

1/99  
الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

المطبعة الوطنية المتعددة التتحيات  
المكتبة — BIBLIOTHEQUE  
Ecole Nationale Polytechnique

**ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE**  
**DEPARTEMENT DE METALLURGIE**

**MEMOIRE DE FIN D'ETUDE**

Pour l'obtention du diplôme  
d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie

**Thème**

**Caractérisation métallurgique  
des tubings inoxydables à 13% Cr**

Proposé par

**Mme N. AOURASSE**  
**C.R.D**

Dirigé par

**Mme N. KECHOUD**  
**Mme N. AOURASSE**

Etudié par

**Mr Riad BENMECHTA**  
**Mr Djillali Kaddour**

Promotion Juin / 1999



# Dédicaces



Je dédie ce travail :

A la mémoire de mon oncle BENMECHTA AHMED pour l'intérêt extrême qu'il portait à la science en particulier et à la culture en générale.  
A la mémoire de YOUCEF KHODJA HADJ SADEK cet homme de très grande culture pour avoir guider mes premiers pas en études supérieures.

A ma mère et mon père qui m'ont tant donné.

A ma sœur Mouni et mes frères Mohamed Seghir et Nadjib.

A mes grands-parents.

A mes amis.

A mon binôme Djillali.

Riad

Je dédie ce travail :

A la mémoire de ma grand-mère en souvenir de son amour et son attachement.

A ma mère et mon père qui m'ont tant donné.

A mes frères et sœurs en particulier mon petit frère Mounir.

A mes grands-parents.

A mes amis.

A mon binôme Riad.

Djillali

# Remerciements

Nos chaleureux remerciements à toutes les personnes qui nous ont aidés, conseillés et guidés pour la réalisation de ce mémoire.

A notre promotrice, Madame N.KECHOUD, cette grande Dame pour ces Conseils, sa disponibilité, et son grand intérêt pour la réalisation de cet ouvrage.

A notre promotrice, Madame N.AOURASSE, pour son aide à la réalisation de l'ouvrage.

A Messieurs : BOUNOUGHAZ MOUSSA, chef de département de Corrosion du Centre de Recherche et Développement ; KHALFA LOUNES, chef de département Moyens Généraux du Centre de Recherche et Développement, Pour nous avoir ouvert toutes les portes du C.R.D. Sonatrach, Boumerdès.

Au personnel du laboratoire C.R.D Sonatrach pour leur aide.

Aux ingénieurs de G.T.P Messieurs TEBIB, GOUMARI et BENHENNICHE pour leur aide.

Au Directeur Générale de B.C.R Bordj-Ménaïel, Monsieur DAHMANE HOCINE pour son aide

Au personnel du laboratoire physique et chimique BCR Bordj-Ménaïel.

Au personnel de C.C.G Rouiba.

Nous sommes sincèrement reconnaissants à tous les enseignants de l'E.N.P pour la formation oh combien précieuse qu'ils nous ont prodiguée.

Nous adressons nos remerciements à tous les membres du jury qui auront à examiner ce travail.

# Sommaire



<b>INTRODUCTION GENERALE</b>	1
<b>CHAPITRE I : ETUDE THEORIQUE</b>	
<b>I-1 les aciers inoxydables</b>	2
I.1.1 Historique	2
I.1.2 Définition	2
I.1.3 Structure et caractéristiques des aciers inoxydables	2
I.1.4 Principales familles des aciers inoxydables	6
I.1.4.1 Aciers inoxydables martensitiques	6
I.1.4.2 Aciers inoxydables ferritiques	6
I.1.4.3 Aciers inoxydables austénitiques	7
I.1.4.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques	7
I.1.4.5 Aciers inoxydables à durcissement secondaire	7
<b>I-2 Traitements thermiques des aciers inoxydables</b>	11
I.2.1 Introduction	11
I.2.2 Types de traitements thermiques	11
I.2.2.1 La trempe	11
I.2.2.2 Le revenu	12
I.2.2.3 Le recuit	13
I.2.2.4 Autres traitements	13
<b>I-3 Corrosion des aciers inoxydables</b>	14
I.3.1 Définition	14
I.3.2 Aspects morphologiques de la corrosion	14
I.3.3 Influence des différents facteurs sur la corrosion	15
I.3.3.1 Facteurs métallurgiques	15
I.3.3.2 Facteurs liés aux milieux corrosifs	15
I.3.3.2.1 Influence de l'acide chlorhydrique	15
I.3.3.2.2 Influence de pH	16
I.3.3.2.3 Influence de la température	16
I.3.4 Passivité des aciers inoxydables	16
I.3.5 Courbes de polarisation des aciers inoxydables	16

## CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

<b>II-1 Introduction</b>	19
--------------------------	----

<b>II-2 Présentation des matériaux étudiés</b>	19
<b>II-3 Prélèvement des échantillons</b>	19
<b>II-4 Caractérisation de la composition chimique</b>	21
<b>II-5 Traitements thermiques</b>	24
<b>II-6 Caractérisation métallurgique et électrochimique</b>	27
II.6.1 Etude métallographique	27
II.6.2 Essais mécaniques	29
II.6.2.1 Essai de traction	29
II.6.3.2 Essai de résilience	30
II.6.3.3 Essai de dureté	30
II.6.3 Etude électrochimique	32
II.6.3.1 Appareillage utilisé	32
II.6.3.2 Elaboration des électrodes de travail	32
II.6.3.3 Technique utilisée : résistance de polarisation	32
II.6.3.4 Conduite des essais électrochimiques	33

### **CHAPITRE III : RESULTATS ET INTERPRETATIONS**

<b>III-1 Introduction</b>	36
<b>III-2 Composition chimique des tubings</b>	36
<b>III-3 Résultats de l'étude métallographique</b>	37
III.3.1 A l'état de livraison	37
III.3.2 Après traitements thermiques	37
III.3.2.1 Trempe à 1010°C	37
III.3.2.2 Trempe à 1010°C et revenu à 300°C	38
III.3.2.3 Trempe à 1010°C et revenue à 650°C	39
III.3.2.4 Trempe à 860°C	39
III.3.2.5 Trempe à 860°C et revenu à 300°C	40
III.3.2.6 Trempe à 860°C et revenue à 650°C	40
<b>III-4 Résultats des essais mécaniques</b>	46
III.4.1 Essai de traction	46
III.4.2 Essai de résilience	50
III.4.3 Essai de dureté	51
<b>III-5 Résultats de l'étude électrochimique</b>	54

**CONCLUSION GENERALE** \_\_\_\_\_ 66

**ANNEXES**

<b>Annexe A</b> : Caractéristiques techniques du four sous vide _____	67
<b>Annexe B</b> : Composition chimique d'un tubing de grade L80 type 13Cr _____	68
<b>Annexe C</b> : Résultats de l'observation micrographique _____	69
<b>Annexe D</b> : courbes de stabilité $E = f(t)$ _____	72

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES** \_\_\_\_\_ 80

## Liste des symboles

- $E_{\text{corr}}$  : potentiel de corrosion.  
 $E_{\text{cr}}$  : potentiel critique.  
 $I/\text{area}$  : densité de courant.  
 $i_{\text{corr}}$  : densité de courant de corrosion.  
 $V_{\text{trempe}}$  : vitesse de trempe.  
ECS : électrode au calomel saturé.  
 $R_p$  : résistance de polarisation.  
G : grossissement.  
T, R : trempe, revenu.  
 $R_m$  : résistance maximale à la traction.  
 $R_e$  : limite élastique.

# Introduction générale

L'utilisation par la société SONATRACH des produits tubulaires en acier au carbone dans l'industrie pétrolière s'est révélée très insatisfaisante, en raison de l'importante dégradation de ces tubings en présence de dioxyde de carbone. Ce qui a conduit à leur substitution par des tubings en acier inoxydable martensitique à 13% Cr présentant une bonne résistance à la corrosion en présence de CO<sub>2</sub> et d'excellentes propriétés mécaniques.

Cependant, des problèmes de colmatage des puits de pétrole ont engendré une diminution de rendement d'extraction, et du fait la SONATRACH a été amenée à utiliser des techniques d'acidification pour décolmater ces puits, or les aciers inoxydables martensitiques sont sensibles à la corrosion par piqûres dans un milieu chloruré.

Aussi le but de cette étude est d'optimiser un traitement thermique adéquat pouvant augmenter la résistance à la corrosion de ces tubings en présence de l'acide chlorhydrique tout en préservant ou améliorant leurs propriétés mécaniques.

Ce mémoire sera présenté sous forme de trois chapitres :

- chapitre I : consacré à l'étude bibliographique portant tant sur les aciers inoxydables que sur leurs traitements thermiques, ainsi que sur leurs propriétés électrochimiques ;
- chapitre II : consacré à la partie expérimentale, où nous rapportons les différentes méthodes d'investigation utilisées au cours de notre étude ;
- chapitre III : dans ce chapitre sont présentés les différents résultats obtenus ainsi que leurs éventuelles interprétations.

Enfin, nous clôturons cette étude par une conclusion générale regroupant l'essentiel de nos déductions ainsi que les recommandations qui s'imposent.

# CHAPITRE I

## ÉTUDE THÉORIQUE

## I.1 Les aciers inoxydables

### I.1.1 Historique

Il est connu que le fer et les aciers ont, en général, une mauvaise résistance à la corrosion, cela explique que, de tous temps, de nombreuses tentatives aient été faites pour protéger le fer de façon efficace et durable.

J.Stodart et M. Faraday en Angleterre ont publié en 1820 [1] un rapport relatif à la résistance à la corrosion de différents alliages Cr-Fe. Cependant la quantité maximale de Cr était inférieure à celle requise pour obtenir le phénomène de passivité et ils manquèrent de peu la découverte des aciers inoxydables.

Ce n'est qu'en 1821 qu'un français, Berthier [2], constata que le fer allié au chrome devenait plus résistant aux acides et que cette résistance augmentait avec la concentration en chrome.

Cependant la véritable naissance des aciers inoxydables date du début de 20<sup>ème</sup> siècle, grâce à la mise au point par l'allemand Goldsmith de ferrochrome à bas carbone élaboré par aluminothermie. Plusieurs métallurgistes y ont participé simultanément en France, en Allemagne et en Angleterre [3,4].

### I.1.2 Définition

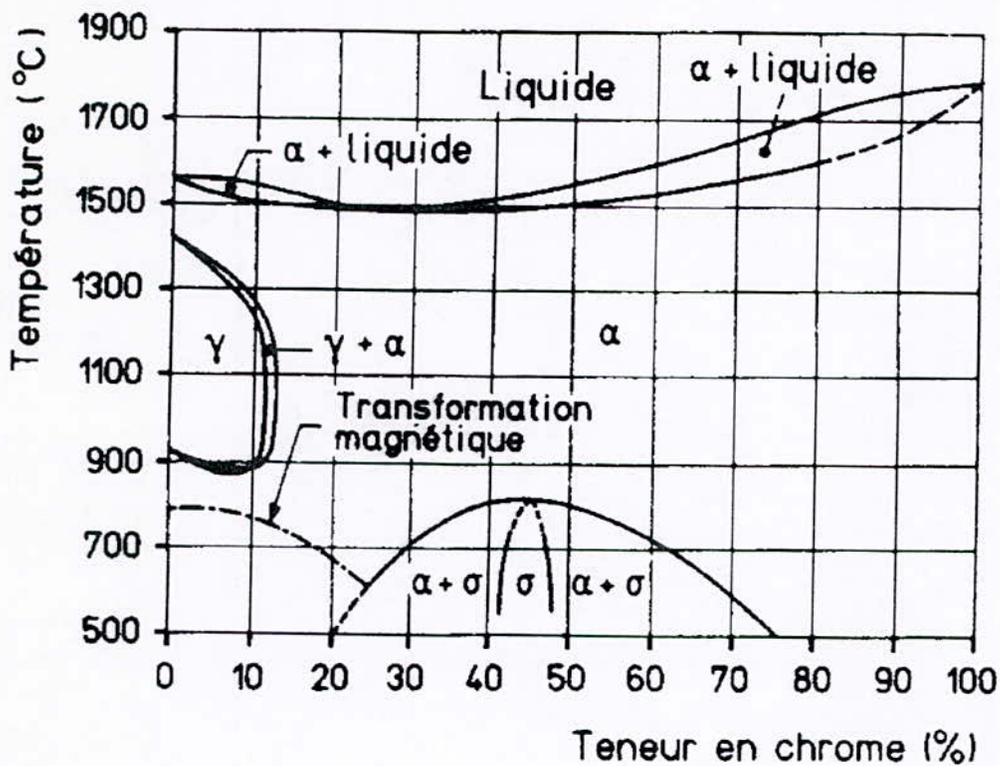
Les aciers inoxydables sont des alliages à base de fer contenant au moins 10.5% de Cr. A partir de cette teneur, il y a formation spontanée d'une couche superficielle d'un oxyde riche en chrome. C'est l'existence de cette barrière, séparant le métal de son environnement, qui confère à ces aciers une grande résistance à la corrosion. D'autres éléments sont ajoutés soit pour la résistance à la corrosion, soit pour les caractéristiques mécaniques, soit pour d'autres raisons [5,6,7].

### I.1.3 Structure et caractéristiques des aciers inoxydables

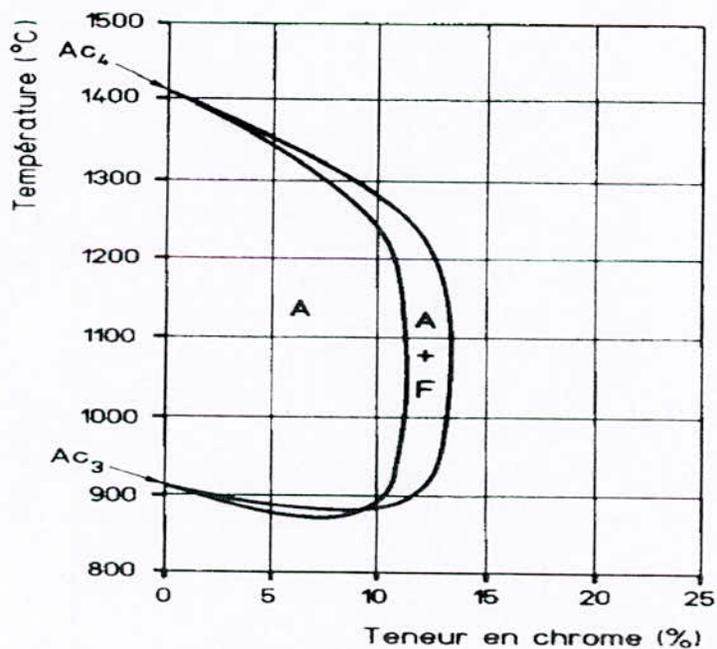
Comme nous l'avons défini auparavant les aciers inoxydables sont donc essentiellement des alliages fer-carbone renfermant des additions d'au moins 10.5 % Cr et éventuellement d'autres éléments dont les principaux sont le nickel et le molybdène [3].

Dans ce qui va suivre, nous allons aborder en détail l'action du chrome, du nickel, du carbone et d'autres éléments d'alliages sur les caractéristiques et la structure des aciers inoxydables.

❖ **Action du chrome – Système Fe-Cr :** le chrome, cristallisant dans le système cubique centré, favorise la formation de la phase  $\alpha$  et élargit son domaine d'existence. Ainsi comme le montre le diagramme d'équilibre fer-chrome (figures I.1.a, I.1.b), on voit clairement qu'au-dessus d'une teneur en chrome de 10 % le point  $Ac_3$  est déplacé vers les hautes températures et le point  $Ac_4$  est abaissé [3].



a. Diagramme complet



A austénite  
F ferrite

b. détail de la boucle  $\gamma$

Figure. I.1. – Diagramme fer-chrome [8].

Au-delà d'une teneur en Cr de 13 %, l'alliage ne subit pas de transformation et reste en phase  $\alpha$  à toute température jusqu'à la fusion. La «boucle  $\gamma$ » ainsi formée sépare le diagramme en deux zones principales. Au-dessous d'une teneur en Cr de 11 %, l'alliage subit une transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  au chauffage et l'inverse au refroidissement ; il se comporte donc comme le fer ou l'acier doux. Au-dessous de 13 % Cr, les transformations de phases sont supprimées et l'alliage reste totalement ferritique. Entre 11 et 13% Cr les phases  $\alpha$  et  $\gamma$  coexistent à l'équilibre. On peut quand même mentionner que la boucle  $\gamma$  dépend très fortement des autres éléments d'alliages, en effet, les éléments carbone, azote et nickel dits «gammagènes» vont élargir le domaine d'existence de cette boucle  $\gamma$ ; par contre, les éléments chrome, silicium, molybdène, aluminium, titane et niobium dits «alphagènes» vont rétrécir le domaine d'existence de la boucle  $\gamma$ . Ainsi, suivant leur composition par rapport à la boucle  $\gamma$ , les aciers au chrome peuvent avoir des structures différentes à savoir :

- ferritique, lorsque la teneur en Cr dépasse la composition à droite de la boucle, Cr=24 % ; C+N=0.07 % ;
- martensitique, après trempe ou refroidissement rapide d'une composition en Cr située à l'intérieur de la boucle  $\gamma$ , par exemple Cr=13 %, C=0.1 % ;
- semi-ferritique ( $\alpha$ +martensite) par refroidissement d'une composition correspondant à la zone biphasée  $\alpha+\gamma$ , Cr=17 % C+N=0.07 % [3].

❖ **Action du nickel – Système Fe-Cr-Ni** : comme indiqué au paragraphe précédent, le nickel, élément gammagène, stabilise la phase austénitique et élargit son domaine d'existence[3,6].

La figure I.2 illustre pour un diagramme fer- chrome- nickel à 18 % de Cr l'influence de la teneur du Ni sur la structure finale de l'acier, en effet, nous en retiendrons les principales remarques suivantes :

- si la teneur en Ni est inférieure à 2 % environ la structure est ferritique à toutes températures ;
- au dessus de cette teneur apparaît progressivement une structure mixte ( $\alpha+\gamma$ ) dite austéno-ferritique ;
- au dessus de 3.5 à 4 % Ni, le domaine d'existence de l'austénite pure s'élargit jusqu'à la fusion et jusqu'à 500° C pour des teneurs en nickel de 8 à 10 % [3].

Les autres éléments d'alliage autre que le Cr et le Ni peuvent avoir un effet notable sur la structure de l'acier en question. En pratique, la structure dépend de l'action de plusieurs éléments présents simultanément [3].

De plus, le nickel joue un rôle important dans la prévention contre la corrosion, en particulier, la corrosion sous contrainte [7.9].

❖ **Action du carbone – Système Fe-Cr-C** : comme montré dans la figure I.3 illustrant l'influence du carbone dans les alliages fer-chrome, l'étendu de la boucle  $\gamma$  dépend essentiellement de la teneur en carbone :

- pour C  $\approx$  0 : l'acier est martensitique jusqu'à une teneur de 10.5 % en Cr ;
- pour C  $\approx$  0.6 % : l'acier est martensitique jusqu'à une teneur de 25.5 % en Cr [8].

En dehors de son effet gammagène puissant, le carbone peut donner lieu à la précipitation de carbures. En effet, en présence des éléments carburigènes comme le

chrome, deux carbures  $M_{23}C_6$  ou  $M_7C_3$  peuvent se former. En fait, les teneurs en carbone étant le plus souvent inférieures à 0.5 %, on n'observera que le carbure  $M_{23}C_6$ . Ce dernier joue un rôle important dans la corrosion intergranulaire [3].

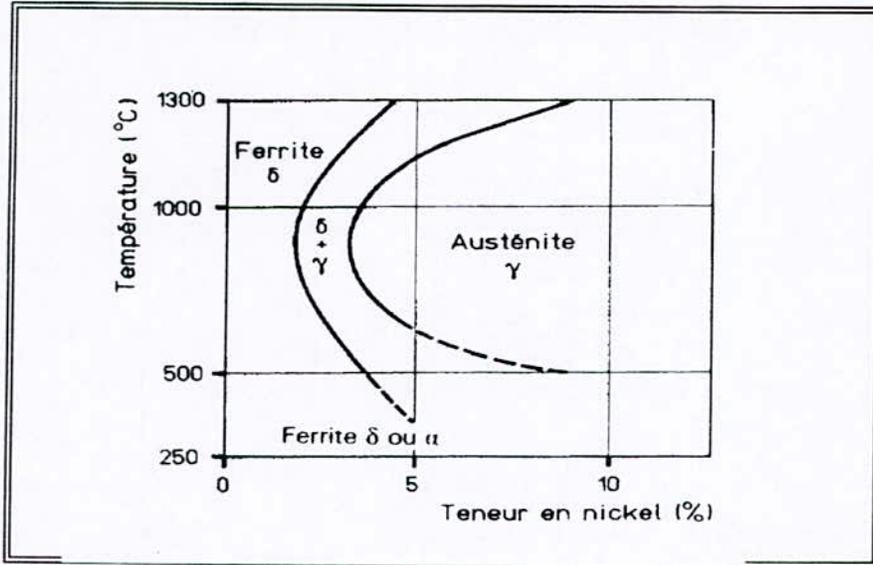


Figure I.2. – Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni à 18% de chrome [3].

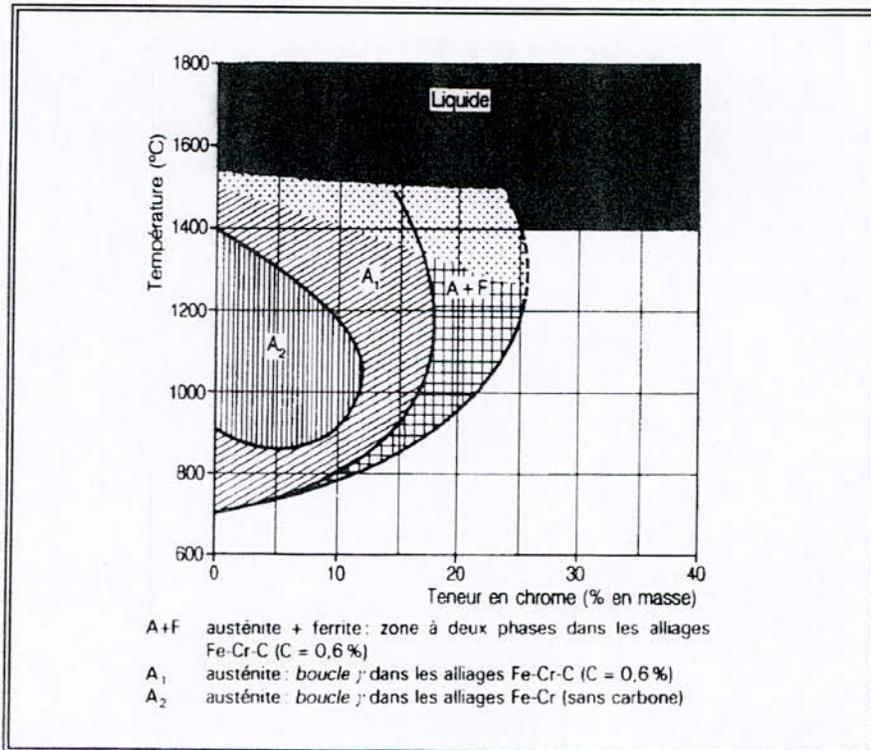


Figure I.3. – Influence du carbone dans les alliages fer-chrome [8].

❖ **Action des autres éléments d'alliage** : d'autres éléments d'alliage peuvent avoir une action notable sur les caractéristiques et la structure des aciers inoxydables, leur action se résume dans chaque cas de la façon suivante :

- **le molybdène et le silicium** ajoutés pour des raisons de corrosion sont des éléments alphagènes et vont donc élargir le domaine  $\alpha$  et rétrécir le domaine  $\gamma$  et du coup modifier l'équilibre des nuances [3] ;

- **le cuivre** jusqu'à des teneurs de 2 à 3 %, est additionné aux aciers inoxydables pour améliorer la résistance à la corrosion. Pour les aciers austénitiques, le cuivre accroît l'aptitude à la frappe à froid [3] ;

- **le manganèse**, formant des sulfures MnS plus stables, permet d'éviter la présence de sulfures de Cr à basse température de fusion (1150/1250°C) responsable de décohésion lors des opérations de forgeage et de laminage ; il est donc ajouté à des concentrations allant de 1 à 1.5 % dans la grande majorité des nuances [3].

### I.1.4 Principales familles d'aciers inoxydables

En général, il existe cinq principales familles d'aciers inoxydables. Cette distinction est due essentiellement à leur structure cristallographique.

#### I.1.4.1 Aciers inoxydables martensitiques

Ce sont des alliages de base fer-chrome ayant des teneurs de 11.5 à 18% de Cr et de 0.1 à 1.2% de C, possédant une structure martensitique quadratique centrée. Cette structure est obtenue par trempe à partir du domaine austénitique, de ce fait, la teneur en chrome et en éléments stabilisateurs de l'austénite comme le carbone, l'azote et le nickel doivent être choisis de façon à pouvoir atteindre par chauffage l'intérieur de la boucle  $\gamma$  du diagramme Fe-Cr (figure I.1.b) [3,6,10].

Actuellement, on ajoute du nickel, de l'azote et du molybdène au carbone pour obtenir un acier inoxydable martensitique qui fournit une bonne ténacité et une grande résistance à la corrosion. Ce sont des aciers magnétiques durcissables par traitement thermique [4,9].

#### I.1.4.2 Aciers inoxydables ferritiques

Ce sont des alliages de base fer-chrome de structure ferritique cubique centrée où la teneur en Cr varie de 12 à 28%. En effet, l'équilibre des éléments alphagènes, principalement le chrome, et gammagènes C, N, Ni doit être tel que l'alliage soit à toute température en dehors de la boucle austénitique [3,8,10].

Ce sont des aciers ferromagnétiques ayant une bonne résistance à la corrosion et une insensibilité à la corrosion sous tension (sous contrainte) [3,8]. Ils peuvent être durcis modérément par écrouissage mais non par traitement thermique [4].

### **I.1.4.3 Aciers inoxydables austénitiques**

Ce sont des alliages de base fer-chrome-nickel de structure austénitique cubique à faces centrées, dont la teneur en Cr varie de 16 à 28% et celle du Ni de 7 à 32% [10].

L'austénite peut exister comme structure stable ou métastable suivant la composition. L'augmentation de la teneur en Ni s'accompagne d'une rétention et d'une stabilité croissante de l'austénite. Le manganèse, le cobalt, le carbone et l'azote contribuent aussi à la rétention et à la stabilité de la phase austénitique.

Afin d'améliorer la résistance à la corrosion, certaines quantités de Mo, Cu et N sont ajoutées.

Les nuances austénitiques se caractérisent par : coefficient de dilatation élevé, conductivité thermique faible, bonne ductilité, bonne soudabilité, amagnétisme [3,4].

### **I.1.4.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)**

Ce sont des alliages fer-chrome-nickel (21 à 26% Cr ; 3,5 à 7,5 % Ni ; C inférieur à 0.03 %) [10]. Diffèrent des précédents par le seul fait que leur équilibre en éléments alphas et gamma est tel que la structure à haute température (1050-1150°C) est biphasée ( $\alpha+\gamma$ ).

Ils ont une résistance à la corrosion plus grande que celle des aciers ferritiques aussi bien que des propriétés mécaniques meilleures que celle des aciers austénitiques [3,9].

Ils ont une bonne ductilité, un très bon comportement au soudage et au moulage [3,4].

### **I.1.4.4 Aciers inoxydables à durcissement secondaire (aciers à hautes caractéristiques)**

Ce sont des alliages développés dans le but de mettre en œuvre l'amélioration des propriétés de résistance et des propriétés mécaniques par précipitation d'une seconde phase (mécanisme d'entrave au mouvement des dislocations). Cette seconde phase est obtenue par un traitement thermique d'hypertrempe, suivi d'un revenu [10,11].

Le tableau I.1 résume les principales familles d'aciers inoxydables et leurs caractéristiques.

Tableau I.1- Principales familles d'aciers inoxydables [3].	
Différentes familles d'aciers inoxydables	Caractéristiques principales
<b>ACIERS MARTENSITIQUES</b>	
<b>Groupe I</b> C = 0.15 %, Cr = 11.5 à 13.5% Z 12 C 13 (AISI 410)	- Résistance et dureté moyenne. - Soudables avec préchauffage. - Résistance à la corrosion moyenne
<b>Groupe II</b> C = 0.2 à 0.4 %, Cr = 12 à 14 % Z 20 C 13 (AISI 420) Z 30 C 13 Z 40 C 14	- Résistance et dureté élevées. - Non soudables. - Résistance à la corrosion limitée.
<b>Groupe III</b> C = 0.6 à 1.4 %, Cr = 16 à 18 % Z 100 CD 17 (AISI 440 C)	- Très grande dureté – Fragiles. - Non soudables. - <b>Résistance à la corrosion faible.</b>
<b>Groupe IV</b> C ≤ 0.1, Cr = 16 à 18 %, Ni = 2 à 4%. Z 6 CNU 17-4 Z 6 CNUD 15-4	- Dureté moyenne. - Soudables sans préchauffage. - Résistance à la corrosion satisfaisante.
<b>ACIERS FERRITIQUES</b>	
<b>Bonne à très haute résistance à la corrosion. Insensibles à la corrosion sous tension. Température d'utilisation ≤ 250 à 300 °C. Fragilisation. Absence de nickel.</b>	
<b>Groupe I</b> C ≤ 0.08%, Cr = 11.5 à 13.5%. Z 6 C 13 (AISI 403) Z 6 CA 13 (AISI 405)	- Limite d'élasticité ≥ 230 MPa. - Résistance à la corrosion moyenne. - Soudables. - Nuances économiques.
<b>Groupe II</b> C ≤ 0.1%, Cr = 16 à 18%. Z 8 C 17 (AISI 430) Z 8 CD 17-1 Z 5 CT 17	- Limite d'élasticité ≥ 250 MPa. - Résistance à la corrosion : bonne. - Résilience très faible. - Non soudables à l'exception de la nuance au Ti. - Emboutissage facile.
<b>Groupe III</b> C + N ≤ 0.01%, Cr = 18 à 30%. Z 1 CDT 18-2 Z 0 CD 26-1 Z 0 CDT 29-4	- Limite d'élasticité ≥ 250 MPa. - Résistance à la corrosion élevée. - Bonne résilience. - Soudables - Nuances haut de gamme.
<b>ACIERS AUSTENITIQUES</b>	
<b>Très grande ductilité à chaud et à froid. Soudables. Très large plage de résistance à la corrosion. Sensibles à la corrosion sous tension. Propriétés mécaniques faibles à moyennes. Présence indispensable de nickel.</b>	
<b>1. Nuances de type 18-10</b> Cr ≈ 18%, Ni ≈ 10% • Nuance de base : Z 6 CN 18-9 (AISI 304)	- Limite d'élasticité limitée ≥ 196 MPa. - Bonne résistance à la corrosion. - Sensible à la corrosion intergranulaire.

Différentes familles d'aciers inoxydables	Caractéristiques principales
<ul style="list-style-type: none"> <li>Nuance à bas carbone : Z2 CN 18-9 (AISI 304 L)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Limite d'élasticité faible <math>\geq 176</math> MPa.</li> <li>- Bonne résistance à la corrosion.</li> <li>- Insensible à la corrosion intergranulaire.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Nuances stabilisées : Z6 CNT 18-11 (AISI 321) Z6 CNNb 18-11 (AISI 347)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Limite d'élasticité améliorée <math>\geq 216</math> MPa.</li> <li>- Bonne résistance à la corrosion.</li> <li>- Insensible à la corrosion intergranulaire.</li> <li>- Soudables avec quelques précautions.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Nuances à haut carbone : Z8 CN 18-12 (AISI 305) Z10 CN 18-9 (AISI 302) Z12 CN 17-8 (AISI 301)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Limite d'élasticité très élevée.</li> <li>- Sensibles à la corrosion intergranulaire.</li> </ul>
<b>2. Nuances de type 17-12 Mo</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>Nuances de bases : Z6 CND 17-11 Mo = 2 à 2.5 % (AISI 316) Z6 CND 17-12 Mo = 2.5 à 3 % (AISI 316)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Limite d'élasticité limitée <math>\geq 196</math> MPa.</li> <li>- Meilleure résistance à la corrosion en milieux acides réducteurs et chlorurés neutre.</li> <li>- Sensibles à la corrosion intergranulaire.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Nuances à bas carbone : Z2 CND 17-12 Mo = 2 à 2.5 % (AISI 316 L) Z2 CND 17-13 Mo = 2.5 à 3 % (AISI 316 L) Z2 CND 19-15 Mo = 3 à 4 % (AISI 317 L)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Limite d'élasticité faible <math>\geq 186</math> MPa.</li> <li>- Bonne résistance à la corrosion en milieux acides réducteurs et chlorurés neutre.</li> <li>- Insensibles à la corrosion intergranulaire.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Nuances stabilisées : Z8 CNDT 17-12 Mo = 2 à 2.5 % (316 Ti) Z6 CND Nb 17-12 Mo = 2 à 2.5 % (316 Nb) Z8 CNDT 17-13 Mo = 2.5 à 3 % Z6 CND Nb 17-13 Mo = 2.5 à 3 %</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Limite d'élasticité améliorée <math>\geq 216</math> MPa.</li> <li>- Meilleure résistance à la corrosion en milieux acides réducteurs et chlorurés neutre.</li> <li>- Insensibles à la corrosion intergranulaire.</li> <li>- Soudables avec précautions.</li> </ul>
<b>3. Nuances à l'azote</b> Z2 CN 18-10 Az Z2 CND 17-12 Az Mo = 2 à 2.5 % (316 LN) Z2 CND 17-13 Az Mo = 3 à 3.5 % (316LN)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Limite d'élasticité élevée <math>\geq 250</math> à 280 MPa.</li> <li>- Insensibles à la corrosion intergranulaire.</li> <li>- Propriétés identiques à celles des nuances de type 18-10 et 17-12 Mo bas carbone.</li> </ul>
<b>4. Nuances austénitiques spéciales</b> Z1 CN Nb 25-20 (U65)  Z1 CNS 18-15 (US1)  Z1 NCDU 25-20 (UB6) Z3 CNDU 18-16 (NSMC)  Z1 CNDU 25-25-5 Az (USB8, 08-932)  Z1 CNDU 31-27-Az (08-928)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Résistance élevée en milieux nitriques.</li> <li>- Résistance à la corrosion intergranulaire en conditions transpassives (HNO<sub>3</sub> concentré ou oxydant).</li> <li>- Résistance à la corrosion élevée en milieux sulfurique, phosphorique, acétique, chloruré.</li> <li>- Résistance à la corrosion très élevée.</li> <li>- Résistance à la corrosion élevée.</li> </ul>

Différentes familles d'aciers inoxydables	Caractéristiques principales
<p align="center"><b>ACIERS AUSTENO – FERRITIQUES</b></p>	<p><b>Propriétés mécaniques élevées. Bonne ductilité.</b>  <b>Très large plage de résistance à la corrosion. Insensible à la corrosion intergranulaire(CIG).</b>  <b>Résistance améliorée à la corrosion sous tension.</b>  <b>Diminution de la teneur en nickel.</b>  <b>Température d'utilisation ≤ 250 à 300 °C.</b>  <b>Fragilisation.</b></p>
<p><b>1. Teneurs en chrome moyennes Cr ≈ 22%</b>  Z2 CND 22-5 Az  Z5 CNDU 21-8 (U50)  Z2 CNDU 22-7</p>	<p>- Limite d'élasticité élevée ≥ 340 à 440 MPa  - Bon comportement en milieux sulfurique, organique, phosphorique,</p>
<p><b>2. Teneurs en chrome élevées Cr ≈ 25 %</b>  Z2 CND 25-7 Az (U47 N)  Z2 CNDU 25-7 Az (U52 N)  Z5 CNDU 26-6 M (U55-M)</p>	<p>- Limite d'élasticité élevée.  - Bonne résistance à la corrosion en milieux sulfurique, phosphorique, organique, caustique, en eau de mer.</p>
<p><b>ACIERS A HAUTES CARACTERISTIQUES</b>  Z6 CNU17-4  Z8 CN 17-7  Z8 CND 15-7  Z10 NCD 25-15</p>	<p><b>Propriétés de résistance très élevées.</b>  <b>Résistance à la corrosion moyenne.</b>  <b>Sensibles à la corrosion sous tension ou à l'hydrogène.</b></p>

## I.2 Traitements thermiques

### I.2.1 Introduction

Le terme «traitement thermique» désigne depuis le XIX<sup>e</sup> siècle un ensemble d'opérations effectuées sur des pièces métalliques, et qui comprend un chauffage suivi d'un maintien isotherme, à une température fixe, puis d'un refroidissement plus ou moins rapide jusqu'à la température ordinaire.

Dans l'avant propos de leur ouvrage sur «les principes de base du traitement thermique des aciers», A. Constant et ses collaborateurs [12,13] ont écrit : « Parmi toutes les raisons que l'on peut invoquer pour expliquer l'importance de l'acier dans la vie moderne, il en est une qui nous paraît absolument capitale : c'est la possibilité de faire varier, dans de très larges limites, et pour ainsi dire à volonté, les propriétés des aciers en agissant, d'une part, sur leur composition chimique et, d'autre part, sur les traitements thermiques, thermomécaniques et thermochimiques qu'il est possible de leur faire subir, ... ».

C'est là, en effet une caractéristique essentielle qui fait que les aciers et en particulier les aciers inoxydables peuvent acquérir de remarquables propriétés et qualités qui permettent leurs adéquations à de multiples applications[14].

Les traitements thermiques et en particulier ceux appliqués aux aciers inoxydables permettent d'améliorer les propriétés mécaniques, de produire un changement dans les propriétés physiques et de faire un compromis entre les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion de ces aciers[14,15].

### I.2.2 Types de traitements thermiques

#### I.2.2.1 La trempe

- **Définition** : l'opération de trempe, après austénitisation, est le refroidissement à partir d'une température supérieure à Ac1 ou Ac3 (Ac3 dans le cas des aciers inoxydables) avec le but d'obtenir une structure constituée de martensite, de bainite ou un mélange des deux constituants conduisant à une augmentation notable de la dureté superficielle ou interne[14,16].

La température de trempe pour un acier inoxydable doit être supérieure au point de transformation Ac3 qui se situe entre 800 et 920°C suivant la composition de l'acier. Elle varie de 925 à 1065°C pour un acier inoxydable martensitique[15,17].

Le tableau I.2 présente les conditions de trempe des différents groupes des aciers martensitiques.

Tableau I.2 - Conditions de trempe des aciers martensitiques [17].

Trempe	Groupe			
	1	2	3	4
$A_{c3}$ (°C)	≈ 920	850 à 900	830 à 860	800 à 900
Température de trempe (°C)	950 à 1100	950 à 1100	1000 à 1050	950 à 1000
Milieu de trempe	Air pour petites pièces (épaisseur < 10 mm) huile pour les autres	Air pour petites pièces (épaisseur < 10 mm) huile pour les autres	Air	Air
Austénite résiduelle possible après trempe	Non	Oui (sauf C < 0.20 %)	Oui	Oui

- **Les fluides de trempe** : les principaux fluides de trempes sont :

**a- Eau** : l'eau est le fluide de trempe idéal tant au point de vue reproductibilité, économie, que facilité de mise en œuvre. Cependant, son pouvoir refroidissant trop élevé est responsable de l'apparition de déformations et de défauts de trempe. D'autre part, son comportement au cours de la trempe peut-être mal maîtrisé en cas de variation importante de la température qui conduit à une instabilité du film de caléfaction [14].

**b- Huile** : ce fluide est surtout utilisé dans le cas des aciers sensibles aux défauts de trempe et cela grâce à son pouvoir trempant plutôt faible [14].

Il existe d'autres fluides de trempe tel que les polymères, les bains de sels [14] :

- les polymères : ce sont des produits organiques, possédant un pouvoir trempant inférieur à celui de l'huile au-dessous de 400°C, intéressant pour éviter les défauts de trempe.

- les bains de sels : leurs pouvoir trempant élevé à haute température les spécialisent dans les traitements de trempe étagée bainitique et martensitique de pièces de faibles dimensions.

- **traitement sous vide et trempe aux gaz** :

de nos jours, ce traitement est de plus en plus utilisé dans le but d'éviter toute oxydation. Il faut noter que le refroidissement devra généralement être effectué sous balayage de gaz neutre (hélium, argon) car les vitesses de refroidissement sous vide sont généralement très lentes pour les impératifs métallurgiques propres aux nuances inoxydables [14,17].

Cependant, il faut noter que le coût de traitement sera élevé car il faut employer des gaz suffisamment purs pour obtenir l'aspect brillant [17].

### 1.2.2.2 Le revenu

**Définition** : le revenu consiste à réchauffer (après la trempe) les pièces à une température inférieure à  $A_{c1}$ , avec maintien à cette température suivi d'un refroidissement approprié [14,16].

- Le revenu consiste à [14] :
- ajuster un niveau de dureté ;
  - assurer une reprecipitation partielle des carbures et améliorer la stabilité structurale ;
  - déstabiliser l'austénite ;
  - diminuer les tensions après trempe ;
  - améliorer la ténacité.

- Il existe plusieurs revenus, on peut citer parmi eux [14,16,17] :
- revenu de détente ;
  - revenu d'adoucissement ;
  - revenu de durcissement (double revenu).

### **I.2.2.3 Le recuit**

**Définition** : le recuit est un traitement thermique destiné à produire un état doux, c'est donc un traitement intermédiaire destiné à donner au métal une aptitude à une mise en forme (usinage, frappe à froid) ; la température de recuit diffère selon le type de recuit qu'on veut réaliser [14,17,18].

- Les types de recuit sont [14,18] :
- recuit d'usinage ou recuit isotherme ;
  - recuit complet ;
  - recuit de normalisation ;
  - recuit adoucissant ;

### **I.2.2.4 Autres traitements**

Autre que la trempe, le revenu, le recuit, il existe d'autres traitements thermiques qui sont [14] :

- **traitement de normalisation** : peut être considéré comme une trempe, car c'est un traitement comportant un chauffage d'austénitisation suivi d'un refroidissement à l'air calme.
- **traitement de relaxation (ou stabilisation)** : ce traitement consiste en un chauffage à une température choisie dans le but de supprimer ou réduire les contraintes résiduelles résultantes de l'opération de trempe.
- **traitements de restauration** : ce traitement a pour but un rétablissement au moins partiel des propriétés physiques d'un métal écroui, sans modification apparente de sa structure (donc sans recristallisation) par élimination des défauts ponctuels et des dislocations.

## I.3 Corrosion des aciers inoxydables

### I.3.1 Définition

De point de vue étymologique, le terme '**corrosion**' vient du mot latin 'corrodere' qui signifie ronger, attaquer [19].

La corrosion est définie par la norme **ISO 8044** [20] comme étant «*une interaction physico-chimique entre un métal et son environnement entraînant des modifications dans des propriétés du métal et souvent une dégradation fonctionnelle du métal lui-même, de son environnement ou du système technique constitué par les deux facteurs*»

### I.3.2 Aspects morphologiques de la corrosion

Il existe plusieurs formes de corrosion des aciers inoxydables dont les principales sont citées ci-dessous :

- **corrosion générale ou corrosion uniforme** : c'est une forme de corrosion dans laquelle la perte de métal est à peu près uniformément répartie sur l'ensemble de la surface exposée au milieu [14].

Ce type de corrosion est relativement non dangereux, même s'il peut être coûteux, dans la mesure où l'on peut quantifier et donc prévoir des surépaisseurs [14].

- **corrosion par piqûres** : c'est une dépassement très localisée et très rapide de zones de petites dimensions dépassant rarement 1 à 2mm, qui provoque la formation des trous distribués de façon aléatoire sur les surfaces métalliques [14, 21].

Les milieux chlorurés sont les milieux dans lesquels se rencontrent la majorité des cas de corrosion par piqûres. Ce type de corrosion affecte toutes les familles des aciers inoxydables [3,21].

- **corrosion intergranulaire** : c'est une attaque préférentielle aux environs immédiats des joints de grains qui constituent des sites favorables à la précipitation de composés, tels que les carbures par exemple ou à la ségrégation de solutés ou d'impuretés. Ce type de corrosion affecte surtout les aciers inoxydables austénitiques et ferritiques [9,15,21].

Le cas le plus courant est celui apparaissant sur les structures soudées (zone affectée thermiquement) [14,21].

- **corrosion par crevasse ou caverneuse** : cette forme de corrosion apparaît dans les zones de confinement, les recoins de structure, sous les joints. Elle provoque une dissolution très rapide de ces zones.

Le développement de la corrosion par crevasse est généralement précédé d'un temps d'incubation plus ou moins long au cours duquel le métal ne subit aucun endommagement [14,19,21].

Ce type de corrosion peut affecter toutes les familles des aciers inoxydables [3,21].

- **corrosion sous contrainte (sous tension)** : la corrosion sous contrainte des aciers inoxydables peut se décrire comme étant un phénomène qui conduit des matériaux, souvent très ductiles, à subir, dans un milieu corrosif, une fissuration d'aspect fragile sous l'action simultanée de ce milieu corrosif et d'un régime de contraintes statiques de traction, dont au moins une composante est positive. Les aciers inoxydables austénitiques sont les plus affectés par ce type de corrosion [3,21].

### I.3.3 Influence des différents facteurs sur la corrosion

#### I.3.3.1 Facteurs métallurgiques

La corrosion peut être influencée par plusieurs facteurs métallurgiques, on peut citer à titre d'exemple l'effet de la composition chimique, des éléments d'alliage, de l'état de surface géométrique, de présence de contraintes mécaniques ainsi que des opérations de mise en œuvre du matériau en question [21].

Dans ce qui va suivre on va aborder en détail l'influence de quelques éléments d'alliage sur la corrosion des aciers inoxydables.

- **Le chrome** : c'est l'élément essentiel dans la formation du film passif protecteur. Ce dernier commence à se former à partir d'une teneur en chrome d'environ 10.5% [9].

- **Le molybdène** : la formation d'oxyde de type  $\text{MoO}_3$  favorise le rôle positif joué par le molybdène dans l'augmentation de la résistance à la corrosion des aciers inoxydables. D'autre part en se combinant avec le chrome, le molybdène devient très efficace dans la stabilisation du film passif en présence de chlorures [9,14].

- **Le nickel** : l'addition du nickel exerce un effet beaucoup moins important que celui du chrome et du molybdène [14].

L'augmentation du taux de nickel allant de 8 à 10% diminue la résistance à la corrosion sous contrainte. Mais pour une plus grande augmentation la résistance à la corrosion sous contrainte est restaurée [9].

- **le manganèse** : dans les aciers inoxydables, le manganèse se combine avec le soufre pour former des sulfures de manganèse. Ces derniers ont un effet favorable sur la résistance à la corrosion et spécialement la corrosion par piqûre [9].

- **Le cuivre** : jusqu'à des teneurs de 2 à 3% le cuivre améliore la résistance à la corrosion des aciers inoxydables en milieux acides, mais son efficacité dépend étroitement du pouvoir oxydant du milieu [9,14].

#### I.3.3.2 Facteurs liés aux milieux corrosifs

##### I.3.3.2.1 Influence de l'acide chlorhydrique

Les milieux chlorurés sont particulièrement agressifs pour la plupart des nuances d'aciers inoxydables dont ils provoquent des phénomènes de corrosion localisés. Cette nocivité des milieux chlorurés semble d'abord liée à l'action des ions  $\text{Cl}^-$  qui, étant très mobiles et très polarisables, ont une grande aptitude à s'insérer à l'interface métal-film passif et à s'adsorber sur les films superficiels en se substituant aux ions  $\text{OH}^-$  [14].

### I.3.3.2 Influence du pH

L'agressivité des milieux corrosifs augmente généralement quand leur pH s'écarte de la neutralité, particulièrement du côté acide [21].

### I.3.3.3 Influence de la température

L'augmentation de la température accélère en générale les phénomènes de corrosion car elle diminue les domaines de stabilité des aciers inoxydables et accélère les cinétiques de réactions et de transport.

## I.3.4 Passivité des aciers inoxydables

La passivation correspond à la transition d'une surface active en cours de corrosion en une surface quasi inactive par formation d'un film passif. Ce film est une couche barrière très mince, généralement de l'ordre de quelques nm, formée d'oxydes et/ou hydroxydes [19].

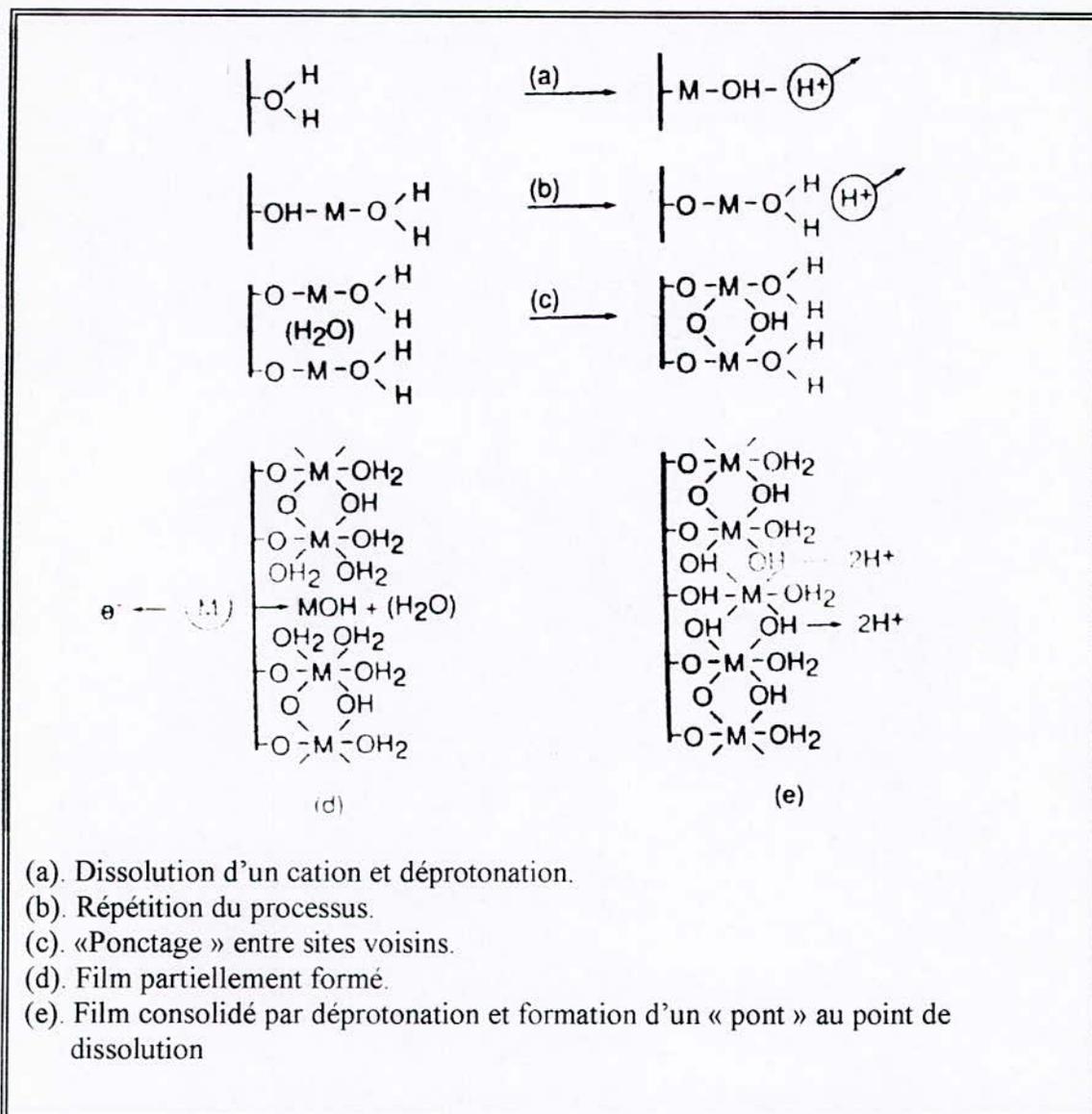
La figure I.4 montre une représentation schématique de la formation du film passif. On constate que cette formation passe d'abord par une étape d'adsorption de molécules d'eau ou ions  $\text{OH}^-$  puis par une «déprotonation» du film qui aboutit à la formation d'oxyde déshydraté. Les films passifs sont donc constitués d'oxyde au contact du substrat métallique alors que leurs couches externes sont hydratées. Au cours du temps, le film s'épaissit et surtout devient de plus en plus déshydraté.

Les aciers inoxydables doivent leur bon comportement à la corrosion à une couche passive à base de chrome. En effet, la cinétique d'oxydation du fer étant beaucoup plus rapide que celle du chrome, il se produit à la surface un enrichissement de ce dernier suite à la dissolution du fer [21].

## I.3.5 Courbes de polarisation des aciers inoxydables

La figure I.5 illustre la courbe de polarisation des métaux susceptibles de se passiver. Cette courbe comporte quatre domaines :

- **domaine d'immunité (branche cathodique)** : aucune réaction n'est thermodynamiquement possible dans ce domaine, on peut avoir qu'un dégagement d'hydrogène ;
- **domaine actif** : le métal subit une corrosion activée. Ce domaine est caractérisé par l'augmentation de la densité de courant jusqu'à atteindre une valeur maximale dite densité de courant critique  $i_{Cr}$  ;
- **domaine passif** : la densité de courant chute jusqu'à  $i_{pass}$  où elle reste constante jusqu'à un potentiel dit de transpassivité ( $E_{tr}$ ). La surface du métal est protégée par une couche oxydée dite couche passive ;
- **domaine transpassif** ( $E > E_{tr}$ ) : la densité de courant croît à nouveau, et on distingue une dissolution uniforme due à la redissolution de la couche passive [21].



- (a). Dissolution d'un cation et déprotonation.
- (b). Répétition du processus.
- (c). «Ponctage» entre sites voisins.
- (d). Film partiellement formé.
- (e). Film consolidé par déprotonation et formation d'un « pont » au point de dissolution

Figure I.4. – Représentation schématique de la formation du film passif [21].

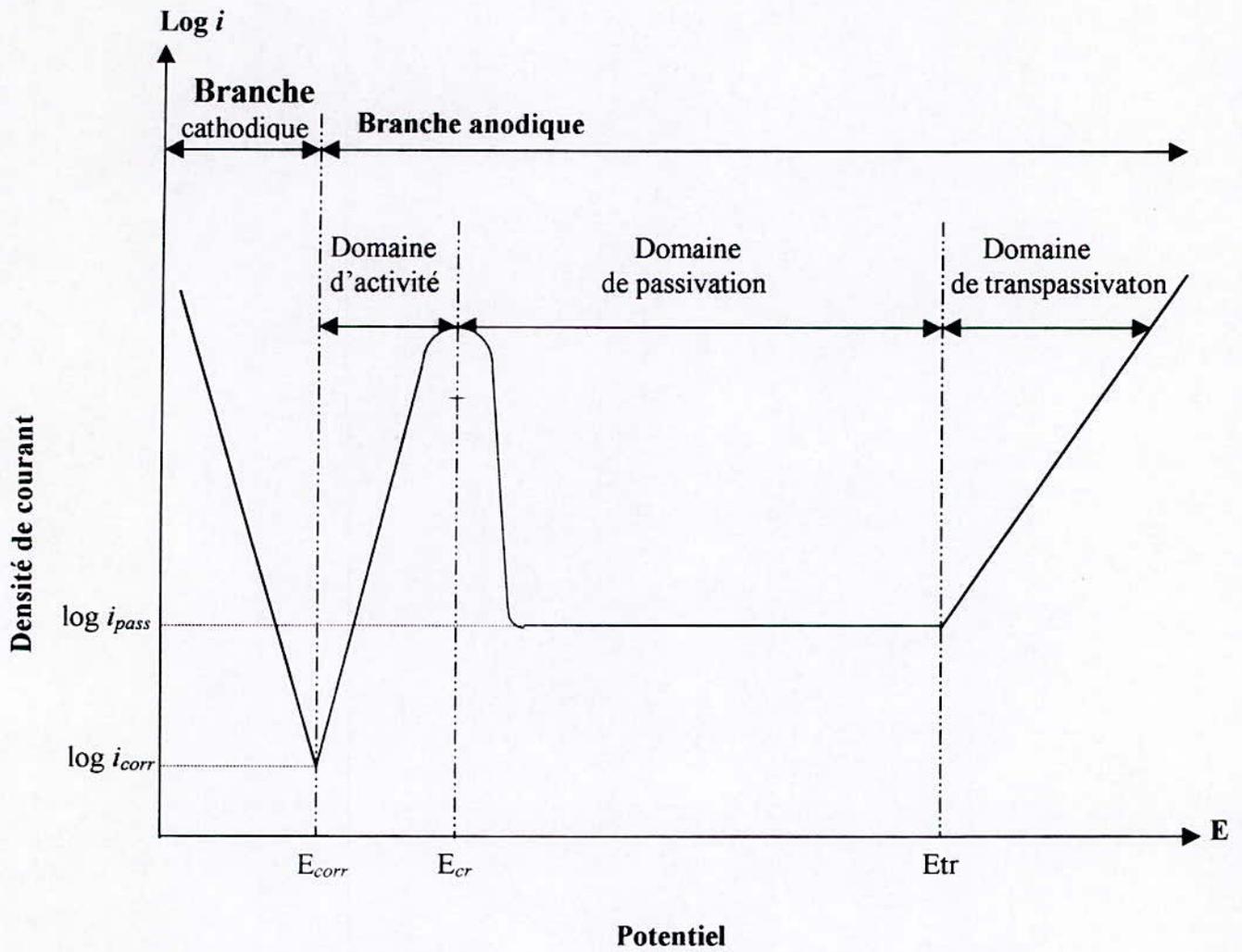


Figure I.5. – Courbe de polarisation d'un matériau passivable [22].

## CHAPITRE II

# TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

## II.1 Introduction

Ce second chapitre est consacré aux méthodes expérimentales utilisées, qui se divisent en gros en trois parties :

1. Identification des aciers étudiés ;
2. Présentation des différents traitements thermiques effectués à ces aciers.
3. Caractérisation métallurgique et électrochimique des aciers, à l'état de livraison et après traitements thermiques.

## II.2 Présentation des matériaux étudiés

Les aciers étudiés sont des aciers inoxydables provenant de produits tubulaires laminés (tubings) utilisés dans l'industrie pétrolière pour l'extraction du pétrole par l'entreprise SONATRACH.

Ces tubings ont été livrés par SUMITOMO METALS conformément aux spécifications de la norme américaine API 5CT. Ils ont subi un traitement de trempe et de revenu.

On dispose de trois lots dont les dimensions sont citées dans le tableau II.1.

Lot N°	Diamètre extérieur (mm)	Epaisseur (mm)
1	114.42	7.70
2	115.00	7.40
3	126.40	9.80

Les tubings du lot n°3 ont subi une dégradation en surface due à leur mise en service par la SONATRACH.

## II.3 Prélèvement des échantillons

Le prélèvement s'effectue à partir des trois tubings à l'aide d'une tronçonneuse de type LECO MC12 sous une lubrification afin d'éviter l'érouissage du métal.

La figure II.1 illustre la méthode de prélèvement des échantillons destinés aux différentes investigations métallurgiques.

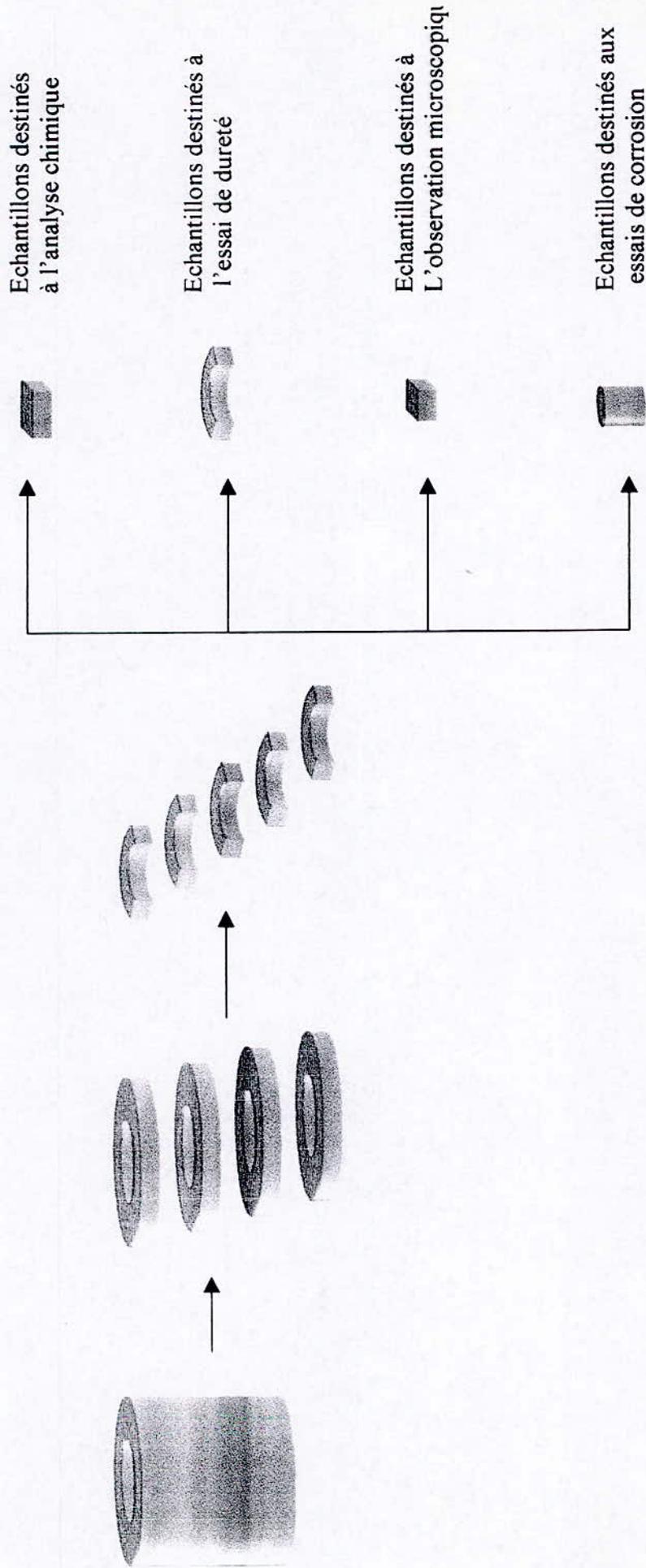


Figure II.1. Méthode de prélèvement des échantillons.

## II.4 Caractérisation de la composition chimique

L'analyse chimique des échantillons (35×30×5 mm<sup>3</sup>) prélevés sur les différents lots a été effectuée par la méthode de spectrométrie aux rayons X. Cette étude a été effectuée à B.C.R unité Setif.

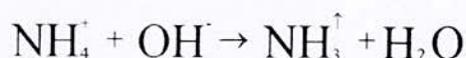
Cette méthode permet seulement l'identification des éléments dont le numéro atomique est supérieur à 11. De ce fait, on utilise la méthode de distillation volumétrique pour déterminer le taux d'azote dans les trois échantillons.

### - Détermination du taux d'azote (méthode de distillation volumétrique) [23].

#### a) Principe

L'acier est dissout dans l'acide dilué : il se forme alors du sel d'ammonium à partir de l'azote qui est présent dans la matière sous forme de nitrures complexes.

Cette dissolution est introduite dans l'appareil pour distillation à vapeur (Kempf-Abresch, type Kjedadl). Après addition de lessive de soude, le chauffage par vapeur d'eau dégage l'ammoniac selon la réaction :



Ce produit est recueilli dans un godet où il réagit avec l'acide sulfurique en excès, l'excès d'acide est déterminé par titrage en retour avec l'hydroxyde de sodium.

#### b) Mode opératoire

##### b.1 Dissolution d'acier

1. Peser 3.500g de copeaux d'acier et les introduire dans un erlenmeyer de 300 ml.
2. (\*)Ajouter 50 ml d'acide sulfurique et faire agir l'acide à une température de 60° à 70°C.
3. lorsque l'acier est dissout, filtrer (laver le résidu avec un peu d'eau chaude) : on obtient la solution 1.
4. Introduire le filtre et le résidu issus de la filtration dans un bûcher de 400 ml, ajouter 5g de sulfate de sodium, 0.3g de sulfate de cuivre et 10 ml d'acide sulfurique concentré. Chauffer jusqu'à ce que le liquide devienne limpide, en agitant plusieurs fois la solution : on obtient la solution 2.

##### b.2 Préparation de l'appareil – Nettoyage

La figure II.2 schématise l'appareil pour distillation avec vapeur d'eau.

1. Ouvrir le robinet d'eau pour le circuit de refroidissement (6).
2. Enlever la bague d'obturation (2) et remplir l'eau déminéralisée le générateur de vapeur.
3. Par l'entonnoir de remplissage (1), introduire 25 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 32% (densité 1.35) dans le ballon de distillation (7) puis fermer le robinet (9).

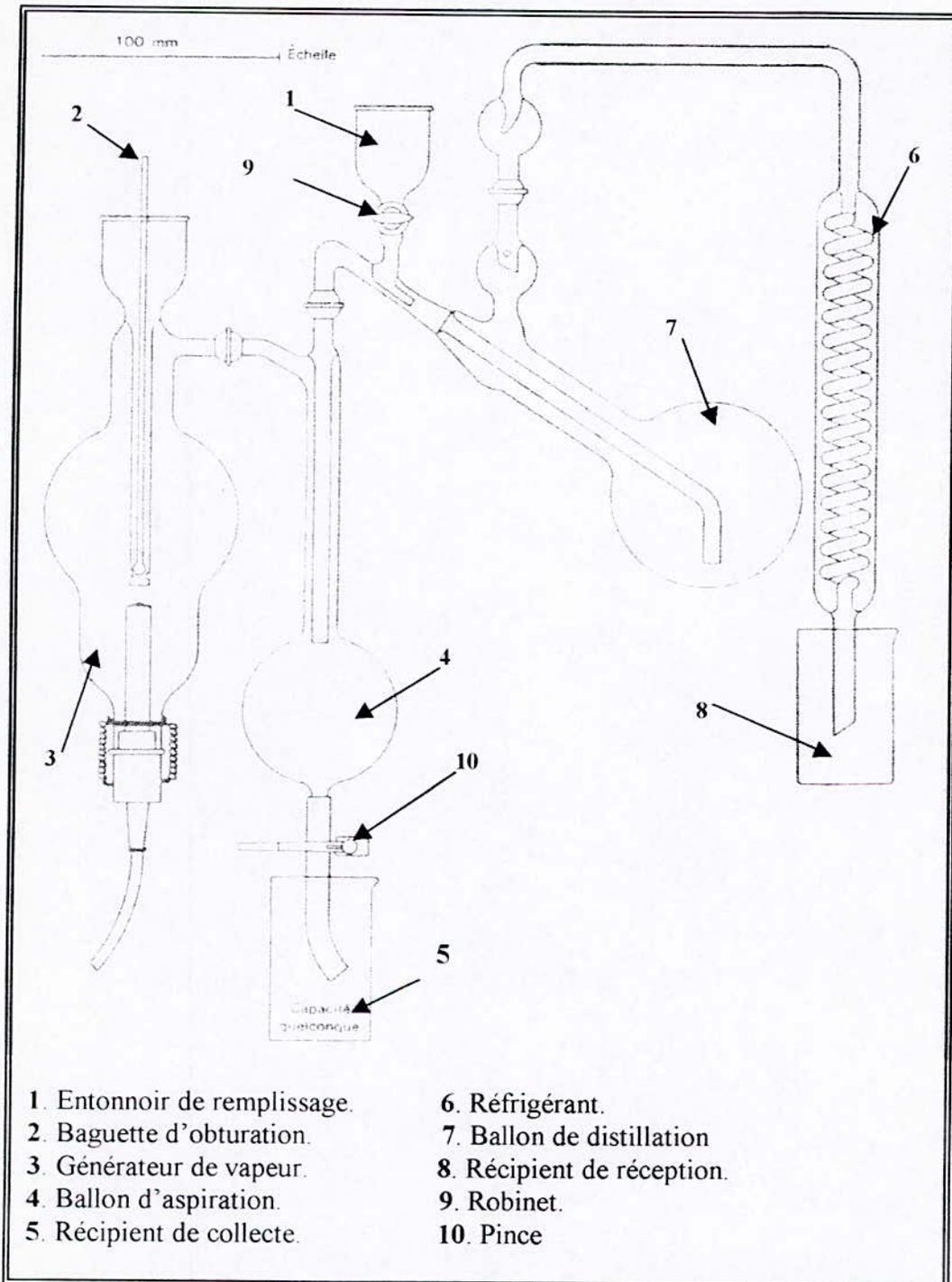


Figure II.2. – Appareil pour distillation à vapeur [23].

4. Appuyer sur l'interrupteur pour porter l'eau à ébullition dans un générateur de vapeur. Lorsqu'on aura recueilli environ 50 ml de distillat dans un bêcher (8), on interrompt la distillation.

Le refroidissement qui se produit crée une dépression au générateur, de sorte que le ballon de distillation est vidé par aspiration. Le contenu s'écoule dans le récipient de collecte (4) qui peut être vidangé par ouverture de pince (10).

5. Mettre le distillat au rebut et utiliser alors comme récipient un godet de titrage muni d'un repère pour contenance de 150 ml (8).

Le but de cette opération de nettoyage, est d'éliminer toute trace possible d'azote se trouvant à l'intérieur de l'appareil, afin d'assurer la fiabilité du résultat final.

### b.3 Détermination par analyse volumétrique.

1. Introduire dans le godet de titrage (8), 10ml d'acide sulfurique 0.1 N ainsi que 40 ml d'eau.

2. Par le biais de l'entonnoir de remplissage (1), robinet ouvert (9), introduire 75 ml d'hydroxyde de sodium à 32% ainsi que les solutions 1 et 2 dans le ballon de distillation. Fermer le robinet et commencer la distillation.

Dès que 150 ml de liquide ont été obtenus par condensation, enlever le godet de réception (8) et interrompre la distillation. Le ballon (7) se vidange automatiquement comme décrit auparavant.

L'excédent d'acide sulfurique encore contenu dans le godet est titré alors après addition de méthylorange par l'hydroxyde de sodium 0.1 N. soit une consommation de C ml.

Préparer un échantillon témoin constitué par tous les réactifs, sauf l'acier et reproduire le dosage à partir de (\*) jusqu'à la fin. Soit une consommation de V ml pour cet essai à blanc.

### c) Calculs. Détermination du pourcentage en azote.

Soient les paramètres suivants :

(10 - C) : consommation d'acide sulfurique pour azote provenant de l'acier et divers.

(10 - V) : consommation d'acide sulfurique pour azote provenant des divers (essai à blanc).

(10 - C) - (10 - V) = (V - C) : consommation d'acide sulfurique pour azote provenant exclusivement de l'acier.

$$\%N = \frac{(V - C) \cdot 0,14}{m}$$

Où :

m : la masse de l'acier utilisé (m=3.5g).

## II.5 Traitements thermiques

Pour chaque lot on a réalisé six (06) traitements différents.

Le tableau II.2 montre en détail les différents traitements effectués pour chaque lot ainsi que les durées et les températures correspondantes.

Traitement	Trempe			Revenu		
	Température d'austénitisation (°C)	Durée (min)	Milieu	Température de revenu (°C)	Durée (min)	Milieu
1 <sup>er</sup> T.T	1010	30	Huile			
2 <sup>ème</sup> T.T	1010	30	Huile	650	120	Huile
3 <sup>ème</sup> T.T	1010	30	Huile	300	120	Huile
4 <sup>ème</sup> T.T	860	30	Huile			
5 <sup>ème</sup> T.T	860	30	Huile	650	120	Huile
6 <sup>ème</sup> T.T	860	30	Huile	300	120	Huile

Ces traitements ont été effectués dans un four sous vide à l'entreprise B.C.R unité Bordj-Ménaïel.

Le four à vide spécial VAC – K20 a été spécialement conçu pour le traitement thermique brillant de pièces en acier allié et non allié. Les exigences de qualité portant sur une qualité de surface maximale, une déformation minimale et un déroulement automatique des programmes temps-température compliqués peuvent être entièrement satisfaites.

Les caractéristiques techniques de ce four sont représentées dans l'annexe A.

Les figures II.3, II.4, II.5 et II.6 illustrent respectivement l'évolution de la température de trempe à 1010°C et 860°C et le revenu à 650°C et 300°C en fonction du temps.

Ces traitements ont été choisis dans le but d'améliorer la résistance à la corrosion de ces tubings toutes en leur conférant de bonnes propriétés mécaniques.

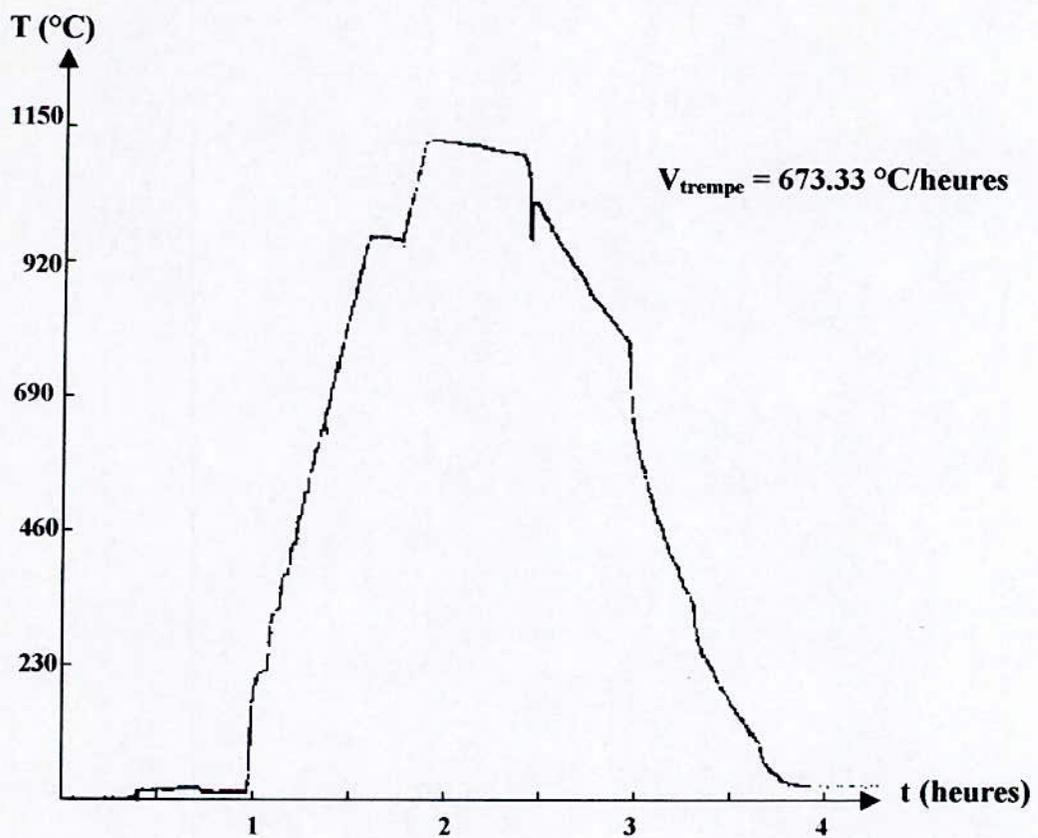


Figure II.3. trempe à 1010 °C.

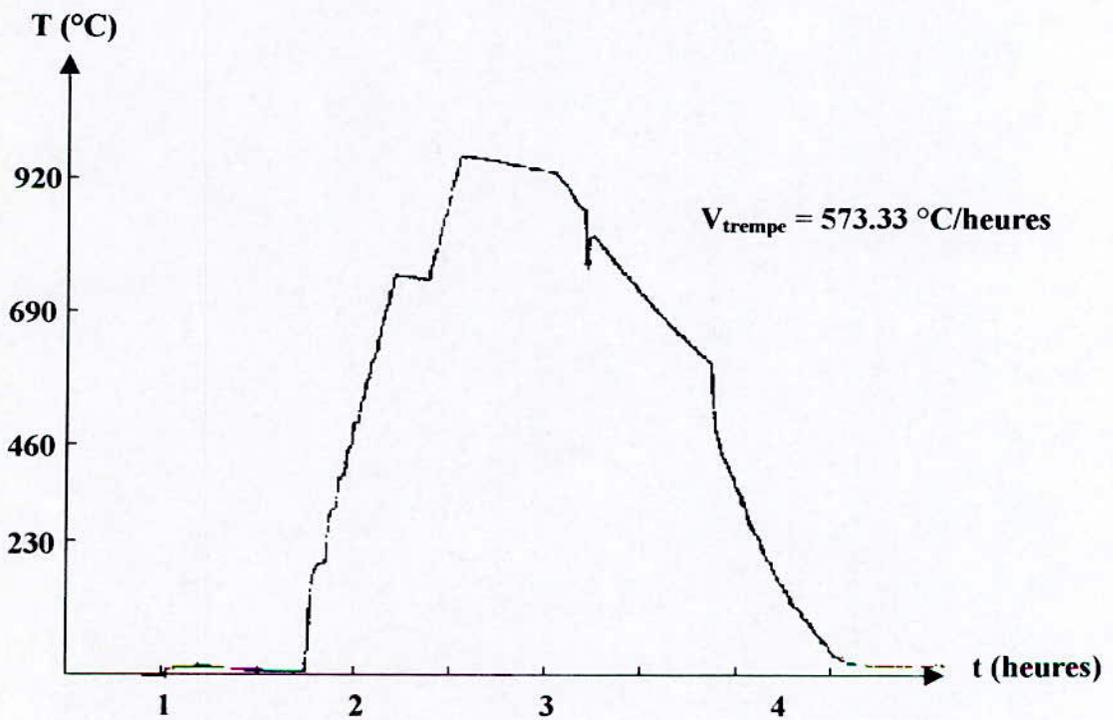


Figure II.4. Trempe à 860 °C

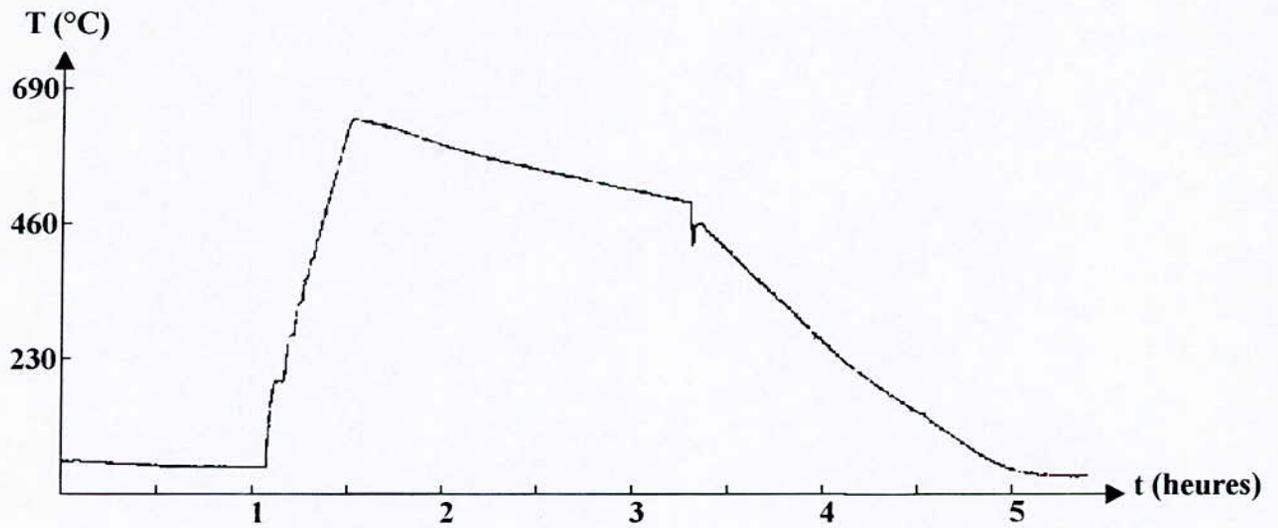


Figure II.5. Revenu à 650°C.

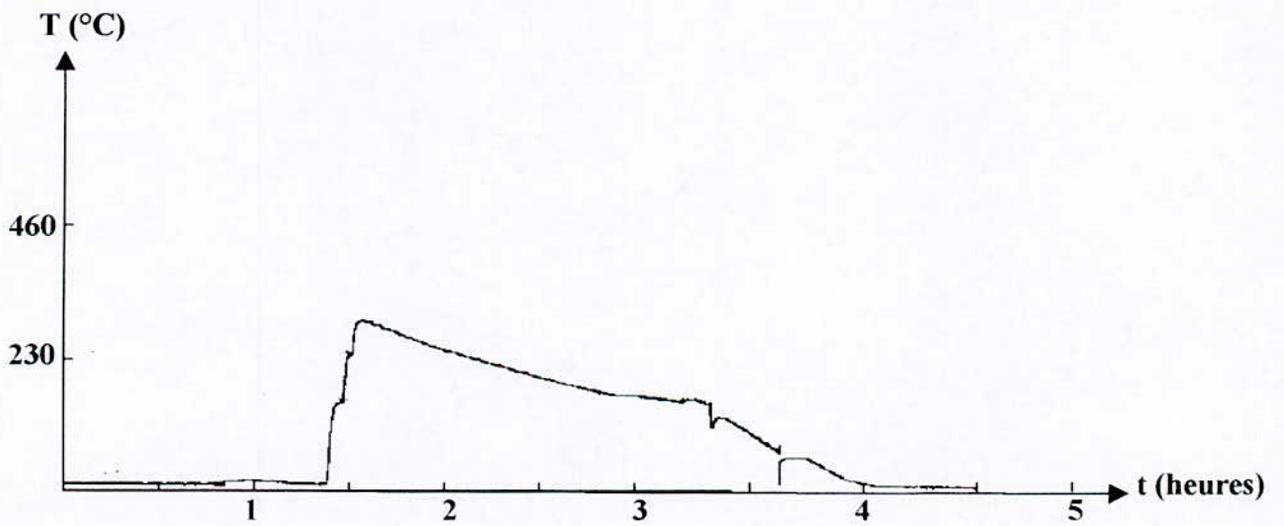


Figure II.6. Revenu à 300°C.

## II.6 Caractérisation métallurgique et électrochimique

Cette caractérisation portera sur les divers échantillons à l'état de livraison et après traitements thermiques.

### II.6.1 Etude métallographique

Après prélèvement des échantillons ( $15 \times 15 \times 5 \text{ mm}^3$ ), on procède à l'enrobage à froid, qui est effectué manuellement à l'aide d'une résine constituée de quatre cinquièmes d'haraldite et d'un cinquième de durcisseur, qui se solidifie entre 16 et 24 heures.

#### 1. Polissage

##### 1.1 Pré-polissage

Il consiste à rendre la surface plane et brillante de façon à faire disparaître toutes rayures qui risqueraient de gêner l'examen ultérieur. Pour cela on frotte le métal avec des abrasifs de plus en plus fins (P120, 180, 240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200) ; et on prend soin de rayer l'échantillon dans un certain sens avec un abrasif, puis dans le sens perpendiculaire avec le suivant [24].

On utilise une machine où le papier abrasif est fixé sur un disque tournant dans un plan horizontal avec une vitesse d'environ 300tr/min.

Durant l'opération de polissage, un filet d'eau coule sur le papier afin d'éviter l'échauffement du métal et d'éliminer les grains et particules arrachés.

##### 1.2 Polissage de finition

Après avoir terminé l'opération de pré-polissage on a fait subir aux échantillons un polissage de finition renfermant les opérations suivantes :

###### a) polissage à la pâte diamantée

Ce polissage consiste à frotter les échantillons sur un disque de drap en soie, imbibé d'une suspension de pâte diamantée répartie à l'aide d'une huile spéciale sur le disque. Les granulométries utilisées sont :  $6 \mu\text{m}$ ,  $1 \mu\text{m}$ .

Un lavage des échantillons à bain d'ultrason, à l'aide d'un solvant (éthanol) approprié à la pâte diamantée, est effectué à chaque changement de granulométrie et en fin de polissage. Les échantillons sont ensuite séchés à l'air chaud.

###### b) polissage à l'alumine

Le polissage se fait comme précédemment, l'agent de polissage étant de l'alumine et le drap est remplacé par un feutre. La granulométrie de l'alumine étant de  $0.05 \mu\text{m}$ . Un jet d'eau coule sur le feutre afin d'éviter l'échauffement du métal et d'éliminer les grains d'alumine et particules arrachés. A la fin de cette opération les échantillons sont lavés ensuite séchés à l'air comprimé.

## 2. Attaque chimique

L'attaque a pour but de révéler les constituants de la microstructure par dissolutions sélectives de ces constituants. Cette attaque est suivie d'un lavage soigneux dans l'eau, puis d'un séchage à l'aide de l'air sous pression et du coton.

Le tableau II.3 résume les différents réactifs et leurs domaines d'applications.

Désignation	Composition	Domaine d'application	Durée d'attaque
<b>Villéla</b>	- 1g d'acide picrique (cristallisé). - 5 ml d'acide chlorhydrique (HCl). - 100 ml d'éthanol.	- Révèle la martensite. - délimite les carbures, la ferrite $\delta$ , la phase $\sigma$ .	De 20s à quelques minutes
<b>Kalling n°1</b>	- 1,5 g de Chlorure de cuivre ( $\text{CuCl}_2$ ). - 33 ml d'HCl. - 33 ml d'éthanol. - 33 ml d' $\text{H}_2\text{O}$ .	- Attaque la martensite (noire). - La ferrite colorée. - L'austénite n'est pas attaquée.	Selon l'acier
<b>Kalling n°2</b>	- 5 g de $\text{CuCl}_2$ . - 100 ml d'HCl. - 100 ml d'éthanol.	- La ferrite est attaquée rapidement. - L'austénite est attaquée lentement. - Les carbures ne sont pas attaqués.	Selon l'acier
<b>Fry</b>	- 5 g de $\text{CuCl}_2$ . - 40 ml d'HCl. - 30 ml d' $\text{H}_2\text{O}$ . - 25 ml éthanol.	- Attaque la martensite. - Utilisé pour les aciers inoxydables à durcissement secondaire.	Selon l'acier

## 3. Observation microscopique

L'observation microscopique est réalisée à l'aide d'un microscope optique Leitz de type Metallux 3, équipé d'une caméra Leitz de type Orthomat E pour la prise de photos.

### - But de l'observation microscopique

#### a) Sans attaque

Le but de l'observation micrographique sans attaque est de donner les renseignements relatifs à :

- la forme et les dimensions de l'inclusion ;
- la distribution des inclusions non métalliques ;
- les caractéristiques morphologiques.

**b) Avec attaque**

L'attaque micrographique donne des différences de relief ou de coloration, entre les différents constituants ou entre les cristaux différemment orientés d'une même phase, ce qui permet de les observer.

**II.6.2 Essais mécaniques**

Le prélèvement des éprouvettes s'effectue à partir des trois lots à l'aide d'une scie électrique de type ULTRA sous une lubrification afin d'éviter l'érouissage du métal. Cette opération ainsi que les essais ont été réalisés à l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (E.N.G.T.P).

Les éprouvettes de traction et de résilience ont été préparées conformément aux spécifications de la norme américaine API 5CT [26].

**II.6.2.1 Essai de traction**

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

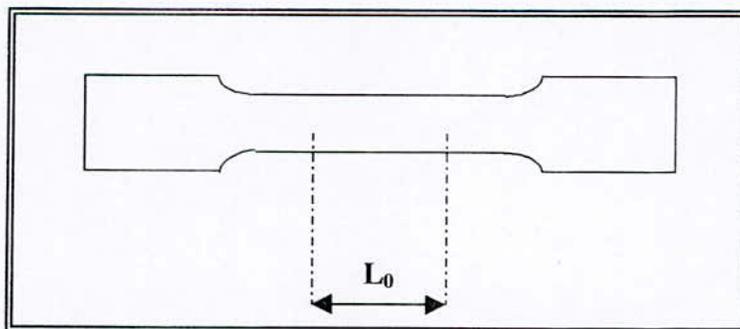
L'essai consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction généralement jusqu'à rupture en vue de déterminer une ou plusieurs caractéristiques mécaniques. On impose en général une déformation croissante à une éprouvette sur laquelle on a tracé deux repères initialement distants de  $L_0$ , et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

Où :

$L_0$  : la longueur initiale entre repères ( $L_0 = 50.8\text{mm}$ ).

$L$  : longueur totale de l'éprouvette.

La figure II.7 schématise la forme d'une éprouvette de traction.



**Figure II.7.** Eprouvette de traction [26].

Les essais ont été effectués sur une machine de traction TESTWELL.

### II.6.2.2 Essai de résilience

L'essai de résilience a pour but de déterminer la ténacité de l'acier, c'est-à-dire sa résistance au choc. Celle-ci est mesurée par l'énergie nécessaire pour provoquer la rupture d'un échantillon. On appelle cette énergie de rupture la résilience.

La figure II.8 schématise la forme d'une éprouvette de résilience.

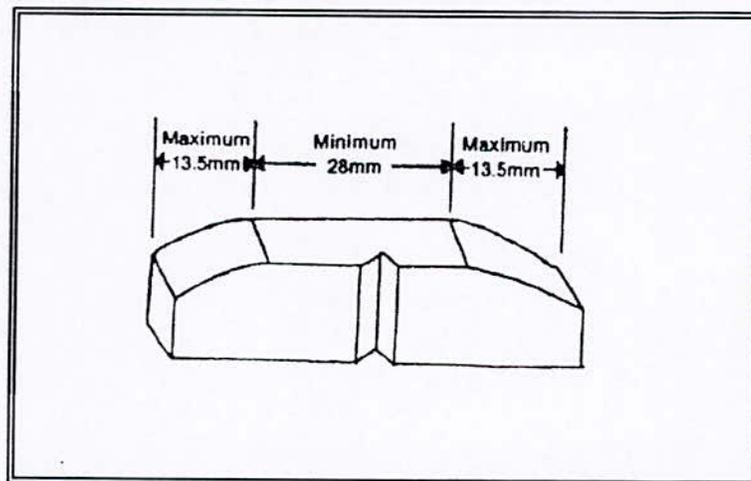


Figure II.8. Eprouvette de résilience [26].

Les essais de résilience ont été effectués sur un mouton CHARPY TESTWELL.

### II.6.2.3 Essai de dureté

La dureté est en général la faculté de résistance qu'offre un corps à la pénétration d'un corps plus dur que lui.

Dans notre étude, et suivant la spécification de l'API 5CT, l'essai de dureté utilisé est le Rockwell type C (HRC).

Les essais de dureté ont été réalisés au département de métallurgie de l'E.N.P à l'aide d'un duromètre à affichage digital de type HARDNESS-TEST.

#### Principe de l'essai de dureté HRC

L'essai consiste à imprimer en deux temps, dans la couche superficielle de la pièce à essayer, un pénétrateur de type normalisé (cône en diamant d'un angle de  $120^\circ$ ), et à mesurer l'accroissement rémanent de la profondeur de pénétration  $e$  (comme montré sur la figure II.9).

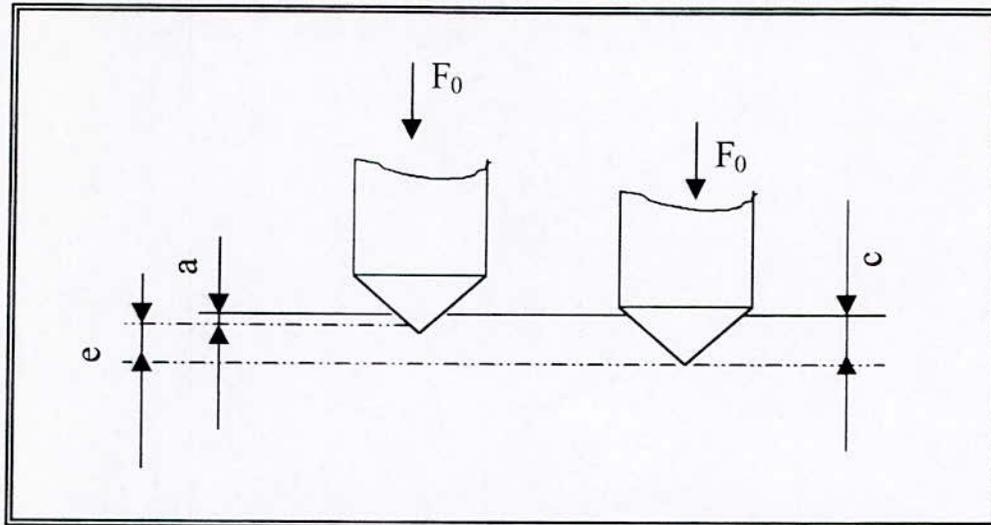


Figure II.9. Profondeur de pénétration [11].

Où :

**a** : pénétration sous la charge  $F_0$  au début de l'essai.

**c** : pénétration sous la charge  $F_0$  à la fin de l'essai.

$F_0 = 150 \text{ Kgf}$ .

$$\text{HRC} = 100 - e1$$

Avec :

$e1 = e / 0.002 \text{ (mm)}$ .

Comme illustré dans la figure II.10, les échantillons destinés aux essais de dureté ont été préparés conformément aux spécifications de l'API 5CT.

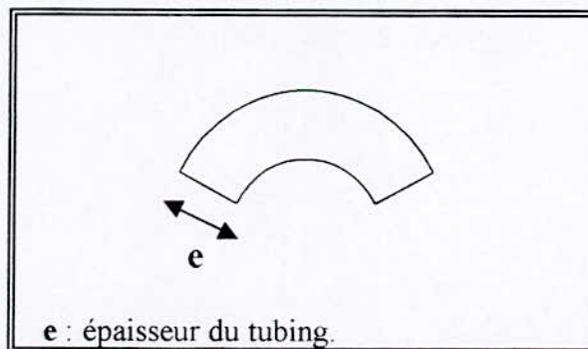


Figure II.10. Echantillon destiné à l'essai de dureté [26].

## II.6.3 Etude électrochimique

### II.6.3.1 Appareillage utilisé

L'étude est réalisée à l'aide d'une chaîne qui nous permet de tracer des courbes de polarisation.

Comme illustré sur la figure II.11, la chaîne électrochimique comprend :

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

### II.6.3.2 Elaboration des électrodes de travail

Les électrodes de travail sont élaborées à partir des trois lots, découpées sous forme cylindrique d'un diamètre de 6mm et d'une épaisseur de 10mm. L'extrémité de chaque échantillon est soudée à des fils électriques, le tout est enrobé à froid (figure II.12).

Avant chaque essai électrochimique, la surface de l'électrode de travail est soumise à un polissage mécanique sur disque de papier abrasif de granulométrie croissante allant de 280 à 1200. Ensuite elle est introduite immédiatement dans la cellule électrochimique.

### II.6.3.3 Technique utilisée : résistance de polarisation

Cette technique est utilisée pour la mesure de la vitesse absolue de corrosion, généralement exprimée en mm/an. C'est une technique très rapide qui ne dépasse pas dix minutes. Effectivement, c'est du au domaine rétréci de balayage (généralement  $\pm 25$  mV) par rapport au potentiel de corrosion  $E_{corr}$  [27]. Ce balayage permet de tracer la courbe  $E = f(I)$ , nous permettant de déterminer la résistance de polarisation  $R_p$  comme montrée dans la figure II.13.

L'intensité de courant de corrosion  $I_{corr}$  est donnée par la formule de STERN et GEARY [28] :

$$I_{corr} = \frac{\beta_a \beta_c}{2.3 (\beta_a + \beta_c)} \frac{\Delta I}{\Delta E}$$

Où :

$\beta_a, \beta_c$  : représentent respectivement les pentes anodiques et cathodiques de Tafel [V/décade].

$\Delta I$  : la variation de l'intensité de courant [ $\mu A$ ].

$\Delta E$  : la variation de potentiel [V].

La vitesse de corrosion est liée au courant de corrosion à travers l'équation suivante :

$$V_{\text{corr}} = \frac{0.13 I_{\text{corr}} \cdot (E.W)}{d}$$

Où :

$V_{\text{corr}}$  : vitesse de corrosion exprimée en milli-inches par ans [mpy] ;

E.W : poids équivalent de l'espèce corrodée [g] ;

d : densité de l'espèce corrodée [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ].

### II.6.3.4 Conduite des essais électrochimiques

Les expériences électrochimiques sont conduites à la température ambiante et à pression atmosphérique.

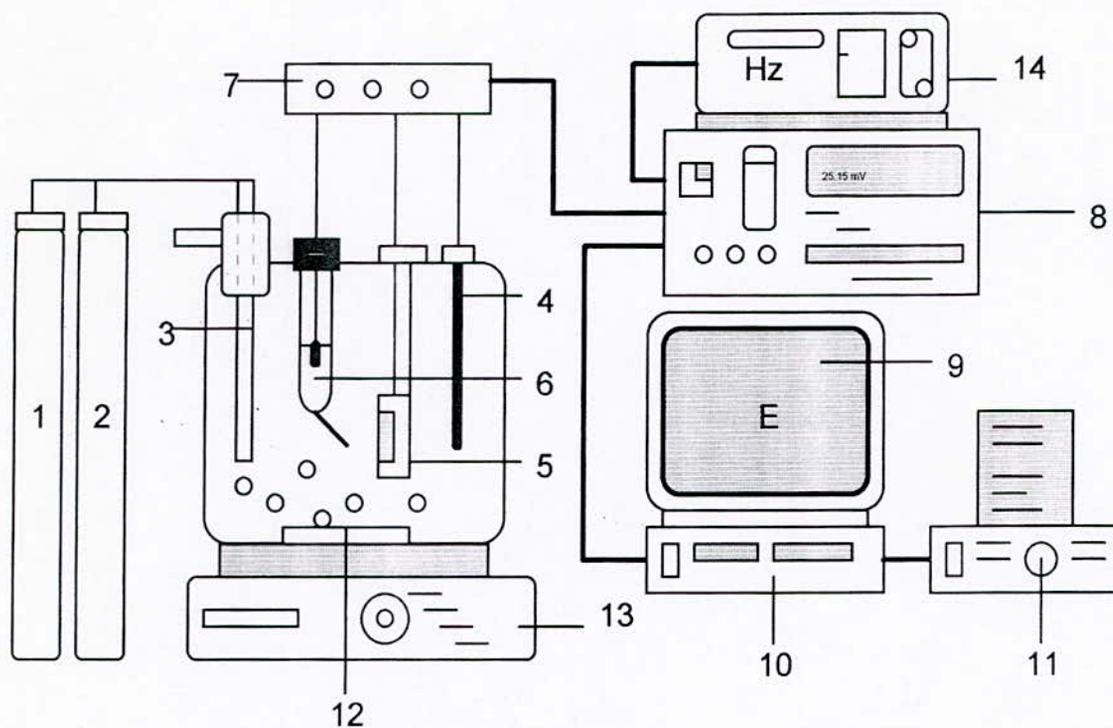
#### 1. Milieu réactionnel

Le milieu réactionnel retenu pour cette étude est une solution d'acide chlorhydrique à une concentration de 15%.

Avant chaque expérience, cette solution est désaérée par un barbotage d'azote avant l'immersion de l'électrode de travail et durant toute l'expérience.

#### 2. Paramètres fixés pour l'étude électrochimique

Domaine de potentiel (mV/ECS)	Vitesse de balayage (mV/S)	Surface active ( $\text{cm}^2$ )	Densité ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	Poids équivalent (g)
$\pm 20$	0.16	0.2827	7.7	25.3



- |                                    |                               |
|------------------------------------|-------------------------------|
| 1 - Bouteille d'azote.             | 8 - Potentiostat-Galvanostat. |
| 2 - Bouteille de CO <sub>2</sub> . | 9 - Ecran.                    |
| 3 - Barboteur.                     | 10 - Unité centrale.          |
| 4 - Electrode.                     | 11 - Imprimante.              |
| 5 - Electrode de travail.          | 12 - Barreau magnétique.      |
| 6 - Electrode de référence.        | 13 - Agitateur.               |
| 7 - Electromètre.                  | 14 - Analyseur de fréquence.  |

Figure II.11. Représentation simplifiée d'une chaîne de mesures électrochimiques.

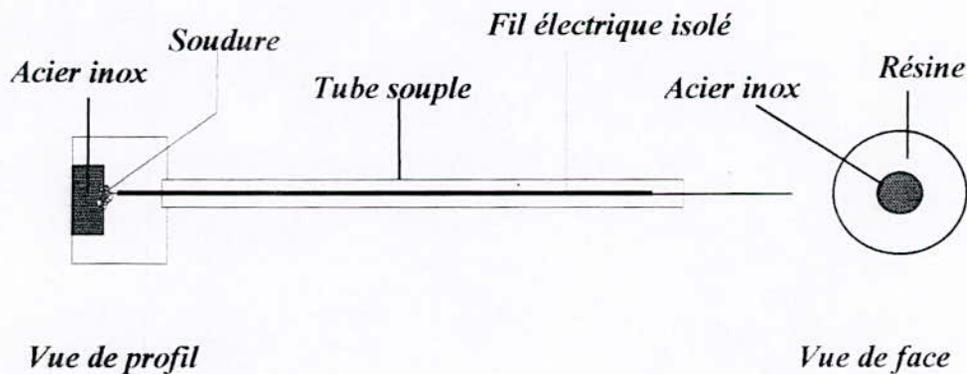
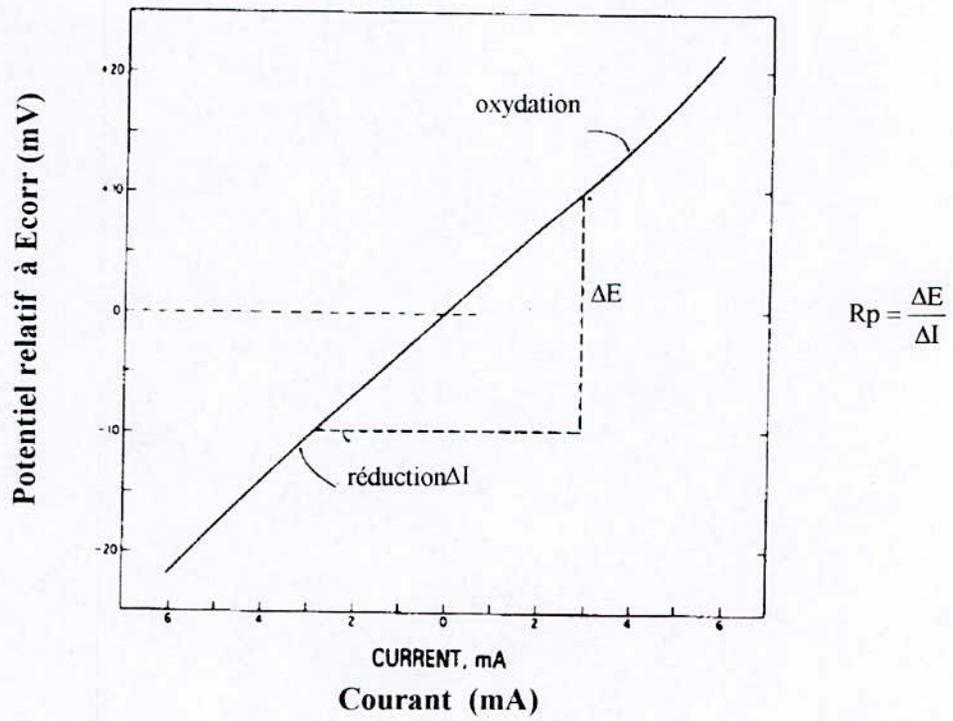


Figure II.12. Schéma représentatif d'une électrode de travail.



**Figure II.13.** Courbe de polarisation potentiodynamique utilisée pour déterminer la résistance de polarisation [27].

**CHAPITRE III**  
**RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS**

### III.1 Introduction

Les résultats des différentes investigations entreprises sur les tubings étudiés, à l'état de livraison et après traitements thermiques, sont reportés dans le présent chapitre avec leurs éventuelles interprétations.

Par soucis de clarté et d'allègement, certains résultats sont regroupés sous forme d'annexes (C et D) présentés en fin de rapport.

### III.2 Composition chimique des tubings

Le tableau III.1 présente le pourcentage d'azote dans les différents lots.

**Tableau III.1** Résultats de l'analyse d'azote.

Lots	VH <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (ml)	VNaOH (ml)	% N
1	10	9.68	0.0128
2	10	9.82	0.0072
3	10	9.90	0.0040

La composition chimique des trois lots est confinée dans le tableau III.2.

**Tableau III.2** Composition chimique.

Eléments	Lot n° 1	Lot n° 2	Lot n° 3
C	0.241	0.229	0.228
Si	0.213	0.279	0.208
Mn	0.708	0.709	0.743
P	0.00254	<0.00100	0.00447
S	<0.00100	<0.00100	<0.00100
Cr	13.05	13.07	13.14
Mo	0.0131	0.0134	0.0147
Ni	0.0471	0.0514	0.0546
Al	0.0163	0.0135	0.0199
Co	0.0109	0.0101	0.00653
Cu	0.0135	0.0122	0.0139
Nb	<0.00100	<0.00100	<0.00100
Ti	0.00307	0.00336	0.00307
V	0.116	0.108	0.0182
W	0.0119	0.0111	0.0119
Sn	<0.00100	<0.00100	<0.00100
As	<0.00100	<0.00100	0.00100
B	<0.00050	<0.00050	0.00050
Fe	85.49	85.43	85.48
N	0.0128	0.0072	0.0040

A partir de ces résultats, on constate que les tubings étudiés sont des tubings inoxydables à 13% de chrome présentant des écarts de concentration dans les éléments d'alliages, essentiellement dans les teneurs d'azote et de vanadium.

En comparant la composition chimique des trois lots avec celle donnée par la norme API 5CT (voir annexe B), on constate que ces tubings sont de grade L80 de type 13Cr.

### III.3 Résultats de l'étude métallographique

Cette partie est consacrée à la caractérisation microstructurale des tubings étudiés à l'état de livraison et après traitements thermiques.

#### III.3.1 à l'état de livraison

##### Lot n°1

**Figure III.1 :** échantillon n°1 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Martensite noire sous forme d'aiguilles répartie sur une matrice blanche, probablement de l'austénite résiduelle. Ce qui est confirmé par la micrographie représentant ce même échantillon attaqué par le réactif Kalling n°1 pendant 50 secondes (annexe C : figureC1).

##### Lot n°2

**Figure III.2 :** échantillon n°2 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique fine.  
- Plages blanches réparties différemment sur la structure probablement de l'austénite. Cette dernière est identifiée dans la micrographie représentant ce même échantillon attaqué par le réactif Kalling n°2 pendant 90 secondes (annexe C : figureC2).

##### Lot n°3

**Figure III.3 :** échantillon n°3 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique fine.  
- Austénite résiduelle.

#### III.3.2 Après traitements thermiques

##### III.3.2.1 Trempe à 1010°C

##### Lot n°1

**Figure III.4 :** échantillon n°1 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique en plaquettes. Cette structure est confirmée après attaque du même échantillon par le réactif Kalling n°1 pendant 50 secondes (annexe C : figure C3)

Lot n°2

**Figure III.5** : échantillon n°2 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique fine.
- Zones blanches, qui pourraient être de l'austénite résiduelle. Elle est identifiée par la suite dans la micrographie représentant ce même échantillon attaqué par le Kalling n°1 attaqué pendant 50 secondes (annexe C : figure C4).

Lot n°3

**Figure III.6** : échantillon n°3 attaqué avec le Kalling n°1 pendant 50 secondes.

- Martensite sous forme de plaquettes plus apparente que celle de l'échantillon du lot n° 2.

**III.3.2.2 Trempe à 1010°C et revenu à 300°C**

Lot n°1

**Figure III.7** : échantillon n°1 attaqué avec le Kalling n° 2 pendant 90 secondes.

- Structure martensitique fine en blanc. Cette structure est confirmée après attaque au Fry pendant 20 secondes (annexe C : figure C.5)
- Plages grises d'austénite résiduelle
- Carbures non attaqués en noire.

Lot n°2

**Figure III.8** : échantillon n°2 attaqué avec le Kalling n°2 pendant 90 secondes.

- Martensite en aiguilles.
- Austénite résiduelle.
- Petites zones non attaquées, probablement des carbures. La présence des carbures est confirmée par la micrographie représentant cet échantillon sans attaque (annexe C : figure C6).

Lot n°3

**Figure III.9** : échantillon n°3 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique fine.
- Austénite résiduelle.
- Carbures délimités. Leur présence est confirmée par la micrographie représentant cet échantillon sans attaque (annexe C : figure C7).

**III.3.2.3 Trempe à 1010°C et revenu à 650°C**

**Lot n°1**

**Figure III.10** : échantillon n°1 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Aiguilles de martensite.
- Austénite résiduelle.
- Carbures sous forme de zones délimitées.

**Lot n°2**

**Figure III.11** : échantillon n°2 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique.
- Présence importante de carbures. Ces derniers sont visibles dans la micrographie de cet échantillon non attaqué (annexe C : figure C.8)

**Lot n°3**

**Figure III.12** : échantillon n°3 attaqué avec le réactif Kalling n°2 pendant 90 secondes.

- Structure martensitique.
- Austénite résiduelle.
- Présence de zones non attaquées qui pourraient être des carbures. Cette présence est confirmée par la micrographie du même échantillon sans attaque (annexe C : figure C.9)

**III.3.2.4 Trempe à 860°C**

**Lot n°1**

**Figure III.13** : échantillon n°1 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique fine.
- Présence importante d'austénite résiduelle.

**Lot n°2**

**Figure III.14** : échantillon n°2 attaqué avec le réactif Fry pendant 20 secondes.

- Martensite noire dans une matrice d'austénite résiduelle.

**Lot n°3**

**Figure III.15** : échantillon n°3 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique fine.
- Carbures noirs délimités.

**III.3.2.5 Trempe à 860°C et revenu à 300°C**

**Lot n°1**

**Figure III.16** : échantillon n°1 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique fine.
- Présence d'austénite résiduelle.

**Lot n°2**

**Figure III.17** : échantillon n°2 attaqué avec le Kalling n°2 pendant 90 secondes.

- Structure martensitique dans une matrice d'austénite résiduelle.

**Lot n°3**

**Figure III.18** : échantillon n°3 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique fine.
- Austénite résiduelle.
- Carbures délimités.

**III.3.2.6 Trempe à 860°C et revenu à 650°C**

**Lot n°1**

**Figure III.19** : échantillon n°1 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique dans une matrice d'austénite résiduelle.
- Carbures noirs délimités.

**Lot n°2**

**Figure III.20** : échantillon n°2 attaqué avec le réactif Villela pendant 40 secondes.

- Structure martensitique dans une matrice d'austénite résiduelle.
- Carbures noirs délimités.

**Lot n°3**

**Figure III.21** : échantillon n°3 attaqué avec le réactif Kalling n°2 pendant 90 secondes.

- Structure martensitique fine.
- Austénite résiduelle.
- Zones non attaquées pouvant être des carbures. Ces derniers sont visibles dans la micrographie représentant cet échantillon sans attaque (annexe C : figure C.10).



G1000

Figure III.1. Microstructure de l'échantillon n°1 à l'état de livraison attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



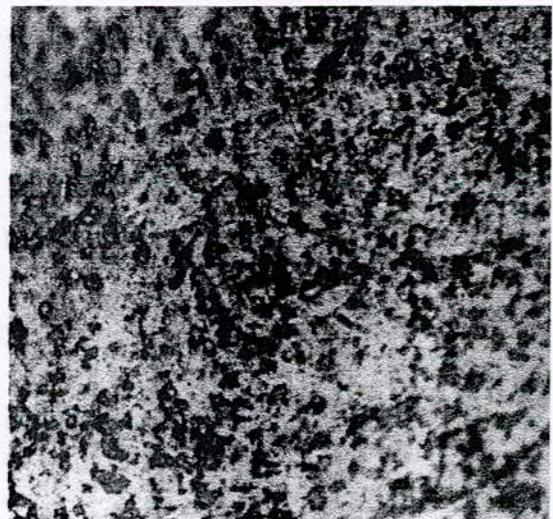
G500

Figure III.2. Microstructure de l'échantillon n°2 à l'état de livraison attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



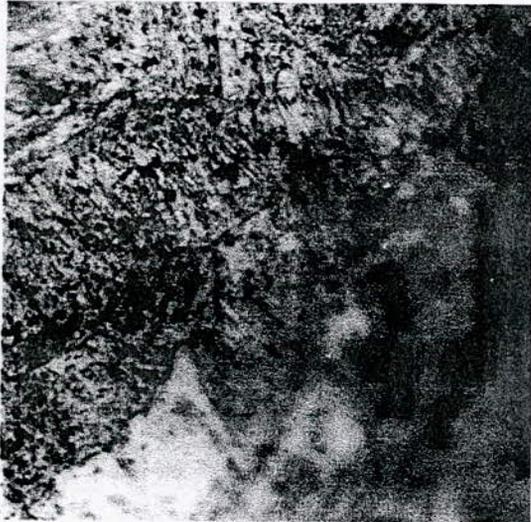
G1000

Figure III.3. Microstructure de l'échantillon n°3 à l'état de livraison attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



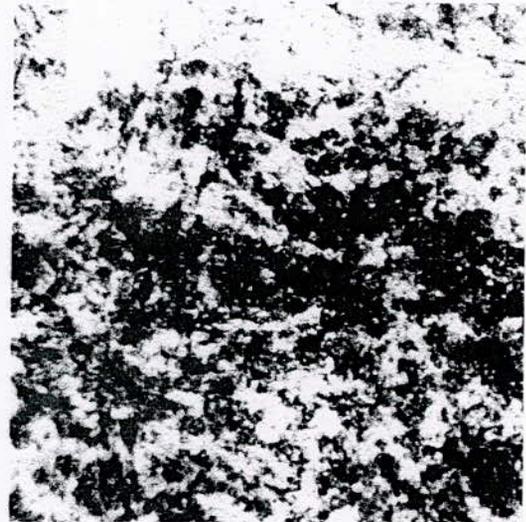
G1000

Figure III.4. Microstructure de l'échantillon n°1 après T1010 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



G1000

Figure III.5. Microstructure de l'échantillon n°2 après T1010 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



G1000

Figure III.6. Microstructure de l'échantillon n°3 après T1010 attaqué avec le Kalling n°1 pendant 50 secondes.



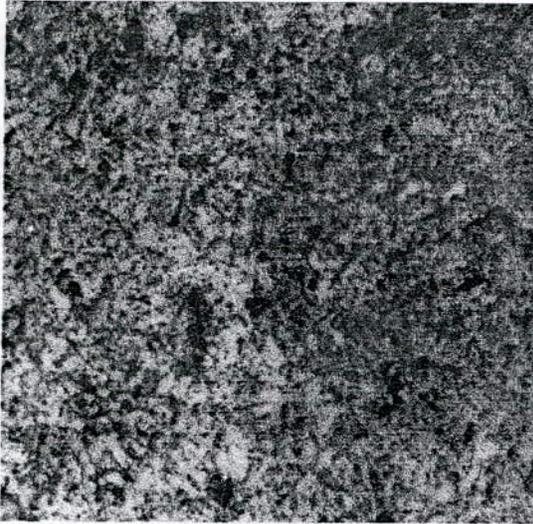
G1000

Figure III.7. Microstructure de l'échantillon n°1 après T1010 et R300 attaqué avec le Kalling n°2 pendant 90 secondes.



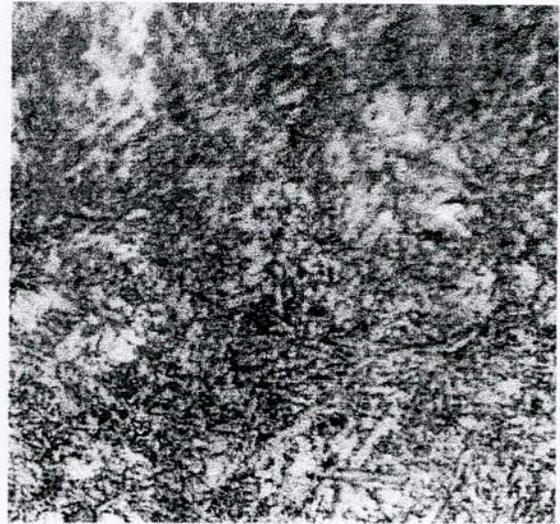
G1000

Figure III.8. Microstructure de l'échantillon n°2 après T1010 et R300 attaqué avec le Kalling n°2 pendant 90 secondes.



G500

Figure III.9. Microstructure de l'échantillon n°3 après T1010 et R300 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



G1000

Figure III.10. Microstructure de l'échantillon n°1 après T1010 et R650 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



G1000

Figure III.11. Microstructure de l'échantillon n°2 après T1010 et R650 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



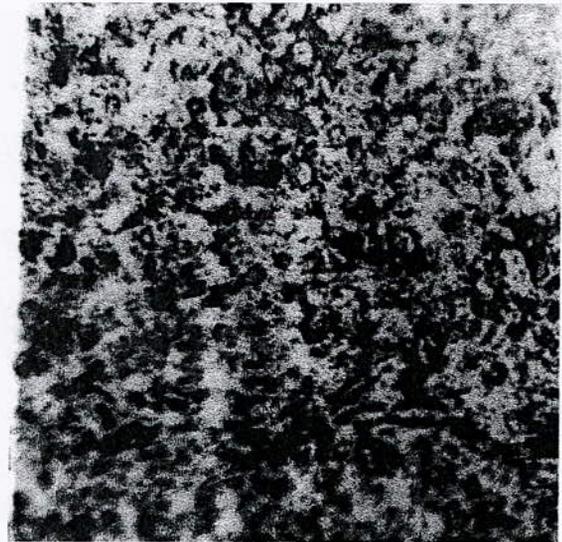
G1000

Figure III.12. Microstructure de l'échantillon n°3 après T1010 et R650 attaqué avec le Kalling n°2 pendant 40 secondes.



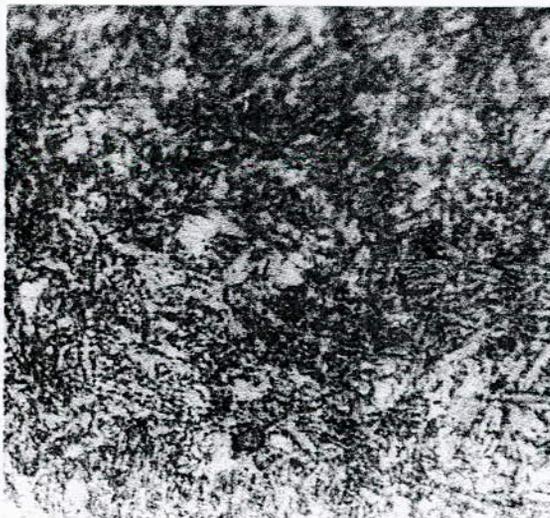
G500

Figure III.13. Microstructure de l'échantillon n°1 après T860 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



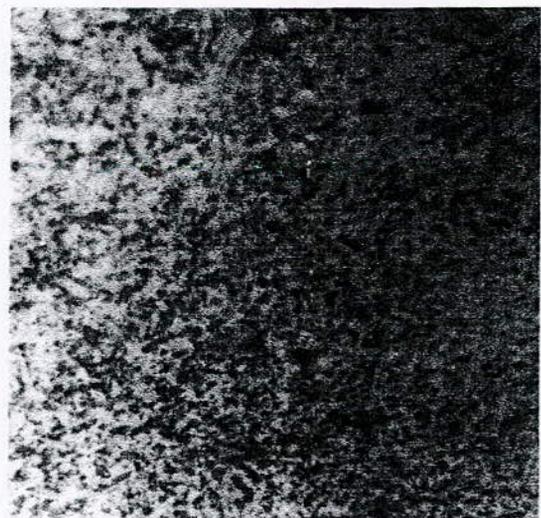
G1000

Figure III.14. Microstructure de l'échantillon n°2 après T860 attaqué avec le Fry pendant 20 secondes.



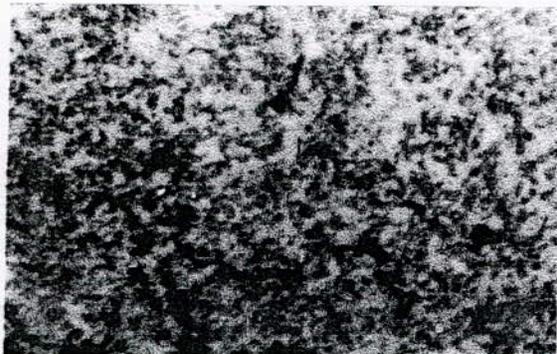
G1000

Figure III.15. Microstructure de l'échantillon n°3 après T860 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



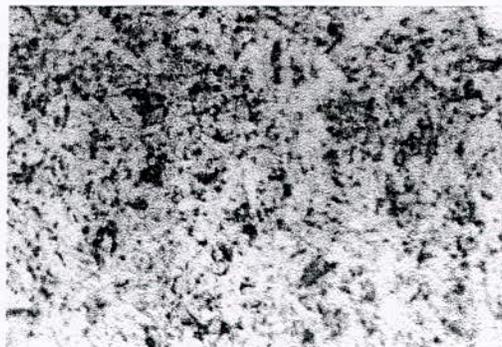
G500

Figure III.12. Microstructure de l'échantillon n°1 après T860 et R300 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



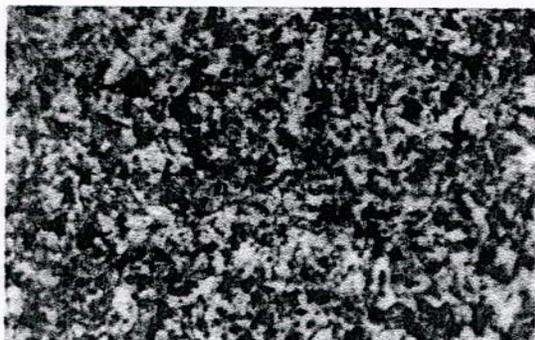
**G500**

**Figure III.17.** Microstructure de l'échantillon n°2 après T860 et R300 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



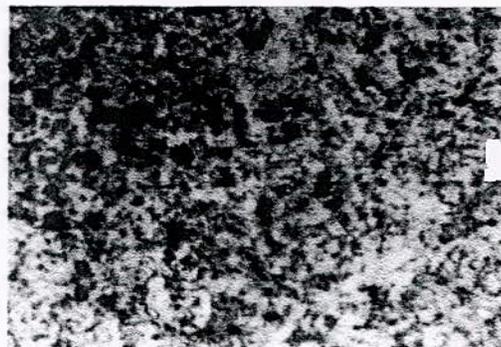
**G1000**

**Figure III.18.** Microstructure de l'échantillon n°3 après T860 et R300 attaqué avec le Kalling n°2 pendant 90 secondes.



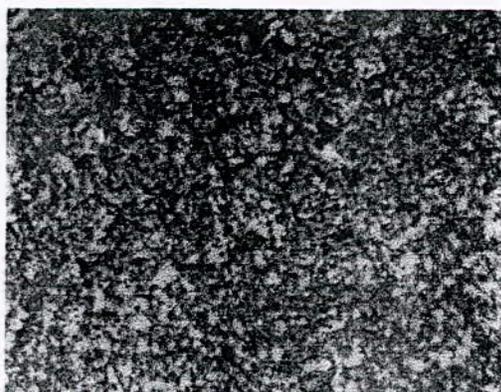
**G1000**

**Figure III.19.** Microstructure de l'échantillon n°1 après T860 et R650 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



**G1000**

**Figure III.20.** Microstructure de l'échantillon n°2 après T860 et R650 attaqué avec le Villela pendant 40 secondes.



**G500**

**Figure III.19.** Microstructure de l'échantillon n°3 après T860 et R650 attaqué avec le Kalling n°2 pendant 90 secondes.

**Constatations**

- Pour une trempe de 1010°C le taux de martensite est plus important que celui d'une trempe à 860°C. En effet, pour une température de 1010°C l'acier en question est mieux austénitisé que celui à la température de 860°C.
- Pour les deux températures de trempe (1010°C et 860°C), les carbures formés lors du revenu à 650°C sont plus importants et plus grossiers que ceux formés lors du revenu à 300°C

**III.4 Résultats des essais mécaniques****III.4.1 Essai de traction****1. A l'état de livraison**

Les figures III.22 et III.23, représentent respectivement les courbes conventionnelles de traction pour les éprouvettes des lots n°2 et n°3.

A cause du glissement survenu pendant l'essai, nous n'avons pas pu obtenir la courbe de traction de l'éprouvette du lot n°1, et du fait nous n'avons pas pu déterminer la limite élastique (Re) de cette éprouvette.

Le tableau III.3 résume les résultats de l'essai de traction pour les trois lots à l'état de livraison.

	<b>Lot n°1</b>	<b>Lot n°2</b>	<b>Lot n°3</b>
<b>Charge appliquée (daN/mm<sup>2</sup>)</b>	40000.00	40000.00	40000.00
<b>Fm (daN/mm<sup>2</sup>)</b>	22800.00	22300.00	29000.00
<b>S<sub>0</sub> (mm<sup>2</sup>)</b>	294.14	284.16	376.32
<b>Rm (MPa)</b>	775.14	784.77	770.62
<b>Re (MPa)</b>	-	694.44	687.36
<b>L<sub>0</sub> (mm)</b>	50.80	50.80	50.80
<b>L<sub>1</sub> (mm)</b>	64.15	64.00	64.05
<b>Δl (mm)</b>	13.35	14.80	13.25

Où :

**Fm** : charge maximale à la traction (daN/mm<sup>2</sup>).

**S<sub>0</sub>** : section initiale de l'éprouvette (mm<sup>2</sup>).

$Rm = \frac{Fm}{S_0} \times 10$  : résistance maximale à la traction (MPa).

**Re** : limite élastique (MPa).

**L<sub>0</sub>** : distance entre repères à l'état initial (mm).

**L<sub>1</sub>** : distance entre repères après rupture (mm).

**Δl** = l<sub>1</sub> - l<sub>0</sub> : allongement après rupture (mm).

## 2. Après trempe à 860°C et revenu à 650°C

Les courbes conventionnelles de traction des éprouvettes des lots n°2 et n°3, ayant subi un traitement de trempe à 860°C suivie d'un revenu à 650°C sont illustrées respectivement par les figures III.24 et III.25.

A cause du glissement, nous n'avons pas pu obtenir la courbe de traction de l'éprouvette du lot n°1, et du fait nous n'avons pas pu déterminer la limite élastique ( $R_e$ ) de cette éprouvette.

Le tableau III.4 résume les résultats de l'essai de traction pour les trois lots après traitement de trempe à 860°C et de revenu à 650°C.

	Lot n°1	Lot n°2	Lot n°3
Charge appliquée (daN/mm <sup>2</sup> )	40000.00	40000.00	40000.00
F <sub>m</sub> (daN/mm <sup>2</sup> )	22600.00	22200.00	27900.00
S <sub>0</sub> (mm <sup>2</sup> )	294.14	284.16	376.32
R <sub>m</sub> (MPa)	768.34	781.25	741.39
R <sub>e</sub> (MPa)	-	647.52	651.93
L <sub>0</sub> (mm)	50.80	50.80	50.80
L <sub>1</sub> (mm)	63.36	64.35	63.76
Δl (mm)	12.56	13.55	12.96

D'après la figure III.26 représentant les différentes valeurs de R<sub>m</sub> obtenus pour les trois lots, à l'état de livraison et après traitements thermiques ainsi que celle de la norme API 5CT, on constate que :

la résistance maximale à la traction à l'état de livraison pour les trois lots est légèrement supérieure à celle trouvée après traitement de trempe et de revenu. Cependant, dans les deux cas la résistance maximale à la traction pour les trois lots reste conforme à celle exigée par l'API 5CT.

Vu le problème de glissement rencontré avec le lot n°1, la figure III.27 représente seulement les valeurs de R<sub>e</sub> obtenues pour les lots 2 et 3 à l'état de livraison et après traitements thermiques. D'après cette figure on constate que :

- la limite élastique trouvée pour les deux lots à l'état de livraison est légèrement supérieure à la limite maximale exigée par l'API 5CT ( $R_{e_{max}} = 654.55$  MPa) ;
- la limite élastique trouvée pour les deux lots après traitement thermique est inférieure à celle obtenue à l'état de livraison et est conforme à celle exigée par l'API 5CT.

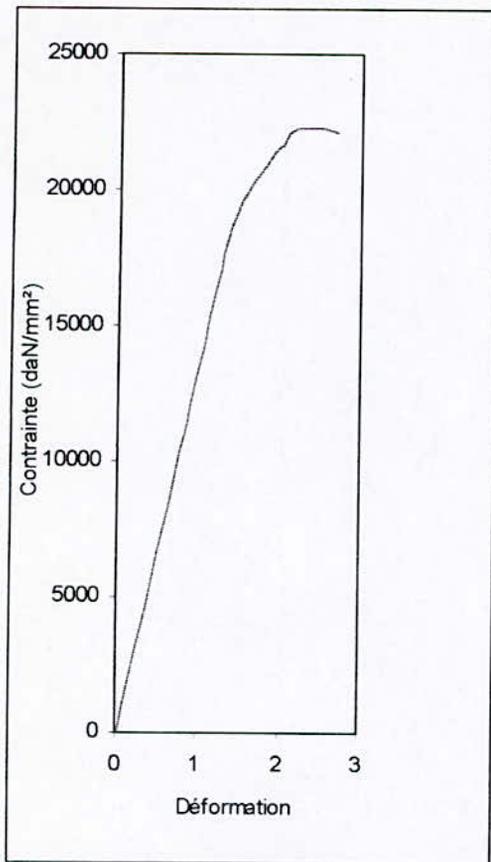


Figure III.22. Courbe conventionnelle de traction pour le lot n°2 à l'état de livraison

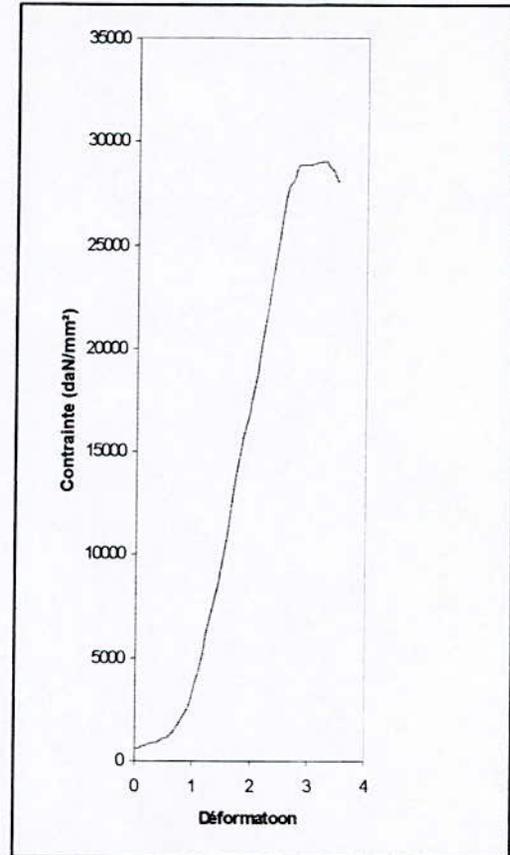


Figure III.23. Courbe conventionnelle de traction pour le lot n°3 à l'état de livraison.

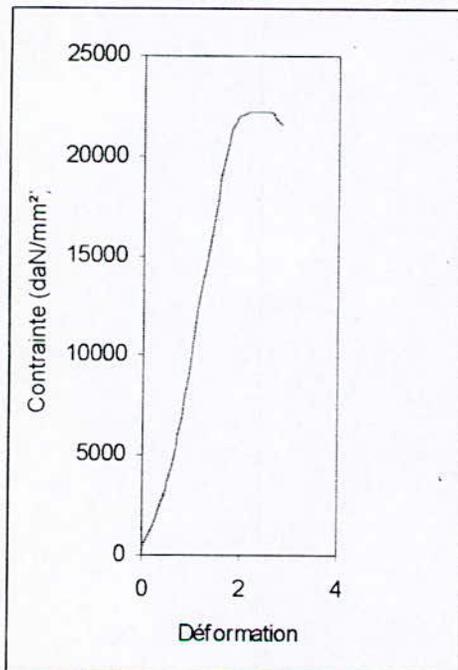


Figure III.24. Courbe conventionnelle de traction pour le lot n°2 après traitement de trempé à 860°C et revenu à 650°C.

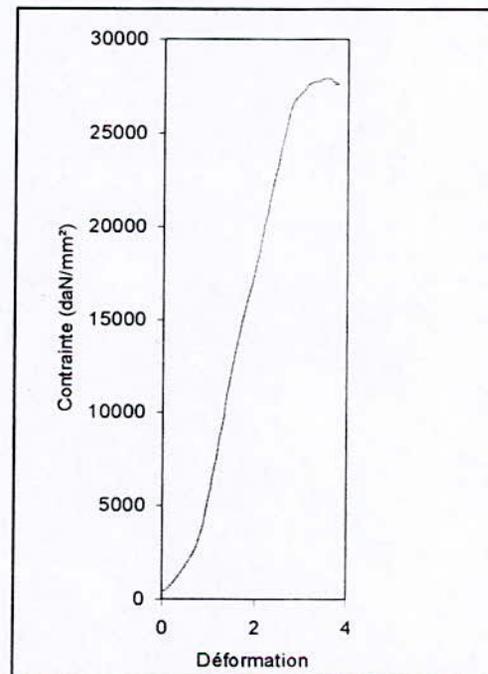


Figure III.25. Courbe conventionnelle de traction pour le lot n°3 après traitement de trempé à 860°C et revenu à 650°C.

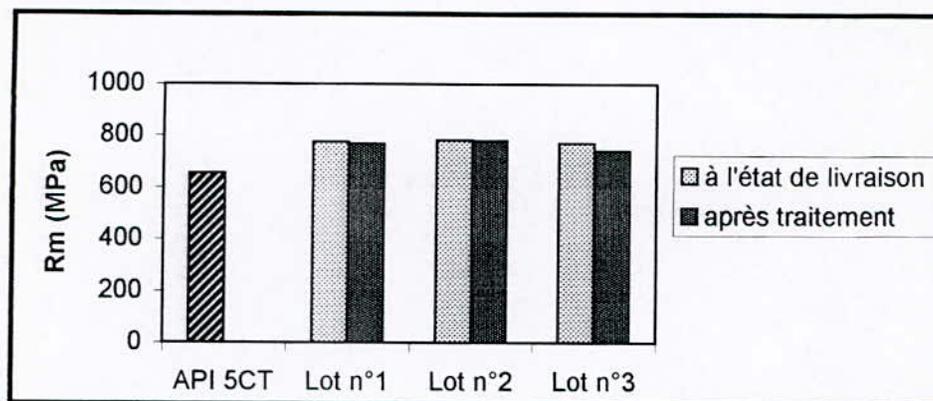


Figure III.26. Variation de Rm à l'état de livraison et après traitement de trempé à 860°C et revenu à 650°C.

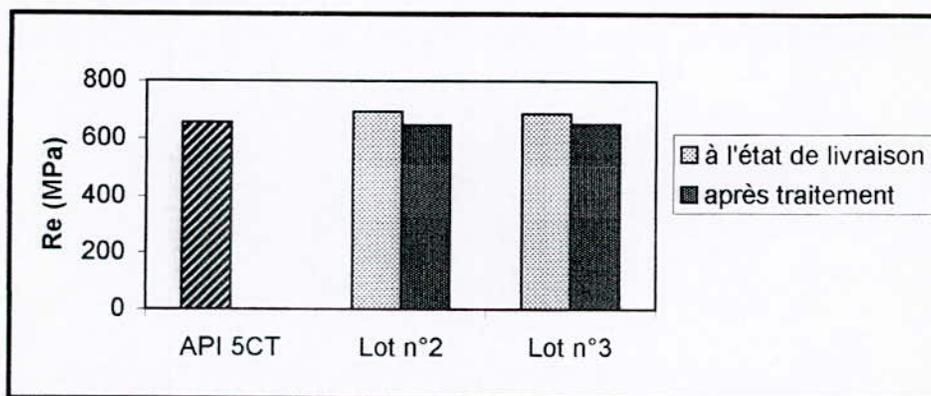


Figure III.27. Variation de Re à l'état de livraison et après traitement de trempé à 860°C et revenu à 650°C.

### III.4.2 Essai de résilience

Les résultats des essais de résilience des trois lots à l'état de livraison et après un traitement de trempe à 860°C, revenu à 650°C sont confinés respectivement dans les tableaux III.5, III.6.

#### 1. A l'état de livraison

**Tableau III.5.** Résultats des essais de résilience à l'état de livraison.

Echantillon		Energie absorbée (Joule)	Energie moyenne absorbée (Joule)
Lot n°	Eprouvette n°		
1	1	68	56.67
	2	50	
	3	52	
2	1	67	66.67
	2	68	
	3	65	
3	1	36	34.00
	2	34	
	3	32	

#### 2. Après traitement de trempe à 860°C et revenu à 650°C

**Tableau III.6.** Résultats des essais de résilience après trempe à 860°C et revenu à 650°C.

Echantillon		Energie absorbée (Joule)	Energie moyenne absorbée (Joule)
Lot n°	Eprouvette n°		
1	1	73	65.00
	2	46	
	3	76	
2	1	71	66.33
	2	70	
	3	58	
3	1	60	70.67
	2	82	
	3	70	

D'après la figure III.28 représentant les différentes valeurs de résilience obtenus pour les trois lots, à l'état de livraison et après traitements thermiques ainsi que celle de la norme API 5CT, on constate que :

- à l'état de livraison, la résilience des lots 1 et 2 est conforme à celle exigée par l'API 5CT (minimum 40.68 J), cependant celle du troisième lot est inférieure au minimum exigé par la norme ;

- après traitement de trempe à 860°C et revenu à 650°C, la résilience obtenue pour les trois lots est nettement supérieure à 40.68 Joules (minimum exigé par l'API 5CT).

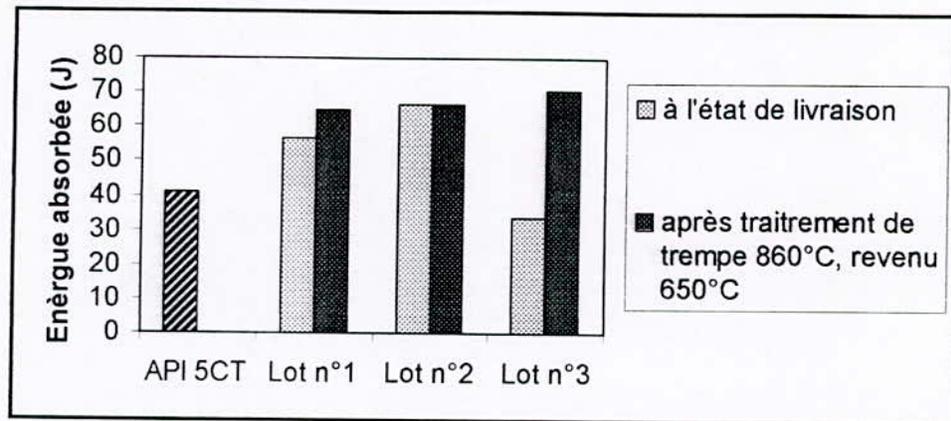


Figure n° III.28. Variation de la résilience à l'état de livraison et après traitement de trempe à 860°C et revenu à 650°C.

### III.4.3 Essai de dureté

Les tableaux III.7, III.8 représentent respectivement les résultats de dureté pour les trois lots à l'état de livraison et après divers traitements thermiques.

Pour des valeurs de HRC importantes le duromètre affiche automatiquement la conversion en HV.

**Tableau III.7. Résultats des essais de dureté à l'état de livraison**

Lot n°	HRC 1	HRC 2	HRC 3	HRC (moyenne)
1	16.0	14.6	13.8	14.8
2	16.1	15.4	13.5	15.0
3	10.7	9.7	7.2	9.2

**Tableau III.8.** Résultats des essais de dureté après traitements thermiques

Lots n°	Traitement effectué	Essai 1		Essai 2		Essai 3		Moyenne	
		HRC	HV	HRC	HV	HRC	HV	HRC	HV
1	Trempe 1010°C	48.7	493.8	50.7	523.5	50.9	526.5	50.1	514.6
	Trempe 1010°C + revenu 300°C	43.9	432.9	43.3	426.3	42.6	418.6	43.3	425.9
	Trempe 1010°C + revenu 650°C	21.9	247.5	21.0	243.0	21.4	245.0	21.4	245.2
	Trempe 860°C	29.0	294.0	31.9	318.0	31.6	314.8	30.8	308.9
	Trempe 860°C + revenu 300°C	27.9	285.3	27.2	280.4	28.6	290.8	27.9	285.5
	Trempe 860°C + revenu 650°C	14.4	–	14.7	–	14.9	–	14.7	–
2	Trempe 1010°C	48.3	488.2	49.8	510.0	50.7	523.5	49.6	507.2
	Trempe 1010°C + revenu 300°C	41.9	411.0	41.6	408.0	40.4	396.0	41.3	405.0
	Trempe 1010°C + revenu 650°C	22.5	251.0	22.7	252.2	21.7	246.5	22.3	249.9
	Trempe 860°C	49.0	498.0	47.7	480.1	46.8	468.4	47.8	482.2
	Trempe 860°C + revenu 300°C	33.6	332.4	32.4	321.6	33.2	328.8	33.1	327.6
	Trempe 860°C + revenu 650°C	26.8	277.6	24.8	264.8	24.1	260.6	25.2	267.7
3	Trempe 1010°C	48.8	495.2	50.4	519.0	50.1	514.8	49.8	509.7
	Trempe 1010°C + revenu 300°C	42.6	418.6	41.0	402.0	42.6	418.6	42.1	413.1
	Trempe 1010°C + revenu 650°C	18.6	–	19.0	–	18.3	–	18.6	–
	Trempe 860°C	37.3	367.7	37.1	363.9	36.8	361.2	37.1	364.3
	Trempe 860°C + revenu 300°C	31.0	310.0	29.5	298.0	31.9	318.0	30.8	308.8
	Trempe 860°C + revenu 650°C	10.2	–	11.3	–	9.4	–	10,3	–

D'après la figure III.29 illustrant la variation de la dureté HRC des différents lots à l'état de livraison et après traitements thermiques, on constate que pour chaque lot :

- la dureté obtenue à l'état de livraison est inférieure à la valeur maximale de dureté HRC exigée par l'API 5CT (dureté maximale = 23 HRC) ;
- la dureté atteint une valeur maximale pour une trempe de 1010°C. En effet, les micrographies obtenues après cette trempe présentent un taux de martensite plus élevé que les autres modes de traitements ;
- la dureté obtenue après un revenu de 300°C pour les deux températures de trempe est supérieure à celle exigée par la norme. Par contre, pour un revenu de 650°C la dureté baisse considérablement tout en respectant la valeur maximale exigée par la norme sauf pour la trempe à 860°C subie par l'échantillon du lot n°2 (dureté = 25.2 HRC).

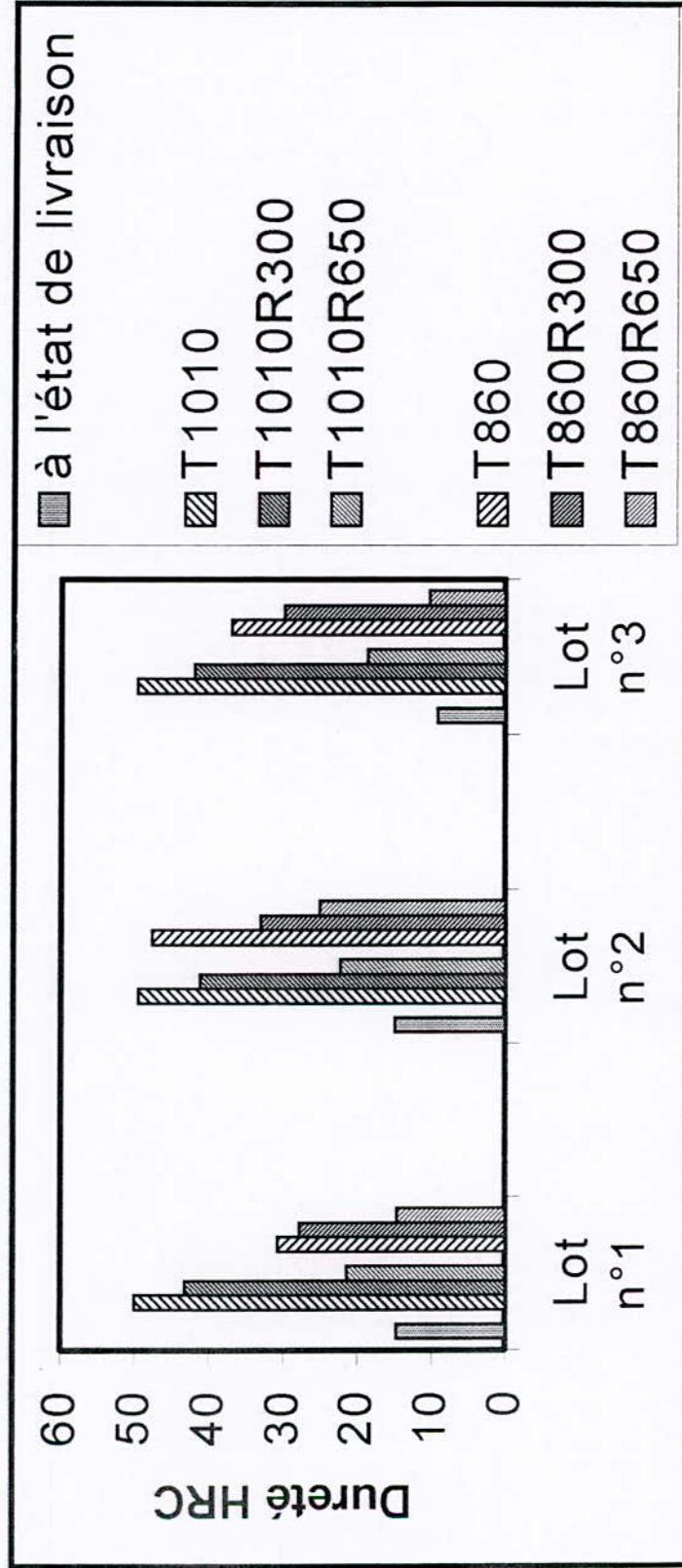


Figure III.29. Variation de HRC des différents lots à l'état de livraison et après traitements thermiques.

### **III.5 Résultats de l'étude électrochimique**

Les résultats électrochimiques sont obtenus après un seul essai de  $R_p$ , et restent à parfaire.

Avant le lancement de la technique de résistance de polarisation ( $R_p$ ), on doit d'abord s'assurer de la formation du film passif, pour cela on trace la courbe de stabilisation  $E = f(t)$  pour chaque échantillon à l'état de livraison et après traitements thermiques. A partir de ces courbes, on détermine les différents temps de stabilité pour chaque échantillon.

Les courbes  $E = f(t)$  ainsi que les temps de stabilité pour les différents échantillons sont illustrés dans l'annexe D.

Les figures de III.30 à III.44 représentent les courbes de polarisation à  $\pm 20$  mV autour du potentiel de corrosion obtenues pour les différents lots à l'état de livraison et après traitements thermiques.

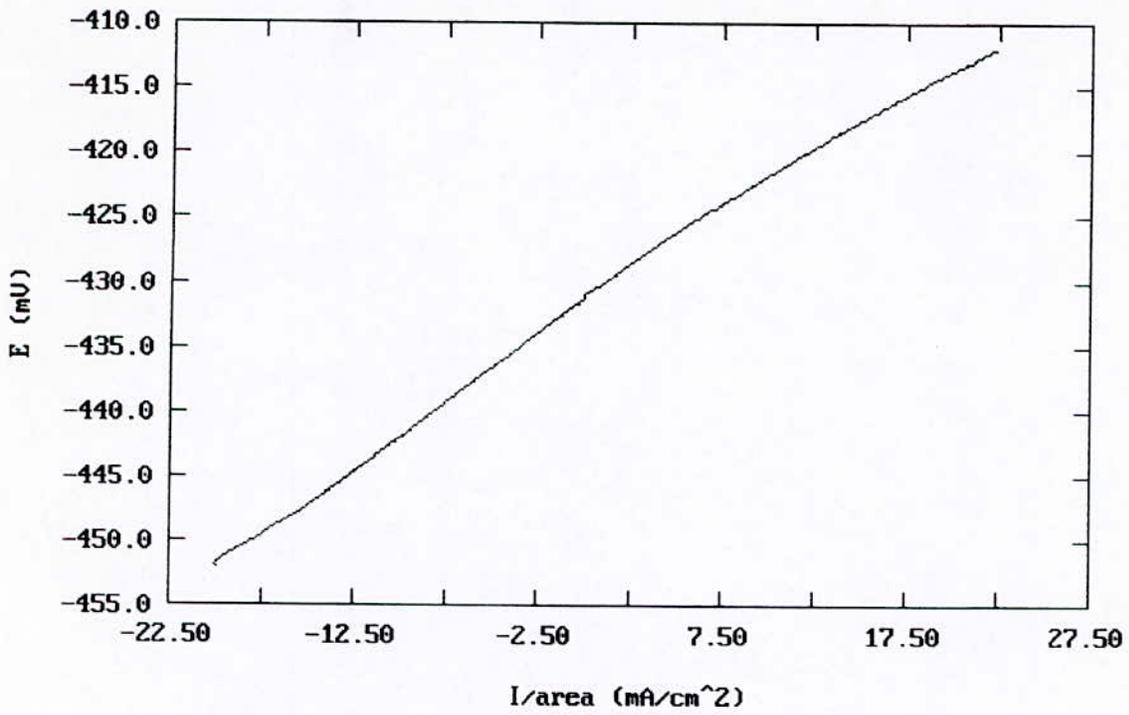


Figure III.30. Résistance de polarisation de l'échantillon n°1 à l'état de livraison immergé dans une solution à 15% HCl.

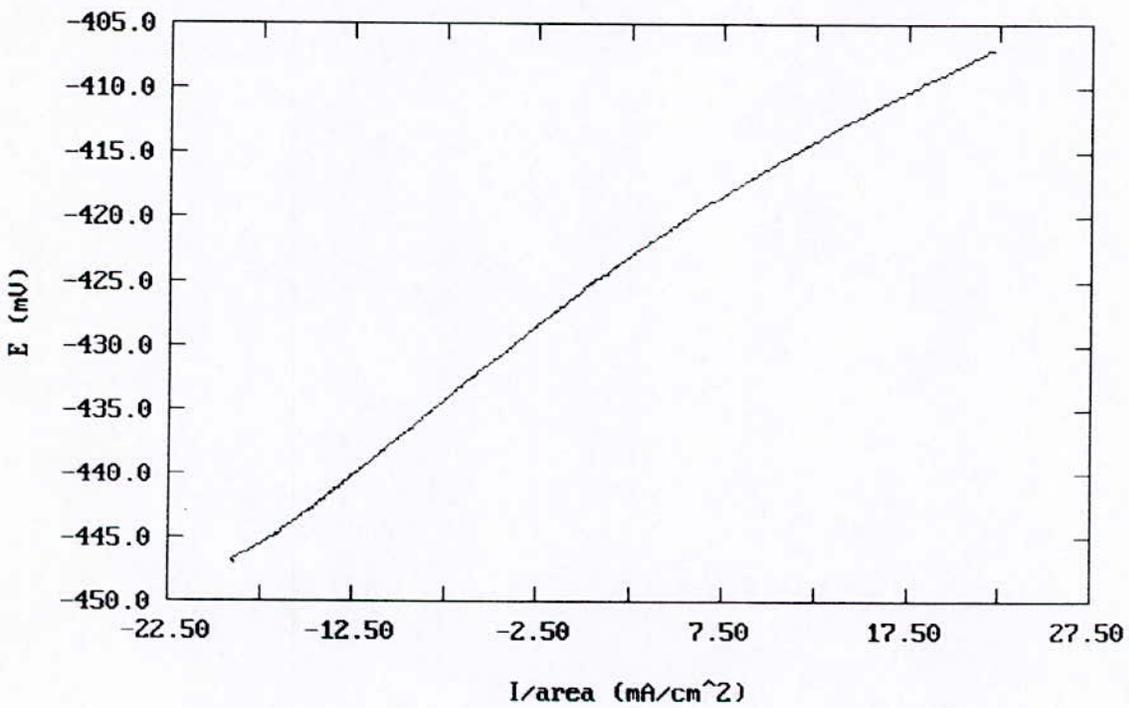


Figure III.31. Résistance de polarisation de l'échantillon n°1 après traitement de trempe à 1010°C et revenu à 650°C immergé dans une solution à 15% HCl.

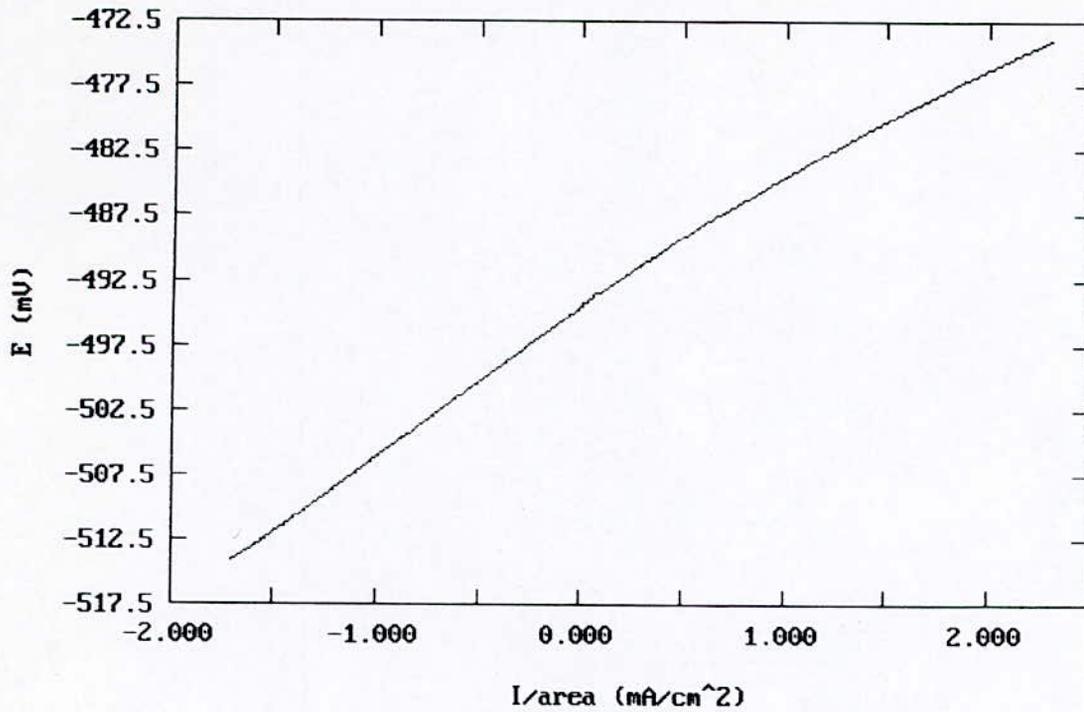


Figure III.32. Résistance de polarisation de l'échantillon n°1 après traitement de trempe à 1010°C et revenu à 300°C immergé dans une solution à 15% HCl.

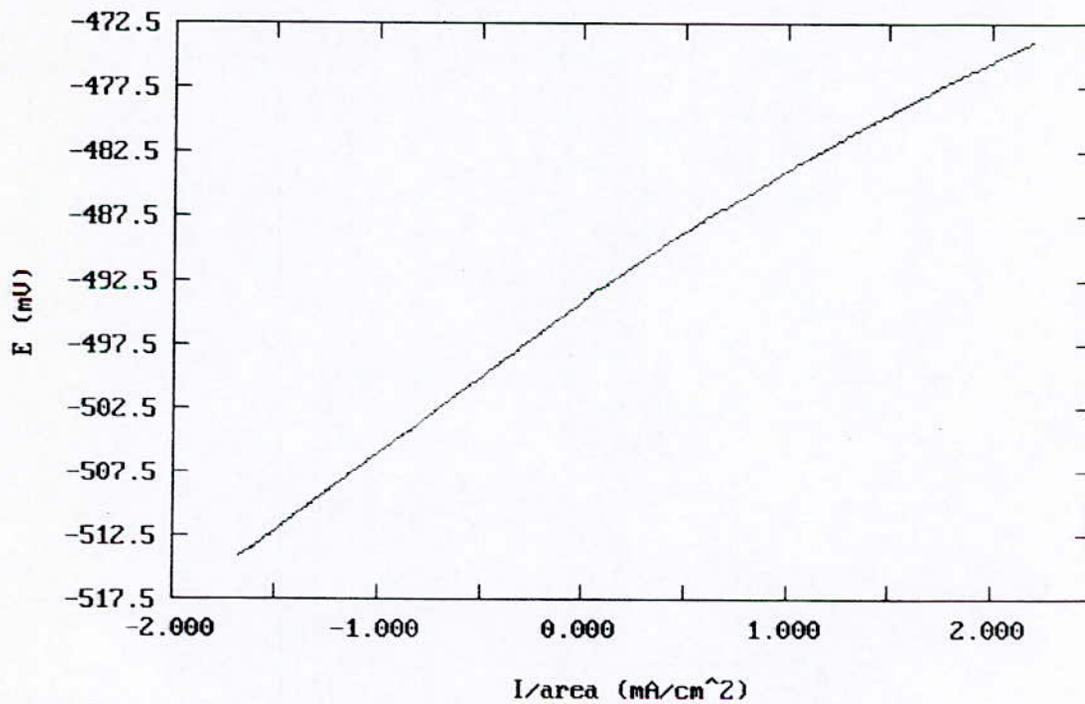


Figure III.33. Résistance de polarisation de l'échantillon n°1 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 650°C immergé dans une solution à 15% HCl.

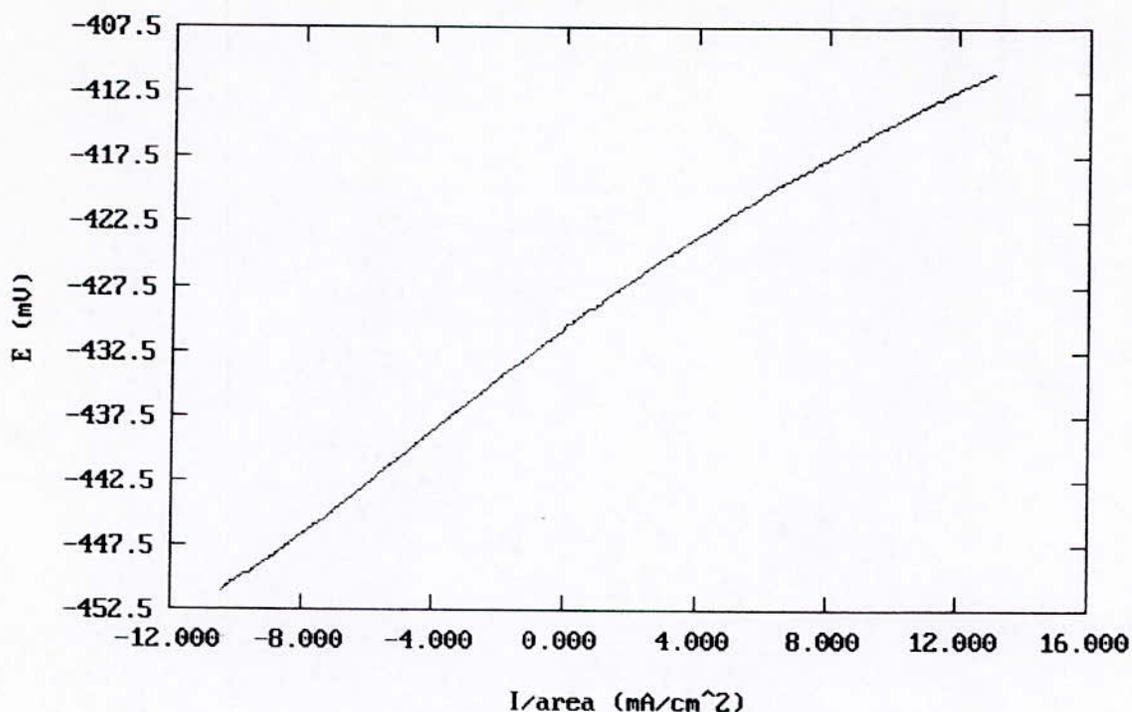


Figure III.34. Résistance de polarisation de l'échantillon n°1 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 300°C immergé dans une solution à 15% HCl.

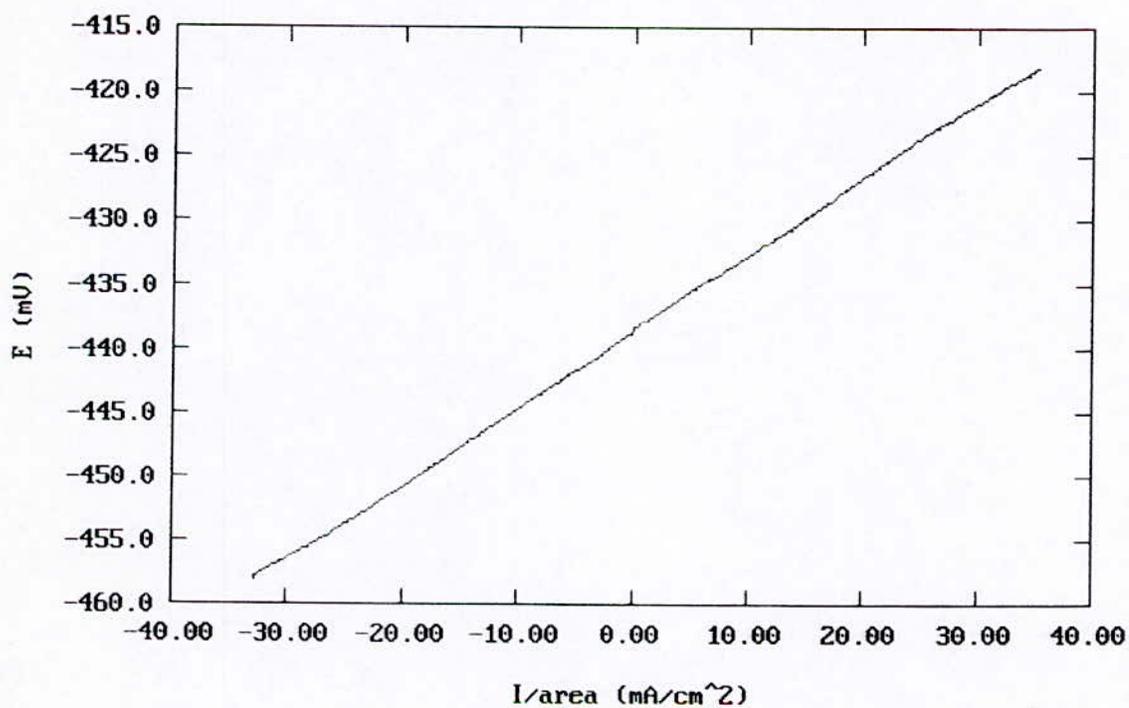


Figure III.35. Résistance de polarisation de l'échantillon n°2 à l'état de livraison immergé dans une solution à 15% HCl.

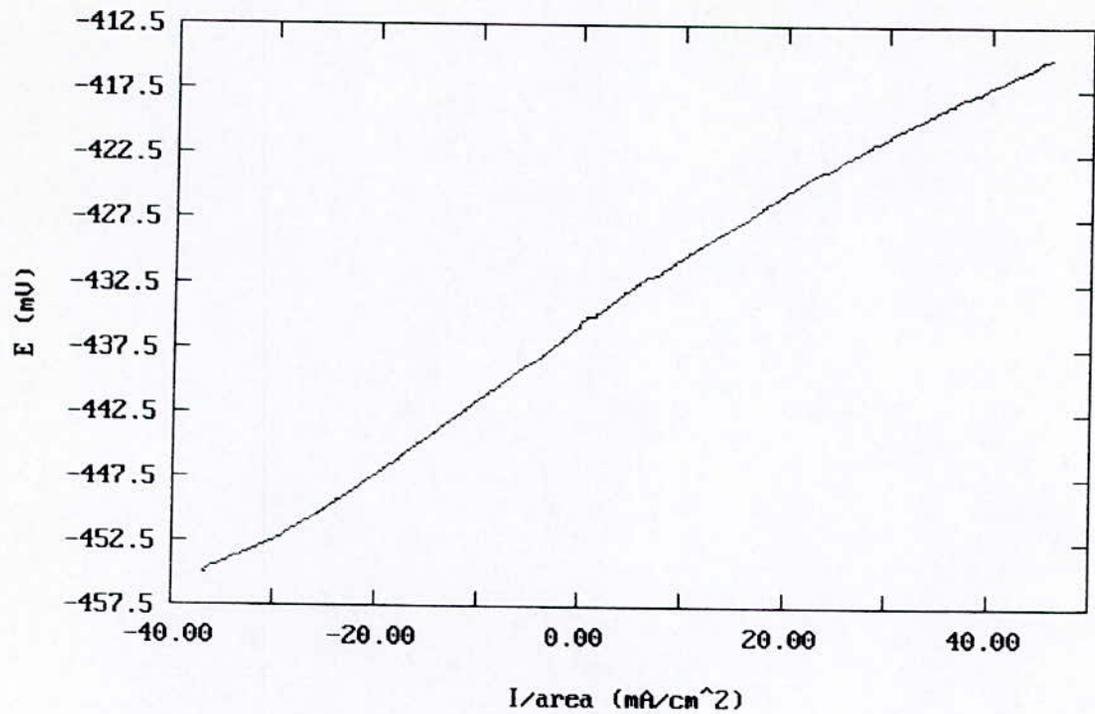


Figure III.36. Résistance de polarisation de l'échantillon n°2 après traitement de trempe à 1010°C et revenu à 650°C immergé dans une solution à 15% HCl.

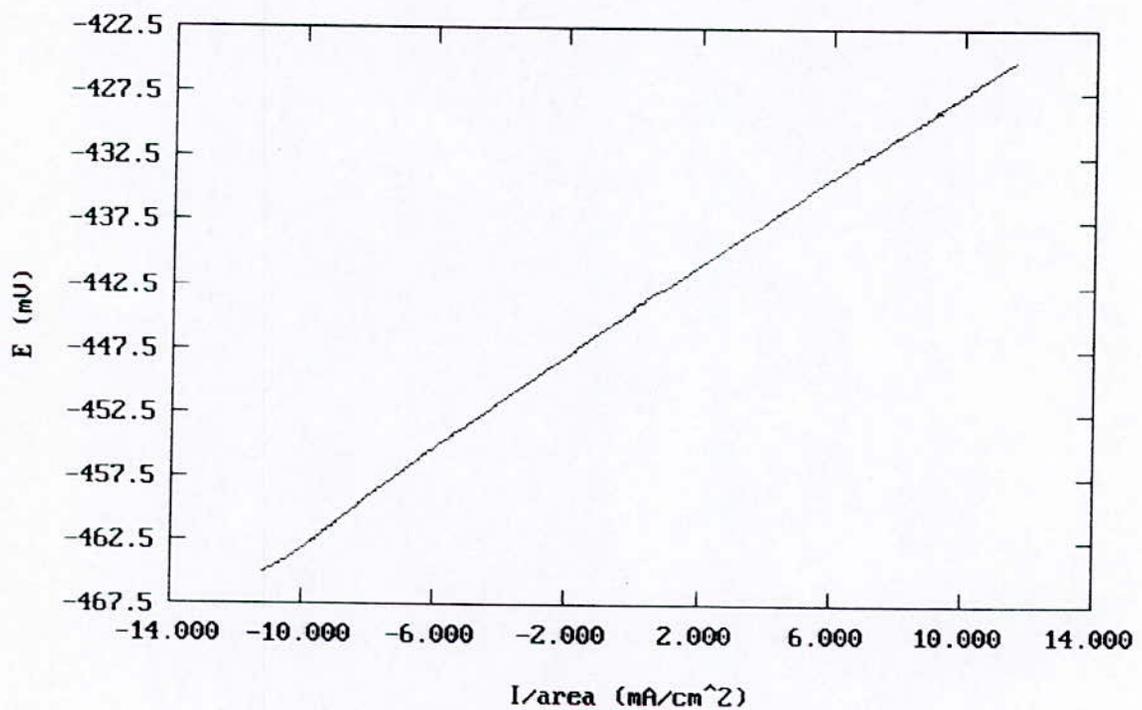


Figure III.37. Résistance de polarisation de l'échantillon n°2 après traitement de trempe à 1010°C et revenu à 300°C immergé dans une solution à 15% HCl.

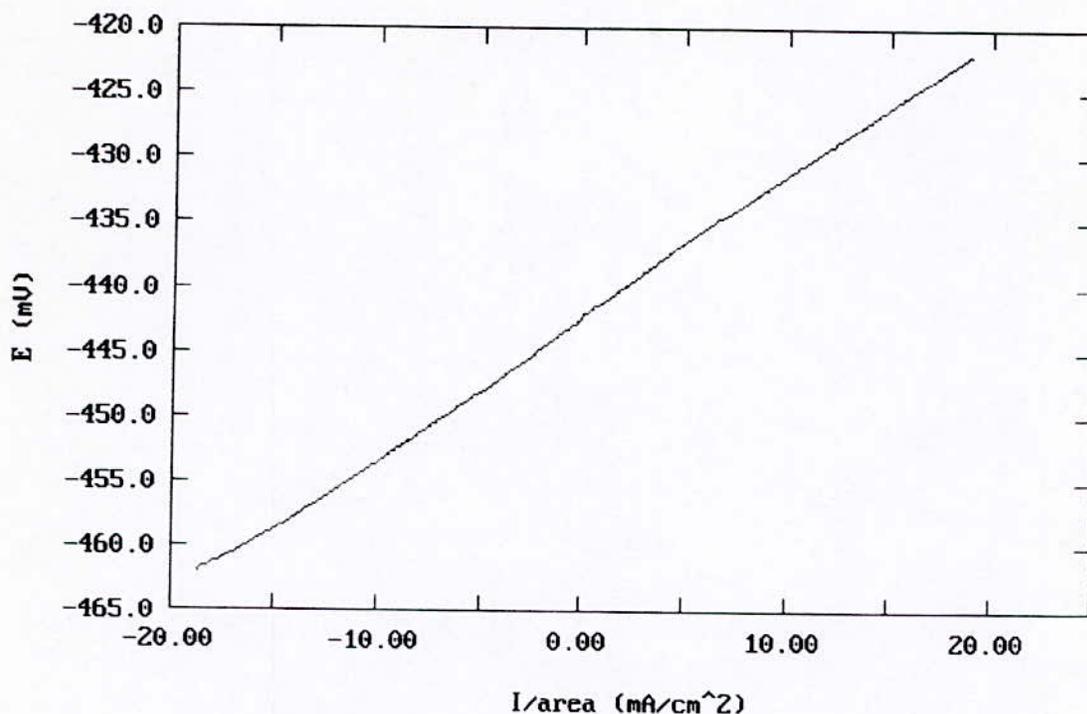


Figure III.38. Résistance de polarisation de l'échantillon n°2 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 650°C immergé dans une solution à 15% HCl.

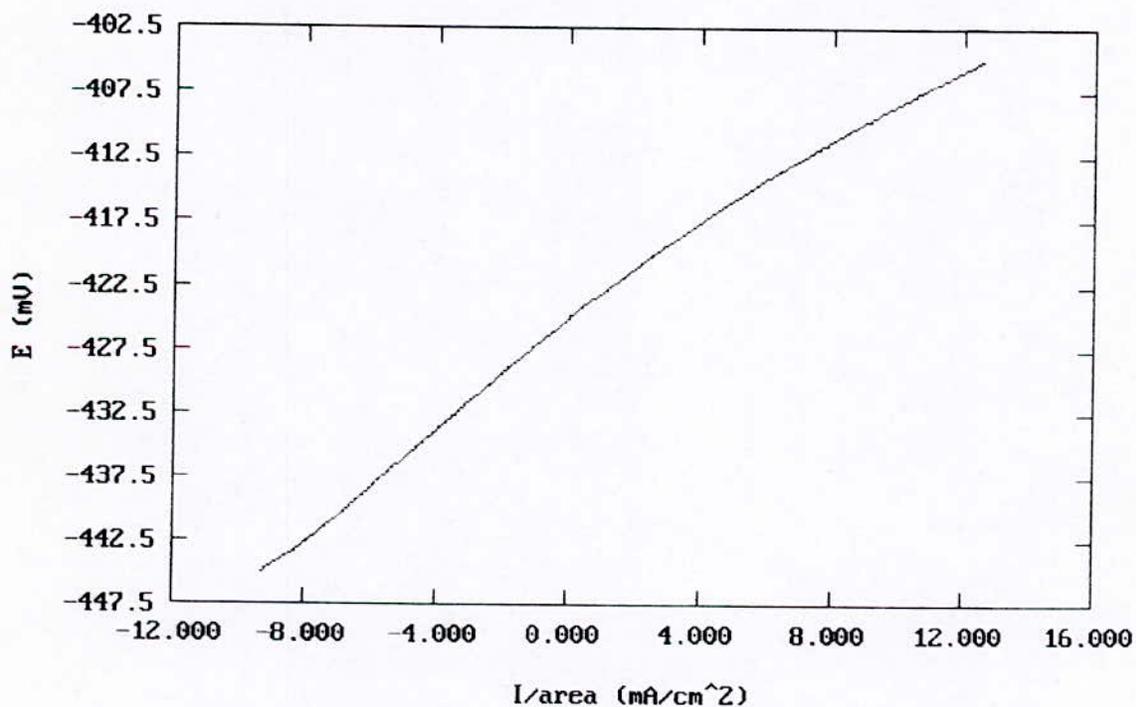


Figure III.39. Résistance de polarisation de l'échantillon n°2 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 300°C immergé dans une solution à 15% HCl.

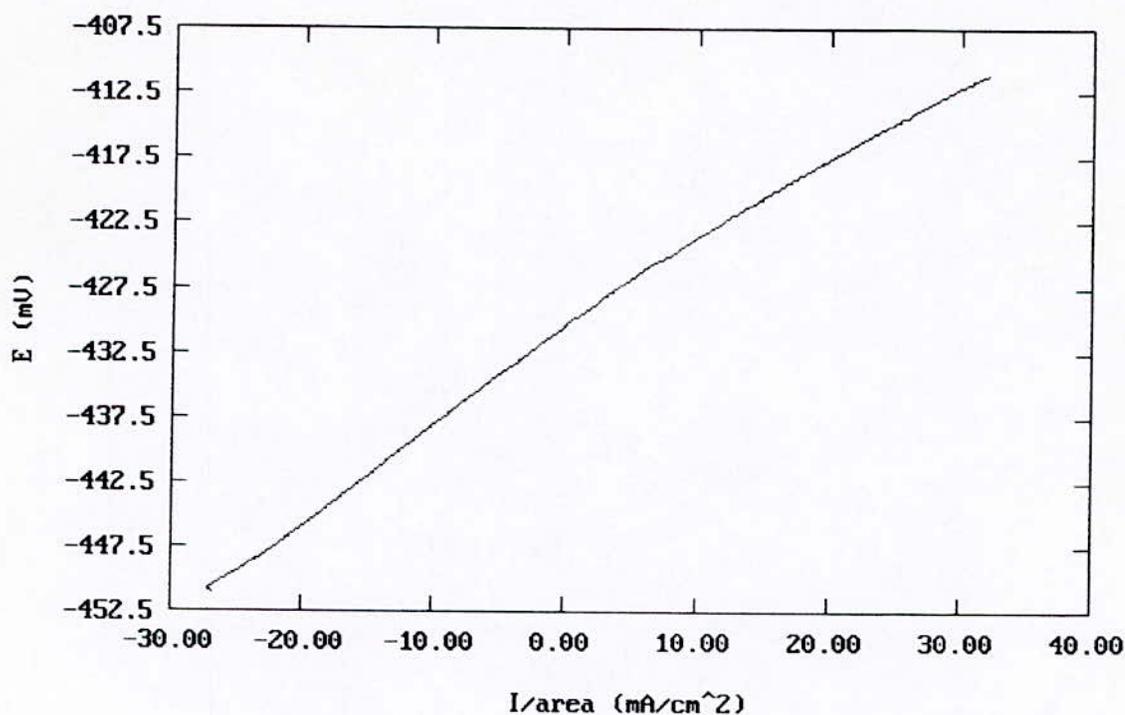


Figure III.40. Résistance de polarisation de l'échantillon n°3 à l'état de livraison immergé dans une solution à 15% HCl.

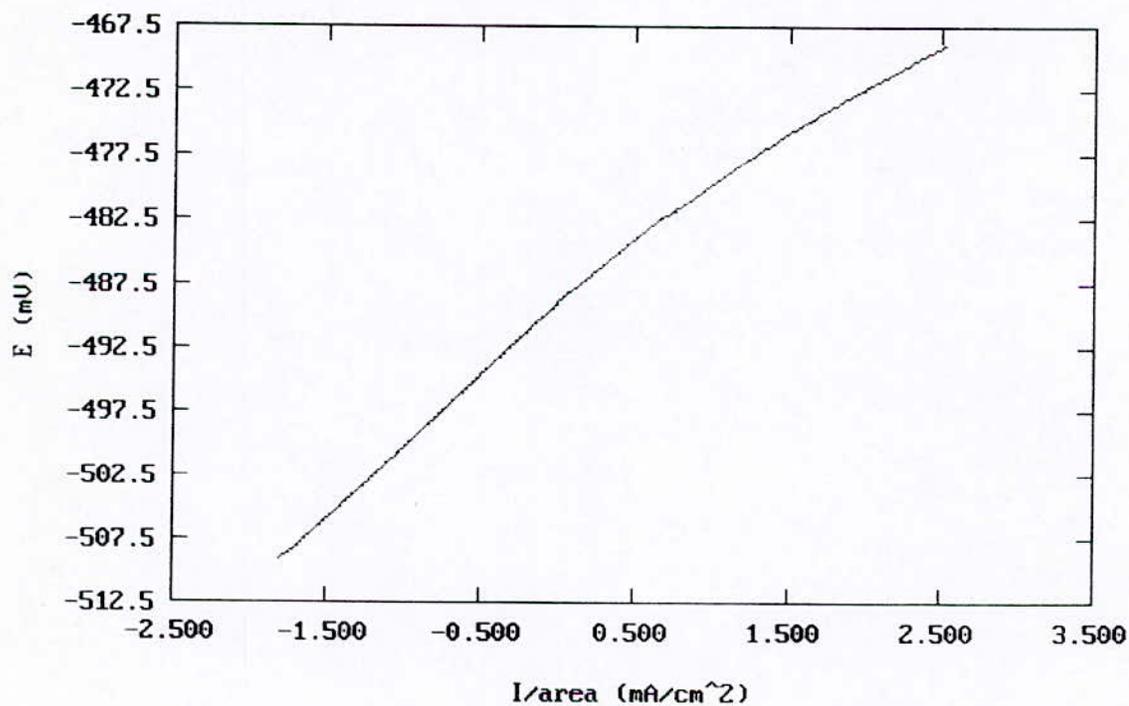


Figure III.41. Résistance de polarisation de l'échantillon n°3 après traitement de trempé à 1010°C et revenu à 650°C immergé dans une solution à 15% HCl.

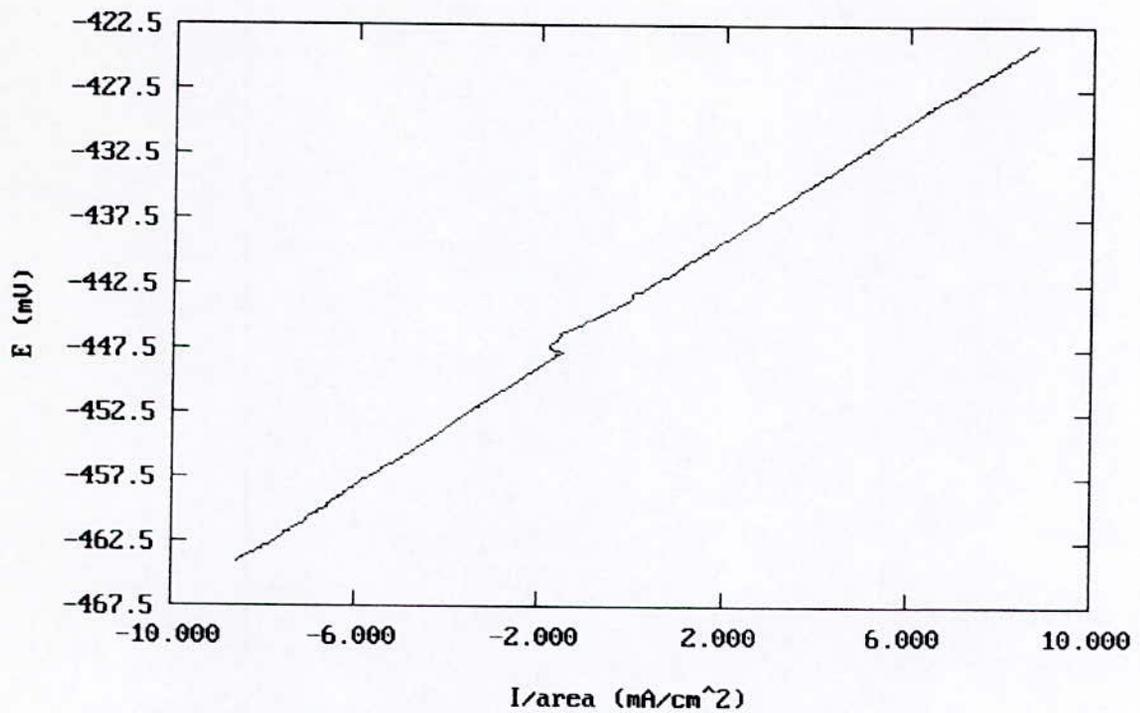


Figure III.42. Résistance de polarisation de l'échantillon n°3 après traitement de trempe à 1010°C et revenu à 300°C immergé dans une solution à 15% HCl.

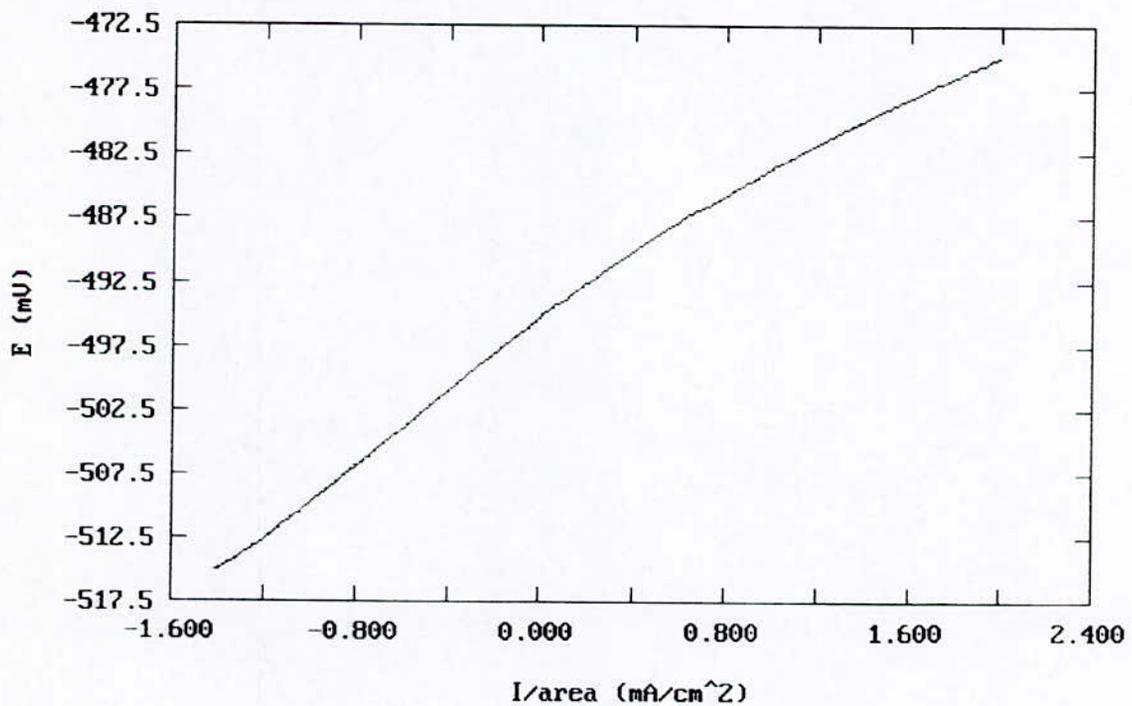


Figure III.43. Résistance de polarisation de l'échantillon n°3 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 650°C immergé dans une solution à 15% HCl.

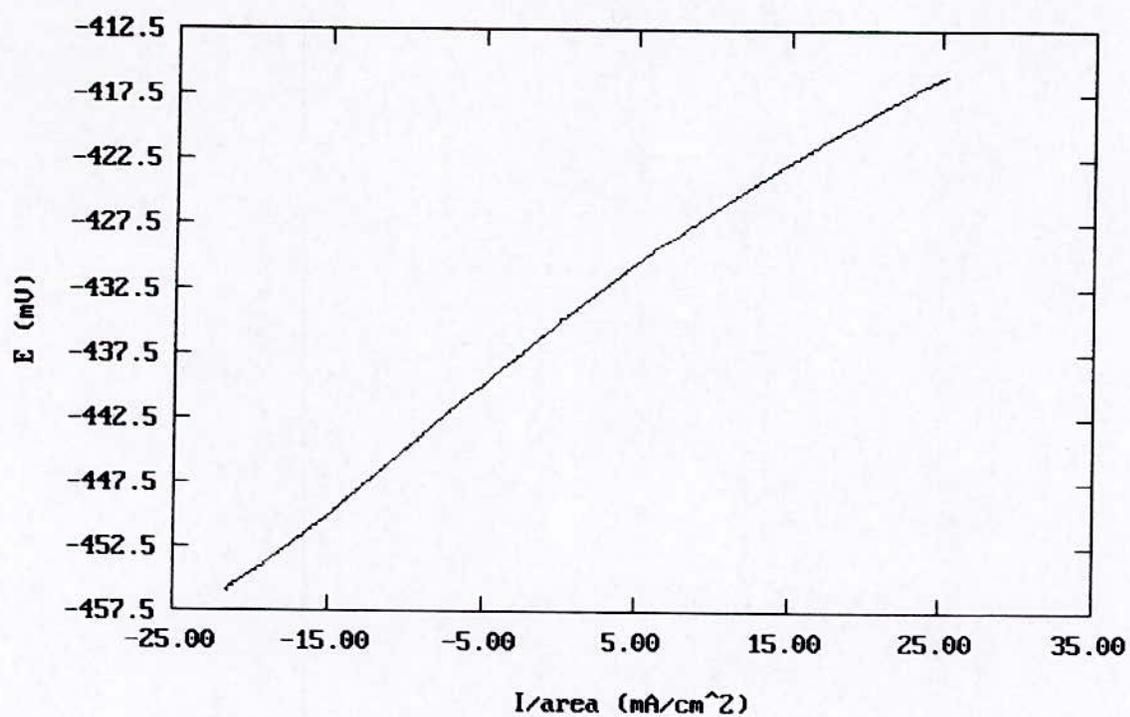


Figure III.44. Résistance de polarisation de l'échantillon n°3 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 300°C immergé dans une solution à 15% HCl.

Les tableaux III.9, III.10 représentent respectivement les paramètres électrochimiques des trois lots à l'état de livraison et après traitements thermiques. Ces paramètres sont calculés à partir des courbes à l'aide du logiciel M352.

**Tableau III.9.** Paramètres électrochimiques à l'état de livraison

Lot n°	Rp ( $\Omega$ )	$E_{(I=0)}$ (mV)	$i_{\text{corr}}$ (mA/cm <sup>2</sup> )	$V_{\text{corr}}$ (mm/an)	Corrélation (%)
1	3.455	- 431.900	22.230	238.800	99.830
2	2.116	- 438.700	36.300	389.800	99.990
3	2.452	- 431.300	31.330	336.500	99.790

**Tableau III.10.** Paramètres électrochimiques après traitements thermiques

Lots n°	Traitement effectué	Rp ( $\Omega$ )	$E_{(I=0)}$ (mV)	$i_{\text{corr}}$ (mA/cm <sup>2</sup> )	$V_{\text{corr}}$ (mm/an)	Corrélation (%)
1	Trempe 1010°C + revenu 650°C	3.560	- 426.700	21.560	259.900	99.620
	Trempe 1010°C + revenu 300°C	36.580	- 495.400	2.100	22.550	99.740
	Trempe 860°C + revenu 650°C	37.570	- 495.100	2.045	21.960	99.730
	Trempe 860°C + revenu 300°C	6.222	- 431.600	12.330	144.700	99.730
2	Trempe 1010°C + revenu 650°C	1.820	- 436.400	42.210	453.300	99.830
	Trempe 1010°C + revenu 300°C	6.246	- 444.800	12.300	132.100	99.960
	Trempe 860°C + revenu 650°C	3.857	- 442.300	19.920	213.900	99.980
	Trempe 860°C + revenu 300°C	6.720	- 426.200	11.420	134.000	99.610
3	Trempe 1010°C + revenu 650°C	34.200	- 490.300	2.246	24.120	99.550
	Trempe 1010°C + revenu 300°C	8.285	- 440.000	9.272	99.570	99.960
	Trempe 860°C + revenu 650°C	43.690	- 496.400	1.758	18.880	99.520
	Trempe 860°C + revenu 300°C	3.121	- 436.000	24.580	288.400	99.740

D'après la figure III.45 représentant la variation de la vitesse de corrosion à l'état de livraison et après traitements thermiques pour les trois lots, on constate que pour le :

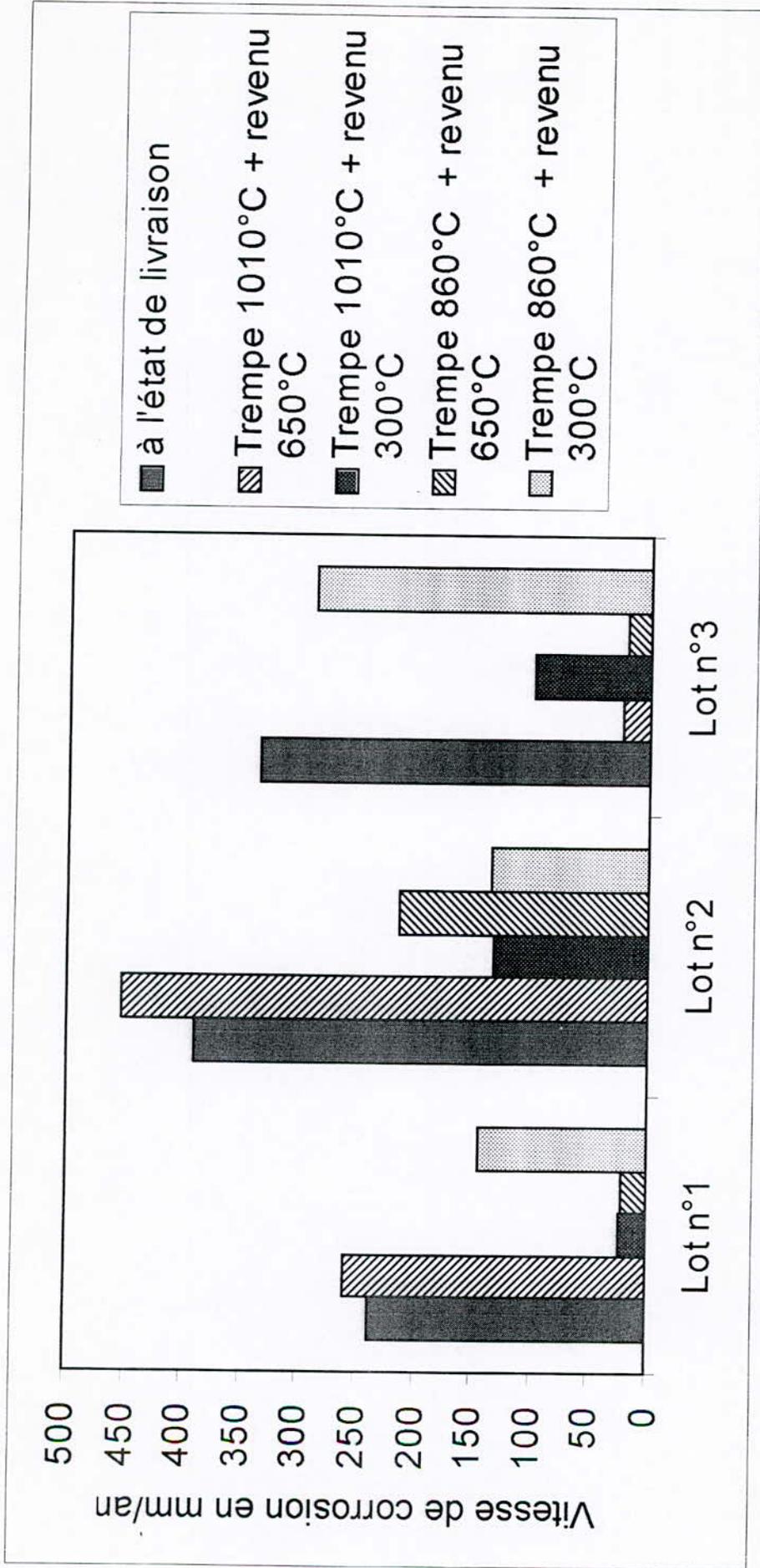


Figure III.45. Variation de la vitesse de corrosion à l'état de livraison et après traitements thermiques.

**Lot n°1**

- Comparer à l'état de livraison et mise à part le traitement de trempe à 1010°C et de revenu à 650°C, les trois autres traitements diminuent d'une manière considérable la vitesse de corrosion et en particulier les traitements de trempe à 860°C revenu à 650°C et trempe à 1010°C revenu à 300°C. Cependant ce dernier a donné une dureté très élevée (43.3 HRC).
- L'augmentation de la vitesse de corrosion survenue après un traitement de trempe à 1010°C revenu à 650°C est justifiée par la précipitation de carbures de type  $M_{23}C_6$  [3], illustrés sur la figure III.15. Cette précipitation de carbures provoque une dépassivation locale entraînant une corrosion par piqûres.

**Lot n°2**

- Idem que pour le lot n°1 sauf que cette fois-ci d'une part l'abaissement de la vitesse de corrosion est moins important, et d'autre part c'est le revenu à 300°C pour les deux modes de trempe qui donne un meilleur résultat.
- Vu la précipitation de carbures après un traitement de trempe à 1010°C revenu à 650°C, comme illustrés sur la figure III.18, on a une augmentation de la vitesse de corrosion.

**Lot n°3**

- L'abaissement de la vitesse de corrosion a eu lieu pour les quatre traitements. Cependant une chute considérable de la vitesse de corrosion est constatée dans le cas de revenu à 650°C pour les deux températures de trempe.
- La légère diminution de la vitesse de corrosion par rapport à l'état de livraison survenue après un traitement de trempe à 860°C revenu à 300°C est due au début d'apparition des carbures de type  $M_7C_3$  [3] (annexe C, figure C7).

# CONCLUSION GÉNÉRALE

## Conclusion générale

La caractérisation métallurgique et électrochimique des différents tubings à l'état de livraison et après traitements thermiques nous a permis en premier lieu d'inspecter les produits livrés par SUMITOMO METALS et d'évaluer en second lieu les améliorations apportées à ces tubings par les différents traitements thermiques effectués.

De point de vue propriétés mécaniques, les tubings étudiés ont présenté certaines insuffisances à l'état de livraison, cependant après avoir subi les différents traitements thermiques ces propriétés se sont améliorées et sont devenues conformes aux exigences de la norme API 5CT.

A l'état de livraison, la vitesse de corrosion du lot n°1 est nettement inférieure à celle du lot n°2, ce qui peut s'expliquer par le taux élevé de l'azote dans le lot n°1 par rapport au lot n°2, au fait, la vitesse de corrosion diminue avec l'augmentation du taux d'azote. Cependant, nous n'avons pas pu expliquer la diminution de la vitesse de corrosion du lot n°3 malgré la teneur faible en azote de ce lot.

Après traitements thermiques, en combinant les caractéristiques mécaniques et électrochimiques des trois lots nous avons dégagé le traitement de trempe à 860°C, revenu à 650°C comme étant le traitement qui donne les meilleurs résultats

Au vu de cette étude, nous estimons qu'il est utile de compléter cette étude par les investigations suivantes.

- Vu qu'on a effectué un seul essai de corrosion, la reproductibilité de nos résultats reste à parfaire par d'autres essais dans les mêmes conditions de travail.
- Essayer de faire un traitement de trempe étagée suivie d'un revenu pour mieux contrôler les changements structuraux des tubings en question.

## ANNEXE A

**Caractéristiques techniques du four sous vide [Pour une exécution avec surpression de 0.5 bar (pression absolue de 1.5 bar)]**

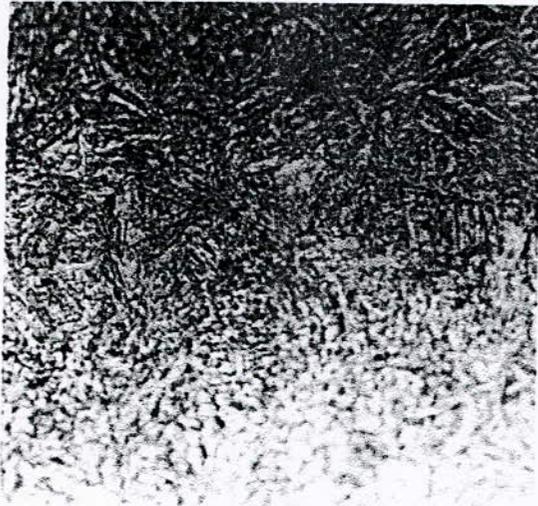
Température maximale admissible de la chambre de chauffe :	320°C.
Plage de service :	500 à 1300°C.
Chauffage : (éléments chauffants en graphite)	électrique
Pression de service :	env. 0.1 mbar.
Vide pouvant être obtenu : (chambre froide, propre, vide)	0.01 mbar.
Tension raccordée (pour le chauffage et les moteurs)	350 V, 50 Hz.
Tension de commande :	220 V, 50 Hz.
Puissance électrique installée (KVA) :	
Chambre de chauffe	100 kW.
Bain d'huile	12 kW.
Moteurs	30 kW.
<del>Besoin en eau de refroidissement pour un refroidissement rapide.</del>	
Max.	0.12 m <sup>3</sup> /mn.
Normal env.	0.02 m <sup>3</sup> /mn.
Besoin en azote par cycle :	7.3 m <sup>3</sup> .
Dimensions extérieures du panier de charge	
Largeur	600 mm.
Hauteur	500 mm.
Profondeur	900 mm.
Contenance du bain d'huile :	2600 litres.
Poids de l'installation net (sans huile)	12940 kg.

## ANNEXE B

**Tableau B.1.** Composition chimique d'un tubing de grade L80 type 13 Cr [26].

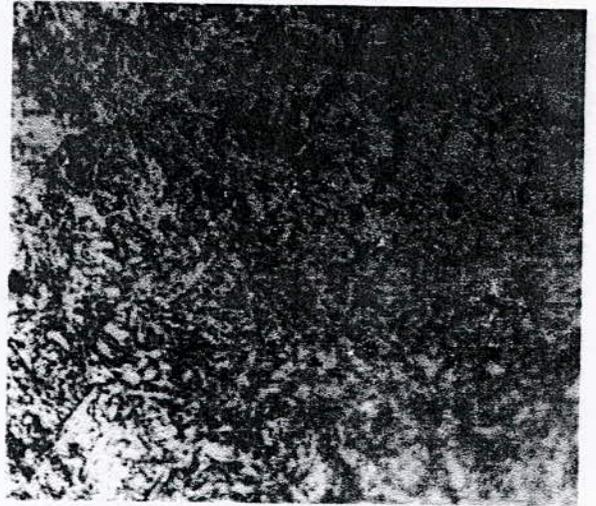
C	Mn		Mo		Cr		Ni	Cu	P	S	Si
	Max	Min	Max	Min	Max	Min					
0.150	0.220	0.250	1.000	—	—	12.000	14.000	Max	0.020	Max	0.010
								0.250			1.000
											Max
											1.000

## ANNEXE C



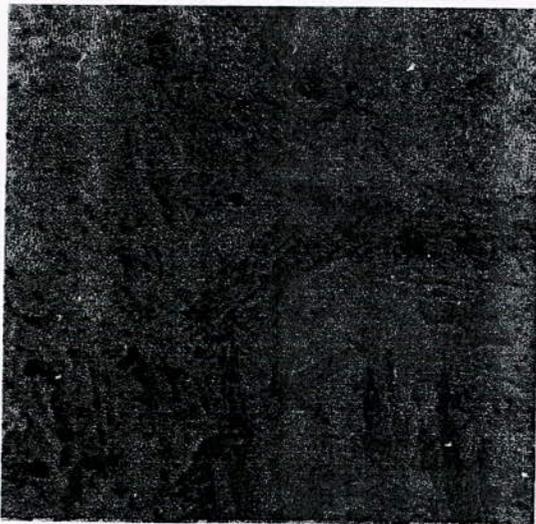
**G1000**

**Figure C.1.** Microstructure de l'échantillon n°1 à l'état de livraison attaqué avec le Kalling n°1 pendant 50 secondes.



**G500**

**Figure C.2.** Microstructure de l'échantillon n°2 à l'état de livraison attaqué avec le Kalling n°2 pendant 90 secondes.



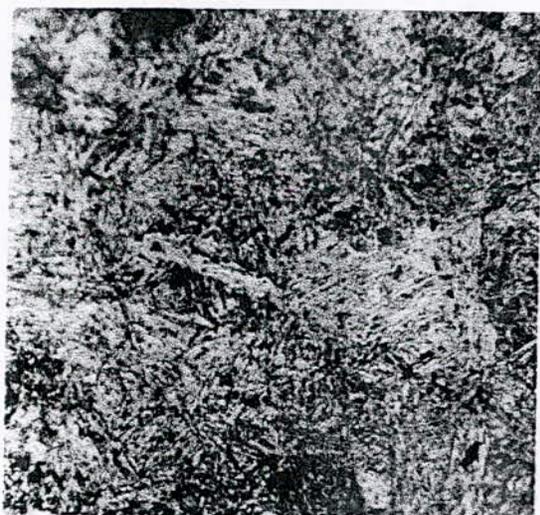
**G1000**

**Figure C.3.** Microstructure de l'échantillon n°1 après T1010 attaqué avec le Kalling n°1 pendant 50 secondes.



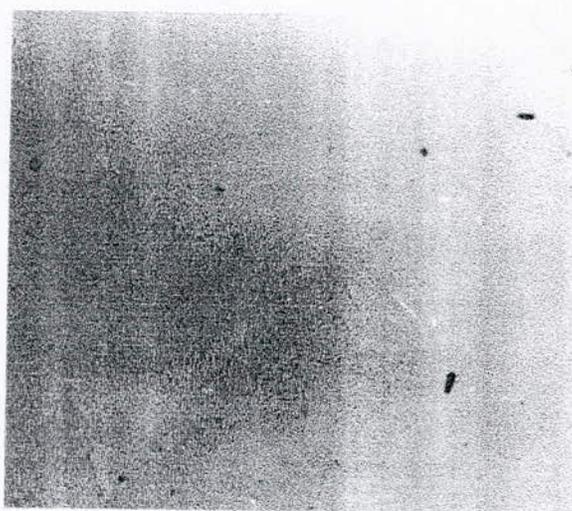
**G1000**

**Figure C.4.** Microstructure de l'échantillon n°2 après T1010 attaqué avec le Kalling n°1 pendant 50 secondes.



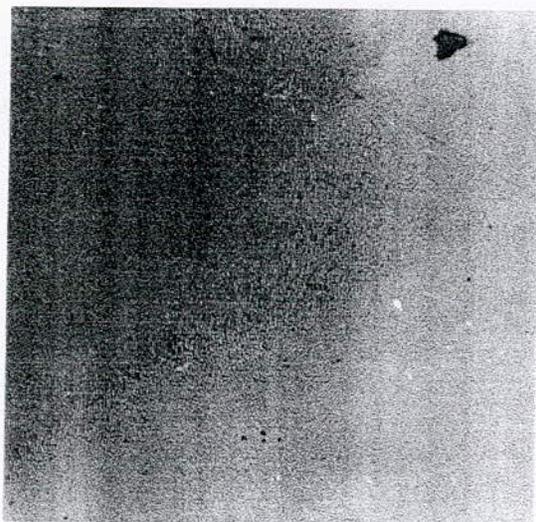
**G1000**

**Figure C.5.** Microstructure de l'échantillon n°1 après T1010 et R300 attaqué avec le Fry pendant 20 secondes.



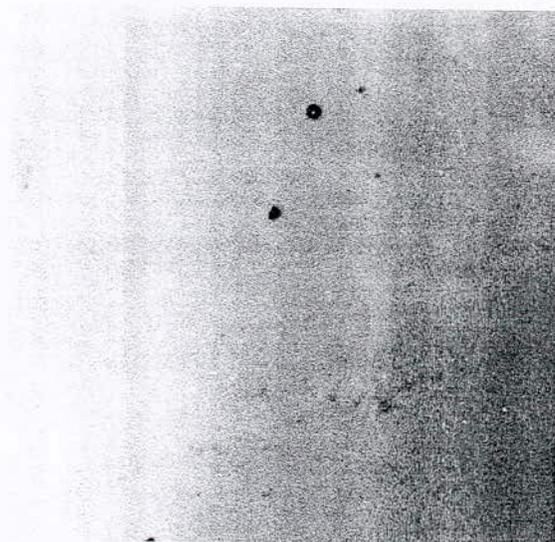
**G200**

**Figure C.6.** Microstructure de l'échantillon n°2 après T1010 et R300 sans attaque



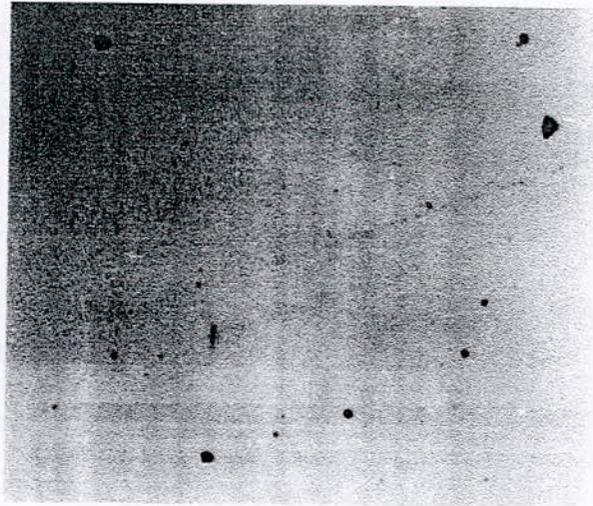
**G200**

**Figure C.7.** Microstructure de l'échantillon n°3 après T1010 et R300 sans attaque.



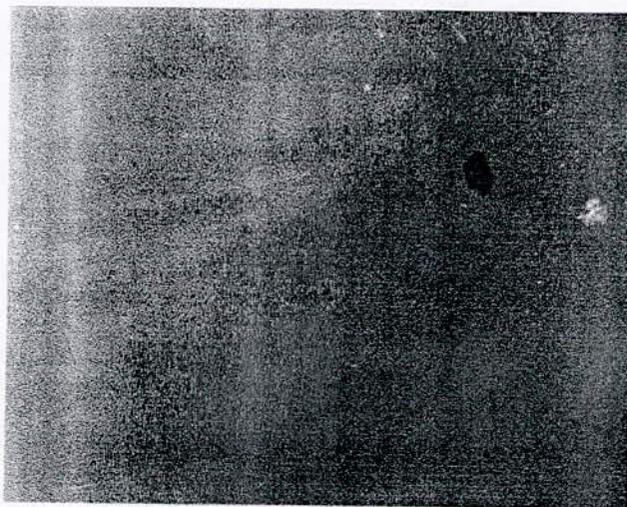
**G200**

**Figure C.8.** Microstructure de l'échantillon n°2 après T1010 et R 650 sans attaque.



**G200**

Figure C.9. Microstructure de l'échantillon n°3 après T1010 et R650 sans attaque.



**G200**

Figure C.9. Microstructure de l'échantillon n°3 après T860 et R650 sans attaque.

## ANNEXE D

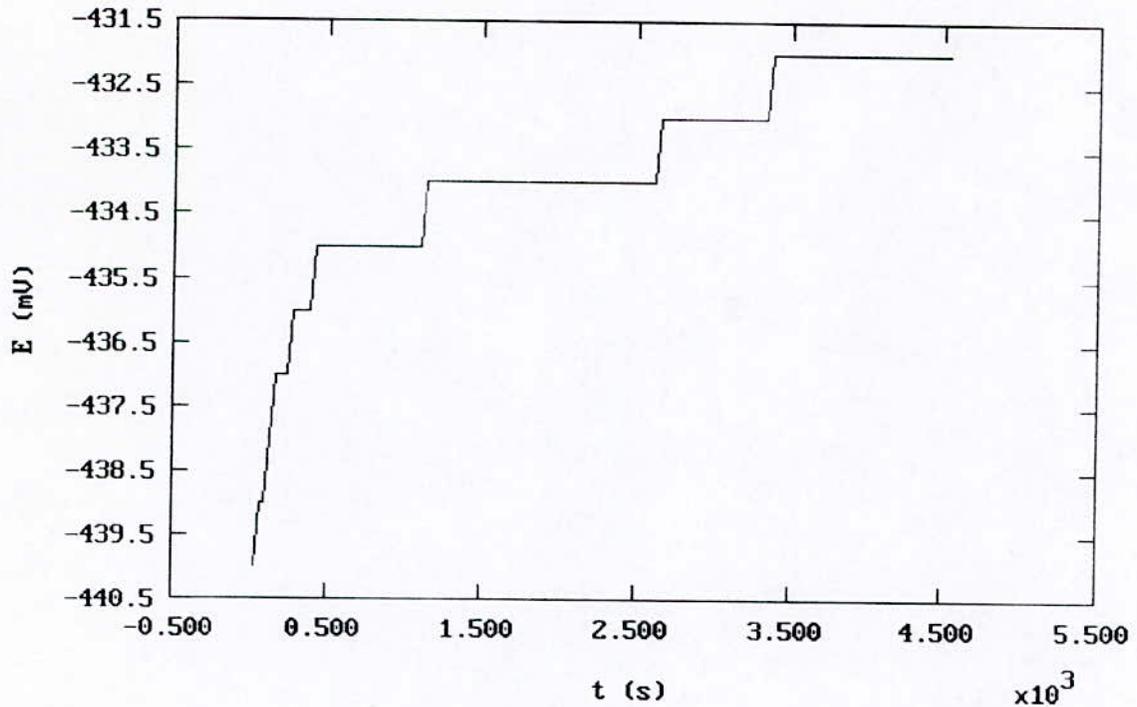


Figure D.1. Variation du potentiel de l'échantillon n°1 à l'état de livraison en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.

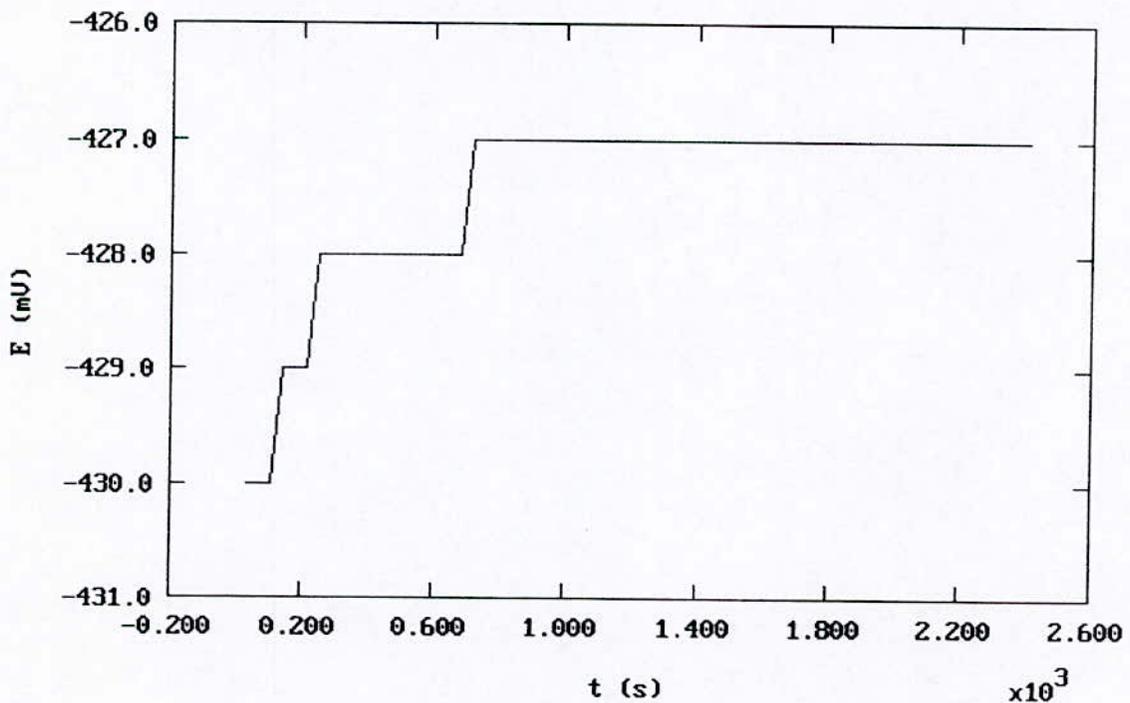
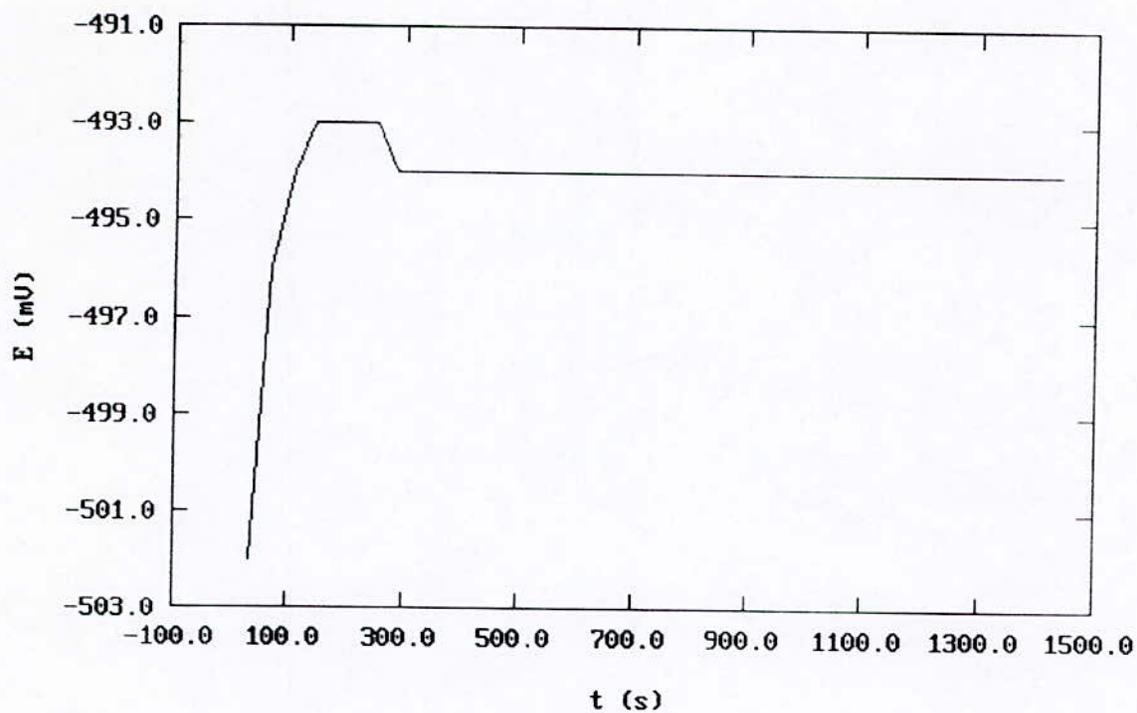
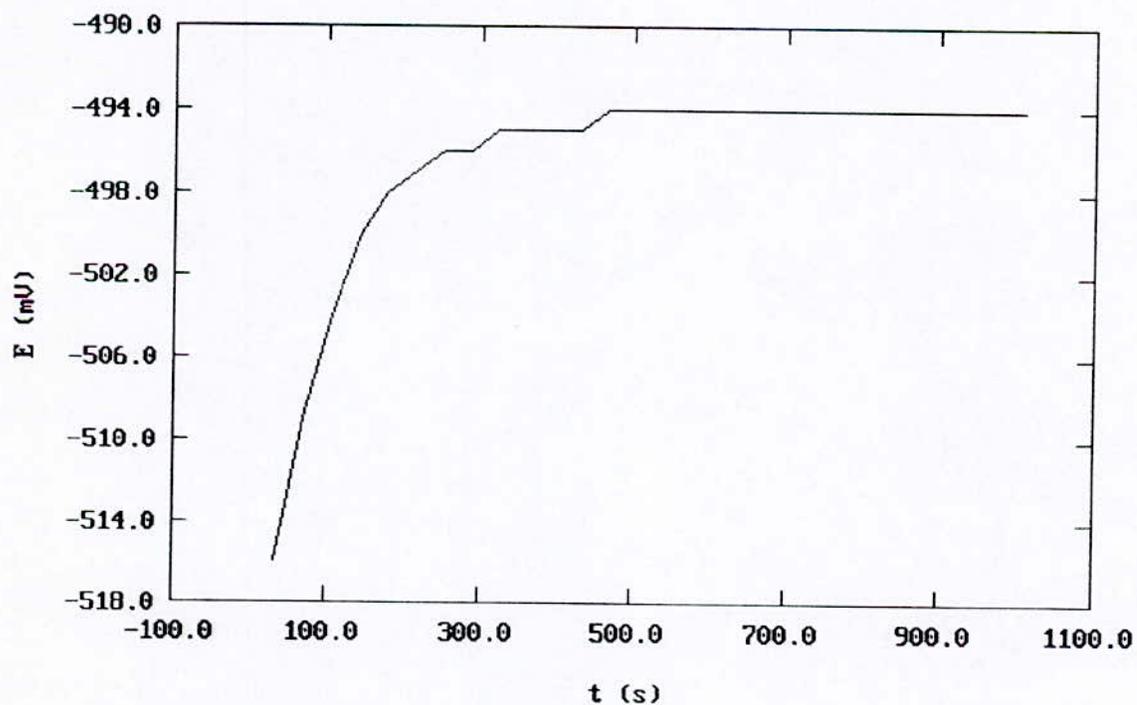


Figure D.2. Variation du potentiel de l'échantillon n°1 après traitement de trempe à 1010°C et revenu à 650°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.



**Figure D.3.** Variation du potentiel de l'échantillon n°1 après traitement de trempé à 1010°C et revenu à 300°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.



**Figure D.4.** Variation du potentiel de l'échantillon n°1 après traitement de trempé à 860°C et revenu à 650°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.

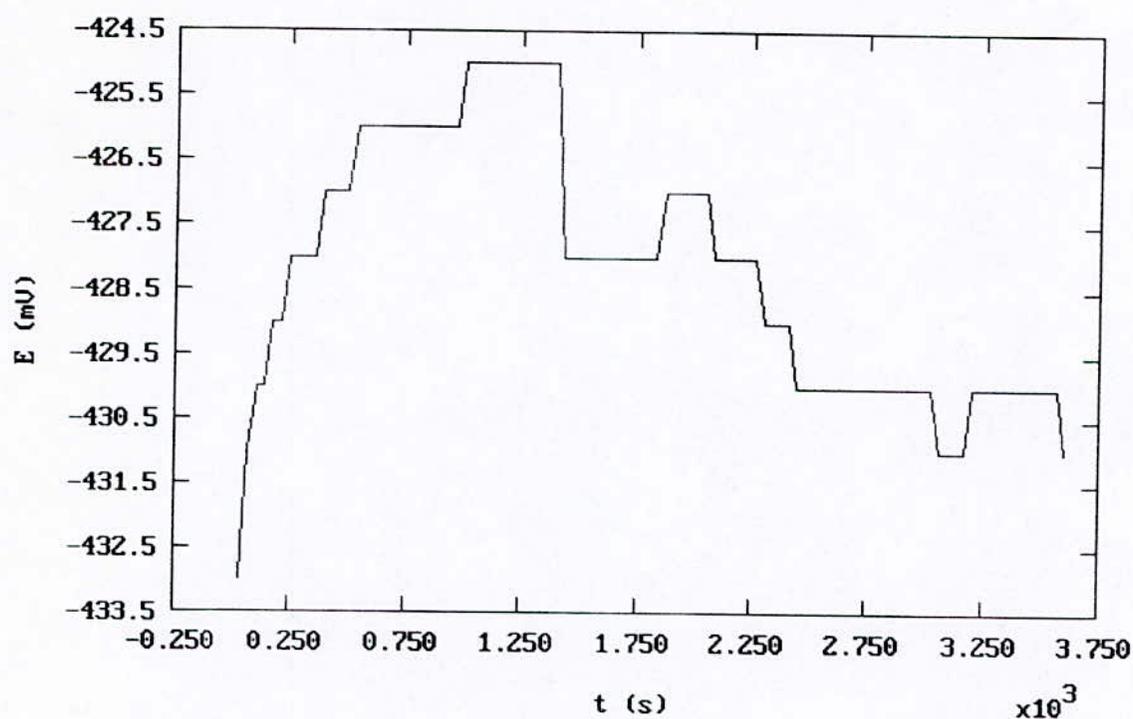


Figure D.5. Variation du potentiel de l'échantillon n°1 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 300°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.

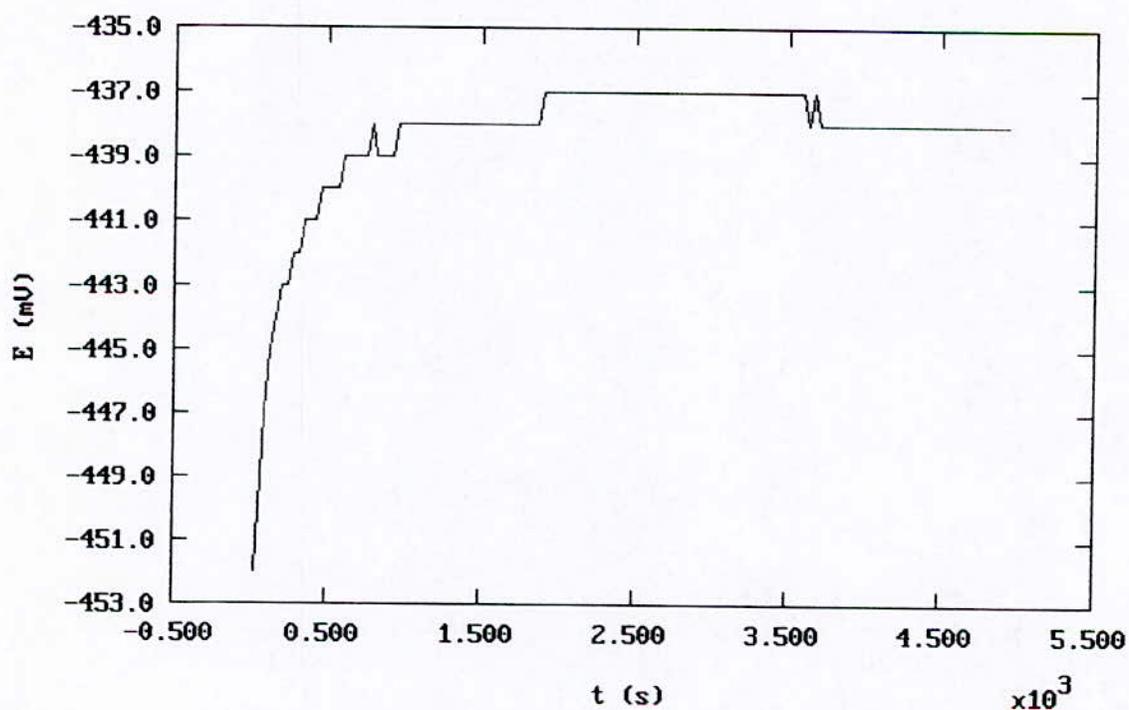
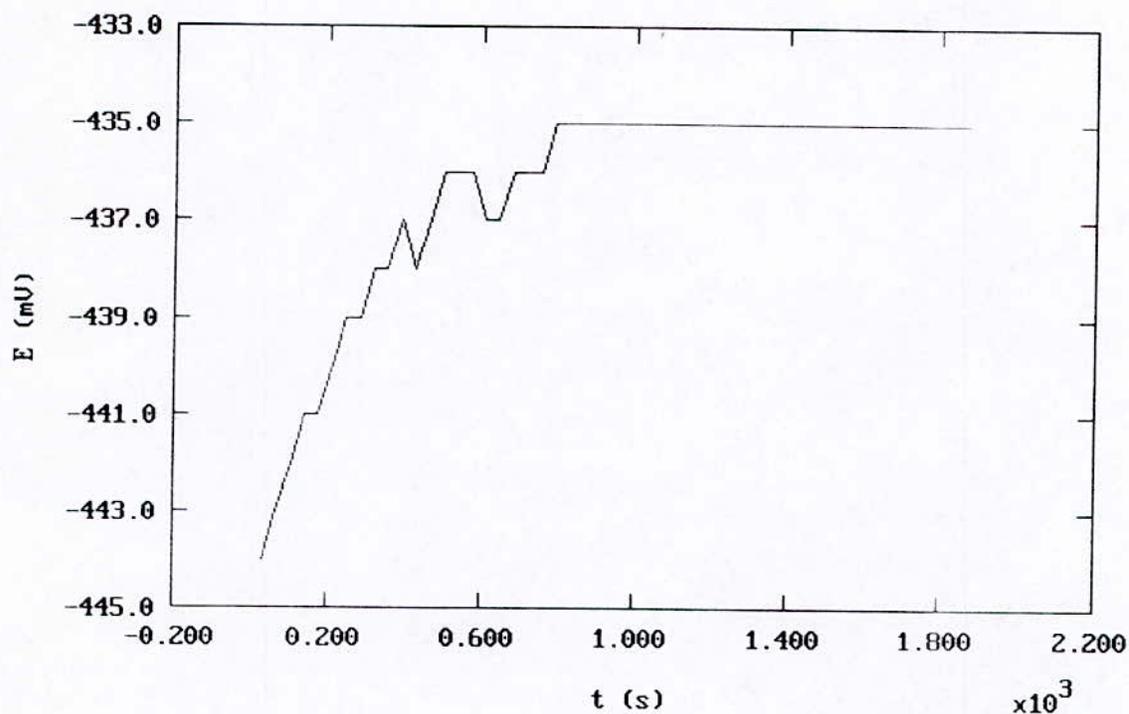
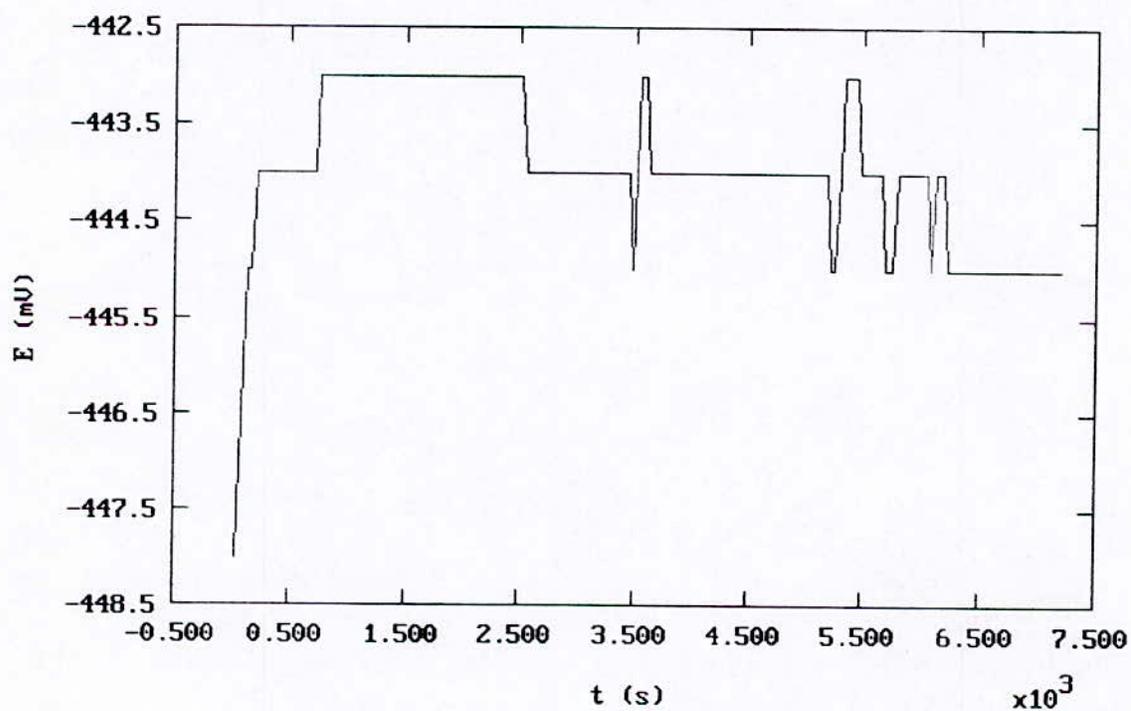


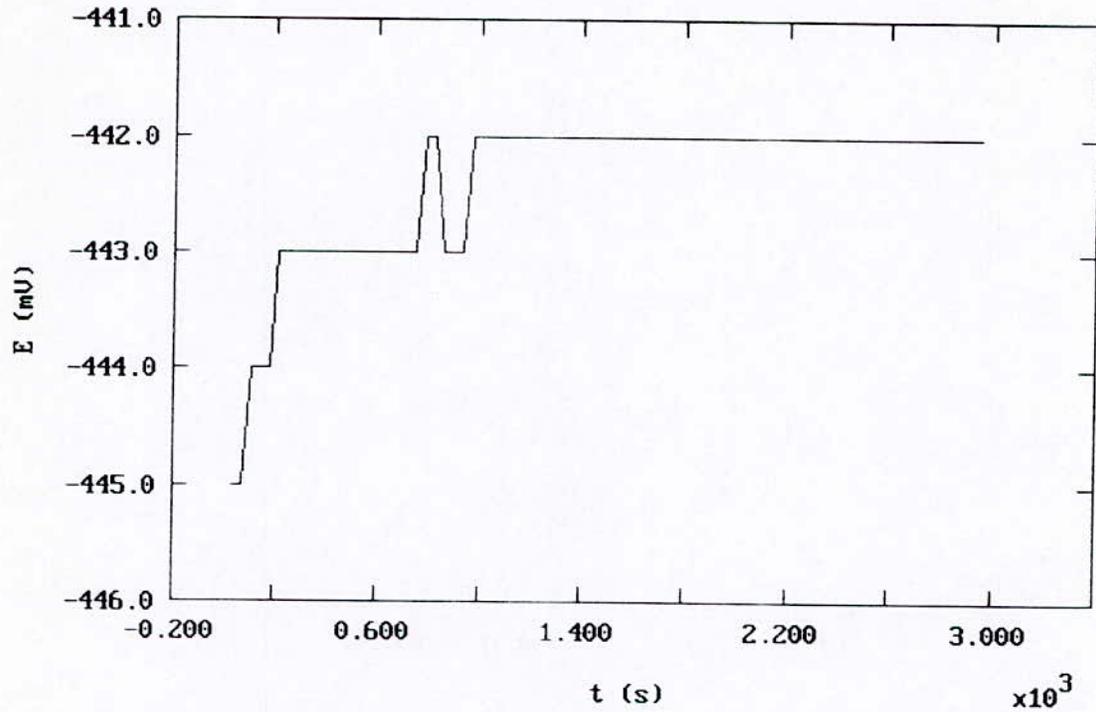
Figure D.6. Variation du potentiel de l'échantillon n°2 à l'état de livraison en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.



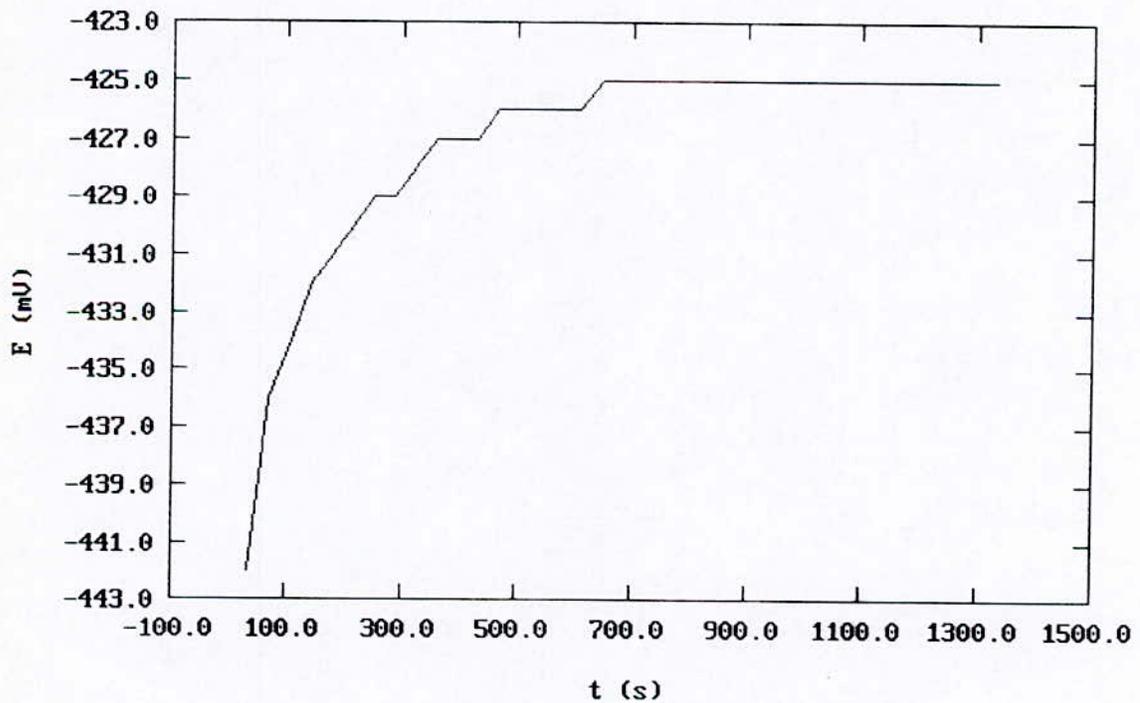
**Figure D.7.** Variation du potentiel de l'échantillon n°2 après traitement de trempé à 1010°C et revenu à 650°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.



**Figure D.8.** Variation du potentiel de l'échantillon n°2 après traitement de trempé à 1010°C et revenu à 300°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.



**Figure D.9.** Variation du potentiel de l'échantillon n°2 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 650°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.



**Figure D.10.** Variation du potentiel de l'échantillon n°2 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 300°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.

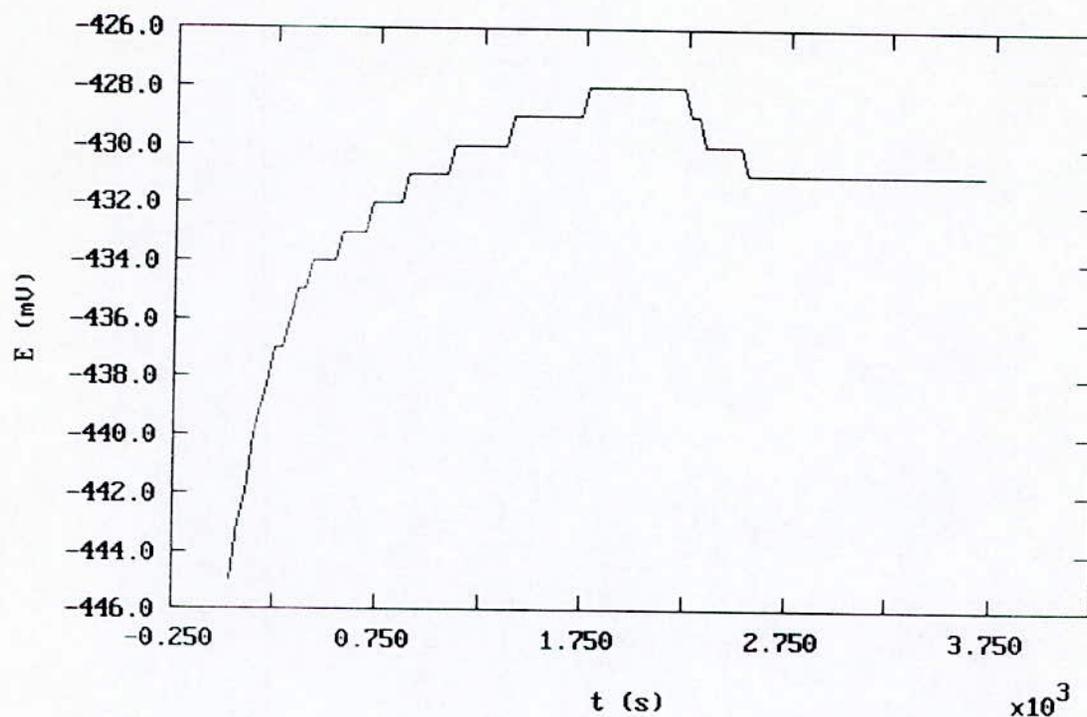


Figure D.11. Variation du potentiel de l'échantillon n°3 à l'état de livraison en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.

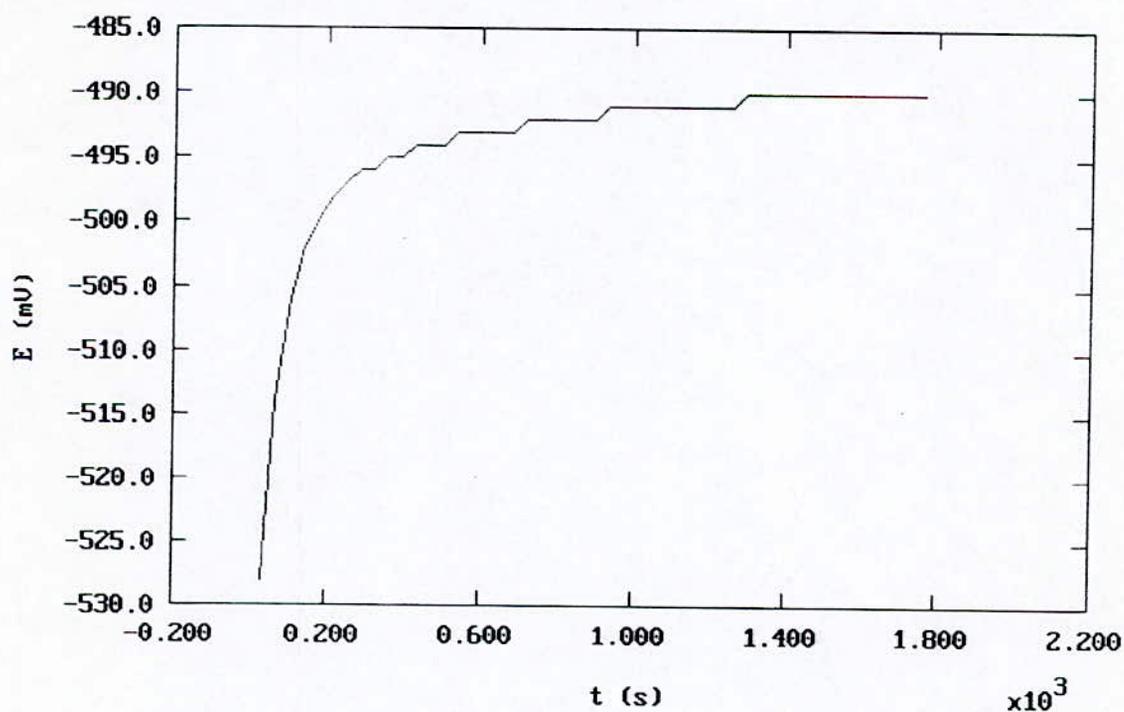
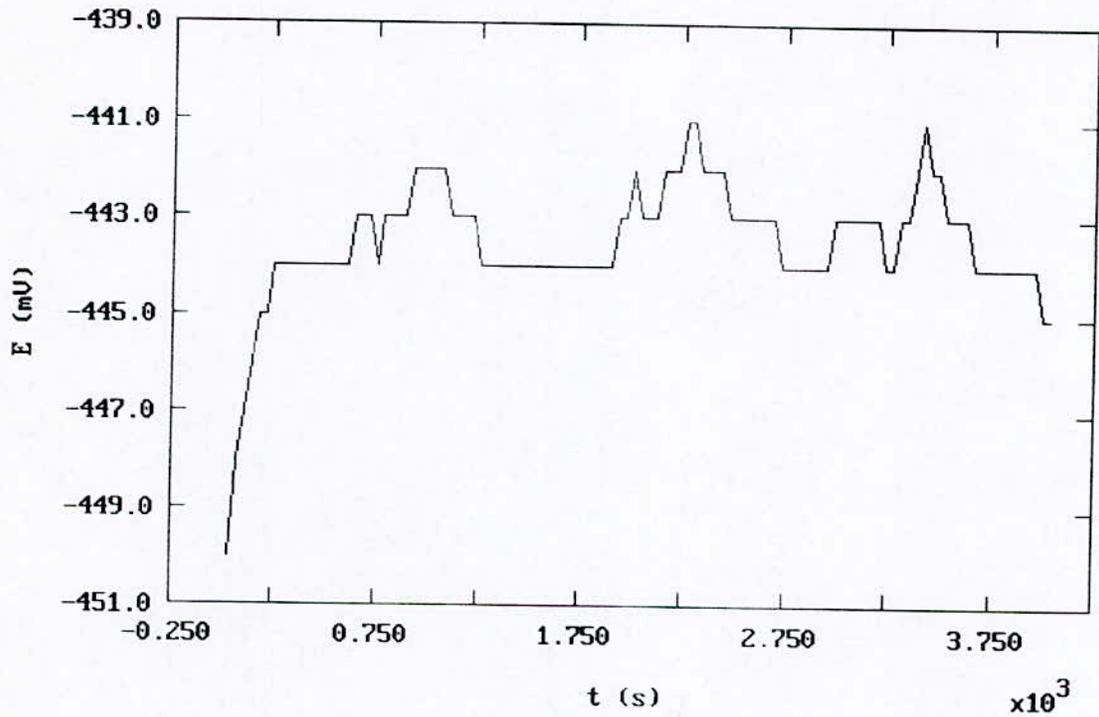
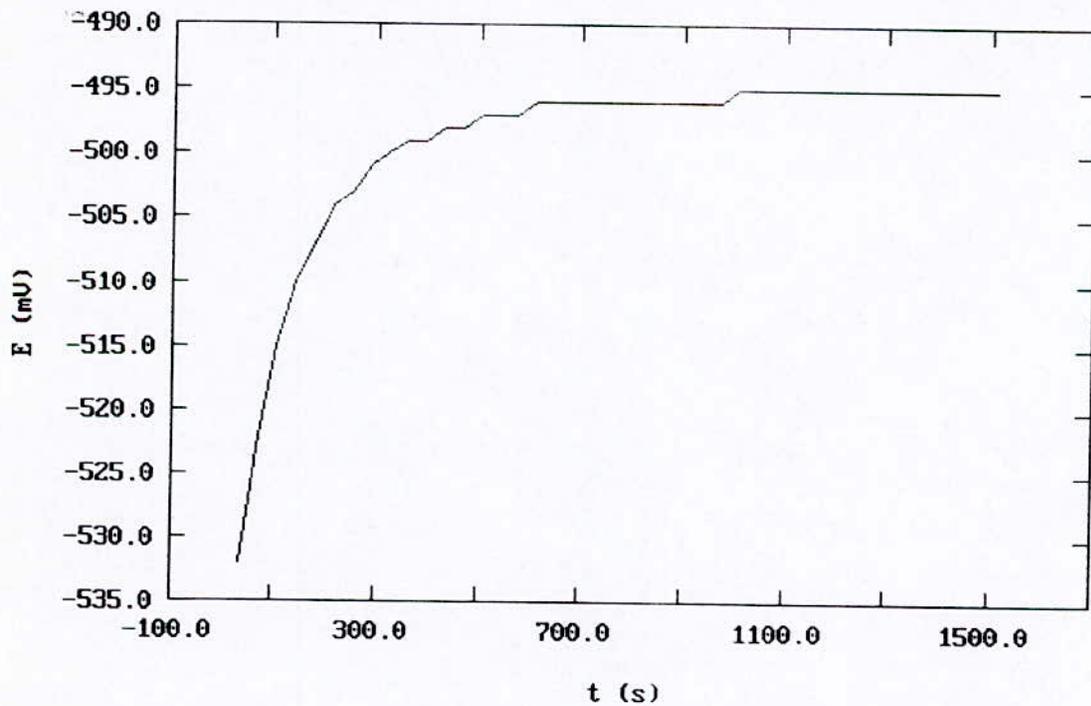


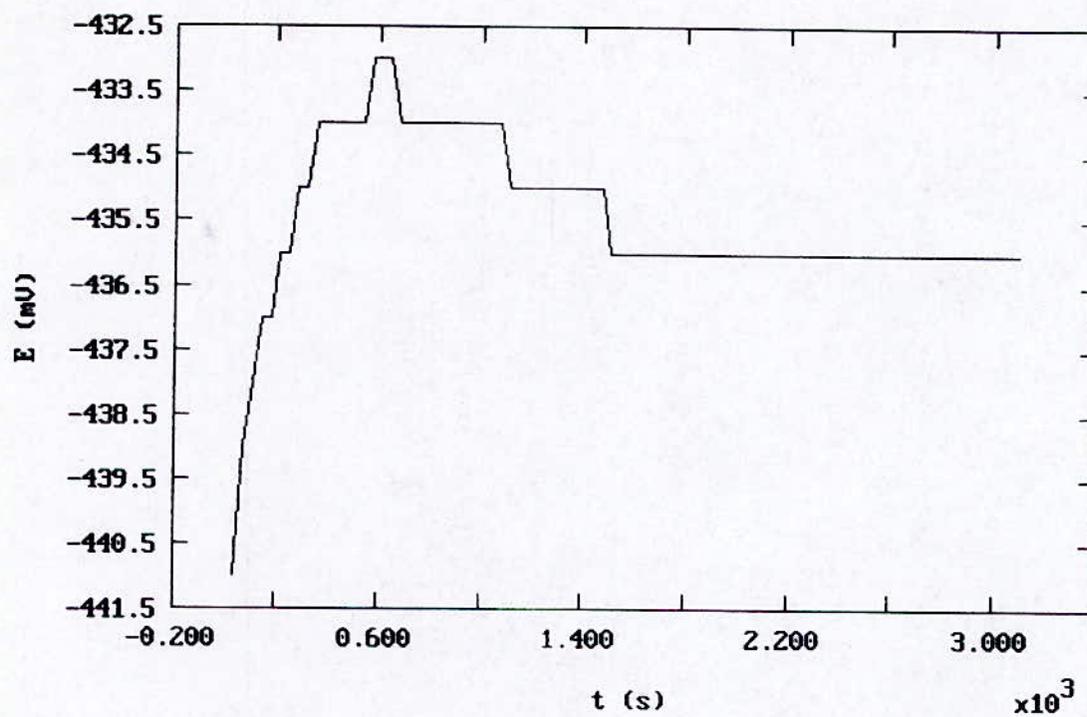
Figure D.12. Variation du potentiel de l'échantillon n°3 après traitement de trempe à 1010°C et revenu à 650°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.



**Figure D.13.** Variation du potentiel de l'échantillon n°3 après traitement de trempe à 1010°C et revenu à 300°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.



**Figure D.14.** Variation du potentiel de l'échantillon n°3 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 650°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.



**Figure D.15.** Variation du potentiel de l'échantillon n°3 après traitement de trempe à 860°C et revenu à 300°C en fonction du temps dans une solution à 15% HCl.

Lot n°	Temps de stabilisation (s)
1	4500
2	5000
3	3750

Lot n°	Traitement effectué	Temps de stabilisation (s)
1	Trempe 1010°C + revenu 650°C	2400
	Trempe 1010°C + revenu 300°C	1450
	Trempe 860°C + revenu 650°C	1050
	Trempe 860°C + revenu 300°C	3625
2	Trempe 1010°C + revenu 650°C	1900
	Trempe 1010°C + revenu 300°C	7250
	Trempe 860°C + revenu 650°C	3000
	Trempe 860°C + revenu 300°C	1300
3	Trempe 1010°C + revenu 650°C	1800
	Trempe 1010°C + revenu 300°C	4000
	Trempe 860°C + revenu 650°C	1500
	Trempe 860°C + revenu 300°C	3000

# RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

## Références bibliographiques

- [1] – J.STODART & M.FARADAY. *Quarterly journal of science, littérature and the arts* 9, 319, 1820.
- [2] – P.BERTHIER. *Annales de chimie et de physique* 17,55.1821.
- [3] – M.COLOMBIE. *Aciers inoxydables*, technique de l'ingénieur, M 2I, M320, 1989.
- [4] – U.UHLIG. *Corrosion et protection*, Dunod, Paris, 1970.
- [5] – A.KOZLOWSKI. *Données numériques sur les aciers inoxydables*, technique de l'ingénieur, M 2I, M323, 1997.
- [6] – A.J.SEDRICKS. *Corrosion of stainless steels*, John Wisley & Sons, 1979.
- [7] – EDELSTAHL, VEREINIGUNG & Co, traduit par G.David. *Les aciers inoxydables*, Tec &Doc, 1990.
- [8] – J.VARRIOT. *Chaudronnerie en aciers inoxydables*, technique de l'ingénieur, B6, A869, 1997.
- [9] – RALPH M. DAVISON, TERRY DEBOLD, MARK J. JOHNSON. *Corrosion of Stainless Steels*. ASM Handbook, vol 13, 'Corrosion', 1990.
- [10] – *Données numériques sur les aciers inoxydables : logiciel*, technique de l'ingénieur, CD M323, 1998.
- [11] – J.BARRRALIS, G.MAEDER. *Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés et normalisation*, 6<sup>e</sup> édition, Nathan, Paris, 1997.
- [12] – A.CONSTANT, G.HENRY. *Les principes de base du traitement thermique des aciers*, PYC édition, Paris, 1986.
- [13] – A.CONSTANT, G.HENRY, J.C.CHARBONNIER. *Principe de base des traitements thermiques, thermomécaniques et thermochimiques des aciers*, PYC édition, 1992.
- [14] – G.BERANGER, G.HENRY, G.LABBE, P.SOULIGNAC. *Les aciers spéciaux*, Tec & Doc, 1998.

- [15] – J. DOUTHETT. *Heat Treating of Stainless Steels*. ASM Handbook, vol 4, 'Heat Treating', 1992
- [16] – W.ORDINAZ. *Introduction à la trempe*, Dunod, Paris, 1961.
- [17] – H.SASSOULAS. *Traitements thermiques des aciers inoxydables*, technique de l'ingénieur, M 4, M1155, 1997.
- [18] – S.BELAKHOWSKY. *Pratique du soudage*, PYC éditions, 1973.
- [19] – D.LANDOLT. *Corrosion et chimie de surface des métaux*, Traité des matériaux, vol. 12, Presses polytechniques et universitaires de romandes, Diffusion Tec et Doc, Paris, 1993.
- [20] – Norme internationale, ISO 8044.
- [21] – J.PHILIBERT, A.VIGNES, Y.BRECHET, P.COMBARADE. *Métallurgie du minerai au matériau*, Masson, 1998.
- [22] – H. DE LEIRIS. *Métaux et alliages, TII : fer, acier et fonte*, collection de l'école nationale supérieure de techniques avancées, Masson et Cie, Paris, 1971.
- [23] – Norme française, AFNOR, NF A 06-323, 5<sup>ème</sup> édition, 1982.
- [24] – Norme française, AFNOR, NF A 05-150, 1985.
- [25] – GEORGE F. VANDER VOORT. *Wrought Stainless Steels*. ASM Handbook, vol 9, 'Metallography and Microstructures', 1992.
- [26] – Norme américaine, API SPECIFICATION 5CT, *Specification for Casing and Tubing (U.S. Customary Units)*, fifth edition, april 1, 1995.
- [27] – EG&G Princeton Applied Research, *Application note CORR I : Basics of corrosion measurements*, USA, 1982.
- [28] – M.STERN, A.L.GEARY. *J of electrochem.soc*, vol 104, pp. 56, 1957.



## ملخص :

إنّ هذه الدراسة اعتنت بالخاصية المعدنية و الإلكتروكيميائية للأنايب التي لا تصدأ عند 13% من الكروم و التي تستعمل في الصناعة البترولية .  
لقد سمحت هذه الدراسة بالحصول على علاجات حرارية تمكن من رفع درجة مقاومة التآكل في وسط كلوري، وكذا الخصائص الميكانيكية لهذه الأنايب .

**كلمات المفاتيح :** أناييب، المرتريت الفولاذ الذي لا يصدأ ، السقاية، التطبيع، إختبار الشدة، الرجوعية، الصلابة، التآكل ، الحمض الكلوري .

## ABSTRACT

This study is devoted to the metallurgical and electrochemical characterization of stainless steel tubing at 13% of chromium used in the petroleum industry. It permitted to get the thermal treatments which optimize the resistance to corrosion in a chloride medium as well as the mechanical characteristics of these tubings.

**Key words:** Tubing, martensitic stainless steel, quenching, tempering, microstructure, tensile, impact energy, hardness, corrosion, HCl.

## RESUME

Cette étude est consacrée à la caractérisation métallurgique et électrochimique des tubings inoxydables à 13% de chrome utilisés dans l'industrie pétrolière. Elle a permis d'obtenir les traitements thermiques pouvant optimiser la résistance à la corrosion dans un milieu chloruré ainsi que les caractéristiques mécaniques de ces tubings.

**Mots clés :** 'tubing', acier inoxydable martensitique, trempe, revenu, microstructure, traction, résilience, dureté, corrosion, HCl.