

**UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA**  
**FACULTE DE TECHNOLOGIE**

## **MEMOIRE DE MAGISTER**

En Génie mécanique

Spécialité : Science Des Matériaux.

### **TRAITEMENTS THERMIQUES D'UN ACIER MICROALLIE HSLA X70 EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE**

**Par: SERBIS Fatima**

Devant le jury composé de :

T. sahraoui	Professeur	USDB	président
M.temmar	Maitre de conférence A	USDB	Examineur
S. berghuel	Professeur	USDB	Examineur
M.HADJI	professeur	USDB	rapporteur

Blida, janvier 2013

Résumé : Le travail effectué est focalisé sur l'étude de l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques (micro dureté HV) d'un acier microallie API 5L X70 en passant par les différents traitements thermiques à des températures inter critiques (750 ; 800 ; 850 et 900) C° Suivi par trois modes de refroidissement (eau ; huile et air), afin de définir les propriétés mécaniques (micro dureté) HV. On a trouvé que la micro dureté change après chaque traitement.

Mots clés : acier à dispersoïdes, traitement thermique, API 5L X70, pipeline.

ملخص هذا العمل موجه لدراسة تطور البنية الدقيقة و الخصائص الميكانيكية لفولاذ من نوع بعد ما قمنا بمعالجته حراريا ي درجات حرارة حساسة (750.800.850.900) ثم تبريده في ثلاث اوساط (الماء.الهواء.الزيت) قبل القيام بقياس صلابته التي وجدنا انها تكون مختلفة من معالجة حرارية الى اخرى.

كلمات مفتاحية API 5L X70 معالجة حرارية. الانابيب

## REMERCIEMENTS

Pendant la réalisation de ma thèse j'ai bénéficié de nombreux et divers appuis pour mener à bien ce travail.

Je tiens tout particulièrement à remercier professeur Hadji Mohamed, pour avoir accepté de diriger ce travail. Il a su, par son tact et sa compétence, m'apporter une aide aussi efficace que stimulante à un moment où elle m'était indispensable.

Mes remerciements vont aussi aux chercheurs de CSC de chéraga pour l'intérêt qu'ils ont manifesté à mon travail et plus particulièrement Messieurs :

maamache bouzide ; hakem ;faride ;yones ;bilele ;hakim ;djilali ;mohamd .

Je remercie beaucoup Monsieur et Madame nibo aussi Mr mirode et Mr Fagi chargés de cours au niveau de l'USTHB département SDM.

Je suis très sensible à l'honneur que me fait Monsieur le professeur T. Sahraoui, en acceptant de présider le jury de ce mémoire.

Je remercie également Messieurs S.Berguel et M.temmar pour avoir accepté d'examiner mon travail et de faire partie du jury de mon mémoire.

C'est envers mes collègues post-graduants que ma reconnaissance est la plus grande.

# SOMMAIRE

## INTRODUCTION GENERALE

## CHAPITRE I : LES ACIERS HSLA

I.1. introduction:.....	11
I. 2 .Définition :.....	11
I.3. les catégories et les spécifications des aciers à HSLA :.....	12
I.3. 1. Les aciers HSLA résistants à la corrosion atmosphérique :.....	13
I.3. 2. Les aciers micro alliés ferrito-perlitique :.....	13
I.3.3. Les aciers perlitiques de construction laminés :.....	14
I.3.4. Les acier à ferrite aciculaire :.....	15
I.3.5. Les aciers à double phase (dual phase):.....	17
I.3. 6. Les aciers de forme d'inclusion contrôlée :.....	18
I.4. rôle des éléments d'additions:.....	18
I .4.1 .carbone: .....	18
I.4.2. Azote: .....	19
I.4.3. Manganèse: .....	19
I.4.4. Phosphore:.....	19
I.5. Éléments à dispersoïdes : .....	19
I.4.1 . Composés : carbures, nitrures, oxydes.....	20
I.5.1. Précipitation :.....	21

I.5.2. Propriétés propres à chaque élément :.....	21
a) Titane :.....	21
b) Niobium :.....	22
c) Vanadium :.....	22
I.6. Les différents mécanismes métallurgiques susceptibles d'être utilisés avec les aciers HSLA :.....	23
I.7. L'effet des éléments de micro alliage sur les propriétés :.....	23
I.7.1. Durcissement :.....	23
I.7.2. Contrôle du grain :.....	24
I.7.2.1. Affinement du grain $\gamma$ : .....	24
I.7.2.2 Affinement du grain $\alpha$ :.....	25
1.7.3 Effet global :.....	25
I.7.4. Ductilité ;.....	25
1. Ductilité à température ambiante :.....	25
2. Ductilité à chaud :.....	26
I.7.5. Ténacité :.....	27
I.7.6.Vieillessement :.....	27
1.8. Interaction avec les traitements thermiques :.....	27
1.8.1. Traitement de normalisation :.....	28
1.8.2 Trempe et revenu .....	28
1.9. Traitements de surface ou thermochimiques :.....	30
I.9. Traitements de relaxation des contraintes :.....	30

I.10. Particularités propres à chaque élément :.....	30
I.11. Applications :.....	30
Chapitre II : Technique expérimentale :	
Introduction : .....	33
II .1 .Identification de matériau : .....	33
II .2 Procédures expérimentales : .....	35
II .2 .Etudes microstructurales : .....	36
II.2.1 Préparation des échantillons : .....	36
Le polissage : .....	36
L'attaque chimique : .....	37
Nomenclature de l'attaque : .....	37
Microscopie optique : .....	38
Photo microscopie : .....	38
Essai de microdureté : .....	39
Chapitre III : RESULTATS ET INTERPRETATIONS	
Résultats et interprétations :.....	41
Conclusion	
Références bibliographiques	

## **LISTE DES TABLEAU**

Tableau 1: Composition chimique de l'acier X70.....	34
Tableau 2. Valeurs mesurées de la microdureté HV .....	39

# LISTE DES FIGURES

## Chapitre I :

Figure 1. Durcissement de la solution-solide de la ferrite .....	13
Figure 2. Microstructure d'un acier HSLA à ferrite aciculaire .....	15
Figure 3. La résilience et la limite d'élasticité d'un acier laminé de 25 mm à une structure bainitique à ultra bas carbone. Les teneurs nominales des éléments d'alliage a inclus 0.024 à 0.027% C, 0.92 à 1.00% Mn, 3.54 à 3.63% Ni, et 0.050 à 0.055% Nb .....	16
Figure 4. Microstructure d'un acier dual phase .....	18
Figure 5. Durcissement en fonction de la taille et de la quantité des précipités .....	24
Figure 6. Intérêt de la combinaison de deux éléments de microalliage pour le durcissement.....	25
Figure 7. Influence combinée de l'affinement du grain et de la précipitation sur la limite d'élasticité et la température de transition .....	26
Figure 8. Le résultat de la nitruration d'un acier microallié livré brut de laminage.....	29

Chapitre II :

Figure 9. Représentation schématique des traitements thermiques .....**36**

# **INTRODUCTION GENERALE**

## INTRODUCTION GENERALE

Depuis des années les métallurgistes ont contribué à une grande révolution dans le domaine des matériaux, en se basant sur l'hypothèse « Si Microstructure change, alors. Propriétés mécaniques changent », ils ont sortis des gammes des alliages a base de fer et ils ont créé d'autre matériaux selon les besoins de la technologie comme les alliages d'aluminium ; les composites ; les polymères.....etc.

Malgré cela, l'acier à trouvé le pouvoir pour garder sa place dans l'industrie il a assisté à un grand développement, à partir de 1950, il est sorti du domaine des aciers ordinaires au domaine des aciers spéciaux qui a donné naissance à la gamme des aciers HSLA « High Strength Low Alloy steel » précisément microalliés. Caractérisés par :

- Une limite d'élasticité comprise entre 300et 900 MPa directement après laminage ou forgeage sans recours a un traitement thermique ultérieur ;
- Une soudabilité élevée ;
- Une température de transition basse ;
- Bonne formabilité à froid ;
- Ductilité homogène à forte section.

Les traitements thermiques sont l'une des solutions possible pour changer la microstructure.

Nous proposons, par ce travail, d'étudier l'effet des traitements thermiques sur la gamme de l'acier X 70 HSLA et voir l'évolution de sa microstructure et les propriétés mécaniques (micro dureté).

Le travail est divisé en trois parties :

- Dans le premier chapitre, nous avons essayé de dégager un rappel bibliographique sur les aciers micro alliés.
- Le deuxième chapitre décrit la méthode expérimentale :
  - a- Traitements thermiques à des températures intercritiques (750, 800, 850,900) c°
  - b- Etude métallographique ;
  - c- Mesure de la micro dureté HV.
- Le troisième chapitre est un recueil de résultats que nous tentons d'interpréter.

En fin, nous terminons notre travail par une conclusion.

# **CHAPITRE 1**

## **LES ACIERS MICROALLIERS**

### **I.1. introduction:**

Historiquement la recherche de produit ,qui à résistance égale, à une teneur en carbone plus faible que celle des produits où n'intervient que le carbone, s'est traduite par l'apparition des aciers au C-Mn ou C-Mn-Si. Pour de tels aciers, livrés à l'état normalisé (c'est-à-dire refroidis à l'air après laminage), l'influence des éléments Mn et Si s'exerce d'une part sur la transformation de l'austénite au refroidissement, et d'autre part sur la résistance des constituants, de sorte que l'addition de ces éléments en quantité modérée permet, à résistance égale, d'abaisser la teneur en carbone, mais l'influence du Mn sur le pouvoir trempant de ces aciers se manifeste aussi lors de leurs soudage, ce qui a motivé le coefficient attribué à cet élément dans la formulation du carbone équivalent.

Pour contourner l'obstacle ainsi rencontré, il fallait faire intervenir un mécanisme de renforcement de l'acier qui remplace partiellement celui que permet le diagramme Fe-C, sans agir sensiblement sur le pouvoir trempant. Une solution a été trouvée sous la forme des aciers dits « micro alliés » ou « à dispersoïdes ». [1]

### **I. 2 .Définition :**

Les aciers faiblement alliés à haute limite élastique (HSLA) sont un groupe d'aciers à faible teneur en carbone qui utilisent un peu d'éléments d'alliage pour atteindre les limites d'élasticité plus supérieures à 275 MPa en état laminé ou normalisé. Ces aciers ont de meilleures propriétés mécaniques et améliorent parfois la résistance à la corrosion que les aciers au carbone laminés. D'ailleurs, parce que la haute limite élastique des aciers HSLA peut être obtenue à basse teneur en carbone, la soudabilité des aciers HSLA est comparable ou meilleure à celle des aciers doux [2].

Il n'est pas facile de donner une définition parfaite des aciers micro alliés HSLA car s'il est indéniable qu'il s'agit d'aciers où l'on a introduit volontairement certains éléments en très faible quantité [3].

### **I.3. les catégories et les spécifications des aciers à HSLA :**

Les aciers HSLA incluent un grand nombre de nuances standards et sont conçus pour fournir des combinaisons spécifiques de propriétés telles que la résistance, la ténacité, la formabilité, la soudabilité et la résistance à la corrosion atmosphérique.

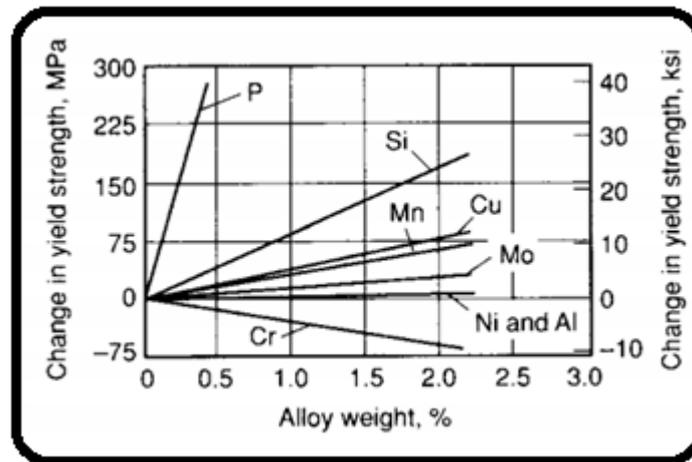
Ces aciers ne sont pas considérés comme des aciers alliés, bien que leurs propriétés désirées soient accomplies par l'usage des petites additions d'alliages, Au lieu de cela , ils sont classés comme une catégorie d'acier séparée, qui est semblable à l'acier au carbone doux laminé, avec des propriétés mécaniques rehaussées obtenues par de judicieuses additions d'alliages et des techniques de traitement spéciales tel que le laminage contrôlé.

Les aciers HLE peuvent être divisés en six catégories. [3]

#### **I.3. 1. Les aciers HSLA résistants à la corrosion atmosphérique :**

Les premiers aciers HSLA développés étaient les aciers résistants à la corrosion. Ces aciers contiennent du cuivre et d'autres éléments qui augmentent la résistance à la corrosion, le durcissement de la solution-solide, et un certain affinement de grain de la microstructure de ferrite. L'effet de durcissement de plusieurs éléments d'alliage est montré dans la figure 1.

Le vanadium et/ou le niobium peuvent améliorer la limite d'élasticité de ces aciers; l'addition du niobium également améliore la dureté. Une normalisation ou un laminage et refroidissement commandés peuvent également affiner la taille de grain (et améliorer ainsi la dureté et la limite d'élasticité). Cependant, si la normalisation ou le refroidissement accéléré sont employés pour affiner la taille de grain, l'effet du carbone et des éléments de microalliage contenus sur la trempabilité et le potentiel pour des transformations indésirables à la bainite supérieur et à la ferrite de Widmanstätten doivent être considérées.



**Figure 1.** Durcissement de la solution-solide de la ferrite [3].

### **I.3. 2. Les aciers micro alliés ferrito-perlitique :**

Ces aciers emploient des additions des éléments de micro alliage tels que le niobium et le vanadium pour augmenter la limite d'élasticité d'acier laminé à chaud sans teneur élevée de carbone et/ou de manganèse. Les propriétés des matériaux structuraux ont résulté de la découverte qu'une très petite quantité de niobium et de vanadium (< 0.10%) renforce les aciers de carbone-manganèse sans interférer le traitement suivant. La teneur de carbone a pu être réduite ainsi pour améliorer la soudabilité et la dureté parce que les effets de durcissement du niobium et du vanadium ont compensé la réduction de la dureté en raison de la réduction du taux de carbone.

Le développement des procédés de laminage couplés à la composition chimique a produit la limite d'élasticité élevée accompagnés d'un abaissement progressif du taux de carbone. Beaucoup de la classe des aciers HSLA microalliés ont le contenu de carbone bas que 0.06% ou même s'abaisse, pourtant, il peut encore développer des limites d'élasticité de 485 MPa. La haute limite élastique est réalisée par les effets combinés de la taille de grain fin développé pendant le laminage à chaud et de la précipitation durcissant cela est dû à la présence du vanadium, du niobium, et du titane.

Les divers types des aciers micro alliés ferrito-perlitique incluent :

- Les Aciers micro alliés au vanadium ;
- Les Aciers micro alliés au niobium ;
- Les Aciers micro alliés au niobium-molybdène ;
- Les Aciers micro alliés au niobium-vanadium ;
- Les Aciers micro alliés au vanadium-azote ;
- Les Aciers micro alliés au titane ;
- Les Aciers micro alliés au niobium-titane ;
- Les Aciers micro alliés au vanadium-titane.

Ces aciers peuvent également inclure d'autres éléments pour la résistance à la corrosion et le durcissement de la solution solide, ou augmenter la trempabilité (si des produits de transformation autres que la ferrite-perlite sont désirés).

### **I.3.3. Les aciers perlitiques de construction laminés :**

Les aciers perlitiques de construction laminés sont un groupe spécifique d'aciers HSLA ayant des propriétés mécaniques augmentés (et, dans certains cas, la résistance à la corrosion atmosphérique) sont obtenus par l'addition des quantités modérées d'un ou plusieurs éléments de microalliage autres que le carbone. Certains de ces aciers sont des aciers de carbone-manganèse et diffèrent des aciers au carbone ordinaires seulement en ayant un plus grand contenu de manganèse. D'autres aciers de construction perlitiques contiennent un peu d'éléments d'alliage, qui sont ajoutés pour augmenter la soudabilité, la formabilité, la dureté, et la résilience.

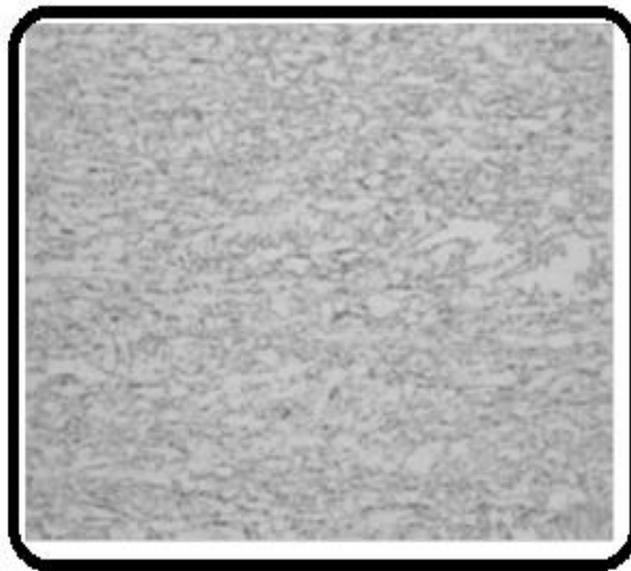
Les aciers perlitiques de construction laminés sont caractérisés par des limites d'élasticité dans la gamme de 290 à 345 MPa. Ils ne sont pas prévus pour la trempe et ne devraient pas être soumis à un tel traitement. Pour certaines applications, ils peuvent être recuits, normalisés, ou soumis à un effort relaxé, processus qui peuvent changer les propriétés mécaniques.

Quand ces aciers sont employés en structures soudées, le soin doit être pris dans le choix de catégorie et dans les spécifications des détails de procédure de soudage. Certaines catégories peuvent être soudées sans

préchauffage ou postchauffage. Les inconvénients de base de ces aciers est que la microstructure perlitique augmente la température de transition mais n'améliore pas la limite d'élasticité.

#### **I.3.4. Les aciers à ferrite aciculaire :**

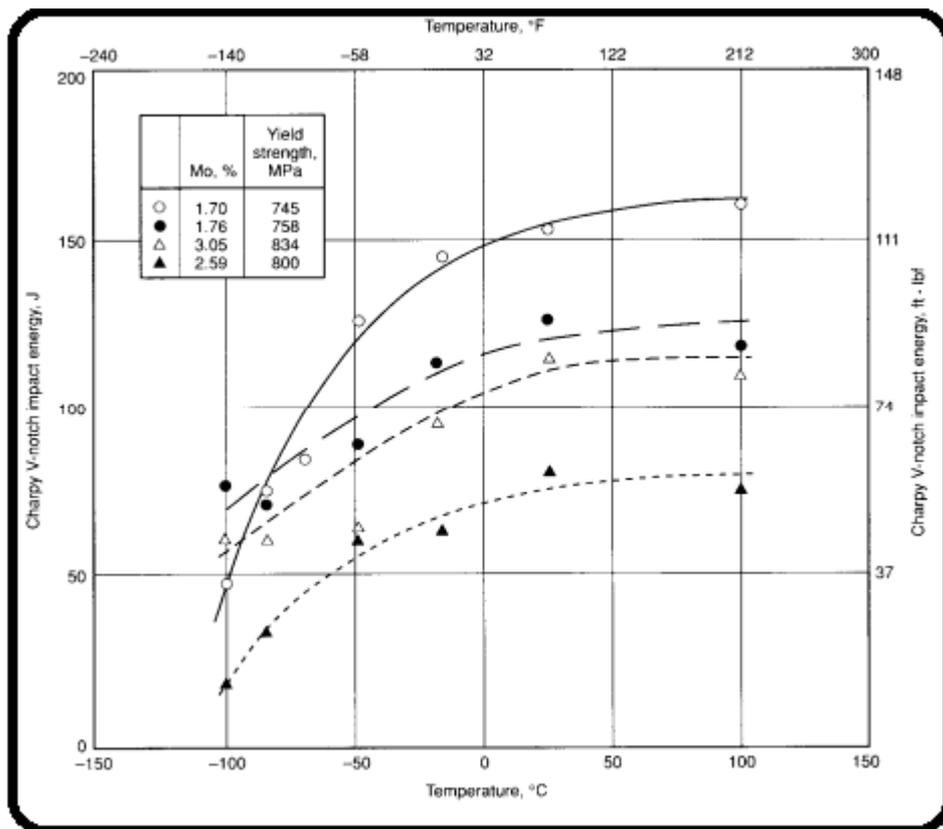
Une autre approche au développement des aciers HSLA est d'obtenir une microstructure de ferrite aciculaire très fine et de haute résistance, au lieu de la microstructure polygonale habituelle de ferrite, pendant la transformation de refroidissement des aciers à ultra bas carbone ( $< 0.08\% \text{ C}$ ) avec la trempabilité suffisante (par des additions de manganèse, de molybdène, et/ou de bore). Le niobium peut également être employé pour le durcissement par précipitation et l'affinement de grain. La différence principale entre la structure de la ferrite aciculaire (*désignée également sous le nom de la bainite à faible teneur en carbone*) et celle de la ferrite polygonale est que l'ancien est caractérisé par une densité de dislocation élevée, et les grains fins fortement ovales qui ne sont pas exhibés en ferrite polygonale.



**Figure 2.** Microstructure d'un acier HSLA a ferrite aciculaire [4].

Les aciers de ferrite aciculaire peuvent être obtenus par trempage ou, de préférence, par le refroidissement à l'air avec les alliages appropriés pour la trempabilité. L'avantage principal de ce type d'acier HSLA est la combinaison

peu commune de haute limite d'élasticité (415 à 690 MPa), de la résilience élevée (figure3.), et de la bonne soudabilité. Une application importante de ces aciers est le pipeline. Les propriétés d'un acier de ferrite aciculaire laminé sont récapitulées dans la figure3..L'application principale de l'acier de ferrite aciculaire implique les canalisations d'hydrocarbures dans des conditions arctiques.[ 5,6] Cette application exige une combinaison de dureté supérieure, de haute résistance, d'excellente résistance à la fissuration induite par l'hydrogène et la soudabilité de premier ordre de champ.



**Figure 3.** La résilience et la limite d'élasticité d'un acier laminé de 25 mm à une structure bainitique à ultra bas carbone. Les teneurs nominales des éléments d'alliage a inclus 0.024 à 0.027% C, 0.92 à 1.00% Mn, 3.54 à 3.63% Ni, et 0.050 à 0.055% Nb [3].

En réponse à ces besoins, les chercheurs ont développé un acier de ferrite aciculaire dur pour le pipeline par l'optimisation du contenu de carbone et de niobium, l'addition du bore, et/ou l'application du refroidissement en ligne accélérée.

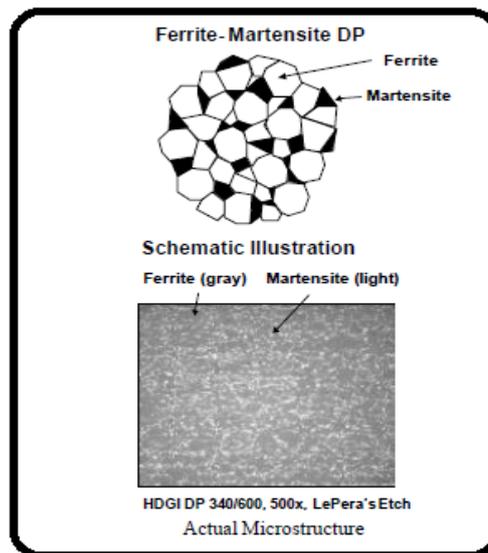
Dans ce pipeline, le contenu optimum de carbone s'étend de 0.01 à 0.05%. En dessous de 0.01% de carbone, les grains de la zone affectée thermiquement (ZAT) proches de la zone fondue sont fragilisés, à cause de la fissuration intergranulaire induit par l'hydrogène et de la perte de dureté dans la ZAT. L'addition du bore et/ou de l'application du refroidissement en ligne accélérée assure une dureté supérieure et une haute résistance, avec des caractéristiques de soudage souhaitables. Trois catégories pour le service arctique sont disponibles : X-65, X-70, et X-80. Une composition X-70 inclut 0.03% C, 0.25% silicium, 1.91% manganèse, 0.008% P, 0.001% S, 0.048% N, plus le titane, le bore, et le calcium.

### **I.3.5. Les aciers à double phase (dual phase):**

Ces aciers ont une microstructure de ferrite polygonale (de 80 à 90%) et des îles de martensite de 10 à 20% dispersées dans toute la matrice de ferrite. le terme de dual phase se rapporte à la prédominance dans la microstructure de deux phases, la ferrite et la martensite. Ces aciers ont une basse limite d'élasticité et une résistance à la traction approximativement de 550 MPa.

Les aciers Dual-phase peuvent être produits à partir des aciers à faible teneur en carbone de trois manières:

- ✓ L'austénitisation intercritique des aciers de carbone-manganèse suivie du refroidissement rapide.
- ✓ un laminage à chaud avec des éléments favorisant la formation de ferrite tels que le silicium et les éléments qui retardent la transformation tels que le chrome, le manganèse, et/ou le molybdène.
- ✓ Le recuit continu de l'acier laminé à froid de carbone-manganèse suivi de trempage et adoucissement.



**Figure 4.** Microstructure d'un acier dual phase

### **I.3. 6. Les aciers de forme d'inclusion contrôlée :**

Un développement important dans les aciers HSLA microalliés est l'utilisation du contrôle de la forme d'inclusion. Les inclusions de sulfure, qui sont plastiques aux températures de laminage et ainsi s'allongent et aplatissent pendant le laminage, affectant défavorablement la ductilité dans la direction transversale courte (par l'épaisseur). L'objectif principal du contrôle de la forme d'inclusion est de produire des inclusions de sulfure avec la plasticité négligeable même aux températures de laminage les plus élevées.

### **I.4. rôle des éléments d'additions:**

#### **I.4.1 .carbone:**

Le principal formateur, à haute température, de carbures, l'augmentation de la teneur en carbone augmente le taux de la perlite des aciers à dispersoïdes. Des niveaux de carbone élevés tendent à former la martensite ou la bainite dans la microstructure des aciers laminés. Quelques aciers HSLA ont des quantités de carbone de 0.06% ou même moins, sont encore capable de développer une limite élastique de 345 à 620 Mpa. En

diminuant la quantité du carbone au-dessous de 0.05% améliore la résistance au HIC « Hydrogen Induced Cracking » et la soudabilité. [7]

#### **I.4.2. Azote:**

Il joue un rôle analogue à celui du carbone; il est formateur de nitrures et de carbonitrures à haute température. Il provoque un net affinement structural, marqué surtout dans les aciers au vanadium. La précipitation des nitrures de vanadium améliore aussi le raffinement de grains parce qu'ils ont une faible solubilité dans l'austénite que les carbures de vanadium. Une addition de plus de 0.005% d'azote provoque une fragilisation. [8]

#### **I.4.3. Manganèse:**

Le rayon atomique du manganèse est de l'ordre de celui du fer, il y forme une solution solide de substitution. De caractère gammagène, il retarde la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ . C'est l'élément durcissant principal des aciers HSLA lorsque il est présent en quantité plus de 1%. Il a un rôle important dans le durcissement de la ferrite par solution solide. Le manganèse augmente la trempabilité des aciers à dispersoïdes. Aussi bien que le carbone, sa teneur doit être limitée à 1.5% pour des raisons de soudabilité. [8]

#### **I.4.4. Phosphore:**

C'est un élément efficace du durcissement de la ferrite par solution solide. Il élève aussi la résistance à la corrosion mais cause une diminution de la ductilité. Le phosphore à faible quantité <0.05% peut causer aussi une fragilisation au niveau des joints de grains austénitiques primaires. [9]

#### **I.5. Éléments à dispersoïdes :**

On appelle éléments dispersoïdes des éléments que l'on trouve dans des composés dispersés plus ou moins régulièrement dans la matrice de base d'un matériau, pour les aciers HSLA, ces composés sont des carbures, nitrures ou carbonitrures et les principaux éléments de microalliage sont[2] :

- le titane ;
- le niobium ;
- le vanadium.

Le mode d'action des trois éléments retenus passe par les phénomènes de précipitation, mais avec des interactions avec les phénomènes métallurgiques de transformation de phase, de recristallisation après écrouissage à chaud ou à froid et de blocage des mouvements des joints de grain ou des dislocations [2]

#### **I.4.1 . Composés : carbures, nitrures, oxydes**

Les composés formés par les éléments de microalliage sont de plusieurs types [4] :

- Des précipités qui se forment en phase solide ;
- Des composés qui se forment au moment de la solidification ;

Il est donc nécessaire de distinguer deux classes [4]:

- Les précipités proprement dits qui peuvent être redissous en phase solide à haute température : carbures, carbonitrures, certains nitrures ;
- Les précipités pratiquement insolubles : oxydes, oxysulfures, oxycarbosulfures, TiN, etc.

Le microalliage le plus important actuellement est celui des aciers avec précipités formés à l'état solide qui sont des carbures, des nitrures ou des carbonitrures qui peuvent être dissous par réchauffage. Les principaux précipités formés à partir des trois éléments de base sont les suivants [4] :

- pour le vanadium, les carbures VC et les nitrures VN ;
- pour le niobium, il s'agit du carbonitride Nb C<sub>x</sub>N<sub>y</sub> ;
- pour le titane, il s'agit du carbure TiC, dans une certaine mesure de TiN, et, dans certains cas, de carbonitride (TiCN).

Tous ces précipités sont caractérisés par leur nature, leur maille et leur répartition; ils sont en général de structure cubique avec des paramètres de maille assez voisins, de l'ordre de 0,4 à 0,5 nm. Des structures hexagonales sont parfois signalées.

### **I.5.1. Précipitation :**

La précipitation des carbures, nitrures et carbonitrures peut avoir lieu dans quatre contextes différents [4] :

1. Dans le domaine austénitique au refroidissement s'il est suffisamment lent, et conformément aux conditions d'équilibre;
2. Dans le domaine ferritique ou ferrito-perlitique au moment de la transformation de phase;
3. Après un refroidissement suffisamment rapide, en évitant le domaine de précipitation, refroidissement suivi d'un revenu que la phase transformée soit de la ferrite, de la bainite ou de la martensite;
4. Au cours d'un recuit de recristallisation de produits écrouis à froid, en général au moment du chauffage et à condition qu'une certaine proportion de l'élément soit restée en solution.

### **I.5.2. Propriétés propres à chaque élément**

#### **a) Titane :**

Élément d'addition bien connu pour désoxyder, dénitrurer ou fixer l'azote, le titane était réputé délicat à utiliser en raison de la formation de précipités grossiers, cubiques, très durs (surtout de nitrures mais aussi des oxycarbosulfures) et très néfastes pour la ductilité, la ténacité, la tenue en fatigue et l'usinabilité.

Les progrès de la métallurgie secondaire et l'emploi du vide ont permis de s'affranchir de ces inclusions et l'on peut ainsi utiliser le titane en microalliage avec des précipitations fines. Comme indiqué dans les conditions générales, la présence de titane en solution puis la précipitation ont pour

conséquence de retarder la recristallisation, de durcir la matrice en fixant l'azote et le carbone [4].

**b) Niobium :**

Ces principales contributions sont de former des précipités au-dessous de la température de transformation et de retarder la recristallisation de l'austénite. Les additions de 0.03- 0.05% Nb augmentent la limite élastique par la combinaison entre le durcissement par précipitation et le raffinement des grains. Le niobium est un élément plus efficace dans le raffinement du grain que le vanadium, parce que le carbure de niobium est plus stable dans l'austénite que celui du vanadium à des températures de laminage identiques. La faible solubilité du carbure de niobium dans l'austénite fournit des précipités plus stables, qui retardent la croissance des grains austénitiques.[3]

**c) Vanadium :**

Le vanadium facilement redissout peut se révéler plus souple d'emploi que le niobium ou le titane quand les cycles thermiques sont plafonnés en température spécialement en traitement thermique ou en formage à partir de basses températures ; mais en contrepartie, il ne permet pas de contrôler le grain par les effets de recristallisation ou de blocage des joints.

Il faut également tenir compte d'une interaction vanadium aluminium en ce qui concerne la formation de nitrures ; la disponibilité de l'azote pour la formation de VN dépend des conditions de précipitation du nitrure d'aluminium qui peut se substituer à VN suivant les conditions d'équilibre et de cinétique ; si l'azote est sous la forme de NAl, le durcissement sera dû au carbure VC seul [4].

## **I.6. Les différents mécanismes métallurgiques susceptibles d'être utilisés avec les aciers HSLA :**

Ils sont :

- ✓ Le durcissement par précipitation.
- ✓ L'augmentation de la résistance au grossissement du grain.
- ✓ le contrôle de la recristallisation de l'austénite écrouie.[10]

## **I.7. L'effet des éléments de micro alliage sur les propriétés :**

L'effet global des éléments de microalliage sur les propriétés mécaniques est la somme de l'effet durcissant des précipités et des modifications de structure par suite des changements de la taille des grains ou d'autres sous-structures ; il est donc nécessaire, pour chaque propriété, de distinguer l'effet des précipités (durcissement, fragilisation...), l'effet induit sur la microstructure, comme l'affinement de grain, et l'effet indirect par d'éventuels changements de la composition de base de la nuance, comme une baisse de la teneur en carbone [4], [8].

### **I.7.1. Durcissement :**

L'effet de durcissement par les précipités dépend de leur nature, de leur nombre et de leur taille figure 5. On constate que la nature du précipité joue un rôle en plus de l'effet de taille. Les précipités des divers éléments Nb, Ti, V sont indépendants les uns des autres, leurs effets sont additifs du moins tant que le carbone (ou l'azote) est en quantité suffisante ; il est donc possible de faire des combinaisons à deux éléments ou même à trois dans certains cas [4]. En effet, on a un double avantage :

- La mise en solution est plus facile qu'avec une forte teneur en un seul élément;
- On profite d'un meilleur coefficient de durcissement au début de chaque courbe du fait que le durcissement est parabolique (figure 5). La saturation du durcissement s'explique par une augmentation de la

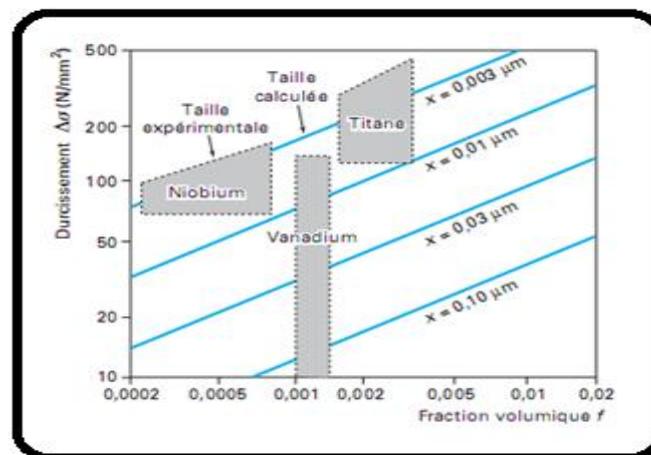
taille des précipités et par un moindre rôle de la cohérence quand les précipités sont relativement plus gros [4].

### I.7.2. Contrôle du grain :

Outre le durcissement direct de la matrice, les précipités permettent de régler la taille des grains par plusieurs mécanismes.

#### I.7.2.1. Affinement du grain $\gamma$ :

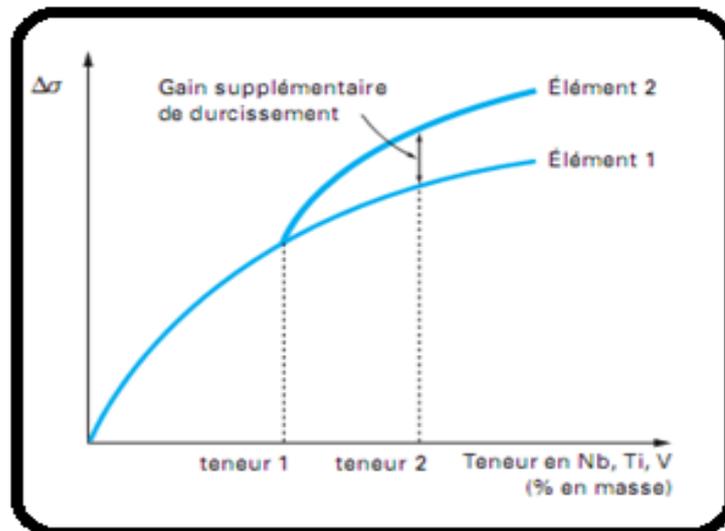
La taille du grain  $\gamma$  va être déterminée par l'ensemble des opérations de chauffage, les déformations, les temps entre déformations et la vitesse de refroidissement.



**Figure 5.** Durcissement en fonction de la taille et de la quantité des précipités.

[4]

Malgré un gros grain de départ après mise en solution à haute température, il se produit au cours d'un laminage ou d'un forgeage en plusieurs passes un affinement du grain, au moins en présence de niobium ou de titane. Entre les passes de laminage, il y a également un grossissement après la recristallisation à grains fins du métal déformé : ce grossissement très rapide à température élevée, pour une matrice sans précipité est fortement ralenti par des précipités [4].



**Figure 6.** Intérêt de la combinaison de deux éléments de microalliage pour le durcissement [4].

### 1.7.2.2 Affinement du grain $\alpha$ :

L'influence des précipités sur la taille de grain  $\alpha$  va passer d'abord par l'hérédité du grain  $\gamma$  quand il y a changement de phase ; des grains  $\gamma$  fins donneront des grains  $\alpha$  fins avec une relation dépendant de la vitesse de refroidissement [4].

### 1.7.3 Effet global :

L'augmentation globale de la limite d'élasticité  $\sigma_e$  et de la résistance à la rupture par traction  $R_m$  correspond à la somme du durcissement intragranulaire par les précipités et de l'effet de la taille de grain, qui peut être aussi important que le premier ; par rapport à un acier de référence, le durcissement global peut atteindre plus de 200 Mpa, soit pour un acier extra doux un quasi-doublement. La figure 6 montre la conjugaison des deux phénomènes. [4]

### 1.7.4. Ductilité :

#### 1. Ductilité à température ambiante :

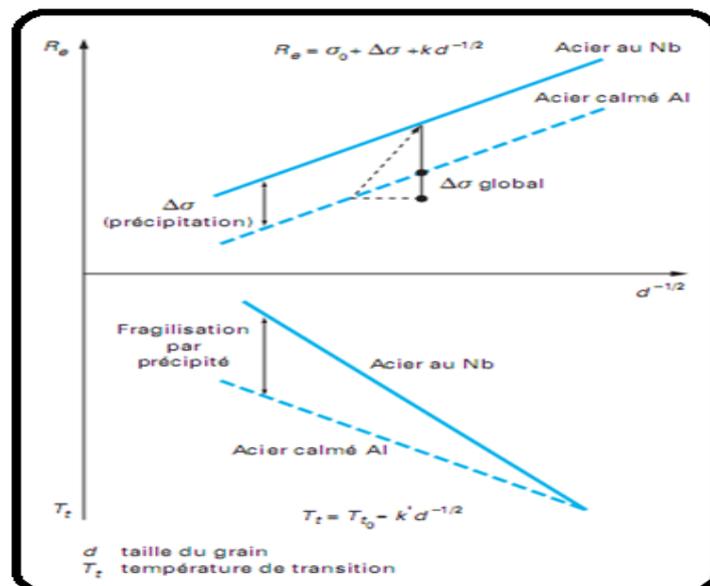
La ductilité d'une phase durcie varie en fonction inverse de sa dureté, mais l'effet est différent suivant qu'il s'agit de précipités ou d'affinement de

structures. Pour apprécier l'effet global, il faut également tenir compte de la diminution de la teneur en carbone ou des éléments d'alliage que permet le microalliage.

Dans certains cas, la baisse de ductilité est compensée par les adaptations de la nuance de base, et notamment par une amélioration de la propreté inclusionnaire (baisse du soufre et de la teneur en oxygène) qui permet le développement de nuances à haute résistance capables de supporter des formages difficiles [4].

## 2. Ductilité à chaud :

La fragilisation par les précipités entraînant une forte baisse de la ductilité est manifeste quand les grains sont grossiers et écrouis ; c'est ce qui se produit à haute température, quand du métal brut de coulée est déformé dans une gamme de température voisine du domaine de précipitation ; La déformation faible ne permet pas le déclenchement de la recristallisation, les grains déformés et durcis sont fragiles et la ductilité mesurée par la striction à chaud tombe à des niveaux très bas [4].



**Figure 7.** Influence combinée de l'affinement du grain et de la précipitation sur la limite d'élasticité et la température de transition [4].

### **I.7.5. Ténacité :**

Il est nécessaire de distinguer l'effet fragilisant d'une précipitation de l'effet indirect des changements de microstructure souvent très favorable d'où un effet d'amélioration global. Pour les structures bainitiques ou martensitiques, c'est l'affinement du grain austénitique  $\gamma$  qui joue un rôle favorable sur l'amorçage et la propagation des clivages.

En ce qui concerne l'effet fragilisant des précipités, il semble bien qu'il dépende également de la taille du grain, la fragilisation n'est plus apparente pour les grains les plus fins. Cela pourrait être lié au mécanisme d'amorçage des clivages. Cela fait que l'on retrouve une fragilisation par les précipités dans les zones affectées par le soudage soit à forte énergie avec refroidissement lent, soit par précipitation lors d'un traitement de relaxation des contraintes [4].

### **I.7.6. Vieillessement :**

La fixation de l'azote et du carbone libre par les éléments de microalliage a toujours des conséquences sur la réduction de la sensibilité au vieillissement après écrouissage. Les aciers sans élément interstitiel sont complètement non vieillissants qu'ils soient au titane, au niobium ou au Ti-Nb ou Ti-V. En effet, dans ces nuances l'azote est fixé par l'aluminium et tout le carbone est fixé par l'élément carburigène en excès. Quand l'élément est sous-stœchiométrique, il fixe une certaine quantité de carbone libre, ce qui réduit ou retarde le vieillissement mais ne le supprime pas complètement. De ce fait, les aciers microalliés sont pratiquement peu vieillissants [4].

### **1.8. Interaction avec les traitements thermiques :**

Même si les aciers microalliés sont souvent utilisés après des traitements thermomécaniques, leur présence joue un rôle dans les traitements thermiques traditionnels qui sont utilisés pour des produits déterminés comme par exemple :

- le recuit de normalisation qui assure une bonne homogénéité des propriétés et une absence de contraintes internes ;
- la trempe et le revenu ;
- des traitements thermochimiques ou superficiels.

### **1.8.1. Traitement de normalisation :**

Un certain nombre de produits sont livrés à l'état normalisé ou normalisés après une opération de formage ou de soudure, en vue de respecter certaines des garanties de propriétés ou d'homogénéité des propriétés, d'absence de contraintes résiduelles ou, tout simplement, pour le respect de règlements particuliers comme pour les appareils à pression.

Il s'agit des plaques (souvent épaisses), des barres ou des grosses pièces. Comme le traitement de normalisation comporte un chauffage dans l'austénite aux environs de 900 °C, il n'y a pas de remise en solution du niobium ou du titane d'où une perte de durcissement

Important ; seul le vanadium peut fournir un durcissement dans ces conditions en précipitant au refroidissement. Néanmoins, la présence de précipités fins permet un affinement du grain austénitique et, par suite, du grain ferritique ou d'une autre structure ; cet affinement peut s'ajouter ou se substituer à celui assuré classiquement par le nitrure d'aluminium et permet une amélioration relative des propriétés (Re et résilience) dans des conditions délicates, comme les très fortes épaisseurs, ou quand il existe une limitation de la teneur en aluminium pour des raisons de fongibilité à chaud par exemple.

### **1.8.2 Trempe et revenu :**

Comme pour la normalisation, on peut utiliser les précipités pour contrôler la taille de grain austénitique avant le traitement de trempe avec un faible effet durcissant sauf si le vanadium est utilisé, ce qui est traditionnel en aciers trempés et revenus.

On trouve donc des combinaisons d'éléments comme les couples : Nb-Al, Ti-Al, Nb-V, etc. L'effet bénéfique de l'affinement du grain  $\gamma$  sur la ténacité

peut se révéler intéressant pour des nuances à haute résistance, c'est par exemple le cas pour de grosses pièces forgées ou moulées.

### **1.9. Traitements de surface ou thermochimiques :**

Les traitements thermiques ou thermochimiques des pièces en vue de durcissements locaux peuvent se faire sur des nuances classiques d'aciers faiblement alliés ou sur des aciers ayant subi des traitements thermomécaniques. Dans les deux cas, les éléments de microalliage jouent un rôle intéressant.

L'emploi du vanadium comme élément de durcissement étant classique dans ce type d'applications, les autres éléments peuvent être utilisés en réglage de la taille de grain austénitique ; cela est encore plus intéressant pour les aciers adaptés à la nitruration avec forte teneur en aluminium, car il y a une température limite de réchauffage relativement basse de 650 °C. La (figure 8) montre ainsi le résultat de la nitruration d'un acier microallié livré brut de laminage.

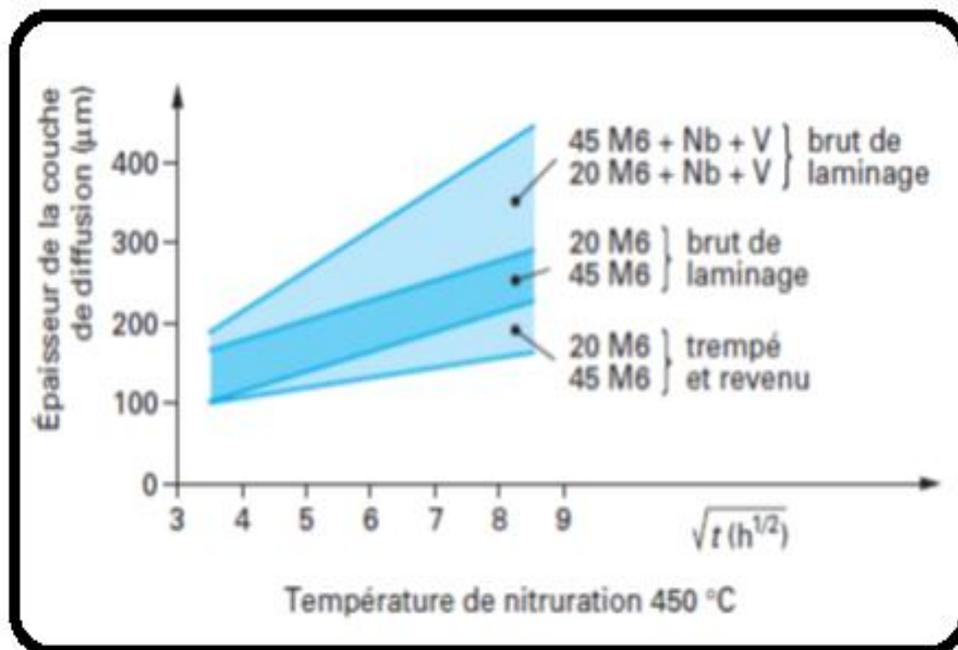


Figure 8. Le résultat de la nitruration d'un acier microallié livré brut de laminage.

### **I.9. Traitements de relaxation des contraintes :**

Le microalliage est particulièrement intéressant pour les ensembles devant subir des traitements de relaxation des contraintes, car la baisse de la teneur en carbone et le fait que les précipités ne coalescent pas facilement se traduisent par un maintien des caractéristiques mécaniques après traitement, mais ceci à condition de respecter des températures adaptées à ces nuances, (inférieures à 600 C°) [9] [11].

### **I.10. Particularités propres à chaque élément :**

Dans le cadre de ces applications pour lesquelles les températures d'austénitisation ne dépassent pas les 900 à 950 °C, le rôle des éléments est limité par les critères de mise en solution.

Ainsi, les carbonitrides de niobium non redissous vont essentiellement bloquer le grossissement des grains  $\gamma$  et permettre d'obtenir des structures fines. Après normalisation, on obtient un petit durcissement dû aux précipités en même temps que l'affinement de grain qui amplifie nettement celui provenant de NAl, d'où un gain global intéressant qui permet un abaissement de la teneur en carbone de tôles épaisses soudables.

Le titane, qui sera comme le niobium non redissous, peut permettre également un affinement du grain  $\gamma$  s'ajoutant à celui de NAl, mais l'addition de titane reste néanmoins plus délicate du point de vue ténacité. Par contre, la métallurgie particulière pour former des nitrures fins ou des oxydes permet une amélioration des propriétés des zones soudées, pour des produits traités comme pour les produits issus de TTM. Le vanadium avec sa mise en solution facile est un élément de choix pour augmenter les caractéristiques en traitement thermique avec un petit problème de compétition sur la formation de nitrures avec l'aluminium et un rôle pas négligeable sur la trempabilité, donc la soudabilité, ce qui fixe des limites de teneur.

### **I.11. Applications :**

Les avantages remarquables des aciers HSLA produits convenablement, c'est à dire haute résistance, et une basse température de

transition ductile-fragile, combinés à un coût bien estimé, ont produit un état de satisfaction pour une longue liste d'applications qui comprend:[12]

- les installations pétrolières marines.
- Les gazoducs et oléoducs.

# **CHAPITRE 2**

## **PARTIE EXPERIMENTALE**

## TECHNIQUE EXPERIMENTALE :

### Introduction :

Cette partie fait le point sur les différentes techniques expérimentales utilisées lors du processus de notre travail.

Cependant, l'interprétation exacte des différents résultats obtenus lors de cette étude repose sur les mesures correctes et justes provenant des moyens techniques utilisées et des limites technologiques de chaque équipement.

Ainsi que, l'exactitude des résultats obtenus est fonction de la préparation et la précision des méthodes de caractérisation.

De ce fait, nous avons essayé d'optimiser, dans la mesure possible, les conditions expérimentales dans lesquelles nous nous sommes placés au cours de cette étude.

### II .1 .Identification de matériau :

Le matériau étudié est un acier à haute limite élastique de grade API 5L X 70 utilisé pour la canalisation de pétrole et gaz les significations de ces dernières désignations sont comme suit :

**API** : institut américain du pétrole.

**5L** : spécification pour les pipelines.

**X** : désignation de catégorie pour le pipeline de haute résistance.

Les deux nombres après le X sont la valeur de la limite élastique minimale. par exemple X70 a une limite élastique minimale de 70 psi (483 MPA) [7]

L'analyse chimique du métal est effectuée au centre de recherche scientifique en soudage et contrôle (CSC) –filiale d'Annaba- la méthode d'analyse est la

spectrométrie de fluorescence des rayons X et pour l'analyse du carbone et le soufre c'est par la spectrométrie d'absorption en infrarouge.

La composition chimique de l'acier X70 est donnée dans le tableau 1, ainsi que la valeur maximale à atteindre pour cet acier indiquée par la norme API 5 L. à noter que la teneur en carbone est largement inférieure au maximum spécifier par la norme. Par contre, la teneur en phosphore est le double du maximum spécifié. De même, la teneur en manganèse est légèrement supérieure ; à noter aussi la présence d'élément en faible quantités tels que le Ni, le Nb et le Ti ces éléments contribuent à l'amélioration de la limite d'élasticité, la dureté, la résilience et la soudabilité, le carbone équivalent mesuré est au-dessous de la valeur maximum (0,43%) indiquée par la norme API. Ceci est exigé pour augmenter la soudabilité. La formule pour calculer le carbone équivalent est donné dans API5L par

$$C_{eq} \% = C + \frac{Mn}{6} + \frac{Mo + Cr + V}{5} + \frac{Ni + Cu}{15}$$

Elément s en %	CE	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	Nb	Ti	V	Cu
X70	0,36	0,073	1,65	0,08	<0,01	0,04	Traces	0,04	0,006	0,061	0,01	<0,01	0,123
MAX spécifié par API5L	0,43	0,24	1,4	-	0,025	0,015	-	-	-	-	0,06	-	-

Tableau 1: Composition chimique de l'acier X70

## **II .2 Procédures expérimentales :**

Les échantillons coupés ont subi les traitements thermiques suivants : voir (figure 9)

- Trois (3) échantillons ont subi un chauffage à une température de 750c°pendant 30 min après :
  - Un échantillon a été refroidit dans l'eau ;
  - Un échantillon a été refroidit dans l'huile. ;
  - Le dernier à été refroidit à l'air.
- Trois (3) échantillons ont subi un chauffage à une température de 800c°pendant 30 min après :
  - Un échantillon a été refroidit dans l'eau ;
  - Un échantillon a été refroidit dans l'huile. ;
  - Le dernier a été refroidit à l'air.
- Trois (3) échantillons ont subi un chauffage à une température de 850c°pendant 30 min après :
  - Un échantillon a été refroidit dans l'eau ;
  - Un échantillon a été refroidit dans l'huile. ;
  - Le dernier a été refroidit à l'air.
- Trois (3) échantillons ont subi un chauffage à une température de 900c°pendant 30 min après :
  - Un échantillon a été refroidit dans l'eau ;
  - Un échantillon a été refroidit dans l'huile. ;
  - Le dernier a été refroidit à l'air.

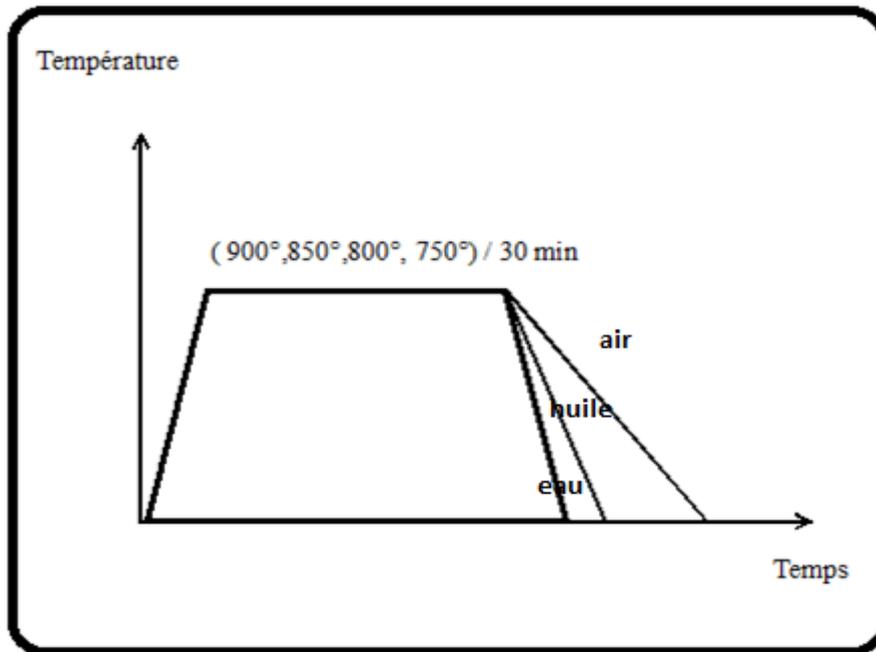


Figure 9. Représentation schématique des traitements thermiques

## **II .2 .Etudes microstructurales :**

Les investigations sur les structures des métaux sont généralement effectuées sur des sections qui sont coupées d'un échantillon.

Trois opérations sont généralement employées pour déterminer les structures des métaux : (1) la préparation d'une surface de l'échantillon, (2) le développement des dispositifs sur la surface qui sont liés à la structure et peuvent être détectés par la technique de l'examen utilisée et(3) l'examen lui-même. L'efficacité de l'opération a effectué, qui souvent la préparation de la surface de l'échantillon.

### **II.2.1 Préparation des échantillons :**

#### **Le polissage :**

Le polissage emploie les particules abrasives qui ne sont pas fermement fixées mais sont suspendues dans un liquide parmi les fibres d'un tissu. L'objectif est de produire une surface lumineuse comme un miroir

Les échantillons sont souvent enrobés dans des cylindres en plastique pour faciliter leurs manipulations. Plusieurs résines sont disponibles pour

cela, Chacune avec ses avantages et ses inconvénients. Une résine phénolique simple est souvent employée quand la condition unique est de faciliter la manipulation.

Des étapes de polissage très accentuées utilisant des abrasives de plus en plus fines sont habituellement nécessaires. La patte diamantée, l'alumine ( $Al_2O_3$ ) et l'oxyde de magnésium ( $MgO$ ) sont les abrasifs les plus généralement utilisés pour le polissage.

Les échantillons ont subi un polissage mécanique effectué sur des papiers abrasifs de différentes granulométries (240, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500) et puis une finition sur des feutres en utilisant l'alumine  $0,05\mu m$  et l'eau comme lubrifiant.

Le polissage a été effectué au laboratoire de SDM de l'université de Blida ; Bab Ezzouar et laboratoire de CSC Chéraga.

### **L'attaque chimique :**

Le réactif est employé en métallographie principalement pour observer la microstructure d'un échantillon sous le microscope optique. Un échantillon approprié à l'attaque doit avoir une surface bien plane et polie.

### **Nomenclature de l'attaque :**

Les aciers peuvent être attaqués chimiquement ou électrochimiquement, la microstructure peut être indiquée par des phénomènes de dissolution, ou de précipitation, elle peut montrer des joints de grain distinct et/ou des grains colorés, des microstructures et / ou des macrostructures.

Les différentes microstructures sont mises en évidence par une attaque chimique dont le réactif est l'acide picrique 4% (4g acide picrique + 100ml éthanol ) quelque seconde (5s) puis le nital 1% (1cm<sup>3</sup> d'acide nitrique  $HNO_3$  et 95cm<sup>3</sup> d'alcool éthylique  $CH_3CH_2OH$ ) avec un temps d'attaque qui varie entre 5 à 20 secondes.

L'attaque chimique a été effectuée au laboratoire de CSC Chéraga .

### **Microscopie optique :**

Le microscope optique reste l'outil le plus important pour l'étude de la microstructure, en dépit de l'évolution des instruments électroniques sophistiqués pour la micrographie.

La microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie électronique de transmission (TEM) sont des outils de valeur inestimable, cependant, elles devraient être employées en même temps que la microscopie optique, plutôt que comme produit de remplacement.

Tous les examens des microstructures devraient commencer par l'utilisation du microscope optique, en commençant par le plus faible grossissement, tel que 100x, suivi progressivement par des grossissements plus élevés pour évaluer les caractéristiques de base de la microstructure. On peut observer la plupart des microstructures avec le microscope optique et les identifier sur la base de leurs caractéristiques.

L'identification des constituants incertains ou inconnus peut être facilitée par l'observation de leur dureté relativement à la matrice, par leur couleur naturelle, par leur réponse à la lumière polarisée, et leur réponse au réactif.

L'échantillon doit être bien préparé pour assurer une observation exacte et une interprétation correctes de la microstructure. Cependant, dans la plupart des cas, l'attaque doit être effectuée pour observer la microstructure. Un réactif tout usage est normalement employé d'abord pour montrer la structure de grain et les phases en présence.

### **Photo microscopie :**

La photo microscopie est importante en métallographie, parce que le photo micrographe peut reproduire le détail observé. Avec l'équipement actuellement disponible, des micrographes de haute qualité sont facilement produits. Cependant, faire cela exige ainsi une attention particulière à la préparation de l'échantillon, l'attaque et à l'utilisation du microscope.

L'obtention de bons micrographes exige un contraste et une résolution d'image adéquate. La source lumineuse doit être correctement alignée et le système devrait être exempt de vibration.

Une gamme de films noir et blanc et en couleur est disponible .les films noir et blanc sont les plus employés parce qu'ils montrent une meilleure commande de contraste, plus faciles à traiter et généralement plus rapides a employé.

Les observations micrographiques ont été faites à l'aide d'un microscope optique de type ZGISS Axio plan équipé d'une caméra C.C .D avec acquisition sur PC.

### **Essai micro dureté :**

Les essais de microdureté sont effectués au centre de recherche en soudage et contrôle (CSC) à moyen d'un microduromètre semi-automatique avec un pénétrateur pyramide de diamant placé entre deux lentilles de microscope. Le microduromètre est aussi équipé d'un afficheur des résultats d'essai avec la dureté équivalente. On appliqué une charge de 300 kg f pendant 20secondes (HV300/20) dans chaque point de mesure.

- Chaque résultat est la moyenne de cinq essais.

Milieu Température c°	eau	huile	air
750	231,24	216,96	208,5
800	216,26	189,74	116,37
850	193,8	178,4	165,78
900	245,7	178,64	153,92

Tableau 2. Valeurs mesurées de la microdureté HV.

# **CHAPITRE 3**

## **RESULTATS ET INTERPRETATIONS**

## RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Notre étude consiste surtout à observer l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques « microdureté HV » en fonction de traitements thermiques.

- A l'état initial : reçu sans traitement (figure14)

Les observations au microscope optique montre une structure a ferrite aciculaire qui de bainite à faible teneur en carbone .cette microstructure est obtenue par un refroidissement rapide après un laminage à chaud de l'austénite non recristallisée. Elle consiste d'une matrice de ferrite aciculaire avec des traces de carbures et des îles de martensite ; et offre une excellente combinaison de résistance et micro dureté. la microdureté mesuré et (202,84 Hv )

Des recherches faites sur cet acier prouvent que la fraction volumique de la ferrite aciculaire augmente avec l'augmentation de la quantité de déformation à chaud et la présence de niobium qui il favorise la formation de la ferrite aciculaire [6].

- A l'état de refroidissement à l'air :

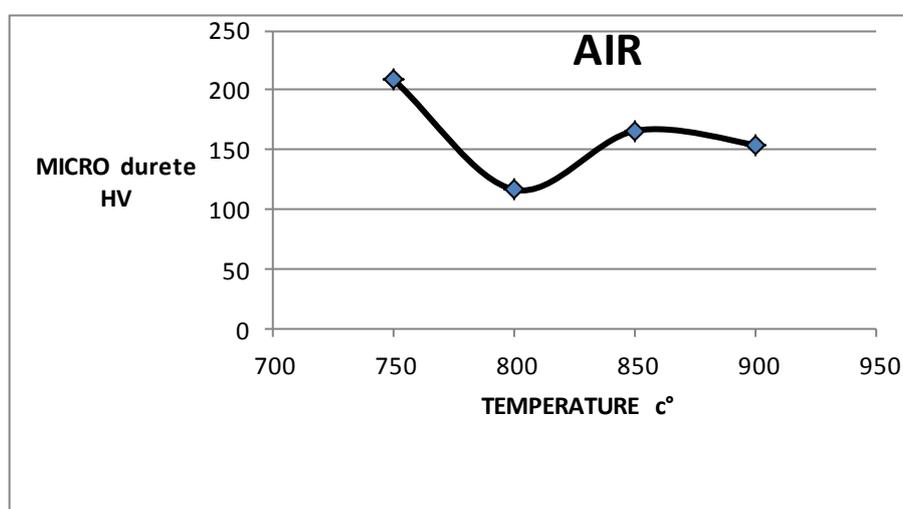


Figure 11. Influence des traitements thermiques inter critique sur la micro dureté de l'acier X70 après Refroidissement à l'air.

Les observations au microscope optique et à l'aide des mesures de microdureté montrent à cet état :

- 1 une structure ferrite + bainite à 750 c° cela est justifier par le pic de la microdureté (208,5HV) et même la présence des éléments à dispersoïdes sous forme des carbures ou des carbonitride vont bloquer le grossissement des grains, ce qui va augmenter les propriétés mécaniques (microdureté) voir figure (15-a)
  - 2 à 800c° une chute de micro dureté (116,37HV) due au grossissement de la taille des grains comparé à l'état initial et présence de la structure ferrite + perlite voir figure (15-b).
  - 3 à 850c°-900c° on remarque une augmentation de la microdureté cela est justifié par une recristallisation résultent une structure ferrite +perlite à grains fins comparé à celle de 800c° figure (15-c-d)).
- A L'état de refroidissement à l'eau :

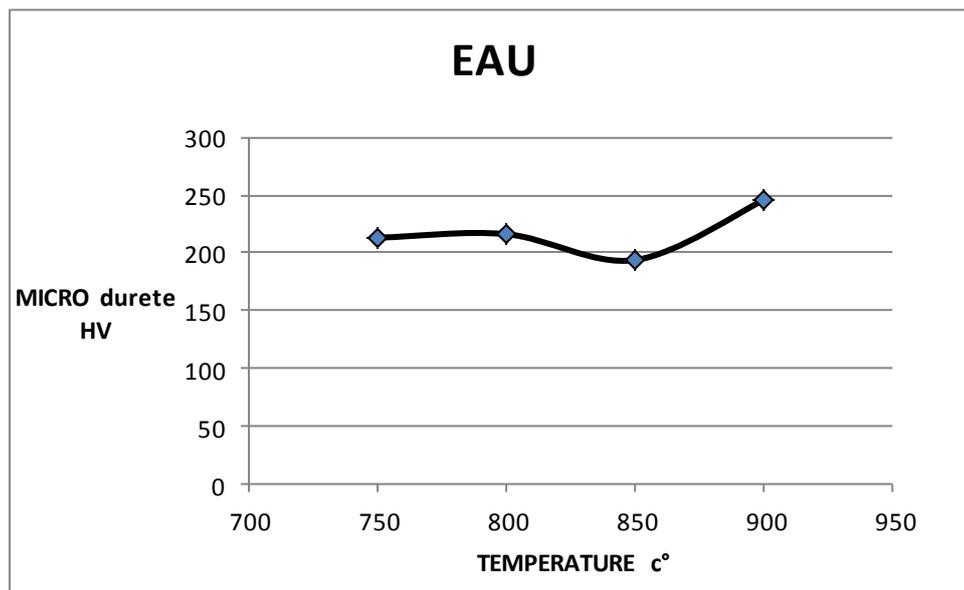


Figure 12. Influence de traitements thermiques inter critiques sur la micro dureté(HV) de l'acier X70Trepné à l'eau.

Les observations au microscope optique montrent et à l'aide de la mesure de la microdureté :

- 1 à 750c° d'après la valeur de la microdureté (213,24HV) on remarque que la valeur est plus grande que celle à l'état initial cela est justifié par un changement de la microstructure qui engendre après une vitesse de refroidissement rapide la présence d'une phase dure en générale c'est la martensite ; la microstructure et donc d'après les figure (16-a) est ferrite +ferrite aciculaire +peu de la martensite.
- 2 Pour les températures 800et 850c° pas une grande variation par rapport à celle de 750c° donc la microstructure reste la même ferrite +ferrite aciculaire +peu de martensite figure (16-b-c).
- 3 Le pic de la micro dureté est à 900c° après trempé a l'eau le carbone n'a pas le temps pour la diffusion donc l'austénite va se transformé en martensite même comme montre la figure (16-d).

- A L'état de refroidissement à l'huile :

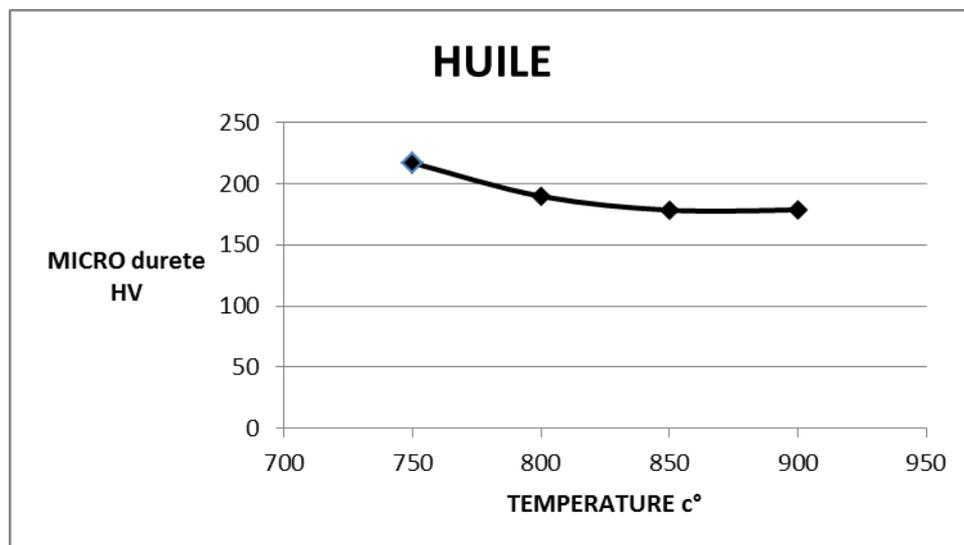
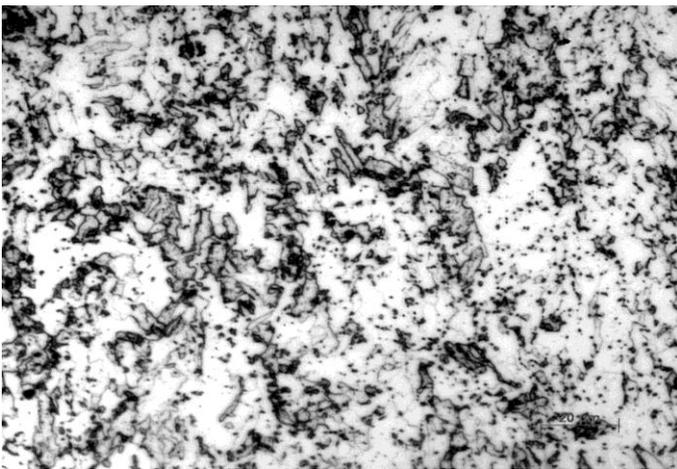


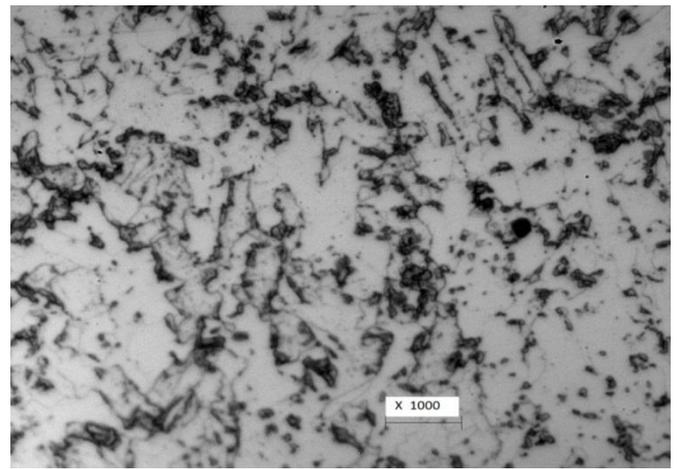
Figure 13 : Influence de la température inter critique sur la dureté de l'acier X70 Tremp à l'huile.

Les observations au microscope optique montrent et à l'aide de la mesure de la microdureté :

Une petite variation de la microdureté, diminution avec l'augmentation de la température le pic et a  $750^{\circ}\text{C}$  et le minimum et a  $900^{\circ}\text{C}$  c'est-à-dire après chauffage suivi d'un refroidissement à l'huile la vitesse de refroidissement moyenne donc la ferrite reste la même et l'austénite se transforme en perlite, la microstructure est ferrite+perlite avec une taille de grains différentes comme montre la figure (17).

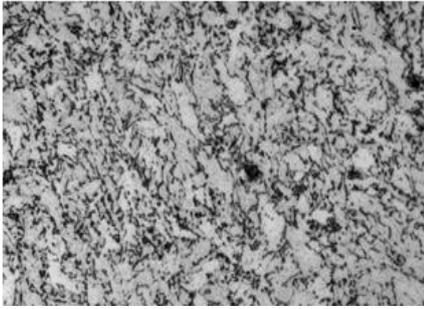


a) x500

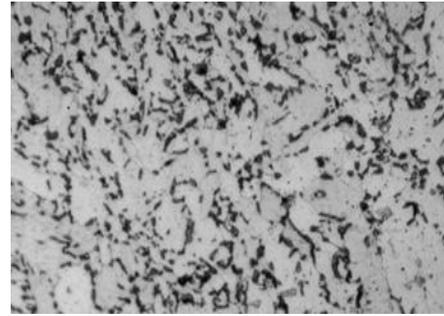


b) x1000

Figure14. Microstructure de l'acierX70 à l'état reçu.

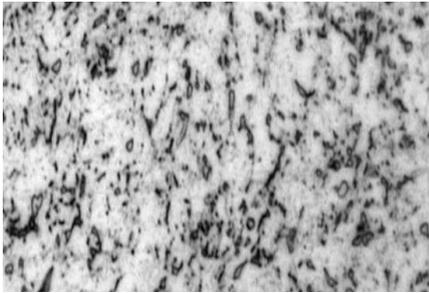


(x500)

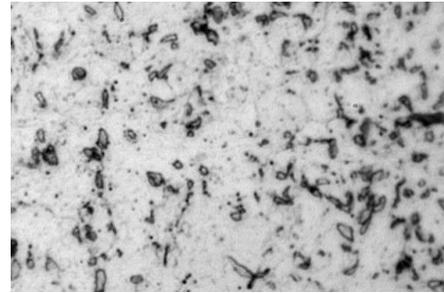


(x1000)

a) Après chauffage à 750c°

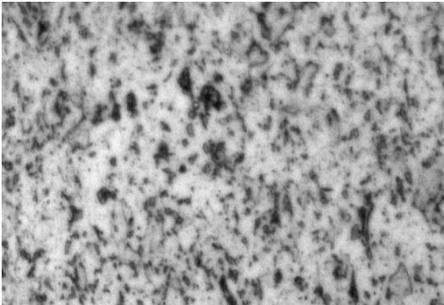


(x500)

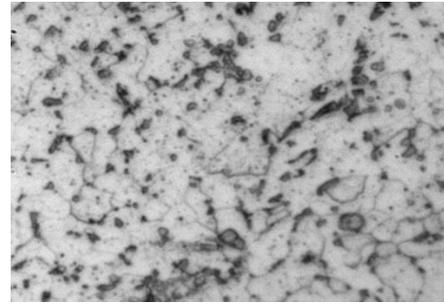


(x1000)

b) Après chauffage à 800c°

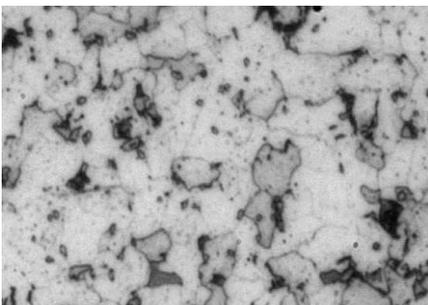


(x500)

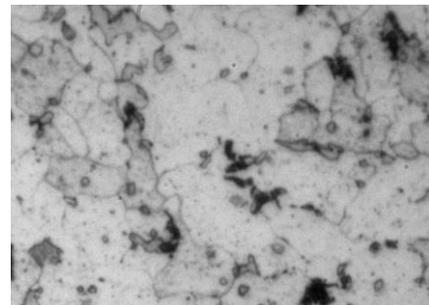


(x1000)

c) Après chauffage à 850c°



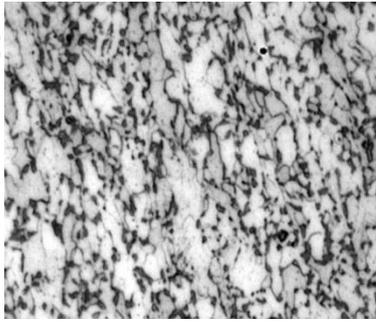
(x500)



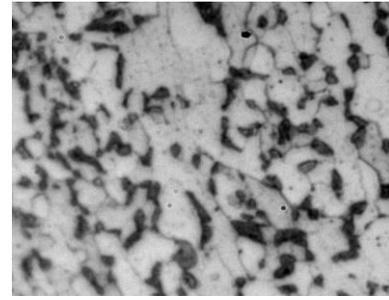
(x1000)

d) Après chauffage à 900c°

Figure 15. Microstructures de l'acier X70 après Refroidissement à l'air

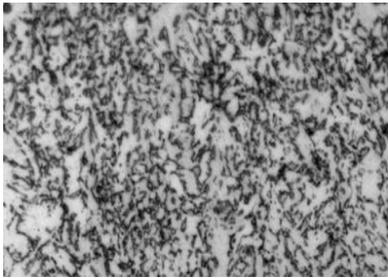


(x500)

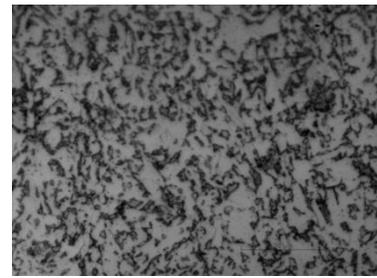


(x1000)

a) Après chauffage à 750c°

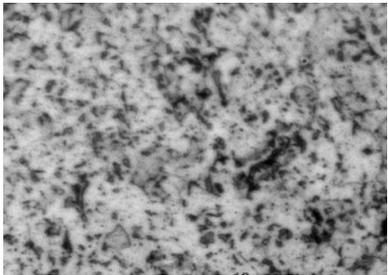


(x500)

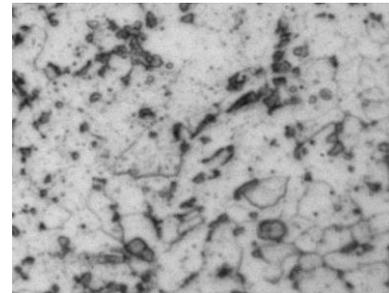


(x1000)

b) Après chauffage à 800c°

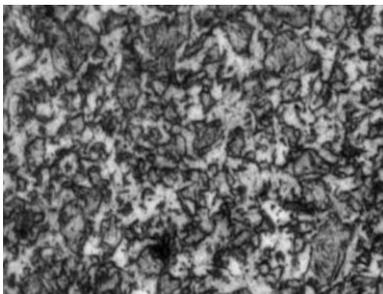


(x500)

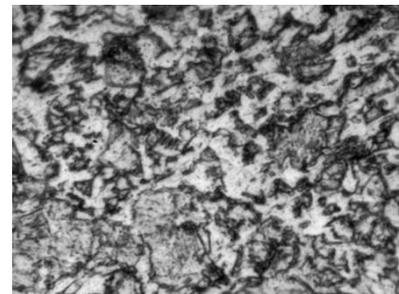


(x1000)

c) Après chauffage à 850c°



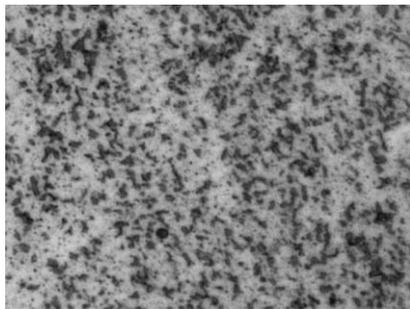
(x500)



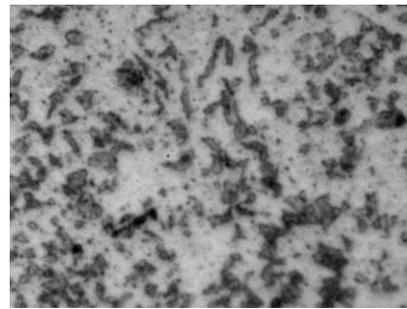
(x1000)

d) Après chauffage à 900c°

Figure 16. Microstructures de l'acier X70 après Refroidissement à l'eau

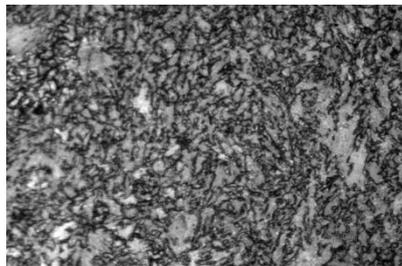


(x500)

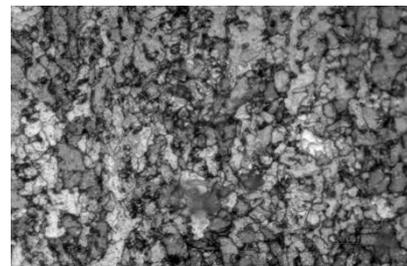


(x1000)

a) Après chauffage à 750c°

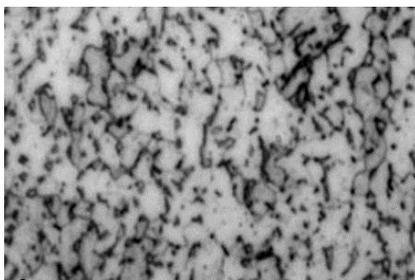


(x500)

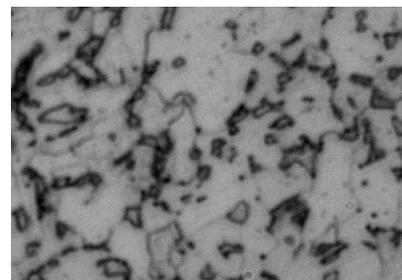


(x1000)

b) Après chauffage à 800c°

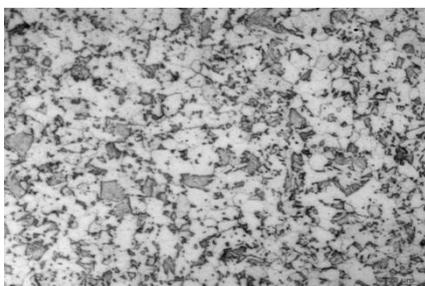


(x500)

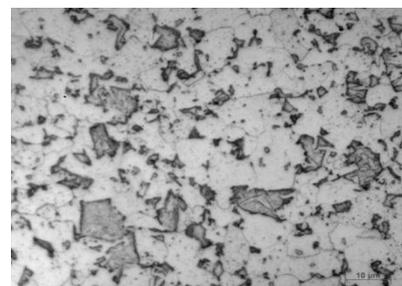


(x1000)

c) Après chauffage à 850c°



(x500)



(x1000)

d) Après chauffage à 900c°

Figure 17. Microstructures de l'acier X70 après Refroidissement à l'huile.

# **CONCLUSION**

## Conclusion

Notre travail a été consacré à l'étude de l'effet de traitements thermiques dans un domaine intercritique suivi par trois modes de refroidissement sur les caractéristiques mécaniques (micro dureté) et structurales d'un acier X70.

Les conclusions essentielles qui peuvent être dégagées au cours de cette étude sont:

- Dépendant de la composition chimique ; la température d'austénisation et la vitesse de refroidissement. les aciers microalliés peuvent avoir une variété de microstructure constituée de différentes tailles et formes avec des combinaisons de ferrite aciculaire, ferrite, perlite martensite et bainite .
- La microdureté augmente avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement et la diminution de la diffusion.
- Le niobium est un élément microallié qui améliore l'acier X70 par trois mécanismes :il affine les grains par ses précipités ,il favorise la formation de la ferrite aciculaire et il durcit la matrice par ses précipités.

Lors de notre travail de recherche, on a été contraint, faute de moyens performants, de se restreindre à une étude micrographique au microscope optique, à l'absence d'un matériel plus adéquat (MET, MEB, DRX), pour refléter mieux la contribution des éléments micro alliés, en suivant leurs formes et leurs précipitations, qui aurait dû, sans doute, enrichir notre étude. Aussi la petite quantité qu'on a reçu de l'acier X70 a représenté un obstacle pour faire d'autres essais mécaniques (traction, résilience)et donc améliorer ce travail par une meilleure étude de caractéristiques mécaniques mises en jeu par les différents traitements thermiques.

## Liste des appendices

$\alpha$  : solution solide de carbone dans le fer  $\alpha$ .

$\gamma$  : solution solide de carbone dans le fer  $\gamma$ .

CE : carbone équivalent.

HV : dureté Vickers.

C : carbone.

V : vanadium.

AL : aluminium.

Ti : titan.

Nb : niobium.

MEB : microscope a balayage électronique.

HSLA : high strength low alloy steel.

## BIBLIOGRAPHIE

1. Bouzid Maamache. « Influence des réparations successives sur la qualité d'un joint de soudeur en acier H.LE API 5L X52 » mémoire de magister
2. MARC GRUMBACH, technique de l'ingénieur, « aciers microalliés »
3. « High strength structural and high-strength low alloy steels » Metals Handbook, Tenth edition, vol 1 1990.
4. M.graf,J.schroder,V.schwinn and k.hulka , « production of large diameter pipes grades X70 with high toughness using aciculaire ferrite microstructures »International conference on application and evaluation of high grade linepipein hostile environments november 8-9 ,yokohama , japan,2002.
5. F.BPICKERING « the spectrum of microalloyed Hight Streinth Low Alloy Steels », proceeding of international conférence on technology and application of HSLA steels, october 1983 .
6. Kazuaki Matsumoto; Tadaaki Taira « Development of super tough acicular ferrite steel for linepipe-optimisation of carbon and niobium content in low-carbon steel » international conference on Technology and application of HSLA steels » Oct 1983.

7. Rahmani Daoudi « Correlation microstructures-caractéristiques mécaniques d'un acier à dispersoïdes élaboré par la S.N.S El Hadjar » These de magister INES de mécanique universite de SETIF 87.
8. Classification and designation of carbon and low alloy steels » Metals Handbooks, Tenth edition, vol 1, 1990.
9. maamar hakem « elaboration et etude de l'évolution microstructurale d'un acier a haute limite elastique au molybdéne apres traitements thermomécaniques et thermiques. » mémoire de magister
10. welding pressure pipelines & piping système » ; Ed. THE LINCOLN ELICTRIC COMPANY.
11. **William E.Dennis** « High strength sheet steels applications, problems and potential » proceeding of international conference on Technology and Application of HSLA steels, Oct 1983.

## LABORATOIRE D'ESSAIS MÉCANIQUES

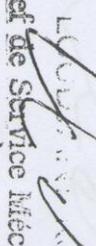
Rapport d'essai N° 050/EM/10      Etabli le 11/02/2010      Nombre de page 01

Nom et adresse du client	:	CSC CHERAGA
Référence demande de travail	:	Le 11/02/2010
Procédure d'échantillonnage	:	Prélèvement fait par le client
Date de réception échantillon(s)	:	11/02/2010
Objet soumis à essais	:	Pipe
Nature de la prestation	:	Caractérisation mécanique (traction)
Références normatives	:	API 5
Date d'exécution des essais	:	11/02/2010

### Résultats d'essais

Tableau N°1 traction :

Code	Caractéristiques mécaniques		
	Elasticité Rp <sub>0.2</sub> (MPa)	Résistance Rm (MPa)	Allongement A%
TR1	456,1	593,3	37,0

Le Chef Service  
**R LOUJDIANI**  
  
 Chef de Service Mécanique