

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



Département de Métallurgie
Centre de Recherche en Technologies Industrielles

Mémoire de projet de Fin d'Etudes
pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat
en Génie des Matériaux

Thème

Caractérisation microstructurale et tenue à la corrosion
d'un assemblage Claddé 316L/X60

Présenté par :

SEKAKEN Rima Yasmina.
SIDIBOUMEDDINE Imene.

Encadré par:

ABADLI Kamel Docteur ENP.
DJAMA Mustapha Docteur CRTI.

Devant le jury :

Président	M.E.DJEGHLAL	Professeur	ENP.
Examineur	A.KASSER	MCA	ENP.
Examineur	N.KERROUBA	Docteur	CRTI.

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



Département de Métallurgie
Centre de Recherche en Technologies Industrielles

Mémoire de projet de Fin d'Etudes
pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat
en Génie des Matériaux

Thème

Caractérisation microstructurale et tenue à la corrosion
d'un assemblage Claddé 316L/X60

Présenté par :

SEKAKEN Rima Yasmina.
SIDIBOUMEDDINE Imene.

Encadré par:

ABADLI Kamel Docteur ENP.
DJAMA Mustapha Docteur CRTI.

Devant le jury :

Président	M.E.DJEGHLAL	Professeur	ENP.
Examineur	A.KASSER	MCA	ENP.
Examineur	N.KERROUBA	Docteur	CRTI.

ملخص:

الهدف من هذا العمل هو دراسة سلوك الجسم المكون من سبائك فولاذية HLE وفولاذ أوستنيتي غير قابل للصدأ المصنوع بطريقة الكلادينغ في بيئات تأكل مختلفة. تم إجراء تشخيص مجهري و ميكانيكي للواجهة بين المادتين. أظهرت دراسة لنتائج أربعة أعمال علمية حول سلوك الكسوة المكونة من فولاذ عالي القوة وسبائك فولاذية منخفضة مع فولاذ أوستنيتي غير قابل للصدأ في بيئات شديدة التآكل أن مقاومة الكلادينغ أفضل من فولاذ البناء.

الكلمات المفتاحية : الكسوة, فولاذ, HLE الفولاذ المقاوم للصدأ الاستنيتي, مقاومة التآكل, كربيدات الكروم, الصلابة.

Abstract :

The objective of this work is to study the behavior of an assembly composed of a high strength low alloy steel and an austenitic stainless steel produced by the cladding process, in different corrosive environments. A microstructural and mechanical characterization of the interface between the two materials was done. A study of the results of four scientific works on the behavior of cladding composed of high strength low alloy steels coated with austenitic stainless steels in severe corrosive environments showed that the resistance cladding is better than that of construction steels.

Key words : Cladding, HLE steel, austenitic stainless steel, corrosion resistance, chromium carbides, hardness.

Résumé :

L'objectif de ce travail est l'étude du comportement d'un assemblage composé d'un acier à haute limite élastique et d'un acier inoxydable austénitique élaboré par le procédé du cladding, dans différents milieux corrosifs. Une caractérisation microstructurale et mécanique de l'interface entre les deux matériaux a été faite. Une étude des résultats de quatre travaux scientifiques sur le comportement des claddings composés d'aciers à haute limite élastique revêtus avec des aciers inoxydables austénitiques dans des milieux corrosifs sévères a montré que la tenue des claddings est meilleure que celle des aciers de construction.

Mots clés : Cladding, acier HLE, acier inoxydable austénitique, résistance à la corrosion, carbures de chrome, dureté.

Remerciements

Avant toute chose, le plus grand merci revient à notre Dieu qui lui seul nous a donné courage et volonté d'accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à remercier vivement nos promoteurs monsieur K.ABADLI et monsieur M.DJAMA pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail, pour leurs encouragements, leur disponibilité et leur grande compréhension.

Nous remercions également Mr DJEGHLAL pour nous avoir honoré en acceptant de présider le jury, Mr KASSER et Mr KHERROUBA d'avoir accepté de juger notre humble travail ;

Nous n'oublions pas de remercier tous les enseignants du département de Métallurgie à l'Ecole Nationale Polytechnique pour nous avoir offert, ainsi qu'à tous nos camarades de la promotion, une bonne formation au bout des trois années qu'on a passé ensemble sous le toit de notre département ;

Au centre de recherche CRTI et en particulier à Mr KHERROUBA qui, de par ces conseils, sa bienveillance et sa disponibilité, nous a facilité le travail au sein du centre.

Et enfin nous tenons à remercier particulièrement nos parents, qui nous ont permis de réaliser ce travail grâce à leurs encouragements, leurs disponibilités, leurs patiences et leurs conseils avisés et leurs soutiens qui nous ont été très précieux.

Ces remerciements ne seraient pas complets sans associer toutes les personnes ayant contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail.

Merci,

Dédicaces

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail

A l'homme, ma précieuse offre du dieu, qui doit ma vie, ma réussite et tout mon respect : mon cher Papa

*A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences : mon adorable
Mama*

A mes chères sœurs Nawel et Khadidja, mon frère Moawiya et sa femme Imene, qui m'ont toujours soutenu et encouragé durant ces années d'études.

A mes adorables neveux : Nabil et Younes et mes chères nièces : Batoul, Rania et Maria

A mon binôme Imene pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet.

A mes copines : Khouloud, Marwa, Toubba, Imene, Radjaa et Insaf qui m'ont toujours encouragé, et à qui je souhaite plus des succès.

A ma famille, mes proches et à ceux qui me donnent de l'amour et de la vivacité.

A tous ceux que j'aime.

Ryma

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

Mes chers parents qui n'ont jamais cessé de me supporter, me soutenir et m'encourager durant toutes mes années d'études.

Qu'ils trouvent ici le témoignage de ma profonde gratitude et reconnaissance.

Mes chères frères SALAH-EDDINE et NOUR-EDDINE.

A mes grands-parents qui m'ont accompagné par leurs prières et leur douceur, puisse Dieu leur prêter longue vie et beaucoup de santé.

A mes oncles et mes tantes pour leur soutien tout au long de mon parcours.

A mon binôme SEKAKEN Rima, pour toutes les étapes qu'on a traversé ensemble, son encouragement, et sa patience. Merci !

A mes cousins et cousines en particulier Sonia et la petite Lyna. A mes chères amies : Meriem, Radja, Sarah, Imene et à toute ma promotion 2017-2020 à l'ENP-Alger.

Imene

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale..... 14

Première partie : Recherche bibliographique

Chapitre 1 : Les aciers à haute limite élastique (HLE)

1.1. Introduction	17
1.2. Classification des aciers HSLA.....	18
1.2.1. Norme ASTM.....	18
1.2.2. Norme API	18
1.2.3. Norme EN	20
1.2.4. Norme GB	20
1.3. Constitution des aciers HLE.....	20
1.3.1. Effet des éléments	21
1.3.2. Mécanisme de durcissement.....	21
1.4. Le laminage thermomécanique (M ou TM)	24
1.4.1. Procédé de laminage thermomécanique	24
1.4.2. Traitements de trempe revenu	27
1.4.3. Influence des conditions de refroidissement sur la structure des aciers.....	28
1.5. Propriétés mécaniques	29
1.5.1. La limite d'élasticité.....	29
1.5.2. La ténacité	30
1.6. Soudabilité des aciers HLE	30
1.7. Corrosion des aciers HLE	32
1.7.1. Différents types de corrosion	32
1.7.2. Principaux risques de la corrosion des pipelines.....	32
1.7.3. Les facteurs influençant la corrosion	32

Chapitre 2 : Les aciers inoxydables

2.1. Introduction	35
2.2. Normalisation et désignation des aciers inoxydables.....	35
2.2.1. La norme européenne EN 10027	35
2.2.2. La norme américaine AISI	35
2.3. Constitution des aciers inoxydables	36
2.3.1. Effet des éléments	36
2.3.2. Diagramme d'équilibre.....	37
2.3.3. Structure des aciers et diagramme Pryce et Andrews	41

2.4. Classification des aciers inoxydables	42
2.4.1. Aciers inoxydables ferritiques	42
2.4.2. Aciers inoxydables martensitiques	42
2.4.3. Aciers inoxydables austénitiques	42
2.4.4. Aciers inoxydables austéno-ferritiques	42
2.5. Transformations de phases des aciers inoxydables austénitiques	43
2.5.1. Mode de refroidissement	43
2.5.2. Différents précipités rencontrés	43
2.6. Traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques	44
2.6.1. Traitement d'hypertrempe	44
2.6.2. Traitement anti-ferrite	45
2.6.3. Traitement thermomécanique	45
2.6.4. Traitement d'optimisation de la tenue au fluage	46
2.7. Propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques	46
2.7.1. Comportement contrainte-déformation	46
2.7.2. Quelques caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables austénitiques	47
2.8. Corrosion des aciers inoxydables austénitiques	49
2.8.1. Le phénomène de passivation	49
2.8.2. Les différents types de corrosion (définition et mécanismes)	49

Chapitre 3 : Le procédé cladding

3.1. Introduction	53
3.2. Les Procédés cladding	53
3.2.1. Le laminage à chaud	54
3.2.2. Le collage par explosion	55
3.2.3. Le rechargement	56
3.3. Les matériaux du cladding	57
3.3.1. Aciers de base (substrats)	57
3.3.2. Matériaux de revêtement	57
3.4. Comportement du cladding en service	58
3.4.1. Effet du cladding sur la microstructure	58
3.4.2. Effet du cladding sur la corrosion	59

Deuxième partie : Etude expérimentale

Chapitre 4 : Techniques expérimentales

4.1. Introduction	62
4.2. Description du matériau étudié	62
4.3. Analyse chimique	62
4.3.1. L'acier inoxydable austénitique	62
4.3.2. L'acier au carbone	63
4.4. Caractérisations expérimentales	63

4.4.1. Caractérisation microstructurale.....	63
4.4.2. Caractérisation mécanique	69
4.4.3. Caractérisation électrochimique	71

Chapitre 5 : Résultats et interprétations

5.1. Etat métallographique.....	77
5.1.1. Microstructure de l'acier au Carbone X60	77
5.1.2. Microstructure de l'acier inoxydable austénitique 316L.....	79
5.1.3. Microstructure de l'interface	82
5.2. Résultats et interprétation de l'essai de micro-dureté	84

Chapitre 6 : Synthèse

6.1. Etude des articles.....	87
6.2. Interprétation des résultats	93
Conclusion et perspectives	96
Références bibliographiques	98

Liste des tableaux :

Tableau 1.1 : Composition limite des aciers HSLA selon la norme ASTM	18
Tableau 1.2 : Composition chimique % (Tubes de conduite PSL1 soudés)	18
Tableau 1.3 : Composition chimique % (Tubes de conduite PSL2 soudés)	19
Tableau 1.4 : Caractéristiques mécaniques (Tubes de conduite PSL1)	19
Tableau 1.5 : Caractéristiques mécaniques (Tubes de conduite PSL2)	19
Tableau 1.6 : Composition limite des aciers HSLA selon la norme EN 10025	20
Tableau 1.7 : Composition limite des aciers HSLA selon la norme GB/T700	20
Tableau 1.8 : Composition chimique et carbone - équivalent des aciers HSLA.....	31
Tableau 2.1 : Désignations équivalentes d'une nuance d'acier inoxydable.....	36
Tableau 2.2 : Caractéristiques mécaniques de certaines nuances d'aciers inoxydables austénitiques.....	48
Tableau 3.1 : Les différents traitements thermiques pour l'inox claddé et les aciers faiblement alliés	54
Tableau 3.2 : Composition chimique des aciers inoxydables pour le cladding	58
Tableau 3.3 : Composition chimique des alliages de nickel pour le cladding	58
Tableau 4.1 : Composition chimique en % massique de l'acier inoxydable 316L	62
Tableau 4.2 : Composition chimique en % massique de l'acier au carbone X60	63
Tableau 4.3 : Paramètres d'attaques, chimique et électrolytique	66
Tableau 5.1 : Résultats du calcul de la taille moyenne des grains	77
Tableau 5.2 : Résultats du calcul des taux de phases de l'acier X60 par analyses d'images.....	78
Tableau 5.3 : Résultats de la composition chimique de la ferrite pour 1 zone de l'échantillon X60.....	79
Tableau 5.4 : Résultats des microanalyses par spectrométrie en dispersion d'énergie (EDS) pour une zone de l'échantillon 316L.....	81
Tableau 5.5 : Evolution de la dureté par rapport à l'interface.....	84
Tableau 6.1: Valeurs des courbes de polarisation potentiodynamique après ajustement Tafel..	88
Tableau 6.2: Potentiel et courant de corrosion à l'interface.....	90
Tableau 6.3: Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de polarisation de l'acier ASME AS-240 TP-316L dans une solution d'acide sulfurique de 0.1 mol L	93

Liste des Figures :

Figure 1.1 : Effet de la teneur des éléments d'alliage sur le durcissement de la ferrite par solution solide à 20°C	22
Figure 1.2 : Durcissement obtenu par différents types de précipités	23
Figure 1.3 : Effet du taux de carbone sur la courbe de traction conventionnelle.....	23
Figure 1.4 : Effet de la taille du grain ferritique sur la limite d'élasticité et la température de transition.....	24
Figure 1.5 : Schéma de laminage thermomécanique.....	26
Figure 1.6 : Structures des aciers HSLA après différents traitements thermomécaniques	26
Figure 1.7 : Influence de la température de revenu sur la dureté et la résilience de l'acier HSLA 4140	27
Figure 1.8 : Influence de la température de revenu sur la courbe de traction de l'acier HSLA 4340.....	28
Figure 1.9 : Diagramme TRC d'un acier au carbone	29
Figure 1.10 : Structure de l'acier HSLA après traitement thermomécanique	29
Figure 1.11 : Courbes de traction sur éprouvette en acier S355N, S460ML, S690QL.....	30
Figure 1.12 : Courbe de résilience des aciers S460ML et S690QL en comparaison avec la nuance S355J2.....	30
Figure 1.13: Diagramme(C, Ceq) pour les aciers des tubes.....	32
Figure 2.1 : Diagramme d'équilibre Fe-C.....	38
Figure 2.2 : Diagramme binaire Fe-Cr	39
Figure 2.3: Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions (schématique)	39
Figure 2.4 : Projection sur le plan température/teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe Cr-C pour des teneurs croissantes en Carbone.....	40
Figure 2.5 : Diagramme d'équilibre Fe-Ni.....	40
Figure 2.6 : Diagramme de Pryce et Andrews donnant la structure des aciers inoxydables laminés en fonction de leur composition)	41
Figure 2.7 : Diagramme pseudo-binaire schématique du système Fe-Cr-Ni montrant les quatre modes de solidification d'un acier austénitique	43
Figure 2.8 : Diagramme de précipitation de $M_{23}C_6$	44
Figure 2.9: Courbes contrainte-déformation pour un acier inox et un acier au Carbone à l'état écrouis, en traction	47
Figure 2.10 : Modèle bicouche de la couche passive	49
Figure 2.11 : Représentation de la corrosion sous contrainte.....	50
Figure 3.1 : Schéma d'un cladding.....	53
Figure 3.2: Schématisation du procédé de cladding par explosion	54
Figure 3.3 : Schéma représentatif du procédé SMAW.....	55
Figure 4.1: Schéma illustratif du pipe étudié	62
Figure 4.2 : Dessin représentatif des échantillons prélevés pour l'étude	62
Figure 4.3 : Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.	66
Figure 4.4 : Microscope optique Nikon ECLIPSE LV 100ND.....	67
Figure 4.5 : Microscope électronique à balayage ZEISS GeminiSEM 300.....	68
Figure 4.6 : Différents types de pénétrateurs.	70

Figure 4.7 : Duromètre de la marque BUEHLER	71
Figure 4.8 : Extrapolation de Tafel, courbe et valeurs	72
Figure 4.9 : Représentation d'un diagramme d'impédance d'une interface électrochimique de transfert de charge et le circuit électrique équivalent correspondant.	73
Figure 5.1 : Observation au microscope optique de l'acier API 5L X60.....	76
Figure 5.2: Observation au MEB de l'acier API 5L X60.....	77
Figure 5.3: Exemple de traitement d'image	78
Figure 5.4 : Spectre d'analyse de la composition chimique pour 1 zone de l'échantillon X60... ..	78
Figure 5.5: Observation au microscope optique de l'acier AISI 316L	80
Figure 5.6: Observation au MEB optique de l'acier AISI 316L	80
Figure 5.7: Spectre d'analyse de la composition chimique du 316L.	81
Figure 5.8 : Micrographies de la zone d'interface entre l'acier X60 et l'acier 316L.....	81
Figure 5.9 : résultats de l'analyse EDS dans la zone d'interface	83
Figure 5.10 : Empreintes de micro-dureté HV0.5 dans les différentes zones	84
Figure 6.1: Microstructure à l'interface du matériau claddé	88
Figure 6.2: Microstructures du coté Q370qE(a) 600 °C; (b) 1000 °C.	89
Figure 6.3: Distribution de la dureté près de l'interface.....	89
Figure 6.4: Résistance au cisaillement de l'interface.....	89
Figure 6.5: Courbes de polarisation à l'interface	90
Figure 6.6: Matériau claddé (Q235/316L).	91
Figure 6.7: Microstructure de la ZAT	91
Figure 6.8: Profile de dureté par rapport à l'interface après traitement de relaxation des contraintes	91
Figure 6.9: Profile de dureté par rapport à l'interface après traitement de trempe-revenu	92
Figure 6.10: Microstructure de l'acier ASMEAS-240 TP-316L.....	93
Figure 6.11: microstructure de l'acier ASMEAS-240 TP-316L claddé.....	93

Liste des abréviations :

1. **HSLA** :High Strength Low Alloy
2. **HLE** : Haute Limite Elastique
3. **ASTM** :American Society for Testing Materials
4. **API** : American Petroleum Institute
5. **AISI** :American IronSteel Institute
6. **SAE** : Society of Automotive Engineers
7. **AWS** : American Welding Society
8. **ASME** : American Society of Mechanical Engineers
9. **TRC** : Transformation en Refroidissement Continu
10. **σ** :phase sigma
11. **γ** : phase gamma (austénite)
12. **α** : phase alpha (ferrite)
13. **δ** : phase delta
14. **CE, Ceq** : carbone équivalent
15. **Cr eq** : chrome équivalent
16. **Ni eq** : nickel équivalent
17. **ZAT** : zone affectée thermiquement
18. **GMAW** :Gas Metal Arc Welding
19. **GTAW** :Gas Tungsten Arc Welding
20. **SAW** :Submerged Arc Welding
21. **ESW** :Electro Slag Welding
22. **SMAW** :Sheilded Metal Arc Welding
23. **ECS** :Electrode au Calomel Saturé
24. **i_{corr}** :courant de corrosion
25. **E_{corr}** :potentiel de corrosion
26. **NSS** :Neutral Salt Spray
27. **CPT** :Critical Pitting Temperatures
28. **CRTI** :Centre de Recherche en Technologies Industrielles

Introduction générale

Introduction générale

Externe ou interne, sous forme de piqûre ou généralisée, la corrosion a toujours été l'ennemie de l'industrie pétrolière. Impossible d'y échapper, elle se faufile partout et elle a des impacts majeurs sur les coûts d'exploitation des installations industrielles, sur la fiabilité et la durée de vie des équipements, sur la sécurité des personnes et sur l'environnement.

L'acier au carbone faiblement allié HLE connu pour ses bonnes propriétés mécaniques, dans la plupart des cas, n'est pas un bon choix pour travailler avec des fluides corrosifs, des températures élevées et des pressions internes. Par ailleurs, l'utilisation d'acier inoxydable pour la fabrication de grandes structures est coûteuse et économiquement non viable.

Pour faire face à ces problèmes, le cladding de l'acier au carbone/ acier inoxydable a été mis au point. Cette technique consiste à utiliser de l'acier au carbone pour fabriquer l'équipement ou les appareils et à le revêtir d'une fine couche (3 mm) d'acier inoxydable. Ce qui permet de combiner les bonnes propriétés mécaniques de l'acier HLE avec la bonne résistance à la corrosion de l'acier inoxydable.

Cette thèse s'intéresse plus précisément à l'étude de la microstructure et du comportement d'un assemblage en acier de construction à haute limite élastique avec un acier inoxydable austénitique claddé par collage à chaud dans différents milieux corrosifs. Ainsi, ce travail met l'accent principalement sur deux parties :

1. Une étude bibliographique : elle contient trois chapitres. Le premier sur les aciers à haute limite élastique (HLE), le second sur les aciers inoxydables austénitiques et le troisième chapitre sur la technique du cladding avec ses différents procédés ainsi que son effet sur la microstructure et la corrosion du matériau claddé.
2. Une étude expérimentale : elle se compose de trois chapitres. Un chapitre présente les matériaux et les différentes techniques expérimentales utilisés. Dans le second chapitre nous présentons les résultats obtenus et leur interprétation. Dans le dernier chapitre, nous exposons une synthèse de l'étude de quatre articles consacrée au comportement des cladding constitués en aciers HLE et en aciers inoxydables austénitiques 304, 316 et 316L dans des milieux corrosifs.

A la fin de ce mémoire, nous terminons par une conclusion mettant les points sur les résultats les plus importants qui nous ouvrent de nouvelles perspectives à étudier et à exploiter.

Partie
bibliographique

Chapitre 1

Les aciers à haute limite élastique (HLE) :

1.1. Introduction

1.2. Classification des aciers HLE

1.3. Constitution des aciers HLE

1.4. Le laminage thermomécanique (M ou TM)

1.5. Propriétés mécaniques

1.6. Soudabilité des aciers HLE

1.7. Corrosion des aciers HLE

1.1. Introduction

Les aciers à haute limite élastique HLE ou HSLA (High Strength Low Alloy) sont des aciers au carbone micro alliés qui offrent de meilleures propriétés mécaniques, une bonne soudabilité et une plus grande résistance à la corrosion que les aciers au carbone. Les aciers HLE diffèrent des aciers au carbone en ce sens qu'ils ne sont pas faits pour répondre à une composition chimique spécifique, mais plutôt à des propriétés mécaniques spécifiques. Ces aciers se distinguent par leur limite élastique élevée (supérieure à 275 MPa).

Les aciers HSLA ont été développés dans le but de remplacer les aciers de construction conventionnels qui ont montré leurs limites. En effet, les aciers destinés à la fabrication des pipelines de transport de gaz sont confrontés à de nombreux défis de résistance mécanique, de soudabilité et de résistance à la corrosion.

Les aciers HLE sont destinés aux conduites de transport de gaz et de pétrole, au levage (bras de grues, monte-charges, bras élévateur...), aux grandes structures métalliques comme les ponts, les coques de navire, les coques de sous-marins, les appareils à pression, les chaudières, les conduites forcées des centrales hydro-électriques, les parois de camion benne, l'automobile, les véhicules industriels...

Ces aciers ont une faible teneur en carbone inférieure à 0,25%, et de faibles additions d'éléments tels que le niobium, le cuivre, le vanadium ou le titane. L'addition de ces éléments provoque une modification de la microstructure ferrito-perlitique des aciers au carbone, pour produire une dispersion très fine de carbures, de nitrures et de carbonitrures qui conduisent à une structure ferrito-perlitique ou ferrito-bainitique avec une très faibles taille du grain ferritique obtenue par le laminage contrôlé,

L'utilisation du laminage thermomécanique pour les tôles fortes s'est véritablement généralisée vers le milieu des années 60 pour répondre à de nouvelles exigences dans le domaine de la production des tubes de transport de gaz et de pétrole. Il s'agissait en effet de développer des aciers présentant des caractéristiques améliorées. Ces aciers devaient, en outre, présenter des caractéristiques de mise en œuvre (soudabilité...) permettant la construction et l'exploitation des pipelines dans des environnements sévères (mer du Nord, Alaska...).

Aujourd'hui, ces aciers ne sont plus utilisés uniquement pour les oléoducs ou les gazoducs, mais également pour toutes les constructions qui réclament des exigences supérieures en ductilité du matériau comme la construction offshore, la construction navale mais surtout la construction métallique.

1.2. Classification des aciers HSLA

Concernant la classe des aciers à haute limite élastique (HSLA), plusieurs pays producteurs ont mis en place leurs normes et spécifications. Les normes les plus utilisées dans le monde sont :

- Norme américaine ASTM
- Norme américaine API
- Norme européenne EuroNorm (EN)
- Norme chinoise GB

Pour ces quatre normes, nous présentons les aciers HLE avec leur composition chimique et leurs caractéristiques mécaniques.

1.2.1 Norme ASTM

La norme américaine ASTM (American Society for Testing Materials) présente une gamme importante d'aciers à haute limite élastique. Les aciers à haute limite élastique définis par cette norme sont présentés dans le tableau 1.1

Tableau 1.1: Composition limite des aciers HSLA selon la norme ASTM[1]

ASTM spécifications	Types grades	C (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Si (%)	Cr (%)	Ni (%)	Cu (%)	V	Autre
A 242		0.15	1.00	0.05	0.05	-	-	-	0.02 min	-	-
A 572	Grade 60	0.25	1.35	0.04	0.05	0.30	0.4-0.65	-	0.2	-	-
A 588	Grade A	0.19	0.35	0.04	0.05	0.15-0.3	-	-	0.2-0.4	0.02-0.1	-
A 606		0.22	0.9-1.25	0.04	0.05	-	-	-	0.2	-	Mo: 0.01 Nb: 0.05
A 618	Grade Ia	0.15	1.00	0.04	0.05	-	-	-	0.2	-	-
A 656		0.18	1.65	1.25	0.05	0.4	-	-	-	0.06	Nb: 0.15
A 690		0.22	0.6-0.9	0.08-0.15	0.05	0.1	-	0.4-0.75	0.5	-	-
A 715		0.15	1.65	0.025	0.035	-	-	-	-	0.15	Ti: 0.5 Nb: 0.05
A 871		0.20	1.50	0.04	0.05	0.3	0.9	1.25	1.00	0.10	Mo: 0.5 Zr: 0.15 Nb, Ti: 0.05

1.2.2. Norme API

La composition chimique et les caractéristiques mécaniques des différents grades des aciers API sont présentées dans les quatre tableaux suivants. Le taux de carbone ne dépasse pas 0.3% et la somme des taux des éléments Nb, Ti et V ne dépasse pas 0.15%.

Tableau 1.2 : Composition chimique % (Tubes de conduite PSL1 soudés) [2]

API 5L - PSL1	Carbone C (max)	Manganèse Mn (max)	Phosphore P (max)	Soufre S (max)	Titane Ti (max)
X42	0.26	1.30	0.030	0.030	0.04
X52	0.26	1.40	0.030	0.030	0.04
X60	0.26	1.40	0.030	0.030	0.04
X65	0.26	1.45	0.030	0.030	0.06
X70	0.26	1.65	0.030	0.030	0.06

Tableau 1.3 : Composition chimique % (Tubes de conduite PSL2 soudés) [2]

API 5L - PSL2	Carbone C (max)	Manganèse Mn (max)	Phosphore P (max)	Soufre S (max)	Titane Ti (max)
X42	0.22	1.30	0.025	0.015	0.04
X52	0.22	1.40	0.025	0.015	0.04
X60	0.22	1.40	0.025	0.015	0.04
X65	0.22	1.45	0.025	0.015	0.06
X70	0.22	1.65	0.025	0.015	0.06
X80	0.22	1.85	0.025	0.015	0.06
X100	0.22	1.85	0.025	0.015	0.06

Tableau 1.4 : Caractéristiques mécaniques (Tubes de conduite PSL1) [2]

API 5L – PSL1	Résistance à la rupture [N/mm ²] (minimum)	Limite élastique [N/mm ²] (minimum)
X42	414	290
X52	455	359
X60	517	414
X65	531	448
X70	565	483

Tableau 1.5 : Caractéristiques mécaniques (Tubes de conduite PSL2) [2]

API 5L - PSL2	Résistance à la rupture [N/mm ²] (min-max)	Limite élastique [N/mm ²] (min-max)
X42	414-758	290-496
X52	455-758	359-531
X60	517-758	414-565
X65	531-758	448-600
X70	565-758	483-621
X80	621-827	552-690

1.2.3. Norme EN

Les aciers HLE sont désignés selon la norme NF EN 10027-1 et NF EN 10027-2. Les nuances les plus courantes sont :

Tableau 1.6 : Composition limite des aciers HSLA selon la norme EN 10025 [3]

Nuance	C (%)	Mn (%)	Si (%)	P (%)	S (%)	Cu (%)	Ni (%)	Cr (%)	V (%)	Ti (%)	Nb (%)
S355J2	0.17	1.50	0.45	0.018	0.015	-	-	-	-	-	-
S460ML	0.08	1.65	0.45	0.011	0.002	0.17	0.19	-	0.012	0.05	0.04
S460QL	0.15	1.50	0.45	0.012	0.005	-	-	-	0.012	0.05	0.017
S690QL	0.16	1.30	0.30	0.012	0.005	0.06	0.15	0.40	0.012	0.05	0.04

1. 2.4.Norme GB

Dans la norme chinoise GB/T713, les aciers HLE sont désignée par la lettre Q () suivi par la valeur minimale de la limite élastique en MPa. Les nuances les plus utilisées sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau 1.7: Composition limite des aciers HSLA selon la norme GB/T700[4]

Grade	C (%)	Mn(%)	Si(%)	P(%)	S(%)	Cu(%)	Ni(%)	Cr(%)	V(%)	Ti(%)	Nb(%)	N(%)
Q 345	0.20	1.70	0.50	0.035	0.035	0.30	0.50	0.30	0.15	0.15	0.07	0.012
Q 370	0.18	1.70	0.50	0.035	0.035	0.30	0.50	0.30	0.15	0.15	0.07	0.012
Q 390	0.18	1.70	0.50	0.035	0.035	0.30	0.50	0.30	0.2	0.15	0.07	0.015
Q 420	0.20	1.70	0.50	0.035	0.035	0.30	0.80	0.30	0.2	0.20	0.07	0.015
Q 460	0.20	1.80	0.60	0.030	0.025	0.55	0.80	0.30	0.2	0.20	0.11	0.015
Q 500	0.18	1.80	0.60	0.30	0.025	0.55	0.80	0.30	0.12	0.20	0.11	0.015

1.3. Constitution des aciers HSLA

On regroupe sous cette désignation les aciers ayant une limite élastique comprise entre 355MPa et 900MPa. Ces aciers doivent garantir une sécurité maximale dans leur fonctionnement. Ils doivent donc avoir une limite élastique élevée, une résistance à la rupture et à la sollicitation élevées et ils doivent être soudables. Ils doivent pouvoir subir les

variations de température, les intempéries, être résistants quel que soit le sens dans laquelle la tôle subit les contraintes (sens long, sens travers long, sens travers court)

1.3.1. Effets des éléments

L'influence des éléments sur la structure et les propriétés mécaniques des aciers API est décrite de la manière suivante :

1. Le Carbone est un élément d'insertion qui accroît la teneur en perlite. Il augmente la dureté, la limite élastique et la résistance à la rupture. Il diminue la ductilité, la soudabilité et la résistance à la corrosion.

2. Le Manganèse contribue au durcissement de la ferrite, augmente la quantité de la perlite provoque l'affinement du grain ferritique et améliore trempabilité de l'acier. Le manganèse fixe le soufre sous forme d'inclusion MnS.

3. Le Silicium 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 se retrouve en solution solide et participe au durcissement de la ferrite.

4. Le Phosphore est un élément de substitution qui cause un durcissement de solution avec un effet de fragilisation.

5. L'aluminium La présence de l'*aluminium* en solution solide a pour objectif de neutraliser l'influence néfaste de l'azote sur la température de transition. Ainsi, des nitrures fins de type AlN sont formés au cours de l'élaboration de l'acier par laminage et chauffage avant normalisation dans le domaine 600°C-700°C.

6. Le titane et le niobium forment, par traitements thermiques et thermomécaniques, des précipités de carbure NbC et TiC et de nitrures NbN et TiN très fins et très stables. Le niobium forme des carbonitrures Nb C_x N_y.

7. Le vanadium forme des précipités de carbure VC très fins et très stables et des nitrures de type VN

1.3.2. Mécanismes de durcissement

Les mécanismes de durcissement dans les aciers à haute limite élastique ont plusieurs causes : la précipitation des carbures et des carbonitrures, l'affinement du grain ferritique et durcissement par solution solide.

1.3.2.1. Durcissement par solution solide

L'introduction d'atomes en solution solide d'insertion (carbone, azote) ou de substitution (Manganèse, Silicium, Cuivre,...) entraîne une distorsion du réseau cristallin. Cela induit un durcissement sensiblement proportionnel à la teneur en solutés dans la matrice (aciers peu alliés). La Figure 1.1 donne l'effet de quelques éléments à la température ambiante. Les plus

actifs sont le carbone et l'azote libres en solution. Ils sont cependant peu solubles dans la matrice ferritique, aussi les retrouve-t-on précipités sous forme de carbures, nitrures ou carbonitrures.

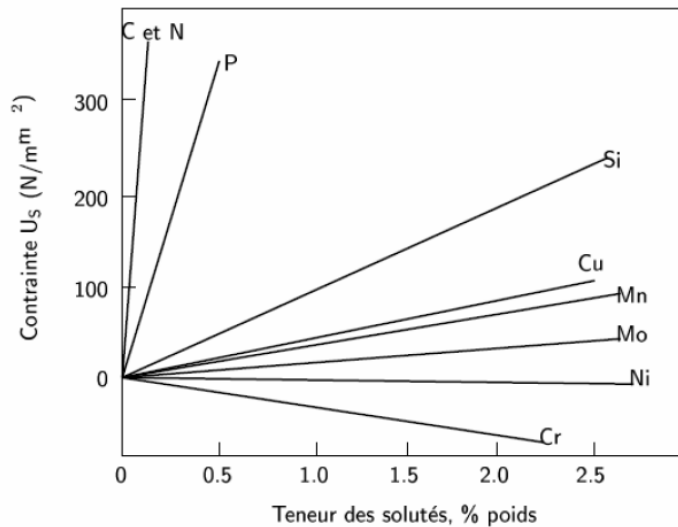


Figure 1.1: Effet de la teneur des éléments d'alliage sur le durcissement de la ferrite par solution solide à 20°C [5]

1.3.2.2. Durcissement par précipitation.

L'addition en faible quantité d'éléments comme le niobium, le vanadium et le titane, entraîne la précipitation de fins carbures, ou carbonitrures dans la matrice. Le durcissement résultant est directement fonction de la fraction volumique des précipités et de leur diamètre. La figure 1.2 montre le durcissement engendré par l'addition de différents types de précipités en fonction de leur concentration par freinage du mouvement des dislocations, et de la croissance des grains ferritiques.

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

- dans le domaine austénitique au refroidissement s'il est suffisamment lent, et conformément aux conditions d'équilibre ;
- dans le domaine ferritique ou ferrite-perlite au moment de la transformation de phase ;
- après un refroidissement suffisamment rapide, en évitant le domaine de précipitation, refroidissement suivi d'un revenu que la phase transformée soit de la ferrite, de la bainite ou de la martensite ;
- au cours d'un recuit de recristallisation de produits écrouis à froid, en général au moment du chauffage et à condition qu'une certaine proportion de l'élément soit restée en solution [6]

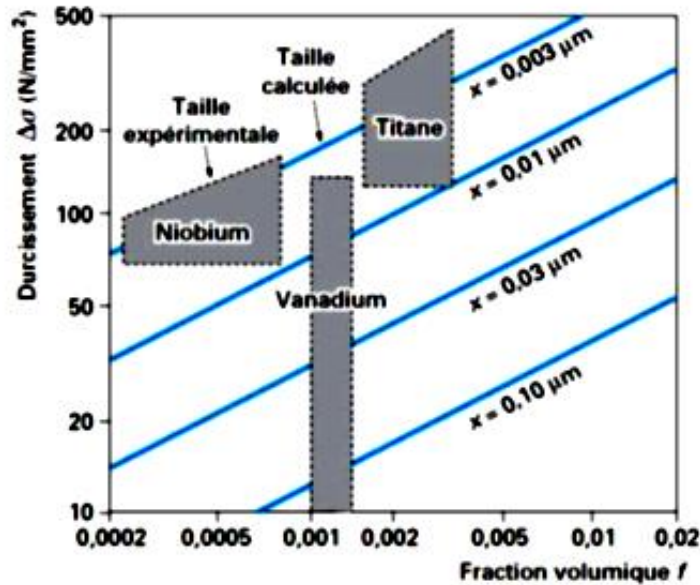


Figure 1.2 : Durcissement obtenu par différents types de précipités [6]

1.3.2.3. Effet du taux de perlite

Malgré la teneur basse en carbone des aciers pour tubes, la très faible solubilité de cet élément dans la ferrite a pour conséquence la précipitation de la perlite dans la matrice. Le taux de perlite croît avec la concentration en carbone, ce qui entraîne un durcissement de l'acier. La perlite, plus dure que la matrice ferritique, modifie la limite d'élasticité finale de l'acier comme le montre la figure 1.3

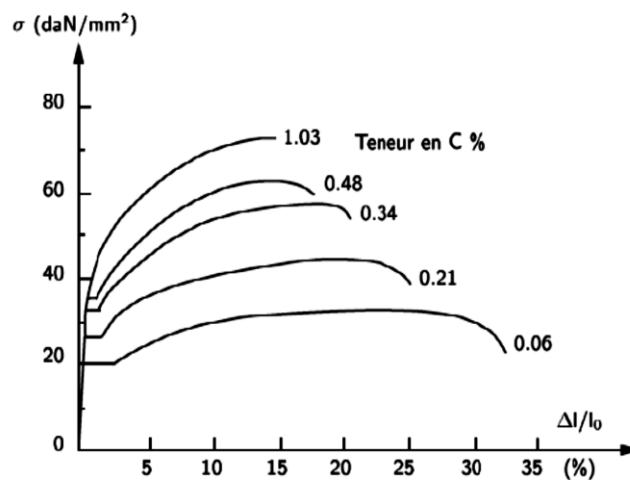


Figure 1.3 : Effet du taux de carbone sur la courbe de traction conventionnelle [7]

1.3.2.4. Effets de la taille des grains

La taille des grains ferritiques est contrôlée par les paramètres de chauffage, de déformation par laminage, par le rôle des précipités et par la vitesse de refroidissement. L'opération est conduite pour obtenir une structure à grain fin. Le mécanisme de durcissement par affinement du grain ferritique est le seul qui permette en même temps d'augmenter la limite d'élasticité et de diminuer la température de transition fragile-ductile des aciers (figure 1.4).

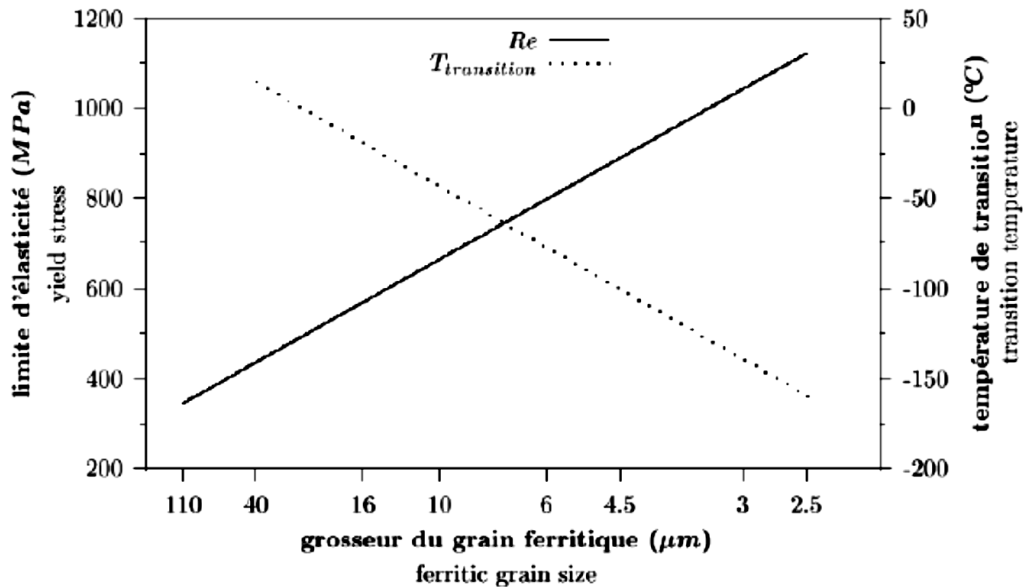


Figure 1.4 : Effet de la taille du grain ferritique sur la limite d'élasticité et la température de transition [7]

1.4. Le laminage thermomécanique (M ou TM)

1.4.1. Procédé de laminage thermomécanique

Le procédé de laminage thermomécanique n'est applicable que jusqu'à des épaisseurs dont la limite décroît quand la nuance augmente, de ce fait cette gamme d'aciers thermomécaniques a dû être complétée par le procédé de trempe et revenu notamment pour les épaisseurs plus élevées.

Pour les produits destinés à la construction métallique, les filières de production par traitement thermomécanique se répartissent suivant les nuances et les épaisseurs en :

- laminage thermomécanique + refroidissement à l'air
- laminage thermomécanique + refroidissement accéléré ACC (Accelerated Controlled Cooling).

Le traitement ACC est très souvent utilisé pour les tôles les plus épaisses et les nuances à plus haute limite d'élasticité afin de garantir une bonne homogénéité de leurs propriétés.

Ce processus nécessite des cages de laminage puissantes, car le laminage est généralement terminé à basse température, et des cages rapides pour empêcher le grain de grossir entre passes.

Avant laminage, les aciers possèdent une structure de solidification grossière. Ils sont d'abord réchauffés à des températures se situant généralement entre 1100 °C et 1250°C pour les faire passer à l'état austénitique et mettre en solution tous les carbures.

Puis au cours du laminage à chaud, les grains sont déformés et absorbent donc de l'énergie. Suivant la quantité de déformation réalisée et la durée des opérations, le laminage peut conduire à deux états :

- Si la déformation est relativement limitée, les grains d'austénite sont déformés et écrouis et, si la température est relativement basse, leur transformation allotropique se fait avec germination importante de grains α et conduit donc à une ferrite fine,
- la déformation est élevée, dépendant de la température, la recristallisation (par germination et croissance de nouveaux grains) peut se produire. Ainsi apparaissent de nouveaux grains qui, lors de leur formation, sont très petits si la quantité d'énergie absorbée est importante et si la température est relativement basse.

La première phase de laminage, à des températures supérieures à 1000°C, provoque un premier affinement de la structure par recristallisation tout en ébauchant la mise en forme. La deuxième phase de déformation à des températures basses (légèrement supérieures à A_{r3} , voire comprises entre A_{r3} et A_{r1}) permet aux grains d'austénite d'être très fins et écrouis en fin de dernière passe de laminage.

Un refroidissement accéléré peut être réalisé dans des installations situées en ligne après la dernière cage de laminoir, donc dès la sortie de la dernière cage du laminoir. Ce refroidissement permet de bénéficier d'un affinement supplémentaire des grains par augmentation du nombre de sites de germination et abaissement des températures de précipitation des précipités de niobium et vanadium. Il conduit à une intensification du durcissement. Les divers paramètres du refroidissement (température de début, température de fin, vitesse) sont contrôlables, tandis que la vitesse d'un refroidissement à l'air ne dépend que de l'épaisseur du produit. La figure 1.5 illustre le mécanisme d'affinement de taille de grain au cours des différentes passes de laminage, schématisées par les figures en zigzag. Le schéma présente la succession des opérations dans le temps, de la sortie du four de réchauffage des brames au refroidissement de la tôle. La figure 1.6 sont présentées les différentes structures obtenues après le traitement thermomécanique.

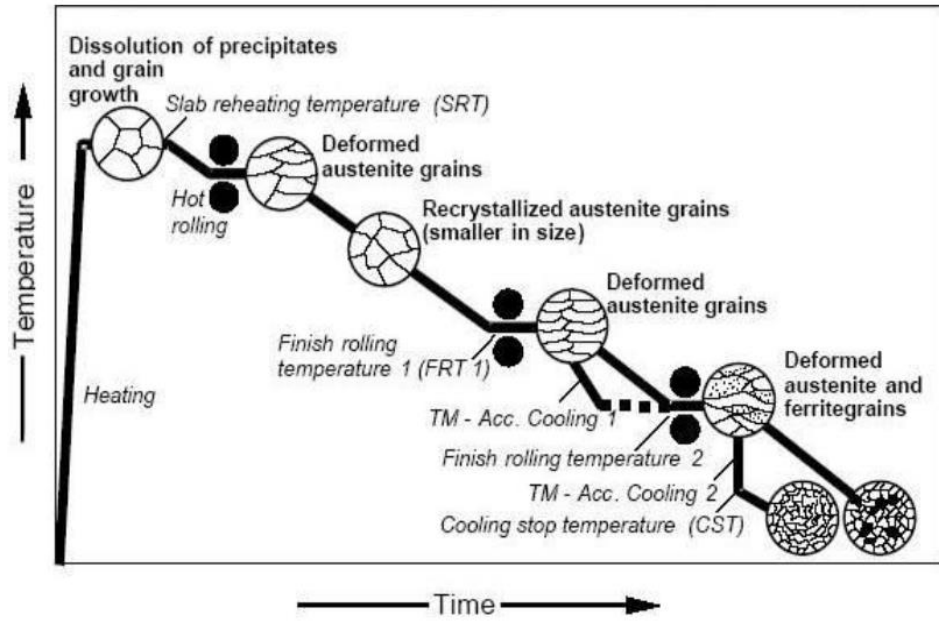


Figure 1.5 : Schéma de laminage thermomécanique [8]

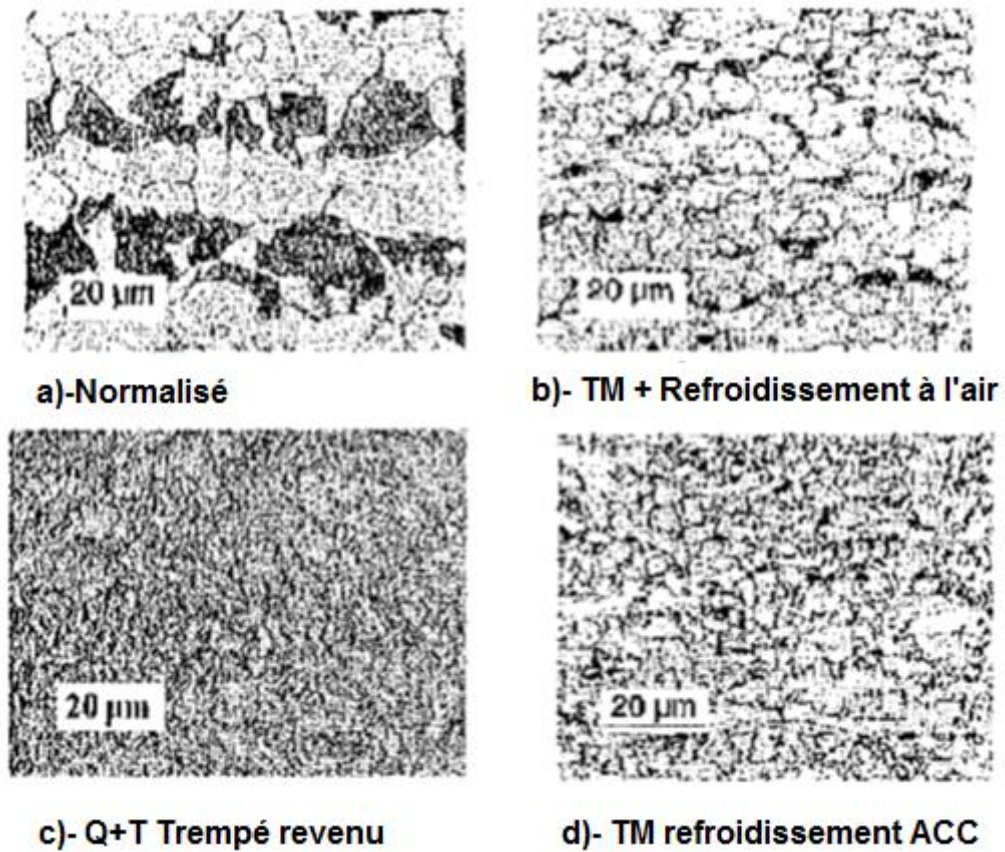


Figure 1.6 : Structures des aciers HSLA après différents traitements thermomécaniques [3]

1.4.2. Traitements de trempe-revenu

L'opération de trempe, peut être réalisée :

- Soit après une austénitisation effectuée sur le produit fini (après laminage et refroidissement de la tôle). Il est alors nécessaire de veiller à limiter le grossissement des grains d'austénite. Pour ce faire, on ajuste la température de maintien à son niveau le plus bas mais on utilise aussi un acier calme à l'aluminium (et/ou au titane) pour bloquer le grossissement des grains d'austénite,
- Soit immédiatement à la sortie du laminage afin de bénéficier du grain fin confère par le laminage. Il faut alors tenir compte de la baisse de trempabilité liée à la finesse des grains d'austénite.

Ce mode de durcissement qui passe par la formation de martensite et éventuellement de bainite exige que soit mis en œuvre un moyen de refroidissement d'autant plus énergique que le produit traité est épais et que l'acier possède une trempabilité d'autant plus élevée que le produit traité est épais. Ces exigences, lorsque l'on veut fabriquer des produits épais, imposent le recours à des aciers faiblement alliés dont la trempabilité peut constituer une entrave au soudage en imposant un préchauffage et éventuellement un post chauffage. L'application de ce mode de durcissement aux aciers non alliés ne peut se faire que sur des produits relativement peu épais (la limite dépend de l'efficacité du moyen de refroidissement). La figure 1.7 ci-dessous montre que les propriétés de résistance de cet acier sont fortement dégradées suivant les paramètres de revenu utilisés alors que sur la figure 1.8, les caractéristiques de résistance à la rupture fragile sont dans le même temps nettement améliorées.

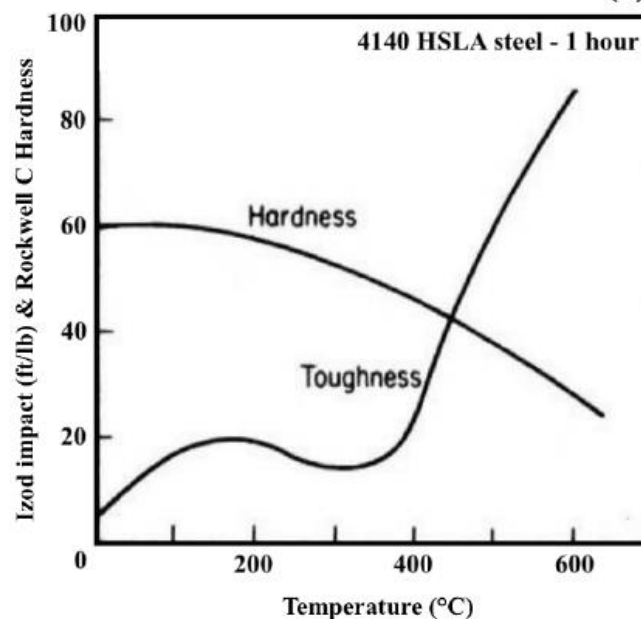


Figure 1.7 : Influence de la température de revenu sur la dureté et la résilience de l'acier HSLA 4140 [9]

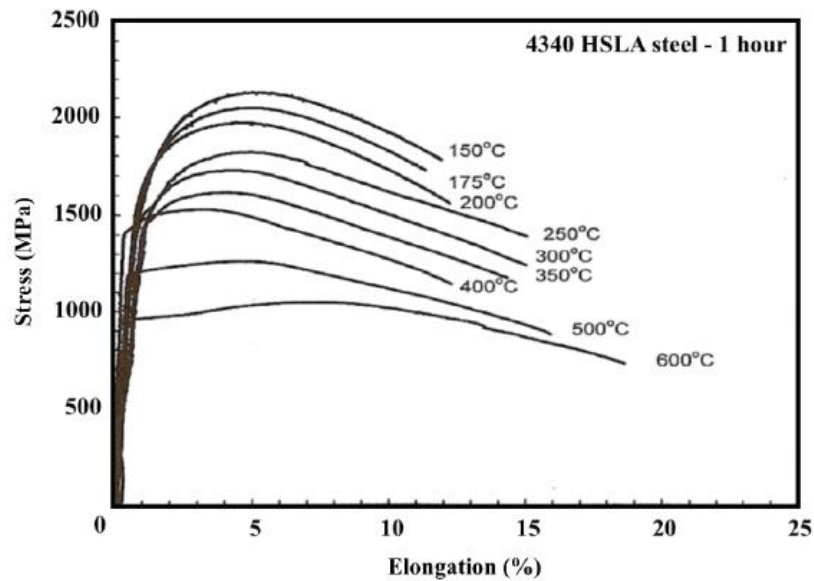


Figure 1.8 : Influence de la température de revenu sur la courbe de traction de l'acier HSLA 4340[9]

1.4.3. Influence des conditions de refroidissement sur la structure des aciers

En pratique, les conditions de refroidissement ont également une très grande influence sur l'état structural d'un acier. Les différentes évolutions sont décrites par le diagramme de transformation en refroidissement continu (TRC) (Figure 1.9) qui, pour une composition chimique donnée de l'acier, représente les domaines d'existence des différentes structures (austénite, ferrite, perlite, bainite, martensite) en fonction de la vitesse de refroidissement : les structures ferrito-perlitiques sont obtenues pour les vitesses de refroidissement plus faibles (courbe C), les structures bainitiques pour des vitesses de refroidissement plus élevées (courbe B), et les structures martensitiques lors de refroidissements très rapides (courbe A).

La microstructure finale dépend des conditions de refroidissement.. Une augmentation de la vitesse de refroidissement permet de former des microstructures finales plus fines. Les vitesses de refroidissement typiques à l'air sont d'environ $2^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Le procédé de laminage à température contrôlée a permis, en maîtrisant les conditions de déformation et de transformation de l'austénite, d'obtenir des microstructures ferrito-perlitiques très fines. Les tailles de grain atteintes actuellement sont de quelques microns seulement. L'emploi d'éléments de micro-alliage permet encore d'augmenter l'efficacité de ce traitement (Figure 1.10). Pour affiner davantage la microstructure, les producteurs de tôles sont amenés à augmenter la vitesse de refroidissement. Cela permet d'obtenir des microstructures de type bainitique.

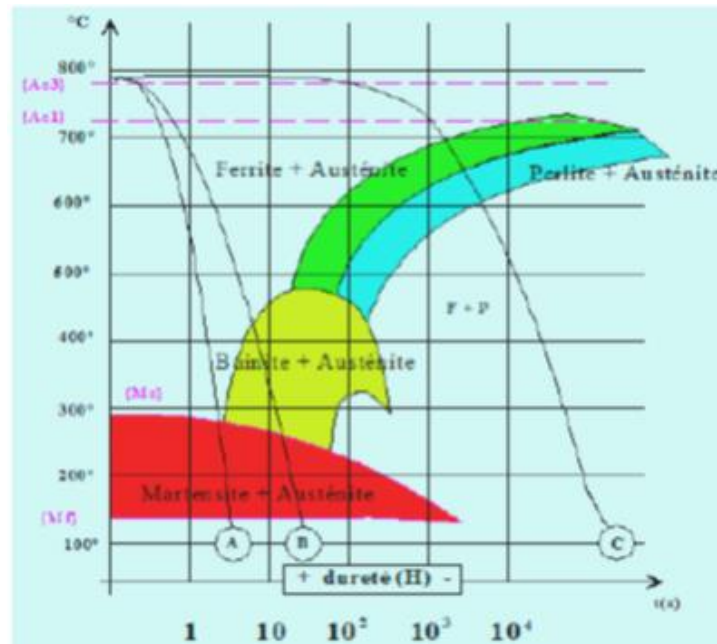
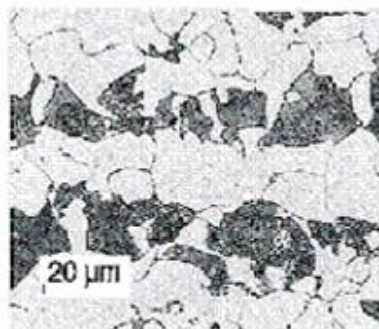
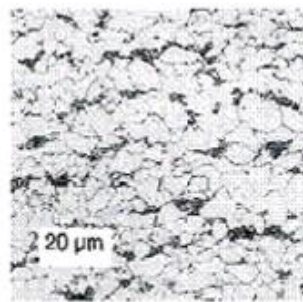


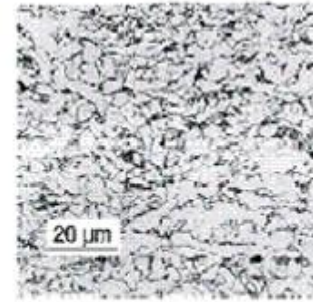
Figure 1.9 : Diagramme TRC d'un acier au carbone [7]



Acier normalisé



Acier TM
refroidissement à l'air



Acier TM
refroidissement accéléré

Figure 1.10 : Structure de l'acier HSLA après traitement thermomécanique [10]

1.5. Propriétés mécaniques

1.5.1. La limite d'élasticité

La maîtrise du procédé de laminage et du traitement thermomécanique a ainsi permis d'augmenter la limite d'élasticité des aciers depuis la nuance S355N dans les années 60 jusqu'à la nuance S690QL couramment employés de nos jours en gardant des microstructures ferrito-perlitique. Le passage à des grades supérieurs, passe par le développement d'aciers de microstructures bainitique ou ferritobainitiques (Figure 1.10).

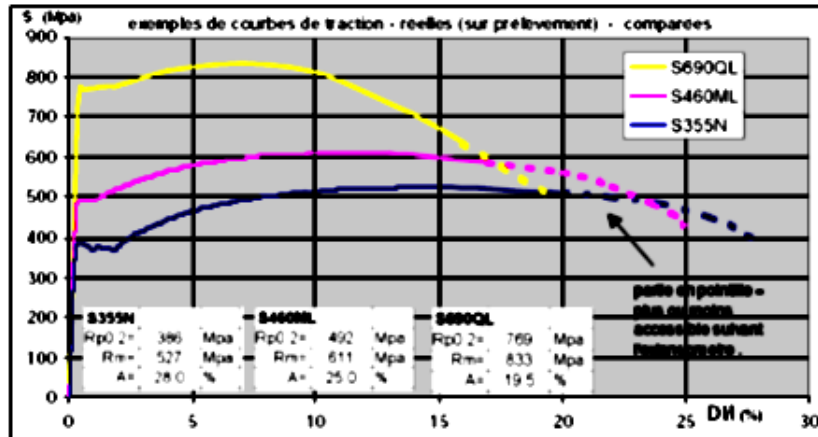


Figure 1.11 : Courbes de traction sur éprouvette en acier S355N, S460ML, S690QL [10]

1.5.2. La Ténacité

La résilience des aciers pour tubes est usuellement appréciée par les essais CHARPY V et BDWTT. Celle-ci est fortement dépendante de la température.

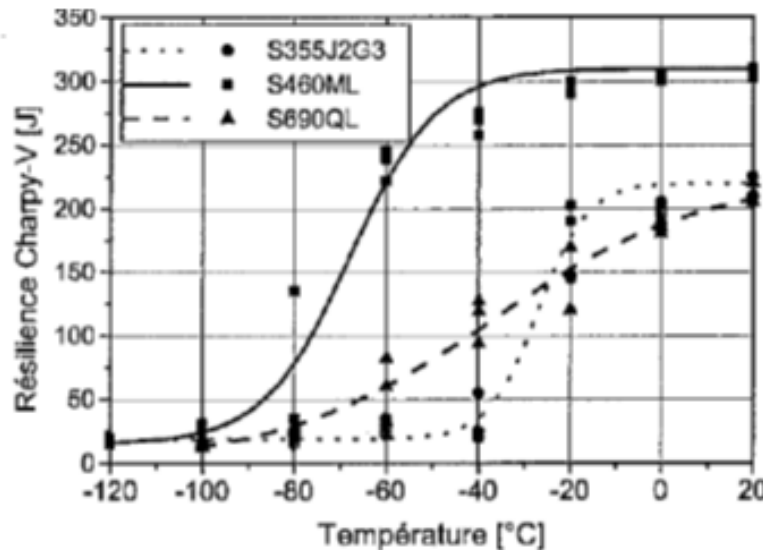


Figure 1.12 : Courbe de résilience des aciers S460ML et S690QL en comparaison avec la nuance S355J2 [3]

1.6. Soudabilité des aciers HSLA

Les aciers HSLA sont soudables par tous les procédés de soudage classiques.

Au cours des opérations de soudage, l'acier subit un cycle de réchauffage – refroidissement très rapide. La conséquence en est la présence de zones fondues ou de zones affectées par la chaleur, dans lesquelles des transformations métallurgiques importantes se produisent, entraînant la formation possible de phases dures fragilisantes.

On définit la *soudabilité* de l'acier comme son aptitude à ne pas former de structures de trempe fragilisantes durant l'opération de soudage. L'effet du carbone est prépondérant, mais d'autres éléments d'alliage interviennent également. On a donc défini la notion de *Carbone équivalent* qui intègre l'effet des principaux éléments d'alliage. Les aciers pour pipelines

possèdent généralement un taux de carbone équivalent inférieur à 0.5%. La présence d'éléments d'alliage est de ce fait nécessairement limitée. Il ne faut pas oublier que les spécifications imposent des niveaux de résilience minimum sur le métal de base, mais aussi dans les zones soudées.

Pour connaître la soudabilité des aciers créés, on utilise le Carbone Equivalent (CE), dont les expressions les plus utilisées par les pétroliers sont dans le Tableau 1.8 suivant :

Tableau 1.8 : Composition chimique et carbone - équivalent des aciers HSLA [11]

	S355J2		S460ML		S460QL		S690QL	
	EN 10025 Partie 2	Compos. typique	EN 10025 Part 4	Compos. typique	EN 10025 Partie 6	Compos. typique	EN 10025 Partie 6	Compos. typique
CE	0.47	0.42	0.47	0.39	0.47	0.39	0.65	0.54
Pcm	-	0.26	-	0.19	-	0.19	-	0.29
CET	-	0.32	-	0.26	-	0.26	-	0.35

Carbone équivalents:
CE = C + Mn/6 + (Cr + Mo + V)/5 + (Ni + Cu)/15
Pcm = C + Si/30 + (Mn + Cu + Cr)/20 + Ni/60 + Mo/15 + V/10 + 5B
CET = C + (Mn + Mo)/10 + (Cr + Cu)/20 + Ni/40

La formule du CEIIW [8] ne prend pas en compte le Nb, B, N. De plus la fissuration à froid dépend de la composition, de l'épaisseur soudée, mais aussi de la résistance du métal de base, de l'histoire thermomécanique, de la dureté, de la sensibilité à l'hydrogène, de la géométrie du joint [12]. D'où une multiplication des formules, selon le type d'acier, le pourcentage de certains éléments ou l'application finale. Parmi ces expressions, l'équation du Pcm est la plus employée. Elle a été développée par Ito et Bessyo [9] pour déterminer la contrainte critique de fissuration à froid des aciers à différents teneurs en hydrogène. La valeur Pcm est d'ailleurs moins pessimiste que le CEIIW pour une teneur en carbone inférieure à 0.12 %.

Les propriétés de soudabilités sont meilleures si ce paramètre Ceq est plus faible ceci explique l'évolution de la soudabilité des aciers pour tubes au cours des 40 dernières années est présentée dans un diagramme (C, Ceq). Aujourd'hui la plupart des aciers utilisés pour fabriquer des tubes ont une teneur en carbone de l'ordre de 0,05% [14].

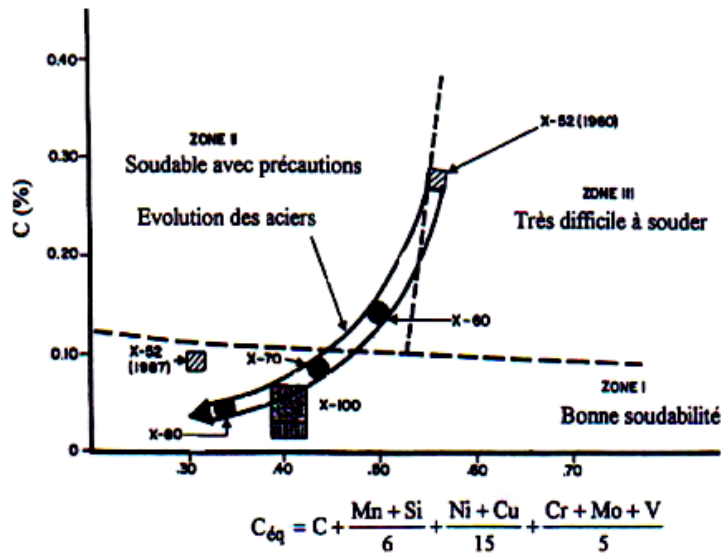


Figure 1.13: Diagramme(C, Ceq) pour les aciers des tubes [13]

1.7. Corrosion des aciers HLE

1.7.1 Différents types de corrosion

En général, la plupart des types de corrosion, à quelques exceptions près, se produisent par des mécanismes électrochimiques, mais les produits de corrosion ne sont pas nécessairement observables et la perte de poids de métal ne doit pas être appréciable pour entraîner des dommages importants. Les principaux types sont les suivants :

- Corrosion atmosphérique
- Corrosion uniforme
- Corrosion par piqure
- Corrosion par cavitation (érosion)
- Corrosion inter granulaire
- Corrosion sélective
- Corrosion de contact
- Corrosion sous contrainte
- La corrosion par fissuration

Dans l'industrie pétrolière, les pipelines sont des outils essentiels de transport massif des hydrocarbures, sur de grandes distances, ils allient des débits importants et confirment année après année qu'ils sont le mode le plus sûr et le plus économique de transport des hydrocarbures. Cependant, leur enfouissement conduit à une série de pertes systématiques et les autres sont accidentelles. Les pertes par corrosion, représentent une composante importante du pourcentage des pertes technologiques au cours du processus de transport par pipelines, ainsi qu'une considérable source de pollution. [14]

La corrosion interne des pipelines est caractérisée par un double effet, l'endommagement des canalisations et ces conséquences, ainsi que la contamination des fluides transportés par les produits de corrosion. Elle peut être le fait soit du caractère corrosif du produit transporté, brut sulfureux par exemple, ou plus couramment des traces d'eau qui accompagnent toujours le fluide transporté et qui se déposent sur la paroi de la canalisation, où s'y condensent dans le cas de transport de gaz .[15]

1.7.2. Principaux risques de la corrosion des pipelines

La corrosion est l'une des causes principales de rupture de canalisations d'hydrocarbures. Les pertes économiques en matériel attribuées à la corrosion en général sont très importantes. On distingue :

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

La corrosion provoque un gaspillage important de matières premières et d'énergie, et peut en plus causer des accidents graves, et contribuer à la pollution de l'environnement naturel [15].

1.7.2.1. Les Facteurs Influençant La Corrosion

Les problèmes les plus importants posés par la corrosion dans les puits et conduites en acier sont causés par des substances chimiques conduisant à une acidification de l'eau contenue dans le brut ou le gaz naturel. Les principaux facteurs conférant à l'eau une agressivité est :

1.7.2.1.1. Facteurs Liés Au Milieu

- Influence De L'oxygène
- Influence Du pH
- Influence De NaCl
- Température

1.7.2.1.2. Facteurs Métallurgiques

Les facteurs métallurgiques sont nombreux et ont de grandes influences sur les processus réactionnels de la corrosion. Nous ne citerons sommairement que les plus importants, à savoir:

- composition chimique de l'alliage;
- structure micrographique de l'alliage
- procédé d'élaboration;
- traitements thermiques;
- traitements mécaniques;

Chapitre 2

Les aciers inoxydables :

2.1. Introduction

2.2. Normalisation et désignation des aciers inoxydables

2.3. Constitution des aciers inoxydables

2.4. Classification des aciers inoxydables

2.5. Transformations de phases des aciers inoxydables
austénitiques

2.6. Traitements thermiques des aciers inoxydables
austénitiques

2.7. Propriétés mécaniques des aciers inoxydables
austénitiques

2.8. Corrosion des aciers inoxydables austénitiques

2.1. Introduction :

Aujourd'hui, les aciers inoxydables sont largement utilisés dans les différents domaines de l'industrie : Agroalimentaire, automobile, pétrolière, chimique et nucléaire. Grâce à leur résistance à l'oxydation dans des atmosphères agressives et leur particularité de former un film protecteur à leur surface, ils sont appropriés aux différents milieux corrosifs, à des températures variant entre 300 et 900°C et parfois même pour des applications mettant en jeu des contraintes mécaniques.

Les aciers inoxydables sont des alliages de fer et de carbone, auxquels on ajoute du chrome et d'autres éléments comme le nickel, le molybdène, le vanadium, le cuivre, le titane et le niobium, afin d'améliorer la résistance à la corrosion ainsi que les propriétés mécaniques. Le taux de carbone est limité afin d'éviter la précipitation des carbures de chrome. Il existe une gamme très large d'aciers inoxydables, chaque nuance possédant ses propres spécificités. Ils sont regroupés en quatre grandes familles selon leur composition chimique : les ferritiques, les austénitiques, les martensitiques et enfin les austénoferitiques, communément appelés les aciers Duplexes.

Les nuances austénitiques restent largement utilisées dans plusieurs domaines notamment grâce à leurs procédés de fabrication relativement simples et leur bas coût. Ce type d'acier a la caractéristique de conserver à température ambiante une structure austénitique cubique à faces centrées. La connaissance des mécanismes de dégradation de ces aciers est nécessaire pour sélectionner les conditions sous lesquelles ceux-ci seront utilisés, mais également pour améliorer leurs propriétés physiques et leur résistance à la corrosion, grâce à une gamme variée de traitements thermiques qui leur est destinée.

2.2. Normalisation et désignation des aciers inoxydables :

Pour pouvoir identifier les différentes nuances d'aciers, chaque pays a mis un système de désignation et donc plusieurs normes sont utilisées. Pour les aciers inoxydables, les normes les plus connues sont :

2.2.1. La norme européenne EN 10027 :

Selon la norme européenne, les aciers ont deux désignations :

Symbolique : Elle commence par la lettre X pour les inox, suivit de la teneur en Carbone multipliées par 100, plus la liste des éléments d'alliage et la liste des teneurs par ordre décroissant.

Numérique : Pour la désignation numérique des inox ont a : 1.40xx, 1.41xx, jusqu'à 1.46xx.

2.2.2. La norme américaine AISI:

Plusieurs organismes ont mis des normes de désignation de l'acier, tel que : ASTM (American Society for Testing and Material); AISI (American IronSteel Institute); SAE (Society of

Automotive Engineers);AWS (American Welding Society);API (American Petroleum Institute) et ASME (American Society of Mechanical Engineers).

Dans le système unifié, UNS, les aciers inoxydables suivent la norme AISI, la nuance est désignée par un nombre de 3 chiffres suivis parfois d'une lettre :

L : acier à base de Carbone ;

N : ajout de l'Azote à l'acier ;

F : ajout du Souffre à l'acier ;

Se : ajout du Sélénium à l'acier.

Le tableau ci-dessous représente les désignations d'une nuance d'acier inoxydable austénitique à 0,02% de C, 17% Cr, 12% Ni, 2% N, selon les différentes normes :

Tableau 2.1 : Désignations équivalentes d'une nuance d'acier inoxydable:

Norme européenne EN 10027, désignation symbolique :	Norme européenne EN 10027, désignation numérique :	Norme américaine AISI :
X2CrNiMo 17-12-2	1.4404	316L

2.3. Constitution des aciers inoxydables :

2.3.1. Effet des éléments :

Les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion des aciers inoxydables dépendent de leur composition chimique. Quelques effets d'éléments d'alliage sont décrits ci-dessous :

Effet du chrome (Cr) :

Le Chrome est l'élément inhérent aux aciers inoxydables, c'est lui qui donne à l'acier sa caractéristique inoxydable en formant à sa surface une couche protectrice d'oxyde de Chrome. Par sa structure cubique centrée (C.C), le Chrome est un élément alphagène de base et donc il stabilise la ferrite. Cependant, à des températures élevées, il favorise la formation de certaines phases intermétalliques qui détériorent les propriétés mécaniques de l'acier, telle que la phase sigma[17], [18].

Effet du Nickel (Ni) :

Le Nickel est un élément gamagène de base, sa structure cubique à faces centrées (C.F.C) permet de stabiliser la phase austénitique. L'addition de Nickel en quantités suffisantes dans un acier Fe-Cr va donner un acier inoxydable de type austénitique, tandis qu'en équilibrant les proportions entre le Chrome et le Nickel on obtient un acier inoxydable de type austéno-ferritique dit duplex. D'autre part, le Nickel améliore la résistance à la corrosion caverneuse en milieux chlorurés[17], [18].

Effet du Carbone (C) :

Le Carbone est un élément inhérent aux aciers, il est plus soluble dans l'austénite et donc considéré comme élément gammagène. Il améliore la résistance mécanique du Fer en se plaçant dans les sites interstitiels des mailles cristallographiques et augmente la dureté des aciers martensitiques. En revanche, il est susceptible de former des carbures surtout aux joints de grains et donc provoque une sensibilité à la corrosion inter-granulaire[17].

Effet du Molybdène (Mo) :

C'est un élément alphasène qui améliore la résistance à la corrosion par piqures et par crevasses et fait accroître la stabilité du film de passivation. Il peut être utilisé pour améliorer les propriétés en fluage par durcissement structural et améliore le comportement mécanique en facilitant la précipitation des carbures. En revanche, il favorise la précipitation intermétallique de la phase σ et des laves à haute température, qui vont diminuer la ténacité et la résistance à la corrosion de l'acier à l'ambiante[17], [19].

Effet de l'Azote (N) :

L'Azote est un élément gammagène stabilisateur de l'austénite, il améliore considérablement les propriétés mécaniques des aciers inoxydables.

Effet du Manganèse (Mn) :

Pour des raisons économiques il est introduit en quantités minoritaires et utilisé en substitution au Nickel pour conserver la structure austénitique. Le Manganèse améliore la résistance à l'usure abrasive et les propriétés de traction. Mais il diminue la résistance à la corrosion et favorise la solubilité de l'Azote dans l'austénite causant la fragilisation de l'alliage[17], [19].

Effets du : Phosphore (P), Soufre (S), Silicium (Si) :

Le Phosphore et le Soufre réduisent la résistance à la corrosion et augmentent le risque de fissuration pendant le soudage, par contre, ils améliorent l'usinabilité.

2.3.2. Diagrammes d'équilibre :

2.3.2.1. Fer-Carbone :

Selon la température dans laquelle il se trouve, le fer pur a trois formes allotropiques possibles. Aux basses températures et jusqu'à 910°C (au-dessous du point A_3), le fer a une structure cubique centrée, il s'agit du fer α . Au-dessus de cette température (entre les 2 point A_3 et A_4), il se transforme en fer γ dont la structure est cubique à faces centrées. Une nouvelle transformation intervient à 1400°C pour donner le fer δ dont la structure est cubique centrée[19]. Cela est indiqué sur la figure 2.1.

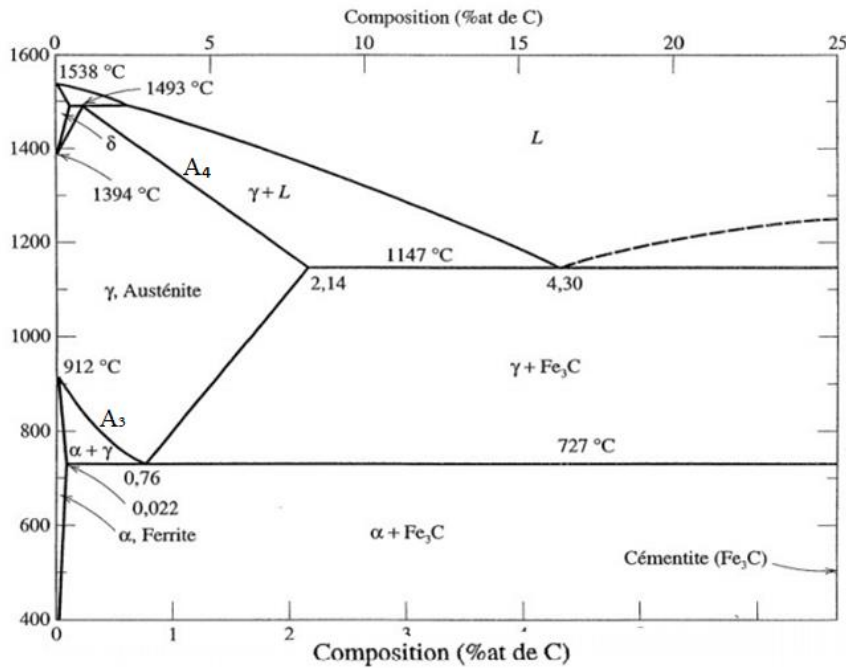


Figure 2.1 : Diagramme d'équilibre Fe-C

2.3.2.2. Fer-Chrome :

Le chrome est un élément alphasène et donc il favorise la forme ferritique. Dans le diagramme de phase Fe-Cr présenté ci-dessus (figure 2.2), on voit que la phase austénitique γ est restreinte et représentée par un domaine réduit appelé boucle gamma, tandis que la phase ferritique est continue. Pour des teneurs en Cr supérieures à 11,5%, on remarque qu'il n'y a pas de boucle γ , l'austénite n'existe pas et cela pour toutes les plages de températures. La transformation ferrite/austénite se produit pour les teneurs en Cr inférieures à 10,5%. On remarque aussi que pour des teneurs en Cr entre 10,5% et 11,5%, pour certaines plages de températures, l'alliage est biphasé (ferrite + austénite).

Il faut noter également que le Chrome a fait diminuer la température de curie du Fer au point A₃ de 910 C° à 850 C°.

Pour des teneurs en Cr de 40% à 50%, si on fait un maintien de température très lent entre 550 et 800 C°, il y a apparition de la phase sigma σ , comme montré sur le diagramme Fe-Cr. C'est une phase tétragonale dure et fragile qui apparaît sous forme de longues bandes orientées selon le sens du laminage, elle est indésirable car elle diminue les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion. En effet, entre 400 C° et 550 C° il y a un phénomène de démixtion et apparition d'une phase α' riche en Cr sous forme de précipités fins, ce qui mène à un durcissement et fragilisation de l'inox. D'autres parts, la phase σ riche en Cr peut appauvrir les zones avoisinantes en cet élément et diminuer le caractère inoxydable[20].

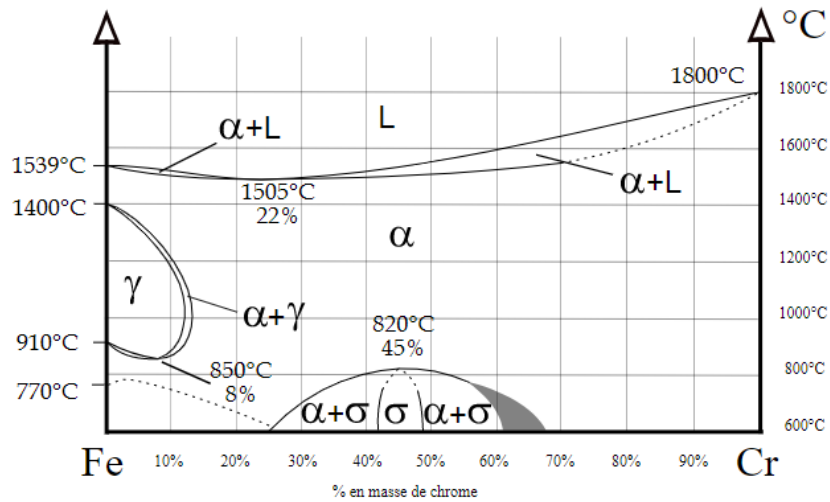


Figure 2.2 : Diagramme binaire Fe-Cr

2.3.2.3. Fer-Chrome-Carbonate :

Etant un élément gamagène, le carbone fait accroître la dimension de la boucle gamma. La figure 2.3ci-dessous représente le domaine d'existence de l'austénite dans l'alliage Fe-Cr-C. L'ajout du carbone à l'alliage Fe-Cr fait élargir en température et en concentration le domaine austénitique[17].

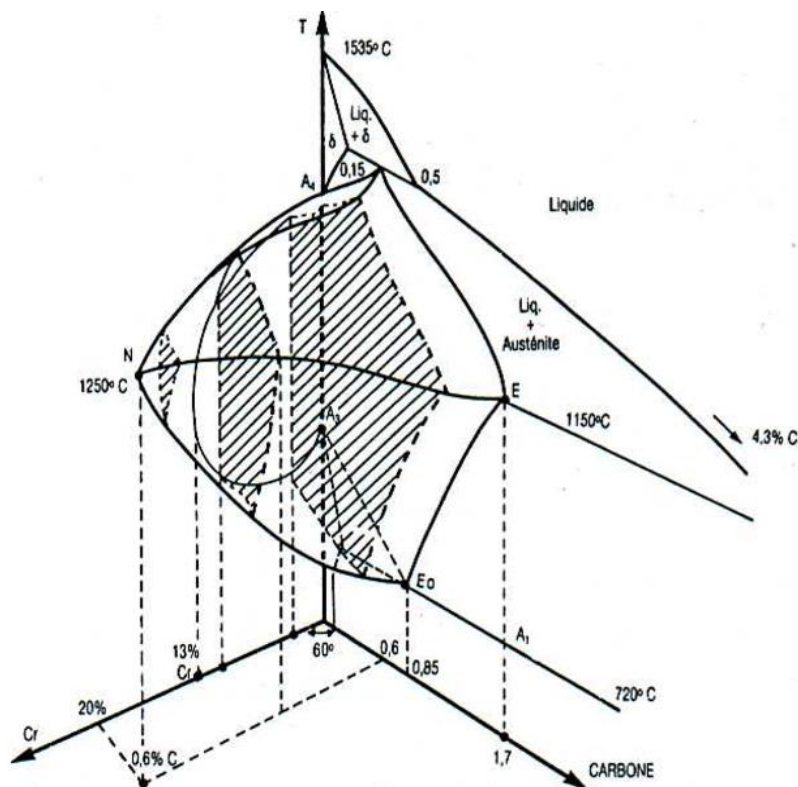


Figure 2.3: Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions (schématique)[17]

2.3.2.4. Fer-Chrome-Nickel :

Tout comme le Carbone, le Nickel est un élément gamagène qui fait élargir, en température et en concentration, le domaine d'existence de l'austénite [16].

La figure 2.4 qui représente les coupes verticales au plan (T-%Cr), montre que la boucle γ s'élargit pour des teneurs en Cr croissantes avec le Ni [16], en revanche, des coupes verticales au plan (T - %Ni) ont montré que le domaine ferritique s'élargit avec l'accroissement de la teneur en Chrome[17].

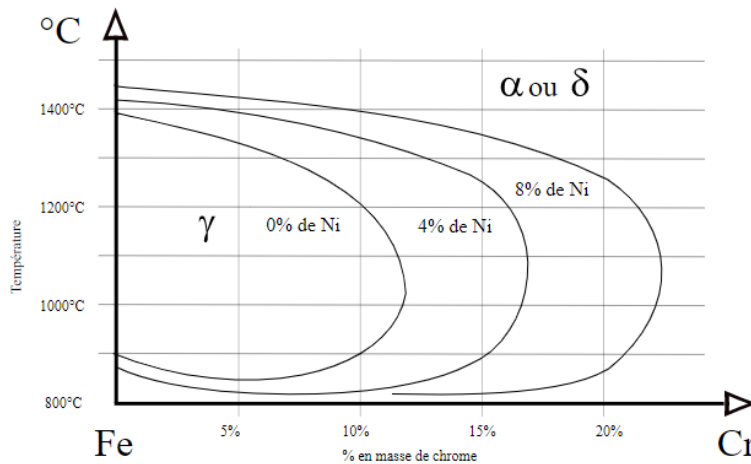


Figure 2.4 :Projection sur le plan température/teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Carbone.

2.3.2.5. Fer-Nickel :

Le Nickel favorise la formation d'une solution solide austénitique (Figure 2.5). Pour les fortes teneurs en Ni, la structure est monophasée (γ), tandis que pour des teneurs faibles (<5%) la structure peut être ferritique. Entre ces deux teneurs, la structure est biphasée austéno-ferritique suite à un refroidissement lent à partir du domaine austénitique[21].

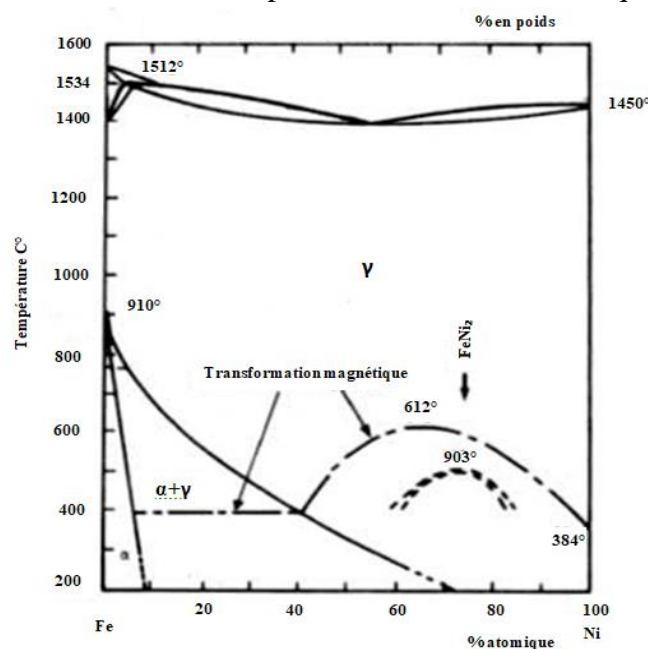


Figure 2.5 : Diagramme d'équilibre Fe-Ni[21]

2.3.3. Structure des aciers et diagramme Pryce et Andrews :

Les aciers inoxydables sont à la base un alliage de Fer et de Carbone, c'est l'ajout d'autres éléments d'alliage, qui conditionnera la structure cristallographique finale et permettra d'obtenir les quatre grandes familles d'aciers inoxydables de propriétés mécaniques et chimiques différentes :

1. Les austénitiques de structure cubique à faces centrées (fer γ),
2. Les ferritiques de structure cubique centrée (fer α),
3. Les austéno-ferritiques (duplex) de structure à la fois ferritique et austénitique,
4. Les martensitiques de structure cubique centrée.

Certains éléments sont γ -gènes (C, N, Ni, Cu, Co, Mn) et stabilisent la phase austénitique alors que d'autres, au contraire, sont α -gènes (Cr, Mo, Si, V, Ti, Nb) et rétrécissent le domaine austénitique. Pour prendre en compte l'effet des différents éléments sur la structure finale des produits laminés, le diagramme de Pryce et Andrew (figure 2.6) est un modèle approximatif qui permet de prévoir le comportement de l'alliage en fonction de sa composition chimique globale. Les teneurs sont associées à un coefficient établi expérimentalement, pour donner les équations suivantes :

$$\%Cr_{\text{éq}} = \%Cr + 3(\%Si) + \%Mo \quad (1)$$

$$\%Ni_{\text{éq}} = \%Ni + 0,5(\%Mn) + 21(\%C) + 11,5(\%N) \quad (2)$$

Pour les aciers inoxydables à l'état brut de soudage, le modèle de Schaeffler et le modèle de Delong sont utilisés.

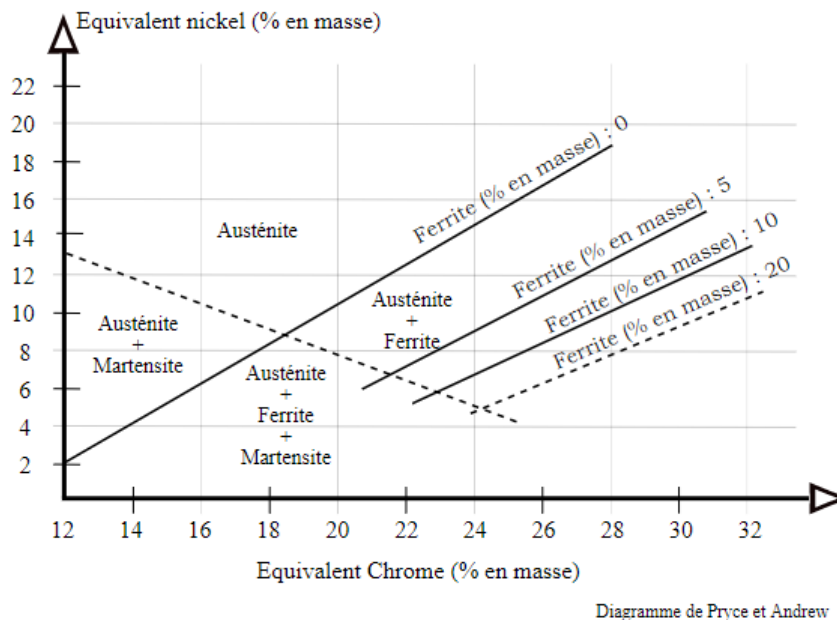


Figure 2.6 : Diagramme de Pryce et Andrews donnant la structure des aciers inoxydables laminés en fonction de leur composition

2.4. Classification des aciers inoxydables :

Selon leur composition chimique et leur structure, les aciers inoxydables sont classés en quatre grandes familles de caractéristiques chimiques et mécaniques différentes :

2.4.1. Aciers inoxydables ferritiques :

Ce sont des aciers à base de Fe-Cr-C à faible teneur en Carbone (<1%). Ils se caractérisent par leur structure ferritique qui fait que leurs propriétés mécaniques ne peuvent pas être augmentées par traitement thermique, ils ont une mauvaise soudabilité et risquent la fragilisation par la phase σ . En revanche, la microstructure cubique centrée leur confère leurs propriétés magnétiques : ils sont ferromagnétiques au-dessous du point de Curie et paramagnétiques au-dessus. Ils ont une bonne résistance à la corrosion en milieux à agressivité moyenne, une facilité de formage à froid et une bonne aptitude au polissage des surfaces. Cela fait que ces nuances ont un large domaine d'utilisation comme l'agroalimentaire, la construction et l'industrie chimique et automobile[24].

2.4.2. Aciers inoxydables martensitiques :

Les aciers inoxydables martensitiques ont une teneur importante en Carbone (> 1%) ce qui fait qu'ils ont une limite à la rupture et une dureté élevées, et environ 12 à 19% de Chrome. Ils sont ferromagnétiques au-dessous du point de Curie et paramagnétiques au-dessus. Ce type d'acier est obtenu par un traitement de trempe, à partir du domaine austénitique, au-dessous de la température M_s , suivi d'un Revenu entre 550°C et 750°C pour améliorer la ductilité et la résilience. Cette nuance est utilisée dans la construction des pièces mécaniques soumises à des charges importantes et d'usures[23], [24].

2.4.3. Aciers inoxydables austénitiques :

Ce sont des alliages de Fe-Cr-Ni qui ont des teneurs de Chrome et de Nickel d'au moins 17% et 7%. Leur structure austénitique à hautes températures est maintenue à l'ambiante sous sa forme métastable grâce au traitement de l'hypertrempe. Ils ont une ductilité et résilience élevées mais leurs propriétés mécaniques restent modestes et peuvent être améliorées par l'érouissage pour certaines nuances. Les aciers inoxydables austénitiques sont connus pour leur grande résistance à la corrosion qui augmente avec leur teneur en Chrome et Molybdène, mais ils restent sensibles à certaines attaques chimiques comme les acides oxaliques et chlorhydriques. En plus de leurs propriétés chimiques et mécaniques, leur stabilité structurale fait qu'ils sont utilisés dans un large domaine de température et dans différents domaines de l'industrie comme l'alimentaire, le génie civil et la pétrochimie [17], [22].

2.4.4. Aciers inoxydables austénoferritiques :

Connus sous le nom d'aciers duplexes, ce type d'aciers a une structure mixte de ferrite et d'austénite à proportions équivalentes. Lors de leur solidification dans le domaine ferritique, une partie de la ferrite se transforme en austénite. Ils ont une meilleure soudabilité que les aciers ferritiques et une meilleure limite d'élasticité et résistance à la corrosion que les aciers austénitiques. En plus de ça, vu de leur faible teneur en Nickel, leur coût reste raisonnable. Ils sont utilisés dans le cas des applications dans les milieux marins et dans le cas des traitements des substances alimentaires salées[17], [23].

2.5. Transformations de phases des aciers inoxydables austénitiques :

Les aciers inoxydables austénitiques ont un diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni et les équilibres solide/ liquide ont été peux étudiés.

2.5.1. Modes de refroidissement :

Dans le diagramme de phase illustré par la figure 2.7, on peut repérer quatre zones différentes, dont chacune a son propre mode de refroidissement : [16]

Mode 1 (A) : Formation de l'austénite primaire par solidification. La structure finale est entièrement austénitique.

Mode 2 (AF) : Formation de la ferrite secondaire par transformation. Une transformation à l'état solide ($\alpha \rightarrow \gamma$) se produit pour finalement obtenir une structure composée d'austénite et de ferrite vermiculaire.

Mode 3 (FA) : Formation de la ferrite primaire puis de l'austénite. La structure finale est une ferrite aciculaire dans une matrice austénitique.

Mode 4 (F) : Transformation en phase solide de l'austénite ($\alpha \rightarrow \gamma$) lors du refroidissement pour finalement obtenir une coexistence des deux phases.

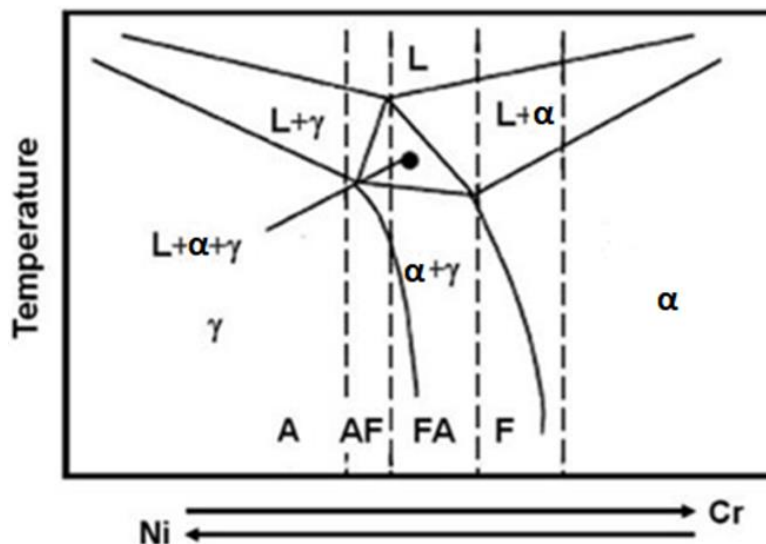


Figure 2.7 : Diagramme pseudo-binaire schématisé du système Fe-Cr-Ni montrant les quatre modes de solidification d'un acier austénitique [16]

2.5.2. Différents précipités rencontrés :

La phase sigma σ :

C'est une phase intermétallique à base de Fer-Cr qui nécessite une très grande énergie pour se précipiter. Elle se forme d'abord aux joints de grains triples, puis aux joints simples et, seulement après des durées élevées, aux parois de macles et enfin sur les inclusions intra-granulaires de type oxyde [16].

La phase chi χ :

La phase χ , est une phase intermétallique mineure qui concerne les aciers inoxydables au molybdène, sa composition nominale est $Fe_{36}Cr_{12}Mo$. Elle germe dans les joints de grains

et les parois des macles, et apparait après de longues durées de maintien à une température d'environ 750°C[16].

La phase de la lave η :

Comme la phase χ , la phase lave est une phase intermétallique mineure qui concerne les aciers inoxydables au molybdène, sa composition nominale est Fe_2M .

Les carbures $Cr_{23}C_6$:

Ce sont les principaux carbures de tous les aciers inoxydables austénitiques. Ils contiennent environ 70 à 90% de Chrome en poids et cristallisent selon le système cubique à faces centrées. Ces carbures précipitent aux joints de grains, aux joints de macles et à l'intérieur du grain, causant le phénomène de corrosion inter-granulaire[24].

La précipitation des carbures de Chrome commence aux interfaces α/γ quand la ferrite se présente dans l'austénite, ou lors de la présence d'une inclusion non métallique représentant un site de germination favorable. Dans une gamme de température variant de 600 à 900°C, la cinétique de précipitation de ces carbures est très rapide, elle est contrôlée par la diffusion du Chrome dans la phase ferritique[16].

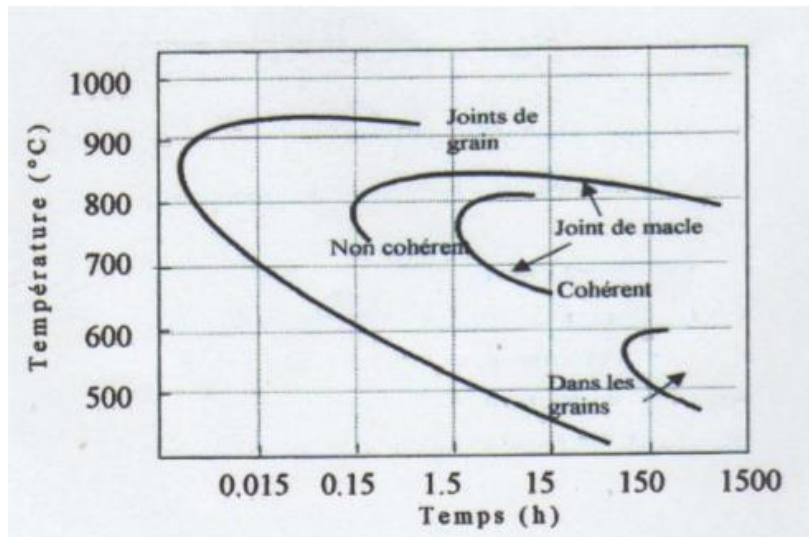


Figure 2.8: Diagramme de précipitation de $M_{23}C_6$ [24]

2.6. Traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques :

2.6.1. Traitement d'hypertrempe :

Le traitement d'hypertrempe permet d'obtenir la nuance austénitique de l'acier inoxydable. Ce traitement consiste à faire une trempe à partir d'un maintien à haute température (1000°C – 1150°C) dans le domaine austénitique. La trempe est rapide dans le domaine (600°C – 700°C) ce qui permet d'obtenir, à l'ambiante, une phase austénitique homogène où tous les éléments, en particulier le Carbone et l'Azote, se trouvent en solution solide[22], [25].

La mise en solution :

Le chauffage à haute température permet la mise en solution des carbonitrures et de toutes les phases intermétalliques de type σ , χ ou de Laves qui sont nuisibles à la résistance à la corrosion de l'acier et causent sa fragilité. D'autres parts, il faut savoir que l'austénite se

trouve, à des températures élevées (1000°C – 1100°C), dans son état stable, le refroidissement rapide permet d'obtenir de l'austénite à l'ambiante même si celle-ci n'est pas stable.

Cependant, il faut tenir compte de la phase δ qui apparaît à des températures supérieures à 1100°C et qui peut être conservée à l'ambiante après le refroidissement rapide et causer la fragilisation de l'acier par précipitation de la phase σ . Aussi, le grossissement excessif du grain de l'austénite et les déformations inacceptables des pièces par le fluage, font que la température d'hypertrempe soit limitée[25].

Choix de la température d'hypertrempe :

La température d'hypertrempe dépend de la présence du Molybdène ou pas. En effet, pour les nuances contenant du Molybdène, une plage de température (1050°C – 1150°C) est nécessaire pour dissoudre les phases intermétalliques liées à la présence du Mo et la carbonitrures. Tandis que pour les nuances sans Molybdène, il n'y a pas de phases intermétalliques et donc une température de (1000°C – 1100°C) est suffisante pour la dissociation des carbonitrures[25].

Choix de la durée de maintien à la température d'hypertrempe :

Tenant compte de la faible conductivité thermique de l'austénite, il faut limiter les vitesses de montée en température lors du chauffage des pièces massives. Il faudrait aussi s'assurer que les temps de maintien en température d'hypertrempe soient suffisamment longs pour permettre la mise en solution de toute la pièce.

Le maintien à la température d'hypertrempe se fait pendant 0,7 à 2,5 minutes par millimètre d'épaisseur. Si on veut l'élimination complète des contraintes résiduelles, on vise le haut de la fourchette, et le bas si l'on souhaite limiter le grossissement des grains[25].

2.6.2. Traitement anti-ferrite :

C'est un traitement d'homogénéisation de 24 à 36 h qui se fait avant le traitement d'hypertrempe et à une température plus élevée allant de 1150°C à 1200°C, sur des demi-produits ou pièces moulées de grandes dimensions pour diminuer ou éliminer les ségrégations formées lors de la solidification. En effet, ces ségrégations favorisent la formation de la ferrite δ à partir de 1100°C pour certaines nuances d'aciers inoxydables austénitiques, qui par la suite va causer la fragilisation par formation de la phase σ entre 500°C et 800°C, ou la mauvaise forgeabilité lors d'une mise en forme intermédiaire si sa teneur est entre 10% et 45% dans une structure biphasée austénite-ferrite[25].

2.6.3. Traitement thermomécanique :

Pour optimiser les caractéristiques mécaniques à l'ambiante, deux traitements thermomécaniques peuvent être effectués :

1- Durcissement par précipitations fines et réparties des carbonitrures de Niobium qui est choisi particulièrement pour éviter la sensibilisation de l'acier à la corrosion inter-granulaire. Pour cela, il faut d'abord mettre en solution les carbonitrures déjà existants, par un traitement d'hypertrempe. Ensuite, faire un écrouissage à froid ou à tiède qui permet de créer des germes pour la précipitation inter-granulaire dans la dernière étape du traitement qui est le revenu.

Le traitement d'hypertrempe doit être fait à une température supérieure à 1200°C et suivi d'un refroidissement rapide pour éviter la re-précipitation des carbonitrides entre 1200°C et 800°C[25].

2- Une autre méthode pour améliorer les propriétés mécaniques est d'achever le laminage à une température suffisamment basse pour qu'il n'y ait pas de recristallisation ni entre passes ni après la dernière passe. Cela va faire qu'une partie de l'érouissage à chaud va être conservée dans le métal, ce qui fait augmenter sa limite d'élasticité. Pour affiner le grain, on provoque des cycles d'érouissage - recristallisation en faisant précéder la dernière phase de laminage par une phase à température plus élevée [25].

2.6.4. Traitement d'optimisation de la tenue au fluage :

Ce traitement est appliqué à quelques nuances d'aciers inoxydables austénitiques de type X5CrNiMo 17-12-2 (1.4401), son but est d'augmenter la tenue au fluage à des températures entre 650°C et 750°C[25].

Il consiste à faire un traitement thermomécanique mais sans revenu, car le durcissement se fera par la précipitation des carbonitrides pendant l'utilisation de la pièce en température[25].

2.7. Propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques :

2.7.1. Comportement contrainte-déformation :

Courbe contrainte-déformation des aciers inoxydables est curviligne sans contrainte d'écoulement bien définie. Cela est montré dans la figure 2.9. Les limites d'élasticité des aciers inoxydables sont données en fonction d'une limite d'élasticité conventionnelle définie pour une déformation permanente décalée particulière, nommée généralement limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 %[26].

Il faut savoir que les aciers inoxydables, plus particulièrement austénitiques, peuvent absorber un choc considérable sans rupture grâce à leur excellente ductilité et à leurs caractéristiques d'érouissage. L'allure de la courbe peut être modifiée, selon la nuance, par le travail à froid, la sensibilité à la vitesse de déformation et au traitement thermique. En effet, la vitesse de déformation élevée fait augmenter la résistance, tandis qu'un traitement de recuit ou d'adoucissement la fait diminuer. Pour le travail à froid, il fait augmenter la résistance des aciers inoxydables austénitiques et diminue la ductilité mais d'un tau insignifiant vu sa valeur initiale élevée. Pour une nuance donnée, il faut donc s'attendre à des différences dans les caractéristiques des matériaux issus de différents producteurs [26].

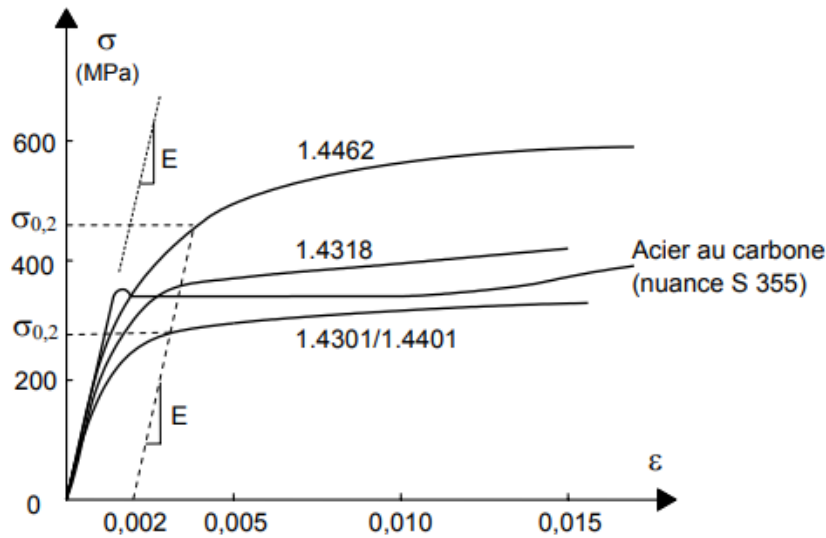


Figure 2.9: Courbes contrainte-déformation pour un acier inox et un acier au Carbone à l'état écrouis, en traction[26]

2.7.2. Quelques caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables austénitiques :

Module d'élasticité : Le module d'élasticité d'un acier inoxydable austénitique est de l'ordre de 200000 N/mm^2 [27].

Dureté et ductilité : Les aciers inoxydables austénitiques présentent une très grande ductilité et une résistance mécanique nettement inférieure que celle des inox martensitiques[19].

Ténacité et usinabilité : La structure austénitique et la malléabilité qui y sont liées résultent en une excellente ténacité à basse température de fonctionnement. La bonne ténacité va de pair avec une mauvaise usinabilité du matériau.

Les caractéristiques mécaniques de certaines nuances d'aciers inoxydables austénitiques sont représentées dans le tableau 2.2

Tableau 2.2 : Caractéristiques mécaniques de certaines nuances d'aciers inoxydables austénitiques [26]

	Nuance	Forme de produit ⁽¹⁾	Épaisseur max. (mm)	Limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 % ⁽²⁾ (MPa)	Résistance ultime à la traction (MPa)	Allongement après rupture (%)
Aciers austénitiques chrome-nickel de base	1.4301	C	8	230	540 – 750	45 ⁽³⁾
		H	13,5	210	520 – 720	45 ⁽³⁾
		P	75	210	520 – 720	45
	1.4307	C	8	220	520 – 700	45
		H	13,5	200	520 – 700	45
		P	75	200	500 – 700	45
Aciers austénitiques nickel-chrome-molybdène	1.4401	C	8	240	530 – 680	40
		H	13,5	220	530 – 680	40
		P	75	220	520 – 670	45
	1.4404	C	8	240	530 – 680	40
		H	13,5	220	530 – 680	40
		P	75	220	520 – 670	45
Aciers austénitiques stabilisés	1.4541	C	8	220	520 – 720	40
		H	13,5	200	520 – 720	40
		P	75	200	500 – 700	40
	1.4571	C	8	240	540 – 690	40
		H	13,5	220	540 – 690	40
		P	75	220	520 – 670	40
Acier austénitique faible carbone, fort azote	1.4318	C	8	350	650 – 850	35
		H	13,5	330	650 – 850	35
		P	75	330	630 – 830	45

2.8. Corrosion des aciers inoxydables austénitiques :

2.8.1. Le phénomène de passivation :

Les aciers inoxydables ont la particularité de former une couche protectrice très mince à leur surface quand ils sont dans un milieu oxydant. Ce phénomène est appelé *passivation*, c'est la base du mécanisme de résistance à la corrosion des inox. Dans les conditions idéales, ce phénomène se produit naturellement et la couche est immédiatement régénérée si elle est détruite localement.

La formation de la couche passive nécessite que l'alliage ait une teneur en Chrome d'au moins 11%. Son épaisseur est de l'ordre du nanomètre (de 10 à 20 nm) et se compose de deux couches : une couche d'oxydes $(Fe, Cr)_2O_3$ en contact avec le substrat et une couche externe d'hydroxydes de type $Cr(OH)_3 \cdot nH_2O$. Cela est indiqué dans la figure 2.10.

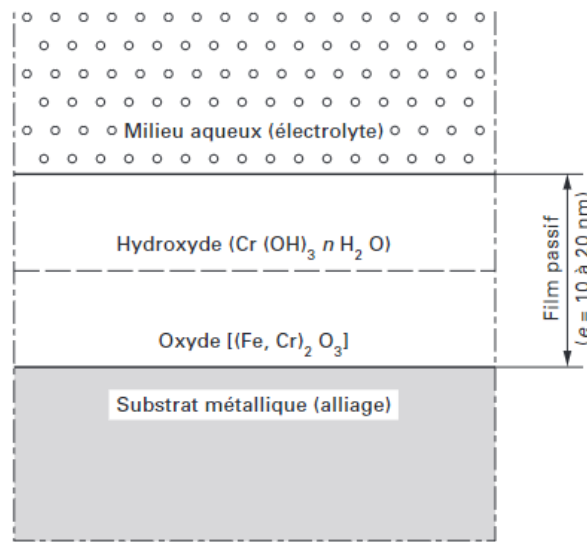


Figure 2.10 : Modèle bicouche de la couche passive[27]

2.8.2. Les différents types de corrosion : (définition et mécanismes)

2.2.1. La corrosion uniforme :

C'est la corrosion de l'ensemble de la surface du matériau d'une manière uniforme, lorsqu'il se trouve dans un milieu très agressif. L'attaque se produit à la même vitesse dans tous les points de la surface, cela va causer une diminution régulière de l'épaisseur. Ce problème est rencontré généralement dans les aciers au carbone. Les nuances inoxydables sont en générale capables de le résoudre.

2.8.2.2. La corrosion inter-granulaire :

Elle est due à la précipitation des carbures de chrome aux joints des grains, qui va causer une différence de concentration, tout le long du joint, entre deux zones dont l'une est très riche en chrome. Cela va donner naissance à une zone anodique qui est riche en chrome et une zone cathodique qui est la zone déchromée. Pour les aciers austénitiques, la précipitation des carbures $(Fe,Cr)_{23}C_6$ peut être causée par un chauffage suivi d'un maintien long entre 500 et

800°C ou par le traitement d'hypertrempe. Plus fréquemment, ce phénomène se produit dans la ZAT lors du soudage [27].

2.8.2.3. La corrosion par piqures (PITTING):

C'est la rupture locale et ponctuelle de la couche passive. Elle se manifeste par la formation de trous, d'une profondeur considérable qui peut aller jusqu'à la perforation totale de la pièce sur une zone très restreinte, cela va causer la destruction rapide des structures sur lesquelles ils se forment. Il faut savoir que la corrosion par piquures est tellement insidieuse qu'elle se produit même sur des matériaux passivables sous la présence d'espèces agressives spécifiques[24]. La corrosion par piqure se produit dans les milieux neutres chlorurés comme l'eau de ville, de mer ou les eaux industrielles, aussi dans les milieux contenant des halogénures ou encore des espèces soufrées, tout cela est aggravé par la température.

On peut améliorer les performances de la couche passive par un traitement de polissage électrolytique qui permet d'éliminer par dissolution, les inclusions non métalliques de type sulfure. Aussi, la passivation à l'acide nitrique joue un rôle important dans l'amélioration de la couche passive [25].

2.8.2.4. La corrosion sous contraintes

Ce type de corrosion se produit lorsque le matériau est soumis à l'action combinée d'une contrainte mécanique et d'un environnement assez corrosif, ce qui va provoquer la rupture locale de la couche passive. Ce phénomène concerne généralement les nuances austénitiques dans les milieux chlorurés. Il se développe en profondeur d'une manière très rapide. La fissuration peut se produire à partir des micros-défauts de la couche passive lorsqu'elle est soumise à une contrainte de traction[23], [27].

Comme indiqué dans la figure 2.11, les fissures, qui ont une tendance presque perpendiculaire à la direction de la contrainte de traction, peuvent se développer soit d'une manière transegranulaires : lorsque les fissurations parcourent la structure des grains, soit inter-granulaires : lorsque les fissures se propagent le long des joints de grains[23].

Pour éviter ce type de corrosion, il faut limiter tant que possible le niveau contraintes extérieurs et la température en service et utiliser des nuances à grande teneur en Nickel, car ce dernier peut rendre le risque corrosion sous tension quasiment nul[27].

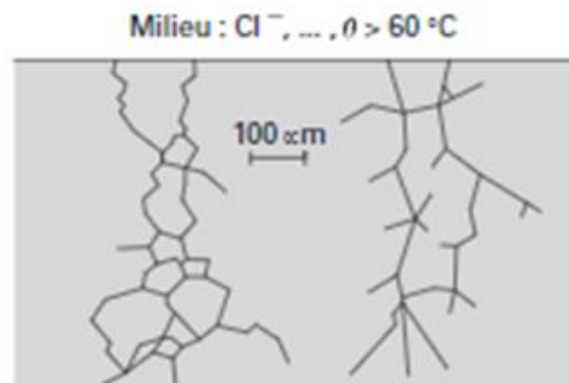


Figure 2.11 : Représentation de la corrosion sous contrainte[27]

2.8.2.5. La corrosion caverneuse

Comme son nom l'indique, cette corrosion se produit dans les crevasses et les espaces confinés où l'accès du fluide actif issu de l'environnement est limité. Ces espaces sont généralement appelés cavernes, ce sont des zones d'accumulations d'espèces chimiques et d'acidification progressive du milieu qui conduira à la rupture de couche passive.

Ce phénomène se produit lorsqu'un ensemble de réactions électrochimiques se produisent dans la caverne causant une augmentation de la concentration en Cl^- et la diminution du pH local, jusqu'à ce que la passivation ne puisse plus se produire, alors le métal dans la caverne subit une corrosion uniforme. Pour remédier à ce problème, les pièces utilisées doivent être bien conçues, d'une manière à éviter les zones de rétention de liquide, et souvent nettoyées pour diminuer les dépôts.

2.8.2.6. La corrosion galvanique :

Lorsque deux métaux ayant des potentiels galvaniques différents sont liés dans milieu électriquement conducteur, il y a création de courant électrique et le métal qui correspond à l'anode (le moins noble) est attaqué. On appelle ce phénomène : corrosion galvanique ou bimétallique. Pour éviter cette situation, on peut choisir des nuances compatibles où le risque de couplage galvanique est quasi nul, ce sont les alliages les plus proches dans la série galvanique. Une autre solution est d'élargir la surface du métal le moins noble, par exemple : dans les emballages mécaniques, l'acier noble sera choisi pour le rivet ou le boulon[27].

2.8.2.7. La corrosion par érosion et cavitation :

C'est une corrosion mécanique due aux interactions entre le métal et le fluide en mouvement en présence des particules solides causant l'érosion, ou gazeuses causant la cavitation. Ce phénomène va conduire à la rupture du film passif de l'acier inoxydable. Ce type de corrosion est aggravé par la densité de particules en suspension, la température élevée et le milieu agressif (chloruré) tout cela associé aux virages à rayon serrés de tuyaux et les coudes.

Pour éviter la corrosion par érosion ou cavitation il faut diminuer les mouvements turbulents du fluide, les changements brusques de direction de la vitesse d'écoulement, réduire la présence de solides en suspension et choisir les bonnes nuances d'alliages, les aciers inoxydables austénitiques sont connus d'avoir une meilleure résistance[27].

Chapitre 3

Le procédé cladding :

3.1. Introduction

3.2. Les Procédés cladding

3.3. Les matériaux du cladding

3.4. Comportement du cladding en service

3.5. Avantages et inconvénients

3.1. Introduction

Les matériaux qui ont une grande durée de vie dans des conditions de services sévères sont économiquement très coûteux comme les aciers inoxydables, les alliages de nickel et de titane. Le défi technologique consiste à développer des matériaux qui possèdent une bonne résistance aux conditions de fonctionnement (corrosion, abrasion, usure,..) avec un cout économique acceptable. Parmi les solutions adoptées, la production de matériaux composites par la technique de cladding.

Le cladding est un processus où un matériau en recouvre un autre en interne ou en externe. Ce type de procédé est utilisé avec des matériaux métalliques, des fibres optiques, des matériaux de construction, etc. Ce sont des composites de deux ou plusieurs métaux reliés de manière continue par une liaison métallique. Les produits claddés sont largement utilisés dans les industries chimiques, pétrolières, nucléaires, navales, aéronautiques, de service et de maintenance. [28]

3.2. Les Procédés cladding

Le cladding est un procédé de revêtement par collage appliqué à la surface d'un métal de base (substrat) visant à améliorer la valeur esthétique et la durabilité du substrat sous-jacent vulnérable à la corrosion. On peut citer par exemple, le plaquage d'un acier de construction (substrat) par un acier inoxydable (revêtement ou clad). Le revêtement métallique est un type de revêtement extérieur d'une épaisseur d'environ 10 à 20% de l'épaisseur totale de la plaque claddée (figure 3.1).

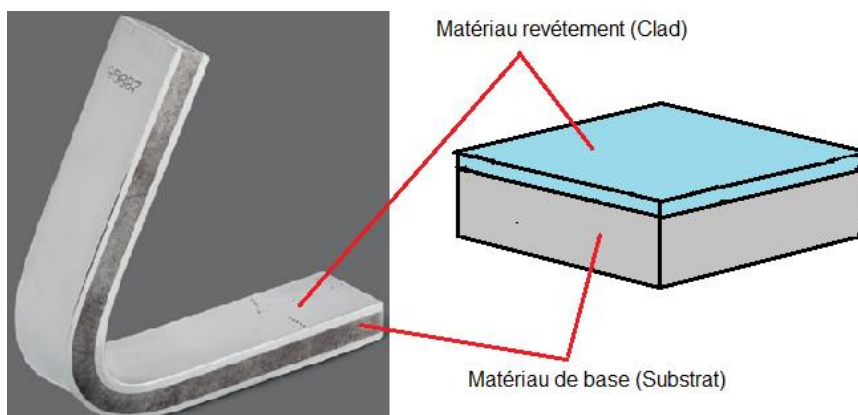


Figure 3.1 : Schéma d'un cladding

Le cladding permet d'obtenir une excellente liaison sur le plan métallurgique et sur le plan mécanique entre le matériau-revêtement et le matériau-substrat. Dans le cas du cladding acier inoxydable /aciers de construction, le composite obtenu possède les propriétés mécaniques de l'acier de construction et la résistance à la corrosion de l'acier inoxydable.

Il existe plusieurs processus de cladding, principalement ce sont: le laminage, le collage par explosion et le rechargement qui englobe les différentes techniques du soudage.

3.2.1. Le laminage à chaud

Le principe consiste à préparer les composants de revêtement soigneusement nettoyés sous la forme d'un emballage ou d'un sandwich, à chauffer jusqu'à la gamme en plastique et à mettre le matériau inoxydable et de support en contact intime en roulant. Le produit ainsi formé est intégralement lié à l'interface. La surface plaquée est à tous égards (résistance à la corrosion, propriétés physiques et propriétés mécaniques) égale à l'acier inoxydable parent. Cette surface peut être polie et travaillée de la même manière que l'acier inoxydable massif. Les aciers inoxydables peuvent être assemblés à une variété d'alliages ferreux et non ferreux. En termes de tonnage, cependant, les systèmes plaqués les plus courants sont le carbone ou les aciers faiblement alliés revêtus de nuances austénitiques de la série 300.

La séquence de laminage des tôles en acier au carbone ou en acier faiblement allié /acier inoxydable est normalement suivie d'un traitement thermique, qui est généralement requis pour restaurer le revêtement à l'état recuit par la solution et pour amener le matériau de support dans la condition de traitement thermique correcte. Les traitements thermiques appliqués sont indiqués dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1: Les différents traitements thermiques pour l'inox claddé et les aciers faiblement alliés.

Type of cladding material	Type of ASTM-grade backing material	Heat treatment(a)
304, 304L, 309, 310, 316, 316Cb, 316L, 317, 321, or 347	A285, A201, A212 (up to 50 mm, or 2 in., gage)	Anneal 1065 to 1175 °C (1950 to 2150 °F), air quench
304L, 316L, 316Cb, 317L, 321, or 347	A201, A 212 (over 50 mm, or 2 in., gage)	Anneal 1065 to 1175 °C (1950 to 2150 °F), air quench, normalize 870 to 900 °C (1600 to 1650 °F) 1 hr per 25 mm (1 in.) thickness, air quench(b)
304, 304L, 309, 310, 316, 316Cb, 316L, 317, 321, or 347	A204, A 302 (up to 50 mm, or 2 in., gage)	Anneal 1065 to 1175 °C (1950 to 2150 °F), air quench
304L, 316L, 316Cb, 317L, 321, or 347	A204, A 302 (over 50 mm, or 2 in., gage). A301 (all gages)	Anneal 1065 to 1175 °C (1950 to 2150 °F), air quench, normalize 870 to 900 °C (1600 to 1650 °F) 1 hr per 25 mm (1 in.) thickness, air quench(b)

L'épaisseur du revêtement est normalement spécifiée en pourcentage de l'épaisseur totale de la plaque composite qui varie de 5 à 50%, selon l'utilisation finale. Pour la plupart des applications commerciales impliquant des combinaisons de carbone ou d'acier faiblement allié / acier inoxydable, l'épaisseur du revêtement se situe généralement dans la plage de 10 à 20%.

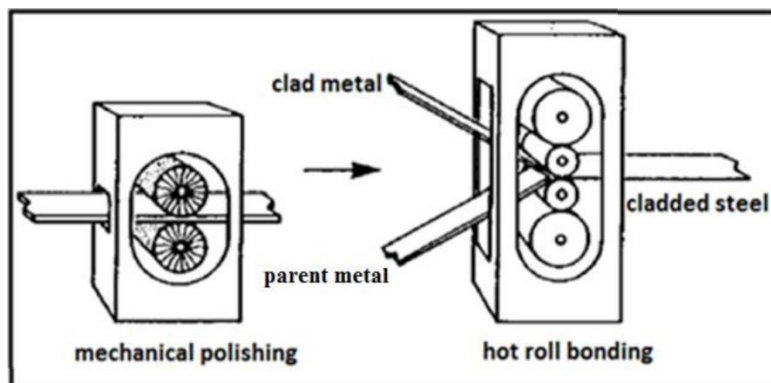


Figure 3.2 : Schéma représentatif du procédé de collage par laminage à chaud

3.2.2. Le collage par explosion

Le collage ou le cladding par explosion est un procédé de soudage qui permet de joindre n'importe quelle combinaison des métaux en utilisant une détonation explosive comme source d'énergie pour produire une liaison métallurgique entre les composants métalliques. Les principales étapes de ce procédé sont :

3.2.2.1. Préparation des surfaces

La première étape du cladding par explosion est le meulage ou le polissage des deux surfaces à coller pour obtenir une finition de surfaces uniforme.

3.2.2.2. L'assemblage

La plaque de revêtement est positionnée parallèlement à et au-dessus de la plaque de base, à une distance d'écartement prédéterminée, pour garantir que les deux plaques entent en collision. La distance d'écartement est contrôlée par des entretoises de support sur les bords de la plaque et en interne selon les besoins. Les dispositifs d'écartement internes sont conçus pour être consommés par le jet. Un cadre de confinement explosif est placé autour des bords de la plaque métallique de revêtement et la hauteur du cadre est réglée pour contenir une quantité spécifique d'explosif granulaire fournissant une libération d'énergie spécifique par unité de surface et un taux de détonation qui doit être subsonique aux vitesses acoustiques des métaux.

3.2.2.3. L'explosion

C'est l'étape de l'allumage qui se fait à un point prédéterminé de la surface de la plaque à l'aide d'un amplificateur explosif à grande vitesse. L'expansion gazeuse de la détonation explosive accélère la plaque de revêtement à travers l'espace de séparation résultant en une collision, et l'impact résultant crée des pressions localisées très élevées au point de collision. Ces pressions s'éloignent du point de collision à la vitesse acoustique des métaux créant des pressions sur les surfaces adjacentes qui approchent immédiatement, ce qui est suffisant pour briser une fine couche de métal de chaque surface et l'éjecter dans un jet. Les contaminants de surface, les oxydes et les impuretés sont éliminés dans le jet.

Au point de collision, les surfaces métalliques propres nouvellement créées impactent à des pressions élevées de plusieurs GPa. Bien qu'il y ait beaucoup de chaleur générée dans la détonation explosive, il n'y a pas de temps pour le transfert de chaleur aux métaux. Le résultat est une liaison métal-métal idéale sans fusion ni diffusion.

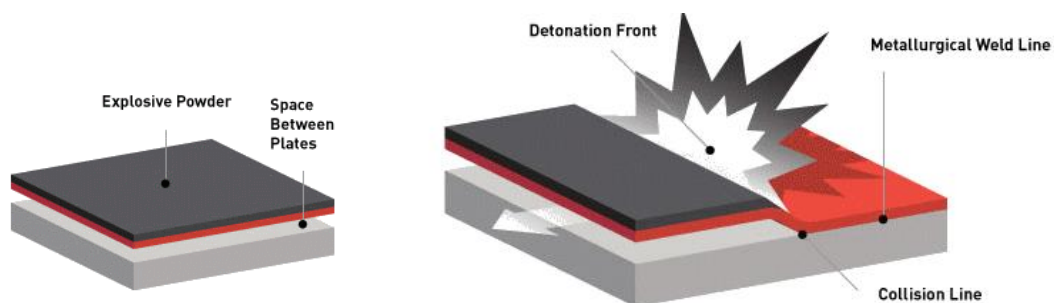


Figure 3.3: Schématisation du procédé de cladding par explosion

3.2.3. Le rechargement

Dans ce type de cladding, l'élaboration se fait par un rechargement de matière, où le métal noble est déposé sur toute la surface du métal de base sous forme de cordons de soudure continus. Plusieurs techniques de soudage sont utilisées dans ce procédé, on cite :

3.2.3.1. Le soudage GMAW

Parmi toutes les techniques de soudage à l'arc, le procédé GMAW s'impose comme une technique rentable, populaire et semi-automatique. Il augmente la productivité avec une qualité satisfaisante. La qualité de la soudure peut être encore améliorée en contrôlant les paramètres du processus.

3.2.3.2. Le soudage GTAW

Ce procédé utilise une électrode en tungstène non consommable et un gaz inerte pour le blindage à l'arc. Un arc électrique s'établit entre l'électrode de tungstène et la partie à souder. Le procédé GTAW associé aux vitesses de chauffage et de refroidissement rapides peut être utilisé pour la synthèse hors équilibre des matériaux et pour la production rapide de microstructures fines solidifiées qui ont une solution solide étendue pour les éléments d'alliage. Cette méthode de cladding de surface peut être utilisée pour renforcer les surfaces locales dans diverses applications de résistance à l'usure et à la corrosion. Le cladding par GTAW est l'un des processus les plus prometteurs en raison de son taux de dépôt élevé et sa large applicabilité.

3.2.3.3. Le soudage par laser

Le cladding par laser est un procédé de dépôt de matériau par lequel un matériau de charge en poudre ou en fil métallique est fondu et consolidé à l'aide d'un laser afin de revêtir un substrat. Le faisceau de laser crée un bain fondu à la surface de la pièce à laquelle est également ajouté le matériau de revêtement (fil ou poudre) fondu par le laser. Le temps d'exposition est court, ce qui ne crée qu'un court retard car le refroidissement est rapide. Il est plus résistant que les revêtements créés par projection thermique et, par exemple, par rapport au chromage dur, il est également inoffensif pour la santé.

3.2.3.4. Le soudage SAW

C'est le système le plus productif pour le surfaçage de gros composants qui sont soumis à la corrosion ou à l'usure, utilisant une électrode en bande. Ce procédé se caractérise par un taux de dépôt élevé et une faible dilution et il convient pour le surfaçage d'objets plats et courbes tels que des plaques tubulaires d'échangeur de chaleur et des récipients sous pression.

La méthode SAW (submerged arc welding) bien établie est largement utilisée avec les électrodes en bande depuis le milieu des années 1960. Une électrode en bande, mesurant normalement 60 mm x 0,5 mm ou 90 mm x 0,5 mm, est utilisée comme électrode (généralement positive) et un arc électrique se forme entre la bande et la pièce. Le flux est utilisé pour former un laitier fondu pour protéger le bain de soudure de l'atmosphère et aide à former une surface de cordon de soudure lisse.

3.2.3.5. Le soudage ESW

Le cladding de bande Electroslag est un développement ultérieur du cladding de bande à arc submergé (SAW) et s'est rapidement imposé comme un processus fiable à taux de dépôt élevé. Le cladding de bande ESW concerne les processus de soudage par résistance et est basé sur le chauffage par résistance ohmique dans une couche peu profonde de laitier électro-conducteur liquide. La chaleur générée par le bain de scories fondues fait fondre la surface du matériau de base et l'extrémité de l'électrode en bande, qui plonge dans les scories et le flux. La pénétration est moindre pour le ESW que pour le SAW car il n'y a pas d'arc entre l'électrode en bande et le matériau d'origine.

3.2.3.6. Le soudage SMAW

Le soudage à l'arc métallique blindé (soudage à la baguette, soudage manuel à l'arc métallique) utilise une électrode consommable métallique d'une composition appropriée pour générer un arc entre lui-même et la pièce mère. Le métal d'électrode fondu remplit l'espace de soudure et rejoint les pièces. Les électrodes sont revêtues d'un flux de blindage d'une composition appropriée. Le flux fond avec le noyau métallique de l'électrode, formant un gaz et un laitier, protégeant l'arc et le bain de soudure. Le flux nettoie la surface métallique, fournit des éléments d'alliage à la soudure, protège le métal en fusion de l'oxydation et stabilise l'arc. Le laitier est retiré après solidification.

3.3. Les matériaux du cladding

Les principaux métaux de base utilisés pour les tôles plaquées sont les aciers de construction, les aciers pour pipes et les aciers de construction à grain fin qui se distinguent par une bonne soudabilité et de bonnes propriétés de travail. Ces aciers sont définis par les normes ASTM, SAE, Euro norme, GB et API. Le choix est fait après vérification des exigences de résistance et de ductilité pour les spécifiques conditions de fonctionnement. Les matériaux de cladding typiques sont les aciers inoxydables austénitiques, les alliages de nickel, de cuivre et de titane, caractérisés par différents niveaux de résistance à la corrosion. Les aciers de constructions et les aciers inoxydables sont traités dans les chapitres 1 et 2.

3.3.1. Aciers de base (substrats) :

Selon la norme ASTM on peut citer les grades suivants :

- Aciers de construction au carbone A36, A283
- Aciers HSLA : A 387, A572, A576,
- Aciers au carbone pour appareils à pression : A 516, A 285,

Selon la norme API, les aciers les plus utilisés sont les grades X52, X60, X65, X70 et X80

Selon la norme européenne EN – 10027, on peut citer : S355, S420, S460, S680

3.3.2. Matériaux de revêtement

Les matériaux les plus utilisés pour le revêtement sont les aciers inoxydables austénitiques et les alliages de nickel. Les tableaux présentent les compositions chimiques de ces alliages.

Tableau 3.2 : Composition chimique des aciers inoxydables pour le cladding.

Stainless steel

ASTM		Chemical Composition (%)											Phase classification	Available size
Spec. No.	Type	C (max.)	Si (max.)	Mn (max.)	P (max.)	S (max.)	Ni	Cr	Mo	N	Ti	Nb		
A240	430	0.12	1.00	1.00	0.040	0.030	≤0.75	16.0 -18.0	—	—	—	—	Ferritic or Martensitic	Table1 Table2 Table3
	410S	0.08	1.00	1.00	0.040	0.030	≤0.60	11.5 -13.5	—	—	—	—		
	304	0.07	0.75	2.00	0.045	0.030	8.0 -10.5	17.5 -19.5	—	≤0.10	—	—	Austenitic	
	304L	0.030	0.75	2.00	0.045	0.030	8.0 -12.0	17.5 -19.5	—	≤0.10	—	—		
	316	0.08	0.75	2.00	0.045	0.030	10.0 -14.0	16.0 -18.0	2.00 -3.00	≤0.10	—	—		
	316L	0.030	0.75	2.00	0.045	0.030	10.0 -14.0	16.0 -18.0	2.00 -3.00	≤0.10	—	—		
	317	0.08	0.75	2.00	0.045	0.030	11.0 -15.0	18.0 -20.0	3.0 -4.0	≤0.10	—	—		
	317L	0.030	0.75	2.00	0.045	0.030	11.0 -15.0	18.0 -20.0	3.0 -4.0	≤0.10	—	—		
	321	0.08	0.75	2.00	0.045	0.030	9.0 -12.0	17.0 -19.0	—	≤0.10	min.: 5x(C%+N%) max.: 0.70	—		
	347	0.08	0.75	2.00	0.045	0.030	9.0 -13.0	17.0 -19.0	—	—	—	min.:10xC% max.:1.0		

Tableau 3.3 : Composition chimique des alliages de nickel pour le cladding.

ASTM		Chemical Composition (%)											Available Size	
Spec. No.	Type	Ni	Cu	Cr	Fe	Mn	C	Si	S	Al	Ti	Mo		Others
B162	N02200	≥99.0	≤0.25	—	≤0.4	≤0.35	≤0.15	≤0.35	≤0.01	—	—	—	—	Table 4
	N02201	≥99.0	≤0.25	—	≤0.4	≤0.35	≤0.02	≤0.35	≤0.01	—	—	—	—	
B127	N04400	≥63.0	28.0 -34.0	—	≤2.5	≤2.0	≤0.3	≤0.5	≤0.024	—	—	—	—	
B424	N08825	38.0 -46.0	1.5 -3.0	19.5 -23.5	≥22.0	≤1.0	≤0.05	≤0.5	≤0.03	≤0.2	0.6 -1.2	2.5 -3.5	—	
B443	N06625	≥58.0	—	20.0 -23.0	≤5.0	≤0.50	≤0.10	≤0.50	≤0.015	≤0.40	≤0.40	8.0 -10.0	P : ≤0.015 Co : ≤1.0 Nb+Ta : 3.15 - 4.15	

3.4. Comportement du cladding en service

3.4.1. Effet du cladding par laminage sur la microstructure

Le mécanisme composé et la microstructure d'interface des plaques métalliques claddées ont été largement analysés. Il a été constaté que le phénomène de diffusion se produisant près de l'interface de la plaque claddée semble être la clé du collage des plaques. Cela dépend fortement du processus de revêtement qui affecte également la microstructure et la dureté de l'interface. Comparée à l'acier au carbone et à l'acier inoxydable, la couche d'interface conserve des microstructures et des propriétés mécaniques différentes, ce qui peut affecter les performances mécaniques et chimiques de la plaque claddée.

Il a été constaté qu'en raison de la diffusion des éléments (Fe, Cr, Ni et Mn), une couche de diffusion de 20 μm d'épaisseur se forme entre l'acier inoxydable AISI 304 et les plaques en acier au carbone. La couche d'usure est caractérisée par des performances mécaniques stables, la microstructure ne montre aucune croissance de grains, avec des propriétés mécaniques internes montrant un changement progressif dans la direction de l'épaisseur. Par conséquent, une telle couche de transition semble être bénéfique à une forte liaison entre l'acier inoxydable et l'acier au carbone.[29]

Une plaque claddée en acier inoxydable 304 / acier au carbone moyen a été fabriquée par laminage à chaud dans une atmosphère d'argon.[30] Les microstructures inter-faciales des plaques claddées ont été observées par MEB, et les phases de carbure ont été identifiées par DRX et MET. L'effet des paramètres de laminage sur la résistance au cisaillement et la composition de diffusion ont été analysés. Les résultats montrent qu'une zone de sensibilisation apparaît du côté de l'acier inoxydable et une région de décarburation est présente du côté de l'acier au carbone. La région de sensibilisation est composée d'une double structure, fossé et épuisement complet des zones de chrome. La région de décarburation est composée de la zone de décarburation complète et de la zone de semi-décarburation. Les précipités du côté de l'acier inoxydable sont les carbures M_{23}C_6 riches en chrome[30]. Il est connu que le carbure précipite sur les joints de grains de l'acier AISI 304, formant une région appauvrie en chrome.[29]

3.4.2. Effet du cladding sur la corrosion

Le cladding est choisi non seulement pour agir comme une barrière entre le substrat et l'environnement corrosif en ce qui concerne la durabilité et la protection de l'apparence mais également pour être anodique à l'alliage de base d'environ 80 à 100 mV. Ainsi, si le cladding est endommagé par des rayures ou si le métal de base est exposé au niveau des trous de fixation percés, le cladding fournira une protection cathodique en se corrodant de manière sacrificielle contre la corrosion galvanique qui se produit sur des points non protégés sur une surface métallique. L'aspect varie en couleur et en finition, ce qui est facilement rectifié en enduisant les matériaux de cladding.

Partie expérimentale

Chapitre 4

Techniques expérimentales :

4.1. Introduction

4.2. Description du matériau étudié

4.3. Analyse chimique

4.4. Caractérisations expérimentales

4.1. Introduction :

Les pipes fabriqués par les plaques claddées en acier au carbone/ acier inoxydable sont très utilisés dans le domaine pétrolier, la couche externe en acier au carbone confère de très bonnes propriétés mécaniques au pipe, tandis que la couche interne en acier inoxydable lui confère une très bonne résistance à la corrosion. Le pipe étudié dans notre travail est élaboré par collage à chaud qui donne naissance à une zone de diffusion entre l'acier inoxydable et l'acier au carbone, rendant les deux métaux bien liés. Toutefois, le phénomène de diffusion des éléments influe sur la résistance à la corrosion et doit donc être étudié.

L'objectif de ce chapitre est d'exposer les différentes méthodes et techniques de caractérisation utilisées afin d'évaluer le comportement électrochimique du cladding.

4.2. Description du matériau étudié :

Le matériau étudié a été prélevé à partir d'un pipe fabriqué par le procédé du cladding et destiné au transport des hydrocarbures. Le pipe de diamètre extérieur de 914mm, est constitué d'une couche externe de 20 mm d'épaisseur en acier au carbone ferritique de grade X60 et d'une couche interne de 3 mm d'épaisseur en acier inoxydable austénitique de type 316L. Les deux matériaux sont assemblés par collage à chaud. La figure 4.1 ci-dessous représente une schématisation du matériau étudié :

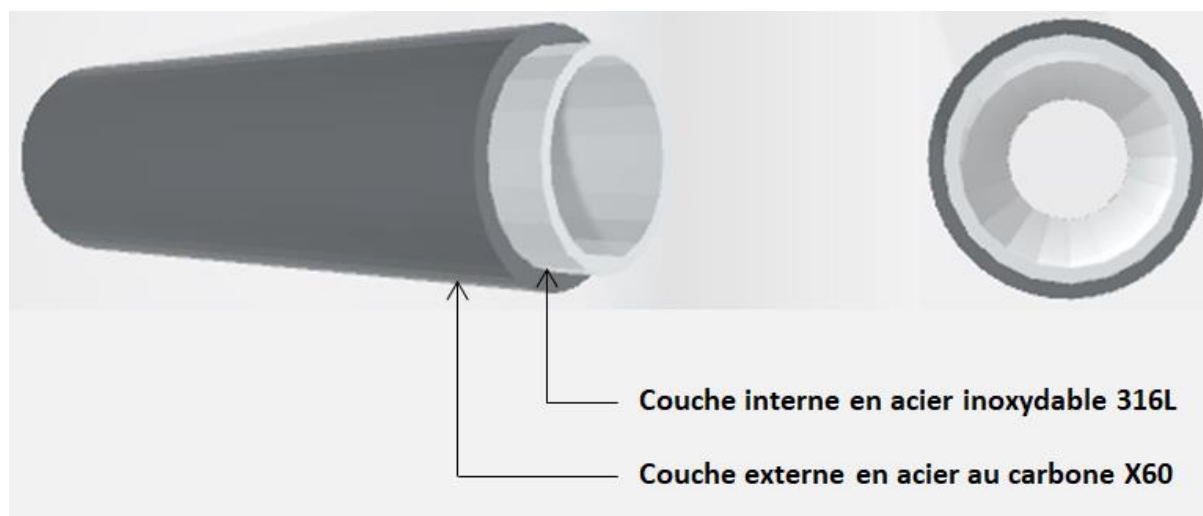


Figure 4.1: Schéma illustratif du pipe étudié.

4.3. Analyse chimique :

4.3.1. L'acier inoxydable austénitique :

L'acier inoxydable qui constitue la couche interne du pipe est de la famille des aciers inoxydables austénitiques, de type 316L. Son rôle est d'augmenter la résistance à la corrosion de pipe.

Tableau 4.1 : Composition chimique en % massique de l'acier inoxydable 316L :

Eléments :	Fe	C	Cr	Ni	Mo	Mn	P	S
% massique :	65,9	0,0259	17,1	12,9	2,12	1,18	0,0097	<0,0005

4.3.2. L'acier au carbone :

L'acier au carbone qui constitue la couche externe du pipe est de la famille des aciers au carbone ferritiques, de grade X60. Il est utilisé pour ses bonnes propriétés mécaniques.

Tableau 4.2 : Composition chimique en % massique de l'acier au carbone X60 :

Eléments :	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
% en poids :	98.1	0.0152	0.247	1.38	0.0179	< 0.005	0.123	0.0264

4.4. Caractérisations expérimentales :

Dans notre étude on a réalisé deux types de caractérisation, une caractérisation microstructurale qui permet de faire une approche qualitative et quantitative des différentes phases du matériau. Ainsi qu'une caractérisation mécanique qui permet de déterminer la dureté du matériau étudié et enfin une caractérisation électrochimique afin de distinguer le comportement à la corrosion des différentes interfaces.

4.4.1. Caractérisation microstructurale :

• Importance :

La métallographie est la technique consistant à déterminer la structure d'un métal en l'observant avec un microscope optique afin de pouvoir l'analyser. On peut déterminer ainsi, selon les cas :

- La taille et la forme des cristallites (ou grains) ;
- La répartition des phases ;
- La direction des lignes de glissement (intersection des plans de glissement avec la surface), dans le cas d'un échantillon déformé.
- Nature, densité et arrangement des défauts.

L'observation simple d'un objet métallique ne donne pas de renseignement particulier hormis l'état de surface (aspérités, fissures etc...).

4.4.1.1. Préparation des échantillons :

Ces procédés sont des méthodes de transformation d'échantillons bruts, en échantillons qu'on peut étudier. Ils se déroulent en plusieurs étapes distinctes :

➤ **Tronçonnage :**

Le prélèvement des 3 échantillons (Acier au carbone X60, Acier inoxydable 316L et l'interface entre ces deux aciers) a été fait par tronçonnage, qui est une opération très importante en vue de l'examen métallographique car elle détermine la zone exacte qui doit être contrôlée.

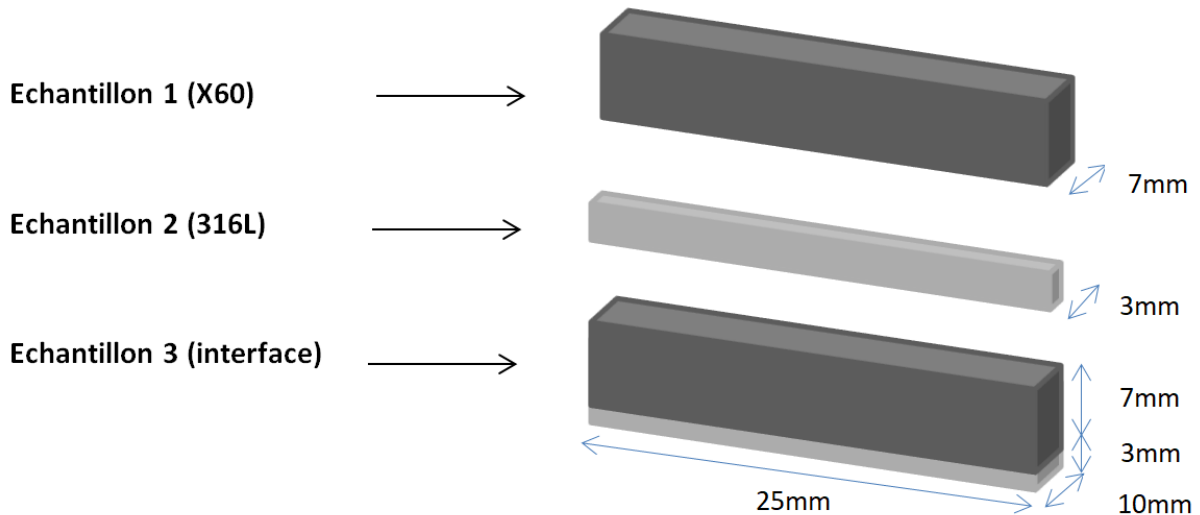


Figure 4.2 : Dessin représentatif des échantillons prélevés pour l'étude

➤ **Enrobage:**

C'est une méthode qui s'effectue dans une enrobeuse ; elle consiste à inclure un échantillon de matière dans une résine de moulage, par chauffage jusqu'à la température de fusion de cette dernière, suivi d'un refroidissement accompagné d'une compression effectuée par l'enrobeuse.

Enrobage à chaud : (Pour tous les échantillons)

C'est une méthode qui s'effectue dans une enrobeuse ; elle consiste à inclure un échantillon de matière dans une résine de moulage, par chauffage jusqu'à la température de fusion de cette dernière, suivi d'un refroidissement accompagné d'une compression effectuée par l'enrobeuse.

➤ **Polissage :**

Le polissage a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale et l'élimination de la couche superficielle de l'échantillon dont la microstructure pourrait être non-représentative du matériau (couches d'oxydes ou écrouissage provenant de la découpe...).

Dans notre étude, on a effectué le polissage en deux étapes :

La première étape : pré-polissage ou dégrossissage, a été effectué avec du papier abrasif (à gros grains) en forme de disque collé sur une polisseuse manuelle de marque PRESI MECATECH 264. Les granulométries que l'on a utilisé sont croissantes : 800, 1000; 1200 ; 2400 et 4000.

Pendant cette opération on doit minimiser les dommages mécaniques causés par le tronçonnage, et qui devront être éliminés lors de la deuxième étape.

La seconde étape: appelée polissage fin, a été effectué à l'aide d'un drap contenant une pâte de diamant dont les particules ont un diamètre de 1 à 10 μm et à l'aide de quelques gouttes d'alumine de granulométrie 0.3 μm et 0.05 μm , la surface de l'échantillon polis présente un aspect miroir. Pour ces deux étapes, l'utilisation d'un lubrifiant est indispensable afin d'éviter tout échauffement du matériau. Le rinçage de l'échantillon est nécessaire à chaque

changement de papier ou de drap afin d'éviter que des particules de grand diamètre ne polluent l'étape de polissage à plus faible granulométrie.

4.4.1.2. Techniques et mode d'attaques utilisées :

L'attaque a pour but de révéler les joints de cristaux, et de différencier les constituants de l'alliage. L'attaque de l'échantillon poli demande à être soigneusement chronométrée ; le temps d'attaque, très variable, varie de quelques secondes à plusieurs minutes et se détermine par l'expérience.

Pour arrêter l'attaque, on lave soigneusement dans un courant d'eau, et on sèche dans un jet d'air sous pression, ou par lavage à l'alcool suivi d'un séchage à l'air chaud.

➤ **Attaque chimique :**

L'attaque s'effectue par immersion de l'échantillon dans une solution chimique appropriée qui provoque une dissolution différentielle des phases suivant leur nature et leur composition. Dans notre étude, on a utilisé une attaque au Nital à 4% pendant quelques secondes à température ambiante, cela a permis de révéler les joints de grains de la ferrite.

➤ **Attaque électrolytique :**

Dans ce cas, une source extérieure de courant est utilisée. L'échantillon (qui doit être conducteur) est placé à l'anode du circuit électrique provoquant ainsi une oxydation des éléments de certaines zones de la surface. L'utilisation du potentiostat électronique permet d'opérer sous un potentiel déterminé. Si l'échantillon est monophasé, un potentiel lui est imposé de façon à attaquer la dite phase. Tandis que dans le cas d'un échantillon à plusieurs phases, le tracé des courbes de polarisation sert à trouver un potentiel d'attaque pour lequel la dissolution des phases se fait à des vitesses différentes[33].

Dans notre étude, on a effectué l'attaque à température ambiante avec des durées de quelques secondes sous une tension de 3V dans un bain contenant de l'hydroxyde de potassium (KOH). Cette attaque permet de révéler la phase sigma en couleur marron foncé, la ferrite en marron clair ou jaune et les carbures en noir tandis que l'austénite reste blanche.

Le dispositif de l'attaque électrolytique est illustré dans la figure 4.3 et les paramètres des deux attaques, chimique et électrolytique, sont donnés dans le tableau 4.3 ci-dessous.

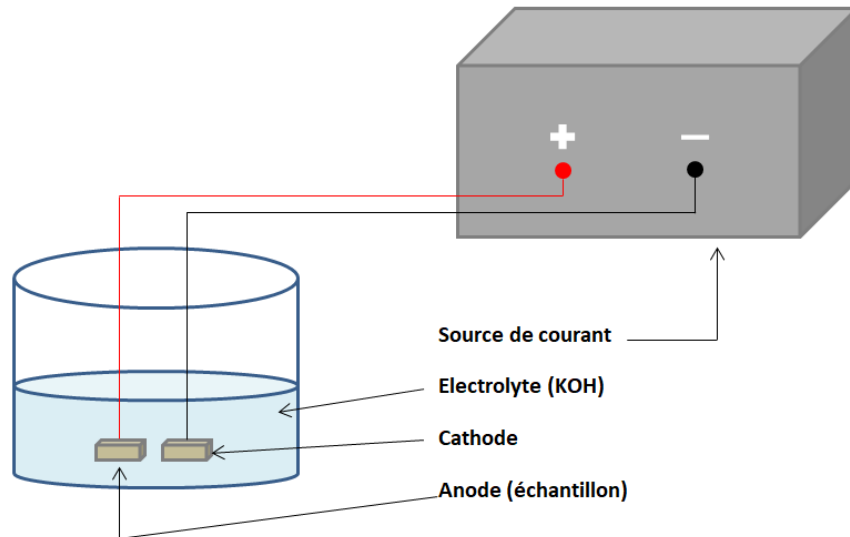


Figure 4.3 : Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.

Tableau 4.3 : Paramètres d'attaques, chimique et électrolytique[33] :

Matériaux :	Nom du réactif :	Composition du réactif et paramètres de l'attaque :
Acier au Carbone X60	Nital (4%)	1 ml d'Acide nitrique HNO_3 24 ml d'alcool éthylique Temps : quelques secondes
Acier inoxydable 316L	Electrolytes de KOH	Concentration : 10N Tension : 3V Temps : quelques secondes
Interface	Nital (4%) + Electrolytes de KOH	-----

4.4.1.3. Observations microscopiques :

➤ Microscope optique :

La microscopie optique est une méthode physique d'observation des métaux qui consiste à examiner par réflexion au microscope une surface polie et généralement attaquée. Elle a pour but principale la mise en évidence des caractéristiques structurales comme la taille des grains, la ségrégation, mais aussi la forme, la taille et la répartition des phases et des inclusions présentes.

L'observation microscopique de nos échantillons a été réalisée au CRTI à l'aide d'un microscope optique de type Nikon ECLIPSE LV 100 ND et une caméra. L'ensemble est relié à un ordinateur tel que rapporté dans la figure 4.4.



Figure 4.4 : Microscope optique Nikon ECLIPSE LV 100ND

Pour voir les microstructures à travers ce microscope, on a placé l'échantillon et réglé la lumière puis on a choisi les objectifs en commençant par le plus petit objectif (celui qui a le moins fort grossissement) pour nous permettre de trouver le meilleur endroit à observer. Et enfin on a fait la mise au point en passant par ces deux étapes :

- Régler la netteté :

Grâce à la vis macro métrique (grosse vis) il faut descendre les objectifs au plus bas sans regarder dans l'oculaire pour ne pas casser la lame. Ensuite il faut remonter tout doucement les objectifs jusqu'à ce que l'image soit nette. La petite vis (vis micrométrique permet un réglage plus fin pour des objectifs plus forts).

- Déplacer la lame :

Le déplacement apparent de la lame se fait en sens inverse du déplacement réel, c'est-à-dire que si tu pousses la lame vers la droite, l'image se déplacera vers la gauche.

➤ **Traitement d'analyse d'image :**

Cette technique permet de tirer profit des micrographies obtenues par microscopie optique d'une manière quantitative en évaluant leurs paramètres caractéristiques. L'utilisation des logiciels de traitement d'image IMAGE J permet mesurer quantitativement les fractions volumiques des phases et la taille de grain des phases en présence. Pour cela, on utilise des attaques métallographiques appropriées permettant une dissolution sélective et une coloration inégale des phases et des précipités.

Le calcul de la taille des grains par la méthode dite d'interception linéaire est donné par la relation suivante :

$$d_m (\mu\text{m}) = \frac{L(\text{mm}) \times 1000}{n \times G} \times X_v \quad (4)$$

Tel que:

- d_m : taille moyenne des grains.
- L : segment passe par un nombre maximum de grain.
- n : nombre de grains que le segment touche.
- G : grossissement.
- X_v : fraction volumique de la phase dont on voudra calculer la taille des grains.

➤ **Microscope électronique à balayage :**

La Microscopie électronique à balayage (MEB) fournit des images à haute définition et de longue profondeur de champ, ce qui permet d'examiner aisément les microreliefs des surfaces de rupture et des morphologies des surfaces corrodées. L'image est formée point par point par balayage de la surface du métal au moyen d'un faisceau électronique d'environ 20nm de diamètre sur une aire carrée comprise entre 20nm et 0,5 μm selon le grossissement.

La surface du métal émet des signaux modulés qui sont captés par divers détecteurs adaptés aux modes de réponse du métal. On peut en effet obtenir des images topographiques en captant et analysant les signaux principaux des électrons rétrodiffusés et des électrons secondaires [34].

Dans notre étude, les observations métallographiques ont été effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage ZEISS GeminiSEM 300, doté d'un canon à effet de champ (FEG) de type Schottky qui se trouve au Centre de Recherche en Technologie Industrielle.



Figure 4.5 : Microscope électronique à balayage ZEISS GeminiSEM 300

4.4.1.4. Analyse ponctuelle par EDS (MEB):

Pour déterminer la répartition des éléments entre les différentes phases existantes et analyser la composition chimique de chaque phase, nous avons utilisé l'analyse ponctuelle par EDS (abréviation de l'anglais « Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ») en conjonction avec la microscopie électronique à balayage (MEB).

Pendant l'EDS, un échantillon est exposé à un faisceau d'électrons à l'intérieur d'un microscope électronique à balayage (MEB). Ces électrons entrent en collision avec les électrons à l'intérieur de l'échantillon, entraînant certains d'entre eux à être expulsés de leurs orbites. Les lacunes d'électrons qui en résultent sont remplies par des électrons d'un état supérieur et un rayon X est émis pour équilibrer la différence d'énergie entre les états des deux électrons. L'énergie des rayons X est caractéristique de l'élément à partir duquel elle a été émise.

Le détecteur de rayons X EDS mesure l'abondance relative des rayons X émis par rapport à leur énergie. Le détecteur est généralement un dispositif à semi-conducteurs en silicium dérivé du lithium. Lorsqu'un rayon X incident frappe le détecteur, il crée une impulsion de charge proportionnelle à l'énergie du rayon X. L'impulsion de charge est convertie en une impulsion de tension (qui reste proportionnelle à l'énergie des rayons X) par un préamplificateur sensible à la charge. Le signal est ensuite envoyé à un analyseur multicanal où les impulsions sont triées par tension. L'énergie, telle que déterminée à partir de la mesure de tension, pour chaque rayon X incident est envoyée à un ordinateur pour affichage et évaluation supplémentaire des données. Le spectre de l'énergie des rayons X en fonction des comptages est évalué pour déterminer la composition élémentaire du volume échantillonné.

4.4.2. Caractérisation mécanique :

Essais de dureté et micro-dureté :

Définition de la dureté :

La dureté est la résistance mécanique d'un matériau (échantillon d'essai) à la pénétration mécanique d'un autre corps plus dur (pénétrateur).

Principe de l'essai de dureté :

Les méthodes de mesure de la dureté sont basées sur la pénétration forcée d'un indenteur à la surface du métal. Une valeur de dureté est déterminée par la mesure de la dimension ou de la profondeur de l'empreinte faite par l'indenteur soumis à des charges et des vitesses d'application contrôlées. L'empreinte est d'autant plus grande que le métal est mou. La dureté H (hardness) s'exprime par le rapport de la force sur la surface de l'empreinte.

Cette méthode d'essai permet d'établir des relations qualitatives par rapport à d'autres propriétés du matériau (comme la ténacité, la rigidité ou la densité) ou au comportement du matériau lorsqu'il est soumis à certaines sollicitations (résistance à l'usure par exemple).

Les différents essais de dureté :

Les essais de dureté se différencient selon leurs pénétrateurs. Les photos ci-jointes indiquent les différents types de pénétrateurs :



Figure 4.6: Différents types de pénétrateurs

Essais de micro-dureté :

Cette méthode permet de se libérer de la dispersion et de l'imprécision des déterminations des duretés des matériaux rencontrées avec les mesures classiques de dureté. Elle sert à résoudre de nombreux problèmes tels que: la mesure de la dureté des couches minces, évaluation de l'érouissage local, exploration d'alliages à phases multiples, etc.

On peut la réaliser à l'aide d'un microscope optique et d'une pointe en diamant, sous très faible charge, les dimensions de l'empreinte étant de l'ordre du micron :

- micro-dureté Vickers (empreinte carrée).
- micro-dureté Knoop (empreinte en losange).

Exécution de l'essai :

Les essais de micro-dureté ont été effectués au laboratoire du CRTI, en utilisant un micro duromètre de marque BUEHLER WILSON VH3300 qui permet à son opérateur de prendre des mesures en utilisant l'oculaire numérique en mode autonome ou en utilisant une caméra haute résolution intégrée en option dotée d'un logiciel « DiaMet ».



Figure 4.7 : Duromètre de la marque BUEHLER.

Pour prendre les mesures de micro-dureté, les étapes suivantes ont été suivies :

1. Placer l'échantillon sur la platine.
2. Utiliser le glisser-déposer de la souris pour mettre l'échantillon en position.
3. Mettre au point avec la molette.
4. Sélectionner la méthode d'essai (Vickers) et la charge appliquée.
5. Choisir un objectif et un nom de tâche.
6. Utiliser la caméra d'observation macro pour positionner le pénétrateur.
7. Démarrer l'essai.

4.4.3. Caractérisation électrochimique :

La corrosion des métaux et des alliages en solution aqueuse est généralement due à un phénomène électrochimique. Il est donc possible d'évaluer la résistance à la corrosion d'un matériau en utilisant toute une variété de techniques électrochimiques. Les techniques exploitées dans notre travail sont :

4.4.3.1. La polarisation potentiodynamique :

Cette technique est rapide, précise et reproductible. Elle s'effectue en imposant un potentiel sur l'électrode de travail et en faisant un balayage de celui-ci pendant un intervalle de potentiel choisi en fonction de l'information que l'on cherche à extraire. Classiquement trois électrodes sont utilisées:

L'électrode de travail : il s'agit de l'échantillon à étudier.

L'électrode de référence : la plus souvent utilisée est saturée en chlorure de potassium (ECS).

L'électrode auxiliaire : un fil de platine est utilisé comme contre-électrode.

Il existe deux méthodes expérimentales pour la détermination de la vitesse de corrosion : (1) la mesure de la résistance de polarisation en faisant un balayage de ± 20 mV par rapport au potentiel de corrosion, et (2) l'extrapolation des droites de Tafel qui nécessite un balayage de quelques centaines de mV par rapport au potentiel de corrosion et donne la valeur du courant de corrosion i_{corr} . La Figure 4.8 montre un graphique typique, son extrapolation ainsi que toutes les valeurs extraites pendant l'analyse. Une fois le balayage terminé, les pentes des deux parties linéaires de la courbe sont tracées. Le point de croisement de ces deux courbes est associé à deux valeurs importantes; le potentiel de corrosion, et le courant de corrosion [35]. La vitesse de dégradation est ensuite calculée par la relation suivante :

$$CR = K_1 \frac{i_{corr}}{\rho} EW \quad (5)$$

ρ = la densité g/cm³,

$K_1 = 3,27 \times 10^{-3}$ mm g/ μ A,

EW = le poids équivalent du métal

i_{corr} = la densité de courant μ A/cm².

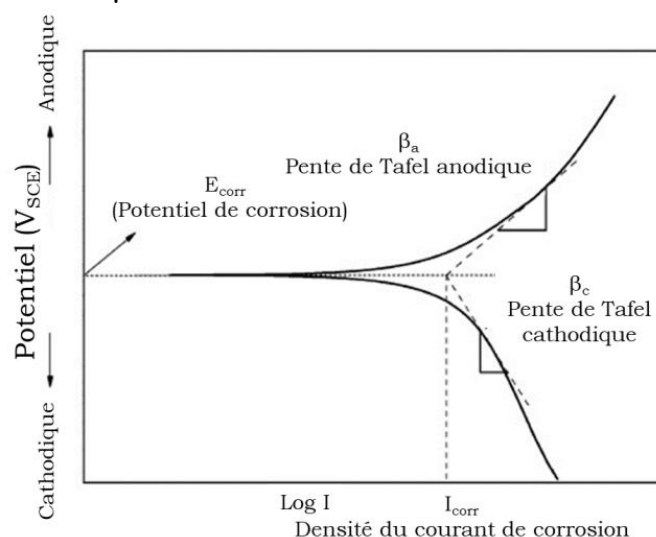


Figure 4.8 : Extrapolation de Tafel, courbe et valeurs[35]

4.4.3.2. La spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) :

Lorsque les processus électrochimiques sont complexes, la technique d'impédance est utilisée, car elle permet de tracer des circuits électroniques équivalents représentatifs des processus électrochimiques complets aux électrodes. Elle consiste à superposer au potentiel de l'électrode une modélisation de potentiel électrique sinusoïdale de faible amplitude et à suivre la réponse en courant pour différentes fréquences du signal perturbateur. La réponse en courant est également sinusoïdale, superposée à un courant stationnaire mais déphasée d'un angle par rapport au potentiel.

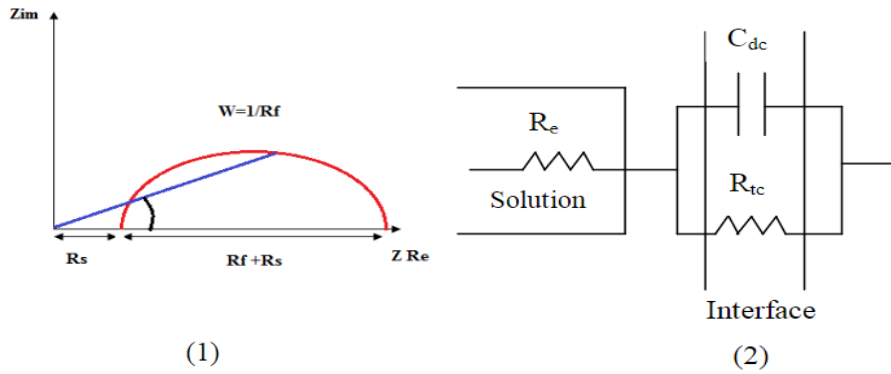


Figure 4.9 : (1) : Représentation d'un diagramme d'impédance d'une interface électrochimique de transfert de charge (2) : Circuit électrique équivalent correspondant.

L'impédance est calculée alors à partir des impédances des éléments constitutifs du circuit, en calculant la fonction de transfert du système qui est la transformation de Fourier, on obtient l'impédance électrochimique qui est un nombre complexe.

$$Z(\omega) = \frac{\Delta E(\omega)}{\Delta I(\omega)} = |Z|e^{-j\varphi} \quad (6)$$

Tel que :

$|Z|$: est le module de l'impédance ($j^2 = -1$)

φ : l'angle de déphasage entre la partie réelle et la partie imaginaire de l'impédance.

Représentation graphique de l'impédance:

Il existe deux modes de représentation de diagrammes de spectroscopie d'impédance électrochimique, la première est la représentation de Nyquist qui consiste à porter sur un repère orthonormé la partie imaginaire et la partie réelle de l'impédance ; la seconde est la représentation de Bode qui comprend deux graphiques où sont portés le module et le déphasage de l'impédance en fonction du logarithme de la fréquence.

Ces deux modes de représentation de l'impédance donnent des résultats différents mais restent complémentaires. Les spectres d'impédance obtenus pour n'importe quelle interface, peuvent être modélisés par un circuit électrique équivalent. Les paramètres du module peuvent être obtenus en ajustant la courbe expérimentale avec la courbe théorique.

4.4.3.3. La méthode au brouillard salin (NSS) :

Les méthodes au brouillard salin servent à vérifier que la qualité d'un matériau métallique, avec ou sans revêtement protecteur contre la corrosion, reste maintenue. Les différents types d'essais sont : l'essai au brouillard salin neutre (NSS), au brouillard salin acétique (AASS), au brouillard salin cupro-acétique (CASS).

L'essai du brouillard salin neutre se fait avec une teneur en NaCl de 5%, à température ambiante, pH neutre et une durée qui peut atteindre 1000 heures pour les matériaux très résistants. La nature et l'étendue de la dégradation du matériau peuvent être quantifiées en pesant le matériau avant et après corrosion ou en réalisant des examens micrographiques sur coupe. L'essai s'applique : aux métaux et leurs alliages, à certains revêtements métalliques (anodiques ou cathodiques) et aux revêtements organiques sur matériaux métalliques.

4.4.3.4. Test de Huey (ASTM A262 Méthode C) :

La méthode d'essai de Huey utilise une solution d'acide nitrique et soumet l'échantillon à cinq intervalles d'ébullition de 48 heures. Les échantillons sont pesés à chaque intervalle pour déterminer la perte de masse et le degré de sensibilité aux attaques inter-granulaires.

4.4.3.5. Test de CPT (ASTM G-48 méthode C) :

Il consiste à déterminer la température critique de piqûration(CPT) dans un milieu fortement acide. Pour cela, des échantillons sont immergés dans une solution de chlorure ferrique (FeCl_3) à température constante pendant un temps spécifié, puis sont rincés, pesés et examinés. La perte de masse de l'échantillon est calculée et le nombre de piqûres (afin d'établir la densité de la piqûre), de plus la profondeur maximale et moyenne des piqûres est calculée.

Chapitre 5

Résultats et interprétations :

5.1. Etat métallographique

5.2. Résultats et interprétation de l'essai de micro-dureté

Ce chapitre présente les principaux résultats obtenus à partir des investigations citées au chapitre précédent, avec interprétation et discussion.

5.1. Etat métallographique :

L'étude métallographique est indétournable pour avoir un premier aperçu sur l'état structural d'un matériau. On verra ci-dessous toute l'analyse faite à partir des images qu'on a réalisées pour les échantillons des deux nuances étudiées.

5.1.1. Microstructure de l'acier au Carbone X60 :

La microstructure de cet acier est formée par des grains de ferrite et des rangées de perlite disposées quasi régulièrement. Après l'attaque au Nital, la ferrite (**F**) apparaît au microscope optique comme une phase blanche majoritaire avec des colonies de perlite (**P**) en noir au niveau des joints des grains (Figure 5.1).

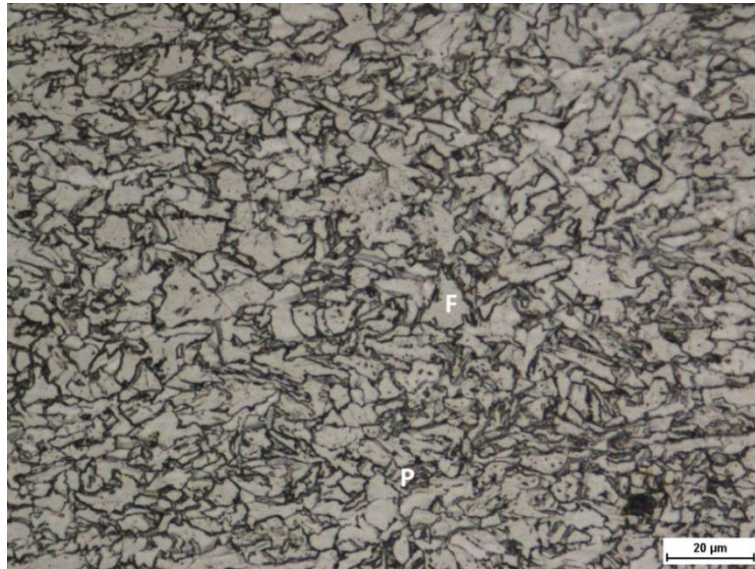


Figure 5.1: Observation au microscope optique de l'acier API 5L X60.

Au microscope électronique à balayage (MEB) à partir d'électrons secondaires, on observe la présence de ferrite polygonale qui est foncée et la perlite plus claire (Figure 5.2).

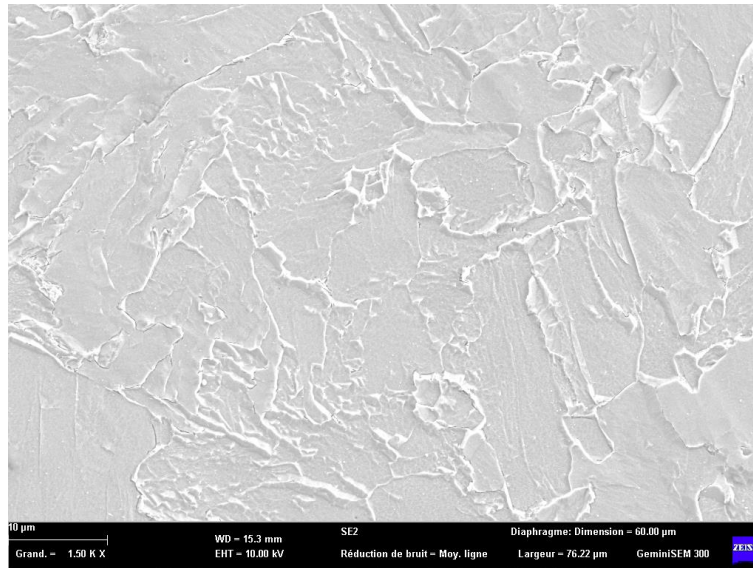


Figure 5.2: Observation au MEB de l'acier API 5L X60.

5.1.1.1. Détermination de la taille des grains :

Pour le calcul de la taille des grains, on a tracé 6 lignes de longueurs différentes (3 horizontales et 3 verticales) dans une image de grossissement 500.

En calculant le nombre d'interception et en appliquant la loi de d_m , on a trouvé :

Tableau 5.1 : Résultats du calcul de la taille moyenne des grains.

Mesures	Longueur L (µm)	Nombre de grains	Taille moyenne(µm)
(1)	91.30	16	5.70
(2)	87.22	15	5.81
(3)	109.26	17	6.42
(4)	41.30	11	4.58
(5)	61.11	13	4.70
(6)	64.58	12	5.38
Taille moyenne des grains			5.43 ± 0.63µm

5.1.1.2. Détermination des fractions de phases :

Nous savons que les propriétés d'un acier aussi bien mécaniques qu'électrochimiques, sont liées à la présence des différentes phases, à leurs distributions ainsi qu'à leurs concentrations. Plus la teneur en perlite est abondante, plus notre acier sera dure et que les sites des dispersoïdes sont favorables à la corrosion.

Pour cela, on a pris 4 micrographies différentes de notre échantillon de l'acier API 5L X60. En utilisant le logiciel ImageJ (Figure 5.3). On a obtenu les résultats suivants :

Tableau 5.2 : Résultats du calcul des taux de phases de l'acier X60 par analyses d'images.

N° de l'image testée	Taux de perlite	Taux de ferrite
(1)	23.26%	76.74%
(2)	25.57%	74.43%
(3)	23.35%	76.65%
(4)	24.04%	75.96%
Valeur moyenne	24.05± 0.92%	75.95± 0.92%

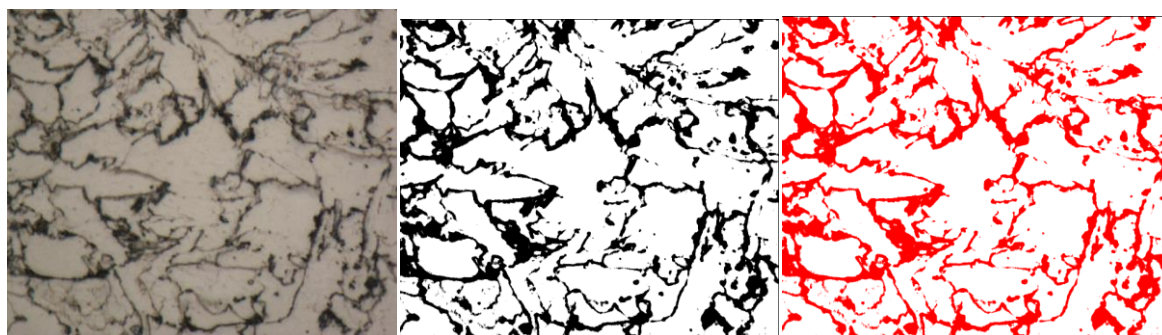


Image initiale non traitée Image transformée en nuances de gris Image finale binaire

Figure 5.3: Exemple de traitement d'image.

5.1.1.3. Les résultats d'analyse ponctuelle par EDS :

Dans le but de déterminer la composition chimique locale de la ferrite, une micro-analyse a été réalisée en utilisant la spectrométrie par dispersion d'énergie (Figure 5.4).

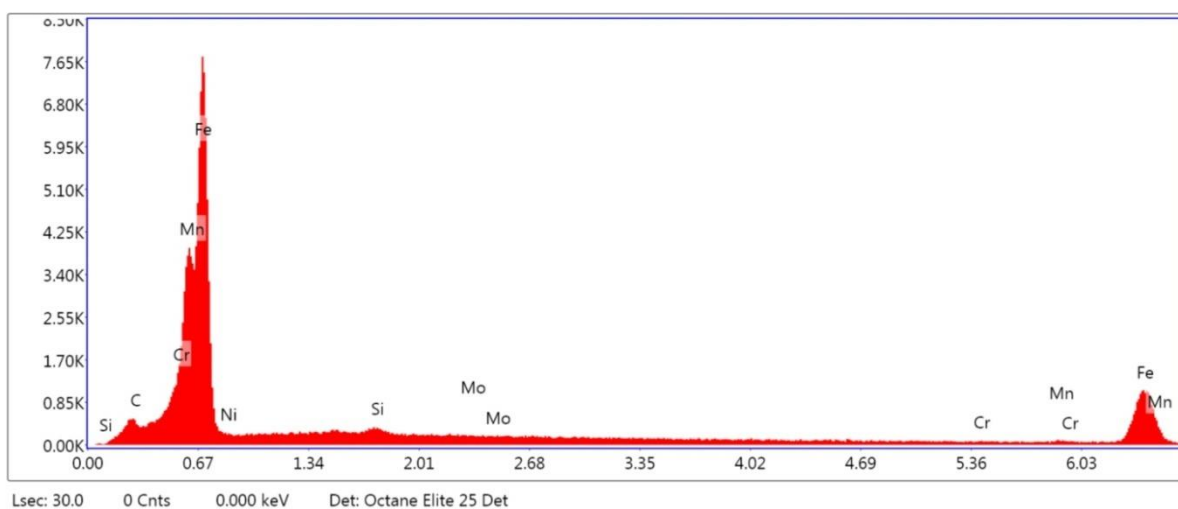


Figure 5.4 : Spectre d'analyse de la composition chimique pour 1 zone de l'échantillon X60.

Tableau 5.3 : Résultats de la composition chimique de la ferrite pour 1 zone de l'échantillon X60 :

Eléments	% poids	% atomique	% erreur
C	3.46	14.11	14.21
Fe	86.06	75.56	3.76
Ni	0.00	0.00	99.99
Si	1.10	1.91	17.53
Mo	0.25	0.13	58.77
Cr	2.63	2.48	40.85
Mn	6.51	58.81	30.14

-le tableau 5.3 indique la composition chimique de la ferrite et on voit bien qu'elle est riche en éléments alphas (Cr, Mo, Si) et elle est faible en éléments gamma (Ni).

-on remarque aussi qu'elle est riche en manganèse (Mn), ce qui peut être justifié par le taux élevé de manganèse dans la composition chimique de cet acier (tableau 4.2).

5.1.2. Microstructure de l'acier inoxydable austénitique 316L :

Comme le montre les images prises par le microscope optique et le MEB, dans la figure 5.5 et la figure 5.6, l'acier inoxydable 316L est constitué d'une microstructure austénitique homogène (γ) avec des grains équiaxes de taille moyenne d'environ $21,14 \pm 0,55 \mu\text{m}$, calculée par la méthode d'interception linéaire. On observe aussi, quelques points noirs distribués dans structure austénitique. Selon N. BOUQUET : « La structure austénitique des aciers inoxydables étant une structure métastable obtenue par hypertrempe, une forte proportion des éléments d'alliage est alors en sursaturation dans la matrice. Il s'en suit, lors d'un recuit ou d'un maintien en température, que ces éléments solutés tendent à précipiter. Les processus de précipitation se produisent sur un large domaine de température et de nombreuses phases peuvent apparaître pour un acier 316L. Les précipités formés sont principalement des carbures de chrome », il a ajouté que : « Dans la matrice austénitique, des oxydes peuvent également être observés » [16]. Et donc on peut supposer qu'une petite quantité de ferrite et quelques précipités de carbures de chrome très fins sont présents dans les joints de grains ou dans la matrice d'austénite.

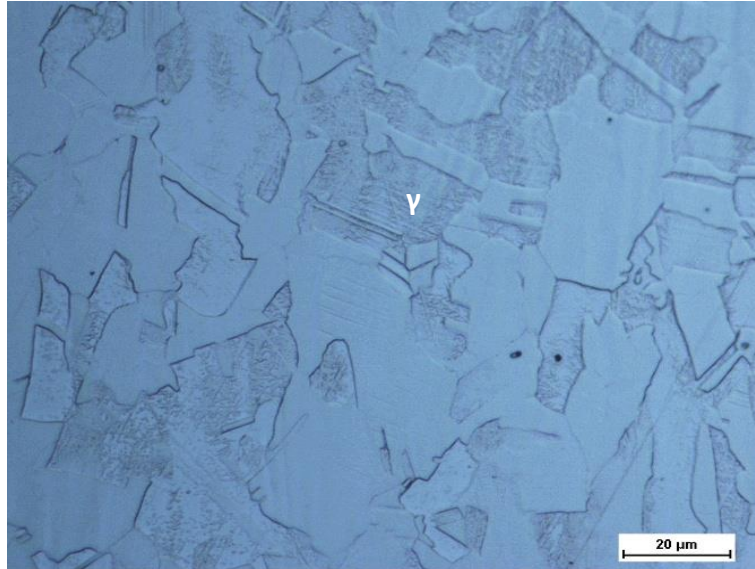


Figure 5.5: Observation au microscope optique de l'acier AISI 316L.



Figure 5.6: Observation au MEB optique de l'acier AISI 316L.

5.1.2.2. Les résultats d'analyse ponctuelle par EDS :

Les résultats de l'analyse EDS faite pour les différentes zones de l'échantillon 316L correspondent bien à ceux de la phase austénitique. La figure 5.7 et le tableau 5.4 montrent les résultats de la composition chimique d'une zone de l'échantillon, on constate que l'austénite est riche en éléments gammagènes (Ni).

Tableau 5.4 : Résultats des microanalyses par spectrométrie en dispersion d'énergie (EDS) pour une zone de l'échantillon 316L :

Eléments :	%poids :	%atomique :	%erreur :
Fe	55,99	51,5	6,46
Ni	14,41	13,57	9,11
Mo	1,68	0,97	21,63
Cr	31,92	33,96	7,00

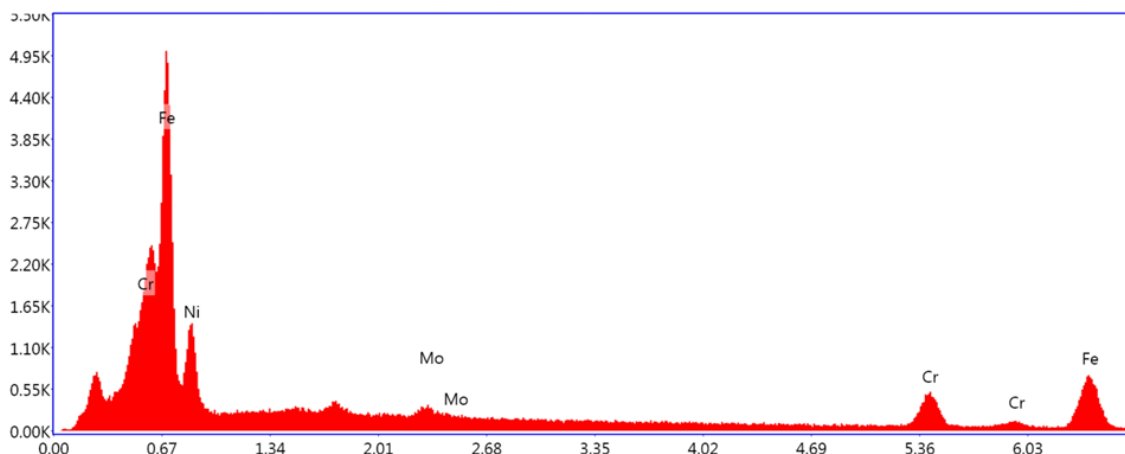


Figure 5.7: Spectre d'analyse de la composition chimique du 316L

5.1.3. Microstructure de l'interface :

L'assemblage que nous avons étudié est un cladding constitué d'un acier au carbone ferrito-perlitique revêtu d'un acier inoxydable austénitique. L'adhésion entre les deux matériaux a été faite par un collage à chaud. L'interface entre les deux matériaux a été examinée à l'aide d'un microscope optique et au MEB, ainsi qu'une analyse chimique par EDS.

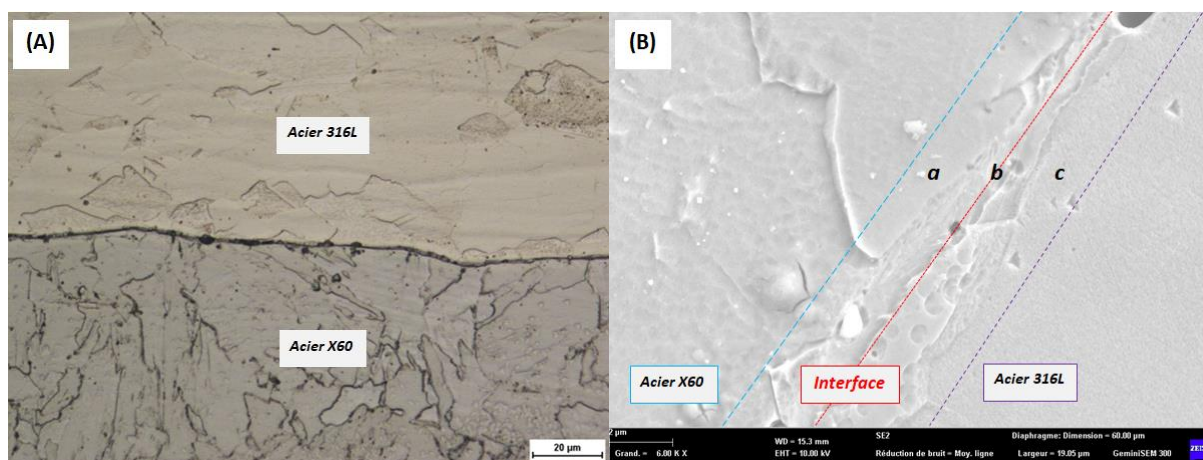


Figure 5.8 : Micrographies de la zone d'interface entre l'acier X60 et l'acier 316L.
(A) : micrographie optique. (B) : micrographie MEB

On peut voir sur la figure 5.8-(A) que dans la microstructure de l'acier X60 qui est constituée principalement de ferrite et de perlite lamellaire, le volume des grains près de l'interface devient plus grand à cause de la température du collage. La microstructure du côté 316L est austénitique avec des joints de grains clairs.

La microstructure montre que la zone d'interface contient principalement trois zones, comme illustré sur la Figure 5.8-(B) : une couche décarburée (*a*) du côté du substrat en acier au carbone, l'interface de liaison (*b*), et une couche cémentée du côté du revêtement en acier inoxydable(*c*). La couche décarburée est ferritique sans présence de la phase perlitique, tandis que la couche cémentée est probablement riche en carbure de chrome. La nature de ces précipités pouvait être confirmée par l'analyse EDS, malheureusement, faute de temps, on n'a pas pu la réaliser. La formation de ces zones est le résultat du phénomène de diffusion.

5.1.3.1. Phénomène de diffusion :

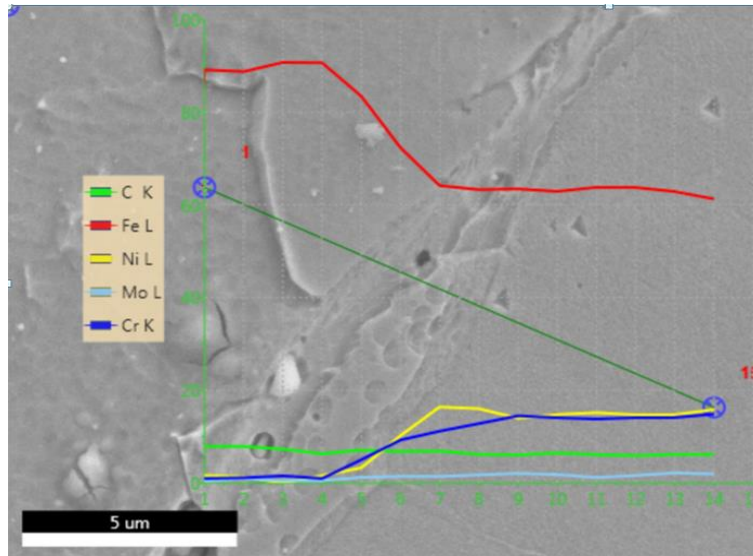
Étant donné que la teneur en C du côté de l'acier X60 est beaucoup plus élevée que la teneur en C du côté de l'acier 316L, on a création d'un gradient de concentration des deux côtés de l'interface. Ajouté à cela, la taille de l'atome de carbone est fine, ce qui va mener au phénomène de diffusion du carbone de l'acier X60 vers l'acier 316L.

D'autre part, le nickel et le chrome diffusent de l'acier inoxydable vers l'acier au carbone qui subit une décarburation dans la zone limitrophe côté acier X60. Cette zone se transforme en ferrite uniquement. Le chrome et le nickel se dissolvent dans la matrice ferritique en solution solide de substitution.

Le carbone diffusé vers l'acier inoxydable, qui est riche en chrome, va former des précipités de carbures de chrome de type $Cr_{23}C_6$ dans les joints des grains de la zone limitrophe de l'interface côté acier 316L, réduisant ainsi la teneur en chrome à la limite des grains et formant une zone appauvrie en cet élément. Cela peut sérieusement affecter les performances de l'assemblage.

5.1.3.2. Analyse ponctuelle par EDS de l'interface :

L'analyse EDS a été faite dans la zone d'interface entre l'acier au carbone X60 et l'acier inoxydable 316L dans le but de déterminer l'évolution de la teneur en éléments dans cette région. Les résultats sont présentés dans la figure 5.9 ci-dessous :



(A) : Les points analysés par l'EDS dans l'interface.



(B) : Diagramme de l'évolution de la teneur des éléments

Figure 5.9 : résultats de l'analyse EDS dans la zone d'interface

On remarque que le gradient de concentration de l'élément carbone entre les deux zone de l'interface a fortement diminué, cela revient au phénomène de diffusion du carbone de la zone décarburée de l'acier X60 vers la zone cémentée du côté de l'acier 316L, ce qui fait que la première s'appauvrit en élément C tandis que la deuxième s'enrichit et donc les teneurs sont presque égales dans les deux régions et le gradient de concentration est diminué.

Contrairement au carbone, la teneur en fer dans la région de l'acier X60 est beaucoup plus élevée que dans la région de l'acier 316L, cela confirme la microstructure ferritique de la zone décarburée et l'absence de perlite.

Les éléments Cr et Ni sont presque inexistant dans la région de l'acier au carbone, plus on s'approche de l'interface plus la teneur de ces éléments augmente jusqu'à atteindre sa valeur maximale dans la région de l'acier inoxydable. En effet, pendant le laminage, ces éléments

diffusent de l'acier 316L vers l'acier X60, ce qui explique leur présence dans la zone de diffusion de l'interface.

5.2. Résultats et interprétation de l'essai de micro-dureté :

L'essai de micro-dureté Vickers nous permet de voir l'évolution de celle-ci dans les différentes zones (l'acier inoxydable 316L, l'interface et l'acier au carbone API 5L X60) et mettre en évidence l'effet du cladding sur la variation des valeurs de micro-dureté. Elle nous permet, aussi de faire une corrélation entre la dureté et les changements structuraux.

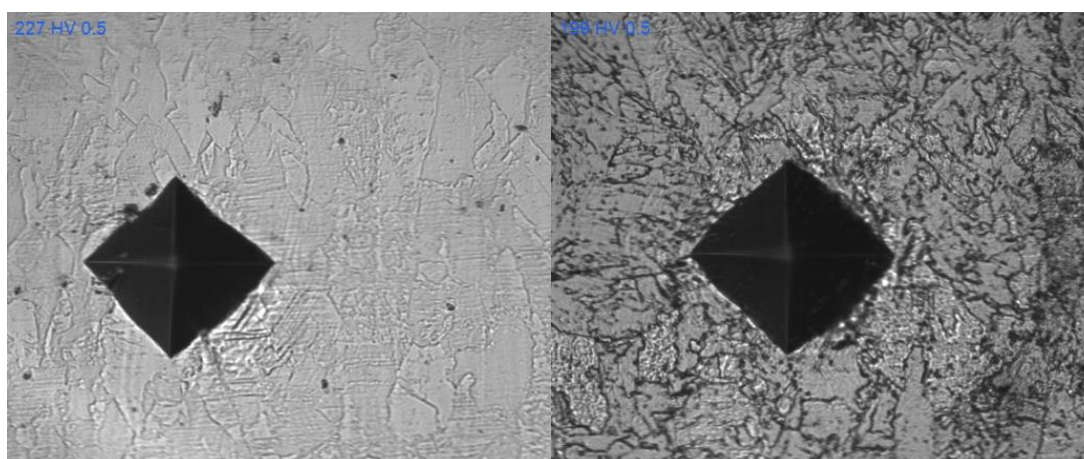


Figure 5.11a : Dans l'acier
Inoxydable (227HV)

Figure 5.11b : Dans l'acier
au carbone (199HV)

Figure 5.10 : Empreintes de micro-dureté HV0.5 dans les différentes zones

Les résultats de la micro-dureté trouvés sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 5.5 : Evolution de la dureté par rapport à l'interface

Points :	316L		Interface		X60	
	Dureté (Hv) :	Dureté moy(Hv) :	Dureté (Hv) :	Dureté moy(Hv) :	Dureté (Hv) :	Dureté moy(Hv) :
1	238	236 ± 7	227	217 ± 7	197	199 ± 7
2	237		236		204	
3	238		191		202	
4	246		238		199	
5	223		226		199	
6	239		199		197	
7	238		226		183	
8	241		222		206	
9	226		189		207	

A partir des résultats présentés dans le tableau 5.5, on remarque que la micro-dureté moyenne de l'acier inoxydable (236 Hv) est supérieure à celle de l'acier au carbone (199 Hv) et cela est probablement dû aux modifications microstructurales apportées par la diffusion de l'élément carbone le long de l'interface, tel qu'après la migration du carbone du substrat vers l'acier inoxydable 316L, deux zones différentes sont créées : la première, qui se trouve du côté du substrat, est pauvre en carbone et la deuxième située du côté de l'acier inoxydable 316L, devient riche en carbone. Donc le taux de carbone joue un rôle important dans les changements des valeurs de la micro-dureté. On voit également que la micro-dureté moyenne de l'interface est 217 Hv c'est-à-dire supérieure à la micro-dureté de l'acier au carbone est inférieure à celle de l'acier inoxydable, car c'est une zone intermédiaire qui contient un taux moyen de carbone par rapport aux autres zones (cémentée et décarburée).

Chapitre 6

Synthèse :

6.1. Etude des articles

6.2. Interprétation générale des résultats

6.1. Etude des articles:

Sujet1:

Dans l'article, intitulé « *Preparation and characterization of 304 stainless steel /Q235 carbon steel composite material* », les auteurs traitent le problème de corrosion des matériaux de mise à la terre dans les sous-stations en Chine. L'étude a été faite sur un cladding en acier inoxydable 304/acier au carbone Q235 élaboré par Collage à chaud. Une caractérisation microstructurale de l'interface a été faite par un microscope métallographique et un MEB. Pour étudier le potentiel électrique et le courant de corrosion du matériau composite, le système à trois électrodes a été appliqué. D'autre part, pour étudier les performances anticorrosion du matériau, la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) a été utilisée et le circuit électrique équivalent à deux constantes de temps a été réalisé.

Introduction :

L'utilisation de matériaux tel que le cuivre dans la mise à la terre dans la sous-station s'avère une mesure importante pour garantir un fonctionnement durable et sécurisé des systèmes d'alimentations et des équipements électriques. Cependant, des pannes du système d'alimentation se produisent fréquemment en Chine, en raison de la corrosion des matériaux utilisés pour la mise à la terre, nécessitant très souvent des réparations très onéreuses. Pour pallier à ce problème, le cuivre est généralement utilisé, néanmoins, la Chine est non seulement confrontée au problème de la rareté et de la cherté de ce matériau, mais aussi, au problème de pollution des eaux souterraines à cause des ions de cuivre libérés. C'est ainsi que le choix s'est porté sur l'utilisation d'un matériau composite constitué d'un (acier inoxydable / acier au carbone), celui-ci est obtenu par le procédé de Cladding.

Pour ce faire, la tenue à la corrosion du matériau composite a été comparée à la fois à celle de l'acier au carbone nu d'une part et galvanisé à chaud d'autre part. Le milieu de corrosion utilisé dans cette étude est représenté par une solution dite de « Sali » dont la composition est proche de celle d'une sous-station de la province du Shaanxi en Chine.

Résultats et conclusions :

L'acier inoxydable 304 est étroitement collé (soudé) à l'acier au carbone Q235 grâce à un véritable collage métallurgique entre les zones du revêtement et le substrat, conduisant à la formation de l'interface composée du substrat, de la zone de transition et de la couche claddée tel que montré sur la figure 6.1.

Mis à part le domaine d'utilisation du matériau composite dans ce présent article qui est différent de notre domaine d'investigation, néanmoins, ce travail nous a permis de comparer la tenue à la corrosion de l'assemblage par cladding du 304/Q235 qui est nettement meilleure que celle de l'acier galvanisé à chaud et encore plus que l'acier au carbone non revêtu.

À partir des mesures électrochimiques et tel que reporté sur le Tableau 6.1 on constate que la couche claddée en Acier 304 a considérablement amélioré la résistance à la corrosion de l'acier au carbone. Le matériau composite affiche une résistance de mise à la terre moyenne de $89,64\Omega$, une valeur d'impédance d'environ $3,09 \cdot 10^4 \Omega$ et une vitesse de corrosion de

9,78mm/a, d'où un ordre de grandeur inférieur de 2 à celui de l'acier galvanisé à chaud. Ainsi, un matériau composite acier inoxydable / acier au carbone pourrait être utilisé comme matériau de mise à la terre, pour éventuellement remplacer l'acier galvanisé à chaud et le matériau en cuivre.

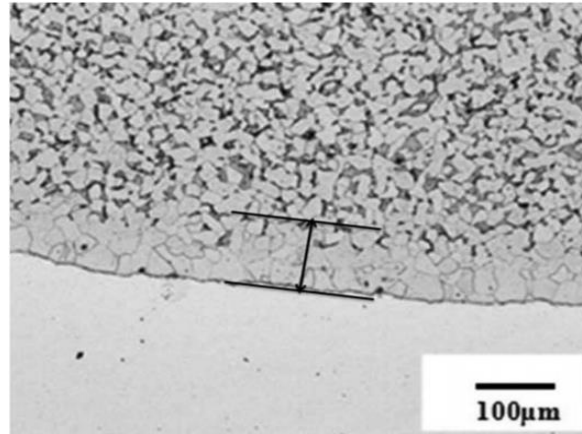


Figure 6.1: Microstructure de l'interface du matériau claddé.

Tableau 6.1: Valeurs des courbes de polarisation potentiodynamique après ajustement Tafel.

Samples	Q235 carbon steel	Hot dip galvanized steel	Composite material
Corrosion rate/ (mm/a)	0.133	0.116	0.00978
Corr _p /V	-0.749	-0.931	-0.275
Corr _i /(A/cm ²)	1.14×10^{-5}	7.653×10^{-6}	8.452×10^{-7}

Sujet 2 :

L'article, intitulé «*Effect of Heat Treatment on Microstructure and Properties of Clad Plates 316L/Q370qE*», s'intéresse à étudier le phénomène d'inter-diffusion et la microstructure de l'interface après traitement thermique à 500 °C, 600 °C, 800 °C et 1000 °C d'un assemblage constitué d'un (acier inoxydable 316L/ acier au carbone Q370qE) élaboré par le procédé de cladding par laminage à chaud. La caractérisation microstructurale a été faite par la micrographie MEB. Les caractéristiques mécaniques ont été évaluées par des tests de dureté Vickers et des essais de cisaillement. Enfin, pour vérifier le comportement à la corrosion du matériau, deux tests de corrosion ont été effectués : d'abord au brouillard salin neutre dans une solution à 5% de NaCl, ensuite, un test de polarisation potentiodynamique dans une solution à 3,5% de NaCl.

Résultats et conclusions :

L'acier 316L est constitué d'austénite, l'acier Q370qE quant à lui, est constitué principalement de ferrite en forme de bandes et de perlite lamellaire avec des grains sévèrement déformés pendant le laminage et recristallisés pendant le traitement thermique. A l'interface des plaques composites, apparaît une zone de diffusion dans laquelle du carbure de chrome est précipité.

La couche décarburée à l'interface du côté de l'acier Q370qE a augmenté en largeur avec l'augmentation de la température du traitement thermique du fait que les atomes C diffusent vers l'interface composite, augmentant ainsi la largeur de la couche de décarburation tel que montré sur la figure 6.2 :

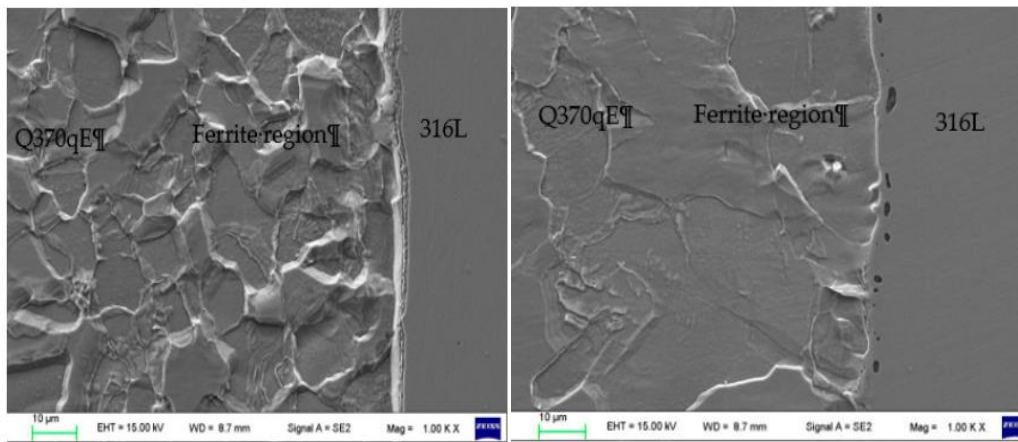


Figure 6.2: Microstructures du Q370qE (a) 600 °C; (b) 1000 °C.

Le matériau composite « claddé » semble être très compact, ses propriétés mécaniques sont améliorées grâce au raffinement du grain, et la diffusion améliore la liaison. La dureté du 316L a augmenté à proximité du joint, quant à la dureté du Q370qE ; elle a diminué au voisinage du joint. Lorsque la température du traitement thermique atteint les 500°C, la résistance au cisaillement accuse des valeurs plus élevée à l'interface, ceci est mis en évidence sur les figures 6.3 et 6.4.

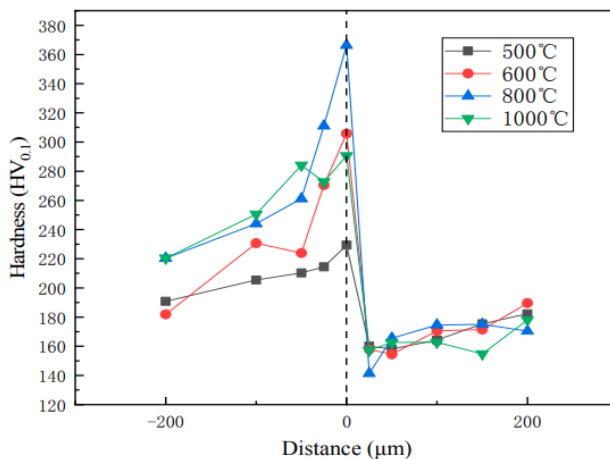


Figure 6.3: Distribution de dureté près de l'interface.

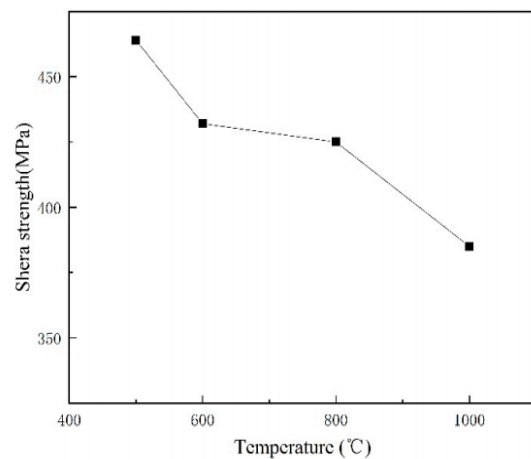


Figure 6.4: Résistance au cisaillement

Une évaluation des résultats des essais de potentiodynamie a montré que le matériau claddé traité à 500 °C avait le plus faible courant de corrosion « I_{corr} » ou bien meilleure résistance à la corrosion tel que montré sur la figure 6.5 et le tableau 6.2. Le courant de corrosion augmente suite au traitement thermique à 800°C, ceci est sûrement dû à la formation des précipités de carbures de chromes aux joints de grains, et donc une forte tendance à la corrosion.

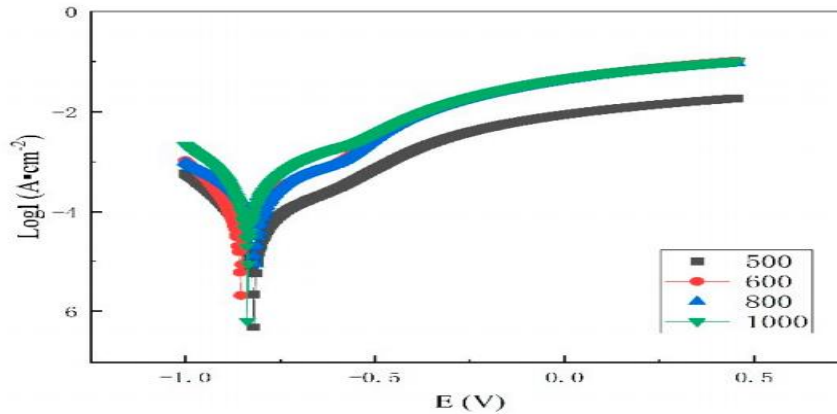


Figure 6.5: Courbes de polarisation à l'interface.

Tableau 6.2: Courant et potentiel de corrosion à interface

t/°C	500	600	800	1000
E/V	-0.82	-0.85	-0.81	-0.837
I/A cm ⁻²	4.79×10^{-7}	2.07×10^{-6}	8.65×10^{-6}	6.41×10^{-7}

Sujet 3 :

Dans l'article, intitulé « Corrosion Behavior and Mechanical Properties of AISI 316 Stainless Steel Clad Q235 Plate », les auteurs ont étudié les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion des plaques claddées en acier au carbone Q235 / acier inoxydable 316L, élaborées par le procédé SAW, ainsi que l'intérêt des traitements thermiques effectués après le processus du cladding.

Des mesures de dureté ont été prises sur des échantillons qui ont subi un traitement thermique de relaxation des contraintes et d'autres échantillons qui ont été trempés et revenus.

Deux tests de corrosion ont été effectués : le premier servant à évaluer la résistance aux piqûres en mesurant la température critique de piqûre (CPT) et le deuxième à mesurer la corrosion inter-granulaire en faisant des essais d'immersion Huey.

L'observation microscopique a confirmé l'existence des deux couches de recouvrement de soudure (Figure 6.6), ainsi que la zone affectée thermiquement qui se distingue clairement par ses gros grains dans l'acier faiblement allié. (Figure 6.7)

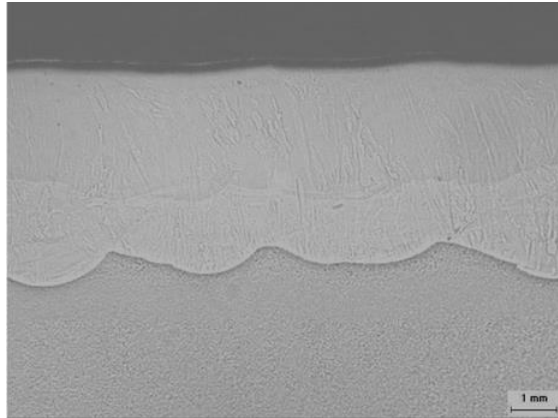


Figure 6.6: Matériau revêtu

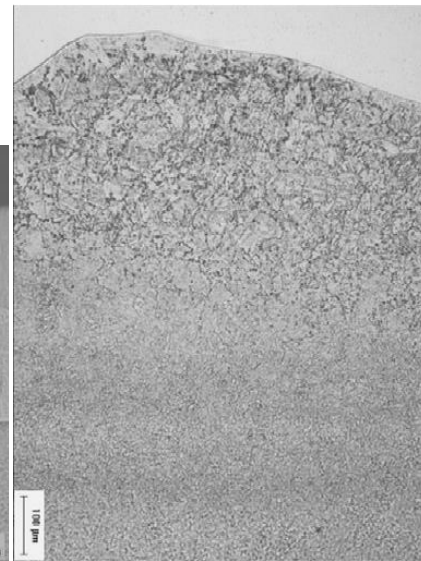


Figure 6.7: Détails de dans la zone affectée par la chaleur à gros grains

L'analyse EDS a montré que le taux de fer s'accroît presque linéairement de 72% à une profondeur de 2 mm jusqu'à 80% à une profondeur de 3mm (dans la première couche de soudure plus près de l'acier micro-allié). Ce qui est dû au phénomène de dilution.

Les traitements thermiques de trempe et de revenu jouent un rôle important dans l'amélioration des propriétés mécaniques surtout au niveau de la ZAT près de l'acier Q235.

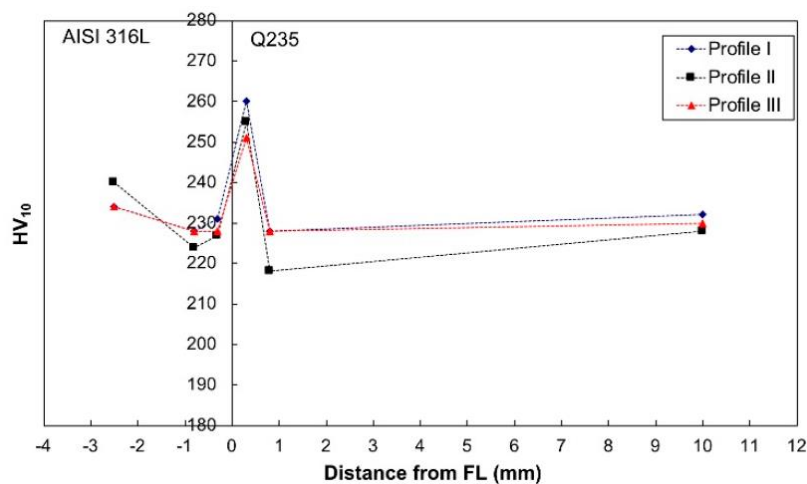


Figure 6.8: Profils de dureté sur l'interface Q235-AISI 316L après un traitement thermique anti-stress.

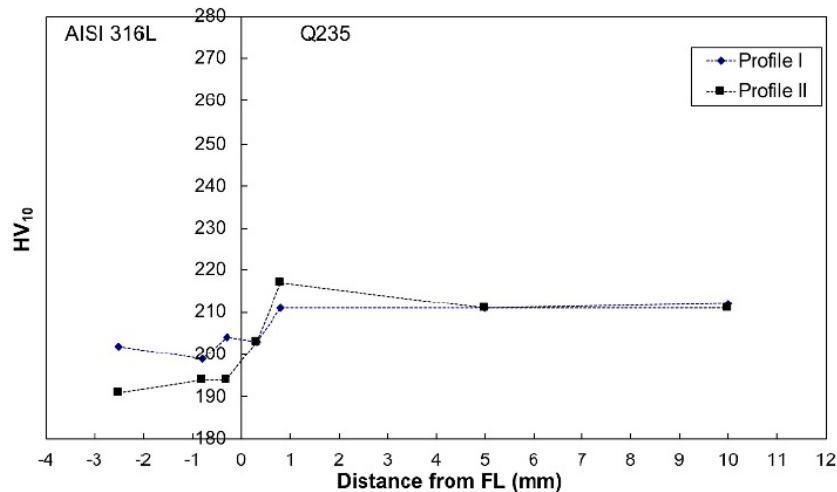


Figure 6.9: Profile de dureté par rapport à l'interface après traitement de trempe-revenu

Lorsque tous les recouvrements de soudure ont été échantillonnés, les tests de corrosion n'ont pas été prometteurs tandis que lorsque les coupons de cladding ont été principalement échantillonnés à partir du deuxième passage de recouvrement, la résistance à la corrosion a été considérablement améliorée.

Sujet 4 :

Dans l'article, intitulé « *corrosion resistance of explosion cladding plate of carbonsteel and 316L stainlesssteel* », les auteurs traitent le problème de la corrosion des plaques bimétalliques 316L/516 obtenues par cladding où plus précisément par la technique de rechargement par explosion, celles-ci sont utilisées dans la construction des tours de régénération de la diéthanolamine, ces tours fonctionnent dans un environnement d'acide sulfurique.

L'objectif de ce travail est d'évaluer le comportement électrochimique de ces plaques bimétalliques, en les comparant à celui de l'acier 316L non claddé, L'électrolyte utilisée est une solution d'acide sulfurique, un milieu oxydant, afin d'améliorer la passivation de l'alliage.

Une spectroscopie d'impédance électrochimique a été réalisée pour élucider le mécanisme de corrosion de la plaque de revêtement.

Les figures 6.10 et 6.12 montrent des micrographies de ASME 316L et des aciers de revêtement 316L / ASTM SA-516 respectivement

Des formes de cristaux parallèles ont été observées dans les deux micrographies, qui sont une caractéristique d'une structure cubique à face centrée.

La micrographie (figure 6.11) du métal plaqué montre des signaux de déformation produits par le procédé de cladding (plaquage par explosion).

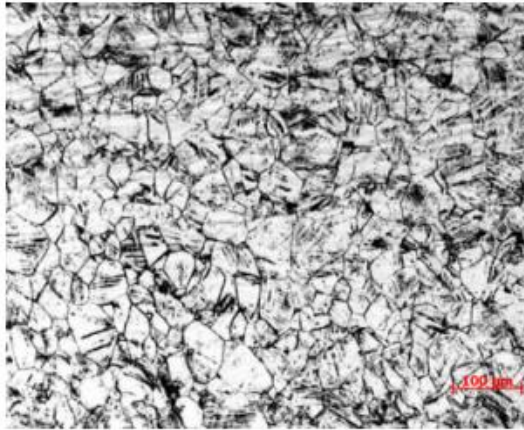


Figure 6.10: Microstructure de l'acier ASME AS-240 TP-316L

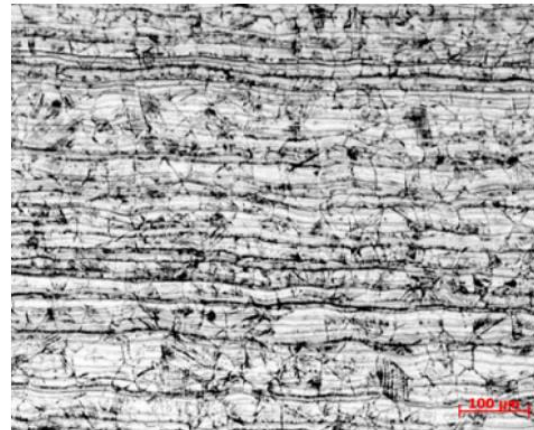


Figure 6.11: microstructure de l'acier ASME AS-240 TP-316L claddé

Les courbes de polarisation des échantillons de l'acier inoxydable claddé (avec et sans polissage) et non claddé sont différentes tel que la densité de courant cathodique la plus élevée a été observée pour l'acier 316L claddé sans polissage.

Tel que regroupé dans le tableau 6.1, on remarque que l'acier 316L présente une meilleure tenue à la corrosion comparé au bimétallique 316L / ASTM SA-516 avec ou sans polissage.

Tableau 6.3: Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de polarisation de l'acier ASME AS-240 TP-316L dans une solution d'acide sulfurique de 0.1 mol L^{-1}

Sample	$E_{\text{corr}}/\text{mV}(\text{Ag}/\text{AgCl})$	$I_{\text{pass}}/\mu\text{A cm}^{-2}$	$E_{\text{pit}}/\text{mV}(\text{Ag}/\text{AgCl})$	$b_a/\text{mV}(\text{Ag}/\text{AgCl})$	$b_c/\text{mV}(\text{Ag}/\text{AgCl})$	$B/\text{mV}(\text{Ag}/\text{AgCl})$
ASME AS-240 TP-316L with polishing	-254.5	8.3	875.0	280	294	62
Cladding and polished ASME 316L steel	-288.2	25.1	870.0	128	169	31
Cladding ASME 316L without polishing	-312.5	31.6	868.0	145	154	32

6.2. Interprétation générale des résultats :

1. Influence du cladding sur la structure micrographique :

Comme il a été montré précédemment dans les articles étudiés, le cladding par la technique d'explosion conduit à la création d'une microstructure hétérogène avec apparition de nouvelles zones autour de l'interface de liaison ayant des microstructures différentes de celles du substrat et de la couche plaquée. Ces nouvelles zones sont localisées des deux côtés de la ligne d'interface ; une zone décarburée de structure ferritique du côté de l'acier au carbone et une zone cémentée du côté de l'acier inoxydable. Leur présence s'explique par le phénomène de diffusion du carbone et d'autres éléments de substitution comme le chrome, le nickel et le molybdène ainsi que par la précipitation des carbures de chrome type Cr_{23}C_6 dans cette zone .

Aussi le procédé du cladding par SAW cause la formation d'une microstructure à gros grains dans l'acier au carbone près de la ligne d'interface.

2. Influence du cladding sur la dureté (micro dureté) :

Puisque la microstructure au niveau de l'interface se modifie après le cladding, les propriétés mécaniques vont changer aussi notamment la dureté. Elle augmente dans les zones riches en carbone et elle diminue là où il y'a peu de carbone.

3. Influence du cladding sur la résistance à la corrosion :

Dans les quatre articles étudiés, le cladding a considérablement amélioré la résistance à la corrosion du matériau de base grâce à la propriété passive de l'acier inoxydable qui lui est conféré par les éléments d'alliage comme le Cr et le Ni.

Cependant, on a constaté également que l'augmentation de la température au cours du cladding d'une part et la diffusion du carbone vers le matériau de revêtement d'autre part mènent à la formation des carbures de chrome au niveau des joints des grains dans l'acier inoxydable 316L. Donc, il y aura création de zones appauvries en chrome, ce qui rend le revêtement en acier inoxydable sujet à la corrosion inter granulaire.

Aussi le phénomène de dilution vu dans le cas d'un cladding par soudage à l'arc submergé (SAW) indique que la corrosion s'accroît avec l'augmentation du taux de Fe.

4. Influence du matériau de revêtements (304 et 316) :

Les aciers du type 316L et 304 sont des aciers inoxydables austénitiques connus pour leurs propriétés d'auto passivation en milieux corrosifs. Le collage d'une plaque assez fine de ce type d'aciers sur un acier au carbone suffit pour le protéger et augmenter la résistance à la corrosion du cladding.

Selon les résultats des articles, il est recommandé de polir la surface des plaques en aciers inoxydables pour améliorer leur performance de résistance à la corrosion.

5. Influence du traitement thermique :

D'après les articles étudiés, on constate que les traitements thermiques des matériaux claddés influent énormément sur leurs propriétés mécaniques et leur résistance à la corrosion. En effet, en augmentant la température du traitement, le taux de formation des carbures de chrome au niveau de l'interface **augmente** en diminuant la teneur en chrome à la limite des joints des grains favorisant ainsi la corrosion inter-granulaire et donc la résistance à la corrosion du cladding devient faible. Ajouté à cela, on a trouvé que la résistance au cisaillement de l'interface diminue. Donc, la température du traitement après laminage à chaud doit être bien choisie.

D'autre part, quand le cladding est élaboré par le procédé SAW, un traitement thermique de trempe suivi par un traitement thermique de revenu est nécessaire pour affiner les grains de la zone affectée thermiquement dans l'acier au carbone et minimiser les valeurs élevées de la dureté au niveau de cette zone.

Conclusion générale

Conclusion générale:

L'exploitation des résultats et l'étude des articles ont permis d'aboutir aux principales conclusions suivantes :

- Lorsqu'ils se trouvent, séparément, dans un milieu corrosif, les matériaux réagissent de manières différentes. L'acier galvanisé se comporte comme anode sacrificielle, tandis que l'acier inoxydable forme une couche d'oxyde protectrice a sa surface empêchant sa détérioration.
- Le procédé du cladding est une technique très intéressante qui permet la combinaison des différentes caractéristiques des matériaux divers.
- L'acier inoxydable claddé sur un acier au carbone lui confère une bonne protection contre la corrosion grâce à sa propriété de passivation en milieu agressif.
- Lors du collage, une zone de diffusion se forme à l'interface entre les deux matériaux. Cette zone est constituée de trois régions : une région cémentée du côté de l'acier inoxydable, une région décarburée du côté de l'acier au carbone et une ligne d'interface qui sépare les deux régions précédentes.
- Les éléments qui diffusent sont : le C vers l'acier 316L, le Cr, le Ni et le Mo vers l'acier X60.
- La diffusion du carbone vers l'acier 316L va diminuer la dureté de la zone décarburée et augmenter celle de la zone cémentée.
- Sous l'effet de la température et de la force lors de l'élaboration du cladding, des carbures de chrome du type $Cr_{23}C_6$ peuvent précipiter dans les joints des grains à l'interface du côté de l'acier 316L.
- La précipitation des carbures de chrome va mener à la création d'une zone appauvrie en chrome, qui, par la suite sera sujet à une corrosion inter-granulaire qui sensibilise le matériau.
- Si la température du traitement thermique qui suit le collage atteint les $800C^{\circ}$, le taux de diffusion du carbone et de précipitation des carbures de chrome augmente, la résistance à la corrosion diminue et la dureté augmente. Le matériau est très sensibilisé.
- La température du traitement thermique qui suit le laminage influe énormément sur les caractéristiques de la liaison entre les deux métaux. Elle doit donc être bien choisie.
- La résistance à la corrosion d'un acier inoxydable poli est beaucoup plus élevée que celle d'un acier inoxydable non poli. Donc, l'état de surface des matériaux doit être vérifié et entretenue régulièrement pour augmenter leur duré de vie.

Perspectives :

La technologie du cladding est une technologie très intéressante et très utile pour améliorer les performances des produits. Cependant, les paramètres de ce procédé doivent être bien ajustés pour éviter certains phénomènes qui peuvent diminuer la qualité du matériau final.

Si elle est bien conçue, cette technologie peut nous épargner toutes les anciennes techniques de protection contre la corrosion. C'est une révolution surtout dans l'industrie pétrolière.

Références bibliographiques:

- [1] Handbook of comparative world steel standards, third édition, John E bringas Editor 2004
- [2] M. Buijs, J.M.M. Pasmans, Erosion of glass by alumina particles: transitions and exponents, Wear (184), p. 61-65, 1995.
- [3] Shroter F. M. Muller « Nouveaux aciers à haute limite élastique applicables aux ouvrages d'art » GTS Industries
- [4] GB, National Standards of the People's Republic of China, Superseding GB 713-1997
- [5] Committee, A. I. H., 1990. High-Strength Structural and High-Strength Low-Alloy Steels, Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys, Vol 1.
- [6] Grumbach, M., 2000. Aciers microalliés. Techniques de l'ingénieur Propriétés et usages des aciers et des fontes, base documentaire : TIB349DUO.(ref. article : m4525).
- [7] Constant A, Henry G, Charbonnier J. C., « Les principes de base des traitements thermiques, thermomécaniques et thermochimiques des aciers », Editions PYC, 1992
- [8] Hillenbrand (2001), Gras, Kalwa, Development and production of High strength pipeline steels, Proceedings of the International Symposium Niobium, ed. P.J.P. Bordignon, Florida, USA, publications EUROPIPE n°43, 2001
- [9] Young-Kook L., (1998) Unpublished, cited in: Processing Structure and Performance by Krauss G. (2005) ISBN: 0-87170-817-5.
- [10] AFGC, « Les aciers à haute limite élastique » Documents Scientifiques et Techniques, Octobre 2012
- [11] Shrotter F., Muller M, « Nouveaux aciers à haute limite d'élasticité applicables aux ouvrages d'art », GTS Industrie
- [12] MECHERNENE Abderrahim, Etude du comportement en fatigue des aciers pour pipelines. Projet de fin d'étude pour l'obtention du diplôme de master en génie mécanique. Université Aboubekr BELKAID-Tlemcen
- [13] Mémoire magister (Corrosion localisée des aciers API 5L-X52 de la ligne ASR/ MP sollicité en sol Algérien) Amina BENDJEBBOUR, Université Abou Beker Belkaid Tlemcen 2011.
- [14] ROPITAL François, Corrosion et dégradation des matériaux métalliques: Compréhension des phénomènes et applications dans l'industrie pétrolière et des procédés, Éditions TECHNIP, 2009.
- [15] R. Winston Revie, Herbert H. Uhlig. "Corrosion and corrosion control". Published by John Wiley & Sons, Inc., Hoboken New Jersey- 2008.

- [16] N. BOUQUET, “Etude de la formation des joints soudés par diffusion : Application aux échangeurs de chaleur compacts,” no. Thèse de doctorat-Université de Bourgogne, p. 19, 2014.
- [17] N. OUALI, “Comportement au vieillissement et à la restauration par traitement de l’acier inoxydable austénitique SAF2205,” no. Mémoire de magister-Université Saad Dahlab de Blida, 2012.
- [18] J. MAETZ, “Évolution de la microstructure d’un acier inoxydable lean duplex lors du vieillissement,” no. Thèse de doctorat-INSA de Lyon, 2014.
- [19] C. PARRENS, “Cyclage thermomécanique d’un acier inoxydable austénitique à haute température: influence sur le vieillissement et le comportement mécanique. Caractérisations expérimentales et modélisations.,” no. Thèse de doctorat-INP Toulouse, pp. 165–166, 2013.
- [20] L. de recherche correspondant D.-V.-11-02) SUZON, E (CEA – Valduc et al., “Sciences des Matériaux et chimie, Étude de la phase sigma dans l’acier 316Nb,” *Avancées Sci. Tech. la Dir. des Appl. Mil.*, pp. 36–37, 2014.
- [21] N. Kherrouba, “Précipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans les soudures d’acier inoxydable duplex 2205,” 2006.
- [22] B. GRIMAULT, “Evaluation vis-à-vis de la corrosion sous contrainte et de la fragilisation par hydrogène de l’emploi de câbles de précontrainte en acier inoxydable,” no. Thèse de doctorat-Ecole Centrale de Nantes, 2011.
- [23] “Les aciers inoxydables et leur corrosion,” Raumer, 2013.
- [24] K. MADDOURI, “Effets des traitements thermiques sur la microstructure et le comportement à la corrosion d’un acier inoxydable de type 309,” no. Mémoire de magister-Université Badji Mokhtar-Annaba, 2011.
- [25] L. Guillet, “Traitements thermiques des aciers spéciaux,” *Rev. Métallurgie*, vol. 7, no. 7, pp. 489–495, 1910.
- [26] The Steel Construction Institute, *Structures en acier inoxydable - Guide de conception*. 2006.
- [27] J.-P. Cunat, “Aciers inoxydables, Propriétés. Résistance à la corrosion,” *Tech. l’Ingénieur, Trait. matériaux métalliques*, 2008.
- [28] M. Kumar Saha and S. Das, “Gas Metal Arc Weld Cladding and its Anti-Corrosive Performance- A Brief Review,” *Athens J. Technology Eng.*, vol. 5, no. 2, pp. 155–174, 2018.
- [29] A. Di Schino and C. Testani, “Corrosion Behavior and Mechanical Properties of AISI 316 Stainless Steel Clad Q235 Plate,” pp. 1–14, 2020.

- [30] Y. Tao, J. Yu-an, Y. Xiaolin, L. Wenbin, P. Qihang, and J. Guo, "Microstructures and properties of roll-bonded stainless /medium carbon steel clad plates," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 266, pp. 264–273, 2019.
- [31] A. Chniouel, "Etude de l'élaboration de l'acier inoxydable 316L par fusion laser sélective sur lit de poudre : influence des paramètres du procédé, des caractéristiques de la poudre, et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques," p. 145, 2019.
- [32] D. Ibrahim, "Etude sur les défaillances des aciers API- 5LX60 pour pipeline Cas de la ligne GZ1," 2013.
- [33] N. Kherrouba, "Précipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans les soudures d'acier inoxydable duplex 2205," 2006.
- [34] B. Kheireddine, "Etude de la precipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans l'acier inoxydable duplex 2205," 2005.
- [35] S. Champagne, "Étude Des Mécanismes De Dégradation Par Méthode Electrochimique De Métaux Biodégradables Pour Leur Utilisation Dans Les Voies Urinaires," 2018.