

Introduction

Ce chapitre a pour but de présenter les méthodes expérimentales, les essais mécaniques et électrochimiques, et les techniques d'analyse utilisées dans ce mémoire. Une description des matériaux d'électrolytes, et des montages effectués sont également données.

III.1. Electrolytes, électrodes et éprouvettes

III.1.1 Electrolytes

Avant de choisir le milieu des essais de la polarisation, on a comparé la composition chimique de l'acier dans deux états. Le premier état, on a fait un test de traction lente ($V = 0,1$ m/s) dans l'air, et le second dans le pétrole. Puis On a analysé la composition chimique par EDS lié au MEB.

Les deux tableaux (III.1), (III.2) si dessous montrent la différence de la composition chimique.

élément	C	Ti	Ni	Cu	Mn	P	Cr	Mo	Nb	V	Al	W	Cl
W%	0.16	0.01	0.12	0.19	1.17	0.007	0.28	0.06	0.01	0.01	0.04	00	00

Tableau (III.1) : Composition chimique de l'acier X52 dans le premier état

élément	C	Ti	Ni	Cu	Mn	P	Cr	Mo	Nb	V	Al	W	Cl
W%	0.16	0.01	0.12	0.19	1.17	0.007	0.28	0.06	0.01	0.01	0.04	00	0.19

Tableau(III.2) : Composition chimique de l'acier X52 dans le second état.

A travers la comparaison, on a observé qu'il y a un élément du chlorure présent dans la composition chimique de 2^{ème} état. Pour cela, on a préparé (09) milieux différents présentés dans le tableau (III.3).

Désignation	Composition	Concentration
M1	915 ml eau distillé +85ml HCl 37%	1 M/l
M2	975,5 ml eau distillé + 42,5 ml HCl 37%	0,5 M/l
M3	978,75 ml eau distillé + 21.5ml HCl 37%	0.25 M/l
M4	991.5 ml eau distillé + 8.5 ml HCl 37%	0.1 M/l
M5	30g Na Cl dans 1000ml eau distillé	0.5 M/l
M6	991.5 ml eau distillé + 8.5 ml HCl 37%+ (25, 50, 75, 100, 150,200) ppm inhibiteur de corrosion (chimec 1038)	0,1 M/l
M7	M1+ 150 ppm de l'inhibiteur de corrosion chimec 1038	1 M/l
M8	M2 + 150 ppm de l'inhibiteur de corrosion chimec 1038	0.5 M/l
M9	M3 + 150 ppm de l'inhibiteur de corrosion chimec 1038	0.25 M/l

Tableau(III.3) : Milieux de polarisation.

III.1.2 Electrodes

Le matériau utilisé dans notre travail est fabriqué à partir d'un cylindre découpé d'un pipeline (acier au carbone) qui est API .5L grade X52 sont appelés micro alliés.

L'analyse chimique est effectuée par MEB, la composition chimique de l'acier est présentée dans le tableau (III.4).

élément	C	Mn	Cu	Al	S	Ni	Si	P	Nb	Ti	Mo	V	Cr
W%	0.16	1.17	0.19	0.04	0.07	0.12	0.23	0.007	0.01	0.01	0.06	0.01	0.28

Tableau (III.4) : Composition chimique de l'acier X52

La composition chimique de l'acier X52 est conforme à la spécification standard comme le montre ce tableau (III.5).

Elément	C (max)	Mn (max)	P (max)	S (max)	Nb (max)	V (max)	Ti (max)
W %	0.22	1.40	0.025	0.015	$\Sigma = 0,15$		

Tableau (III.5) La composition chimique de l'acier X52 standard

III.1.3 Eprouvettes

Préparation d'éprouvette pour la traction à partir d'un pipeline (acier X52), la géométrie de l'éprouvette pour l'essai de la traction est présentée sur la figure (III.1).

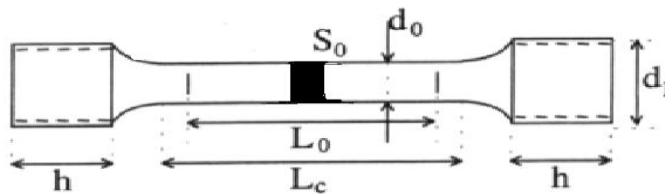


Figure (III.1) Schéma d'éprouvette de la traction

D'où :

d_0 = partie calibrée = 14,5 mm

d_1 = des têtes filetées = 30 mm

L_0 = longueur entre repère = 5 d_0

L_c = longueur calibrée

h = longueur des têtes

III.2 Structure métallographique

La microstructure de l'acier a été étudiée à l'aide d'un microscope optique et microscope électronique à balayage (MEB). Les surfaces observées sont polies au papier (180, 400, 600, 800, 1000, 1200 et 1/4 μm de la patte diamants, nettoyées à l'acétone et séchées. Toute suite une attaque chimique par le nital (4% solution de NH_3 dans l'éthanol) pendant quelques secondes (40s). Après cette attaque la ferrite apparaît au microscope optique comme une phase blanche, la perlite est plus foncée figure (III.2). Au microscope

électronique à balayage (MEB) les grains de ferrite sont foncés et la perlite est claire figure (III.3). Et la figure (III.4) présente l'enregistrement des diffractogrammes de rayons de l'acier X52.

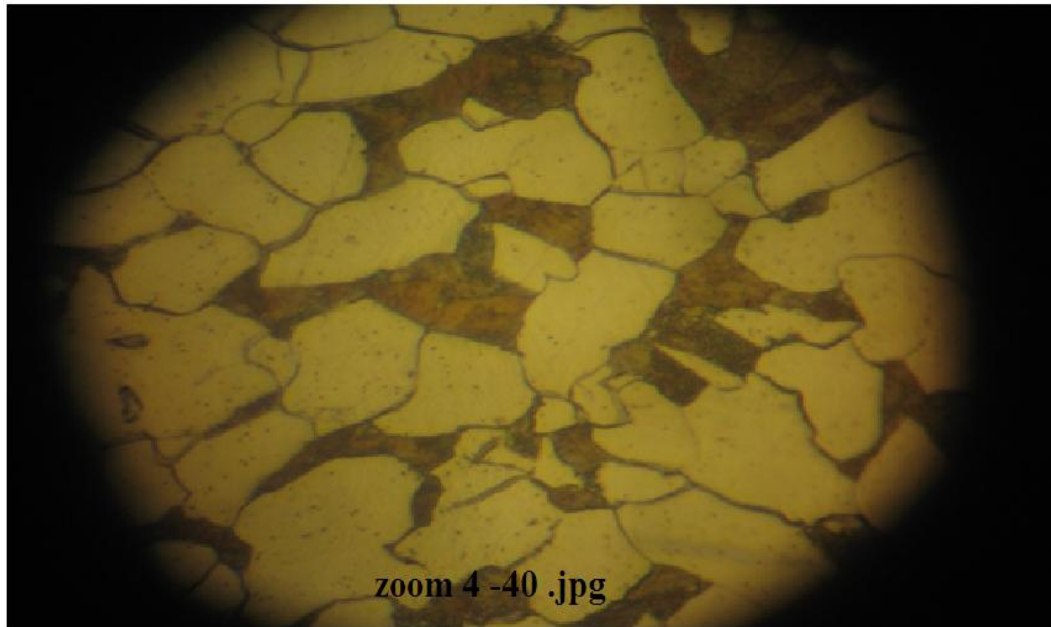


Figure (III.2) Structure métallographie de l'acier X52 sans contrainte par microscope optique.

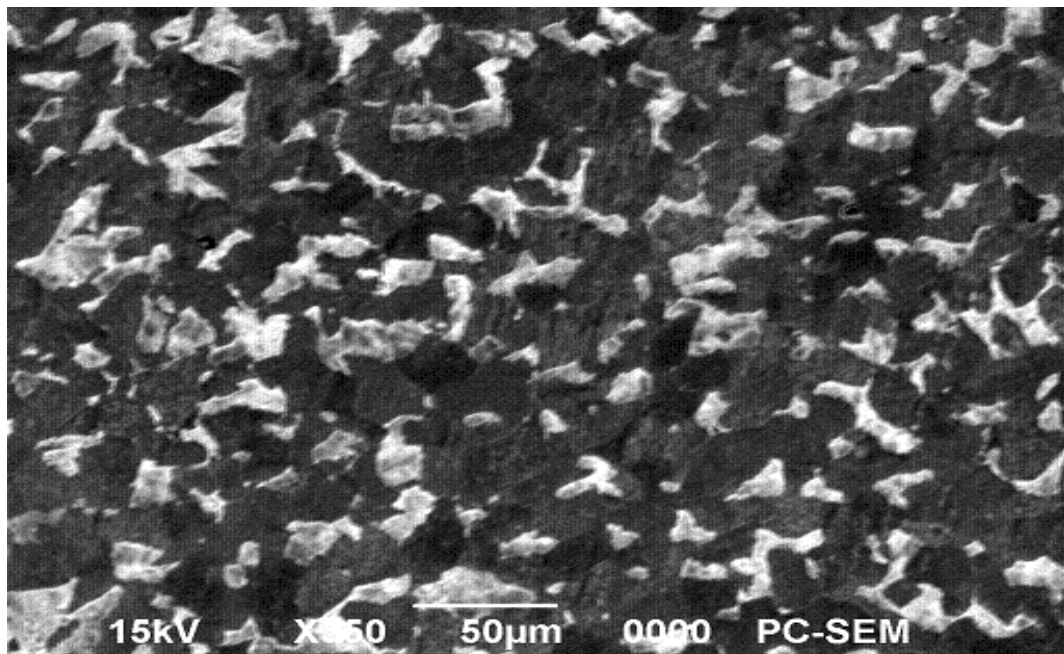


Figure (III.3) Structure métallographie de l'acier X52 sans contrainte par MEB.

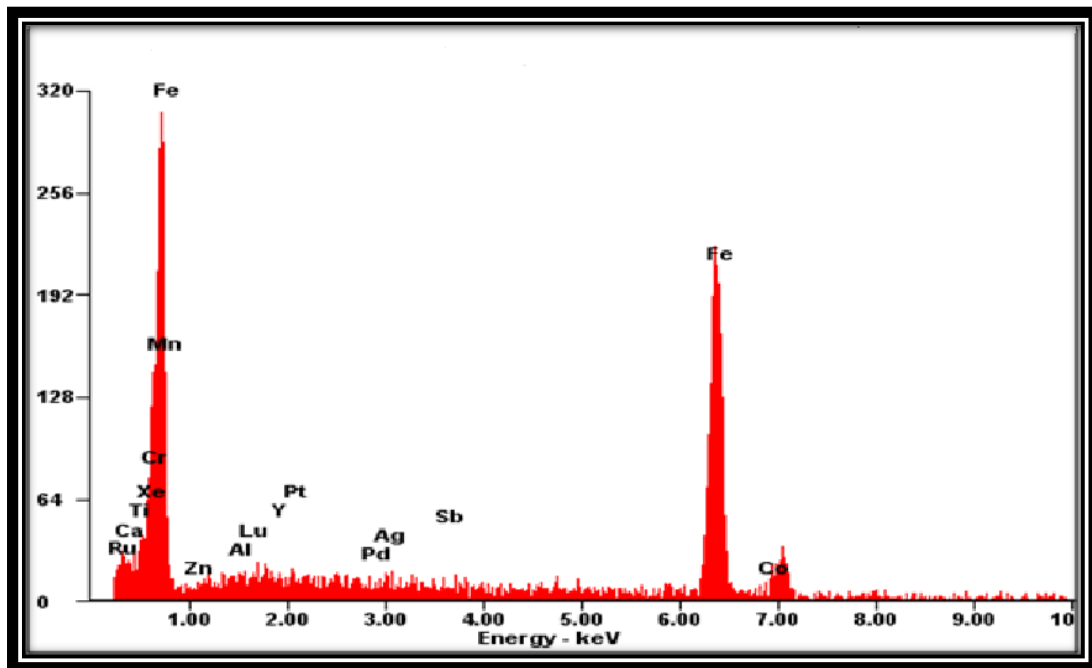


Figure (III. 4) la composition chimique de l'acier X 52

III.3 Techniques expérimentales

III.3.1 Technique de la traction lente

III.3.1.1 Machine d'essais de la traction lente

Une machine de la traction moderne dispose d'un entraînement électrique réglable pour effectuer des essais simples cycliques à vitesse lente contrôlée. Elle doit être équipée de capteurs de la force et d'allongement, ainsi que d'un système d'amarrage grâce aux micro-ordinateurs. Le contrôle de l'essai et l'acquisition des données sont devenus très simples. Des capteurs combinés avec des cartes d'acquisition ces derniers, gérés par des logiciels hautement polyvalents, permettent de contrôler des machines pouvant développer des forces de 100kN, à l'aide de quelques touches.

Le dispositif d'amarrage est composé :

- D'une paire de mordaches ou d'un autre système de fixation adapté à la forme de l'éprouvette.
- Un système de réglage assure une vitesse de déformation constante.

Les valeurs mesurées directement lors d'un essai de traction sont la force F et l'allongement L , plutôt que les contraintes et la déformation. La contrainte, rapportée dans un diagramme de la traction est la force divisée par la section initiale S_0 de l'éprouvette (contrainte nominale).



Figure (III.5) Schéma de la machine de la traction lente.

Le tableau (III.6) présente le milieu et la vitesse pendant le test de traction lente de chaque éprouvette.

<i>Eprouvettes</i>	<i>Échantillons</i>	<i>milieu</i>	<i>Vitesse de traction (mm/s)</i>	<i>Température (C°)</i>
Eprou 1	échan 6	M 1	0.1	Ambiante
Eprou 2	échan 7	M 2	0.1	Ambiante
Eprou 3	échan 8	M 3	0.1	Ambiante
Eprou 4	échan 9	M 4	0.1	Ambiante
Eprou 5	échan 10	M 5	0.1	Ambiante
Eprou 6	échan 11	M 1	0.1	Ambiante
Eprou 7	échan 12	M 2	0.1	Ambiante
Eprou 8	échan 13	M 3	0.1	Ambiante
Eprou 9	échan 14	M 4	0.1	Ambiante
Eprou 10	échan 15	M 5	0.1	Ambiante

Tableau III.6 Milieu de test de la traction lente.

III.3.2 Technique potentiostatique

La méthode potentiostatique est une méthode électrochimique qui permet de prédire, et d'évaluer les processus de corrosion. La polarisation anodique dans les tests potentiostatique est utilisée pour accélérer la vitesse de corrosion des métaux. Lorsqu'un courant est appliqué, le débit des réactions anodique et cathodique change de manière à amener la différence de potentiel à la même valeur que celle du courant appliqué. Le potentiel varie du potentiel de corrosion naturel fixe à une nouvelle valeur cette différence de potentiel favorise les réactions d'oxydoréductions.

Les essais ont été réalisés au laboratoire de corrosion du département de génie mécanique à l'université de Batna à l'aide d'une chaîne électrochimique constituée de :

➤ **Potentiostat/galvanostat:**

Type **PGP 201**: permet d'imposer un potentiel varié sur l'électrode de travail qui représente l'acier X52, et donc la mesure du courant circulant entre l'électrode de travail et celle de référence.

➤ **Cellule électrochimique:**

La cellule de mesure utilisée pour les essais électrochimique est une vase en verre pyrex de forme cylindrique à double parois thermostatisée, aux coté du cylindre des rodages coniques permettant l'introduction des électrodes.

➤ **Electrodes utilisées:**

✓ *Electrode de travail (ET):*

L'électrode du travail utilisée dans notre travail est l'acier X52, découpe en petite plaque cylindrique d'une surface active de 1 cm^2 .

✓ *Electrode auxiliaire ou contre électrode (CE):*

Est une cylindre de platine polie de 1 cm^2 de surface. Son rôle est d'assurer le passage du courant électrique dans la cellule électrochimique.

✓ *Electrode de référence (ER):*

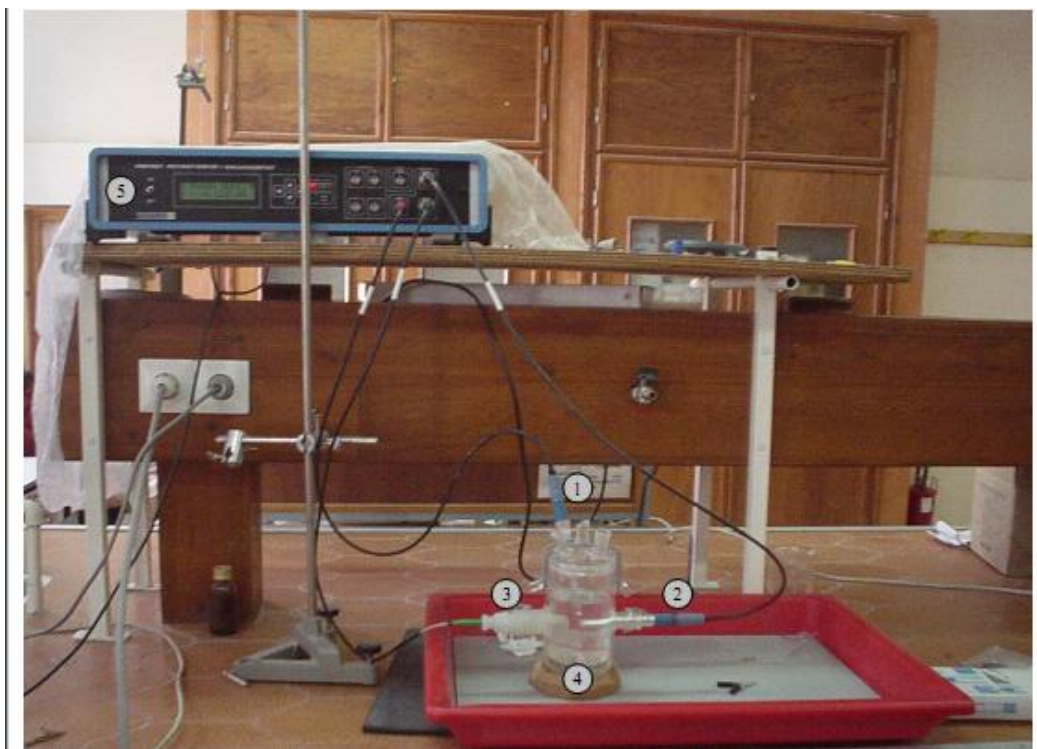
Est une électrode au calomel saturée en chlorure de potassium, constituée par le système $\text{Hg}_2/\text{Hg}; \text{Cl KCl}$. Cette électrode de référence notée ECS.

➤ **Micro-ordinateur:**

De type de processeur Pentium ® 4 pour l'enregistrement des données.

➤ **Logiciel volta master 3:**

Ce logiciel permet l'enregistrement de potentiel imposé sur l'électrode de travail et le courant qui circule entre l'électrode du travail et celle du référence. Permettant de tracer les courbes de polarisation $i = f(E)$ et les droites de Tafel $\log(i) = f(E)$:



- 1- Électrode de référence
 2- Electrode inerte
 3- Electrode de travail
 4 - Cellule électrochimique
 5 - Potentiostat

Figure (III.6) Montage de la cellule du test de polarisation.

Le tableau (III.7) présente le milieu et la vitesse de balayage du potentiostat pendant le test de polarisation de chaque échantillon.

<i>Electrodes de travail</i>	<i>Milieu</i>	<i>Vitesse de balayage (mV/s)</i>	<i>Température (C°)</i>
Ech1	M1	0,5	20
Ech2	M2	0,5	22
Ech3	M3	0,5	19
Ech4	M4	0,5	22
Ech5	M5	0,5	23
Ech6	M6	0,5	23
Ech7	M7	0,5	23
Ech8	M8	0,5	24
Ech9	M9	0,5	20

Tableau III.7 Milieu et vitesse de balayage du potentiostat pendant le test de polarisation.

La mesure de I_{corr} a permis de déterminer la vitesse de corrosion de l'acier, il est très important de signaler que cette mesure a été effectuée en utilisant la mesure de la résistance de polarisation R_p qui est définie comme étant la pente de la courbe $E = f(i)$ au potentiel de corrosion :

$$R_p = \left(\frac{dE}{di} \right)_{E_{\text{éq}}} \quad R_p \text{ en } \Omega \cdot \text{cm}^{-2} \quad (\text{III.1})$$

Lorsque la corrosion est uniforme et si les deux réactions anodique et cathodique sont sous le contrôle du transfert électronique ou du transfert de masse pour la réaction cathodique, R_p est convertie en courant de corrosion I_{corr} par application de la relation de Stern et Geary [54].

$$i_{\text{corr}} = \frac{Ba \cdot Bk}{2,303(Ba + Bk) R_p} = \frac{B}{R_p} \quad (\text{III.2})$$

Les mesures devant rester non destructives pour le film inhibiteur, il était impossible de vérifier l'applicabilité des relations de Stern et Geary et de déterminer expérimentalement les pentes Ba et Bk . La constante B ne pouvant se déterminer expérimentalement, elle a été choisie à 20 mV. Pour Bk variant de 120 mV à l'infini et Ba de 40 mV à 60 mV, B se situe entre 13 et 26 mV. Une approximation à 20 mV n'entraîne donc pas d'erreur d'appréciation important de la vitesse de corrosion [55].

Connaissant les vitesses de corrosion, le taux d'inhibition a été déterminé comme suit :

$$\tau = (V_1 - V_2) / V_1 \times 100 \quad (\text{III.3})$$

V_1 : vitesse de corrosion sans inhibiteur.

V_2 : vitesse de corrosion avec inhibiteur.

Il est très important de signaler aussi que nous avons adopté trois critères pour évaluer la corrosion :

- La vitesse de corrosion i_{corr}
- Le potentiel de corrosion E_{corr} .
- La résistance à la corrosion par piqûre ΔE [56], l'équation mathématique peut être exprimé par (III.4) :

$$\Delta E = E_{\text{pit}} - E_{\text{corr}} \quad (\text{III.4})$$

E_{pit} c'est le potentiel de piqûre.

III. 4. Microscope optique et Microscope électronique à balayage

Microscope optique permettant d'agrandir la surface de l'électrode de travail, ce microscope est relié à un appareil photo numérique permettant de photographier la surface de l'électrode de travail figure (III.7).

Microscope électronique à balayage le MEB est actuellement la technique la plus utilisée en matière de topographie à l'échelle microscopique. Son avantage considérable par rapport à des microscopes optiques, par exemple, réside dans le fait que l'image ne souffre pas d'une profondeur de champ limité.

Le principe de la microscopie électronique à balayage consiste à balayer la surface d'un échantillon par un faisceau d'électrons finement localisé pour en collecter, par détecteurs respectifs, les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés. Le matériau analysé doit être un conducteur afin d'éviter des phénomènes de charges dus aux électrons.

La microstructure de l'acier et les piqûres qui apparaissent après les tests de polarisation a été étudiée à l'aide des microscopies optique et électronique. Les surfaces observées sont polies jusqu'à $1/4 \mu\text{m}$, nettoyées à l'acétone et séchées. Pour visualiser les différentes phases de la microstructure, une attaque chimique doit être effectuée. L'acier au carbone a été attaqué par le nital (4% solution de HNO_3 dans l'éthanol) pendant quelques secondes.



Figure (III.7) Microscope optique.



Figure (III.8) Microélectronique à balayage (MEB).