

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

جامعة عمّار تليجي بالأغواط

UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT

كلية التكنولوجيا

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



Thèse

Présenté pour obtenir le Diplôme de Doctorat en Sciences

Spécialité : GENIE MECANIQUE

Option : SCIENCE DES MATERIAUX

Thème

CARACTERISATION STRUCTURALE ET MECANIQUE DU CORDON DE SOUDURE D'UN ACIER HSLA

Présentée et soutenue publiquement par

M^{elle}. BENARRACHE Souad

Le : 25/10/2020

Jury de soutenance :

Mr. BENCHATTI Ahmed	Pr	Université de Laghouat	Président
Mr. HADJADJ Ahmed	Pr	Université de Boumerdès	Examineur
Mr. BELLAOUAR Abderahmane	MCA	Université de Ghardaïa	Examineur
Mr. ZID ELMAL Sami	MCA	Université de Laghouat	Examineur
Mr. BENHORMA Hadj Aïssa	Pr	Université de Laghouat	Rapporteur
Mr. FERHAT Mahmoud	MCA	Université de Laghouat	Inviter

Remerciements

-Tout d'abord remerciions « DIEU » tout puissant qui nous a guidés vers le droit chemin.

-Je remercie mon père 'BENARRACHE. Omar El Farouk', ma mère 'CHETTOUH. D'et toute ma famille de m'avoir toujours poussé et encouragé dans mes études.

-Mes vifs remerciements vont avant tout au professeur BENCHORMA HADJ AISSA que j'ai eu le plaisir, au cour de mon travail de thèse de doctorat de bénéficier de son encadrement .de par son enthousiasme, sa curiosité scientifique, sa patience et sa haute qualité humaine, travailler avec été une grande expérience aussi agréable qu'enrichissante.

-Mes remerciements les plus sincères vont au professeur BENCHATTI Ahmed qui m'a fait l'honneur de présider mon jury, mes vifs remerciements vont aux Mr. HADJADJ Ahmed professeur à l'université de Boumerdès, Mr. BELLAOUAR Abderrahmane maitre de conférence à l'Université de Ghardaïa Mr. ZID ELMAL Sami maitre de conférence à l'Université de Laghouat et mes remerciements vont à mon inviter Mr FERHAT Mahmoud maitre de conférences à l'université de Laghouat.

-Mes remerciements les plus sincères pour toute l'équipe pédagogique et personnels de département mécanique à leur tête : Pr SEBAA Mohamed, Pr AOUISSI Mokhtar et Pr MEDJELED Ahmed,

-Mes remerciements pour tous l'équipe de l'atelier et laboratoire mécanique Mr GHANEM Ali, Mr OULAD TAHER Mohamed,

-Je tiens à passer mes vifs remerciements à l'équipe de service travaux de SONATRAGH DML LAGHOUAT pour leur aide et contribution, Mr BELHABIB, Mr BENFENICHE et Mr BENDAOUMA et à leur tête Mr BENARFA Allal pour sans aide et soutien.

-Je tiens plus particulièrement à remercier Mr Taha MATTAR, professeur et Ex- président de la division Technologie des métaux CMRDI -Egypte et tous l'équipes (Melle Salwa MOHAMED, Mr Mohamed SOBHI et Mr Abdellah MESBAH) avec qui j'ai travaillées pour leurs patiences, contributions et aides.

-Mes remerciements les plus particulier à mon chère amie Melle ORIF Fatima pour son aide et soutien.

-Finalement, je remercie infiniment ma famille à leur tête mon chère frère Hadj Aïssa Bader Eddine, pour son aide précieuse dans la mise en forme finale de la thèse et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicace

Je dédie ce travail à ma mère 'CHETTOUH. D', mon père 'BENARRACHE. Omar El Farouk' et toute ma famille en témoignage de ma gratitude pour leurs amour et soutien inconditionnés.

A Dr HADJ BENAMMAR Ahmed.

A Dr KHEDDAR Mouloud.

A Moi-même.

Mes petits anges

OMAR EL FAROUK

AYMAN

BOUCHRA HADJIRA

REGUIA ARIDJ

AICHA NOUSSIBA

« Sois comme l'eau pour la générosité et l'assistance.

Sois comme le soleil pour l'affection et la miséricorde.

Sois comme la nuit pour la couverture des défauts d'autrui.

Sois comme la mort pour la colère et la nervosité.

Sois comme la terre pour la modestie et l'humilité.

Sois comme la mer pour la tolérance.

Ou bien parais tel que tu es ou bien sois tel que tu parais. »

Djalâl ad-Dîn Rumi, poète du XIIIe siècle

Table des matières

Résumé	i
Liste des figures	iv
Liste des tableaux	xi
Introduction générale.....	1

CHAPITRE I Les aciers faiblement alliés (HSLA)

I.1 Introduction :	3
I.2 Définition :	4
I.2.1 Le Fer :	4
I.2.2 Les Aciers :	4
I.2.3 Influence des impuretés sur les caractéristiques mécaniques des aciers :	8
I. 2.3.1 Influence du Manganèse :	8
I. 2.3.2 Influence du Silicium :	8
I. 2.3.3 Influence du soufre :	8
I. 2.3.4 Influence du phosphore :	8
I.3 Les Aciers à Haut Limite Elastique (HSLA)	8
I.3.1 Définition	8
I.3.2 Catégories et caractéristiques des Aciers HSLA :	9
I.3.1.1 Les Aciers HSLA Résistants à la Corrosion Atmosphérique :	9
I.3.1.2 Les aciers microalliés ferrito-perlitiques :	9
I.3.1.3 Les Aciers Perlitique de Construction Laminés :	10

I.3.1.4 Les aciers de ferrite aciculaire :	11
I .3.1.5 Les Aciers de Forme d'Inclusion Contrôlée :	13
I.4 les propriétés des aciers HSLA :	13
I.4.1 Éléments de Microalliage :	13
I.4.2 Composés : Carbures, Nitrures, Oxydes :	14
I.4.3 Précipitation :	14
I.4.4 Propriétés des Eléments de Microalliage :	14
I.4.4.1 Titane :	14
I.4.4.2 Niobium :	15
I.4.4.3 Vanadium :	15
I.4.5 L'Effet des Eléments de Microalliage sur les Propriétés :	15
I .4.5.1 Durcissement :	15
I.4.5.2 Contrôle du grain :	16
I.4.5.3 Effet global :	17
I.4.5.4 Ductilité :	18
I.4.6 Ténacité :	18
I.4.7 Vieillissement :	18
I .4.8 Rôle des oxydes :	19
I .4.9 Rôle des inclusions fines dans les zones soudées :	20
I.5 Facteurs déterminant la fiabilité des aciers des tubes (selon les standards Américains API Spécification 5L et 5LS):	20
I.6 Facteurs métallurgiques déterminant les propriétés des tubes (selon les standards Américains API Spécification 5L et 5LS) :	22
I.7 Conclusion :	31
Références bibliographiques	32

II.1 Introduction :	34
II.2 Soudage :	35
II.3 Caractéristique et structure d'une soudure :	36
II.4 Caractéristiques métallurgiques des soudures :	37
II.4.1 Transformations microstructurales des aciers faiblement alliés au cours du soudage :	38
II.4.2 Classification des microstructures provenant de l'opération de soudage des aciers faiblement alliés :	38
II.5 Phénomènes thermiques et effets métallurgiques.....	41
II.5.1 Echauffement en phase solide :	41
II.5.2 Fusion :	42
II.5.3 Refroidissement :	43
II.5.4 Phénomènes Thermiques Effets Mécaniques :	43
II.6 Transformations en ZAT lors du refroidissement :	46
II.6.1 Aspect thermique :	48
II.6.2 Aspect chimique :	49
II.6.3 Aspect thermomécanique :	50
II.6.4 Cas du soudage multi passe :	51
II.7 La soudabilité :	52
II.7.1 La soudabilité des aciers :	52
II.7.2 Procédés de soudage :	54
II.7.3 Principe du soudage à l'arc électrique à l'électrode enrobée :	55
II.7.3.1 Propriétés générales :	55
II.7.3.2 Rôle de l'enrobage :	57
II.7.3.3 Types d'électrodes :	57
II.7.3.4 Electrodes à enrobage cellulosique :	57
II.7.3.5 Electrodes à enrobage basique :	58
II.7.3.6 Electrodes à enrobage rutile :	59

II .8 Effet des paramètres de soudage :	59
II .9 Contraintes résiduelles dues au soudage	60
II .10 Interactions électrique, thermiques, métallurgiques et mécaniques :	62
II.11 Conclusion :	64
Références bibliographiques	65

CHAPITRE III _____ Matériaux et Techniques Expérimentales

III.1 Introduction :	67
III. 2 Matériaux étudiés :	67
III.3 Procédés de soudage :	68
III.4 Électrodes de soudage :	71
III.4.1 Composition chimique et caractéristiques des électrodes :	72
III.4.2 Découpage et préparation des échantillons :	73
III 5. Traitement thermique :	75
III 5.1 Cycle d'un traitement thermique :	75
III.6 Examen métallographique et attaque chimique :	78
III.6.1 Préparation des échantillons :	79
III.7 Microscopie Électronique à Balayage MEB :	80
III. 7.1 Description Microscopie Électronique à Balayage MEB :	82
III. 7.2 Protocole d'une microanalyse X (EDS sur MEB) :	84
III.8 Analyse par diffraction des rayons X :	84
III.8.1 Conditions de diffraction des rayons X. Loi de Bragg :	85
III. 8.2 Description de diffractomètre :	86
III.9 Essai mécanique de dureté :	87
III.9.1 Principe de l'essai dureté :	87
Références bibliographiques	91

IV.1 Introduction : 92

IV.2 Présentation des résultats : 92

 IV.2.1 1^{er} Famille : 93

 IV.2.2 2^{ème} Famille : 95

 IV.2.3 3^{ème} Famille : 102

IV.3 Comparaison des résultats de diffraction des rayons X : 120

IV.4 Discussion : 124

Conclusion générale 128

Annexe 130

ملخص

يحتل لحم سبائك الصلب ذات المرونة العالية HSLA مكانة مهمة في الصناعة الميكانيكية وفي تشكيل النقل وتخزين الهيدروكربونات والصناعات الأخرى. إن سبيكة الصلب X70 لها مكان مهم جدا في الصناعة الميكانيكية والصناعات البحرية والنفطية. من هذا المنطلق نحن مهتمون بدراسة تأثير المعالجات الحرارية (إمداد الطاقة) على الاستقرار الهيكلي (تشكيل وحل الكريبات والنتريدات) في مناطق خرسنة اللحم من فولاذ X70 والمناطق المجاورة (ZAT et MB)

أثناء اللحم، تخضع المنطقة الملحومة لتغيرات كبيرة في درجة الحرارة إلى أن يذوب بفعل التصلب السريع (حالة خارج التوازن الديناميكي الحراري)، مما يؤدي إلى تطور الميكرو بنيوية أثناء استخدام علاجات الحرارة (إمدادات الطاقة)، والتي تؤثر فيما بعد على الخواص الميكانيكية و / أو السلوك الكهروكيميائي (التآكل). يؤثر نوع المعالجة الحرارية على انتشار العناصر المضافة وانتشارها فيما يتعلق بتشكيل الكريبات والنتريد في البنية الدقيقة لخرز اللحم.

Résumé

L'assemblage par soudage des aciers HSLA (Haute Limite d'Elasticité) occupe une importante place dans l'industrie mécanique et dans la mise en forme des installations de transport, de stockage des hydrocarbures et autres industries. Les aciers de type X70 ont une place très importante dans l'industrie mécanique, navale et pétrolière. De là nous nous intéressons à l'étude de l'effet des traitements thermiques (apport énergétique) sur la stabilité structurale (formation et la dissolution des carbures et des nitrures) dans les zones du cordon de soudure de l'acier X70 et les zones adjacentes (ZAT et MB).

Lors du soudage, le cordon de soudure subit des variations très importantes de température jusqu'à la fusion suivie d'une solidification plus au moins rapide (état hors d'équilibre thermodynamique), celui-ci engendre une évolution de la microstructure lors de l'application des traitements thermique (apport énergétique), qui par la suite affecte les propriétés mécaniques et/ou le comportement électrochimique (corrosion).

Le type de traitement thermique à une influence sur la diffusion et la rétrodiffusion des éléments d'addition en ce qui concerne la formation des carbures et nitrures dans la microstructure des cordons de soudure.

Abstract

Welding assembly of HSLA steels (High Limit of Elasticity) occupies an important place in the mechanical industry and in the shaping industry of transport facilities, hydrocarbon storage and other industries. X70 steels have a very important place in the mechanical industry, naval and oil industry. Also, were interested by studying the effect of heat treatments (energy supply) on structural stability (formation and dissolution of carbides and nitrides) in the weld bead zones of X70 steel and the zones adjacent areas (HAZ and During welding, the weld bead undergone very large temperature variations until melting followed by a more or less rapid solidification (out of equilibrium thermodynamic state), which causes an evolution of the microstructure during application of heat treatments (supply energy), which subsequently affects the mechanical properties and / or the electrochemical behavior (corrosion).

The type of heat treatment influences the diffusion and backscatter of the addition elements with respect to the formation of carbides and nitrides in the microstructure of the weld beads

Liste des figures

CHAPITRE I

Figure I- 1:Diagramme de phases des aciers au carbone non alliés.....	6
Figure I-2: constituants métallographiques d'équilibre	6
Figure I- 3:La résilience et la limite d'élasticité d'un acier laminé	12
Figure I- 4 : Durcissement en fonction de la taille et de la quantité des précipités.	16
Figure I-5:la combinaison de deux éléments de microalliage pour le Durcissement.	17
Figure I-6:Influence de la présence de TiN sur la résilience Charpy V à -20 °C en fonction de la distance de l'entaille à la ligne de fusion (soudure sous flux)	19
Figure I- 7:Schéma de la rupture fragile et de la rupture ductile	21
Figure I- 8 :Durcissement par solution solide	24
Figure I- 9:Influence des éléments sur Re et T 50 / 50 d'après F.B Pickering.....	24
Figure I- 10:: Influence de la taille du grain α sur Re et T 50 / 50 (Acier : 0,1 % C – 0,5 % Mn – 0,2 % Si – 0,006 % N), d'après K. J. Irvine	25
Figure I- 11:Mise en solution des éléments dispersoïdes	26
Figure I- 12:Evolution du grain avec la température et la taille des précipités de AlN.....	27
Figure I- 13:Evolution de Re avec la teneur en N libre à l'austénitisation. Etat normalisé Acier C – Mn – V.	28
Figure I- 14 : Influence de la température de fin de laminage sur les caractéristiques mécaniques..	29
Figure I - 15:Influence de Cr-Mo-V sur l'adoucissement au revenu	30
Figure I- 16:Influence du bore sur la trempabilité	30

CHAPITRE II

Figure II- 1:Variété de microstructures dans un cordon de soudure par fusion	36
Figure II- 2: Micrographies optiques montrant plusieurs constituants microstructuraux trouvés dans les aciers soudés faiblement alliés et à faible pourcentage en carbone	39
Figure II- 3:Cycle thermique en soudage et transformations structurales	42
Figure II- 4:différentes parties constitutives d'un joint soudé	44
Figure II- 5:Exemple de diagramme TRC en conditions de soudage ($T_m=1300^{\circ}\text{C}$) ; (b) courbe (dureté- critère de refroidissement Δt) correspondante.....	47
Figure II- 6:Schéma du cycle thermique du soudage dans la ZAT.....	49
Figure II- 7:Illustration schématique des cycles thermiques et microstructures rencontrées en soudage multi passes	51
Figure II- 8:Différentes procédés de soudure.....	54
Figure II- 9: composition de l'électrode enrobée.....	56
Figure II- 10 : Arc Electrode Enrobée	56
Figure II- 11: Types de retraits dus au soudage	60
Figure II- 12: l'allure des courbes de contraintes résiduelles dues au soudage.....	61
Figure II- 13: Répartition typique des contraintes résiduelles longitudinales et transversales au sein d'un joint soudé	62
Figure II- 14:Phénomène due au soudage et leur interaction.....	63

CHAPITRE III

Figure III- 1: Joint bout à bout normal avec un chanfrein en V	69
Figure III- 2:Fiche technique de soudage	70
Figure III- 3:procédure de soudage de X70	71
Figure III- 4: a) Electrode enrobé, b) Four pour les électrodes, c) Poste de soudure (DML SONATRAGH - Laghouat)	72
Figure III- 5:a et b) Decoupage grossier des echantillons , ,c) Tronçonneuse pour découpage de finition ,d) Echantillon pour mesure de dureté, observation métallographique et EDS par MEB....	74
Figure III- 6:schéma des échantillons destinés à la mesure de la dureté et l'observation métallographique ainsi que les analyses par diffraction des rayons X et la microanalyse EDS par microscope	74
Figure III- 7:Cycle thermique de Traitement thermique.....	76
Figure III- 8:Cycle d'un traitement thermique (1er protocole).....	77
Figure III- 9: Cycle d'un traitement thermique (2 eme protocole)	77
Figure III- 10:Échantillon sortis de four (laboratoire mécanique).....	78
Figure III- 11:Four VECSTAR LDT (laboratoire mécanique).....	78
Figure III- 12: a) Enrobeuse a chauds, b) Echantillon enrobé pour observation micrographique	79
Figure III- 13: microscope optique MEIJI TECHNO CO LTD (laboratoire de recherche mécanique).....	79
Figure III- 14 : a) Interactions entre un faisceau d'électrons incidents (e_i) et la surface d'un échantillon (e_r : électrons rétrodiffusés ; e_s : électrons secondaires ; e_A : électrons Auger; e_t : électrons transmis; RX : émission de rayons X par fluorescence). b) Schéma de principe d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB).	81
Figure III- 15 : Le microscope à balayage JOEL JSM-5400 (centre CMRDI EGYPT).....	83
Figure III- 16 : Préparation des échantillons pour la microanalyse EDS sur MEB	84
Figure III- 17:Géométrie expliquant la loi de Bragg par analogie à la réflexion	86

Figure III- 18:a) photo diffractomètre des rayons X Philips, b) Porte échantillon de diffractomètre des rayons X.....	87
Figure III- 19:Pénétrateurs Brinell, Rockwell, Vickers et Knoop	88
Figure III- 20:a) Appareil de mesure de dureté laboratoire mécanique, b) Echantillon pour mesure de dureté.....	89
Figure III- 21:schéma de l'échantillon pour mesure de dureté	90

CHAPITRE IV

Figure IV - 1:Schéma des zones étudiées de cordon de soudure	92
Figure IV - 2:Observation micrographique du cordon de soudure délimitation de ZF et ZAT état brut	93
Figure IV - 3:Observation micrographique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sans traitement thermique) (ZF)	94
Figure IV - 4:Observation micrographique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sans traitement thermique) (ZAT)	94
Figure IV - 5:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 450C° pour un temps de maintien 2heures).....	96
Figure IV - 6:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 500C° pour un temps de maintien 2heures).....	97
Figure IV - 7:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 2heures.....	97
Figure IV - 8:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion sous traitement thermique 600C° pour un temps de maintien 2heures.....	98
Figure IV - 9: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 650C° pour un temps de maintien 2heures.....	99

Figure IV - 10:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 450C°) pour un temps de maintien 2heures.....	99
Figure IV - 11:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 500C°) pour un temps de maintien 2heures.....	100
Figure IV - 12:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.....	100
Figure IV - 13:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 600C°) pour un temps de maintien 2heures.....	101
Figure IV - 14::Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 650C°) pour un temps de maintien 2heures.....	101
Figure IV - 15:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 650C°) pour un temps de maintien 2heures.....	103
Figure IV - 16: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 3heures).....	103
Figure IV - 17:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 4heures).....	104
Figure IV - 18: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 5heures).....	104
Figure IV - 19: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affecte thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.....	105
Figure IV - 20:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 3heures.....	106
Figure IV - 21:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 4heures.....	106
Figure IV - 22:Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 5heures.....	106

Figure IV - 23:diffractogramme de la zone fondu ZF du cordon de soudure de l'acier X70 (état brut sans traitement thermique).	107
Figure IV - 24:diffractogramme de la zone affectée thermiquement X70 du cordon de soudure sans traitement thermique.	108
Figure IV - 25:Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 450C°) pour un temps de maintien 2heures.	109
Figure IV - 26:Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 500C°) pour un temps de maintien 2heures.	110
Figure IV - 27:Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.	110
Figure IV - 28:Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 600C°) pour un temps de maintien 2heures.	111
Figure IV - 29:Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 650C°) pour un temps de maintien 2heures.	111
Figure IV - 30:Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 450C°pour un temps de maintien 2heures.	112
Figure IV - 31:Diffractogramme de la zone affecter thermiquement (sous traitement thermique 500C°) pour un temps de maintien 2heures	113
Figure IV - 32:Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.	113
Figure IV - 33:Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 600C°) pour un temps de maintien 2heures.	114
Figure IV - 34: Diffractogramme de la zone affecter thermiquement (sous traitement thermique 650C°) pour un temps de maintien 2heures.	114
Figure IV - 35:Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.	115

Figure IV - 36:Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 3heures.	116
Figure IV - 37:Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 4heures.	116
Figure IV - 38:Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 5heures.	117
Figure IV - 39:Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.	118
Figure IV - 40:Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 3heures.	118
Figure IV - 41:Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 4heures.	119
Figure IV - 42:Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 5heures.	119
Figure IV - 43:Comparaison des diffractogramme de la zone fondu (avec un temps de maintien 2h).	120
Figure IV - 44:Comparaison des diffractogrammes de la zone fondu (avec une température traitement thermique fixe 550C°).	121
Figure IV - 45:Comparaison des diffractogrammes de la zone affectée thermiquement (avec un temps de maintien 2h).	122
Figure IV - 46:Comparaison des diffractogrammes de la zone affectée thermiquement (avec une température de traitement thermique fixe 550C°).	123

Liste des tableaux

Tableau I- 1: Caractéristiques mécaniques des aciers des tubes selon les standards Américains API Spécification 5L et 5LS.....	22
Tableau I- 2:Composition chimique des aciers des tubes	23
Tableau III- 1: Composition chimique de l'aciers étudiés (% en masse) selon la norme standard API 5L.....	68
Tableau III- 2:Composition chimique de l'acier étudié (% en masse)	68
Tableau III- 3:Propriétés mécaniques de l'acier étudié selon les normes standards (état brut).....	68

INTRODUCTION
GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Le développement technologique et la maîtrise de l'obtention des aciers de bonne qualité mécanique et structurale ont contribues à la réalisation des installations et des structures, à base d'acier, de très hautes performances notamment sur le plan mécanique, résistance à la corrosion et autres ...etc. Le soudage des aciers a beaucoup d'avantage dans l'industrie et surtout la construction des installations à base d'acier. Mais il a aussi des inconvénients et des points faibles, qui rend l'assemblage par soudage vulnérable. La zone fondue de la soudure et la zone affecté thermiquement ZAT, n'ont pas les même caractéristiques structurales et mécaniques comparable à la zone métal de base.

Les traitements thermiques ont un effet remarquable sur la formation et la dissolution des carbures et des Nitrures dans la zone de cordon de soudure de l'acier X70. Qui par conséquent, rend le cordon de soudure sous contraintes mécaniques interne élevées. L'apport énergétique sous forme de traitements thermiques contrôlés, conduit vers des systèmes thermodynamiquement stables, par la formation ou la dissolution des différentes phases qui s'accompagne avec la dissipation des contraintes internes (effet de relaxation mécanique), ces derniers initialement introduits par effet de refroidissement plus ou moins rapide à l'air libre, dans le cordon de soudure (état hors équilibre).

Le suivi de l'évolution de la microstructure est réalisé par microscopie optique, microanalyse EDS par microscopes électronique à balayage MEB, diffraction des rayons X et mesure de dureté des différentes zones du cordon de soudure (métal fondu MF, zone affectée thermiquement ZAT). Selon chaque traitement thermique appliqué à celui-ci, a montré le couplage entre la microstructure et la dissipation des contraintes internes.

L'objectif de notre travail de thèse est une caractérisation structurale du cordon de soudure (zone fondue et la zone affectée thermiquement) d'un acier haute limite d'élasticité

HSLA, l'acier X70 est très utilisé dans les installations de transport et stockage des hydrocarbures, ce dernier qui est souvent dans un milieu chimiquement agressif et sous contraintes mécaniques élevées.

Dans notre étude on commence par une collecte bibliographique sur les aciers HSLA (haute limite d'élasticité) qui fait l'objet de premier chapitre dont on présente une étude sur les aciers HSLA, leur caractérisation et propriétés mécanique et métallurgique, suivi d'un deuxième chapitre qui est dédié aux soudages des aciers haute limite d'élasticité et le procéder de soudage (soudage a électrodes enrobé) (utilisée dans l'assemblage des pipe-lines dans l'industrie pétrolière. Suivie par un troisième chapitre pour le matériau à étudier et les différentes techniques expérimentales utiliser au cours de notre travail de thèse, dont le protocole d'exécution est préalablement défini afin de faire une caractérisation structurale de notre cordon de soudure (zone fondue ZF et la zone affecter thermiquement ZAT).

Dans qui suit un quatrième chapitre avec une présentation de l'ensembles des résultats et discussion, de morphologie de microstructures et microanalyse EDS par microscope électronique a balayage MEB, des diffractogrammes de diffractions des rayons X, sur les différentes zones de l'assemblages par soudure cordon de soudure (zone fondue et la zone affecter thermiquement ZAT) et enfin la suite du travail et finalisé par une discussion et conclusion.

CHAPITRE I

➤ *LES ACIERS FAIBLEMENT ALLIES (HSLA)*

Chapitre I

Les aciers faiblement alliés (HSLA)

I.1 Introduction :

Le transport du gaz dans des conditions économiques nécessite l'utilisation de pressions de transport élevées, et donc l'utilisation d'aciers à haute limite d'élasticité. Les questions de fiabilité et de sûreté écologique ont été déclenchées avec l'accroissement des puissances des gazoducs. Les violations, même de courte durée, dans le fonctionnement de tels gazoducs. La rupture des tubes est la cause la plus fréquente des arrêts, courts et longs, des pipelines. Les ruptures conduisent à d'importantes pertes en quantité de gaz et provoquent de sérieux dégâts. C'est pourquoi, la fiabilité de la partie linéaire des gazoducs représente la condition préalable pour leur économicité, vu que c'est d'elle que dépend l'alimentation fiable et continue des consommateurs en gaz naturel. Leur sûreté et en particulier la protection de l'environnement d'un danger potentiel provoqué par des explosions ou par le feu, sont des conditions obligatoires. Parmi les causes de rupture, on peut citer : les défauts de fabrication des tubes qui renferment les imperfections des cordons de soudure d'usine, des joints de soudure des tubes effectués aux stations de double-jointing et sur le tracé, endommagement des tubes durant le transport et la construction, surcharge des conduites due à différents types d'écart par rapport à l'exigence du projet, surcharge des tubes due à des surcharges imprévues, corrosion, violation des régimes d'exploitation de la conduite et autres.

I.2 Définition :

I.2.1 Le Fer :

Propriétés physico-chimiques du fer :[1]

Point de fusion : $T_f = 1\,538^\circ\text{C}$

Structure cristalline : CC (ferrite δ) entre $T_f = 1\,538^\circ\text{C}$ et $1\,394^\circ\text{C}$

- CFC (austénite γ) entre $1\,394^\circ\text{C}$ et 912°C
- CC (ferrite α) entre 912°C et l'ambiante

Passage de l'état ferromagnétique (à basse température) à l'état paramagnétique (à haute température) à 768°C (point de Curie).

- Masse volumique : $\rho = 7\,870\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$
- Conductivité thermique : $\lambda = 30$ à $75\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$
- Coefficient de dilatation linéique (Fer α à 20°C) : $\alpha = 12,6 \cdot 10^{-6}\text{ K}^{-1}$

I.2.2 Les Aciers :

Les aciers sont des alliages à base de fer qui titrent de moins de 2 % de carbone, contrairement aux fontes qui en contiennent plus de 2 %.

Rappelons que la structure du fer change avec la température. A 20°C , la structure est cubique centrée CC(fer α) à partir de 912°C apparaît la forme cubique à faces centrées CFC (fer γ). Cette forme est stable jusqu'à 1394°C où le fer redevient cubique centré (fer δ) jusqu'à la fusion à 1538°C .

Les atomes de carbone peuvent entrer dans les espaces libres entre les atomes du fer CFC.

La solubilité varie avec la température. La solution solide de carbone dans le (fer γ) s'appelle austénite. Celle formée dans le (fer α) s'appelle ferrite. Rappelons que le carbone est très peu soluble dans le fer α .

Du fait des variations de solubilité du carbone, ce dernier est mis en solution dans le fer γ , puis il se trouve rejeté sous forme de précipités de Fe_3C , ou cémentite lors du refroidissement. L'alliage Fe_3C est durci par ces carbures. Cette précipitation dépend de la température et du temps. Le diagramme d'équilibre présente deux domaines, (fer α + fer γ) et (fer γ + cémentite) qui ont en commun un point correspondant à 727°C et 0,77 % de C (en poids); un tel alliage subit à 727°C une transformation eutectoïde.[1, 2]



Les grains de ferrite et cémentite qui se forment sont petits et étroitement liés ; ils constituent un agrégat eutectoïde appelé perlite.

Les conditions dans lesquelles l'austénite se transforme en ferrite sont très importantes pour l'obtention des caractéristiques mécaniques des alliages :

- A 727 °C, si la teneur de l'alliage Fe₃C est inférieure à 0,77 %, l'austénite qui reste se transforme en perlite.
- A 20°C, l'alliage est constitué de ferrite et de perlite, ses propriétés sont intermédiaires entre la faible résistance due aux gros grains de ferrite et la résistance plus élevée de la perlite.

Si la teneur est supérieure à 0,77 % de C, l'alliage à température ambiante est constitué de ferrite et de cémentite et éventuellement de perlite et de graphite, ses propriétés sont celles de la perlite fragilisée par les carbures.

Lors du refroidissement dans des conditions industrielles, qui sont hors équilibre, car le refroidissement est trop rapide, le déroulement de ces transformations est perturbé et peut même être impossible. On utilise alors un diagramme de refroidissement ou de transformation en continu (diagrammes dits TRC) qui décrit les transformations effectuées dans ces conditions. L'austénite peut se transformer en un mélange de petits grains de ferrite et de cémentite (la bainite).

Il existe un domaine, au dessus de 310°C pour l'acier, dans lequel l'austénite se transforme en fer α dont la structure est déformée par les atomes de carbone n'ayant pas eu le temps de précipiter sous forme de carbures la martensite.

Elle donne à l'alliage sa dureté mais peut, si C>0,1%, provoquer une fragilisation de l'acier. Un revenu redonne une certaine ductilité en faisant précipiter le carbone. Les éléments d'alliage modifient les conditions d'équilibre et les états d'équilibre [2]. En effet, ils peuvent modifier la température d'apparition de la perlite et l'on distingue :

- Les éléments gammagènes qui abaissent cette température (Ni, Mg)
- Les éléments alphagènes qui l'élèvent (Cr, Si, W, Ti, Mo)
- Ils peuvent aussi modifier la composition de la perlite par formation de carbures

En se substituant à une partie de fer de la cémentite (Mn, Cr, Mo) ou en formant leurs propres carbures (Ti, Nb, V) ou des carbures dans lesquels le fer peut partiellement se substituer à ces composants (Cr, Mo, W).

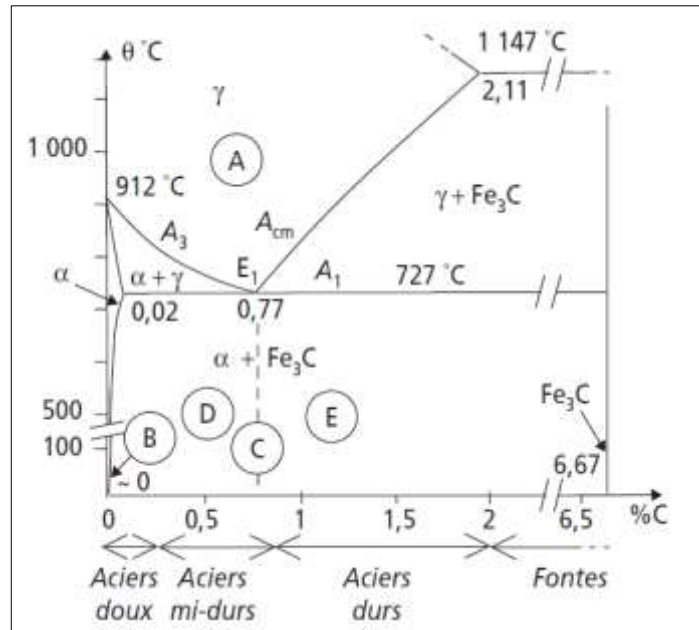


Figure I- 1:Diagramme de phases des aciers au carbone non alliés [2]

(A)	<p>Austénite Solution solide cfc de carbone dans le fer γ. Ductile. Stable uniquement au-dessus de la ligne A_1, dans les aciers non alliés.</p>	
(B)	<p>Ferrite Solution solide cc de carbone dans le fer α. Ductile et peu dure ($R_m = 300$ MPa, $HV = 80$, $A = 50$ %).</p>	
(C)	<p>Perlite Mélange eutectoïde d'environ 88 % de ferrite et 12 % de cémentite sous forme de fines lamelles alternées ($R_m = 800$ MPa, $HV = 200$, $A = 10$ %).</p>	
	<p>Cémentite Composé défini Fe_3C. Carbure de fer à structure cristalline orthorhombique. Très dur et fragile ($HV = 700$, $A = 0$ %).</p>	
(D)	<p>Ferrite + perlite Mélange caractéristique des aciers hypoeutectoïdes. Proportions variables selon la teneur en carbone. Les grains de ferrite germent le long des joints de grains de l'austénite au refroidissement à la traversée du domaine $\alpha + \gamma$.</p>	
(E)	<p>Perlite + cémentite Mélange caractéristique des aciers hypereutectoïdes. Proportions variables selon la teneur en carbone, mais n'excédant jamais 20 % de cémentite dans les aciers. Le réseau de cémentite se forme le long des joints de grains de l'austénite au refroidissement à la traversée du domaine $\gamma + Fe_3C$.</p>	
	<p>Perlite globulaire (coalescée) Mélange eutectoïde ayant subi, après formation à 727 °C, un <i>recuit de globularisation</i> aux environs de 700 °C : grâce à la diffusion, les lamelles de cémentite coalescent sous forme sphéroïdale sous l'effet de la tension interfaciale. Légèrement moins dure et plus ductile que la perlite lamellaire.</p>	

Figure I-2: constituants métallographiques d'équilibre[2]

Par définition l'acier est un alliage à base de fer additionné d'un faible pourcentage de carbone (de 0,008 à environ 2,14 % en masse). La teneur en carbone a une influence considérable assez complexe sur les propriétés de l'acier, l'alliage est plutôt malléable et on parle de "fer" à très basse teneur en carbone. Au-delà de 2,14 %, les inclusions de carbone sous forme graphite fragilisent la microstructure et on parle de fonte. Entre ces deux valeurs, l'augmentation de la teneur en carbone a tendance à modifier la résistance mécanique .

On parle d'acier « doux, mi-doux, mi-dur, dur ou extra-dur » (classification traditionnelle) voir figure I-2 constituants métallographiques d'équilibre.

L'ajout des autres éléments fait modifier les propriétés des aciers, principalement métalliques, et on parle d'aciers alliés. De plus, on peut encore modifier grandement leurs caractéristiques par des traitements thermiques ; on parle alors d'aciers traités.

Outre ces diverses potentialités, et comparativement aux autres alliages métalliques, l'intérêt majeur des aciers réside d'une part dans le cumul de valeurs élevées dans les propriétés mécaniques fondamentales : résistance aux efforts : module d'élasticité, limite élastique, résistance mécanique, dureté, résistance aux chocs (résilience).

D'autre part, leur coût d'élaboration reste relativement modéré, car le minerai de fer est abondant sur terre (environ 5 % de l'écorce) et sa réduction assez simple par addition de carbone à haute température. Enfin les aciers sont pratiquement entièrement recyclables grâce à la filière ferraille.

On peut néanmoins leur reconnaître quelques inconvénients, notamment leur mauvaise résistance à la corrosion, mais à laquelle on peut remédier, soit par divers traitements de surface (peinture, brunissage, zingage, galvanisation à chaud, etc.), soit par l'addition d'éléments réalisant des nuances dites "inoxydables". Par ailleurs, les aciers sont difficilement moulables. De ce fait, les aciers restent privilégiés dans presque tous les domaines d'application technique : équipements publics, bâtiment, moyens de transport, composants mécaniques .[1, 3]

I.2.3 Influence des impuretés sur les caractéristiques mécaniques des aciers :[4]

I. 2.3.1 Influence du Manganèse :

Le manganèse est une impureté désoxydant dans les aciers, sa teneur ne dépasse pas 0.8 % il forme avec le carbone le carbure de manganèse (Mn_3C) plus stable que (Fe_3C), le manganèse augmente la résistance à la rupture.

I. 2.3.2 Influence du Silicium :

Le silicium désoxyde aussi l'acier sa teneur ne dépasse pas 0.4 %. Le silicium se dissout dans la ferrite et augmente la résistance à la rupture ainsi que la limite élastique, mais il diminue la plasticité.

I. 2.3.3 Influence du soufre :

Le soufre dans les aciers est une impureté néfaste. Il forme avec le fer une combinaison chimique (FeS) insoluble dans le fer. (FeS) forme avec le fer eutectique facilement fusible à $988^{\circ}C$. Dans ce cas ne nous pouvons pas utiliser la déformation à chaud. La teneur en soufre dans les aciers ne doit pas dépasser 0.035 %.

I. 2.3.4 Influence du phosphore :

Le phosphore est une impureté soluble dans le fer α et γ . Si sa teneur est assez grande, elle forme le phosphure de fer Fe_3P . Il augmente la limite élastique et la charge de rupture, tout en diminuant considérablement la plasticité. Sa teneur ne doit pas dépasser 0.045 %.

I.3 Les Aciers à Haut Limite Élastique (HSLA)

I.3.1 Définition

Les aciers faiblement alliés à haute limite élastique dite (HSLA) sont un groupe d'aciers à faible teneur en carbone avec de petites additions d'éléments d'alliage cela pour atteindre les limites d'élasticité supérieures à 275 MPa en état laminé ou normalisé.

Les aciers HSLA ont des meilleures propriétés mécaniques et il joue un rôle qui améliorent parfois la résistance à la corrosion que les aciers au carbone graphite lamellaire. D'ailleurs, la haute limite élastique des aciers HSLA peut être obtenue à basse teneur en carbone, la soudabilité des aciers HSLA est comparable ou meilleur à celui des aciers doux.[5]

I.3.2 Catégories et caractéristiques des Aciers HSLA :

Les aciers faiblement alliés à haute limite élastique incluent beaucoup de catégories standards et de propriétés industrielles conçues pour fournir des combinaisons spécifiques désirées des propriétés telles que la limite d'élasticité, la dureté, la formabilité, la soudabilité et la résistance à la corrosion atmosphérique.

Quoi que les propriétés de ces aciers soient réalisées par l'utilisation de petites additions d'éléments d'alliage, ils ne sont pas considérés comme des aciers alliés.

Les aciers HSLA sont classifiés comme une catégorie d'acier séparée, qui est semblable à l'acier doux laminé avec des propriétés mécaniques augmentées obtenues par la petite addition judicieuse des éléments de micro alliage et peut-être, des techniques de traitement spéciales.

Les aciers HSLA peuvent être divisés en cinq catégories .[3, 6]

I.3.1.1 Les Aciers HSLA Résistants à la Corrosion Atmosphérique :

Les premiers aciers HSLA développés étaient les aciers résistants à la corrosion.

Ces aciers contiennent de 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. 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 de la bainite supérieur et à la ferrite doivent être considérées.[5]

I.3.1.2 Les aciers microalliés ferrito-perlitiques :

Ces aciers microalliés ferrito-perlitiques emploient des additions des éléments de microalliage 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 d'une très petite quantité de niobium et de vanadium (<0.10%) renforcent 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. L'affinement de la taille de grain développé pendant le laminage à chaud est dû à la présence du vanadium, du niobium, et du titane.

Les divers types des aciers microalliés ferrito-perlite incluent :

- Les Aciers microalliés au vanadium.
- Les Aciers Microalliés au Niobium.
- Les Aciers Microalliés au Niobium-Molybdène.
- Les Aciers Microalliés au Niobium-Vanadium.
- Les Aciers Microalliés au Vanadium-Azote.
- Les Aciers Microalliés au Titane.
- Les Aciers Microalliés au Niobium-Titane.
- Les Aciers Microalliés 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) [5].

I.3.1.3 Les Aciers Perlitique de Construction Laminés :

Les aciers Perlitique de construction laminés sont un groupe spécifique d'aciers HSLA ayant des propriétés mécaniques augmentés (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 jusqu'à 19%. D'autres aciers de construction Perlitique contiennent un peu d'éléments d'alliage, qui sont ajoutés pour augmenter la soudabilité, la formabilité, la dureté élevée, et bonne résilience. Les aciers Perlitique de construction laminés sont caractérisés par des limites d'élasticités 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 une relaxation, 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 post chauffage. 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.[5]

I.3.1.4 Les aciers de 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% 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 des grains. 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.

Les aciers de ferrite aciculaire peuvent être obtenus par trempé à l'eau ou à l'huile, par le refroidissement à l'air forcé, par addition des éléments 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. Une application importante de ces aciers est le pipeline. Les propriétés d'un acier de ferrite aciculaire laminé sont récapitulées dans la Figure (I-3).

L'utilisation principale des aciers implique les canalisations d'hydrocarbures dans des conditions sieverts. Cette application exige une combinaison de dureté élevée, de très bonne résistance et d'excellente résistance à la fissuration induite par l'hydrogène et la meilleure soudabilité.

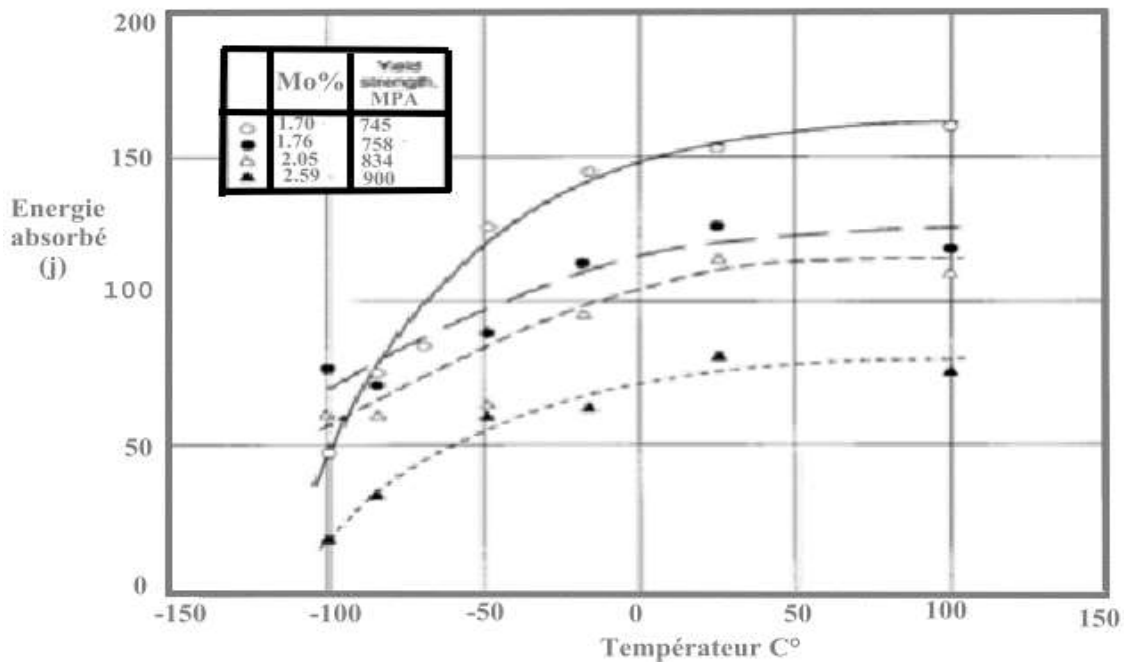


Figure I- 3: La résilience et la limite d'élasticité d'un acier laminé [5]

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 [5].

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, la concentration 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 inter granulaire 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 : X60, X70, et X80.

Une composition X70 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 .[2, 7]

I.3.1.5 Les Aciers de Forme d'Inclusion Contrôlée :

Les aciers HSLA micro alliés est l'utilisation du contrôle de la forme d'inclusion a connu un développement important. Les inclusions de sulfure, qui sont plastique aux températures de laminage et ainsi s'allongent et aplatissent pendant le laminage, affectent défavorablement la ductilité dans (par l'épaisseur) la direction transversale courte. 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 les propriétés des aciers HSLA :

I.4.1 Éléments de Microalliage :

La teneur limite de carbone qui distingue les aciers microalliés des aciers faiblement alliés se situe aux environs de 0,1 % dans les aciers eutectoïde .

- Dans le cas des aciers faiblement alliés, pour une teneur inférieure à 0,1 % C les effets des éléments métalliques en solution solide homogène sont considérés comme très faibles.
- Dans le cas du microalliage, la formation des composés intermétallique très fins et très nombreux modifie considérablement les microstructures et les propriétés .[8]

Les éléments principaux de microalliage sont :[6]

- 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 ces derniers qui par la suite forme une densité élevée de contrainte interne qui augmente le module Young et la dureté de l'acier [8].

I.4.2 Composés : Carbures, Nitrures, Oxydes :

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

- 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 :

- Les précipités proprement dits qui peuvent être redissous en phase solide à haute température : carbures, carbonitrures, certains nitrures ;
- Les précipités pratiquement insolubles : oxydes, oxysulfures, TiN etc ce type de précipiter présentent des points faibles pour l'acier. Dont ils présentent les sources des microfissures.

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.[5, 9]

I.4.3 Précipitation :

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

- 1 Dans le domaine austénitique au refroidissement s'il est suffisamment lent, et conformément aux conditions d'équilibre thermodynamique du système (alliage) ;
- 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.[10]

I.4.4 Propriétés des Eléments de Microalliage :

I.4.4.1 Titane :

Le titane est un 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.[5]

I.4.4.2 Niobium :

Ce sont sans doute les précipités les plus fins qui sont obtenus d'où un durcissement global très intéressant ; le niobium est également très efficace pour le contrôle des grains en TTM [5].

I.4.4.3 Vanadium :

Le vanadium facilement redissous 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 [5].

I.4.5 L'Effet des Eléments de Microalliage sur les Propriétés :

L'effet global des éléments de microalliage, sur les propriétés mécaniques est la somme de l'effet durcissant des précipités des modifications de structure ; par la suite des changements de la taille des grains ou d'autres sous-structures ; il est donc nécessaire, pour chaque propriétés, 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.[5, 11]

I .4.5.1 Durcissement :

L'effet de durcissement par les précipités dépend de leur nature, leur nombre et de leur taille. 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 [11].

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.
- 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 [5].

I.4.5.2 Contrôle du grain :

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

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

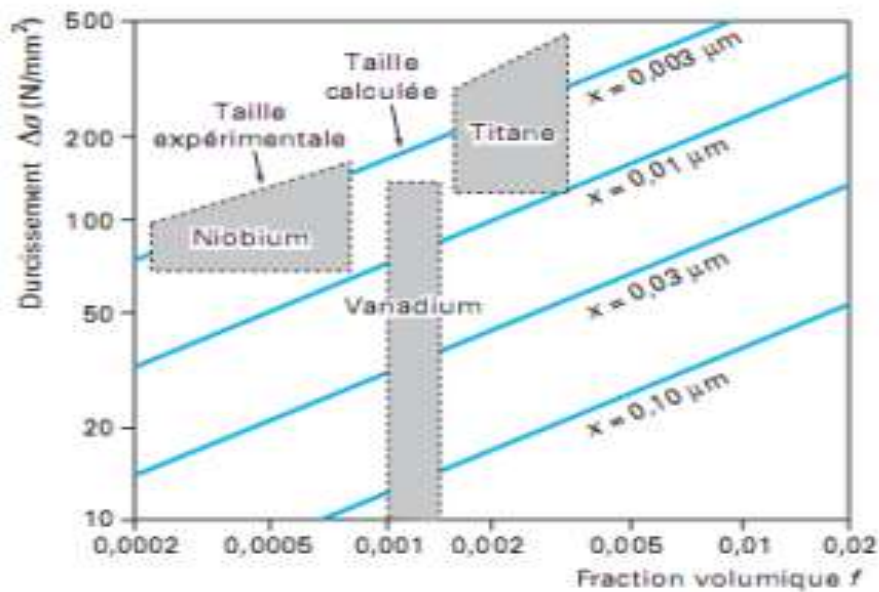


Figure I- 4 : Durcissement en fonction de la taille et de la quantité des précipités. [5]

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 .[5]

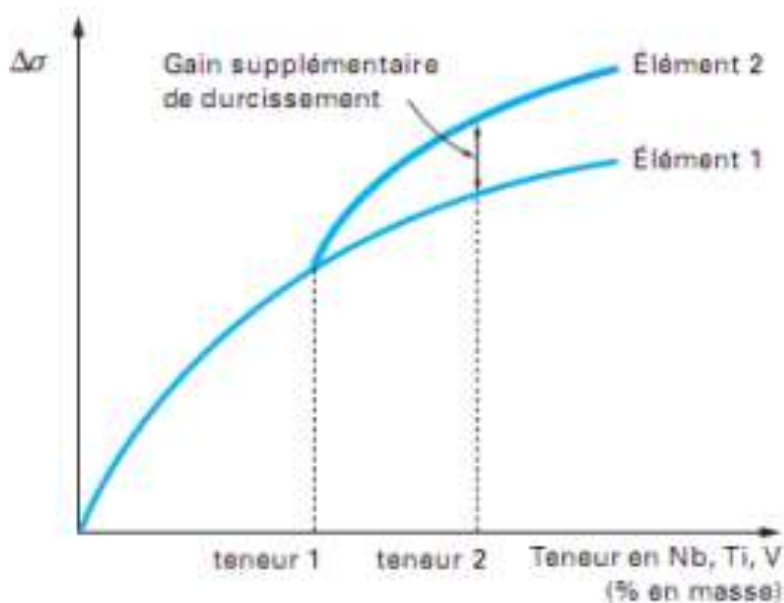


Figure I-5: la combinaison de deux éléments de microalliage pour le Durcissement [5].

Affinement du grain α L'influence des précipités sur la taille de grain α va passer d'abord par l'hérédité du grain γ quand il y a changement de phase ; des grains γ fins donneront des grains α fins avec une relation dépendant de la vitesse de refroidissement [5].

I.4.5.3 Effet global :

L'augmentation globale de la limite d'élasticité et de la résistance à la rupture par traction R_m correspond à la somme du durcissement inter granulaire 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 [5].

I.4.5.4 Ductilité :

▪ 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 propriété 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 [5].

▪ 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 .[5]

I.4.6 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 bainitique ou martensitiques, c'est l'affinement du grain austénitique γ 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 de 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 .[9]

I.4.7 Vieillissement :

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.[5]

I.4.8 Rôle des oxydes :

Les évolutions de la métallurgie secondaire, avec l'emploi du vide et de laitiers spécialement choisis en fonction de la nature des inclusions désirées, permettent de créer des inclusions d'oxydes plus ou moins monophasées, mais surtout très fines. Leur rôle peut être analogue à celui de certains précipités en bloquant des joints de grains ou en facilitant la germination de phases ; cela peut se révéler très précieux quand il y a refusions du métal comme dans des soudures .[5]

Les inclusions les plus utilisées dans cet objectif sont les oxydes de titane ou de zirconium en notant que, le plus souvent, elles ne sont pas monophasées. L'oxyde de base dans les aciers calmés étant l'alumine Al_2O_3 , la pratique de désoxydation doit être modifiée.

Il peut s'agir également de nitrures se formant à la solidification comme le nitrure de titane TiN. Les inclusions fines permettent un certain contrôle des grains austénitiques en cours de laminage, mais leur gros intérêt concerne la limitation du grossissement des grains dans les zones affectées par la chaleur (ZAT) des joints soudés et leur rôle sur les microstructures, en facilitant la germination fine lors de la transformation .[5]

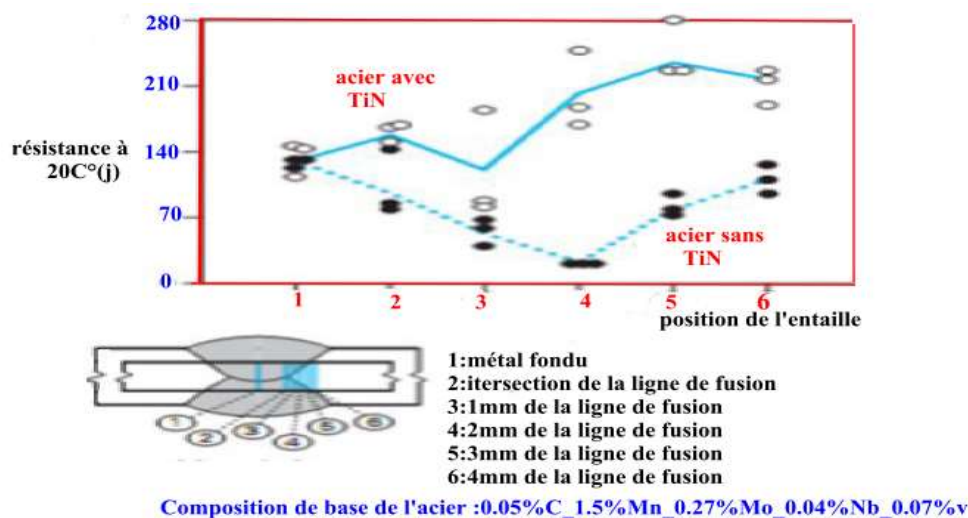


Figure I-6:Influence de la présence de TiN sur la résilience Charpy V à -20 °C en fonction de la distance de l'entaille à la ligne de fusion (soudure sous flux) . [5]

I.4.9 Rôle des inclusions fines dans les zones soudées :

Les éléments dissous dans le métal fondu et les zones affectées ne permettent guère le contrôle des grains qui sont relativement grossiers en raison des hautes températures en soudage à forte énergie d'où la création de structures relativement fragiles.

Par contre, des particules ultrafines, non solubles à haute température, permettent :

- Soit d'empêcher le grossissement des grains, comme c'est le cas des nitrures de titane fins ;
- Soit de favoriser la germination de ferrites aciculaires fines, autour d'inclusions d'oxydes de composition bien choisies comme TiO , et d'éviter la création des composés MA (martensite-austénite résiduelle) [5].

I.5 Facteurs déterminant la fiabilité des aciers des tubes (selon les standards Américains API Spécification 5L et 5LS) :

Les aciers des tubes sont soumis à des actions extérieures et intérieures, les actions extérieures engendrent des contraintes et des déformations qui entraînent la modification des états physiques et mécaniques du matériau des tubes. Les actions internes donnent naissance à des contraintes internes, liées essentiellement à la distribution inégale des déformations dans le volume du matériau. Ces contraintes peuvent être thermiques, de phases ou structurelles.

Ainsi la résistance des aciers des tubes aux actions extérieures et intérieures définit leur tenue à la déformation, à la rupture et la plasticité. Une rupture ductile et fragile des aciers des tubes se propagent à une vitesse proche de la vitesse du son. Elles sont brusques et peuvent causer beaucoup de dégâts. Par conséquent, pour assurer la fiabilité des conduites, l'acier des tubes doit posséder en plus d'une limite d'élasticité élevée, une bonne résistance à la rupture fragile. La fiabilité des aciers des tubes est donc déterminée par les divers défauts qui servent d'amorce aux fissures. L'action des entailles, des défauts internes (inclusions non métalliques, fissures et autres) rend irrégulière la distribution des contraintes en conditionnant leur concentration. Plus l'entaille n'est vive, plus son action sur les propriétés mécaniques du métal est forte. Or, cette action rend la résistance à la rupture fragile plus faible. Par conséquent, l'action d'une entaille doit être rapportée aux facteurs qui contribuent à la fragilisation de l'acier des tubes.[12]

D'autre part la baisse de la température rend le métal des tubes susceptible de rupture fragile (fragilité à froid)[13]. La courbe résilience en fonction de la température des aciers des tubes présente une transition graduelle de l'état ductile à l'état fragile, c'est-à-dire il existe un intervalle

critique de température de fragilité (Figure I-7a). Cet intervalle de température délimite la transition des cassures ductiles fibreuses aux cassures cristallines fragiles aux basses plasticités et ductilité. Plus la température de transition n'est élevée, plus l'aptitude de l'acier à la rupture fragile est forte. Ainsi la température de service des conduites influe sur la fiabilité des aciers des tubes. Cette température doit être plus élevée que la température de transition, le mieux aux températures auxquelles la rupture est complètement ductile. D'autre part, plus la réserve thermique de ductilité (par rapport à la température ordinaire 20 °C) est élevée plus la sensibilité du métal des tubes aux variations de température, à l'augmentation de la vitesse de déformation, aux concentrateurs de contrainte est faible. Enfin les aciers des tubes sont également l'objet d'une destruction graduelle sous l'action d'autres phénomènes et processus, dont la corrosion et la fatigue. La résistance à ces formes de destruction détermine la longévité des tubes dans les conditions appropriées de leur service.[12]

La limite de fatigue dépend en majeure partie des concentrations de contraintes et de l'effet de corrosion.

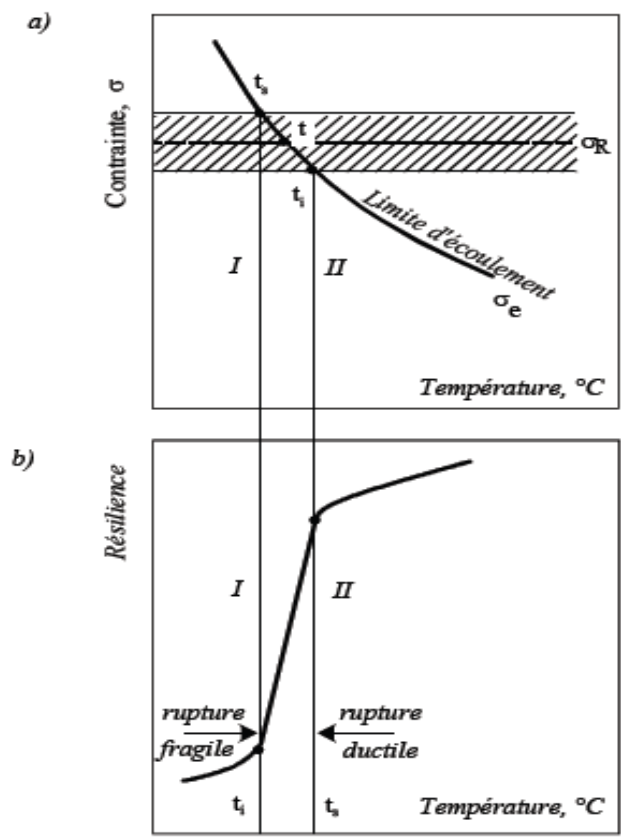


Figure I- 7:Schéma de la rupture fragile et de la rupture ductile [12]

D'un acier en fonction de la température d'essai.

- a) Sollicitation statique
- b) Sollicitation dynamique
 - I- Rupture fragile
 - II- Rupture ductile

ti, ts - les frontières supérieure et inférieure de l'intervalle critique de température de fragilité

I.6 Facteurs métallurgiques déterminant les propriétés des tubes (selon les standards Américains API Spécification 5L et 5LS) :

La recherche de la fragilité et de la sécurité des pipelines a conduit à l'apparition sur le marché d'un nombre relativement important d'aciers destinés à la fabrication des tubes de gros diamètres (Tableau I- 1). Les préoccupations essentielles à l'introduction d'éléments d'alliage dans les aciers des tubes (Tableau I- 2) sont liées à l'augmentation des caractéristiques de traction (Re, Rm), à une mise en œuvre des matériaux la plus aisée possible (soudage) et à des conditions d'emploi sévères (pression de service élevée, environnement corrosif) [12].

Tableau I- 1:Caractéristiques mécaniques des aciers des tubes selon les standards Américains API Spécification 5L et 5LS[12]

Spécification du produit Niveau	Type	$\sigma_{0,2}$ MPa	σ_R MPa
1	A25	172	310
	A	207	331
	B	241	414
	X42	290	414
	X46	317	434
	X52	359	455
	X56	386	490
	X60	414	517
	X65	448	531
	X70	483	565

		Min	Max	Min	Max
		B	241	448	414
2	X42	290	496	414	758
	X46	317	524	434	758
	X52	359	531	455	758
	X56	386	544	490	758
	X60	414	565	517	758
	X65	448	600	531	758
	X70	483	621	565	758
	X80	552	690	621	827

Tableau I- 2:Composition chimique des aciers des tubes. [12]

N° tubes	Méthode de traitement des tubes	Teneur massique en éléments %													Fabricant des tubes	
		C	Mn	P	S	Si	Cu	Ni	Cr	V	Nb	N	Al	Mo		
1	normalisation	0,19	1,65	0,03	0,025	0,5	0,2	0,1	0,1	(V+Nb+Ti)=0,16					MANNESMAN (Allemagne)	
2	Régulation de la température de recuit	0,13	1,65	0,03	0,015	0,5	-	-	-	0,08	0,08	-	-	-	France et Allemagne	
3	Régulation de la température de recuit	0,18	1,6	0,025	0,005	0,5	0,2	0,1	0,25	0,08	0,05	-	-	-	MANNESMAN (Allemagne)	
4	Régulation de la température de recuit	0,12	1,65	0,02	0,015	0,5	-	-	-	0,08	0,06	-	-	0,3	MANNESMAN (Allemagne)	
5	normalisation	0,19	1,65	0,03	0,03	0,5	0,2	0,1	0,1	(V+Nb+Ti)=0,16		-	-	-	ITALCIDER (Italie)	
6	Régulation de la température de recuit	0,1	1,75	0,025	0,012	0,2 0,45	-	0,35	-	(V+Nb+Ti)=0,12		-	-	0,35	ITALCIDER (Italie)	
7	Régulation de la température de recuit	0,12	1,65	0,02	0,015	0,5	-	-	-	0,08	0,06	-	-	0,3	ITALCIDER (Italie)- Japon	
8	Traitement thermique	0,06	1,4 2,0	-	-	-	-	-	-	-	0,03 0,06	-	-	0,2 0,4	ITALCIDER (Italie)- Japon	
9	Traitement thermique	0,12	1,65	0,025	0,01	0,2 0,4	-	0,3	-	(V+Nb+Ti)=0,16		-	-	0,3	NIPPONSTIL KORP (Japon)	
10	Traitement thermique	0,12	1,65	0,018	0,01	0,35	-	-	-	(V+Nb+Ti)=0,16		-	-	0,2	KAVASAKISTIL (Japon)	
11	Trempe et revenu	0,13	1,33 1,37	0,011 0,014	0,002	0,26 0,27	-	0,01	-	0,02	0,01	0,007	0,02 0,026		NIPPONSTIL KORP (Japon)	
12	Traitement thermoélectrique	0,08	1,42	0,012 0,015	0,003	0,27	-	0,3	-	0,08	0,04	0,008	0,027		NIPPONSTIL KORP (Japon)	

On distingue les éléments d'addition à effet durcissant la ferrite. Les éléments les plus efficaces sont ceux que l'on cherche à diminuer pour des raisons de soudabilité (carbone) ou d'amélioration des caractéristiques de résilience (phosphore, carbone...etc) (Figure I-8). Afin de ne pas rendre l'acier sensible au vieillissement et de détériorer ainsi les propriétés de résilience, l'azote est toujours présent sous une forme de combinaison. Par contre, le manganèse est le seul élément d'addition qui soit alors favorable, mais avec un effet durcissant très limité.

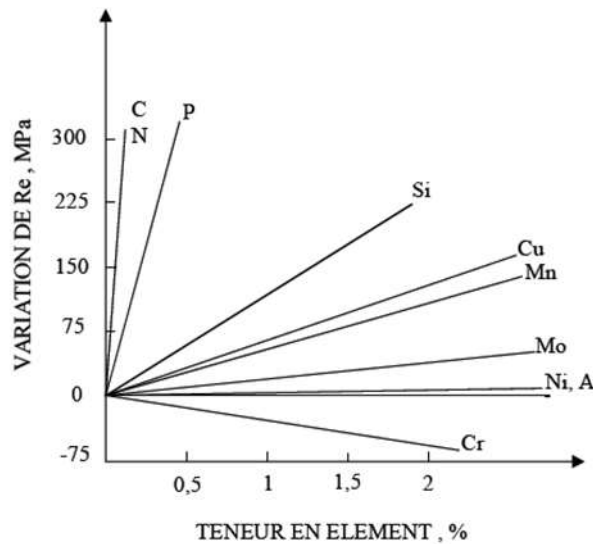


Figure I- 8 :Durcissement par solution solide [12]

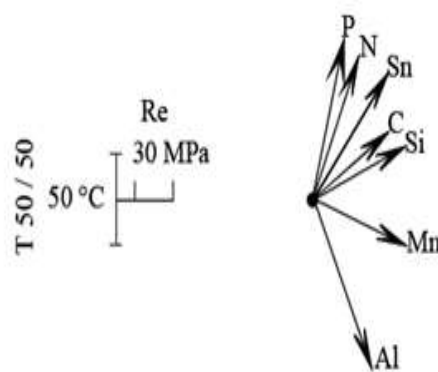


Figure I- 9:Influence des éléments sur Re et T 50 / 50 d'après F.B Pickering [12]

L'une des méthodes d'obtention d'une combinaison de haute résistance, de bonne ductilité et soudabilité des aciers est l'affinement du grain ferritique. L'augmentation des caractéristiques de traction et en particulier la limite d'élasticité R_e par l'affinement du grain ferritique était souvent démontrée (Figure I-10).

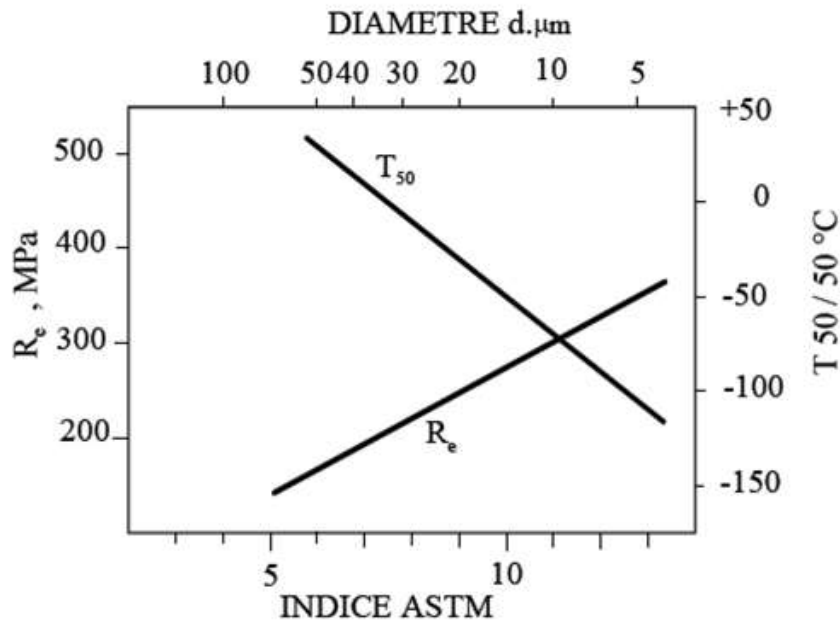
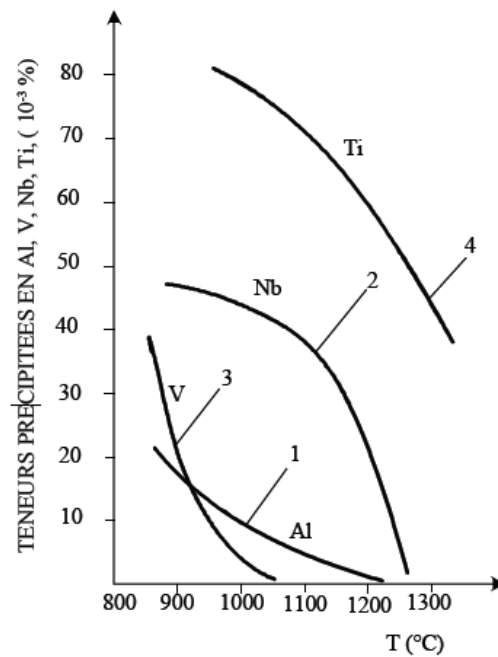


Figure I- 10:: Influence de la taille du grain α sur R_e et $T_{50/50}$ (Acier : 0,1 % C – 0,5 % Mn – 0,2 % Si – 0,006 % N), d'après K. J. Irvine [12]

L'intérêt du grain fin dans les aciers HSLA à structure ferrite-perlite est donc double, d'où l'intérêt porté à l'addition d'éléments permettant l'affinage du grain ferritique [14], donc du grain austénitique de départ. L'affinage du grain est réalisé par l'addition d'éléments formant de fins précipités, lesquels par leur interaction avec des joints de grains austénitiques, empêchent le développement de ces derniers [15]. Les facteurs qui interviennent dans le processus d'affinage du grain sont : les éléments d'alliages susceptibles de former des précipités fins. Les plus utilisés sont Al, Nb, Ti (Tableau I- 2) formant des nitrures ou des carbonitrures, agissant suivant leurs teneurs ainsi que les teneurs en N et C et le traitement thermique réalisé.

On note, que l'ensemble de ces facteurs en tenant compte des phénomènes de mise en solution, de précipitation et de coalescence déterminera pour un acier le degré d'affinage du grain. L'aluminium est l'élément le plus utilisé et le plus simple dans la mesure où il ne forme qu'un nitrure AlN . La mise en solution s'effectue dans un domaine de température 900 °C /

1250 °C, naturellement fonction de N et Al (Figure I- 11).



N°	C	N	Al	Nb	V	Ti	Réf
1		10.8	<u>26</u>				[PONT G. <i>et al</i> , 1970]
2	195	7	46	<u>43</u>			[BERNARD G. <i>et al</i> , 1980]
3	230	7	13		<u>90</u>		[BERNARD G. <i>et al</i> , 1980]
4	160	6	60			<u>80</u>	[CIVALLERO M. <i>et al</i> , 1971]

Figure I- 11: Mise en solution des éléments dispersoïdes [12]

La précipitation, sous forme de fins nitrures, se produit soit au cours du laminage, soit au cours du chauffage avant normalisation dans le domaine [600 – 700 °C][16]. Du fait des processus de diffusion qui conduisent à la coalescence des précipités de AlN, puis à leur mise en solution (Figure I- 11) [17], le grain austénitique ne variera plus alors qu'en fonction des paramètres température et temps [18]. Dans le cas du niobium, les précipités formés sont des carbonitrures Nb (C_x, N_y) dont les teneurs en C et N dépendent de la composition et de la température. La précipitation au refroidissement coïncide avec la transformation γ - α , tandis que la précipitation au cours du chauffage s'effectue dans le domaine [600 – 700 °C] .[16]

Le niobium peut exercer comme l'aluminium un effet marquant sur l'affinage du grain, et la taille critique des particules est d'environ 300 Å comme pour AlN. Enfin, on ne constate que l'addition simultanée d'Al et Nb est légèrement plus efficace que celle d'Al seul . [16, 19]

Le titane forme deux composés. D'une part, TiN qui est un précipité extrêmement stable, pratiquement insoluble dans l'austénite [15], et d'autre part un carbure TiC.

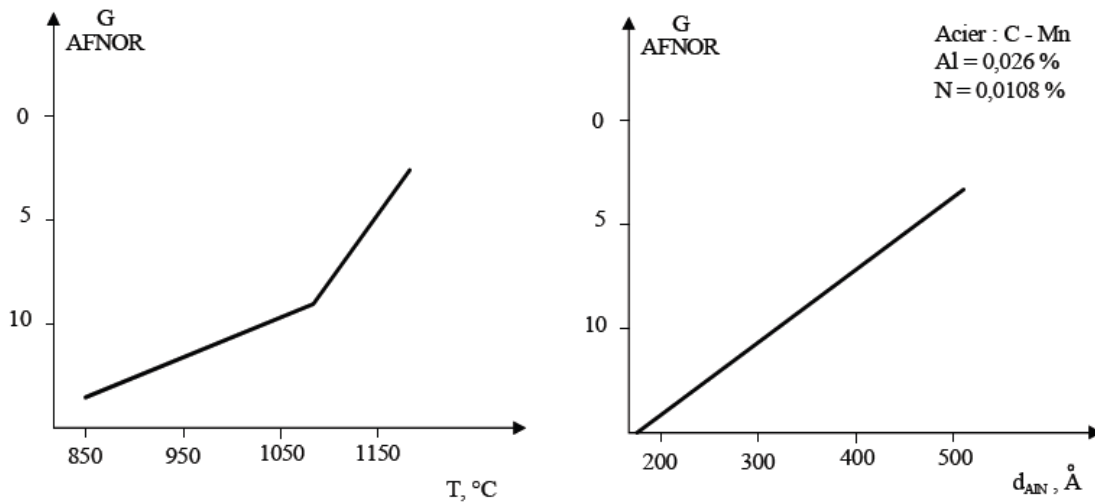


Figure I- 12: Evolution du grain avec la température et la taille des précipités de AlN [15]

Le titane non piégé par l'azote forme un carbo-nitride riche en carbone de diamètre environ 200 Å, qui se dissout dans l'austénite jusqu'à 1300 °C environ (Figure I- 10). Ce "carbure" est responsable du contrôle de la croissance du grain γ .

L'addition d'un ou plusieurs éléments tel que Al, Nb, Ti afin d'affiner le grain et d'améliorer les caractéristiques des aciers HSLA est donc indispensable. Le choix de ces éléments et de leur teneur est fonction des facteurs tel que : teneur en azote (élaboration au convertisseur ou au four électrique), du type de traitement thermique et des caractéristiques recherchées.

Certains éléments formant les carbonitrides fins présentent, outre l'effet sur le grain, un rôle important de durcissement par précipitation dans la ferrite. Les plus utilisés dans la composition chimique des aciers des pipe-line sont Nb, Ti, V (Tableau I- 2). L'efficacité durcissant de ces précipités dépend des teneurs en éléments et du traitement thermique. Pour le Niobium, dans le cas d'une normalisation à température voisine de 900 °C, l'accroissement des caractéristiques de traction est faible et l'augmentation de la température de transition également. Si le traitement est effectué à haute température après dissolution de Nb (C, N), soit d'environ 1250 °C, les variations deviennent importantes ~ 100 MPa et 60 °C [16]. Après une opération de trempe et revenu, l'effet du Nb après austénitisation à haute température est encore accentué.

Le vanadium est très employé en tant qu'élément durcissant par précipitation au cours d'un traitement classique. Les carbonitrides de V sont mis totalement en solution à des températures nettement plus basses (Figure I-11). Le durcissement se faisant par l'intermédiaire de V (C, N), la présence d'autres éléments métalliques formant nitrures ou carbures peut interférer. La teneur en azote libre est déterminante, surtout à l'état normalisé pour lequel le durcissement est dû à des nitrures de vanadium (Figure I- 13) [16]. A l'état trempé revenu, le durcissement par le carbo-nitride est important. L'accroissement des caractéristiques de traction peut atteindre 80 MPa pour $V = 0,08 \%$ à l'état normalisé. Ceci se traduit par une légère augmentation de la température de transition de résilience [20]. Le Nb et le Ti jouent un rôle particulier pendant (et après) une déformation à chaud, essentiellement le laminage.

En effet, ces deux éléments ont pour propriétés de retarder la recristallisation de l'austénite lorsqu'ils sont ajoutés en faible quantité ($\sim 0,030 \%$).

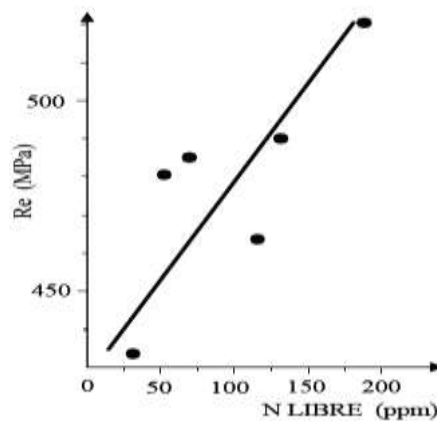


Figure I- 13: Evolution de Re avec la teneur en N libre à l'austénitisation. Etat normalisé Acier C – Mn – V. [20]

L'addition de Nb (ou Ti) a pour effet de conduire : d'une part, à une structure à grains extrêmement fins et déformés jusqu'à $G = 14$; d'autre part, à une certaine précipitation durcissante de carbonitrides se formant au cours et après la déformation, précipitation encore plus complète dans le cas des trains à bandes (au cours du bobinage). Globalement, le paramètre qui reflète le mieux l'influence du laminage sur le grain, donc sur les caractéristiques de traction, est la température de fin de laminage (Figure I-14) [21]. Dans les aciers des tubes, on utilise aussi la combinaison Nb – V. Le niobium exerce alors un rôle d'affinant lié au cycle de laminage et également un effet de durcissement de précipitation, alors que le vanadium ne fait qu'ajouter au durcissement de précipitation. Un élément d'addition qui apparaît également dans certains aciers des tubes est le molybdène, lequel exerce un double rôle : il conduit à l'apparition de

structures aciculaires à propriétés mécaniques plus élevées et exerce un effet synergétique avec le V et le Nb dans le durcissement par précipitation des carbonitrides.

La trempabilité d'un acier est son aptitude à accroître sa dureté sous l'effet de la trempe. La pénétration de trempe est déterminée par la vitesse critique de refroidissement. Elle est d'autant plus élevée que la vitesse critique de trempe est plus faible, c'est-à-dire la stabilité de l'austénite surfusionnée est plus faible. Elle est fortement accrue par le manganèse, le chrome, le molybdène et les petites additions de bore (0,003 à 0,005%). Elle est fortement augmentée par l'addition simultanée de plusieurs éléments d'alliage.

Le rôle des éléments gammagènes (Mn, Ni) diminue notablement les températures de

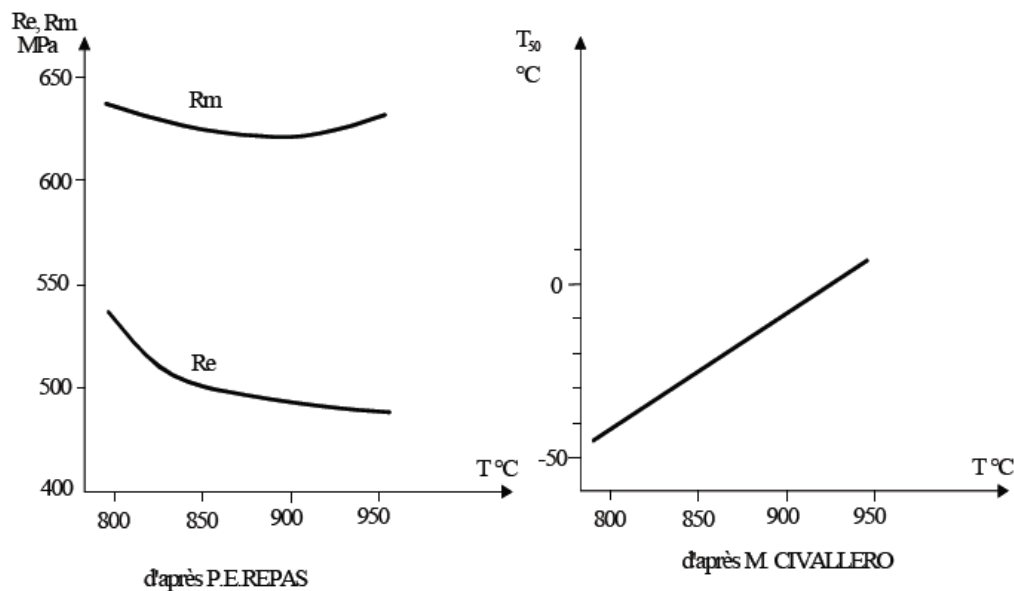


Figure I- 14 : Influence de la température de fin de laminage sur les caractéristiques mécaniques [12]

transformation et déplacent les diagrammes en refroidissement continu vers les vitesses lentes. Le manganèse en particulier a un rôle très important sur la vitesse critique martensitique. L'effet premier des éléments carburigènes (Cr, Mo) est d'augmenter la trempabilité et tout particulièrement pour le molybdène d'accroître la stabilité du domaine bainitique, en retardant la germination de la ferrite. De plus, ces éléments forment au cours du revenu des carbures mixtes avec le fer. Lesquels ont pour effet de modifier sensiblement la cinétique de l'adoucissement dans le cas du molybdène [22](Figure I - 15). L'addition de ces éléments, éventuellement allié au vanadium permet de diminuer notablement la teneur en carbone. Le bore ajouté en quantité très faible (0,001 à 0,005%) augmente la trempabilité de façon

importante, surtout pour les aciers à basse teneur en carbone [23] et au niveau du nez de la ferrite (Figure I- 16).

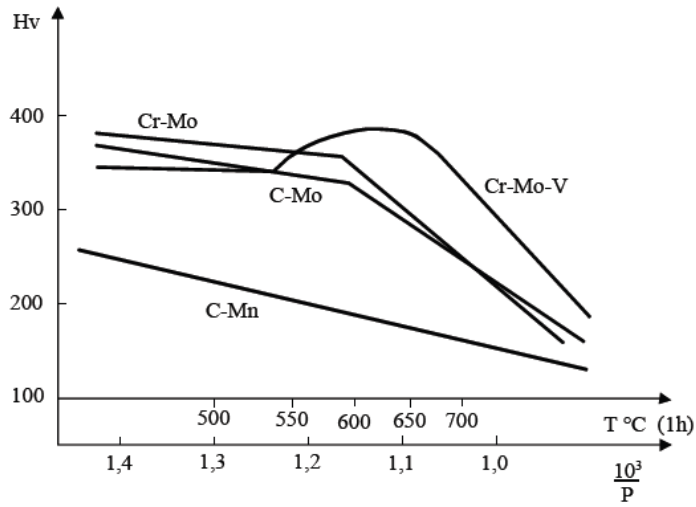


Figure I - 15:Influence de Cr-Mo-V sur l'adoucissement au revenu [22]

H : énergie d'activation

P : paramètre de revenu

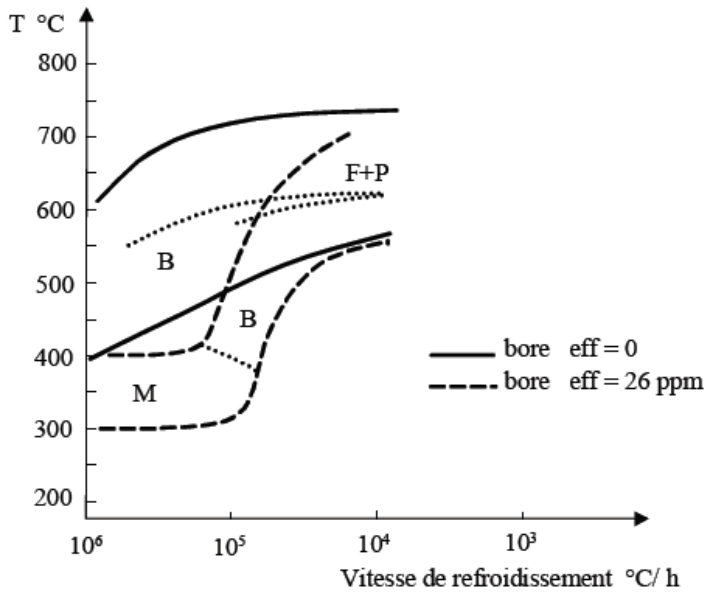


Figure I- 16:Influence du bore sur la trempabilité [23]

I.7 Conclusion :

Les aciers faiblement alliés à haute limite d'élasticité HSLA sont des produits sophistiqués avec beaucoup de performance. Ils sont fondus sur des principes métallurgiques qu'il faut maîtriser et cela en termes de procédés d'élaboration ainsi que de fabrication afin d'obtenir des tenus mécaniques élevées tout en conservant de bonnes propriétés d'usage.

Références bibliographiques

-
- [1] William-D Jr, C., Science et génie des matériaux. Mont-Royal (Québec), Modulo, 001.
-
- [2] Dupeux, M., Science des matériaux: aide-mémoire2008: Dunod.
-
- [3] Murry, G., Soudage et soudabilité métallurgique des métaux. Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, 1994(M715): p. M715. 1-M715. 35.
-
- [4] Zaoui, M., Influence des traitements thermiques sur la rupture fragile des constructions soudées, casdes soudures épaisses. 2009.
-
- [5] GRUMBACH, M., Technique de l'ingénieur,«. Aciers microalliés M, 2002. 4: p. 525.
-
- [6] Villegas, R., Genèse de la ferrite aciculaire dans les aciers à moyen carbone microalliés au vanadium. Morphologie fractale en relation avec les propriétés mécaniques, 2007, Institut National Polytechnique de Lorraine.
-
- [7] ZIOUCHE, A., ELABORATION ET CARACTERISATION DES COUCHESMINCES SUR LES ACIERS PAR LES METHODES NONDESTRUCTIVES, 2018, Université M'hamed Bougara de Boumerdès.
-
- [8] Blondeau, R., Métallurgie et mécanique du soudage. 2001.
-
- [9] Maamache, B., Comportement structural et mecanique des reparations successives des cordons de soudure dans un acier Hsla, 2017, Université Saad Dahlab-Blida 1.
-
- [10] Acevedo-Reyes, D., Evolution de l'état de précipitation au cours de l'austénitisation d'aciers microalliés au vanadium et au niobium, 2007.
-
- [11] Baus, R. and W. Chapeau, Application du soudage aux constructions1978: Eyrolles.
-
- [12] Bouzid, R., Analyse des propriétés et caractéristiques des aciers des tubes et leurs influences sur La fiabilité des gazoducs, 2010.
-

-
- [13] Shin, S.Y., et al., Fracture toughness analysis in transition temperature region of API X70 pipeline steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2006. 429(1-2): p. 196-204.
-
- [14] Sun, Y., et al., Precipitation of Acicular Ferrite Pipeline Steel X70 in Thermomechanically Controlled Processing [J]. *Material for Mechanical Engineering*, 2006. 30(8): p. 10-13.
-
- [15] Gladman, T., *Proceedings of the royal society*, 1966.
-
- [16] Constant, A., M. Grumbach, and G. Sanz, Etude des transformations de l'austénite et de l'évolution des précipités dans des aciers à dispersoïdes-conséquences pratiques. *Revue de métallurgie*, 1970. 67(11): p. 913-930.
-
- [17] Gladman, T. Structure-property relationships in high-strength microalloyed steel. in *Proc. of Symp. on Microalloying 75*, 1976. 1976. Union Carbide Corp.
-
- [18] CREUSOT-LOIRE, Etude de l'influence de l'aluminium, 1971.
-
- [19] M, C.S., Etude de l'influence du niobium, 1971.
-
- [20] BEGUINOT J., P.R., BLONDEAU R., DOLLET J, Influence de l'état de précipitation du vanadium sur les caractéristiques mécaniques d'aciers calmés à l'aluminium 1978.
-
- [21] CIVALLERO, M. and C. PARRINI, Laminage contrôlé d'aciers à dispersoïdes pour la production de tôles moyennes de forte résistance et ténacité élevée. *CIT du CSD*, 1971(9).
-
- [22] Pont, G., et al., Contribution à l'étude de l'influence du molybdène sur l'énergie d'activation de l'adoucissement au revenu. *Revue de métallurgie*, 1970(10).
-
- [23] LEWELLYM, D. and W. Cook, Metallurgy of boron-treated low-alloy steel. *Metals technology*, Dec, 1974.
-

CHAPITRE II

➤ *Soudage des Aciers HSLA*

Chapitre II

Soudage des Aciers HSLA

II.1 Introduction :

Le soudage est pris on connaissance à la fin du 19ème siècle dans l'esprit des scientifiques, il est passé rapidement dans les mains des techniciens, tout d'abord avec la technique oxyacétylénique, puis avec celles du soudage à l'arc et du soudage par résistance. D'autres procédés sont arrivés ensuite, le 20ème siècle a vu la naissance du soudage par Laser est aussi :

- Le soudage avec électrode de carbone : Bernardos et Olszewski; Russie,
- Le soudage avec électrode fusible nue : Slavianov ; Russie,
- Le soudage avec électrode enrobée : Kjellberg ; Suède-
- Le soudage par résistance : Thompson : USA ,
- Le soudage au gaz (chalumeau) : Picard : France.

A partir de la troisième décennie de notre époque date le développement rapide des procédés de soudage avec les électrodes enrobées et au chalumeau oxyacétylénique, qui a rendu possible la réalisation des premières œuvres importantes comme les bateaux, les ponts, les bâtiments et les chaudières (surtout en USA et en Angleterre). L'introduction massive de soudage par résistance joua le rôle décisif dans le développement rapide de l'industrie automobile. Parmi les nouveaux procédés on peut citer :

- Le soudage avec électrode de tungstène : 1924 – USA,
- Le soudage sous flux : 1935 – USA,
- Le soudage vertical sous laitier : 1950 – URSS,
- Le soudage sous la protection gazeuse : 1950 –1960,
- Le soudage avec fils fourrés : 1950 –1960,
- Le soudage par explosion : 1950-1960,
- Le soudage par bombardement électronique : 1956 – France,

- Le soudage par laser : 1965 [1]

Le soudage est un procédé qui se caractérise par une grande complexité de phénomènes physico-chimique et des paramètres qui rentrent en jeu. Dans le soudage, la liaison atomique réalisée au niveau du joint nécessite l'intervention d'une source d'énergie extérieure qui crée une élévation de la température dans les pièces. Les sources d'énergie utilisées sont de type électrique, chimique, mécanique (friction) ou optique (Laser). L'acier est le métal facile à souder, car on peut l'utiliser pour produire toute la gamme des procédés de soudage . [2]

II.2 Soudage :

Le soudage peut être défini comme étant un procédé d'assemblage est un processus qui consiste à assembler deux pièces métalliques pour les rendre solidaires l'une à l'autre, et cela en les rapprochant et en réchauffant l'endroit de leur contact jusqu'à l'état de fusion avec ou sans métal d'apport, cette opération est caractérisée par trois aspects ; thermique, chimique, et thermomécanique [3].

L'intérêt de la connaissance métallurgique de l'opération de soudage est de permettre l'interprétation des phénomènes métallurgiques que cette opération engendre, et par suite de prévoir ces phénomènes pour en tenir compte dans le choix du métal de base, des procédés et des modes opératoires.

Qui dit soudure dit fusion ou chauffage intense des bords a assemblé ; il faut toujours considérer dans toute application des divers procédés de Soudage :

- Que le métal à unir va obligatoirement passer par un cycle thermique déterminé donc les conséquences peuvent entraîner diminution ou un changement de ses propriétés initiales.
- Que la zone de métal fondue ou chauffé peut comporter des imperfections ou des solutions de continuité (Le cordon de soudure doit assurer la continuité de la matière dans ses caractéristiques mécaniques et métallurgiques.
- Que tout doit être mis en œuvre pour atténuer, éviter ou faire disparaître les défauts qui pourraient se produire afin que la soudure ne soit jamais, une fois mise en service, douteuse ou sujette à caution.

- Que pour obtenir ce résultat il peut être nécessaire, et qu'il est toujours utile, de vérifier et de contrôler les soudures par les moyens appropriés ou des essais de tout nature.[3]

II.3 Caractéristique et structure d'une soudure :

Le soudage est le procédé qui permet de reconstituer la continuité métallique entre les surfaces des éléments à assembler. Pour activer les surfaces, la fusion est une méthode très efficace qui permet également le nettoyage des surfaces afin d'assurer l'installation de la liaison métallique. On obtient ainsi, après solidification, un joint homogène de même composition que le métal de base, ou un joint hétérogène dans le cas de métaux différents. Quel que soit le procédé de soudage par fusion, la structure d'une soudure typique d'un alliage est composée de 6 zones principales [4, 5] [6](Figure II. 1) .

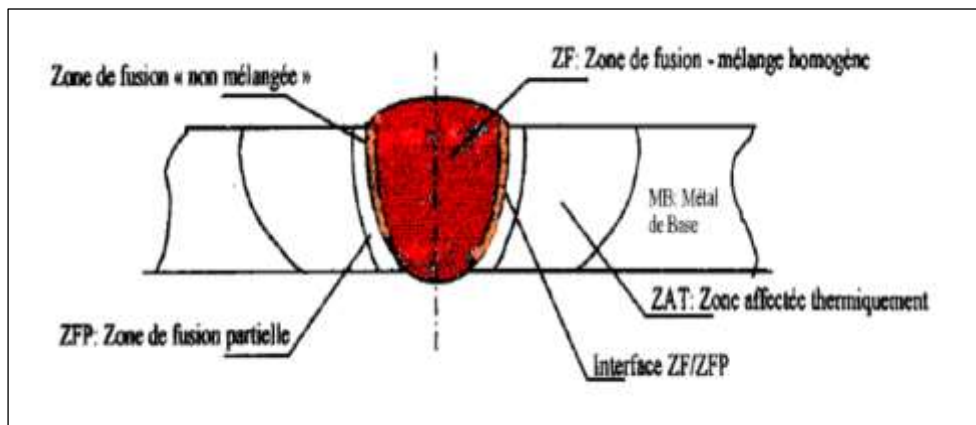


Figure II- 1: Variété de microstructures dans un cordon de soudure par fusion [5-6].

La zone de fusion (ZF) est la région chauffée au-dessus de la température du liquidus. La structure du métal de base initiale est changée par les processus de fusion et solidification, et la composition peut également varier par évaporation de certains éléments de l'alliage. Un mélange complet des éléments est obtenu par les mouvements de convection forcés. La zone étroite à l'extrémité du bain de fusion est la zone « non mélangée » : dans cette zone les forces de convection étant inférieures aux forces de friction des fluides, la composition chimique est identique à celle du métal de base.

Même si cette zone est présente dans toutes les soudures, elle n'est facilement visible que dans les soudures utilisant un métal d'apport de composition chimique différente du métal de base. Le bain de fusion est délimité par l'interface de soudure qui est la surface formant clairement la frontière entre le métal de base non fusionné et le métal de la soudure solidifiée. Directement adjacente à l'interface de soudure se trouve une zone de fusion partielle (ZFP), le

cycle thermique de soudage s'opère dans cette zone à des températures comprises entre le liquidus et le solidus de l'alliage.

Dans certains alliages contenant des inclusions et des impuretés à bas points de fusion, ou des ségrégations d'éléments d'alliages aux joints de grain, la liquation de ces régions microscopiques peut se produire et s'étendre de l'interface de soudure à l'intérieur de la zone de fusion partielle. La vraie zone affectée thermiquement (ZAT) est la zone où la température est comprise entre le solidus et une température plus basse mais suffisamment élevée pour permettre des réactions ou des transformations à l'état solide et pour modifier la structure du métal de base.

Finalement la seule partie de la pièce qui ne subit pas de modifications microstructurales est le métal de base non affecté. Bien que métallurgiquement inchangé, le métal de base, tout comme le joint de soudure global, est un lieu de concentration des contraintes résiduelles transversales et longitudinales dépendant du degré de rétreint imposé à la soudure.[7]

II.4 Caractéristiques métallurgiques des soudures :

Au cours du soudage, la fusion et le possible ajout de métal d'apport modifient l'histoire thermique du métal et donc :

- L'orientation et la grosseur des grains dans la zone fondue et la ZAT.,
- Les cinétiques de transformations de phases dans la ZAT et dans les dépôts en soudure multipasse.
- La pollution par des éléments interstitiels.

Tous ces cycles thermiques s'effectuent très rapidement. Or, les connaissances métallurgiques sur les alliages sont basées sur des traitements thermiques longs et lents [8, 9]. L'affinement de grains étant impossible, la maîtrise de la structure de solidification et la taille des grains créées sont très importantes. L'état structural du métal de base dans ce processus joue un rôle primordial. En effet, la germination des grains à l'interface solide-liquide s'effectue épitaxialement et leur taille moyenne est régie par la croissance compétitive durant la solidification. Les directions privilégiées de croissance sont celles dont l'axe de croissance [100] est parallèle à la direction d'écoulement de la chaleur, ce qui conduit à une croissance accrue de certains grains. On peut alors indiquer que les procédés à très haute densité d'énergie

(Laser, faisceau d'électrons, plasma) favorisent l'obtention de grains fins dans leurs cordons de soudure.

Il faut pour cela utiliser une énergie calorifique minimale et chercher à avoir un bain au rapport P/L élevé [8]. Les structures observées dans la zone fondue et dans la ZAT. sont aiguillées, en raison de la traversée du domaine β après soudage. De plus, il y a peu à craindre des problèmes de fissuration de solidification (fissuration à chaud) ou de micro-ségrégation car les principaux éléments d'alliage (V, Mo, Cr, Zr) ont des coefficients de répartition proches de l'unité (c'est-à-dire que leur intervalle de solidification est très faible).

II.4.1 Transformations microstructurales des aciers faiblement alliés au cours du soudage :

Durant l'opération de soudage des aciers faiblement alliés et à faible pourcentage en carbone des changements microstructuraux s'opèrent et plus particulièrement au niveau de la zone fondue ZF et la zone affectée thermiquement ZAT, cela affecte automatiquement l'intégrité des propriétés mécaniques. En générale l'apparition de martensite et de la ferrite de Widmanstätten survient au moment des refroidissements et c'est ces formations de microstructures qui viennent perturber les paramètres mécaniques telle que la dureté et même souvent provoque la fragilité des aciers phénomène nommé « fracture par hydrogène » en anglais « hydrogen cracking ».[7]

II.4.2 Classification des microstructures provenant de l'opération de soudage des aciers faiblement alliés :

La classification détaillée des différents constituants existant dans les microstructures obtenues par opération de soudage des aciers faiblement alliés, survient particulièrement au cours de la transformation de l'austénite en ferrite.

Une large variété de microstructures peut se développer et ceux relativement au taux de refroidissement et la composition chimique de l'acier en question.

Normalement la microstructure formée à partir du grain de l'austénite primaire après transformation devient un complexe de mélanges de deux ou plusieurs constituants arrangés approximativement dans un ordre de transformation thermiquement décroissant et bien défini .[10] l'ordre des transformations thermiquement décroissant est comme suit :

- Grain de Ferrite de ou ferrite allotriomorphe notée FG (GF)
- Ferrite Polygonale ou ferrite Equiaxe Notée FP (PF)

- Ferrite de Widmenstätten notée FW (WF)
- Ferrite aciculaire notée FA (AF)
- Bainite Supérieure notée BS (UB)
- Bainite Inférieure noté BI (LB)
- Martensite notée M (M).

Les micrographies optiques des microstructures citées ci-dessus sont représentées dans la Figure II- 2

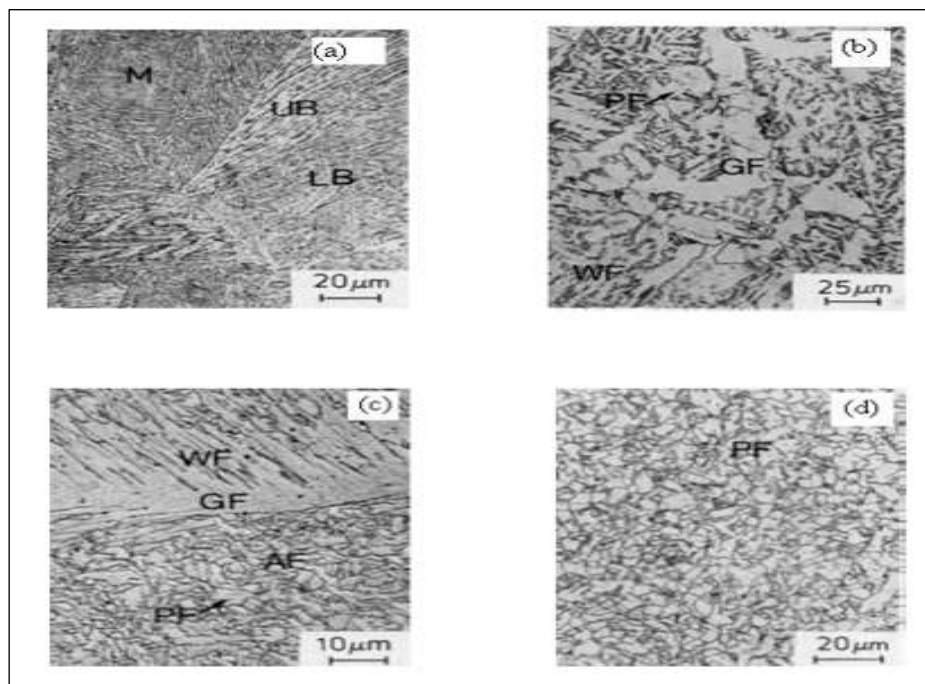


Figure II- 2: Micrographies optiques montrant plusieurs constituants microstructuraux trouvés dans les aciers soudés faiblement alliés et à faible pourcentage en carbone [10]

- Grain grossier de la ZAT (soudage réalisé à basse chaleur)
- Grain grossier de la ZAT (soudage réalisé à haute chaleur)
- Dépôts du métal soudé (soudage réalisé à basse chaleur)
- Réchauffage du métal soudé (soudage réalisé à basse chaleur)

▪ **Grain de ferrite ou ferrite aliotriomorphe (FG) :**

Selon O. Grong [10], le grain de ferrite ou la ferrite aliotriomorphe notée FG est la première phase qui se forme lors du refroidissement, elle germine préférentiellement dans les coins et les joints du grain de l'austénite, cela raison de la faible énergie que présentent ces sites de l'austénite .

- **Ferrite de Widmenstätten (FW) :**

Avec l'élévation du degré de refroidissement des aciers soudés faiblement allié et à faible pourcentage en carbone, la distribution de carbone devient insuffisante pour maintenir le même mode de croissance planaire de la FG et comme la ferrite ne prends place que dans les interfaces à faible énergie et d'après la relation d'orientation de Kurjumov-Sachs entre l'austénite et la ferrite, on remarque que celle-ci devient une caractéristique de l'existence de la ferrite de Widmenstätten, ce qui nous permet de dire que la ferrite de Widmenstätten est la seconde phase de croissance de la ferrite après la saturation de distribution en carbone nécessaire à la germination de grain de ferrite FG.[7, 10]

- **Ferrite aciculaire (FA) :**

D'après O. Grong[10], simultanément avec ou immédiatement après la formation de la ferrite de Widmenstätten dans les joints des grains austénitiques, la ferrite aciculaire commence à germiner intra-granulairement dans les inclusions non métalliques, la fine dispersion des inclusions oxydées crée des sites favorables pour la germination hétérogène de la ferrite aciculaire, et cela signifie qu'une structure constituée par de la ferrite aciculaire possède un optimum de propriétés mécaniques des aciers soudées, par conséquent la formation particulière de micro-constituant a une valeur commerciale importante, ce qui ouvre la porte à beaucoup de travaux de recherche dans le domaine.

- **Bainite supérieure (BS):**

D'après O. Grong[10], la morphologie de la bainite supérieure à une ressemblance très proche à celle de la ferrite de Widmenstätten, sachant que sa cristallographie est la même que celle de la martensite des aciers à faible pourcentage en carbone (le rapport d'orientation Kurjumov-Sachs est habituellement moins précis que pour la Ferrite de Widmenstätten). Structure avec des faces ressemblantes par contre sa cristallographie est celle de la martensite à faible pourcentage en carbone.

- **Bainite inférieure (BI) :**

D'après O. Grong[10], un refroidissement plus rapide donne comme résultat de la bainite inférieure et au microscope optique la bainite ressemble beaucoup à la martensite à faible pourcentage en carbone et peut ne pas être lisiblement identifié c'est pour cela qu'il faut faire recours à la MET qui montre aisément que les plates de la bainite sont identiques à celle de la bainite supérieure mais leurs cristallographies sont clairement différentes et complexes.

- **Martensite (M):**

Aussi d'après O. Grong [10], pour une vitesse de refroidissement encore plus rapide, l'austénite se décompose en martensite par l'approche des contraintes planes de déformations cela implique que la composition chimique de l'acier reste inchangée, le produit obtenu sera des lattes martensitiques ou des plaques martensitiques (jumelées) selon le niveau de l'élément allié.

Les lattes martensitiques sont généralement trouvées dans les aciers ordinaires au carbone (0.5 wt % C) faiblement allié, mais quand le pourcentage de carbone dépasse ce seuil, la transformation de la martensite se produit plutôt par formation de plaques jumelées par déformation.

La structure du cristal de la plaque martensitique est TC (tétraгонаle - centrée), mais la latte martensitique révèle une structure CC (cubique - centrée). Les deux produits de la transformation exposent le rapport d'orientation caractéristique de Kurdjumov-Sachs avec l'austénite, mais ce rapport a tendance à être moins précis pour les grands pourcentages de carbone.

II.5 Phénomènes thermiques et effets métallurgiques

II.5.1 Echauffement en phase solide :

Il se traduit par les transformations métallurgiques suivantes :

- **La suppression des états hors d'équilibre :**

Les aciers écrouis subissent une recristallisation, les aciers trempés un revenu ; les aciers trempés revenus sont sujets aux phénomènes de vieillissement (précipitations de carbures)

- **L'austénisation :**

Le franchissement d'un point de transformation efface les états antérieurs du métal ; la zone modifiée de façon irréversible est limitée à une bande étroite.

L'austénisation à des températures élevées peut provoquer une surchauffe, c'est-à-dire un grossissement de grain qui, de façon irréversible, agira ultérieurement sur l'aspect final de la structure.

II.5.2 Fusion :

Dans le bain de fusion, deux aspects essentiels sont à considérer :

- l'évolution de la composition chimique
- le phénomène de dilution

L'évolution de la composition chimique résulte de la voltaïisation de certains éléments, d'oxydation, (formation de soufflures ...) de réactions avec le milieu ambiant (formation de phosphures de fer, de sulfures...).

La dilution consiste en un mélange du métal de base avec la zone fondue, et entraîne des variations de composition chimique selon la nature du métal d'apport employé.

Les bains de fusion créés lors des opérations de soudage sont le siège de processus thermo physiques très complexes mettant en jeu des phénomènes thermiques, convectifs, chimiques et électromagnétiques interdépendants selon la nature du procédé utilisé .[11]

Aux abords immédiats de la zone fondue, le métal de base subit les effets du cycle thermique de soudage qui provoque des transformations liées à la température maximale atteinte et aux conditions de refroidissement du joint soudé. La Figure II- 3. synthétise ces transformations :

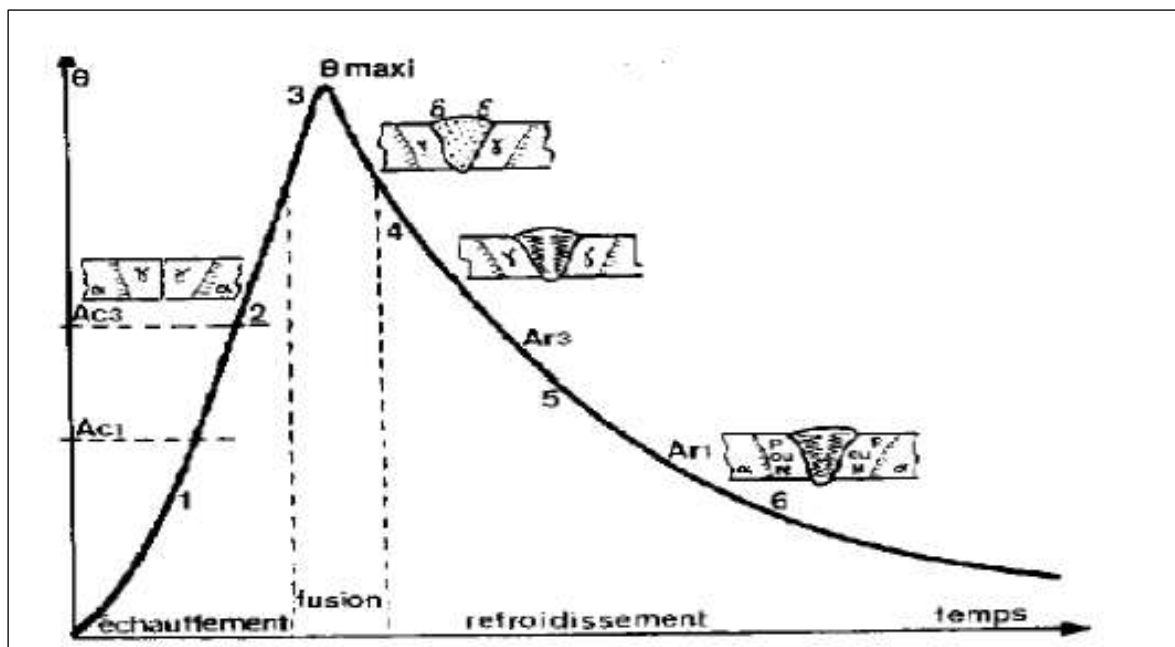


Figure II- 3:Cycle thermique en soudage et transformations structurales .[12]

1. Dilatation, plastification, Ac_1 : cessation des états hors équilibre.
2. Dilatation, plastification, Ac_3 : austénitisation (maille γ).
3. Dans la zone fondue : fusion, dilution du métal d'apport et du métal de base, dissolution de l'hydrogène (maille δ).
4. Solidification, formation des dendrites (maille γ), retrait, contraintes, Ar_3
5. Transformations allotropiques (M ou, M + F + C ou, F + C) diffusion de l'hydrogène, contraintes locales, Ar_1 , avec (M : Martensite, F : Ferrite et C : Cémentation).
6. Fin de transformation, contraction, contraintes résiduelles, dans certains cas, la fissuration à froid et la diffusion de l'hydrogène jusqu'à la température ambiante.

II.5.3 Refroidissement :

Dans la zone fondue, le refroidissement conduit à une structure de solidification orientée dans le sens de l'écoulement de la chaleur (dendrites) à proximité de la zone fondue, le métal de base est le siège de transformations structurales qui selon la vitesse de refroidissement et la composition chimique conduisent à des structures d'équilibre (retour à la structure cristalline du métal de base) ou hors d'équilibre (apparition de cristaux aux propriétés différentes)

II.5.4 Phénomènes Thermiques Effets Mécaniques :

Une autre conséquence de l'application de cycles thermiques réside dans les déformations et les contraintes internes. Les déformations sont dues à la différence de dilatation entre le métal chaud et le métal refroidi. Cette dilatation négative, ou retrait, est directement proportionnel au coefficient de dilatation du matériau. L'empêchement du retrait, ou bridage, provoque des contraintes internes.

Le retrait se présente sous deux formes :

- ✓ Le retrait longitudinal qui engendre des déformations (ou des contraintes) dans l'axe de la soudure.
- ✓ Le retrait transversal qui s'exerce perpendiculairement à l'axe de la soudure. Le retrait longitudinal provoque toujours des contraintes de l'ordre de la limite d'élasticité du matériau de base. Les effets du retrait transversal sont plus complexes : ils dépendent de l'écartement des bords, de l'épaisseur, de la forme du chanfrein, du mode de pointage, du mode de Soudage (fonctionnement, sens d'exécution de chaque passe, ...). [11]

1.3.1.5 Transformations en ZAT lors du chauffage :

La rapidité des chauffages au cours des cycles thermiques de soudage engendre un déplacement, au-dessus des conditions d'équilibre, des domaines de température dans lesquels se développent les transformations ; ce qui ne permet pas d'utiliser les diagrammes d'équilibre pour prévoir la nature exacte des différentes phases au voisinage de la ligne de fusion. Il est commode de raisonner à partir de ce type de diagramme pour interpréter qualitativement les modifications microstructurales. On se placera dans le cadre des aciers de construction métallique, en examinant le diagramme (Fe-C) en parallèle avec les températures maximales atteintes dans un joint soudé Figure II-4.

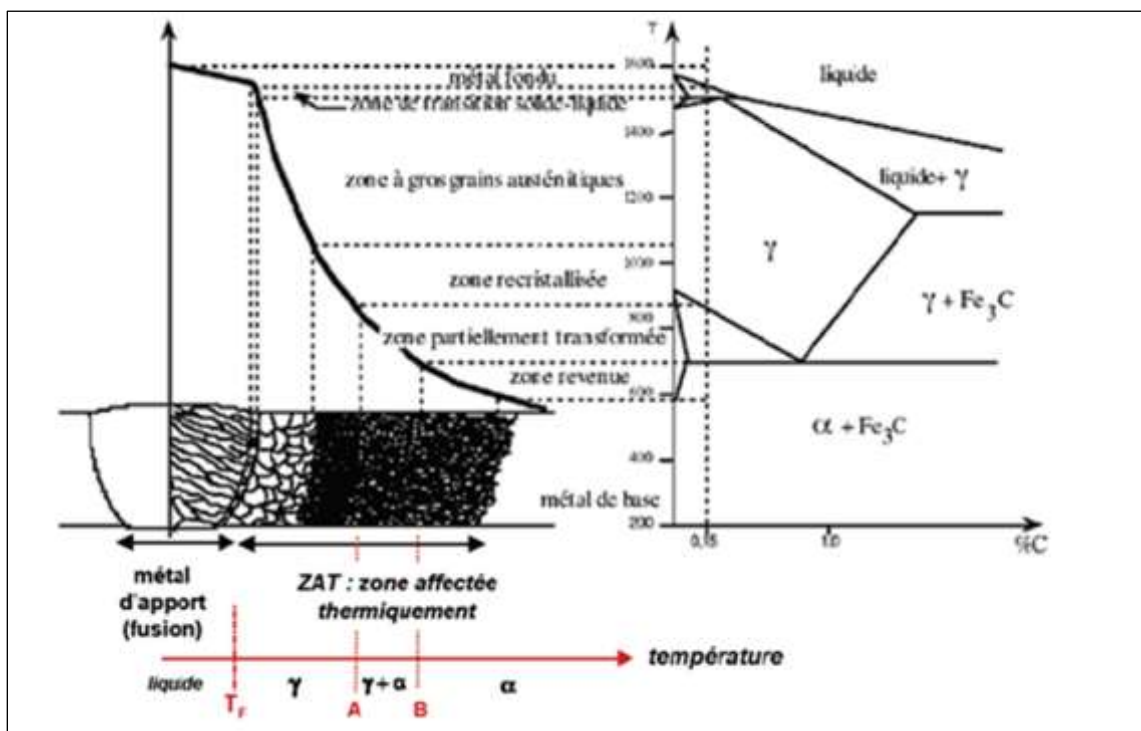


Figure II- 4:différentes parties constitutives d'un joint soudé [13, 14]

Si en Considère par exemple le cas du soudage d'un acier à 0.15%. En se rapprochant de la zone fondue, on trouvera successivement les zones suivantes.

Le métal de base n'ayant pas subi de transformation de phase au chauffage, c'est-à-dire ayant été chauffé à une température inférieure au point de transformation Ac1 (727°C). A l'équilibre, il s'agit donc de structure composée de ferrite α et de cémentite ou plus précisément de perlite, agrégat lamellaire de ferrite et de cémentite. Une zone subcritique, où l'on ne constate pas encore de changement de phase.

Cependant, lorsque la température atteinte est suffisamment importante (par exemple $T > 600^\circ\text{C}$), certains phénomènes tels que le revenu, la globalisation des lamelles de cémentite,

la recristallisation dans le cas de soudage sur produit écroui, le vieillissement, etc., peuvent éventuellement intervenir.

Une zone de transformation partielle (ou inter critique), portée entre Ac_1 et Ac_3 . Dans ce domaine coexistent la ferrite et une phase nouvellement formée, l'austénite γ . C'est à partir de cette zone ($T > Ac_1$) que débute la zone affectée par la chaleur. A partir de la température Ac_3 et jusqu'à 1495 °C environ, la transformation en austénite est totale. La nouvelle structure ainsi formée remplace et efface toute trace de la structure ferritique antérieure. C'est au sein de cette zone qu'intervient un grossissement du grain austénitique pour les plus hautes températures. Il s'agit de la zone en général la plus susceptible de causer certains problèmes métallurgiques. Une zone portée partiellement à l'état liquide, où coexistent une phase ferritique solide (δ) et une phase liquide. De très petite taille (et donc difficile à observer micrographiquement), cette zone constitue la zone de liaison entre le métal de base et le métal fondu. Sur le diagramme d'équilibre, celle-ci correspond à l'intervalle de température entre le début et la fin de la fusion. Certains phénomènes peuvent intervenir dans cette zone de liaison.

Enfin le métal fondu, qui a souvent une composition différente de celle du métal de base, en raison de la volatilisation de certains éléments, de réaction avec le milieu environnant, ou d'enrichissement par des éléments extérieurs (produits d'apport). Les premiers germes du métal fondu se solidifient par épitaxie (relation de cohérence cristallographique) sur les grains de la ZAT. [13, 15] [16]

A ce stade, il faut noter les points suivants :

- ✓ Les transformations et les domaines de température évoqués ci-dessus correspondent à l'état d'équilibre. Dans la réalité, la brièveté des cycles thermiques conduit au fait que les transformations de phases et l'homogénéité des structures interviennent à des températures parfois bien supérieures à ces températures d'équilibre ;
- ✓ Le cas particulier considéré ici (alliage Fe-0,15%C) présente une situation où des changements de phases interviennent pendant le chauffage. Dans le cas d'autres matériaux (par exemple : alliages d'aluminium, de cuivre, aciers inoxydables ferritique...), le cycle thermique de soudage intervient dans une région monophasée. On assistera alors à un grossissement du grain tout au long du cycle, sans possibilité d'affinement par changement de phase ;
 - ✓ Outre ces modifications microstructurales, les opérations de soudage ont une influence marquée sur les précipités éventuellement présents dans le métal de base. En

effet, on sait que les aciers modernes tirent leurs propriétés mécaniques (résistance, ductilité, ténacité) d'une combinaison optimisée de durcissement par la nature de la microstructure, l'affinement du grain et la précipitation. Cet équilibre est profondément modifié par les cycles thermiques de soudage . [13, 15]

Plus la température atteinte localement en ZAT est élevée, plus la décomposition des précipités est susceptible d'intervenir. Par ordre décroissant, la stabilité de ces composés est schématiquement la suivante : oxydes, nitrures, sulfures, carbures . [13]

Pour des compositions usuelles d'aciers de construction métallique, on assistera à une décomposition des carbures en ZAT vers 1100-1150°C, les nitrures vers 1150-1300°C, les sulfures étant dissociées généralement vers 1100-1200°C. Compte tenu de leur très forte stabilité, les inclusions d'oxydes résultant de l'élaboration de l'acier à l'état liquide (alumine, silicates...) ne sont pas affectées par le cycle de soudage. En très faible quantité, et de taille relativement importante, ne jouent généralement pas de rôle lors de la phase de chauffage en ZAT. Il n'en est pas de même pour les nitrures ou les carbonitrures. En effet, on sait que des particules nombreuses, fines et dispersées freinent la croissance du grain austénitique puisque le déplacement des joints à travers celles-ci s'accompagne d'une augmentation locale.

II.6 Transformations en ZAT lors du refroidissement :

Dans le cas des aciers de construction métallique, les microstructures observées dans les ZAT des joints soudés correspondent aux produits de transformation de l'austénite. Il est en effet malaisé d'étudier ces transformations métallurgiques à partir des diagrammes TRC (transformation en refroidissement continu) classiques. Ceux-ci sont généralement établis à partir de traitements austénitiques à températures relativement basses (900-950°C) et pour des temps de maintien longs, c'est-à-dire exactement la situation contraire à celle rencontrée en ZAT. Il a donc fallu tracer des diagrammes TRC spécialement établis pour le soudage. Ces diagrammes ont été établis soit par simulation (traitement thermique imitant les cycles de soudage appliqués à des éprouvettes) soit par analyse « in situ » c'est-à-dire sur place, au niveau de soudures ou cordons de soudure réels, dans la zone affectée, ou dans le métal fondu à son premier refroidissement. Pour un matériau (Figure II-5) et des conditions d'austénitisation données (température généralement supérieure à 1200°C, de manière à simuler la ZAT à gros grains), on peut apprécier les transformations de l'austénite en fonction de la vitesse de refroidissement à partir du diagramme TRC en conditions de soudage ou simplement de l'évolution de la dureté de la microstructure finale avec la température .[13, 15] [16]

Selon la vitesse de refroidissement, différents types de microstructures sont susceptibles de se former. Pour des vitesses très élevées (inférieures à la vitesse critique de trempe VCM, ce qui correspond un plateau sur la courbe dureté-critère de refroidissement, ou HV- Δt), apparaît la martensite. Ayant une structure cristallographique tétragonale, cette solution solide sursaturée de carbone dans le fer se forme par un mécanisme de cisaillement sans diffusion atomique. De composition identique à celle de l'austénite mère, la martensite a une dureté HVM qui ne dépend pratiquement que de la teneur en carbone de l'acier selon l'expression : $HVM=283+930(\%C)$.[13]

Acier
 C=0.18%,
 Mn=1.4%,
 Si=0.4%

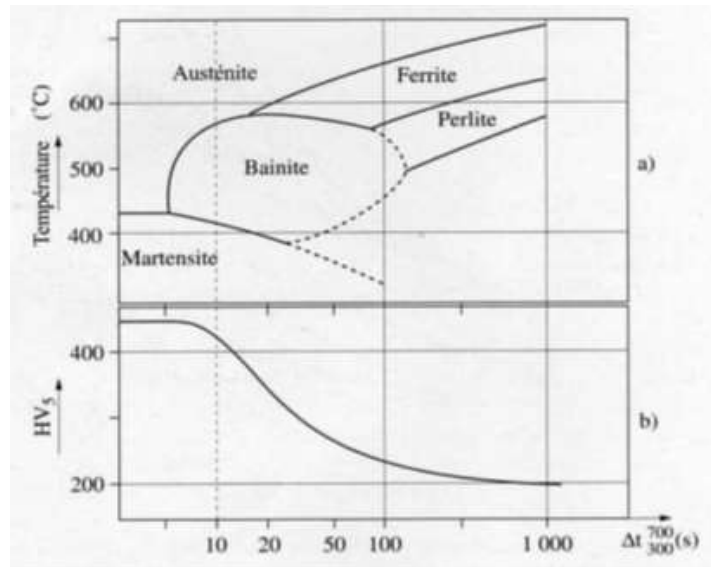


Figure II- 5:Exemple de diagramme TRC en conditions de soudage ($T_m=1300^{\circ}C$) ; (b) courbe (dureté- critère de refroidissement Δt) correspondante. [13]

Aux vitesses intermédiaires apparaissent des structures bainitiques. Formées à partir d'austénite métastable à des températures trop faibles pour que le carbone diffuse en volume et aux joints de grain, la bainite est caractérisée par la croissance très rapide d'aiguilles de ferrite par cisaillement et une précipitation de carbures. On retiendra simplement que les vitesses de refroidissement les plus rapides conduisent à la formation des structures plus dures de bainite inférieure (précipitation de carbures sous la forme de minces plaquettes au sein des lattes de ferrite), alors que les plus lentes sont associées à la formation de bainite supérieure (carbures rejetés aux joints interlattes ferritiques, parfois sous forme des lamelles de cémentite quasi continues. Dans ce dernier cas, la teneur locale en carbone peut être telle que l'on assiste à la formation des composés interlattes où coexistent de la martensite et de l'austénite (composés M-A), cette dernière étant stabilisée en raison de l'abaissement de la température de transformation M_s au-dessous de la température ambiante .[13, 15]

Les vitesses de refroidissement les plus lentes en soudage correspondent à la précipitation de ferrite proeutectoïde aux anciens joints de grain austénitiques et à l'évolution vers une structure ferrito-perlitique. C'est également dans cette gamme de vitesse de refroidissement que certains composés (nitrures ou carbonitrures de niobium et de vanadium...), dissous lors de la phase de chauffage, peuvent précipiter sous une forme plus ou moins complète. [13, 15] [14]

II.6.1 Aspect thermique :

La grande majorité des procédés de soudage est caractérisée par l'intervention d'une source de chaleur le plus souvent en mouvement parfois immobile (par exemple le soudage par points), dont la nature et la puissance spécifique qu'elle peut atteindre déterminent les possibilités pratiques d'utilisation. Une intéressante représentation comparative de ces possibilités appelée « tache de chauffe », dont l'étendue rend compte pour les puissances mises en jeu dans l'emploi des diverses sources de chaleur, de la plus ou moins grande concentration qui caractérise ces sources.

Quoi qu'il soit, la localisation qui caractérise l'ensemble des procédés du soudage et dont résultent à des degrés divers, les conséquences suivantes :

- ✓ Le soudage comporte, là où il intervient, des échauffements rapides, dans de nombreux cas plus rapides que ceux qui correspondent à l'état d'équilibre en phase solide des alliages concernés. Si on veut prévoir ou interpréter l'effet métallurgique de soudage il est donc nécessaire de tenir compte de la vitesse d'échauffement, en particulier lorsqu'on cherche à simuler le cycle thermique de soudage pour reproduire les structures qui en résultent.
- ✓ L'effet d'un échauffement rapide est accusé par la brièveté du séjour à la température maximale, température qui avoisine la température de fusion. Il en résulte que du point de vue métallurgique une certaine compensation intervient entre l'élévation de la température atteinte, d'une part, et la brièveté du séjour à cette température, d'autre part. Ainsi s'explique, à composition chimique identique, la différence que l'on peut constater entre les structures caractéristiques de soudures obtenues par des procédés de soudage différents, selon la brièveté relative du séjour à haute température qui les caractérise. Cet effet de compensation peut aussi être en phase liquide par exemple à propos des pertes par volatilisation dans la zone fondue.

- ✓ Enfin, le gradient de température qui résulte de la localisation de l'échauffement entraîne une vitesse de refroidissement en générale élevée, elle même fonction, pour chaque matériau, non seulement du procédé de soudage utilisé, mais aussi du mode opératoire pour l'application de ce procédé.[15, 17]

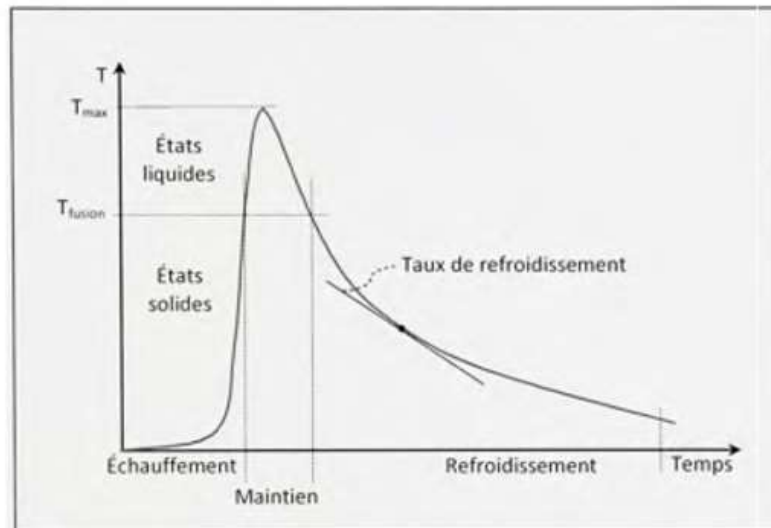


Figure II- 6:Schéma du cycle thermique du soudage dans la ZAT. [18]

II.6.2 Aspect chimique :

C'est à juste titre que, aux différences près dues à la brièveté de l'opération de soudage, à tout le moins le soudage par fusion, a pu être comparé à une opération d'élaboration, en raison de l'évolution qui se produit dans la composition chimique du métal fondu. On peut citer les causes d'évolution de la composition chimique du métal fondu soit par le comportement de ses éléments constitutifs soit au contact du milieu qui l'entoure (gazeux ou liquide) soit encore en présence du milieu solide constitué par le métal de base lui-même.

- Au niveau du métal fondu proprement dit et de ses éléments constitutifs, la température élevée atteinte durant l'opération peut être à l'origine d'une perte en éléments par volatilisation, perte qui doit être compensée par les additions ou par un mode opératoire approprié. D'autre part, durant le séjour à l'état liquide, des réactions chimiques sont susceptibles de se produire entre éléments présents, qu'ils proviennent du métal de base lui-même ou du métal d'apport mis en œuvre, de telles réactions se traduisent par une évolution des propriétés, mécaniques ou autres et éventuellement par une altération de la compacité, s'il y a formation de composés insolubles ou dégagement de gaz.

- Dans le même temps le métal fondu est susceptible d'être chimiquement influencé par le milieu gazeux qui l'entoure, si un tel milieu existe. C'est bien, à l'origine, le souci de protéger le métal fondu contre l'action néfaste de l'oxygène et de l'azote de l'air qui a conduit à l'élaboration des enrobages et des flux, qui produisent un laitier liquide qui sépare le métal fondu de l'atmosphère, puis à l'utilisation de gaz complètement protecteurs tels que l'argon, ou partiellement protecteurs, tels que l'anhydride carbonique ou les mélanges de ce gaz avec de l'argon.

En fait, les gaz énumérés ci-dessus ne sont les seuls à intervenir, et nous aurons en particulier à examiner, à d'autres points de vue, le rôle de l'hydrogène dans le soudage de l'acier ou d'autres alliages.

- La recherche d'une protection de bain de fusion contre l'atmosphère environnante, ainsi que d'un moyen d'y incorporer des éléments susceptibles d'intervenir, a conduit à la mise au point, des enrobages d'électrodes et des flux qui, au moment de la fusion produisent une phase liquide nommée laitier qui réagit au contact du bain de fusion et en fait évoluer la composition. Il y a donc bien élaboration, mais comme on l'a dit, il s'agit d'une opération rapide, hors des conditions normales d'équilibre.
- Enfin, le fait qu'au contact du métal de base solide qui lui sert de support, une proportion plus ou moins importante de métal de base s'incorpore, par sa propre fusion, au métal fondu. Ainsi se trouve définie la dilution, dont la valeur dépend d'une part du procédé de soudage, par la pénétration qui lui est propre, d'autre part, pour chaque procédé, du mode opératoire.[15, 19]

II.6.3 Aspect thermomécanique :

Le caractère localisé de l'opération de soudage et le passage par l'état fondu suivi d'une solidification font intervenir deux comportements physiques importants à savoir le retrait à la solidification et la dilatation thermique qui agissent simultanément pour engendrer déformations et contraintes au niveau des joints soudés.

La prévention des déformations globales provoquées par le soudage et qui sont associées au retrait à la solidification et au refroidissement, pose des problèmes technologiques, mais il faut noter que tout empêchement à la déformation se traduit par la naissance de contraintes résiduelles supplémentaires. Les remèdes à la déformation sont donc, chaque fois que cela est

possible, à rechercher dans un mode opératoire qui en réduit l'amplitude, plutôt que dans un effet de bridage des pièces à assembler.

Quant aux contraintes résiduelles, qui naissent au niveau des zones localement déformées à chaud, c'est-à-dire plastiquement, elles s'établissent au cours de refroidissement, affectent un métal redevenu élastique, ce qui leur assigne une valeur maximale égale à la limite d'élasticité de ce métal. D'autre part, mais ceci ne concerne que certains aciers particulièrement trempant, il y a lieu de tenir compte des contraintes associées à la déformation martensitique.[20]

II.6.4 Cas du soudage multi passe :

Au-delà d'une certaine épaisseur, l'assemblage de produits nécessite généralement la réalisation de dépôts successifs (soudage en plusieurs passes). Hormis dans le dernier dépôt, tous les points de la ZAT subissent, au fil des passes, une succession complexe de cycles de réchauffages. En réalité, si l'on considère un point situé en ZAT à proximité immédiate d'une passe donnée N, l'éloignement progressif des dépôts entraîne le fait que leur influence métallurgique devient rapidement négligeable (température maximale inférieure à 500°C) au-delà de la passe N+2. Comme on peut considérer de plus qu'une austénitisation à très haute température efface l'influence métallurgique des cycles précédents à température inférieure. On conçoit que l'histoire thermique en ZAT multipasse se résume à quelques combinaisons caractéristiques, comportant au plus trois pics thermiques. En suivant une terminologie anglo-saxonne souvent usitée, on trouvera ainsi successivement (Figure II-7) les trois zones suivantes.[18, 21]

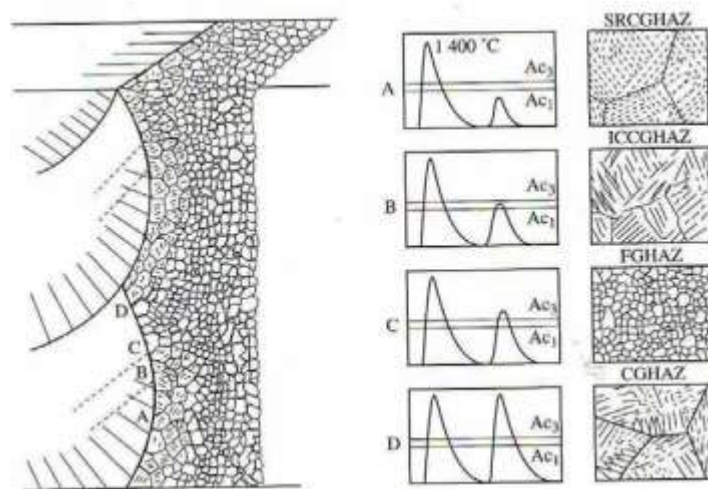


Figure II- 7:Illustration schématique des cycles thermiques et microstructures rencontrées en soudage multi passes . [11, 14]

Une zone à gros grains non affectée par les passes ultérieures, car réchauffée à une température inférieure à A_{c1} (zone A de la figure, ou SRCGHAZ). En règle générale, la microstructure et les propriétés mécaniques de cette zone sont relativement voisines de celles d'une zone à gros grains à l'état brut (CGHAZ, zone D).

Une zone à gros grains réchauffée dans le domaine inter critique, entre A_{c1} et A_{c3} (ICCGHAZ, zone B). On considère généralement que la zone réchauffée dans le domaine intercritique est, avec la zone à gros grains, la zone de moindre ténacité dans les joints soudés multipasses. Cependant la fragilité de cette zone disparaît pour peu qu'intervienne un réchauffage à une température de revenu suffisante (par exemple : 350-400 °C) lié au dépôt d'une passe de soudage ultérieure ou un traitement thermique de détente.

Enfin, une zone à grains fins (FGHAZ, zone C) associée à un pic de température légèrement supérieure à A_{c3} . Les microstructures très fines associées à ce type de traitement correspondent à des structures issues de traitement de normalisation et présentent d'excellentes propriétés mécaniques .[11, 14]

II.7 La soudabilité :

En dehors des contraintes relatives au mode opératoire (capacité à assurer la continuité physique du joint) ou à la conception de l'ensemble soudé (répartition des masses, déformations), on appelle soudabilité l'aptitude d'un métal ou d'un alliage à être assemblé par un procédé de soudage qui assure la continuité métallique du matériau.

Comme évoqué précédemment, d'une part sur le plan métallurgique il y a dilution du métal d'apport dans le métal de base mais aussi des effets de l'enrobage des électrodes ou du flux de protection, d'autre part sur le plan thermique l'énergie spécifique de la source et les propriétés thermiques du métal de base définissent l'importance des zones affectées thermiquement, en conséquence la soudabilité dépendra des choix effectués.[7]

II.7.1 La soudabilité des aciers :

Elle est étroitement dépendante de la composition chimique de l'acier de base et de la façon dont les éléments présents interviennent (modification des domaines α et γ , formation de précipités...) :

- Des éléments favorisent la présence de la ferrite : chrome, silicium, aluminium, vanadium, molybdène, titane, tantale, niobium, bore. Un acier à faible teneur en carbone sera ferritique à toute température dès que la teneur de chrome atteint 13 %.
- Des éléments gammagènes c'est-à-dire augmentant le domaine γ : le plus important est le nickel et une concentration de 25 % peut abaisser la courbe de transformation $\gamma \Rightarrow \alpha$ en dessous de l'ambiante. D'autres éléments tels que le manganèse, le cuivre, le cobalt sont gammagènes.
- Des éléments sont graphitisants, c'est-à-dire qu'ils favorisent l'apparition de carbone à l'état pur (c'est le cas du silicium, du tungstène).
- Des éléments carburigènes qui forment avec le carbone des carbures et influenceront sur la trempabilité comme le tungstène, le vanadium, le molybdène, le titane, le niobium, le tantale.

La présence de ces éléments va donc modifier le comportement et les caractéristiques, par exemple le nickel réduit le coefficient de dilatation et affine le grain de l'acier, le chrome diminue la conductibilité thermique et améliore la résistance à la corrosion, le manganèse fixe le soufre dans un sulfure de manganèse à haut point de fusion ce qui évite une fragilité des joints de grain, le tungstène et le vanadium améliorent la tenue au revenu...

Plusieurs formules empiriques ont été proposées pour définir la soudabilité des aciers et apprécier l'effet sur la trempabilité, elles permettent de calculer le carbone équivalent par l'équation :

$$C_{eq} = C\% + \frac{\%Mn}{4} + \frac{\%Ni}{20} + \frac{\%Cr}{10} + \frac{\%Mo}{5} + \frac{\%Cu}{40} + \frac{\%V}{10} \quad (II-1)$$

Comme exemple, un acier ayant un taux de carbone équivalent inférieur à 0,5 est généralement considéré comme soudable, pour un taux inférieur à 0,4 la sensibilité aux fissures est faible.

Les aciers faiblement alliés sont aisément soudables, pour les aciers fortement alliés dans la zone de dilution, qui présente une composition différente de celles du métal de base ou du métal d'apport, il peut se produire des trempes excessives, une fragilisation ou des fissures. Le choix du métal d'apport est primordial et dans certains cas il conviendra d'effectuer un préchauffage et (ou) un traitement thermique de revenu.

La fonte blanche, difficilement usinable, est pratiquement non soudable du fait de la grande quantité de cémentite. Les fontes grises n'offrent pas une bonne soudabilité du fait des lamelles de graphite qui constituent des amorces de rupture. Il faudra préchauffer les pièces à 600°C à cause de leur faible ductilité et refroidir lentement pour éviter les contraintes.[7]

II.7.2 Procédés de soudage :

En général, une soudure est considérée comme une jonction entre deux pièces de métal ou plus dans lesquelles les surfaces doivent être élevées à un état plastique (par exemple, le soudage par friction linéaire ou à un état liquide par l'application de chaleur avec ou sans métal ajouté et avec ou sans application de pression.

Chacun de ces processus possède ses caractéristiques propres et uniques, par exemple, la pénétration, la vitesse de soudage, la génération de laitier, le débit de chaleur, les propriétés d'une soudure, etc. et ceci peut, en revanche, avoir une influence considérable sur le détail microstructural qui est résulté .[22]

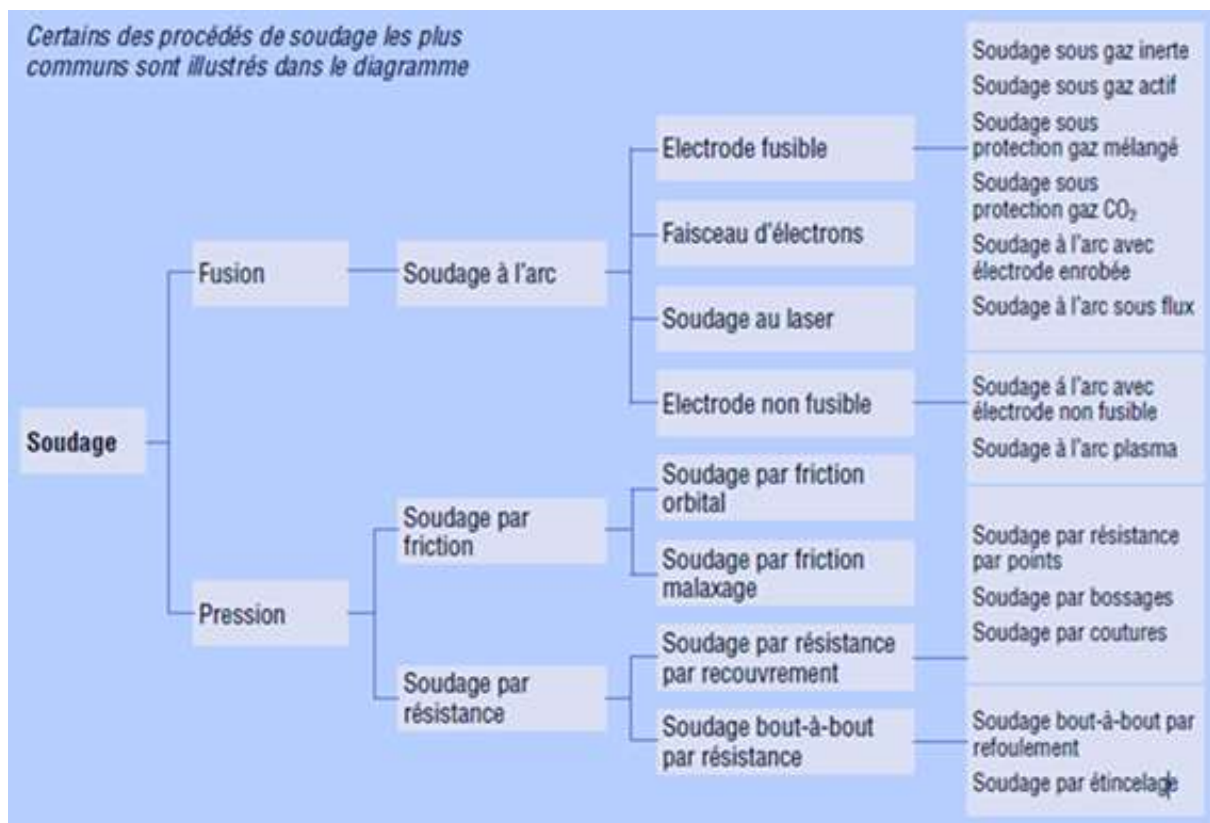


Figure II- 8:Différentes procéder de soudure [22]

Les procédés de soudage sont multiples, les assemblages de canalisations de transport de gaz sont préférentiellement effectués avec les procédés suivants :

- Procédé à l'arc électrique à l'électrode enrobée.
- Procédé à l'arc électrique au fil plein ou fourré.
- Procédé à l'arc électrique à l'électrode réfractaire, sous atmosphère inerte.

II.7.3 Principe du soudage à l'arc électrique à l'électrode enrobée :

Un arc électrique établi entre une électrode et les bords des pièces à assembler, Provoque leur fusion et crée un bain de métal liquide qui reçoit les gouttes de métal de l'électrode. L'arc électrique résulte du passage d'un courant électrique intense à travers une atmosphère de gaz ou de vapeur, normalement non-conductrice.

Les électrons circulent de la cathode (pôle négatif) vers l'anode (pôle positif) que constituent l'extrémité de l'électrode et l'impact de l'arc sur la pièce : la polarité est choisie selon que l'on désire faciliter la fusion de la pièce ou de l'électrode.

L'atmosphère gazeuse de l'arc, portée à haute température (5 000°C à 8 000°C), fortement ionisée ne représente qu'une faible part d'énergie calorifique mais irradie surtout des rayonnements électromagnétiques (lumière visible, ultraviolets, ...) La tâche anodique et surtout la tâche cathodique, où se présentent les ions positifs, fournissent ensemble l'essentiel de la chaleur. La tâche anodique, bombardée par les électrons est par contre à une température plus haute (3500°C) que celle de la tâche cathodique (2400°C).

Cette situation est permanente en courant continu ; elle s'inverse à chaque alternance en courant alternatif. Le réamorçage s'obtient dans la mesure où l'anode, devenue cathode, reste suffisamment chaude pour devenir émettrice.[23]

II.7.3.1 Propriétés générales :

Les électrodes de soudage sont constituées par :

- Une âme métallique dont le rôle est de conduire le courant et dont la fusion forme le métal déposé

- De l'enrobage disposé comme une gaine autour de l'âme et jouant le rôle des décapants dont il est question en soudure autogène ou en brasure dont la composition permet de remplir plusieurs rôles :

- ✓ Stabilité électrique de l'arc.
- ✓ Protection du métal en fusion.
- ✓ Apport d'éléments dans le métal déposé.

En approchant l'électrode de la pièce souder, il se crée un court-circuit : l'arc

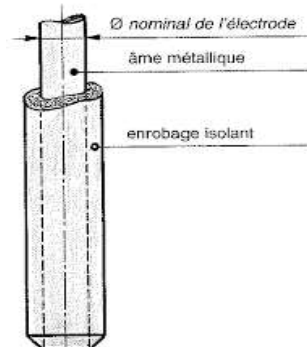


Figure II- 9: composition de l'électrode enrobé [19]

électrique, qui dégage une lumière intense et une forte chaleur, assure la fusion du métal des pièces souder et celle de l'électrode qui dépose ainsi du métal d'apport.

- Laitier solidifié.
- Laitier en fusion.
- Arc.
- Âme.
- Enrobage.
- Métal de base.
- Bain de fusion (cratère).

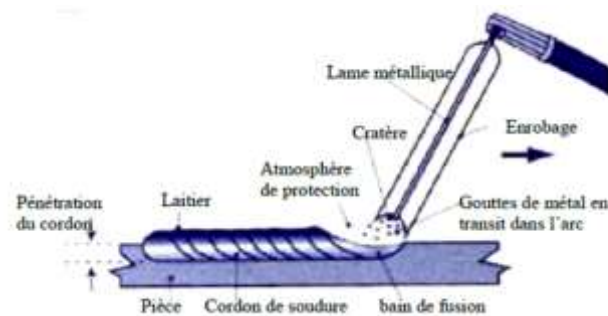


Figure II- 10 : Arc Electrode Enrobée [23]

- Métal solidifié (métal déposé + métal pièce).

II.7.3.2 Rôle de l'enrobage :

➤ Stabilité électrique de l'arc :

Les gaz émis lors de la fusion de l'enrobage facilitent l'ionisation, donc l'établissement de l'arc entre l'électrode et la pièce à souder. Lors du soudage en courant alternatif, cette ionisation permet de stabiliser l'arc malgré l'annulation de la tension à chaque phase.[11, 20]

➤ Protection du métal en fusion :

L'atmosphère créée lors de la fusion de l'enrobage isole le métal liquide de l'oxygène et de l'azote de l'air. Chaque goutte de métal est entourée d'une protection de laitier qui viendra ensuite surnager sur le bain de fusion en formant une couche protectrice pendant la solidification, ralentissant le refroidissement et permettant aussi le départ des gaz occlus.[11, 20]

➤ Apport d'éléments :

Au cours de la fusion, certains constituants plus volatils ont tendance à disparaître, comme le silicium, le manganèse, l'enrobage compense alors ces pertes. De surcroît, l'enrobage fournit des constituants nouveaux (molybdène, nickel...).Le laitier modifie également la tension superficielle du métal liquide, donnant au cordon une forme plus ou moins concave.[11, 20]

II.7.3.3 Types d'électrodes :

Les électrodes se définissent par le diamètre de l'âme et la nature chimique de l'enrobage.

Les diamètres normalisés sont :

1,25 - 1,6 - 3,15 - 4 - 5 - 6,3 mm

Les enrobages les plus utilisés sont :

- ✓ L'enrobage cellulosique
- ✓ L'enrobage basique.
- ✓ L'enrobage rutile.[11, 20]

II.7.3.4 Electrodes à enrobage cellulosique :

Les électrodes à enrobage cellulosique contiennent des produits volatils (cellulose de bois ou de coton), des silicates naturels et des ferro-alliages réducteurs. Leur combustion dégage un volume important de gaz réducteurs qui protègent le bain de fusion. Le laitier, peu volumineux, se détache facilement. Le métal déposé est affiné mais renferme beaucoup d'hydrogène (teneur généralement Supérieure à 10 ml par 100 g de métal fondu). Toutefois, ces

électrodes ne s'étuvent pas et doivent être conservées dans un local suffisamment humide. La résilience du métal déposé ainsi que la ductilité du joint sont plus basses que celles observées pour des électrodes à enrobage basique. Les électrodes à enrobage cellulosique nécessitent l'emploi de courant continu de façon à obtenir une bonne pénétration de l'arc et une vitesse de fusion élevée, les polarités conseillées étant les suivantes :

- **Première passe** : polarité négative à électrode.
- **Autres passes** : polarité indifférente.

Certaines électrodes peuvent cependant être utilisées en courant alternatif.

Une fusibilité et une stabilité d'arc satisfaisantes nécessitent des postes de soudage ayant des tensions à vide élevées (70 volts environ).[20]

II.7.3.5 Electrodes à enrobage basique :

Les électrodes à enrobage basique sont constituées de carbonates (Ca ou Mg) mélangés à des produits désoxydants, dénaturants, (ferro-alliages) et à des fondants (spath fluor...). Lorsque leurs enrobages sont parfaitement secs elles procurent des teneurs en hydrogène basses dans le métal déposé. Celui-ci est pur, à structure fine et exempt d'inclusions.

La quantité d'hydrogène est inférieure ou égale à 10 ml par 100 g de métal fondu. Certaines électrodes dites à basse teneur en hydrogène conduisent à une teneur encore plus basse, inférieure à 5 ml par 100 g de métal fondu. La résilience et l'allongement sont élevés. La fissibilité à froid ou à chaud est faible.

Le laitier compact, peu abondant est facile à détacher. Les enrobages basiques sont très hygroscopiques, de telles électrodes humides ne présentent pas les caractéristiques de basse teneur en hydrogène dans le métal déposé qui sont précisément celles recherchées par l'emploi de l'enrobage basique. Il est donc impératif que les conditions de stockage et d'étuvage soient conformes à celles indiquées par le fabricant.

Les électrodes à enrobage basique peuvent être utilisées en courant alternatif ou en courant continu où la fusion est meilleure. L'emploi de certaines électrodes est limité au courant continu.

Les polarités conseillées sont :

- **Première passe** : polarité négative à l'électrode.
- **Autres passes** : polarité positive à l'électrode.

Une tension à vide de 50 volts est suffisante sauf en courant alternatif où la tension à vide du générateur de courant devra toujours être supérieure ou égale à 75 volts.

Les électrodes à enrobage basique s'utilisent principalement en technique dite montante (le tube est axe horizontal, la progression de soudage va de bas en haut). Les Performances mécaniques du métal déposé sont obtenues au détriment de la maniabilité (cordon de pénétration moins profond, arc moins stable que pour une électrode à enrobage cellulosique). Le remède consiste à maintenir un arc court et à limiter la vitesse de soudage, de l'ordre de 0,1 à 0,2 cm/s, au lieu de 0,7 cm/s environ pour une électrode à enrobage cellulosique en technique dite descendante (progression du soudage de haut en bas) .[24]

II.7.3.6 Electrodes à enrobage rutile :

Les électrodes à enrobage rutile contiennent essentiellement de l'oxyde naturel de titane ainsi que des oxydes de fer, des ferro-alliages et silicates naturels. Grâce au pouvoir d'ionisation élevé de l'oxyde de titane, ces électrodes sont très malléables ; l'amorçage et la stabilité de l'arc sont plus faciles à assurer.

Le laitier visqueux se détache facilement, les caractéristiques mécaniques, notamment de résilience et d'allongement, dépendent de la teneur en ferro-alliages et sont plus faibles que celles obtenues avec les électrodes à enrobage basique. Leur emploi peut générer des risques d'inclusions, de soufflures pour toutes les passes. Ces électrodes peuvent s'employer en courant continu ou alternatif, en courant continu, la polarité directe est conseillée pour toutes les passes. Lorsque les enrobages comportent des additions de cellulose, ces électrodes peuvent aussi s'employer en technique descendante (enrobage rutilo-cellulosique).[24]

II .8 Effet des paramètres de soudage :

Les paramètres de soudage contrôlent la forme, les dimensions et les structures des régions chauffées du cordon de soudure. L'énergie nécessaire à la fusion du métal, qui dépend des paramètres puissance et vitesse de soudage, contrôle la vitesse de refroidissement. La vitesse de soudage régit directement la vitesse de croissance du front de solidification et donc également la forme du bain de fusion.

La structure et le mode de croissance des grains dépendent de l'apport calorifique linéaire. La croissance des grains devient plus rapide et donne lieu à une structure grossière

avec un apport calorifique croissant alors qu'une structure fine est obtenue avec une énergie linéaire modérée.

Ces paramètres affectent également les contraintes thermiques induites[25] qui s'appliquent sur la soudure et qui entraînent la formation de contraintes résiduelles et des distorsions géométriques.

II.9 Contraintes résiduelles dues au soudage

Les opérations de soudage génèrent différents types de contraintes résiduelles et de retraits. En théorie, ces deux phénomènes mécaniques peuvent exister l'un en l'absence de l'autre ce qui n'est pas le cas du soudage. En effet, pratiquement tout assemblage soudé fait apparaître à la fois des déformations et des contraintes permanentes.

Les contraintes résiduelles et les retraits sont dus aux phénomènes thermiques et métallurgiques mis en jeu dans la pièce soudée. Les principaux types de déformations résiduelles sont :

Les rétrécissements longitudinal et transversal, la flexion de distorsion, le flambement, la distorsion en V et la rotation de distorsion (Figure II.11) [19, 26]

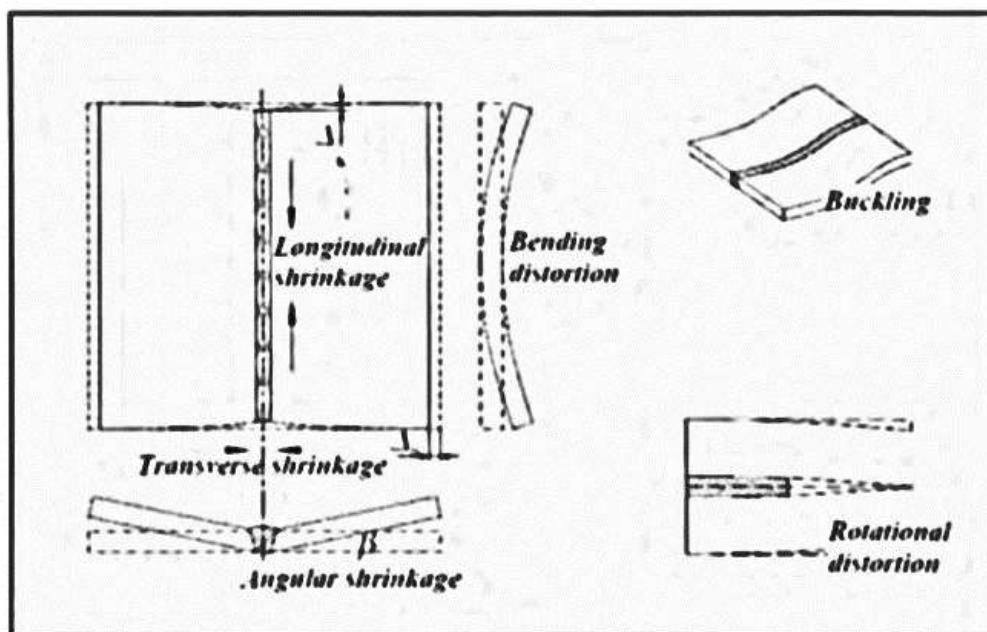


Figure II- 11: Types de retraits dus au soudage [19, 26]

La Figure II -12 montre l'allure typique des courbes de contraintes résiduelles dues au soudage en l'absence de changement de phase. Les contraintes résiduelles longitudinales le long de la ligne transversale centrale de la plaque sont montrées sur la figure (a) et les contraintes résiduelles transversales le long du cordon de soudure sont montrées sur la figure (b).

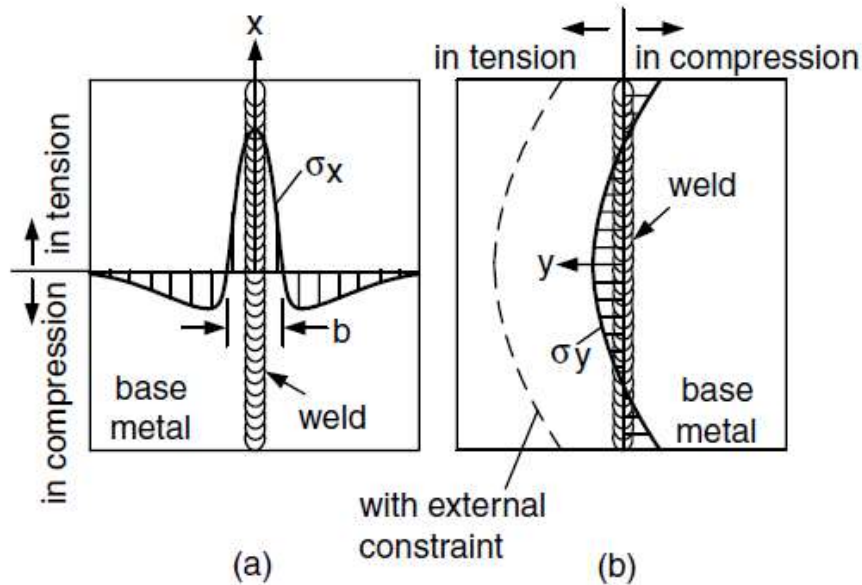


Figure II- 12: l'allure des courbes de contraintes résiduelles dues au soudage[1, 19]

L'origine des contraintes résiduelles de soudage est liée à la localisation de la source de chaleur et aux variations des propriétés mécaniques des matériaux en fonction de la température. On distingue deux sources de contraintes résiduelles.

Les contraintes résiduelles d'origine purement thermiques, qui proviennent du fait suivant : soumis à une élévation de température ΔT , un élément de la zone centrale chauffée devrait se dilater.

En réalité, cette expansion est très limitée puisque les parties froides avoisinantes jouent le rôle d'élément de bridage, l'élément est donc soumis à une compression de leur part.

Au refroidissement, la situation s'inverse : la zone centrale chauffée ne peut se rétracter librement, et est mise en tension par les zones avoisinantes.

Après refroidissement, les zones chauffées seront soumises à des contraintes résiduelles de traction. Figure II-13 .[11, 13]

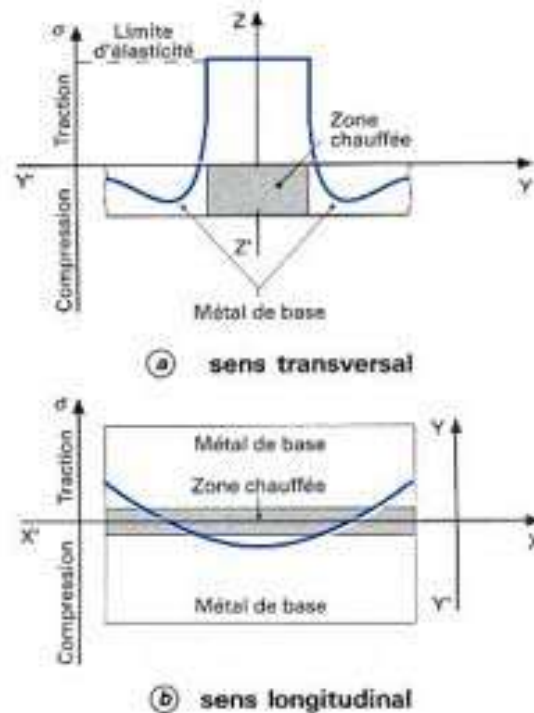


Figure II- 13: Répartition typique des contraintes résiduelles longitudinales et transversales au sein d'un joint soudé. [1, 13]

II .10 Interactions électrique, thermiques, métallurgiques et mécaniques :

Plusieurs phénomènes reflétant les interactions entre les évolutions thermiques, métallurgiques et mécaniques du matériau lors du soudage ont déjà été exposés, notamment, les variations des propriétés mécaniques et métallurgiques en fonction des températures, les déformations de transformation, les dilatations thermiques et la plasticité de transformation.

La Figure II.14 schématise, en guise de résumé, les couplages plus ou moins considérables qui existent entre ces trois évolutions physiques et dont l'explication est comme suit :

- Le champ de températures provoque les transformations de phases et les modifications microstructurales ;
- L'absorption et le dégagement des chaleurs latentes fait varier le champ de température. En outre, les propriétés thermiques changent en fonction de la composition métallurgique (ZAT) ;
- Les propriétés élastique et plastique du matériau, varient avec les modifications des compositions métallurgiques. De plus, aux déformations thermiques s'ajoutent les déformations de transformations et les déformations de plasticité de transformation ;

- Les états de contraintes font varier les cinétiques des modifications microstructurales et les températures auxquelles elles interviennent ;
- Le champ de températures provoque les déformations thermiques. D'autre part, les propriétés mécaniques sont fonction des températures ;
- Les déformations mécaniques, qui s'accompagnent par un dégagement de chaleur (dissipation intrinsèque), font varier les conditions thermiques aux frontières (gain et perte en chaleur) .[27]

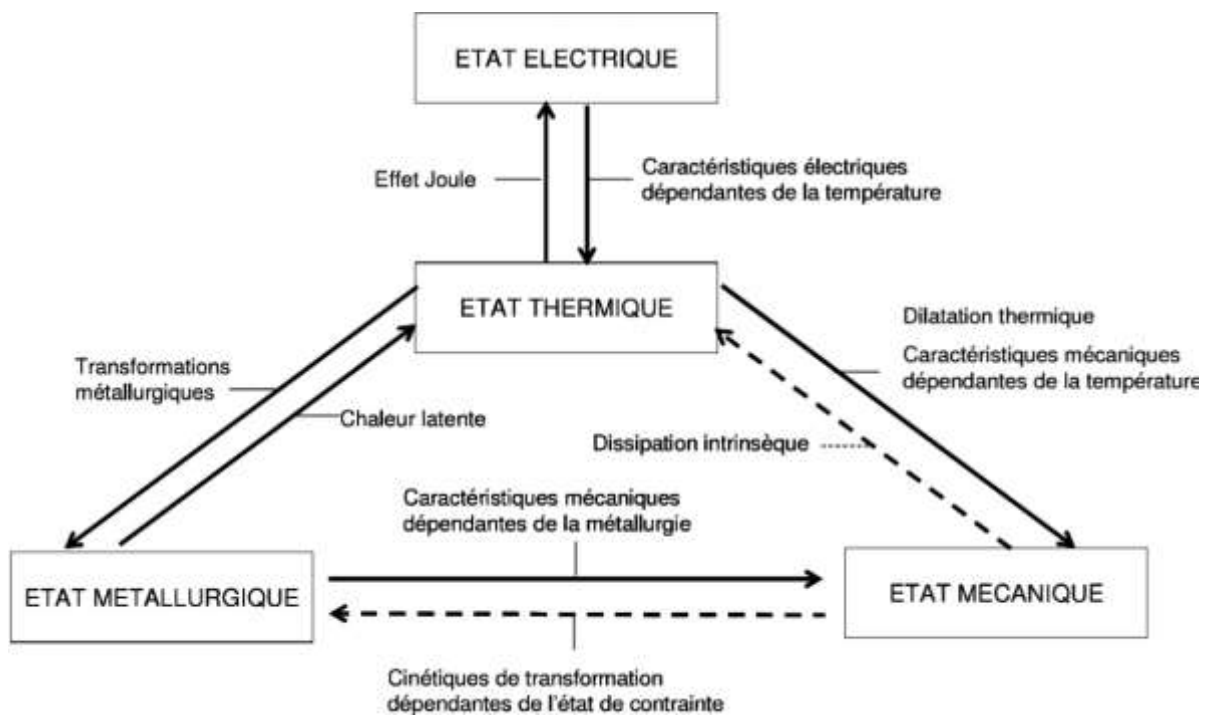


Figure II- 14:Phénomène due au soudage et leur interaction.[28]

II.11 Conclusion :

Le soudage étant défini comme un procédé d'assemblage, qui a pour but la création de la continuité métallurgique entre deux éléments métalliques de telle sorte que l'assemblage réalisé satisfait en tout point aux exigences relatives à ses propriétés.

L'étude et la connaissance métallurgiques de l'opération de soudage et l'interprétation de phénomène de soudage nous fait savoir que les caractéristiques de l'acier et du cordon de soudure (ZF, ZAT et MB) sont fonction de leurs structures (nature, dimension, morphologie, et répartition des constituants) et de leur composition chimique.

Qui dit soudure dit fusion ou chauffage intense des bords a assemblé ; il faut considérer que dans l'application des divers procédés de soudage le métal à unir va obligatoirement passer par un cycle thermique qui entraîne une diminution ou un changement de diverses propriétés que soit mécaniques, chimiques et autres initiales de notre matériau.

Références bibliographiques

-
- [1] Sun, Y., et al., Precipitation of Acicular Ferrite Pipeline Steel X70 in thermomechanically Controlled Processing [J]. *Material for Mechanical Engineering*, 2006. 30(8): p. 10-13.
-
- [2] Francois, D., et al., Comportement mécanique des matériaux-HERMES Matériaux composites-MASSON. *Nouvelle Revue Aeronautique Astronautique*, 1995(3): p. 80-87.
-
- [3] Hamide, M., Modélisation numérique du soudage à l'arc des aciers, 2008, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
-
- [4] Hicks, J.G., Conception des assemblages soudés. 1981.
-
- [5] Savage, W., E. Nippes, and E. Szekeres, Study of weld interface phenomena in a low alloy steel. *Welding Journal*, 1976. 55(9): p. 260.
-
- [6] Savage, W., Weld metal solidification mechanics. *WJ*, 1965. 44(4): p. 175S-181S.
-
- [7] DERFOUF, C.-E., Effet de la soudure sur la structure de l'acier, 2011, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER BISKRA.
-
- [8] Baeslack, W., J. Davis, and C. Cross, Selection and weldability of conventional titanium alloys. *ASM International, ASM Handbook.*, 1993. 6: p. 507-523.
-
- [9] LE MAITRE, F., Aspects métallurgiques du soudage du titane et de ses alliages: état de l'art. *Traitement thermique (Paris)*, 1990(241): p. 29-33.
-
- [10] Grong, O. and D.K. Matlock, Microstructural development in mild and low-alloy steel weld metals. *International Metals Reviews*, 1986. 31(1): p. 27-48.
-
- [11] Blondeau, R., Métallurgie et mécanique du soudage. 2001.
-
- [12] Barralis, J. and G. Maeder, Précis de Métallurgie Elaboration. Structures-Propriétés et Normalisation, 1997.
-
- [13] Murry, G., Soudage et soudabilité métallurgique des métaux. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, 1994(M715): p. M715. 1-M715. 35.
-
- [14] GRUMBACH, M., Technique de l'ingénieur, «. Aciers microalliés M, 2002. 4: p. 525.
-

-
- [15] Granjon, H., Bases métallurgiques du soudage. 1989.
-
- [16] Amri, B., effet d'hysteresis de la dilatation thermique sur les contraintes résiduelles dues au soudage, 2008, École de technologie supérieure.
-
- [17] Zaoui, M., Influence des traitements thermiques sur la rupture fragile des constructions soudées, cas des soudures épaisses. 2009.
-
- [18] Hom, t.C.C., "Plastic Déformation and Welding Simulation", Ph.D. Thesis Delft University of technology, 2002.
-
- [19] Kou, S., Welding metallurgy. New Jersey, USA, 2003: p. 431-446.
-
- [20] DARDEVET, Conception construction et exploitation des réseaux de transport de gaz soudage et contrôle 1996.
-
- [21] Handbook, A., Volume 6: Welding, Brazing and Soldering. ASM International, 1993. 2603.
-
- [22] Certainty, S.E., Métallographie des soudures. 08.03.2019.
-
- [23] Trinh, N.T., Application au procédé de soudage et de traitements thermiques sur la modélisation du comportement thermomécanique et métallurgique des aciers, 2008.
-
- [24] A/S, S., Application Notes « Essais de dureté et préparation d'échantillons » Maria Lindegren, 04.2010.
-
- [25] Ferdinand, C., Mise en oeuvre et caractérisation d'assemblages soudés par procédés TIG et laser de tôles d'alliages de titane réfractaires, 2005.
-
- [26] Pilipenko, A., Computer simulation of residual stress and distortion of thick plates in multielectrode submerged arc welding: Their mitigation techniques. 2001.
-
- [27] DESROCHES, X., Notice d'utilisation pour des calculs de soudage Date: 01/10/03.
-
- [28] Rossillon, F., Influence des conditions de soudage sur le comportement en fatigue d'un acier THR Dual Phase soudé par point, 2007.
-

CHAPITRE III

➤ *Matériaux et Techniques Expérimentales*

Chapitre III

Matériaux et Techniques Expérimentales

III.1 Introduction :

La caractérisation des cordons de soudure (zone fondue ZF et la zone affecter thermiquement ZAT) de l'acier X70 de pipeline, nécessite diverses techniques et méthodes. Un protocole d'essais a été suivis dont l'examen métallographique et cela afin de caractériser la morphologie de la microstructure, accompagné d'une microanalyse EDS par MEB et des analyses par DRX pour la caractérisation structurale, et quelques essais de dureté pour avoir une idée sur l'évolution grossière du module de YOUNG en fonction de l'application d'une série de traitements thermiques sur l'acier en question.

Dans ce chapitre nous présentons le matériau étudié et les différentes techniques appliquées pour la caractérisation structural du cordon de soudure.

III. 2 Matériau étudié :

Dans notre travail de thèse on a utilisé l'acier à haute limite d'élasticité HSLA X70 (pipeline industriel utilisé par SONATRAGH DML Laghouat), ces derniers ce classe dans le standard API 5L (Institut Américain du Pétrole Spécifier pour le pipeline) .[1]

Le tableau III. 1 présente la composition chimique des aciers en présentant les taux d'addition des éléments les plus importants en micro alliée ; à savoir le Niobium (0,03-0,08 % en masse), vanadium (max. 0,05 %) et titane (< 0,11 %). Selon la norme industrielle, la somme des taux des éléments (Nb+V+Ti) ne doit pas dépasser 0,22 % en masse.

Tableau III- 1: Composition chimique d'aciers étudié (% en masse) selon la norme standard API 5L

Acier	Carbone maxi % (1)	Manganèse maxi % (1)	Phosphore maxi %	Soufre maxi %	Niobium ; Vanadium et Titane %
X70 ¹	0,23	1,60	0,030	0,030	$\Sigma= 0,15$

(1) Selon la norme standard API 5 L

Analyse chimique

Une analyse chimique a été réalisée pour l'acier X70, par une spectrométrie à émission optique assisté par ordinateur type ARL-3460.

Tableau III- 2:Composition chimique de l'acier étudié (% en masse)

Acier	C	Mn	Si	p	S	Cr	Ni	Cu	Mo	V	Al	Ti	Nb	Sn	B	W
X70(%en Masse) x10 ⁻³	83	1530	9	10	1	30	11	10	2	33	32	16	66	16	3	2

Tableau III- 3:Propriétés mécaniques de l'acier étudié selon les normes standards (état brut)

Acier	Re [MPa]		Rm [MPa]	
	min	max	min	max
X70 ⁽¹⁾	482	621	565	758

(1) selon la norme standard API 5L

Re : limite d'élasticité [MPa]

Rm : résistance à la rupture [MPa].

III.3 Procédés de soudage :

L'opération de soudage est réalisée au niveau de service travaux DML SONATRACH Laghouat. Les soudures obtenues ont été réalisées, par un technicien qualifié, selon la procédure de soudage de la norme API 1104, en utilisant le procédé de soudage à l'arc électrique avec une électrode enrobée de type basique et cellulosiques. Selon le type de l'acier de pipeline (X70) et le procédé de soudage sera choisi le type de baguette. [2]

L'opération de soudage d'acier exige une préparation adéquate pour la propreté des bords à assembler (figure III 1). L'alignement des extrémités est réglé de façon à réduire au maximum les dénivelés entre les éléments à assembler. [1]

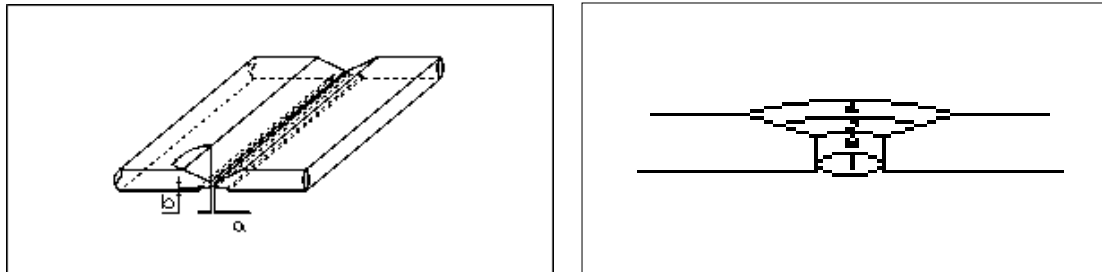
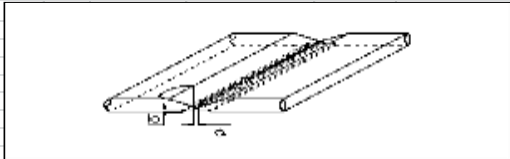
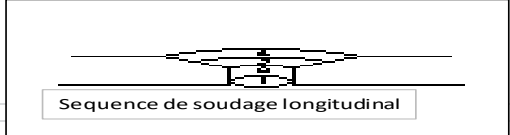
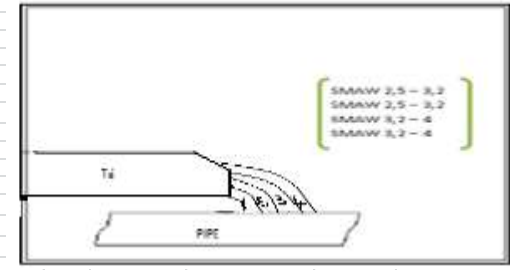


Figure III- 1: Joint bout à bout normal avec un chanfrein en V [1]

TITRE		SOUDAGE SUR CANALISATION EN SERVICE																																														
<p>Procédé (s) de soudage Soudage à l'arc avec électrode enrobée (SMAW)</p> <p>Raccord Joint Longitudinal (Soudure bout à bout)</p> <p>P355 NL1 EN 10028-3 ép=12mm Diam=20 pouces CEIW= 0,415 Limite Elastique Min 369 Mpa</p> <p>Métaux de base Joint circconférentiel (Soudure d'angle) Matière: API 5L X60 Diam=20 pouces; CEIW = 0,350 ép.= 8.74 mm Limite Elastique Min 455 Mpa</p> <p>Autres : * ASTM ou Norme équivalente ** Tous les aciers API 5L (y compris X70) *** Soudures d'angle (filet) : Tous les diamètres et toutes les épaisseurs.</p>		<p>Croquis de la conception du joint</p> <p>A - Joint longitudinal</p>   <p>Sequence de soudage longitudinal</p> <p>Type chanfrein V Angle 35° +/- 5° Talon b=1,6+/- 0,6 Écartement a=1,6 +/-1,6 Support envers. Nature : lame métallique Forme : plat Dimensions: 1-2 mm</p> <p>B - Joint circconférentiel (Soudure d'angle)</p>  <p>Type chanfrein V Angle 90° +/- 5° partie inférieure Angle 60° +/- 5° partie supérieure</p> <p>Préparation: Les bords à souder sont préparés d'origine. Ils sont débarrassés de tout excès d'oxyde, rouille, graisse ou peinture. Les passes sont seulement schématisées. Les dispositions exactes des passes dépendent des paramètres de soudage.</p> <p>Fixation: Méthode de fixation: Serrage et puis pointage Durée de fixation: définitive</p>																																														
<p>Métaux d'apport : (Selon AWS - ASTM)</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>PASSES</th> <th>Pénétr</th> <th>2ème passe</th> <th>Bourrage</th> <th>Finition</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Type</td> <td>E 8018 1</td> <td>E 8018 1</td> <td>E 8018 1</td> <td>E 8018 1</td> </tr> <tr> <td>AWS-SFA</td> <td>5.5</td> <td>5.5</td> <td>5.5</td> <td>5.5</td> </tr> <tr> <td>Groupe (API)</td> <td>3</td> <td>3</td> <td>3</td> <td>3</td> </tr> <tr> <td>Dimension</td> <td>2,5 - 3,2</td> <td>3,2 - 4</td> <td>3,2 - 4</td> <td>3,2 - 4</td> </tr> </tbody> </table> <p>Joints circconférentiels * 6,4mm < ép. < 12,7 mm. Diam de l'électrode doit être de 2,5 mm et 3,2 mm.</p> <p>Autres : Étuvage des électrodes : 300 - 350°C pendant 2h.</p> <p>Position de soudage :</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>PASSES</th> <th>Pénétr</th> <th>2ème passe</th> <th>Bourrage</th> <th>Finition</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Position</td> <td>45°</td> <td>45°</td> <td>45°</td> <td>45°</td> </tr> <tr> <td>Rot / Fixe</td> <td>Fixe</td> <td>Fixe</td> <td>Fixe</td> <td>Fixe</td> </tr> <tr> <td>Progres</td> <td>Mont</td> <td>Mont</td> <td>Mont</td> <td>Mont</td> </tr> </tbody> </table> <p>Note : Cette position d'essai qualifie le mode opératoire pour toutes les positions.</p>		PASSES	Pénétr	2ème passe	Bourrage	Finition	Type	E 8018 1	E 8018 1	E 8018 1	E 8018 1	AWS-SFA	5.5	5.5	5.5	5.5	Groupe (API)	3	3	3	3	Dimension	2,5 - 3,2	3,2 - 4	3,2 - 4	3,2 - 4	PASSES	Pénétr	2ème passe	Bourrage	Finition	Position	45°	45°	45°	45°	Rot / Fixe	Fixe	Fixe	Fixe	Fixe	Progres	Mont	Mont	Mont	Mont		
PASSES	Pénétr	2ème passe	Bourrage	Finition																																												
Type	E 8018 1	E 8018 1	E 8018 1	E 8018 1																																												
AWS-SFA	5.5	5.5	5.5	5.5																																												
Groupe (API)	3	3	3	3																																												
Dimension	2,5 - 3,2	3,2 - 4	3,2 - 4	3,2 - 4																																												
PASSES	Pénétr	2ème passe	Bourrage	Finition																																												
Position	45°	45°	45°	45°																																												
Rot / Fixe	Fixe	Fixe	Fixe	Fixe																																												
Progres	Mont	Mont	Mont	Mont																																												

TITRE		SOUDAGE SUR CANALISATION EN SERVICE																																																																																																																																																																																							
<p>Technique d'exécution du joint et caractéristiques électriques Soudure Bout à Bout</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>PASSES</th> <th colspan="2">Pénétration</th> <th colspan="2">2ème Passe</th> <th colspan="2">Bourrage</th> <th colspan="2">Finition</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Procédé soudage</td> <td colspan="2">SMAW</td> <td colspan="2">SMAW</td> <td colspan="2">SMAW</td> <td colspan="2">SMAW</td> </tr> <tr> <td>Position soudage</td> <td colspan="2">45°</td> <td colspan="2">45°</td> <td colspan="2">45°</td> <td colspan="2">45°</td> </tr> <tr> <td>Courant et Polarité</td> <td colspan="2">CC (+)</td> <td colspan="2">CC (+)</td> <td colspan="2">CC (+)</td> <td colspan="2">CC (+)</td> </tr> <tr> <td>Métal Apport</td> <td colspan="2">E 8018-1</td> <td colspan="2">E 8018-1</td> <td colspan="2">E 8018-1</td> <td colspan="2">E 8018-1</td> </tr> <tr> <td>Ø Electrode (mm)</td> <td colspan="2">2,5 - 3,2</td> <td colspan="2">2,5 - 3,2</td> <td colspan="2">3,2 - 4</td> <td colspan="2">3,2 - 4</td> </tr> <tr> <td>Ampérage (A)</td> <td>80</td> <td>120</td> <td>80</td> <td>120</td> <td>110</td> <td>180</td> <td>110</td> <td>180</td> </tr> <tr> <td>Voltage (V)</td> <td>22</td> <td>25</td> <td>22</td> <td>25</td> <td>22</td> <td>26</td> <td>22</td> <td>26</td> </tr> <tr> <td>Vitesse de soudage (mm/min)</td> <td>49</td> <td>80</td> <td>49</td> <td>80</td> <td>80</td> <td>100</td> <td>80</td> <td>100</td> </tr> <tr> <td>Apport calorifique (KJ/mm)</td> <td>2,16</td> <td>3,67</td> <td>2,16</td> <td>3,67</td> <td>1,82</td> <td>3,51</td> <td>1,82</td> <td>3,51</td> </tr> </tbody> </table> <p>Soudure d'Angle</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>PASSES</th> <th colspan="2">Pénétration</th> <th colspan="2">2ème Passe</th> <th colspan="2">Bourrage</th> <th colspan="2">Finition</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Procédé soudage</td> <td colspan="2">SMAW</td> <td colspan="2">SMAW</td> <td colspan="2">SMAW</td> <td colspan="2">SMAW</td> </tr> <tr> <td>Position soudage</td> <td colspan="2">45°</td> <td colspan="2">45°</td> <td colspan="2">45°</td> <td colspan="2">45°</td> </tr> <tr> <td>Courant et Polarité</td> <td colspan="2">CC (+)</td> <td colspan="2">CC (+)</td> <td colspan="2">CC (+)</td> <td colspan="2">CC (+)</td> </tr> <tr> <td>Métal Apport</td> <td colspan="2">E 8018-1</td> <td colspan="2">E 8018-1</td> <td colspan="2">E 8018-1</td> <td colspan="2">E 8018-1</td> </tr> <tr> <td>Ø Electrode (mm)</td> <td colspan="2">2,5 - 3,2</td> <td colspan="2">2,5 - 3,2</td> <td colspan="2">3,2 - 4</td> <td colspan="2">3,2 - 4</td> </tr> <tr> <td>Ampérage (A)</td> <td>80</td> <td>150</td> <td>80</td> <td>150</td> <td>100</td> <td>180</td> <td>100</td> <td>180</td> </tr> <tr> <td>Voltage (V)</td> <td>22</td> <td>26</td> <td>22</td> <td>26</td> <td>22</td> <td>26</td> <td>22</td> <td>26</td> </tr> <tr> <td>Vitesse de soudage (mm/min)</td> <td>60</td> <td>100</td> <td>60</td> <td>100</td> <td>60</td> <td>100</td> <td>60</td> <td>100</td> </tr> <tr> <td>Apport calorifique (KJ/mm)</td> <td>1,06</td> <td>3,90</td> <td>1,06</td> <td>3,90</td> <td>1,32</td> <td>4,68</td> <td>1,32</td> <td>4,68</td> </tr> </tbody> </table> <p>Les essais d'homologation de la procédure son API 1104 (Annexe B Soudage en Service)</p> <p>Les pratiques de soudage doivent suivre les restrictions du code: API 2201</p>		PASSES	Pénétration		2ème Passe		Bourrage		Finition		Procédé soudage	SMAW		SMAW		SMAW		SMAW		Position soudage	45°		45°		45°		45°		Courant et Polarité	CC (+)		CC (+)		CC (+)		CC (+)		Métal Apport	E 8018-1		E 8018-1		E 8018-1		E 8018-1		Ø Electrode (mm)	2,5 - 3,2		2,5 - 3,2		3,2 - 4		3,2 - 4		Ampérage (A)	80	120	80	120	110	180	110	180	Voltage (V)	22	25	22	25	22	26	22	26	Vitesse de soudage (mm/min)	49	80	49	80	80	100	80	100	Apport calorifique (KJ/mm)	2,16	3,67	2,16	3,67	1,82	3,51	1,82	3,51	PASSES	Pénétration		2ème Passe		Bourrage		Finition		Procédé soudage	SMAW		SMAW		SMAW		SMAW		Position soudage	45°		45°		45°		45°		Courant et Polarité	CC (+)		CC (+)		CC (+)		CC (+)		Métal Apport	E 8018-1		E 8018-1		E 8018-1		E 8018-1		Ø Electrode (mm)	2,5 - 3,2		2,5 - 3,2		3,2 - 4		3,2 - 4		Ampérage (A)	80	150	80	150	100	180	100	180	Voltage (V)	22	26	22	26	22	26	22	26	Vitesse de soudage (mm/min)	60	100	60	100	60	100	60	100	Apport calorifique (KJ/mm)	1,06	3,90	1,06	3,90	1,32	4,68	1,32	4,68				
PASSES	Pénétration		2ème Passe		Bourrage		Finition																																																																																																																																																																																		
Procédé soudage	SMAW		SMAW		SMAW		SMAW																																																																																																																																																																																		
Position soudage	45°		45°		45°		45°																																																																																																																																																																																		
Courant et Polarité	CC (+)		CC (+)		CC (+)		CC (+)																																																																																																																																																																																		
Métal Apport	E 8018-1		E 8018-1		E 8018-1		E 8018-1																																																																																																																																																																																		
Ø Electrode (mm)	2,5 - 3,2		2,5 - 3,2		3,2 - 4		3,2 - 4																																																																																																																																																																																		
Ampérage (A)	80	120	80	120	110	180	110	180																																																																																																																																																																																	
Voltage (V)	22	25	22	25	22	26	22	26																																																																																																																																																																																	
Vitesse de soudage (mm/min)	49	80	49	80	80	100	80	100																																																																																																																																																																																	
Apport calorifique (KJ/mm)	2,16	3,67	2,16	3,67	1,82	3,51	1,82	3,51																																																																																																																																																																																	
PASSES	Pénétration		2ème Passe		Bourrage		Finition																																																																																																																																																																																		
Procédé soudage	SMAW		SMAW		SMAW		SMAW																																																																																																																																																																																		
Position soudage	45°		45°		45°		45°																																																																																																																																																																																		
Courant et Polarité	CC (+)		CC (+)		CC (+)		CC (+)																																																																																																																																																																																		
Métal Apport	E 8018-1		E 8018-1		E 8018-1		E 8018-1																																																																																																																																																																																		
Ø Electrode (mm)	2,5 - 3,2		2,5 - 3,2		3,2 - 4		3,2 - 4																																																																																																																																																																																		
Ampérage (A)	80	150	80	150	100	180	100	180																																																																																																																																																																																	
Voltage (V)	22	26	22	26	22	26	22	26																																																																																																																																																																																	
Vitesse de soudage (mm/min)	60	100	60	100	60	100	60	100																																																																																																																																																																																	
Apport calorifique (KJ/mm)	1,06	3,90	1,06	3,90	1,32	4,68	1,32	4,68																																																																																																																																																																																	

Figure III- 2:Fiche technique de soudage

Les figures III. 3 Présente les étapes de procédure de soudage de X70



Figure III- 3:procédure de soudage de X70

III.4 Électrodes de soudage :

Selon les normes standards API ; le soudage à l'arc électrique est effectué à l'aide des électrodes enrobées de type basique et cellulosiques.[3] L'assemblage de l'acier X70 ce fait en quatre passes ; celle de la pénétration se fait par une électrode cellulosique et les trois autres passes se font par électrode basique. Le premier passe de pénétration l'électrode cellulosique utilisée et E6010 pour les autres passes l'électrode basique utilisé et E7018 (norme API 1104).

La figure III- 4 présente l'ensemble d'électrodes, four et post de soudure utiliser l'hors de l'opération de soudage.

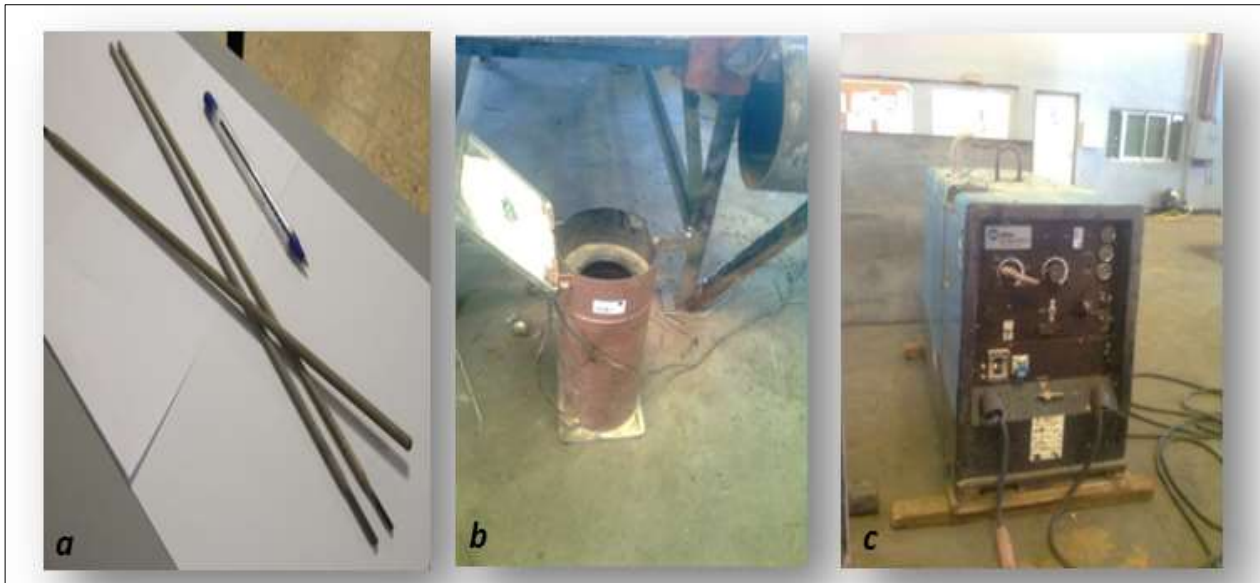


Figure III- 4: a) Electrode enrobé, b) Four pour les électrodes, c) Poste de soudure (DML SONATRAGH - Laghouat)

III.4.1 Composition chimique et caractéristiques des électrodes :[1]

➤ **Électrode cellulosique E6010**

➤ **Composition chimique (métal déposé)**

	C	Mn	Si
Valeur type en %	0,10	0,60	0,20

Caractéristiques mécaniques (métal déposé)

Rm(MPa)	Rp(MPa)	A 5d(%)	KV(J)
470-560	≥380	≥24	≥47 à -30

➤ **Électrodes basiques E 7018:**

➤ **Composition chimique (métal déposé)**

	C	Mn	Si	P	S
Valeur type en %	0,08	1,20	0,40	≤0,02	≤0,015

Caractéristiques mécaniques (métal déposé)

Rm(MPa)	Rp(MPa)	A 5d(%)	KV(J)
510-610	≥ 420	≥ 24	≥ 90 à -40

III.4.2 Découpage et préparation des échantillons :

La préparation des échantillons est divisée en deux parties, la première a été réalisée à l'atelier de SONATRACH DML Laghouat (découpage grossier) et la deuxième partie dans le laboratoire de mécanique à l'université de Laghouat (découpage de finition) figure III.5. Les échantillons sont traités thermiquement suivant un protocole de traitement thermique de relaxation bien défini.

Les échantillons destinés à la mesure de la dureté et l'observation métallographique ainsi que les analyses par diffraction des rayons X et la microanalyse EDS par microscope électronique à balayage, ont été découpés transversalement comme le présente le schéma de la figure III-6.

➤ Dimension des échantillons :

Chaque échantillon découpé en deux, aux dimensions suivantes (60 mm x 12, 70 mm x 5 mm).

- ✓ Une partie destinée à la mesure de dureté à pour dimensions (30mm x 12, 7mm x 5 mm).
- ✓ Une partie destinée à la préparation métallographique, microanalyse par EDS et diffraction de rayons X, découpé en échantillons de dimensions (4mm x 6,35 mm x 5mm).



Figure III- 5: a et b) Decoupage grossier des échantillons, c) Tronçonneuse pour découpage de finition, d) Echantillon pour mesure de dureté, observation métallographique et EDS par MEB

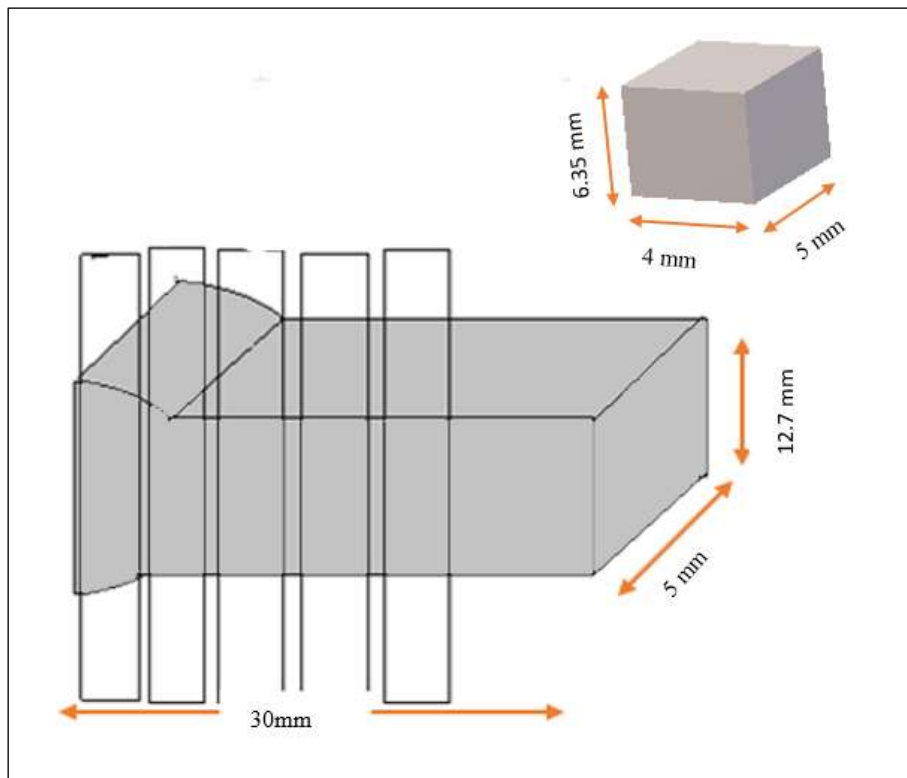


Figure III- 6: Schéma des échantillons destinés à la mesure de la dureté et l'observation métallographique ainsi que les analyses par diffraction des rayons X et la microanalyse EDS par microscope électronique à balayage .

III 5. Traitement thermique :

Les traitements thermiques se définissent comme étant « l'ensemble des opérations de chauffage et de refroidissement contrôlé » appliqués à des métaux et alliages. De manière générale, les traitements thermiques agissent au niveau microstructural des métaux (matrice, précipités, distribution, etc.). Ils permettent de modifier les propriétés mécaniques (en les augmentant ou en les diminuant), les propriétés physiques (par exemple, les conductibilités thermiques et électriques) et les propriétés chimiques (par exemple, la résistance en corrosion).[4]

Les traitements thermiques sont constitués par un certain nombre d'opérations combinées de chauffage et de refroidissement ayant pour but:[5]

- D'améliorer les caractéristiques des matériaux et rendre ceux-ci plus favorables à un emploi donné, à partir des modifications suivantes :
 - Augmentation de la résistance à la rupture et de la limite élastique R_m , R_e , A % en donnant une meilleure tenue de l'élément.
 - Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs.
- De régénérer un métal qui présente un grain grossier (affiner les grains, homogénéiser la structure) cas des matériaux ayant subi le forgeage.
- De supprimer les tensions internes (écrouissage) des matériaux avant subit une déformation plastique à froid (emboutissage, fluotournage).

III 5.1 Cycle d'un traitement thermique :

Les traitements thermiques sont des opérations qui consistent à faire varier la température des métaux qui reste néanmoins à l'état solide. La variation de la température en fonction du temps est appelée cycle thermique (chauffage, maintien et refroidissement).

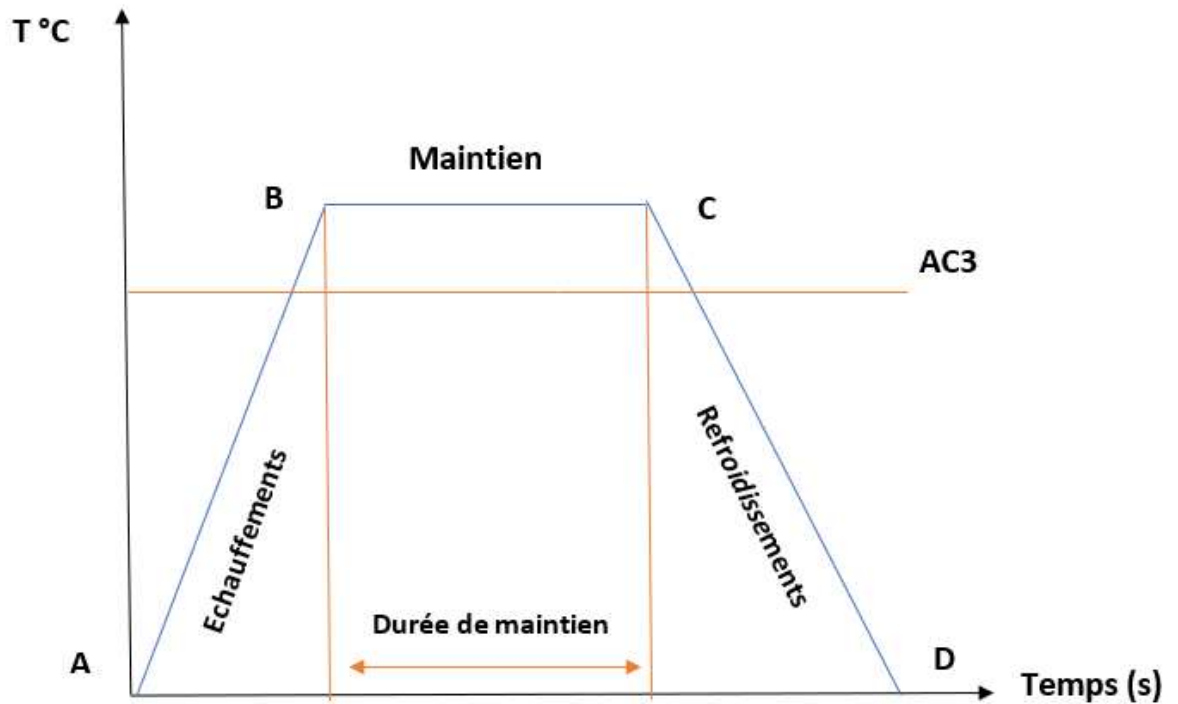


Figure III- 7: Cycle thermique de Traitement thermique

- AB : L'échauffement à des températures supérieures aux températures de transformation (par exemple : AC3).
- BC : Maintient à une température définie.
- CD : Refroidissement avec une vitesse donnée :
 - lente (dans le four, à l'air).
 - Assez rapide (dans l'huile).
 - Très rapide (dans l'eau).

Dans notre cas d'études on va appliquer deux protocoles différentes figure III.6 et figure III.7. Le premier protocole consiste à changer la température de traitement thermique (450°C ,500°C,550°C,600°C et 650°C) et fixer le temps de maintien (2 heures) , par contre le deuxième protocole consiste a fixer la température de traitement thermique (550°C) et varier le temps de maintien (2H,3H,4H et 5H) .

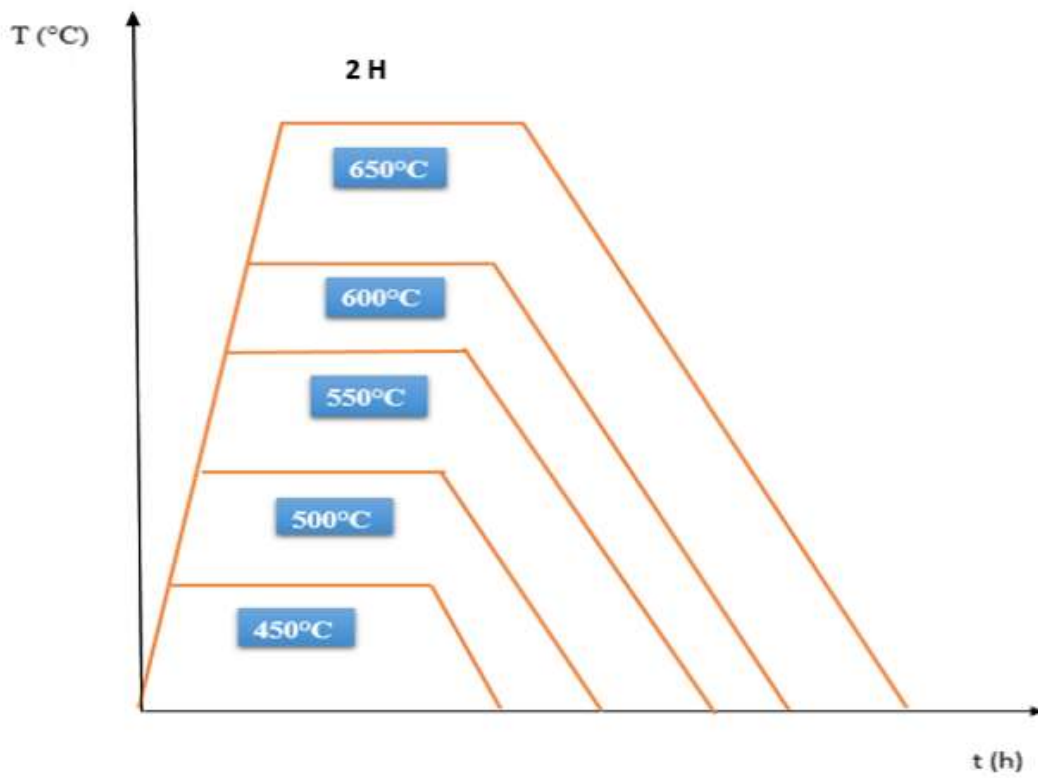


Figure III- 8: Cycle d'un traitement thermique (1er protocole)

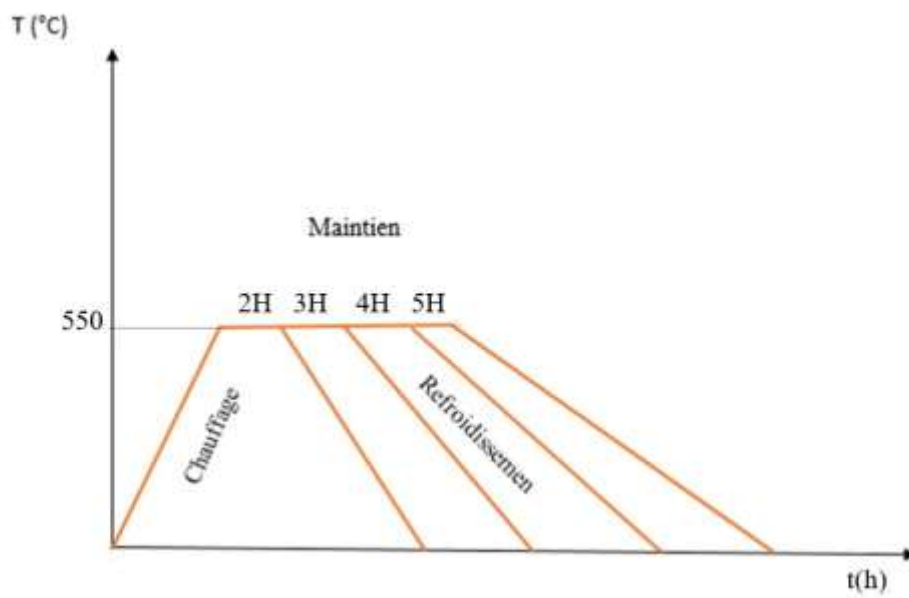


Figure III- 9: Cycle d'un traitement thermique (2eme protocole)



Figure III- 11:Four VECSTAR LDT
(laboratoire mécanique)



Figure III- 10:Échantillon sortis de four
(laboratoire mécanique)

Un échantillon à l'état brute a été gardé comme référence ; le reste des échantillons a été soumis à un traitement d'homogénéisation et relaxation avec une température qui varie de 450°C, 500°C, 550°C, 600°C et à 650°C pendant des temps de maintien fixe de 2 heures (1^{er} protocole) et des traitements thermiques de temps de maintien 2 heures, 3 heures, 4 heures et 5 heures pour une température de maintien fixe à 550°C (protocole 2) suivi d'un refroidissement très lent à l'air.

III.6 Examen métallographique et attaque chimique :

L'examen métallographique consiste à visualiser la microstructure du cordon de soudure, en réalisant sur un échantillon bien poli. Le but est la caractérisation de la morphologie structurale de l'acier X70 ; dans notre cas c'est de mettre en évidence la limitation des zones (cordon de soudure, ZAT et métal de base) ainsi que l'état de l'homogénéisation.

L'examen métallographique nécessite au préalable une attaque chimique appropriée à chaque nuance pour mettre en évidence la morphologie structurale. Cette opération donne une différence de nuance entre les différentes phases, car elle est directement liée à la différence de vitesse de réaction des constituants selon l'orientation cristallographique de chaque phase. Le réactif chimique utilisé dans notre cas (X70 acier micro allié) est le Nital dont la composition est 4 % (4 ml d'acide nitrique et 100 ml d'éthanol), une fois étalée sur la surface de l'échantillon, à un temps de maintien respecté ; cette opération doit être suivie d'un rinçage à l'eau distillée.

III.6.1 Préparation des échantillons :

Suite au protocole de traitements thermique réalisé sur différents échantillons, préparer au sein de laboratoire de mécanique tout on passant par une préparation métallographique des échantillons (enrobage, polissage,...ect) pour observation microscopique ,microanalyse EDS par EDS et diffractions des rayons X



Figure III- 12: a) Enrobeuse a chauds, b) Echantillon enrobé pour observation micrographique



Figure III- 13: microscope optique MEIJI TECHNO CO LTD (laboratoire de recherche mécanique)

III.7 Microscopie Électronique à Balayage MEB :

Lorsqu'un faisceau d'électrons accélérés rencontre un objet massif, leurs interactions produisent divers types de rayonnements figure 14-a, exploitables pour l'étude de la topographie et de la composition de la surface de l'objet. Dans un Microscopie Électronique à Balayage (MEB, figure -14b), le faisceau d'électrons balaye en X et Y un rectangle de la surface de l'échantillon ; de manière synchronisée, le faisceau d'un écran cathodique forme une image dont l'intensité en chaque point est modulée par un signal en provenance de la surface de l'échantillon, recueilli par divers détecteurs.

- Soit le signal des électrons rétrodiffusés, qui proviennent d'interactions élastiques avec l'échantillon ; son intensité croît avec le numéro atomique des éléments contenus dans l'échantillon.
- Soit le signal des électrons secondaires, réémis par les atomes de l'échantillon à l'issue de chocs inélastiques ; son intensité est surtout fonction de l'orientation locale de la surface de l'échantillon.
- Soit le signal des rayons X, dont l'énergie est caractéristique de la nature des éléments présents dans l'échantillon ; l'acquisition de ce signal nécessite un comptage de longue durée du spectre d'énergie des rayons X réémis.
- L'énergie des électrons Auger est également caractéristique des éléments chimiques présents à l'extrême surface de l'échantillon, et en permet un dosage précis; ce dosage est généralement effectué dans un spectromètre spécialement conçu .

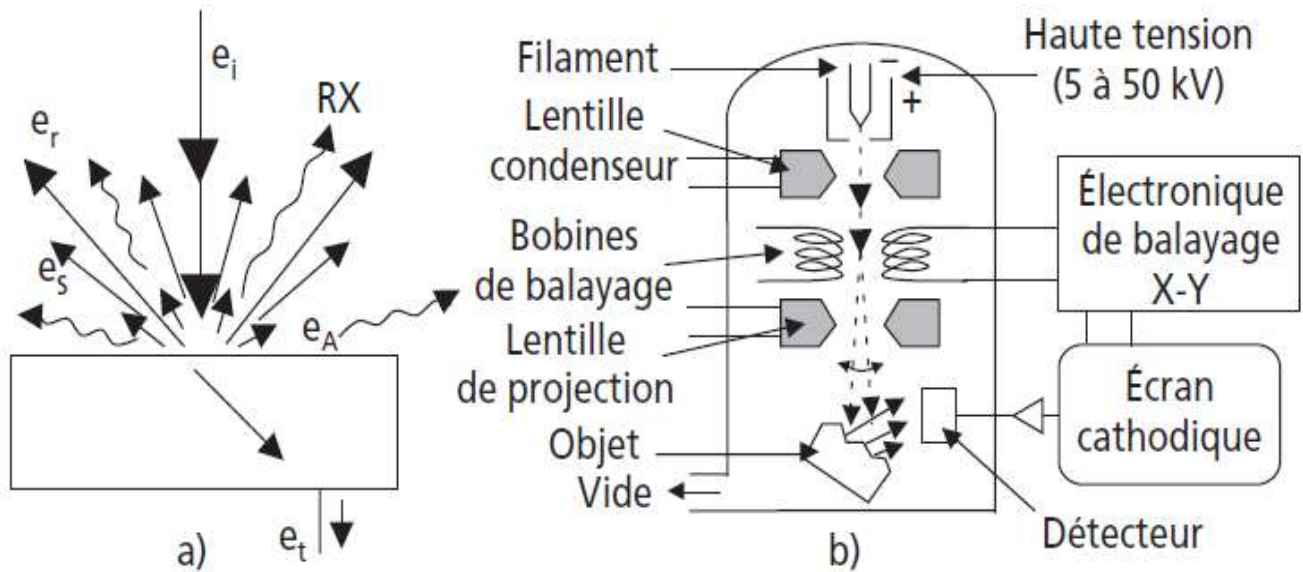


Figure III- 14 : a) Interactions entre un faisceau d'électrons incidents (e_i) et la surface d'un échantillon (e_r : électrons rétrodiffusés ; e_s : électrons secondaires ; e_A : électrons Auger; e_t : électrons transmis; RX : émission de rayons X par fluorescence). b) Schéma de principe d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB). [5]

Les images obtenues offrent donc diverses possibilités de détection (topographie, composition...) et se caractérisent par une grande profondeur de champ. L'examen d'un échantillon au MEB ne demande pas de préparation spéciale mais nécessite cependant que l'échantillon soit conducteur de l'électricité, faute de quoi il accumule progressivement les charges électriques au cours de l'observation. Les échantillons non métalliques doivent donc être revêtus d'un film conducteur déposé par évaporation (C amorphe, Au...).[5]

III. 7.1 Description Microscopie Électronique à Balayage MEB :

Le microscope à balayage JSM-5400 peut être utilisé pour l'observation de toute la zone d'échantillons de grande taille jusqu'à 5 pouces de diamètre en les faisant tourner. Toute la série d'opérations, y compris l'évacuation sous vide, l'observation d'images, la mise au point et la photographie, a été automatisée. De plus, la fourniture d'une image fixe traitée numériquement permet une observation très facile des images même dans une pièce lumineuse, ce qui rend le JSM-5400 d'une opérabilité exceptionnelle.

Une autre caractéristique du JSM-5400 est qu'un spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie (EDS) et un spectromètre à rayons X à dispersion de longueur d'onde (WDS) peuvent être attachés à la chambre de l'échantillon en même temps. Le JSM-5400 est un microscope électronique à balayage polyvalent de haute performance capable d'étendre son utilité de l'observation morphologique à l'analyse élémentaire figure III-15.[6]

Caractéristiques[6]:

Performance

Résolution	4,0 nm (à 30 kV, WD = 8 mm), Mode SEI (image électronique secondaire)
Magnification	x15 (WD = 48 um) à 200,000 (25 étapes) Indication numérique
Modes d'image	Image électronique secondaire (SEI) Image électronique rétrodiffusée (BEI)

EOS (système optique électronique)

Tension accélératrice

(Acc.V.):	0,5 à 30 kV 0,5 à 3 kV, 0,1 kV / pas (26 pas) 5 à 30 kV, 5 kV / pas (6 pas) La fonction d'élimination de l'hystérésis est liée pour
Mode AUTO:	Sélection automatique des 2 gammes suivantes: Pour un Acc.V. élevé (2,1 à 30 kV) Pour faible Acc.V. (0,3 à 2 kV)
Mode MAN:	variable en continu manuellement
Alignement:	type de déviation électromagnétique

Système d'affichage

Affichage d'agrandissement	x15 à 200,00 0 (Sur LCD et CRT en mode PIC1 uniquement)
CRT d'observation:	2 un CRT vert de 9 pouces
Taille du cadre:	135 x 18G mm (mode TV)
Contrôle de qualité d'image	Contrôle manuel: système d'exposition rapide (affichage sur CRT) Contrôle automatique : contrôle automatique du contraste et de la luminosité (ACB) intégré



Figure III- 15 : Le microscope à balayage JOEL JSM-5400 (centre CMRDI EGYPT)

III. 7.2 Protocole d'une microanalyse X (EDS sur MEB) :

L'ordre des opérations d'analyse des échantillons et le suivant :

- 1) Mise en place de l'objet.
- 2) Obtention d'une image MEB.
- 3) Positionnement de la diode et paramètres d'analyse.
- 4) Choix de la plage analysée.
- 5) Acquisition du spectre.
- 6) Identification des éléments présents.
- 7) Calcul des concentrations.



Figure III- 16 : Préparation des échantillons pour la microanalyse EDS sur MEB

III.8 Analyse par diffraction des rayons X :

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre 0,1 Å et 10 Å. Les rayons X utilisés en radiocristallographie ont des longueurs d'onde voisines de 1 Å, ordre de grandeur des distances interatomiques dans les cristaux métalliques.

Quand un faisceau de rayons X tombe sur un matériau métallique, une partie du faisceau pénètre dans le matériau ; elle est, pour une part, transmise (si l'échantillon est suffisamment mince) et, pour l'autre part, absorbée. L'autre partie du faisceau est diffusée, c'est-à-dire réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde que le rayonnement incident, dans des directions différentes de celles du faisceau incident. Ce dernier phénomène est à la base de la diffraction des rayons X par les cristaux. [7]

III.8.1 Conditions de diffraction des rayons X. Loi de Bragg :

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatiques (de longueur d'onde λ) tombe sur un matériau métallique, une partie du faisceau est diffusée par les atomes du cristal, c'est-à-dire réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. Pour que l'intensité du rayonnement X réémis soit observable, il faut que les rayonnements diffusés par les différents atomes du cristal soient en phase et forment ainsi un faisceau diffracté [ting]. Cette condition de diffraction est connue sous le nom de loi de Bragg.

L'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière donne naissance à une émission dans toutes les directions d'un rayonnement de même longueur d'onde et de phase cohérente. Ce phénomène de diffusion conduit à des ondes d'amplitude très faible dans le cas de la diffusion par un électron ou un atome. En revanche, la diffusion par la matière, c'est-à-dire un ensemble d'atomes, entraîne une interférence des ondes cohérentes diffusées par chaque atome. Cette onde, dite diffractée, dépend de la structure atomique de la matière. Les directions pour lesquelles les ondes émises sont en phase sont régies par les conditions de Laue.[8]

Dans le cas d'échantillons en poudres formés de très petits cristaux orientés aléatoirement, la direction du faisceau diffracté est donnée par la loi de Bragg. Celle-ci peut être déduite des conditions de Laue, mais également être vérifiée par analogie à la réflexion en considérant une famille de plans inter réticulaires figure III-17, désignés par les indices de Miller ($\mathbf{h}, \mathbf{k}, \mathbf{l}$).

Par simple trigonométrie, on a les relations :

$$AB + CB = 2 d \sin \theta \quad (\text{III.1})$$

et

$$AB + CB = n \lambda \quad (\text{III.2})$$

Avec d distance inter réticulaire séparant deux plans de même famille ($\mathbf{h}, \mathbf{k}, \mathbf{l}$), λ longueur d'onde du rayonnement diffracté, n l'ordre de diffraction (nombre entier) d'où la loi de Bragg :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (\text{III.3})$$

Les directions des faisceaux diffractés dépendent des dimensions du réseau cristallin ; par exemple, pour un système cubique de paramètre a , la distance inter-réticulaire d est égale à :

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (\text{III.4})$$

Et, par conséquent, l'équation de Bragg pour un système cubique s'écrit :

$$n\lambda = \frac{2a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \sin \theta \quad (\text{III.5})$$

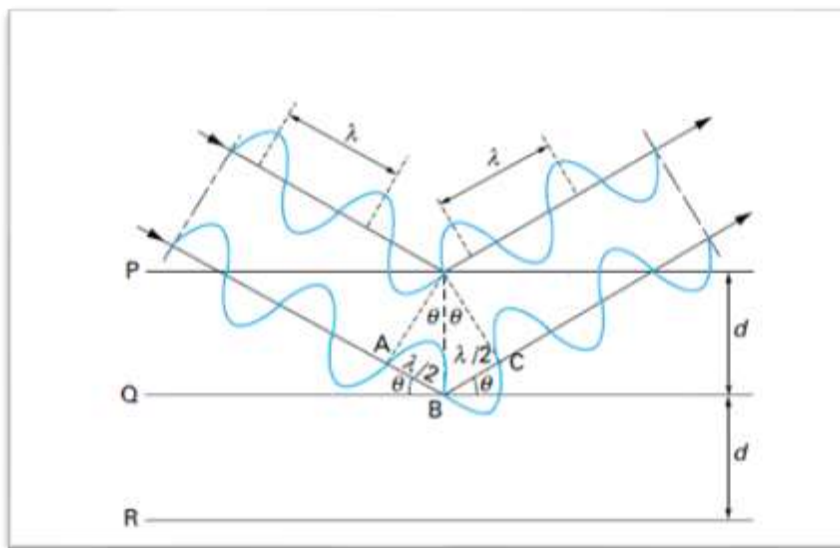


Figure III- 17: Géométrie expliquant la loi de Bragg par analogie à la réflexion [7]

III. 8.2 Description de diffractomètre :

Il s'agit d'un diffractomètre de la compagnie PHILIPS, il est composé d'une source de rayons X, d'un porte échantillon et d'un détecteur à rayons X qui enregistre l'intensité lumineuse diffractée en fonction de l'angle de diffraction. L'acquisition des données se fera sur ordinateur grâce à un logiciel réalisé.

Les mesures de diffractions sont effectuées en sein de laboratoire de diffraction des rayons X par un diffractomètre θ - 2θ Phillips assisté par le logiciel d'acquisition X'PERT. Les rayons X sont émis par une anode de Cu $\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$. Les paramètres opératoires pour tous les échantillons sont 40 kV et 50 mA avec un pas de 0.02° et un temps de fixation de

1seconde pour chaque pas. Le balayage est effectué sur une plage 2θ de (20° - 130°) avec rotation et un temps total de 1heure :31min.

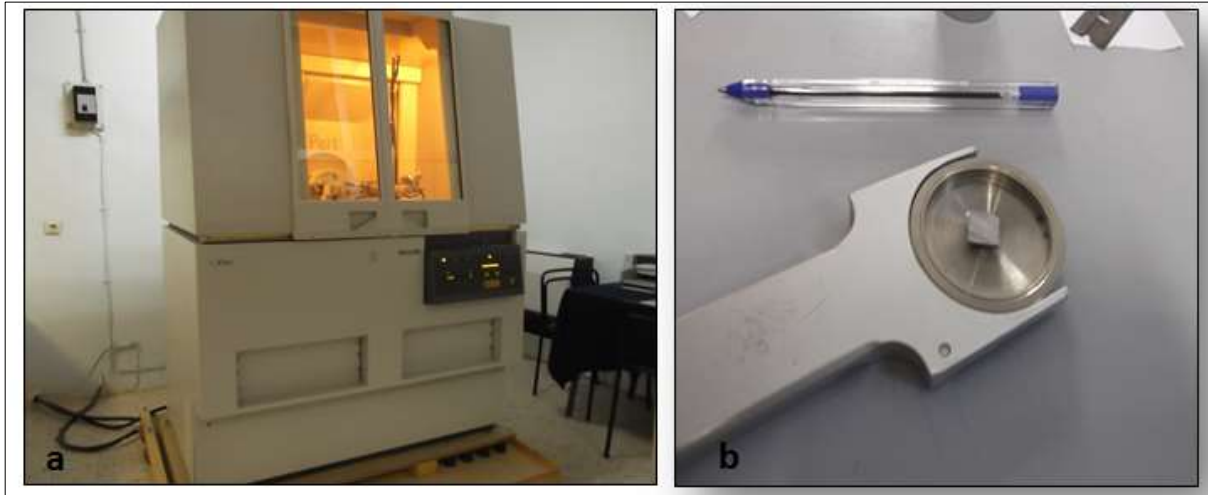


Figure III- 18:a) photo diffractomètre des rayons X Philips, b) Porte échantillon de diffractomètre des rayons X

III.9 Essai mécanique de dureté :

Les essais de dureté sont simples, rapides, et généralement non destructifs ; ils offrent donc un moyen très commode, et très utilisé dans les ateliers, pour vérifier l'évolution des propriétés d'une pièce métallique, notamment lors des traitements thermiques et mécaniques, ou pour contrôler la conformité des fournitures. De plus, la dureté permet d'apprécier, dans une certaine mesure, la résistance mécanique, la résistance à l'abrasion, la conservation du poli, la difficulté d'usinage, etc. Elle permet d'apprécier la résistance des corps fragiles (carbures, composés intermétalliques, etc.).[9]

III.9.1 Principe de l'essai dureté :

Pour les essais de dureté par pénétration, ou la taille de l'empreinte est déterminée de façon optique, comme pour Vickers, Brinell et Knoop, la dureté est définie comme la charge appliquée, divisée par la face de contact (pour Knoop, il s'agit de la surface projetée). Les essais peuvent être réalisés manuellement en utilisant des tableaux ou la valeur moyenne des diagonales/diamètres mesurés est convertie dans une valeur de dureté ou la valeur peut être calculée en se basant sur une formule, ou par une machine d'essai de dureté automatique où la dureté est déterminée automatiquement.

Selon la dimension de la charge appliquée, l'essai de dureté par pénétration peut être divisé en macro (également appelé général ou universel) et en essai de dureté micro. Pour les essais de dureté macro, les charges d'essai sont 1 kgf (9,81 N) ou plus grandes, alors que les essais de dureté micro couvrent une plage de charges de 1 gf à 1 kgf.

L'état de la surface requis dépend du type d'essai et de la charge utilisée. Pour la dureté macro, généralement une surface percée ou pré polie est suffisante ; parfois aucune préparation n'est requise. Pour les essais de dureté micro, une surface polie est nécessaire, pour les charges très petites même un polissage aux oxydes ou La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la pénétration, un pénétrateur de géométrie connue est appliqué sur la surface du matériau à tester avec une force connue pendant un temps donné, plus l'empreinte laissée est petite, plus le matériau est dur. Bien que la dureté ne soit pas une propriété simple à définir.

La pénétration Brinell donne une empreinte relativement grande avec une bille en carbure de Tungstène, dénotation HBW (W étant le symbole chimique du Tungstène). La taille de l'empreinte est lue optiquement pour pouvoir déterminer la dureté. Les applications typiques sont les forgeages et les moulages ou les éléments structuraux sont de grande taille et hétérogènes, ou les structures trop grossières pour d'autres méthodes (Rockwell/Vickers) pour obtenir un résultat représentatif. Gamme de charges d'essai et de 1 à 3000 kgf Types de pénétrateur ; billes de diamètre 1 / 2,5 / 5 / 10 mm .[10, 11]






Pénétrateur	Brinell	Rockwell		Vickers	Knoop
Nature	Acier trempé ou carbure de tungstène	Diamant	Acier trempé	Diamant	Diamant
Forme	Sphère	Cône	Sphère	Pyramide à base carrée	Pyramide à base losange
Dimensions	 $D = 10 \text{ mm} ; 5 \text{ mm} ; 2,5 \text{ mm} ; 1 \text{ mm}$	 $\theta = 120^\circ$	 $D = 1/16'' (1,587 \text{ mm})$ $D = 1/8'' (3,175 \text{ mm})$	 $\theta = 136^\circ$	 $\alpha = 130^\circ$ $\theta = 172^\circ 30'$

Figure III- 19:Pénétrateurs Brinell, Rockwell, Vickers et Knoop

Les essais de dureté impliquent généralement qu'une série d'empreintes soit réalisée sur le profil d'une surface d'échantillon relativement grande, dans notre cas de duromètre un pénétrateur de bille de brinell est appliqué sur nos échantillons dans la charge d'essai est généralement de 49,2 N soit 5 kgf (symbole de dureté HV5) ou de 98,07 N soit 10 kgf (symbole de dureté HV10). La charge est appliquée progressivement et de façon constante jusqu'à ce que la charge choisie soit atteinte. Le temps de maintien de la charge est de 10 à 15 secondes, les résultats sont convertis en HV, Le pas de la dentation de prise de mesure de dureté est de 5mm entre deux points de mesure.

Les échantillons utilisés exigent une préparation de la surface de l'échantillon et principalement qui requiert des coupes bien polies pour prendre des valeurs de différentes zones de la ZAT et métal de base.

Les échantillons destinés aux essais de dureté dont les dimensions (30mm x12, 7mm x 5 mm) sont confectionnées au laboratoire de mécanique, le schéma de la figure (III .20 et III .21) présente le mode de mesure de dureté selon les différentes zones.

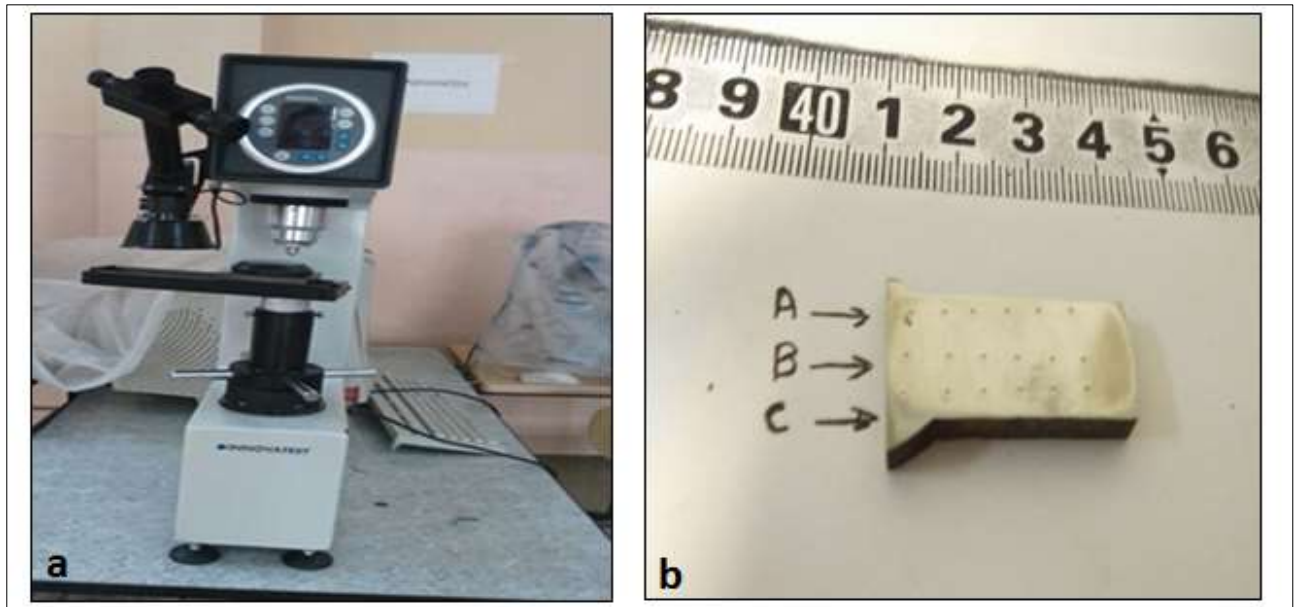


Figure III- 20:a) Appareil de mesure de dureté laboratoire mécanique, b) Echantillon pour mesure de dureté

Les essais sont réalisés sur le profil de la soudure et dans trois zones A, B et C.

Zone A : partie interne de soudure.

Zone B : parti de milieux de soudure.

Zone C : parti externe de soudure.

La figure suivante présent un schéma de mesure de dureté dans différente position et zone A B et C de métal fondu, la zone affecter thermiquement et métal de base.

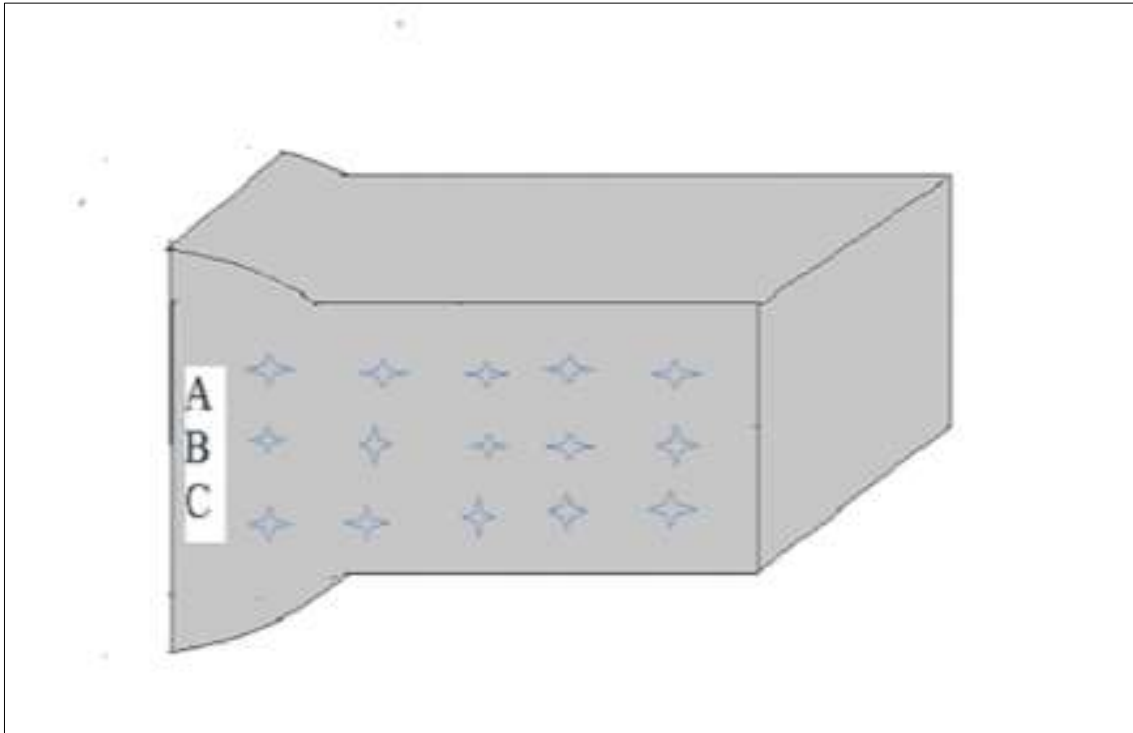


Figure III- 21:schéma de l'échantillon pour mesure de dureté

Références bibliographiques

-
- [1] 1104, N.A., *dix-neuvième édition*, septembre 1999.
-
- [2] DARDEVET, *Conception construction et exploitation des reseaux de transport de gaz soudage et contrôle* 1996.
-
- [3] DARDEVET, *SOUDAGE ET CONTROLE*. 1996.
-
- [4] industrielle, I.C.s.d.l.m.-d.o.d.l.f.m., *Soudage et assemblage-soudage 'Guide d'auto-apprentissage'*. 2010.
-
- [5] BENZAADA.S, *Traitements thermiques des aciers et fontes*2010.
-
- [6] <https://shop.labexchange.com/en/jeol-jsm-5400-52042.html> VU LE 22/07/2019.
-
- [7] PARNIERE, P., *Métallographie par les méthodes de diffraction*. Techniques de l'ingénieur, M, 1983. 100: p. 1-24.
-
- [8] Broll, N., *Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X*1996: Ed. Techniques Ingénieur.
-
- [9] François, D., *Essais mécaniques des métaux*. Essais de dureté, Techniques de l'ingénieur, Matériaux métalliques, MB2 (M123) M, 2004. 123.
-
- [10] Hamide, M., *Modélisation numérique du soudage à l'arc des aciers*, 2008, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
-
- [11] Specification, A., *5L, Specification for Line Pipe*. Edition March, 2004.
-

CHAPITRE IV

➤ *Résultats et Discussion*

Chapitre IV

RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1 Introduction :

Ce chapitre présente les principaux résultats obtenus par les différentes techniques expérimentale pour la caractérisation structurale et mécanique du cordon de soudure de l'aciers HSLA X70 dont les résultats seront présentés comme suite.

Les résultats seront présentés dans ce chapitre par deux zones essentielles.

IV.2 Présentation des résultats :

Les résultats de micrographie et EDS par microscope électronique à balayage sont présentés selon le schéma de la figure IV-1

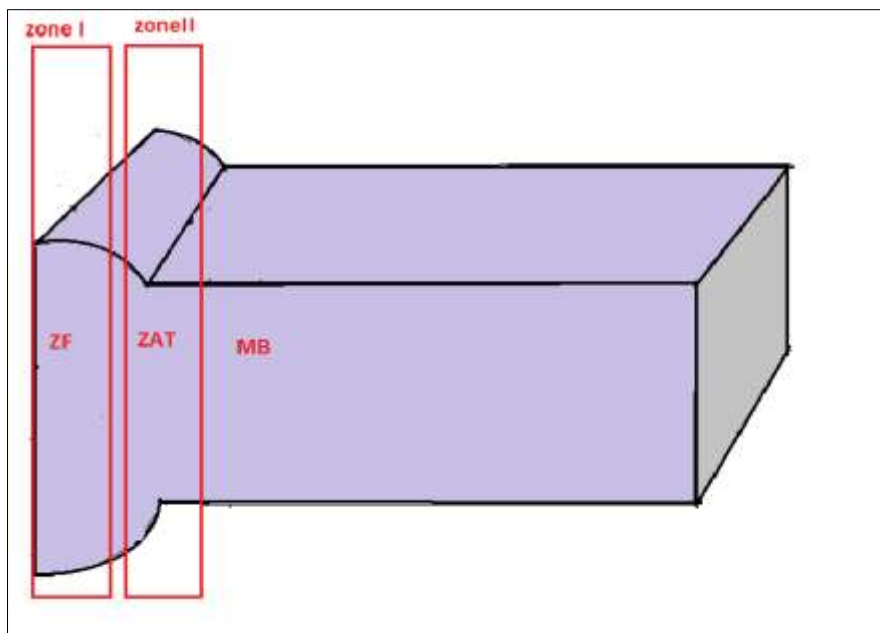


Figure IV - 1:Schéma des zones étudiées de cordon de soudure

Zone I : zone de fusion ou zone de dite zone de métal fondu (ZF).

Zone II : zone affecter thermiquement (ZAT).

Les résultats seront présentés en trois familles.

- **1^{er} famille** : échantillon de référence de l'acier X70 des deux zones (ZF et ZAT) sans traitement thermique
- **2^{em}me famille** : Dans ce cas les échantillons des deux zones on leur applique un protocole de traitement thermique dont la température est variable pendant un temps de maintien fixe (la température varie de 450°C ,500°C, 550°C, 600°C, 650°C à un temps fixe 2 heures de maintien).
- **3^{em}me famille** : les échantillons des deux zones on leur applique un protocole des traitements thermiques, est la variation de temps de maintien à une température de traitement fixe T=550°C ; le temps de maintien est de 2H, 3H, 4H et 5H.

IV.2.1 1^{er} Famille :

La figure IV.2 presente un micrographie du cordon de soudure , une delimitation de deux zone differntes dont on parle de la zone fondu et la zone affecter thermiquement

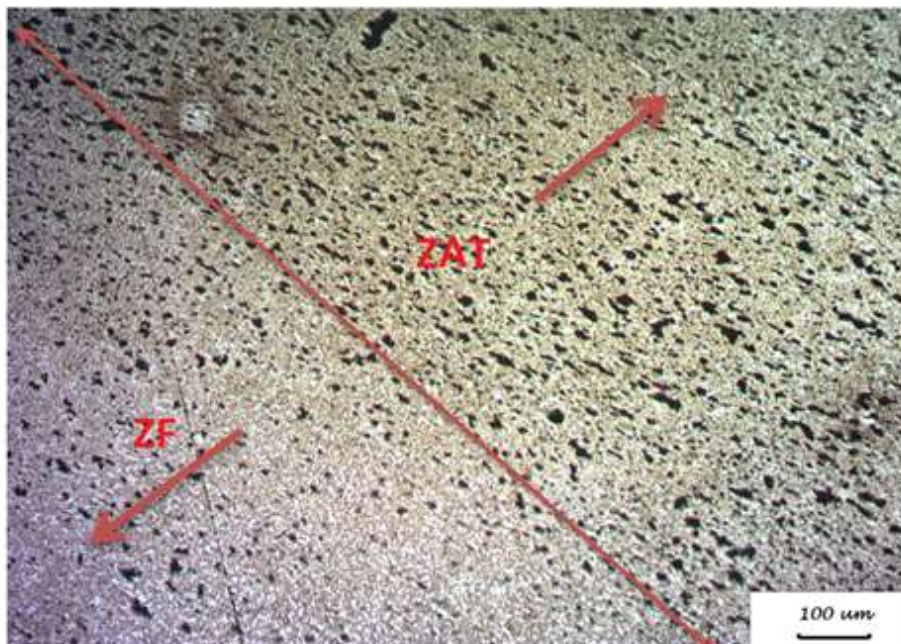


Figure IV - 2: Observation micrographique du cordon de soudure délimitation de ZF et ZAT état brut

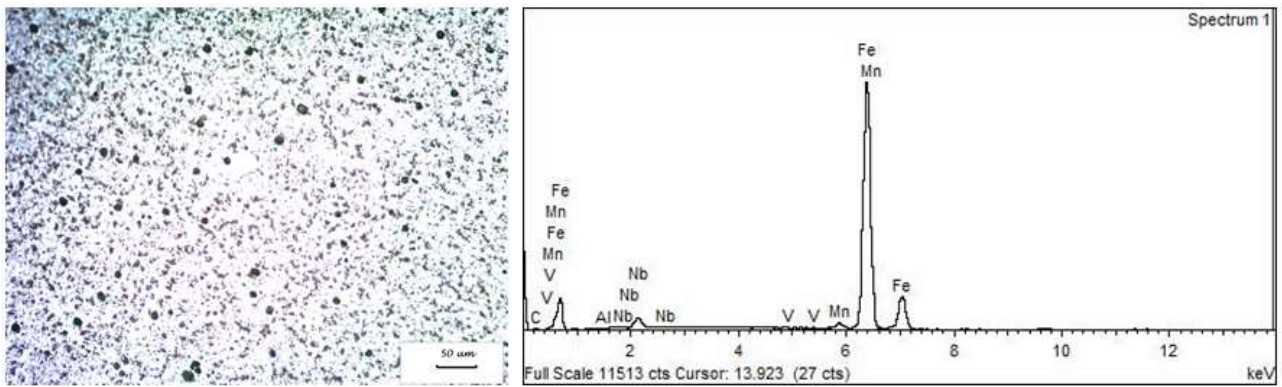


Figure IV - 3: Observation micrographique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sans traitement thermique) (ZF)

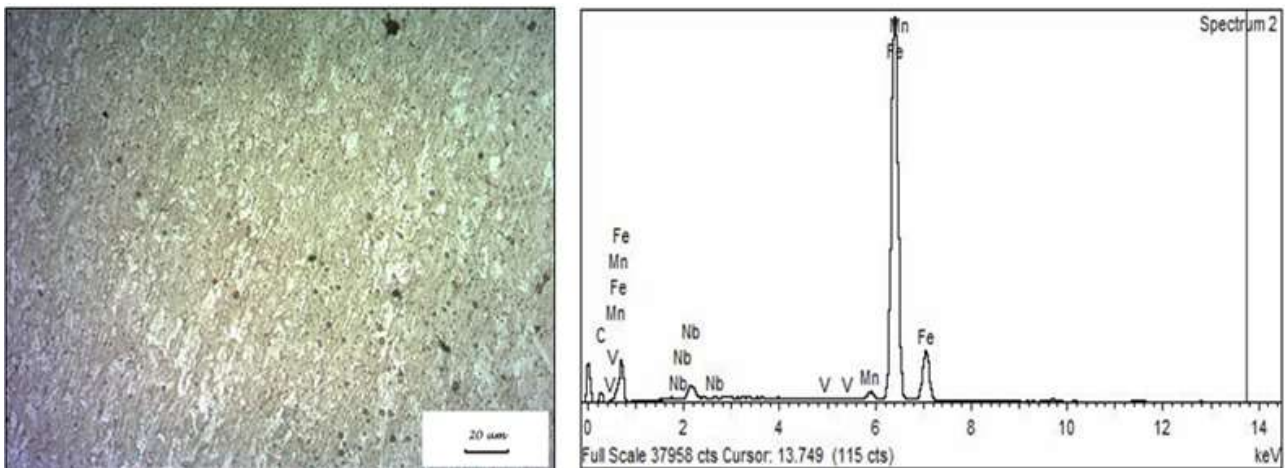


Figure IV - 4: Observation micrographique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sans traitement thermique) (ZAT)

Une observation micrographique a été réalisée sur un cordon de soudure de l'acier X70 l'état brut (sans traitement thermique). Dans la (Figure IV .2) on observe une frontière ou une délimitation entre deux zones différentes du cordon de soudure ZF (zone fondue) et la ZAT (zone affectée thermiquement). Une nette variation de la densité de répartition des sphérolites de la perlite (Fe-Fe₃C) est clairement observée avec une différence de taille des grains entre les deux secteurs de la micrographie. Pour la figure IV.3 une observation micrographique et microanalyse EDS par MEB a été réaliser sur la zone fondue ; l'acier présente une répartition homogène des différentes phases, qui sont mise en évidence par la diffraction des rayons X Annexe I-Figure 2 ; les résultats de la microanalyse EDS par MEB nous donne différentes pourcentages des éléments-t-elle que le

Fe(90,05%), C (3,92%), Nb(4,34%), Al(0,10%), V(0,02%) et Mn(1,57%) Annexe III -tableau 1; l'EDS mis en évidence la présence de la matrice Fe, la cémentite Fe₃C, d'où on peut dire que notre acier présente une structure ferrito perlitique sphériques. On remarque bien une répartition homogène de la microstructure (les sphérolites de perlite) qui sont fines même à grossissement moyenne dans cette microstructure.

La figure IV.4 montre une répartition des sphérolites de la perlite (Fe-Fe₃C) qui est clairement observée avec une différence de taille des grains par rapport à la zone fondue. Pour la présence des éléments on remarque toujours la variation des pourcentage des éléments-t-elle que le Fe(76,76%), C (18,33%), Nb(3,46%), V(0,05%) et Mn(1,40%) Annexe III-tableau 2; Alors que du point de vue des phases coexistant dans la zone affecter thermiquement ZAT, on note que ces les mêmes phases existant que la zone fondue ZF (Fe, Fe₃C et AlN) Annexe I-Figure 2.

IV.2.2 2^{ème} Famille :

Dans ce cas les échantillons on leur applique un protocole de traitement thermique pour les deux zone ZF et ZAT dont la température de traitement thermique est variable pendant un temps de maintien fixe (la température varie de 450°C, 500°C, 550°C, 600°C, 650°C à un temps fixe 2 heures de maintien).

Une série d'observation micrographie et microanalyse EDS par microscope électronique de balayage MEB a été réalisé sur l'ensemble des échantillons qu'ont subis des traitements thermiques selon le protocole préalablement défini.

Zone I :

La figure IV.5 présente la micrographie et EDS par microscope électronique de balayage MEB du cordon de soudure de la ZF(zone fondue) qui a subi un traitement thermique de 450°C pendant un temps de maintien 2heures

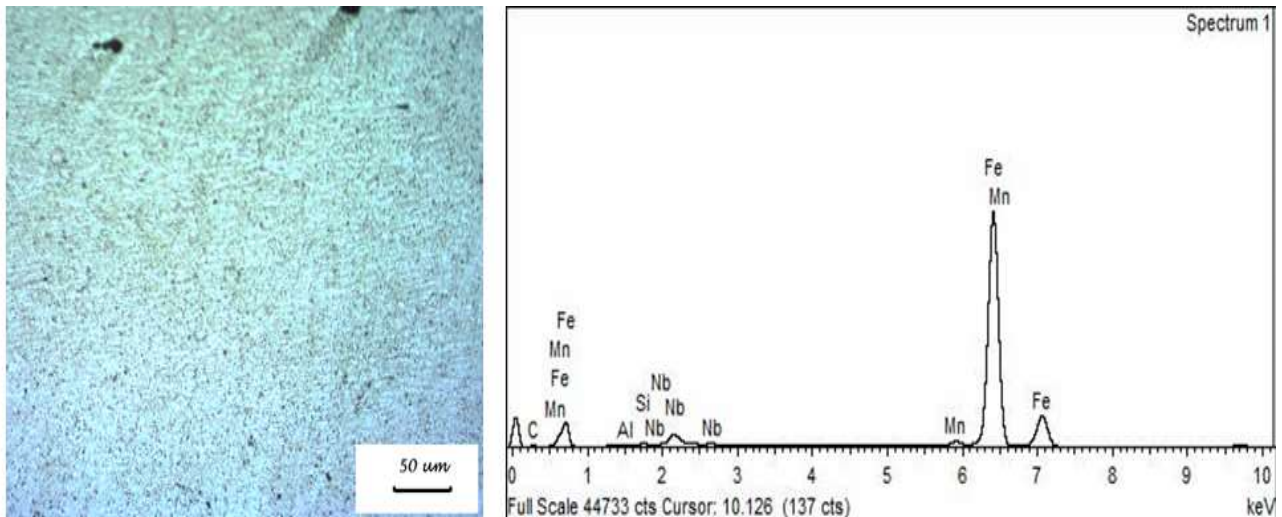


Figure IV - 5: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 450°C pour un temps de maintien 2heures).

Pour ce traitement thermique on remarque la présence des différents éléments-telle que Fe, C, Nb, Al, Mn et Si avec une variation de pourcentage de ces derniers, dont on remarque une diminution de pourcentage de Fe(86,38%) et une augmentation de pourcentage de C(6,58%) Annexe III-tableau3, dont on parle de formation des deux phases (matrice) Fe et Fe₃C Annexe I-figure3 et une structure homogène de la structure avec une faible quantité du sphérolite de perlite qui traduit l'observation micrographique figure IV.5.

L'augmentation de la température de traitement thermique de 450°C à 500°C pendant le même temps de maintien 2heure montre l'apparition de nouveaux éléments (V 0,08%), (Cr 0,15%) et (Ni 0,29%) ainsi qu'une augmentation et/ou diminution du pourcentages de Fe(88,70%), C(5,67%), Nb(3,34%), Al (0,34%), Si(0,41%) et Mn(1,02%) Annexe III-tableau 4. La micrographie des figures IV.5 et IV.6 montre une augmentation des taille de grain de sphérolite de perlite.

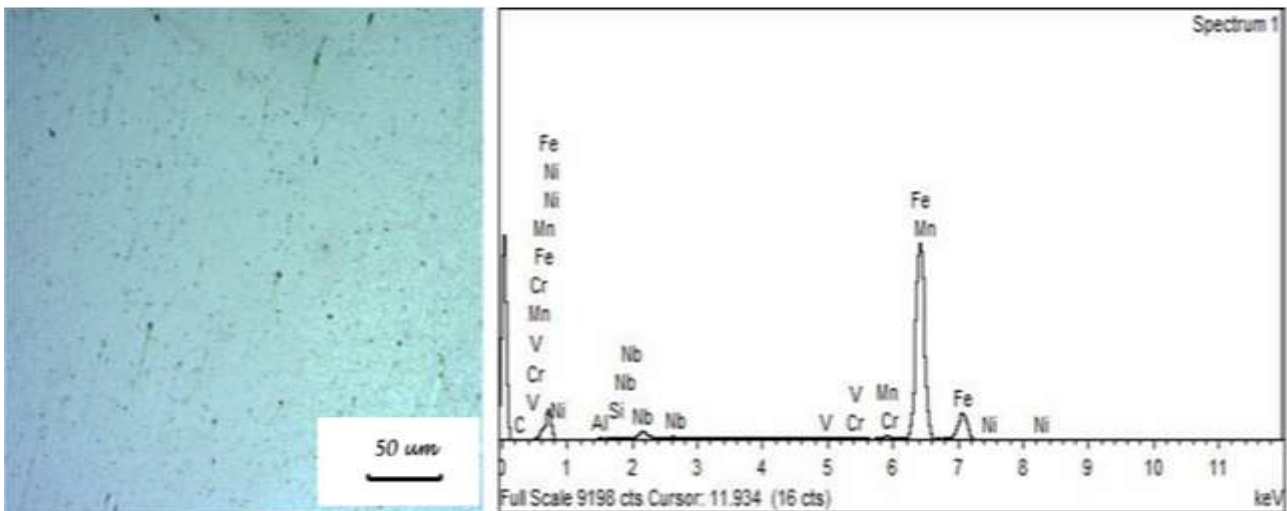


Figure IV - 6: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 500°C pour un temps de maintien 2heures).

L'application des traitements thermiques sur les échantillons de la zone fondu, en variant la température du traitement thermique de 550°C, 600°C et 650°C modifier nettement la morphologie et la microstructure de notre acier, les micrographies des figures IV.7, IV.8 et IV.9 montrent bien l'évolution de la morphologie et la répartition des sphéroïdes de la perlite et une apparition des précipités de carbure de Nb et autre cette formation de nouvelles phases Annexel – figure 4, 5 et 6, s'explique par l'analyse EDS dont on note une augmentation de pourcentage de C(13,79%) et une diminution de pourcentage de Fe(81,61%) et de Nb(2,15%) ainsi que l'absence de V à une température 550°C de traitement thermique, ce changement de

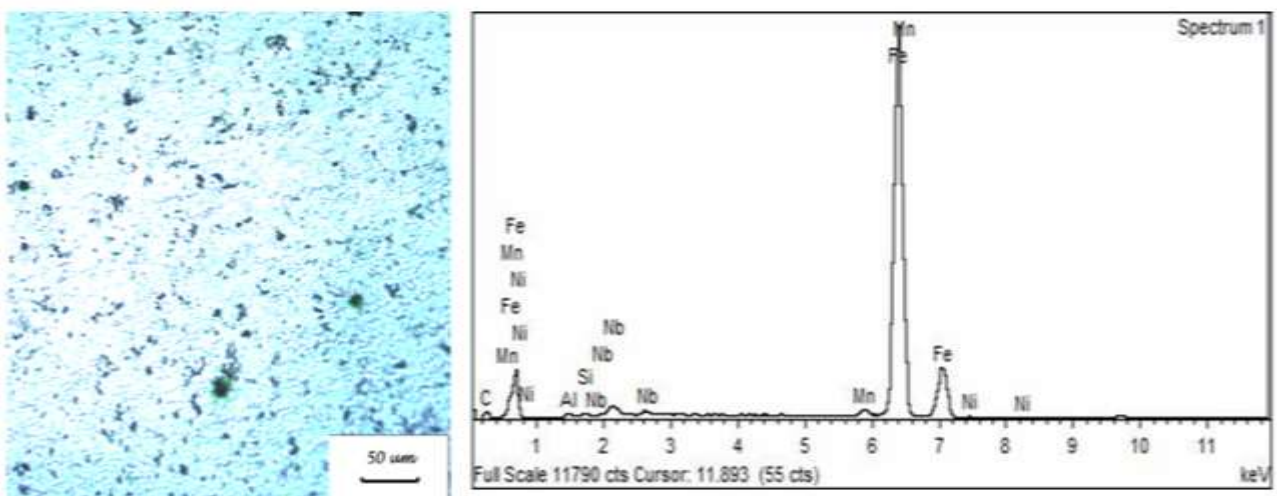


Figure IV - 7: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion sous traitement thermique 550°C pour un temps de maintien 2heures.

temperature de traitement influ sur la presance et l'absence des elements t'elle que le V a 550°C et 600°C et non identifier ce qui joue un role sur la formation et dissolution des differentes phases (t'elle que les pases NbCet AlNb) figure IV.7 ,IV.8 et VI.9.

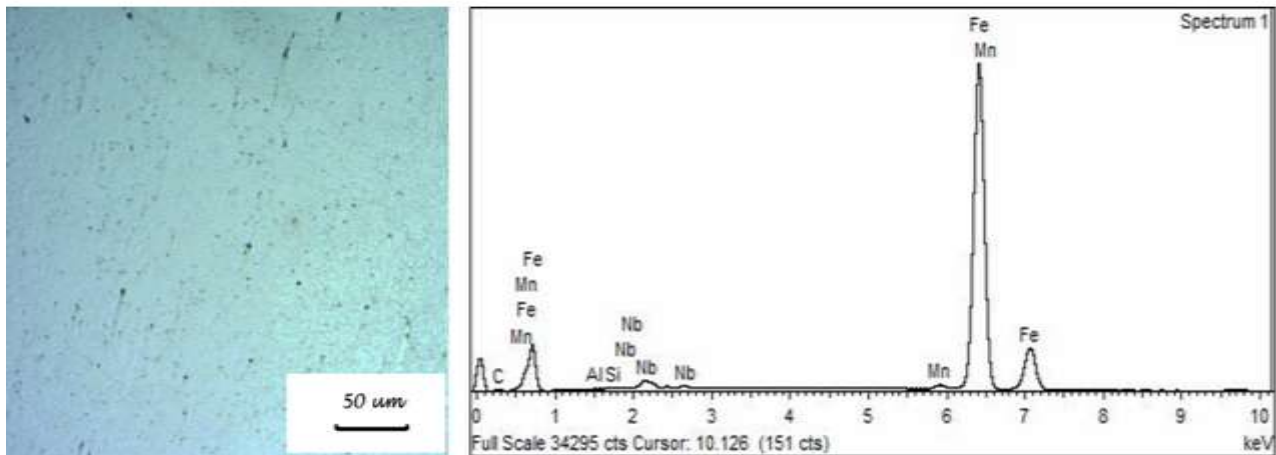


Figure IV - 8: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion sous traitement thermique 600°C pour un temps de maintien 2 heures.

Zone II

L'analyse micrographique et EDS des échantillons de la zones II zone (fondu et la zone affecté thermiquement ZAT) après les différents traitements thermiques de 450°C, 500°C, 550°C, 600°C et 650°C montre une évolution de la microstructure par la variation des pourcentage des différentes éléments (C ,Fe,Al,V ,Nb ...).

Les figures (IV.10, IV.11, IV.12, IV.13, IV.14) présentes des micrographies et analyses par EDS des échantillons de la zone II. Après un traitement thermique ,à 450°C et 550°C pendant deux heures de maintien, La micrographie des traitements (450°C, 550°C) montre une augmentation des tailles des grains, avec une répartition plus au moins homogène de la perlite. Annexe I- figures 8, 9,10,11 et 12, on remarque la présence des même éléments Fe ,C ,Mn, Al, Nb, Si et V par contre on note l'absence de Vanadium à 500°C avec une variation du pourcentage des différentes éléments dont on note une augmentation de pourcentage de (Fe de 89,61% à 90,36%) , (C 4,44% à 4 ,74%) et une diminution des pourcentage des autres éléments.

Par la suite et à 550°C et pendant 2 heures de maintien, les mêmes éléments existent sans changement, mais avec une quantité de carbone qui augmente jusqu'à 18,74% et une quantité de Fe qui diminue a 76,86% comme le montre la figure IV.13 Annex III-tableau 10

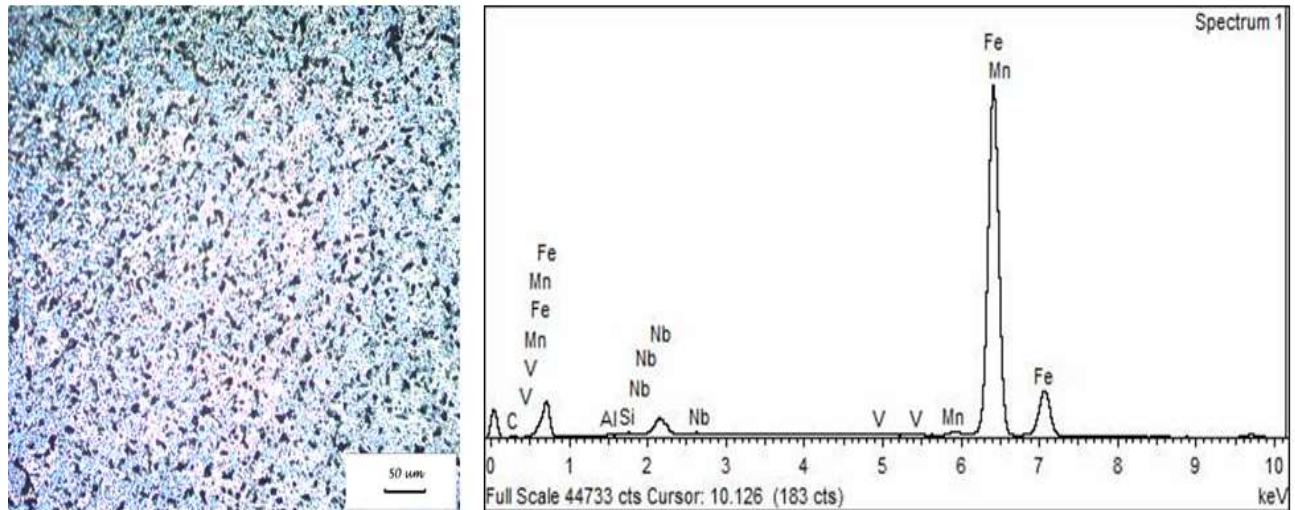


Figure IV - 9: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 650C° pour un temps de maintien 2heures.

A 600°C de traitement thermique à un maintien de 2H (figure IV.14) une diminution de pourcentage d’Al atteint 0, 25%, de carbone à 6,52% avec une augmentation de pourcentage de Fe à 88,39%. On remarque une affinité des tailles des grains avec une phase ferrito perlitique sphéroïdale. Après un traitement thermique à 650°C pendant deux heures la figure IV.15 montre bien l’existence des différents éléments avec un léger changement dans le pourcentage -t-elle que le Fe (86,94%), C (7,42%), Nb (3,75%) AnnexIII-tableau 12 ; cette variation qui influe sur la formation et la dissolution des différentes phases au cours des différents traitements thermiques AnnexI-figure 8 ,9 ,10, 11 et 12.

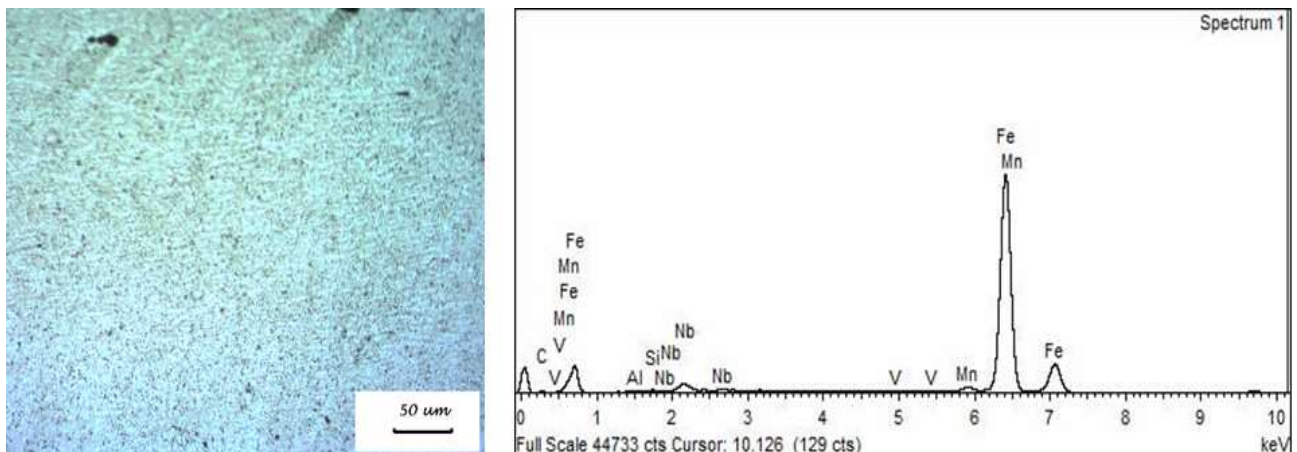


Figure IV - 10: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 450C°) pour un temps de maintien 2heures.

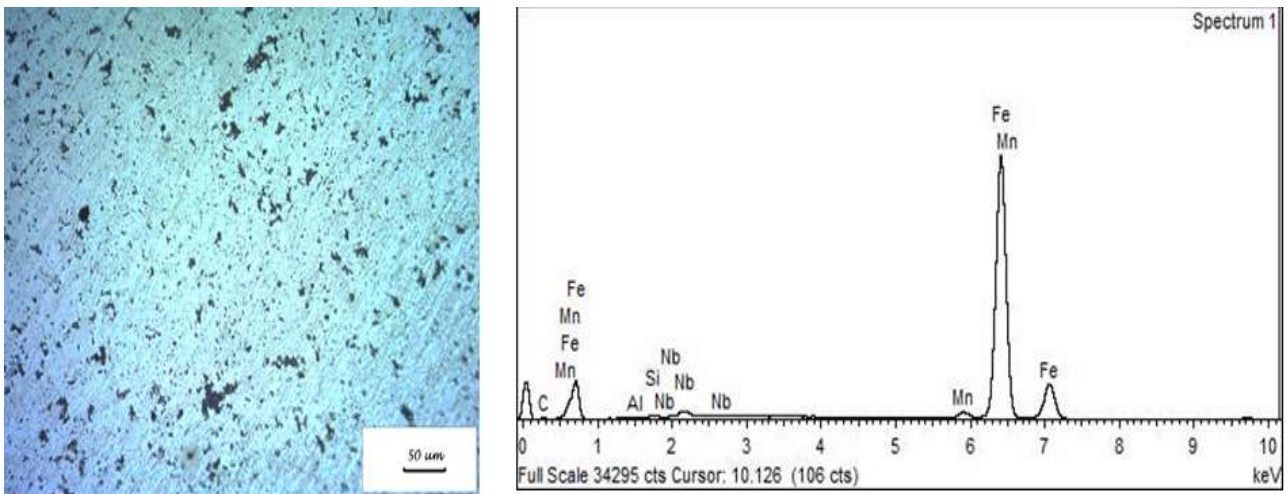


Figure IV - 11: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 500C°) pour un temps de maintien 2heures.

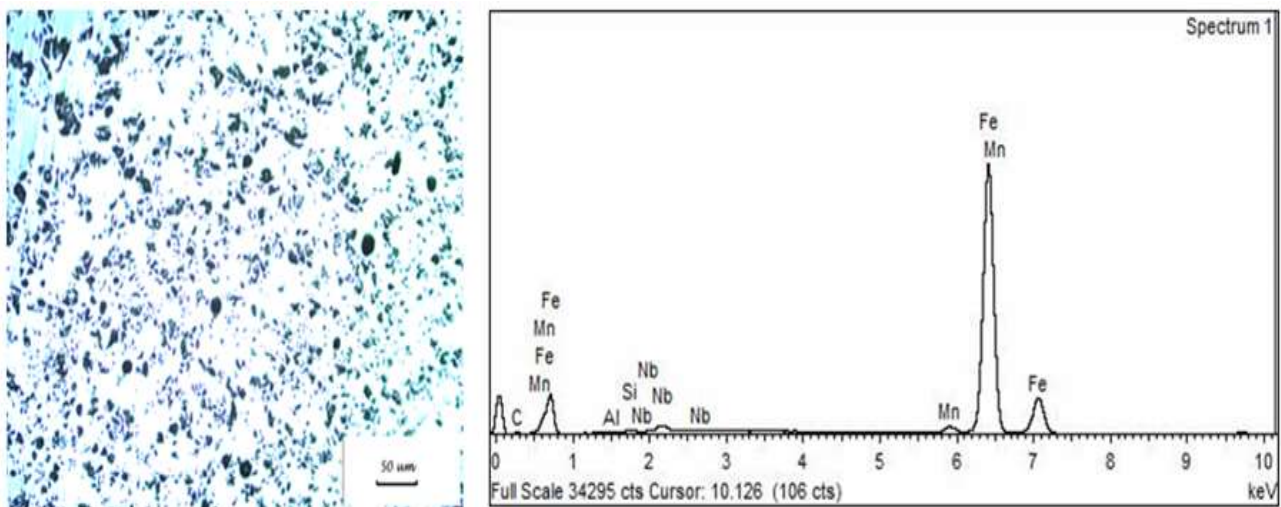


Figure IV - 12: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.

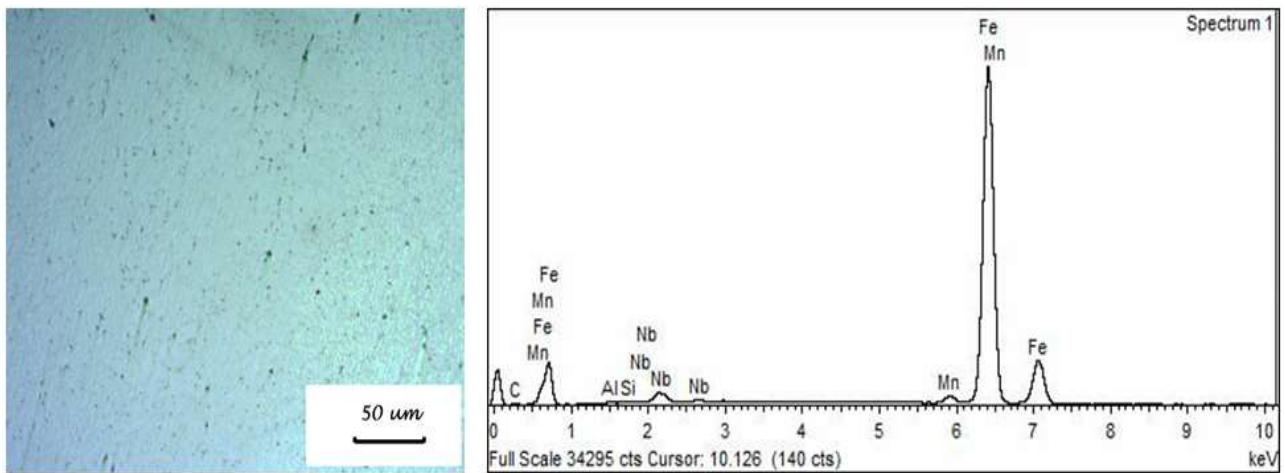


Figure IV - 13: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 600C°) pour un temps de maintien 2heures.

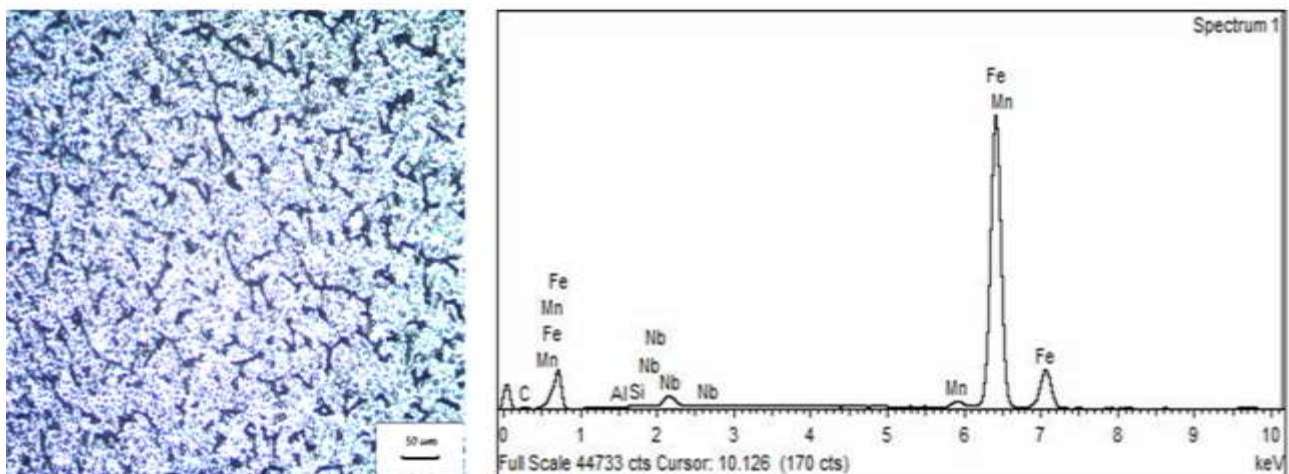


Figure IV - 14: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 650C°) pour un temps de maintien 2heures.

IV.2.3 3^{ème} Famille :

Zone I

L'application du traitement thermique sur les échantillons de la zone I (zone de fusion) en variant la température du traitement thermique de 550°C, 600°C et 650°C modifier nettement la morphologie et la microstructure de notre acier X70, dans cette partie de traitement on a fait varier le temps de maintien tout en fixant la température de traitement thermique (T=550°C et temps de maintien variable, 2H, 3H, 4H et 5H).

Alors que les micrographies des figures IV.15, IV.16, IV.17 et IV.18 montrent bien la répartition, dans la matrice, de la morphologie des sphéroïdes de la perlite ainsi que la formation des précipités de carbure de Nb et carbure de Ti Annexe I-figure 13,14,15 et 16.

Les micrographies et l'analyse par EDS des figures IV.15, IV.16, IV.17 et IV.18, montrent bien l'apparition des différents éléments-telle que le Fe, C, Mn, Nb, Si et le Ni qui apparie à la figure IV.15 avec un pourcentage de (Ni 0,37%) Annexe III-tableau 13. ces traitements thermiques favorise la formation des nouvelles phases (telles que NbC, Al₃Nb, AlN et TiC mise à part les phases Fe (matrice) et la cémentite Fe₃C qui sont toujours présentes lors des différents traitements thermiques) Annexe I-figure 13,14,15 et 16.

On remarque bien à la figure IV.17, une grande variation dont l'intensité de pic de Fe et C ainsi que pour les autres éléments dont on note le pourcentage de C à 43,10%, (Fe 53,15%) et (Al 1,81%) Annexe III-tableau 15, cette variation joue un rôle sur la formation des différentes phases lors du traitement thermique, on remarque que pour la figure IV.18 une variation des différents pics avec une diminution de pourcentage de C et Al, une augmentation de pourcentage de Fe qui atteint le 83,94% Annexe III-tableau 15.

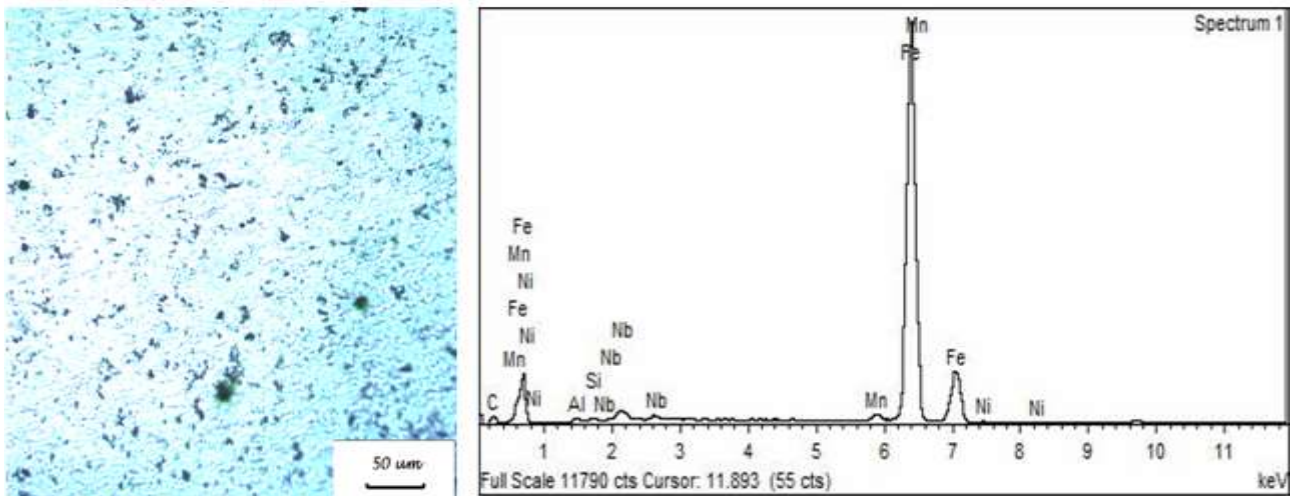


Figure IV - 15: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.

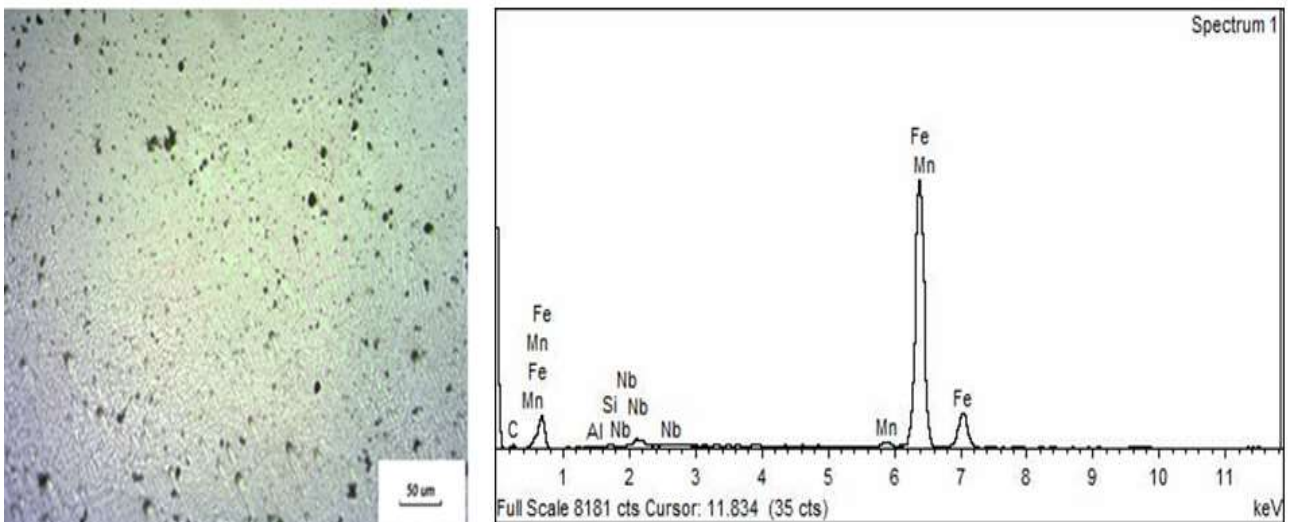


Figure IV - 16: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 3heures).

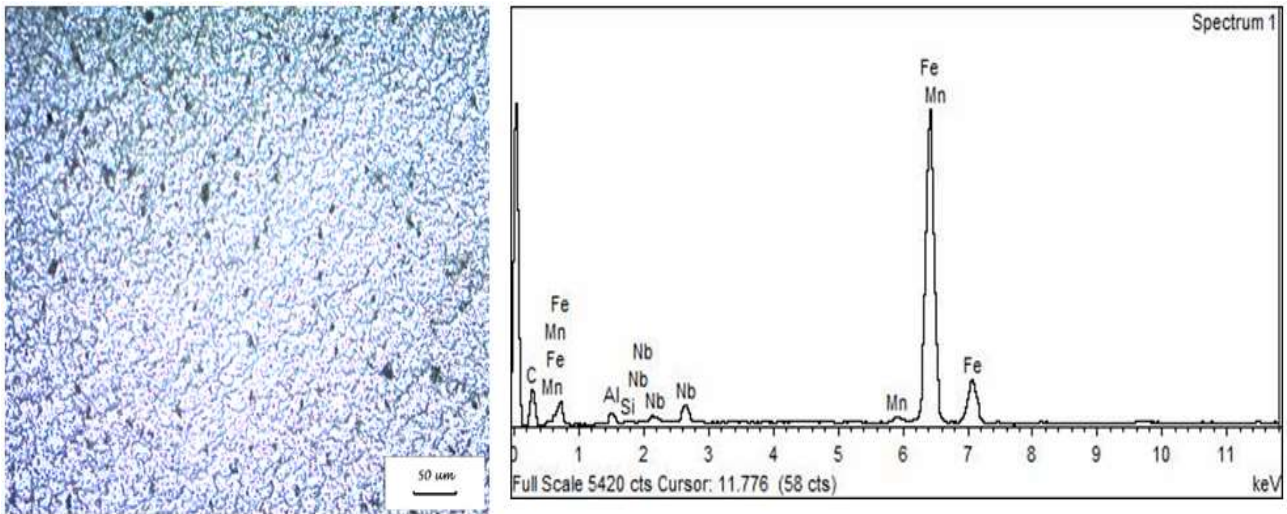


Figure IV - 17: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 4heures).

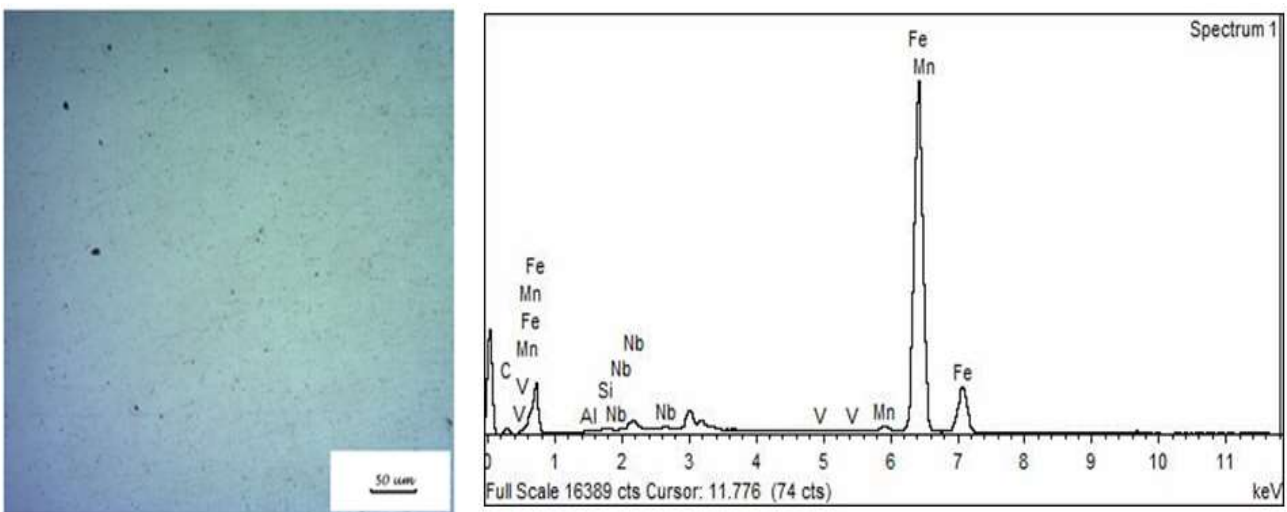


Figure IV - 18: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion (sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 5heures).

Zone II

L'ensemble des traitements thermiques à 550°C appliqué sur la zone affecter thermiquement et pendant un temps de maintien variable (2H, 3H, 4H et 5H), les figures IV.19, IV.20, IV.21 et IV.22, montre bien la présence des différents éléments par l'analyse EDS. Celle-ci et bien confirmer par la diminution et l'augmentation de pourcentage des différentes éléments et apparition ou absence d'un élément, qui se traduit par la formation et la dissolution des phases existant l'hors du traitement thermique.

A 550 °C de traitement thermique pendant un maintien de 2heure, on remarque bien, sur la figureIV.19 les différents éléments présent Fe(76,86%), C(18,74%) ,Nb(1,77%) ,Mn(1,33%) ,Si(0,35%) et Al(0,95%) ces variation de pourcentage on les comparants à l'état brut on remarque que le Fe (76,76%),C(18,33%) avec absence de Al et apparition de V a un petite quantité (0,05%) Annexe III-tableau 2 .

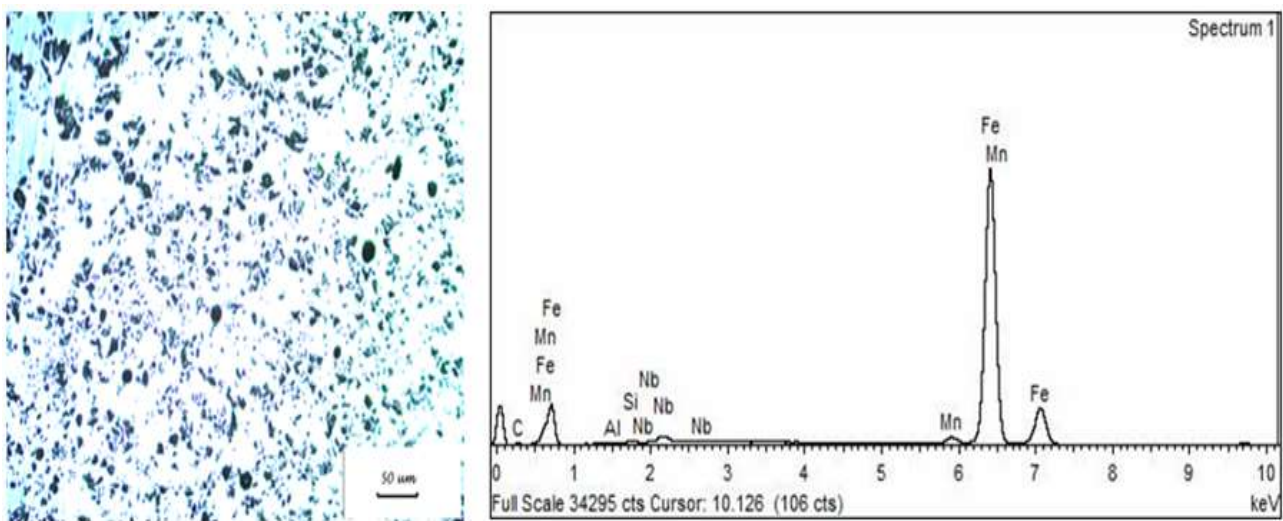


Figure IV - 19: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550°C) pour un temps de maintien 2heures.

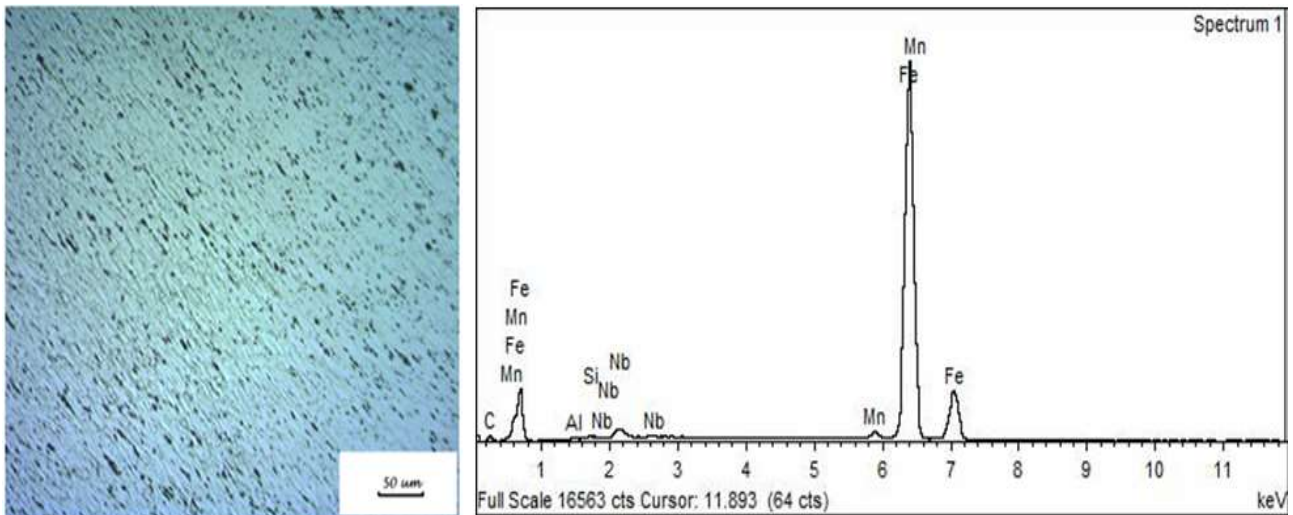


Figure IV - 20: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 3heures.

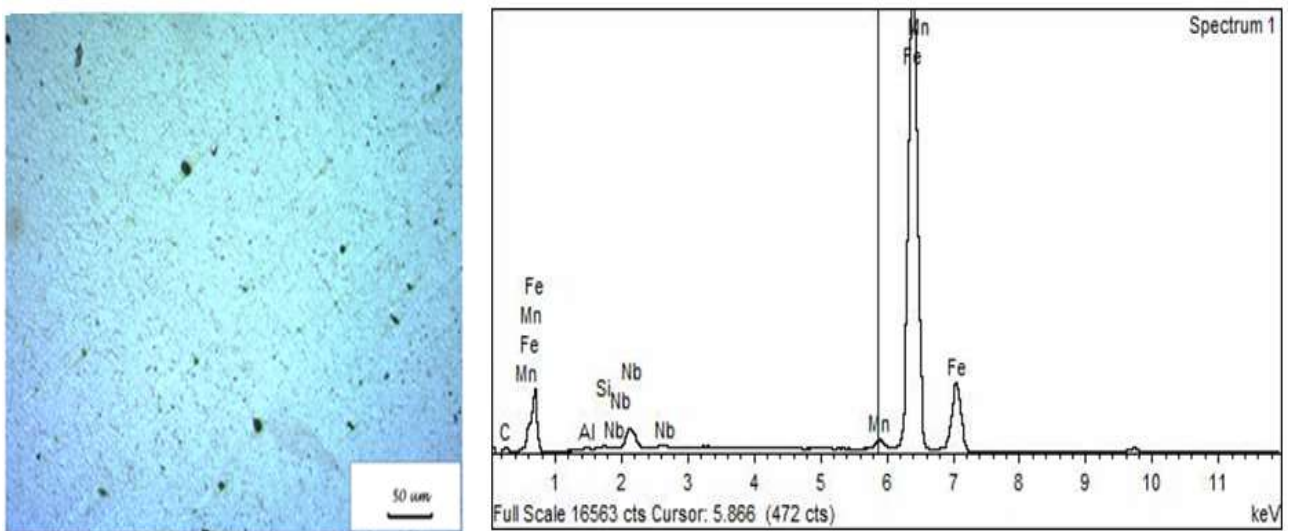


Figure IV - 22: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 4heures.

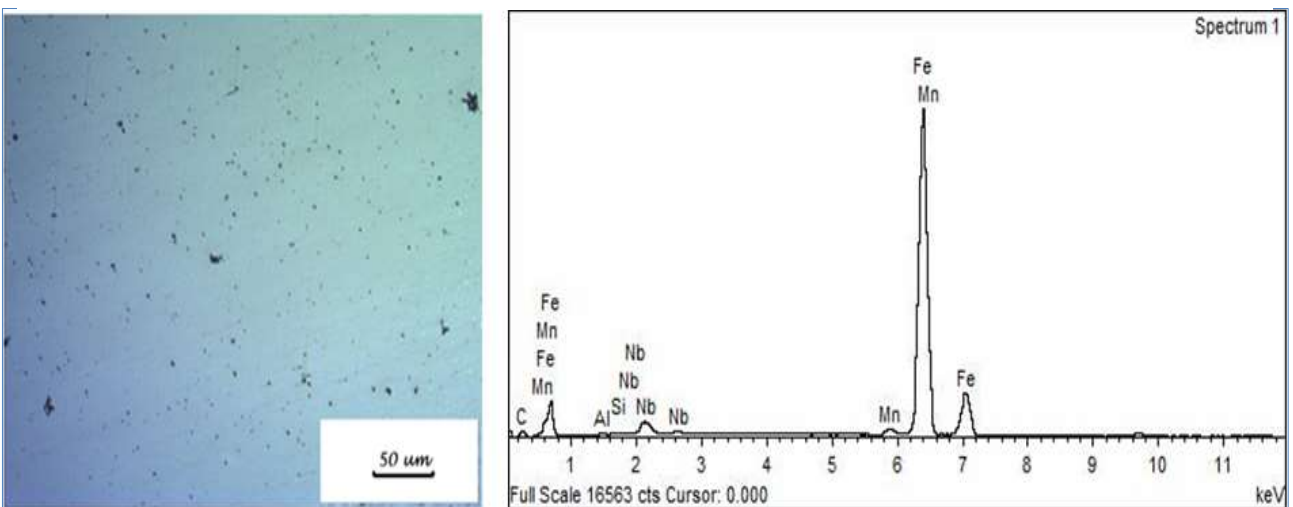


Figure IV - 21: Observation microscopique et microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 5heures.

Présentation des Résultats diffraction des rayons X

1^{er} Famille :

Un essai de diffraction a été réalisé sur l'échantillon X70, à l'état initial (sans traitement thermique), les figures IV.23, IV.24, présentent les diffractogrammes de la zone fondue ZF et la zone affectée thermiquement ZAT, selon chaque angle de diffraction 2θ on note, la distance inter-réticulaire d_{hkl} pour chaque pic. Le diffractogramme de la figure IV.23, présente cinq pics qui diffractent selon les angles 2θ : $(44,5714^\circ)$, $(65,0526^\circ)$, $(82,3315^\circ)$, $(98,9971^\circ)$ et $(116,4818^\circ)$, on remarque que, le premier pic présente le pic le plus intense, avec une intensité relative de 100% et une distance inter-réticulaire $2,02615\text{Å}$, ce dernier présente la phase majoritaire dont on parle du Fe (matrice) et la cémentite Annexe II- tableau 1.

La figure IV.24 présente le diffractogramme de la zone affectée thermiquement, on remarque toujours cinq pics qui diffractent selon l'angle 2θ : $(44,7087^\circ)$, $(65,0570^\circ)$, $(82,3328^\circ)$, $(98,9600^\circ)$ et $(116,8020^\circ)$ avec des distances inter-réticulaire dont le pic majeure et de $44,7087^\circ$ avec une distance $2,02700\text{Å}$.

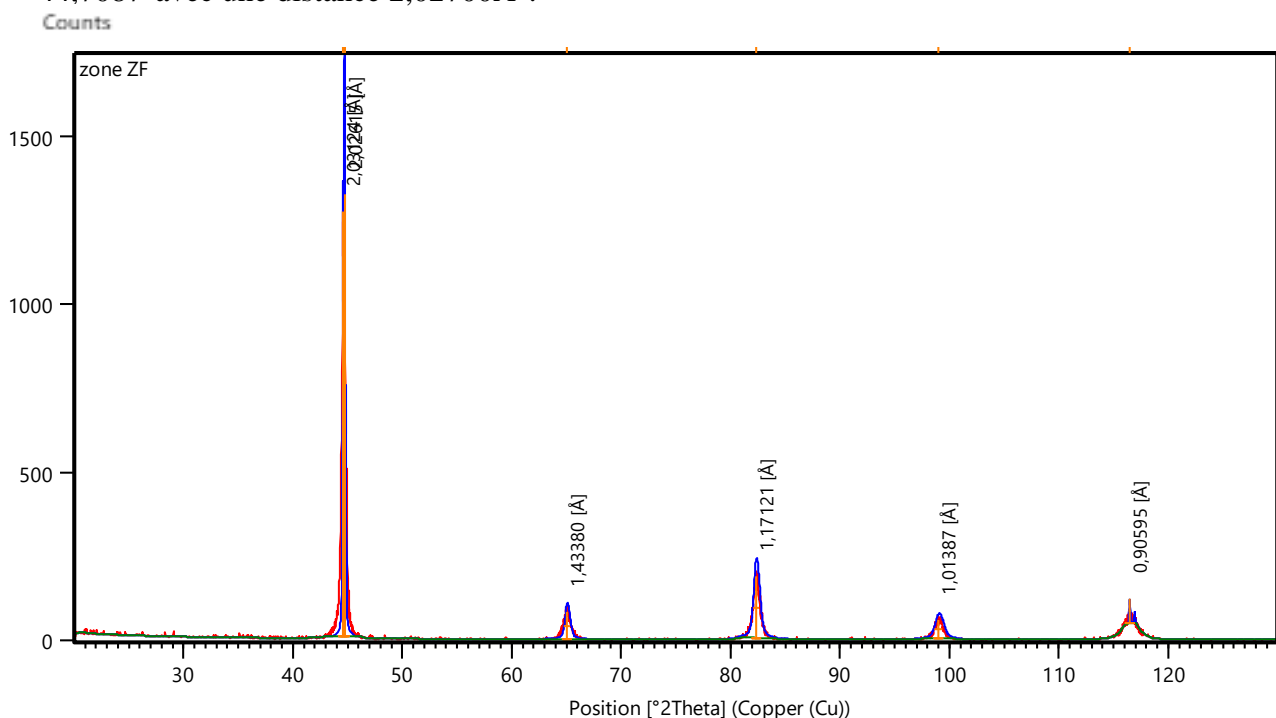


Figure IV - 23: diffractogramme de la zone fondue ZF du cordon de soudure de l'acier X70 (état brut sans traitement thermique).

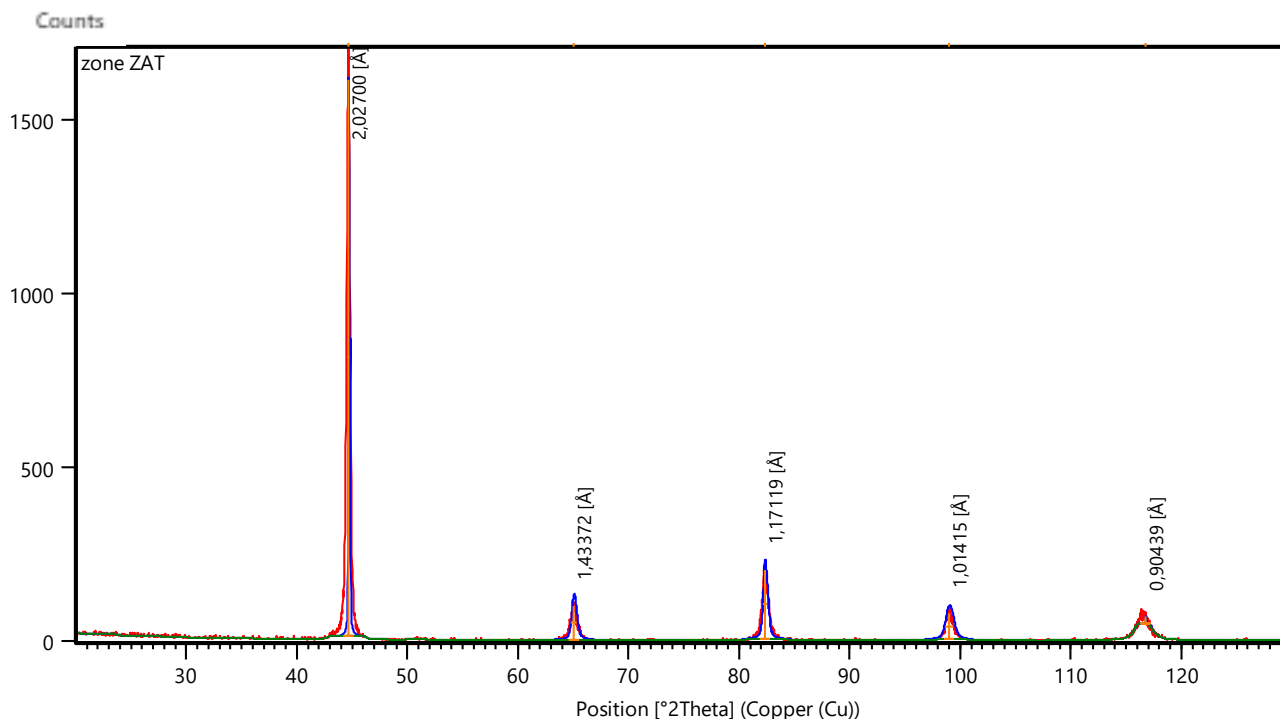


Figure IV - 24: diffractogramme de la zone affectée thermiquement X70 du cordon de soudure sans traitement thermique.

2^{ème} Famille :

Zone I

Une série d'analyse des diffractogrammes de diffraction de rayons x a été réalisée sur l'ensemble des échantillons qui ont subi des traitements thermiques selon le protocole préalablement défini (Temps fixe avec variation de température).

Les figures IV.25, IV.26, IV.27, IV.28 et IV.29 présentent les diffractogrammes de la zone fondue du cordon de soudure dont on remarque un décalage des pics de diffraction et apparition de nouveaux pics selon le traitement thermique.

On remarque que les températures des traitements thermiques 450°C, 500°C, 550°C, 600°C et 650°C influent sur les intensités des pics de diffractions, le décalage des pics ainsi que les distances inter-réticulaires ; en comparant avec les différents pics de diffractions de l'état brut (sans traitement thermique).

A 450C°, on remarque que l'intensité des pics varie, Le pic le plus intense son intensité diminue jusqu'à (545,03 Counts) avec Un décalage de 0,0772° correspond à une distance inter-réticulaire 2,02779Å. Pour les quatre autres pics le décalage est de (0,0941°), (0,1726°), (0,362°) et (0,618°) Annexe II-tableau 21, ce décalage est dû à la microdéformation plastique qui implique une distorsion de réseaux, due à l'insertion des différents éléments (t-elle que le cas de Si qui joue le rôle d'un catalyseur pour la formation des perlites, augmentation de la phase α et le Mn qui favorise la formation des dislocations.

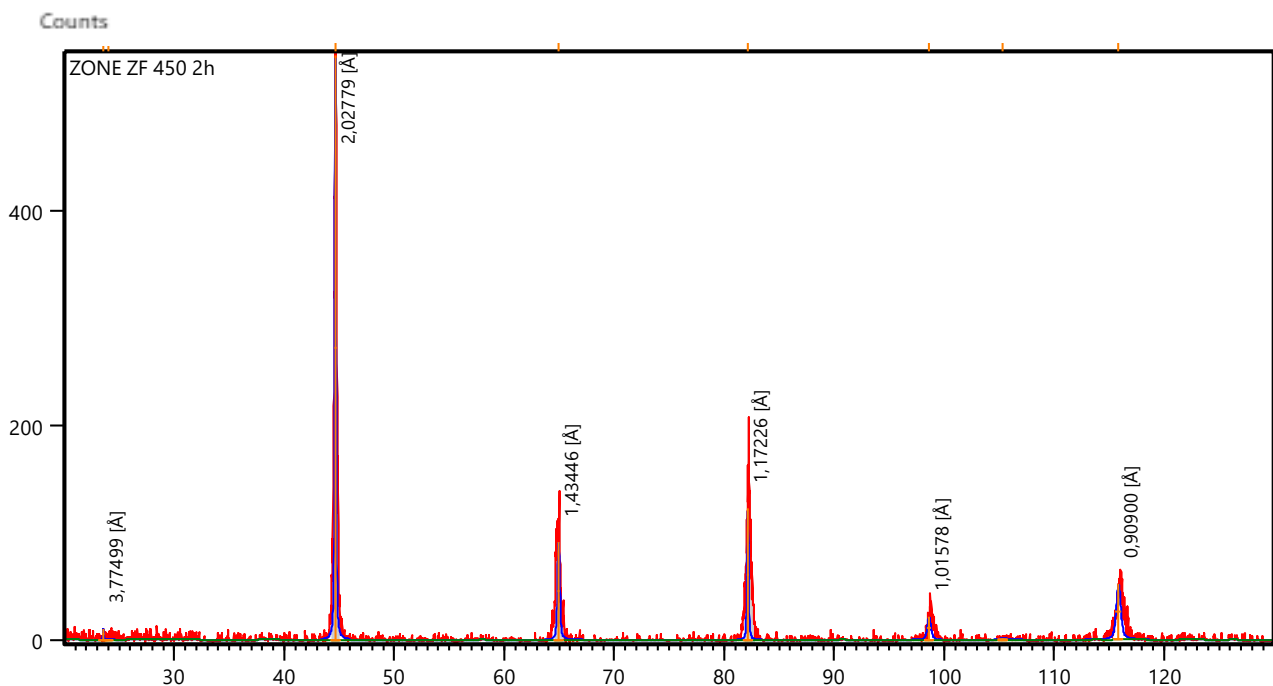


Figure IV - 25: Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 450C°) pour un temps de maintien 2heures.

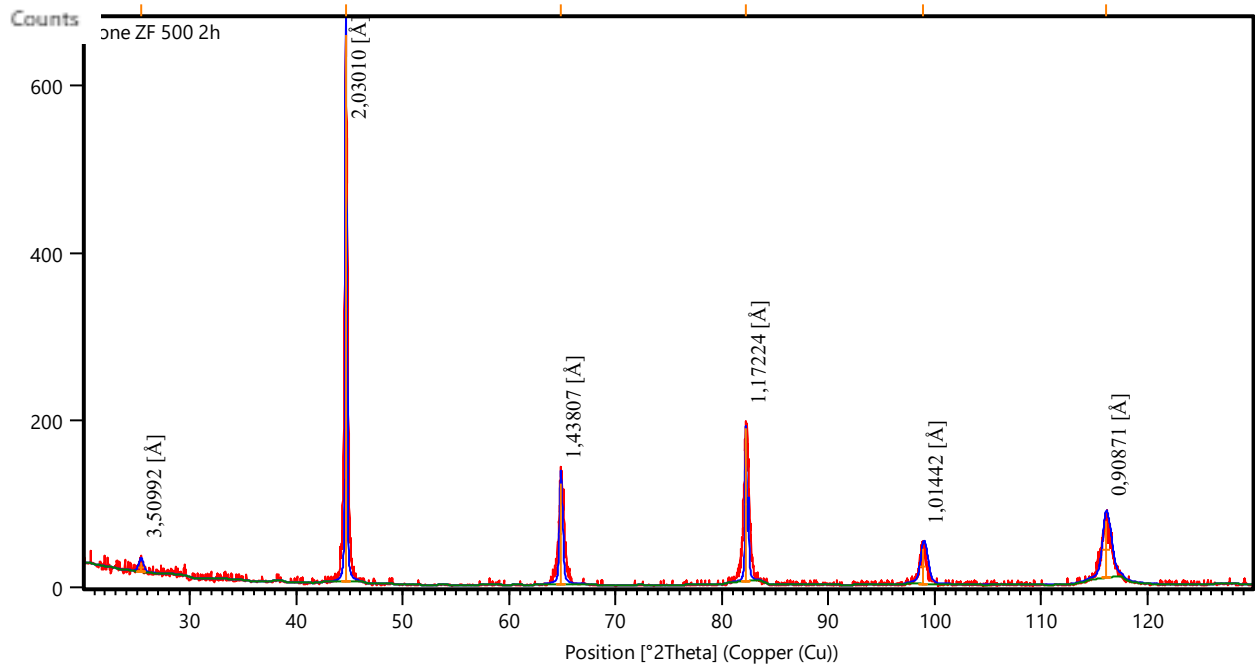


Figure IV - 26: Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 500C°) pour un temps de maintien 2heures.

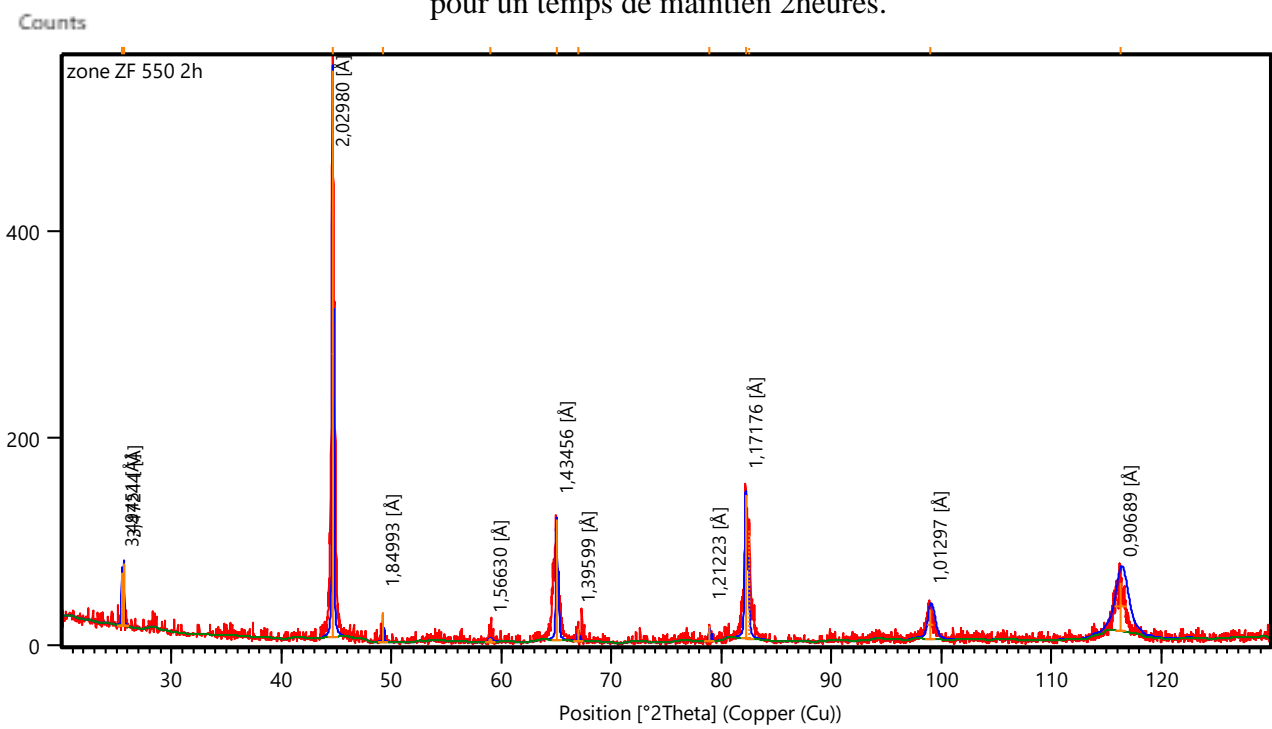


Figure IV - 27: Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.

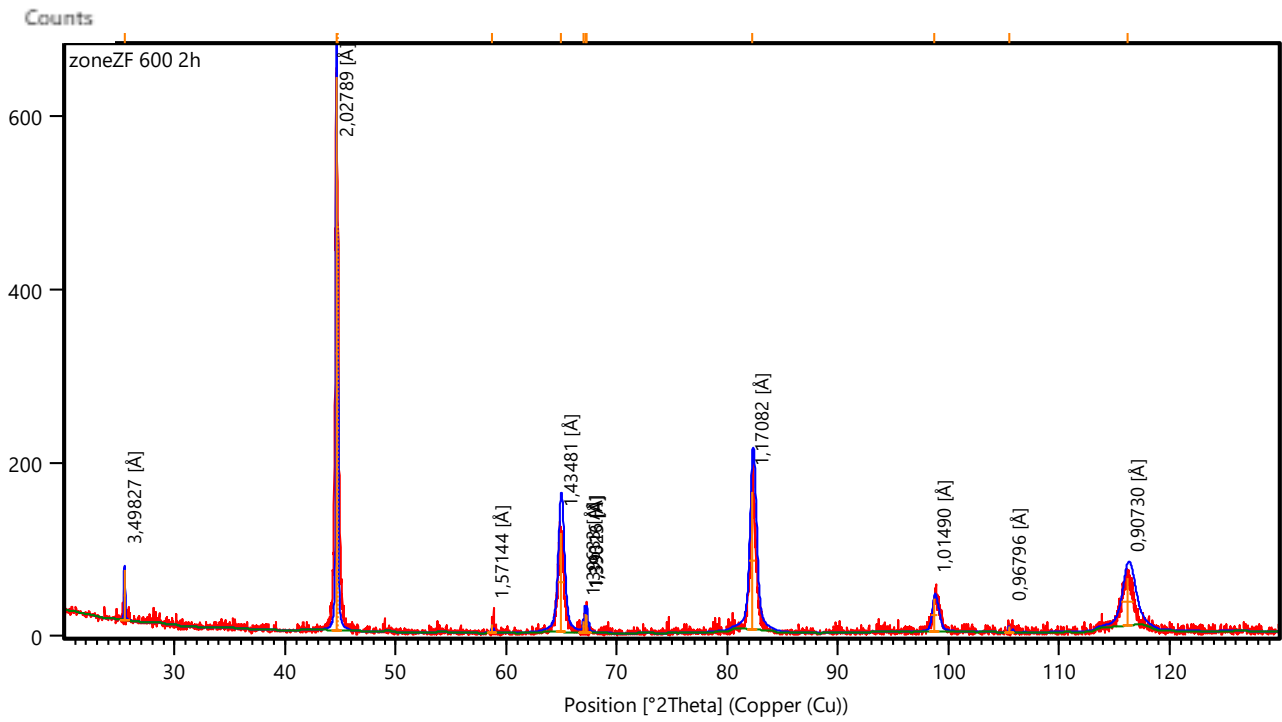


Figure IV - 28: Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 600C°) pour un temps de maintien 2heures.

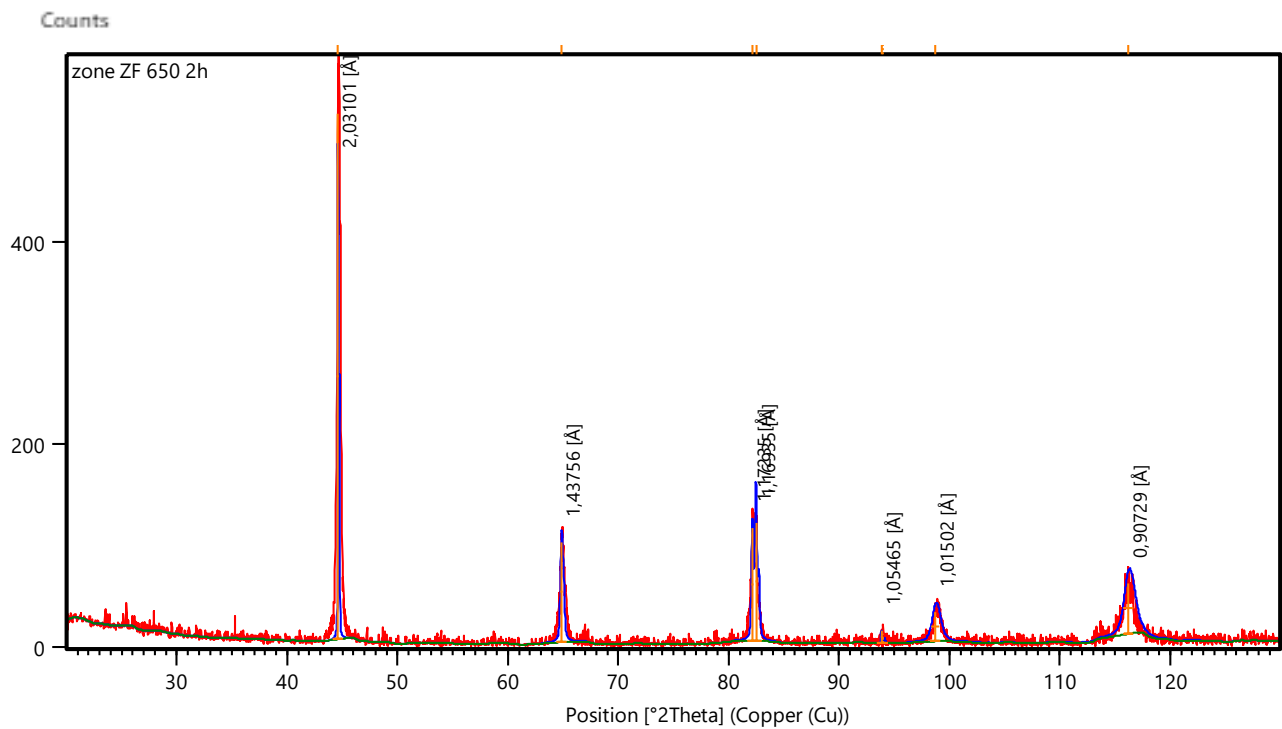


Figure IV - 29: Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 650C°) pour un temps de maintien 2heures.

Zone II :

Les figures IV.30, IV.31, IV.32, IV.33 et IV.34 présentent les différents diffractogrammes de la zone II (zone affectée thermiquement), une apparition de nouveaux pics cas de la figure IV.32, IV.33 et IV.34, un décalage des pics par rapport à l'état brut qui se traduit par la distorsion du réseau et l'apparition des contraintes interne par la formation des microdéformation plastique.

Le tableau 22 d'Annexe II, présente le décalage des pics en fonction de traitement thermique par rapport à l'état brut.

A la température 550C° on a remarqué une apparition de nouveaux pics à l'angle de diffraction 2θ : (25,8308°), (38,6029°), (49,3861°), (59,2223°), (67,5950°), (79,2139°), (80,7054°), (90,2111°), (94,2716°) et (105,0561°), pour 600C° et 650C° on note apparition de nouveaux pics qui traduit la formation de nouvelles phases AlN, NbC Annexe II- tableau 11 et 12 de présent la liste des pics diffractés.

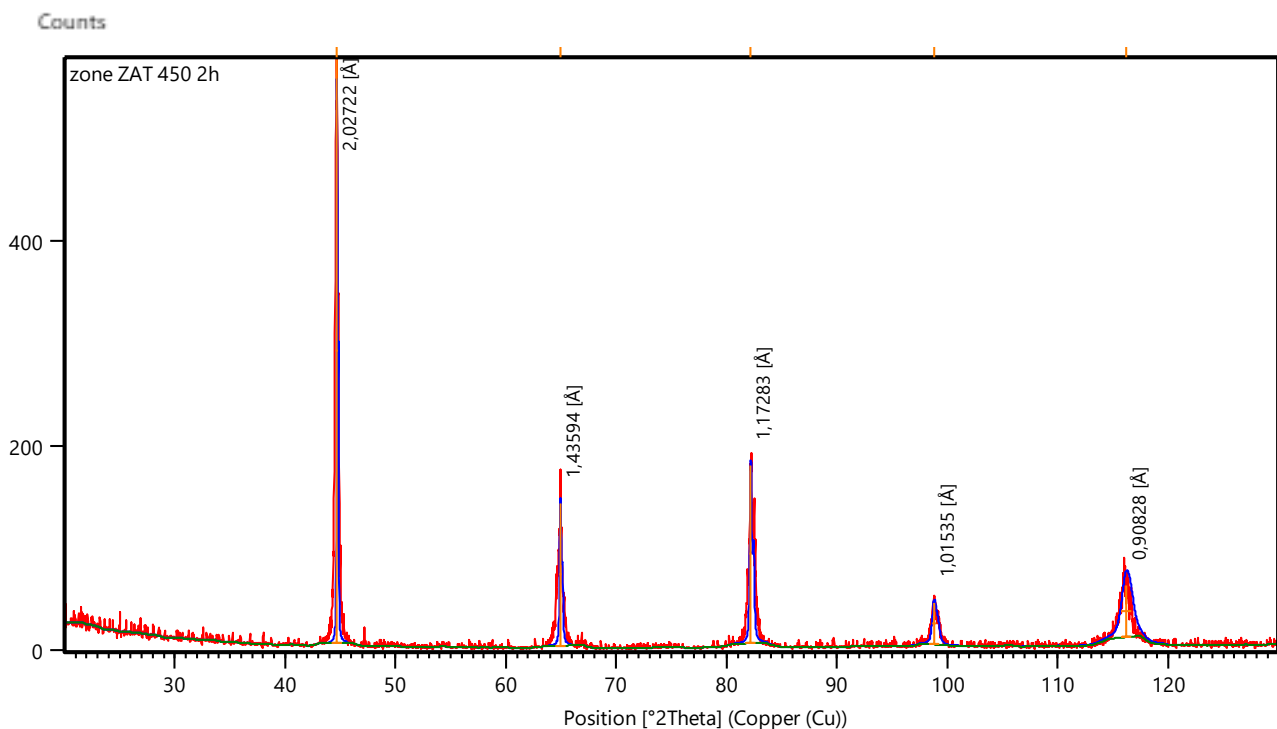


Figure IV - 30: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 450C° pour un temps de maintien 2heures).

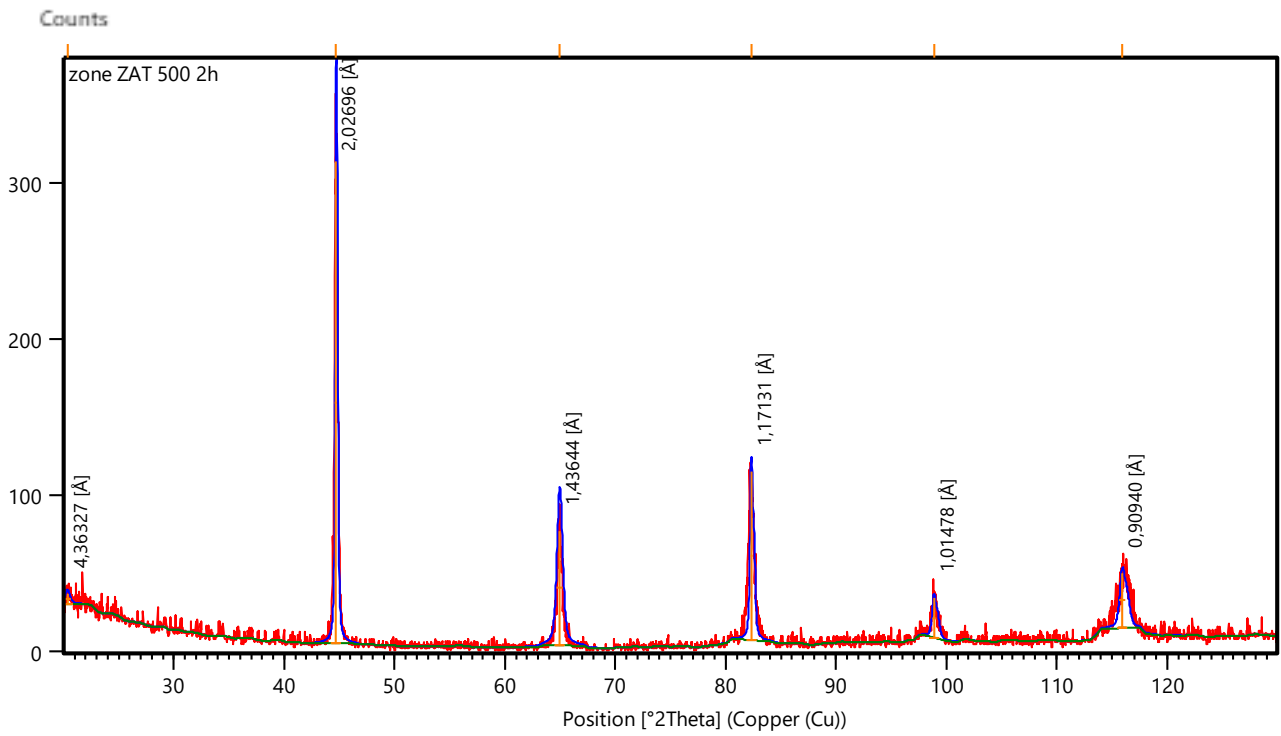


Figure IV - 31: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 500C°) pour un temps de maintien 2heures.

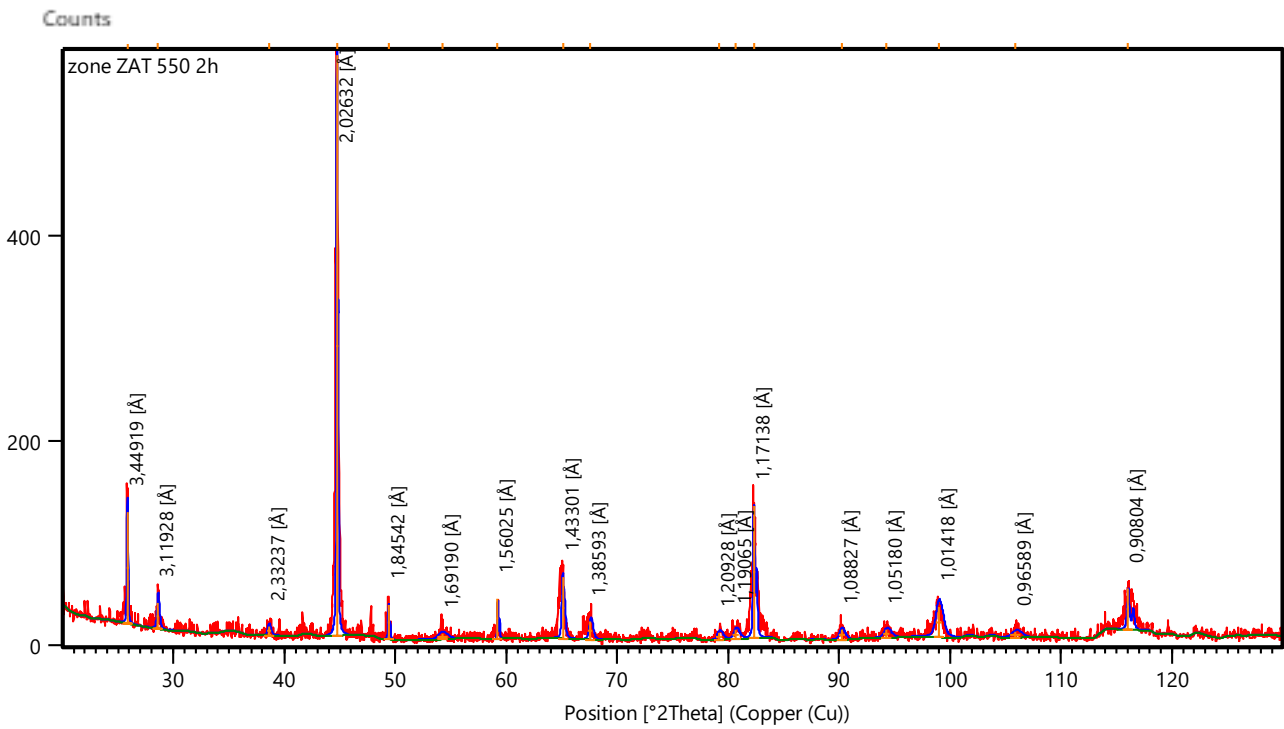


Figure IV - 32: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.

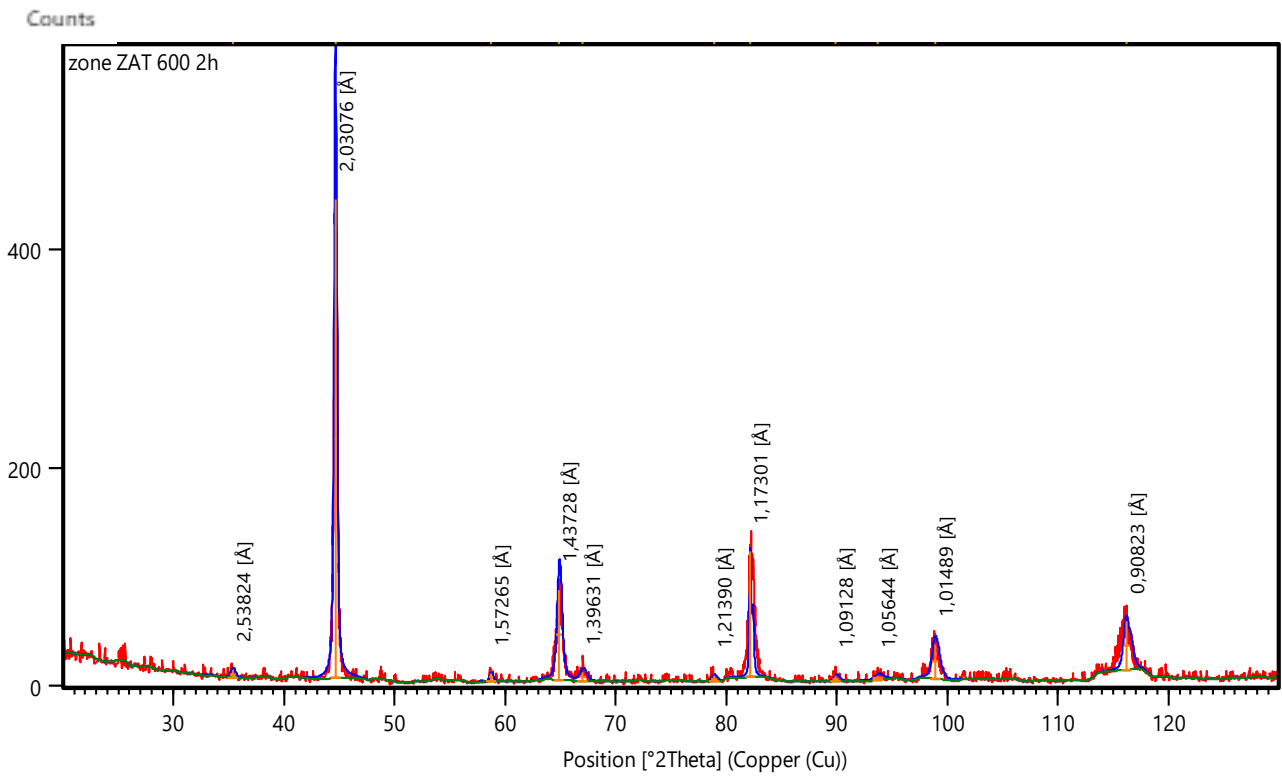


Figure IV - 33: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 600C°) pour un temps de maintien 2heures.

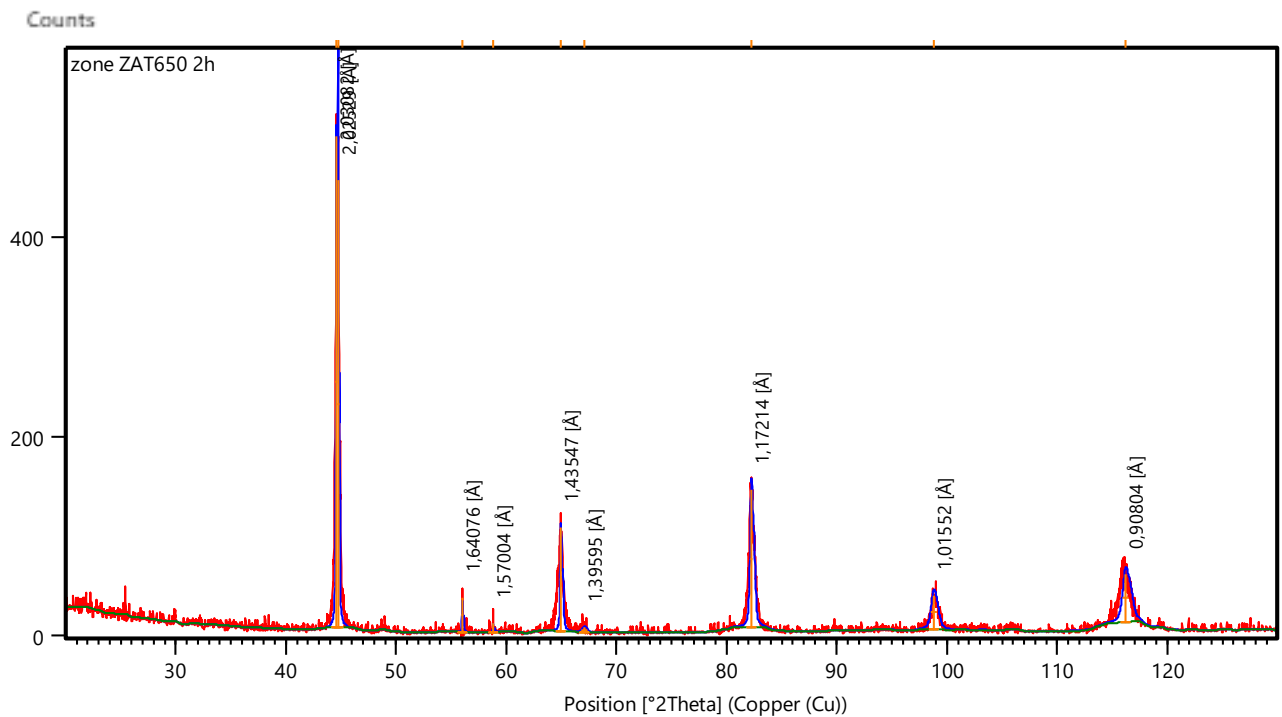


Figure IV - 34: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 650C°) pour un temps de maintien 2heures.

3^{ème} famille :

Zone I :

Les diffractogrammes de diffraction des rayons x, des figures IV.35, IV.36, IV.37, IV.38 et IV.39 présentent les échantillons de la zone I (zone fondu), par rapport à l'état brut une apparition de nouveaux pics à différents angles de diffraction Annexe II A-13 ,14,15 et 16, due à la formation des phases avec un décalage des pics-t-elle que les pics de Fe (matrice) et la cémentite (voir Annexe I).

Alors qu'à 550°C et a un temps de maintien de 5h, on note les angles de diffraction 2θ :(44,6930°), (64,9108°), (82,2484°), (98,8216°) et (116,0077°) avec un décalage des pics par rapport l'état brut de : (0,0356°),(0,1418°),(0,0831°),(0,1811°) et (0,4738°).

L'Annexe II B présente les tableaux de décalage des cinq pics des différents diffractogrammes.

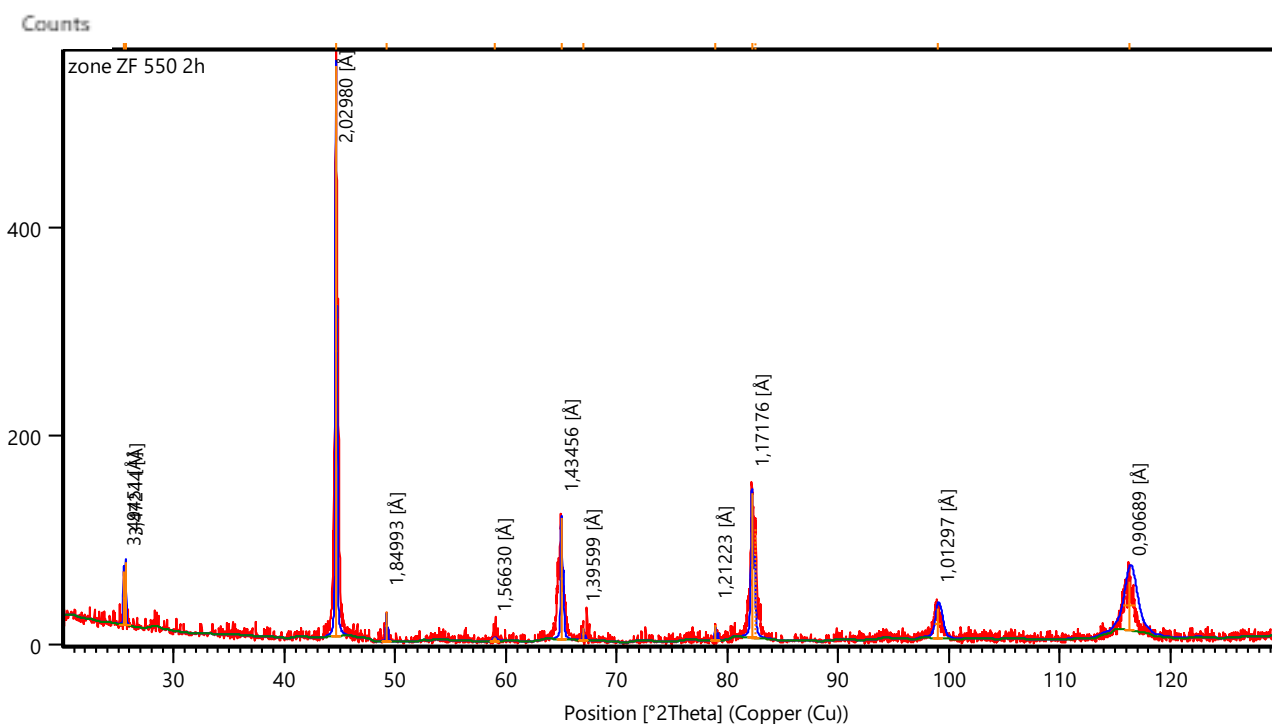


Figure IV - 35:Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.

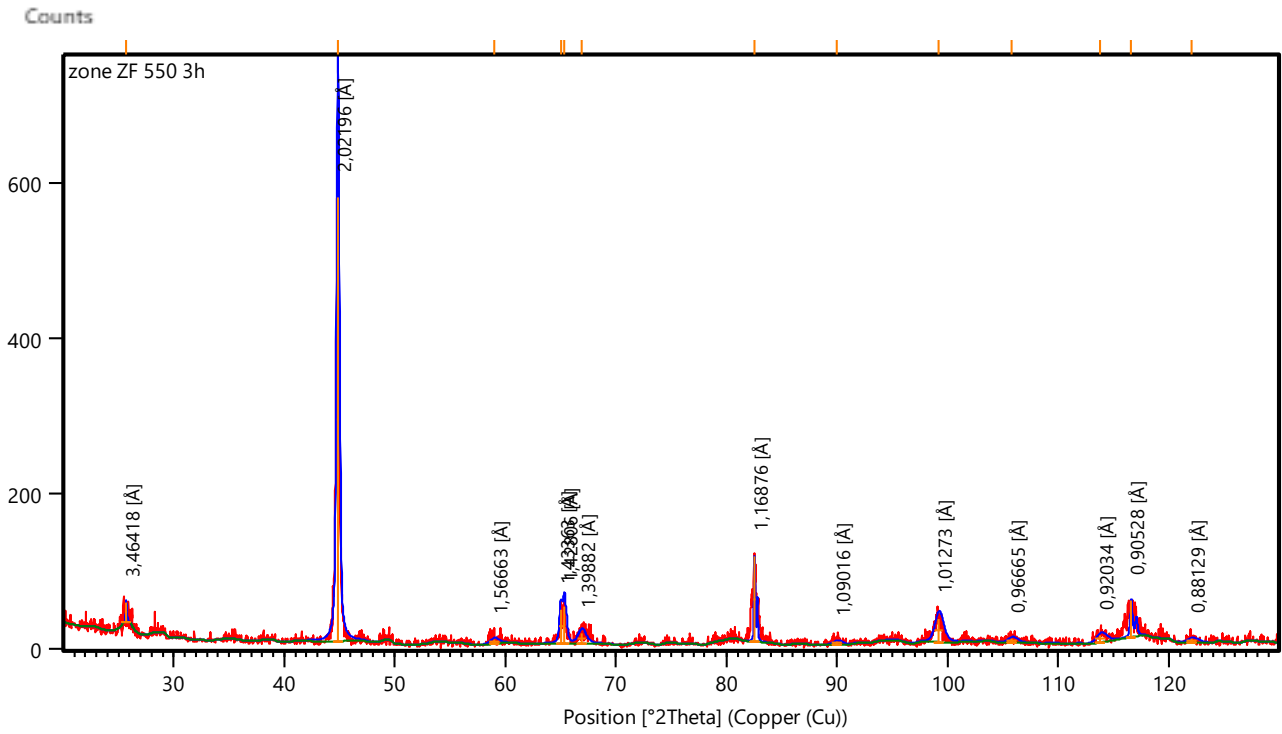


Figure IV - 36: Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 3heures.

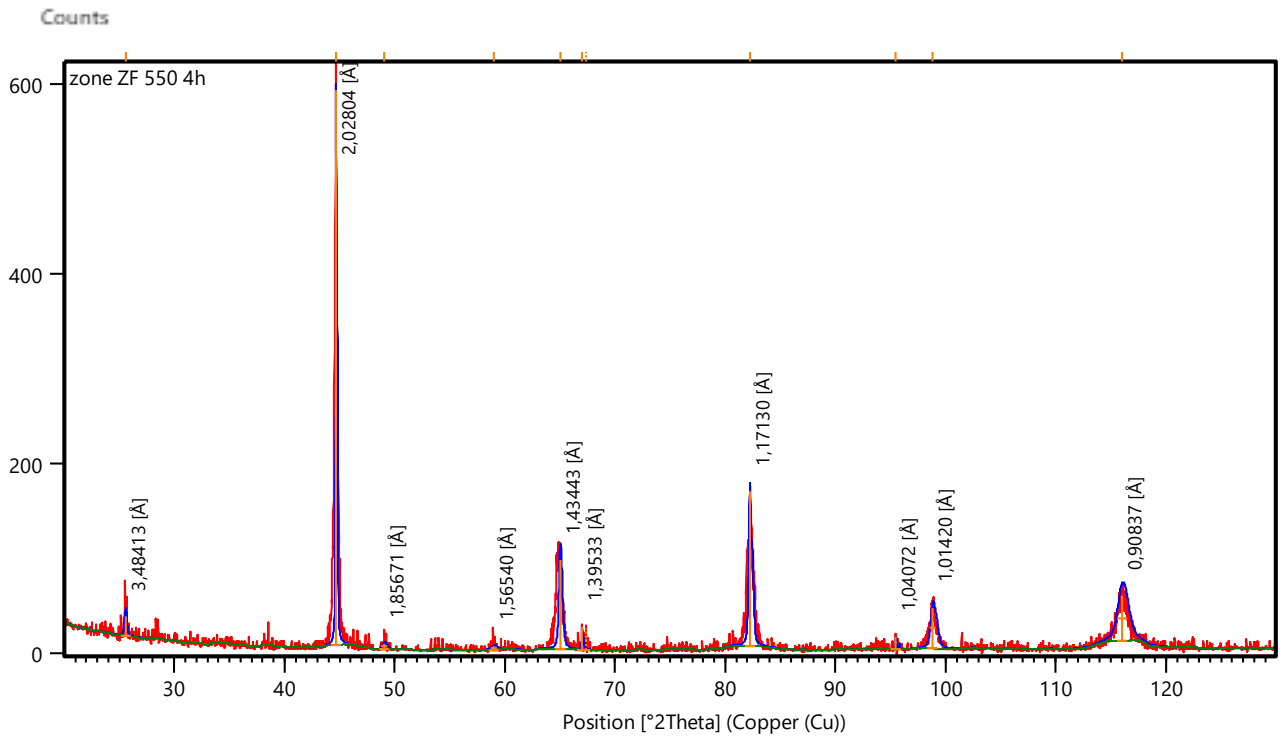


Figure IV - 37: Diffractogramme de la zone fondu (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 4heures.

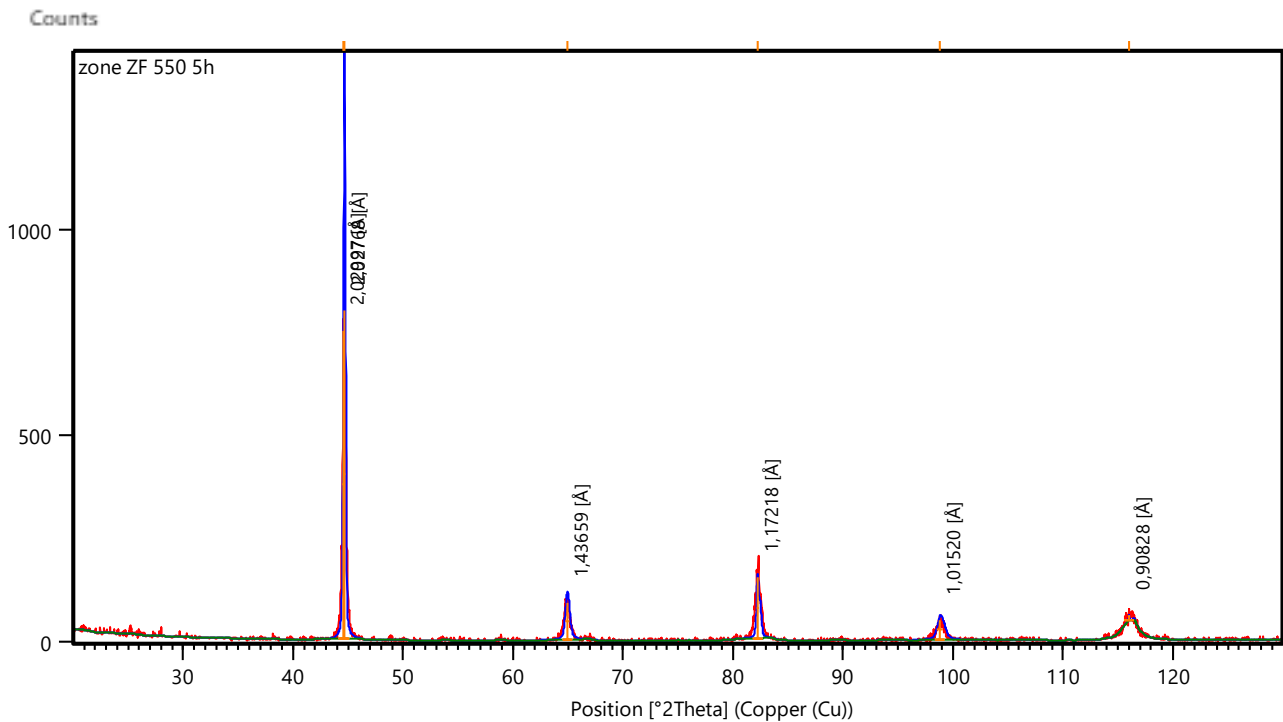


Figure IV - 38: Diffractogramme de la zone fondue (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 5heures.

Zone II

Les diffractogrammes des rayons x, des figures IV.39, IV.40, IV.41 et IV.41, présentent les échantillons de la zone affectée thermiquement ZAT. Sur la figure IV.40 (un traitement thermique à 550C° pour un maintien de 3h), on remarque que le nombre des pics a diminué par rapport aux traitements thermiques de 2h et 4h de maintien.

À 3heures de temps de maintien les pics diffractent selon les angles de diffraction 2θ : (25,5361°), (44,6185°), (58,9451°), (64,7777°), (67,1896°), (82,2280°), (98,8091°) et (115,9925°), traduit par dissolution et ou formation des phases-t-elle que, les carbure de Fe et Nb.

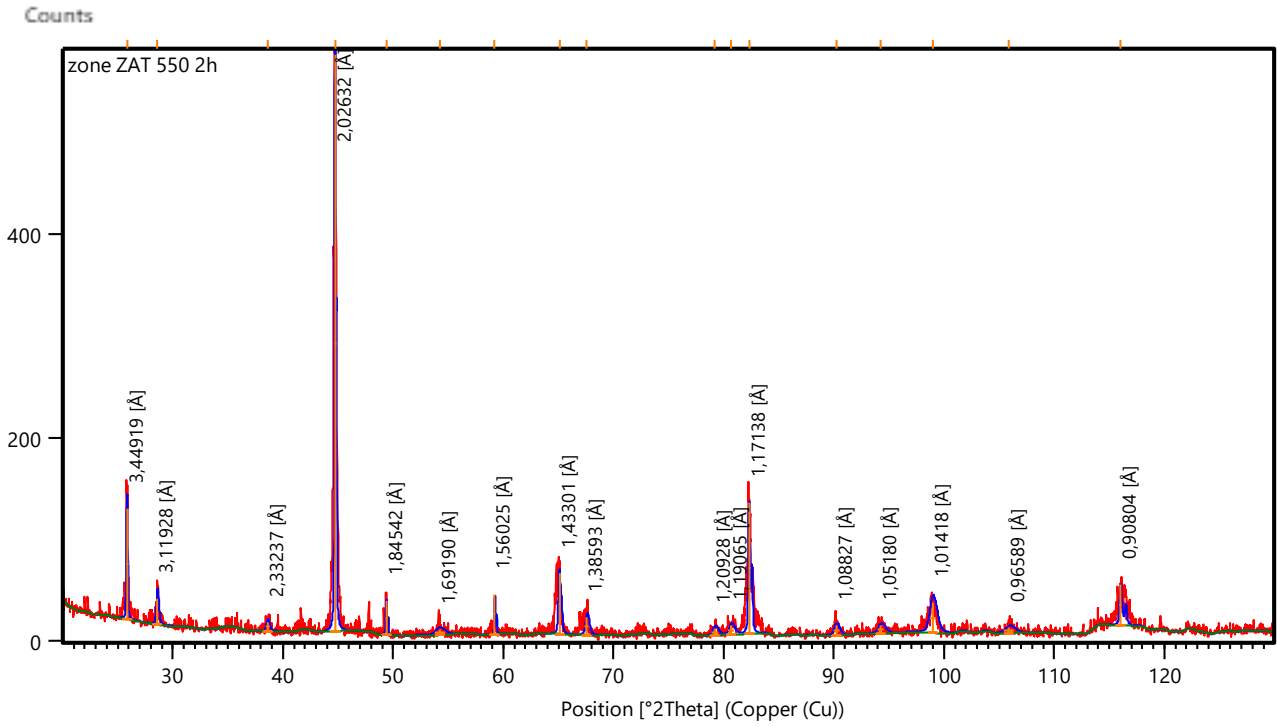


Figure IV - 39: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 2heures.

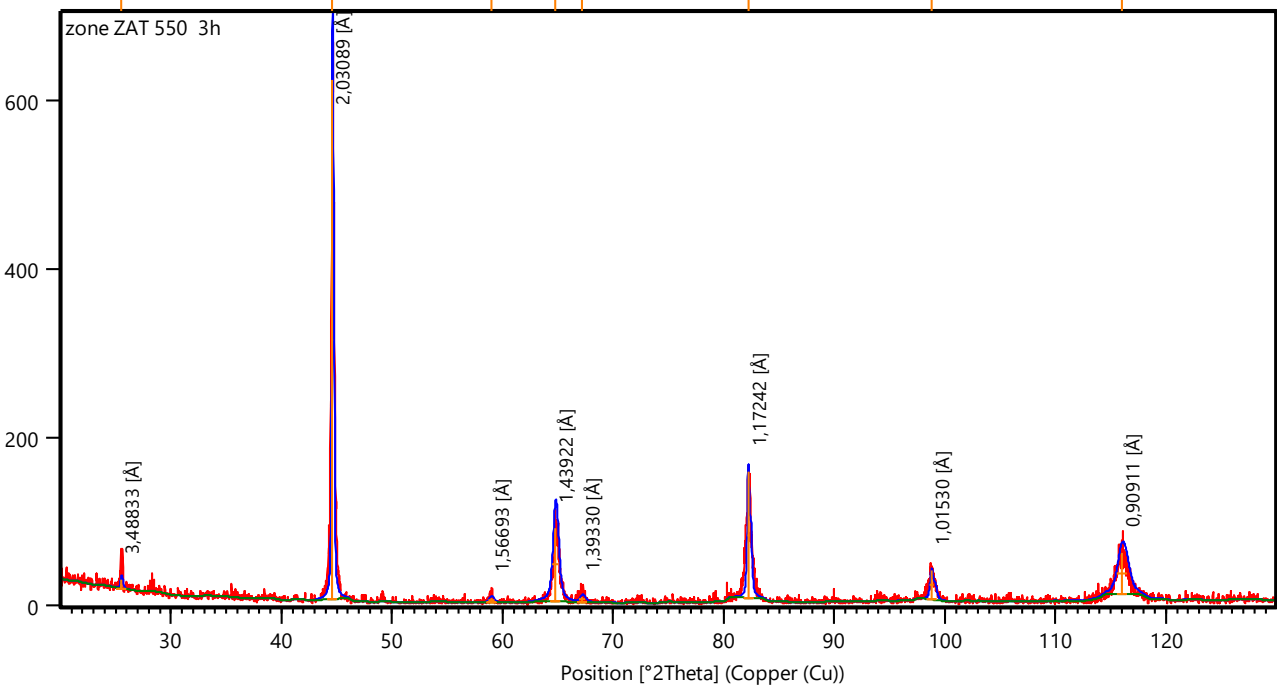


Figure IV - 40: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 3heures.

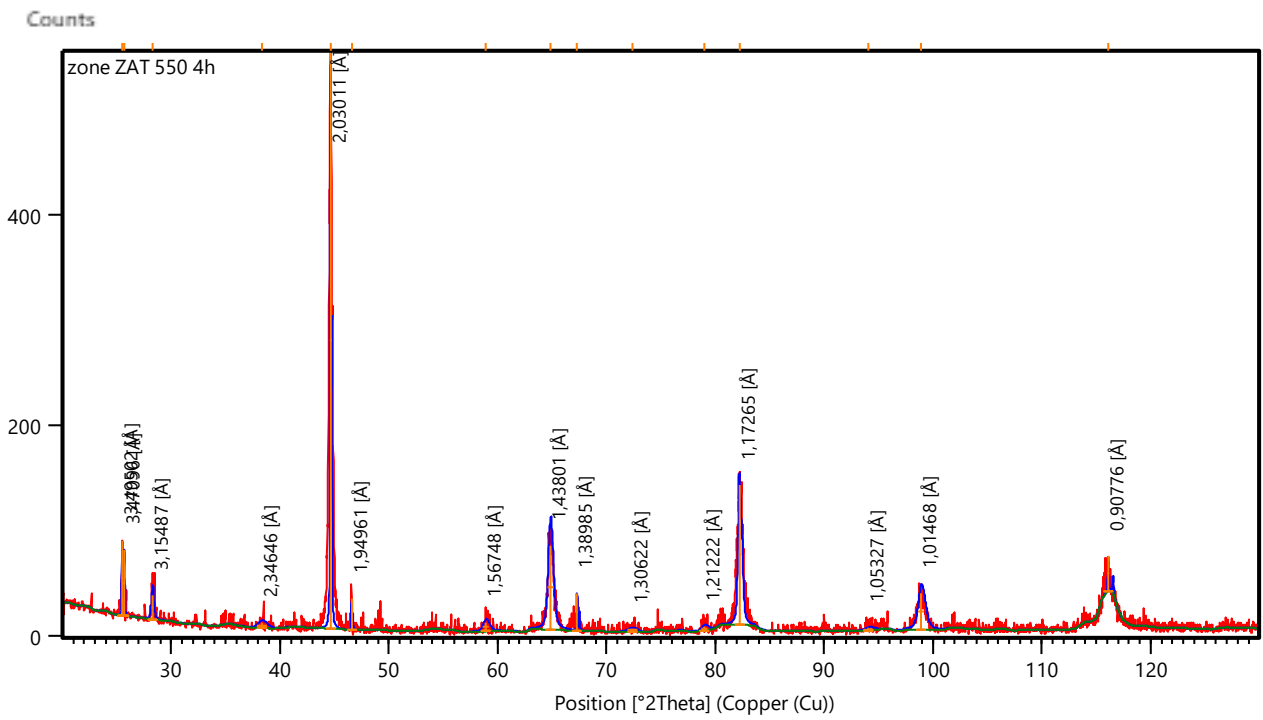


Figure IV - 41:Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 4heures.

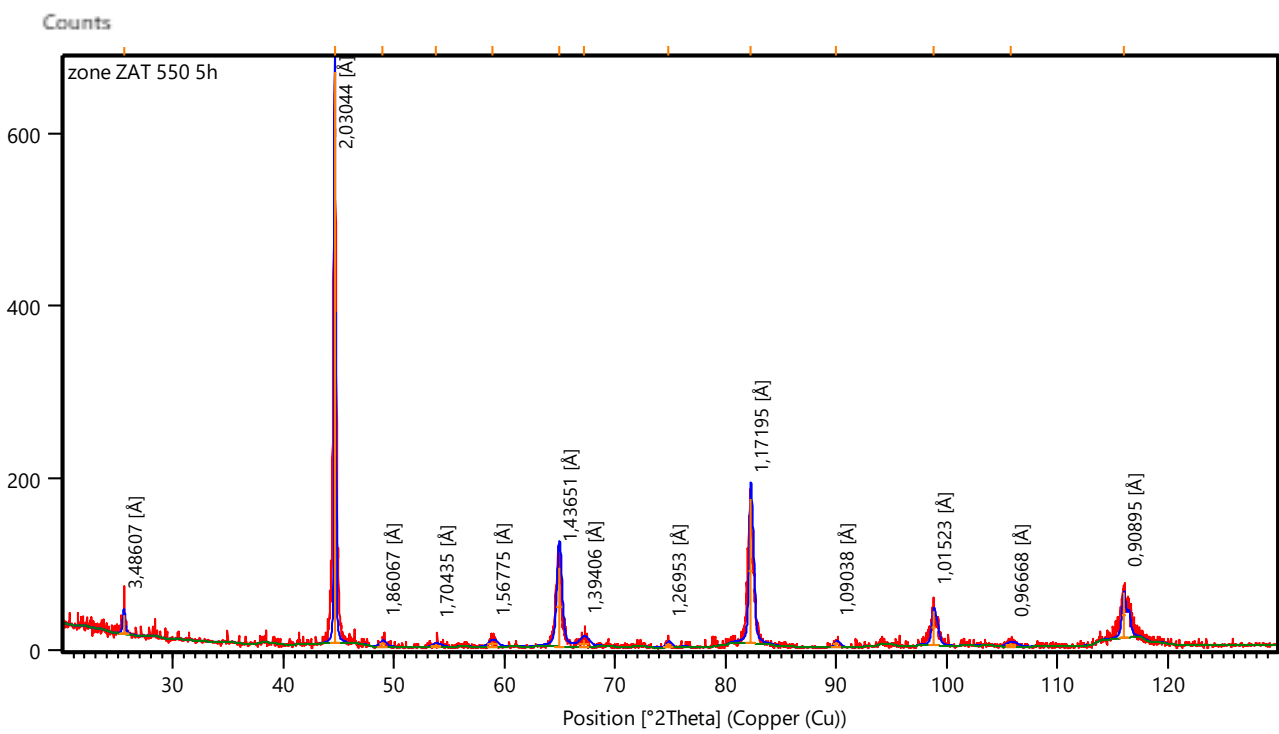


Figure IV - 42:Diffractogramme de la zone affectée thermiquement (sous traitement thermique 550C°) pour un temps de maintien 5heures.

IV.3 Comparaison des résultats de diffraction des rayons X :

Une comparaison des différents diffractogrammes est présentée selon les deux zones de cordon de soudure Zone I (ZF) et Zone II(ZAT) et a différents traitements thermiques.

Zone I

Les figures VI.43, IV.44 présentent une comparaison des différents diffractogrammes de diffraction des rayons x de la zone fondue.

On remarque le décalage des pics et une variation des intensités des pics diffracter par rapport à l'état brut, cette variation nous informe sur la quantité des différentes densité des plans diffracter l'hors du formation ou dissolution des différentes phases, cas des nitrures ou des carbures (NbC,AlN) selon les différents traitements thermiques appliquer voir Annexe IIB.

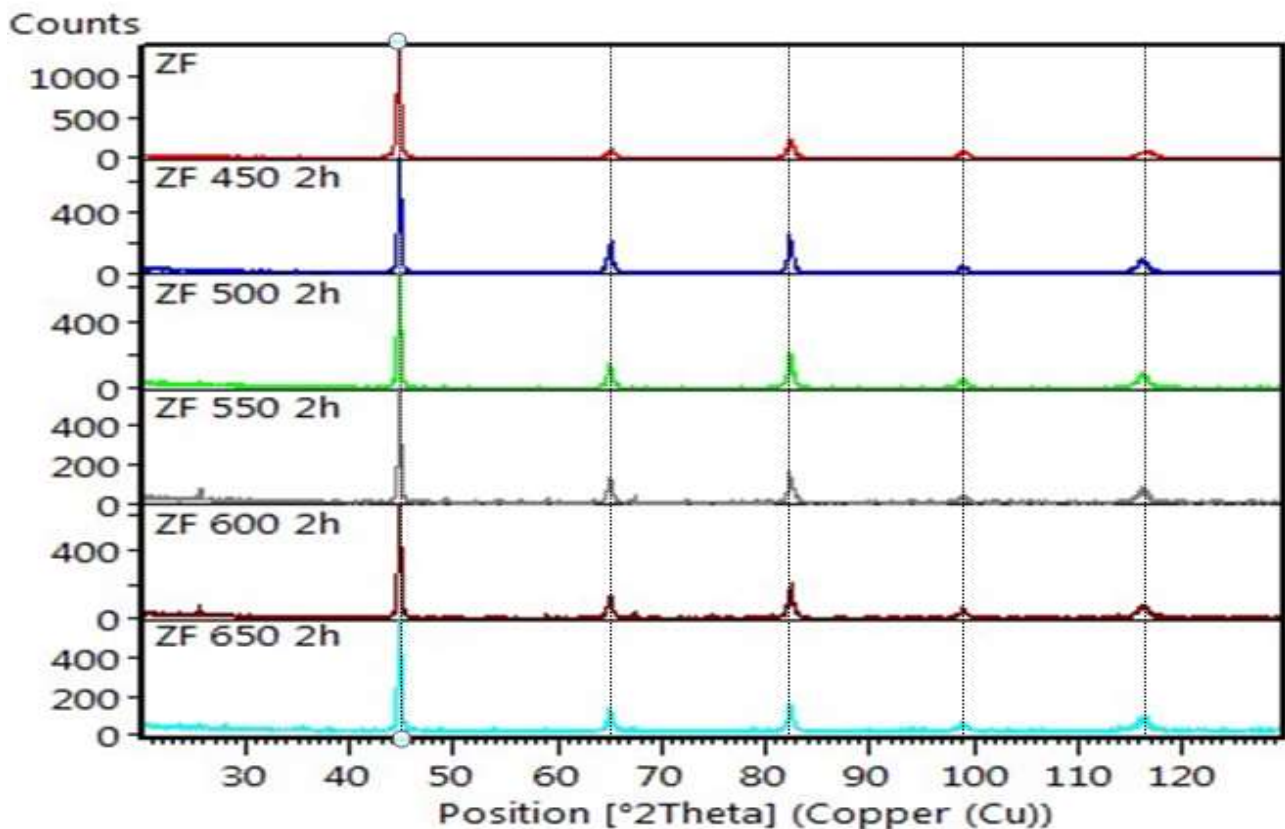


Figure IV - 43: Comparaison des diffractogrammes de la zone fondue (avec un temps de maintien 2h).

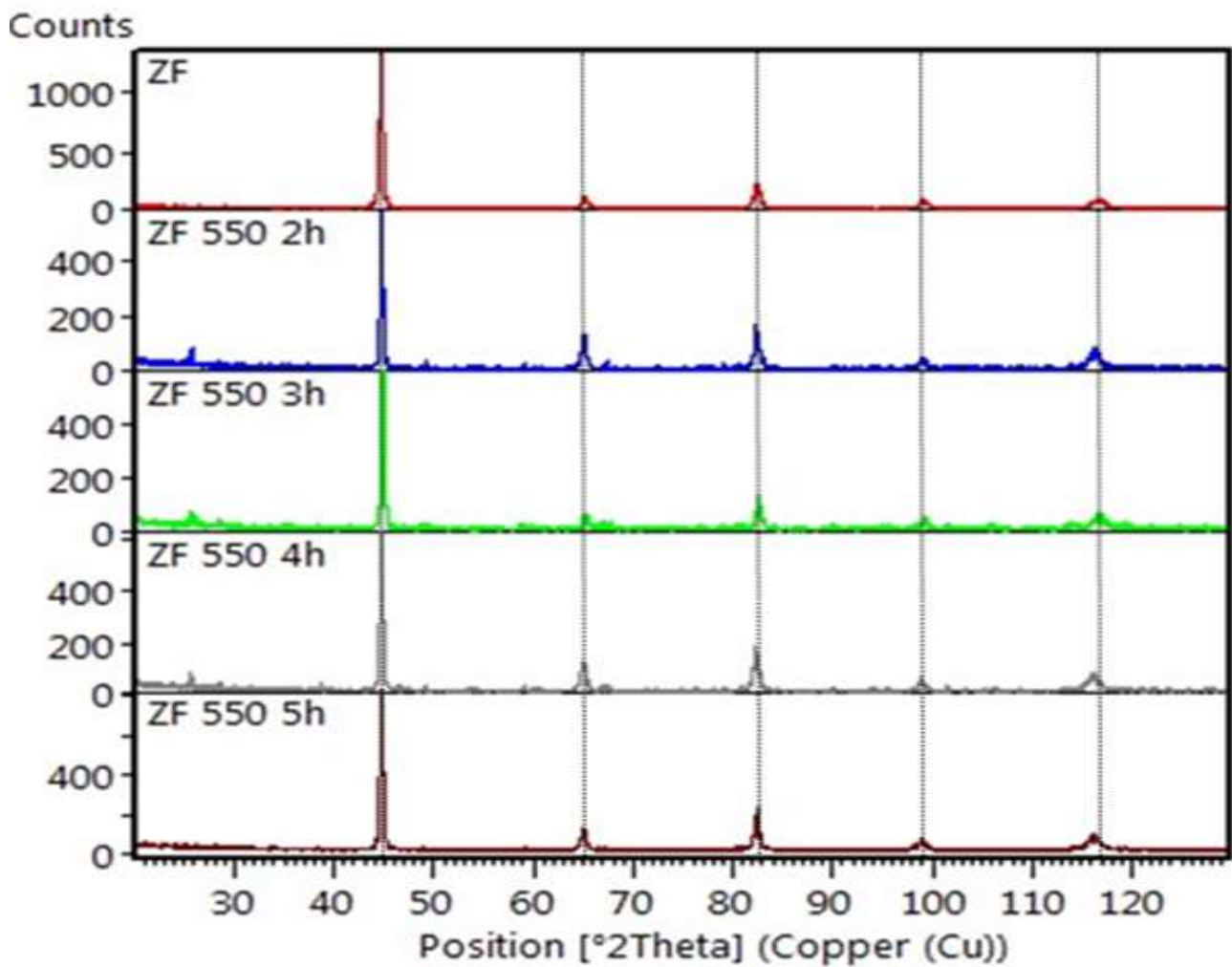


Figure IV - 44: Comparaison des diffractogrammes de la zone fondu (avec une température traitement thermique fixe 550C°).

Zone II

En comparant les différents diffractogrammes de diffraction des rayons x de la zone affectée thermiquement selon les protocoles traitements thermiques cité au par avons, les figures VI.45, IV.46 présentent le décalage des pics et la variation des intensités des pics diffracter des différents diffractogrammes ainsi que l'apparition de nouveaux pics.

La formation et ou la dissolution des différentes phases selon les différents traitements thermiques réaliser sur les échantillons et traduit par l'apparition ou l'absences des pics de diffractions cas du traitement thermique à 550°C et 2h de maintien dont en note un décalage de pic par ordre (-0,0158°), (0,7459°), (-0,0359°), (0,0155°), (0,0034°) et (0,7459°)

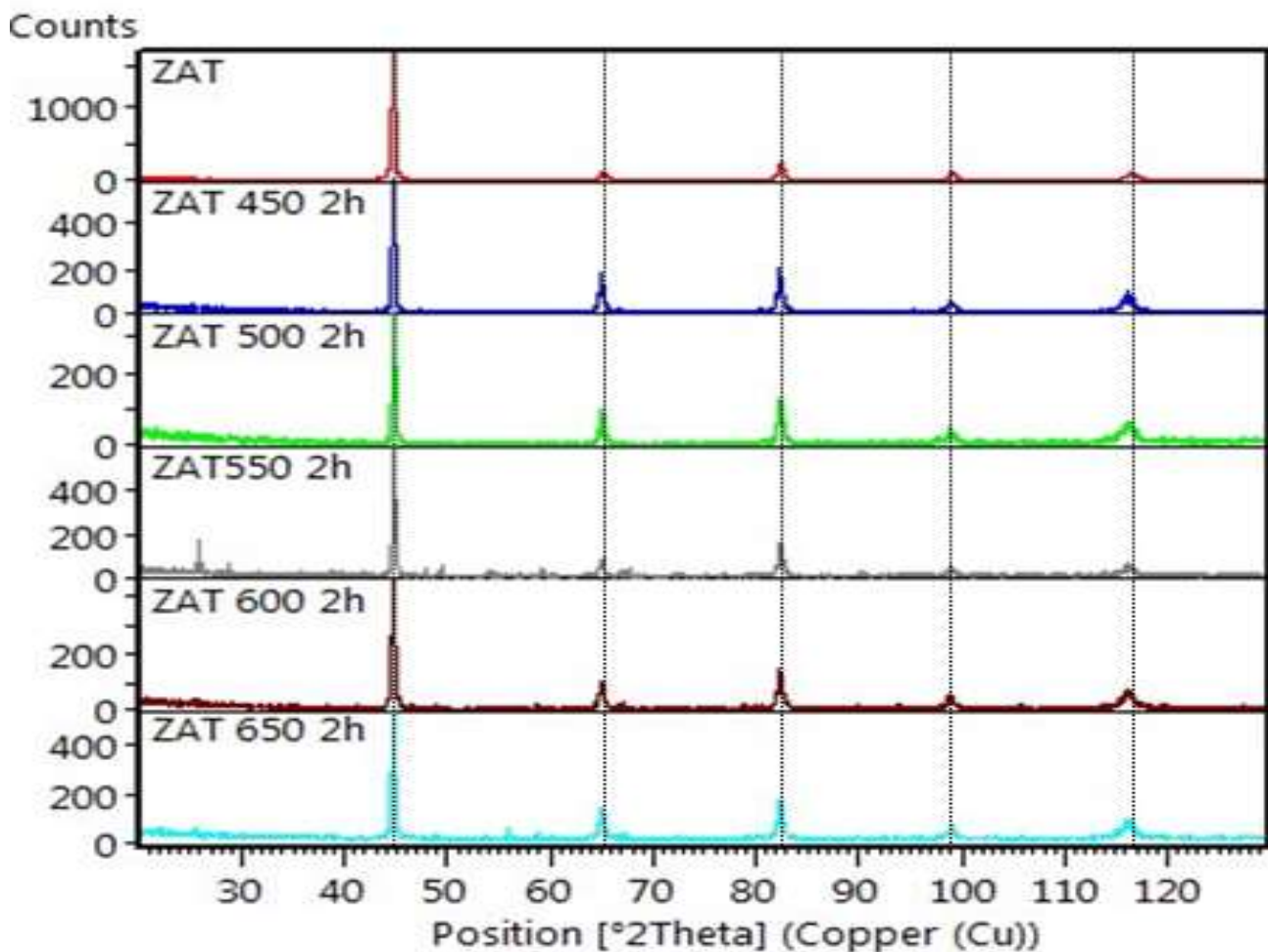


Figure IV - 45: Comparaison des diffractogrammes de la zone affectée thermiquement (avec un temps de maintien 2h).

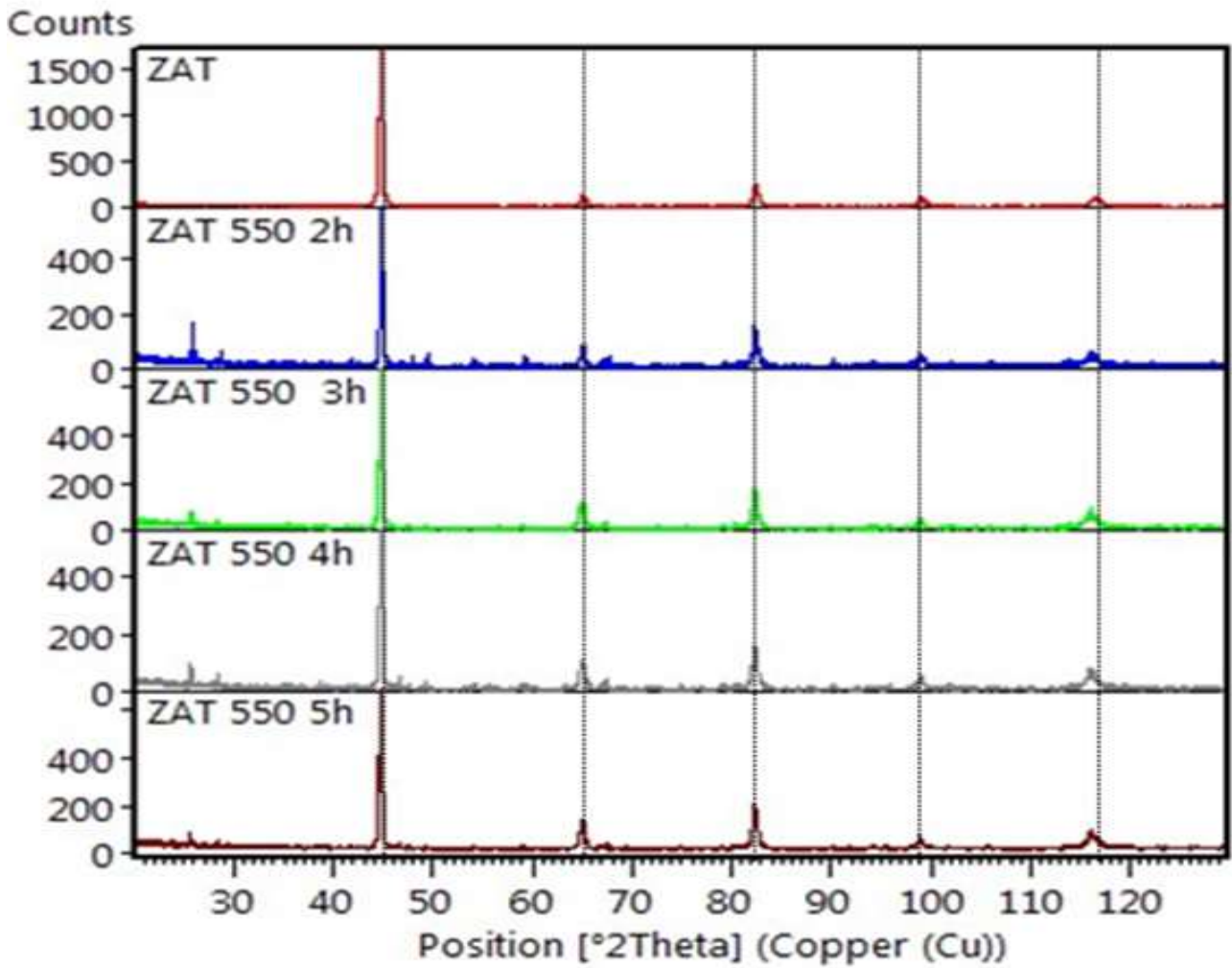


Figure IV - 46: Comparaison des diffractogrammes de la zone affectée thermiquement (avec une température traitement thermique fixe 550C°).

IV.4 Discussion :

Après la réalisation du cordon de soudure sur l'acier X70, la microstructure de celui-ci varie nettement d'une zone à une autre (le cordon de soudure et la zone affectée thermiquement), d'après la figure IV.2. On remarque bien que, la microstructure est inchangée par l'existence des mêmes phases, matrice Fe, la cémentite Fe_3C et la phase AlN ; la cémentite Fe_3C avec l'apparition des précipités, lors de soudage de tube, dans la zone du cordon de soudure et la zone de liaison (zone I), alors que la morphologie des micrographies change et le pourcentage des éléments Fe, C, Nb, Al, V et Mn varie selon les résultats de la microanalyse EDS par MEB du point de vue dissolution et formation par rétrodiffusion des carbures et des nitrures.

Une délimitation claire de la zone affectée thermiquement (ZAT) et la zone fondue est bien formé par la morphologie de la micrographie (figure IV.2). Une différence de taille des grains des différents carbures et nitrures s'évoque l'hors du soudage. En remarque que les résultats de la microanalyse EDS par MEB nous donne différentes pourcentages des éléments cas de la zone fondue de l'état brut : Fe (90,05%) ,C (3,92%), Nb(4,34%) , Al(0,10%) , V(0,02%) et Mn(1,57%) et la zone affectée thermiquement : Fe(76,76%) ,C (18,33%),Nb(3,46%) , ,V(0,05%) et Mn(1,40%). Alors que on remarque le diffractogramme de la figure IV .23, présent cinq pics qui diffractent selon les angles 2θ : ($44,5714^\circ$), ($65,0526^\circ$), ($82,3315^\circ$), ($98,9971^\circ$) et ($116,4818^\circ$), le premier pic présente le pic le plus intense, avec une intensité relative de 100% et une distance inter-réticulaire $2,02615A^\circ$, ce dernier présente la phase majoritaire dont on parle du Fe (matrice) et la cémentite. Alors que le diffractogramme de la zone affectée thermiquement les cinq pics qui diffracte selon l'angle 2θ : ($44,7087^\circ$), ($65,0570^\circ$), ($82,3328^\circ$), ($98,9600^\circ$) et ($116,8020^\circ$) avec des distances inter-réticulaire dont le pic majeure et de $44,7087^\circ$ avec une distance $2,02700A^\circ$. Une rétrodiffusion dans l'acier, par effet de chauffage plus au moins long, lors de soudage, la phase $AlNb_3$ est formée dans la zone fondu. Dans la zone frontalière entre la ZAT et le métal de base la phase $AlNb_3$ est dissoute par diffusion suite à la propagation par conduction de la chaleur dans l'acier ; cette phase qui existe initialement dans l'acier (métal de base).

L'analyse des résultats des traitements thermique dans la zone I (métal fondu) montre une évolution de la morphologie de la structure de l'acier ainsi que la microstructure, à $450^\circ C$ et un maintien de deux heures la présence des différentes éléments-t-elle que Fe, C, Nb, Al ,Mn et Si avec une variation de pourcentage de ces derniers, dont en remarque une diminution de

pourcentage de Fe(86,38%) et une augmentation de pourcentage de C(6,58%). A 450C°, on a l'intensité des pics varies, Le pic le plus intense diminue jusqu'à (545,03 Counts). Un décalage de 0,0772° correspond à une distance inter-réticulaire 2,02779A° avec un décalage des quatre pics de (0,0941°),(0,1726°),(0,362°)et (0,618°) , ce décalage est due à la microdéformation plastique qui implique la distorsion de réseaux par insertion des différentes éléments et ou formation et dissolution des différentes phases(cas de Si qui joue le rôle d'un catalyseur de la formation des perlite et augmentation de la phase α et le Mn qui augmente les dislocation), seule la cémentite est présent dans la matrice et sous forme de sphérolite dispersé avec un affinement de taille des grains,

Alors qu'à 550°C et pendant 2 heures de maintien ,les mêmes éléments existent sans changement, mais avec une quantité de carbone qui augmente jusqu'à 18,74% et une quantité de Fe qui diminue à 76,86% ,on remarque une variation de la morphologie par une augmentation de sphérolite. Cette augmentation s'explique par un gain d'énergie (apport de chaleur) qui oriente le système (la matrice et éléments d'addition) Vers un équilibre thermodynamique. Celui-ci qui est fortement affecté par les éléments d'addition et les énergies des défauts ponctuels et linéaire (contraintes interne) ainsi que les tensions interfaciales entre les grains ; celles-ci qui change en fonction de la taille des grains dans ce systèmes on peut illustrer l'équilibre thermodynamique par l'équation de l'enthalpie libre :

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S + \sum_i^n Qi \quad (IV.1)$$

À des températures T le système en équilibre quand $\frac{\partial \Delta G}{\partial T} = 0$.

Qi : l'ensemble des énergies des défauts ponctuels et linéaire (contraintes interne) ainsi que les tensions interfaciales entre les grains et les dislocations.

Dans l'ensemble des diffractogrammes, suite aux variations de température des traitements thermiques (450°C, 500°C, 550°C, 600°C et 650°C) dans les différentes zones de cordon de soudure (ZF et ZAT) nous remarquons la variation des intensités des pics diffractés ainsi que le décalage des angles de diffractions et l'existence ou non des carbure et nitrure (les phases AlN, Al₃Nb, AlNb₃, NbC et TiC), leurs densités du point de vue (dispersion) et taille des grains, cela est tributaire de la rétrodiffusion des éléments d'addition ou la diffusion de ces derniers dans la matrice Fe .

L'ensemble des micrographies et microanalyses EDS par MEB des traitements thermiques à 550°C pendant un temps de maintien variable (2H, 3H, 4H et 5H), montre bien la présence des différents éléments avec variation de pourcentage et ou absence d'un élément (cas d'absence de l'Al et apparition de V avec une petite quantité (0,05%) dans le traitement thermique de 2 heures de maintien) ; qui s'explique par l'apparition et la disparition des différentes phases avec la variation de temps de maintien. Nous remarquons bien une variation de la morphologie de la structure de notre acier, soit par une augmentation de la taille des grains et /ou dispersion des sphérolite, Cette augmentation s'explique toujours par un gain d'énergie (apport de chaleur) qui oriente toujours le système (la matrice, éléments d'addition et les différentes phases) vers un équilibre thermodynamique stable.

La mesure de dureté de l'échantillon de référence (Annexe IV- figure 2), montre une fluctuation de la dureté HV2 (200HV) avec augmentation de celle-ci dans la zone de cordon de soudure (218HV). Remarquons bien que pour la partie interne de la soudure, une stabilité de la dureté tous le long de l'échantillon avec une diminution dans la zone affectée thermiquement ZAT, le point C présente la partie externe de la soudure. Par contre pour les deux autres zones elle garde la même allure, une stabilité de la dureté dans la zone de métal de base avec une petite diminution de dureté dans la ZAT et une augmentation dans la zone de cordon de soudure. Nous remarquons que même dans la zone fondue il y a variation, Cette variation s'explique par le mode de refroidissement, qui est dans la zone haute du cordon est rapide (trempe à l'aire) et cela dans les parties C et B (Annexe IV- figure 1); alors que dans la partie A (partie inférieure du cordon), la valeur de la dureté HV (194HV) est nettement inférieure à celle de la partie C et B. Cet écart de valeur de dureté est dû au chauffage de la zone A au cours des différentes passes de soudure, on peut dire que la zone A devient la zone affectée thermiquement ZAT par rapport au zones C et B.

Les courbes de variation des mesures de dureté HV en fonction des traitements thermique de tous les zones (zone fondue, la zone affectée thermiquement ZAT et métal de base) présentent plus au moins les mêmes allures avec des fluctuations par augmentation ou diminutions des valeurs de dureté.

On peut dire aussi que les fluctuations de mesure de dureté sont tributaires de la dissipation des dislocations (contraintes internes) qui ont un effet très marquant sur les mesures de dureté et le module de Young. Comme on peut l'interpréter par la loi de la vitesse de mobilité des dislocations :

$$V = \alpha \exp \left(\frac{-\Delta H_1}{RT} \right) \quad (\text{IV.2})$$

V : vitesse de mobilité des dislocations.

ΔH_1 : Enthalpie d'activation d'une dislocation à la température T.

Cette vitesse de la dissipation et mesurer dans des grains pur (Exp : Fe) dans notre cas cette vitesse dépendra énormément des impuretés dans les grains à savoir l'existence des différents éléments d'addition en interstice ou des carbures par une zone de la matrice.

CONCLUSION

GENERALE
GENERALE

CONCLUSION GENERALE

L'analyse par microscopie optique de la morphologie ,la microanalyse EDS par microscope électronique à balayage et l'analyse par diffraction des rayons x de la microstructure du cordon de soudure (la Zone fondu ZF et la zone affecté thermiquement ZAT) de l'acier X70, suite à l'application d'un protocole des traitements thermiques préalablement définie, ont montré une nette variation de la morphologie avec formation et dissolution des carbures et nitrures selon la température et le temps de maintien.

Le dépouillement de l'ensemble des diffractogrammes, nous informe bien sur les angles de diffractions de rayons X, les distance inter réticulaires pour chaque pic, le décalage des pics et la formation et la dissolution des différentes phases qui peuvent coexister, suite un traitement thermique définie.

On peut citer comme exemple :

- *le traitement thermique de 550°C et a un temps de maintien de 5h,on note les angles de diffraction 2ϑ : (44,6930°), (64,9108°), (82,2484°), (98,8216°) et (116,0077°) avec un décalage des pics par rapport l'état brut de : (0,0356°),(0,1418°),(0,0831°),(0,1811°) et (0,4738°), ce décalage des pics et la variation des intensités des pics diffracter par rapport à l'état brut, nous informe sur la quantité des différentes densité des plans diffractés lors du formation et /ou dissolution des différentes phases, cas des nitrures ou des carbures (NbC ,AlN).*

- *La phases TiC, NbC qui se forme à 500°C pendant un temps de maintien deux heures alors qu'à 550°C se dissolvait et que la phase AlNb₃ se forma par rétrodiffusion de l'élément Nb, Al en solution dans la matrice.*

L'apport énergétique sous forme de traitements thermiques contrôlés conduit à des systèmes thermodynamiquement stables le long de la formation ou la dissolution des phases qui s'accompagne avec la dissipation des contraintes internes initialement introduites par l'effet du refroidissement rapide à l'air du cordon de soudure. La dissipation des contraintes internes (dislocations dans les grains ou inter granulaire) qui s'accompagne avec la formation et /ou la dissolution des carbures et nitrures conduit à des fluctuations des mesures de dureté de l'acier X70.

En perspective, on envisage l'étude approfondie du point de vue thermodynamique sur la relation entre la formation et/ou dissolutions des carbures et nitrures d'une part et la dissipation des contraintes internes d'autre part ; suivie d'une étude électrochimique qui peut révéler le rôle des carbures et des nitrures sur la résistance à la corrosion.

LES ANNEXES

Annexe I

A

Une série d'analyse de diffraction de rayons x a été réaliser sur l'ensemble des échantillons qui ont subis des traitements thermiques selon les protocoles (1 et 2) préalablement les résultats seront présenter comme suite :

Zone I : zone de fusion ou zone de dite zone de métal fondu (ZF).

Zone II : zone affecter thermiquement (ZAT).

Les résultats seront présentés en trois familles.

- **1^{er} famille** : échantillon de référence de l'acier X70 des deux zones (ZF et ZAT) sans traitement thermique
- **2^{em}me famille** : Dans ce cas les échantillons des deux zones on leur applique un protocole de traitement thermique dont la température est variable pendant un temps de maintien fixe (la température varie de 450°C ,500°C, 550°C, 600°C, 650°C à un temps fixe 2 heures de maintien).
- **3^{em}me famille** : les échantillons des deux zones on leur applique un protocole des traitements thermiques, est la variation de temps de maintien à une température de traitement fixe T=550°C ; le temps de maintien est de 2H, 3H, 4H et 5H.

1^{er} famille :

Zone I :

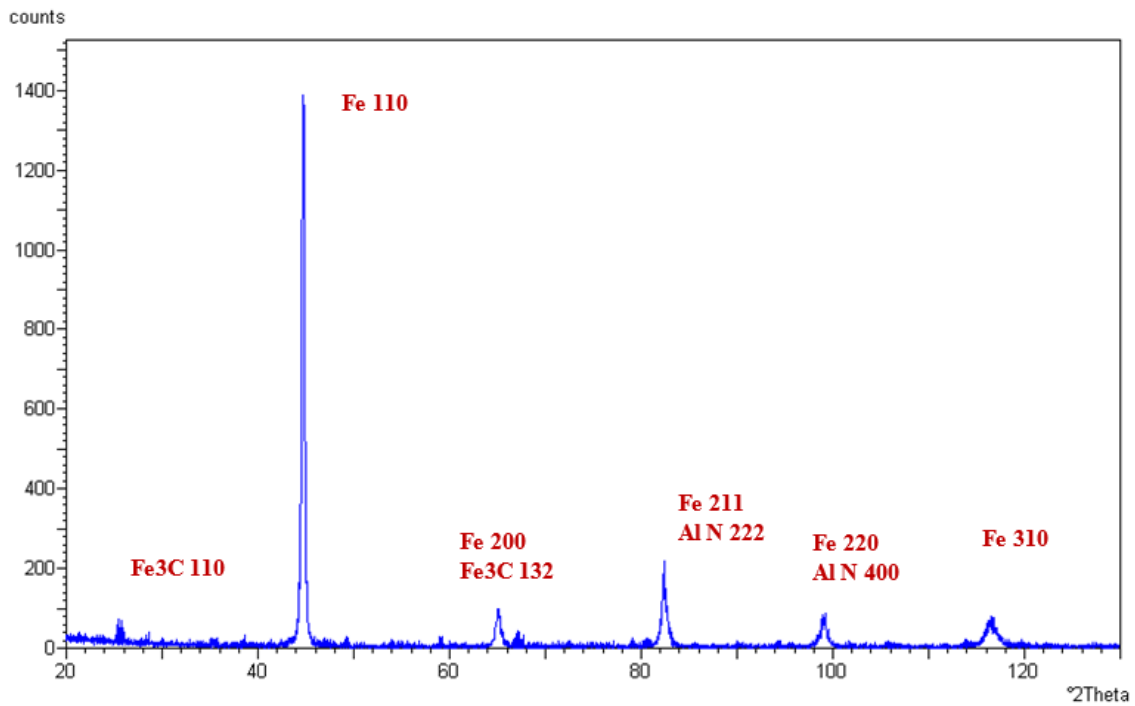


Figure 1: Diffractogrammes pour la zone fondue du Cordon de soudure de l'acier X70(sans traitement thermique).

Zone II :

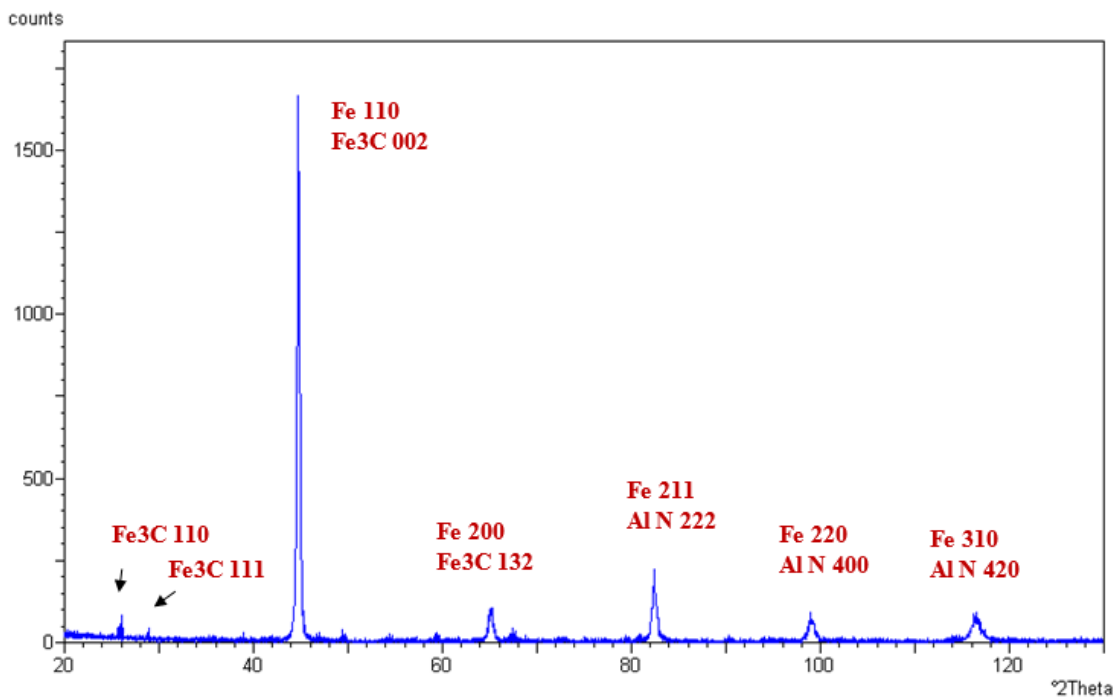


Figure 2: Diffractogramme de la zone fondue du Cordon de soudure de l'acier X70(sans traitement thermique)

2^{ème} Famille :

Zone I :

Les diffractogrammes suivantes 3 ,4 ,5,6 et7 presentes les resultats de la zone fondu ZF (diferentes traitement thermique 450°C , 500°C ,550°C ,600°C et 650°C a un temp de maintien fixe 2H) .

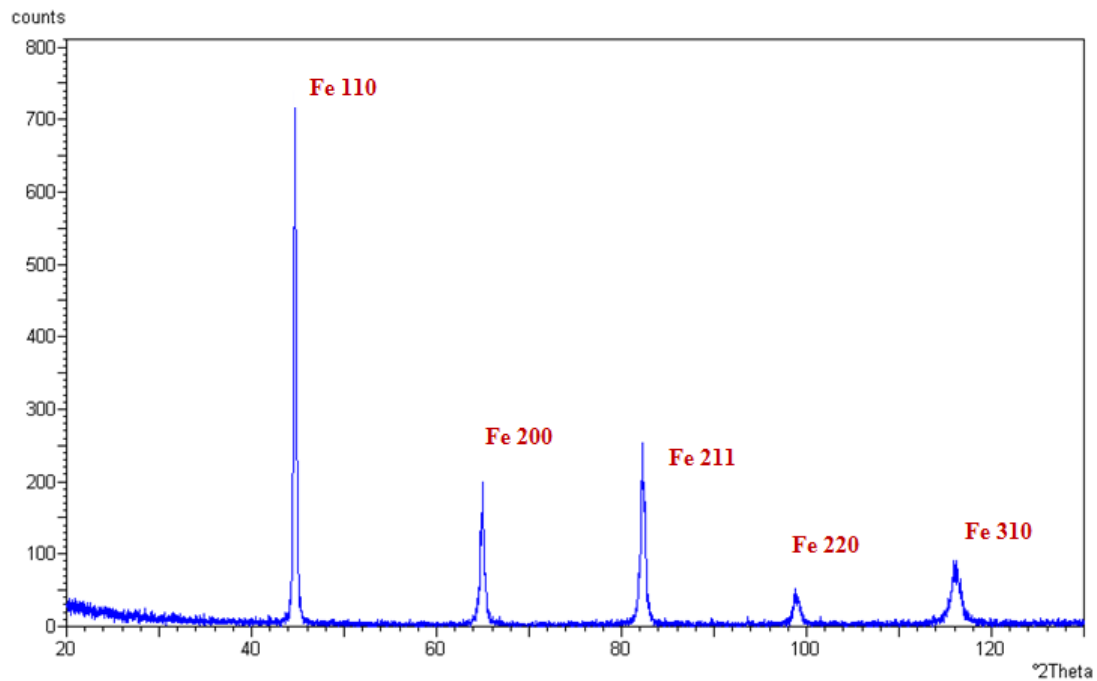


Figure 3: Diffractogramme de la zone de fusion du Cordon de soudure sous traitement thermique 450C° pour un temps de maintien 2heur.

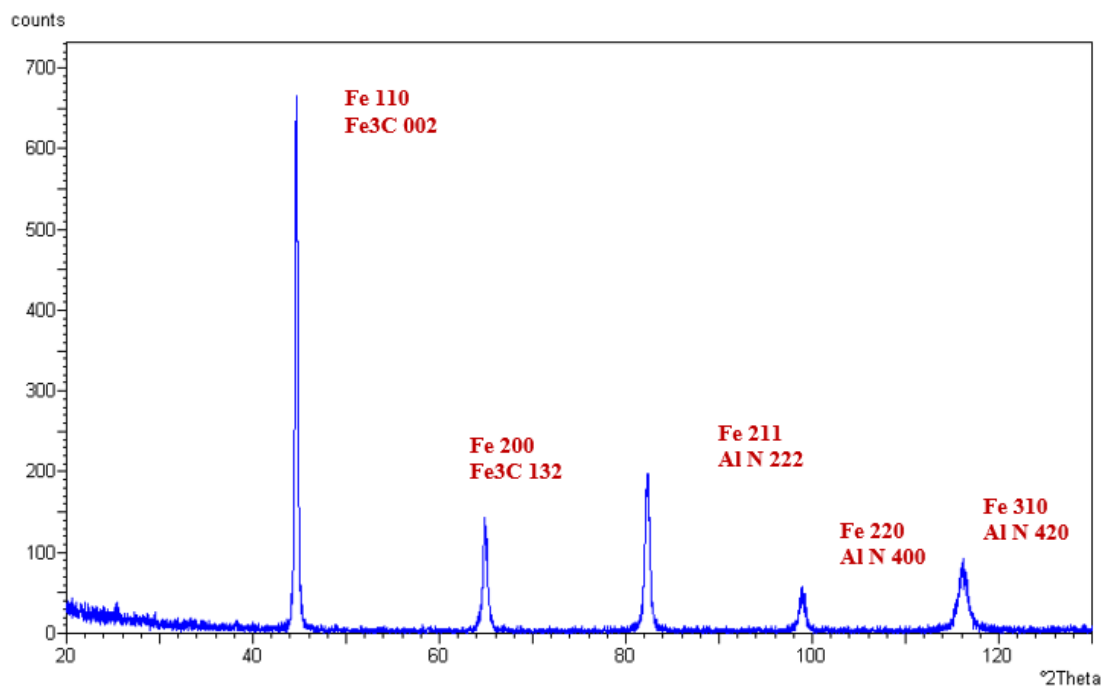


Figure 4: Diffractogramme de la zone de fusion du Cordon de soudure sous traitement thermique 500C° pour un temps de maintien 2heur.

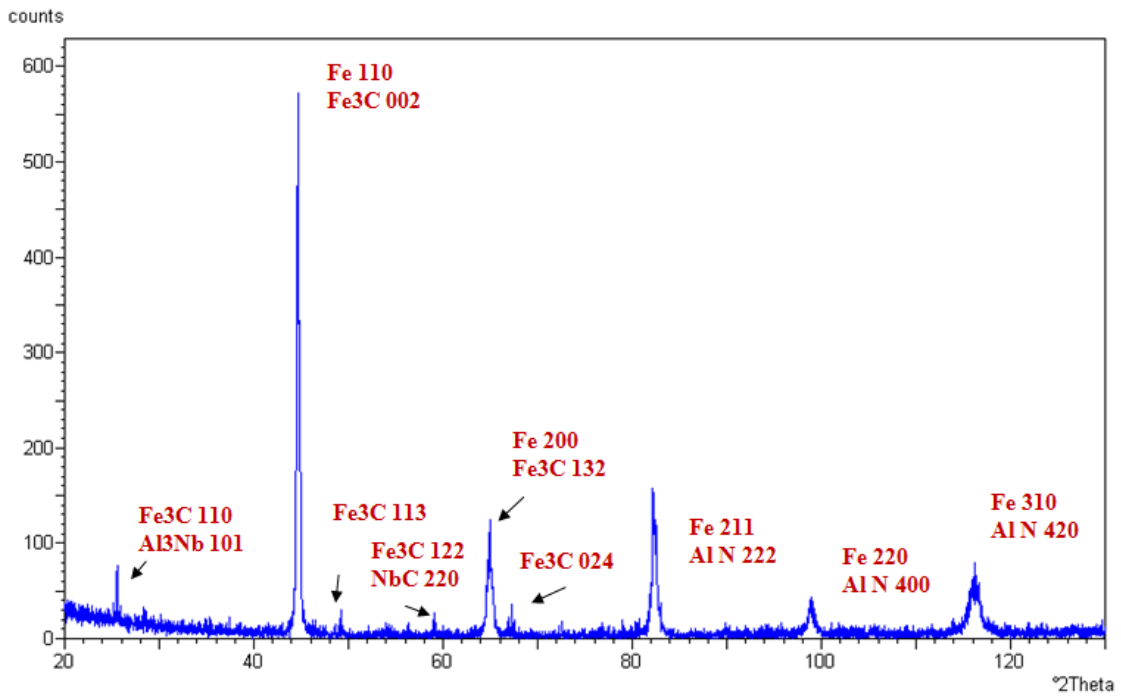


Figure 5: Diffractogramme de la zone de fusion du Cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 2heur.

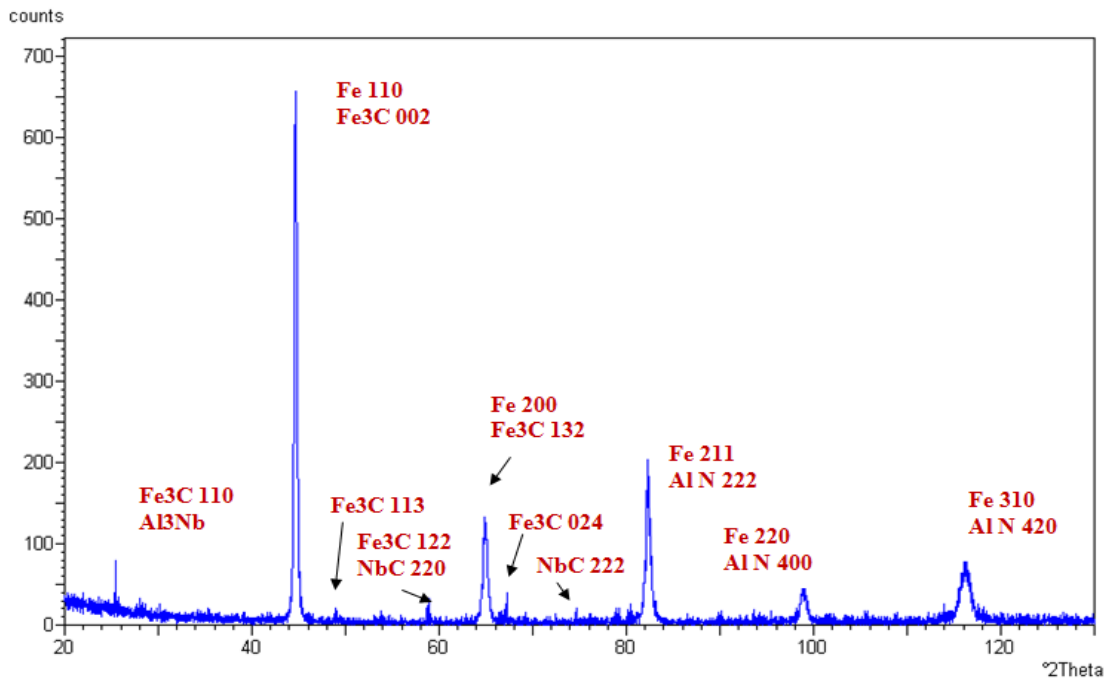


Figure 6: Diffractogramme de la zone de fusion du Cordon de soudure sous traitement thermique 600C° pour un temps de maintien 2heur.

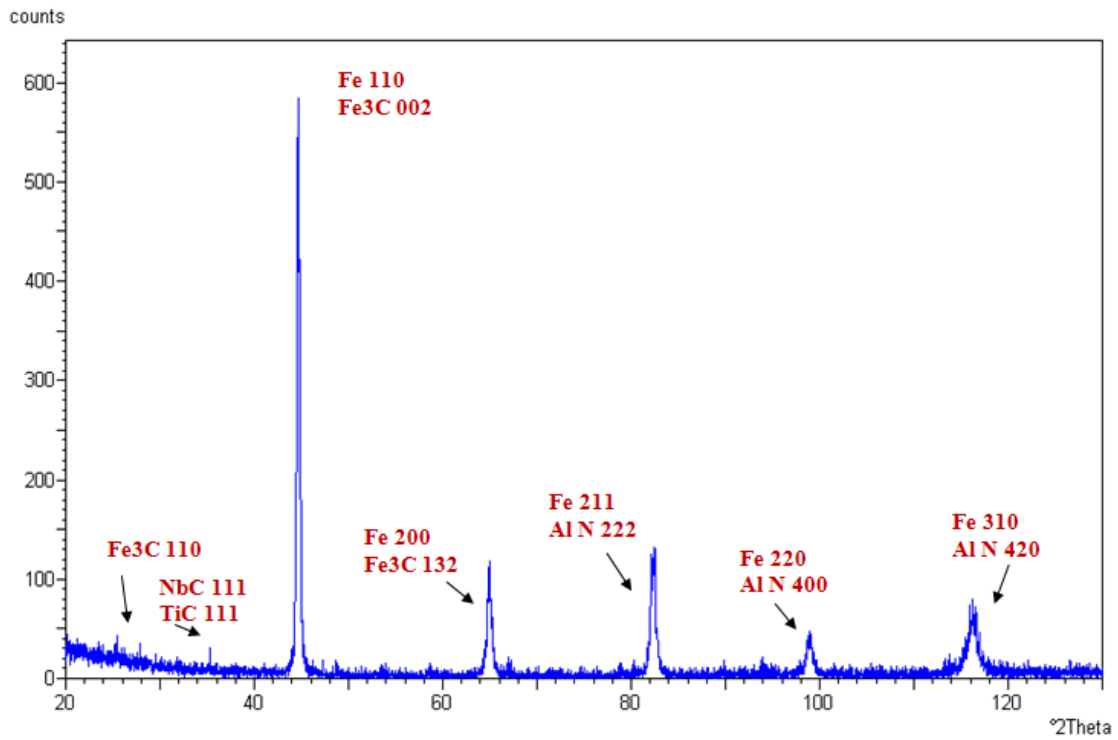


Figure 7: Diffractogramme de la zone de fusion du Cordon de soudure sous traitement thermique 650C° pour un temps de maintien 2heur.

Zone II :

Les diffractogrammes 8 , 9 ,10,11 et 12 presentes les resultats de la zone affectee thermiquement ((diferentes traitement thermique 450°C,500°C ,550°C,600°C et 650°C a un temp de maintien de 2heurs) .

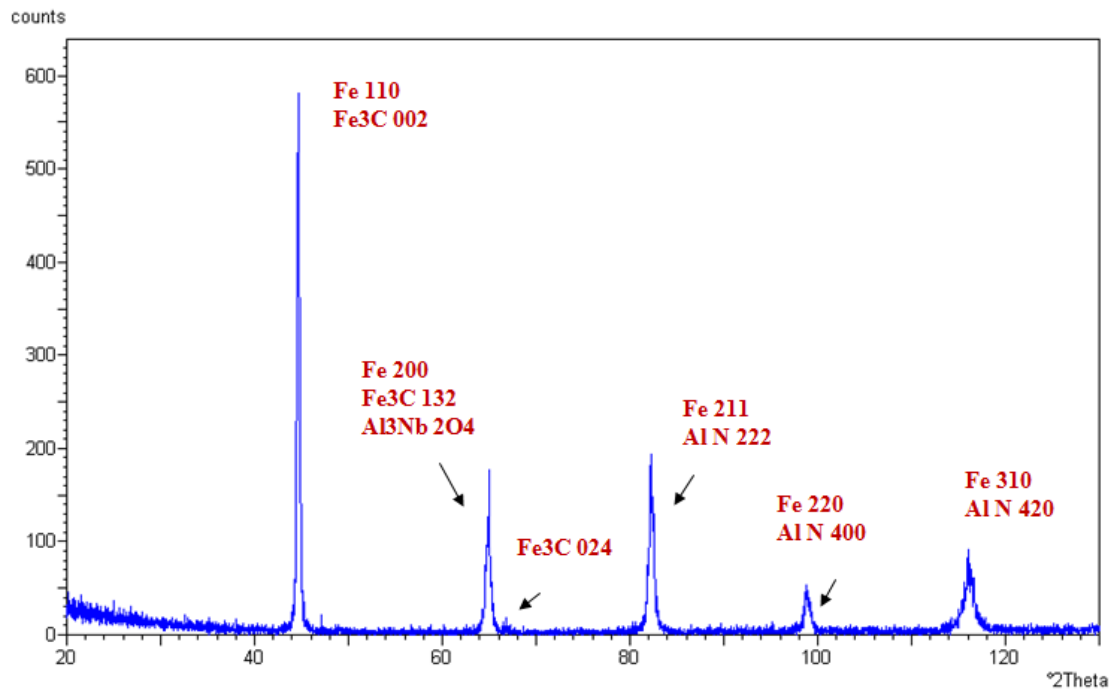


Figure 8: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement du Cordon de soudure sous traitement thermique 450C° pour un temps de maintien 2heur.

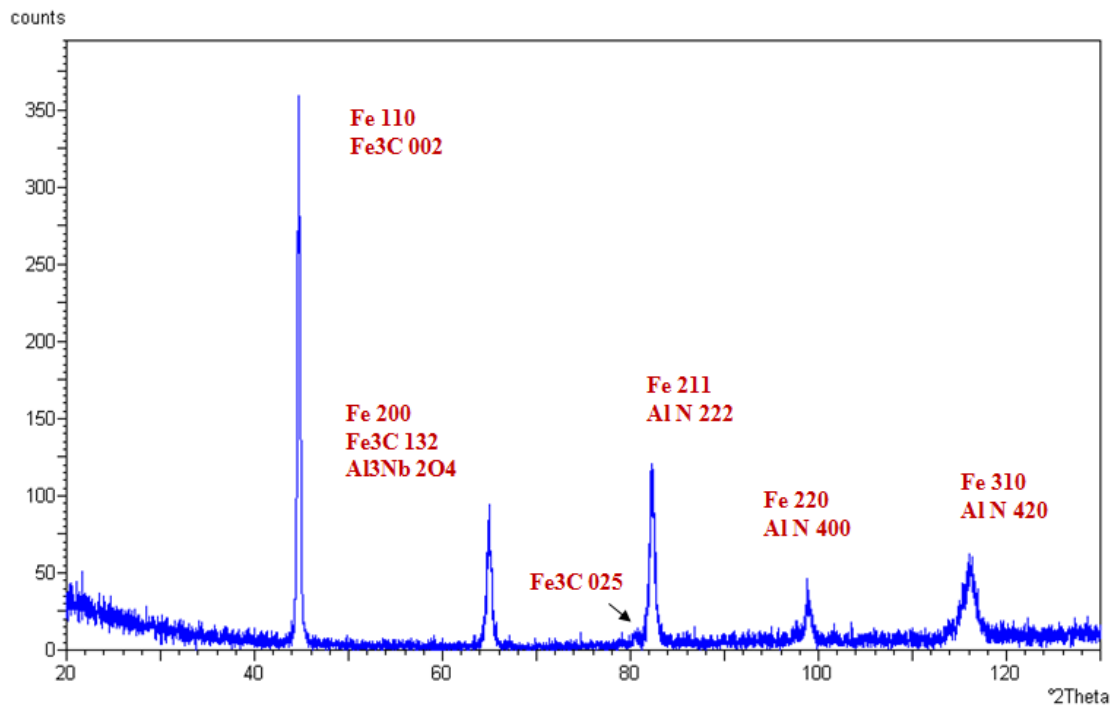


Figure 9: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement du Cordon de soudure sous traitement thermique 500C° pour un temps de maintien 2heur.

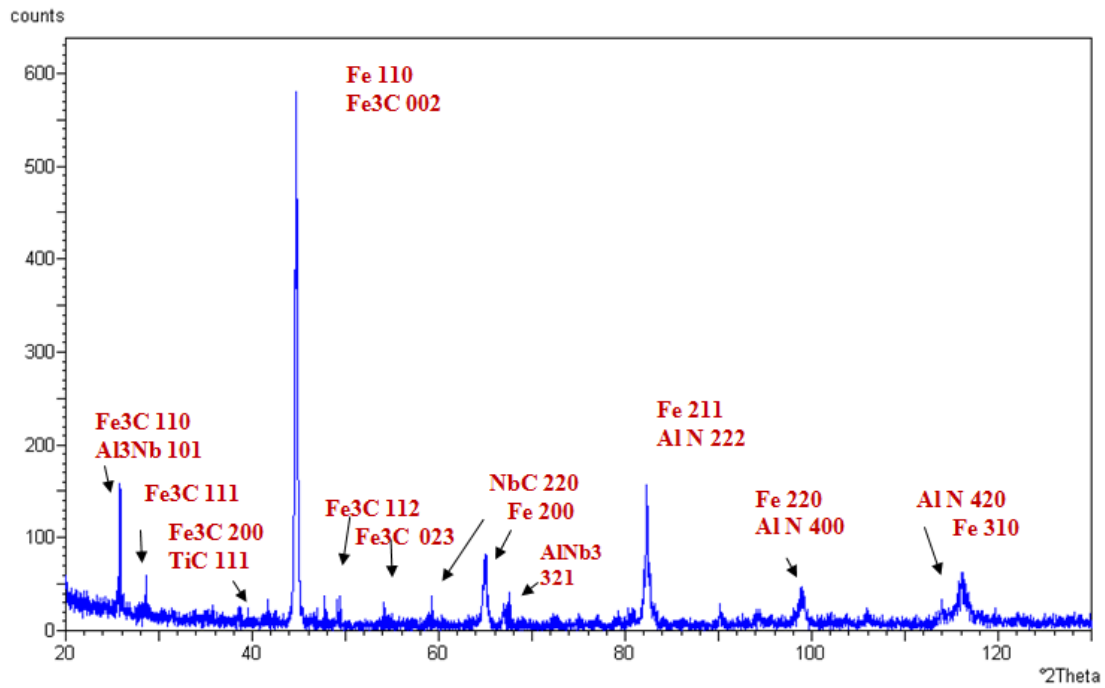


Figure 10: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement du Cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 2heur.

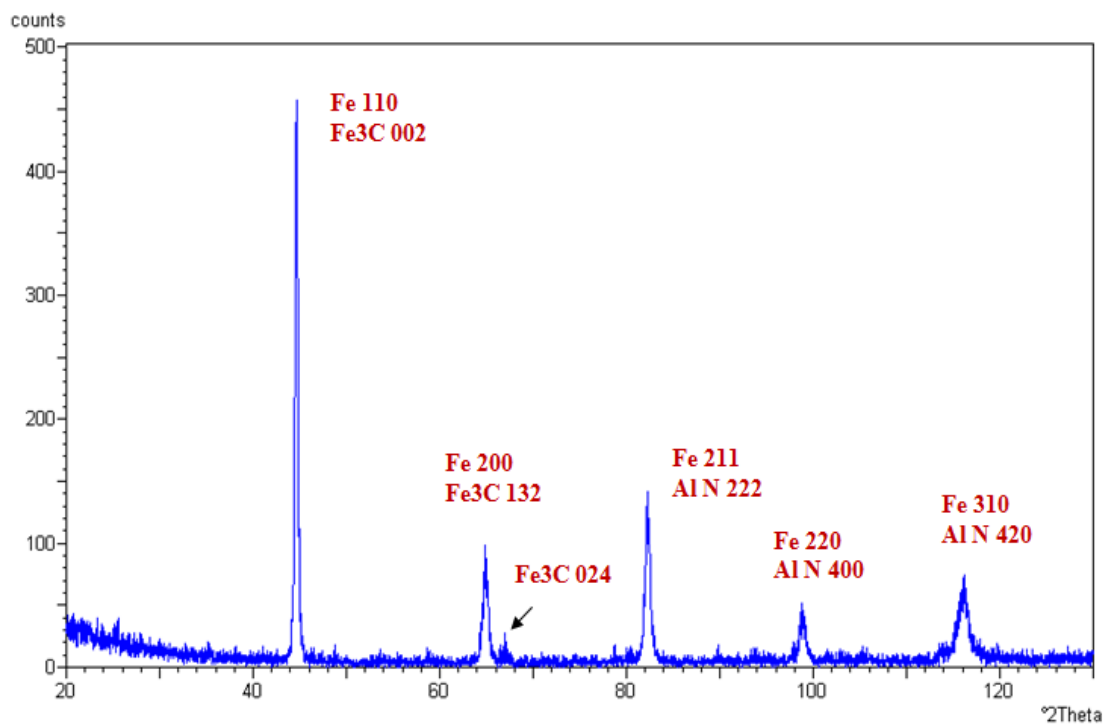


Figure 11: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement du Cordon de soudure sous traitement thermique 600C° pour un temps de maintien 2heur.

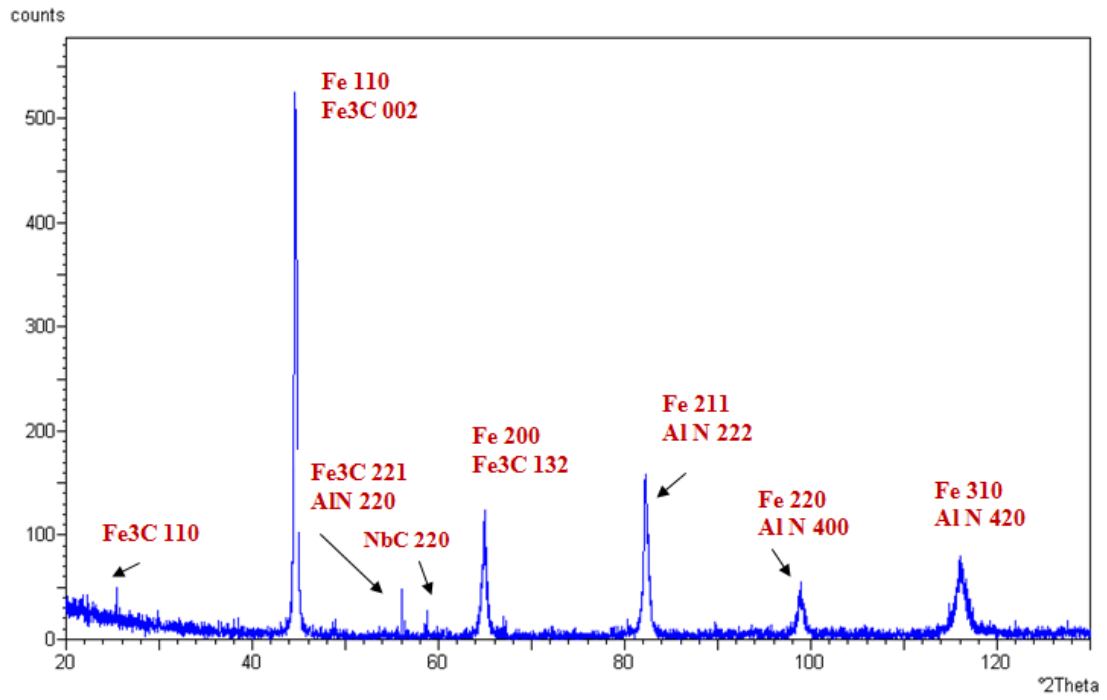


Figure 12: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement du Cordon de soudure sous traitement thermique 650C° pour un temps de maintien 2heur.

3^{ème} Famille :

Zone I :

Les diffractogrammes des figures 13, 14, 15 et 16 présentent les résultats de la zone fondue ZF du cordon de soudure (différents traitements thermiques 2H, 3H, 4H et 5H à une température de traitement thermique fixe 550°C).

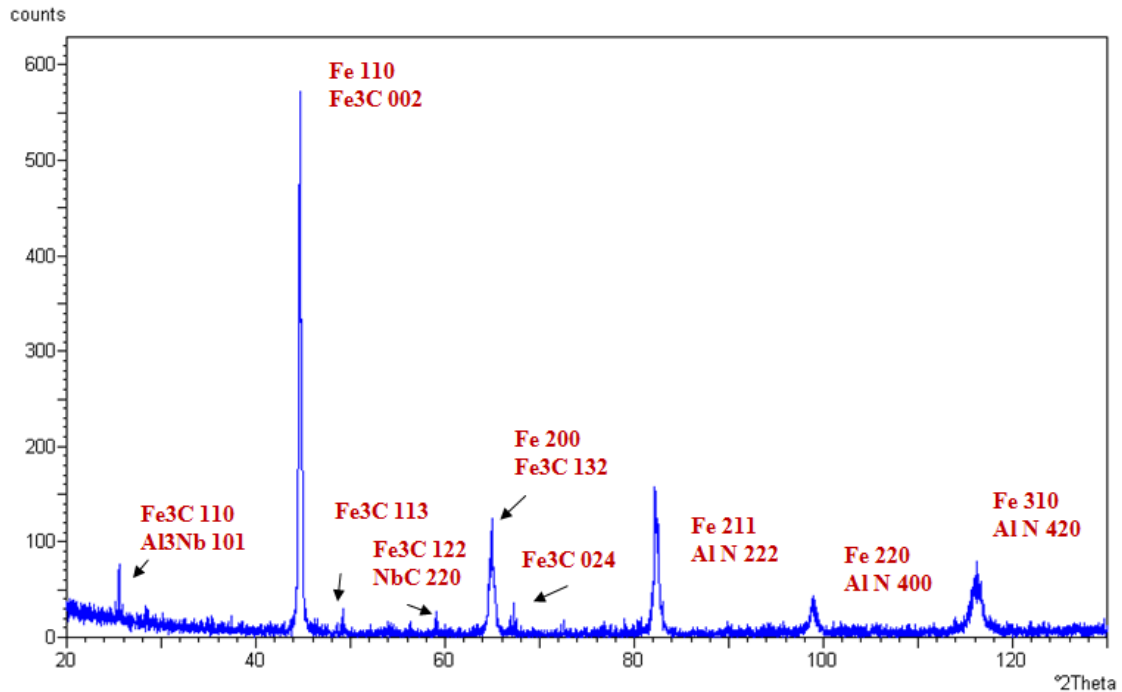


Figure 13: Diffractogramme de la zone de fusion du Cordon de soudure sous traitement thermique 550°C pour un temps de maintien 2heures.

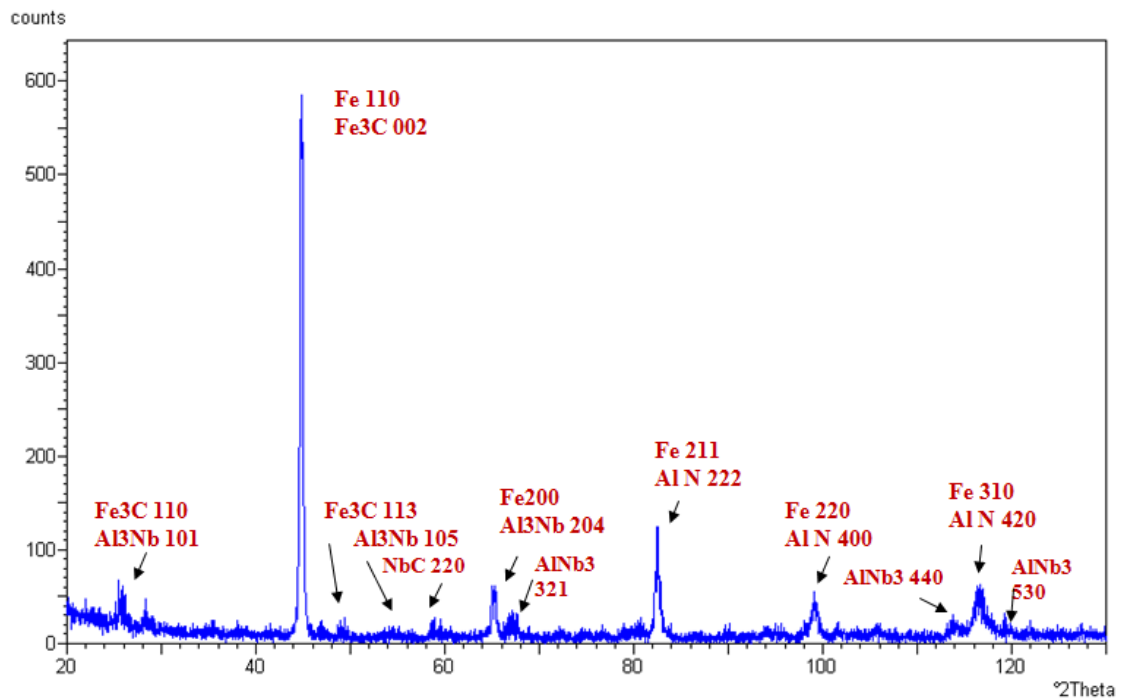


Figure 14: Diffractogramme de la zone de fusion du Cordon de soudure sous traitement thermique 550°C pour un temps de maintien 3heures.

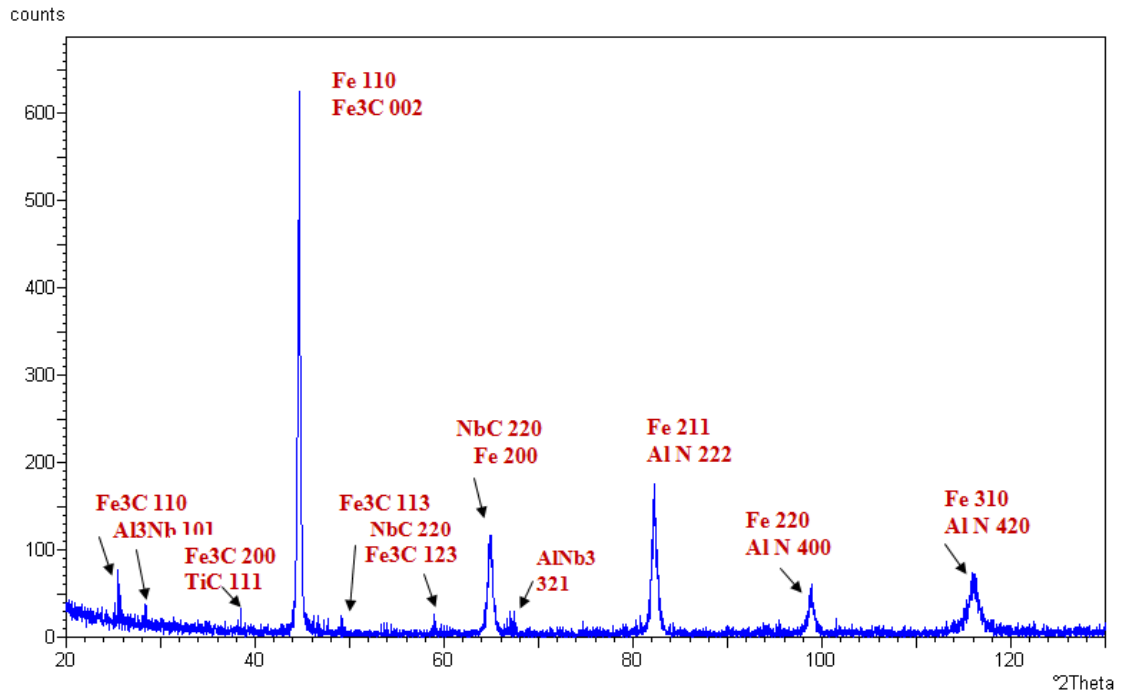


Figure 15: Diffractogramme de la zone de fusion du Cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 4heur.

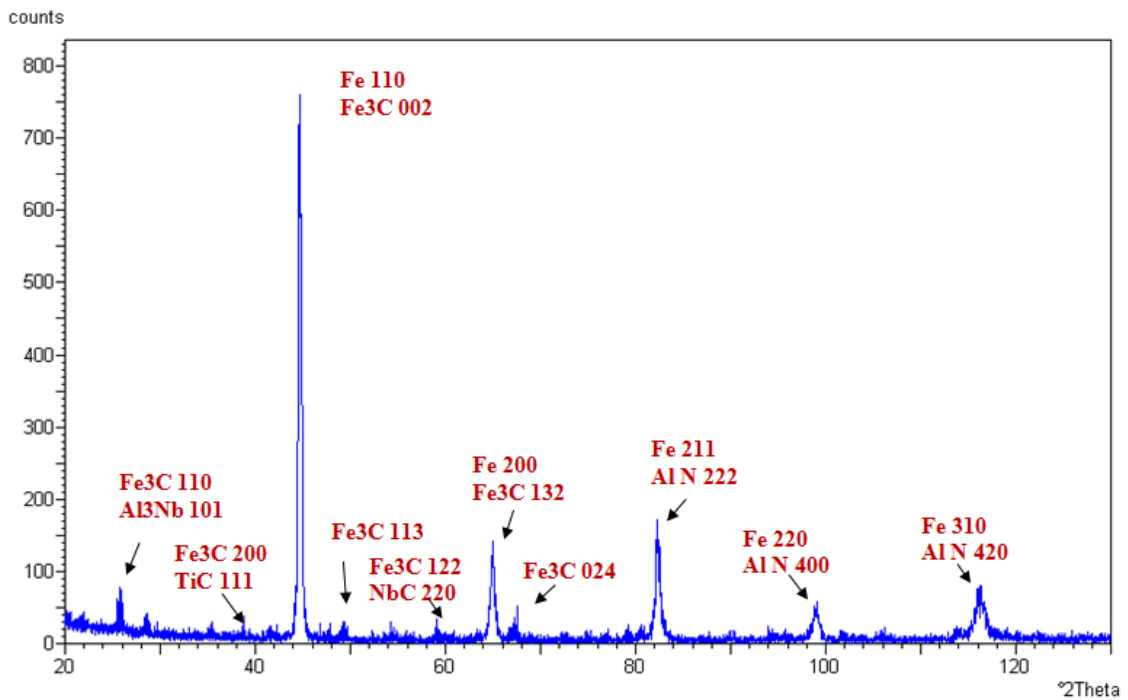


Figure 16: Diffractogramme de la zone de fusion du Cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 5heur.

Zone II :

Les figures 17, 18, 19 et 20 présentent les diffractogrammes de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure (différents traitement thermique 2H, 3H, 4H et 5H à une température de traitement thermique fixe 550°C).

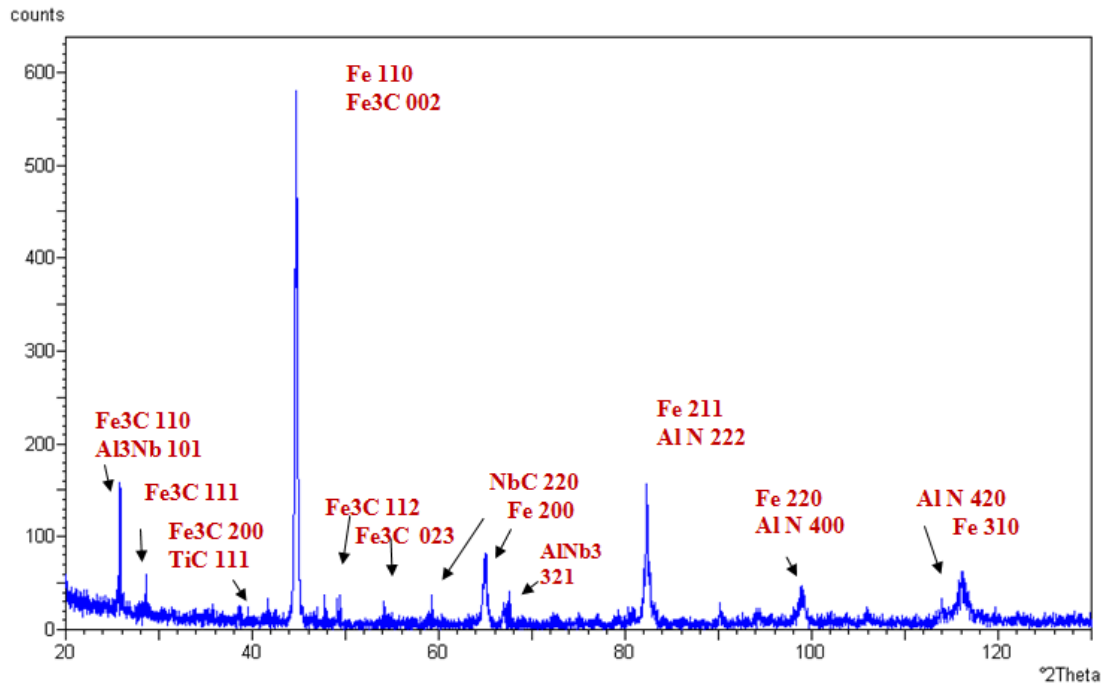


Figure 18: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement du Cordon de soudure sous traitement thermique 550°C° pour un temps de maintien 2heur.

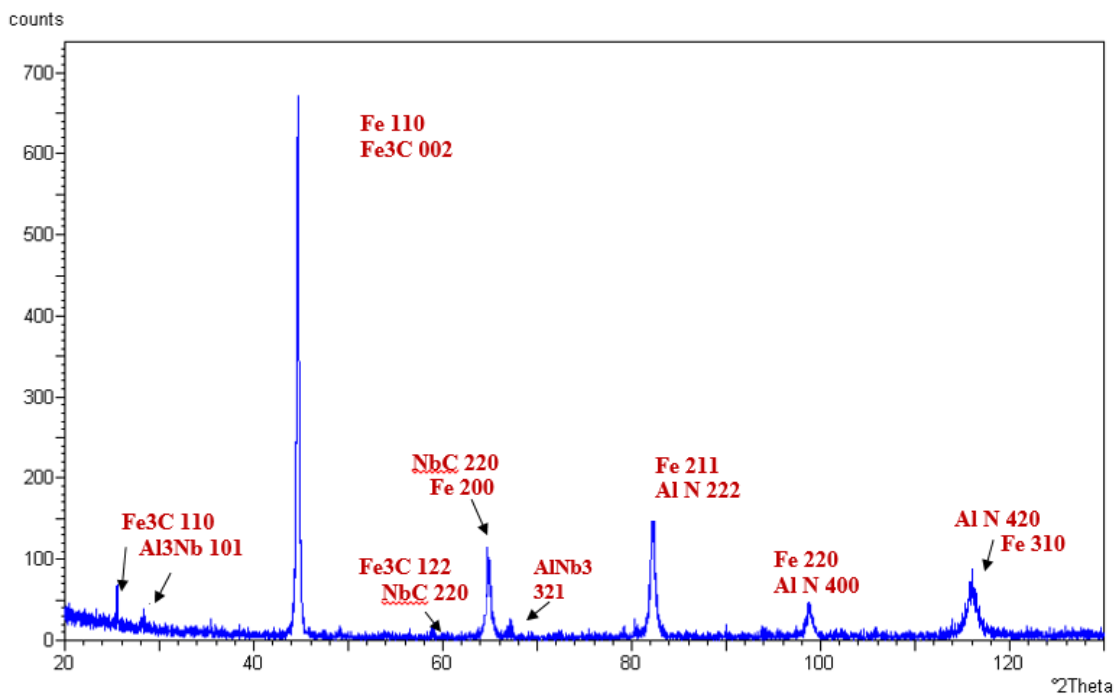


Figure 17: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement du Cordon de soudure sous traitement thermique 550°C° pour un temps de maintien 3heur.

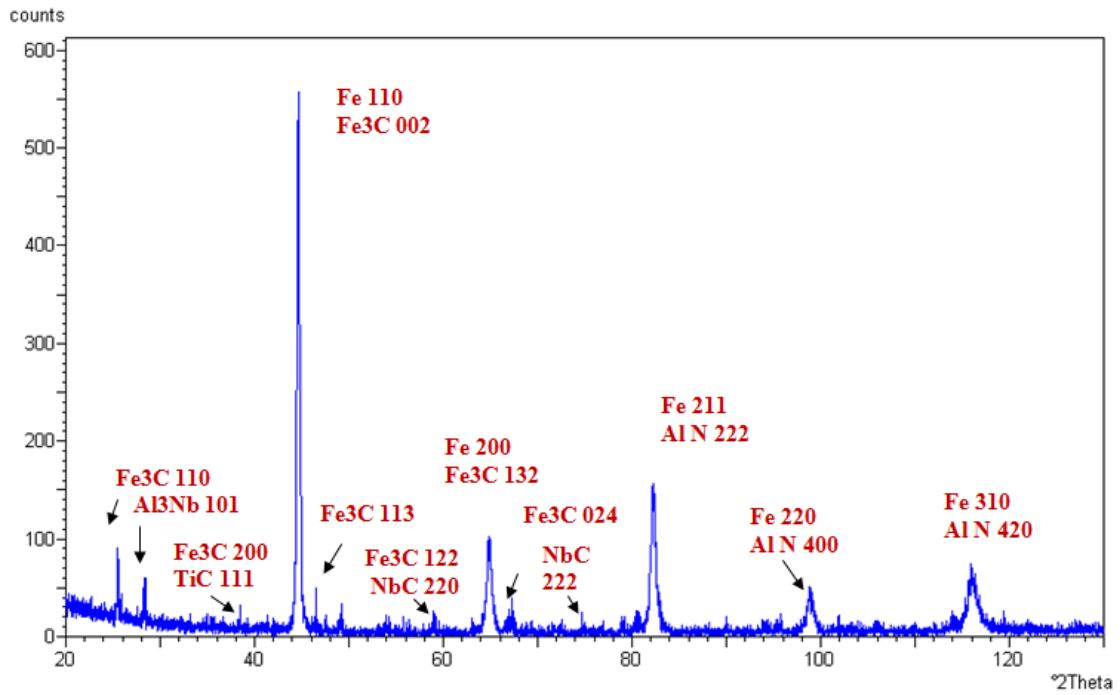


Figure 19: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement du Cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 4heur.

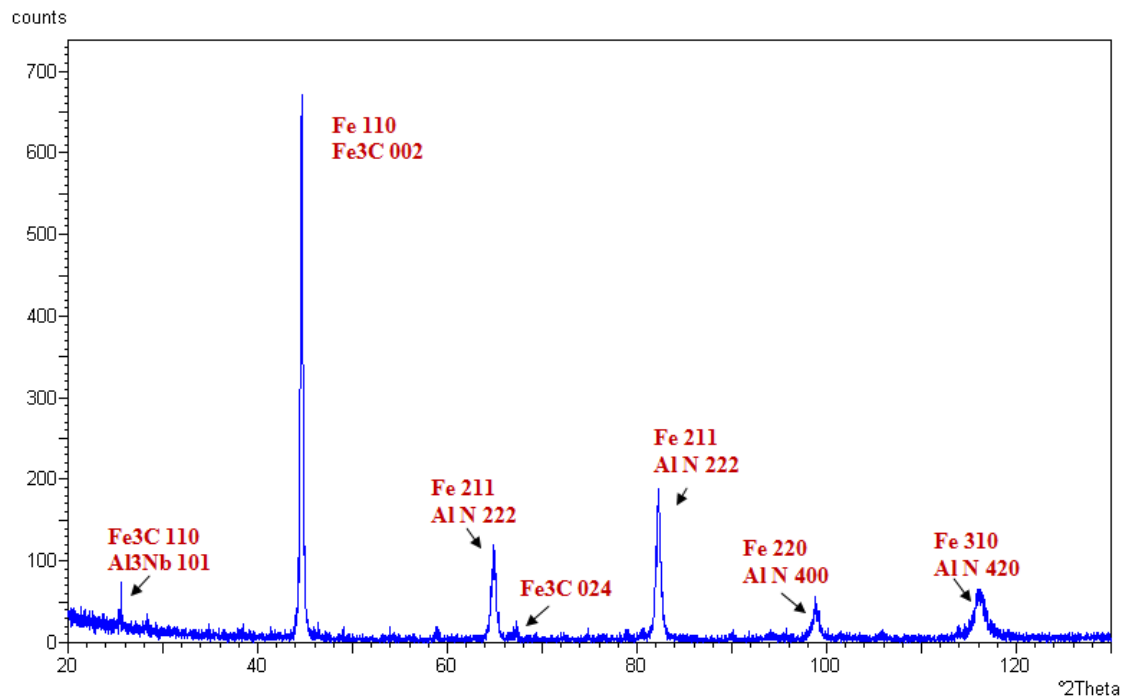


Figure 20: Diffractogramme de la zone affectée thermiquement du Cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 5heur.

Annexe II

A

Après l'analyse de diffraction des rayons x des différents échantillons du cordon de soudure de l'acier X70, le traitement des résultats d'analyse nous a permis d'avoir les valeurs de position des angles de diffraction, distances inter-réticulaires, les mi-hauteurs (FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]), les intensités (Height [cts]) et les intensités relatives pour chaque pic.

1^{er} Famille :

Zone I :

Tableau 1: Liste des pics de la zone fondue du cordon de soudure sans traitement thermique état brut.

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
44,5714	1261,11	0,0960	2,03124	96,04
44,7286	1313,18	0,0787	2,02615	100,00
65,0526	79,58	0,4723	1,43380	6,06
82,3315	182,03	0,5510	1,17121	13,86
98,9971	57,05	0,7872	1,01387	4,34
116,4818	72,65	0,0900	0,90595	5,53

Zone II :

Tableau 2: Liste des pics de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sans traitement thermique état brut.

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
44,7087	1603,00	0,0787	2,02700	100,00
65,0570	96,83	0,4723	1,43372	6,04
82,3328	198,56	0,3542	1,17119	12,39
98,9600	76,72	0,7085	1,01415	4,79
116,8020	21,02	0,0900	0,90439	1,31

2^{ème} Famille :

Zone I :

Les tableaux suivantes 3 ,4 ,5,6 et7 presentes les resultats de la zone fondu ZF (diferentes traitement thermique 450°C , 500°C ,550°C ,600°C et 650°C a un temp de maintien fixe 2H)

Tableau 3: Liste des pics de la zone fondue du cordon de soudure sous traitement thermique 450C° pour un temps de maintien 2heur

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
23,5482	10,02	0,0787	3,77499	1,84
24,0261	0,72	0,7872	3,70097	0,13
44,6514	545,03	0,1378	2,02779	100,00
64,9585	90,94	0,2362	1,43446	16,69
82,1589	122,72	0,1574	1,17226	22,52
98,6351	21,37	0,3936	1,01578	3,92
105,3315	1,69	0,9446	0,96879	0,31
115,8638	51,54	0,4723	0,90900	9,46

Tableau 4: Liste des pics de la zone fondue du cordon de soudure sous traitement thermique 500C° pour un temps de maintien 2heur

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25,3764	11,50	0,4723	3,50992	1,76
44,6367	653,61	0,1181	2,03010	100,00
64,8357	119,79	0,2362	1,43807	18,33
82,2438	182,51	0,1574	1,17224	27,92
98,9250	41,66	0,6298	1,01442	6,37
116,0726	67,71	0,7085	0,90871	10,36

Tableau 5: Liste des pics de la zone fondue du cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 2heur

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25,4902	51,60	0,0787	3,49451	9,44
25,6549	60,62	0,0590	3,47244	11,09
44,6437	546,60	0,0984	2,02980	100,00
49,2141	28,21	0,0720	1,84993	5,16
58,9710	3,42	0,3149	1,56630	0,63
65,0142	116,46	0,1378	1,43456	21,31
66,9803	11,29	0,0960	1,39599	2,07
78,9054	14,59	0,0960	1,21223	2,67
82,2019	138,80	0,1920	1,17176	25,39
82,5380	106,66	0,1440	1,17074	19,51
99,0051	28,44	0,5760	1,01297	5,20
116,2889	46,70	1,1520	0,90689	8,54

Tableau 6: Liste des pics de la zone fondue du cordon de soudure sous traitement thermique 600C° pour un temps de maintien 2heur

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25,4623	58,02	0,0787	3,49827	9,09
44,6491	638,45	0,1200	2,02789	100,00
44,7947	466,45	0,0720	2,02666	73,06
58,7059	10,13	0,0960	1,57144	1,59
64,9410	114,84	0,5760	1,43481	17,99
66,9618	13,46	0,0960	1,39633	2,11
67,1346	21,82	0,0960	1,39316	3,42
67,2948	20,67	0,0960	1,39023	3,24
82,2822	159,18	0,5760	1,17082	24,93
98,7509	37,45	0,4800	1,01490	5,87
105,4618	6,75	0,0960	0,96796	1,06
116,2066	54,84	1,1520	0,90730	8,59

Tableau 7: Liste des pics de la zone fondue du cordon de soudure sous traitement thermique 650C° pour un temps de maintien 2heur

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
44,6158	518,42	0,0590	2,03101	100,00
64,8618	98,13	0,2362	1,43756	18,93
82,1518	111,68	0,1920	1,17235	21,54
82,4912	116,49	0,1968	1,16935	22,47
93,8367	12,42	0,0960	1,05465	2,39
93,9961	9,10	0,0960	1,05590	1,75
98,7343	29,08	0,7680	1,01502	5,61
116,2089	49,75	0,9600	0,90729	9,60

Zone II :

Les tableaux suivantes 8 , 9 ,10,11 et 12 presentes les resultats de la zone affectee thermiquement ((diferentes traitement thermique 450°C,500°C ,550°C,600°C et 650°C a un temp de maintien de 2heurs) .

Tableau 8: Liste des pics de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 450C° pour un temps de maintien 2heur

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
44,7038	570,94	0,0787	2,02722	100,00
64,9438	139,02	0,1574	1,43594	24,35
82,1931	174,20	0,1968	1,17283	30,51
98,8020	40,84	0,3936	1,01535	7,15
116,1610	50,71	0,9446	0,90828	8,88

Tableau 9: : Liste des pics de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 500C° pour un temps de maintien 2heur

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
20,3538	6,29	0,4723	4,36327	2,04
44,7097	308,27	0,1968	2,02696	100,00
64,9185	73,11	0,5510	1,43644	23,72
82,3228	107,89	0,2755	1,17131	35,00
98,8765	25,60	0,3936	1,01478	8,31
115,9349	35,19	0,5510	0,90940	11,42

Tableau 10: Liste des pics de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 2heur.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25,8308	108,55	0,0984	3,44919	19,12
28,6181	25,37	0,2362	3,11928	4,47
38,6029	8,52	0,3149	2,33237	1,50
44,7245	567,83	0,0984	2,02632	100,00
49,3861	33,63	0,0984	1,84542	5,92
54,2152	5,27	0,9446	1,69190	0,93
59,2223	39,01	0,0787	1,56025	6,87
65,0929	59,98	0,1968	1,43301	10,56
67,5950	17,75	0,3149	1,38593	3,13
79,2139	7,26	0,4723	1,20928	1,28
80,7054	8,61	0,4723	1,19065	1,52
82,3173	129,65	0,1574	1,17138	22,83
90,2111	9,54	0,4723	1,08827	1,68
94,2716	7,59	0,6298	1,05180	1,34
98,9566	29,73	0,6298	1,01418	5,24
105,9101	5,49	0,9446	0,96589	0,97
116,0561	40,08	0,2400	0,90804	7,06

Tableau 11: Liste des pics de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 600C° pour un temps de maintien 2heur.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
35,3635	6,35	0,4723	2,53824	1,45
44,6215	439,44	0,2755	2,03076	100,00
58,7095	7,03	0,3149	1,57265	1,60
64,8758	81,99	0,4723	1,43728	18,66
67,0257	8,23	0,6298	1,39631	1,87
78,8532	5,29	0,4723	1,21390	1,20
82,1778	115,83	0,1968	1,17301	26,36
89,8943	5,43	0,4723	1,09128	1,23
93,7306	3,97	0,9446	1,05644	0,90
98,8625	31,36	0,6298	1,01489	7,14
116,1702	44,96	0,5510	0,90823	10,23

Tableau 12: Liste des pics de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 650C° pour un temps de maintien 2heur

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
44,5813	492,81	0,0960	2,03082	100,00
44,7486	449,00	0,0787	2,02529	91,11
56,0007	34,46	0,0720	1,64076	6,99
58,8164	8,59	0,0787	1,57004	1,74
64,9677	104,35	0,1574	1,43547	21,17
67,0454	4,63	0,4723	1,39595	0,94
82,2519	138,72	0,2755	1,17214	28,15
98,7790	33,50	0,5510	1,01552	6,80
116,2092	48,27	0,6298	0,90804	9,79

3^{ème} Famille :

Zone I :

Les tableaux suivantes 13 ,14 ,15 et 16 presentes les resultats de la zone fondu ZF du cordon de soudure (diferentes traitement thermique 2H , 3H ,4H et 5H a une temperature traitement thermique fixe 550°C) .

Tableau 13: Liste des pics de la zone fondu du cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 2heur.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25,4902	51,60	0,0787	3,49451	9,44
25,6549	60,62	0,0590	3,47244	11,09
44,6437	546,60	0,0984	2,02980	100,00
49,2141	28,21	0,0720	1,84993	5,16
58,9710	3,42	0,3149	1,56630	0,63
65,0142	116,46	0,1378	1,43456	21,31
66,9803	11,29	0,0960	1,39599	2,07
78,9054	14,59	0,0960	1,21223	2,67
82,2019	138,80	0,1920	1,17176	25,39
82,5380	106,66	0,1440	1,17074	19,51
99,0051	28,44	0,5760	1,01297	5,20
116,2889	46,70	1,1520	0,90689	8,54

Tableau 14: Liste des pics de la zone fondu du cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 3heur.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
44,8263	571,59	0,2755	2,02196	100,00
58,9571	5,31	0,9446	1,56663	0,93
65,0007	44,12	0,2880	1,43363	7,72
65,3467	47,52	0,2362	1,42806	8,31
66,8899	13,53	0,7872	1,39882	2,37
82,5421	110,65	0,1181	1,16876	19,36
90,0112	4,32	0,9446	1,09016	0,76
99,1482	30,09	0,7872	1,01273	5,26
105,7913	5,67	0,9446	0,96665	0,99
113,7879	9,71	0,9446	0,92034	1,70
116,6182	47,21	0,2400	0,90528	8,26
122,0379	5,11	0,9446	0,88129	0,89

Tableau 15: Liste des pics de la zone fondu du cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 4heur.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25,5674	20,80	0,2362	3,48413	3,56
44,6846	584,67	0,0984	2,02804	100,00
49,0660	5,80	0,4723	1,85671	0,99
59,0084	3,35	0,6298	1,56540	0,57
65,0205	94,68	0,2755	1,43443	16,19
67,0164	24,09	0,0960	1,39533	4,12
67,3674	22,29	0,0720	1,39236	3,81
82,2410	162,95	0,2400	1,17130	27,87
95,4895	13,58	0,0960	1,04072	2,32
98,8421	42,87	0,4800	1,01420	7,33
115,9890	47,72	0,9600	0,90837	8,16

Tableau 16: Liste des pics de la zone fondu du cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 5heur.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
44,6009	746,02	0,1440	2,02997	93,61
44,6930	796,91	0,0984	2,02768	100,00
64,9108	88,35	0,3936	1,43659	11,09
82,2484	147,15	0,2362	1,17218	18,47
98,8216	46,98	0,6298	1,01520	5,90

Zone II :

Les tableaux suivantes 17, 18,19 et 20 présentes les résultats de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure (différentes traitement thermique 2H, 3H ,4H et 5H a une température traitement thermique fixe 550°C).

Tableau 17: Liste des pics de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 2heur.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25,8308	108,55	0,0984	3,44919	19,12
28,6181	25,37	0,2362	3,11928	4,47
38,6029	8,52	0,3149	2,33237	1,50
44,7245	567,83	0,0984	2,02632	100,00
49,3861	33,63	0,0984	1,84542	5,92
54,2152	5,27	0,9446	1,69190	0,93
59,2223	39,01	0,0787	1,56025	6,87
65,0929	59,98	0,1968	1,43301	10,56
67,5950	17,75	0,3149	1,38593	3,13
79,2139	7,26	0,4723	1,20928	1,28
80,7054	8,61	0,4723	1,19065	1,52
82,3173	129,65	0,1574	1,17138	22,83
90,2111	9,54	0,4723	1,08827	1,68
94,2716	7,59	0,6298	1,05180	1,34
98,9566	29,73	0,6298	1,01418	5,24
105,9101	5,49	0,9446	0,96589	0,97
116,0561	40,08	0,2400	0,90804	7,06

Tableau 18: : Liste des pics de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 3heur.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25,5361	10,71	0,2362	3,48833	1,73
44,6185	617,25	0,1574	2,03089	100,00
58,9451	5,94	0,4723	1,56693	0,96
64,7777	87,20	0,5510	1,43922	14,13
67,1896	6,61	0,4723	1,39330	1,07
82,2280	149,54	0,2362	1,17242	24,23
98,8091	34,95	0,3149	1,01530	5,66
115,9925	48,84	0,9446	0,90911	7,91

Tableau 19: Liste des pics de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 4heur.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25,4864	71,29	0,0590	3,49502	12,88
25,6660	62,08	0,0590	3,47096	11,21
28,2885	23,17	0,2362	3,15487	4,19
38,3619	5,13	0,9446	2,34646	0,93
44,6366	553,65	0,0787	2,03011	100,00
46,5857	30,12	0,0590	1,94961	5,44
58,9223	8,11	0,6298	1,56748	1,46
64,8387	79,71	0,4723	1,43801	14,40
67,3159	35,56	0,0720	1,38985	6,42
72,3429	3,12	0,9446	1,30622	0,56
78,9844	3,99	0,6298	1,21222	0,72
82,2084	133,15	0,2755	1,17265	24,05
94,0990	2,17	0,9446	1,05327	0,39
98,8899	34,12	0,6298	1,01468	6,16
116,1127	33,22	0,0900	0,90776	6,00

Tableau 20: Liste des pics de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 550C° pour un temps de maintien 5heur.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25,5529	21,31	0,2362	3,48607	3,22
44,6290	662,76	0,0984	2,03044	100,00
48,9546	5,22	0,6298	1,86067	0,79
53,7871	3,41	0,9446	1,70435	0,51
58,9111	6,15	0,9446	1,56775	0,93
64,9152	90,99	0,4723	1,43651	13,73
67,1481	8,36	0,9446	1,39406	1,26
74,7838	5,57	0,4723	1,26953	0,84
82,2687	167,42	0,3149	1,17195	25,26
89,9884	6,19	0,4723	1,09038	0,93
98,8175	40,21	0,3936	1,01523	6,07
105,7855	4,50	0,9446	0,96668	0,68
116,0240	52,85	0,3936	0,90895	7,97

B

Les tableaux 21, 22, 23 et 24 présentent le calcul de décalage $\Delta 2\theta$ des cinq pics de diffraction des rayons x, sur l'ensemble des échantillons des différentes zones du cordon de soudure (ZF et ZAT) selon le protocole 1 et 2 de traitement thermique.

Le calcul de décalage de pic est calculé selon la relation :

$$\Delta 2\theta = 2\theta_{\text{brut}} - 2\theta_{\text{TT}}$$

Dont : $2\theta_{\text{brut}}$ présente l'angle de diffraction des rayons x de l'état brut (sans traitement thermique) et $2\theta_{\text{TT}}$ l'angle de diffraction selon le traitement thermique

Tableau 21: Décalage des pics dans la zone fondue du cordon de soudure a différentes temperature de traitement pour un temp de maintien fixe 2heur.

Décalage des pics dans la zone fondue du cordon de soudure ZF					
Décalage des pics ($\Delta 2\theta$)	450°C	500°C	550°C	600°C	650°C
1 ^{er} PIC	0,0772°	0,0919°	0,0849°	-0,0661°	0,1128°
2 ^{er} PIC	0,0941°	0,2169°	0,0384°	-0,1116°	0,1908°
3 ^{er} PIC	0,1726°	0,0877°	0,1296°	0,0493°	-0,1597°
4 ^{er} PIC	0,362°	0,0721°	-0,008°	0,2462°	0,2628°
5 ^{er} PIC	0,618°	0,4092°	0,1929°	0,2752°	0,2729°

Tableau 22: Décalage des pics dans zone affectee thermiquement du cordon de soudure a différentes temperature de traitement pour un temp de maintien fixe 2heur.

Décalage des pics dans la zone affectée thermiquement du cordon de soudure ZAT					
Décalage des pics ($\Delta 2\theta$)	450°C	500°C	550°C	600°C	650°C
1 ^{er} PIC	0,0049°	-0,001°	-0,0158°	0,0872°	0,1274°
2 ^{er} PIC	0,1069°	0,1385°	-0,0359°	0,1749°	0,0893°
3 ^{er} PIC	0,1397°	0,0100°	0,0155°	0,155°	0,0809°
4 ^{er} PIC	0,158°	0,0835°	0,0034°	0,0975°	0,181°
5 ^{er} PIC	0,641°	0,8671°	0,7459°	0,6318°	0,5928°

Tableau 23: Décalage des pics dans la zone fondu du cordon de soudure a differentes temp de maintien et une temperature fixe 550°C.

Décalage des pics dans la zone fondue du cordon de soudure ZF				
Décalage des pics ($\Delta\theta$)	2H	3H	4H	5H
1er PIC	-0,0849°	0,0977°	0,044°	0,0356°
2er PIC	-0,0384°	0,2941°	0,0905°	0,0831°
3er PIC	-0,1296°	0,2106°	0,1296°	0,0493°
4er PIC	0,008°	0,1511°	0,155°	0,1811°
5er PIC	-0,1929°	0,1364°	0,4928°	0,4738°

Tableau 24: Décalage des pics dans la zone fondu du cordon de soudure a differentes temp de maintien et une temperature fixe 550°C.

Décalage des pics dans la zone affectée thermiquement du cordon de soudure ZAT				
Décalage des pics ($\Delta\theta$)	2H	3H	4H	5H
1 ^{er} PIC	-0,0158°	0,0902°	0,0721°	0,0797°
2 ^{er} PIC	-0,0359°	0,2793°	0,2153°	0, 1418°
3er PIC	0,0155°	0,1048°	0,1280°	0, 0641°
4er PIC	0,0034°	0,1509°	0,0701°	01425°
5er PIC	0,7459°	0,8095°	0,6893°	0,7780°

Annexe III

A

Présentation des résultats de la microanalyse EDS par microscope électronique à balayage MEB :

Les résultats seront présentés par zone et famille.

1^{er} famille :

Les tableaux 1 et 2 présentent des résultats de la microanalyse EDS par microscope électronique à balayage de différentes zones ZF et ZAT du cordon de soudure de l'acier X70 à l'état brut (sans traitement thermique) .

Zone I :

Tableau 1: Microanalyse EDS par MEB de la zone fondue du cordon de soudure de l'état brut (sans traitement thermique)

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	3.92	16.16
Al K	0.10	0.19
V K	0.02	0.02
Mn K	1.57	1.42
Fe K	90.05	79.90
Nb L	4.34	2.32
Totals	100.00	

Zone II :

Tableau 2: Microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure de l'état brut (sans traitement thermique)

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	18.33	51.48
V K	0.05	0.03
Mn K	1.40	0.86
Fe K	76.76	46.37
Nb L	3.46	1.26
Totales	100.00	

2^{ème} famille :

Zone I :

Les tableaux suivantes 3 ,4 ,5,6 et 7 presentes les resultats de la zone fondu ZF (diferentes traitements thermiques 450°C , 500°C ,550°C ,600°C et 650°C a un temp de maintien fixe 2H)

Tableau 3: Microanalyse EDS par MEB de la zone fondue du cordon de soudure sous traitement thermique 450°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	6.58	24.88
Al K	0.37	0.62
Si K	0.49	0.79
Mn K	1.38	1.14
Fe K	86.38	70.22
Nb L	4.79	2.34
Totals	100.00	

Tableau 4: Microanalyse EDS par MEB de la zone fondue du cordon de soudure sous traitement thermique 500°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	5.67	21.94
Al K	0.34	0.59
Si K	0.41	0.67
V K	0.08	0.08
Cr K	0.15	0.13
Mn K	1.02	0.87
Fe K	88.70	73.83
Ni K	0.29	0.23
Nb L	3.34	1.67
Totals	100.00	

Tableau 5: Microanalyse EDS par MEB de la zone fondue du cordon de soudure sous traitement thermique 550°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	13.79	42.63
Al K	0.60	0.83
Si K	0.26	0.35
Mn K	1.23	0.83
Fe K	81.61	54.27
Ni K	0.37	0.23
Nb L	2.15	0.86
Totals	100.00	

Tableau 6: Microanalyse EDS par MEB de la zone fondue du cordon de soudure sous traitement thermique 600°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	5.33	20.86
Al K	0.13	0.23
Si K	0.34	0.56
Mn K	0.93	0.80
Fe K	90.59	76.20
Nb L	2.67	1.35
Totals	100.00	

Tableau 7: Microanalyse EDS par MEB de la zone fondue du cordon de soudure sous traitement thermique 650°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	5.09	20.22
Al K	0.14	0.24
Si K	0.28	0.48
V K	0.04	0.04
Mn K	0.85	0.74
Fe K	88.47	75.65
Nb L	5.14	2.64
Totals	100.00	

Zone II :

Les tableaux suivantes 8 , 9 ,10,11 et 12 présentes les resultats de la zone affectée thermiquement (differentes traitements thermiques 450°C,500°C ,550°C,600°C et 650°C a un temp de maintien de 2heur)

Tableau 8: Microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 450°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	4.44	17.90
Al K	0.31	0.55
Si K	0.29	0.49
V K	0.04	0.04
Mn K	1.64	1.44
Fe K	89.61	77.66
Nb L	3.67	1.91
Totals	100.00	

Tableau 9: Microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 500°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	4.74	18.87
Al K	0.28	0.49
Si K	0.36	0.61
Mn K	1.62	1.41
Fe K	90.36	77.27
Nb L	2.64	1.36
Totals	100.00	

Tableau 10: Microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 550°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	18.74	51.54
Al K	0.95	1.17
Si K	0.35	0.41
Mn K	1.33	0.80
Fe K	76.86	45.46
Nb L	1.77	0.63
Totals	100.00	

Tableau 11: Microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 600°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	6.52	24.62
Al K	0.25	0.41
Si K	0.26	0.42
Mn K	1.51	1.25
Fe K	88.39	71.81
Nb L	3.08	1.50
Totals	100.00	

Tableau 12: Microanalyse EDS par MEB de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure sous traitement thermique 650°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	7.42	27.38
Al K	0.15	0.24
Si K	0.25	0.39
Mn K	1.50	1.21
Fe K	86.94	68.99
Nb L	3.75	1.79
Totals	100.00	

3^{ème} Famille :

Zone I :

Les tableaux suivantes 13 ,14 ,15 et 16 presentes les resultats de la zone fondu ZF du cordon de soudure (diferentes traitement thermique 2H , 3H ,4H et 5H a une temperature traitement thermique fixe 550°C) .

Tableau 13: Microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion du cordon de soudure sous traitement thermique 550°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	13.79	42.63
Al K	0.60	0.83
Si K	0.26	0.35
Mn K	1.23	0.83
Fe K	81.61	54.27
Ni K	0.37	0.23
Nb L	2.15	0.86
Totals	100.00	

Tableau 14: Microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion du cordon de soudure sous traitement thermique 600°C pour un temps de maintien 3heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	13.27	41.53
Al K	0.49	0.68
Si K	0.65	0.87
Mn K	1.45	0.99
Fe K	81.52	54.86
Nb L	2.62	1.06
Totals	100.00	

Tableau 15: Microanalyse EDS par MEB de la zone de fusion du cordon de soudure sous traitement thermique 600°C pour un temps de maintien 4heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	43.10	77.30
Al K	1.81	1.44
Si K	0.32	0.25
Mn K	0.82	0.32
Fe K	53.15	20.50
Nb L	0.79	0.18
Totals	100.00	

Tableau 16: Microanalyse EDS par MEB la zone de fusion du cordon de soudure sous traitement thermique 600°C pour un temps de maintien 5heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	11.71	38.21
Al K	0.26	0.38
Si K	0.44	0.61
V K	0.01	0.01
Mn K	1.19	0.85
Fe K	83.94	58.90
Nb L	2.45	1.03
Totals	100.00	

Zone II :

Les tableaux suivants 17, 18,19 et 20 présentes les résultats de la zone affectée thermiquement du cordon de soudure (différentes traitement thermique 2H, 3H ,4H et 5H à une température de traitement thermique fixe 550°C).

Tableau 17: Microanalyse EDS par MEB la zone de fusion du cordon de soudure sous traitement thermique 550°C pour un temps de maintien 2heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	18.74	51.54
Al K	0.95	1.17
Si K	0.35	0.41
Mn K	1.33	0.80
Fe K	76.86	45.46
Nb L	1.77	0.63
Totals	100.00	

Tableau 18: Microanalyse EDS par MEB la zone de fusion du cordon de soudure sous traitement thermique 550°C pour un temps de maintien 3heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	10.75	35.96
Al K	0.29	0.43
Si K	0.34	0.48
Mn K	1.28	0.93
Fe K	85.09	61.22
Nb L	2.25	0.97
Totals	100.00	

Tableau 19: Microanalyse EDS par MEB la zone de fusion du cordon de soudure sous traitement thermique 550°C pour un temps de maintien 4heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	8.77	31.09
Al K	0.30	0.47
Si K	0.31	0.47
Mn K	1.36	1.05
Fe K	85.36	65.12
Nb L	3.91	1.79
Totals	100.00	

Tableau 20: Microanalyse EDS par MEB la zone de fusion du cordon de soudure sous traitement thermique 550°C pour un temps de maintien 5heur.

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	13.84	42.94
Al K	0.42	0.58
Si K	0.20	0.27
Mn K	1.40	0.95
Fe K	80.77	53.91
Nb L	3.37	1.35
Totals	100.00	

B

Présentation des résultats de la microanalyse EDS par microscope électronique à balayage MEB du cordon de soudure :

La figure 1 : présente l'observation macroscopique du cordon de soudure des trois parties A, B et C.

Le point A présente la partie interne de la soudure.

Le point B présente la partie centrale de la soudure.

Le point C présente la partie externe de la soudure.

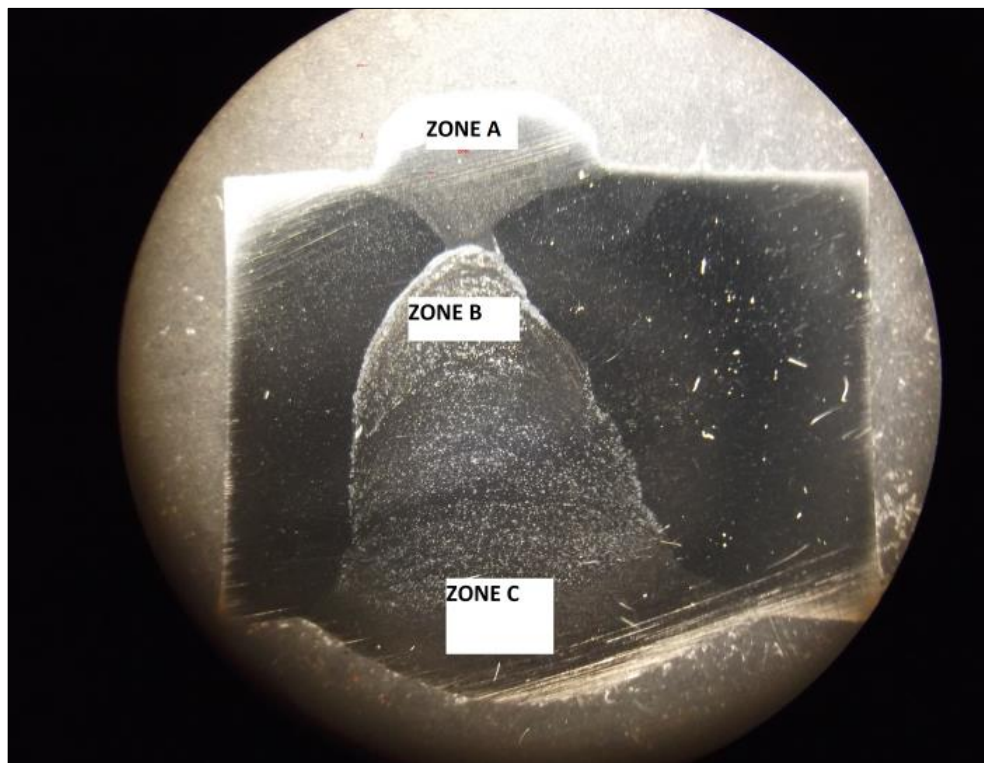
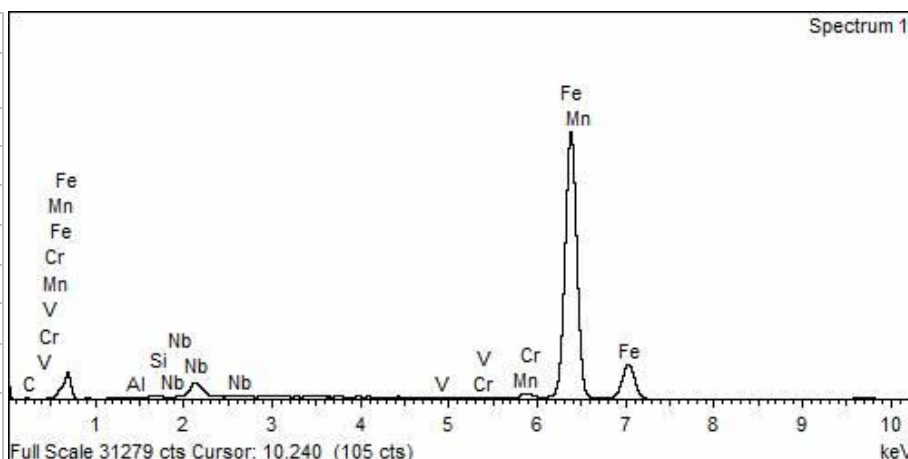


Figure 1: Observation macroscopique du cordon de soudure pour microanalyse et EDS par EDS des trois parties a, b et c

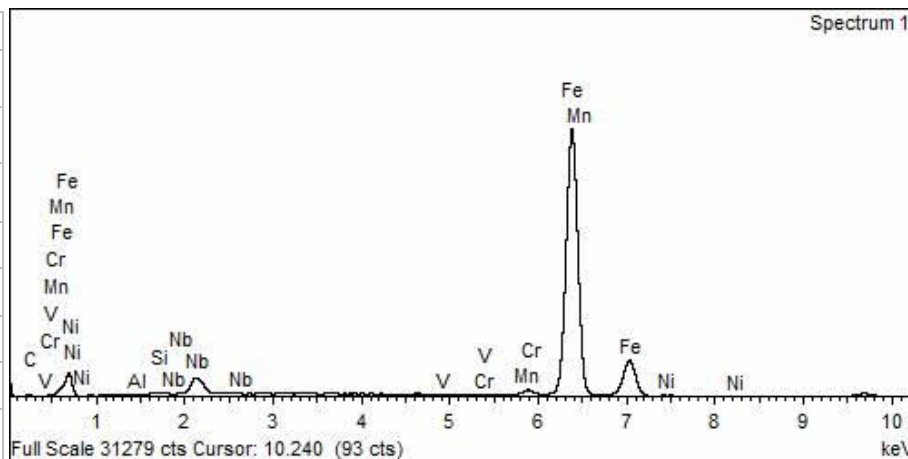
Zone A

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	3.49	14.69
Al K	0.08	0.16
Si K	0.23	0.41
V K	0.07	0.07
Cr K	0.03	0.02
Mn K	1.26	1.16
Fe K	88.67	80.14
Nb L	6.17	3.35
Totals	100.00	



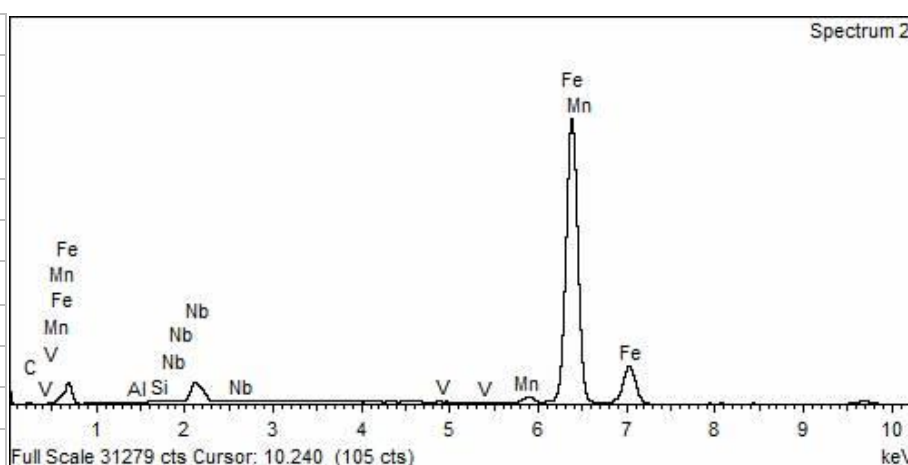
Zone B

Eléments	Weight%	Atomic%
C K	4.80	19.43
Al K	0.16	0.30
Si K	0.07	0.12
V K	0.04	0.03
K	1.46	1.30
Fe K	86.01	74.92
Nb L	7.46	3.90
Totals	100.00	



Zone C

Element	Weight%	Atomic%
C K	4.25	17.46
Al K	0.16	0.29
Si K	0.21	0.37
V K	0.02	0.02
Cr K	0.03	0.03
Mn K	1.31	1.18
Fe K	87.15	76.94
Ni K	0.22	0.18
Nb L	6.65	3.53
Totals	100.00	



Annexe III

Les résultats de mesures de dureté seront présentés selon le schéma de la figure.1, dont le but de comparer la variation de dureté par zone et par profil selon le protocole des traitements thermiques. Les zones sont définies comme suit :

Zone I : MF métal fondu ou la zone de liaisons.

Zone II : (Z.A.T.) zone affecter thermiquement.

Zone III : MB zone métal de base.

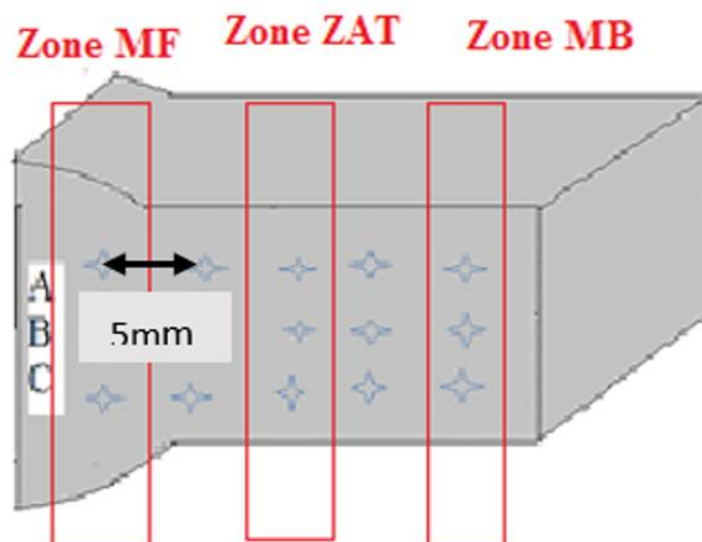


Figure 1: schéma de présentation des résultats

1^{ere} famille :

La figure 2 présente les mesures de dureté des trois parties A, B et C selon le profil de l'échantillon (échantillon de référence) à différents points et partie.

Le point A présente la partie interne de la soudure.

Le point B présente la partie centrale de la soudure.

Le point C présente la partie externe de la soudure.

La mesure de dureté de l'échantillon X70 de référence figure 2, montre une fluctuation de la dureté HV2 (200HV) avec augmentation de celle-ci dans la zone de cordon de soudure (218HV). On remarque bien que pour la partie interne de la soudure une stabilité de la dureté tous le long de l'échantillon avec une diminution dans la zone affectée thermiquement ZAT, par contre pour les deux autres zones elle garde la même allure, une stabilité de la dureté dans la zone de métal de base avec une petite diminution de dureté dans la ZAT et une augmentation dans la zone de cordon de soudure.

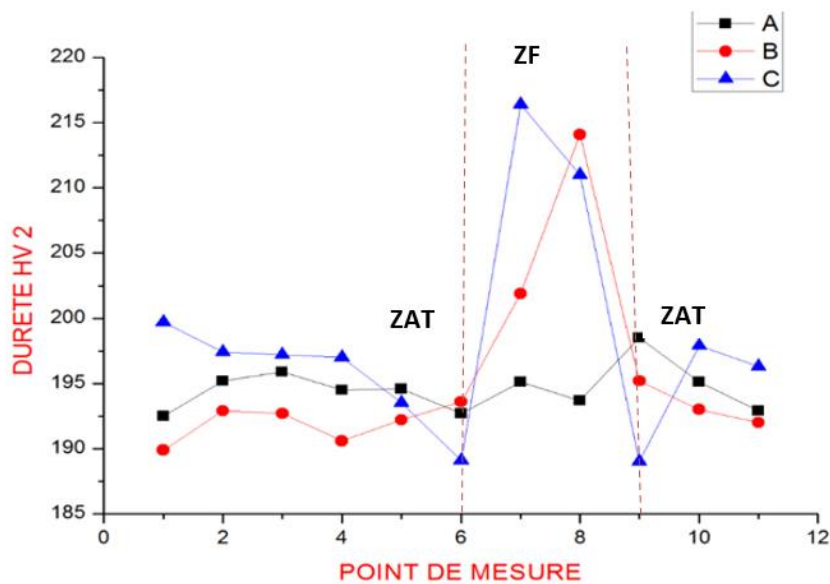


Figure 2: mesure de dureté pour l'échantillon de référence (sans traitement thermique).

Une présentation des résultats des mesures de dureté sont illustrés dans les figures 3, 4, 5, 6 et 7, celons le schéma de la figure 1 et le protocole des traitements thermiques

2^{ème} famille : (Traitement thermique varions la température et fixons le temps de maintien)

En remarque une stabilité des valeurs de dureté des deux point A et B d'une valeur de 190hv de la zone du métal fondu (MF), pour la partie C interne de soudure une augmentation de la dureté dont la valeur dépasse les 240HV, une variation de la valeur de dureté pour chaque zone de cordon de soudure, avec une augmentation et diminution de cette dernière selon le traitement thermique .

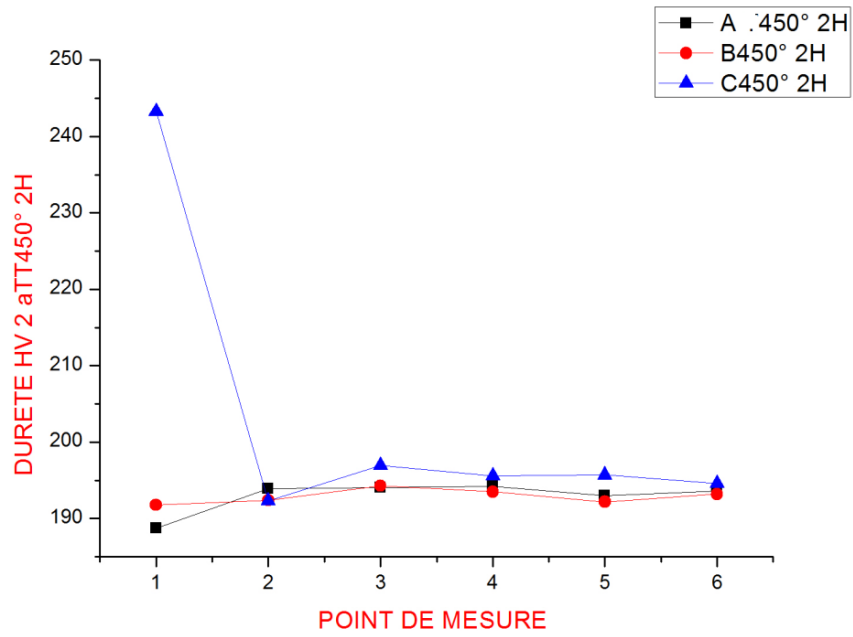


Figure 3: mesure de dureté pour différentes point de mesure à traitement thermique 450°C et 2h de temps de maintien

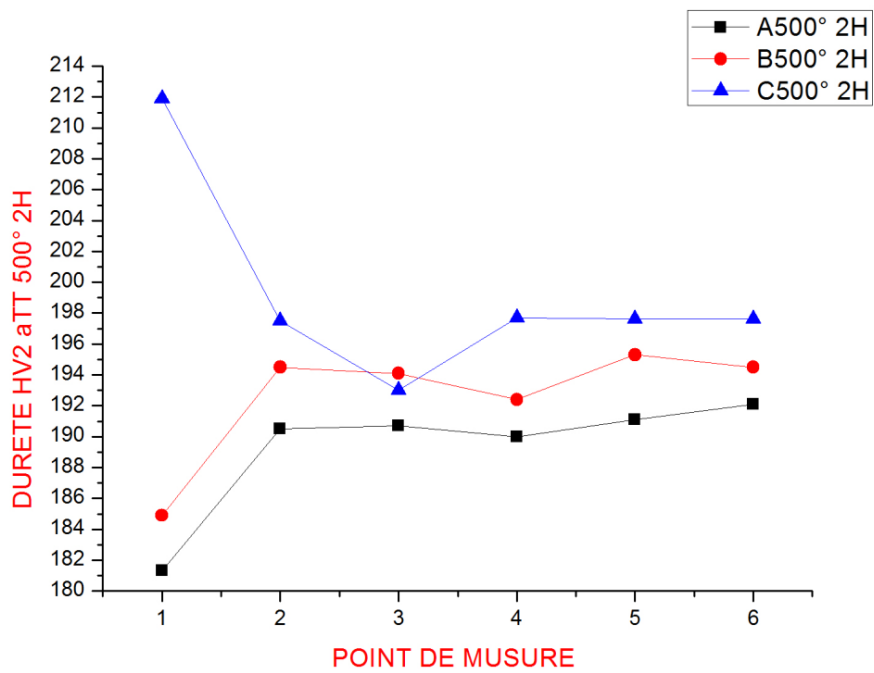


Figure 4: mesure de dureté pour différentes point de mesure à traitement thermique 500°C et 2h de temps de maintien.

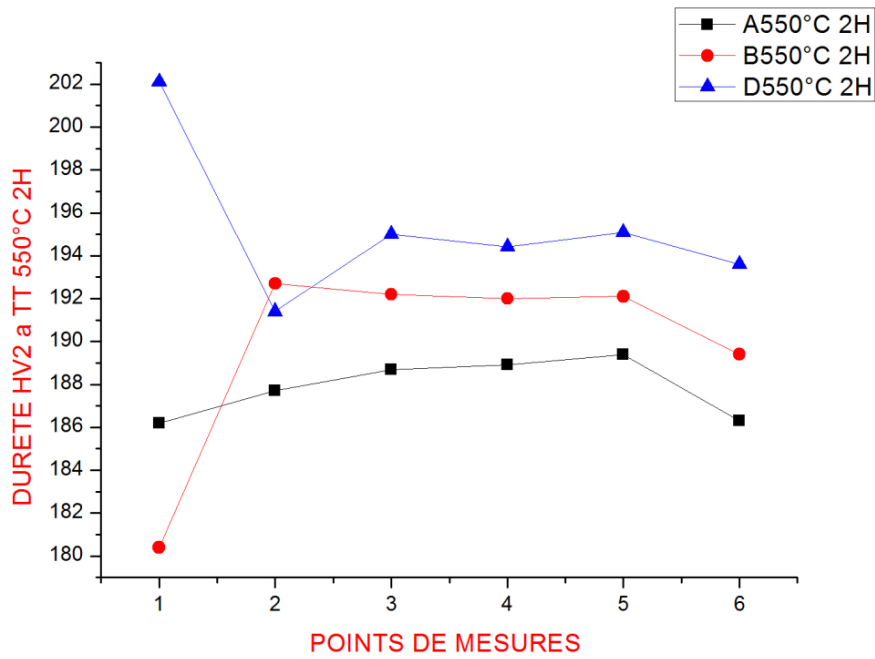


Figure 5: mesure de dureté pour différentes point de mesure à traitement thermique 550°C et 2h de temps de maintien.

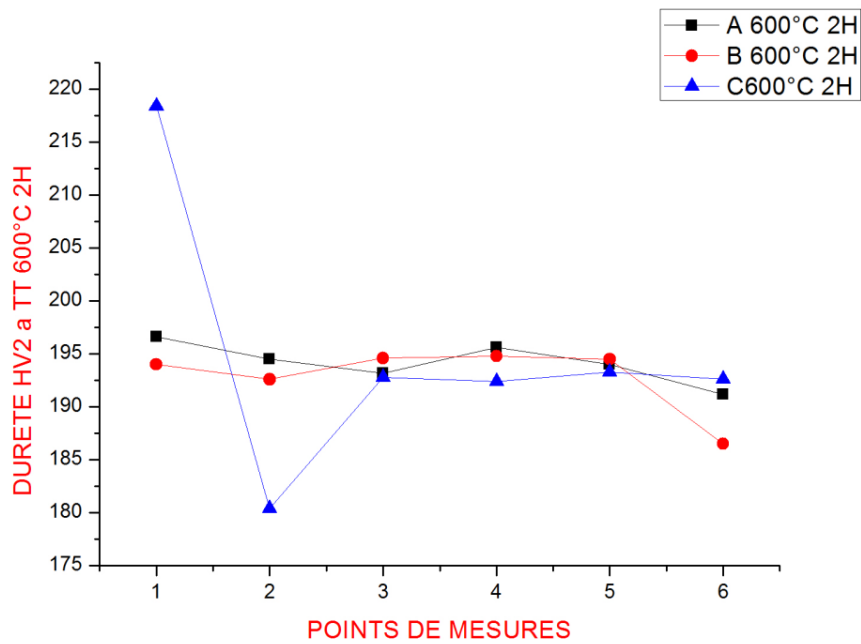


Figure 6: mesure de dureté pour différentes point de mesure à traitement thermique 600°C et 2h de temps de maintien.

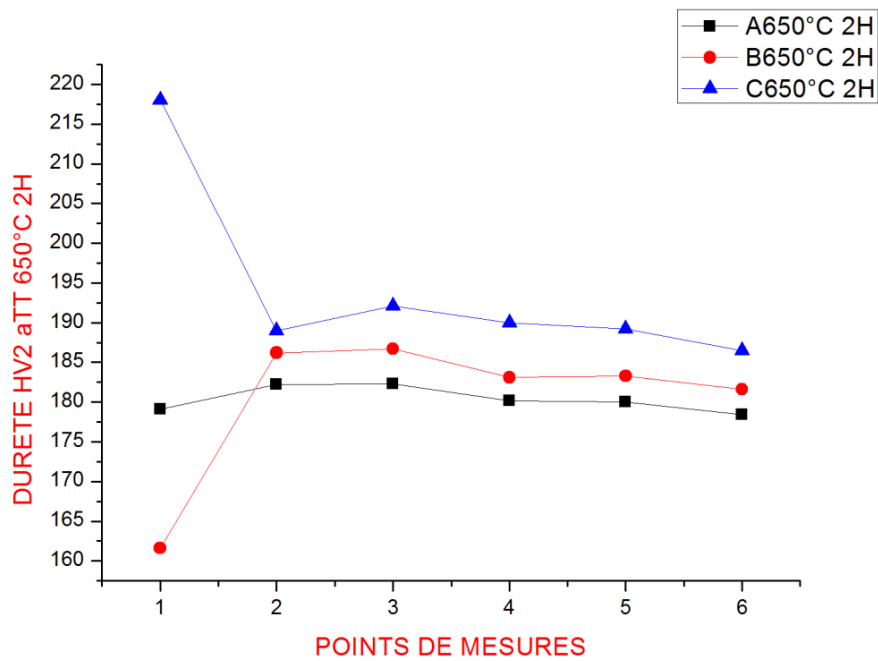


Figure 7: mesure de dureté pour différentes point de mesure à traitement thermique 650°C et 2h de temps de maintien.

3^{ème} famille : (Traitement thermique varions le temps de maintien et fixons la température)

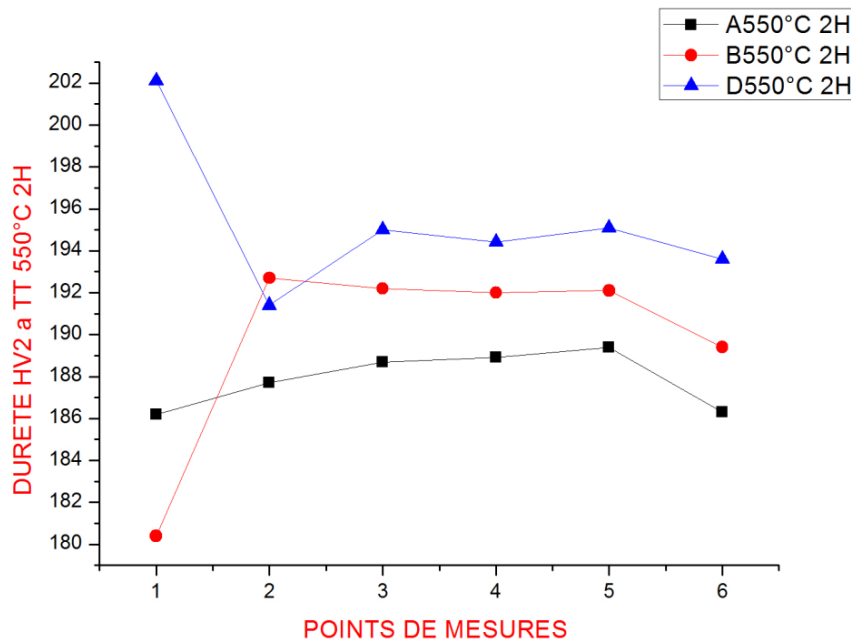


Figure 8: mesure de dureté pour différentes point de mesure à traitement thermique 550°C et 2h de temps de maintien.

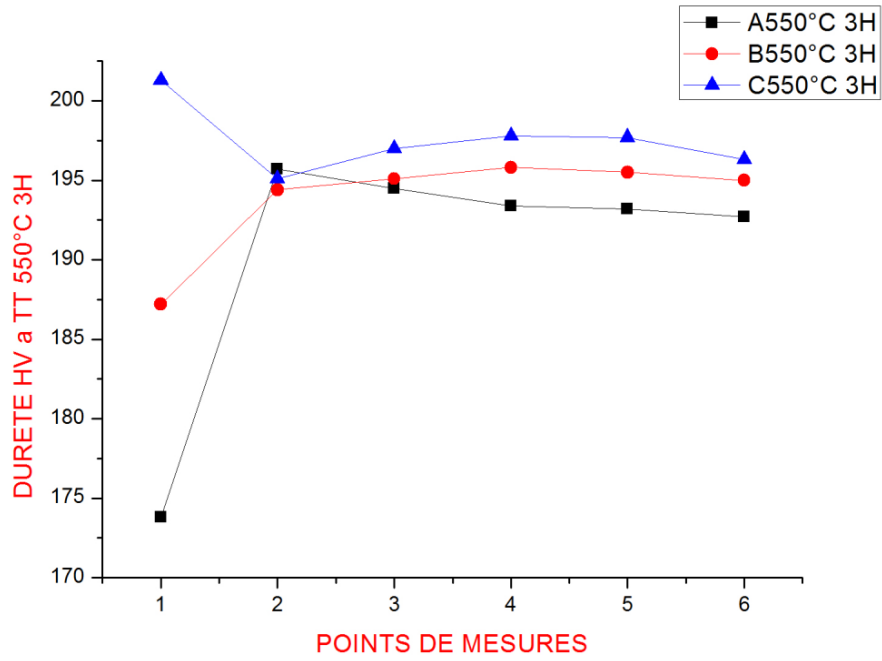


Figure 9: mesure de dureté pour différentes point de mesure à traitement thermique 550°C et 3h de temps de maintien.

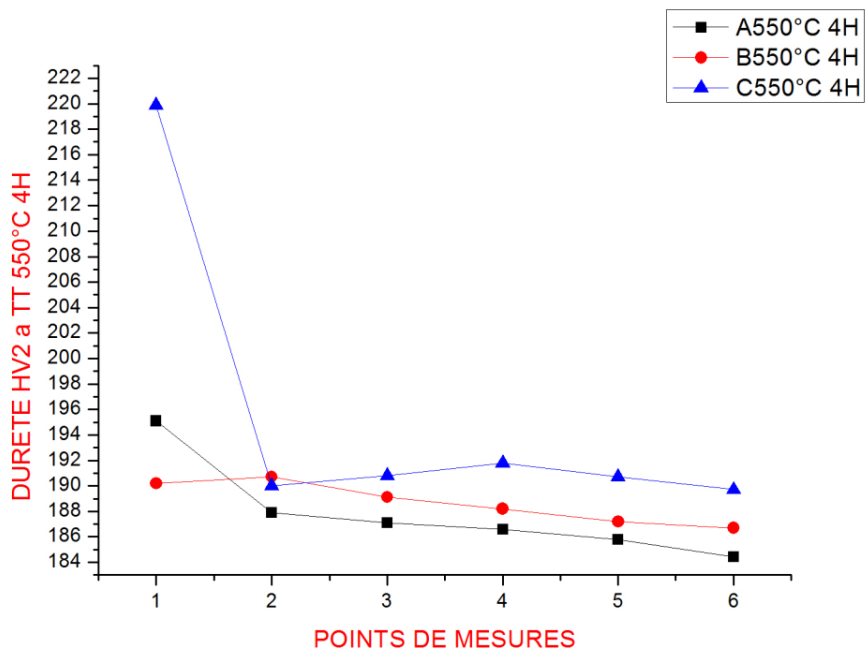


Figure 10: mesure de dureté pour différentes point de mesure à traitement thermique 550°C et 4h de temps de maintien.

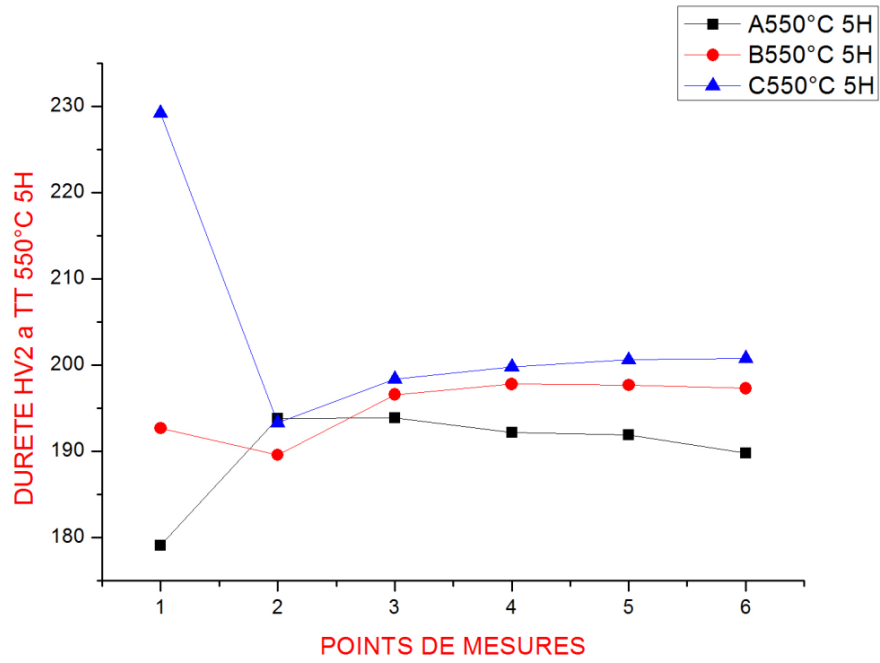


Figure 11: mesure de dureté pour différentes point de mesure à traitement thermique 550°C et 5h de temps de maintien.

Formation and Dissolution of Carbides and Nitrides in the Weld Seam of X70 Steel by the Effects of Heat Treatments

Souad Benarrache*, Toufik Benchatti, Hadj Aissa Benhorma

Mechanical laboratory, Amar Telidji University of Laghouat, B.P. 37G, Laghouat 03000, Algeria

Corresponding Author Email: souadbenarrach@yahoo.fr

<https://doi.org/10.18280/acsm.430102>

ABSTRACT

Received: 11 November 2018

Accepted: 9 January 2019

Keywords:

HSLA steels, X70, seam, weld metal zone WMZ, the heat affected zone HAZ, X-ray diffraction, carbide and nitride, diffusion, backscatter

Welding assembly of steels HSLA (High Limit of Elasticity) occupies an important place in the mechanical industry and in the shaping industry of transport facilities, hydrocarbon storage and other industries. X70 steels have a very important place in the mechanical industry, naval and oil industry. Also, were interested by studying the effect of heat treatments (energy supply) on structural stability (formation and dissolution of carbides and nitrides) in the weld bead zones of X70 steel and the zones adjacent areas (HAZ and During welding, the weld bead undergone very large temperature variations until melting followed by a more or less rapid solidification (out of equilibrium thermodynamic state), which causes an evolution of the microstructure during application of heat treatments (supply energy), which subsequently affects the mechanical properties and / or the electrochemical behavior (corrosion).

The type of heat treatment influences the diffusion and backscatter of the addition elements with respect to the formation of carbides and nitrides in the microstructure of the weld beads.

1. INTRODUCTION

The technological development, and the mastery of getting steel of good mechanical and structural quality contributed to the based steel structure and installations, of very high performances particularity on the mechanical plans resistance to corrosion etc. Welding steels has a lot of advantage in the industry and the shaping of the installations. But it also has disadvantages and weak points, which round the assembly vulnerable. The fused area of the weld and the heat affected zone HAZ, do not have the same structural characteristics and mechanical characteristics comparable to the base metal zone.

Heat treatments have a remarkable effect on the formation and dissolution of carbides and nitrites in the weld bead area of X70 steel. Which therefore, make the weld bead under high internal mechanical stress. Energy in the form of controlled heat treatments, leads to thermodynamically stable systems, by the formation or dissolution of the different phases which is accompanied by the dissipation of internal stresses, the is latter initially introduced by cooling effect, more or less rapid to free air, of the weld bead (non-equilibrium state).

Monitoring the evolution of the microstructure by optical microscopy, X-ray diffraction and measurement of hardness of the different zones of the weld seam (Weld metal zone WM and the heat affected zone HAZ). According to each heat treatment applied to it, shown the coupling of the structural morphology, microstructure and dissipation (relaxation) of internal stresses.

2. METALLURGICAL FACTORS DETERMINING THE PROPERTIES OF HSLA STEELS

The research on the fragility and safety of steels, has led to

the appearance on the market of a relatively large number of steels for the manufacturing of large diameter pipes. The main concerns with the introduction of alloying elements into steels are related to the increase in mechanical characteristics (elastic resistance E_r , maximum resistance M_r), the easiest material implementation possible (welding) and severe conditions of use (high operating pressure, corrosive environment) [1]. Ferrite-hardening additive elements are distinguished. The most effective elements are those that we try to reduce for weldability reasons (carbon) or improvement of the resilience characteristics (phosphorus, carbon, ... etc.).

One of the methods of obtaining a combination of high strength, good ductility and weldability of steels is the refinement of ferritic grain.

The interest of fine grain in high yield strength steels ferrite-pearlite structure is therefore double, the interest of fine grains in high yield strength steels with a ferrite-pearlite structure is therefore twofold, hence the interest in the addition of elements allowing the refining of the ferritic grain [2], hence the starting grain austenitic. Grain refining is achieved by the addition of elements forming fine precipitates, which through their interaction with austenitic grain boundaries, prevent the development of these [3]. The factors involved in the grain refining process are: alloy elements that can form fine precipitates. The most used are (Al, Nb, Ti) forming nitrides or carbonitrides, acting according to their contents as well as the contents of N and C and the heat treatment carried out.

The precipitation, in the form of fine nitrides, occurs either during rolling or during heating before normalization in the range [600-700 °C] [4]. Because of the diffusion processes that lead to the coalescence of the AlN precipitates, and then to their dissolution [5], the austenitic grain will no longer vary, whereas according to the temperature and time parameters [6] In the case of niobium, the precipitates formed are

carbonitrides Nb (Cx, Ny), the contents of C and N depend on the composition and temperature. The cooling precipitation coincides with the γ - α transformation, while the precipitation during heating is in temperature the range [600-700 °C] [7].

Niobium can exert a strong effect on the refining of the grain like aluminum, and the critical particle size is about 300 Å as for AlN. Finally, only the simultaneous addition of Al and Nb is slightly more effective than that of Al alone [4. 7. 9.16].

Titanium forms two compounds. On the one hand, TiN which is an extremely stable precipitate, practically insoluble in austenite [2.13.14], and on the other hand a TiC carbide. Titanium not trapped by nitrogen forms a carbon-rich carbonitride of diameter about 200 Å, which dissolves in the austenite up to about 1300 °C. This "carbide" is responsible for controlling the growth of the γ grain.

The addition of one or more elements such as Al, Nb and Ti in order to refine the grain and improve the characteristics of the steels is therefore essential.

Table 1. Chemical composition of the steels studied

Elements %10 ⁻³	c	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	V	Al	Ti	Nb	Sn	B	W
X70	83	1530	9	10	1	30	11	10	2	33	32	16	66	16	3	2

The welding operation was performed at DML SONATRACH enterprise Laghouat Algeria, according to the welding procedure of API 1104, welding procedure, using the electric arc welding method with a coated electrode of basic type and cellulosic.

3.1 Thermal treatments

A heat treatment protocol was carried out for different samples at the mechanical laboratory at the University Laghouat in a VECSTAR LDT furnace. The samples were subjected to a homogenization treatment and relaxation different temperatures from 450 °C, 500 °C, 550 °C, 600 °C to 650 °C for duration of 2 hours respectively (See Figure 1).

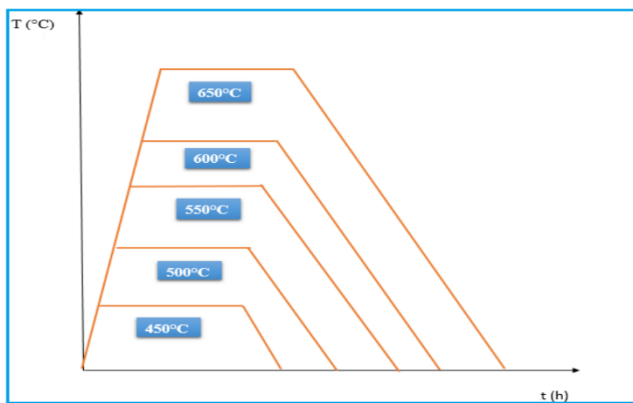


Figure 1. Heat treatment protocol

3.2 X-ray diffraction

The diffraction measurements were carried out by means of a beam X-ray diffractometer X-Phillips (Holand). The X-ray are generated by a Cu anode $k\alpha=1.54060 \text{ \AA}$. The operating parameters for all the samples are 40 kV and 50 mA with a step of 0.02° and a fixation time of 1 second for each step. The scanning is carried out over a range 2θ of ($20^\circ -130^\circ$) with rotation by time of 1 H30.

3. MATERIALS AND EXPERIMENTAL METHODS

The study of the effect of heat treatments on the dissolution and formation of carbide and weld-wire nitride of pipeline steels requires metallographic examination to characterize the morphology of the microstructure, accompanied by XRD analyzes for structural characterization according to the application of a series of heat treatments on the steel in question.

The materials studied and a high yield strength steel X70 (industrial pipeline used by SONATRAGH Algeria), the latter this classifies in API standard 5L5L (American Petroleum Institute Specify for Pipeline) [8].

Table 1 presents the chemical composition of the X70 steel chemical analysis was performed by computer-assisted optical emission spectrometry type ARL-3460 (ANABA).

3.3 Microscopy

The aim of the metallographic examination was to characterize the structural morphology of the steel; in our case it was to highlight the limitation of the zones (weld metal and HAZ) as well as the state of the homogenization, the observation was carried out MEIJI TECHNO CO LTD microscope (China).

4. RESULTS

On Figure 2 on represented diffractogram and micrography of the X 70 steel weld seam. On the micrograph of Figure 2, the steel has a homogeneous distribution of the different phases, which are evidenced by the X-ray diffraction (such as Fe matrix, Fe₃C cementite and AlN phase).

The diffractogram in question, presents the matrix Fe, whose families of the diffracting planes are, (110), (200), (211), (220) and (310), in which the cementite bathes, whose families diffractive planes are, (110), (111), (002), (132) and (310) and the aluminum nitride phase AlN (222) (400) and (420); the latter is very difficult to observe by micrography (very small quantity), from which we can say that our steel has a spherical pearlite ferritic structure. The micrograph and the diffractogram of this zone Figure 3, presents a border zone between the weld seam (molten metal) and the HAZ (heat affected zone) as shown by the indications on the micrograph. A clear variation in the density of spherulite repetitions of perlite (Fe-Fe₃C) is clearly observed with a difference in grain size between the two sectors of the micrograph. While from the point of view of the co-existing phases, one notices, compared to the weld metal zone WM it is the same phases. On the optical micrograph of the HAZ Figure 4, we observe a homogeneous distribution of the microstructure (the pearlite spherulite) which is fine even at medium magnification, as the X-ray diffraction diffractogram clearly shows, presence of AlN phases, AlNb₃.

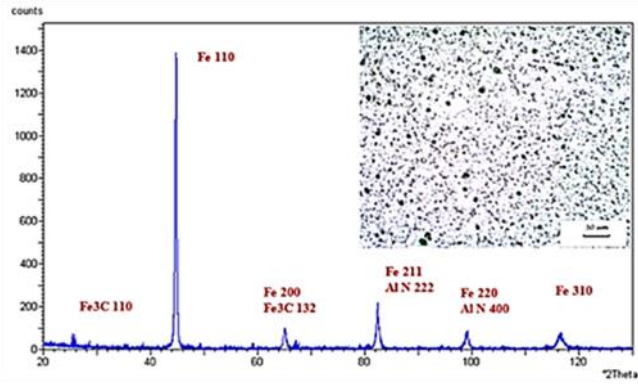


Figure 2. X70 steel weld seam diffractogram and micrographic observation without heat treatment (raw state)

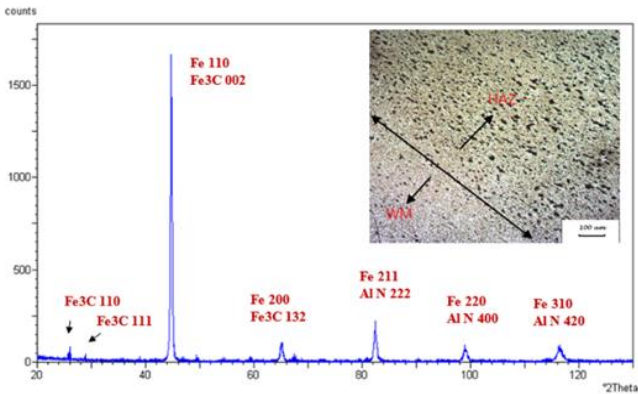


Figure 3. Diffractogram of the WM and HAZ frontier zone of X70 steel and micrographic observation without heat treatment (raw state)

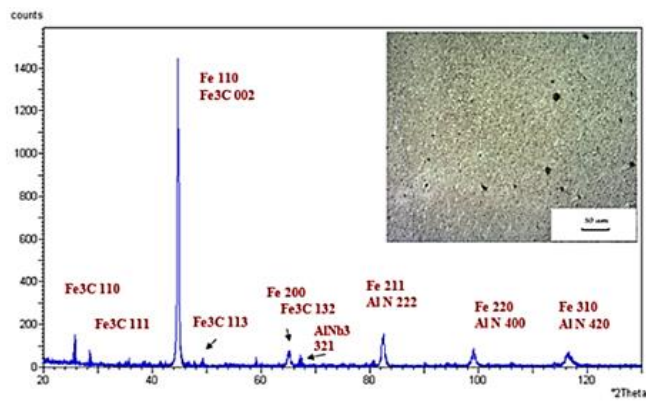


Figure 4. Diffractogram of the HAZ of X70 steel and micrographic observation without heat treatment (raw state)

A series of X-ray diffraction and micrographs analysis was performed on all the samples that were subjected to heat treatments according to the selected heat treatment protocol. Figure 5 shows the diffractogram and the micrograph of the weld metal zone samples (WM) and undergoes a heat treatment of 450 °C for a holding time of 2 hours.

X-ray diffraction analysis shows the presence of the two Fe and Fe 3C (matrix) phases by the reflection of the (110), (200), (211), (220) and (310) planes of Fe and (132). Fe3C while noticing that the planes (110), (111) of the cementite are embedded in the background noise of the diagram. The analysis of the micrograph shows a homogeneous morphology of the structure with a small amount of perlite spherulites.

The application of heat treatments on samples of the weld seam, by varying the heat treatment temperature of 550 °C, 650 °C significantly alter the morphology and microstructure of the X70 steel.

The diffractograms of the different zones WM and HAZ " Figure 5, Figure 6, Figure 7 and Figure 8, show well the presence of new phase such as NbC, Al3Nb. With an evolution of the morphology and a distribution of spherulites' of perlite and an appearance of Nb carbide and Ti carbide precipitates by the reflection of the different families of crystallographic TiC planes, and those of NbC.

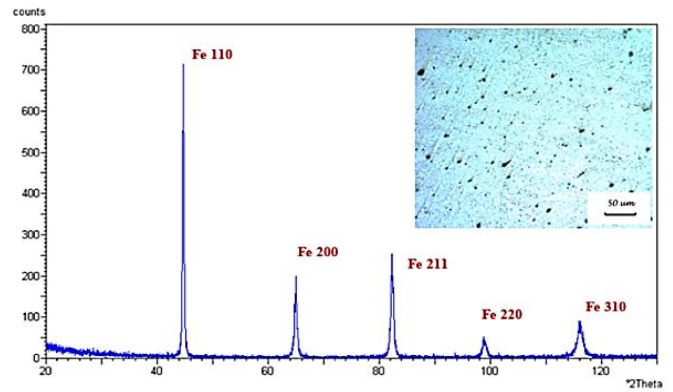


Figure 5. Diffractogram of the WM of the weld seam and micrographic observation (under 450 °C heat treatment for a holding time of 2 hours)

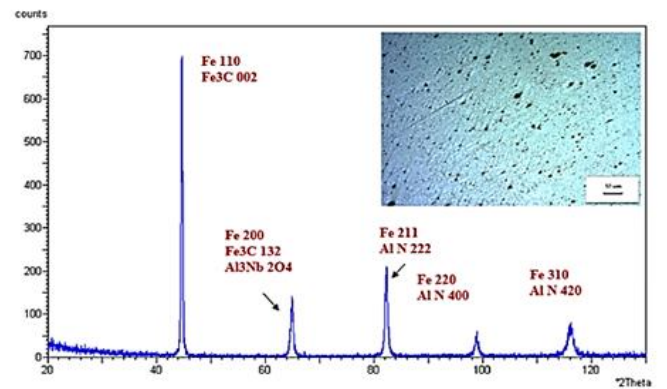


Figure 6. Diffractogram of the HAZ of the weld seam and micrographic observation (under heat treatment 450 °C for a 2 hour hold time)

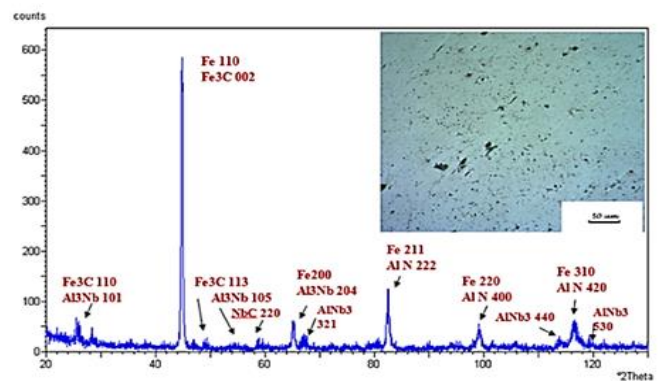


Figure 7. Diffractogram of the WM of the weld seam and micrographic observation (under heat treatment 550 °C for a holding time 2 hours)

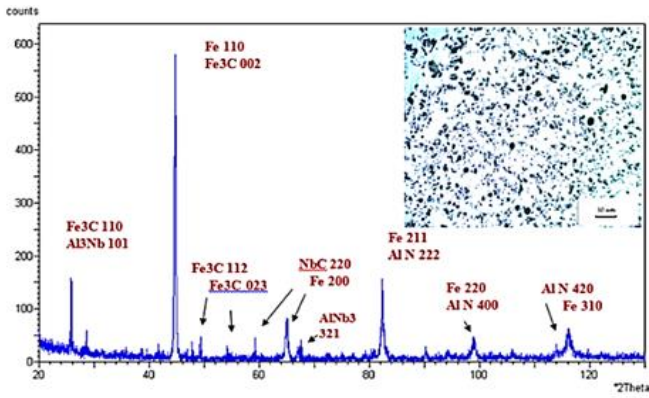


Figure 8. Diffractogram of the HAZ of the weld seam and the micrographic observation (under heat treatment 550 °C for a holding time 2 hours)

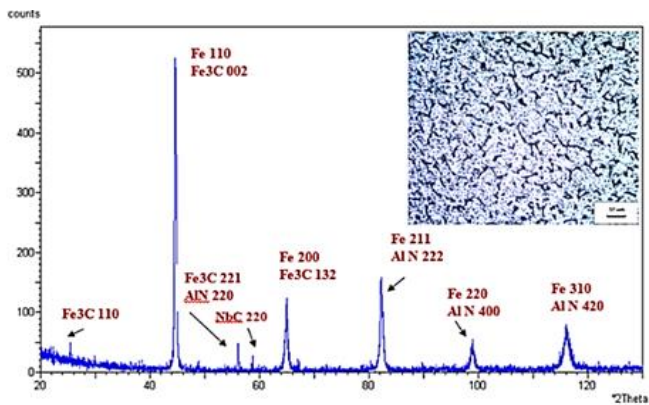


Figure 9. Diffractogram of the weld metal WM and micrographic observation (under heat treatment 650 °C for a holding time of 2 hours)

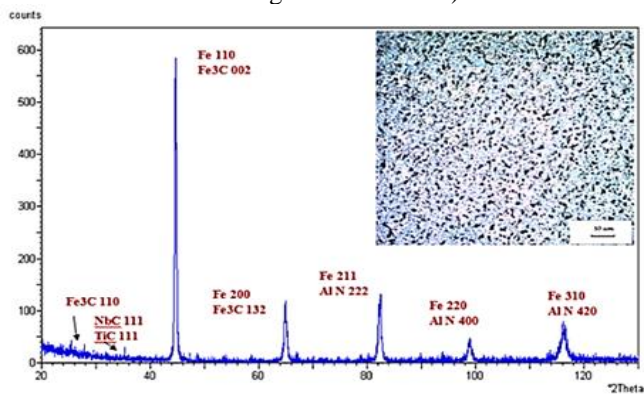


Figure 10. Diffractogram of the HAZ zone of the weld seam and the micrographic observation (under 650 °C heat treatment for a holding time of 2 hours)

After the various heat treatments, applying the X-ray diffraction analysis of the sample from the zone between the melted zone and the thermally affected zone shows an evolution of the microstructure by the appearance of the new phases.

The diffractograms and micrographs of samples from the HAZ zone and after heat treatment at 450 °C and 550 °C for two hours of maintenance, the co-existing phases in the steel are Fe (matrix), Fe₃C, AlN, Al₃Nb whose reflective planes are shown in Figure 6, Figure 8 and Figure 10, Al₃Nb, AlN, Fe₃C and Fe (the matrix). The micrograph of the treatments

(450 °C, 550 °C) shows an increase in grain sizes with a more or less homogeneous distribution of perlite. Subsequently and at 550 °C and for 2 hours of maintenance, the same phases exist without change, but with a quantity of Al₃Nb which increases, as shown by the peak of the diffraction of Figure 7 (plan reflector (101) of Al₃Nb). An apparition of families of Fe₃C phase planes that reflect (110), (002), (112) and (023) as well as the NbC, AlNb₃ and AlN phases. After a heat treatment at 650 °C for two hours, the diffractogram of Figure 10 clearly shows the reappearance of the NbC phase by the reflection of the families of the planes (220).

Figure 11 displays the hardness measurements; its purpose is to compare the hardness variation by zone and by profile according to the heat treatment protocol. The zones are defined as follows:

- Zone I: WM Weld metal or the zone of connections.
- Zone II: HAZ heat affected zone.
- Zone III: MB base metal area.

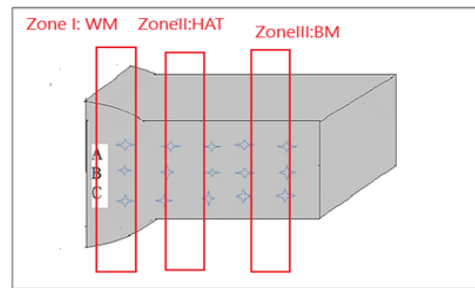


Figure 11. Hardness measurement diagram

The Figure 11 shows the hardness measurements of the three parts A, B and C according to the profile of the sample (reference sample) at different points and part.

- Point A has the inner part of the weld.
- Point B presents the central part of the weld.
- Point C presents the outer part of the weld.

The hardness measurement of the reference sample Figure 12 shows a fluctuation of the hardness HV₂ (200HV) with an increase in hardness in the weld bead zone (218HV). Internal part of the weld, a stability of the hardness all along the sample with a decrease in the heat-affected zone HAZ, the point C presents the external part of the weld. But for the other two zones it keeps the same pace, a hardness stability in the base metal zone with a small decrease in hardness in the HAZ and an increase in the weld seam area.

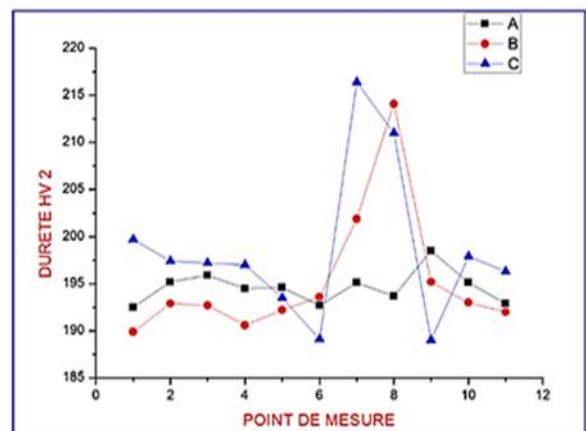


Figure 12. Hardness measurement for the reference sample (without heat treatment)

It was observed a stability hardness values of two points A and B with a hardness a value of 190HV of the zone of weld metal (WM), for the internal part C of welding an increase in hardness just value exceeds 240HV Figure 13 shows a variation of the hardness value for each heat treatment, with an increase and a decrease in the latter according to the heat treatment. In Figures 13,14 and 15 measurements of the hardness and carried out in the different zones (the weld melted zone, the thermally affected zone and the base metal) and has different parts always remarks that the hardness of the internal part (point C) and higher than that two points A and B in all zones.

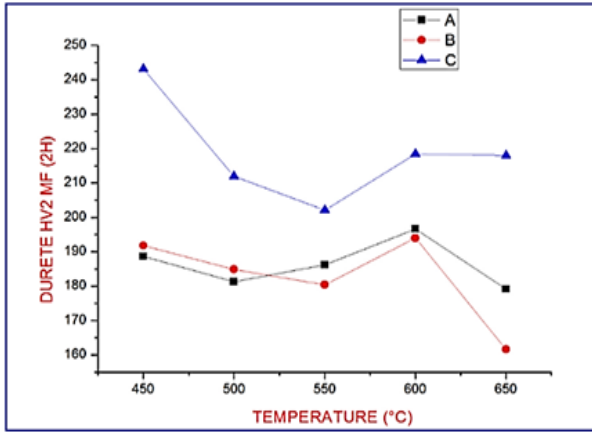


Figure 13. Hardness measurement for different 2H hold time heat treatments for the WM zone (weld metal)

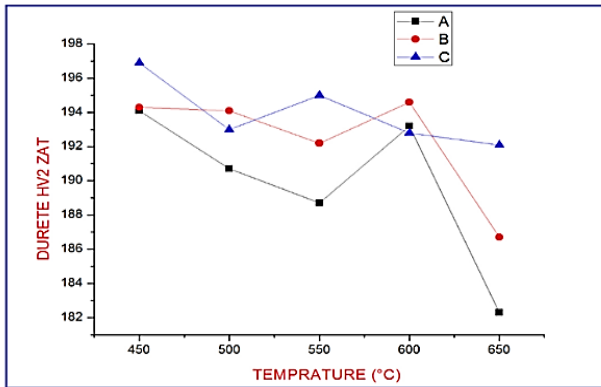


Figure 14. Hardness measurement for different 2H holding time heat treatments for the HAZ zone (heat affected zone)

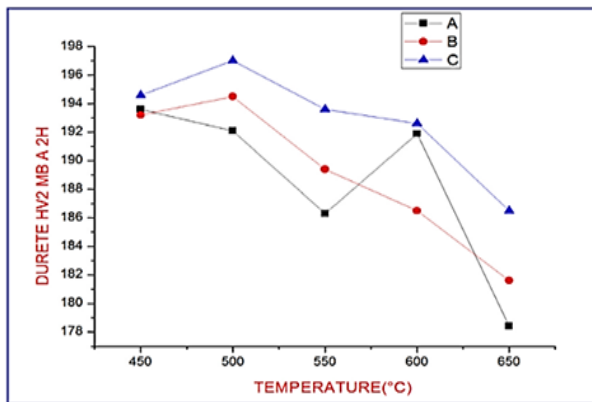


Figure 15. Hardness measurement for different heat treatments with holding time 2H for zone BM (base metal)

5. DISCUSSION

After making a weld seam on X70 steel, its microstructure varies significantly from one zone to another (the weld metal, the heat affected zone), according to the diffractograms of the two zones in the raw state (without heat treatment). It is noted that the microstructure is unchanged by the existence of the same phases, Fe matrix, Fe₃C cementite and AlN phase; with the appearance of the precipitates, during welding of the tubes, in the zone of the weld seam and the zone of connection (zone WM, HAZ), whereas the morphology of the micrographs changes a point of view of dissolution and formation by backscattering of the carbides and nitrides.

While at 550 °C, there is a variation in morphology by an increase in spherulites. This increase is explained by a gain in energy (heat input) which directs the system (the matrix and addition elements) towards a thermodynamic equilibrium. This one is strongly affected by the addition elements and the energies of the point and linear defects (internal stresses) as well as the inter-facial tensions between the grains; which changes according to the size of the grains in this system one can illustrate the thermodynamic equilibrium by the equation of the free enthalpy.

$$G = \Delta H - T\Delta S + \sum_i^n Q_i \quad (1)$$

At temperatures T the system balances, when $\frac{\partial G}{\partial T} = 0$.

Q_i : All the energies of the point and linear defects (internal stresses) as well as the inter-facial tensions between the grains and the dislocations.

In all the diffractograms, following the temperature variations of the heat treatments (450 °C, 550 °C and 650 °C) in the different zones of the weld bead, we notice the existence or not of the carbide and nitride (the phases AlN, Al₃Nb, AlNb₃, NbC and TiC), their densities in terms of (dispersion) and grain size, this depends on the backscattering of the addition elements or the diffusion of the latter in the Fe matrix.

Figure 12 presents a fluctuation of the hardness measurements, shows well and a high peak on the melted zone of the weld seam whose values are 215HV, 212HV and 210HV, in this zone which are much larger than those of the rest of the other areas.

We notice that even in the melted zone there is variation, which is explained by the rapid mode of cooling, in the high zone of the cord (quenching with the area) and this in parts C and B Figure13; while in the A part (lower part of the bead), the value of the hardness HV (194HV) is much lower than that of the part C and B. This difference in value of hardness is due to the heating of the zone A during different welding passage, we can say that the zone A becomes the thermally affected zone HAZ with respect to the zones C and B.

The variation curves of the HV hardness measurements as a function of the heat treatments of all the zones (weld metal, the thermally affected zone HAZ and base metal) present more or less the same aspects with fluctuations by increase or decrease of the hardness values.

We can also say that the fluctuations are dependent on the dissipation of dislocations (internal stresses) which have a very significant effect on hardness measurements and the Young's modulus. it can be interpreted by the mobility velocity of dislocations low:

$$V = \alpha \exp(-\Delta H_i / R T) \quad (2)$$

V: speed of mobility of dislocations.

ΔH_i : Enthalpy of activation of a dislocation at temperature

T.

This speed of dissipation and is measure a purs grains

(Exp: Fe) in our case this velocity will depend enormously on the impurities in the grains namely the existence of the addition elements in gap or carbides by a zone of the matrix.

6. CONCLUSION

Following the application of a previously defined heat treatment protocol, the optical microscopy analysis of the morphology and that by x-ray diffraction of the microstructure, of the different zones of the weld seam of the X70 steel, have showed a clear variation of the microstructure by formation and / or dissolution of carbides and nitrides according to the type of heat treatment applied.

The stripping of all the diffractograms, informs us well on the formation and the dissolution of the different phases which can coexist, following a defined heat treatment. For example, one can quote the made of the TiC and NbC phases which form at 650 °C. for a hold time of two hours, whereas at 550 °C. These precipitates dissolve; and that the AlNb₃ phase is formed by backscattering effect of the Nb and Al element in solution in the matrix.

Supplied energy in the form of controlled heat treatments leads to thermodynamically stable systems along the formation and / or dissolution of the phases, which is accompanied by the dissipation of internal stresses, initially introduced by the effect of cooling less or slower of the weld seam. The dissipation of internal stresses (dislocations in the grains or inter granular) which is accompanied with the formation and / or dissolution of carbides and nitrides leads to fluctuations in hardness measurements of X70 steel.

REFERENCES

- [1] BATH E. (1968). Metallurgical determinants mechanical properties.
- [2] Yu H, Sun Y, Chen QX, Jiang HT, Zhang LH. (2006). Precipitation behaviors of acicular ferrite X70 pipeline steel. *Materials Science and Engineering* 18(3): 309-313. <https://doi.org/10.1007/s12613-011-0439-4>
- [3] Gladman T. (1966). *Proceedings of the royal society*.
- [4] Constant A, Grumbach M, Blood G. (1970). Study of the transformation of the austenite and changes the properties of steels at dispersoids. *Metallurgy Review*.
- [5] Gladman T, Dulieu D, Magwor ID. (1975). Structure property relationship ships in High strength microalloyed steels. *Microalloying75*, Washington.
- [6] Creusot L. (1971). Study of the Influence of Aluminium. Days' ECSC information, Luxembourg.
- [7] CSM. (1971). Study of the influence of niobium. ECSC information days Luxembourg.
- [8] NORME API 1104. (september 1999)19 edition.
- [9] Gladman T. (1966). *Proceedings of the Royal Society*.

- [10] Beguinot J, Palengat R, Blondeau R, Dollet J. (1978). Influence of the precipitation state of the vanadium on the mechanical properties of steels aluminum-killed. Days of special steels, Saint-Etienne.
- [11] Sage AM, Hayes DM, Earley CC, Almond EA. (1976). Effects of some variations in composition on mechanical properties of controlled-rolled and normalized vanadium steel 12mm plates. *Metals Technology* 293-302. <https://doi.org/10.1179/030716976803392213>
- [12] Civallero M, Parrini C. (1971). Lamination controlled steels dispersoids for the production of medium-sized sheets of high strength and high toughness. CIT CSD.
- [13] Bridge G, Maynier P, Dollet J, Bastien P. (1970). Contribution to the study of the influence of molybdenum on the softening of activation energy income. *Metallurgical News*.
- [14] Lewellym DT, Cook WT. (1974). Metallurgy of boron-tread low-alloy steel. *Metals Technology* 517-529. <https://doi.org/10.1179/030716974803287924>
- [15] Bordbar S, Alizadeh M, Hashemi SH. (2013). Effects of microstructure alteration on corrosion behavior of welded joint in API X70 pipeline steel. *Materials and Design* 45: 597-604. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.09.051>
- [16] Ling ZQ, Fang J, Zhou Y, Yuan ZX. (2012). Influence of quenching on-line on properties of X70 steel for sour service seamless pipe. *International Conference on Future Energy, Environment, and Materials. Energy Procedia* 16: 444-450. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2012.01.072>

NOMENCLATURE

HSLA	High Limit of Elasticity
WMZ	weld metal zone
HAZ	heat affected zone
MB	Metal base
XRD	X-ray diffraction
Mr	maximum resistance
Er	elastic resistance
Al	Aluminum
Nb	Niobium
Ti	Titanium
C	Carbide.
NC	Carbonitride
V	Vanadium
Fe ₃ C	cementite
V	speed of mobility of dislocations.
ΔH_i	Enthalpy of activation
T	temperature
$\sum_i^n Q_i$	All the energies of the point and linear defects
HV	Hardness vickers
A	has the inner part of the weld
B	presents the central part of the weld.
C	presents the outer part of the weld.