



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET
POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET
DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



Université Amar Thelidji- Laghouat
FACULTÉ : SCIENC ET TECHNOLOGIE
DÉPARTEMENT : GÉNIE DES PROCÉDÉS

MÉMOIRE DE MASTER

DOMAINE : SCIENCES ET TECHNOLOGIES
FILIÈRE : GENIE DES PROCEDES
OPTION : GENIE DES PROCEDES DES MATERIAUX

Thème

**Caractérisation microstructurale d'un acier à Haute
Limite d'Elasticité traité thermiquement**

Présenté par :

Khaldi Amel

Gherib Naima

Soutenu le : 03 /07/ 2022

Jury de soutenance :

Nom et Prénom	Grade	Qualité
Benalia Mokhtar	Professeur	Président
Belhadj Soraya	MC-A	Examineur
Zoukel Abdelhalim	Professeur	Promoteur
Abdellaoui Maria	Ing .Rech	Co-Promoteur

Année Universitaire 2021-2022



Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu de nous avoir aidé et donné la volonté et le courage de mettre en œuvre ce projet.

Nos remerciements vont spécialement vers notre encadreur **Pr.Zoukel Abdelhalim**, directeur de la plateforme **PTAPC-LAGHOUAT**, qui nous a autorisé d'effectuer cette recherche au sein du laboratoire.

Nous remercions également Monsieur le chef de Département de Génie des procédés **Pr.Benalia Mokhtar** ainsi que notre Co-encadrant **Abdellaoui Maria**, pour sa créativité et l'implication qu'elle a montrée pour ce travail ainsi que pour sa disponibilité.

Nos remerciements s'adressent également aux membres du jury, **Pr.Benalia Mokhtar** et **Dr.Belhadj Soraya** pour avoir accepté d'examiner et rapporter le présent travail et pour leurs encouragements.

Nos remerciements vont aussi à tous les membres du laboratoire PTAPC-LAGHOUAT qui nous ont toujours consacré leur temps et qui ont montré une attitude conviviale et un certain esprit collectif.

Nous adressons nos sincères remerciements à nos familles pour leur présence continue et leur soutien inconditionnel et leur compréhension, notamment nos chères mamans pour leur soutien moral au tout au long de notre travail.

Et pour finir, rien ne se fait sans l'esprit d'équipe, pour un seul doigt on ne peut pas prendre une pierre mais avec une main on peut déplacer la montagne.



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A Mon Père qui m'a toujours guidé et soutenu

A Ma Mère qui a été toujours à mes côtés

*A mes Frères Nadhir, Mohamed, Abd el hour et ma
sœur Omaïma*

A ma copine Asmaa

Et à tous mes amis

Khaldi Amel



Dédicaces

Allah merci et prière et paix soient sur le prophète :

*Je dédie ce travail à mes parents que dieu les
protège pour illuminer mes chemins.*

A toute ma famille notamment mes frères et sœurs.

À mes camarades avec qui j'ai partagé ces instants.

A ma binôme, amie et sœur et Amel

Et à tout ceux qui m'ont marqué la vie .

Gherib Naima



LISTE DES FIGURES

Chapitre I

Figure 1.1 - Pipelines [HAD 13]	3
Figure 1.2 - Schéma montré les contraintes s'exerçant sur un pipeline[GUE 08]	3
Figure 1.3 - Réseau de transport par canalisation	4
Figure 1.4 - Evolution des nuances d'aciers des pipelines en tant qu'exemple de développement de l'acier HSLA [KUM 14]	5
Figure 1.5 - Résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual phase comparés à d'autres aciers faiblement alliés[MAZ 06]	8
Figure 1.6 - Diagramme schématique montrant la production d'un acier dual phase [AND05]	9
Figure 1.7 - Structure dual phase obtenue après recuit inter-critique à la température 760 °C[MIC 05]	11
Figure 1.8 - Micrographie, obtenue en microscopie électronique à transmission, montrant les dislocations dans l'interface ferrite/martensite [AMA 07]	12
Figure 1.9 - Influence du taux de martensite sur la limite d'élasticité [LIE 02]	13
Figure 1.10 - Représentation schématique des microstructures biphasées de base [MAZ 06]	14
Figure 1.11 - Pourcentage de martensite dans un acier dual phase à 1.5 % Mn en fonction de la concentration en carbone et la température inter-critique	16
Figure 1.12 - Diagramme Fe-C montrant l'effet de la concentration en carbone dans l'acier et la température inter-critique sur la quantité de l'austénite formée	17
Figure 1.13 - Allures des courbes de traction	19
Figure 1.14 - Courbe Contrainte-déformation des aciers dual phase à 1.5 % Mn pour différentes concentration en carbone, chauffés à 760 °C	20
Figure 1.15 - De la plaque au tube en acier[BEL 12]	20
Figure 1.16 - Technique de fabrication des tubes soudés en spirale [ZAZ 17]	21
Figure 1.17 - Photos de la mise en forme des tubes par le procédé « UOE »[BEL 12]	22
Figure 1.18 - Obtention des tubes sans soudure [HAD 13]	23
Figure 1.19 - Microstructure par MEB de l'acier X70 dans la sen longitudinale [BEL 12]	24

Chapitre II

Figure 2.1 - Différentes étapes de préparation des échantillons.	27
Figure 2.2 - Schéma montre le prélèvement des échantillons.	28
Figure 2.3 - Four à moufle modèle (NABERTHER)(PTAPC-Laghouat).	29
Figure 2.4 - Cycle thermique du traitement thermique DQ de l'acier X70.	29
Figure 2.5 - Cycle thermique du traitement thermique IQ de l'acier X70.	30
Figure 2.6 - Cycle thermique du traitement thermique SQ de l'acier X70.	31
Figure 2.7 - Polisseuse modèle (Struers)(PTAPC-Laghouat).	31



Figure 2.8 - Spectromètre à fluorescence de rayons X (XRF) modele (S2 puma-BRUKER) (PTAPC-Laghouat).	33
Figure 2.9 - Microscope Électronique à Balayage MEB modèle (Thermo Scientific Quattro ESEM) (PTAPC-Laghouat).	34
Figure 2.10 - Diffractomètre à Rayons X (DRX) modèle (Empyrean, Malvern Panalytica) (PTAPC-Laghouat).	34

Chapitre III

Figure 3.1 - Micrographie par MEB de l'acier X70 à l'état initial	36
Figure 3.2 - Micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement DQ à 760 °C	38
Figure 3.3 - Micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement IQ à 760 °C	38
Figure 3.4 - Micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement SQ à 760 °C	39
Figures 3.5 - Micrographie par MEB de l'acier X70 à différentes températures inter-critiques pour traitement SQ	41
Figure 3.6 - Evolution de la fraction volumique de martensite (FVM%) de l'acier X70 DP (SQ) à différents températures inter-critiques TIC	42
Figure 3.7 - Diffractogramme de l'acier CX70 à l'état initial	44
Figure 3.8 - Cercle relative représente les phases présentes dans l'acier X70 à l'état initial (ferrito-perlitique)	45
Figure 3.9 -Diffractogramme de l'acier X70 dual-phase, après traitement SQ 760 °C	46
Figure 3.10 - Cercle relative représente les phases présentes dans l'acier X70 DP (ferrito-martensitique)	47
Figure 3.11 - micrographie par MEB d'un acier X70 brut, montrant l'emplacement des lignes d'analyse EDS de carbone traversent les zones de ferrite de (F1) et (F3) adjacentes à la grain perlite (P2); et la variation de la teneur en carbone le long de la ligne indiquée.	49
Figure 3.12 - micrographie par MEB d'acier X70 DP, montrant l'emplacement des lignes d'analyse EDS de carbone traversent les zones de ferrite de (F1) et (F3) adjacentes à la grain de martensite (M2); et la variation de la teneur en carbone le long de la ligne indiquée.	51



LISTE DES TABLEAUX

Chapitre I

Tableau 1.1 - Composition chimique (en% en poids) de la gamme d'acier de grade API X60, X70 et X80 [HAD 13]	6
Tableau 1.2 -Limites maximales et minimales de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction recommandées pour ces différents types d'acier de canalisation par pipeline (Traduit de l'anglais) [CLA 18, KUM 14]	6
Tableau 1.3 - Rôle métallurgique des principaux éléments dispersoïdes[LOU 17]	10
Tableau 1.4 - Composition chimique pour analyses de nuance X70 [HAD 15]	24
Tableau 1.5 - Propriétés mécaniques de l'acier grade API X70[HAD 15]	24

Chapitre II

Tableau 2.1 -Composition chimique en (% massique) de la gamme d'acier de grade API5L X70[ABD 19]	26
---	----

Chapitre III

Tableau 3.1 - Composition chimique en (% massique) de la gamme d'acier de grade X70	37
Tableau 3.2 - les valeurs des fractions volumiques de la martensite (FVM%) en fonction des températures inter-critiques TIC	42
Tableau 3.3 - Paramètres initiale utilisé pour la caractérisation par DRX	43
Tableau 3.4 - Comparaison entre l'espace inter-réticulaire d_{hkl} d'échantillon X70 et pdf2 2018	43
Tableau 3.5 - Paramètres cristallographiques des phases d'acier X70 à l'état initial	45
Tableau 3.6 - Comparaison entre l'espace inter-réticulaire d_{hkl} d'échantillon X70 Dual-Phase et pdf2 2018	46
Tableau 3.7 - Paramètres cristallographiques des phases d'acier X70 DP trempé après traitement SQ 760°C.	48
Tableau 3.8 - Les résultats de l'analyse EDS ponctuelle du carbone dans diverses phases, la perlite et la ferrite de l'acier X70 à état initial	49
Tableau 3.9 -Les résultats de l'analyse EDS ponctuelle du carbone dans diverses phases, la martensite et la ferrite dans l'acier X70 après trempé	50



LISTE DES NOTATIONS

L	[m]	Longueur
D	[m]	Diamètre de graine
S₂	[m ²]	Section
V₃	[m ³]	Volume
N	s.u	Nombre de spires
T	[°C]	Température
CND		Contrôle non destructif
TTT		Diagramme de Transformation Température Temps de l'austénite en conditions isothermes
AC₁		Température de début de transformation
AC₃		Température de fin de transformation
M_s		Martensite Starttemperature
M_f		Martensite Finish temperature
TRC		Diagramme de Transformation en Refroidissement Continu
Fe-C		Diagramme Fer-Carbone
HLE		Acier à Haute Limite d'Elasticité
HSLA		High Strength Law Alloy Steeles
DP		AciersDual Phase
TIC		Température inter-critique
DQ		TraitementThermique direct quenching
IQ		TraitementThermique intermediate quenching
SQ		TraitementThermiqueStep Quenching
F		Ferrite
P		Perlite
M		Martensite
B		Bainite
Cm		Cémentite
E		le module de Young
N		Le coefficient de Poisson
σ_{E0.2}		la limite élastique selon la norme
σ_U		la contrainte ultime
A%		l'allongement à la rupture
K		étant les paramètres de Hollomon.
N		étant les paramètres de Hollomon.
MEB		MicroscopeElectronique à Balayage
DRX		Diffractomètre à Rayons X
MEB		Microscope Électronique à Balayage
NITAL		Solution d'attaque chimique (alcool avec 4 % d'acide Nitrique)
C		Structure cristallineCubiqueCentrées



LISTE DES NOTATIONS

CFC	Structure cristalline Cubique à Faces Centrées
TMCP	ThermoMecanical Controlled Process
UOE	Procédure de fabrication du pipeline
API	American Petroleum Institute
RTL	Refroidissement Très Lent
RL	Refroidissement Lent
RR	Refroidissement Rapide
RTR	Refroidissement Très Rapide
TTS	Traitement Thermique de Surface



TABLE DES MATIERES

Introduction générale	01
-----------------------	----

Chapitre 1 Hauts grades d'aciers pour pipeline Introduction

I.1. Introduction	03
I.2.Aciers a hauts grades pour pipeline	05
I.2.1.Aciers HLE	05
I.3.Aciers HLE dual phase	07
I.3.1.Généralités sur les aciers dual phase	07
I.3.2.Production des aciers dual phase	08
I.3.3.Composition chimique des aciers dual phase et rôle des éléments d'alliage	09
1.3.4.Microstructure des aciers dual phase	10
I.3.4.1. Caractéristiques des grains de ferrite	12
I.3.4.2.Proportion de martensite	12
I.3.5.Propriétés mécaniques typiques des aciers dual phase	15
I.3.5.1.Absence de palier élastique dans les aciers dual phase	17
I.3.5.2.Phénomène d'écrouissage	19
I.3.6.Fabrication des pipelines	20
I.3.6.1.Tubes soudés	21
I.3.6.2. Tubes réalisés sans soudure	23
I.3.7.Caractérisation et propriétés mécanique de l'acier grade API 5L X70	23
I.3.7.1.Composition chimique et propriétés mécaniques de l'acier grade API 5L X70	23
I.3.7.2.Microstructure de l'acier grade API 5L X70	24
I.4.Conclusion	25

Chapitre II Matériaux étudiés et techniques expérimentale

II.1. Introduction	26
II.2. Matériaux utilisés	26
II.2.1. Composition chimique de l'acier x70	26
II.3.Prélèvement des échantillons	27
II.3.1.Découpage	27
II.4. Préparation des échantillons	28
II.4.1.Différents traitements thermiques dual-phase effectués	28
II.4.1.1.Traitement(DQ) :direct quenching	29
II.4.1.2.Traitement(IQ) :intermediate quenching	30
II.4.1.3. Traitement(SQ) :step quenching	30
II.4.2. Polissage	31
II.4.3.Attaque chimique	32
II.5.Les appareilles des caractérisation	32



II.5.1. L'analyses élémentaires par EDXRF	32
II.5.2. L'analyses microstructurales par MEB	33
II.5.3. L'analyses structurale par DRX	34
II.6. Conclusion	35

Chapitre 3 Résultats et interprétations

III.1. Introduction	36
III.2. Analyses microstructurales : microstructure de l'acier X70 initial	36
III.2.1. Composition chimique	37
III.3. Analyses microstructurales : microstructure de l'acier x70 dual-phase	37
III.3.1 Comparaison de la morphologie de la martensite dans l'acier X70 dual-phase par apport des différents traitements thermiques DP.	37
III.3.1.1. Traitement dual phase (DQ), (IQ), (SQ)	37
III.3.1.2. Caractérisation microstructurale : évolution microstructurale des structures dual phase	37
III.3.2. Etudier la fraction volumique da la martensite (FVM%) dans l'acier X70 dual-phase en fonction de la température inter-critique	41
III.4. Analyses structurales : caractérisation par DRX	43
III.4.1. Analyses structurales de l'acier X70 à l'état initial	43
III.4.2. Analyses structurales de l'acier X70 dual-phase	46
III.5. Analyses élémentaires : caractérisation par MEB-EDS.....	48
III.5.1. Etudie la teneur en carbone dans les différentes phases	48
III.5.1.1. Analyses du teneur en carbone dans la perlite et le ferrite cas d'acier X70 à état initial.	48
III.5.1.2. Analyses du teneur en carbone dans la martensite et le ferrite cas d'acier X70 après trempe.	50
III.6. Conclusion	52
Conclusion générale	53
Références bibliographiques	55

The image features a decorative graphic on the left side consisting of two stylized green leaves with white outlines, appearing to grow from a blue wavy banner that spans across the middle of the page. The banner has a white shadow underneath it, giving it a 3D effect. The background is white.

Introduction générale



Introduction générale

L'acier HLE ou HSLA c'est un type de l'acier faiblement allier avec une haute limite d'élasticités. qui a une très bonne combinaison résistance à la traction- ductilité. En raison de cette combinaison unique, les aciers HLE ont une importance commerciale. Il est utilisé dans l'industrie des pipelines de transport de gaz et de pétrole et des structures automobiles.

Avec le développement du réseau mondial de pipelines pour le transport d'hydrocarbures et l'augmentation des besoins énergétiques mondiaux, ces derniers sont besoin des moyens de protection contre la corrosion et les endommagements pour obtenir une qualité élevée aux normes mondiales.

Pour améliorer et assurer les propriétés de l'acier HLE, il est nécessaire de contrôler la microstructure, la composition chimique et leur dispersion comme la taille de grains, la nature et la proportion des phases existes tel que : (ferrite, martensite, austénite, perlite, cémentite, bénite). Les caractéristiques d'un acier sont essentiellement déterminées par des changements microstructuraux.

Notre étude est principalement basée sur l'influence du traitement thermique sur la microstructure un acier micro-allié au manganèse de grade X70 dual phase (DP). Les analyses microstructurales et l'analyses élémentaires sont réalisées sur différents états métallurgiques au laboratoire, puis nous comparons et interprétons les résultats obtenus. Afin d'arriver aux objectifs suivants :

1. Etudier l'effet de traitement thermique DP sur la microstructure d'acier x 70.
2. Etudier la morphologie de la martensite dans l'acier X70 dual-phase subi à un traitement thermique DP (SQ).
3. Etudier la fraction volumique da la martensite (FVM%) dans l'acier X70 dual-phase en fonction de la température inter-critique TIC.



Ce manuscrit est divisé en 03 chapitres.

Chapitre 1 : présente les aciers HLE (hauts limite d'élasticités) pour pipeline.

Chapitre 2 : présente le mode expérimental de notre étude.

Chapitre 3 : présente les résultats et les interprétations.

On terminera par une conclusion générale et des perspectives.

A decorative graphic on the left side of the page features two stylized green leaves with white outlines, appearing to grow from a blue wavy shape that resembles a landscape or a stylized wave. The blue shape has a white shadow underneath it, giving it a 3D effect.

Chapitre I

Hauts grades d'aciers pour pipeline

I.1. Introduction

Nous verrons dans ce chapitre un introductif sur les aciers à hauts grades pour pipeline et leur développement continu en raison de l'amélioration de leurs propriétés grâce à une bonne compréhension du rôle des composants chimiques qui déterminent leur microstructure et aussi l'influence des méthodes de fabrications de ces tubes.

Un pipeline (originaire de l'anglais) est un mode de canalisation formée par un ensemble des tubes en aciers soudés bout à bout [HAD 13]. Ces derniers sont soumis à des actions extérieures et intérieures (figures 1.1, 2.2). 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 surtout dans les points de soudage ils vont fragiliser ces points par l'augmentation de leur dureté en cas des refroidissements rapides [BOU 10].



Figure 1.1 - Pipelines [HAD 13]

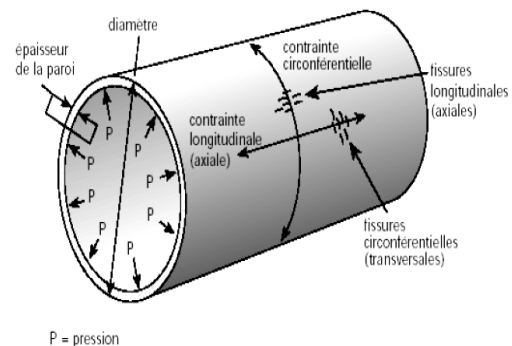


Figure 1.2 - Schéma montre les contraintes s'exerçant sur un pipeline [GUE 08]

La localisation géographique des ressources en énergies fossiles - pétrole et gaz naturel - est souvent très éloignée des centres de consommation situés dans les zones industrialisées. L'acheminement de ces ressources sur des distances transcontinentales s'opère par navigation maritime ou par pipelines. D'importants réseaux de gazoducs ont été construits depuis les années 60 (figure 1.3) et se développent toujours. La réalisation d'infrastructures comme des lignes de gazoducs sur des centaines, voire des milliers de kilomètres, doit répondre à des

impératifs de rentabilité et de sécurité. Afin d'être économiquement viable, la construction d'un pipeline doit permettre de transporter un débit de gaz aussi élevé que possible. Cet impératif a progressivement mené à une augmentation du diamètre des tubes, ainsi que de la pression de service [GUE 08].



Figure 1.3 - Réseau de transport par canalisation

<https://www.sonatrach.com>

Par conséquent, et pour assurer la fiabilité des conduites, l'acier des tubes doit posséder plus d'une limite d'élasticité élevée. Les nouveaux pipelines appartiennent à la classe des aciers dits HLE. Pour la construction des matériaux extrêmement résistants et de revêtements de haute performance pour assurer le fonctionnement sécuritaire de la canalisation pendant de nombreuses années.

La détérioration des pièces pendant la fabrication ou l'utilisation est une problématique majeure dans le monde de l'industrie. Les expérimentations réalisées ont montré de larges possibilités d'analyse par les méthodes de contrôle non destructif (CND) en utilisant les procédés électriques et magnétiques dans l'évolution des diverses caractéristiques métallurgiques. Les propriétés électromagnétiques d'un matériau dépendent de sa composition chimique, sa microstructure et des contraintes appliquées [ALO 14].

I.2. Aciers à hauts grades pour pipeline

I.2.1. Aciers HLE

En général, les pipelines sont faits d'acier micro-allié à hauts résistance (HLE). Ayant des propriétés correspondant aux normes de l'American Petroleum Institute (API). L'amélioration constante de la limite d'élasticité constatée depuis les années 70 est liée au développement des tôles TMCP obtenues par laminage à température contrôlée suivi d'un refroidissement accéléré. L'augmentation de la limite d'élasticité a principalement été obtenue par affinement de la taille du grain ferritique [KUM 14]. La maîtrise du procédé de laminage et du traitement thermo-mécanique a ainsi permis d'augmenter la limite d'élasticité des aciers depuis le grade X52 dans les années 60 jusqu'aux grades X70 couramment employés de nos jours en gardant des microstructures ferrito-perlitiques. Le passage à des grades supérieurs, X80 à X100 (figure 1.4), passe par le développement d'aciers de microstructures bainitiques ou ferrito-bainitiques [GUE 08, BOU 10]. Les aciers de type X60, X65, X70 présentent une microstructure de type ferrito-perlitiques [HAD 13].

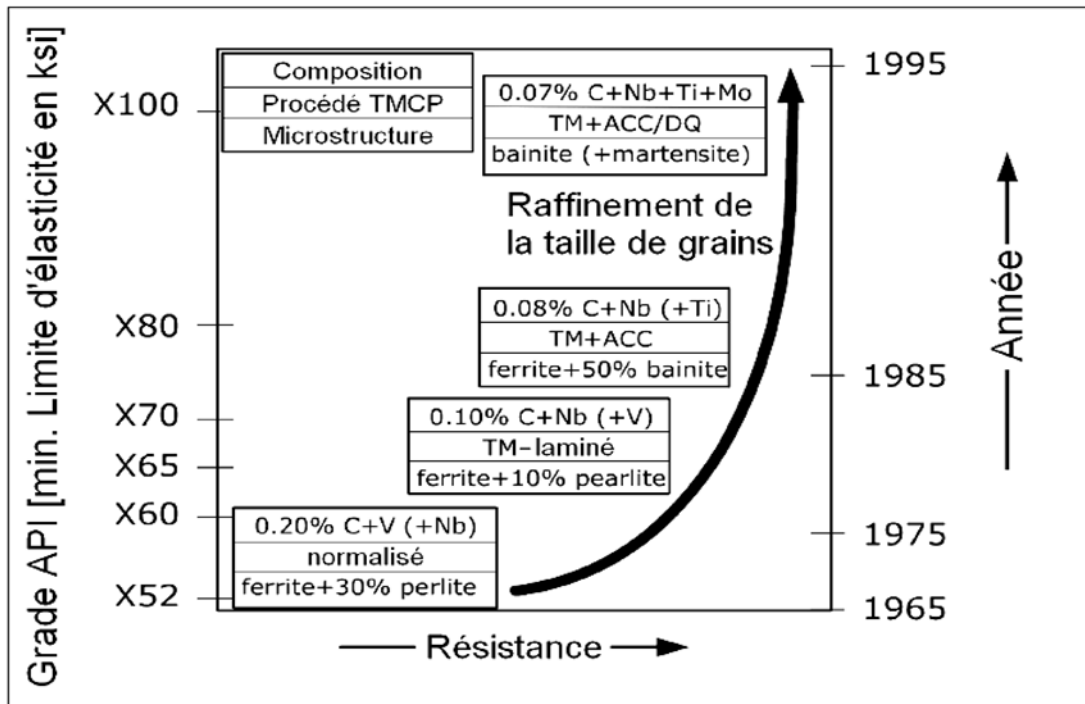


Figure 1.4 - Evolution des nuances d'aciers des pipelines en tant qu'exemple de développement de l'acier HLE [KUM 14]

La gamme de composition typique de différents aciers de qualité API tels que X60, X70, X80, ...etc. est indiquée dans le tableau 1.1 [HAD 13]

Tableau 1.1 - Composition typique (en% en poids) de la gamme d'acier de grade API X60, X70 et X80 [HAD 13]

API	Elements (wt. %)													
	C	Si	Mn	S	P	Al	Ti	V	Cu	Ni	Cr	N	Mo	Nb
X60	0.7	0.2	1.5	0.01	0.014	0.035	0.01	0.04	0.17	0.09	0.01	-	0.01	0.03
X70	0.06	0.18	1.55	-	-	-	0.017	-	-	-	0.02	0.0071	-	0.055
X80	0.056	0.31	1.90	0.0015	0.011	0.029	0.018	-	0.044	0.221	-	0.0044	0.213	0.046

Les limites maximales et minimales de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction recommandées pour ces différents types d'acier de canalisation sont présentées au tableau 1.2[CLA 18, KUM 14]. Les aciers de grade API sont généralement obtenus sous forme de plaques laminées, normalisées laminées, laminées thermo-mécaniquement, normalisées et trempées, etc. Le procédé thermomécanique est un terme commun décrit comme la déformation plastique de l'acier. Pendant le traitement thermique pour améliorer les propriétés mécaniques par une conception appropriée du laminage à chaud et du chemin de refroidissement subséquent.

Tableau 1.2 -Limites maximales et minimales de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction recommandées pour ces différents types d'acier de canalisation par pipeline (Traduit de l'anglais)[CLA 18, KUM 14]

Grade	Limite d'élasticité (MPa)		Résistance à la traction (MPa)	
	Minimum	Maximum	Minimum	Maximum
X52	360	530	460	760
X56	390	545	490	760
X60	415	565	520	760
X65	450	600	535	760
X70	485	635	570	760
X80	555	705	625	825

I.3.Aciers HLE dual phase

I.3.1.Généralités sur les aciers dual phase

Pour les dernières décennies, des efforts ont été faits pour remplacer la perlite par martensite dans la microstructure des aciers au carbone. Dans les sections suivantes, il sera montré que la présence de martensite dans la microstructure peut avoir un effet bénéfique sur les propriétés mécaniques. Les aciers dual phase présentent une microstructure formée par des particules de phase dure (essentiellement de martensite ayant parfois de petites quantités de bainite) noyées dans une matrice ferritique ductile. En raison de leur microstructure de type composite, les aciers dual phase présentent des caractéristiques mécaniques intéressantes qui sont attrayantes pour l'industrie, en particulier le secteur automobile.

Le comportement de l'élasticité Continu, le taux d'érouissage initial élevé et la ductilité relativement élevée sont les propriétés mécaniques intéressantes des aciers dual phase par rapport aux aciers (HLE) conventionnelle. L'utilisation des aciers dual phase dans les applications automobiles offre des avantages énormes, principalement en raison de la nécessité dans ce secteur pour une amélioration de la sécurité et le poids réduit des véhicules. La figure 1.5 montre la résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual phase (ferrite-martensite) par rapport aux aciers faiblement alliés durci par solution solide et par précipitation [MAZ 06]. Comme on peut le remarquer, les aciers dual phase (ferrite-martensite) avec une résistance à la traction et un allongement total de l'ordre de 600-900 MPa et 20-35%, respectivement, présentent une combinaison supérieure de résistance et la ductilité quand ils sont comparés avec les autres aciers. Ce compromis provient de leur microstructure constituée d'une phase dure (martensite) dispersée dans une matrice ferritique ductile. Ils ont une remarquable aptitude à la répartition des déformations permettant une bonne emboutissabilité.

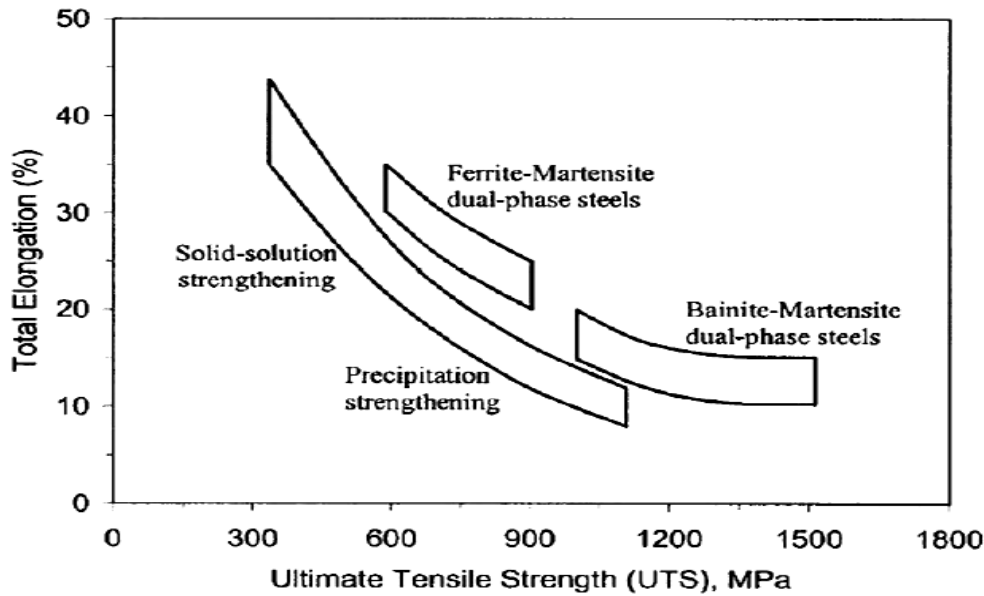


Figure 1.5 - Résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual phase comparés à d'autres aciers faiblement alliés [MAZ 06]

I.3.2. Production des aciers dual phase

La microstructure peut être développée par un chauffage à l'intérieur d'un intervalle de température inter-critiques ($\alpha+\gamma$). L'acier de microstructure (ferrite-perlite) est d'abord chauffé à la température inter-critique (région de phase de ferrite-austénite entre les températures AC_1 et AC_3), où une certaine quantité d'austénite est formée. L'acier subit alors un maintien isotherme appelé recuit inter-critique, dont la température détermine la proportion ferrite-austénite ainsi que le taux de carbone contenu dans l'austénite. La dernière étape se compose d'un refroidissement suffisamment rapide pour provoquer la transformation totale de l'austénite restante en martensite [AND 05]. Finalement, la microstructure obtenue se compose d'une matrice de ferrite et d'îlots de martensite comme le montre la figure 1.6. La transformation martensitique s'accompagne d'une augmentation de volume des îlots, elle-même responsable de la concentration de dislocations localisées à l'interface entre les deux phases.

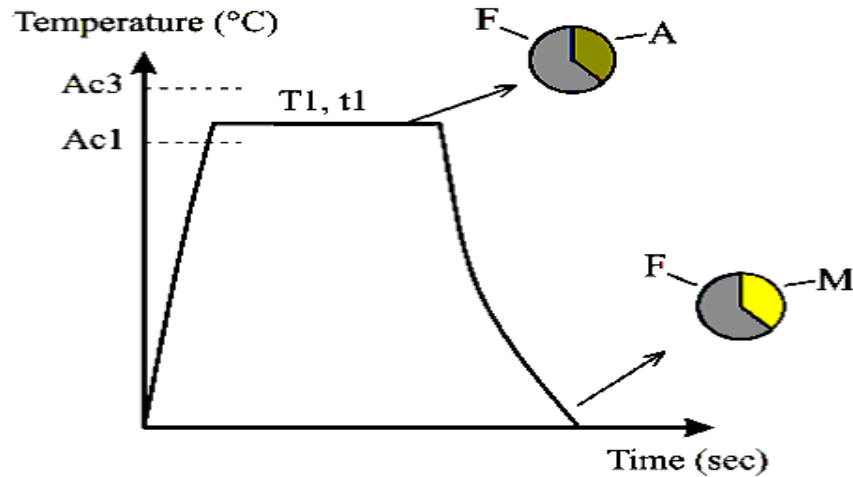


Figure 1.6 - Diagramme schématisé montrant la production d'un acier dual phase

[AND 05]

I.3.3. Composition chimique des aciers dual phase et rôle des éléments d'alliage

Les éléments d'alliage, et leurs proportions, peuvent modifier le diagramme d'équilibre

Fer-carbone. Ils peuvent être regroupés en deux familles [MAH 06] :

- La première est la famille des éléments alphas. Ils favorisent la prépondérance à température ambiante d'une structure cristallographique cubique centrée. Ce sont notamment : le chrome, le molybdène, le silicium, le titane, le niobium, le vanadium, le tungstène, l'aluminium et le tantale.
- La seconde est la famille des éléments gammagènes. Ils favorisent la prépondérance à température ambiante d'une structure cristallographique cubique à faces centrées. Ce sont notamment : le manganèse, le nickel, le carbone, l'azote, et le cobalt.

Les aciers dual phase laminés à froid conventionnels contiennent environ 0.05 à 0.15 % de carbone selon leur grade. Le manganèse (Mn) constitue le principal élément d'alliage dans ces aciers, avec une teneur de l'ordre de 1.5 %. Le (Mn) est inclus dans la composition des aciers dual phases pour ses propriétés γ -gènes. En effet, sa présence est responsable de l'augmentation de la stabilité de l'austénite lors du recuit inter-critique et donc de l'amélioration de la trempabilité de l'acier. Par ailleurs, du fait de sa diffusion très lente dans

l'austénite, la présence de cet élément retarde l'équilibre chimique au sein de cette phase lors du recuit inter-critique[SPE 81].

Outre que le Manganèse, le Silicium, le Chrome et le Phosphore constituent donc les principaux éléments γ -gènes. Cependant, l'intérêt de l'ajout de Si dans la composition des aciers dual phase est double puisque sa présence engendre également un durcissement non négligeable par solution solide de la ferrite. En plus de ces éléments, ces aciers sont généralement micro-alliés au Ti, V ou Nb [KHA 02, SOT 99] (tableau 1.3). De la même façon que dans les aciers HLE, l'ajout de ce type d'éléments a pour conséquence la formation de précipités (carbures, carbonitrures) au sein de la ferrite, ce qui permet d'obtenir un durcissement par précipitation de la matrice, engendrant une augmentation supplémentaire des caractéristiques mécaniques.

Tableau 1.3 - Rôle métallurgique des principaux éléments dispersoïdes[LOU 17]

Eléments	Durcissement par précipitation	Affinement du grain ferritique	Fixation de l'azote	Retard de recristallisation
Vanadium	Fort	Faible	Fort	Faible
Niobium	Moyen	Fort	Faible	Fort
Titane	Fort (< 0.05%)	Faible	Fort	Moyen

I.3.4. Microstructure des aciers dual phase

La microstructure de l'acier dual phase est constituée d'une phase ductile c'est la ferrite, et d'une phase dure c'est la martensite. Cette microstructure peut être obtenue en effectuant un recuit inter-critique dans le domaine $(\alpha+\gamma)$. La figure 1.7 montre une microstructure vue par microscope électronique à balayage d'un échantillon chauffé à 760 °C[MIC 05]. Notez que les martensite (gris clair) sont beaucoup plus petites que les grains de ferrite (gris foncé), et que les de martensite sont situées aux joints de grains de ferrite.

Les aciers dual phases sont caractérisés par une grande densité de dislocations mobile dans la ferrite, et cette caractéristique microstructurale est sans doute en grande partie responsable du comportement d'élasticité continu. Divers auteurs ont montré des exemples de forte densité de dislocations près de l'interface ferrite/martensite par microscope électronique à transmission. Un exemple particulièrement illustratif est donné à la figure 1.8 pour un acier

dual phase. La densité de dislocation est relativement faible à l'intérieur des grains de ferrite et près des joints de grains ferrite/ ferrite; Cependant, la densité de dislocation dans la ferrite est très élevée à proximité des interfaces ferrite/martensite.

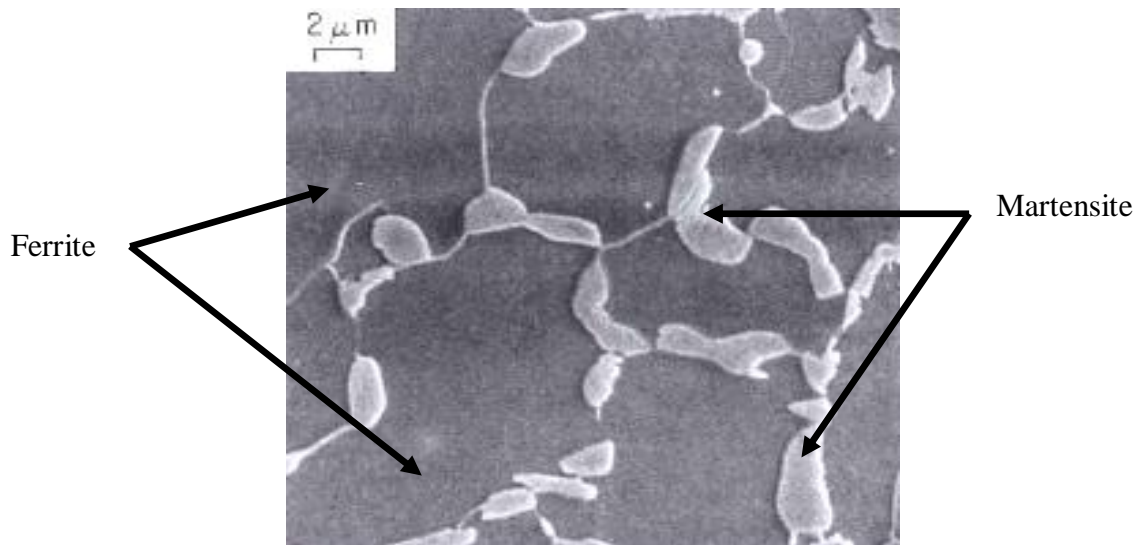


Figure 1.7 - Structure dual phase obtenue après recuit inter-critique à la température 760 °C[MIC 05]

La répartition de ces dislocations mobiles est homogène au sein de l'acier. En effet, lors du refroidissement rapide appliqué en fin de recuit, le réseau cubique faces centrées de l'austénite se transforme en réseau quadratique centré de la martensite, par cisaillement du réseau cristallin. Cette transformation displacive, qui constitue une manifestation du changement de structure C.F.C./C.C. du fer, s'accompagne donc d'un accroissement de volume. Ce phénomène est à l'origine de l'existence d'une zone de déformation plastique dans la ferrite adjacente aux îlots de martensite. Speich et al [SPE 81] attribuent quant à eux cette continuité à la présence de contraintes résiduelles localisées autour des îlots de martensite. En effet, la déformation plastique s'amorce alors dans ces zones de concentration de contrainte, permettant ainsi une déformation répartie de l'acier.

La microstructure des aciers dual phase se caractérise par un bon compromis résistance-ductilité. Quoiqu'il en soit, il est primordial de contrôler les différentes propriétés à la fois de la matrice et des inclusions afin d'optimiser ce compromis. Pour cette raison, un certain nombre d'auteurs se sont attachés à suivre l'évolution des propriétés mécaniques des aciers dual phase en fonction des caractéristiques de chacune des phases, et en particulier de la phase dure martensitique.

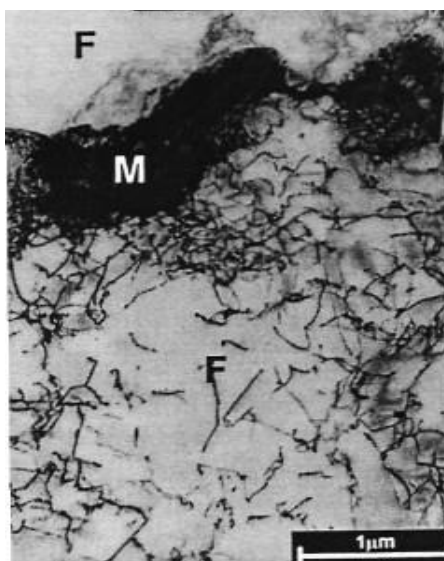


Figure 1.8 - Micrographie, obtenue en microscopie électronique à transmission, montrant les dislocations dans l'interface ferrite/martensite[AMA 07]

I.3.4.1. Caractéristiques des grains de ferrite

Deux types de ferrite peuvent être identifiés dans les aciers dual phase. Les caractéristiques mécaniques d'un acier dual phase dépendent aussi des caractéristiques de la matrice de ferrite (durcissement par solution solide ou par précipitation par exemple). Par ailleurs, Jiang et al[JIA 92, JIA 95]. Montrent que la contrainte d'écoulement d'un acier dual phase dépend de la taille des grains de ferrite selon une loi du type Hall-Petch.

I.3.4.2. Proportion de martensite

Liedl et al [LIE 02] confirment que la limite d'élasticité augmente avec l'augmentation du taux de martensite pour un acier dual phase à 0.09% C, comme le montre la figure 1.9. Grâce à une analyse micro-mécanique par éléments finis, Liedl parvient à expliquer la linéarité constatée entre la limite d'élasticité $R_{p0.2}$ et le taux de martensite contenu.

Naturellement, en termes de ductilité, l'augmentation du taux de martensite fait chuter l'allongement à rupture de l'acier. Ce pendant, la seule prise en compte de la proportion de martensite est insuffisante. D'autres paramètres ont une influence sur les propriétés mécaniques de l'acier et peuvent varier lorsque la proportion évolue.

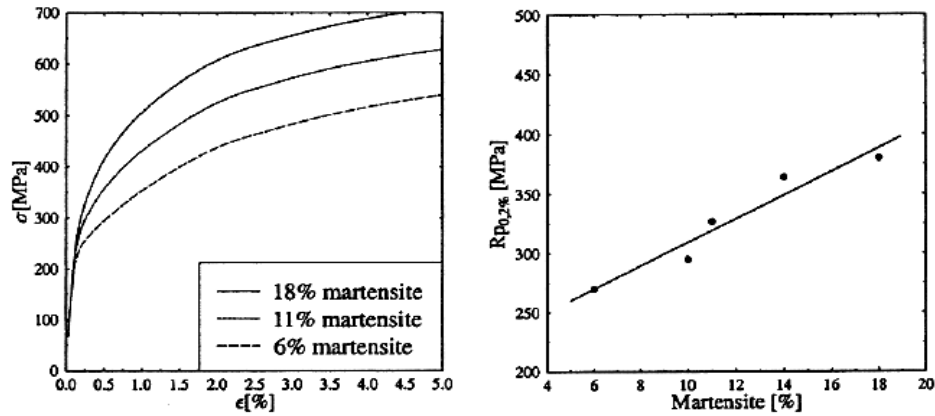


Figure 1.9 - Influence du taux de martensite sur la limite d'élasticité [LIE 02]

a. Taille et répartition des îlots de martensite

Pickering et al [PIC 92] estiment que l'évolution de la valeur de la limite d'élasticité d'un acier Dual Phase suit une loi de type Hall et Petch en fonction de la taille des îlots de martensite. En réalité, les mécanismes à l'origine de ce phénomène seraient plutôt à considérer physiquement en termes d'espacement entre îlots qu'en termes de taille d'îlots. En effet, ce n'est pas tant la taille de ces îlots qui modifie la valeur de la limite d'élasticité, que l'espacement entre ces derniers. Ainsi, plus la densité des îlots de martensite n'augmente, plus les fissures coalescentes tôt. En ce qui concerne l'allongement à la rupture, Pickering et al [PIC 92] constatent une diminution significative lorsque la taille des îlots augmente. En effet, les îlots jouent le rôle d'inclusions qui sont le siège des initiations de fissures et leur présence provoque une rupture anticipée.

Par ailleurs, Al-Abbasi et al [ALA 03, ALA 03*, ALA 07] mettent en évidence le rôle non négligeable de la dispersion des tailles d'îlots de martensite et modélisent ce phénomène. En effet, il semble que pour des taux relativement importants de martensite, la dispersion de tailles des îlots ait une influence sensible sur les propriétés mécaniques.

b. Morphologie des îlots de martensite

La morphologie des îlots de martensite constitue elle aussi un paramètre influant. De façon générale, plus les îlots de martensite sont interconnectés, plus la ductilité générale de l'acier

diminue. Les travaux de Bayram et al [BAY 99] ont montré qu'il est possible d'obtenir des microstructures très variables en termes de répartition et de proportion de martensite, selon le chemin thermique emprunté avant le refroidissement depuis le domaine biphasé ferrite/austénite. Ainsi, les microstructures obtenues seront bien distinctes.

Becker et al [BEC 81] ont conçu un système par lequel des microstructures biphasées puissent être qualitativement décrites et classifiées. Une description complète de leur système de classification nécessite la connaissance des densités des différents types de grain et l'interface des phases (par exemple, α - α , α' - α et α - α'), les fractions volumiques relatives (c'est-à-dire $f_{v\alpha} + f_{v\alpha'} = 1$), et les tailles relatives [$d(\alpha)$ et $d(\alpha')$].

La figure 1.10 montre une représentation schématique des microstructures biphasées dans le système de classification mis au point par Becker et al, où la phase de martensite est sombre (α'), et la phase claire est la ferrite (α). Une structure de dispersion n'a aucune interface (α' - α') et se compose d'une dispersion d'îles de α' dans une matrice de α , indépendamment des fractions de volume relatives. Une structure duplex idéale a les caractéristiques suivantes : **1)** quantités égales de joints de grain (α - α) et de (α' - α'), **2)** les fractions volumiques égales de la ferrite et de la martensite, et **3)** la taille du grain de ferrite et la taille d'île de martensite sont équivalents. Une structure de réseau (network) n'a aucune interface (α - α) et se compose de α' entouré de α , avec des joints de grains (α - α) sont remplacés par des interfaces (α - α').

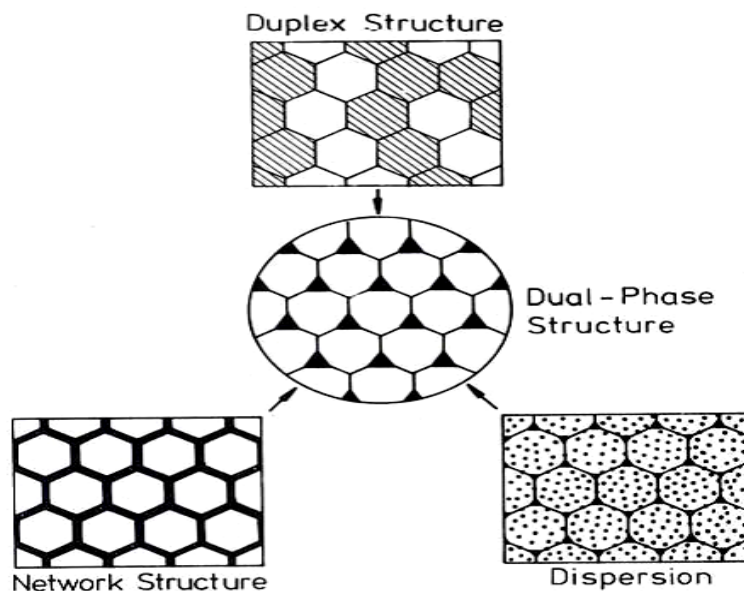


Figure 1.10- Représentation schématique des microstructures biphasées de base

[MAZ 06]

c. Taux du carbone dans la martensite

Si l'on considère que les îlots de martensite restent indéformables plastiquement, il est probable que les variations de propriétés intrinsèques de la martensite qui dépendent sensiblement du taux de carbone qu'elle contient n'aient que peu d'influence sur le comportement global de la microstructure biphasée. Par contre, plus le taux de carbone contenu dans la martensite est important, plus la distorsion du réseau est grande. Il est alors envisageable que ce phénomène ait une influence sur la matrice de ferrite qui est d'autant plus importante que le taux de carbone contenu dans la martensite est élevé.

I.3.5. Propriétés mécaniques typiques des aciers dual phase

Pour illustrer les propriétés des aciers dual phase, il est utile d'examiner l'étude expérimentale de Speichet Miller [SPE 81]. Ils produisent une série d'aciers dual phase en faisant varier systématiquement la concentration en carbone de l'acier et la température de recuit inter-critique. La figure 1.11 illustre la quantité de martensite (formé à partir d'austénite au cours d'un refroidissement rapide) dans un acier dual phase à 1,5% de Mn en fonction de la concentration en acier au carbone pour différentes températures de recuit inter-critique.

Une observation importante à la figure 1.11, c'est que la même quantité en martensite peut être produite avec différentes concentrations de carbone. La relation entre la quantité de phase austénite (et sa concentration en carbone) formée au cours du recuit à une température inter-critique et la concentration en carbone totale de l'acier peut être comprise à l'aide du diagramme de phase Fe-C. Dans la figure 1.12, deux aciers avec 0.06% et 0.12% de carbone et deux différentes températures inter-critiques, à savoir 770°C et 825°C, sont représentés comme des exemples possibles.

Tout d'abord, la concentration de carbone équilibre de la phase austénite (γ) formé à une température inter-critique fixe est indépendante de la teneur en carbone d'acier (par exemple 0.49 % et 0.24% pour les deux des aciers à 770 °C et 825°C, respectivement). Cependant, la fraction d'austénite est une fonction de la concentration en carbone de l'acier, plus élevée la concentration en carbone de l'acier, la plus grande est la teneur en austénite.

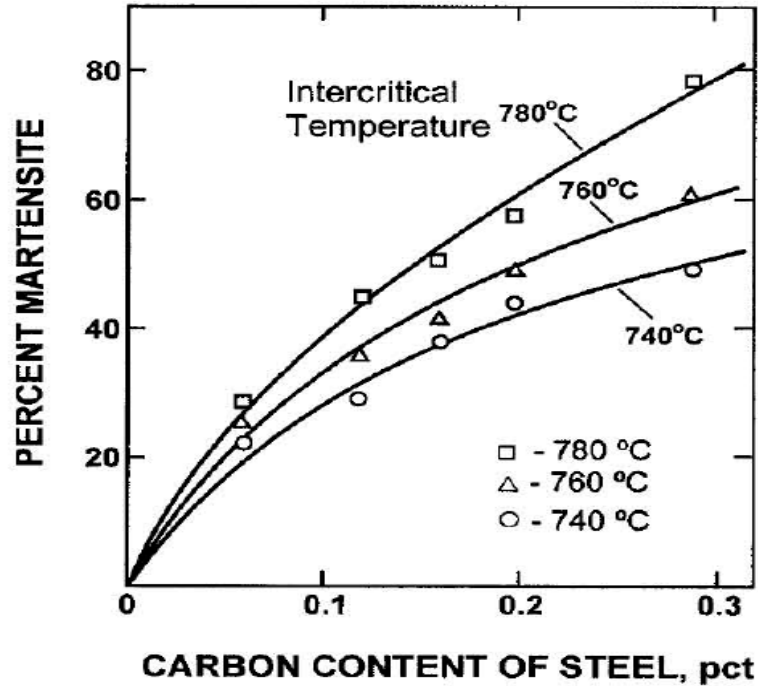


Figure 1.11 - Pourcentage de martensite dans un acier dual phase à 1.5%Mn en fonction de la concentration en carbone et la température inter-critique

Selon le diagramme de phase Fe-C, la quantité relative de la phase austénite formée dans les aciers à 0.06% et 0.12% de carbone à la température inter-critique de 770 °C peut être calculée en utilisant la règle du levier comme suit :

$$\text{Acier à 0.06 \% C (point a) : } \gamma = \frac{0.06 - 0.015}{0.49 - 0.015} \times 100 = 10\%$$

$$\text{Acier à 0.12 \% C (point b) : } \gamma = \frac{0.12 - 0.015}{0.049 - 0.015} \times 100 = 22\%$$

Où 0.015 est la concentration de carbone (en % M) de la phase de ferrite à cette température. Comme on peut le remarquer, une augmentation de la concentration en carbone de l'acier à partir de 0.06% à 0.12% conduit à une augmentation de la quantité de l'austénite (et de la martensite après refroidissement rapide) de 10% à 22%.

La fraction d'austénite formée pendant le recuit inter-critique dépend également de la température inter-critique. Comme autre exemple illustrant cet effet, la quantité d'austénite formée à 825 °C peut être recalculée comme suit :

$$\text{Acier à 0.06 \% C (point a') : } \gamma = \frac{0.06 - 0.010}{0.24 - 0.010} \times 100 = 22\%$$

Acier à 0.12 % C (point b') :
$$\gamma = \frac{0.12 - 0.010}{0.24 - 0.010} \times 100 = 48\%$$

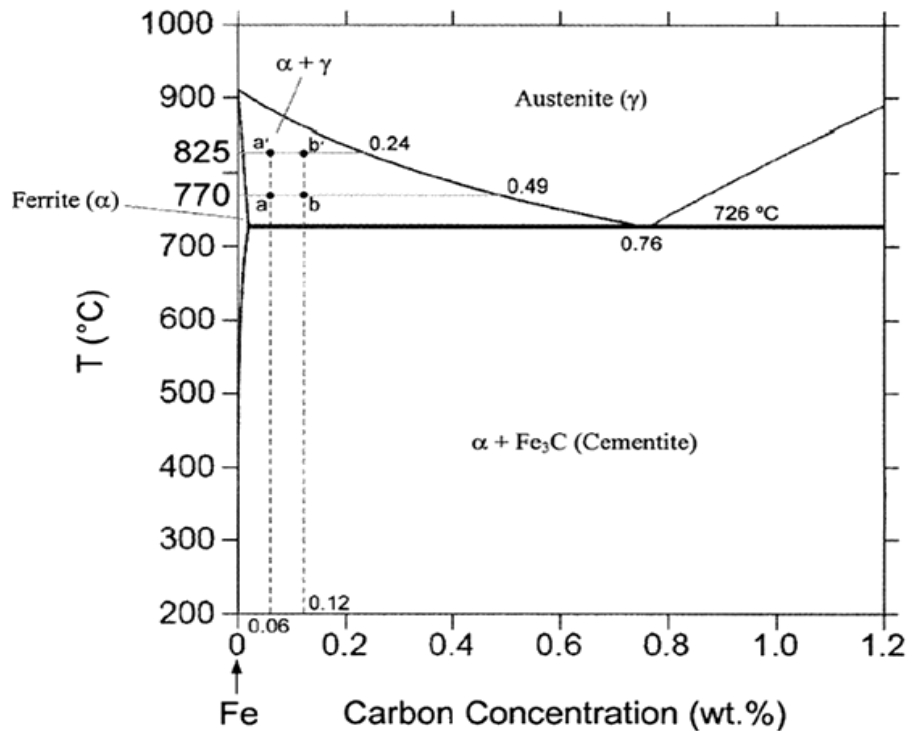


Figure 1.12 - Diagramme Fe-C montrant l'effet de la concentration en carbone dans l'acier et la température inter-critique sur la quantité de l'austénite formée

Où 0.010 % est la concentration de carbone en ferrite à 825 °C. Il est clairement visible que, une augmentation de la température inter-critique de 770°C à 825°C entraîne une augmentation dans le pourcentage de l'austénite (ou de la martensite formée à partir d'austénite lors d'un refroidissement rapide) pour les deux des aciers avec 0.06% et 0.12% de carbone. Une autre observation est tirée de la figure 1.12, c'est que pour la formation d'une quantité fixe en austénite (par exemple 22%) dans des aciers à différentes concentrations de carbone, l'acier ayant une concentration en carbone inférieure doit être recuit à température inter-critique supérieure.

I.3.5.1. Absence de palier élastique dans les aciers dual phase

Lors d'un essai de traction sur un acier doux, on observe un crochet suivi d'un palier de traction, schématisés sur la figure 1.13.a [MUR 93, FRA 05]. Ce crochet de limite d'élasticité est la conséquence du blocage des sources de dislocations et de l'ancrage des dislocations par leurs atmosphères à l'état initial, avant toute sollicitation [SOL 98].

.....

Lorsqu'on atteint la haute limite d'élasticité σ_{eH} , ces sources sont activées ou les dislocations se détachent de leurs atmosphères et le matériau s'adoucit brutalement, ce qui engendre l'apparition du crochet de traction. La déformation plastique est localisée sous forme de bandes, appelées bandes de Piobert-Lüders. Ces bandes de déformation s'étendent ensuite au reste de l'éprouvette. Durant cette étape, la contrainte reste constante, donnant lieu à un palier de traction. Lorsque ces bandes se sont suffisamment propagées pour envahir la totalité de la partie utile de l'éprouvette, l'écrouissage reprend normalement. Cette déformation hétérogène est fortement contraignante lors de l'emboutissage de la tôle.

Les aciers dual phases ne présentent pas de crochet ni de palier de traction, comme le montre la figure 1.13.b. Cette particularité est attribuée à l'introduction de dislocations mobiles autour des îlots de martensite, durant la transformation martensitique.

La répartition de ces dislocations mobiles est homogène au sein de l'acier. En effet, lors du refroidissement rapide appliqué en fin de recuit, le réseau cubique faces centrées de l'austénite se transforme en réseau quadratique de la martensite, par cisaillement du réseau cristallin. Cette transformation, qui constitue une manifestation du changement de structure C.F.C/C.C. du fer, s'accompagne donc d'un accroissement de volume. Ce phénomène est à l'origine de l'existence d'une zone de déformation plastique dans la ferrite adjacente aux îlots de martensite.

Deux conditions doivent être remplies pour que l'acier dual phase ait un comportement d'élasticité continu :

1. La densité des dislocations mobiles doit être suffisante.
2. Ces dislocations doivent rester mobiles à la température ambiante.

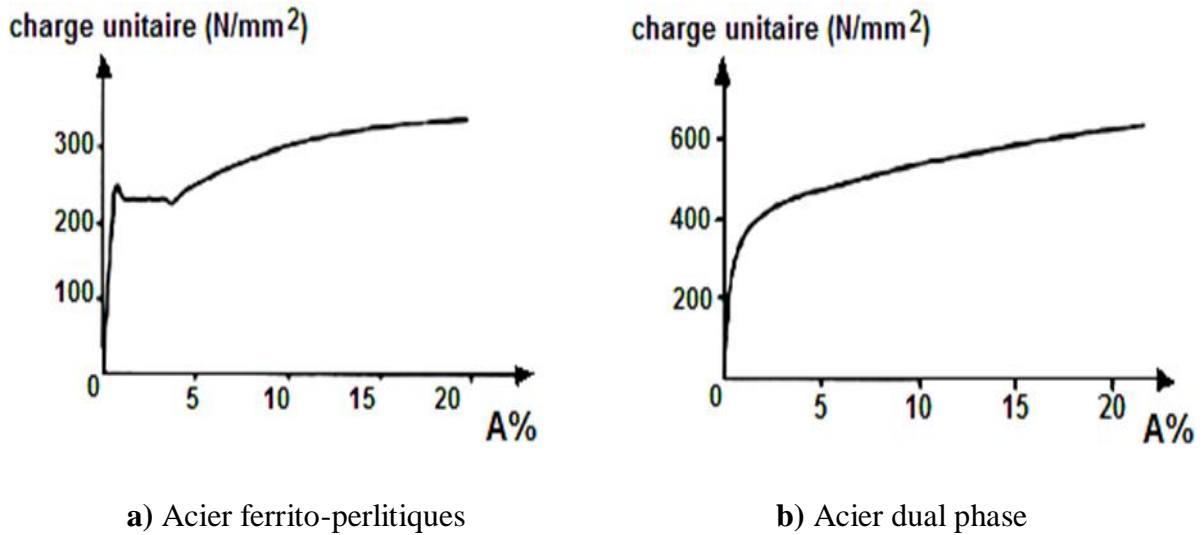


Figure 1.13 - Allures des courbes de traction

I.3.5.2. Phénomène d'écrouissage

Les aciers dual phase présentent un fort taux d'écrouissage initial très caractéristique. Lors de la déformation, la déformation plastique de la matrice ferritique transfère la contrainte appliquée à la phase martensitique. Les dislocations générées dans la ferrite due à la transformation martensitique (survenant au cours du refroidissement rapide) et l'incompatibilité plastique entre les phases constitutives contribuent également à l'écrouissage des aciers dual phase. Le taux d'écrouissage initial des aciers dual phases augmente avec l'augmentation du pourcentage de la martensite. Cet effet peut être observé à la figure 1.14 qui illustre les courbes de contrainte-déformation des aciers dual phases ayant des différents pourcentages de martensite (environ 25-60 %). Le phénomène d'écrouissage est également affecté par la taille de la martensite. Selon Balligeret Gladman [BAL 81], le taux d'écrouissage des aciers dual phase augmente avec la diminution de la taille de la martensite.

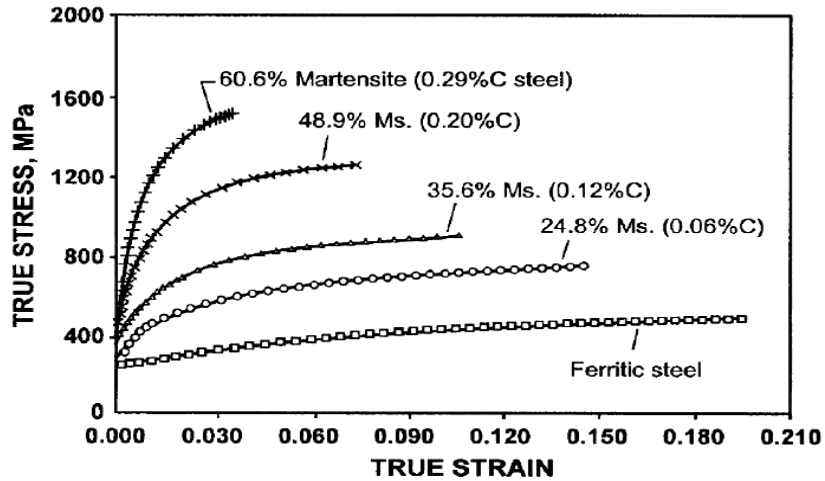


Figure 1.14 - Courbe Contrainte-déformation des aciers dual phase à 1.5 % Mn pour différentes concentration en carbone, chauffés à 760 °C

I.3.6. Fabrication des pipelines

La fabrication des tubes pour pipelines est la transformation des plaques d'acier en tubes en vue de son utilisation qui peut changer d'un produit à un autre et d'une région à une autre [HAD 13, BEL 12, LOU 17].

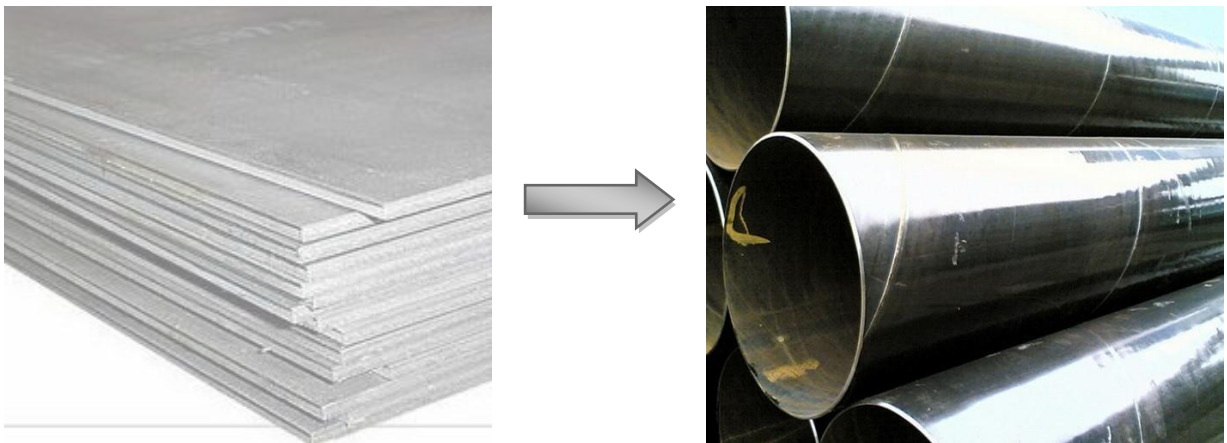


Figure 1.15 - De la plaque au tube en acier[BEL 12]

La diversité des diamètres et des épaisseurs de tubes correspondant le produit transporté ainsi que le développement avec le temps de leurs techniques de fabrication, constituent les raisons de la diversité du réseau de transport gazier. On retrouve :

- Les tubes soudés sous forme spirale
- Les tubes soudés sous forme longitudinale
- Les tubes formés sans soudure

I.3.6.1. Tubes soudés

a. Tubes soudés sous forme spirale

La fabrication des tubes soudés en spirale est réalisée en continu sur des machines à souder. Après déroulement de la bobine en bande par un train d'entraînement, la tôle est poussée dans la cage de formage ou elle subit une déformation de cintrage sous l'action d'un vérin. L'obtention du formage en spirale est réalisée par l'inclinaison d'un angle α entre l'axe initial de la bande et l'axe de sortie du tube (figure 1.16).

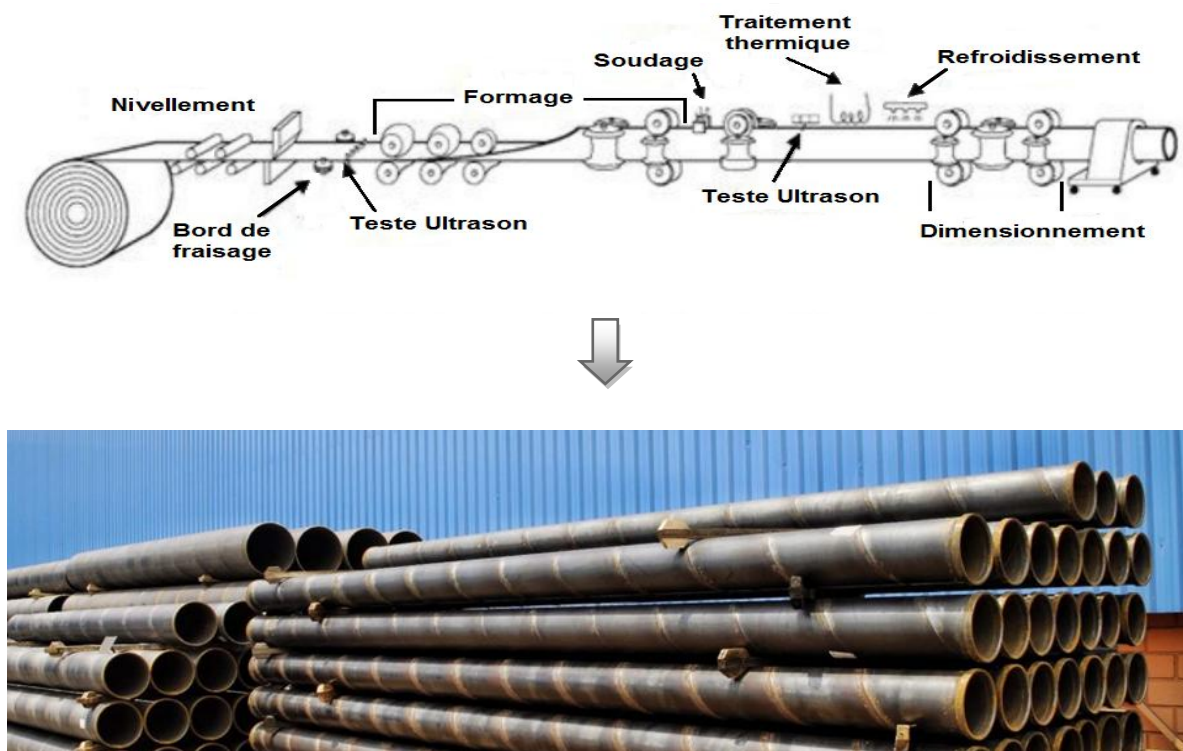


Figure 1.16 - Technique de fabrication des tubes soudés en spirale [ZAZ 17]

b. Tubes soudés sous forme longitudinale

Les tubes de grand diamètre soudés longitudinalement sont fabriqués selon le procédé "UOE", désignation qui reprend la variation de forme au cours de la fabrication ; Le croquage, la forme « U », la forme « O » et enfin l'expansion (figure 1.17).

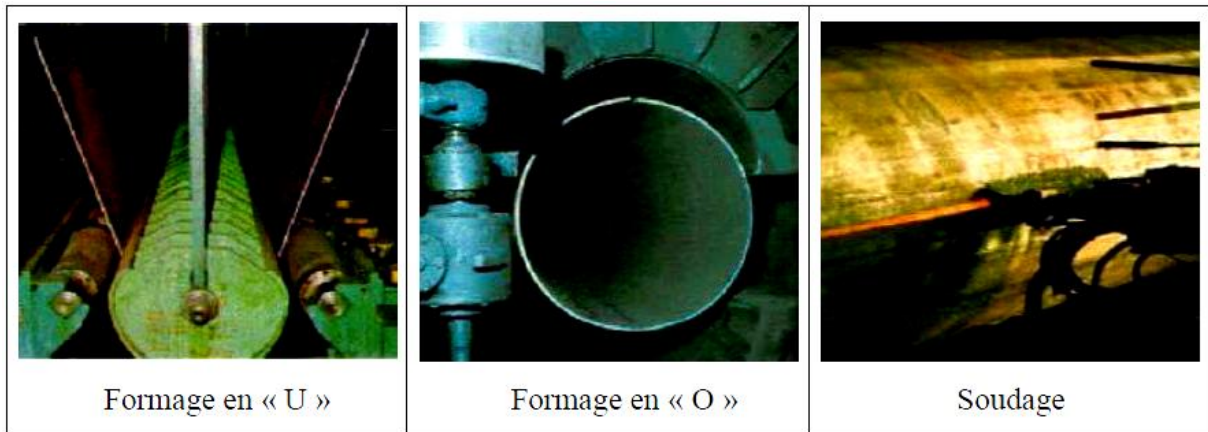


Figure 1.17 - Photos de la mise en forme des tubes par le procédé « UOE » [BEL 12]

Ce procédé comporte trois étapes principales qui sont le formage, le soudage et l'expansion-calibrage.

- **Le formage** représente les trois étapes pour passer de la plaque à la forme cylindrique.
 - Lécroquage à l'aide d'une machine appelée croqueuse afin de fixer la plaque et d'amorcer le pliage
 - La déformation en forme de « U » à l'aide d'une presse
 - La déformation en forme de « O » toujours par une autre presse
- **Le soudage** du tube est effectué intérieurement et extérieurement à l'aide de têtes soudeuses automatiques en utilisant la technique de soudage à l'arc sous flux. Le cordon intérieur est en général réalisé le premier.
- **L'expansion et calibrage** dans le but d'obtenir des tubes de section parfaitement circulaire, les tubes après être soudés sont soumis à une expansion mécanique ou hydraulique qui leur fait subir une augmentation de diamètre de 1 à 1.5 %.

Cette opération a pour conséquence de relaxer les contraintes résiduelles. Enfin une opération de chanfreinage est effectuée par une la meuse afin de faciliter le raccordement des tubes entre eux.

I.3.6.2. Tubes réalisés sans soudure

Les tubes formés sans soudure, sont généralement de petits diamètres et de longueur de moins de 450 mm, les méthodes principales de fabrication de ce type de tube se font de la façon suivante ; le métal est contenu entre la filière et l'aiguille, et par des pressions de poussées axiales, on obtient un tube monobloc sans soudure. Il existe une variante dite filage sur nez d'aiguille où l'aiguille est fixe (figure 1.18).

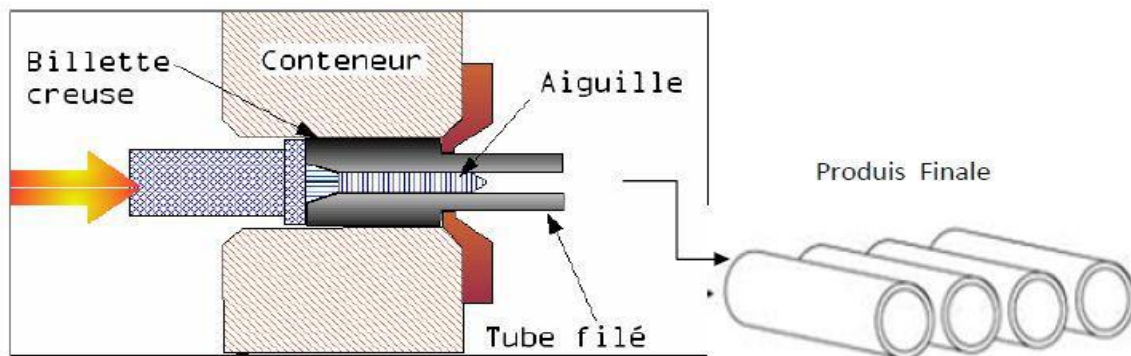


Figure 1.18 - Obtention des tubes sans soudure [HAD 13]

I.3.7. Caractérisation et propriétés mécaniques de l'acier grade API 5L X70

I.3.7.1. Composition chimique et propriétés mécaniques de l'acier grade API 5L X70

Le tableau 1.4 représente la composition chimique de l'acier X70 et le tableau 1.5 montre les propriétés mécaniques requises pour le même acier, D'après l'étude de Hadj Meliani et all [HAD 15].

Tableau 1.4 - Composition chimique pour analyses de nuance X70 [HAD 15]

	C	Mn	Si	Ni	Mo	S	Cu
Min	0.050	1.000	0.150	-	-	-	-
Max	0.140	1.700	0.350	0.250	0.250	0.005	0.080
	V	Nb	Al	P	Cu	V	
Min	-	-	0.010	-	-	-	
Max	0.080	0.040	0.04	0.020	0.080	0.080	

Tableau 1.5 - Propriétés mécaniques de l'acier grade API X70 [HAD 15]

E (MPa)	N	$\sigma_{E0.2}$ (MPa)	σ_U (MPa)	A %	K	N
$2.22 \cdot 10^5$	0.3	483.03	673.14	40.55	855.70	0.094

Les propriétés mécaniques de résistance à la traction seront conformes aux exigences du **tableau 1.5** avec (E) le module de Young, (ν) le coefficient de Poisson, ($\sigma_{E0.2}$) la limite élastique selon la norme, (σ_U) la contrainte ultime, (A%) l'allongement à la rupture, et (k) et (n) étant les paramètres de Hollomon. Les rapports de la limite élastique à la charge de rupture pour chaque éprouvette d'essai ne devront pas excéder 0.85.

I.3.7.2. Microstructure de l'acier grade API 5L X70

Il s'agit d'un acier à structure ferrito-perlitiques. La microstructure obtenue est la suivante la figure 1.19.

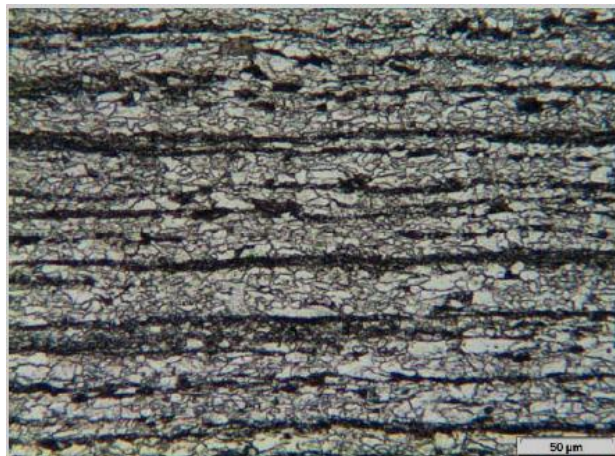


Figure 1.19 - Microstructure par MEB de l'acier X70 dans la sens longitudinale [BEL 12]

Cette microstructure se compose essentiellement de grains de ferrite polygonaux (blanc) et de perlite (foncé) organisés en bandes. Ce type de microstructure sont engendrées par la ségrégation des éléments Mn et P lors du laminage : elles sont courantes pour les aciers X70 [BEL 12, HAD 15, HAD 13].

I.4. Conclusion

Ces dernières années le laminage contrôlé a été complété par le refroidissement accéléré par arrosage à l'eau afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des tôles. Cela a permis d'accroître la résistance de l'acier de laminage contrôlé, jusqu'à 700 MPa, sans modifier pratiquement la ténacité à la rupture et la tenue au froid. A des vitesses de refroidissement suffisamment élevées, les éléments perlitiques de la structure sont remplacés par une structure bénitique. Dans les aciers ferritiques, de telles vitesses font augmenter la quantité de bénite à basse teneur en carbone. Les meilleures améliorations des propriétés mécaniques sont réalisables dans les aciers de classe bénitique à teneur en carbone particulièrement basse.

De tels aciers ont une grande perspective pour l'emploi dans la fabrication des tubes pour la réalisation des gazoducs de grands diamètres et haute pression de service. Des études récentes montrent l'efficacité de l'emploi de l'acier bénitique de composition chimique : 0,03 %C, 0,15 % Si, 1,90 % Mn, 0,04 Ni, 0,02 % Ti, dans la fabrication des tubes de dimensions 1420 x 18,7mm. De tels tubes ont une ténacité élevée à la rupture ductile, à des températures proches de -30° C, avec une tenue au froid suffisante et des limites de résistance à la rupture $\sigma_R = 644\text{MPa}$ et à l'écoulement $\sigma_{0,2} = 600\text{MPa}$.



Chapitre II

**Matériaux étudiés et
techniques expérimentales**



II.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation de l'acier étudié et aux traitements thermiques qui ont été effectués. Nous présenterons ensuite les techniques de caractérisations expérimentales de cet acier.

II.2 Matériaux utilisés

II.2.1 Composition chimique de l'acier X70

L'acier étudié dans le cadre de ce travail est un tube en acier à haute limite élastique de grade « **API 5L X70** » utilisé pour le transport par canalisation du pétrole et du gaz. Les désignations de cet acier ont la signification suivante :

API : *Américain petroleum institut*

5L : Spécification pour le pipeline

X : Désignation de catégorie pour le pipeline de haute résistance.

Le chiffre après le « **X** » correspond à la valeur de la limite d'élasticité minimale. Par exemple, **X70** a une limite d'élasticité minimale de 70 Ksi (485 MPa) [ZAZ 17].

Nous avons commencé par l'analyse de la composition chimique de notre acier à été faite par le spectromètre à fluorescence de rayons X (XRF) se localisi au niveaudu plateau technique d'analyses physico-chimiques (CRAPC-PTAPC) -Laghouat. Pour contrôlée sa teneur en carbone, manganèse, silicium et en éléments d'alliage. Le tableau 2.1 est présentée cette composition chimique[ABD 19].

Tableau 2.1-Composition chimique en (% massique) de la gamme d'acier de grade API5L X70[ABD 19].

C	Mn	Si	S	P	Al	Nb
0.08	1.58	0.35	0.012	0.007	0.036	0.054
V	Ti	Ni	Cu	Cr	Mo	B
0.045	0.001	0.005	0.010	0.055	0.005	0.0003



II.3 Prélèvement des échantillons

II.3.1 Découpage

Nous avons prélevé des échantillons de DML et avons procédé à la fabrication d'échantillons (figure 2.1), (figure 2.2), on a préparé 07 échantillons pour l'observation métallographique, 01 échantillon pour étude l'état initial, et 06 échantillons pour effectuer les différents traitements thermique (IQ, DQ, SQ) à différents TIC. Le découpage est effectué à l'aide d'une tronçonneuse accompagné d'un lubrifiant. Les échantillons ont été découpés à partir d'un tube de pipeline et leurs dimensions ont été soigneusement choisis afin qu'elles soient conformes à les appareils (MEB, DRX, XRF et EDS)



Figure 2.1 - Différentes étapes de préparation des échantillons.

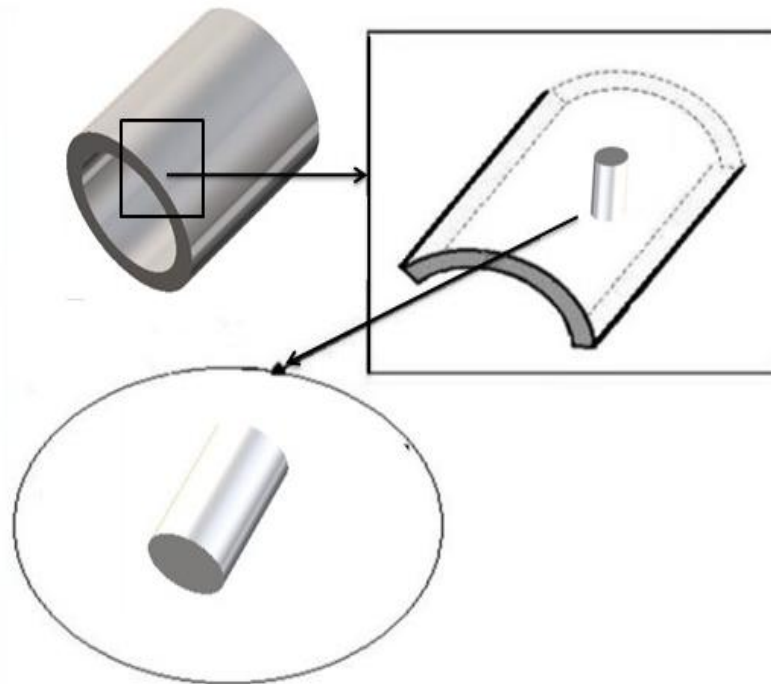


Figure 2.2 -Schéma montre le prélèvement des échantillons.

II.4 Preparation des échantillons

II.4.1 Différents traitements thermiques effectués

Les traitements thermiques que nous avons effectués au cours de cette étude, ont été faits à l'aide d'un four de type NABERTHER au niveau du PTAPC-LAGHOUAT (figure 2.3).

Avant tous traitements thermiques, il faut maîtriser le diagramme (Fe-C) des phases de l'acier qui correspond à sa composition chimique comme expliqué dans le chapitre précédent, et le diagramme TTT (diagramme de Transformation Température Temps de l'austénite en conditions isothermes) et le diagramme TRC (diagramme de Transformation en Refroidissement Continu) pour déterminer la durée de maintien, le type de refroidissement, le domaine de transformation, les phases existantes et leurs proportions. Tout ça dépend de la microstructure que nous voulons obtenir.



Figure 2.3 –Four à moufle modèle(NABERTHER)(PTAPC-Laghout).

II.4.1.1 Traitement (DQ) : direct quenching

- Chauffage aux températures inter-critiques 760°C.
- Durée de maintien 30 minutes.
- Trempe à l'eau (figure2.4)

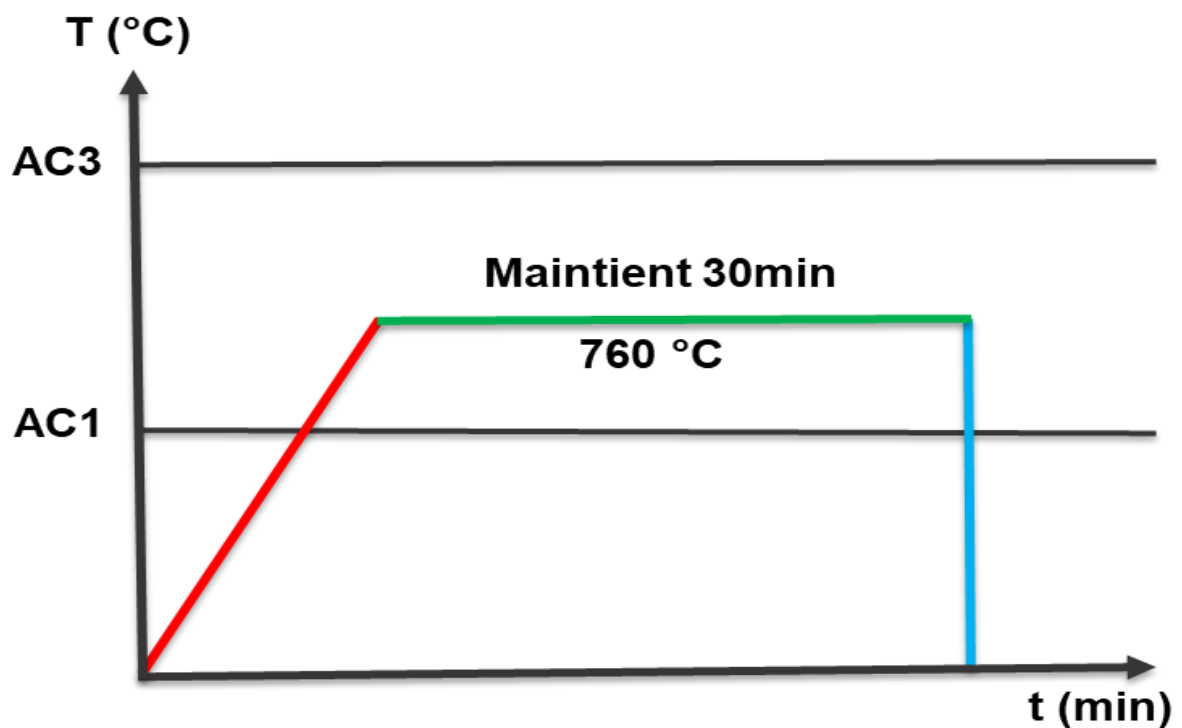


Figure 2.4- Cycle thermique du traitement thermique DQ de l'acier X70.



II.4.1.2 Traitement (IQ): intermédiaire quenching

- Chauffage à 950 °C.
- Durée de maintien 30 minutes.
- Trempe à l'eau.
- Recuit aux températures inter-critiques.
- Durée de maintien 30 minutes.
- Trempe à l'eau (figure 2.5).

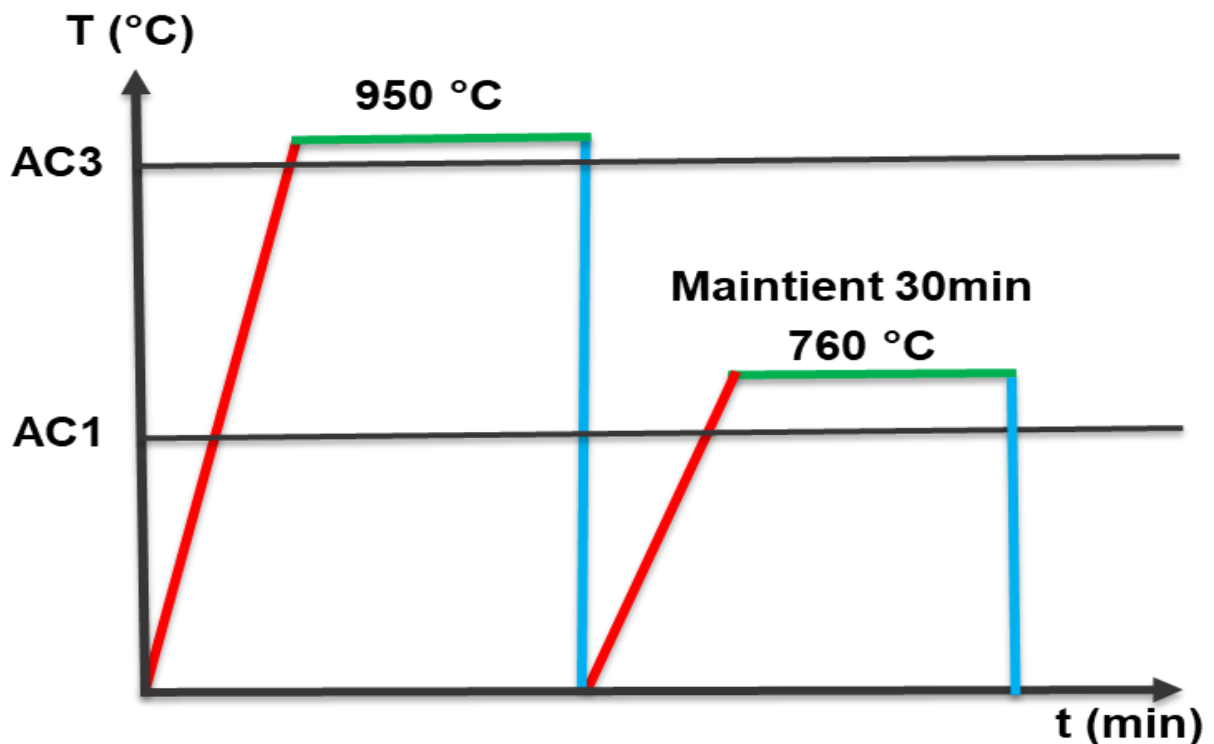


Figure 2.5- Cycle thermique du traitement thermique IQ de l'acier X70.

II.4.1.3 Traitement (SQ): step quenching

- Chauffage à 950 °C.
- Durée de maintien 30 minutes.
- Refroidissement dans le four jusqu'aux températures inter-critiques.
- Durée de maintien 30 minutes.
- Trempe à l'eau (figure 2.6).

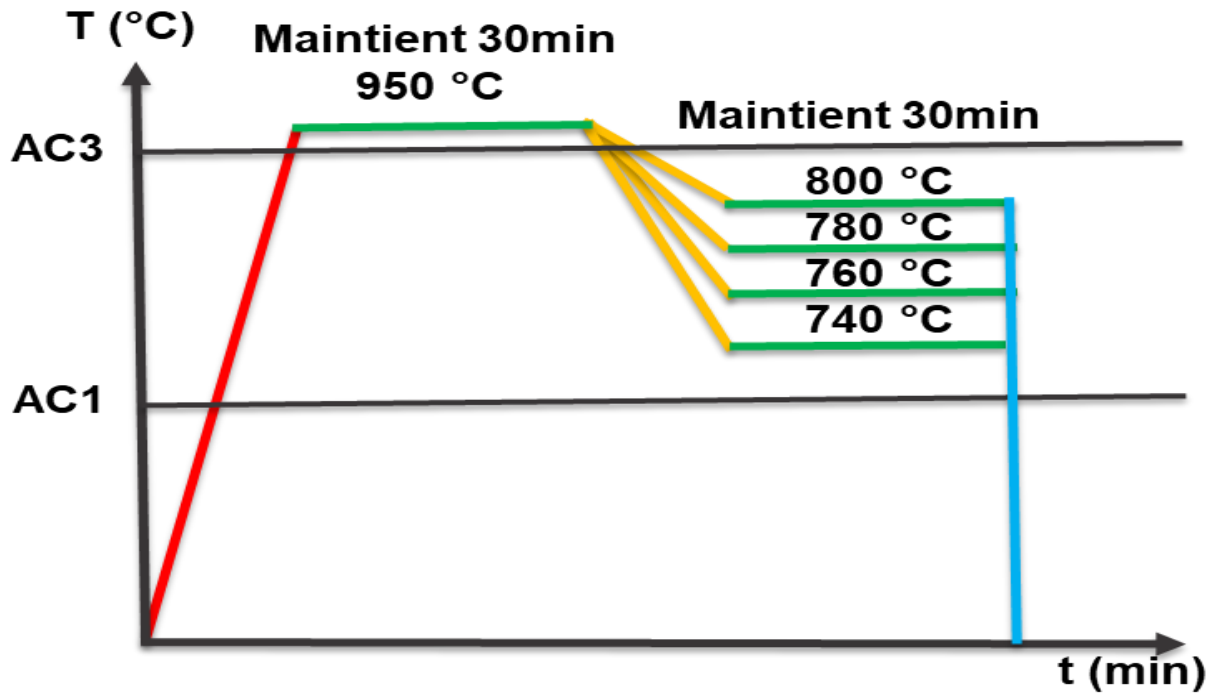


Figure 2.6- Cycle thermique du traitement thermique SQ de l'acier X70.

II.4.2 Polissage

Pour mettre en évidence la microstructure des échantillons après traitement thermique, un protocole standard a été appliqué, les échantillons sont polis avec une lubrification à l'eau à l'aide d'une polisseuse (figure 2.7)aux différents papiers abrasif SiC(carbure de silicium).



Figure 2.7 – Polisseuse modèle (Struers)(PTAPC-Laghouat).



Commencé le polissage par des papiers abrasifs à gros grain finira par des papiers abrasifs à fin grain jusqu'à la disparition des rayures (stries), ensuite on passe à la finition pour obtenir une surface miroir avec une pâte diamantée ou l'alumine sur un tapi.

II.4.3 Attaque chimique

Les échantillons sont ensuite attaqués avec une solution au Nital (4% d'acide nitrique (HNO_3) et 96% d'éthanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)). Cette dernière est utilisée pour les examens des structures des grains des aciers au carbone faiblement alliés et non alliés. La surface miroir obtenue par le polissage est plongée dans le Nital pendant environ 10 à 15 secondes afin de révéler la microstructure et cela se manifeste par la disparition de l'état miroir (matte), ensuite il faut rincer l'échantillon avec l'eau pour arrêter l'effet de l'attaque chimique.

II.5 Les appareils des caractérisations

Dans le cadre de ce travail, on a utilisé plusieurs techniques des caractérisations pour Analyse et confirmé différents les états métallographiques obtenue après les traitements thermiques, tel que : l'analyse microstructure par MEB, une analyse structurale par DRX et une analyse élémentaire par XRF et EDS-MEB, et par voie de conséquence étudier l'influence du traitement thermiques sur les changements microstructuraux, tous les appareils utilisés se localiser au **PTAPC – Laghouat**.

II.5.1 L'analyses élémentaires par EDXRF

Le **EDXRF** utilise de la marque **S2 PUMA Series 2**, c'est un spectromètre à fluorescence de rayons X à dispersion d'énergie (**EDXRF**) haut de gamme pour l'analyse élémentaire pour les échantillons solides et liquides (figure 2.8).



Figure 2.8- Spectromètre à fluorescence de rayons X (XRF) modèle (S2 puma-BRUKER)(PTAPC-Laghout).

II.5.2 L'analyses microstructurales par MEB

Après l'attaque chimique des échantillons, sont prêts pour l'observation au microscope électronique à balayage (**MEB**). Le **MEB** utiliser de la marque *Thermo Scientific Quattro ESEM* combine des performances globales en imagerie et en analyse avec un mode environnemental EDS-MEB (ESEM) (figure 2.9).

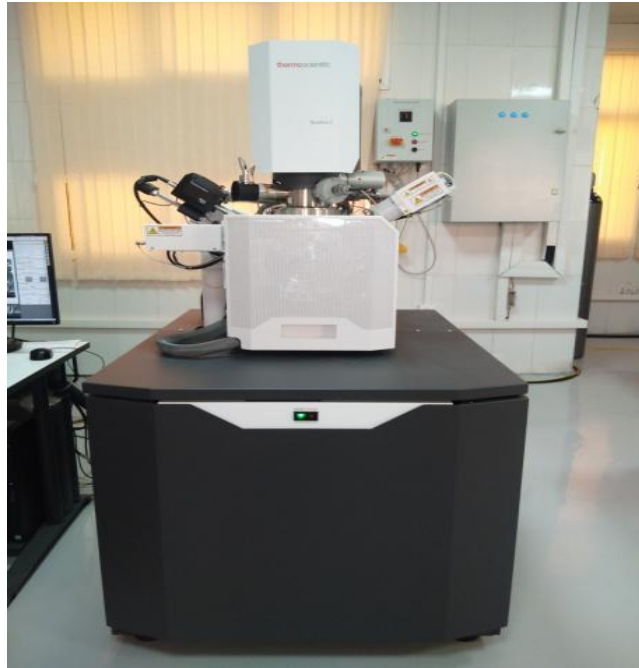


Figure 2.9 - Microscope Électronique à Balayage MEB modèle(Thermo Scientific Quattro ESEM)(PTAPC-Laghouat).

II.5.3 L'analyse structurale par DRX

Le diffractomètre à rayons X utilise de modèle **PANalytical EMPYREAN** 3^{ème} génération se localise au niveau du **PTAPC-Laghouat**, via le logiciel de traitement **High score plus 2018** intégré par la base des données **pdf₂ 2018**(figure 2.10).



Figure 2.10 -Diffractomètre à Rayons X (DRX) modèle (Empyrean, Malvern Panalytica) (PTAPC-Laghouat).



II.6 Conclusion

Au cours de ce chapitre on a présenté notre protocole expérimental pour la caractérisation microstructurale de l'acier micro-allié au manganèse de la norme API 5L de grade X70. On commence par le découpage des échantillons, puis on présente les démarches pour la préparation des différentes microstructures dual phase à l'aide des différents traitements thermiques (DQ, IQ, SQ). Ensuite, une analyse métallographique par **MEB**, une analyse structurale par **DRX** et une analyse élémentaire par **XRF** et **EDS-MEB**, et par voie de conséquence étudier l'influence du traitement thermique sur les changements microstructuraux.

Nous avons passé en revue toutes les grandeurs caractéristiques au changements microstructuraux pour la bonne compréhension de l'effet des différents traitements thermiques sur les microstructures, on a focalisé notre travail sur 03 points principaux sont :

- La comparaison de la morphologie de martensite dans l'acier X70 dual-phase par rapport la méthode de traitements thermique.
- Étudier la fraction volumique de la martensite (FVM%) dans l'acier X70 dual-phase traité au même type de traitement thermique SQ en fonction des températures inter-critiques.
- Étudier la teneur en carbone dans la phase perlite et martensite.

A decorative graphic on the left side of the page features two stylized green leaves with white outlines, curving upwards. Below the leaves is a blue wave-like shape that spans across the page, with a white shadow underneath it.

Chapitre III

Résultats et interprétations



III.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter et interpréter les résultats obtenus pour des différentes microstructures sur un acier micro-allié au manganèse de grade X70 en utilisant l'analyse microstructurale (MEB), l'analyse élémentaire (XRF, EDS, DRX). Notre étude est principalement basée sur l'influence du traitement thermique sur la microstructure des aciers dual phases (DP). Les mesures sont réalisées sur différents états métallurgiques suivant des traitements thermiques réalisés au laboratoire, puis nous comparons et interprétons les résultats obtenus.

III.2 Analyses microstructurales : microstructure de l'acier X70 initial

L'étude des microstructures est une étape importante pour la bonne compréhension des propriétés d'un matériau. Ces dernières dépendent de différentes caractéristiques microstructurales, comme la taille de grains, la nature et la proportion des phases existantes tel que : (ferrite, martensite, austénite, perlite, cémentite, bénite).

À l'état initial, la microstructure de la nuance de grade X70 présente une structure composée des deux phases ferrito-perlitiques, des grains de ferrite polygonaux (foncé) et de perlite (blanc) comme le montre la figure 3.1.

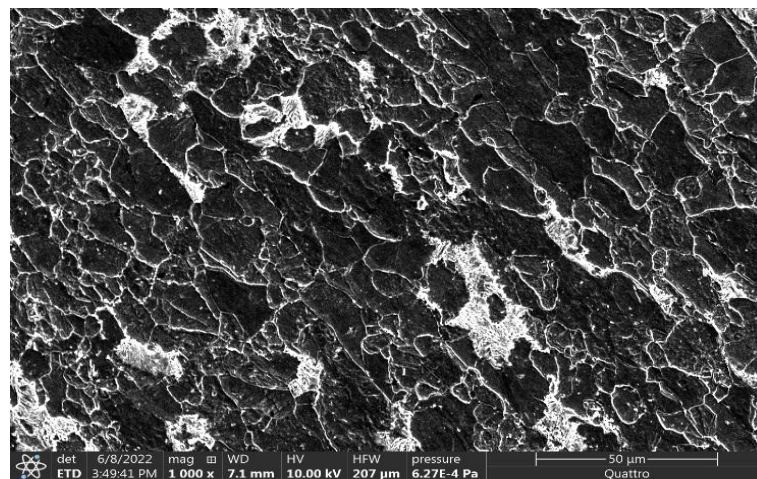


Figure 3.1 - Micrographie par MEB de l'acier X70 à l'état initial



III.2.1 Composition chimique

Nous avons commencé par l'analyse de la composition chimique de notre acier, a été faite par XRF au niveau du PTAPC-L (plateau technique d'analyse physico-chimique) à Laghouat. Pour contrôlée sa teneur en carbone, manganèse, silicium et en éléments d'alliage. Le tableau 3.1 est présentée cette composition chimique.

Tableau 3.1 - Composition chimique en (% massique) de la gamme d'acier de grade X70.

C	Mn	Si	S	P	Al	Nb
0.08	1.58	0.35	0.012	0.007	0.036	0.054
V	Ti	Ni	Cu	Cr	Mo	B
0.045	0.001	0.005	0.010	0.055	0.005	0.0003

III.3 Analyses microstructurales : microstructure de l'acier X70 dual-phase

III.3.1 Comparaison de la morphologie de la martensite dans l'acier X70 dual-phase par apport des différents traitements thermiques DP.

III.3.1.1 Traitement dual phase (DQ), (IQ), (SQ)

Nous avons développé des structures dual phase (ferrite+martensite) à partir de l'acier X70 de structure ferrito-perlitique en utilisant des différents procédés thermiques (DQ), (IQ) et (SQ), des microstructures dual phase avec une variété de proportions et de morphologies de martensite ont été produites. Dans la section suivante, ont décrite détail les microstructures obtenues [YUE 12, KRE 11].

III.3.1.2 Caractérisation microstructurale : Evolution microstructurale des structures dual phase

Les figures 3.2, 3.3, 3.4 montrent les micrographies par MEB de l'acier X70 soumis aux différents traitements thermiques (DQ), (IQ), (SQ) à la même température inter-critique (760 °C). Il est évident tous les échantillons ayant subis ces traitements thermiques présentent des microstructures dual phase ferrite-martensite, mais la morphologie, la proportion et la



distribution de la phase martensitique varient considérablement en fonction des types de traitement thermique [ERI14]. La différence de l'état microstructural initial des échantillons avant d'atteindre le domaine inter-critique ($\alpha+\gamma$) peut être tenu pour responsable des différences observées dans la morphologie et la distribution de la martensite [YUE12, KRE 11].

A. Traitement (DQ)

La figure 3.2 montre une structure dual phase, caractérisée par une microstructure qui consiste en une dispersion d'une martensite dure dans une matrice ferritique ductile, obtenue par trempe à l'eau à partir 760 °C. Le chauffage dans le domaine ($\alpha+\gamma$), la ferrite demeure essentiellement inchangée, et la perlite se décompose en austénite riche en carbone. Du moment que la martensite se transforme sans diffusion, elle hérite la quantité du carbone de l'austénite fixée par la température inter-critique. Donc, la fraction volumique de la martensite augmente avec l'augmentation de la température inter-critique. Lorsque la structure initiale (ferrite+perlite) est réchauffée dans le domaine inter-critique, l'austénite germine à l'intérieur des colonies de perlite. Pendant ce temps, l'austénite germine sur les joints de grains de ferrite-ferrite. Par la suite, cette austénite se transforme en îlots de martensite après trempe à l'eau [YUE 12, RUD 11].

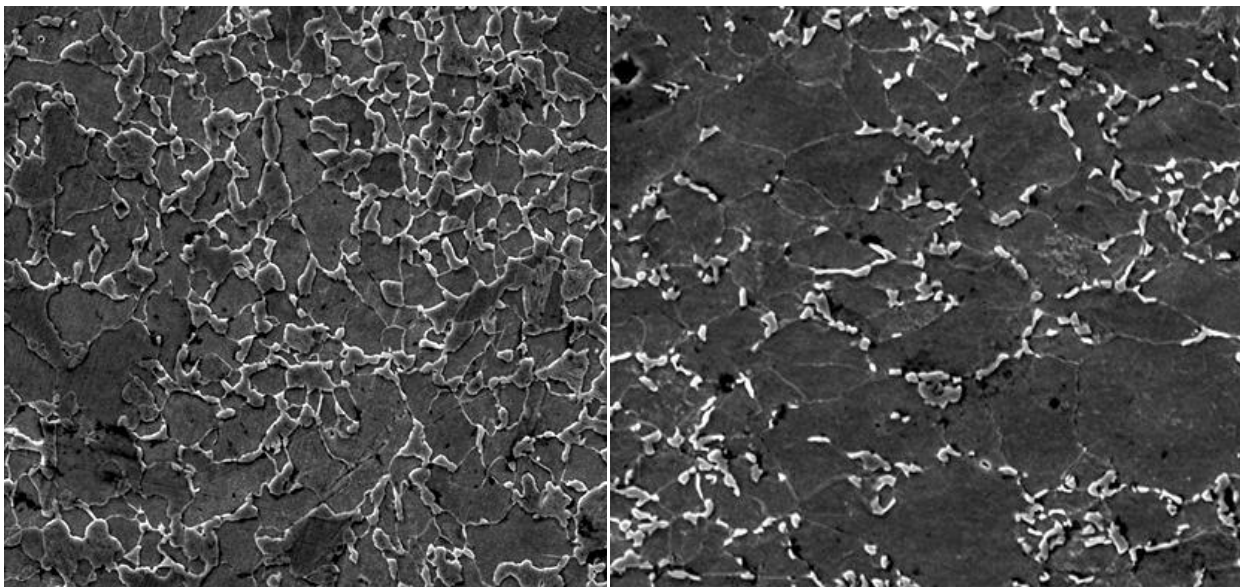


Figure 3.2 - micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement **DQ** à 760 °C

Figure 3.3 - micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement **IQ** à 760 °C

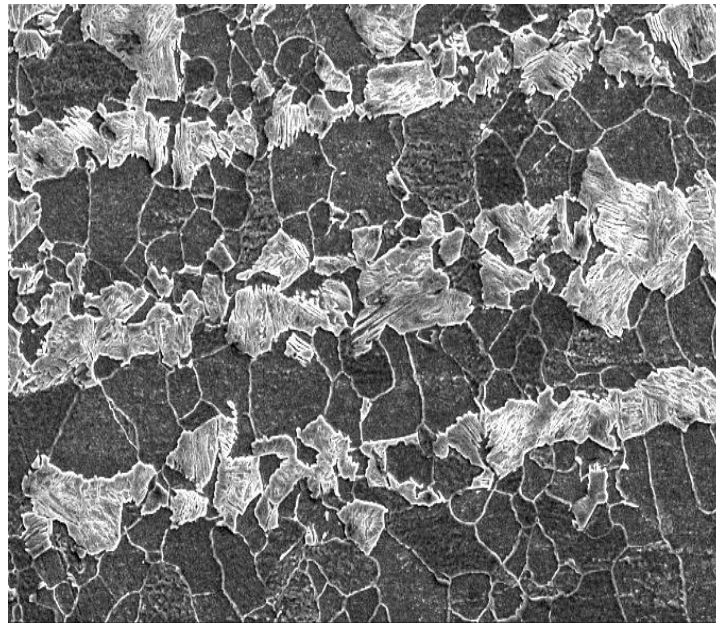


Figure 3.4 - micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement SQ à 760 °C

B. Traitement (IQ)

La figure 3.3 montre une microstructure dual phases qui est composée de ferrite polygonale entourée d'un réseau de martensite lumineuse (MEB), en particulier le long des joints de grains ferrite/ferrite et les points triples de la ferrite. Un certain nombre d'études intéressantes ont révélé que la répartition significative du manganèse entre l'austénite et la ferrites produit pendant le processus de recuit. La concentration du manganèse dans l'austénite contribue essentiellement à la trempabilité de l'acier à proximité de l'interface ferrite-austénite. Le manganèse est considéré comme un élément d'alliage important qui augmente la trempabilité de l'austénite et favorise la formation de la martensite. Pendant le recuit inter-critique, le manganèse dans la ferrite se déplace jusqu'au joint de grain et diffuse dans l'austénite, en formant une zone riche en manganèse au niveau du joint de grain austénitique qui présente une trempabilité plus élevée que celle du centre de l'austénite. Après trempe à l'eau, le joint de grain riche en manganèse se transforme en martensite [NOU 10].



Le développement de la martensite type réseau (network) que l'on trouve dans la présente étude suit les observations faites par Navara [NAV 86]. Selon Navara, la formation d'austénite (la martensite) est causée par la formation des germes d'austénite dans des régions enrichies au manganèse (Mn) en raison de la diffusion rapide de (Mn) à travers les interfaces ferrite-ferrite.

C. Traitement (SQ)

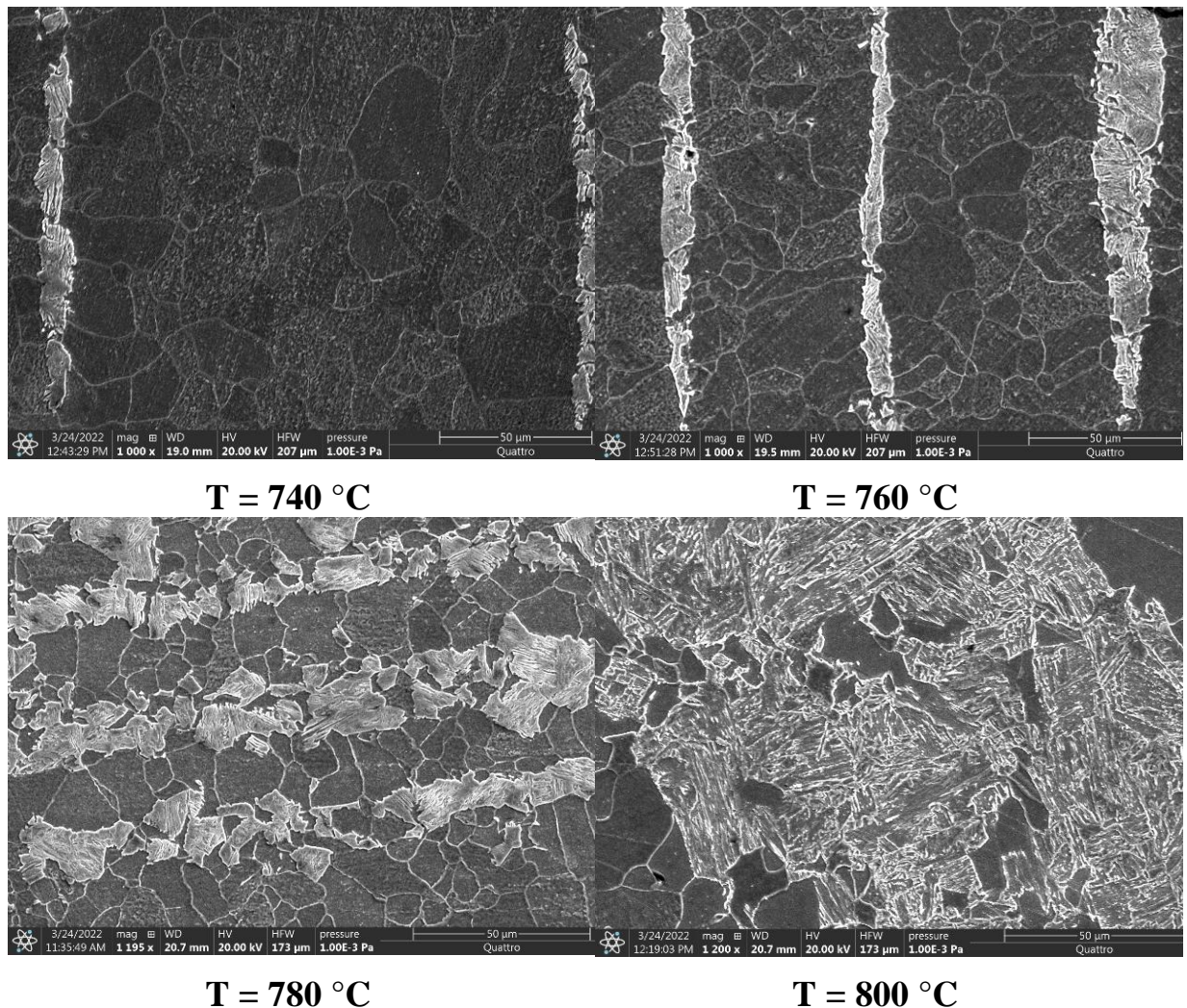
La figure 3.4 représente une micrographie par MEB (ferrite+Martensite) de l'acier X70 qui subit du traitement thermique SQ. Cette microstructure présente une morphologie en bande avec une distribution non uniforme des phases. Dans le cas du traitement SQ, la phase initiale avant recuit dans le domaine biphasé est la phase austénite. Selon Thompson et Howell, la structure en bandes apparaît après un refroidissement relativement lent depuis le domaine austénitique [THO 92]. Après refroidissement au four de la température 950 °C jusqu'aux températures inter-critiques dans le domaine ($\alpha+\gamma$), la ferrite germine au niveau des joints de grains de l'austénite et se développe à l'intérieur des grains d'austénite, qui résulte à avoir deux régions distinctes de ferrite et d'austénite [AHM 12, ERD 02]. Offerman et al. Montrent par une analyse à la sonde électronique que la présence de bandes est fortement corrélée à la ségrégation en manganèse [OFF 02].

Plus la vitesse de refroidissement est faible, plus le carbone a tendance à migrer depuis les zones pauvres vers les zones riches en manganèse. Verhoeven [JOH 00] a développé une théorie largement admise pour expliquer la formation des bandes. L'austénite est plus stable dans les zones riches en manganèse. Lors d'un refroidissement lent, la ferrite germine préférentiellement aux joints triples et aux joints de grains austénitiques situés dans les zones pauvres en manganèse. Lors de la trempe, les régions d'austénite non transformée se transforment en martensite en gardant la même disposition, en conduisant à une microstructure dual phase en bandes alternées entre la ferrite et la martensite après trempe à partir du domaine ($\alpha+\gamma$).



III.3.2 Etudier la fraction volumique de la martensite (FVM%) dans l'acier X70 dual-phase en fonction de la température inter-critique

Pour étudier l'évolution de la fraction volumique de la martensite d'un acier X70, on a choisi le traitement thermique DP (SQ), à différentes températures inter-critiques (740 °C, 760 °C, 780 °C, et 800 °C). Les microstructures observées par MEB, en fonction des différentes températures inter-critiques sont montrées dans les figures 3.5.



Figures 3.5- Micrographie par MEB de l'acier X70 à différentes températures inter-critiques pour traitement SQ



On observe qu'après chaque température inter-critique, la microstructure garde toujours la même forme présente une morphologie en bande avec une distribution non uniforme des phases (F+M), mais nous assistons un grossissement de la fraction volumique de la martensite (FVM%), Comme les montrent les Figures 3.5.

On a calculé l'évolution de la fraction volumique de la martensite (FVM%) en fonction des températures inter-critiques TIC pour l'acier X70 après traitement thermique dual-phase SQ via un programme de traitement d'image et les valeurs obtenue sont représentant dans le Tableau 3.2 suivant et montré dans la Figure 3.6.

Tableau 3.2 - les valeurs des fractions volumiques de la martensite (FVM%) en fonction des températures inter-critiques TIC

TIC (°C)	740	760	780	800
FVM (%)	21	28	32	44

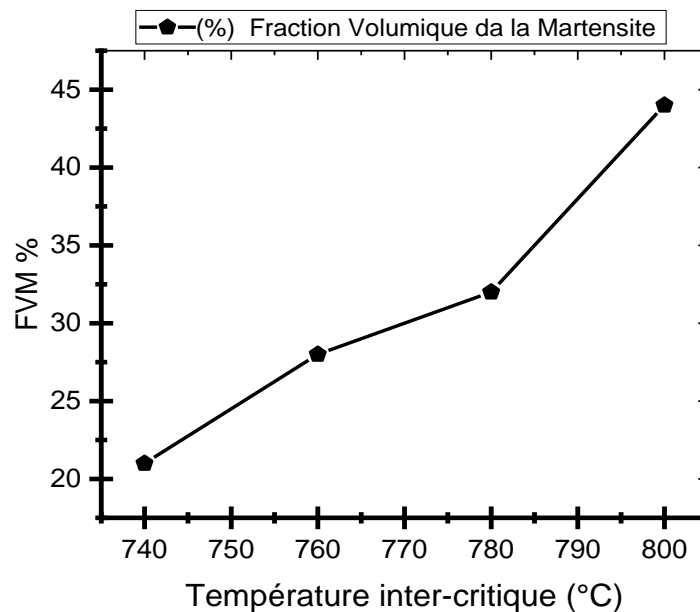


Figure 3.6 – Evolution de la fraction volumique de martensite (FVM%) de l'acier X70 DP (SQ) à différents températures inter-critiques.

Nous observons que la fraction volumique de martensite (FVM%) augmente lorsque les températures inter-critiques augmentent, Ceci est dû au basculement de la distribution



homogène du carbone et les autres éléments d'alliages dans les microstructures dual-phase obtenue[OFF 02].

III.4 Analyses structurales : Caractérisation par DRX

On a fait l'analyse structurale de l'acier X70 par DRX modèle PANalytical EMPYREAN 3^{em} génération localisé au niveau du PTAPC-Laghout, via le logiciel de traitement Highscoreplus 2018 intégré par la base des données pdf₂ 2018. Les paramètres initiaux l'utiliser sont le suivant tableau 3.3

Tableau3.3- Paramètres initiale utiliser pour la caractérisation par DRX

λ (°A)	Plage de position (2 θ)	Pas (°/s)	Temps (s)	Matériau d'anode	Paramètres du générateur
1.54	10-140	0.01	24	Cuivre (Cu)	40 A, 45 kV

III.4.1 Analyses structurales de l'acier X70 à l'état initial

D'abord, pour valider les datas obtenues par DRX, on a comparé entre l'espace inter-réticulaire d_{hkl} d'échantillon X70 à l'état initial et dans la base des données pdf₂ 2018. La variation des positions Peak (Tableau 3.4) devrait être minime. Cette petite variation correspond à la taille des cristallites et/ou aux méthodes de préparation, de sorte que ces variations infimes des valeurs 2θ et l'espace inter-réticulaire sont acceptables.

Tableau3.4 : Comparaison entre l'espace inter-réticulaire d_{hkl} d'échantillon X70 et pdf₂2018.

position (2 θ)	d_{hkl} de l'échantillon X70	d_{hkl} pdf ₂ 2018	h	k	l
40.1165	2.24593	2.23896	1	1	1
44.6399	2.02829	2.02728	1	1	0



L'analyse par diffraction des rayons X réalisée sur échantillon brut préalablement polis. Révèle un mélange des phases ferritique α -Fe et perlite du substrat métallique (Figure 3.7), confirmant ce qu'BOUL avait proposé pour la gamme des aciers HLE API 5L [BOUL 15]. Donc, le matériau étudié son d'acier ferrito-perlitique contenant environ 84% de ferrite, de structure cubique centrée, et 16% de perlite, de structure cubique à faces centrée (Figure 3.8).

Ainsi, la ferrite obtenue se caractérisé essentiellement par un pic plus intenses se localise à $d=44.6399 \text{ \AA}$, c'est-à-dire la phase dominante (majoritaire) dans ce cas-ci la ferrite et la phase minoritaire correspondant à un pic mois intenses se localiser à $d=40.1165 \text{ \AA}$.

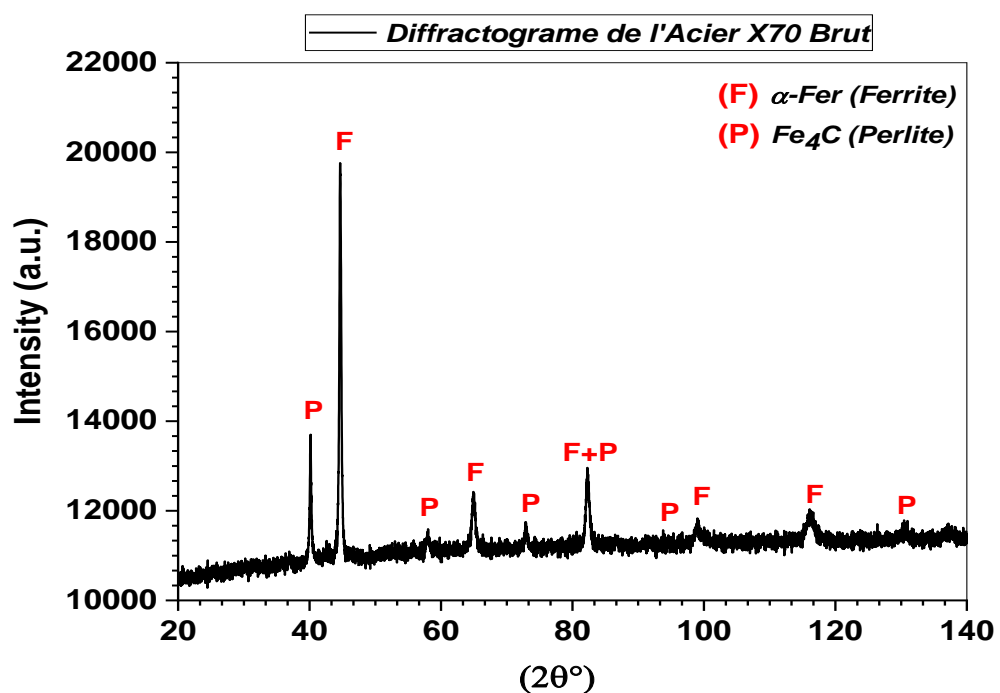


Figure 3.7 -Diffractogramme de l'acier X70à l'état initial

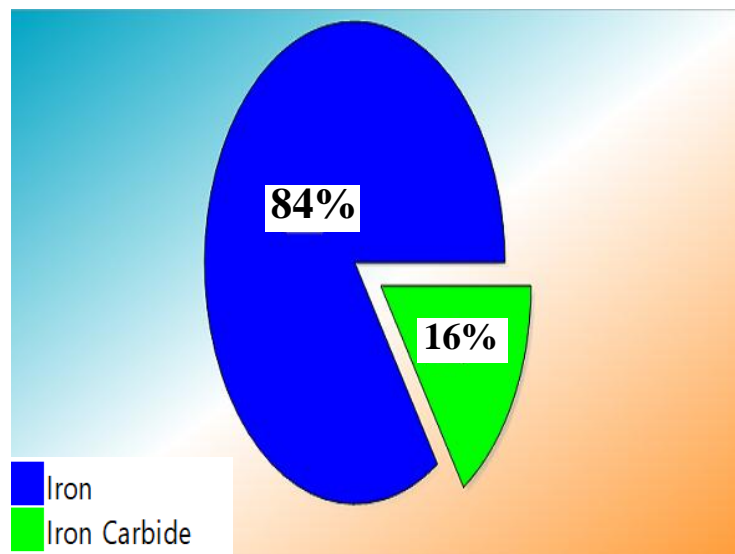


Figure 3.8 - Cercle relative représente les phases présent dans l'acier X70 à l'état initial (ferrito-perlitique)

Les phases obtenues ont été identifiées par des paramètres cristallographiques à l'aide de base des données pdf₂ 2018 montre dans le Tableau 3.5.

Tableau3.5 : Paramètres cristallographiques des phases d'acier X70 à l'état initial

Paramètres cristallographiques		
	Phase 1	Phase 2
Nom du composé :	α -Fe	carbure de fer
Formule empirique :	Fe	CFe_4
Formule chimique :	Fe	Fe_4C
Système de cristal :	Cubique	Cubique
Groupe spatial :	Im-3m	P-43m
Numéro de groupespatial :	229	215



III.4.2 Analyses structurales de l'acier X70 Dual-phase

La petite variation des positions Peak et l'espace inter-réticulaire d_{hkl} d'échantillon X70 Dual-phase et pdf₂ 2018 (Tableau 3.6) sont acceptables.

Tableau3.6 : Comparaison entre l'espace inter-réticulaire d_{hkl} d'échantillon X70 Dual-Phase et pdf₂2018.

position (2θ)	d_{hkl} de l'échantillon X70Dual-Phase	d_{hkl} pdf ₂ 2018	h	k	l
40.1320	2.24510	2.23896	1	1	1
44.6481	2.02793	2.02869	1	1	0
26.2280	3.38495	3.39500	0	0	2
130.3213	0.84882	0.85875	0	0	8

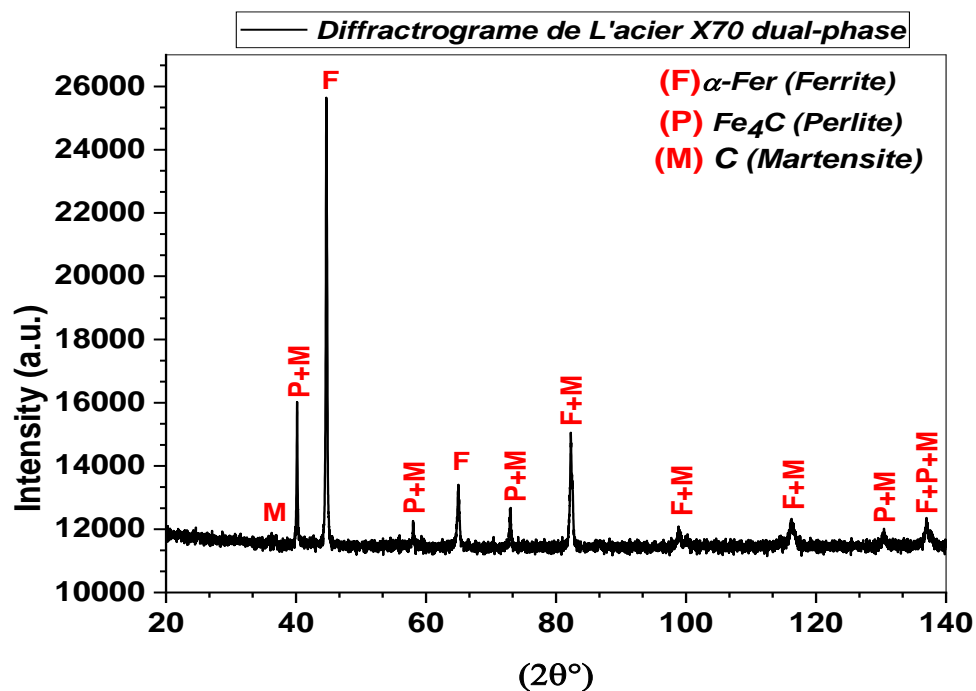


Figure 3.9 -Diffractogramme de l'acier X70 dual-phase, trempé après traitement SQ 760°C



L'analyse par diffraction des rayons X réalisée sur l'échantillon d'un acier X70 trempé après traitement SQ à 760 °C, préalablement polis. Révèle un mélange des phases ferritique α -Fe et perlite et l'apparence d'une nouvelle phase métastable (martensite), grâce à des changements de distribution du carbone dans les autres phases, cette phénomène est due à la refroidissement rapide (trempe), du substrat métallique (Figure 3.9), confirmant l'étude du [YUE 12].

Lorsque la structure initiale (ferrite+perlite) est réchauffée dans le domaine inter-critique, l'austénite germe à l'intérieur des colonies de perlite. Pendant ce temps, l'austénite germe sur les joints de grains de ferrite-ferrite. Par la suite, cette austénite se transforme en îlots de martensite après trempe à l'eau [RUD 11].

A travers cette analyse, il révèle la transformation de l'acier (F+P) à un acier dual-phases (F+M), où les pics gardé les mêmes positions mais avec la présence de carbone dans la plupart des pics, se localise à $d=26, 40, 58, 72, 82, 88, 116$ et à 132 \AA , donc, on peut dire que la distribution du carbone est presque homogène dans les réseaux cristallins.

La Figure 3.10, représenter les phases existés dans l'acier X70 DP, trempé après traitement SQ 760°C, donc, il contenant environ 68% du carbone (martensite), de structure hexagonale hybride, 29% du ferrite, de structure cubique centrée, et 3% de perlite, de structure cubique à faces centrée.

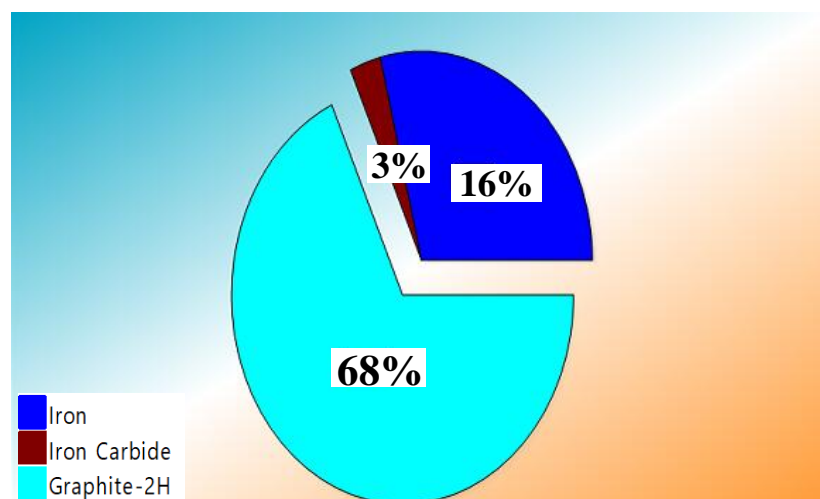


Figure 3.10 : Cercle relative représente les phases présent dans l'acier X70 DP trempé après traitement SQ 760°C.



Les phases obtenues ont été identifiées par des paramètres cristallographiques à l'aide de base des données pdf₂ 2018 montre dans le Tableau 3.7.

Tableau3.7 : Paramètres cristallographiques des phases d'acier X70 DP trempé après traitement SQ 760°C.

Paramètres cristallographiques			
	Phase 1	Phase 2	Phase 4
Nom du composé :	α -Fe	carbure de fer	Carbone (graphite)
Formule empirique :	Fe	CFe ₄	C
Formule chimique :	Fe	Fe ₄ C	C
Système de cristal :	Cubique	Cubique	Hexagonal
Groupe spatial :	Im-3m	P-43m	P63mc
Numéro de groupespatial :	229	215	186

III.5 Analyses élémentaires : Caractérisation par MEB-EDS

III.5.1 Etudie la teneur en carbone dans les différentes phases (Perlite, Martencite)

III.5.1.1 Analyses du teneur en carbone dans la perlite et le ferrite cas d'acier X70 à état initial

Ligne scan EDS analyse du teneur en carbone Afin d'étudier la répartition du carbone dans les zones perlite-ferrite avec plus de précision, l'analyse EDS par balayage de lignes a été effectués à différents endroits traversent la ferrite et la perlite dans l'échantillon brut. La Figure 3.11 montre un SEM typique micrographie avec la variation associée de la concentration de carbone le long de la direction indiquée traversez les deux zones de ferrite (F1) et (F3) séparés l'un de l'autre par un grain de perlite (P2).

La concentration de carbone a été mesurée à 50 emplacements différents le long du tracé ligne horizontale, et la concentration de carbone associée a été présentée qualitativement sur la même Figure 3.11.

Afin d'expliquer la variation observée de la concentration en carbone. Comme on peut le voir sur la Figure 3.11, la valeur la plus élevée de la concentration de carbone dans le grain de perlite, situé à proximité interface parent ferrite–perlite. En passant, de Ce point à emplacement intérieur de cette zone de perlite (P2), sont des zones riches en carbone. La concentration du Carbone a fortement diminué dans la région centrale dans les grains des ferrites (F1) et (F3), sont des zones pauvres en carbone.

Tableau3.8 : Les résultats de l'analyse EDS ponctuelle du carbone dans diverses phases, la perlite et la ferrite de l'acier X70 à état initial.

Eléments	C	Al	Mn	Si	Co	Fe	I	
En masses (%)	5.62	//	1.74	0.50	0.67	91.06	0.40	ferrite
En masses (%)	9.22	0.56	1.79	0.45	0.55	86.99	0.55	perlite

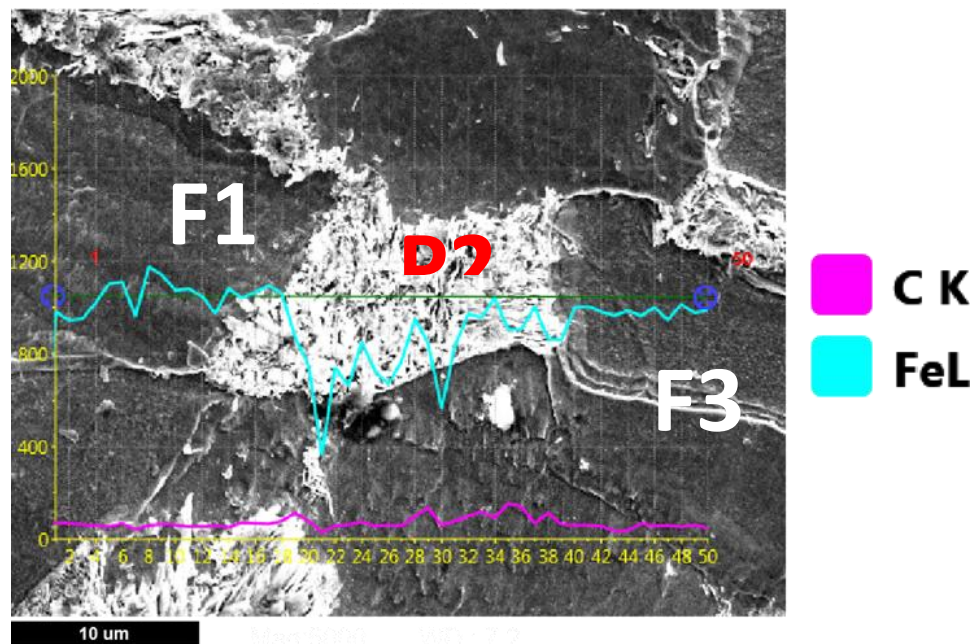


Figure 3.11 : micrographie par MEB d'un acier X70 à état initial, montrant l'emplacement des lignes d'analyse EDS de carbone traversant les zones de ferrite de (F1) et (F3) adjacentes à la grain perlite (P2); et la variation de la teneur en carbone le long de la ligne indiquée.



III.5.1.2 Analyses du teneur en carbone dans la martensite et le ferrite cas d'acier X70 trempé après SQ à 760°C

L'analyse EDS par balayage de lignes a été effectués à différents endroits traversent la ferrite et la martensite dans l'acier X70 subis à un traitement thermique SQ à 760°C et après trempe. La Figure 3.12 montre un SEM typique micrographie avec la variation associée de la concentration de carbone le long de la direction indiquée traversez les deux zones de ferrite (F1) et (F3) séparés l'un de l'autre par un grain de martensite (M2). La concentration de carbone a été mesuré à 25 emplacements différents le long du tracé ligne horizontale, et la concentration de carbone associée a été présenté qualitativement sur la même Figure 3.12.

On a trouvé que la teneur en carbone toujours faible dans les grains ferrites par contre elle est un peu plus fort dans les grains de martensite, Nous expliquons cette simple différence à l'effet du refroidissement rapide sur la distribution relativement homogène du carbone dans la microstructure, et au la différence de système cristallin de la ferrite, cubique centré (cc), et de la martensite, hexagonale hybride (h).

Tableau3.9 : Les résultats de l'analyse EDS ponctuelle du carbone dans diverses phases, la martensite et la ferrite dans l'acier X70 trempé après SQ à 760°C.

Eléments	C	Al	Mn	Si	Co	Fe	I	
En masses (%)	10.55	0.78	1.57	0.51	0.74	85.36	0.49	ferrite
En masses (%)	12.48	//	2.00	0.57	0.75	83.43	0.77	Martensite

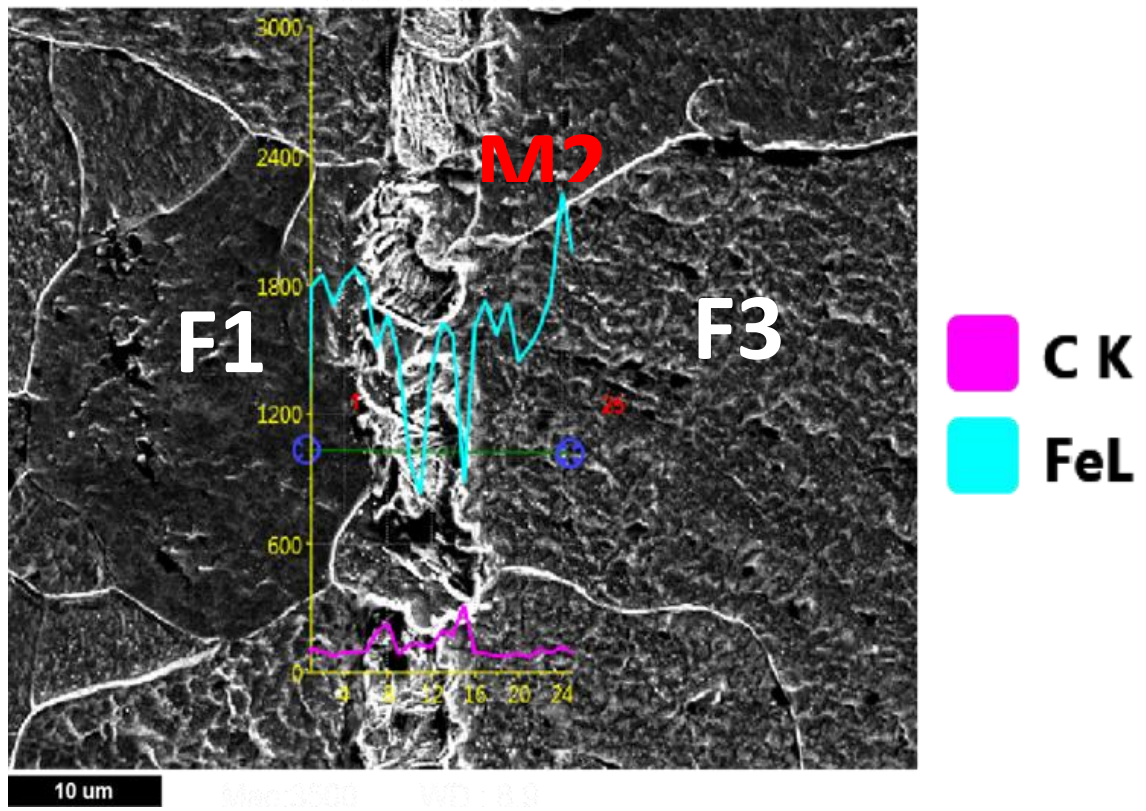


Figure 3.12 : micrographie par MEB d'acier X70 trempé après SQ à 760°C, montrant l'emplacement des lignes d'analyse EDS de carbone traversent les zones de ferrite de (F1) et (F3) adjacentes à la grain de martensite (M2); et la variation de la teneur en carbone le long de la ligne indiquée.




III.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous allons présenter et discuter les résultats obtenus par l'observation microstructurale, structurale et élémentaire sur un acier micro-allié au manganèse de norme API 5L de grade X70 utilisé pour le transport par canalisation du pétrole et du gaz.

Premièrement on commence par la présentation de notre protocole expérimental pour l'objectif principal est de transformer la microstructure d'acier X70 à partir de ferrito-perlitique (F+P) en (F+M), à l'aide des trempes, après des différents traitements thermiques, pour la bonne compréhension de l'effet des différents traitements thermiques sur les microstructures tel que :

- la morphologie de la phase martensite.
- la fraction volumique de la phase martensite.
- la teneur en carbone dans la perlite et la martensite.

Pour cela on a fait plusieurs types de caractérisation sur tous les échantillons traité thermiquement tel que: l'analyse microstructural par **MEB**, l'analyse élémentaire par **XRF** et **MEB-EDS** et l'analyse structural par des **DRX**, après l'enregistrement des tous résultats qui sont effectuées sur tous les échantillons, ensuite l'identification structurale et le traçage des différents graphes, ensuit des études d'évaluation paramétrique sur la sensibilité de la méthode des différents traitements thermiques sur la microstructure cristalline, cette approche nous permet d'avoir une meilleure compréhension de la l'effet des traitement thermique sur la microstructure de noter acier.

The image features a decorative graphic on the left side consisting of two stylized green leaves with white outlines, positioned above a blue wavy banner that spans across the bottom half of the page. The banner has a white shadow effect underneath it. The text 'Conclusion générale' is centered within the blue banner in a white, bold, serif font.

Conclusion générale



Conclusion

Au cours de cette étude, nous avons commencé par la partie théorique sur les aciers HLE et leurs catégories d'une façon générale, après on focalise notre étude sur l'acier micro-allié au manganèse de la norme **API 5L** de grade **X70** utilisé pour le transport par canalisation du pétrole et du gaz. après, on a présenté notre protocole expérimental pour la préparation des échantillons tel que : le découpage, les différents traitements thermique, le polissage, puis une attaque chimique, après on faire plusieurs types de caractérisation sur tous les échantillons traité thermiquement tel que: l'analyse microstructural par **MEB**, l'analyse élémentaire par **XRF** et **MEB-EDS** et l'analyse structural par **DRX**, après, cette approche nous permet d'avoir une meilleure compréhension de l'effet des traitements thermique sur la microstructure de notre acier. Ensuite, nous allons présenter et discuter les résultats obtenus par l'observation microstructurale, structurale et élémentaire, les conclusions essentielles qui peuvent être dégagés de cette étude sont les suivantes :

- La morphologie, la proportion et la distribution de la phase martensitique varient considérablement en fonction des types de traitement thermique **DP**(dual-phase), et cette variation joue un rôle important dans la détermination des propriétés du métal.
- Les résultats de **DRX** confirmés ont conduit à l'apparition d'une nouvelle phase, qui est la martensite.
- La phase martensitique est une phase métastable, elle se forme dans des conditions artificielles car elle dépend de la vitesse de refroidissement de l'échantillon (refroidissement rapide).
- Les résultats de **EDS-MEB** sont montrés que, la distribution chimique de chaque phase change avec chaque type des traitements thermiques
- La microstructure initiale de l'échantillon avant d'atteindre le domaine inter-critique ($\alpha+\gamma$), joue un rôle majeur dans la détermination de la morphologie du métal obtenue.

Cette manuscrit s'article sur :

On commence par une introduction

Chapitre I : Hauts grades d'aciers pour pipeline.

Chapitre II : Matériaux étudiés et techniques expérimentales.

Chapitre III : Résultats et interprétations.

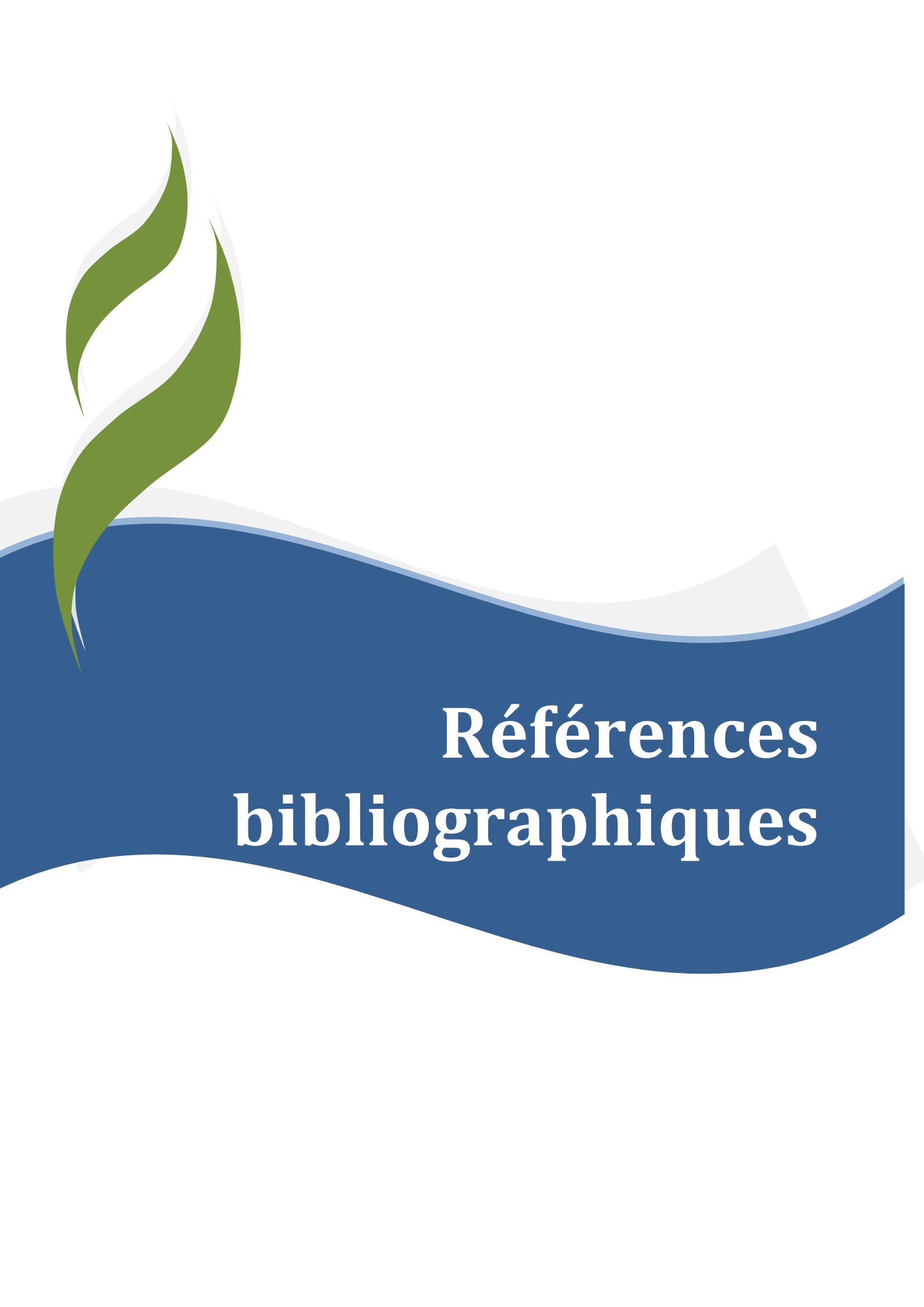


CONCLUSION GENERALE

On terminera par une conclusion générale

Comme perspectives à ce travail :

1. Etude pour minimiser les contraintes résiduelles dans les aciers par recuit.
2. Etude sur l'effet de traitement thermique sur la résistance de corrosion.

The image features a decorative graphic on the left side consisting of two stylized green leaves with white outlines, positioned above a blue wavy banner that spans across the middle of the page. The banner has a white shadow effect underneath it. The text is centered within the blue banner.

Références bibliographiques



- [HAD 13] Hadjouoi Fathi, Etude du comportement en fatigue des aciers pour pipelines à différents grades UNIV-Tlemcen, 2013.
- [BOU 10] Bouzid Rachid, Analyse des propriétés et caractéristiques des aciers des tubes et leurs influences sur la fiabilité des gazoducs. UNIV-Boumerdes, 2010.
- [GUE 08] Guedri Abdelmoumene, Conception et simulation numérique des caractéristiques mécaniques des pipelines UNIV-Annaba, 2008.
- [ALO 14] A. Alouache, A. Naili, M. Mokhtari, M. Zergoug, S. Nefouci. Etude du comportement XC 38 soumis à des contraintes thermique et axiale par les méthodes de contrôle non destructif (C.N.D). Centre de soudage et de contrôle (CSC), Annaba, 2014.
- [LOU 17] Loueil Lakhdar. Etude de l'influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et électrochimiques du joint soudé d'acier HSLA X70. UNIV-Laghouat, 2017.
- [KUM 14] Dipesh Kumar Mishra, Thermo-mechanical Processing of API-X60 Grade Pipe Line Steel. A Thesis Master in Technology (Department of Metallurgical and Materials Engineering National Institute of Technology Rourkela-769008.) May. 2014.
- [CLA 18] Bastien Clause. Modélisation des transducteurs électromagnétiques acoustiques (EMAT) pour le contrôle non-destructif (CND) de milieux ferromagnétiques. Mécanique des solides. Université Paris-Saclay, Français. 2018.
- [MAZ 06] Mohammad Mazinani, Deformation and Fracture Behaviour of a low-carbon Dual-Phase steel, these de doctorat, université de Columbia. 2006.
- [AND 05] Victor Andrade Carozzo, Influence du Niobium sur les Microstructures et les Propriétés d'Aciers Multiphasés à Effet TRIP, thèse de doctorat, université de Catholique de Louvain, Belgique. 2005.
- [MAR] Marc GRUMBACH, Technique de l'ingénieur, «Aciers microalliés», M4 525.
- [PAU 01] J. Paulbailon, J. Mariedorlot ``Des matériaux`` édition 200-2001.
- [KAZ 83] Kazuaki Matsumoto, Tadaaki Taira « Development of super tough acicular ferrite steel for line pipe optimization of carbon and niobium content in low carbon steel ». Oct 1983.
- [MAY 11] Nouredine Mayane, Smail Habbaina, Influence de la morphologie de la martensite et sa proportion ainsi que le traitement de revenu sur la microstructure et la dureté des aciers dual-phase X52 et X70, UAT-Laghouat, 2011.
- [MIC 05] Brandon Michael Hance, The influence of deformation-induced residual stresses on the post-forming tensile stress/strain behaviour of dual-phase steels. university de Pittsburg (USA). 2005.
- [SPE 81] Speich G.R., Demarest V.A., Miller R.L., Metallurgical Transactions A, pp. 1419-1428, Vol. 12. 1981.
- [AMA 07] Hug Amalric. Etude par mesure du bruit Barkhausen de la microstructure et de l'état de contrainte d'aciers biphasés : application aux aciers pour tôle



- automobile. L'INZA de Lyon, 2007.
- [JIA 92] Z. Jiang Liu J., Lian J., *Acta Metallurgica et Materialia*, pp. 1587-1597, Vol. 40 (1992).
- [JIA 95] Z. Jiang, Guan Z. Lian J. *Materials Science and Engineering A*, pp. 55-64, Vol. 190, 1995.
- [LIE 02] Liedl U., Traint S., Werner E.A., *Computational Materials Science* pp. 122-128, Vol. 25. 2002.
- [PIC 92] Pickering F.B. *Constitution and Properties of Steels*. VCH :, pp. 272 - 284 Weinheim, 1992.
- [ALA 03] AL-Abbasi F.M., Nemes J.A. *International Journal of Solids and Structures*, pp. 3379-3391, Vol. 40. 2003.
- [ALA 03] AL-Abbasi F.M., Nemes J.A. *International Journal of Solids and Structures*, pp. 1449-1465, Vol. 45. 2003.
- [ALA 07] AL-Abbasi F.M., Nemes J.A. *Computational Materials Science*, pp. 402-415, Vol. 39. 2007.
- [BAY 99] Bayram A., Uguz A., *Materials Characterization*, pp. 259-269, Vol. 43 1999.
- [BEC 81] J. Becker, E. Hornbogen, *Conference Proceedings (Chicago, 1981)*, R.A. Kot and B.L. Bramfitt, eds., Met. Soc. of AIME, New York, 1981.
- [BEL 12] BellhceneTassadit, *Etude de la nocivité des défauts dans les canalisations sous environnement hydrogène*. pp 70-74, UNIV-Tizi-Ouzou, 2012.
- [ZAZ 17] Zaza Abdelfatah. *Effet du taux déformation sur la résistance de corrosion d'un acier HSLA X70*. UAT-Laghouat, 2017.
- [ABD 19] Abdellaoui Maria. *Caractérisation microstructurale par bruit Barkhausen d'un acier X70*.ENS-Laghouat ,2019.
- [GUI] Guide of PTAPC-CRAPC LAGHOUAT.
- [YUE 12] Yueyue Hu, XiurongZuo, Rutao Li, Zhazhan Zhang, *Materials Research*, pp. 317-322, Vol. 15, 2012.
- [KRE 11] Benoit Krebs, Lionel Germain, Alain Hazotte, Mohamed Goune, *Journal of Materials Science*, pp.7026–7038, Vol. 46, 2011.
- [ERI 14] ErsoyErisir, OguzGurkanBilir, *JMEPEG*, pp.1055–1061, Vol. 23, 2014.
- [RUD 11] Rudnizki J, Böttger B, Prah U and Bleck W. *Metallurgical and Materials Transactions A*, pp. 2516-2525, Vol. 42, 2011.
- [NOU 10] A Nouri, H Saghafian and S Kheirandish. *Journal of Iron and Steel Research International*, pp.44-50, Vol.17, 2010.
- [NAV 86] E. Navara, B. Bengtsson, *Materials Science and Technology*, pp. 1196-1201, Vol. 2, 1986.
- [AHM 12] E. Ahmad, T. Manzoor, M.M.A. Ziai, and N. Hussain, *JMEPEG*, pp. 382–387, Vol.21, 2012.
- [THO 92] Thompson SW, Howell PR., *Materials Science and Technology*, pp.777-784, Vol.8, 1992.
- [ERD 02] M. Erdogan, *Journal of Materials Science*, pp. 3623-3630, Vol. 37 (2002).
- [OFF 02] Offerman SE, Van Dijk NH, Rekveldt MT, Sietsma J, *Materials Science and*



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Technology, pp. 297-303, Vol.18, 2002.
- [JOH 00] John D. Verhoeven, *Journal of Materials Engineering and Performance*, pp. 286-296, Vol.9, 2000.
- [BOL 15] Christian Boller, Chen-Ming Kuo, Georg Seiler, Przemyslaw Kolakowski, Chung-Hsin Kuo, Peter Starke, Jan Holnicki-Szulc. Integrated life cycle management of ageing steel infrastructure based on smart technologies .7th ecomas Thematic Conference on Smart Structures and Materials. SMART. 2015.

عنوان المذكرة : توصيف البنية المجهرية للفولاذ HLE المعالج حرارياً

الملخص

هذا العمل تجريبي بحث ويستند أساساً إلى دراسة تأثير المعالجات الحرارية المختلفة على التغيرات الهيكلية الدقيقة لصلب المنغنيز المخلوط بمعيار API 5L من الدرجة X70 المستخدم في النقل عن طريق خطوط أنابيب البترول والغاز. لهذا، انتقلنا من أنبوب خط أنابيب في X70 إلى قطع عينات صغيرة لمراقبة المعادن. بعد ذلك، تم إجراء ثلاث معالجات حرارية على عينات مختلفة، في هذه الحالة DQ (التبريد المباشر)، IQ (التبريد الوسيط)، SQ (التبريد التدريجي)، من أجل تطوير هيكل ثنائي الطور (Ferrite + Martensite) بمورفولوجيا مختلفة وجزء الحجم من طور مارتينسيتي ومحتوى كربون مختلف، ثم التحليلات الهيكلية الدقيقة بواسطة MEB (الفحص المجهر الإلكتروني) والتحليلات الهيكلية بواسطة DRX، والتحليلات الأولية بواسطة XRF وEDS-MEB. هذه النتائج هي نهج يسمح لنا بفهم أفضل لتأثير المعالجات الحرارية على البنية الدقيقة للفولاذ. كشفت هذه الدراسة أن شكل ونسبة وتوزيع المرحلة المارتينزية تختلف اختلافاً كبيراً اعتماداً على أنواع المعالجة الحرارية DP، ويلعب هذا الاختلاف أيضاً دوراً مهماً في تحديد خصائص المعدن، وأن الزيادة في درجات الحرارة بين الدرجة تسبب زيادة في حجم جزء الطور المارتيني. وأيضاً أن توزيع محتوى الكربون يصبح متجانساً تقريباً في البنية المجهرية البلورية.

الكلمات المفتاحية: الفولاذ HLE، الفولاذ X70، المعالجات الحرارية.

Titre de mémoire : caractérisation d'un acier HLE traité thermiquement

Résumé

travail est purement expérimental et s'appuie essentiellement sur l'étude de l'effet des différents traitements thermique sur les changements microstructuraux d'un acier micro-allié au manganèse de norme API 5L de grade X70 utilisé pour le transport par canalisation du pétrole et du gaz. Pour cela, nous avons procédé à partir d'un tube de pipeline en X70 à la découpe des petits échantillons pour l'observation métallographique. Puis, trois traitements thermiques ont été effectués sur les différents échantillons, en l'occurrence DQ (Direct Quenching), IQ (Intermediate Quenching), SQ (Step Quenching), afin de développer une structure dual phase (Ferrite+Martensite) avec différentes morphologies et fraction volumique de la phase martensitique et avec des teneur en carbone différents, Ensuite, une analyses microstructurales par MEB (Microscopie Electronique à Balayage) et des analyses structurales par DRX, et analyses élémentaires par XRF et EDS-MEB. Ces résultats est approche nous permet d'avoir une meilleure compréhension de l'effet des traitements thermique sur la microstructure de notre acier. Cette étude a révélé que la morphologie, la proportion et la distribution de la phase martensitique varient considérablement en fonction des types de traitement thermique DP, et cette variation joue aussi un rôle important dans la détermination des propriétés du métal, et que l'augmentation de la températures inter-critique provoque une augmentation de la fraction volumique de la phase martensitique. Et aussi que la distribution de teneur en carbone devient presque homogène dans la microstructure cristalline.

Mots clés : Les acier HLE, l'acier X70, les traitements thermiques.

The title: microstructurale characterization of heat treated HLE steel

Abstract

This experimental work is based mainly on the study of the impact of various thermal processors on the subtle structural changes of the X70-grade API 5L-mixed manganese steel used for transport by petroleum and gas pipelines. For this, we went from a pipeline tube in X70 to cutting small samples to monitor metals. Thereafter, three thermal processors were performed on different samples, in this case DQ (direct quenching), IQ (intermediate quenching), SQ (step quenching), in order to develop a dual-phase structure (Ferrite + Martensite) with different morphology, part size of the Martencity phase and different carbon content, and then precise structural analyses by SEM (These results are an approach that allows us to better understand the impact of thermal processors on the precise structure of steel. This study revealed that the shape, proportion and distribution of the Martinis phase varies greatly depending on the types of DP heat treatment, and this difference also plays an important role in determining the characteristics of the metal, and that the increase in temperature between critical temperatures causes an increase in the size of the Martini phase part. Also, the distribution of carbon content becomes almost homogeneous in the crystal microstructure.

Keywords: HLE steel, X70 steel, thermal processors.