conduisent, suivant les circonstances à la résistance ou à la dégradation des matériaux au contact du milieu aqueux, ces réactions dépendent à la fois du milieu en présence, de sorte que, quand on traite un problème de corrosion, il n'est pas possible de raisonner seulement en termes de matériau ou de milieu mais uniquement de couple matériau / milieu [12].

III.2 Les réactions électrochimiques élémentaires de la corrosion

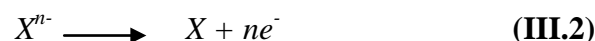
La corrosion d'un métal est le résultat de deux réactions simultanées et équilibrées en charges électriques :

- L'oxydation du métal est une perte d'électrons, suivant la réaction fondamentale :



Elle se traduit par un courant anodique i_a qui circule dans le sens : Métal Solution.

- La réduction d'un ion présent dans la solution aqueuse suivant la réaction fondamentale :



Elle se traduit par un courant cathodique i_k qui circule en sens inverse :
Solution \longrightarrow Métal.

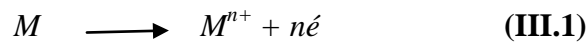
Les réactions d'oxydation et de réduction se déroulent à la surface du métal sur des sites séparés. La surface où a lieu l'oxydation est l'anode, qui se charge négativement : en lui attribue le signe (-) et le courant qui en résulte est dit anodique. La réduction a lieu sur une surface cathodique appelée la cathode, on lui attribue le signe (+) et le courant de réduction est un courant cathodique [7].

III.3 Couche double à l'interface métal /électrolyte

Plongeons un métal dans un électrolyte ionisant inerte. Les ions du réseau métallique tendent à passer en solution et laissent le métal chargé négativement par ses électrons.

Ce passage s'effectue jusqu'à ce que la charge des électrons s'oppose à celles des ions positifs.

Il s'établit alors un équilibre réversible entre le métal, ses ions et ses électrons.



Ce phénomène se traduit par la création à l'interface métal /électrolyte d'une double couche électrochimique responsable de l'existence d'un potentiel du métal dans l'électrolyte

Ce potentiel dépend

- De la nature du métal ;
- De la nature de la solution électrolytique [13].

III.3 Notion de potentiel

III.3.1 Tension d'électrode

La double couche est responsable de l'existence d'un potentiel du métal dans l'électrolyte.

Par convention le potentiel métal/solution est donné par :

$$\Delta\varphi_{abs} = \varphi_M - \varphi_S \quad (\text{III.4})$$

Le potentiel absolu métal/solution ne peut être mesuré expérimentalement car la mesure du potentiel du liquide implique l'immersion d'une électrode solide et donc la création d'une autre double couche dont la différence de potentiel inconnue s'ajoute à la différence du potentiel recherchée.

On a donc recours à une mesure relative par rapport à une électrode dite électrode de référence, dont le potentiel absolu est invariable car fixé par un équilibre électrochimique, à l'aide de cette électrode, on mesure des potentiels relatifs [12].

$$E_{ESH} = \Delta\varphi_{\text{métal/solution}} - \Delta\varphi_{\text{platine /solution de référence}} \quad (\text{III.5})$$

III.3.2 électrode de référence

L'électrode de référence est constituée par une demi pile soumise à un processus réversible d'oxydo-réduction c'est-à-dire métal/solution normale d'un sel du métal. Elle possède son propre potentiel normal.

L'électrode standard à hydrogène a été choisi arbitrairement comme électrode de référence et ayant un potentiel égal à zéro.

Dans la pratique on utilise des électrodes de référence plus simples, telles que l'électrode Cu/CuSO₄, Ag/AgCl, au Calomel, dont on connaît les potentiels respectifs [13].

III.4 Mesure des potentiels standards

Une électrode métallique plongée dans un électrolyte est assimilable à une demi-pile. Son potentiel ne peut se mesurer physiquement, en effet on ne peut mesurer que la différence de potentiel d'une pile. Dans notre cas cette pile sera constituée par la chaîne électrochimique constituée de l'électrode métallique à étudier, plongée dans l'électrolyte, et d'une électrode de référence également au contact de l'électrolyte [12].

Tableau III - Potentiel standard de quelques métaux par rapport à l'électrode standard à hydrogène [13].

ELECTRODE	Couple redox	Potentiel en volt par rapport à l'électrode d'hydrogène
Or	Au/Au ⁺³	+ 1.42
Platine	Pt /Pt ⁺²	+ 1.20
Argent	Ag/Ag ⁺	+ 0.80
Mercure	Hg /Hg ²⁺	+ 0.79
Oxygène		+ 0.40
Cuivre	Cu/Cu ⁺²	+ 0.34
Hydrogène		00

Plomb	Pb/Pb ⁺²	-0.13
Etain	Sn/Sn ⁺⁺	-0.14
Nickel	Ni/Ni ⁺²	-0.23
Cobalt	Co/Co ⁺²	-0.30
Cadmium	Cd /Cd ⁺²	-0.40
Fer	Fe /Fe⁺²	-0.44
Chrome	Cr/Cr ⁺³	-0.60
Zinc	Zn/Zn ⁺²	-0.76
Aluminium	Al /Al⁺²	-1.66
Magnésium	Mg/Mg ⁺²	-2. 34

III.5 Potentiel d'équilibre

Dans le cas où le métal est plongé dans une solution normale d'un de ses ions, on peut en utilisant les lois de la thermodynamique, calculer ce potentiel d'équilibre, ce potentiel a une valeur déterminée pour un métal donné.

Dans le cas d'une électrode simple dont laquelle ne se produit qu'une seule réaction électrochimique, en l'absence de toute source externe de courant cette réaction ne peut se trouver qu'à l'équilibre faute de quoi la neutralité électrique du métal et de la solution ne pourrait pas être respectée ; le potentiel prend la valeur du potentiel d'équilibre de la réaction électrochimique [12].

- **Loi de NERST**

Elle relie la valeur du potentiel d'équilibre thermodynamique à celle de son potentiel standard et du logarithme de l'activité des espèces électro-actives solubles.

La loi de NERST s'applique et précise la valeur du potentiel [13].

$$E = E_0 + \frac{RT}{nF} \log [a] \quad \text{(III.6)}$$

Avec:

E : potentiel du couple redox ;

E_0 : potentiel standard (mesuré généralement par rapport à l'électrode d'hydrogène) ;

R : Constante des gaz parfait ;

T : température absolue ;

F : constante de FARADAY ;

n : nombre d'électrons mise en jeu ;

a : activité.

Si le milieu est quelconque et que l'électrode n'est alors plus réversible thermodynamiquement, ce qui est toujours le cas en corrosion, le potentiel mesuré n'est plus un potentiel d'équilibre il est appelé potentiel de corrosion ou potentiel d'abandon ou potentiel libre.

La température ayant souvent une influence non négligeable sur la valeur du potentiel, la mesure doit être faite dans des conditions bien contrôlées [18].

• Loi de faraday

Selon la loi de Faraday, lorsque n_i moles d'une substance quelconque régisse, une charge électrique proportionnelle, Q , passe à travers l'interface électrode-électrolyte :

$$Q = n F n_i \quad (\text{III.7})$$

Ici désigne une constante universelle, appelée la constante de Faraday : $F = 96485$ C/mole.

Le nombre de charges n , adimensionnel exprime le coefficient stœchiométrique des électrons dans l'équation de la réaction d'électrode.

En dérivant l'équation (III.7) par rapport au temps, on obtient la loi de Faraday sous sa forme la plus utilisée :

$$I = n F dn_i/dt \quad (\text{III.8})$$

Où $dQ/dt = I$ représente l'intensité du courant électrique en ampères, dn_i/dt représente une vitesse de réaction, en mole/sec.

La loi de Faraday exprime donc que la vitesse d'une réaction d'une électrode est proportionnelle à l'intensité du courant électrique à travers l'interface électrode-électrolyte [16].

III.6 Potentiel de corrosion

Comme celle de tout potentiel mixte, la valeur du potentiel de corrosion ne correspond à aucun équilibre thermodynamique. En général, elle peut être déterminée par voie expérimentale, à l'aide d'une électrode de référence et d'un millivoltmètre à haute impédance, le potentiel mixte E_{cor} est désigné sous le nom de potentiel de corrosion, ou encore le potentiel libre. Le courant anodique correspond i_{corr} appelé courant de corrosion, est proportionnel à la vitesse de corrosion spontanée V_{corr} du matériau dans le milieu considéré [14].

III.7 Polarisation et surtension d'une électrode

Lorsque dans un système métal/milieu, une seule réaction d'électrode se produit à la surface, il s'agit d'un système d'électrode simple. Le potentiel au repos correspond au potentiel que prend spontanément une électrode, en l'absence d'un courant externe. Pour une électrode simple, le potentiel au repos équivaut au potentiel réversible, E_{rev} [15].

Si le potentiel d'une électrode diffère du potentiel au repos, un courant électrique traverse l'interface électrode-électrolyte. La surtension η correspond à l'écart entre le potentiel d'électrode et le potentiel réversible d'une réaction d'électrode.

$$\eta = E - E_{rev} \quad (\text{III.9})$$

Lorsque plusieurs réactions d'électrode ont lieu simultanément dans un système métal/électrolyte, il s'agit d'un système d'électrode mixte. Dans le cas d'électrode mixte, le potentiel au repos équivaut au potentiel de corrosion E_{corr} . Au passage de courant, le potentiel que prend l'électrode diffère du potentiel de corrosion. Cet écart de potentiel est appelé polarisation ξ .

$$\xi = E - E_{corr} \quad (\text{III.10})$$

Généralement le processus électrochimique est caractérisé par trois types distincts de polarisation. La polarisation totale est la somme de ces polarisations :

$$E_{app} - E_{eq} = \eta_{act} + \eta_{conc} + iR \quad (\text{III.11})$$

η_{act} : est la surtension d'activation qui est une fonction complexe décrivant la cinétique du transfert de charge des processus électrochimiques. La surtension d'activation (η_{act}) est prédominante aux faibles valeurs de polarisation en courants ou en potentiels.

η_{conc} : est la surtension de concentration qui est une fonction qui décrit les limitations du transport de masse liées aux processus électrochimiques. La surtension de concentration est prédominante aux polarisations élevées en courants ou en potentiels.

iR : est la polarisation de résistance, elle correspond à la formation d'un film à la surface de l'électrode. Cette polarisation est souvent assimilée à une chute ohmique [15, 16].

III.8 loi de Butler Volmer

Dans le cas d'une réaction électrochimique entre une espèce oxydée Ox et une espèce réduite Red :



Les cinétiques des réactions cathodique (réduction) et anodique (oxydation) s'écrivent :

$$V_a = k_a C_{red} \exp(-\Delta G_a/RT) \text{ ou } i_a = nFk_a C_{red} \exp(-\Delta G_a/RT) \quad (\text{III.13})$$

$$V_c = k_c C_{ox} \exp(-\Delta G_c/RT) \text{ ou } i_c = nFk_c C_{ox} \exp(-\Delta G_c/RT) \quad (\text{III.14})$$

Où les indices a et c se rapportent, respectivement, aux réactions anodique et cathodique et i est la densité de courant correspondant à la vitesse de réaction V .

A l'équilibre

($E = E_{eq}$), les énergies d'activation ΔG_c et ΔG_a sont égales, les réactions anodique et cathodique ont la même cinétique i_0 et le courant total traversant l'interface est nul. Le courant i_0 est appelé courant d'échange :

$$i_0 = nFk_a C_{red} \exp(-\Delta G_0/RT) = nFk_c C_{ox} \exp(-\Delta G_0/RT) \quad (\text{III.15})$$

Hors équilibre

($E \neq E_{eq}$), les cinétiques des réactions anodique et cathodique ne sont plus égales car l'écart à l'équilibre modifie de façon différente chacune de leurs énergies d'activation. La surtension anodique diminue l'énergie d'activation de la réaction anodique et augmente celle de la réaction cathodique, ce qui a pour conséquence un courant résultant positif, à l'opposé, une surtension cathodique induit un courant résultant négatif. On retrouve la relation de Doder qui peut se mettre ici sous la forme :

$$i \eta < 0 \quad (\text{III.16})$$

L'existence d'une surtension η a pour conséquence une variation $nF\eta$ de l'affinité de la réaction électrochimique. Le modèle courant postule que cette variation d'affinité se répartit entre les énergies d'activation ΔG_a et ΔG_c :

$$\Delta G_a = \Delta G_0 - \alpha nF\eta \quad \text{et} \quad \Delta G_c = \Delta G_0 + (1-\alpha) nF\eta \quad \text{(III.17)}$$

Où α est le coefficient de transfert. Il représente approximativement la localisation du complexe activé entre la surface du métal et le plan externe de Helmholtz dans ces conditions le courant total de réaction devient :

$$i = i_0 \exp(\alpha nF\eta/RT) - i_0 \exp[-(1-\alpha) nF\eta/RT] \quad \text{(III.18)}$$

Où :

$$i = i_0 \exp(\alpha nF(E-E_{eq})/RT) - i_0 \exp[-(1-\alpha) nF(E-E_{eq})/RT] \quad \text{(III.19)}$$

Ce qui est une forme de loi dite de Butler-Volmer [12].

III.9 Les courbes de polarisations

La densité de courant mesurée en fonction du potentiel donne une courbe de polarisation qui renseigne sur la cinétique des réactions d'électrode en jeu. Selon la méthode employée, contrôle du potentiel ou contrôle du courant on obtient respectivement les courbes de polarisation potentiostatique $i = f(E)$ ou galvanostatique $E = f(i)$ [16].

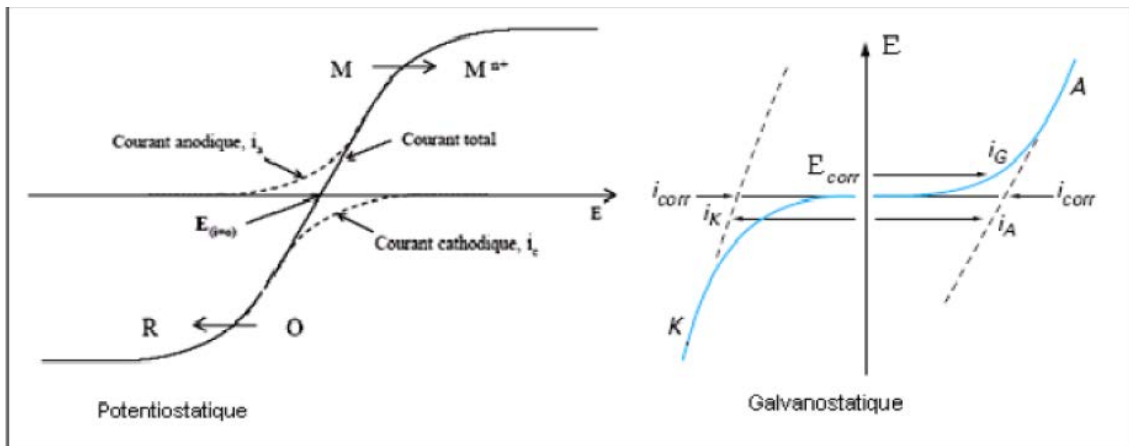


Figure III.1–Courbe de polarisation $E=f(i)$ [20].

Pour tracer les courbes de polarisation, on utilise un appareil appelé potentiostat. Les courbes de polarisation sont déterminées en appliquant un potentiel entre une électrode de travail (ET) et une électrode de référence (ER). Un courant stationnaire s'établit après un certain temps (quelques minutes à quelques heures) et il est mesuré entre l'électrode de travail et une contre électrode (électrode auxiliaire EA) [17].

III.10 Morphologie de corrosion

Le comportement à la corrosion d'un matériau en service dépend d'une multitude de facteurs :

- Composition chimique et microstructure du métal ;
- Composition chimique de l'environnement ;
- Paramètres physiques (température, convection irradiation etc.. .) ;
- Sollicitation mécanique (contrainte choc frottement).

La résistance à la corrosion n'est donc pas une propriété intrinsèque du métal, mais plutôt une propriété de l'interface/milieu, d'où la nécessité de caractériser la composition chimique et la microstructure de celle-ci, ainsi que son comportement électrochimique. La corrosion dépend donc d'un système extrêmement complexe, dont les effets se manifestent en pratique, sous une multitude d'aspects, parfois inattendus [16].

III.10.1 La corrosion générale ou corrosion uniforme

C'est une forme de corrosion dans laquelle la perte de métal est, à peu près, uniformément répartie sur l'ensemble de la surface exposée au milieu.

Elle peut se produire sur une surface « nue » et l'on parle alors de surface active ou de métal actif mais souvent elle se produit sur une surface protégée par une couche superficielle d'oxydes ou d'hydroxyde, fine mais continue, formée par oxydation du métal et appelée film passif.

Ce type de corrosion est le plus facile à mesurer. Le taux de corrosion est donné en plusieurs unités. La plus répandue est : mm/an donnée par [12] :

$$\text{Taux de corrosion en mm/an} = \frac{\text{Masse perdue(g) pendant } t \text{ (heure)} \times 8750}{\text{Surface (mm}^2\text{)} \times \text{densité} \times \text{temps (heures)}}$$

III.10.2 Corrosions localisées

On regroupe sous ce terme des formes de corrosion dans lesquelles les pertes de métal n'affectent que certaines zones spécifiques du matériau ; elles affectent surtout les matériaux passivables et peuvent être particulièrement dangereuses car elles sont

souvent très difficiles à détecter avant que les dommages ne soient devenus graves et une évaluation quantitative des dommages est en général difficile.

Les trois formes de corrosion les plus couramment rangées sous le vocable de corrosion localisée sont : la corrosion par piqûre, la corrosion cavernueuse et la corrosion intergranulaire et la corrosion galvanique.

III.10.2.1 La corrosion par piqûre

La corrosion par piqûre peut se produire en tout point de la surface, elle se caractérise par une dissolution très localisée et très rapide de zones de petites dimensions dépassant rarement 1 à 2 mm .Cette corrosion apparait à des températures ambiantes et faibles concentrations de Cl^- , mais les risques sont nettement accrus par :

- Une augmentation de la température, par une augmentation de la teneur en ions Cl^- , Br^- , ClO^- ;
- Par un mauvais état de surface (rayure, amorce d'arc lors du soudage, etc.).

Ce type de corrosion concerne essentiellement les métaux passivables et passe par deux étapes :

L'étape d'amorçage : il est dû à une rupture locale de passivité qui se produit le plus souvent sur des points faibles du film passif ;

L'étape de propagation : la propagation de la corrosion par piqure se produit par dissolution rapide du matériau dans un milieu local très acide et très concentré en chlorure et en cations métalliques hydrolysés.

Si l'attaque est concentrée sur une petite surface du métal (anode), la piqûre obtenue est dite profonde.

Si l'attaque a lieu sur une surface plus grande et pas très en profondeur, la piqûre est dite large.

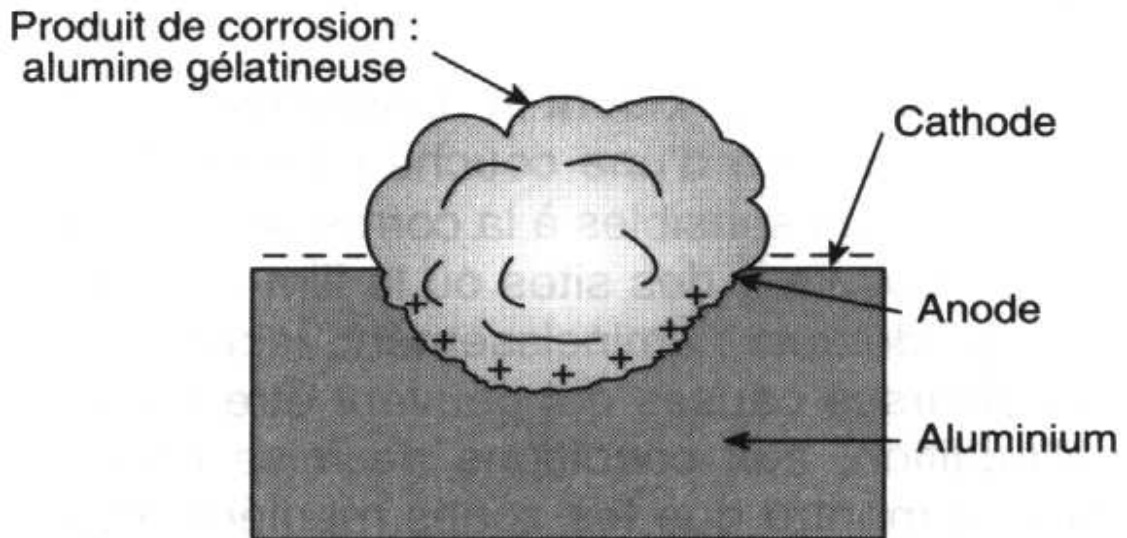


Figure III.2 – Mécanisme de la piqûration de l'aluminium [4].

III.10.2.2 Corrosion par crevasses

Cette forme de corrosion porte parfois le nom de corrosion caverneuse ou interstitielle. Il s'agit alors d'une corrosion qui se manifeste au niveau des interstices existant entre une pièce métallique et une autre pièce, métallique ou non, entre lesquelles l'électrolyte peut séjourner [18]. Elle se caractérise par la dissolution très rapide de la zone confinée, précédée d'un temps d'incubation plus en moins long pendant lequel le métal ne subit aucun dommage.

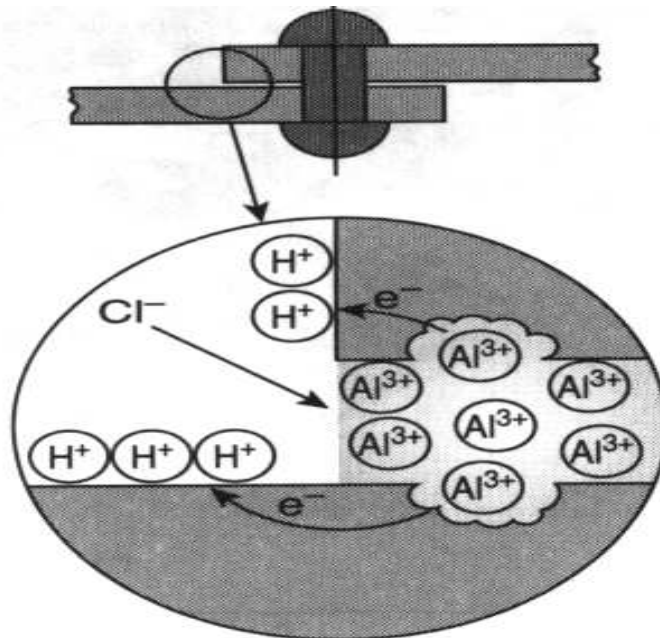


Figure III.3 – Mécanisme de corrosion caverneuse de l'aluminium [4].

III.10.2.3 Corrosion filiforme

La corrosion filiforme s'initie aux défauts de revêtement (découpes transversales des profilés, rayures...) puis se propage à l'interface métal peinture formant de fins filaments ($\approx 0,1$ mm de large et quelques mm de long). Ce phénomène se produit dans des atmosphères marines très humides [14].



Figure III.4 – Corrosion filiforme de l'aluminium peint [7]

III.10.3 Corrosions structurales

Les corrosions structurales sont plus particulièrement concernées par le mode de pénétration de la corrosion dans le métal qui peut être particulière dans certains métaux. On les appelle structurales parce qu'elles sont liées directement à la structure métallurgique du métal. La distribution hétérogène des éléments d'addition et/ou des précipités est à l'origine de ces formes particulières de propagation de la corrosion.

Parmi ces formes de corrosion, on peut compter :

- La corrosion inter cristalline et transcristalline ;
- La corrosion feuilletante ;
- La corrosion sous contrainte [14].

III.10.3.1 Corrosion transcristalline et la corrosion inter cristalline

La corrosion à l'intérieur du métal, à l'échelle du grain, peut se propager de deux manières :

- dans toutes les directions : la corrosion affecte indifféremment tous les constituants métallurgiques, il n'y a pas de corrosion sélective. C'est la corrosion transgranulaire ou corrosion transcristalline, ainsi appelée parce qu'elle progresse à l'intérieur des grains ;

- suivant des chemins préférentiels : la corrosion progresse le long des joints de grains.

Contrairement à la corrosion transgranulaire, cette forme de corrosion intercrystalline consomme très peu de métal, et c'est pourquoi les pertes de poids ne sont pas un bon indicateur de cette forme de corrosion. Quand elle pénètre profondément, elle réduit les caractéristiques mécaniques, en particulier l'allongement, et elle peut même provoquer les ruptures de pièces [7].

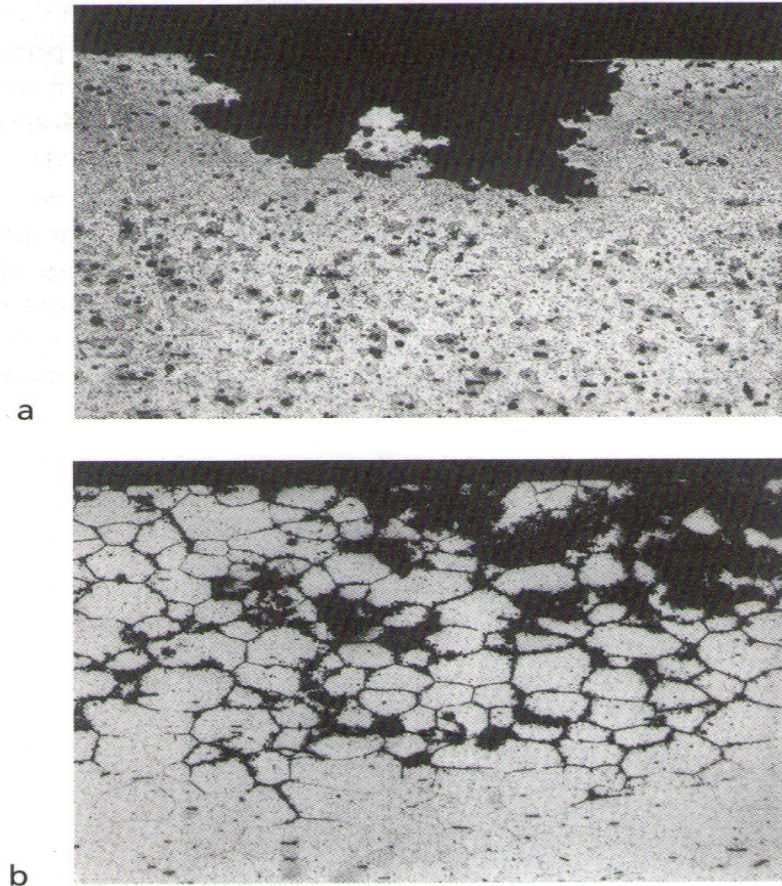


Figure III.5 – a) Corrosion intercrystalline. b) Corrosion transcrystalline [4].

III.10.3.2 La corrosion feuilletante

La corrosion feuilletante est une forme de corrosion des certains alliages d'aluminium,

La corrosion feuilletante est une forme de corrosion sélective qui se propage suivant une multitude de plans parallèles à la direction du laminage ou du filage. Entre ces plans, il subsiste de minces feuillets de métal qui ne sont pas attaqués mais qui sont écartés les uns des autres par les produits de corrosion [6].

Ce type de corrosion qui concerne surtout les produits de faible épaisseur, fortement corroyés et présentant une structure fibrée, ne se rencontrent pas avec les alliages de séries 1000, 3000 et 6000. Il concerne les alliages de séries 2000 et surtout 7000 mais rarement 5000 [14].

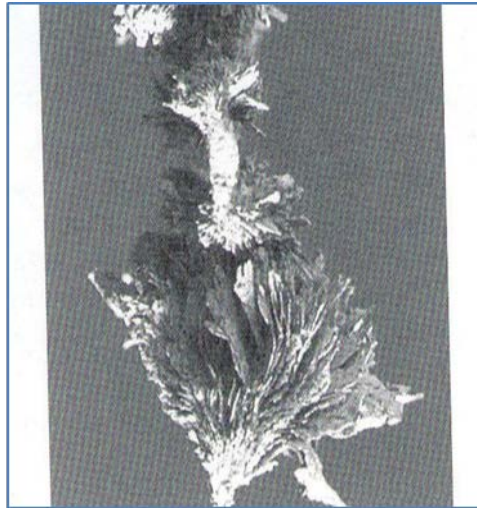


Figure III.6 – Corrosion feuilletante [4].

II.10.3.3 La corrosion sous contrainte

Dans le cas des alliages d'aluminium, la propagation des criques (ou fissures) de corrosion sous contrainte se fait toujours le long des joints de grains, au point qu'on considère parfois cette forme de corrosion comme un cas particulier de la corrosion intercrystalline, dans laquelle la contrainte mécanique accélère la propagation des fissures dans les joints de grains, cependant cette hypothèse ne suffit pas pour expliquer ou prévoir la corrosion sous contrainte, alors on considère qu'il y a deux mécanismes possibles pour expliquer cette corrosion :

- la propagation électrochimique ;
- la fragilisation par hydrogène [7].



Figure III.7 – Fissure de corrosion sous contrainte propagation électrochimique [14].

III.10.4 Corrosion galvanique

Corrosion connue aussi sous le nom de corrosion de contact. La notion de couple galvanique correspond à un type particulier de corrosion qui trouve son origine dans la corrosion électrochimique résultant de la formation d'une pile par mise en contact de deux matériaux conducteurs différents dans un environnement assurant un milieu électrolytique. Dans ces conditions, il y a formation d'un couple galvanique. La corrosion galvanique apparaîtra donc principalement dans les zones d'assemblage entre une structure métallique et une structure composite carbone/résine.

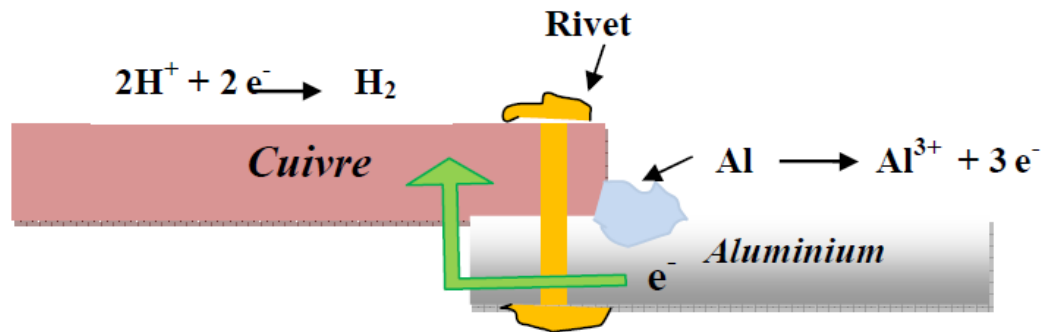


Figure III.8 – Corrosion galvanique [14].

CHAPITRE IV :

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

IV.1 Préparation micrographique des échantillons

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.

IV.1.1 Présentation des échantillons

Dans notre travail, deux matériaux ont fait objet de cette étude :

- acier API 5L grade B ;
- l'Aluminium 2024 T351.

Le premier échantillon a été prélevé d'un pipeline provenant de la région sud d'In Amenas de la région de Stahet appartenant à SONATRACH ainsi que l'alliage d'Aluminium.

IV.1.2 découpage et mise en forme des échantillons

Lors du prélèvement, des précautions doivent être prises pour ne pas favoriser une modification de la structure du métal, résultant soit d'un échauffement, soit d'une déformation de ce dernier entraînant un écrouissage.

Dans notre cas, les échantillons sont découpés avec une scie à métaux en dimensions usuelles puis expédiés au CRD ou ils sont encore découpés en plusieurs rectangles de dimensions (10x10) mm² à l'aide d'une tronçonneuse de laboratoire type LECO-CM12.

Par la suite nous avons procédé à une abrasion à l'aide d'un papier abrasif 80P pour arrondir les côtés et faciliter la manipulation des échantillons lors du polissage.

IV.1.3 Enrobage

Cette opération consiste à revêtir les échantillons par des matières plastiques durcissantes à froid (résine) afin de :

- faciliter la manipulation de l'échantillon lors du polissage et de l'observation microscopique;
- Préserver l'échantillon des altérations chimiques extérieures

D'abord on positionne l'échantillon au centre d'un moule puis on verse le mélange (résine, durcisseur) dessus jusqu'à immersion totale, après un laps de temps opportun la substance durcit ainsi l'échantillon est enrobé ;

Pour l'examen métallographique, les échantillons sont enrobés avec une résine rapide comportant une mesure de poudre LECOSET 813-002 et deux mesures de durcisseur liquide LECOSET 813-003 et le temps de repos est de 20min ; quant à l'électrochimie on a utilisé

l'araldite qui se prépare en mélangeant trois mesures de résine avec une seule mesure de durcisseur et le temps de repos est de 24h.



Figure IV.1- Opération d'enrobage d'une électrode.

IV.1.4 Polissage

Le polissage se fait généralement en trois étapes :

1. Une abrasion avec des disques de papiers abrasifs dont la granulométrie est décroissante variant de 80P jusqu'à 1200P ;
2. Un pré-polissage qui s'applique sur un papier nylon avec une pâte de poudre diamantée et lubrifié avec une huile de rodage pendant 2min ;
3. Un polissage de finition s'appliquant sur un papier feutre avec de la poudre d'alumine et imbibé avec de l'eau distillée.

IV.1.5 Nettoyage et conservation

Les surfaces polies doivent être manipulées avec grand soin, car elles sont très sensibles à la pollution et leur polissage correct coûte cher. Déjà pendant le polissage, elles doivent être nettoyées avec du coton sous l'eau courante ou bien par immersion dans un bain d'alcool agité par ultrasons ; les basses fréquences (40 kHz) délivrent plus d'énergie, les bulles produites par cavitation étant plus grosses (100 μm) ; par contre les fréquences plus élevées (1 MHz) donnent des bulles plus petites permettant de nettoyer des fissures très fines.

La conservation des cassures ou des surfaces polies ou attaquées ne pose pas de problèmes en climat sec. Par contre, en climat humide, elles s'altèrent en quelques heures et doivent alors être conservées en étuve (50 à 60 °C), ou bien vernies à la bombe. Toute surface d'acier cassée ou attaquée chimiquement rouille très rapidement et nécessite soit un rinçage neutralisant, soit une passivation avec HNO_3 concentré (attaque macrographique) [23].

IV.1.6 Attaque chimique

L'échantillon d'acier subit une attaque chimique avec une solution alcoolique nitrique (nital 2%) constituée de 2 ml d'acide nitrique HNO_3 + 98 ml Ethanol, pendant 20 secondes, puis rincé à l'eau distillée ensuite dans de l'éthanol et enfin séché à l'air libre.

Quant à l'aluminium il est attaqué avec une solution keller comportant 2ml HF, 3 ml HCl, 5 ml HNO_3 et 190 ml H_2O pendant 20 secondes puis plongé dans de l'eau distillée ensuite dans l'éthanol et enfin séché à l'air libre.

Certaines précautions doivent être mises en évidence lors de ce procédé, l'opération doit se faire à l'intérieur d'une hotte.

IV.2 Analyse microscopique

IV.2.1 Observation au microscope optique

L'examen métallographique a pour but principal la mise en évidence de la structure de l'échantillon et des inclusions qui s'y trouvent lors de l'observation au microscope optique.

L'observation de l'échantillon est effectuée au moyen d'un microscope optique de marque OLYMPUS, GX71 couvrant une gamme de grossissement linéaire de 50, 100, 500, 1000 et 2000.

Après avoir observé nos échantillons au microscope et avoir choisi les zones les plus caractéristiques, nous avons pris des clichés de ces parties pour une analyse quantitative.

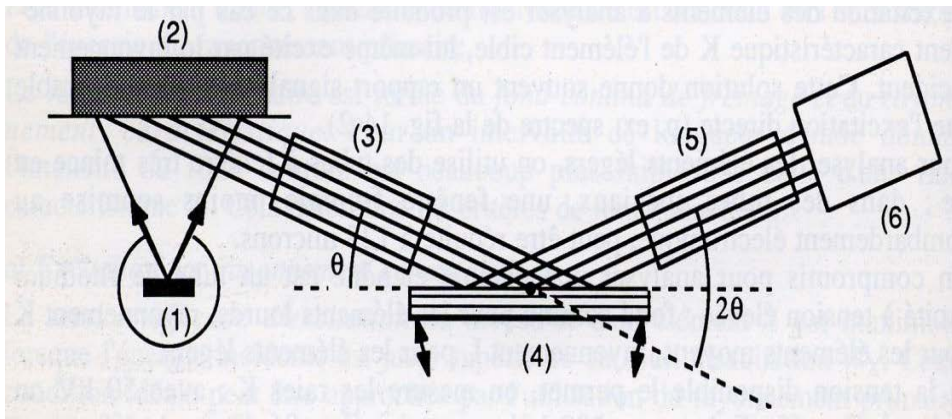
IV.3 Analyse de la composition chimique

Pour déterminer la composition chimique des échantillons métalliques, nous avons utilisé la technique de spectrométrie de fluorescence X.

IV.3.1 Spectrométrie de fluorescence X

La fluorescence X est une méthode spectrale d'analyse qui exploite la fluorescence des atomes dans le domaine des rayons X, pour obtenir des renseignements qualitatifs ou quantitatifs sur la composition élémentaire de l'échantillon. L'excitation des atomes est provoquée soit par un faisceau de rayon X, soit par bombardement avec des particules, généralement des électrons. Le caractère universel du phénomène, la rapidité des mesures et la possibilité d'examiner la plupart des matériaux sans préparation préalable, expliquent le succès actuel de cette puissante méthode qui ne détruit pas l'échantillon.

La figure 2 représente le schéma de principe de l'appareillage le plus simple qui comprend deux éléments essentiels : le système de production du rayonnement primaire excitateur et le système d'analyse et de détection.



(1) Tube à rayons X. (2) Echantillon avec une face inférieure plane. (3) Collimateur d'entrée fixe à fentes de Soller. (4) Cristal analyseur orientable, réglé à l'angle de Bragg θ pour sélectionner la longueur d'onde à analyser. (5) Collimateur de sortie à fentes de Soller orienté avec le détecteur (6) à un angle 2θ par rapport au faisceau incident pour recevoir le rayonnement sélectionné.

Figure IV.2- Principe d'un analyseur à fluorescence X.

IV.4 Diffraction des rayons X

IV.4.1 Principe d'analyse

Les échantillons solides finement broyés sont montés sur un porte échantillon adéquat, sont soumis à un faisceau de rayons X pour être diffractés par les plans réticulaires des phases cristallines. En effet il existe une relation entre l'angle du faisceau diffracté et la distance réticulaire séparant les plans d'atomes au sein d'un réseau cristallin ; celle-ci est régie par la loi de Bragg :

$$n \lambda = 2d \sin \theta$$

Où :

λ = longueur d'onde en angströms,

d = distance réticulaire en angströms

θ = angle de diffraction ou de réflexion en degrés.

Un diffractogramme est obtenu à l'aide d'un diffractomètre à rayon X. Les positions et les intensités de pics observées sont comparées aux fichiers de référence PDF-ICDD (Powder Diffraction File - International Center for Diffraction Data) pour l'identification des phases minéralogiques présentes. Et éventuellement l'utilisation de RIR (Reference Intensity Ratio) inclus dans le logiciel HighScore Plus du fichier PDF-ICDD pour l'estimation semi quantitative des phases correspondantes quand celle-ci est requise et/ou possible.

IV.4.2 Conditions expérimentales

Le diffractomètre X'Pert PRO est un tube radiogène céramique à anticathode de cuivre

Le logiciel d'acquisition des data analytique utilisé : DataCollector de PANalytical

Le logiciel pour traitement des données: HighScore Plus de PANalytical

La longueur d'onde $\text{CuK}\alpha$ [\AA]: 1,5418

L'angle de départ [$^{\circ}\text{Th.}$]: 5,0000

L'angle final [$^{\circ}\text{Th.}$]: 120,0000

La taille du pas [$^{\circ}\text{Th}^{\circ}$] : 0,0170

Le temps du pas [s] : 45,8746

La puissance du générateur à RX : 45 kV et 40 Ma.

IV.5 Essai de dureté

Les essais de dureté sont d'une grande utilité pour le métallurgiste, grâce à leur simplicité et leur caractère peu destructif. Cependant, il faut bien noter que la dureté n'est pas une propriété simple des matériaux métalliques.

La dureté caractérise la résistance à la déformation et les valeurs obtenues permettent de faire certains classements. Cela dit, le processus opératoire doit être très précis pour assurer la reproductibilité et la fidélité des résultats. C'est ce qui explique le grand nombre de normes dans ce domaine, pour les essais proprement dits. Les essais les plus courants se font par pénétration.

IV.5.1 Principe de l'essai de pénétration

L'essai consiste à enfoncer un pénétrateur dans le métal à tester. La charge est constante et on mesure la dimension de l'empreinte. L'empreinte est d'autant plus grande que le métal est mou.

La dureté H s'exprime par le rapport de la force sur la surface de l'empreinte :

$$H = F/S$$

On aurait donc tendance à exprimer H en MPa [24].

IV.5.2 Essai Brinell

L'essai consiste à imprimer dans la pièce à essayer, une bille en acier ou en carbure de tungstène, de diamètre D sous une charge F, et à mesurer le diamètre d de l'empreinte laissée sur la surface après enlèvement de la charge.

La dureté Brinell HB est un nombre proportionnel au rapport F/S

Où S est la surface en mm^2 de l'empreinte [24].

IV.5.3 Essai Vickers

La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° . L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées [24].

IV.5.4 Mode opératoire

L'essai de dureté a été effectué au sein de la GTP-Réghaia, à l'aide d'un duromètre portable Wolpert Wilson Instruments, M-295.

Le duromètre portable est un instrument mécanique de précision et doit toujours être manipulé avec soin.

Pour assurer l'exactitude de la valeur de dureté, un nombre suffisant de mesure a été réalisé.

IV.6 Caractérisation électrochimique

Pour déterminer la résistance à la corrosion d'un matériau vis-à-vis d'un milieu déterminé, on a recours, en général, à diverses méthodes électrochimiques.

IV.6.1 Suivi du potentiel d'abandon au cours du temps

Le suivi temporel du potentiel de corrosion a un double objectif : d'une part, il permet d'avoir une première idée du comportement de la surface en milieu corrosif (corrosion, formation d'une couche passive ...), et d'autre part, il permet de déterminer le temps nécessaire à l'obtention d'un régime stationnaire, indispensable pour les tracés potentiodynamique, Cette mesure est effectuée entre l'électrode de travail et l'électrode de référence.

Egalement désigné par potentiel en circuit ouvert, potentiel spontané, potentiel d'abandon, de repos ou encore libre, il s'agit de la grandeur électrochimique la plus immédiatement mesurable. En outre c'est la seule mesure électrochimique qui n'apporte absolument aucune perturbation à l'état du système étudié.

Il s'agit d'un potentiel mixte, qui n'est pas une quantité thermodynamique, sa valeur peut être interprétée à l'aide des diagrammes potentiel – pH- température de Pourbaix qui définissent pour chaque couple métal – milieu les domaines de stabilité de l'état métallique (immunité par protection cathodique), du cation en solution (corrosion active), de composés solides en surface (passivation).

Il faut toutefois garder présent à l'esprit qu'il s'agit là d'une information issue de la thermodynamique qui ne donne donc aucune indication sur la vitesse effective de dissolution dans les domaines de corrosion ou de passivation. Les mesures de potentiel de corrosion sont donc systématiquement complétées par des tracés de courbe intensité – potentiel, ou courant tension[25].

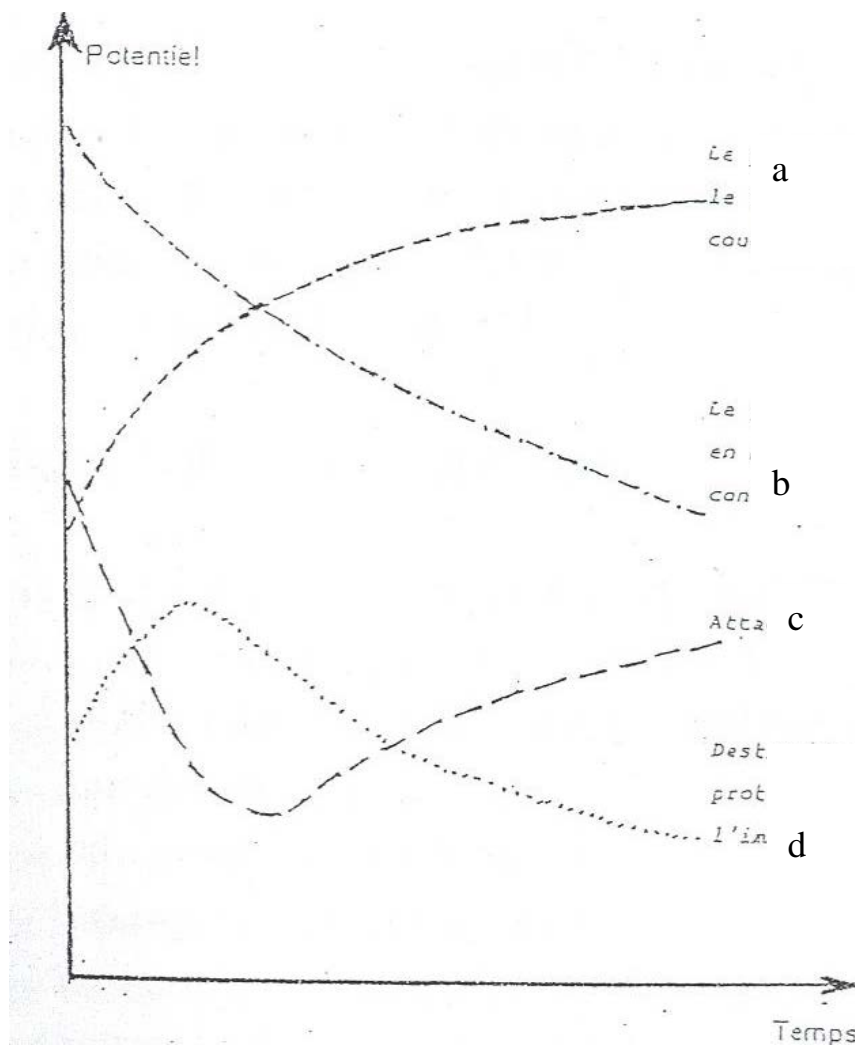


Figure IV. 3-Evolution du potentiel d'abandon dans le temps [14].

- Courbe a : le potentiel évolue, dès l'immersion, vers des valeurs plus nobles avant de se stabiliser. Ce comportement met en évidence un phénomène de passivation.
- Courbe b : le potentiel évolue vers des valeurs plus électro-négatives, caractérisant un phénomène de dissolution spontanée avant de se stabiliser au bout d'un certain temps d'immersion dans la solution corrosive. C'est une situation d'une corrosion continue.
- Courbe c : l'évolution spontanée du potentiel vers des valeurs plus électro-négatives peut identifier une destruction d'une couche passive préexistante. Le potentiel évolue ensuite vers des valeurs plus électro-positives avant de se stabiliser, il s'agit d'un phénomène de passivation d'un métal par un agent oxydant de la solution.
- Courbe d : dès l'immersion, le potentiel évolue vers des valeurs plus nobles caractérisant un phénomène de passivation spontanée, le potentiel décroît brusquement vers des valeurs plus électro-négatives ; il s'agit de la rupture de la couche passive

formée, le potentiel évolue ensuite vers un état stationnaire vers des valeurs plus électronégatives. Ce qui caractérise un phénomène de corrosion uniforme [14].

IV.6.2 Courbe de polarisation potentiodynamique

Une courbe potentiodynamique décrit l'évolution de la densité de courant de l'électrode de travail soumise à une différence de potentiel. Cette courbe donne des informations sur la vitesse de la réaction électrochimique et sur les éventuelles modifications de la surface de l'électrode étudiée. Nous imposons, grâce au potentiostat, une différence de potentiel entre l'électrode de travail et l'électrode de référence et on mesure la densité de courant résultant traversant l'électrode de travail. La courbe classiquement étudiée est le logarithme décimal de la densité de courant, $\log(I)$ exprimé en A/cm^2 , en fonction du potentiel appliqué E , exprimé en mV/ECS [25].

Le traitement des courbes de polarisation potentiodynamique permet d'obtenir un grand nombre de renseignements sur le comportement du métal plongé dans un réactif donné, en particulier, sa tendance à la passivation ou à la corrosion par piqûres.

IV.6.3 Les essais électrochimiques

IV.6.3.1 Préparation des électrodes de travail

La première électrode de travail est une électrode en acier et la deuxième et une électrode en aluminium, elles sont réalisées suivant le protocole ci-dessous :

- On coupe les échantillons de dimension $10 \times 10 \text{ mm}^2$;
- ensuite les échantillons sont reliés à un fil en cuivre enfoncé dans une gaine en plastique et enrobés à froid dans une résine thermodurcissable qui permet de délimiter une surface plane qui sera exposée au milieu corrosif.

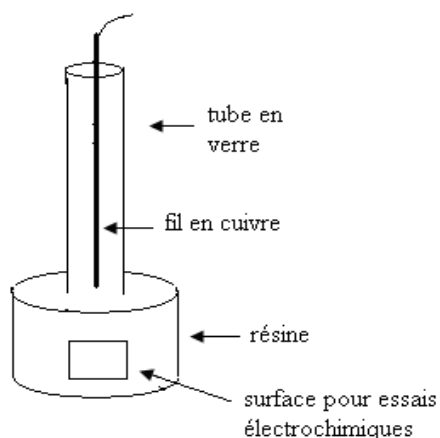


Figure IV.4- Electrode de travail

IV.6.3.2 Préparation de la surface à étudier

Afin d'obtenir des résultats fiables, l'électrode de travail subit, avant chaque essai, un prétraitement, qui consiste à :

- un polissage de la surface de l'électrode au papier abrasif de granulométrie croissante allant de 100 jusqu'à 1200 pour rendre la surface plane, lisse, brillante et supprimer les fissures et les aspérités;
- un rinçage à l'eau distillée, puis un dégraissage à l'acétone et un rinçage à l'eau distillée;
- un séchage sous un flux d'air pour éviter toute sorte de réaction entre l'eau distillée et la surface de l'échantillon avant les mesures.

IV.6.3.3 Appareillage

Les mesures de la polarisation potentiodynamique et du potentiel d'abandon sont réalisées à l'aide d'un équipement composé des éléments suivants :

- 1- Une cellule à cinq orifices (**figure IV.5**) admettent les contre-électrodes en graphite, le troisième et le quatrième sont destinés aux électrodes de travail et de référence au calomel saturé respectivement.
- 2- Un potentiostat-galvanostat EG&G Princeton Applied Research ;
- 3- Un électromètre qui assurera le lien entre la cellule électrochimique et le potentiostat ;
- 4- Un micro-ordinateur muni d'un logiciel **analysis** pour l'acquisition et le traitement des données.

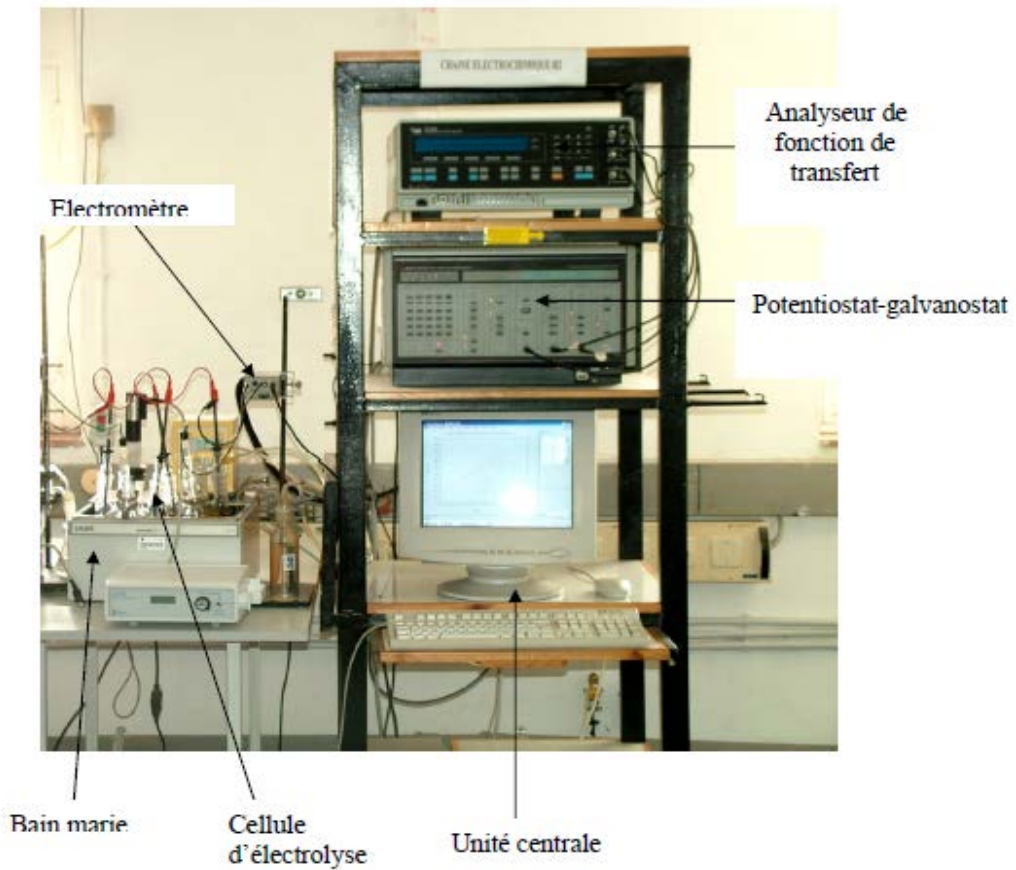


Figure IV.5- Chaine électrochimique

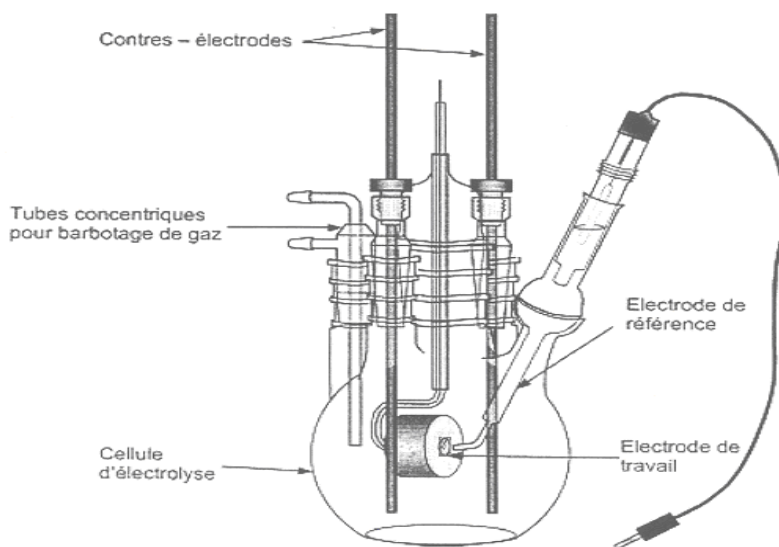


Figure IV.6 - Montage de la Cellule électrochimique.

IV.6.3.4 Milieu de travail

L'eau corrosive associée à l'acier provient d'un gisement du champ de ZARZAITINE de la région d'In Amenas.

La connaissance qualitative et quantitative des éléments chimiques (Cations et anions) présents dans les eaux est primordiale, pour prévoir l'éventualité et la nature des dépôts susceptibles de se former lors du contact de ces eaux.

Pour toute étude de compatibilité des eaux, une analyse chimique spécifique s'impose, cette analyse se justifie par les actions et les interactions des paramètres ci-dessous énumérés.

pH : des valeurs basses de pH (pH acide) augmente la solubilité des dépôts mais augmente aussi la corrosivité de l'eau, des valeurs élevées diminuent cette corrosivité, mais augmentent le risques de formation de dépôts.

Fe²⁺, Fe³⁺ : forment des composés du fer [Fe₂O₃, FeS, Fe(OH)₂] qui peuvent provoquer des bouchages ;

HCO₃⁻ et CO₃²⁻ : s'associent à certains cations (Ca²⁺, Mg²⁺) pour former des dépôts insolubles ;

Chlorures : anions majeurs dans les eaux salées, il est corrosif et peut précipiter sous forme de NaCl et provoquer des bouchages ;

Ba²⁺ : se combinent facilement aux ions SO₄²⁻ pour former des dépôts insolubles ;

Na⁺ : cations majeurs des eaux salées peut dans certains cas précipiter sous forme de NaCl et provoquer des bouchages ;

Sr²⁺ : se combinent facilement aux ions SO₄²⁻ pour former des dépôts insolubles.

IV.7.3.5 Conditions opératoires

Pour mener à bien les essais électrochimiques, nous avons fixé les conditions expérimentales comme suit :

- ✓ Les essais électrochimiques se font à une température de 25 °C ;
- ✓ Les courbes d'évolution du potentiel de corrosion à l'abandon en fonction du temps d'immersion sont effectuées à l'état stationnaire ;
- ✓ Les tracés des courbes de polarisation potentiodynamique sont réalisés dans un domaine de potentiel de ± 250 mV/ECS avec une vitesse de balayage de 0.16 mV/s ;

- ✓ La surface de l'électrode de travail de l'acier API 5L grade B égale à $0,45 \text{ cm}^2$ et celle de l'aluminium 2024-T351 vaut $1,1 \text{ cm}^2$;

- ✓ Temps de stabilisation est de 3600 secondes.

CHAPITRE V

RESULTATS ET DISCUSSIONS

V.1 Analyse chimique

V.1.1 Analyse chimique des échantillons

L'analyse chimique de l'acier API 5L grade B, a été réalisée au CRD par un spectromètre à fluorescence X. Les résultats obtenus sont indiqués dans le tableau V.1.

Tableau V.1-Composition chimique de l'acier API 5L grade B.

Désignation	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Cu	Co	V
Teneur (%)	98,7696	0,0305	0,0287	0,5918	0,2051	0,0798	0,0168	0,0041
	S	P	Ti	Al	Mo	Nb	W	C
	0,0102	0,0035	0,0138	0,0193	0,0092	<0,001	<0,001	0,2177

* La valeur de la teneur en carbone indique que l'acier est hypoeutectoïde.

La composition nominale de l'alliage 2024 T351 est présentée dans le Tableau V.2.

Tableau V-2 : Composition chimique nominale de l'alliage 2024T351.

Elément	Al	Cu	Mg	Mn	Fe	Si
% en masse	base	4,464	1,436	0,602	0,129	0,057
	Cr	Zn	Ti	B	Zr	Ni
	0,000	0,021	0,0297	0,0005	0,0009	0,0042
	V	Ti + Zr	Cu/Mg	Pb		
	0,0082	0,031	3,109	0,0009		

L'alliage étudié est le 2024. C'est un alliage Al-Cu-Mg qui présente un durcissement structural après traitement thermique.

* Le traitement thermique appliqué à l'alliage d'aluminium étudié correspond à l'état T351, défini par une mise en solution, une trempe à l'eau de température inférieure à 40°C et d'une maturation à l'ambiante accompagnée d'une déformation par traction contrôlée de 1,5 à 3%.

V.1.2 Analyse chimique du milieu corrosif

Les résultats des analyses chimiques de l'eau d'injection provenant de la région d'INAMENAS sont portés sur le tableau V.3.

Tableau V.3- Composition chimique de l'eau d'injection provenant de la région de Stah IN –AMENAS.

Echantillon	Puits d'injection de Zarzaitine	
pH	7,8	
Cations	mg/l	méq/l
Ca ²⁺	2757,5	137,87
Mg ²⁺	301,56	24,8
Fe ²⁺	8,9	0,32
Ba ²⁺	0	0
Sr ²⁺	52,81	1,20
K ⁺	112	2,87
Na ⁺	12090	525,65
Total		691,51
Anions	mg/l	méq/l
SO ₄ ²⁻	3983,51	82,98
Cl ⁻	23316,52	657,59
HCO ₃ ⁻	228,75	3,75
CO ₃ ²⁻	0	0
Total		744,32
Salinité	38,43 mg / l	

Les eaux d'injection sont chargées en ions sulfate (SO₄²⁻) et en ions chlore (HCO₃⁻).

V.2 Résultats des analyses de DRX

L'analyse par radiocristallographie des échantillons, a mis en évidence les phases minéralogiques suivantes, comme indiqué sur le diffractogramme ci-dessous :

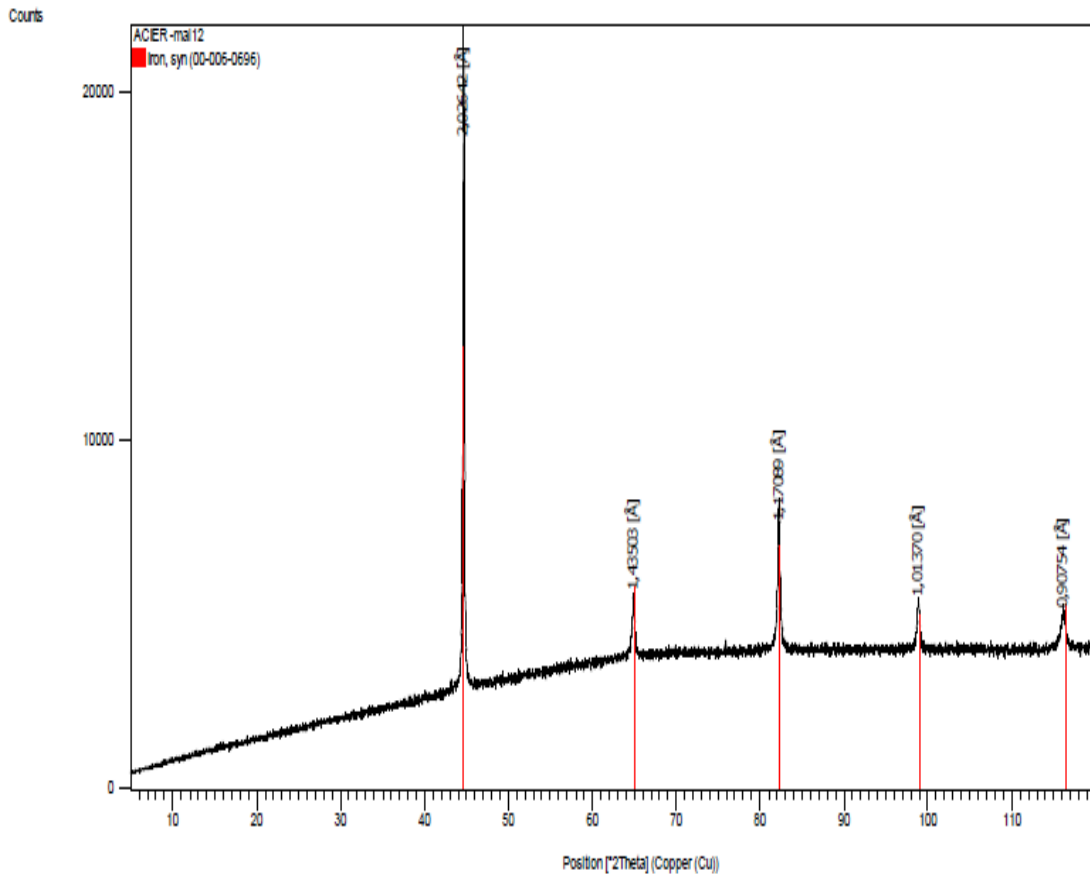


Figure V.1 - Diffractogramme de l'acier API 5L grade B.

Nous présentons dans la figure les diagrammes de diffraction des rayons X de l'acier API 5L grade B.

Le diffractogramme de l'acier API 5L grade B, effectué au CRD est caractérisé par la présence d'un pic principal qui présente le fer, et de quatre autres de faible intensité. Afin de visualiser de manière correcte et précise les différentes phases, on doit exposer l'échantillon longtemps avec une anticathode qui permet une quantification des autres phases et surtout avoir des fiches ASTM représentatives de la réalité de notre acier ou alors faire un batch.

De plus, faire une diffraction avec enlèvement de matière car en proche surface, on ne peut trouver que du fer.

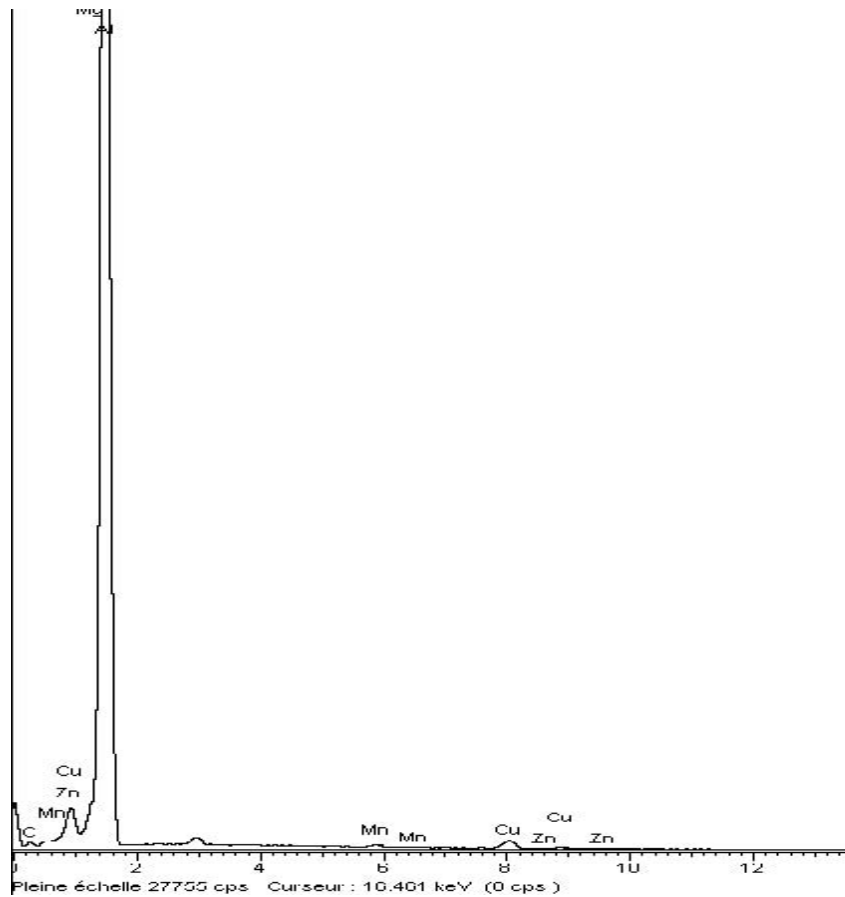


Figure V.2 - Spectre d'analyse chimique de l'aluminium 2024
Energie utilisée 20 KeV.

On remarque un pic principal présentant l'aluminium et d'autres pics de faibles intensités caractérisant chacun de Cu, Mn et Zn.

V.3 Calcul de la dureté

Nous avons effectué 3 essais sur 3 lignes dans le métal de base. Les tableaux ci-dessous montrent le résultat obtenu pour l'acier et l'aluminium.

Tableau V.4-Dureté Vickers de l'acier API 5 L5 grade B.

Métal de base	Point	HV10	Point	HV10	Point	HV10	Moyenne
Acier au carbone	1	104	4	90	7	103	106,11
	2	112	5	113	8	105	
	3	88	6	119	9	121	

Tableau V.5-Dureté Brinell de l'acier API 5Lgrade B.

Métal de base	Point	HB	Point	HB	Point	HB	Moyenne
Acier au carbone	1	88	4	84	7	94	102,55
	2	117	5	97	8	106	
	3	123	6	107	9	107	

Tableau V.6- Dureté Vickers de l'aluminium 2024 T 351.

Métal de base	Point	HB	Point	HB	Point	HB	Moyenne
aluminium	1	84	4	81	7	74	85,78
	2	98	5	108	8	97	
	3	79	6	83	9	68	

D'après le résultat obtenu, on voit bien que la dureté de l'acier est supérieure à celle de l'aluminium ce qui prouve que l'acier a une résistance mécanique meilleure que celle de l'aluminium.

V.4 Caractérisations métallographiques

Les échantillons des matériaux, acier au carbone et aluminium, sont examinés au microscope optique aux grossissements de 50, 100, 500, 1000 et 2000 fois. Les micrographies obtenues sont présentées dans les figures ci-dessous :

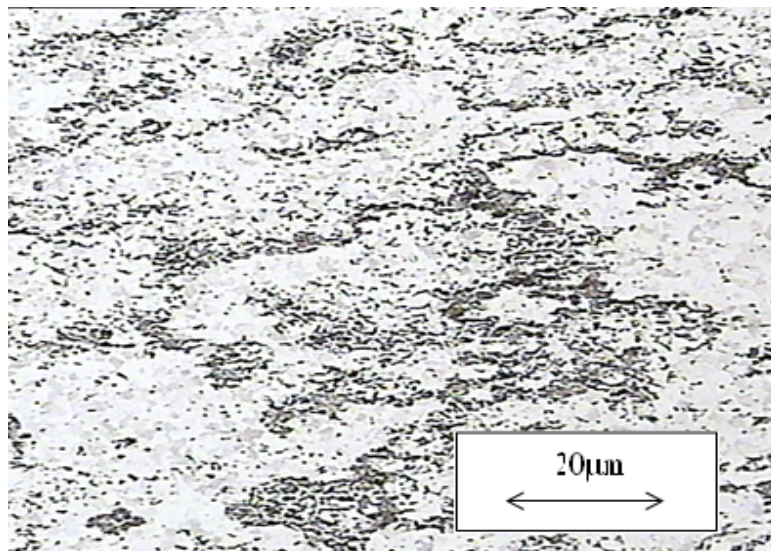


Figure V.3- Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % avant immersion dans le milieu corrosif.

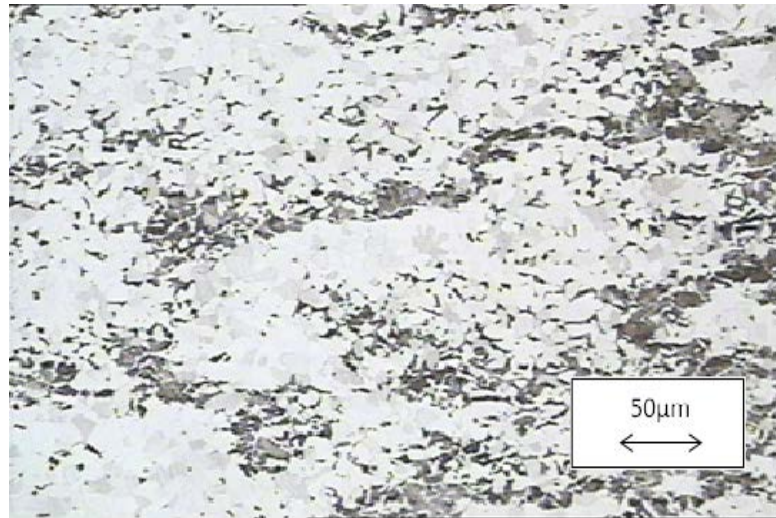


Figure V.4- Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % avant immersion dans le milieu corrosif.

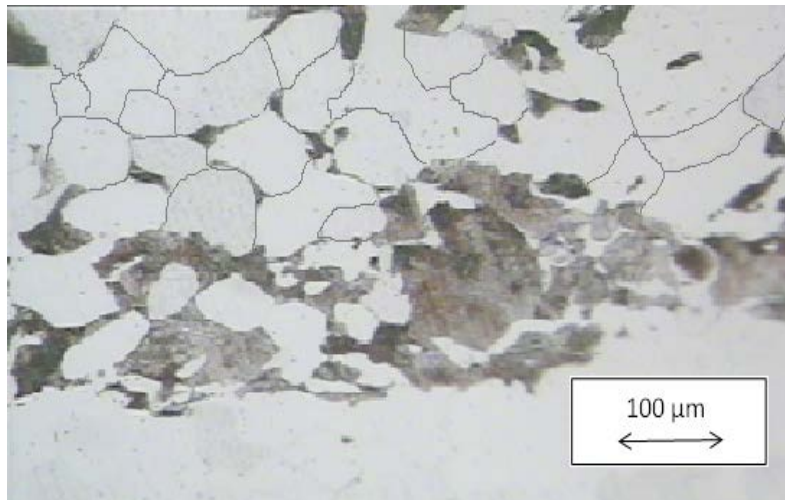


Figure V.5- Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % avant immersion dans le milieu corrosif.

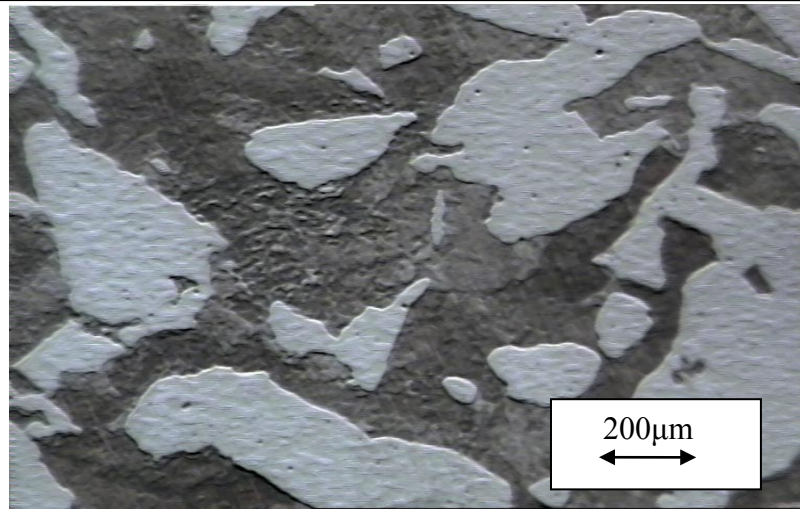


Figure V.6- Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % avant immersion dans le milieu corrosif.

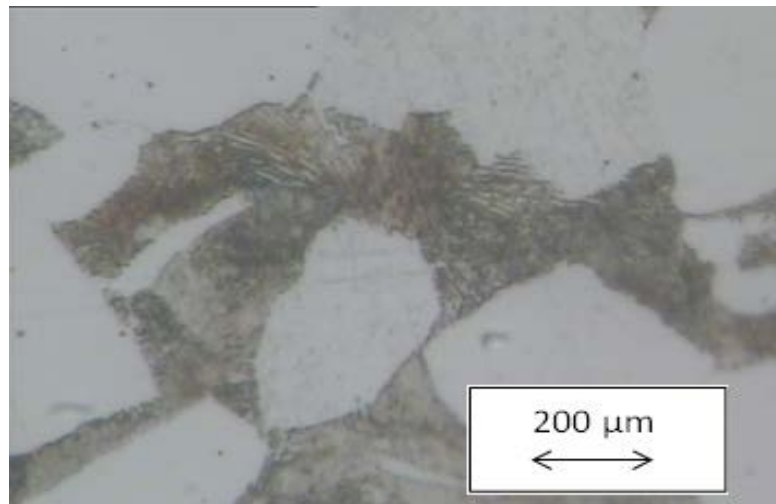


Figure V.7- Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % avant immersion dans le milieu corrosif.

La micrographie de l'acier est caractérisée par la présence de deux phases distinctes :

- Une phase ferritique ;
- Une phase perlitique.

Le métal de base présente une structure alternée de ferrite et de perlite. La forme de la ferrite est globulaire de même que celle de la perlite ; notre équipement nous a permis d'observer les lamelles de ferrite et de cémentite au grossissement 2000.

La différence de couleur de certains grains se trouvant dans la même phase, qu'elle soit ferritique ou perlitique, est due à l'orientation cristallographique préférentielle des grains dans l'acier.

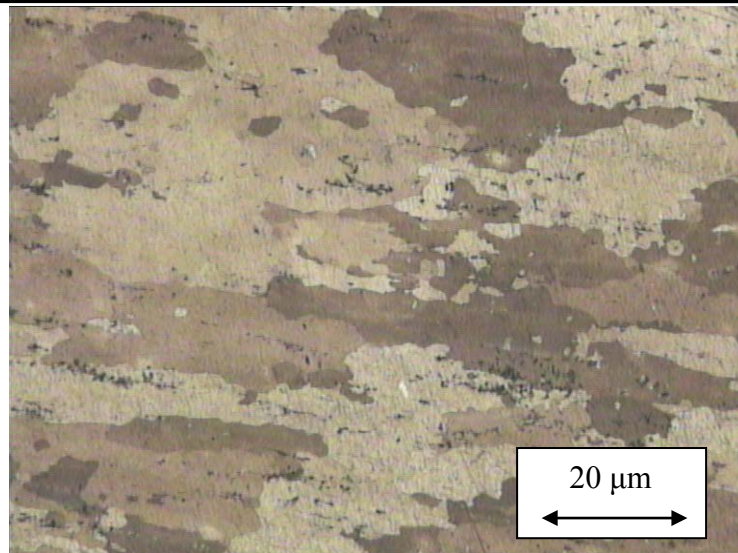


Figure V.8- Microstructure de l'alliage d'aluminium 2024 T351 ayant subi une attaque chimique avec le réactif Keller avant immersion dans le milieu corrosif.

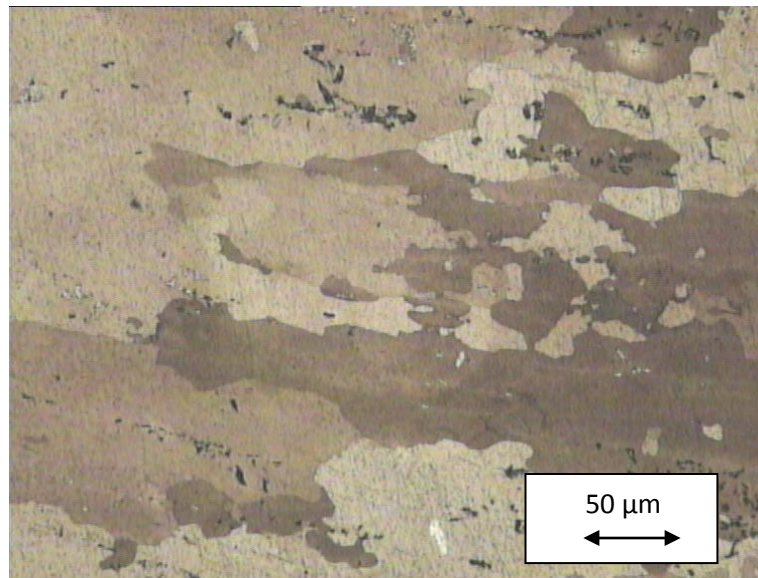


Figure V.9- Microstructure de l'alliage d'aluminium 2024 T351 ayant subi une attaque chimique avec le réactif Keller avant immersion dans le milieu corrosif.

La structure de l'alliage d'aluminium 2024 T351, est une structure en bande représentative de l'effet du laminage. Elle est caractérisée par l'allongement des grains.

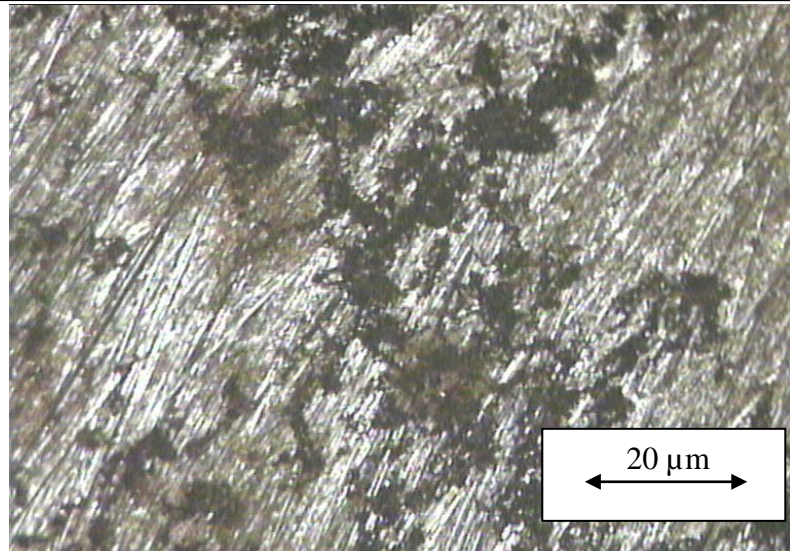


Figure V.10- Microstructure de l'acier API 5L grade B ayant subi une attaque chimique avec du nital 2 % après immersion dans le milieu corrosif.

Après l'immersion de l'acier dans son milieu corrosif, on remarque une corrosion caractérisée par une piqûration qui justifie l'agressivité de l'eau d'injection sur l'ouvrage concerné.

V.5 Analyse d'image

Dans cette analyse on a eu recours au logiciel VISILOG 6.5, ce dernier permet de quantifier les taux des phases présentes dans l'acier API 5L grade B ; ainsi que l'accès à la surface de chacune des phases présentes.

Les résultats obtenus sont montrés dans les tableaux ci-dessous :

Tableau V.7- Taux et surface de phase de l'échantillon I

Calibration	1 pixel =	1,00	μm	
Surface	Champ =	440734,50	μm ²	
Image :	ech.1	Acier API		
Phase 1 :	Perlite			
Phase 2 :	Ferrite			
Echantillon				
Champ	S Ph1 (μm²)	T Ph1 (%)	S Ph2 (μm²)	T Ph2 (%)
Echantillon 1	167443,60	37,88	274633,00	62,12

Tableau V.8- Taux et surface de phase de l'échantillon II

Calibration	1 pixel =	1,00	μm	
Surface	Champ =	440734,50	μm^2	
Image :	ech 2	Acier API		
Phase 1 :	Perlite			
Phase 2 :	Ferrite			
Echantillon				
Champ	S Ph1 (μm^2)	T Ph1 (%)	S Ph2 (μm^2)	T Ph2 (%)
Echantillon 2	214126,90	48,44	227949,80	51,56

Tableau V.9- Taux et surface de phase de l'échantillon III

Calibration	1 pixel =	1,00	μm	
Surface	Champ =	440734,50	μm^2	
Image :	Echantillon 3	Acier API		
Phase 1 :	Perlite			
Phase 2 :	Ferrite			
Echantillon				
Champ	S Ph1 (μm^2)	T Ph1 (%)	S Ph2 (μm^2)	T Ph2 (%)
Echantillon 3	162087,20	36,66	279989,50	63,34

Ph 1 : phase perlitique.

Ph 2 : phase ferritique.

V.6 Caractérisations électrochimiques

- Acier API 5L grade B

L'électrode de travail est immergée, dans un premier lieu, dans une eau d'injection réelle non filtrée de couleur rougeâtre, supposée contenir des particules de fer dues à la destruction de la couche superficielle du pipeline.

Et dans un second lieu, la solution d'eau d'injection est filtrée, ce qui la rend plus claire et transparente, dans le but de déterminer l'effet de ces particules sur le potentiel de corrosion.

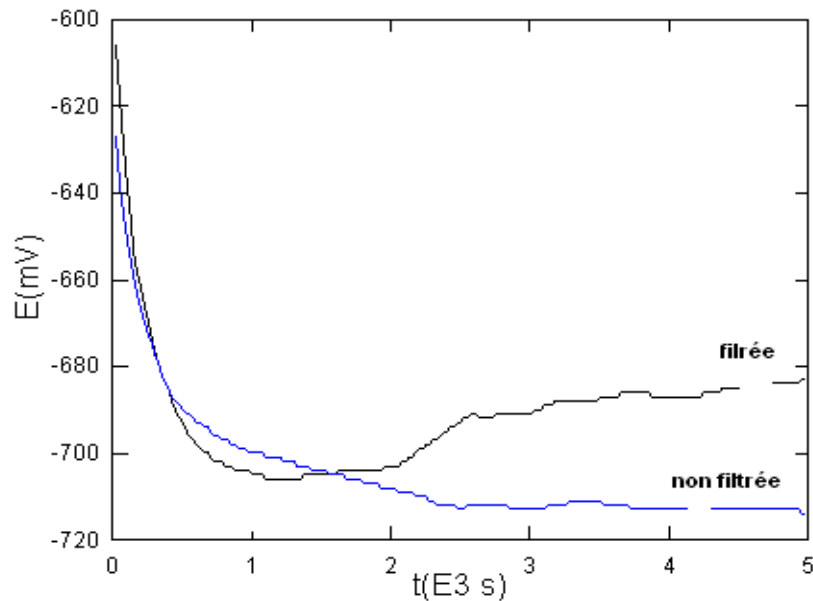


Figure V.11 - Évolution du potentiel d'abandon en fonction du temps de l'acier API 5L grade B dans le milieu réel avant et après filtration.

De la figure V.11, on note que le potentiel de corrosion de l'acier immergé dans l'eau non filtrée évolue vers des valeurs plus électronégatives avant de se stabiliser au bout d'une heure à une valeur de $-714,6$ mV/ECS, caractérisant ainsi sa situation de corrosion continue.

Une fois l'eau filtrée, le potentiel évolue vers des valeurs plus électronégatives mais au bout d'un quart d'heure il a tendance à s'anoblir et on note l'apparition d'un palier de stabilisation dont la limite caractérise le potentiel d'abandon à $-688,2$ mV/ ECS.

D'après ces résultats on constate que le potentiel d'abandon de l'eau non filtrée est plus électronégatif que celui de l'eau filtrée, ce qui montre que l'eau non filtrée est plus agressive que celle filtrée.

Cette légère différence de potentiel entre ces deux milieux, nous amène à constater qu'au final, les particules supposées en fer s'avèrent être du sable provenant de la région du champ pétrolier.

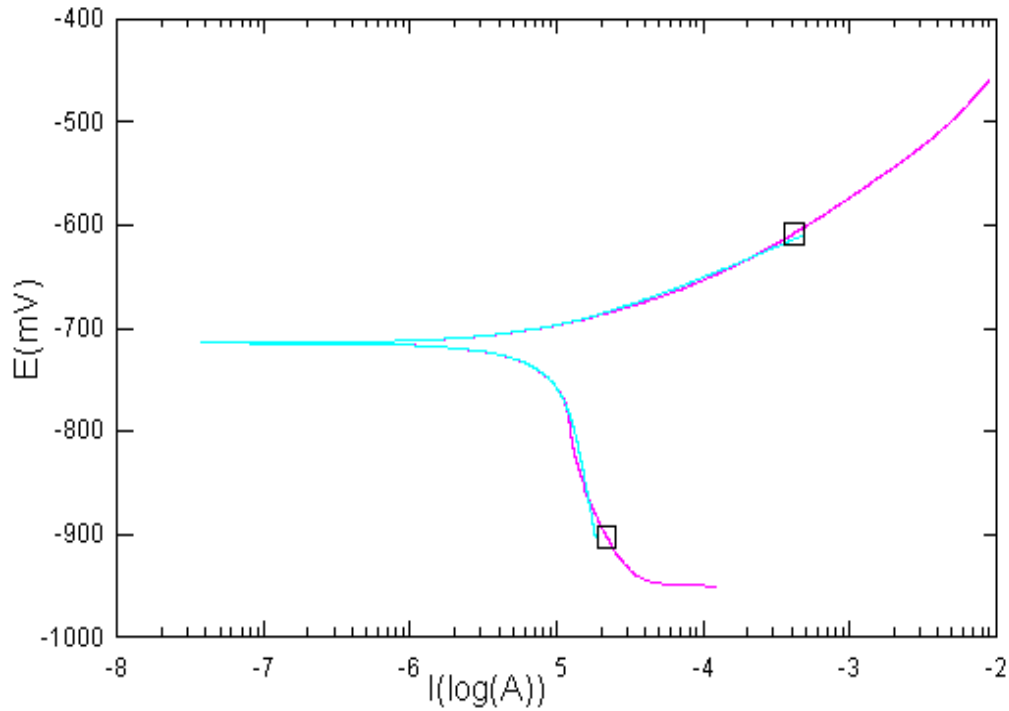


Figure V.12 - Tracé des droites de Tafel de L'acier API 5L X52 dans le milieu réel avant filtration.

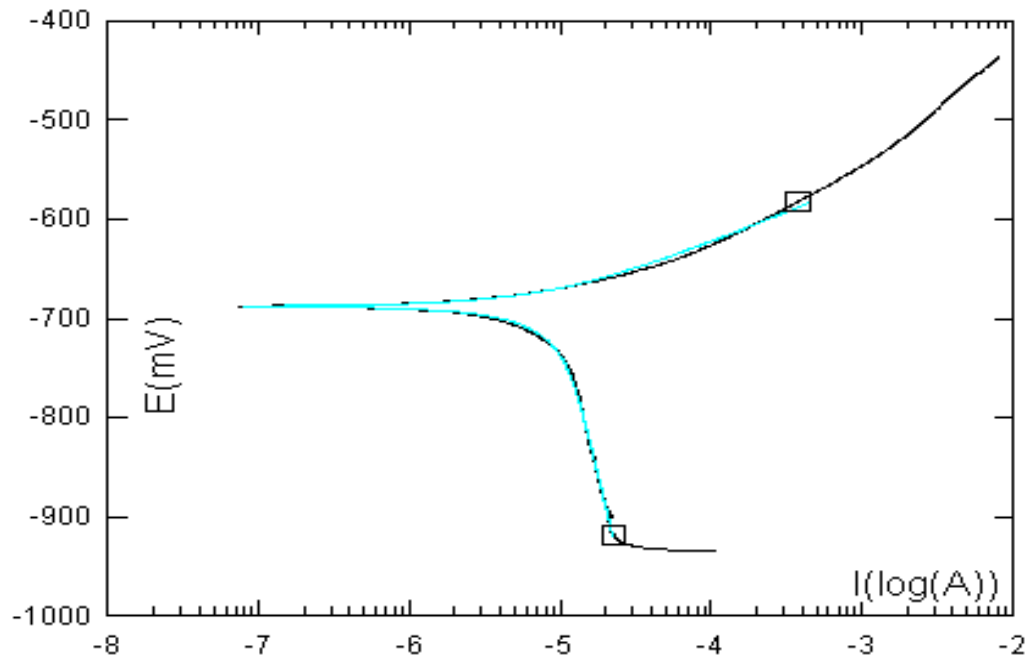


Figure V.13 - Tracé des droites de Tafel de l'acier API 5L X52 dans le milieu réel après filtration.

Après traitement des courbes de Tafel, les résultats obtenus pour l'échantillon prélevé du champ de la région de STAH sont donnés avec un minimum de deux chiffres significatifs et sont regroupés dans le tableau V.8.

Tableau V.10- Paramètres électrochimiques relevés à partir des courbes de Tafel de l'acier API 5L grade B immergé dans l'échantillon d'eau reconstituée.

Échantillons d'eaux	Paramètres électrochimiques				
	E_{corr} (mV/ ECS)	I_{corr} (μA)	i_{corr} ($\mu A / cm^2$)	V_{corr} (mm/ an)	V_{corr} (mpy)
Eau d'injection non filtrée	-714.6	10.54	23.42	0.142	5.602
Eau d'injection filtrée	-688.2	09.50	21.11	0.128	5.052

- Alliage d'aluminium 2024 T351

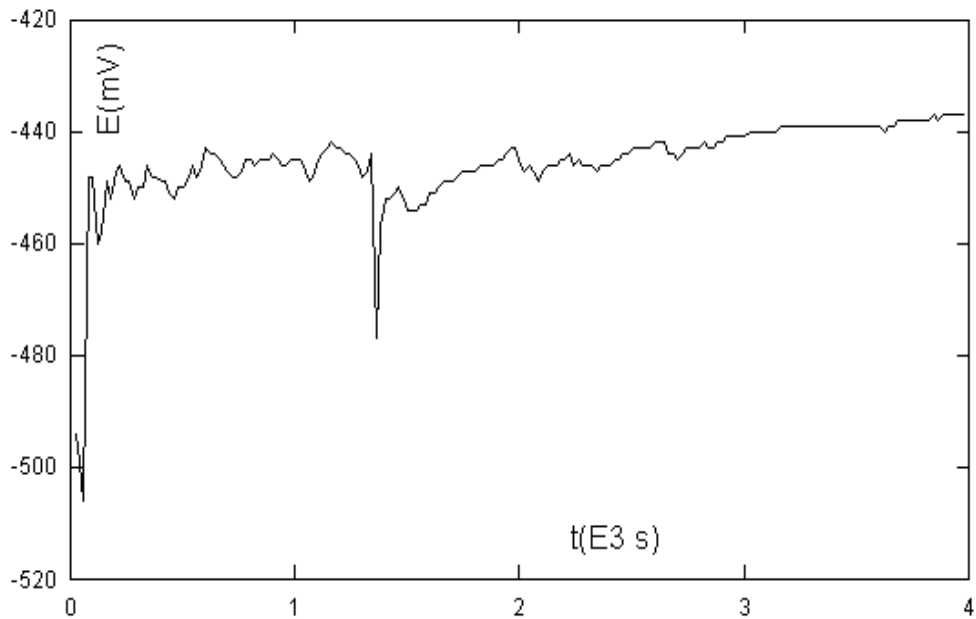


Figure V.14 - Évolution du potentiel d'abandon en fonction du temps de l'aluminium 2024 T351 dans le milieu reconstitué à 100mg/l NaCl.

La figure ci-dessus montre que le potentiel de l'aluminium évolue, dès l'immersion, vers des valeurs plus nobles avant de se stabiliser à une valeur de potentiel d'abandon de -452 mV. Ce comportement met en évidence le phénomène de passivation dont l'aluminium profite.

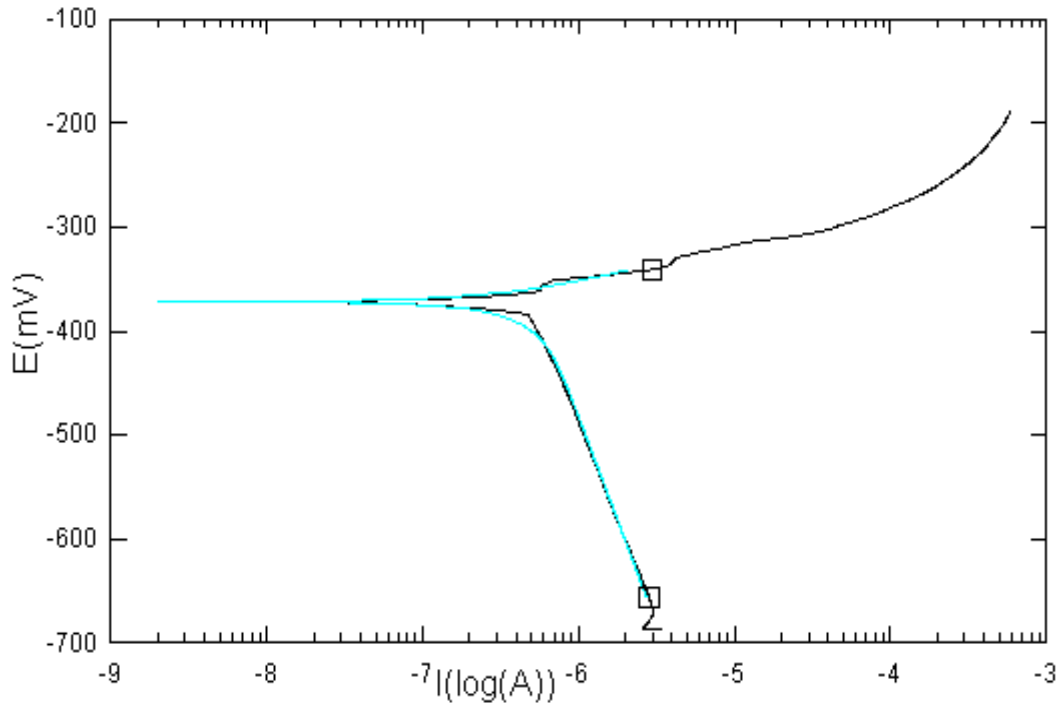


Figure V.15- Tracé des droites de Tafel de l'aluminium 2024-T351 dans le milieu reconstitué à 100mg/l NaCl.

Après traitement des courbes de Tafel, les résultats obtenus pour l'échantillon d'eau reconstituée à 100mg/ l NaCl sont donnés avec un minimum de deux chiffres significatifs et sont regroupés dans le tableau V.11.

Tableau V.11- Paramètres électrochimiques relevés à partir des courbes de Tafel de l'aluminium 2024 immergé dans l'eau reconstituée.

Échantillons d'eau	Paramètres électrochimiques				
	E_{corr} (mV/ ECS)	I_{corr} (μA)	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	V_{corr} (mm/ an)	V_{corr} (mpy)
Eau reconstituée à 100mg/litre NaCl	-452	0.526	0.478	0.007	0.28

Les résultats obtenus par la technique électrochimique, montrent que la vitesse de corrosion de l'acier au carbone API 5L Grade B, en présence des deux échantillons d'eaux (avant et après filtration) est comprise entre [0.13- 0.14] mm/ an correspondant à [5.602- 5.052] mpy.

A la lumière de ces résultats, il ressort que l'eau d'injection provenant de la région d'IN-AMENAS est considérée comme étant corrosive en se basant sur les valeurs limitées par la norme NACE Standard : $V_{\text{corr}} > 0.05\text{mm/ an}$ (2mpy).

Ainsi, pour la protection des canalisations et des puits injecteurs d'eau, un traitement par des inhibiteurs de corrosion est recommandé.

Suite aux valeurs de la vitesse de corrosion obtenues en présence de l'Aluminium 2024 T351 immergé dans une solution reconstituée à 100mg/l en NaCl, étant égale à 0.007mm/ an correspondant à 0.28mpy; nous concluons que ces valeurs sont très faibles donc il ressort que le matériau d'aluminium 2024 T351 immergé dans un milieu salin, ne subit aucune modification par rapport à ses propriétés chimiques.

Donc, ce que l'on peut en conclure par rapport à cet alliage, est que sa substitution avec l'acier au carbone au niveau des installations pétrolières est probable en prenant en considération son aspect électrochimique, mais son côté assemblage doit être considéré afin de voir son comportement d'un point de vue soudabilité.

V.7 Soudage de l'aluminium

De nombreux domaines de la technologie ne sont pas une science exacte, la soudure est probablement une des plus inexactes. C'est un peu plus un art qu'une science. Une grande partie de la prise de décision est basée sur l'expérience et une sensation d'instinct pour ce qui est, ou, n'est pas acceptable.

V.7.1 Problématiques et objectifs

V.7.1.1 Première problématique : Opérateur

Elle consiste à assurer une pénétration de la passe endroit sans recourir à la passe envers. C'est un des problèmes fréquemment constaté : les soudeurs ont des difficultés de réaliser des soudures pénétrantes au point que certains auteurs disent que dans l'aluminium, on ne réalise pas des soudures pénétrantes car elles ont la forme d'un fessier d'un bébé qui peut être considéré comme un défaut.

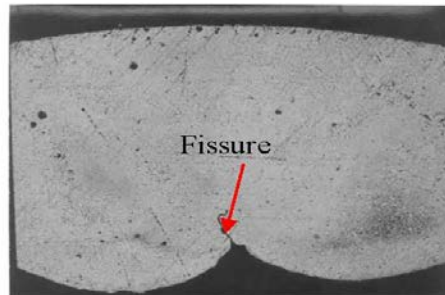


Figure V.16 – Macrographie montrant une irrégularité dans le passe de pénétration et une initiation de fissure.

Cependant, pour pallier ce problème, les soudures d'aluminium sont réalisées en passe endroit et en passe envers. Malgré cela, les manques de pénétration sont fréquents même en passe endroit et envers comme le montre la radiographie figure V.17.

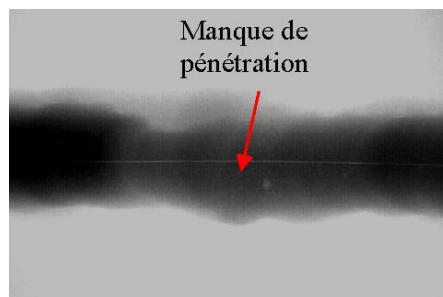


Figure V.17 -Radiographie d'une soudure d'aluminium

Une fois ce problème exposé nous avons voulu dans un premier temps essayer de

comprendre cette difficulté, en réalisant des essais de faisabilité pour nous aider ensuite à déterminer les paramètres de soudage adéquats.

On entend par paramètres de soudage, les opérations de la préparation des pièces à souder au choix des paramètres de soudage (type de courant, nature et diamètre de l'électrode de tungstène, intensité, tension, type de gaz et débit).

Il est à noter qu'avant de réaliser une soudure dans une construction quelconque, nous devons tenir compte de plusieurs facteurs :

- La soudabilité du matériau à assembler ;
 - La forme et dimension des pièces à souder (tôle/tube, épaisseur, longueur du cordon à réaliser) ;
 - Le type et la position du joint de soudure à réaliser ;
 - Le type de procédé de soudage, (arc manuel à électrode enrobée, MIG/MAG, TIG, etc....) ;
 - Le lieu et l'accessibilité de l'opérateur pour réaliser la jonction ;
-
- Le facteur économique et sécuritaire.



Chacun de ces facteurs est intimement lié à d'autres facteurs intrinsèques qu'il faut prendre en considération pour arriver à la fin, à réaliser un joint de soudure, répondant aux critères optimums de qualité à savoir : la résistance mécanique de la liaison métallique réalisée.

Pour atteindre cet objectif, nous devons passer par des essais de maîtrise et d'adaptation en tenant compte de l'expérience acquise par la communauté technologique dans ce domaine. Cette maîtrise ne peut que nous apporter un savoir-faire et une amélioration dans la qualité des assemblages.

V.7.1.2 Deuxième problématique

Cette problématique est d'ordre métallurgique relatif à la soudabilité des alliages d'aluminium: lors du soudage, l'apport de chaleur engendre des transformations microstructurales et de phases, sur le matériau à assembler. En effet, elles sont autant plus complexes quand il s'agit de soudage d'aluminium en général, et à durcissement structural en particulier, et ce, pour la multitude de défauts tels que les porosités et les fissurations à chaud et à froid qui peuvent en résulter. Les conséquences de ces transformations sont les ruptures et les fissurations dans le joint de soudure (zone fondue) et même dans le métal non fondu (zone affectée thermiquement) comme le montrent les figures V.18 et V.19.



Figure V.18- Rupture du joint de et base de soudure.

Figure V.19 - Fissuration du métal la zone fondue.

Pour ce faire, plusieurs essais ont été réalisés par le procédé TIG pour aboutir à des paramètres de soudage (intensité, tension, vitesse de soudage, nature de gaz avec son débit) qui nous ont permis d'assurer une pénétration en variant la polarité du signal alternatif le rendant plus négatif ou, en augmentant l'intensité de courant.

Les modifications microstructurales dans les joints soudés sont fonction de la température maximale atteinte, du temps de séjour à haute température et de la vitesse de refroidissement.

V.7.2 Le procédé TIG

Le procédé de soudage TIG est un procédé couramment utilisé au sein du C.S.C pour le soudage des aciers au carbone difficilement soudables et pour les aciers inoxydables. Son application aux alliages non ferreux tels que les alliages d'aluminium, de magnésium et de titane reste une nouveauté. En pratique, plusieurs paramètres influent sur la morphologie du bain de fusion et sur la qualité de la soudure. Nous présentons à titre indicatif les paramètres de soudage TIG utilisés.

Tableau V.12- Paramètres de soudage TIG.

Paramètres	Soudure1*	Soudure2**		Soudure3***	
I(A)	58	70	70	56	56
U(V)	14	13	15	15	15

V (cm/s)	0.085	0.10	0.22	0.22
Débit de gaz (L/mn)	12	10	10	7
Polarité (CA)	négatif 2/3	1/2	1/2	1/2
Métal d'apport	Sans AWS ER5554 Al-Mg3			
Type de gaz	ARGON industriel			
Poste de soudage	Lincoln Square Waves TIG 355			

* Soudure1 : soudage TIG à une seule passe sans métal d'apport ;

** Soudure2 : soudage TIG à deux passes endroit dont la première passe est sans métal d'apport et la deuxième passe avec métal d'apport ;

*** Soudure3 : Soudage TIG à deux passes endroit et envers avec métal d'apport.

V.7.3 Composition chimique du métal d'apport

Le métal d'apport utilisé pour la passe de remplissage est de nuance ER5554 selon la norme AWS A5.12. (American Welding Society) et sa composition chimique est donnée dans le tableau 9.

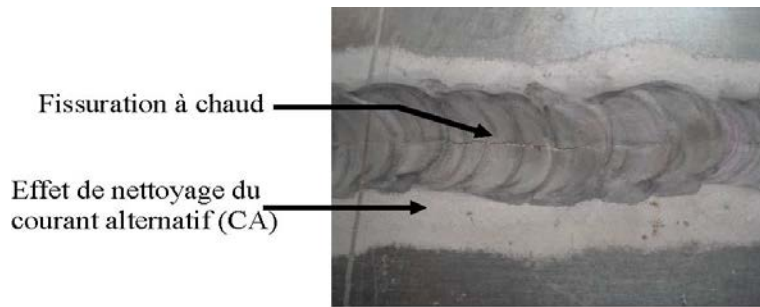
Tableau V.13- Composition chimique en poids du métal d'apport ER5554.

Elément	Si	Cu	Mg	Mn	Zn	Fe	Cr	Ti	Autres
Teneur %	0.25	0.10	2.4-3	0.5-1.0	0.25	0.40	0.05-0.20	0.05-0.20	≤0.15

V.7.4 Préparation des pièces à souder

Un problème fréquemment étudié depuis des années, est la tolérance et la stabilité dimensionnelles des produits finis. Les contraintes résiduelles induites dans une construction soudée peuvent également représenter un défaut pour l'assemblage à cause de leur effet sur le comportement à la rupture ou en fatigue des structures soudées (surtout dans les cas de chargements dynamiques ou d'environnement de service défavorable). En effectuant une soudure, le chauffage et le refroidissement lors du cycle thermique causent toujours le rétrécissement de la zone fondue et de la zone adjacente, et les forces de rétrécissement tendent à générer des déformations. Ainsi, en soudage, une bonne préparation des pièces à souder représente 80% de réussite d'une bonne soudure répondant aux critères de qualité. Une préparation, est l'ensemble des paramètres de chanfreinage, de nettoyage des bords, de pointage, de bridage, et de préchauffage si nécessaire. Toutes ces données font l'objet d'une procédure de préparation.

V.7.5 Nettoyage



La grande affinité de l'aluminium pour l'oxygène permet de former rapidement sur sa surface une couche d'alumine Al_2O_3 . Cet oxyde est presque aussi dur que le diamant. Il a un point de fusion beaucoup plus élevé que l'aluminium lui-même [2050°C contre 660°C]. Ainsi le soudage de l'aluminium sans éliminer le film d'oxyde peut provoquer la fusion de l'aluminium avant l'oxyde. L'oxyde est également chimiquement stable ; les flux pour l'enlever exigent des substances corrosives qui peuvent endommager le joint de soudure à moins qu'ils soient entièrement enlevés après soudure. Le film d'alumine est aussi un isolant électrique et est assez poreux pour maintenir l'humidité, ce qui explique la sensibilité des alliages d'aluminium à la formation de défauts tels que les porosités et la fissuration à chaud. L'assemblage de pièces en aluminium nécessite ainsi une préparation particulière afin de minimiser pour ne pas dire éliminer les sources de ces défauts. Il faut trouver les bonnes procédures de nettoyage des bords à souder, mais aussi la façon d'isoler de toute contamination extérieure (poussières, graisses, autres alliages métalliques) les alliages soumis à une opération de soudage. Les techniques de nettoyage des bords à souder sont soit chimiques, soit mécanique où la combinaison des deux. La conséquence d'un mauvais nettoyage est la fissuration à chaud comme le montre la figure V.20 ci-dessous. La soudure est réalisée sans aucune préparation. Nous constatons en plus de la fissure tout le long du cordon, l'effet de nettoyage du courant alternatif lors de son passage à la demi-période positive (polarité positive) sur la zone claire adjacente au cordon de soudure.

Figure V.20- Fissuration à chaud

Pour notre travail, le nettoyage des bords à souder sur une tôle d'épaisseur 2mm est effectué par l'intermédiaire d'une brosse-meule en inox, ce qui est considérée comme une opération mécanique. La figure V.21 montre l'état des bords à souder après nettoyage. Ils présentent une brillance plus importante comparativement aux endroits adjacents, non nettoyés.

Nous avons testé d'autres méthodes de nettoyage mécaniques telles que le polissage des bords à souder. Le métal d'apport utilisé a lui aussi été nettoyé par frottement au papier abrasif puis nettoyage à l'éthanol afin d'éliminer les poussières.

nettoyé

V.7.6 Le

C'est l'opération qui consiste à fixer les tôles à souder dans le but d'éviter les déformations dues aux phénomènes de dilatation et retrait produits lors du soudage.

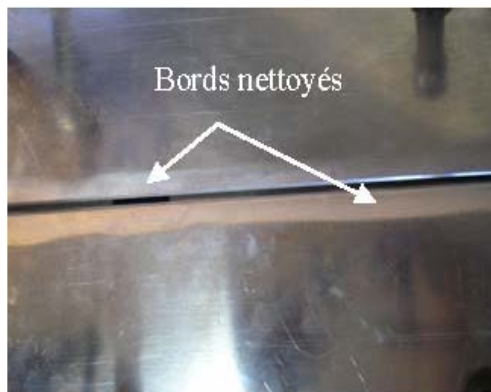


Figure V.21 -Etat de bord

bridage

qui suit le nettoyage. Elle consiste à fixer les tôles à souder dans le but d'éviter les déformations dues aux phénomènes de dilatation et retrait produits lors de l'apport de chaleur lors du soudage.

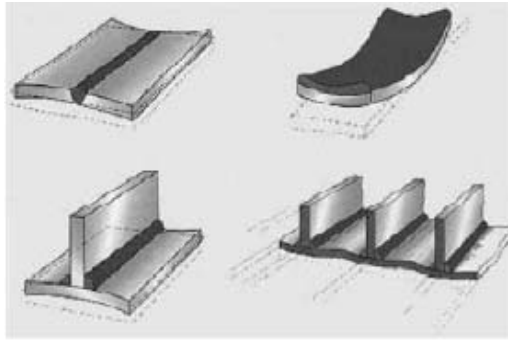


Figure V.22- Phénomènes de déformations.

En soudage, les contraintes thermiques se développent dans la zone adjacente à la zone fondue en produisant des contraintes de plasticité en cette zone. Ces dernières ont comme conséquences la déformation permanente de la structure soudée après soudage. La valeur élevée du coefficient de dilatation linéique et la faible limite d'élasticité de certains alliages seront des facteurs déterminants pour la création de déformations importantes.

V.7.7 Macrographies des soudures

Les macrographies des soudures 1, 2 et 3 sont données sur les figures V.23, V.24 et V.25 respectivement.

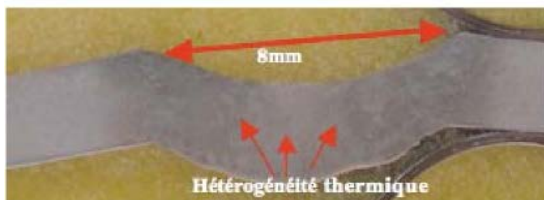


Figure V.23- Macrographie soudure 1.

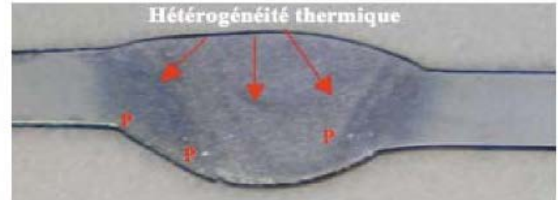


Figure V.24- Macrographie soudure 2.

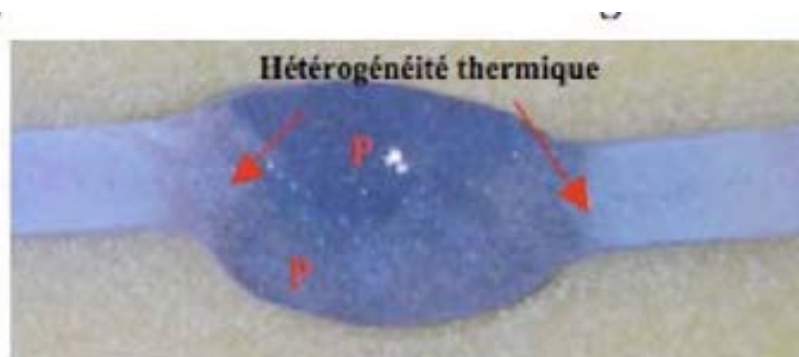


Figure V.25- Macrographie soudure 3.

Ces macrographies révèlent :

- Une hétérogénéité thermique entre la zone fondue (ZF) et la zone adjacente (ZAT) sur les trois soudures ;
- l'étendue de la ZAT qui peut être appréciée sur les macrographies des trois soudures ;
- une déformation dans le cas de la soudure 1 ;
- la dénivellation de la soudure 3 constatée avec le contrôle visuel et radiographique;
- une bonne pénétration inter passes dans le cas des soudures 2 et 3 ;
- une importante présence de porosités (P) dans les soudures 2 et 3. Ceci nous fait dire que l'utilisation de métaux d'apport augmente le taux de porosités ;
- une dissymétrie de la distribution thermique dont les conséquences seront une hétérogénéité structurale de part et d'autre de la zone fondue. Les causes de cette dissymétrie sont attribuées à la position de la torche (de l'arc) par rapport aux bords à souder et à la différence de conductibilité thermique dans le cas d'une soudure hétérogène.

V.7.8 Contrôle visuel

L'objectif est de vérifier les irrégularités du cordon de soudure (défauts de formes) ou les défauts débouchant et apparents telles que les porosités, les fissures.

- (a) Soudure 1 TIG sans métal d'apport (autogène) ;
- (b) Soudure 2 TIG à deux passes dont la deuxième avec métal d'apport ;
- (c) Soudure 3 TIG à deux passes endroit et envers avec métal d'apport ;
- (d) Soudure laser sur tôle de 2mm.

L'état de surface des échantillons avant attaque montre l'existence d'un nombre important de porosités. Il est plus important dans les soudures 2 et 3. Ce qui nous fait penser que l'addition du métal d'apport est néfaste pour le taux de porosités.

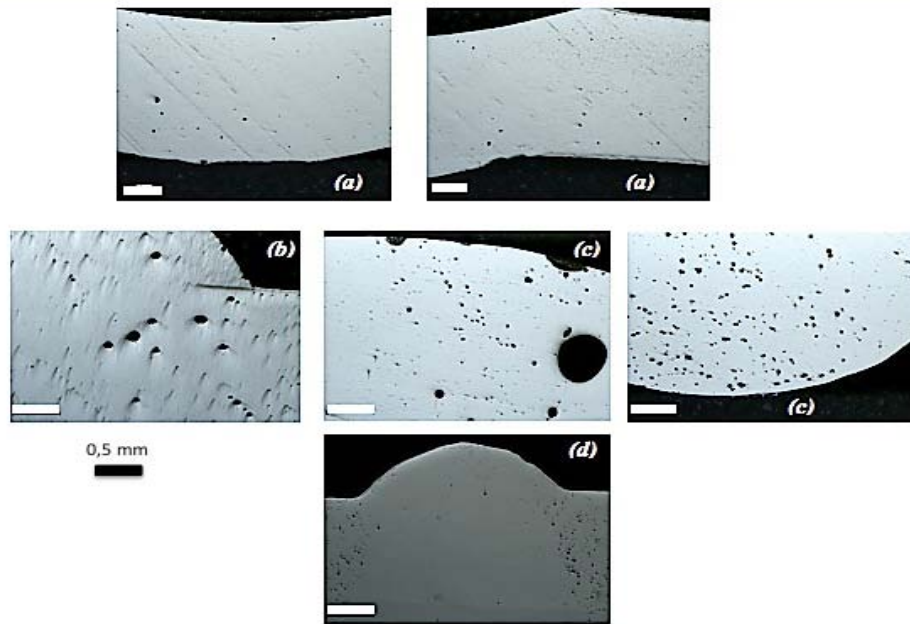


Figure V.26- Etat de surface d'un polissage d'un joint soudé avant attaque chimique.

La structure métallographique de l'alliage sur la tôle de 2mm est représentée sur la figure V.27.

La structure du métal de base est une structure en bande représentative de l'effet du laminage. Elle est caractérisée par un allongement du grain figure V.27. Sachant que le rapport massique $\text{Cu/Mg} = 2,47$, la phase d'équilibre est du type Al_2CuMg . La microstructure est analysée comme étant la phase α (matrice blanche) et les grains noirs aux joints de grains comme étant le précipité Al_2CuMg . Quant aux petites particules sur la matrice du grain, elles sont considérées comme étant de fins précipités de type Al_2Cu . Les grosses particules (couleur grises) sont considérées comme des précipités Al_2Cu insolubles (non remis en solution).

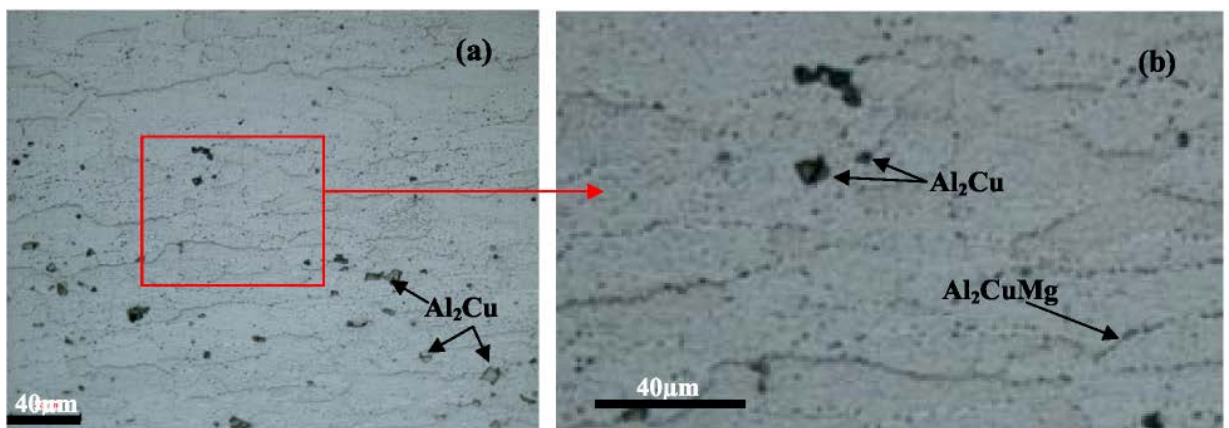


Figure V.27- Microstructure du métal de base avant soudage.

Quant aux structures du métal de base, elles sont pratiquement inchangées. Elles présentent des structures à grains polyédriques allongés caractéristiques des structures du laminage.

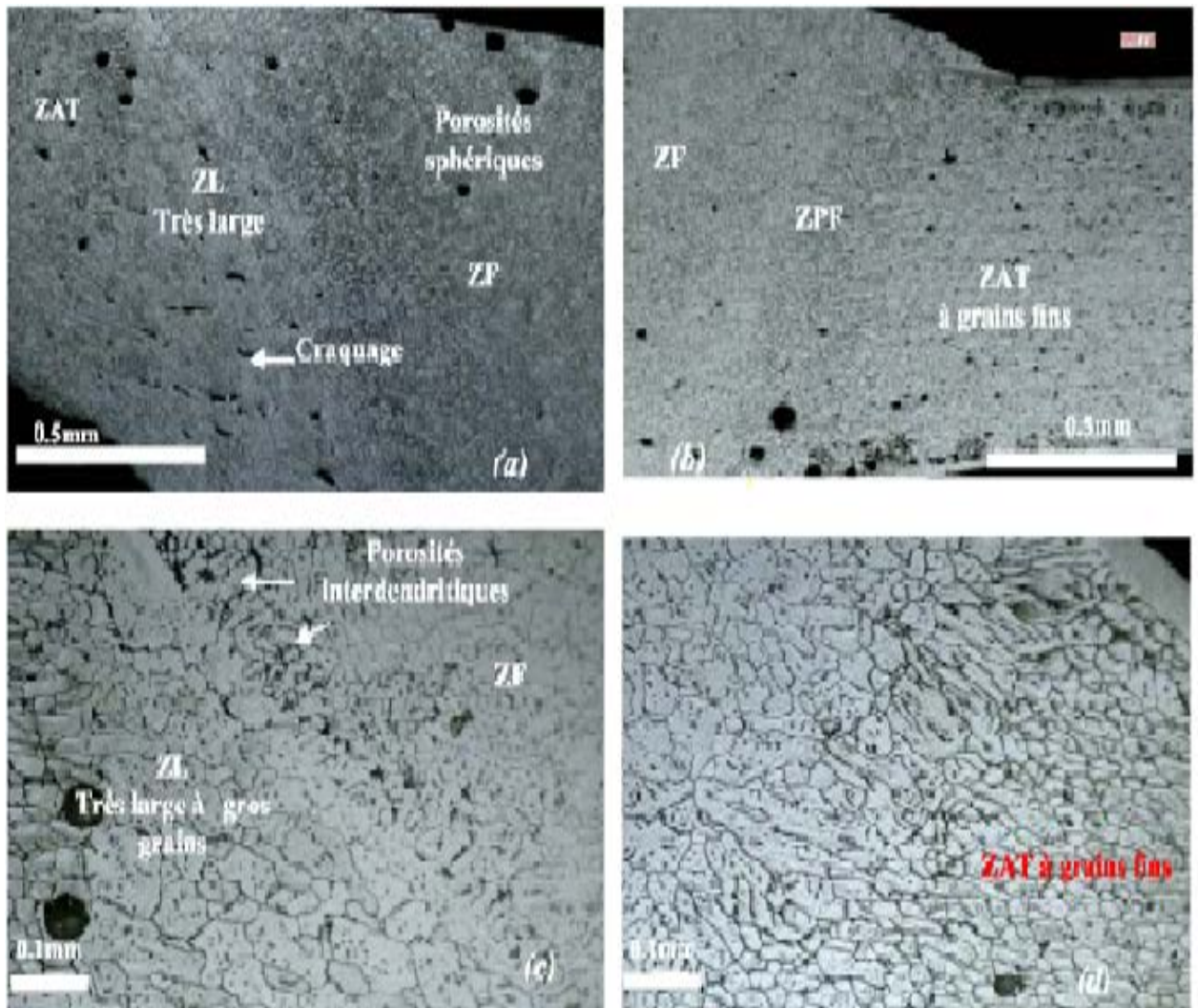


Figure V.28- Micrographies montrant les porosités sphériques et interdendritiques structure à gros grains avec épitaxie et Zone surmûrie de la ZAT.

La zone fondue est considérée comme un mélange de deux alliages : l'alliage de base en 2024 et le métal d'apport. Ainsi on constate que le taux de Mg a augmenté par contre le taux de Cu a baissé. Nous remarquons qu'il est presque le même alors qu'il devrait être élevé sur le côté bas de la ZF. C'est ce que nous remarquons sur la macrographie et les micrographies où l'inter pénétration entre le métal d'apport et de base est importante.

Ainsi, les taches observées en métallographie optique sur le grain et les zones entourant les joints de grains sont des précipités.

La zone ZPF à côté de la zone ZAT présente un grain grossier avec la présence de micro porosités intra et inter granulaires. Quant à la ZPF le grossissement du grain est plus important avec une orientation vers la ZF (direction de solidification). La fissuration inter granulaire est aussi présente.

Nous rappelons que la soudure 2 est une soudure à deux passes dont la première passe est sans métal d'apport. L'évolution microstructurale produite par la succession d'apport de chaleur, allant du métal de base vers la zone fondue.

V.7.9 Caractérisation mécanique des soudures

En général, une soudure n'est acceptée que si les essais mécaniques de traction, de pliage, de résilience et de dureté répondent à des critères de qualités conformément à une norme de référence. Cependant, dans ce travail seul l'essai de dureté (microdureté) est appliqué pour plusieurs raisons principalement :

- * le nombre important de porosités,
- * les échantillons sont de petites dimensions, insuffisantes pour le prélèvement des éprouvettes de traction. Des tentatives de prélèvement ont été faites mais ont abouti à une forte déformation des échantillons et dans certains cas à une fissuration.

La porosité dans les alliages d'aluminium est à l'origine d'une perte de tenue mécanique et d'amorçage de fissures, c'est donc un problème important auquel il faut y remédier. Une fraction volumique de pores de 1% peut conduire à une réduction de 50% de la durée de vie en fatigue, et 20% de la limite d'endurance par rapport au même alliage sans porosités. Dans tous les cas, les fissures s'amorcent sur des pores ou inclusions d'oxydes localisés près de la surface de l'éprouvette. En général, la fissure causant la rupture s'amorce et se propage à partir d'un seul site, mais dans notre cas nous avons obtenu des soudures à haute teneur en défauts, où de multiples fissures ont pu être observées.

Ainsi, pour les raisons montrées précédemment, procéder aux essais mécaniques de traction et de pliage ne nous conduirait qu'à une rupture précoce de la zone fondue. C'est pourquoi nous nous sommes limités à la micro dureté qui est d'ailleurs une technique très rencontrée dans d'autres travaux.

V.7.10 Analyse des microduretés des soudures TIG

Les courbes de duretés des trois soudures TIG présentent une même allure. Une dureté faible dans la zone fondue, suivi d'une croissance de dureté et une diminution pour recroître légèrement dans la ZAT et se stabiliser dans le MB.

Les phénomènes régissant ce comportement sont difficiles à élucider. Ils dépendent de plusieurs facteurs : l'énergie mise en jeu, les cycles thermiques subits par chaque point et l'étendue de la zone d'influence thermique (l'aluminium est un très bon conducteur thermique). L'alliage 2024 est un alliage à durcissement structural où les phénomènes de précipitation et dissolution de phases vont dépendre des températures atteintes et du temps de séjours à ces températures. Les travaux de C. Genevois montrent qu'en plus des phénomènes de précipitation, on doit tenir compte de l'état structural après soudage (affinage et grossissement de grains), qui a une influence sur les propriétés mécaniques et plus particulièrement sur la dureté.

Sachant que l'affinage de grain est caractéristique d'une mise en solution, les valeurs de dureté élevées correspondent au vieillissement naturel par précipitation des zones GP.

Les duretés de chaque zone sur chaque soudure sont données sur le tableau V.14.

Tableau V.14- Dureté des trois soudures TIG.

Dureté		Soudure1	Soudure2	Soudure 3
Z F	Min	93	78	50
	Max	121	108	100
ZAT	Min	123	112	119
	Max	145	150	144
MB	Min	/	132	112
	Max	/	140	126

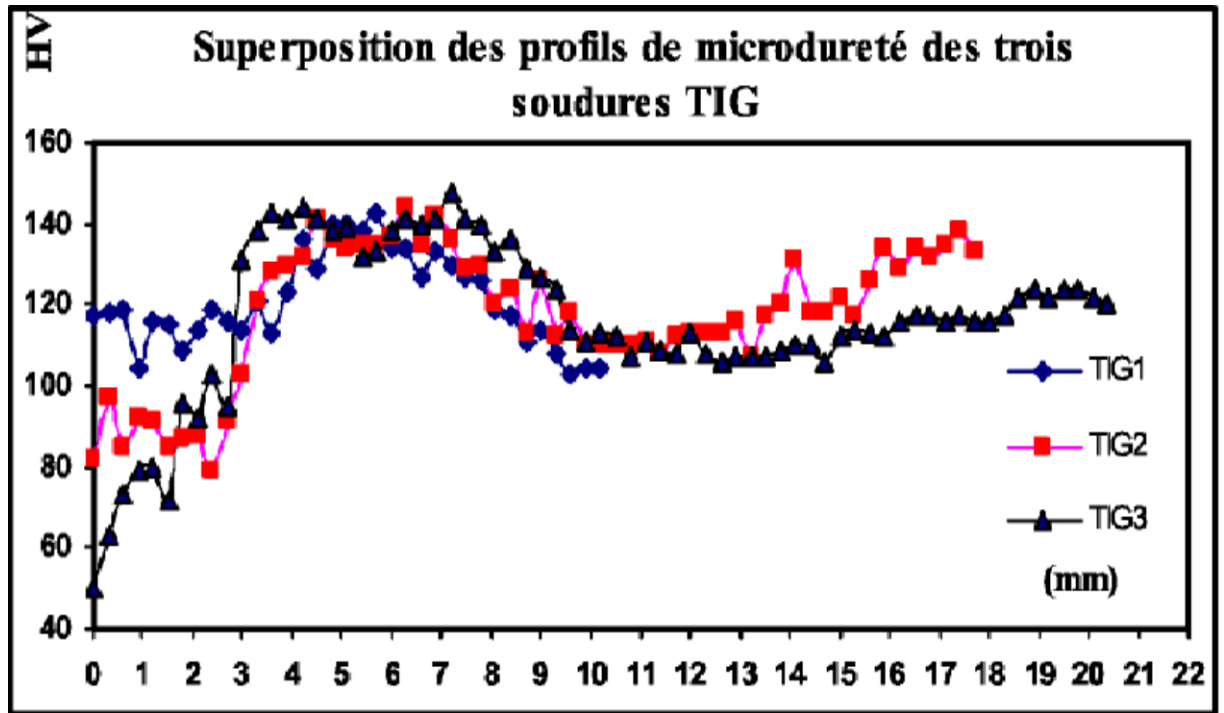


Figure V.29- Profils de micro duretés des trois soudures TIG.

La superposition des courbes montrent que la dureté dans la ZF de la soudure 1 est plus élevée et que celle de la soudure 3 est la plus basse : ceci s'explique par l'addition du métal d'apport qui a une composition chimique différente de celle du 2024.

Ainsi, les taches observées en métallographie optique sur le grain et les zones entourant les joints de grains sont des précipités.

La zone ZPF coté ZAT présente un grain grossier avec la présence de micro porosités intra et inter granulaires. Quant à la ZPF le grossissement du grain est plus important avec une orientation vers la ZF (direction de solidification). La fissuration inter granulaire est aussi présente.

Nous rappelons que la soudure 2 est une soudure à deux passes dont la première passe est sans métal d'apport.

CONCLUSION GENERALE

Ce travail s'ajoute aux nombreux travaux qui s'effectuent dans le domaine de la corrosion des installations pétrochimiques.

Nous avons montré à travers cette étude, que l'acier API 5L grade B présente de bonnes aptitudes d'un point de vue structural et des insuffisances quant à son comportement électrochimique. L'aspect corrosion constaté dans le cas de notre acier, est relatif à la présence dans le site de Stah (In Amenas), des eaux d'injection qui sont chargées d'ions néfastes à notre matériau, à savoir les ions sulfates et les ions chlorures ainsi qu'un milieu acide tributaire du Cl^- se trouvant dans ces derniers.

La comparaison du comportement électrochimique de l'acier étudié et de l'alliage d'aluminium qui pouvait dans un premier temps être un élément de substitution, montre un bon comportement de l'alliage d'aluminium au détriment de notre acier provenant d'In Amenas.

Le comportement d'un point de vue soudabilité de notre alliage d'aluminium à savoir le 2024 T351, a été étudié selon deux aspects : un aspect opératoire et un aspect métallurgique.

Pour l'aspect opératoire, nous relevons pour le soudage de faibles épaisseurs que l'opération en elle-même une réussite de la continuité métallique, par le biais du choix de paramètres adéquats.

Concernant la soudabilité d'un point de vue métallurgique, on peut dire à partir de ce travail, que pour des températures supérieures à $450^{\circ}C$, on peut apprécier les transformations structurales telles que l'affinage du grain, transformations apparentes lors de l'analyse métallographique par microscopie optique.

Notons que pour les phénomènes de durcissement structural par précipitation de composés intermétalliques, leur nature de leur distribution ne pouvaient être appréciées avec des moyens expérimentaux conventionnels.

L'aspect microstructural de l'alliage d'aluminium étudié qui présente des défauts, des aspérités, des cavités, des cupules et des précipités néfastes ainsi qu'une hétérogénéité des grains peut nous amener à dire que l'alliage ne s'y prête pas à un comportement mécanique dans le cas des conditions préalables d'utilisation dans le cas de la raffinerie d'In Amenas.

Nous pouvons conclure, que dans le cas de nos installations, l'alliage préconisé ne sera pas un alliage qui pourrait subvenir aux aspirations du CRD car d'un point de vue électrochimique les différents défauts constatés seront le siège de corrosions dues aux différents amorçages de fissures dans notre cas.

Notons que l'étude ne sera concluante que si elle sera accompagnée d'une étude technico-économique complète, car dans notre cas pourquoi changer un acier par un alliage d'aluminium qui de surcroît est importé alors que des aciers destinés au transport des hydrocarbures peut être élaboré chez nous avec notre propre technologie même s'il faille remédier à des élaborations spécifiques à la demande de Sonatrach.

Recommandations et perspectives :

Il est évident qu'un tel travail sur les alliages d'aluminium ne fait que commencer. Les résultats obtenus sont appréciables. Evaluer ces résultats de bons ou de mauvais côté ne peut se faire dans l'immédiat par rapport aux différentes questions qui restent posées et ce par rapport aux paramètres de soudage et la maîtrise des technologies des procédés de soudage (TIG et Laser) ou par rapport aux divers défauts obtenus tels que les porosités et les fissurations à chaud.

C'est pourquoi, nous recommandons :

- une étude microstructurale détaillée (MEB, MET ...)
- une étude électrochimique détaillée avec différents paramètres d'étude (pH, concentration, milieu d'attaque....).
- reprendre l'étude avec d'autres familles d'alliages d'aluminium à savoir la famille 6000 et 7000 et même les alliages d'aluminium spéciaux à base de Cr, Mo et Mg.

Références

Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1]. M.F Ashby, D.R.H Jones. « *Matériaux 2 : microstructure, mise en œuvre et conception* ». Dunod. Paris. (2008).
- [2]. Guy Murry. « *ACIER. Généralités* » Technique de l'ingénieur, fasc. M300, (Année2003).
- [3]. Kherraf Sihem. « *Comportement électrochimique de l'acier A105 dans différents milieux aqueux* ». Mémoire de Magistère. Université de Skikda. (2008).
- [4]. Michel Colombié et coll. « *Matériaux industriels, matériaux métalliques* ». (pp. 109-112, 343, 389).Dunod. Paris (2000).
- [5]. A.Roos, B.Millet. « *Précis de métallurgie appliqué* ». Lavoisier. Paris (1982).
- [6]. Michel Dupeux. « *Aide-mémoire science des matériaux* ».Dunod. Paris(2008).
- [7]. Christian Vargel. « *Corrosion de l'aluminium* » (pp. 6, 8, 12, 16-21, 38). Dunod. Paris (1999).
- [8]. Michel Canton et Serge Sochon. « *ALU TOOL : l'aluminium matériaux innovant* »Afnor éditions. (2009).
- [9]. Hugues Wilquin. « *Construire en aluminium* ».Le Moniteur. (2001).
- [10]. Roger Develay. « *Données numériques sur l'aluminium non allié* » Technique de l'ingénieur, fiscM443.
- [11]. Denis Petrocokino. « *Matériaux maintenus à l'état d'anode ou de cathode pendant tout l'emploi* »Technique de l'ingénieur, fiscM156.
- [12]. J. Philibert, A. Vignes, Y. Brechet, P. Combrade. «*Métallurgie du minerai au matériau* ».MASSON.(1998).
- [13]. Mme Dr Si Salah. « *Corrosion et protection* ». IAP. 2004.
- [14]. Khireche Soraya. « *Elaboration et étude de corrosion des alliages Al-Zn et Al-Zn-Sn dans une solution de 3% en poids de NaCl* ». Mémoire de Magistère. Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou. (2008).
- [15]. M.Bounoughaz. « *Etude de la protection des fonds de bacs pétroliers contre la corrosion par des anodes en zinc* ». Thèse de Doctorat. ENP. (2006).
- [16]. D. Landolt. « *Corrosion et chimie de surface des métaux, traité des matériaux* ». Presses Polytechnique et Universitaire Romandes.Lausanne.(1993).

- [17]. S. Ouari. « *Mise au point d'un dispositif de fatigue (flexion)-corrosion et caractérisation d'un alliage d'aluminium* ». PFE. ENP.(2009).
- [18]. G Béranger, H Mazille. « *Corrosion des métaux et alliages, mécanismes et phénomènes* ».Lavoisier. (2002).
- [19]. J. Bénard, A. Michel, J. Philibert & J. Talbot. « *Métallurgie générale* ».Edition Masson(1984).
- [20]. J.L Crolet & G. Béranger. « *Corrosion en milieu aqueuxdes métaux et alliages* » Technique de l'ingénieur, fisc. M150.
- [21]. L. Lacroix. « *Mécanisme de corrosion localisée de l'alliage de l'aluminium 2024- Apport de la microscopie à force atomique (AFM) couplée au mode KELVIN(KFM) et des alliages modèles*». Thèse de doctorat. Université de Toulouse (2008).
- [22]. B. Dubost, P. Sainfort. « *Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium*». Technique de l'ingénieur, fisc. M240.
- [23]. J. Pokorny & A. Pokorny. « *Métallographie* ». Technique de l'ingénieur, fisc. M90.
- [24]. N. Zouache& R. Zouaoui. « *Caractérisation d'un tube de chaudière après utilisation* ». PFE. ENP. (2007).
- [25]. E.L. Din-Ştribu. « *Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile pour la fabrication de radiateur de chauffage* ». Université de Roumanie. (2005).