



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

المدرسة الوطنية العليا للتكنولوجيا والهندسة - عنابة -

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE TECHNOLOGIE ET D'INGENIERIE - ANNABA

Département : Génie minier de la métallurgie et des matériaux

MEMOIRE

En vue d'obtention du diplôme de MASTER

Domaine : Sciences et technologie

Filière : Métallurgie

Spécialité : Ingénierie des surfaces

Présenté par :

Amira Boubekeur

Manal Zegrou

Analyse Expérimentale Du Comportement Tribologique Et Electrochimique Des Aciers A Haute Limite D'élasticité

Encadré par:

Dr.Haoues GHOUS - MCA- ENSTI - Annaba

Dr.Djamel ZELMATI – Chercheur au CRTI - Annaba

Membres du jury :

- | | | |
|----------------------|-----------|--------------|
| ▪ Dr. DJELLAL Nacira | President | ENSTI-Annaba |
| ▪ Dr.LEMBOUB Samia | Examineur | ENSTI-Annaba |

Année 2025

Remerciements

Nos remerciements vont d'abord à Allah, le Tout-Puissant, Clément et Miséricordieux, pour nous avoir donné la volonté, la patience et le courage nécessaires à l'accomplissement de ce travail.

*Nous exprimons notre profonde gratitude à notre encadreur monsieur **Haoues GHOUS** pour sa disponibilité, ses conseils précieux, et l'intérêt qu'il a accordé à notre travail tout au long de sa réalisation.*

*Nous tenons également à remercier chaleureusement monsieur **Djamel ZELMATI** pour son accompagnement, son soutien et son encadrement bienveillant tout au long de notre stage.*

Nos sincères remerciements vont aussi aux membres du jury qui ont accepté d'évaluer notre mémoire. Qu'ils trouvent ici l'expression de notre respect, de notre reconnaissance et de nos remerciements les plus anticipés.

À nos parents, piliers de notre réussite et source inépuisable d'amour et de soutien, nous adressons notre reconnaissance infinie. Que ce travail soit le fruit de leurs sacrifices.

Nous remercions également toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à l'élaboration de ce mémoire, par leur aide, leurs conseils ou leur encouragement.

Enfin, nos remerciements vont à nos amis, pour leur soutien moral, leur présence constante et leur motivation tout au long de cette aventure académique.



Dédicaces

À ceux qui, après Dieu, ont eu le plus grand mérite dans mon arrivée à ce moment de ma vie...

À ma chère Maman, Toi qui as été mon refuge chaleureux, et dont les prières ont été la clé de chaque réussite que je vis aujourd'hui. Tu as veillé quand j'étais fatiguée, tu m'as consolée dans mes larmes, tu m'as relevée dans mes chutes.

À mon cher Baba, Ta présence a toujours été discrète, mais constante, empreinte d'un amour pur qui n'a jamais eu besoin de mots. Merci d'avoir toujours été là, un soutien et une aide sans que j'aie à demander.

À Papa, Celui qui a été pour moi un pilier, une ombre protectrice dans chaque moment d'épuisement. Merci pour ton amour, ton écoute, et tout ce que tu m'as offert sans jamais rien attendre en retour.

À ma grande Maman, Qui a toujours été une seconde mère pour moi, avec un cœur immense et une générosité sans limite.

À mes chers frères Saïd et Rachad, Vous êtes ma force, mon soutien, mon appui inébranlable. Rien n'égale la chaleur fraternelle que vous représentez. Merci pour votre confiance et votre présence indéfectible à mes côtés.

À mes sœurs bien-aimées Khouloud, Zahra et Nada, Vous êtes mon cœur battant, les compagnes de mon enfance et les plus beaux souvenirs de ma vie. Avec vous, je trouve la paix, la sérénité dans vos mots, et un soutien silencieux dans vos regards.

À Nadir et Rabie, les maris de mes sœurs, Vous avez toujours fait partie de notre famille. Vous n'êtes pas seulement des beaux-frères, mais de véritables frères. Merci pour votre respect et pour vos nobles attitudes inoubliables.

À mes petites adorées : Zayd, Malak, Célia, Ranim et Eline, Vous êtes les joyaux de la maison, vos rires sont une paix pour l'âme.

Je prie Dieu d'être pour vous un bel exemple, comme vous êtes pour moi une belle source d'inspiration.

À ma famille que je chéris et dont je suis fière,

Je vous offre ce travail comme un témoignage d'amour et de profonde reconnaissance, en espérant qu'il soit à la hauteur de ce que vous avez sacrifié pour moi, et de tout l'amour, les prières et la patience dont vous m'avez entourée.

MANAL ZEGROUR

Dédicaces

Je dédie ce travail modeste à ceux qui ont façonné mon parcours, illuminé mes jours, et fortifié ma volonté.

À ma mère bien-aimée, source infinie d'amour et de tendresse, qui a sacrifié tant pour m'offrir l'espoir et la stabilité. Par ses prières silencieuses, elle a facilité chaque épreuve. Que Dieu te protège, toi la reine de mon cœur.

À mon père bien-aimé, symbole de courage et de persévérance, qui a tracé le chemin de ma réussite par ses sacrifices et sa sueur. Merci pour ton amour inconditionnel et ta confiance indéfectible.

À mes frères et sœurs, piliers inébranlables de ma force, qui ont toujours su m'entourer de leur affection sincère et de leur présence rassurante, aussi bien dans les moments de doute que dans les instants de joie. À Yassine, mon frère aîné, modèle de sagesse et de soutien ; à Nadjat, ma sœur aînée, généreuse dans son amour, douce dans ses gestes, véritable seconde mère ; à mon jumeau Amir, mon autre moitié, confident silencieux et refuge de l'âme ; à Zidan, Daoud et Mouad, frères chers à mon cœur, symboles de ma fierté et de mon énergie ; à Khadidja, Zouleikha et Khaoula, sœurs bien-aimées dont les sourires illuminent mes journées et apaisent mon cœur.

À Siraj et Sajed, mes petits rayons de lumière, et à Aya, amie fidèle, pour ton affection sincère et ton soutien constant.

À mes amis loyaux, compagnons de route et de luttes, pour leur présence rassurante et leur encouragement sans faille.

À toute ma famille, à tous ceux qui m'ont porté par leurs sentiments sincères et leur bienveillance. À celui qui a cru en moi quand moi-même j'en doutais -i.

Et avant tout, à Dieu, Le Très-Haut, lumière de mes ténèbres et soutien de mes faiblesses. Louange à Lui pour le début, la fin, et tout ce qui est entre les deux. Et notre dernière prière est : louange à Dieu, Seigneur des mondes.

AMIRA BOUBEKEUR

Résumé

Résumé :

Ce mémoire s'intéresse à l'étude du comportement tribologique et électrochimique de l'acier API 5L X70, largement utilisé dans les pipelines de transport d'hydrocarbures. Ce matériau est souvent exposé à des environnements agressifs contenant du chlorure de sodium (NaCl), principal facteur de corrosion dans l'eau produite lors de l'exploitation pétrolière. L'étude a porté sur des essais réalisés dans des solutions de NaCl à différentes concentrations (0 %, 1 %, 3 %, 5 %), avec et sans l'ajout d'un inhibiteur de corrosion commercial. Des techniques telles que la polarisation potentiodynamique, la spectroscopie d'impédance électrochimique, les essais pin-on-disk, ainsi que des observations au MEB/EDX, ont permis d'évaluer la résistance à la corrosion et à l'usure du matériau. Les résultats montrent que l'augmentation de la salinité aggrave significativement les phénomènes de corrosion et d'usure. L'inhibiteur utilisé a montré une efficacité notable dans la réduction de ces effets. Ces travaux offrent une base pour le développement futur d'inhibiteurs naturels, notamment à base de plantes, comme alternatives durables.

Mots clés : tribologique, Électrochimique API 5L X70, Chlorure de sodium, L'inhibiteur.

Abstract:

This thesis focuses on the study of the tribological and electrochemical behavior of API 5L X70 steel, which is widely used in hydrocarbon transportation pipelines. This material is frequently exposed to aggressive environments containing sodium chloride (NaCl), the main corrosion agent in the produced water during oil and gas extraction. The study involved tests in NaCl solutions with varying concentrations (0%, 1%, 3%, 5%), both with and without the addition of a commercial corrosion inhibitor. Techniques such as potentiodynamic polarization, electrochemical impedance spectroscopy (EIS), pin-on-disk tribological tests, and SEM/EDX observations were used to evaluate the material's resistance to corrosion and wear. The results show that increasing salinity significantly worsens corrosion and wear phenomena. The inhibitor used demonstrated notable effectiveness in mitigating these effects. This research provides a foundation for the future development of natural corrosion inhibitors, particularly plant-based alternatives, as sustainable solutions.

Keywords: The tribological, Electrochemical, API 5L X70, Sodium chloride, The inhibitor.

المخلص:

يتناول هذا العمل دراسة تجريبية للسلوك التريبيولوجي والكهروكيميائي للفولاذ ذي المقاومة العالية، وبشكل خاص فولاذ API 5L X70 المستخدم على نطاق واسع في نقل المحروقات. يهدف هذا البحث إلى تقييم تأثير تركيز كلوريد الصوديوم (NaCl) على كل من التآكل والاحتكاك. تم إجراء اختبارات كهروكيميائية (استقطاب تيارى) وتجارب تريبيولوجية (احتكاك كرة على قرص) في محاليل ملحية مختلفة. أظهرت النتائج أن زيادة تركيز NaCl تؤدي إلى تسريع معدل التآكل وزيادة معامل الاحتكاك. كما تم استخدام جهاز قياس السطح الثلاثي الأبعاد (Profilomètre 3D) لتحليل طبوغرافيا الأسطح المتآكلة، مما ساعد على فهم آليات التدهور بشكل أدق.

الكلمات المفتاحية: فولاذ API X70، التآكل، التريبيولوجيا، كلوريد الصوديوم، المجس الثلاثي الأبعاد.

Sommaire

Remerciement

Résumé

Sommaire

Listes des tableaux

Listes des figures

Introduction générale P 01

CHAPITRE I : Description du centre et motivation et problématique.....P 03

I.1. Description du centre P 03

I.2. motivation..... P 03

I.3. Problématique P 03

CHAPITRE II : Recherche bibliographique et état de l'art..... P 06

Introduction..... P 06

II.1 Corrosion dans les pipelines P 06

II.2 Corrosion électrochimique..... P 07

II.3 comportement tribologique..... P 08

CHAPITRE III : Matériaux et Techniques expérimentales.....P 09

Introduction..... P 09

III.1 Matériau étudié..... P 09

III.2 Composition chimique P 09

III.3. Préparation des échantillons..... P 09

III.4 Propriétés mécaniques P 11

III.5 Essais électrochimique P 12

III.6. Essais tribologique P 14

CHAPITRE IV Analyse et discussions des résultats.....P 15

Introduction..... P 15

Sommaire

IV .1. Etude électrochimique	P 15
IV.2 Etude Tribologique.....	P 21
IV.3. Analyse EDX après essais électrochimiques et essais tribologiques.....	P 25
Conclusion Générale.....	P 27
Références	P 28

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
III.1	Composition chimique de l'acier grade API X70 étudié	09
III.2	Solutions sans inhibiteur (essais tribologiques et électrochimiques).	12
III.3	Solutions avec inhibiteur (essais électrochimiques).	12
IV.1	Intervalles temporels caractéristiques correspondant aux différentes phases de dégradation.	17
IV.2	Paramètres électrochimiques déterminées à partir des courbes de polarisation de l'acier X70 en fonction de la concentration NaCl à la présence de l'inhibiteur commercial.	18

Liste des figures

Figure	Titre	Page
II.1	Corrosion d'un pipeline en API X60 de diamètre de 1016mm et épaisseur de 12.7mm	06
II.2	Schéma simplifié du processus de corrosion	07
III.1	Microscope optique Nikon Eclipse	10
III.2	Polisseuse - ECHOLAB - PM62	10
III.3	Les échantillons après polissage.	10
III.4	. Sens de prélèvement des éprouvettes de traction	11
III.5	Courbe de traction nominale et réelle de l'acier API X70	11
III.6	Équipements et produits utilisés pour la préparation des solutions de NaCl, avec et sans inhibiteur de corrosion.	13
III.7	Cellule Gamry reference 600 couplé à un micro-ordinateur	13
III.8	Équipements utilisés pour l'essai de frottement tribomètre (Pin on disk)	14
IV.1	Évolution du potentiel libre OCP en fonction du temps à différente concentration de NaCl.	16
IV. 2	Courbes de polarisation potentiodynamique de l'acier X70 à différente concentration de NaCl, $v_b=0.5$ mV/s (a) sans inhibiteur (b) avec inhibiteur.	18
IV.3	. Diagrammes Spectroscopie d'Impédance Electrochimique de :(a) et (b) Nyquist, (c), (d), (e) et (f) Bode de l'acier API 5L X70 à différente concentration de NaCl.	20
IV.4	Micrographies (MEB) obtenues à différentes concentrations de NaCl sans inhibiteur (a) 0% (b) 1 % (c) 3% et (d) 5 %	21
IV.5	Micrographies (MEB) obtenues à différentes concentrations de NaCl avec inhibiteur (a) 0% (b) 1 % (c) 3% et (d) 5 %.	21
IV.6	Evolution du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement (a) 0% NaCl (b) 1% NaCl, (c) 3% NaCl, (d) 5 %NaCl.	22
IV.7	Profils 2D d'usure après essais tribologiques dans des solutions de NaCl à différentes concentrations : (a) 0 %, (b) 1 %, (c) 3 %, (d) 5 %.	23
IV.8	Profils 3D d'usure après essais tribologiques dans des solutions de NaCl à différentes concentrations : (a) 0 %, (b) 1 %, (c) 3 %, (d) 5 %.	23
IV.9	Micrographies (MEB) obtenues à différentes concentrations de NaCl (a) 0% (b) 1 % (c) 3% et (d) 5 %	24
IV.10	Analyse EDX de l'acier API 5L X70 après essai électrochimique (a) 0% et sans inhibiteur (b) 0% et avec inhibiteur (c) 3% et sans inhibiteur (d) 3% et avec inhibiteur	25
IV.11	Analyse EDX de l'acier API 5L X70 après essai tribologique dans différents milieux NaCl (a) 0% (b) 1% (c) 3% (d) 5 %.	26

Introduction

Introduction générale

Introduction Générale

Les pipelines en acier à haute limite d'élasticité, représentent aujourd'hui l'option privilégiée pour le transport du pétrole et du gaz à l'échelle mondiale [1–3]. Cette préférence s'explique par leur excellente rentabilité économique, leur robustesse mécanique et leur fiabilité éprouvée en matière de sécurité sur de longues distances [4–6]. Par exemple, entre 2005 et 2009, les taux d'hospitalisation des travailleurs dans le secteur des pipelines étaient 30 fois inférieurs à ceux observés dans le transport ferroviaire de pétrole, et 37 fois plus faibles que ceux enregistrés dans le transport routier. Par ailleurs, le nombre d'incidents recensés par milliard de tonnes-milles transportées reste inférieur à 0.6 pour les pipelines, contre plus de 2 pour le rail et environ 20 pour la route [7].

Le développement des pipelines a pour objectif d'atteindre des performances mécaniques élevées, en intégrant de faibles quantités d'éléments d'alliage (tels que le niobium, le vanadium ou le titane), qui permettent un affinement de la microstructure, une amélioration de la résistance mécanique et une meilleure tenue à la corrosion [8,9]. En phase d'exploitation, les pipelines sont soumis à un programme rigoureux de surveillance et à des inspections fréquentes, visant à détecter et à caractériser les défauts, en particulier ceux liés à la corrosion ou à la perte de métal [10–12]. Ce programme permet de prédire, d'anticiper et d'élaborer un plan d'inspection et de maintenance afin d'assurer leur intégrité.

Parmi les aciers de haute limite d'élasticité, l'acier API 5L X70 est largement utilisé, en particulier dans le secteur pétrolier et gazier, en raison de leurs excellentes performances mécaniques, tribologiques et électrochimiques. Néanmoins, l'extraction de pétrole et de gaz naturel à partir des puits s'accompagne toujours de la présence d'eau, considérée comme un sous-produit naturel lors de l'exploitation des réservoirs d'hydrocarbures. Cette eau produite contient une quantité de sels dissous, dont le plus courant est le chlorure de sodium (NaCl), présent dans la majorité des cas. Ce dernier joue un rôle essentiel dans les mécanismes de corrosion affectant les infrastructures de production, pouvant affecter leur durabilité et entraîner des pertes économiques significatives.

Ce travail se focalise sur l'étude du comportement électrochimique et tribologique de l'acier API 5L X70 dans des solutions de NaCl à différentes concentrations massiques (0%, 1%, 3% et 5%), avec et sans l'ajout d'un inhibiteur de corrosion commercial. L'objectif est d'évaluer les performances en termes de résistance à la corrosion et à l'usure de ce matériau à haute limite d'élasticité dans des conditions simulant des environnements de service réels.

La structure de ce mémoire est répartie comme suit :

- Chapitre I : description du centre et motivation et problématique ;
- Chapitre II : Revue bibliographique détaillée sur le comportement tribologique et électrochimique des aciers, et sur les techniques de protection contre la corrosion ;
- Chapitre III : Description des matériaux, des solutions de NaCl, des dispositifs expérimentaux et des protocoles d'essais (tribologiques, électrochimiques, immersion...);

Introduction générale

- Chapitre IV : Présentation, interprétation et discussion des résultats obtenus, avec mise en évidence des mécanismes de dégradation et de l'efficacité de l'inhibiteur testé.

Cette étude vise non seulement à caractériser le comportement de l'acier API 5L X70 dans différents milieux agressifs, mais aussi à fournir une base comparative pour de futurs travaux de recherche, notamment sur le développement d'un inhibiteur de corrosion à base de plantes. Cet inhibiteur peut être évalué selon une méthodologie similaire, et ces performances confrontées aux résultats obtenus avec l'inhibiteur commercial utilisé dans cette étude à travers une analyse qualitative.

CHAPITRE I :
Description du
centre et
motivation et
problématique

CHAPITRE I : Description du centre et motivation et problématique

I.1. Description du Centre :

L'Unité de Recherche en Mines et Métallurgie (URMM) relève du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) sous tutelle du Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique. Créée par l'arrêté ministériel n° 242 du 3 mars 2022, elle a pour mission de mener des programmes de recherche visant le développement des technologies industrielles dans les secteurs des mines et de la métallurgie. Ses travaux portent sur la valorisation et l'exploitation des ressources en matières premières, la métallurgie extractive, la fabrication de céramiques, la métallurgie des alliages ferreux et non ferreux, les traitements thermomécaniques, les biomatériaux et l'ingénierie des surfaces. Elle œuvre également dans l'automatisation, la surveillance et le contrôle des systèmes industriels et de leurs produits. L'URMM est structurée en trois divisions spécialisées dans l'exploitation et la transformation des minerais, le développement des métaux et alliages, et le contrôle des systèmes industriels et des produits, en s'appuyant sur l'intelligence artificielle et des technologies avancées pour accompagner le secteur industriel.

I.2. Motivation :

L'étude du comportement tribologique et électrochimique de l'acier API 5L X70, matériau à haute limite d'élasticité utilisé dans la fabrication de tubes de pipeline pour le transport des hydrocarbures, repose sur son importance industrielle. Malgré ses bonnes performances mécaniques, tribologiques et électrochimiques, cet acier reste vulnérable à la corrosion et à l'usure, notamment dans des milieux agressifs soumis à des conditions de service sévères. L'analyse de ces phénomènes permettra de proposer des solutions efficaces pour améliorer sa durée de vie et sa fiabilité. Cette étude vise non seulement à caractériser le comportement de l'acier API 5L X70 dans différents environnements agressifs, mais aussi à fournir une base comparative pour de futurs travaux de recherche, notamment sur le développement d'un inhibiteur de corrosion à base de plantes. L'efficacité de cet inhibiteur pourra être évaluée selon une méthodologie similaire et comparée, qualitativement, à celle d'un inhibiteur commercial.

I.3. Problématique :

Les tubes fabriqués en acier API 5L X70 sont largement utilisés, en particulier dans le secteur pétrolier et gazier, en raison de leurs excellentes performances mécaniques, tribologiques et électrochimiques. Néanmoins, l'extraction de pétrole et de gaz naturel à partir des puits s'accompagne toujours de la présence d'eau, considérée comme un sous-produit naturel lors de l'exploitation des réservoirs d'hydrocarbures. Cette eau produite contient une quantité de sels dissous, dont le plus courant est le chlorure de sodium (NaCl), présent dans la majorité des cas. Ce dernier joue un rôle essentiel dans les mécanismes de corrosion, pouvant affecter leur durabilité et entraîner des pertes économiques significatives. Par conséquent, l'étude de la dégradation des propriétés tribologiques et électrochimiques de l'API 5L X70

CHAPITRE I : Description du centre et motivation et problématique

Dans des milieux contenant différentes concentrations de NaCl est essentielle pour proposer des solutions adaptées afin de préserver la fiabilité et la sécurité des installations pétrolières.

CHAPITRE II :
Recherche
bibliographique
et
État de l'art

CHAPITRE II : Recherche bibliographique et état de l'art

Introduction :

Les pipelines en acier constituent le mode de transport le moins coûteux et le plus fiable sur de longues distances. C'est pourquoi de nouveaux tracés sont en construction ou en projet, tandis que des opérations de réhabilitation des réseaux existants sont également programmées [1,2]. Un exemple remarquable est le Gazoduc transsaharien (TSGP), un méga projet de près de 4 128 km, destiné à acheminer du gaz du Nigeria vers l'Europe en traversant le Niger et l'Algérie, dont environ 2 310 km sont sur le sol algérien [13]. Durant leur exploitation, les pipelines en acier sont exposés à divers facteurs de dégradation susceptibles d'altérer leurs propriétés mécaniques et leur ténacité. En particulier, la corrosion est largement reconnue comme la principale cause de détérioration : elle est responsable d'environ 25 % des défaillances des gazoducs en acier [14].

II.1. Corrosion dans les pipelines :

La corrosion peut être définie par la dégradation d'un matériau métallique suite à son interaction avec l'environnement [15]. Dans ce mémoire on s'intéresse à la corrosion des pipelines enterrés fabriqués en acier micro allié, destinés à la distribution des hydrocarbures.

La **Figure II.1** présente un pipeline en acier **API X60**, prélevé sur la station de compression de Laghouat, présentant des signes de corrosion après inspection de la zone.

Le processus de dégradation d'un métal résultant d'interactions électrochimiques avec l'environnement par le biais de réactions de transfert d'électrons. Ce processus entraîne l'enlèvement des électrons du métal par le phénomène d'oxydation, exprimé par l'équation (1.1) et la récupération de ces électrons par d'autre réaction de réduction. (Equation (1.2) et (1.3)).

Le phénomène d'oxydation est appelé réaction anodique tandis que le phénomène de réduction est appelé réaction cathodique. La **Figure II.2** ci-dessus illustre un schéma simplifié du processus de corrosion.



Figure II.1. Corrosion d'un pipeline en API X60 de diamètre de 1016mm et épaisseur de 12.7mm [16]

CHAPITRE II : Recherche bibliographique et état de l'art

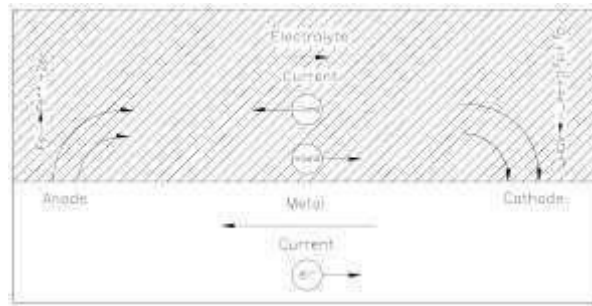


Figure II.2. Schéma simplifié du processus de corrosion [15,16]

Les deux réactions électrochimiques sont nécessaires pour que la corrosion puisse se produire. La réaction d'oxydation entraîne la perte effective de métal, mais la réaction de réduction doit être présente pour consommer les électrons libérés par l'oxydation, maintenant ainsi la neutralité de charge. Sinon, une charge négative importante s'accumulerait rapidement entre le métal et l'électrolyte, stoppant le processus de corrosion [15].

II.2. Corrosion électrochimique :

Les techniques électrochimiques permettent d'étudier les processus de corrosion selon deux approches :

- Suivi du potentiel en circuit ouvert (OCP), en mesurant l'évolution du potentiel d'une électrode immergée, on caractérise les modifications de l'interface métal/électrolyte ;
- Voltamétrie cyclique à balayage rapide, en faisant varier rapidement le potentiel, on détecte les courants liés à l'adsorption ou à la formation de films à la surface du métal.

Les techniques électrochimiques sont généralement réservées aux études en laboratoire. Elles ne nécessitent pas de longues durées d'essai et permettent d'obtenir des renseignements sur quelques paramètres de la corrosion, ainsi que sur les réactions limitantes des phénomènes : diffusion, transfert de charge, formation d'un film passif.

II.2.1. Méthodes électrochimiques :

Les méthodes électrochimiques se répartissent en deux catégories principales : Méthode stationnaire ou le potentiel varie lentement, favorisant l'obtention d'un état quasi-statique du système. La deuxième catégorie, est Méthodes transitoires, ou le potentiel subit des variations rapides, permettant ainsi de capter la réponse dynamique de l'interface métal/électrolyte [17].

II.2.1.1. Potentiel en circuit ouvert OCP :

Également désigné par potentiel d'abandon ou potentiel libre, cette mesure électrochimique est la plus simple et la plus rapide à réaliser. Elle fournit des informations initiales sur les processus à l'interface métal/électrolyte, comme la corrosion active ou la formation d'un film passif [17].

II.2.1.2. Courbes de polarisation :

Les courbes courant-tension stationnaires permettent d'estimer la vitesse de corrosion et de détecter la formation d'un film inhibiteur. Un courant reste quasiment constant sur une large

CHAPITRE II : Recherche bibliographique et état de l'art

plage de surtension appliquée, est un indicateur de la présence d'une couche passive [17].

II.2.1.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) :

Les techniques stationnaires restent insuffisantes pour caractériser des mécanismes complexes, ce que rend l'utilisation des techniques transitoires indispensable. Parmi ces techniques, la EIS est une technique non stationnaire, consiste à étudier la réponse du système électrochimique, suite à une perturbation qui est, le plus souvent, un signal alternatif de faible amplitude. Cette méthode permet d'obtenir des informations cruciales sur les capacités de double couche, les résistances au transfert de charge, la diffusion ionique ou la formation de films passifs, en décomposant les phénomènes dynamiques de l'interface métal/électrolyte [17].

II.3. Comportement tribologique :

La tribologie, discipline relativement nouvelle, se concentre sur l'étude du frottement, de l'usure et de la lubrification entre surfaces en mouvement. Elle est surtout fondée sur l'expérience pratique, étant complexe et ardue à modéliser théoriquement. Elle est soumise aux conditions d'utilisation et requiert une expertise en physique, chimie, métallurgie et mécanique. L'usure et le frottement ne vont pas toujours de pair, et un système tribologique peut intégrer un troisième élément entre deux substances en contact. L'apport de l'idée de contact à trois corps a conduit à une meilleure compréhension des processus tribologiques.

II.3.1. Frottement :

Le frottement est une résistance au mouvement entre deux surfaces en contact, causée par les irrégularités présentes sur ces surfaces. Il engendre des contraintes mécaniques, de la chaleur et une usure progressive des matériaux. D'autre part, la rugosité issue de l'usinage influence fortement le niveau de frottement : une surface plus rugueuse augmente les résistances, ce qui diminue les performances des systèmes mécaniques.

CHAPITRE III :
Matériaux et
Techniques
expérimentales

CHAPITRE III : Matériaux et Techniques expérimentales

Introduction :

L'objectif de cette étude est d'évaluer le comportement tribologique et électrochimique de l'acier API 5L X70 dans des milieux salins de différentes concentrations, en mettant en évidence l'impact de ces environnements sur sa susceptibilité à la corrosion. Par ailleurs, une étude qualitative sera menée afin de comparer les performances de l'acier en présence et en absence d'un inhibiteur de corrosion commercial utilisé au sein du complexe sidérurgique d'El Hadjar (SIDER). Cette comparaison, basée sur l'analyse des résultats des essais électrochimiques, permettra d'apprécier l'influence de l'inhibiteur sur les mécanismes de corrosion, sans pour autant viser une quantification précise de son efficacité. L'analyse des surfaces corrodées sera effectuée par MEB/EDX, avant et après polissage, afin d'évaluer la dégradation des surfaces des spécimens et d'identifier les mécanismes de corrosion.

III.1. Matériau étudié :

Le matériau examiné dans cette étude est un acier micro-allié de grade API 5L X70, couramment utilisé pour la fabrication de tubes soudés en spirale destinés à la construction de pipelines pour le transport de gaz. Ce matériau est fourni par la société **THYSSEN**, sous forme de bobines de tôles obtenues par laminage. La fabrication des tubes est assurée par l'entreprise algérienne **ALFAPIPE Annaba**, conformément aux exigences des normes **API 5L**.

III.2. Composition chimique :

L'acier de grade API X70, fourni par la compagnie allemande **Thyssen**, est conforme aux exigences de la norme **API 5L** [1]. L'analyse chimique effectuée sur les échantillons de tubes utilisés dans le cadre de ce travail a donné la composition présentée dans le **Tableau III.1**.

Tableau III.1. Composition chimique de l'acier grade API X70 étudié

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Co	Cu	Nb	Ti	V	W	Sn
0.077	0.348	1.58	0.021	0.005	0.026	0.018	0.002	0.038	0.001	0.025	0.057	0.002	0.089	0.002	0.01

III.3. Préparation des échantillons :

III.3.1. Attaque chimique :

Dans le cadre de l'étude du comportement tribologique, quatre échantillons en acier API 5L X70 de dimensions 10 mm × 10 mm × 12.9 mm ont été polis jusqu'à l'obtention d'un état de surface miroir. Afin de révéler la microstructure initiale du matériau avant les essais de frottement, une attaque chimique a été réalisée sur l'un des échantillons.

CHAPITRE III : Matériaux et Techniques expérimentales

La surface a été nettoyée successivement à l'eau distillée, à l'éthanol puis à l'acétone. L'agent utilisé pour l'attaque était le réactif Nital à 4%. L'attaque a été effectuée par tamponnement pendant environ 2 secondes, suivie d'un rinçage immédiat et d'un séchage. Cette opération a permis de rendre visibles les joints de grains avant toute altération induite par l'usure. Un microscope optique Nikon Eclipse (**Figure III.1**) est utilisé pour visualiser les détails fins. Il se distingue par son pouvoir de grossissement angulaire, permettant d'obtenir une image agrandie et claire de la surface analysée.



Figure III.1. Microscope optique Nikon Eclipse

III.3.2. Polissage :

Quinze échantillons de dimensions 10 mm × 10 mm ont été découpés à partir de la tôle à l'aide d'une lame de scie à ruban bi-métal, prélevée sur la virole du tube en acier API X70, dans l'atelier de ALFAPIPE Annaba.

La préparation des surfaces pour les tests électrochimiques consiste en un polissage à l'aide de papiers abrasifs de granulométries 100, 400, 600, 800 et 1200, réalisé avec une polisseuse, jusqu'à obtention d'un état de surface miroir. L'orientation de l'échantillon est changée de 90° à chaque étape afin d'éliminer les rayures. Enfin, les échantillons sont nettoyés à l'acétone puis séchés.



Figure III.2. Polisseuse - ECHOLAB - PM62



Figure III.3. Les échantillons après polissage

CHAPITRE III : Matériaux et Techniques expérimentales

III.3.3 Enrobage des échantillons

Après l'étape l'opération de polissage et atteindre l'état miroirs, les échantillons seront enrobés selon les étapes suivantes :

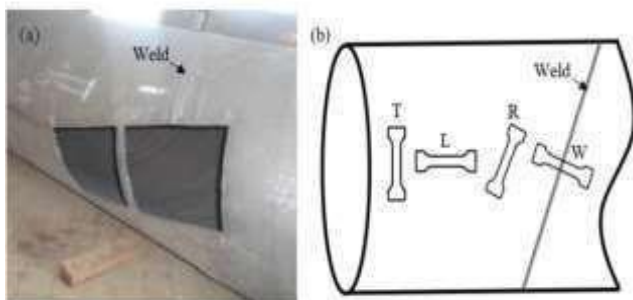
- Choisir un moule d'enrobage adapté aux dimensions de l'échantillon, puis installer ce dernier dans le moule en veillant à ce qu'il soit propre, sec et correctement positionné ;
- Déterminer avec précision les proportions des composants de la résine thermodurcissable selon sa spécification technique ;
- Mélanger soigneusement les constituants de la résine afin d'obtenir un mélange homogène, puis le verser lentement dans le moule, en évitant la formation de bulles d'air ;
- Laisser durcir la résine dans le moule pendant un temps déterminé (selon le type de résine et la température ambiante) jusqu'à obtention d'un enrobage rigide et transparent, garantissant une bonne tenue mécanique ;
- Retirer l'échantillon du moule.

III.4. Propriétés mécaniques :

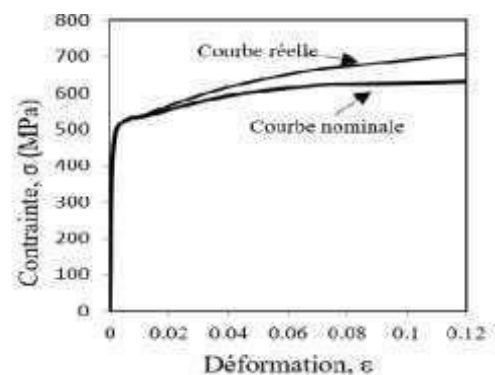
III.4.1. Essais de traction :

Des essais de traction ont été faites à l'aide d'une machine Mohr Fedehaf Amsler d'une capacité de 600 kN afin de tracer les courbes contrainte-déformation et de déterminer les propriétés mécaniques du matériau. Les éprouvettes ont été prélevées dans la direction longitudinale du métal de base à partir d'un tube de 48 pouces de diamètre extérieur et de 13.90 mm d'épaisseur, conformément à la norme **API 5L**. La **FigureIII.4** illustre le sens de prélèvement des éprouvettes.

La **FigureIII.5** présente les courbes contrainte-déformation conventionnelle et réelle de l'acier de grade X70 obtenue. Les valeurs moyennes de la limite d'élasticité σ_y , de la résistance maximale à la traction σ_t , et du module de Young E , sont respectivement de 493.5 MPa, 632.7 MPa et 244 GPa.



FigureIII.4. Sens de prélèvement des éprouvettes de traction



FigureIII.5. Courbe de traction nominale et réelle de l'acier API X70

CHAPITRE III : Matériaux et Techniques expérimentales

III.4.2. Essais de dureté :

Les essais de dureté de l'acier API X70 ont été effectués au laboratoire des essais mécaniques de l'entreprise ALFAPIPE Annaba. Conformément à la norme ASTM E92-82, les mesures ont été réalisées sur six points de mesure, numérotés de 1 à 3 et de 15 à 17, répartis sur le métal de base. La méthode adoptée est celle de Vickers avec une charge de 10 kgf (HV10). Les résultats obtenus montrent une dureté moyenne de 218 HV10,

III.5. Essais électrochimiques :

III.5.1. Préparation des solutions :

Dans cette section, nous présentons les solutions préparées pour les essais tribologiques et électrochimiques. Les solutions sont classées en deux catégories : sans inhibiteur (utilisées pour les deux types d'essais) et avec inhibiteur (utilisées uniquement pour l'étude électrochimique). Toutes les solutions ont été préparées à température ambiante, avec une agitation manuelle jusqu'à dissolution complète.

Tableau III. 2 Solutions sans inhibiteur (essais tribologiques et électrochimiques).

Concentration massique NaCl	Composition
0 %	1000 g d'eau distillée
1 %	10 g NaCl + 990 g d'eau distillée
3 %	30 g NaCl + 970 g d'eau distillée
5 %	50 g NaCl + 950 g d'eau distillée

Tableau III.3 Solutions avec inhibiteur (essais électrochimiques).

Concentration massique NaCl	Composition
0 %	6 g inhibiteur + 994 g d'eau distillée
1 %	10 g NaCl + 6 g inhibiteur + 984 g d'eau distillée
3 %	30 g NaCl + 6 g inhibiteur + 964 g d'eau distillée
5 %	50 g NaCl + 6 g inhibiteur + 944 g d'eau distillée

Pour la préparation des solutions à différentes concentrations NaCl, avec ou sans inhibiteur de corrosion, les équipements et produits suivants ont été utilisés (**Figure III.6**) :

- Chlorure de sodium (NaCl) sous forme de poudre analytique ;
- Balance électronique de précision pour le pesage des masses exactes de NaCl et d'inhibiteur ;
- Bécher en verre pour le mélange des solutions ;
- Agitateur magnétique avec barreau aimanté permettant une dissolution homogène du NaCl dans l'eau distillée ;
- Inhibiteur de corrosion commercial, ajouté à 0.6 % en masse pour les solutions destinées aux essais électrochimiques ;
- Eau distillée utilisée comme solvant pour toutes les préparations.

CHAPITRE III : Matériaux et Techniques expérimentales

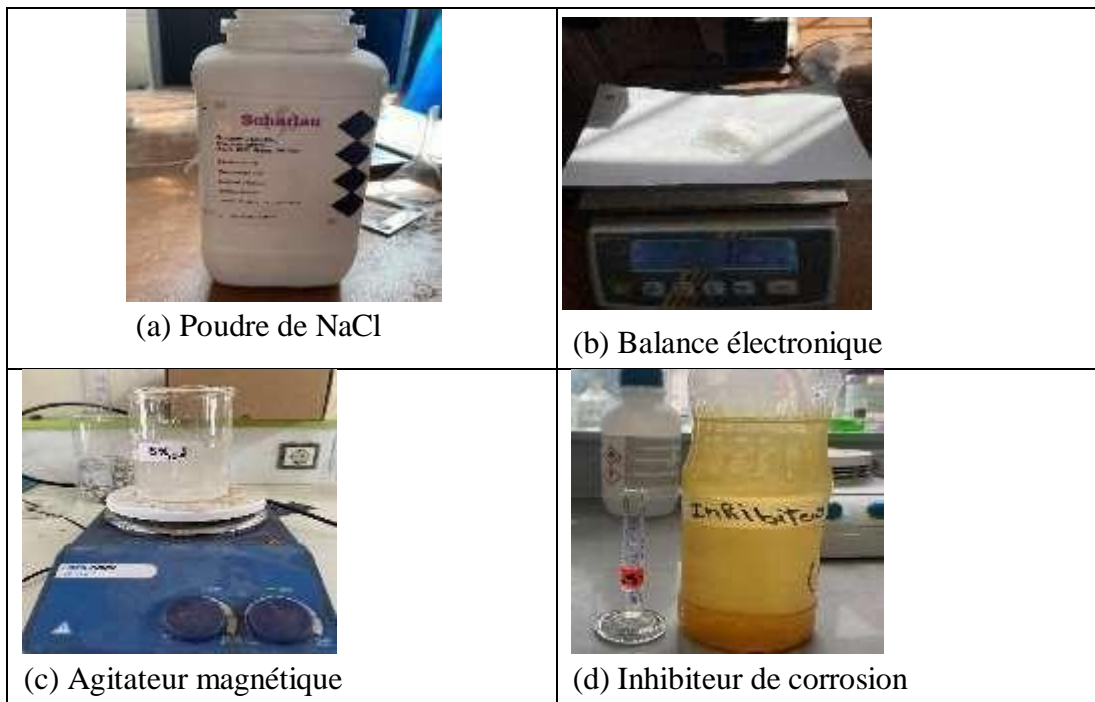


Figure III.6. Équipements et produits utilisés pour la préparation des solutions de NaCl, avec et sans inhibiteur de corrosion.

III.5.2 Protocole d'essai électrochimique

Une étude électrochimique a été réalisée au laboratoire de métallurgie pour évaluer la corrosion de l'acier API 5L X70, en utilisant une cellule Gamry Reference 600+ avec un montage à trois électrodes, comme illustré dans la figure (Figure III.10), dans des solutions de NaCl de différentes concentrations, avec et sans inhibiteur de corrosion.



Figure III.7. Cellule Gamry reference 600 couplée à un micro-ordinateur

CHAPITRE III : Matériaux et Techniques expérimentales

III.6. Essais tribologiques :

III.6.1. Essais de frottement :

Les essais de frottement ont été réalisés à l'ENSTI à l'aide d'un tribomètre de type **bille sur disque** (appareil CSM Instruments) (**Figure III.8**), conformément à la norme **ASTM G99-95**. Une bille en acier 100Cr6 de **6 mm de diamètre** est utilisée en contact avec la surface du spécimen, sous une charge normale prédéfinie. Le **coefficient de frottement (COF)** est enregistré automatiquement tout au long du test. L'expérimentation vise à évaluer le comportement tribologique du matériau en analysant notamment la **déformation du bras élastique** du dispositif, qui permet de mesurer la force de frottement. Les paramètres tels que la **vitesse de glissement**, la **charge appliquée**, la **température** et l'**humidité relative** sont rigoureusement contrôlés afin de reproduire des **conditions représentatives de l'environnement réel de service**.

Des essais d'usure de type pin-on-disk ont été réalisés à sec ainsi qu'en milieu corrosif contenant des solutions de NaCl à 1%, 3% et 5%. Pour chaque condition, la profondeur et le volume d'usure ont été mesurés. Ces essais permettent néanmoins **d'évaluer l'influence de la concentration en sel sur le comportement à l'usure de l'acier API X70** dans des environnements représentatifs des conditions de service. Pour tous les essais de frottement, une charge normale constante de 10 N a été appliquée, avec une vitesse de glissement fixée à 4 cm/s. Chaque essai a été mené pendant une durée de 40 minutes.

Après la réalisation des essais de frottement, une analyse de la topographie des surfaces a été effectuée à l'aide d'un profilomètre 3D. Cet outil a permis de mesurer avec précision la rugosité (Ra) et la profondeur des usures générées. Les résultats ont montré une augmentation notable de la rugosité dans les milieux les plus agressifs, ce qui confirme l'intensité de l'usure observée et corrobore les courbes de frottement ainsi que les observations MEB.

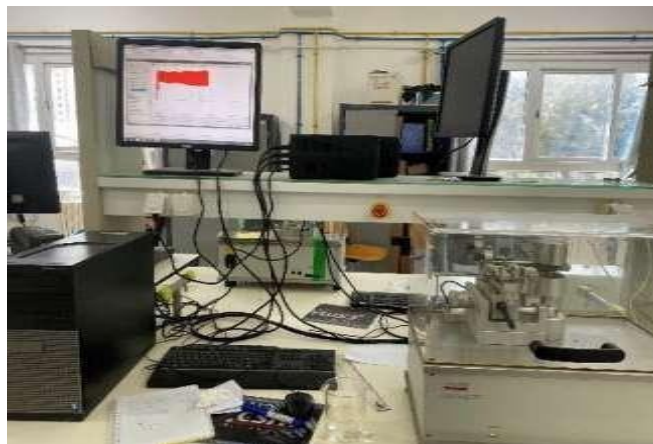


Figure III.8. Équipements utilisés pour l'essai de frottement tribomètre (Pin on disk)

CHAPITRE IV :

***Analyse et
discussions des
résultats***

CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

Introduction :

L'acier API 5L X70 est largement utilisé dans les industries pétrolière et gazière, notamment pour la fabrication de pipelines destinés au transport des hydrocarbures. Ce matériau de haute limite d'élasticité est apprécié pour ses bonnes propriétés mécaniques et sa bonne résistance à la corrosion dans des conditions de service modérées. Toutefois, dans les environnements réels, ces pipelines sont souvent exposés à des milieux agressifs contenant de l'eau produite, laquelle renferme une quantité importante de sels dissous, parmi lesquels le chlorure de sodium (NaCl) est généralement prédominant.

Dans cette optique, la présente étude a pour objectif d'évaluer l'influence de la concentration en NaCl (0%, 1%, 3% et 5% en masse) sur les performances à la corrosion et à l'usure de l'acier API 5L X70. Des essais électrochimiques (polarisation potentiodynamique et spectroscopie d'impédance électrochimique) ont été réalisés pour caractériser le comportement en corrosion. De plus, des essais tribologiques de type pin-on-disk ont été effectués afin de déterminer le coefficient de frottement et le volume d'usure. Enfin, des observations microscopiques (MEB/EDX) ont permis d'identifier les mécanismes de dégradation de surface.

IV.1. Etude électrochimique :

L'objectif de cette section est d'étudier le comportement électrochimique de l'acier API 5L X70 dans des solutions de NaCl à différentes concentrations, en mettant en évidence l'impact de ces environnements sur sa susceptibilité à la corrosion. Par ailleurs, une étude qualitative sera menée afin de comparer les performances de l'acier en présence et en absence d'un inhibiteur de corrosion commercial utilisé au sein du complexe sidérurgique d'El Hadjar (SIDER). Cette comparaison, basée sur l'analyse des résultats des essais électrochimiques, permettra d'apprécier l'influence de l'inhibiteur sur les mécanismes de corrosion, sans pour autant viser une quantification précise de son efficacité.

IV.1.1. Evolution du potentiel libre :

Le suivi de l'évolution du potentiel libre en fonction du temps constitue une étape essentielle pour appréhender le comportement électrochimique d'un matériau exposé à un environnement corrosif. Cette mesure fournit des informations très utiles sur les phénomènes de corrosion et de passivation se produisant à l'interface électrode de travail/électrolyte, et permet de déterminer le temps nécessaire à l'établissement d'un régime stationnaire, pour la réalisation de mesures électrochimiques fiables [18–20]. La **Figure IV.1(a)** montre l'évolution du potentiel de corrosion des échantillons d'acier de pipe API X70 immergés dans des solutions de NaCl de différentes concentrations massiques variant de 0%, 1%, 3% et 5%, fonction du temps à une température constante de 25 °C. La variation du potentiel libre de

CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

corrosion, E_{corr} , en fonction du temps a été mesuré pour les quatre spécimens d'essai. Ces spécimens, de dimensions $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$, ont été découpés à partir d'un tube en acier soudé en spirale, d'une épaisseur de 12.9 mm . Par ailleurs, les essais ont été réalisés en présence et en absence d'un inhibiteur de corrosion commercial, identifié sous l'appellation *NALKO*, introduit à une concentration fixe de 600 ppm , afin d'évaluer son efficacité inhibitrice dans les conditions expérimentales étudiées, **Figure IV.1(b)**.

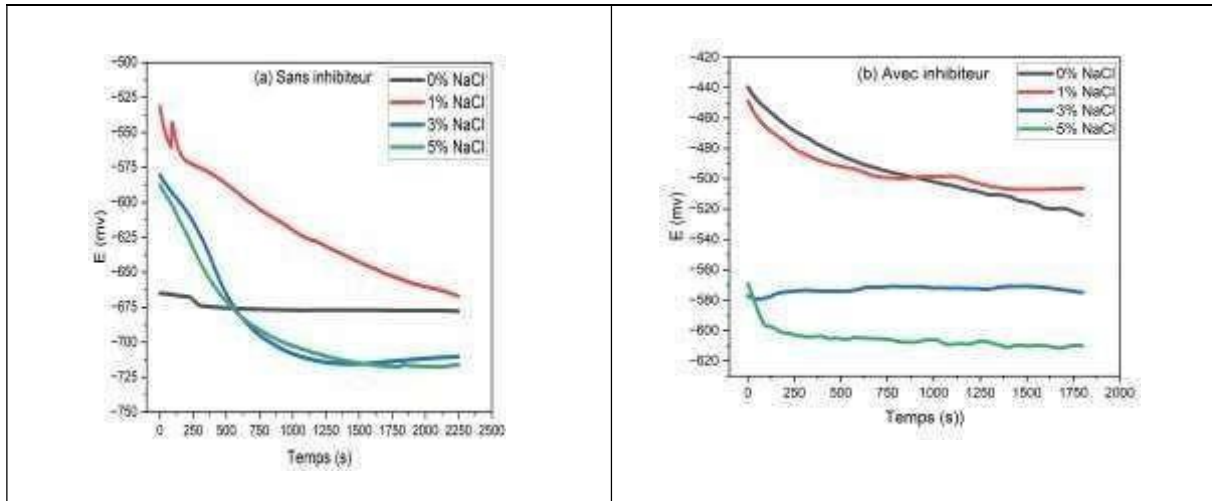


Figure IV.1. Évolution du potentiel libre OCP en fonction du temps à différentes concentrations de NaCl.

L'analyse de l'évolution du potentiel libre OCP en fonction du temps permet de déterminer, pour chaque essai, le temps caractéristique de passivation, défini comme la durée nécessaire à la formation d'une couche protectrice à la surface du matériau immergé. Pour les deux cas de figures (avec et sans inhibiteur), l'évolution montre une **diminution rapide du potentiel libre** durant les premières dizaines de secondes, suivie par une **stabilisation progressive vers une valeur quasi constante**. Il convient de souligner que l'ajout de l'inhibiteur de corrosion dans les différentes solutions entraîne une atténuation notable de la chute initiale du potentiel libre, traduisant une meilleure stabilité électrochimique des échantillons testés.

Il convient de noter que lors de la dissolution du matériau API 5L X70, observée dans l'ensemble des essais, le processus de dégradation peut être subdivisé en trois régimes successifs :

1. Phase de dégradation rapide, caractérisée par une chute brutale du potentiel libre, traduisant une activation électrochimique intense de la surface métallique au contact de l'électrolyte ;
2. Phase de transition où la vitesse de dégradation diminue progressivement, indiquant une atténuation du processus de corrosion ;

CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

3. Phase de stabilisation après une seconde chute plus modérée du potentiel, un premier palier est observé, signalant le début de la stabilisation du système. Un second palier, plus long, apparaît par la suite et se maintient jusqu'à la fin de l'essai, traduisant l'établissement d'un régime quasi-stationnaire, et la formation de la couche passive. Le **Tableau IV.1** synthétise, pour chaque concentration massique en NaCl, les intervalles temporels caractéristiques (début et fin) correspondant aux différentes phases de dégradation identifiées à partir du suivi du potentiel libre, dans les deux cas de figure : avec et sans l'utilisation d'un inhibiteur de corrosion commercial.

Tableau IV.1. Intervalles temporels caractéristiques correspondant aux différentes phases de dégradation.

Solution	Inhibiteur	Phase I (s)	Phase II (s)	Phase III (s) Stabilisation
1 wt% NaCl	0 ppm	0 – 1229	1229 – 2244	2244 – fin de l'essai
	600 ppm	0 – 240	240 – 750	750 – fin de l'essai
3 wt% NaCl	0 ppm	0 – 312	312 – 1342	1342 – fin de l'essai
	600 ppm	0 – 60	60 – 630	630 – fin de l'essai
5 wt% NaCl	0 ppm	0 – 461	461 – 1930	1930 – fin de l'essai
	600 ppm	0 – 90	90 – 740	740 – fin de l'essai

IV.1.2. Polarisation potentiodynamique :

La polarisation potentiodynamique est une technique électrochimique utilisée pour évaluer le comportement à la corrosion des matériaux métalliques dans un milieu donné. Elle permet d'analyser la cinétique des réactions électrochimiques ainsi que la susceptibilité à la corrosion dans des conditions spécifiques [21,22]. La Figure IV.2 illustre les courbes de polarisation potentiodynamique de l'acier API 5L X70 immergé dans des solutions de NaCl à différentes concentrations 0%, 1%, 3% et 5%, avec et sans utilisation d'un inhibiteur de corrosion commercial. Les valeurs de la densité de courant de corrosion i_{corr} et du potentiel de corrosion E_{corr} ont été déterminées à partir de l'intersection des droites de Tafel extrapolées des branches anodique et cathodique. L'ensemble des paramètres électrochimiques obtenus à savoir : le taux de corrosion V_{corr} , la résistance de polarisation R_p , ainsi que les pentes de Tafel anodique β_a et cathodique β_c sont récapitulés dans le **Tableau IV.2**.

CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

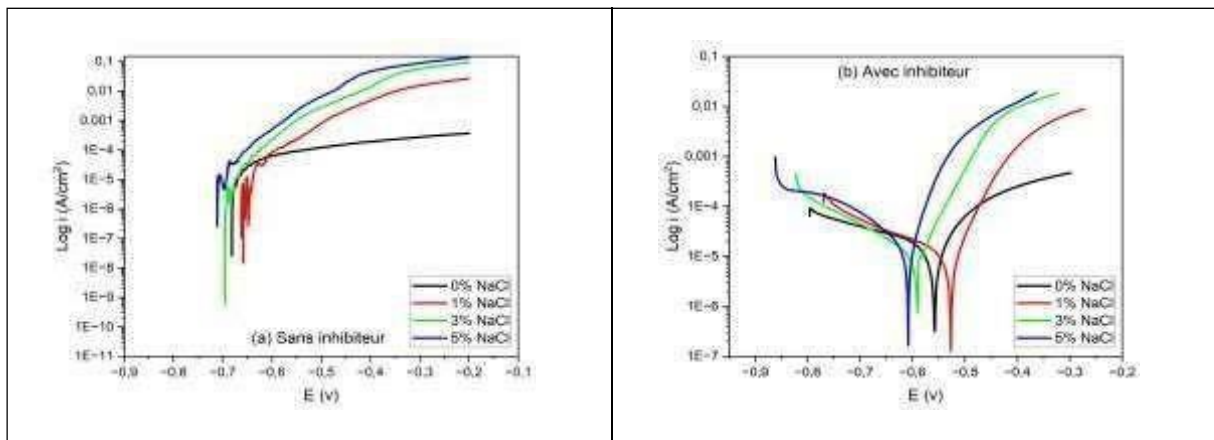


Figure IV. 2. Courbes de polarisation potentiodynamique de l'acier X70 à différente concentration de NaCl, $v_b=0.5$ mV/s (a) sans inhibiteur (b) avec inhibiteur.

Tableau IV.2. Paramètres électrochimiques déterminées à partir des courbes de polarisation de l'acier X70 en fonction de la concentration NaCl à la présence de l'inhibiteur commercial.

Solution	V_{corr} (mm/an)	E_{corr} (mV)	I_{corr} (A/cm ²)	β_a (mV/dec)	β_c (mV/dec)	R_p ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)
0 wt% NaCl	0.0369	-557	3.17×10^{-7}	158	350	149127
1 wt% NaCl	0.0145	-527	1.25×10^{-7}	67.1	267.1	186996
3 wt% NaCl	0.0871	-590	7.49×10^{-7}	55	176.7	24324
5 wt % NaCl	0.0193	-608	1.66×10^{-7}	82.2	164.1	143374

L'analyse des paramètres électrochimiques de l'acier API 5L X70 révèle que la résistance à la corrosion est fortement influencée par la concentration en NaCl dans la solution, selon une tendance **non linéaire** et **non monotone**. Une augmentation initiale de la concentration jusqu'à 1% entraîne une réduction significative de la vitesse de corrosion (environ 60%). Cependant, lorsque la concentration atteint 3%, la vitesse de corrosion augmente avec une multiplication par un facteur de cinq. En passant de 3% à 5%, une diminution d'environ 78% de la vitesse de corrosion est observée. Pratiquement, indépendamment de la concentration en NaCl dans la solution, l'acier X70 présente un état de dissolution active, sans manifestation notable de passivation. Il faut noter que la **meilleure résistance** est observée pour une concentration NaCl de 1%, avec une densité de courant minimale 1.25×10^{-7} A/cm², et un R_p maximal de 186996 $\Omega \cdot \text{cm}^2$. De plus, la concentration de 3% en NaCl a enregistré un potentiel de corrosion plus négatif, ainsi qu'une augmentation de la densité de courant de corrosion par rapport aux concentrations inférieures. Tandis qu'à 5 %, bien que le potentiel de corrosion soit également plus négatif, la densité de courant reste plus élevée que celle observée à 1%.

CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

IV.1.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) :

La spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) consiste à mesurer la réponse du système électrochimique à une perturbation sinusoïdale de faible amplitude appliquée au potentiel, sur une large gamme de fréquences. Cette technique permet d'analyser les mécanismes de corrosion à l'interface électrode de travail/électrolyte, notamment les processus de transfert de charge, la formation de couches passives, ainsi que les phénomènes d'adsorption et de diffusion ionique [23,24]. Les résultats de SIE pour l'acier API 5L X70 dans des solutions de concentrations NaCl variant de 0% à 5% avec et sans inhibiteur de corrosion sont présentés à la **Figure IV.3**.

En l'absence d'inhibiteur de corrosion, les diagrammes d'impédance présentent un demi-cercle capacitif incomplet avec des rayons différents, notamment pour les concentrations de 1 % et 5 %, **Figure IV.3(a)**. L'ajout de l'inhibiteur commercial entraîne un aplatissement de ces demi-cercles (**Figure IV.3(b)**), lié aux modifications se produisant à l'interface électrode de travail/électrolyte. Il faut noter que le rayon du cercle aplati diminue avec l'augmentation de la concentration de NaCl dans la solution.

La **Figure IV.3(c) et (d)** illustrent les diagrammes de Bode représentant l'évolution de l'impédance en fonction de la fréquence, pour différentes concentrations de NaCl dans la solution, avec et sans l'ajout de l'inhibiteur de corrosion.

Sans l'ajout d'un inhibiteur de corrosion à la solution, et pour des concentrations de NaCl non nulles, comme illustré à la **Figure IV.3(c)**, l'amplitude de l'impédance décroît de manière progressive quasi linéaire aux basses fréquences, puis elle se stabilise en formant un plateau aux hautes fréquences. Cette réponse typique indique ainsi une seule constante de temps dominante dans le système.

Avec l'ajout de l'inhibiteur de corrosion commercial, on observe sur la **Figure IV.3(d)** une augmentation notable de l'amplitude de l'impédance, suivie d'un pic caractéristique, avant une décroissance linéaire rapide, puis une diminution plus progressive jusqu'à la stabilisation à haute fréquence. Ce comportement traduit la présence de plusieurs constantes de temps. De plus, l'augmentation de l'impédance, indépendamment de la concentration en NaCl, constitue un indicateur favorable d'une meilleure résistance à la corrosion en présence de l'inhibiteur.

Le diagramme de l'angle de phase de Bode, présenté sur les **Figures IV.3(e) et (f)**, illustre l'évolution de l'angle de phase en fonction de la fréquence pour différentes concentrations de NaCl, avec et sans l'ajout de l'inhibiteur de corrosion. Globalement, toutes les courbes présentent une tendance similaire de type quadratique. L'angle de phase augmente dans la gamme des basses fréquences, atteint un maximum, puis diminue progressivement vers les hautes fréquences.

Après l'ajout de l'inhibiteur, cette même tendance est enregistrée, mais avec un décalage significatif des fréquences correspondant aux pics d'angle de phase vers des valeurs

CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

plus élevées. Par exemple, pour des concentrations de 1%, 3% et 5% de NaCl, les pics sont observés à des fréquences de 1 Hz, 6.31 Hz et 9.93 Hz, respectivement, tandis qu'en présence de l'inhibiteur, ils se déplacent vers 24.93 Hz, 38.42 Hz et 38.50 Hz. Ce décalage est un bon signe pour l'amélioration du comportement à la corrosion grâce à l'inhibiteur.

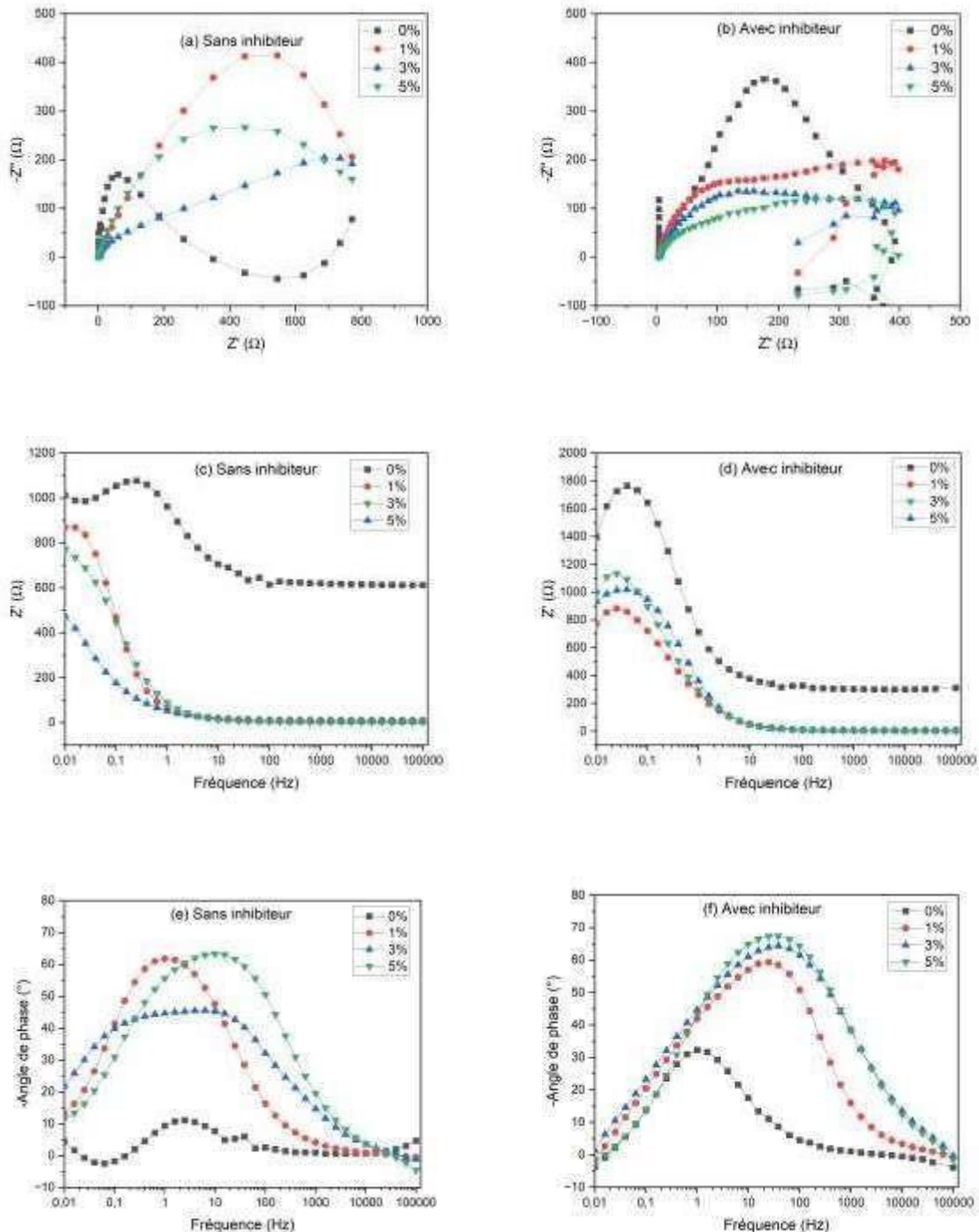


Figure IV.3. Diagrammes Spectroscopie d'Impédance Electrochimique de :(a) et (b) Nyquist, (c), (d), (e) et (f) Bode de l'acier API 5L X70 à différente concentration de NaCl.

CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

IV.1.4. Analyse MEB pour les essais électrochimiques :

L'analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) a permis d'observer l'impact des concentrations croissantes en NaCl sur la surface de l'acier, avec et sans inhibiteur. En absence de NaCl (0%), aucune corrosion n'a été détectée, que ce soit avec ou sans inhibiteur. A 1% et 3% NaCl, des défauts sous forme de pores apparaissent en l'absence d'inhibiteur, tandis que les surfaces traitées restent intactes, confirmant une protection efficace. À 5% NaCl, une corrosion généralisée avec fissures et fragmentation est observée sans inhibiteur. L'utilisation de l'inhibiteur à cette concentration réduit visiblement l'intensité de la dégradation, bien qu'une protection complète ne soit plus assurée. Ces résultats mettent en évidence l'efficacité de l'inhibiteur surtout à faibles et moyennes concentrations salines.

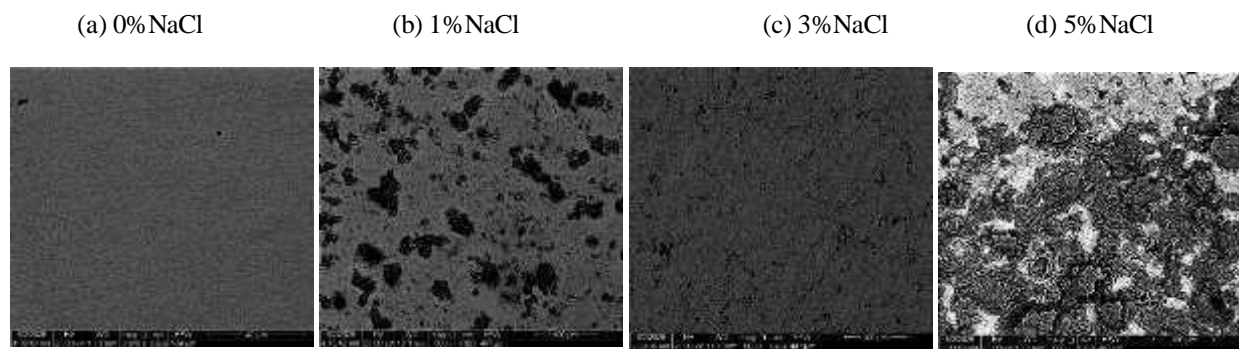


Figure IV.4. Micrographies (MEB) obtenues à différentes concentrations de NaCl sans inhibiteur (a) 0% (b) 1 % (c) 3% et (d) 5 %.

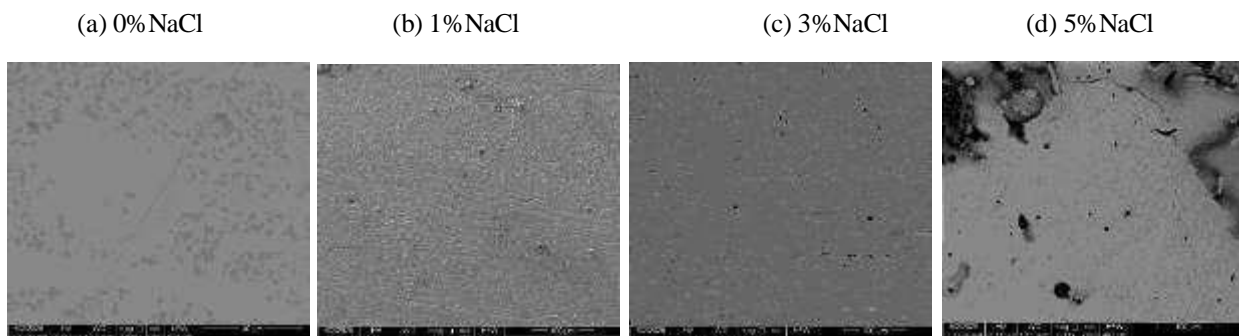


Figure IV.5. Micrographies (MEB) obtenues à différentes concentrations de NaCl avec inhibiteur (a) 0% (b) 1 % (c) 3% et (d) 5 %.

IV.2. Etude Tribologique :

IV.2.1. Essai de frottement :

La **Figure IV.6** illustre l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement pour chaque concentration de NaCl 0%, 1%, 3%, et 5%.

Les résultats montrent que le coefficient de frottement varie nettement selon la concentration de la solution. Dans un environnement sec (0 % NaCl), le coefficient de frottement est élevé en raison du contact direct entre surfaces et de l'absence d'une couche protectrice. De plus, la phase de rodage est prolongée, suivi d'une montée rapide du frottement avant que celui-ci ne se stabilise à une valeur relativement haute.

CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

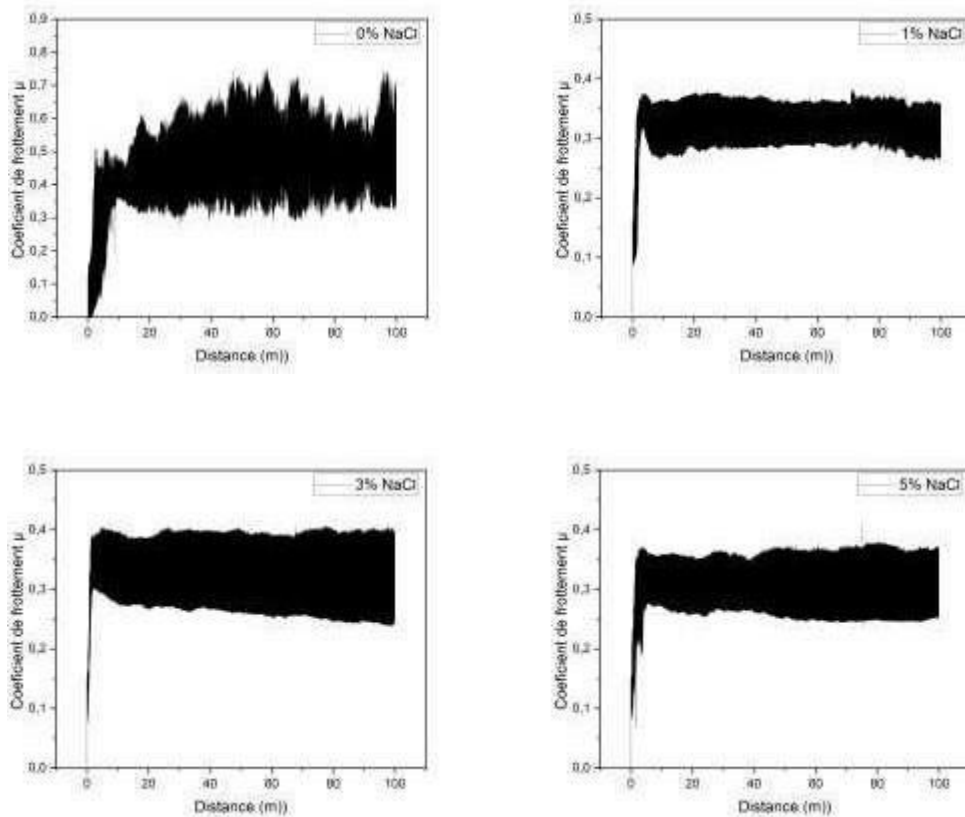


Figure IV.6. Evolution du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement (a) 0% NaCl (b) 1% NaCl, (c) 3% NaCl, (d) 5 %NaCl.

Pour des solutions de NaCl à 1%, 3% et 5%, le coefficient de frottement diminue et la phase transitoire est plus courte car le milieu humide limite le contact direct entre l'échantillon métallique en acier X70 et la bille. Cependant, à des concentrations plus élevées, on observe des débris sur la surface de frottement.

IV.2.2. Résultats tribologiques Courbes 2D et cartes 3D :

À partir de la **Figure IV.7** (Profils 2D) et de la **Figure IV.8** (Profils 3D) des surfaces usées après les essais tribologiques dans différentes concentrations de NaCl, on constate une variation nette du comportement d'usure selon le milieu. En milieu sec (0% NaCl), les pistes d'usure sont profondes, témoignant d'un effet purement mécanique dû au contact métal-métal direct. Pour une solution de 1% NaCl, une diminution relative de la profondeur et d'usure est observée, en raison de l'apparition d'une légère réaction électrochimique qui atténue l'agressivité de l'usure mécanique.

CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

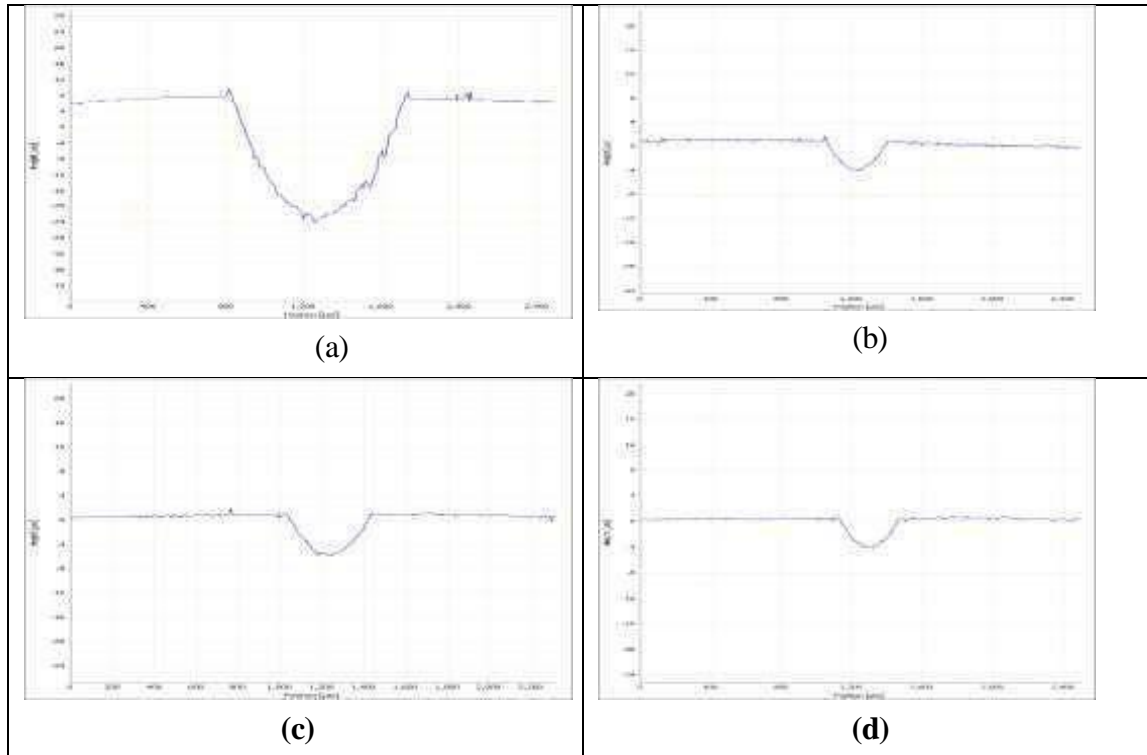


Figure. IV.7. Profils 2D d'usure après essais tribologiques dans des solutions de NaCl à différentes concentrations : (a) 0 %, (b) 1 %, (c) 3 %, (d) 5 %.

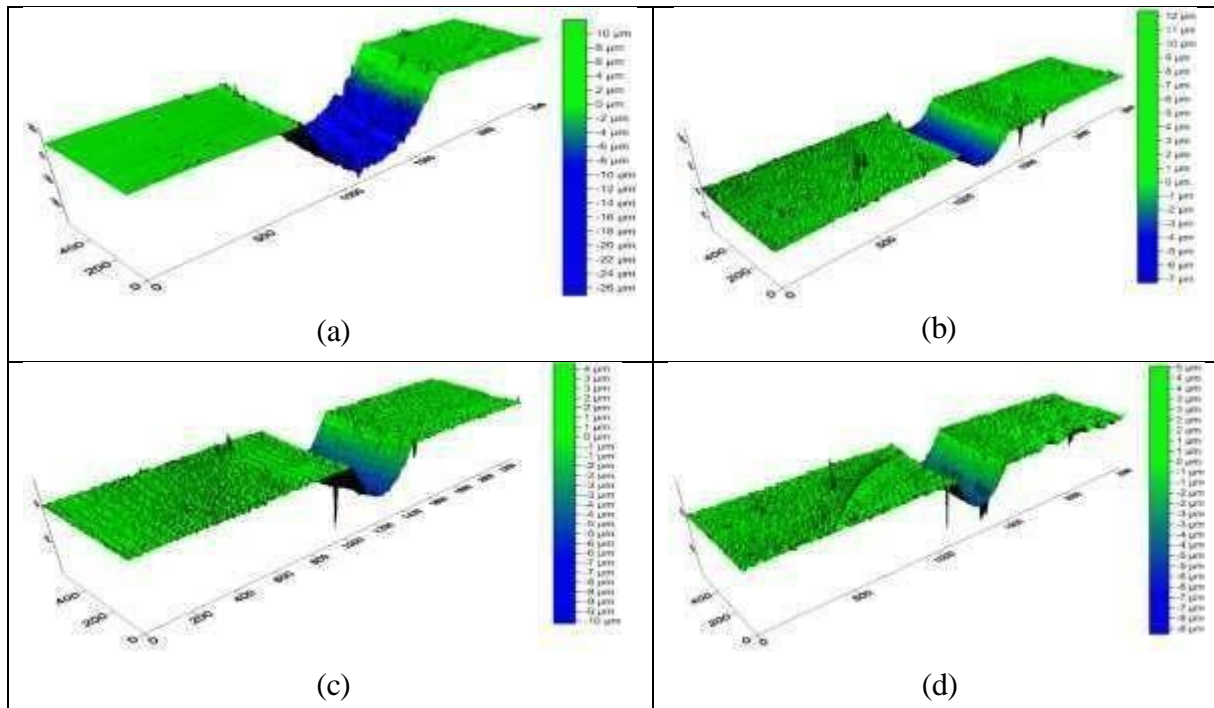


Figure. IV.8. Profils 3D d'usure après essais tribologiques dans des solutions de NaCl à différentes concentrations : (a) 0 %, (b) 1 %, (c) 3 %, (d) 5 %.

CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

Aux concentrations plus élevées (3 % et 5 %), les profils montrent des traces plus homogènes, avec des formes moins abruptes et une rugosité réduite, ce qui indique une transition vers un mode d'usure dominé par la corrosion chimique. Celle-ci est induite par l'action des ions chlorure (Cl^-), donnant lieu à un phénomène de tribocorrosion. Ces résultats montrent clairement que l'augmentation de la concentration en NaCl favorise la corrosion chimique au détriment de l'usure purement mécanique, modifiant la morphologie de surface de manière significative.

IV.2.3. Analyse MEB pour les essais tribologiques :

L'étude réalisée au microscope électronique à balayage (MEB) met en évidence une dégradation progressive de la surface de l'acier à haute limite d'élasticité (API 5L X70) en fonction de la concentration en NaCl après essai tribologique. Sans NaCl, la surface reste globalement intacte, présentant uniquement des stries liées au frottement mécanique, sans signe de corrosion. A 1%, les premières altérations viennent sous forme de petits trous localisés, annonçant le commencement de l'attaque corrosive. A 3 %, la zone montre une rugosité plus marquée et des dépôts plus abondants, montrant un fort phénomène de dégradation. Ce processus devient très fort à 5 % avec l'observation d'une grande accumulation de produits de corrosion une porosité générale et présence de craquelures à niveau des parties touchées. A mettre en évidence que les bords des échantillons vus sont sans bourrelets, ce qui montre une attaque plus centrée sur la matière. Tous ces faits affirment l'effet grave des ions chlorure (Cl^-) dans les processus de tribocorrosion, avec un passage simple d'un acte purement mécanique à un dommage chimique poussé.

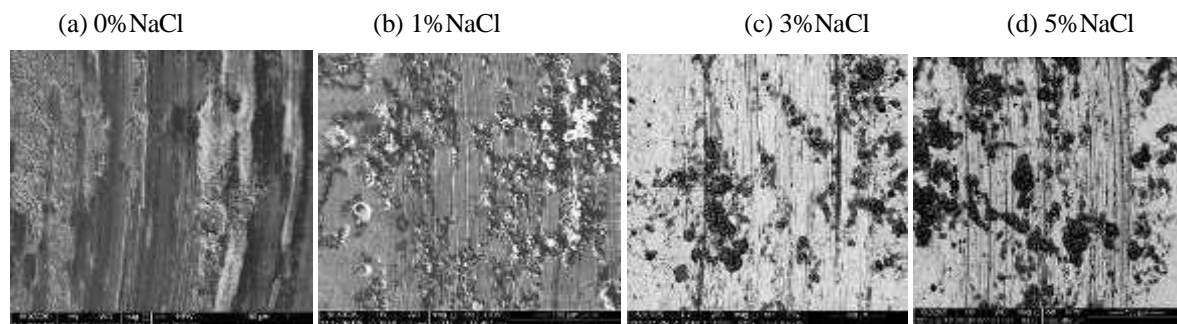


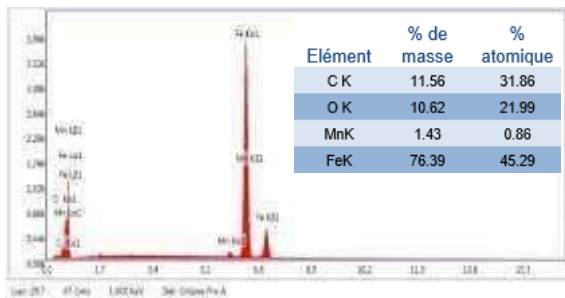
Figure IV.9. Micrographies (MEB) obtenues à différentes concentrations de NaCl

(a) 0% (b) 1 % (c) 3% et (d) 5 %

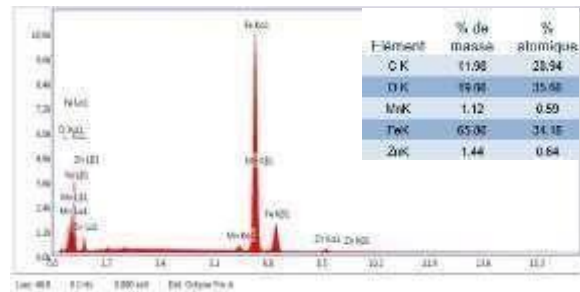
CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats

IV.3. Analyse EDX après essais électrochimiques et essais tribologiques :

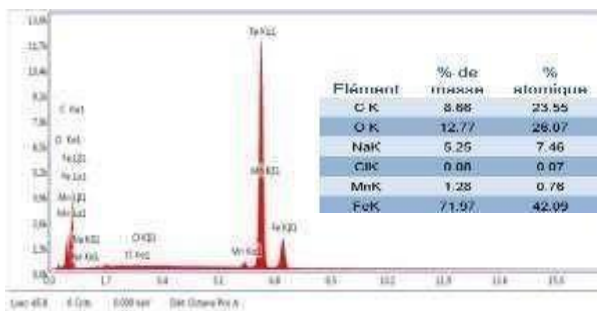
La **Figure IV.10** et la **Figure IV.11** illustrent respectivement l'analyse EDX des essais tribologiques et électrochimiques, montrant clairement la composition élémentaire des surfaces étudiées. Les résultats révèlent la présence de zinc (Zn) à la surface, suggérant un dépôt issu de l'inhibiteur utilisé. La détection de sodium (Na) confirme l'exposition des échantillons à une solution de NaCl. Par ailleurs, certaines zones présentent des microfissures et des déformations typiques du frottement, ce qui confirme un mécanisme combiné de tribo-corrosion : interaction entre l'agression chimique et l'usure mécanique. Ces observations mettent en évidence l'influence conjointe des ions chlorure et des contraintes mécaniques sur l'état des surfaces.



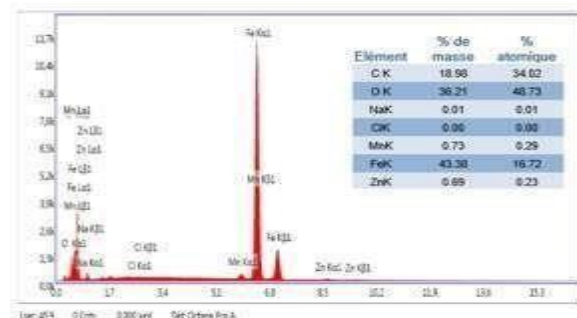
(a) Sans inhibiteur et 0% NaCl



(b) Avec inhibiteur et 0% NaCl



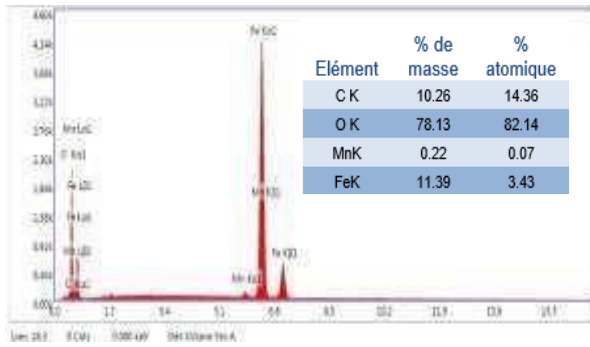
(c) Sans inhibiteur et 3% NaCl



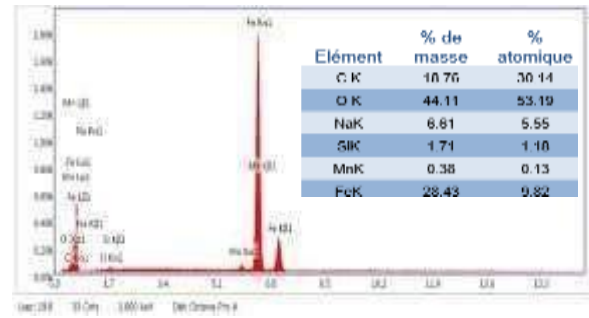
(d) Avec inhibiteur et 3% NaCl

Figure IV.10. Analyse EDX de l'acier API 5L X70 après essai électrochimique (a) 0% et sans inhibiteur (b) 0% et avec inhibiteur (c) 3% et sans inhibiteur (d) 3% et avec inhibiteur

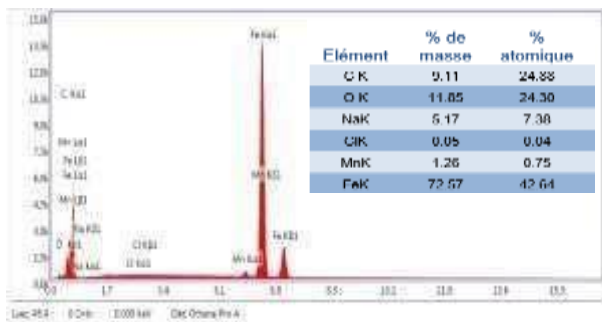
CHAPITRE IV : Analyse et discussions des résultats



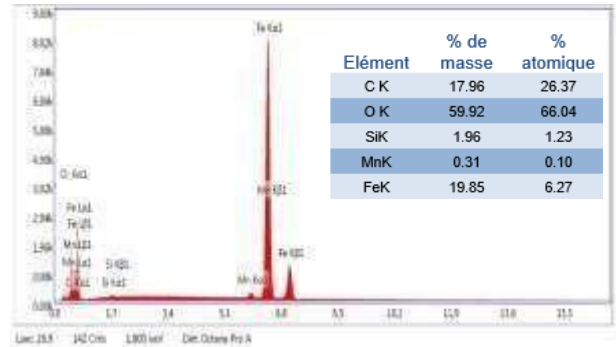
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure IV.11. Analyse EDX de l'acier API 5L X70 après essai tribologique dans différents milieux NaCl (a) 0% (b) 1% (c) 3% (d) 5 %.

Conclusion

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Ce mémoire a permis d'examiner en profondeur le comportement tribologique et électrochimique de l'acier API 5L X70 dans des environnements salins de différentes concentrations (0 %, 1 %, 3 % et 5 % en masse de NaCl). Ce matériau, utilisé massivement dans les réseaux de transport des hydrocarbures, est soumis à des conditions sévères, notamment en présence d'eau produite contenant des ions chlorures susceptibles d'accélérer sa dégradation.

Les essais de polarisation potentiodynamique et de spectroscopie d'impédance électrochimique ont montré une corrélation directe entre l'augmentation de la concentration en NaCl et la hausse de la vitesse de corrosion. Plus le milieu est salin, plus la densité de courant de corrosion est élevée et plus la résistance à la polarisation diminue, indiquant une vulnérabilité croissante du matériau.

Sur le plan tribologique, les essais pin-on-disk ont également révélé une dégradation progressive des performances avec l'augmentation de la salinité. Le coefficient de frottement s'est accru de manière notable, de même que le volume d'usure mesuré sur les échantillons, ce qui témoigne d'une détérioration plus rapide des surfaces en contact.

Les observations microscopiques (MEB/EDX) ont confirmé ces résultats en mettant en évidence des altérations superficielles, la présence de produits de corrosion, ainsi que l'aggravation de l'usure avec la concentration croissante en chlorures.

L'ensemble de ces résultats met en évidence la nécessité de prendre en compte les effets de l'environnement chimique sur les matériaux utilisés dans les infrastructures énergétiques. Ils soulignent également l'importance de la recherche sur les inhibiteurs de corrosion, notamment ceux à base de substances naturelles, comme piste prometteuse pour améliorer la durabilité des aciers à haute limite d'élasticité dans des conditions d'usage réel.

Références

Bibliographie

References:

- [1] L. Conan, Trans-Saharan gas pipeline: an overview of the threats to its success and the means to prevent its failure, *The. Utah Env'tl. L. Rev.* 31 (2011) 205.
- [2] Zelmati, Djamel, Oualid Ghelloudj, and Abdelaziz Amirat. "Correlation between defect depth and defect length through a reliability index when evaluating of the remaining life of steel pipeline under corrosion and crack defects." *Engineering Failure Analysis* 79 (2017): 171-185.
- [3] Zelmati, D., Ghelloudj, O. & Amirat, A. Reliability estimation of pressurized API 5L X70 pipeline steel under longitudinal elliptical corrosion defect. *Int J Adv Manuf Technol* 90, 2777–2783 (2017). <https://doi.org/10.1007/s00170-016-9580-6>
- [4] Sherif, El-Sayed M., and Abdulhakim A. Almajid. "Anodic dissolution of API X70 pipeline steel in Arabian Gulf seawater after different exposure intervals." *Journal of Chemistry* 2014.1 (2014): 753041.
- [5] Alizadeh, Mostafa, and Sajjad Bordbar. "The influence of microstructure on the protective properties of the corrosion product layer generated on the welded API X70 steel in chloride solution." *Corrosion Science* 70 (2013): 170-179.
- [6] Zhang, Ping, et al. "Electrochemical Corrosion Behavior of API 5L X60 steel Exposed to Different Concentration of NaCl Solution." *International Journal of Electrochemical Science* 16.5 (2021): 21055.
- [7] Kirkwood, Mike. "Transmission Pipelines: Are They Still the Safest Way to Transport Energy?." *Engineering Systems Design and Analysis*. Vol. 45851. American Society of Mechanical Engineers, 2014.
- [8] Lu, Jun, et al. "Effect of precipitation on the mechanical behavior of vanadium microalloyed HSLA steel investigated by microstructural evolution and strength modeling." *Materials Science and Engineering: A* 881 (2023): 145313.
- [9] Dong, Ji, et al. "Microstructural and mechanical properties development during quenching-partitioning-tempering process of Nb-V-Ti microalloyed ultra-high strength steel." *Materials Science and Engineering: A* 705 (2017): 249-256.
- [10] Ossai, Chinedu I., Brian Boswell, and Ian J. Davies. "Pipeline failures in corrosive environments—A conceptual analysis of trends and effects." *Engineering Failure Analysis* 53 (2015): 36-58.
- [11] Farh, Hassan M. Hussein, Mohamed El Amine Ben Seghier, and Tarek Zayed. "A comprehensive review of corrosion protection and control techniques for metallic pipelines." *Engineering Failure Analysis* 143 (2023): 106885.
- [12] Ren, Liang, et al. "Pipeline corrosion and leakage monitoring based on the distributed optical fiber sensing technology." *Measurement* 122 (2018): 57-65.
- [13] [Gazoduc TSGP: Un projet viable, soutenable et rentable](#)

Bibliographie

- [14] Meliani, M. H., Azari, Z., Pluinage, G., & Capelle, J. (2010). Gouge assessment for pipes and associated transferability problem. *Engineering Failure Analysis*, 17(5), 1117-1126.
- [15] Peabody, A. W. (1967). Control of pipeline corrosion (pp. 5-15). National Association of Corrosion Engineers.
- [16] Djamel, Zelmati. Etude mécano-fiabiliste des propriétés mécaniques et ténacité des pipelines en acier revêtus. Diss. Université Badji Mokhtar de Annaba, 2018.
- [17] Bommersbach, Pascale. "Evolution des propriétés d'un film inhibiteur de corrosion sous l'influence de la température et des conditions hydrodynamiques." PhD, Institute of Applied Sciences Lyon, Villeurbanne (2005).
- [18] Sherif, El-Sayed M., and Abdulhakim A. Almajid. "Electrochemical corrosion behavior of API X-70 5L grade steel in 4.0 wt.% sodium chloride solutions after different immersion periods of time." *International Journal of Electrochemical science* 10.1 (2015): 34-45.
- [19] Sani, Fazlollah Madani, Bruce Brown, and Srdjan Nesic. "An electrochemical study of the effect of high salt concentration on uniform corrosion of carbon steel in aqueous CO₂ solutions." *Journal of the Electrochemical Society* 168.5 (2021): 051501.
- [20] Li, Yintao, et al. "Study of corrosion behavior of 321 stainless steel in NaCl solution." (2023).
- [21] Sun, Funan, Pengju Han, and Bin He. "An analysis of electrochemical corrosion on pipeline steel in silty soil under salt-temperature coupling environments." *Chemical Engineering Science* 274 (2023): 118704.
- [22] Benkhedda, Fatima, et al. "Corrosion of API 5L X60 Pipeline Steel in Soil and Surface Defects Detection by Ultrasonic Analysis." *Metals* 14.4 (2024): 388.