

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

École Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie



Mémoire de Magister

Présenté par : **Sofiane DJERAF**

Ingénieur d'Etat en Métallurgie

Thème

**ETUDE COMPARATIVE DE L'INFLUENCE DU TAUX DE
DEFORMATION ET DE LA TEMPERATURE DU RECUIT
SUR LA MICROSTRUCTURES ET LES PROPRIETES
MECANIQUES DE DEUX ACIERS À HAUTE LIMITE
D'ELASTICITE (HLE) DE TYPE API X70**

Présenté devant le jury :

Mr. SALHI Essaid

Mr. DJEGHLAL Mohamed-Elamine

Mr. BOUABDALLAH Mabrouk

Mr. MESRATI Nadir

Mr. CHITROUB Mohamed

Mr. ABADLI Kamel

Professeur ENP

Professeur ENP

Professeur ENP

Professeur ENP

Professeur ENP

MAA ENP

Président du jury

Directeur de thèse

Examineur

Examineur

Examineur

Invité

Année universitaire 2011-2012

E.N.P 10, Avenue Hassen-Badi, EL HARRACH, ALGER

Remerciement

Je tiens d'abord à remercier Mon Directeur de thèse le Professeur M. E. DJEGHLAL pour la confiance qu'il m'a accordée, pour son soutien et ses conseils. Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur R. BADJI, Maître de Recherche au CSC, qui est à l'origine de cette étude, pour ses conseils et ses suggestions sur le plan scientifique.

Je remercie Mr K. ALAOUACHE, Ingénieur à la SNVI, de m'avoir aidé à faire le découpage des échantillons, et Mr N. TITOUCHE, Ingénieur au CRNB, de m'avoir réalisé les essais de traction.

J'exprime ma profonde gratitude à Mr BRITAH de l'EMP, de m'avoir accueilli dans son laboratoire à l'Ecole Militaire Polytechnique, ainsi à leur collègue Mr BOUDIAF.

Je tiens également à remercier aussi tout le personnel du Centre de Développement des technologies avancées CDTA et plus particulièrement Messieurs : F. HADJLAARBI, Y. Khereddine, A. SADAOUI et M^{me} BELAROUSSI, pour leurs aides précieuses.

Enfin, je remercie Monsieur E. SALHI de m'avoir accepté de présider mon jury, et Messieurs: M. BOUABDALLAH, N. MESRATI, M. CHITROUB et K. ABADLI qui m'ont fait l'honneur d'examiner ce travail.

ملخص

هذه الدراسة ركزت على مقارنة الخصائص لفولاذيين ذات قوة عائد مرتفعة HSLA، من نوع API X70، مختلفا التسمية (Arcelor و Tysseon)، و اللذان يستخدمان في خطوط الأنابيب ذات القطر الكبير لنقل الغاز، و التي تسمح لنا باختيار الأفضل في الخصائص و خفض تكلفة مشروع نقل الغاز. لأجل هذا قمنا بإجراء تحليل المواد الكيميائية وتوصيف البنية المجهرية والخصائص الميكانيكية للفولاذين، ثم خضعنا عدد من عينات الشد المشوهة بدرجات مختلفة إلى معالجة حرارية تحت درجات حرارة مختلفة لدراسة تأثير معدل التشوه ودراجات الحرارة على تطور البنية المجهرية والخصائص الميكانيكية. وأظهرت النتائج أن الخصائص الميكانيكية للفولاذ 1 (Tysseon) هي أحسن من خواص الفولاذ 2 (Arcelor)، لكن هذا الأخير يمتاز بأفضل قابلية للحام.

كلمات مفتاحية : الفولاذ HSLA، البنية المجهرية، التشوه البارد، التلدين، الخصائص الميكانيكية، إعادة التبلور.

Résumé

Cette étude a été consacrée à la comparaison des caractéristiques de deux aciers à haute limite d'élasticité grade API X70 de dénomination différente (Arcelor et Tysseon), utilisé en Pipeline pour le transport du gaz à grand diamètre, ce qui permet de faire un meilleur choix des propriétés, et de réduire de façon significative le coût du transport. Pour cela on a procédé à une analyse chimique et une caractérisation microstructurale et mécaniques, ensuite nous avons subis des éprouvettes de traction déformés à différents taux, des traitements de recuit à différentes températures, à fin d'étudier l'influence du taux de déformation et de la température de recuit sur leurs microstructure et sur leurs propriétés mécaniques. Les résultats obtenus montrent que les propriétés mécaniques de l'acier 1 (Tysseon) sont supérieures à ceux de l'acier 2 (Arcelor), mais ce dernier présente une meilleure soudabilité.

Mots clés: Acier HLE, acier microallié, microstructure, déformation à froid, propriété mécanique, écrouissage, recuit, restauration, recristallisation.

Abstract

This study focused on comparing the characteristics of two *High-strength low-alloy (HSLA) steels* of API X70 grade, denominate (Tysseon and Arcelor), used in Pipeline with large diameter for transport gas, which allows for better select properties, and significantly reduce the cost of transportation. For this, we conducted a chemical analysis and microstructural characterization and mechanical, then the tensile specimens work-hardened at different rates, are annealed at different temperatures at the end of the study the influence of strain rate and annealing temperature on their microstructure and mechanical properties. The results show that the mechanical properties of steel 1 (Tysseon) are higher than those of steel 2 (Arcelor), but this last has better weldability.

Key words: HSLA steel, microalloyed steel, microstructure, cold deformation, mechanical property, work-hardening, annealing, recovery, recrystallization.

SOMMAIRE

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 Les aciers à haute limite d'élasticité (HLE)	
1. Introduction.....	4
2. Traitements thermomécaniques TTM des aciers HLE.....	5
2.1. Bases métallurgiques des traitements thermomécaniques.....	5
2.2. Classification des traitements thermomécaniques.....	8
2.2.1. Mode d'obtention des tôles HLE.....	8
2.2.2. Tôles à tubes.....	10
2.2.3. Fabrication des tubes (pipes).....	11
• Tube soudé longitudinalement.....	11
• Tube soudé en spirale.....	12
2.2.4. Laminage contrôlé.....	13
2.2.5. Mécanisme métallurgique de fabrication des tubes.....	14
3. Influence des éléments de composition chimique sur les propriétés des aciers à HLE.....	15
3.1. Effet du carbone.....	17
3.2. Influence des éléments d'alliages.....	17
• Effet du Manganèse	18
• Effet du Silicium et du chrome	18
• Effet de l'aluminium et de l'azote.....	19
- Azote libre.....	19
- Azote combiné à l'aluminium.....	19
3.3. Les éléments microalliés.....	20
a) Titane.....	20
b) Niobium.....	20
c) Vanadium.....	21
3.3.1. Précipitation des éléments microalliés.....	21
• Précipitation au recuit.....	21
3.3.2. Effet des microalliés sur la recristallisation.....	22
- Cas de la ferrite.....	22
3.3.3. Effet des éléments microalliés sur les propriétés.....	22
4. Caractérisation et classification des aciers HLE.....	23
4.1. Caractérisation des aciers HLE.....	23
4.2. Classification des aciers HLE.....	25
4.2.1. Les aciers HSLA résistants à la corrosion atmosphérique.....	25
4.2.2. Les aciers microalliés ferrito-perlitique.....	25
4.2.3. Les aciers perlitiques de construction laminés.....	26
4.2.4. Les aciers à ferrite aciculaire.....	26
4.2.5. Les aciers à double phase (dual phase).....	27
4.2.6. Les aciers en forme d'inclusions contrôlées.....	27

Chapitre 2 Déformation plastique et recristallisation

1. Déformation plastique dans les métaux	28
1.1. Introduction.....	28
1.2. Plasticité des polycristaux.....	28
1.3. Microstructures de déformation.....	28
1.4. Energie du travail à froid.....	30
1.5. Influence de la taille du grain sur les propriétés plastiques.....	31
2. Restauration et recristallisation	32
2.1. Introduction.....	33
2.2. Restauration.....	34
2.3. Recristallisation.....	36
2.3.1. Recristallisation primaire.....	36
2.3.2. Lois de la recristallisation.....	37
2.3.3. Croissance.....	39
2.3.4. Cinétique de la recristallisation.....	40
2.3.5. Facteurs influant la recristallisation.....	41
a) Le taux de déformation.....	41
b) Les impuretés.....	41
c) L'orientation des grains par rapport à la matrice.....	41
d) Les paramètres du recuit.....	41
2.3.6. Propriétés des métaux recristallisés.....	42

Chapitre 3 Techniques expérimentales

1. Introduction	43
2. Présentation du matériau étudié	43
2.1. Analyse chimique du matériau.....	43
2.2. Caractéristiques mécaniques du matériau.....	44
3. Etude des propriétés mécaniques	44
3.1. L'essai de traction.....	44
3.2. La courbe conventionnelle.....	45
3.3. La courbe rationnelle.....	46
3.3.1. Contrainte vraie.....	46
3.3.2. Déformation rationnelle.....	47
3.4. Valeurs des caractéristiques mécaniques déduites de la courbe de traction.....	48
a) Le module d'Young E	48
b) La limite d'élasticité R_e (ou contrainte d'écoulement).....	49
c) Résistance à la rupture R_m	50
d) Allongement à la rupture $A\%$	50
e) Striction.....	51
f) L'allongement de la striction.....	51
g) Le coefficient d'écrouissage n et le paramètre de consistance k	51
	52

3.5. Propriétés mécaniques.....	52
- La ductilité.....	52
- La résilience W	53
- Ténacité K_c	54
3.6. Etude fractographique de faciès de rupture	56
3.6.1. La rupture ductile.....	57
3.6.2. La rupture fragile.....	58
3.7. Mode opératoire.....	59
4. Traitement de recuit.....	63
5. Techniques de caractérisation.....	64
5.1. La métallographie en microscope optique et électronique.....	64
5.1.1. Examen métallographique au microscope optique.....	64
5.1.2. Calcul de la taille des grains.....	65
5.1.3. Mesure de la fraction recristallisée.....	66
5.1.4. Observation au MEB et microanalyse chimique par EDS.....	67
5.2. Analyse par diffraction des rayons X.....	68
5.3. Essais de dureté et microdureté.....	70
5.3.1. Introduction.....	70
5.3.2. Principe de l'essai dureté Vickers HV.....	70
5.3.3. Appareil et paramètres de mesure de la dureté et microdureté.....	71

Chapitre 4 Résultats et interprétation

1. Caractérisation des aciers à l'état de réception.....	73
1.1. Analyse des éléments de la composition chimique.....	73
1.2. Analyse des propriétés mécaniques.....	74
1.2.1. Courbe de traction conventionnelle et caractéristique mécaniques.....	74
1.2.2. Courbe de traction rationnelle et caractéristique mécaniques.....	76
1.2.3. Mesure de dureté et microdureté.....	78
1.2.4. Analyse fractographique de faciès de rupture.....	78
a) Analyse macroscopique.....	78
b) Analyse microscopique.....	79
1.3. Analyse métallographique de la microstructure à l'état reçu.....	82
1.3.1. Observation au microscope optique.....	82
1.3.2. Observation au MEB et micro-analyse chimique des particules.....	84
1.4. Caractérisation par diffraction des rayons X.....	91
1.5. Conclusion.....	95
2. Déformation et analyse de la plasticité des deux aciers.....	96
2.1. Courbes de traction conventionnelle.....	96
2.2. Courbes de traction rationnelle.....	100
2.3. Mesure de dureté et microdureté.....	105
2.4. Analyse métallographique de la microstructure déformée.....	107
2.5. Conclusion.....	110
	111

3. Analyse des résultats de traitement de recuit	
3.1. Influence de la température sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques.....	111
- Cas du taux d'allongement de 5 %.....	111
- Cas du taux d'allongement de 10 %.....	115
- Cas du taux d'allongement de 20 %.....	118
- Cas du taux d'allongement de 30 % pour l'acier 1 et 25% pour l'acier 2.....	123
3.2. Influence du taux d'allongement sur la microstructure et les propriétés mécaniques.....	127
- cas de recuit à 680°C.....	127
- cas de recuit à 750°C.....	130
- cas de recuit à 820°C.....	133
3.3. Observation au MEB et microanalyse chimique de métal recuit.....	137
3.3.1. Influence de traitement de recuit sur l'apparition des éléments chimiques.....	145
3.4. Caractérisation par diffraction des rayons X de métal recuit.....	146
3.5. Conclusion.....	150
Conclusion générale et perspective.....	152
Référence bibliographique.....	155

Introduction générale

Pour mieux optimiser le choix des aciers en fonction de leur utilisation, les sidérurgistes ont mis au point de nouvelles nuances dites « à haute limite d'élasticité HLE », qui présentent des performances mécaniques accrues tout en conservant de bonnes caractéristiques de formabilité et de soudabilité. Les tôles produites en aciers HLE offrent la possibilité d'alléger les ensembles en réduisant les sections des pièces, ce qui est synonyme de produits moins chers, donc plus compétitifs.

Jusqu'aux années 1950, les aciers se décomposaient en aciers ordinaires et aciers spéciaux. Les aciers ordinaires et les aciers spéciaux non alliés n'avaient comme éléments d'alliages que le carbone, parfois du manganèse ou du silicium comme éléments de calmage et éventuellement un peu d'aluminium. Les aciers spéciaux alliés avaient des teneurs en éléments d'addition qui se situaient au-dessus de 0,2 % en général. La première exception, liée à la présence d'un élément en très faible quantité en solution solide, a concerné l'aluminium quand il a été considéré comme actif à l'état métallique dans les tôles minces ou fortes en formant NAl, mais il n'est pas considéré comme un élément microallié, malgré sa teneur en solution de l'ordre de 0,03 à 0,06%, bien que l'addition de vanadium en petite quantité dans des aciers de construction remonte aux années 1940. C'est à partir des années soixante (1958) que les premiers aciers HLE contenant de niobium avec une excellente ténacité ont été développés à l'origine comme produits de tôles laminés pour la canalisation d'Alaska, puis, en 1959 Beiser découvre que l'addition d'une petite quantité de niobium (jusqu'à 0,06 %) augmente la résistance à la rupture à 100 MPa, mais la température de transition impacte s'élève à 40°C dans les aciers laminés à chaud. En normalisant l'acier, la résistance à la traction a été réduite au même niveau, mais la limite d'élasticité et la température de transition ont été améliorées de 50-80 MPa et 25-70°C, respectivement, par rapport aux aciers normalisés sans niobium [1].

La mise au point du laminage contrôlé des plaques sur laminoir quarto, facilitée par la présence de niobium, a confirmé dès la moitié des années 1960 l'existence d'une nouvelle famille de nuances avec d'autres additions, comme le vanadium et le titane qui étaient déjà utilisés dans certains aciers. Ce développement a été facilité par la commodité de l'addition de ferroniobium en aciérie car le niobium est beaucoup moins oxydable que le titane ou l'aluminium, d'où un bon rendement de l'addition même dans des aciers semi-calmés ; de plus, il n'a pas d'affinité pour le soufre ou le phosphore, donc pas de teneur inefficace, cela est d'autant plus appréciable que le niobium est un métal cher.

L'autre élément favorable a été la demande croissante d'aciers facilement soudables, donc avec une tendance à la baisse de la teneur en carbone ; cette baisse devait être compensée par une addition, et une faible addition de niobium pouvait convenir sans changement notable du cycle de fabrication. Il faut également ajouter la découverte, au Brésil d'une mine de niobium très importante.

Par la suite, les connaissances sur le mode de durcissement, la diffusion de l'emploi du laminage contrôlé, les progrès de la métallurgie secondaire et l'utilisation du vide, la production de masse d'aciers à hautes caractéristiques ont ouvert de multiples applications aux nuances contenant de faibles quantités d'éléments microalliés. Comme le mode d'action des additions, se traduit par la formation de précipités fins et même très fins et dispersés, cette nouvelle catégorie de nuances a souvent été

désignée sous le vocable d'*aciers à dispersoïdes*, mais le terme de *microalliés* est le plus répandu. Des premières utilisations pour les tôles fortes, on est passé naturellement aux tôles minces laminées à chaud, puis aux tôles laminées à froid et, par la suite, aux produits longs comme les poutrelles, les ronds à béton, les rails et les barres pour construction mécanique ; enfin, des applications ont été jugées intéressantes pour des produits forgés.

L'addition d'éléments microalliés permette d'adapter la métallurgie à diverses préoccupations comme l'obtention de propriétés élevées sans ajout d'éléments en forte quantité, la suppression de traitements thermiques et l'amélioration de certaines propriétés d'emploi [2].

Dates	Evènements	Réactions de l'industrie
1943	Observation de la transition ductile-fragile dans les aciers au carbone des navires	Introduction de l'énergie de rupture minimale de 20J dans les spécifications des plaques pour navires
1954	La transition ductile-fragile est considérée pertinente pour les pipelines	TÜV introduit l'énergie requise de 34,3J/cm ² pour les pipelines
1960	Rupture fragile sur 13 km dans un gazoduc NPS30	Développement de l'essai Battelle (BDWTT)
1968	Propagation par rupture ductile dans un matériau non fragile supposé résistant aux fissures	Introduction de l'énergie Charpy minimale issue de différents modèles de rupture
1970	Proposition de construction du gazoduc Alaska/Canada (CAGSL)	Développement centré frénétiquement sur l'X80 (551MPa) et des résiliences requises à -69°C
1972	Fissuration induite par l'hydrogène dans un pipeline X65-BP à Umm Shaif (E.A.U)	Introduction du test BP (NACE TM-02-84[Solution B])
1974	Arrêt de fissure imprévu lors d'un essai à échelle réelle, attribué aux gaz riches, aux séparations, aux fortes contraintes circonférentielles et aux modèles erronés	Introduction de stop-fissures (crack arrestors), amélioration de la modélisation de l'arrêt de fissure et révision des idées de laminage pour les pipelines à hautes résistances
1978	Défaillance par fissuration par corrosion sous contrainte dans des pipelines nouvellement installés en Australie et au Canada	Meilleure contrôle métallurgique (dureté) et amélioration des revêtements externes. Amélioration des protocoles de mise en œuvre.
1978	Pénurie de molybdène et augmentation de prix	X70 sans molybdène, ajout de Nb-Cr+TMCP
1988-89	Augmentation du prix du vanadium à 50\$/kilo	Aciers sans vanadium, substitué par du Mo, Cr+TMCP
1990	Développement des réserves en pétrole et gaz en eau profonde et nouveaux pipelines: Oman jusqu'en Inde et la Mer Noire	Pipeline DSAW (roulé soudé) de forte épaisseur résistant au flambement sous pression, développé en même temps que les pipelines en aciers à hauts grades de 80 ksi (552MPa) sans soudure
1997	Besoin de système haute pression pour développement en Arctique	Aciers ultra résistance (UTS de 135 ksi = 931,4 MPa) et renforcement composite des aciers conventionnels.

Tableau 1 : Les facteurs qui ont influencé le développement des pipelines en aciers [3].

A partir des années quatre-vingt, les aciers microalliés sont devenus d'usage courant, et ont trouvé leur place dans une variété d'applications y compris les pipelines, l'industrie automobile, la construction métallique, les appareils à pression, les navires et plates-formes offshore, etc. Ceci est dû aux propriétés uniques qu'ils possèdent telles que:

- haute résistance à la rupture,
- une limite élastique conventionnelle de plus de 40 ksi (275 MPa),
- excellente ductilité favorisant les propriétés fonctionnelles telles que soudabilité et choix de revêtement,
- propriétés internes maîtrisées,
- une structure à grains fins,
- un faible teneur en carbone, ce qui donne une bonne soudabilité,
- d'excellentes propriétés de formage à froid.

Les pipelines d'aujourd'hui sont l'aboutissement d'une évolution progressive de leurs propriétés depuis la seconde guerre mondiale, suite à un évènement économique, une catastrophe ou à une découverte scientifique, le tableau 1.1 présente les facteurs qui ont influencé le développement des pipelines en acier.

Notre présent travail porte sur deux tubes industriels Tysseon et Arcelor, en acier à HLE de grade API X70, utilisé en pipelines pour le transport du gaz à grand diamètre. À fin d'avoir le meilleur choix de leurs propriétés, nous procédons à une analyse chimique et aux caractérisations microstructurales et mécaniques de ces deux aciers à l'état de réception, en suite nous étudions l'évolution de la microstructure, et des propriétés mécaniques au cours de l'écrouissage et du traitement de recuit. Le travail est organisé selon le plan suivant :

Le premier chapitre présente une revue des aciers à haute limite d'élasticité HLE; leurs classifications, leurs traitements thermomécaniques, ainsi que l'effet des éléments microalliés.

Le deuxième chapitre est consacré pour décrire quelques éléments de métallurgie concernant la déformation plastique dans les métaux et les mécanismes de restauration et de recristallisation.

Dans le troisième chapitre, nous présenterons les matériaux étudiés, leurs propriétés, ainsi que le matériel expérimental et les méthodes utilisées pour leurs traitements et leurs caractérisations.

Le quatrième chapitre est dédié à la présentation de nos résultats et interprétations.

Enfin, nous exposerons les conclusions de l'étude et nous proposerons de nouvelles perspectives de recherche des aciers à haute limite d'élasticité.

Les aciers à haute limite d'élasticité (HLE)

1. Introduction

Dans les années 70, le laminage thermomécanique (TM) remplace le laminage suivi d'une normalisation. Le laminage thermomécanique permet de produire des matériaux équivalents à des X70, à partir d'aciers à faible teneur en carbone et microalliés au niobium et vanadium. Un procédé amélioré émerge dans les années 80, il s'agit de la combinaison d'un laminage thermomécanique avec un refroidissement accéléré (TM+ACC). Par cette méthode, il est devenu possible de produire des matériaux à plus haute limite d'élasticité, tels que le X80, qui contiennent encore moins de carbone et de ce fait possèdent une excellente soudabilité. Dans les années 90, le laminage thermomécanique est suivi d'un refroidissement accéléré et d'une trempe (TM+ACC/DQ). Ce dernier procédé, laminage thermomécanique combiné à un refroidissement accéléré, en plus des additions de molybdène, de cuivre et de nickel permet d'augmenter le niveau de résistance jusqu'au grade X100. La figure 1.1 présente le développement des aciers à haute limite d'élasticité [3].

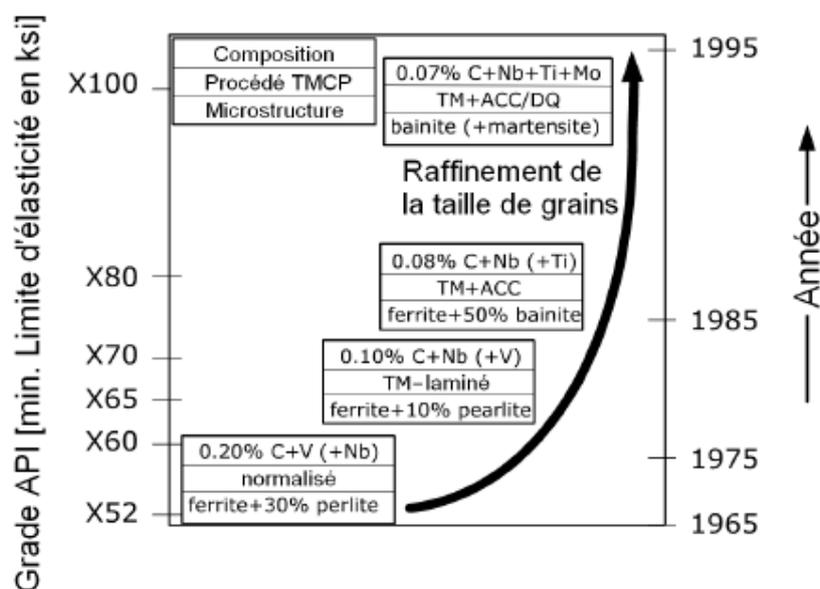


Figure 1.1: Développement des pipelines (composition, procédé TMCP, microstructure, API grade) [3].

L'amélioration des propriétés des aciers à haute limite d'élasticité (HLE) est fortement liée aux très petites quantités de carbures solides ou de carbonitrides formés à partir des éléments microalliés tels que : Nb, V, et Ti, ajoutés pour renforcer la précipitation, ainsi que le traitement thermomécanique contrôlant la transformation des phases et conduisant à l'affinement des grains.

2. Traitements thermomécaniques TTM des aciers HLE

L'essor des nouveaux traitements thermomécaniques s'est accentué ces dernières années pour les raisons suivantes :

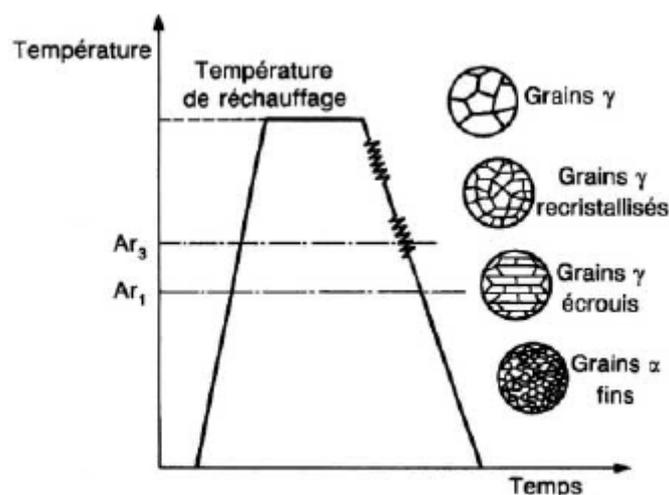
- la recherche d'économies d'énergie et de suppression de certaines nuisances en évitant de faire des traitements thermiques aussi bien dans la sidérurgie que chez les utilisateurs ;
- le raccourcissement des circuits de fabrication et la diminution des délais de livraison ;
- l'obtention de caractéristiques mécaniques et de propriétés non réalisables par traitement thermique : c'est le cas par exemple des compromis haute limite d'élasticité-soudabilité.

Ces progrès n'ont été rendus possibles que grâce à l'évolution des outils, des connaissances métallurgiques, des mesures en ligne, des modèles de laminage et des automatismes. Ce sont les laminoirs modernes équipés d'appareils de mesure et de régulation qui ont permis l'obtention de schémas thermomécaniques performants et reproductibles. Le chemin thermique dépend de la température de départ, de la forme des produits, des temps d'attente éventuels pour profiter de refroidissements naturels de demi-produits, des refroidissements accélérés intermédiaires ou en phase finale. Les paramètres sont donc nombreux et les schémas de déformation en passes successives seraient difficiles à réaliser si les éléments Ti ou Nb ne permettaient pas de gagner du temps en retardant la recristallisation. De ce fait, les aciers avec TTM contiennent le plus souvent des éléments de microalliés comme le Ti, Nb et V, c'est le cas pour les aciers à haute limite élastique (HLE) ou aciers microalliés.

2.1. Bases métallurgiques des traitements thermomécaniques

Les phénomènes métallurgiques successifs qui peuvent participer aux traitements thermomécaniques sont les suivants (figure 1.2) :

- contrôle de la taille du grain γ austénitique par des précipités ou par le choix de température de chauffage avant laminage adapté ;



Ar_1 température à laquelle l'austénite achève de se transformer en ferrite et cémentite au cours du refroidissement

Ar_3 température à laquelle la ferrite commence à se former au cours du refroidissement

Figure 1.2: Procédé typique de traitement thermomécanique des aciers microalliés [4].

- affinement du grain γ par recristallisations successives en températures décroissantes ;
- écrouissage du grain austénitique dans un domaine de non-recristallisation ;
- nucléation de grains ferritiques fins à partir de grains γ fins et/ou écrouis, ou de structures non ferritiques fines par le même processus ;
- écrouissage intercritique pendant la transformation ;
- écrouissage de grains ferritiques ;
- affinement du grain α par refroidissement accéléré ou affinement de structures perlitiques ou bainitiques ;
- formation de martensite ou bainite à partir d'austénite fine et écrouie (trempe directe) ;
- trempe interrompue avec formation de mélanges de structures ;
- autorevenu après trempe interrompue.

Un traitement thermomécanique industriel fait appel à plusieurs de ces mécanismes métallurgiques [5-6].

Le but de traitement est l'affinement des structures en particulier des grains, ce qui augmente les caractéristiques mécaniques et améliore la ténacité [4].

L'affinement se produit en deux stades, dans l'austénite puis au moment de la transformation en ferrite.

Dans l'austénite on distingue trois domaines de températures d'évolution du grain γ (figure 1.3) :

- à haute température (figure 1.3-a), la recristallisation a lieu après chaque déformation suivie d'un grossissement de grain freiné par le Nb ou le Ti ;
- à température intermédiaire (figure 1.3 -b), la recristallisation peut être incomplète, ce qui conduit à un mélange de grains fins recristallisés et de grains écrouis ; à la passe suivante l'écrouissage supplémentaire fera recristalliser en premier les gros grains, d'où une certaine homogénéisation ;
- en dessous de la température de non-recristallisation (figure 1.3-c), les grains s'allongent sous l'effet de la déformation.

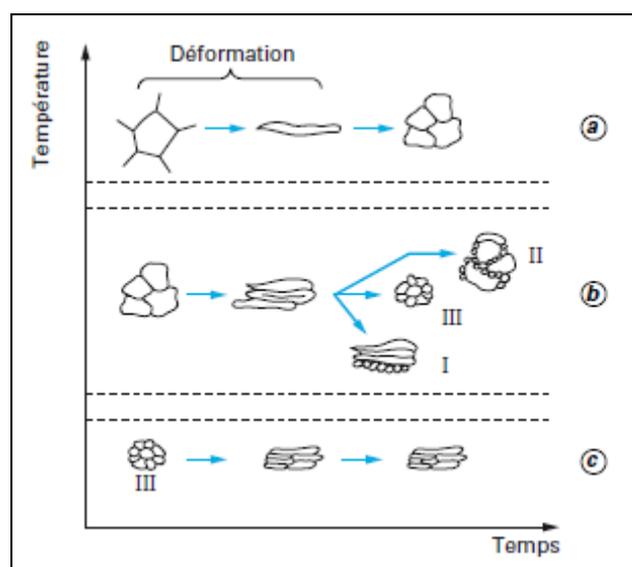


Figure 1.3: Evolution de la recristallisation en cours de laminage [2].

À l'apparition de la ferrite, les grains seront d'autant plus fins que les grains γ seront fins et écrouis. Dans un schéma industriel, il faut tenir compte du refroidissement naturel du produit en fonction du temps, il n'y a pas de phénomène isotherme et l'absence de recristallisation entre les passes se présente comme sur la figure 1.4 qui montre l'augmentation des contraintes due à la fois à l'écrouissage et à la baisse de températures.

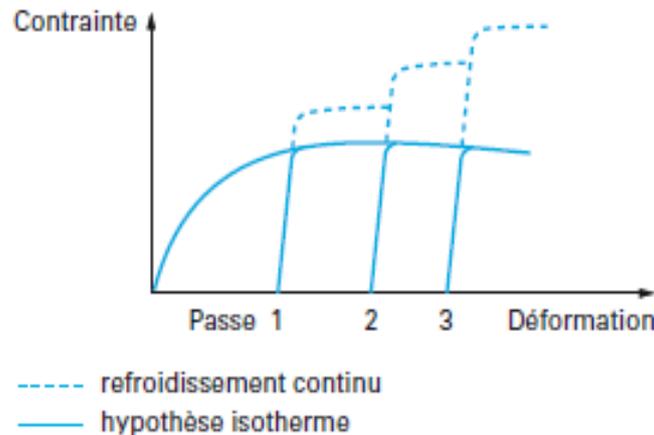


Figure 1.4: Additivités des déformations lors de passes successives dans un métal qui ne recristallise pas.

L'évolution de la taille de grain γ au cours d'un laminage est représentée sur la figure 1.5 [7].

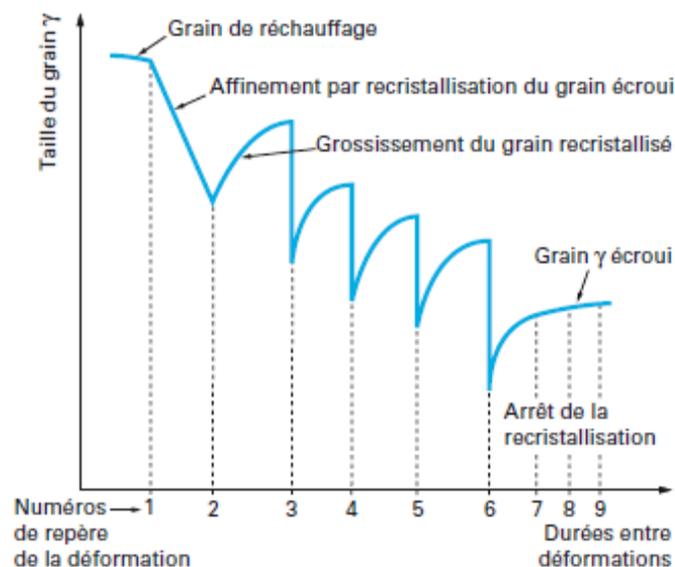


Figure 1.5: évolution de la taille de grain γ au cours d'un laminage.

En pratique, suivant l'épaisseur du produit, des attentes sont nécessaires afin de suivre les zones de recristallisation désirées ou de non-recristallisation. Le phénomène d'écrouissage-recristallisation peut se poursuivre pendant le changement de phase, ce qui conduit à un mélange de grains transformés écrouis et de nouveaux grains fins.

Après transformation complète, si la déformation reprend il y a écrouissage de grains ferritiques (d'où le nom de **laminage ferritique**) et ces grains écrouis ne recristalliseront que si l'on a un maintien à une température suffisante.

2.2. Classification des traitements thermomécaniques

Il faut distinguer les chemins thermomécaniques suivant les types de produits et les procédés de formage [2].

Outre le schéma de laminage à chaud primordial pour l'obtention des grains austénitiques désirés, le cycle de refroidissement après laminage est devenu une étape capitale grâce aux nouvelles technologies disponibles : refroidissement accéléré pour produits plats et produits longs. La classification des traitements en ligne de laminage peut se faire selon les critères suivants:

- la forme du produit : tôle forte, tôle mince, fil, poutrelles, barres, rails ;
- la structure métallurgique obtenue : ferrite, ferrite-perlite, bainite, perlite fine, martensite, mélanges de structures ;
- les facteurs techniques de l'opération : domaine de température, taux d'écrouissage dans l'austénite stable ou métastable, écrouissage de la ferrite, épaisseur du produit et/ou vitesse de refroidissement, autorevenu ou revenu.

Dans notre cas, on se concentre juste sur le traitement thermomécanique qui nous permet de produire des tubes (pipeline) à partir des tôles à haute limite d'élasticité.

2.2.1. Mode d'obtention des tôles HLE

Les tôles à haute limite élastique contiennent toutes de l'aluminium, du niobium, du vanadium et du titane. Elles sont obtenues par laminage à chaud au cours duquel elles subissent une forte réduction d'épaisseur de l'ordre de 70 %. Cela a pour effet d'entraîner un durcissement considérable du métal en introduisant des modifications importantes dans la structure cristalline des grains :

- la densité des défauts (dislocations) augmente ;
- la répartition faiblement anisotrope des orientations cristallographiques de grains est transformée en une répartition fortement anisotrope.

Le cycle général d'obtention d'un acier HLE (à haute limite d'élasticité) comporte les étapes représentées d'une façon schématique sur la figure 1.6-a. Elles correspondent:

- Au réchauffage de la brique ;
- au maintien à une température T_R durant un temps t_R ;
- au laminage à chaud à la température requise ;
- au refroidissement par arrosage ;
- au bobinage à la température requise.

L'obtention des propriétés désirées de l'acier extra-doux à basse teneur en carbone, calmés à l'aluminium ou contenant des éléments microalliés tels que le niobium et le titane permettant d'acquérir des propriétés intéressantes, dépend fortement de ces étapes.

a) Cycle général d'obtention d'un acier plat

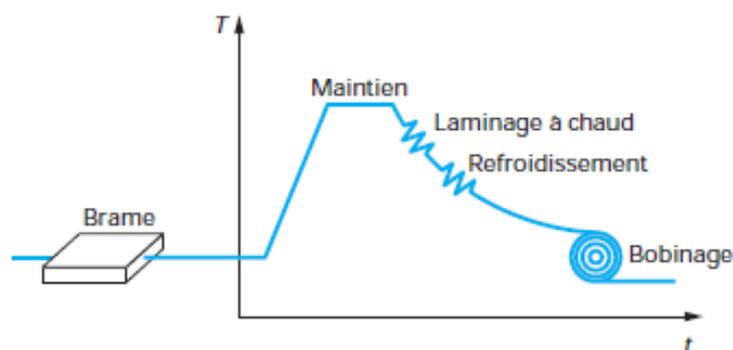
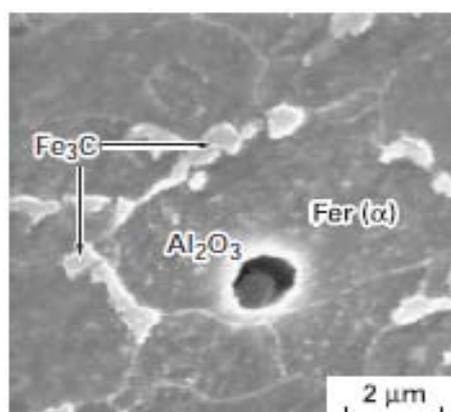
b) Microstructure de la tôle HLE (inclusion typique d'aluminium Al_2O_3 , acier à 0,09% C).

Figure 1.6 : Obtention et microstructure d'une tôle HLE.

Dans la pratique, la température de réchauffage de brames est assez élevée pour que les précipités (nitride d'aluminium, carbonitride de niobium ou carbure de titane), formés au cours de leur refroidissement à la sortie de la coulée continue, se remettent en solution dans l'austénite. La température de fin de laminage doit être aussi proche que possible de la température de transformation A_{r3} afin d'avoir un grain austénitique aussi fin que possible, tout en évitant un laminage intercritique (entre A_{r3} et A_{r1}) qui conduirait à une structure hétérogène. Après laminage, la tôle est refroidie par arrosage, puis elle est bobinée : la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, qui a lieu au cours du refroidissement, conduit à une taille des grains ferritiques d'autant plus petite que la vitesse de refroidissement est plus élevée. La température de bobinage, qui définit pour la tôle formée un traitement thermique d'autorecuit, joue un rôle important par son action sur la taille des grains et la précipitation des carbures, nitrides ou carbonitrides. La cémentite est légèrement coalescée et finement dispersée si le bobinage est effectué vers 600°C ; elle est fortement coalescée et rassemblée aux joints de grains pour un bobinage effectué vers 750°C . La microstructure de la tôle HLE, observée au microscope électronique à balayage correspond bien à ce dernier cas (Figure I.6-b). Dans le cas des aciers calmés à l'aluminium, la précipitation de nitride d'aluminium ne se produit pas pendant le refroidissement qui suit le laminage, mais elle peut se produire plus ou moins complètement dans le métal en bobine suivant la température de bobinage T_B :

- à $T_B \leq 600^\circ\text{C}$, il n'y aura pas de précipitation ;
- à $T_B \approx 750^\circ\text{C}$, la précipitation est quasi totale.

Dans le cas des aciers à dispersoïdes, la précipitation des carbures de titane ou des carbonitrides de niobium peut se produire complètement pendant le refroidissement selon la vitesse de refroidissement. Si elle est incomplète, son achèvement est possible suivant que la température de bobinage est plus ou moins élevée.

Après laminage à chaud, la microstructure des aciers est donc essentiellement constituée de grains ferritiques dont la taille est fonction de la composition chimique et des conditions de laminage. Cette matrice contient, en plus, des précipités dispersés en faibles quantités dont la nature et la morphologie varient d'une nuance à l'autre (cémentite, nitrure d'aluminium, carbure, carbonitride de titane, sulfure de manganèse, oxydes...) [8].

2.2.2. Tôles à tubes

Les tubes soudés représentent un très grand tonnage de produits. Environ 8 millions de tonnes de pipelines sont produits chaque année dans le monde. Le marché étant international, leur désignation est empruntée aux spécifications Américaines API (American Petroleum Institute) dont les principales nuances sont X52, X60, X65, X70, etc. La plus grande partie des tubes est composée de matériaux de grade standard, inférieure aux aciers de grade X70. Les grades supérieurs X70 et X80 sont aujourd'hui utilisés pour les pipelines sur de longues distances, et les grades X90, X100 et X120 sont en cours d'évaluation voir figure ci-dessous [3].

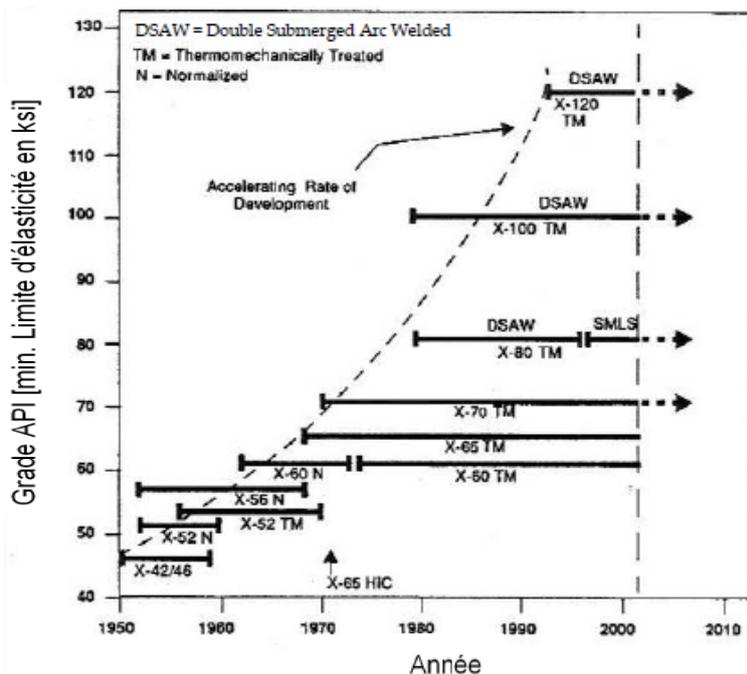


Figure 1.7: Développement des pipelines en acier à haute résistance dans le temps, grade et mise en forme [3].

Les technologies de mise en forme du tube et du soudage sont très différentes suivant les diamètres et les applications. Les gros tubes soudés, au-dessus de 400 mm de diamètre, font appel à des nuances à hautes caractéristiques et leur application essentielle est la fabrication d'oléoducs et de gazoducs. Ces aciers ont des limites d'élasticité atteignant plus de 500 N/mm^2 jusqu'à des épaisseurs de 20 mm ; ce sont

des aciers à dispersoïdes, obtenus par laminage contrôlé sévère. De plus, leur teneur en carbone limitée et leurs grains très fins leur confèrent une excellente soudabilité et de très basses températures de transition.

L'avance prise par les tôles à tubes il y a quelques années par utilisation des éléments de microalliage et de traitements thermomécaniques fait que l'évolution est maintenant moins rapide, sauf pour des utilisations plus sévères. La nuance type X70 représente la plus grande partie des gros tubes pour gazoducs et les nuances X75 et X80 ont réussi à faire une percée en bénéficiant de l'apparition de nouveaux aciers bainitiques à bas carbone et du refroidissement accéléré. Mais le développement de gisements en mer froide et le transport de gaz acides ont contribué à augmenter les exigences de ténacité et de tenue à l'hydrogène (HIC : Hydrogen induced cracking), d'où des nuances à limite d'élasticité moins élevée X60, X65 mais de qualité spéciale: très grande propreté, grande pureté et garantie de tenue HIC [4].

2.2.3. Fabrication des tubes (pipes)

Selon les différentes techniques de fabrication des tubes, on trouve:

- Les tubes non soudés,
- Les tubes soudés en spirale,
- Les tubes soudés longitudinalement.

On se limitera dans le cadre de cette étude à la présentation du mode de fabrication des tubes dits *de grands diamètres* et utilisés dans le transport de gaz et pétrole. Cette appellation est réservée aux tubes de diamètres extérieurs supérieurs à 406 mm. Ils sont obtenus par formage suivi de l'opération de soudage en *long* ou en *spirale* de tôles laminées à chaud.

• Tube soudé longitudinalement

Ils sont obtenus par le procédé U-O-E qui permet de mettre en forme la plaque en tube (voir figure ci-dessous). La tôle est cisailée à la largeur et chanfreinée. Les rives sont "croquées" au rayon du tube. La tôle est en suite formée en "U" et "O" dans des presses extrêmement puissantes. Deux cordons de soudures ferment l'ébauche avec un procédé à arc multitorches. Chaque tube subit une expansion "E" qui augmente son diamètre de 0,8% à 1,5% et donne un tube parfaitement calibré. L'expansion qui sollicite le métal au-delà de sa limite d'élasticité, est par ailleurs, un test de qualité très sévère pour le tube. La gamme des diamètres fabriqués s'étend de 508 mm à 1420 mm pour les usines Françaises et les tubes sont généralement livrés en longueur de 12 m.

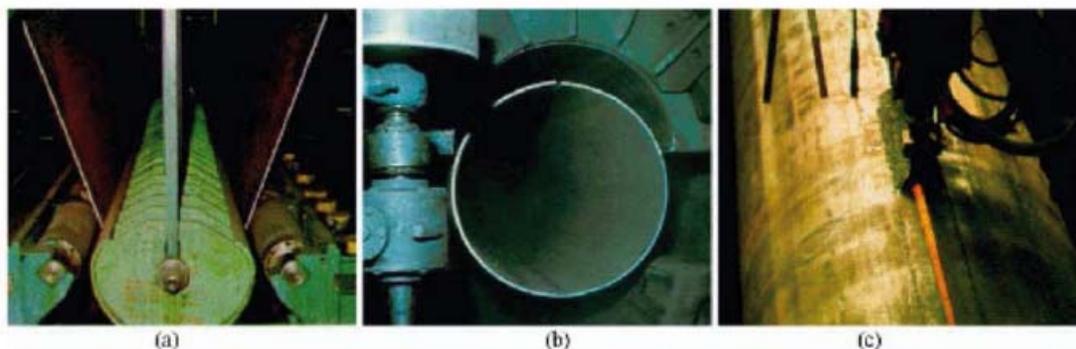


Figure 1.8: Mise en forme des tubes par le procédé "UOE". (a) formage en U, (b) formage en O, (c) soudage.

- **Tube soudé en 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 posée dans la cage de formage où elle subit une déformation de cintrage sous l'action d'un vérin. L'obtention du formage en spirale est réalisée par l'inclinaison d'angle α entre l'axe initial de la bande et l'axe de sortie du tube (figure 1.9).

L'enroulement des tubes en spirale permet d'obtenir des tubes calibrés sans avoir besoin de recourir à des étapes de fabrication supplémentaires telles que l'expansion ou le calibrage. De ce fait, le tube précontraint lors de la phase de pliage le reste par la suite. Pour des épaisseurs de paroi au dessus de 20 mm, on utilise habituellement des tôles fortes. Ce procédé permet une exploitation économique optimale de la largeur de bande disponible, de par le rapport largeur de bande-diamètre allant jusqu'à environ 2,2.

Production Process of Spirally Welded Pipes

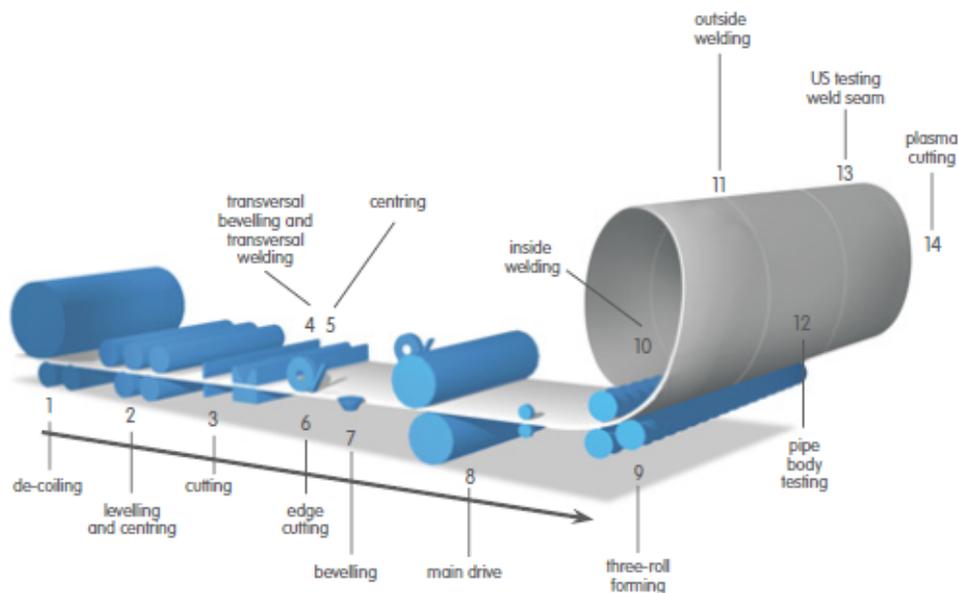


Figure 1.9 : Procédé de production des tubes soudés en spirale.

Le processus de formage ou de cintrage du tube est conditionné par l'angle d'introduction de la bande selon la relation :

$$\sin \alpha = \frac{B}{D \cdot \pi} \quad (1.1)$$

Dans laquelle :

B , est la largeur de bande ;

D , est le diamètre extérieur ;

α , est l'angle d'introduction de la bande par rapport à la tête de formage.

Les limites théoriques d'angle ne peuvent, en pratique, pas être exploitées. Si l'angle est trop aigu, il s'en suit une instabilité du processus de cintrage. Les valeurs limites, pour la fabrication, sont comprises entre 15° et 50° . La gamme des diamètres, dans laquelle les tubes spirale sont fabriqués, s'étale de 400 à 3000 mm environ, avec des épaisseurs allant jusqu'à 30 mm.

2.2.4. Laminage contrôlé

Le *laminage contrôlé* est la première version d'un TTM et comporte un nombre réduit de paramètres : un arrêt après une phase de laminage non contrôlée et une attente pour refroidissement jusqu'à une température de reprise en général vers 900°C, un taux de corroyage final bien défini de 2 à 4 et une température de fin de laminage voisine de A_{r3} [2]. On recherche ainsi un grain austénitique écroui pour introduire une densité élevée de sites de germination qui permet la formation du grain de ferrite α de taille fine et uniforme. Le but principal du laminage contrôlé est à la fois d'affiner la structure des aciers et d'améliorer les propriétés mécaniques (limite élastique, résistance et la ténacité). Il était utilisé à l'origine pour des tôles navales, son application principale reste le laminage des tôles à tubes sur quarto et train à bande, car il permet de laminier des épaisseurs jusqu'à 25 mm en grade X60, X65, X70. Il a ensuite gagné les autres types de plaques.

Le processus de laminage contrôlé se divise généralement en trois étapes :

1) déformation au domaine (plage) de la température de recristallisation. Le grain est affiné par la recristallisation statique répétée. On obtient un grain fin par recristallisation à ce stade. Généralement, la taille de grain recristallisé diminue rapidement avec l'augmentation de la quantité réduite par laminage et atteint une valeur limite, ce qui limite le degré d'affinement des grains atteint par la recristallisation.

2) déformation au domaine hors de la température de recristallisation. Les grains sont allongés et les structures déformées sont présentées dans les grains. La déformation dans cette étape augmente considérablement le taux de germination aux joints des grains et dans les grains. Cette germination intra-granulaire est l'un des aspects les plus importants du laminage contrôlé. Les éléments microalliés tels que le niobium et le titane peuvent augmenter la température de non recristallisation de l'austénite.

3) déformation dans le domaine biphasé. L'acier est davantage écroui et les sous-structures peuvent formées [1].

Si le laminage de finition est effectué entre les deux températures mentionnées précédemment, il en résultera une microstructure partiellement recristallisée, inhomogène et cause une détérioration des propriétés.

Les limites supérieures et inférieures du régime partiel de recristallisation sont généralement connues comme température limite-recristallisation et température arrêt-recristallisation, respectivement. Evidemment, le laminage entre ces deux températures critiques devrait être évité [1].

Comme mentionné précédemment, la sursaturation du Nb influe fortement sur la température de l'arrêt-recristallisation de l'acier. En plus, le temps entre les passes et la déformation par passe contrôlent la recristallisation et influencent les limites de recristallisation partielle.

L'affinement de la ferrite à partir de la transformation rapide des grains d'austénite fins et allongés (pancaked structure) passe par le contrôle des caractéristiques de la recristallisation comme la maîtrise du laminage à chaud et de la vitesse de refroidissement. Ces grains sont obtenus par recristallisation statique à une température de finition suffisamment faible pour qu'il y ait très peu de grains qui croissent lors de l'exécution à partir des laminoirs.

Les études métallurgiques référencées [9-10-11-12] ont permis de mettre en évidence les paramètres du laminage contrôlé, qui sont :

- la durée d'attente avant la phase contrôlée ;
- la température de reprise ;
- le taux de corroyage contrôlé, ou plutôt les réductions à chaque passe ;
- la température de fin de laminage.

Les deux étapes importantes de la compréhension du mécanisme sont le rôle des recristallisations successives sur la taille du grain austénitique et le rôle de l'écroutissage de l'austénite sur la germination des grains ferritiques fins (moins de $5\mu\text{m}$) qui donnent des caractéristiques élevées, comme la limite d'élasticité et la température de transition.

2.2.5. Mécanisme métallurgique de fabrication des tubes

Avant l'opération de laminage à chaud, les lingots d'acier sont préchauffés à des températures supérieures à 1230°C , et donc une quantité importante des carbonitrides est dissoute. Dans les stades initiaux du laminage à chaud, les sites de germination (les joints des grains γ et l'interface de recuit) sont activés par la déformation à chaud et les gros grains d'austénite formés au cours de préchauffage sont progressivement réduits en taille par recristallisation induite par la déformation de chaque réduction. Les carbonitrides induits par la déformation stoppent le grossissement des grains recristallisés par ancrage dans les joints de grains.

Lorsque la température diminue au cours du laminage à chaud, les carbonitrides deviennent insolubles et se précipitent. Dans les stades finaux du laminage à chaud, ces précipités retardent la recristallisation, car ils empêchent le changement de la sous-structure par le processus de dislocation et la migration des joints des sous-grains. L'effet net de ce processus est d'aplatir progressivement les grains austénitiques, de sorte qu'on a une structure à grains aplatis, qui a une plus grande surface des joints de grains austénitiques par unité de volume qu'on peut obtenir normalement.

Puisque la germination de la ferrite se fait en grande partie dans les joints des grains austénitiques, l'augmentation de la surface des joints fournit plus de germes pour la ferrite. D'ailleurs, les dislocations des sous-structures au sein des grains aplatis deviennent également des germes de ferrite. D'où cette augmentation des sites de germination, conduisant à une taille de grain plus fine.

L'addition de niobium augmente la température de recristallisation d'environ 100°C . Les types de sites de germination autres les joints des grains, qui sont introduits par déformation à des intervalles de température hors celle de recristallisation, sont activés par la macule et la bande de déformation. Y compris les joints de grains allongés, la densité de ces interfaces et leur activité en tant que sites de germination sont accrus en augmentant la réduction totale à l'intervalle des températures hors celle de recristallisation. Dans le laminage contrôlé des aciers contenant du niobium, une certaine quantité de grains affinés par recristallisation peut se produire au cours de la réduction à des températures au dessus du $1000-950^{\circ}\text{C}$; d'autres réductions sont appliquées à des températures inférieures à $950-900^{\circ}\text{C}$, où aucune recristallisation ne peut se produire [1].

Si la déformation totale en rapport des passes est beaucoup plus grande que 50%, il y a une forte possibilité que l'austénite se recristallisera dynamiquement pendant la

déformation. Cependant, il y a aussi la possibilité que la brame recristallisera statiquement pendant le refroidissement à une température de finition appropriée, avant de subir les passages finaux. Un tel cycle d'adoucissement peut grossir la taille finale des grains ou entraîner différentes tailles des grains indésirables.

Pour ralentir la recristallisation de l'austénite de sorte qu'il soit plus facile de contrôler du processus, des petites quantités du Nb sont ajoutées à l'acier. Ceci a l'avantage supplémentaire que des grandes déformations peuvent être atteintes sans recristallisation dynamique, augmentant ainsi le nombre de germes. Dans le cas où NbC empêche la recristallisation statique, les grains d'austénites allongées provoquent la naissance des grains de ferrites approximativement égaux à leur plus petite dimension puisque la germination se fait principalement dans les joints [1].

En conclusion, tout élément n'ayant pas précipité pendant le laminage à chaud précipitera dans la ferrite pendant le refroidissement à la température ambiante (Tôle d'acier) ou durant l'opération de bobinage ou d'enroulement (aciers bobinés). La précipitation dans la ferrite permet de renforcer la résistance des aciers microalliés [1].

3. Influence des éléments de la composition chimique sur les propriétés des aciers à HLE

Ce sont les éléments présents dans l'alliage qui donnent à l'acier ses propriétés. Ils se répartissent généralement en cinq familles :

- les éléments gammagènes élargissent le domaine de stabilité de l'austénite et abaissent les températures de transformation (Ni, Mn).
- Les éléments alphaséens élargissent le domaine de stabilité de l'austénite et élèvent les températures de transformation (Si, Cr, Mo, Ti).
- Les graphitisants: Si, Ni, Cu...(ne forment pas de carbures, ils se retrouvent en solution dans la ferrite).
- Les carburigènes: Cr, Mn, Mo, W, V, Ti, Nb, etc.
- Les désoxydants: Mn, Si, Al, Ti, Nb, etc. pour fixer l'oxygène dissous dans le métal liquide.

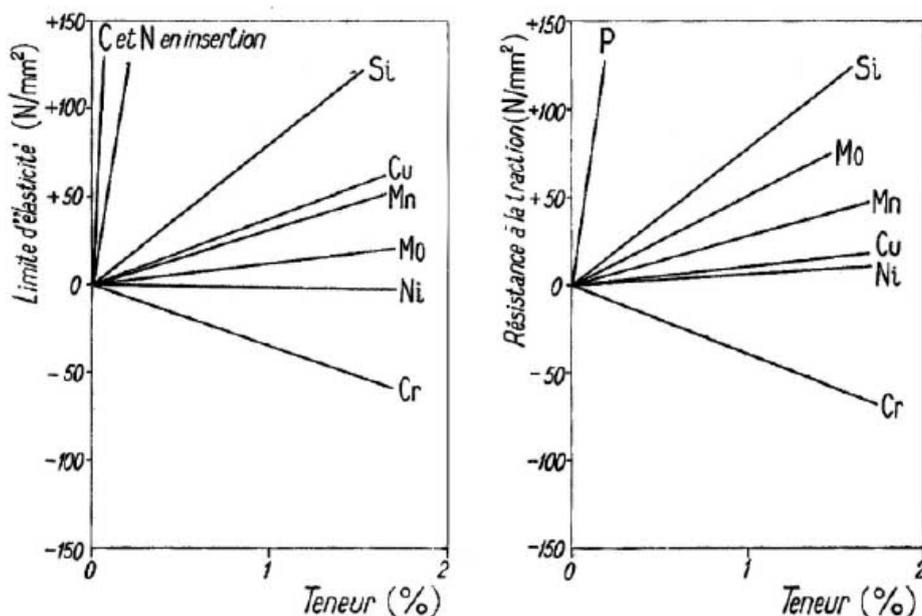


Figure 1.10 : Influence des éléments en solution solide sur les propriétés de la ferrite.

Presque toutes *les additions sont durcissantes*, comme le montre la figure 1.10, qui représente l'effet global des principaux éléments sur la limite d'élasticité et la résistance. Les éléments d'alliages peuvent être répartis dans le réseau, c'est-à-dire en *solution solide d'insertion ou de substitution*. Ils peuvent aussi former des composés avec le fer ou entre eux, avec création de nouvelles phases : on dit qu'il y a *précipitation*. Les propriétés dépendent de la nature, de la forme et de la répartition des précipités [4].

Le tableau 1.1 donne le rôle des éléments chimiques ajoutés dans les aciers pour gazoducs.

Rôle de l'élément chimique ajouté dans l'acier X100	
Al	Est un puissant désoxydant.
C	Augmente la dureté, la résistance à la traction et à la corrosion / Diminue la ductilité, la malléabilité, la soudabilité.
Cr	Augmente la trempabilité (agit sur les points de transformation de l'acier et ralentit la vitesse de transformation de l'austénite au cours du refroidissement). augmente également la résistance au revenu.
Cr et Ni	A faible teneur, on additionne les effets favorables sur la trempabilité, la résistance au revenu et la ductilité.
Mn	Intervient comme désoxydant. Il augmente la trempabilité, permet d'obtenir des aciers à structure austénitique stable, mais il participe à la formation de carbures. Evite la faible résilience due à la formation de réseaux de cémentite aux points de grains ferritiques ou formation de ferrite Widmanstätten pendant le refroidissement à l'air. Raffine la taille des grains de l'austénite pendant le laminage à chaud.
Mo	Améliore la fraction volumique en bainite des aciers à bas carbone (0,04%-0,07%)
N	Abaisse le point de transformation A_{c3} . Il diminue la ductilité et la ténacité.
Nb	Retarde la recristallisation de l'austénite pendant le laminage à chaud
Ni	Augmente la stabilité de l'austénite et ralentit sa transformation pendant le refroidissement, donc augmente la trempabilité tout en abaissant la température. Augmente la ductilité, surtout aux très basses températures.
P	En petites proportions, améliore la résistance de l'acier à l'oxydation par l'air, diminue la ductilité et la ténacité.
Si	A de faibles teneurs, de l'ordre de 0,2 à 0,5 %, il est utilisé comme désoxydant.
Ti et Nb	Sont employés pour leur grande affinité avec le carbone, surtout lorsqu'il s'agit de fixer cet élément sous une forme stable. Se sont aussi de bons désoxydants. On fait précipiter les nitrures de titane et de niobium au cours de traitements thermiques ou thermomécaniques pour réaliser un durcissement par précipitation.
Ti, Nb et Al	Forme facilement des nitrures avec l'azote que contient le métal. Ces nitrures bloquent les joints de grains austénitiques, et inhibent donc leur croissance, ce qui a des conséquences bénéfiques sur les propriétés mécaniques des structures obtenues.
V	Fort caractère alphasène et carburigène. Utilisé pour obtenir un acier dur et résistant.

Tableau 1.1: Rôle des éléments chimiques ajoutés dans les aciers à hauts grades pour gazoducs [3].

3.1. Effet du carbone

Les exigences de ductilité, de ténacité et de soudabilité ont entraîné le développement prioritaire d'aciers à plus basse teneur en carbone.

Le carbone, à cette teneur, est totalement soluble dans l'*austénite* à haute température [13]. Dès l'apparition de *ferrite*, la limite de solubilité apparaît. Le diagramme Fe-C montre qu'aux environs de 700°C il peut y avoir au maximum 0,03 % de carbone en solution dans la ferrite ; l'excès de carbone donnera de la *cémentite* Fe_3C , un carbure de fer [14]. Si le refroidissement n'est pas trop lent (de l'ordre de 100°C/h) dans la ferrite, le carbone dissous à 700°C restera en sursaturation à l'ambiante, c'est-à-dire en insertion. Ce carbone en solution a un *effet durcissant* important.

— La quantité de perlite est proportionnelle à la teneur en carbone et dépend des éléments d'alliage en solution solide ; elle augmente fortement la résistance de l'acier, mais son effet est bien moindre sur la limite d'élasticité, environ deux à trois fois moins. Par contre, une diminution de la fraction de perlite en réduisant la teneur en carbone abaisse la résistance à la traction finale, tout en gardant la limite d'élasticité, mais améliore la résilience et la soudabilité des aciers au carbone manganèse [1].

L'effet du carbone total est schématisé sur la figure 1.11 pour un refroidissement à vitesse moyenne (comme un refroidissement à l'air) sur un produit de quelques millimètres d'épaisseur.

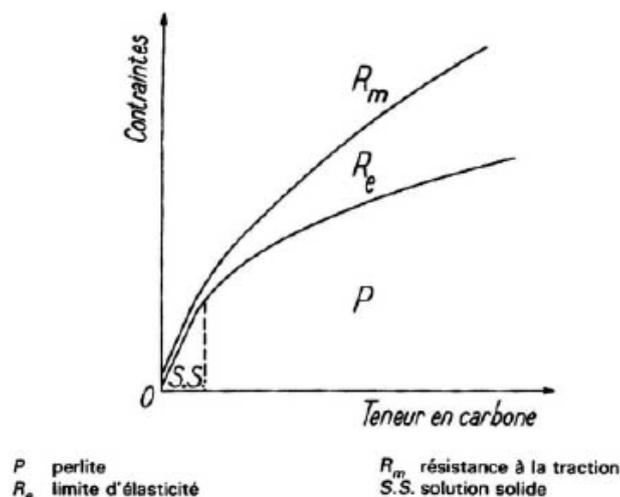


Figure 1.11: Influence du carbone sur les caractéristiques de traction des aciers à structure ferrite-perlite [4].

3.2. Influence des éléments d'alliages

En plus du fer et du carbone, un certain nombre d'éléments sont toujours présents dans l'acier, soit qu'ils proviennent des minerais ou des ferrailles, soit qu'ils sont nécessaires à la conduite de l'élaboration, en particulier comme *désoxydants*.

Les deux éléments que l'on retrouve toujours sont le *silicium* et le *manganèse*. Leurs teneurs les plus faibles sont de l'ordre de 0,01 % pour le silicium et de 0,2 % pour le manganèse dans le cas des aciers extra-doux. Pour les aciers de construction, on utilise le silicium et le manganèse comme des éléments d'alliage dont on ajuste les teneurs avant la coulée : le silicium peut atteindre 0,5 % et le manganèse 1,8 %. Leurs effets sur les propriétés des aciers dépendent de la structure ; les additions de

manganèse (élément fortement gammagène) et de silicium (élément alphagène) modifient cette structure [13]. Les effets du manganèse et du silicium sont les suivants:

- **Effet du Manganèse** (élément fortement gammagène)

La présence du manganèse en quantité relativement importante compense la faible teneur en carbone et permet de préserver une bonne soudabilité. Il est ajouté pour contrôler la transformation pendant le refroidissement à partir de la température d'austénite, il augmente la proportion de perlite dans les aciers à structure ferrite-perlite et il se substitue au fer dans la cémentite. De plus, il a un *effet durcissant* en solution solide : l'effet global pour 1 % est de 40 à 60 MPa pour la limite d'élasticité et de 80 MPa pour la résistance. Enfin, le manganèse a un *effet très favorable sur la résistance à la rupture fragile* (figure 1.12). On a donc intérêt à diminuer le carbone fragilisant et à compenser par une addition de manganèse : un indice de qualité a longtemps été le rapport Mn/C, notion qui a conduit aux aciers carbone-manganèse modernes qui sont à bas carbone et fort manganèse.

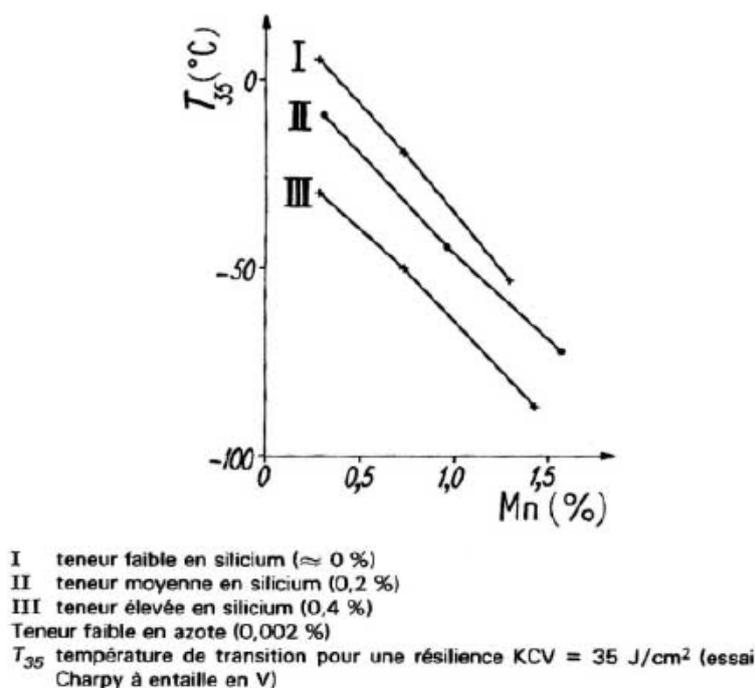


Figure 1.12: Influence du manganèse sur température de transition de la résilience [13].

- **Effet du Silicium et du chrome** (élément alphagène)

Le Si est utilisé pour la désoxydation et le renforcement de la solution solide [1]. Son *effet durcissant* est aussi fort que celui du manganèse, mais les additions sont limitées par des raisons d'élaboration. De plus, le silicium augmente la trempabilité que l'on doit contrôler pour améliorer la soudabilité [4].

En plus de ces deux éléments, pour les produits épais ou pour des propriétés particulières, on est amené à ajouter un ou plusieurs des éléments suivants :

— le **chrome** (jusqu'à un peu plus de 2 %), pour augmenter les caractéristiques à l'ambiante et la tenue à chaud ;

- **Effet de l'aluminium et de l'azote**

Quels que soient les procédés d'élaboration, même ceux à l'oxygène pur, il y a toujours quelques millièmes de pour-cent d'azote dans l'acier. Les teneurs les plus basses sont de l'ordre de 0,002 % à 0,004 % pour les extra-doux, un peu plus pour les aciers au carbone-manganèse.

— **Azote libre**

En l'absence d'aluminium ou d'autres éléments formant des nitrures, l'azote reste en solution solide d'insertion dans le métal, même à l'ambiante ; quel que soit le traitement thermique appliqué, on ne forme pas de nitrure de fer stable. Cet azote a un *effet durcissant* que l'on évalue habituellement à 5 MPa, sur R_e ou R_m , par millième de pour-cent [15]. En contrepartie, il y a une certaine *fragilisation* par l'azote : la température de transition [16] est déplacée vers les hautes températures. Ce décalage est fonction de la structure et peut atteindre 10°C par millième de pour-cent d'azote.

La troisième conséquence de la présence d'azote est le *vieillissement après écrouissage*, qui se traduit par un durcissement et une fragilisation supplémentaires.

On a donc intérêt à abaisser le plus possible la teneur en azote libre, d'où l'intérêt des aciers à l'oxygène pur par rapport aux aciers Thomas et Martin qui atteignaient plus de 10 millièmes de pour-cent. Une autre possibilité est de fixer l'azote sous forme de nitrures stables. On peut aussi réduire la tendance au vieillissement par l'addition d'éléments en solution [17-4].

— **Azote combiné à l'aluminium**

L'addition d'aluminium lors de la désoxydation peut se traduire par un excès volontaire d'aluminium. Après décantation des inclusions contenant de l'alumine, quelques-unes subsistent dans l'acier, ce qui fait qu'un dosage de l'aluminium total fait la somme de l'aluminium fixé par l'oxygène et de l'aluminium métal. Ce dernier est disponible pour former avec l'azote le nitrure d'aluminium, dans certaines conditions thermiques bien déterminées [16]. N_2 et Al sont solubles dans l'austénite à haute température. La cinétique de précipitation à basse température, vers 900 à 950°C, est assez lente pour qu'elle n'ait pas lieu dans l'austénite lors d'un refroidissement à l'air, même dans le cas d'un produit épais. Elle est plus rapide en phase α , il y a donc un domaine de précipitation de AlN en refroidissement continu. Si l'on évite ce domaine (produit assez mince ou refroidissement accéléré), on garde N_2 et Al en solution, ce qui est le cas pour beaucoup de produits bruts de laminage.

Au réchauffage, au contraire, la précipitation est très rapide dans le domaine α , d'où la forme ultra-fine des précipités. Dans l'austénite, les précipités ne se redissolvent qu'à haute température [18]. Ces propriétés du nitrure d'aluminium sont utilisées pour obtenir certaines caractéristiques, en particulier dans les tôles fortes lors d'un traitement de normalisation aux environs de 900°C, les précipités servent à contrôler la grosseur du grain [4].

3.3. Les éléments microalliés

La teneur limite qui distingue les aciers microalliés des aciers faiblement alliés se situe aux environs de 0,1 %. Dans le cas des aciers faiblement alliés, pour une teneur inférieure à 0,1 % les effets des éléments métalliques en solution solide homogène

sont considérés comme très minimes. Dans le cas du microallié, la formation de composés très fins et très nombreux modifie considérablement les microstructures et les propriétés. Les éléments principaux de microalliage sont :

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

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

a) Titane

C'est un élément d'addition qui forme des nitrures, des carbures et des carbonitrures qui sont stables à haute température et permettent de limiter le grossissement du grain austénitique de la zone affectée, ce qui améliore sa ténacité.

Malheureusement, ce rôle multiple du titane, qui est par ailleurs très avide d'oxygène, fait que la teneur efficace en titane dépend des conditions de désoxydation, et son emploi demande beaucoup de précautions en raison de sa tendance à former de gros précipités, cubiques, très durs (surtout de nitrures, mais aussi des oxycarbosulfures) ; et qui ne se redissolvent pas, la fragilisation est donc difficile, ce qui est très néfaste pour la ductilité et la ténacité.

Les progrès de la métallurgie secondaire et l'emploi du vide ont permis de s'affranchir de ces inclusions et l'on peut ainsi utiliser le titane en microallié avec des précipitations fines. La présence du titane en solution puis la précipitation ont pour conséquence de retarder la recristallisation, de durcir la matrice en fixant azote et carbone. Étant donné la disponibilité du métal sous forme de ferrotitane à un prix inférieur à ceux du niobium ou du vanadium, l'emploi du titane est très répandu dans les tôles moyennes et minces ; l'effet fragilisant des précipités est un peu plus marqué que celui du niobium, d'où certaines limitations en produits épais (tôles fortes) à forte exigence en ténacité ; par ailleurs, la présence même très réduite d'inclusions dures limite son emploi dans les produits pour usinage.

b) Niobium

Le niobium forme des carbonitrures riches en carbone (formule la plus courante: $NbC_{0,8}N_{0,2}$) [4] ; Ce sont sans doute les précipités les plus fins qui sont obtenus, d'où un durcissement global très intéressant ; le niobium est également très efficace pour le contrôle des grains en TTM (Traitement Thermo-Mécanique). Par contre, la fixation incomplète de l'azote dans des produits bruts de laminage, c'est-à-dire sans formation de NAl en refroidissement est à prendre en considération ; cela justifie d'ailleurs les combinaisons Nb, Ti ou Nb, V. Le niobium a ainsi des mérites particuliers du fait de sa faible oxydabilité et de la reproductibilité de ses effets. Il peut être utilisé dans des aciers semi-calmés. On constate également qu'il est le plus efficace pour freiner la recristallisation, ce qui est utilisé dans le laminage contrôlé [12-19-7-20].

c) Vanadium

Le vanadium facilement redissous peut se révéler plus souple d'emploi que le niobium ou le titane quand les cycles thermiques sont plafonnés en température spécialement en traitement thermique ou en formage à partir de basses températures ; mais en contrepartie, il ne permet pas de contrôler le grain par les effets de recristallisation ou de blocage des joints [2]. Le **vanadium** forme des nitrures très

durcissant alors que l'excès de vanadium, après épuisement de l'azote, constitue des carbures moins durcissant ; on a donc intérêt à utiliser le vanadium en présence d'une teneur en azote libre suffisante [4] ; Il faut également tenir compte d'une interaction vanadium aluminium en ce qui concerne la formation de nitrures ; la disponibilité de l'azote pour la formation de VN dépend des conditions de précipitation du nitrure d'aluminium qui peut se substituer à VN suivant les conditions d'équilibre et de cinétique ; si l'azote est sous la forme de NAl, le durcissement sera dû au carbure VC seul [2].

Donc, la particularité du vanadium consiste en ce que les précipités se mettent en solution à température moyenne (moins de 1 000°C) ; on peut donc utiliser l'effet durcissant au cours d'une simple normalisation, car le vanadium dissous reformera des précipités fins au cours du refroidissement à l'air après le traitement thermique ; cela n'est pas possible pour le niobium et le titane qui ne se redissolvent pas au cours des traitements thermiques classiques [4].

3.3.1. Précipitation des éléments microalliés

Les principaux précipités formés à partir des trois éléments de base sont les suivants :
— pour le vanadium, les carbures VC et les nitrures VN ;
— pour le niobium, il s'agit du carbonitride NbC_xN_y dont la formule n'est pas stœchiométrique et dépend en principe de la teneur en azote, la formule la plus courante est : $Nb C_{0,8} N_{0,14}$;
— pour le titane, il s'agit du carbure TiC, dans une certaine mesure de TiN, et, dans certains cas, de carbonitride (TiCN).

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

Au cours d'un recuit de recristallisation de produits écrouis à froid, les précipitations de ces carbures, nitrures et carbonitrides peut avoir lieu en général au moment du chauffage et à condition qu'une certaine proportion de l'élément soit restée en solution.

• Précipitation au recuit

Le recuit de recristallisation après laminage à froid des tôles minces va permettre la précipitation de la fraction des éléments restée en solution après le laminage à chaud, ce qui dépend beaucoup de la température de bobinage ; les précipités existants ou les nouveaux formés vont jouer un rôle important sur la recristallisation en la retardant par rapport à un acier sans élément de microallié. Du point de vue du durcissement et des textures formées, il faut distinguer les nuances avec carbone en excès et les nuances sans élément interstitiel [21]. La nature des précipités est la même, mais pas leur taille. Dans les aciers microalliés classiques avec carbone en excès, les précipités de Nb ou de Ti empêcheront les grains de grossir et durciront la matrice, on obtiendra des tôles à grains fins à haute résistance, mais à texture médiocre. Dans les aciers à très bas carbone avec Nb ou Ti en excès de façon à fixer tout le carbone et l'azote [aciers IF : Interstitiel Free (aciers sans élément interstitiel libre)], les précipités seront complètement formés au moment du bobinage et grossiront au cours du recuit en donnant peu de durcissement mais favorisant des textures intéressantes. Ces différences sont encore plus accentuées en recuit continu en raison des temps de maintien courts.

3.3.2. Effet des microalliés sur la recristallisation

Le rôle des éléments microalliés sur la recristallisation de l'acier écroui par une déformation plastique à chaud ou à froid est un facteur très important par ses conséquences sur la maîtrise de la mise en forme et sur la microstructure.

Ils provoquent un effet remarquable de retardement sur la recristallisation due à la suppression de la migration des joints de grains, qui sont causés soit : 1) par l'effet de traîner du soluté dû à la ségrégation des éléments d'alliages aux joints, soit : 2) par l'effet d'ancrage (blocage) dû aux précipités de carbonitrures d'éléments d'alliages (comme le niobium et le titane) aux joints de grain [1].

On distinguera deux domaines d'action : l'austénite et la ferrite. La formation de nouveaux grains à partir de la matrice écrouie dépend du taux de déformation, de la température et du temps [22-23].

- Cas de la ferrite

L'effet des précipités sur la recristallisation de la ferrite écrouie à froid est très important et joue un grand rôle sur le recuit des tôles minces. Il faut distinguer deux familles différentes : les aciers sans élément interstitiel et les aciers ayant du carbone libre. Dans tous les cas, les précipités retardent fortement la recristallisation (figure 1.13) puis le grossissement du grain. Cela conduit à choisir des températures de recuit plus élevées que pour les aciers calmés Al.

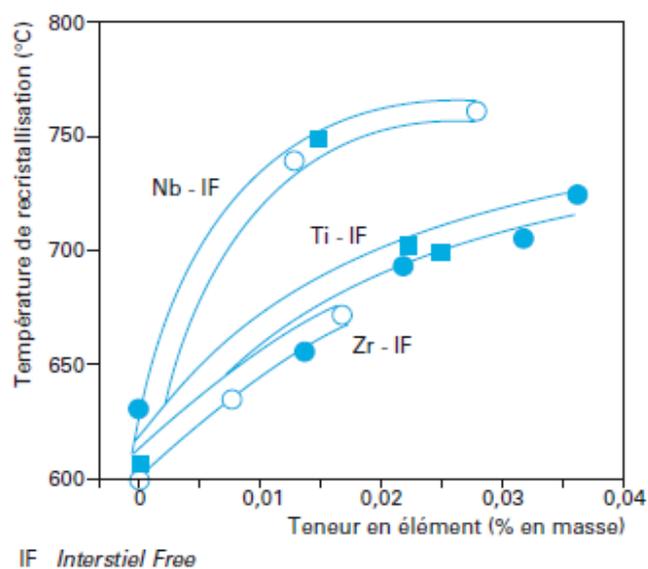


Figure 1.13: Effet des éléments sur la température de recristallisation après laminage à froid d'acier à très bas carbone (IF) [24].

3.3.3. Effet des éléments microalliés sur les propriétés

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

La finesse des précipités, leur cohérence avec la matrice, leur répartition provoquent un *durcissement considérable* de la matrice et agissent (voir tableau 1.2) sur :

- la taille de grain austénitique (grain γ) par épinglage des joints et par effet sur la recristallisation ;
- l'état d'écrouissage de la matrice par un blocage de la recristallisation ;
- la taille de grain ferritique (grain α) par freinage du grossissement et par le cumul des effets précédents ;
- la limite élastique ; ainsi, une teneur très faible en Nb, V ou Ti (moins de 0,1 %) provoque une forte augmentation de celle-ci pouvant atteindre 100 à 150 N/mm². Cela peut représenter jusqu'à 40 % d'augmentation des caractéristiques pour une structure ferritique douce [4];
- la dureté de la matrice par un effet durcissant.

	Niobium	Titane	Vanadium
Mise en solution	Haute température	Haute température sauf TiN, TiO	Basse température
Recristallisation	Retard	Retard	Peu d'effet
Précipitation durcissante	Oui si solution	Oui si solution	Oui Traitement thermique
Affinement du grain	Très efficace	Efficace	Peu d'effet
Soudabilité (fissuration)	Traitement de relaxation à contrôler	Peu utilisé	Traitement de relaxation à contrôler
Soudage forte énergie (dispersoïdes)		TiO, TiN	

Tableau 1.2: Effet des éléments microalliés [2]

4. Caractérisation et classification des aciers HLE

4.1. Caractérisation des aciers HLE

Les aciers HLE possèdent une limite élastique élevée, associée à de bonnes propriétés de résilience. Ces aciers ne présentent pas de transition ductile-fragile au dessus de -40°C, ce qui rend possible leur utilisation dans les conditions extrêmes de température rencontrées sur terre, en particulier pour les pipelines en acier (voir tableau 1.3). Généralement, la limite élastique des aciers peut être accrue en augmentant la teneur en carbone. En effet, le carbone en solution solide et les précipités de carbure (ou carbonitride) limitent le mouvement des dislocations et retardent la déformation plastique. Le carbone est cependant un élément fragilisant et l'augmentation de la limite élastique se fait au détriment des propriétés de résilience. Un bon compromis entre la résistance et la résilience peut être obtenu en adaptant les compositions chimiques et les conditions d'élaboration.

Grade (API)	Limite d'élasticité minimale (MPa)	limite à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (%)
B	241	414	23
X42	290	414	23
X46	317	434	22
X52	359	455	21
X56	386	490	19
X60	414	517	19
X65	448	531	18-24
X70	483	565	17-23
X80	551	620	22
X100	690	770	25

Tableau 1.3: Les propriétés mécaniques requises pour les pipelines en acier, d'après l'American Petroleum Institut (API).

Les aciers HLE possèdent des taux de carbone relativement bas, de l'ordre 0,05 % (voir tableau 1.4). Les éléments d'alliage (N, Mn, V, Ti, Nb, etc.) sont ajoutés en faibles proportions, dans deux buts principaux :

- pour limiter la croissance des grains d'austénite au cours de l'étape d'élaboration à chaud;
- pour renforcer la ferrite à température ambiante.

Steel grade according to API 5L, PS1	Mass percentage				
	C ⁱ max.	Mn ⁱⁱ max.	P max.	S max.	Ti max.
B	0,26	1,20	0,030	0,030	0,04
X42	0,26	1,30	0,030	0,030	0,04
X46	0,26	1,40	0,030	0,030	0,04
X52	0,26	1,40	0,030	0,030	0,04
X56	0,26	1,40	0,030	0,030	0,04
X60	0,26	1,40	0,030	0,030	0,04
X65	0,26	1,45	0,030	0,030	0,06
X70	0,26	1,65	0,030	0,030	0,06

Tableau 1.4: Les compositions chimiques requises pour les pipelines en acier, d'après l'American Petroleum Institut (API).

4.2. Classification des aciers HLE

Les aciers HLE peuvent être divisés en six catégories [25]:

4.2.1. Les aciers HLE résistants à la corrosion atmosphérique

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

Ces aciers contiennent du cuivre et d'autres éléments qui augmentent la résistance à la corrosion, le durcissement de la solution-solide et affine les grains de la ferrite. Le

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

4.2.2. Les aciers microalliés ferrito-perlitique

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

Le développement des procédés de laminage couplés à la composition chimique a produit la limite d'élasticité élevée accompagnés d'un abaissement progressif du taux de carbone. Bien que la plupart des familles d'aciers HLE microalliés ont une basse teneur en carbone (0.06% ou moins), il n'en demeure pas moins que ces aciers développent pourtant des limites d'élasticité pouvant atteindre 485 MPa. La haute limite élastique est réalisée par les effets combinés de la taille de grain fin développé pendant le laminage à chaud et de la précipitation durcissant, cela est dû à la présence du vanadium, du niobium, et du titane. Les divers types des aciers microalliés ferrito-perlite incluent :

- Les Aciers microalliés au vanadium.
- Les Aciers microalliés au niobium
- Les Aciers microalliés au niobium-molybdène
- Les Aciers microalliés au niobium-vanadium
- Les Aciers microalliés au vanadium-azote
- Les Aciers microalliés au titane
- Les Aciers microalliés au niobium-titane
- Les Aciers microalliés au vanadium-titane

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

4.2.3. Les aciers perlitiques de construction laminés

Les aciers perlitiques de construction laminés sont un groupe spécifique d'aciers HLE ayant des propriétés mécaniques élevés (et, dans certains cas, la résistance à la corrosion atmosphérique) sont obtenues par l'addition de quantités modérées d'un ou plusieurs éléments d'addition autres que le carbone. Certains de ces aciers sont des aciers de carbone-manganèse et diffèrent des aciers au carbone ordinaires seulement

en ayant un plus grand contenu de manganèse. D'autres aciers de construction perlitiques contiennent un peu d'éléments d'alliage, qui sont ajoutés pour augmenter la soudabilité, la formabilité, la dureté, et la résilience.

Les aciers perlitiques de construction laminés sont caractérisés par des limites d'élasticité dans la gamme de 290 à 345 MPa. Ils ne sont pas prévus pour la trempe et ne devraient pas être soumis à un tel traitement. Pour certaines applications, ils peuvent être recuits, normalisés, ou soumis à un effort relaxé, des processus qui peuvent changer les propriétés mécaniques. Quand ces aciers sont employés en structures soudées, le soin doit être pris dans le choix de catégorie et dans les spécifications des détails de procédure de soudage. Certaines catégories peuvent être soudées sans préchauffage ou postchauffage. Les inconvénients de base de ces aciers est que la microstructure perlitique augmente la température de transition mais n'améliore pas la limite d'élasticité.

4.2.4. Les aciers à ferrite aciculaire

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

Les aciers de ferrite aciculaire peuvent être obtenus par trempage ou, de préférence, par le refroidissement à l'air avec les alliages appropriés pour la trempabilité. L'avantage principal de ce type d'acier HLE est la combinaison peu commune de haute limite d'élasticité (415 à 690 MPa), de la résilience élevée, et de la bonne soudabilité. Une application importante de ces aciers est le pipeline. Les propriétés d'un acier de ferrite aciculaire laminé sont récapitulées dans la figure 1.14. L'application principale de l'acier de ferrite aciculaire implique les canalisations d'hydrocarbures dans des conditions arctiques. Cette application exige une combinaison de dureté supérieure, de haute résistance, d'excellente résistance à la fissuration induite par l'hydrogène et la soudabilité de premier ordre de champ.

En réponse à ces besoins, les chercheurs ont développé un acier de ferrite aciculaire dur pour le pipeline par l'optimisation du contenu en carbone et en niobium, l'addition du bore, et/ou l'application du refroidissement en ligne accélérée. Dans ce pipeline, la teneur optimale en carbone s'étend de 0.01 à 0.05%. En dessous de 0.01% de carbone, les grains de la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) proches de la zone fondue sont fragilisés, à cause de la fissuration inter-granulaire induite par l'hydrogène et de la perte de dureté dans la ZAT. L'addition du bore et/ou de l'application du refroidissement en ligne accélérée assure une dureté supérieure et une haute résistance, avec des caractéristiques de soudage souhaitables. Trois catégories pour le service arctique sont disponibles : X65, X70, et X80.

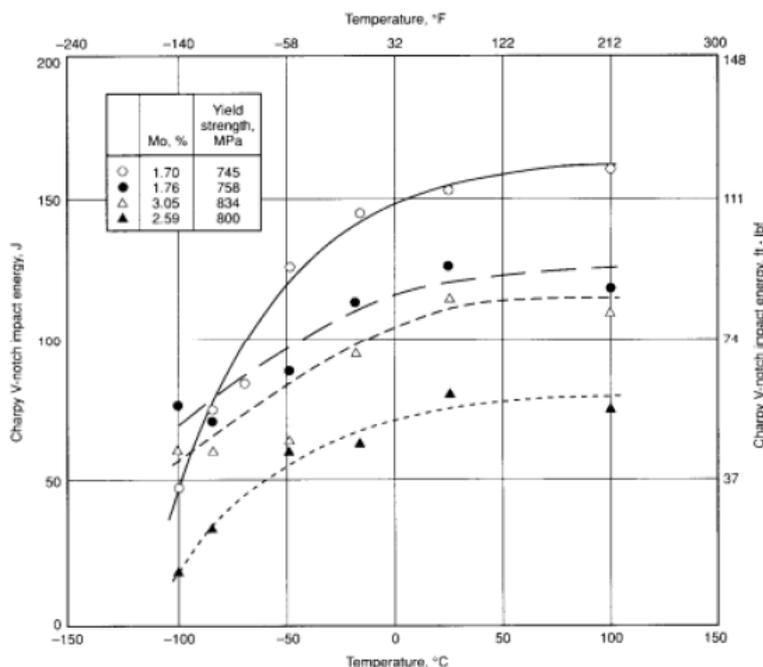


Figure 1.14: La résilience et la limite d'élasticité d'un acier laminé de 25 mm à une structure bainitique à ultra bas carbone. Les teneurs nominales des éléments d'alliage inclus 0.024 à 0.027%C, 0.92 à 1.00%Mn, 3.54 à 3.63%Ni, et 0.05 à 0.055%Nb.

4.2.5. Les aciers à double phase (dual phase)

Ces aciers ont une microstructure constituée de ferrite polygonale (de 80 à 90%) et des îlots de martensite (ou bainite) de 10 à 20% dispersés dans toute la matrice de ferrite. Ces aciers ont une basse limite d'élasticité et une résistance à la traction approximativement de 550 MPa.

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

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

4.2.6. Les aciers en forme d'inclusions contrôlées

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

Déformation plastique et recristallisation

1. Déformation plastique dans les métaux

1.1. Introduction

Les études appliquées sur les propriétés mécaniques des métaux sont essentiellement portées sur leurs propriétés plastiques. Ce sont celles-ci qui ont un intérêt pratique, soit pour les utiliser directement au cours des opérations industrielles de formage, soit pour éliminer ou réduire au maximum toute déformation ultérieure, dans les constructions et dans les pièces métalliques. La déformation plastique peut être étudiée au moyen d'essais de laboratoire, en particulier l'essai de traction, dont l'interprétation est relativement simple et qui permet la caractérisation détaillée des propriétés mécaniques de base des matériaux industriels.

1.2. Plasticité des polycristaux

Les matériaux réels (industriels) sont constitués d'agrégats polycristallins, la considération des joints de grains est donc primordiale si on veut passer du comportement du monocristal à celui du polycristal. Par ailleurs, comme les traitements thermomécaniques impliquent l'existence d'une texture, les différences d'orientations impliquent des différences notables dans les comportements des différents grains constituant le polycristal. Dans l'étude du comportement plastique d'un polycristal, il est nécessaire de tenir compte de la différence du comportement entre voisins (effet d'orientation) et de l'effet des voisins sur un grain donné (effet des interfaces). En tout point à l'intérieur du grain, on peut supposer que le mécanisme de déformation dépend de son orientation par rapport à l'effort. La plasticité du matériau réel polycristallin dépend des différentes cristallites dont il est constitué, mais elle dépend également :

- des joints de grains qui les délimitent ;
- des dislocations, bandes de glissement et macles.
- enfin, des impuretés qui peuvent s'y trouver, tels que les atomes étrangers en solution solide, les ségrégations ou les précipités.

Ces défauts peuvent bloquer le mouvement des joints de grains au cours de la déformation et contrôler l'évolution structurale du matériau.

1.3. Microstructures de déformation

En général, les processus de glissement et de maclage dans un grain sont limités à celui-ci et il est facile de les distinguer de ceux des grains voisins. Lors de la déformation d'un polycristal, les grains sont soumis aux contraintes exercées par leurs voisins qui se déforment en même temps. Le polycristal répond à la déformation en développant des orientations différentes d'un grain à un autre et même, parfois, d'une région à une autre à l'intérieur d'un même grain.

L'hétérogénéité de la déformation a été reconnue depuis longtemps, et la différence d'orientation à l'intérieur du grain a été identifiée par plusieurs voies. La grande

attention dans cet axe est donnée par Barret (1931) qui a observé que l'inhomogénéité conduisait à l'impossibilité de prédiction du comportement en durcissement par déformation et des changements d'orientations se produisant pendant la déformation. Suivant Barret, le terme "bandes de déformation" est utilisé pour la description des volumes d'orientations différentes, présents dans le grain. D'autres chercheurs ont introduit d'autres termes tels que : "kink bands", bandes de glissement secondaire, etc. Les différentes caractéristiques des bandes de déformation sont schématisées dans la figure 2.1. Elle montre une région (B) d'orientation différente de celle du grain propre (A). La région (T) qui se situe à la limite des bandes de déformation (où il y a un changement d'orientation de (B) en (A) dans le même grain) et qui a une largeur limitée, est appelée "bande de transition". Dans plusieurs cas, il existe des bandes de déformation approximativement parallèles, ce qui nécessite un double changement d'orientation de (A) à (C) et puis de (C) à (A). Ces bandes sont appelées "Kink bands" suivant l'appellation d'Orowan (1942). Le développement des bandes de déformation est une conséquence inévitable de la déformation des polycristaux (et aussi des monocristaux).

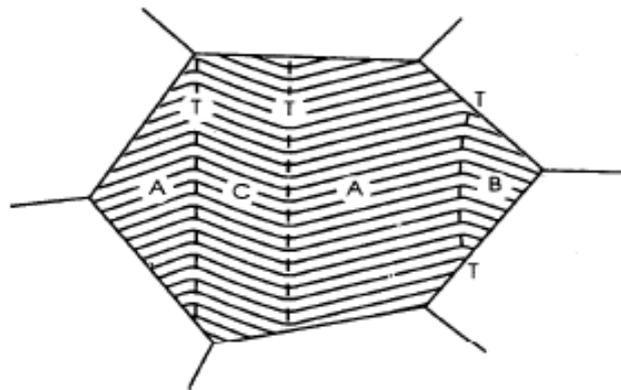


Figure 2.1: Diagramme schématique des bandes de déformation, de transition et les "kink bands"[26].

Les micrographies de la figure 2.2 montrent les deux types d'hétérogénéité. La figure 2.2a montre un grain divisé en régions de différentes orientations représentant les bandes de déformation. L'amplitude des changements d'orientations nécessaires pour les "Kink bands" est bien illustrée sur la figure 2.2b.

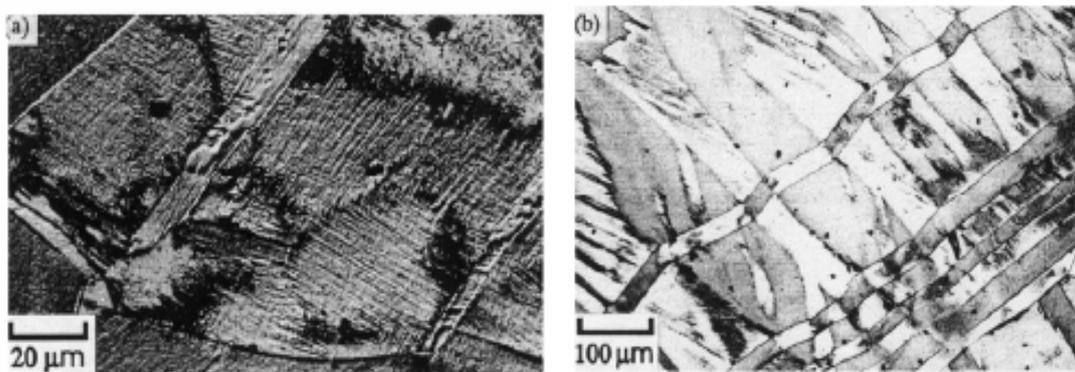


Figure 2.2 : Microstructure d'un laiton (70 Cu-30Zn). a) compressé à 16 %, montrant des bandes de déformation ; b) compressé à 12 % montrant les "kink bands"[26].

Dans une structure déformée par glissement ou maillage, principaux modes de déformations, il peut y avoir parfois présence d'inhomogénéités plus petites que les bandes de déformation, ce qui perturbe la microstructure [26]. Celle-ci peut être classée en deux catégories, selon le taux de déformation :

(i) Pour les faibles et les moyennes déformations, il se développe une structure de blocs de cellules croisés (figure 2.3a). Ces blocs de cellules sont délimités par des parois à forte densité de dislocation (DDW: Dense Dislocation Walls), ou des microbandes, et arrangés en mosaïque caractérisée par des désorientations de sens alternatif, chaque bloc contenant plusieurs cellules de dislocations [46-35].

(ii) Pour des déformations sévères, la microstructure est constituée de blocs de cellules très aplatis, séparés par des joints de dislocation lamellaires (lamellar dislocation boundaries LBs) qui remplacent le DDW observé à des faibles déformations (figure 2.3b) [46-35].

Si l'on trouve ces stades de déformation dans la plupart des alliages métalliques de structure CFC et CC, il va de soi que leur domaines en termes de déformations varient selon les paramètres mécaniques (le mode de déformation) et physique (énergie de faute d'empilement γ , taille et orientation des grains) et la température. Un abaissement de γ accélère la formation de microbandes de cisaillement, tandis qu'une augmentation de la température de déformation la retarde [46].

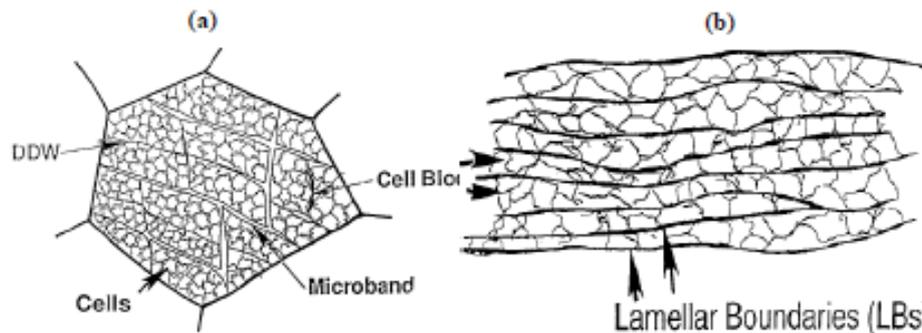


Figure 2.3: Schéma de la subdivision de grain pour: (a) les faibles taux de déformation, (b) les grands taux de déformation [35].

1.4. Energie du travail à froid

La majeure partie du travail de déformation est perdue sous forme de chaleur, l'énergie emmagasinée par le matériau ne représente qu'une faible proportion (~2-10%). Cette énergie qui est fortement liée à tous les changements des propriétés du métal déformé, est dérivée des défauts ponctuels et des dislocations générées durant la déformation. Malgré leur grande mobilité, les défauts ponctuels n'ont pas une contribution significative dans l'énergie de déformation emmagasinée. Dans le cas de la déformation à froid, l'origine de l'énergie emmagasinée est l'accumulation des dislocations. La différence essentielle entre l'état de déformation et l'état de recuit se trouve dans le contenu et l'arrangement de dislocations. De ce fait, la discussion sur l'influence des microstructures de déformation, sur les processus de restauration et de

recristallisation, doit être basée sur la densité, la distribution et l'arrangement des dislocations.

L'augmentation de la densité de dislocations est due au piégeage continu des nouvelles dislocations mobiles, par la population de dislocations immobiles, et leur incorporation dans différentes caractéristiques microstructurales de l'état déformé, comme l'augmentation de l'aire des joints de grains, ou encore l'apparition d'une structure interne de différentes formes à l'intérieur des grains, ce qui implique la création de quelques joints de grains par l'intermédiaire de nouvelles dislocations. Une autre source de création de dislocations, et donc d'augmentation de l'énergie emmagasinée, est la présence de particules d'une seconde phase.

L'augmentation de la densité de dislocations est due au piégeage des dislocations présentes et à la génération de nouvelles dislocations

Pendant la déformation, les dislocations (représentés par le vecteurs de Burgers b) parcourent une distance moyenne (L), la densité de dislocation (ρ) est reliée à la déformation (ε) réelle par :

$$\varepsilon = \rho \cdot b \cdot L \quad (2.1)$$

Dans certains cas, il est possible de définir des valeurs limites moyennes pour L , par exemple la taille des grains ou la distance inter-particules [26].

1.5. Influence de la taille du grain sur les propriétés plastiques

Dans la plupart des études qui ont été faites, l'influence de la taille du grain a été déterminée par des mesures de dureté. Celle-ci augmente avec la diminution de la taille moyenne de grain (figure 2.4).

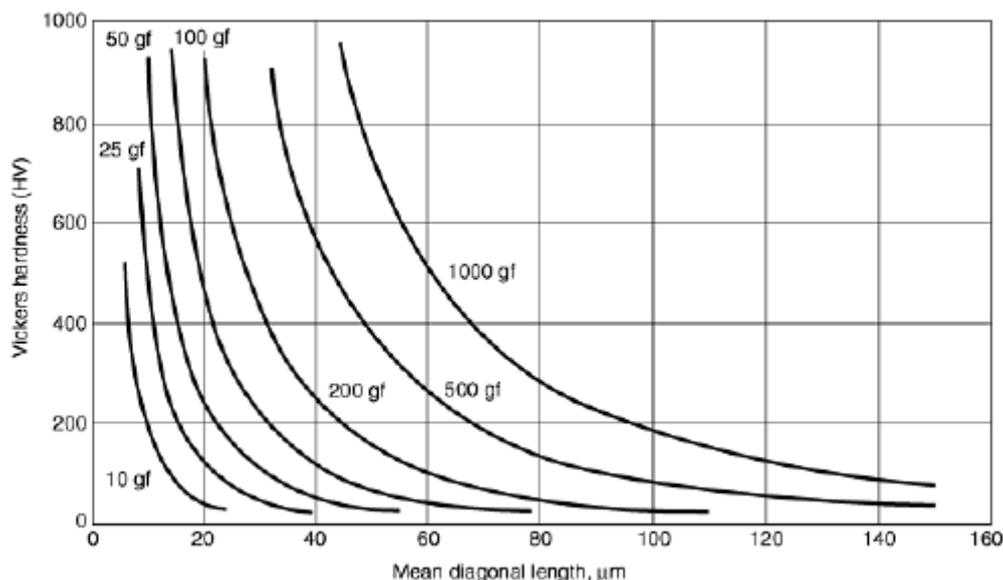


Figure 2.4: Relation entre la dureté Vickers avec la taille moyenne, pour les charges de 10-1000 gf [27].

Pour l'influence de la taille du grain sur la courbe de traction est néanmoins connue. L'effet est maximum lorsque la déformation est petite et il disparaît pour les déformations importantes (figure 2.5).

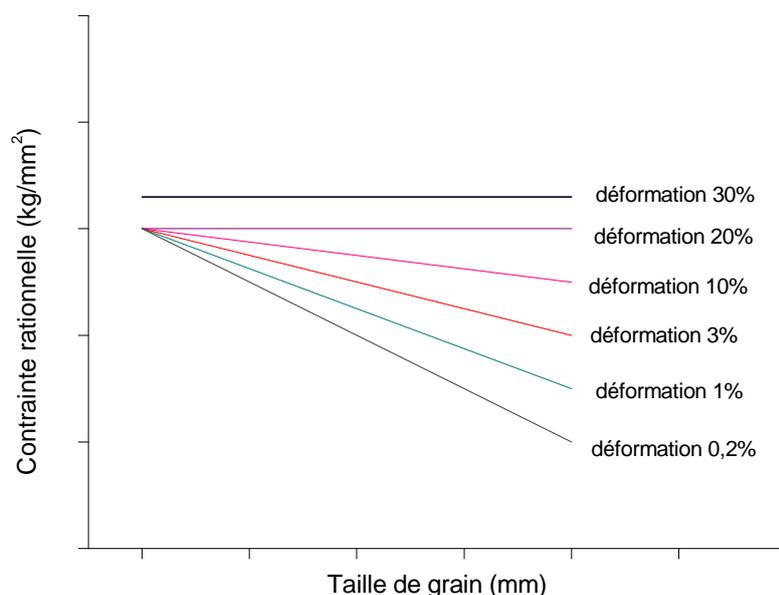


Figure 2.5 : Influence de la taille du grain sur la contrainte de déformation plastique du cuivre [29].

Une réduction de la taille du grain augmente le nombre des joints responsables de la déformation "turbulente". C'est ce qui peut expliquer l'influence de la taille du grain. Celle-ci est particulièrement importante lorsque la limite élastique présente une nette discontinuité (mécanisme de Cottrell). La limite élastique supérieure augmente lorsque la taille des cristaux diminue.

On peut relier la limite élastique d'un échantillon polycristallin à la propagation du glissement d'un cristal au suivant. L'augmentation de contraintes dues à l'empilement des dislocations sur un joint est plus facile dans les petits cristaux que dans les gros. En effet, la pression en retour qui s'exerce sur une source et arrête son fonctionnement augmente avec le nombre des dislocations engendrées. Ce nombre est proportionnel à la distance que les dislocations doivent couvrir pour atteindre le joint de grains. L'existence d'une déformation plastique faible, mais mesurable, avant la limite élastique supérieure, vient à l'appui de cette application [28].

2. Restauration et recristallisation

Lorsque l'on chauffe un métal après déformation. Le premier phénomène qui modifie profondément la structure est la redistribution des dislocations en un réseau de plus faible énergie sans diminution sensible de leur nombre. Ce phénomène est quelquefois appelé *polygonisation* bien que ce terme soit réservé au cas particulièrement simple, il peut être le seul phénomène de restauration qui intervient au cours d'un chauffage progressif, lorsque l'écroutissage est faible [28].

2.1. Introduction

Le traitement thermique est un des outils les plus importants pour améliorer l'aptitude à la mise en forme et contrôler la microstructure. Le traitement thermique des matériaux déformés regroupe des processus de relaxation de la microstructure, la restauration et plus particulièrement la recristallisation.

La densité de défauts acquise pendant la déformation plastique constitue un état instable, le simple fait d'élever la température du matériau conduit à l'apparition de certains processus thermiques qui diminuent son énergie libre. En effet, l'activation thermique des atomes leur permet de remonter facilement la barrière de potentiel qui les sépare de l'état d'équilibre perdu après déformation. Les processus fondamentaux de relaxation peuvent se répartir en :

- annihilation de défauts ponctuels ;
- annihilation de dislocations et rétrécissement des boucles ;
- réarrangement des dislocations en configurations plus stables ;
- absorption des dislocations et défauts ponctuels par les joints en mouvement ;
- réduction de la surface totale des joints de grains.

Les trois premiers processus correspondent à la restauration et les deux derniers à la recristallisation. Si le troisième processus contribue à la formation de joints à grands angles, il peut être considéré comme le premier stade de la recristallisation, c'est-à-dire, la germination. Le réarrangement des dislocations conduisant à la formation des joints à faibles angles (formation de sous-grains) est appelé parfois "polygonisation" (observée quand le métal est faiblement écroui et recuit à température pas trop élevée: redistribution des dislocations qui se groupent en parois entourant des sous-grains). Si la déformation s'opère à haute température, on parle de restauration et/ou à la recristallisation dynamique [26].

Les températures de recristallisation et de restauration (ou polygonisation) varient généralement suivant les courbes de la figure 2.6 :

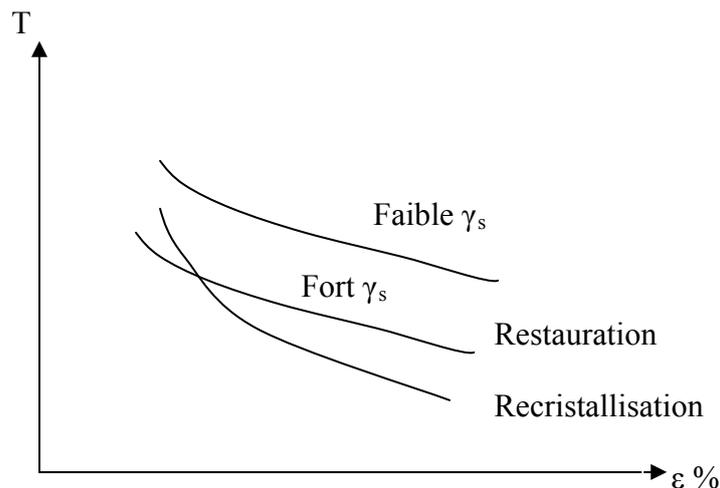


Figure 2.6: Influence du taux de déformation sur la température de recristallisation et de restauration (γ_s ; l'énergie interfaciale).

Après un fort écrouissage, la recristallisation précède toujours la restauration. Après un faible écrouissage, dans les métaux de forte énergie de défaut d'empilement, comme l'aluminium ou le fer la restauration se produit d'abord et, en diminuant l'énergie emmagasinée sous forme de distorsions élastiques, réduit la force motrice pour la croissance des germes et peut retarder considérablement la recristallisation, et même pratiquement la supprimer.

2.2. Restauration

Les modifications de structure produites par déformation constituent un écart à l'équilibre du métal. L'énergie libre augmente surtout par l'addition d'une énergie de déformation correspondant à l'introduction d'un grand nombre de dislocations. Mais la formation des lacunes et le passage de certains atomes en position interstitielle l'augmentent aussi. La structure a donc tendance à retourner vers l'état d'équilibre, c'est-à-dire à se restaurer. Suivant l'anisotropie de l'énergie de surface, l'état d'équilibre idéal est soit un cristal unique sphérique, soit un cristal dont les faces sont des plans cristallographiques d'énergie de surface minimum. Lorsque les forces responsables de la déformation sont relâchées, le retour à l'équilibre est partiel. Il se poursuit sous l'effet de l'agitation thermique et cette étape se nomme "restauration" [28].

La restauration est le stade de recuit qui précède celui de l'apparition de nouveaux grains à faible densité de dislocations ou encore, c'est tout processus thermique qui ne fait pas appel au mouvement des joints. Elle peut s'effectuer soit pendant, soit après la déformation.

Cette étape de restauration permet de récupérer totalement ou partiellement les propriétés mécaniques initiales du métal (diminution de la dureté, modification de la résistivité électrique), elle est discutée essentiellement en termes de changement de structures de dislocations. Elle est mesurable expérimentalement par les changements qu'elle produit sur des paramètres physiques telles que : la limite d'élasticité [26] et la résistivité électrique [26]. La cinétique du phénomène dépend de la température, c'est pourquoi il existe une énergie d'activation.

Un métal déformé peut être restauré de six manières différentes :

- 1) Diminution de la concentration des lacunes ou des atomes interstitiels.
- 2) Neutralisation des dislocations de signes opposés ou rétrécissement des boucles de dislocation jusqu'à leur disparition.
- 3) Réarrangements des dislocations en réseaux plus stables.
- 4) Absorption des dislocations par les joints de grains qui se déplacent dans le cristal déformé.
- 5) Réduction de la surface totale des joints de grains.
- 6) Diminution de l'énergie libre de surface par changement de forme ou d'orientation [28].

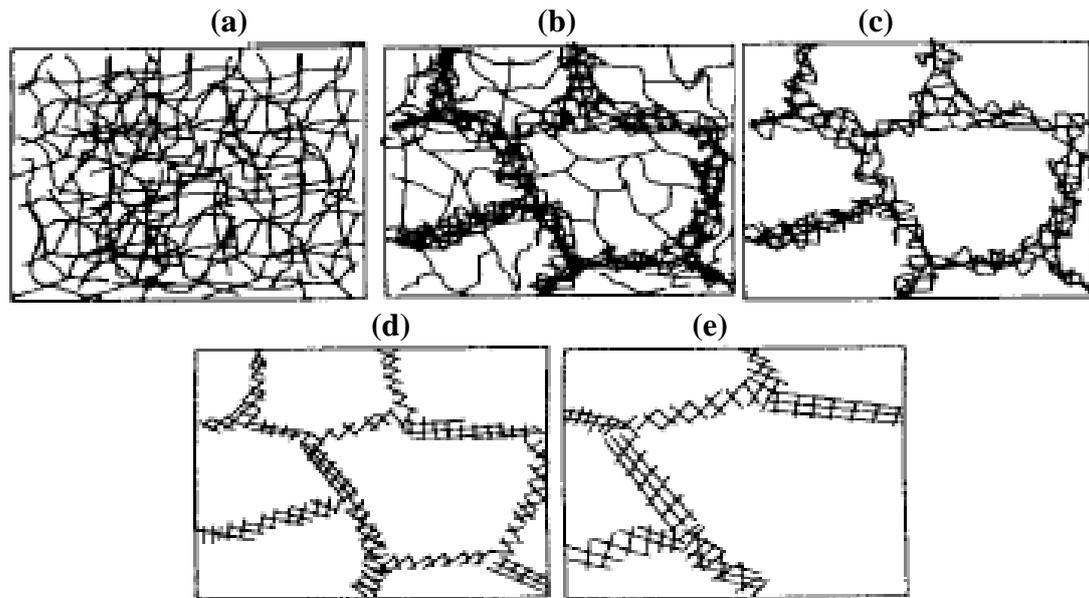


Figure 2.7: Mécanismes de restauration des métaux déformés plastiquement [26].
 (a) enchevêtrement de dislocation, (b) formation de cellules, (c) annihilation des dislocations dans les cellules, (d) formation des sous grains, (e) croissance de sous grains.

La restauration n'est pas un processus microstructural unique, c'est une série de micro-mécanismes qui sont schématisés sur la figure 2.7. Elle implique :

- L'annihilation des défauts ponctuels et des dislocations ; elle est assurée par le glissement et la montée des dislocations ;
- Le réarrangement des dislocations dans des configurations plus stables : la figure 2.8a montre une inégalité de dislocations de signes opposés, l'annihilation de toutes les dislocations est impossible (figure 2.8b). Avec le chauffage, l'excès de dislocations va s'arranger dans une configuration de faible énergie, en rangées régulières ou en joints de grains à faibles angles (LAGBs : Low Angle Grain Boundaries). De telles structures ont été observées pour la première fois par Cahn [26], ce mécanisme est appelé *polygonisation*. Les lignes de dislocations de la figure 2.8c sont appelées *des joints de flexion*. En général, la structure de dislocations obtenue après une déformation relativement élevée et un recuit ultérieur des matériaux polycristallins est plus compliquée.
- La croissance des sous-grains : la croissance se fait soit par migration des sous-joints ou par rotation et coalescence des sous-grains.

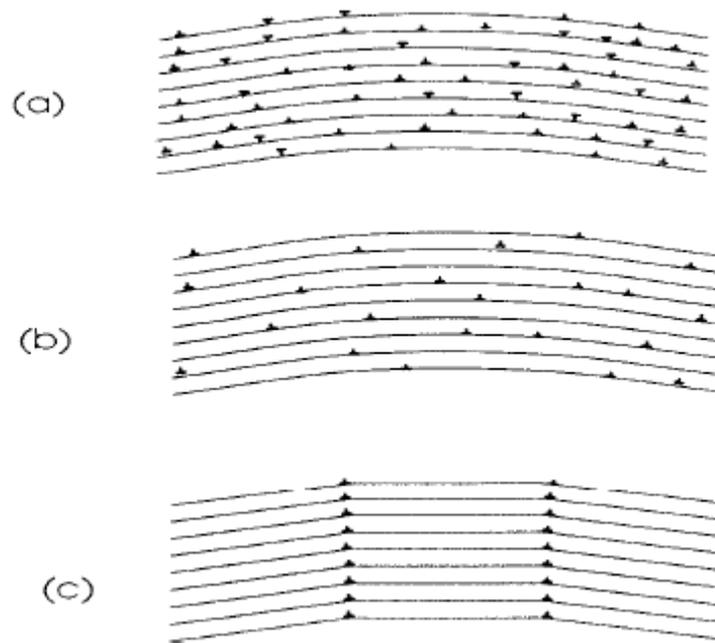


Figure 2.8: Polygonisation d'un cristal contenant des dislocations coins:
 (a) après déformation, (b) après annihilation des dislocations,
 (c) formation de joints de flexion [26].

2.3. Recristallisation

La recristallisation est une redistribution des atomes dans un assemblage de cristaux entièrement nouveaux, qui se développent aux dépens d'une matrice qui est dans un état structural moins parfait. Ces nouveaux cristaux d'orientation différente de la matrice où ils sont nés, sont partiellement bordés par des joints à grand angle, à l'intérieur de la matrice déformée, et capable de croître [26].

La recristallisation d'un métal écrouie comprend généralement deux stades : la germination et la croissance de ces germes. L'énergie motrice de cette transformation structurale est l'énergie d'écrouissage. Elle peut se subdiviser en :

- Recristallisation primaire (germination et croissance de germes).
- Croissance de grains : c'est la continuation du processus de croissance lorsque tout le métal écrouie a disparu, conduisant à un accroissement continu de la dimension moyenne des grains.
- Croissance exagérée (encore appelé *recristallisation secondaire*) : seul un petit nombre de grains croissent aux dépens des autres (déjà recristallisés) [30].

2.3.1 Recristallisation primaire

La recristallisation primaire est caractérisée par le développement de nouveaux grains qui se forment par germination et croissance au dépend de la matrice écrouie.

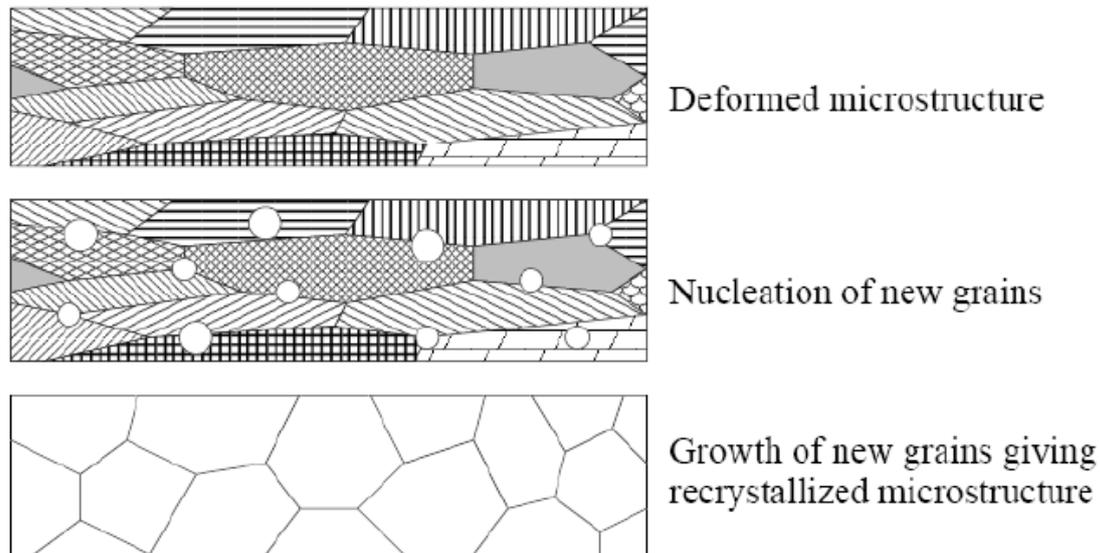


Figure 2.9 : Les stades de la recristallisation primaire [31].

Au cours du recuit de recristallisation des germes apparaissent par la formation de région de petits volumes exempts de défauts susceptibles de croître dans la matrice séparés par des joints à grands angles. La croissance des germes est d'autant plus rapide que la désorientation avec la matrice environnante est importante. De plus, un germe potentiel ne peut croître que si sa taille est supérieure à celle des cellules voisines. L'orientation des germes est un élément important, puisqu'elle détermine en partie la texture de recristallisation. Chaque germe conserve le plus souvent l'orientation de la cellule dont il est issu. La distribution des orientations des germes est donc comprise dans la distribution des orientations dans l'état déformé [32].

Des sites de germination sont prédéterminés par la déformation dans les régions les plus écrouies de la matrice telles que les joints de grains et les enchevêtrements de dislocations, ainsi qu'au voisinage d'une particule de seconde phase. Pour que les germes soient viables, ces volumes doivent avoir des tailles suffisantes pour continuer à croître dans la matrice écrouie.

Les germes atteints le seuil, croissent sous l'action de l'énergie de déformation stockée au détriment de la matrice écrouie qui les entoure et, ce faisant, affectent des formes plus ou moins régulières dues à des anisotropies de leur vitesse de croissance, jusqu'à ce qu'ils se rejoignent, absorbent les parties non encore recristallisées et arrivent au contact les uns des autres ; à ce moment, la recristallisation primaire proprement dite est achevée et l'on entre dans le stade appelé *croissance des grains*.

Dans les nouveaux cristaux formés (de faible énergie interne), la concentration des dislocations est beaucoup plus faible que dans le métal écroui. L'énergie nécessaire à la recristallisation provient de la diminution d'énergie libre qui correspond à la diminution de la concentration des dislocations [28].

2.3.2. Lois de la recristallisation

La recristallisation est la formation, dans le matériau déformé, de grains à faible densité de défauts, ce processus est possible par la formation et la migration de joints à grand angle. Nous pouvons admettre les caractéristiques suivantes pour le processus de recristallisation. Elles peuvent être résumées comme suit :

a) La recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale, dite écouissage critique ϵ_c .

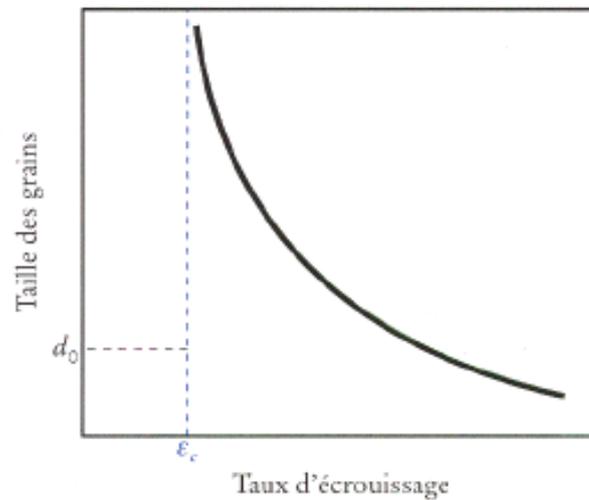


Figure 2.10: Influence du taux de déformation sur le diamètre des grains.

b) Quand le taux de déformation augmente, la température de recristallisation diminue : la température de recristallisation est la température minimale à laquelle le métal doit être recuit pour que la recristallisation se produise en un temps donné. L'énergie emmagasinée qui fournit la force motrice en recristallisation est proportionnelle au taux d'écrouissage ; la germination et la croissance peuvent se produire même à de faibles températures.

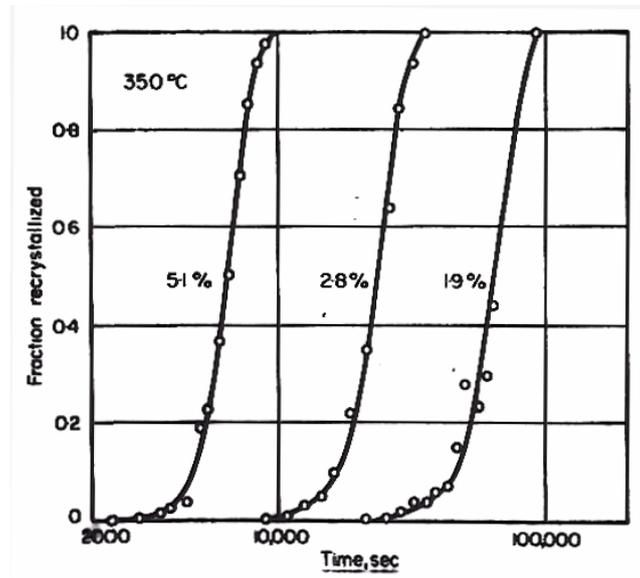


Figure 2.11: Influence du temps sur la fraction transformée.

c) La température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est plus long (pour une même déformation) : cela montre que les mécanismes de recristallisation sont activés thermiquement. La relation entre le taux de recristallisation et la température suit la loi d'Arrhenius.

- d) La taille des grains après recristallisation décroît lorsque le taux de déformation augmente ou lorsque la température de recuit décroît. La vitesse de germination est plus affectée par la déformation que par la vitesse de croissance ; les déformations élevées fournissent plus de germes par unité de volume, donc des grains plus fins.
- e) Plus la dimension des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température et de temps données, est élevée.
- f) Les nouveaux grains ne croissent pas aux dépens de grains déformés d'orientation voisine.
- g) A une température donnée, la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) part d'une valeur nulle, croît et passe par un maximum ; d'où la forme caractéristique des courbes de cinétique de recristallisation, qui commencent par un période d'incubation.

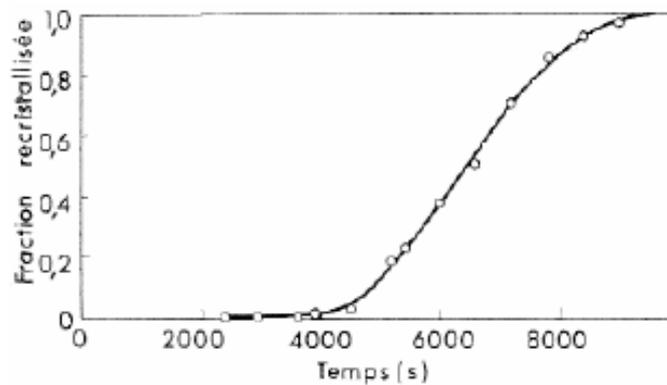


Figure 2.12 : Cinétiques de recristallisation de l'aluminium à 350°C après une déformation de traction de 5% [33].

- h) La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée.

Ces lois se comprennent bien si l'on admet que l'énergie emmagasinée, sous forme élastique, par les dislocations produites au cours de l'érouissage est l'énergie motrice pour la formation et la croissance des germes et que ceux-ci apparaissent dans les zones les plus fortement déformés. La germination étant un processus thermo-activé, on comprend bien l'effet du temps et de la température de recuit sur la recristallisation ; en particulier la période d'incubation correspond au temps nécessaire pour que le volume recristallisé soit décelable [34].

2.3.3. Croissance

La croissance des germes implique la migration des joints à grand angle à l'intérieur de la matrice déformée. Après recristallisation primaire, le métal est constitué de grains de taille et de forme très diverses. Il n'est pas dans son état le plus stable. Lorsqu'on poursuit le recuit, la continuation du processus de croissance conduit à un accroissement continu de la dimension moyenne des grains. On parle de *croissance normale* ou *continue*. La force motrice de cette croissance est l'énergie emmagasinée

dans le matériau sous forme de joints de grains (provient de l'énergie de surface des joints). Le métal recristallisé possède donc un excès d'énergie sous forme de joints de grains. La force motrice est alors l'énergie interfaciale des joints.

La vitesse de la croissance normale est inférieure à celle de la recristallisation. La vitesse des joints de grains est plus faible relativement à la recristallisation primaire et est plus affectée par les effets d'épinglage (pinning) des joints de grains par les impuretés et les particules d'une seconde phase.

Il existe des circonstances où quelques grains peuvent croître excessivement en consommant d'autres grains recristallisés, cette croissance est qualifiée indifféremment d'anormale, d'exagérée ou de discontinue. Elle ne peut démarrer que si la croissance normale est bloquée [35].

Le recuit à une température bien supérieure à la température de recristallisation primaire provoque la croissance que d'un petit nombre de grains aux dépens des autres grains. La recristallisation secondaire n'exige pas de nouvelle germination. Ce sont certains grains de recristallisation primaire ayant une certaine taille critique qui croissent en 'dévorant' tous les grains de faible taille [36].

L'intérêt technologique de l'étude de la croissance se trouve dans les propriétés mécaniques qui peuvent être obtenues, en particulier la taille de grains. Une bonne compréhension de la croissance permet un meilleur contrôle de la microstructure et une bonne prédiction du comportement mécanique ultérieur, au cours d'un nouveau cycle de déformation.

2.3.4. Cinétique de la recristallisation

La déformation plastique fait apparaître dans le métal des régions qui peuvent servir de germes à la recristallisation ou qui sont favorables à la germination de cristaux nouveaux, dans certaines conditions. Le nombre de sites de ces germes augmente avec le taux d'écroutissage. Il peut être évalué par la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps), qui s'écrit:

$$v = N' \cdot G \quad (2.2)$$

Où : N' est le nombre de germes nouveaux par unité de temps et G leur vitesse de croissance. Comme ces deux quantités dépendent du temps, la cinétique de recristallisation n'est pas une fonction simple du temps. Pour exprimer la fraction de volume recristallisé, on utilise souvent l'équation d'Avrami :

$$V = 1 - \exp[-(\beta \cdot t)^n] \quad (2.3)$$

Où $n = 1$ à 4. Le problème expérimental est la mesure séparée de N' et G . β dépend de la température.

Au cours du chauffage à une température convenable, un nouveau cristal se développe autour de chaque site de croissance. Son "rayon" croît en fonction du temps suivant la relation:

$$D = G \cdot (t - T) \quad (2.4)$$

La vitesse de germination croît avec l'écroutissage, est elle est d'autant plus grande que la taille du grain du métal d'origine est plus petite.

Il y a évidemment un problème de germination dans la recristallisation, car le nouveau cristal doit dépasser la taille critique pour croître. Une fois la taille critique atteinte, le cristal croît d'une manière continue. La vitesse de croissance est alors linéaire jusqu'à ce que les cristaux se rejoignent.

2.3.5. Facteurs influant la recristallisation

La cinétique de recristallisation dépend de plusieurs paramètres :

a) Le taux de déformation

Il affecte la vitesse de recristallisation, parce que la déformation change la quantité d'énergie emmagasinée et le nombre des germes effectifs. Au-dessous d'une déformation minimale, la recristallisation n'aura pas lieu. Au-dessus de cette valeur, la vitesse de recristallisation augmente jusqu'à une valeur maximale [30].

b) Les impuretés

L'effet habituel des solutés est de retarder la recristallisation. L'effet quantitatif d'un soluté sur la recristallisation dépend de la nature du couple solvant/soluté. Les impuretés augmentent la valeur de la température de recristallisation. La majorité des travaux expérimentaux suggère que l'influence principale des solutés s'exerce sur la mobilité des joints de grains et donc sur la vitesse de croissance des grains en cours de recristallisation [36].

c) L'orientation des grains par rapport à la matrice

Dans le cas des matériaux cubiques centrés, comme dans notre cas, les joints ont des désorientations spécifiques autour de l'axe $\langle 110 \rangle$ [36].

d) Les paramètres du recuit

- La température du recuit : elle influe sur la cinétique de recristallisation. L'augmentation de la température provoque la diminution de la période d'incubation représentée dans la figure ci-dessous :

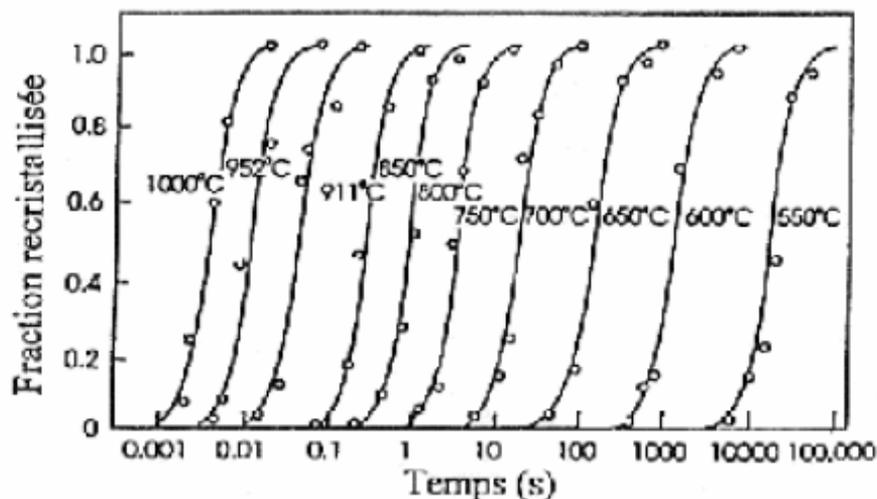


Figure 2.13 : Effet de la température sur la cinétique de recuit de Fe-3.5%Si déformé à 60% [37].

- Vitesse de chauffage : La vitesse de chauffage pour amener l'échantillon à la température de recuit peut également être importante parce qu'une vitesse de chauffage élevée peut réduire le taux de restauration. De nombreux travaux ont été publiés sur l'effet de la vitesse de chauffage sur la recristallisation des alliages. Ils ont montré qu'une vitesse de chauffage élevée accélère la recristallisation et aboutit donc à une taille de grains plus petite. Ces effets ont été attribués au rôle des solutés et des particules de phase secondaire dans le retard à la restauration [36].

2.3.6. Propriétés des métaux recristallisés

La recristallisation élimine complètement les modifications apportées par la déformation plastique, mais à part l'effet sur la taille des grains et la création d'orientations préférentielles. Les propriétés individuelles des cristaux recristallisés semblent donc identiques à celles des cristaux bruts de coulée. La concentration et la distribution des dislocations sont donc les mêmes dans le métal coulé et dans le métal recristallisé. Cette analogie semble impossible à justifier et il ne faut pas en conclure qu'il existe un degré absolu dans l'imperfection d'un cristal à l'équilibre après des traitements différents. Un métal recristallisé est en général ductile, sa limite élastique est faible et son taux de consolidation est élevé [28].

Techniques expérimentales

1. Introduction

Le présent travail a pour objet d'étudier l'influence du taux de déformation et de la température de recristallisation sur la microstructure et les propriétés mécaniques de deux aciers de même grade (API X70), dénommés Tysseon et Arcelor, et faire une comparaison entre les deux.

Pour cela on procède à une analyse chimique des deux aciers à l'état reçu, et à leurs caractérisation microstructurale et mécanique. En suite, on subit à des éprouvettes de tractions découpées à partir des deux aciers, des essais de traction à différents taux de déformation (5%, 10%, 20%, 25% ou 30%) jusqu'à la rupture, puis les éprouvettes déformées sont recuit à différentes température (680°C, 720°C, 750°C, 790°C et 820°C). Les renseignements fournis par les essais de traction et les relevés de duretés, sont complétés par la diffraction des rayons X et les observations micrographiques optique et électronique. Ce qui nous permet de faire une étude comparative des deux aciers en optimisant les paramètres de déformation et recristallisation.

2. Présentation du matériau étudié

Au cours de cette étude deux tubes industriels dénommés Tysseon et Arcelor en acier à haute limite d'élasticité de grade API 5L X 70 (selon l'American Petroleum Insitut) utilisé pour la canalisation du pétrole et gaz ont été étudiés. Les deux aciers se différencient par leurs compositions chimiques.

Les matériaux initiaux se présentent sous forme des tronçons (voir la figure ci-dessous) découpés par oxycoupage à partir des tubes de diamètre extérieur de 1626mm et d'épaisseur 14.2 mm:

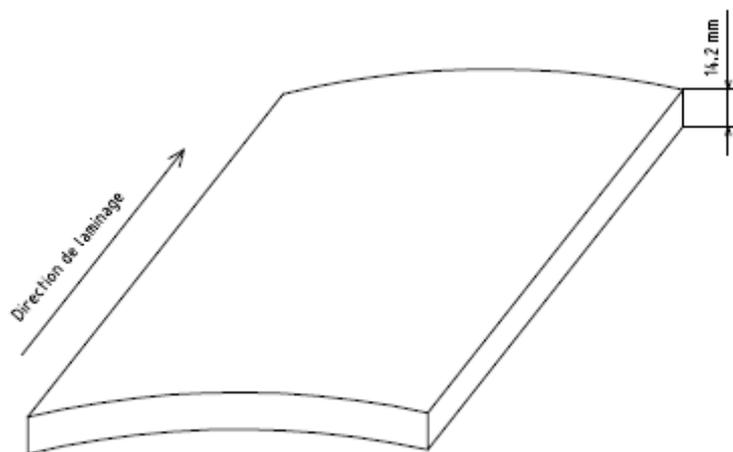


Figure 3.1 : Tronçon découpé de pipe.

2.1. Analyse chimique du matériau

L'analyse chimique du métal de base des deux aciers est effectuée au centre de recherche scientifique en soudage et contrôle (CSC) - filiale d'Annaba -. La méthode d'analyse est la spectrométrie de fluorescence des rayons X et pour l'analyse du carbone et le soufre on a utilisé la spectrométrie d'absorption en infrarouge. Les éléments chimiques présents dans ces aciers sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Element	C	Mn	Si	P	S	Cu	Al	Ti	Nb	Ni	Cr	Mo	V
Tysseon Tôle (I)	0,09	1,59	0,31	0,006	0,005	0,012	0,035	0,005	0,055	0,021	0,036	0,0049	0,064
Arcelor Tôle (II)	0,057	1,63	0,21	0,002	0,008	0,014	0,025	0,015	0,068	0,024	0,024	0,0029	0,001

Tableau 3.1: Composition chimique des deux aciers.

2.2. Caractéristiques mécaniques du matériau

Les caractéristiques mécaniques de l'acier X70 selon la norme API Line Pipe-5L (American Petroleum Institute) sont :

Norme de référence: American Petroleum Institute (API) 5L, PSL1				Norme Européenne comparable
Nuance	Limite d'élasticité minimale	Résistance à la traction minimale	Allongement minimal	(EN 10219-1: 1997)
	N/mm ²	N/mm ²	%	
X70	480	560	20	L 485 MB

Tableau 3.2: Caractéristiques mécaniques exigées par la norme API pour l'acier X70.

3. Etude des propriétés mécaniques

L'essai de traction est le procédé expérimental le plus largement utilisé dans l'étude du comportement mécanique des métaux et alliages, il permet de donner des valeurs exactes qui sont utilisables comme base de calcul.

3.1. L'essai de traction

Il consiste à solliciter de façon unidirectionnelle des éprouvettes de dimensions normalisées (section S_0 , longueur L_0 de la partie utile) avec une force de tension croissante F et à enregistrer l'allongement résultant ΔL .

L'essai de traction est réalisé à l'aide d'une machine hydraulique qui comporte un dispositif permettant d'appliquer un effort sur l'éprouvette, et des systèmes de mesure pour déterminer d'une part la charge et d'autre part l'allongement. Le dispositif de chargement doit assurer un effort de traction pure, donc un alignement rigoureux des axes d'amarrage de l'éprouvette. L'effort peut être exercé par un vérin hydraulique ou agissant sur une vis attaquant une traverse mobile. Le déplacement de la traverse commande simplement la rotation de l'enregistreur à l'aide d'un fil tendu par un contrepoids. Les éprouvettes sont solidement maintenues par leur tête entre les mâchoires de la machine. Ces mâchoires, en s'écartant l'une de l'autre, exercent une force de traction suivant l'axe géométrique de l'éprouvette de telle manière que la sollicitation soit répartie uniformément sur toute la largeur des extrémités.

La vitesse de traction doit être bien déterminée au préalable, pour cela, il faut consulter les normes relatives à l'exécution de l'essai de traction. Des appareils adaptés

à la machine permettent de mesurer à chaque instant l'effort de traction ou la charge et l'allongement correspondant de l'éprouvette.

De plus, ces machines sont couplées à un ordinateur qui permet la saisie des données et leur traitement rapide et commode.

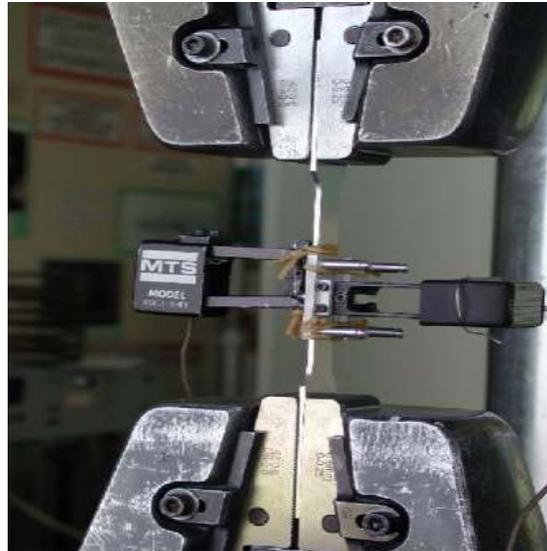


Figure 3.2: Schéma du principe de fonctionnement d'une machine de traction.

L'essai fournit deux diagrammes, la courbe conventionnelle (F/S_0 , $\Delta L/L_0$), et éventuellement la courbe rationnelle (contrainte vraie σ , déformation vraie ε).

3.2. La courbe conventionnelle

C'est la charge unitaire R appliquée à l'éprouvette en fonction du taux d'allongement e , (figure ci-dessous) :

$$e = \frac{L - L_0}{L_0} \text{ et } R = \frac{F}{S_0} \quad (3.1)$$

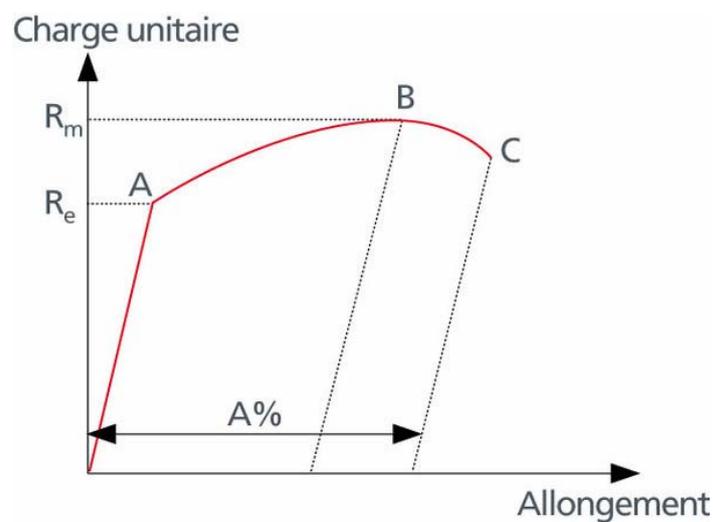


Figure 3.3: Courbe de traction conventionnelle.

Dans le cas général, on observe :

- une partie rectiligne correspondant au domaine d'élasticité Jusqu'à R_e (OA) (déformation réversible) :

Pour les faibles allongements, le matériau se déforme de manière réversible par distorsion des réseaux atomiques cristallins. Dans ce domaine, la force appliquée est proportionnelle à l'allongement, ce qui s'exprime par la loi de Hooke:

$$R = e \cdot E \quad (3.2)$$

Avec E le module d'Young. Quand E augmente le matériau est rigide. Plus on a plus des joints grains, plus les cristallites sont petite donc une limite élastique élevée.

- Une deuxième partie suit la partie rectiligne qui correspond à la zone de plasticité du métal. Cette dernière est constituée de :

- un domaine (AB) de déformation plastique permanente homogène ou déformation plastique répartie ;

- un maximum correspondant à la charge maximale supportée par l'éprouvette, appelée couramment *charge de rupture* ;

- Le domaine de striction (BC) dans lequel les déformations se localisent dans une zone limitée dont la section diminue rapidement : Au lieu de se produire immédiatement, la rupture est différée. Le rétrécissement local qui est à l'origine de la décroissance de la courbe de traction s'amplifie, mais cette zone résiste et la rupture peut encore nécessiter un allongement supplémentaire. Dans la zone de striction, où la section est amoindrie, la contrainte est plus élevée que dans le reste de l'éprouvette, mais la force, produit de cette section par cette contrainte, diminue quand même. Cela implique que les autres parties de l'éprouvette, soumises à une tension qui décroît, ne se déforment plus. L'essentiel de l'allongement se situe dans la zone de striction à partir de son apparition jusqu'à la rupture. La rupture se produit pour l'allongement note A% (allongement à rupture) ;

- Une troisième zone qui correspond à la rupture du l'éprouvette.

3.3. La courbe rationnelle

La courbe conventionnelle définit des propriétés mécaniques permettant de caractériser un matériau, mais elle ne permet pas de renseigner sur la loi de comportement (relation entre la charge réelle et la déformation réelle) dans le domaine élastique et plastique du matériau, car elle ne tient pas compte de la diminution de la section.

3.3.1. Contrainte vraie

Le diagramme rationnel est la représentation de la contrainte vraie σ en fonction de la déformation rationnelle ε , elle tient compte de la variation de section S au cours de l'essai en admettant que le volume de la partie calibrée de l'éprouvette reste constant on a :

$$S_0 \cdot L_0 = S \cdot L = S(L_0 + \Delta L) \quad (3.3)$$

$$S = \frac{S_0}{1 + \frac{\Delta L}{L_0}} = \frac{S_0}{1 + A}$$

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{\frac{S_0}{1 + A}}$$

$$\sigma = R(1 + A) \quad (3.4)$$

3.3.2. Déformation rationnelle

À un instant donné de l'essai, $\frac{\Delta L}{L_0}$ ne correspond pas à la véritable déformation qui par définition vaut: $\frac{\Delta L}{L}$ avec L variable continument au cours de l'essai. Soit dL l'allongement instantané lorsque la longueur de la poutre est $L(>L_0)$:

$$dL = L(t + t_e) - L(t)$$

$(t + t_e)$ Instant juste après t (t_e est infiniment petit)

L'allongement depuis le début de l'essai est ΔL . En considérant des taux d'allongements infinitésimaux:

$d\varepsilon = \frac{dL}{L}$, alors le taux d'allongement rationnel (réel), depuis $t = 0$ (longueur L_0) jusqu'à l'instant $t > 0$ (longueur L) s'écrit:

$$\varepsilon = \int_{L_0}^L d\varepsilon = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln \frac{L}{L_0} = \ln \left(\frac{L_0 + \Delta L}{L_0} \right)$$

$$\varepsilon = \ln(1 + A) \quad (3.5)$$

Les équations (3.4) et (3.5) ne sont valides qu'à l'apparition de la striction; au-delà de ce point, il faut calculer la contrainte et la déformation réelles à l'aide des valeurs véritables de la charge, de l'aire de la section transversale et de la distance entre repères [38].

La courbe (σ, ε) représente le diagramme rationnel de traction (figure ci-dessous), sa pente $d\varepsilon = dL/L$ évalue le **taux de durcissement par écrouissage** ou le **taux de consolidation** [3]. Cette courbe contrainte-déformation réelles, qui comprise entre l'apparition de la déformation plastique et le point où débute la striction, peut être estimé et modélisée selon la loi d'Hollomon, donnée par l'équation suivante:

$$\sigma = k\varepsilon^n \quad (3.6)$$

Dans laquelle k et n sont des constantes, soit des valeurs qui varient d'un alliage à l'autre et qui dépendent aussi de l'état du matériau (c'est-à-dire s'il a été déformé plastiquement, s'il a été traité thermiquement, etc.).

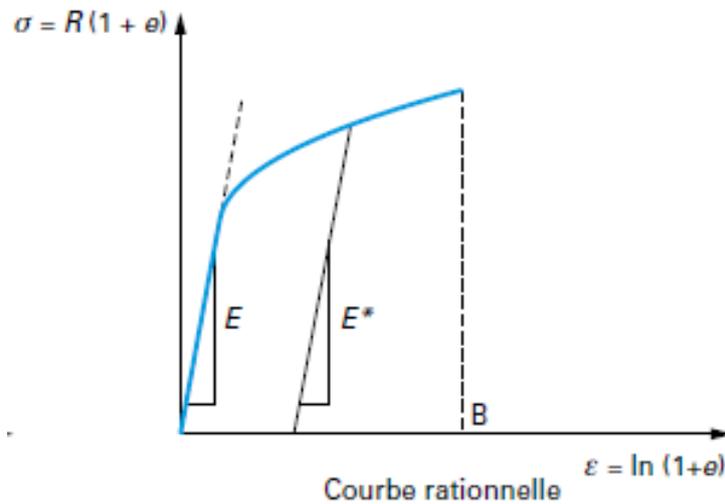


Figure 3.4: Courbe de traction rationnelle.

3.4. Valeurs des caractéristiques mécaniques déduites de la courbe de traction

Les principales valeurs caractéristiques que nous pouvons en déduire à partir de la courbe de traction sont donc :

a) Le module d'Young E

C'est la pente de la partie rectiligne correspondant au domaine d'élasticité (figure 3.5). Il caractérise la raideur du matériau, plus E élevé, le matériau plus rigide.

$$E = \operatorname{tg} \alpha = \frac{R}{e} \quad (3.7)$$

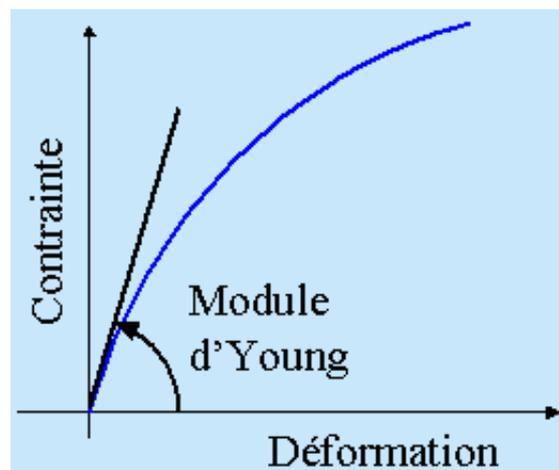


Figure 3.5: Module d'Young E représente la pente de la droite correspond au domaine d'élasticité.

b) La limite d'élasticité R_e (ou contrainte d'écoulement)

Point A de la courbe de traction. C'est la charge qui délimite le domaine élastique où les déformations sont réversibles, par rapport au domaine plastique où commencent les déformations irréversibles. Elle correspond au déplacement irréversible des dislocations. Des marches apparaissent à la surface libre des grains, ceux-ci se déforment, c'est le début de la plasticité. La limite d'élasticité caractérise la dureté ou la mollesse du matériau, plus R_e est élevé plus le matériau est dur. Elle dépend du matériau, de sa pureté, de son écrouissage préalable, de la température et de la structure de la matière.

Elle est égale à l'effort de la limite élastique F_e divisé par la section initial S_0 de l'éprouvette:

$$R_e(\text{MPa}) = \frac{F_e(\text{N})}{S_0(\text{mm}^2)} \quad (3.8)$$

Deux cas peuvent se présenter:

i) la transition élasto-plastique se fait d'une façon hétérogène (bande de Piobert Lüders) et fait apparaître un maximum suivi d'un palier, c'est-à-dire un décrochement brusque de la limite d'élasticité. Dans ce cas, la courbe possèdera un crochet de traction suivi d'un palier de charge. La norme définit trois éléments [39]:

- une limite > d'élasticité R_{eH} (MPa) qui correspond à ce maximum. Elle est la valeur de la charge unitaire au moment où l'on observe effectivement une chute de l'effort (succédant immédiatement au domaine d'élasticité);
- une limite < d'élasticité R_{eL} (MPa) qui correspond au palier. Elle est la plus faible valeur de la charge unitaire pendant l'écoulement plastique uniforme en négligeant cependant les éventuels phénomènes transitoires;
- la longueur du palier A_p en (%).

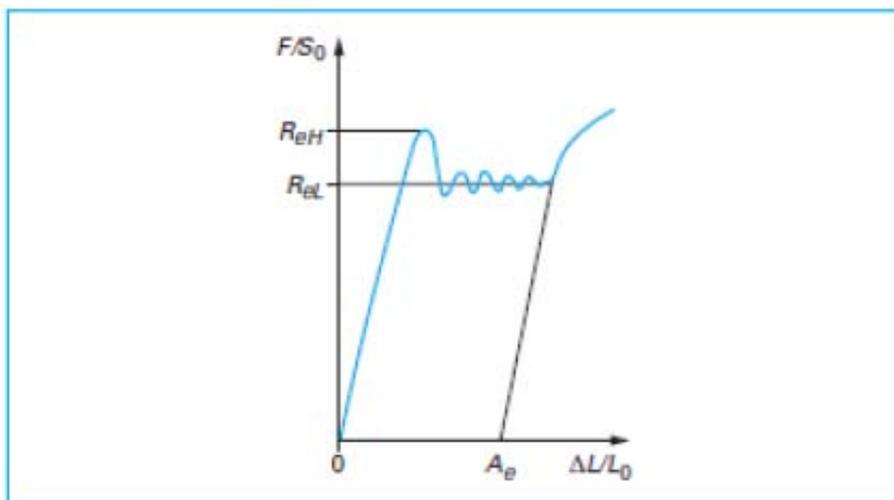


Figure 3.6: Limite supérieure et inférieure d'écoulement [39].

C'est le cas de certains aciers ferritiques, en particulier les aciers à HLE, où la déformation élastique s'arrête de façon brutale lorsque le métal atteint une contrainte nommée R_{eH} , nécessaire au décrochage des dislocations bloquées par des atomes interstitiels. Ce déblocage prend normalement naissance dans les limites de raccordement de l'éprouvette, car il règne dans cette zone une concentration de

contraintes très locale. Il se forme un front où les dislocations sont débloquentées et ce front se déplace à travers l'éprouvette, donnant naissance à ce qu'on appelle des *bandes de Piobert Lüders*. Plusieurs bandes peuvent se propager, sous une contrainte à peu près constante, ce qui donne à la courbe de traction la forme d'un palier pendant lequel il n'y a pas de consolidation. Il est convenu de ne prendre en compte que le niveau inférieur (R_{eL}) des variations de R_e dans la zone du palier.

ii) la transition se fait de manière progressive. La limite d'élasticité est alors définie de façon conventionnelle. Elle est mesurée pour une valeur de 0,2% d'allongement et notée $R_{p0,2}$, tels que :

$$R_{p0,2} = \frac{F_{e0,2}}{S_0} \quad (3.9)$$

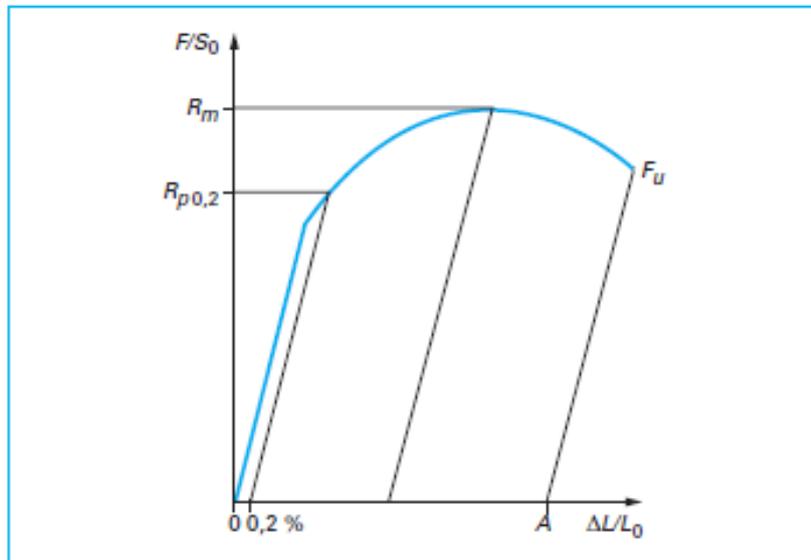


Figure 3.7: Limite d'élasticité conventionnelle.

c) Résistance à la rupture R_m

Point B de la courbe de traction conventionnelle. C'est la charge maximale atteinte durant l'essai de traction. A partir de ce point, la déformation commence à se localiser sous forme de striction, ce qui explique la décroissance de l'effort nécessaire aux déformations au-delà de ce point. La résistance à la traction R_m est la charge unitaire correspondant à la charge maximale supportée par l'éprouvette ;

$$R_m \text{ (MPa)} = \frac{F_m}{S_0}, \text{ avec } F_m \text{ charge maximale} \quad (3.10)$$

d) Allongement à la rupture $A\%$

C'est la valeur rémanente de l'allongement après rupture de l'éprouvette, au point C de la courbe de traction.

$$A\% = \frac{L_\mu - L_0}{S_0} \cdot 100 \quad (3.11)$$

Avec L_μ longueur de l'éprouvette reconstituée après rupture.

e) Striction Z

Le coefficient de striction Z est le rapport de la variation ultime de la section transversale ($S_0 - S_\mu$) à la section initiale S_0 .

$$Z = \frac{S_0 - S_\mu}{S_0} \cdot 100 \quad (3.12)$$

f) L'allongement de la striction Z_μ

Le coefficient de striction Z_μ est le rapport de la variation ultime de la section transversale produite par l'essai ($S_0 - S_\mu$) à la section après rupture S_μ .

$$Z_\mu = \frac{S_0 - S_\mu}{S_\mu} \cdot 100 \quad (3.14)$$

Avec S_μ section minimale de l'éprouvette après rupture.

g) Le coefficient d'érouissage n et le paramètre de consistance k

La loi d'Hollomon donne l'équation de la courbe rationnelle de traction modélisée par:

$$\sigma = k\varepsilon^n \quad (3.15)$$

Le paramètre k représente le coefficient de résistance du matériau (en MPa) (appelé aussi *paramètre de consistance*), et n est le coefficient d'érouissage et est inférieur à 1. Il caractérise la ductilité du matériau, c'est-à-dire sa capacité à se déformer plastiquement à l'apparition de la striction en traction, ainsi que son aptitude à répartir la déformation lors du formage. Plus n est élevé, plus l'acier peut se déformer et se consolide vite.

$$\sigma = k\varepsilon^n \Rightarrow \ln \sigma = \ln k + n \ln \varepsilon \quad (3.16)$$

Si l'on trace le graphe donnant $\ln \sigma = f(\ln \varepsilon)$, la droite de tendance à la courbe obtenue nous donnera les paramètres n et k . La valeur de n est donc la pente de la régression linéaire et k son intersection avec l'axe des coordonnées. Le coefficient n est mesuré généralement (selon la loi de Hollomon) au-delà de 8 ou 10 % d'allongement [40-38].

Le tableau 3.3 donne les valeurs de n et k de quelques métaux et alliages.

Métaux où alliages	n	k (Mpa)
Fe	0,43	
Acier doux (recuit)	0,26	530
acier allié (type 4340, recuit)	0,15	640
acier inosydable (type 304, recuit)	0,45	1275
Cu	0,48	
cuivre (recuit)	0,54	315
Laiton	0,52	
laiton (70Cu-30Zn, recuit)	0,49	895
Al	0,24	
Aluminium (recuit)	0,2	180
Al-Cu	0,09	
alliage d'aluminium (type 2024, traité thermiquement)	0,16	690
Ti	0,13	

Tableau 3.3: Valeur de k et n de quelques métaux et alliages [38].

3.5. Propriétés mécaniques

3.5.1. La ductilité

La ductilité est une propriété mécanique importante. Elle indique le degré de la déformation plastique à la rupture. Un matériau qui, à la rupture, a subi une très petite déformation plastique ou qui n'en a subi aucune est dit *fragile*. La figure 3.8 illustre schématiquement le comportement contrainte-déformation en traction de matériaux ductiles et fragiles. La ductilité s'exprime quantitativement par un pourcentage d'allongement après la rupture ou un coefficient de striction exprimé en pourcentage.

Il faut connaître la ductilité des matériaux pour au moins deux raisons. Premièrement, elle indique au concepteur jusqu'à quel point une structure se déforme plastiquement avant la rupture. Deuxièmement, elle spécifie la déformation admissible durant la fabrication. On dit parfois que les matériaux sont relativement ductiles, en ce sens qu'ils peuvent subir des déformations locales sans se rompre si la contrainte appliquée localement n'excède pas la contrainte admissible.

Au sens large, sont fragiles les matériaux qui présentent un allongement à la rupture inférieur à 5 %.

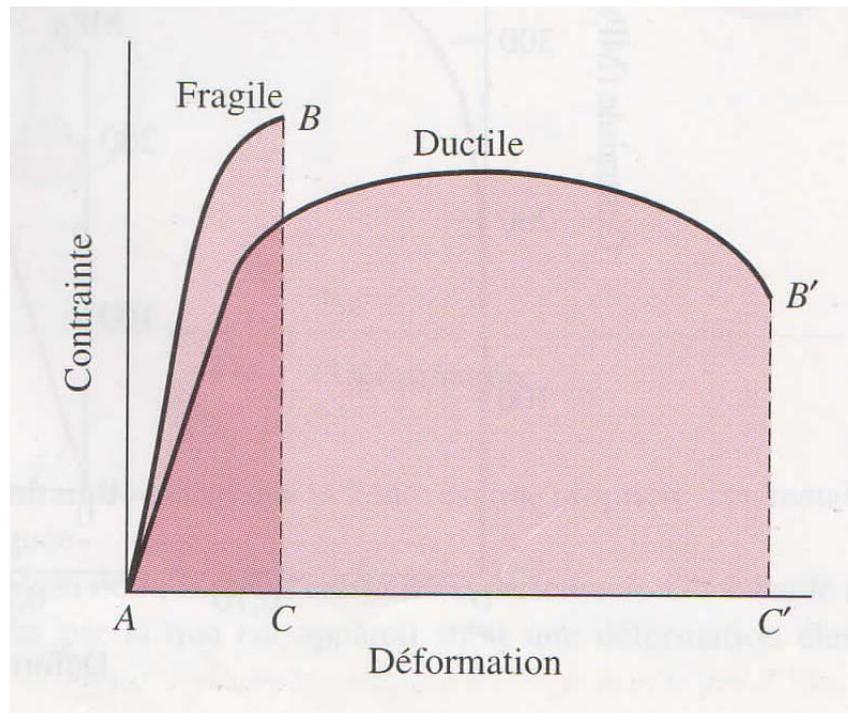


Figure 3.8: Représentation schématique du comportement contrainte-déformation en traction des matériaux fragiles et ductiles soumis à une force jusqu'à la rupture [38].

3.5.2. La résilience

La résilience est la capacité d'un matériau d'emmagasiner de l'énergie quand il se déforme d'une manière élastique et de libérer cette énergie quand la charge est supprimée. La propriété qui y est associée est la capacité d'absorption d'énergie élastique par unité de volume W requise pour contraindre un matériau jusqu'à la limite conventionnelle d'élasticité.

Mathématiquement, pour une éprouvette soumise à un essai de traction uniaxe, cette propriété correspond à l'air sous la courbe contrainte-déformation jusqu'à la limite conventionnelle d'élasticité (figure 3.9), soit :

$$W \left(J / m^3 \right) = \int_0^{A_y} R \, dA \quad (3.17)$$

En supposant une région élastique linéaire,

$$W = \frac{1}{2} R_{e0,2} \cdot A_y = \frac{R_{e0,2}^2}{2E} \quad (3.18)$$

Expression dans laquelle A_y est la déformation pour contrainte égale à la limite conventionnelle d'élasticité. Ainsi, les matériaux résilients sont ceux qui ont une grande limite conventionnelle d'élasticité et un petit module d'élasticité: de tels alliages servent dans les ressorts.

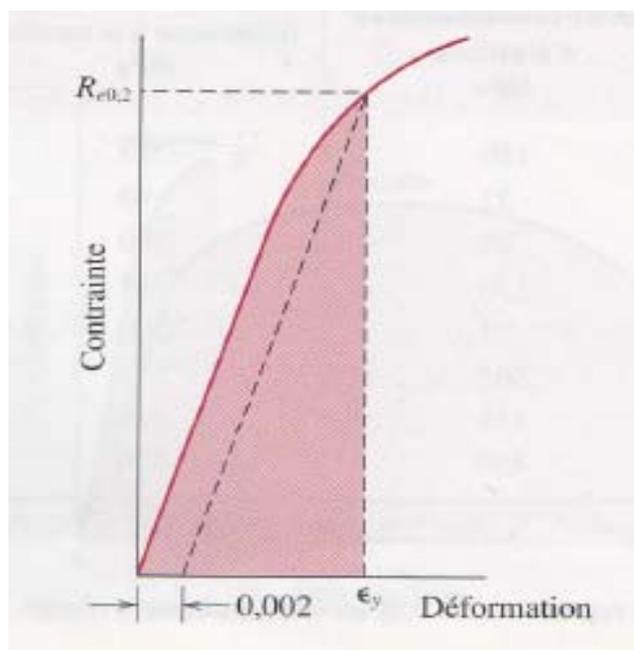


Figure 3.9 : Représentation schématique montrant la façon de calculer l'énergie élastique emmagasinée par unité de volume (correspondant à l'aire sous la trame) à partir de la courbe de traction d'un matériau (dans le graphe : $A_y = \varepsilon_y$) [38].

3.5.3. La ténacité K_c

Utilisé dans divers contextes en mécanique, le mot ténacité désigne la capacité d'un matériau à absorber de l'énergie avant sa rupture. La forme de l'éprouvette et la façon d'appliquer la charge jouent un rôle important dans la détermination de la ténacité. Dans le cas d'une charge dynamique (grande vitesse de déformation) et en présence d'une entaille (ou point de concentration de contraintes), on estime l'énergie requise pour rompre une éprouvette Charpy entaillée à l'aide d'un essai de résilience Charpy. La ténacité indique également la résistance à la rupture d'un matériau lorsqu'il y a une fissure.

Dans le cas d'une charge statique (faible vitesse de déformation), la ténacité peut être estimée par l'aire S de la courbe de traction $R - A$ correspondant à l'énergie de déformation volumique K_c (figure 3.10). L'énergie de rupture s'obtient donc en intégrant la courbe de traction, c'est-à-dire en prenant la surface sous la courbe.

$$K_c \left(J / m^3 \right) = \int_0^A R dA \quad (3.19)$$

Plus la valeur de K_c est élevée, le matériau est tenace et pour des valeurs de K_c faibles, le matériau est fragile.

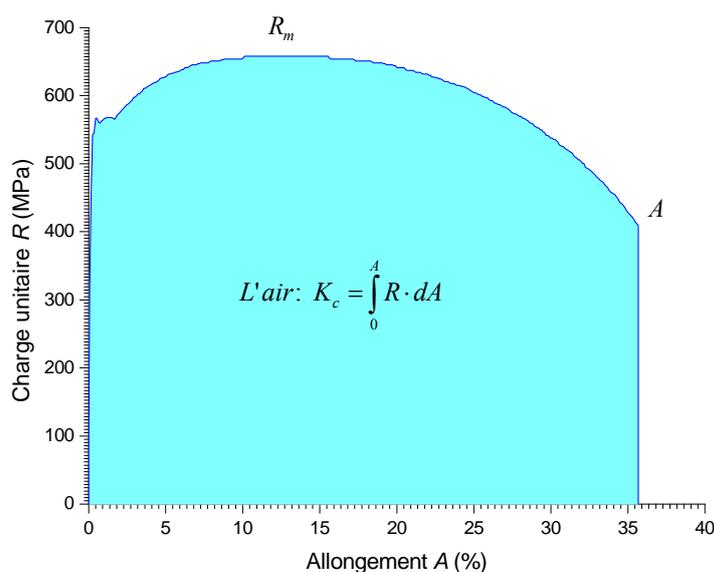


Figure 3.10 : La ténacité donnée par l'air de la courbe.

Si l'on dispose des valeurs de la limite d'élasticité, de la limite à la rupture et de l'allongement, la courbe schématisée de la traction (figure 3.11), permet d'obtenir une approximation de la valeur de cette surface S qui est donnée par l'équation suivante [41]:

$$S = \frac{A}{2} (R_{e0,2} + R_m) = K_c \quad (3.20)$$

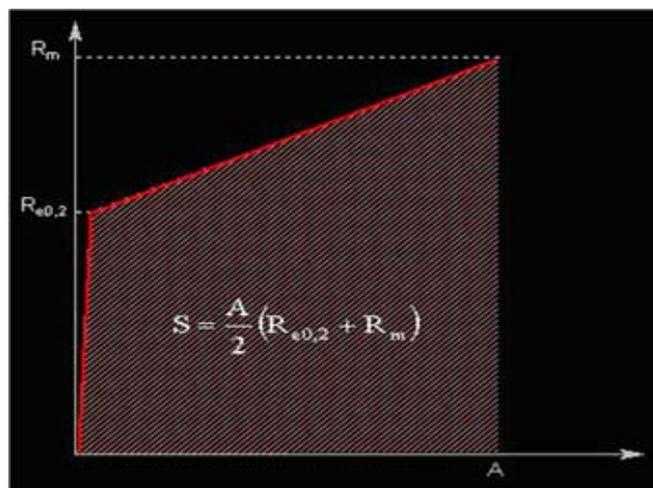


Figure 3.11 : Valeur approximative de la ténacité.

Cette première approche de la mesure de la ténacité permet de bien mettre en évidence que la ténacité n'est pas directement liée à la rigidité, à la résistance ou la ductilité du matériau, mais intègre ces propriétés. Parmi ces trois matériaux représentés sur la figure 3.12, le matériau B est le plus tenace, bien qu'il ne soit ni plus rigide, ni plus résistant, ni le plus ductile [41].

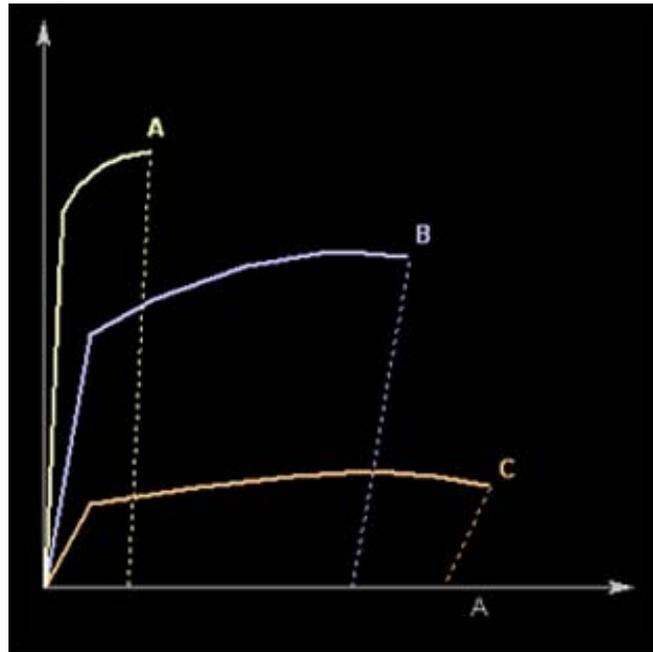


Figure 3.12 : Comparais de la ténacité des matériaux A, B et C.
le matériau B est plus tenace.

3.6. Etude fractographique de faciès de rupture

Une étude fractographique de faciès de rupture des éprouvettes a été réalisée, suite à l'essai à traction. Cette étude nous renseigne sur le mode et le mécanisme de la rupture produite, et permet ainsi d'identifier les caractéristiques topographiques des surfaces rompues.

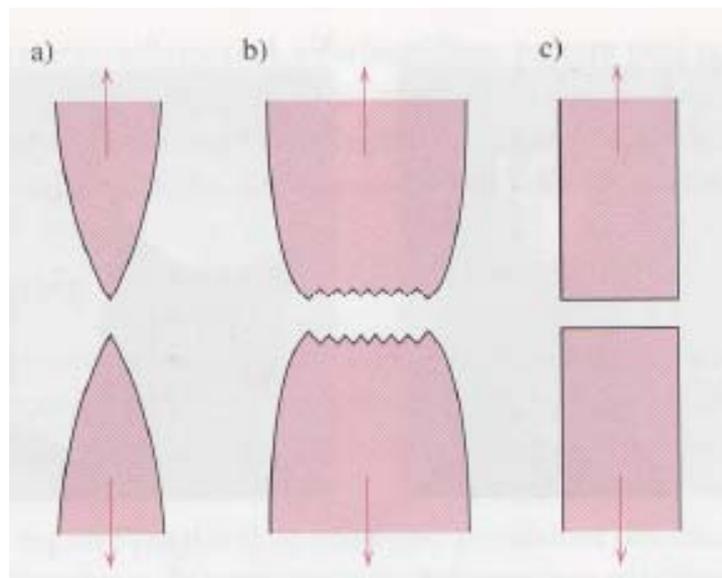


Figure 3.13: a) Rupture très ductile lors de la quelle l'éprouvette se rétrécit en un point. b) Rupture modérément ductile après une certaine striction. c) Rupture fragile sans la moindre déformation plastique.

En général, on définit deux modes de rupture :

3.6.1. La rupture ductile

Les surfaces de rupture ductile possèdent des caractéristiques distinctives aux échelles macroscopique et microscopique. La figure 3.13 présente schématiquement deux profils de rupture macroscopiques caractéristiques. La configuration qu'illustre la figure 3.13a est propre aux métaux extrêmement mous, tels que l'or pur et le plomb à la température ambiante, et d'autres métaux comme les polymères et les verres inorganiques à haute température. Tous ces matériaux hautement ductiles diminuent de section jusqu'à la rupture ponctuelle, et leur striction s'élève à près de 100 %.

La figure 3.14b représente le profil le plus courant d'une rupture de traction qui, dans le cas des métaux ductiles, n'est précédée que par une légère striction. En général, le processus de rupture se déroule en plusieurs étapes (figure 3.14). Premièrement, après le début de la striction, de petites cavités ou microvides, se forment dans la section transversale, généralement à partir de particules (inclusion, précipité de carbure ou de nitrure, etc.) par rupture de ces derniers ou par décohésion de l'interface particule/matrice, comme le montre la figure 3.14b. A mesure que la déformation se poursuit, ces microvides s'étendent, se joignent et fusionnent pour former une fissure elliptique dont le grand axe est perpendiculaire à la direction de la contrainte. La fissure s'amplifie davantage dans une direction parallèle à son axe principal. En raison de cette coalescence des microvides (figure 3.14c).

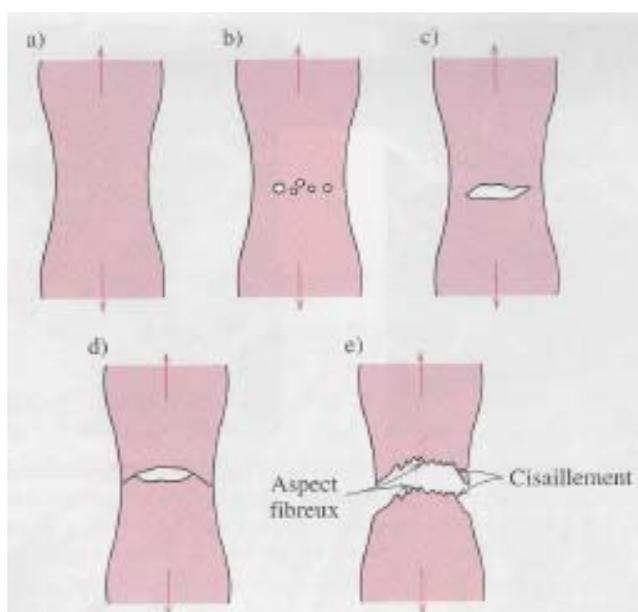


Figure 3.14: Les diverses étapes d'une rupture en cône et coupe.

- a) striction initiale, b) formation de petites cavités, c) coalescence de cavités forment une fissure, d) propagation de la fissure, e) rupture de cisaillement selon un angle de 45° par rapport à la direction de la traction

Enfin, la propagation rapide de la fissure sur le périmètre de la striction entraîne la rupture (figure 3.14d) par déformation de cisaillement selon un angle d'environ 45° par rapport à l'axe de traction, angle pour lequel la cission est maximale. Une rupture présentant un tel profil de surface est souvent appelée *rupture en cône et coupe* parce qu'une des surfaces de contact est en forme de cône et que l'autre a la forme d'une

coupe. Dans ce type d'éprouvette rompue, l'apparence irrégulière et fibreuse de la région intérieure centrale de la surface découle de la déformation plastique survenue. Le mécanisme de rupture ductile est donc essentiellement un phénomène de déformation plastique qui survient quand la déformation atteint une valeur critique ε_f , qui varie en fonction du taux de tri-axialité des contraintes. Elle est fonction la teneur inclusionnaire par l'intermédiaire du rapport de la distance moyenne entre inclusions à leur diamètre moyen, et de l'exposant d'écroutissage n qui augment avec lui [42].

L'examen au microscope électronique à fort grossissement de la région fibreuse centrale d'une surface de rupture en cône et coupe révèle que celle-ci consiste en de nombreuses "cupules" sphériques, illustré par le phénomène d'arrachement de matière (figures 3.15a), qui constituent en quelques sortes la signature d'une rupture issue d'une défaillance de traction uniaxe. Chaque cupule correspond à un demi-microvide qui s'est formé avant de se séparer lors de la rupture. Des cupules apparaissent également sur la lèvre de cisaillement à 45° de la rupture en cône et coupe, mais elles sont allongées ou en forme de C (figures 3.15b). La forme parabolique des ces cupules peut résulter d'une rupture par cisaillement. La surface d'une rupture peut aussi présenter d'autres aspects microscopiques [38].

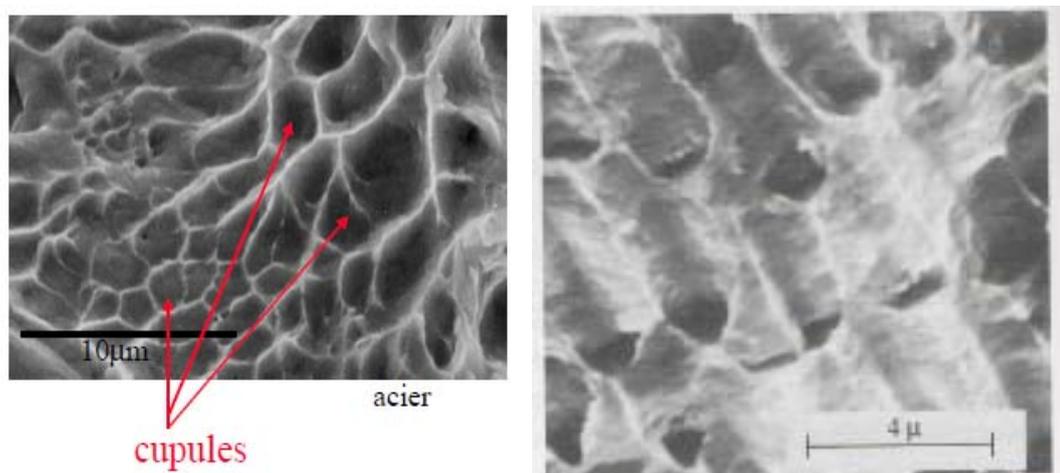


Figure 3.15: a) Fractographie obtenue au MEB montrant les cupules sphériques qui caractérisent une rupture ductile consécutive à l'application de charges de traction uniaxes. b) fractographie obtenue au MEB montrant les cupules paraboliques qui caractérisent une rupture ductile résultant d'une charge de cisaillement [38].

3.6.2. La rupture fragile

La rupture fragile survient sans déformation notable et à la suite de la propagation rapide d'une fissure. La direction de cette propagation est presque perpendiculaire à la direction de la contrainte de traction appliquée, il en résulte une surface de rupture relativement unie (figure 3.13c). Dans la plupart des matériaux cristallins fragiles, la propagation d'une fissure prend la forme de bris successifs et répétés de liaisons atomiques dans des plans cristallographiques précis, phénomène qui porte le nom de clivage (figure 3.16-a). Ce type de rupture est dit *transgranulaire* (ou *transcristallin*) parce que les fissures traversent les grains. A l'échelle macroscopique, la surface de rupture possède une texture granulaire ou à facettes, par suite de modifications touchant l'orientation des plans de clivage d'un grain à l'autre.

Dans certains alliages, les fissures se propagent le long des joints de grains et entraînent une rupture dite *inter-granulaire* (figure 3.16-b) [38].

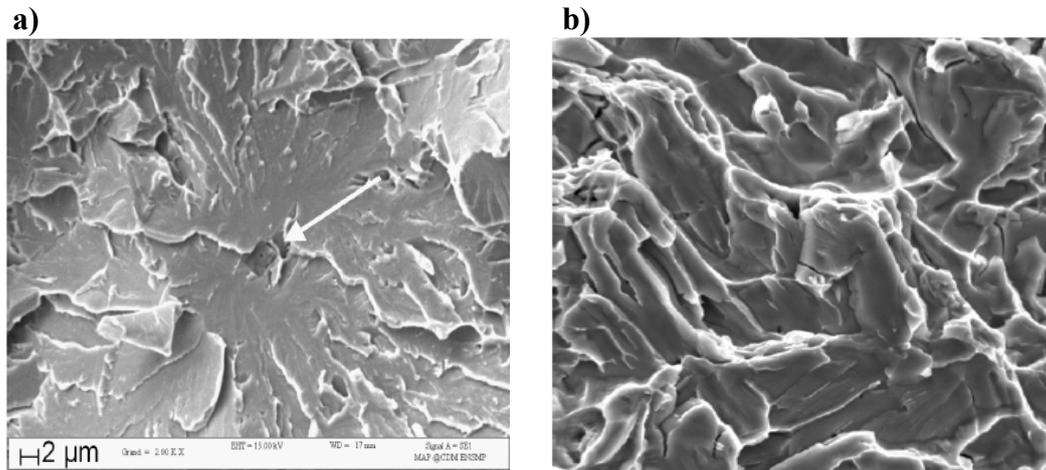
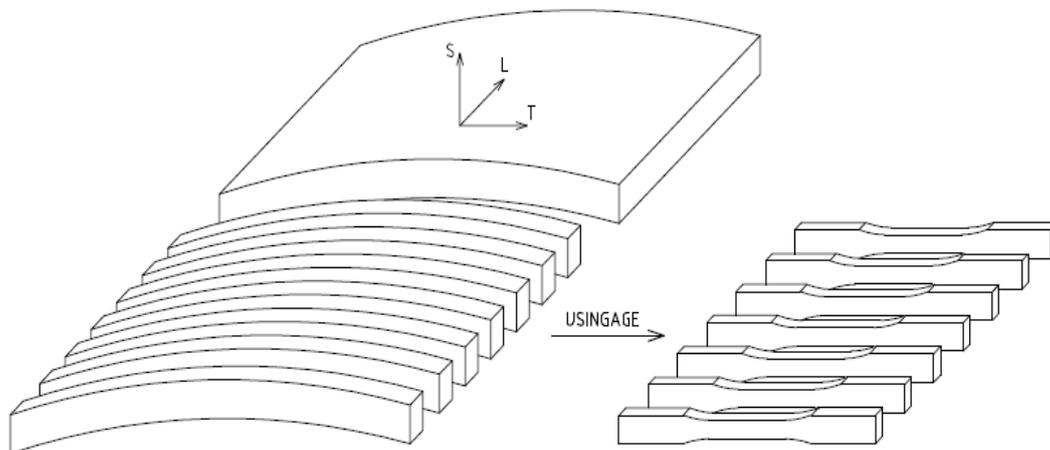


Figure 3.16: a) Fractographie d'une rupture fragile par clivage. b) Fractographie d'une rupture fragile inter-granulaire [38].

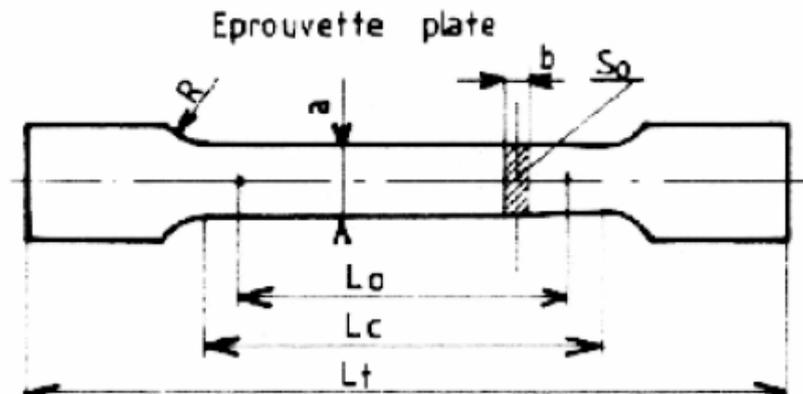
3.7. Mode opératoire

Plusieurs éprouvettes plates de section rectangulaire ont été prélevées à partir des deux aciers, dans le sens traverse plan ST (repéré par l'indice 90° par rapport au sens de laminage), puis usinés pour avoir la forme et les dimensions normalisées, voir le figure di-dessous:



La Figure 3.17: Direction de découpage des éprouvettes de traction.

Les dimensions des éprouvettes sont choisies conformément à la norme ASTM E8 relative aux essais de traction qui précise la forme et la dimension de la partie calibrée de l'éprouvette plate proportionnelle, elles sont schématisées dans la figure ci-dessous:



La figure 3.18 : Géométrie de l'éprouvette de traction plate normalisée.

L_t : Longueur totale de l'éprouvette = 140 mm

L_c : longueur calibrée = 42 mm

L_0 : distance entre repère (longueur utile) = 37,5 mm

a : Longueur de la zone calibrée = 9 mm

b_t : Largeur maximale = 14 mm

b : Épaisseur de l'éprouvette = 6 mm

S_0 : section initiale de l'éprouvette = (largeur a) x (épaisseurs b) = 9 x 6 = 54 mm².

Deux conditions doivent être vérifiées :

$$\frac{a}{b} \leq \frac{8}{1} \quad , \text{ et : } L_0 + \left(\frac{a}{2}\right) \leq L_c \leq L_0 + 2a \quad (3.19)$$

$$\frac{a}{b} = \frac{9}{6} = 1,5 \leq \frac{8}{1} \quad \text{ et } 37,5 + \frac{9}{2} \leq L_c = 42 \leq 37,5 + 2 \cdot 9 \Rightarrow 42 \leq L_c = 42 \leq 55,5$$

Les deux conditions sont donc vérifiées.

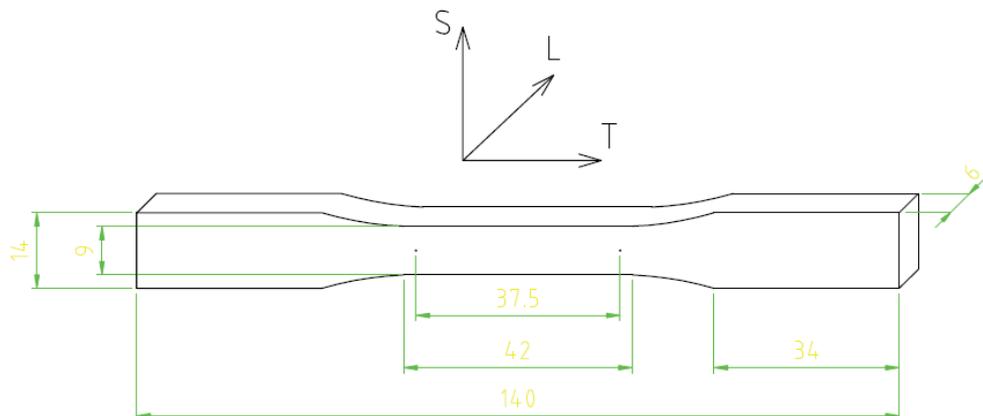


Figure 3.19 : Géométrie et dimensions des éprouvettes de traction (prélevé dans le sens traverse plan ST).

Des éprouvettes sont classées pour subir un essai de traction uniaxiale aux différents taux de déformation (5%, 10%, 20%, 25% pour l'acier 2, 30% pour l'acier 1 et rupture) comme montre le tableau suivant :

Déformation	5 %	10 %	20 %	25 %	30 %	Rupture
Tôle I (Tysseon)	I-1	I-2	I-3		I-4	I-5
Tôle II (Arcelor)	II-1	II-2	II-3	II-4		II-5

Tableau 3.4: échantillonnage des éprouvettes déformées.

La figure 3.20 illustre les éprouvettes déformées et rompues par les essais de traction:

a) Tôle 1 (Tysseon)



b) Tôle 2 (Arcelor)



Figure 3.20: Eprouvette de traction déformée à 5, 10, 20, 25, 30% et rupture.

Nous avons soumis nos échantillons à deux modes d'essai :

- Essais de traction jusqu'à la rupture : les objectifs de ces essais sont doubles : fournir aux échantillons étudiés le taux d'écroutissage nécessaire pour lancer le processus de la

recristallisation primaire à la température de recuit, mais aussi l'identification des systèmes de glissement activables, notamment près de la zone de rupture.

- Essais de déformation contrôlée (sans rupture): cela permet d'étudier la déformation d'une façon quantitative, en adoptant une procédure de calcul adéquate.

Les essais sont réalisés aux laboratoires du *Centre de Recherche Nucléaire de Birine* à Ain Ouessera. Ces essais ont été effectués à température ambiante (23°C) dans le sens travers des tubes avec une vitesse de déformation constante de 5 mm/min.

L'essai fournit les courbes force-allongement. Elles ont été digitalisées après l'élimination des données inutiles par logiciel Windig, les données synthétisées sous Excel permettent de tracer avec le logiciel OriginPro 8.5 les courbes charge-allongement et contrainte vraie-déformation rationnelle. Pour plus de précision sur le relevé des valeurs caractéristiques mécaniques, les courbes sont en suite exportées sous le logiciel AutoCAD comme il est indiqué sur la figure 3.21. Les caractéristiques mécaniques déduites de ces courbes sont regroupées dans le chapitre suivant.

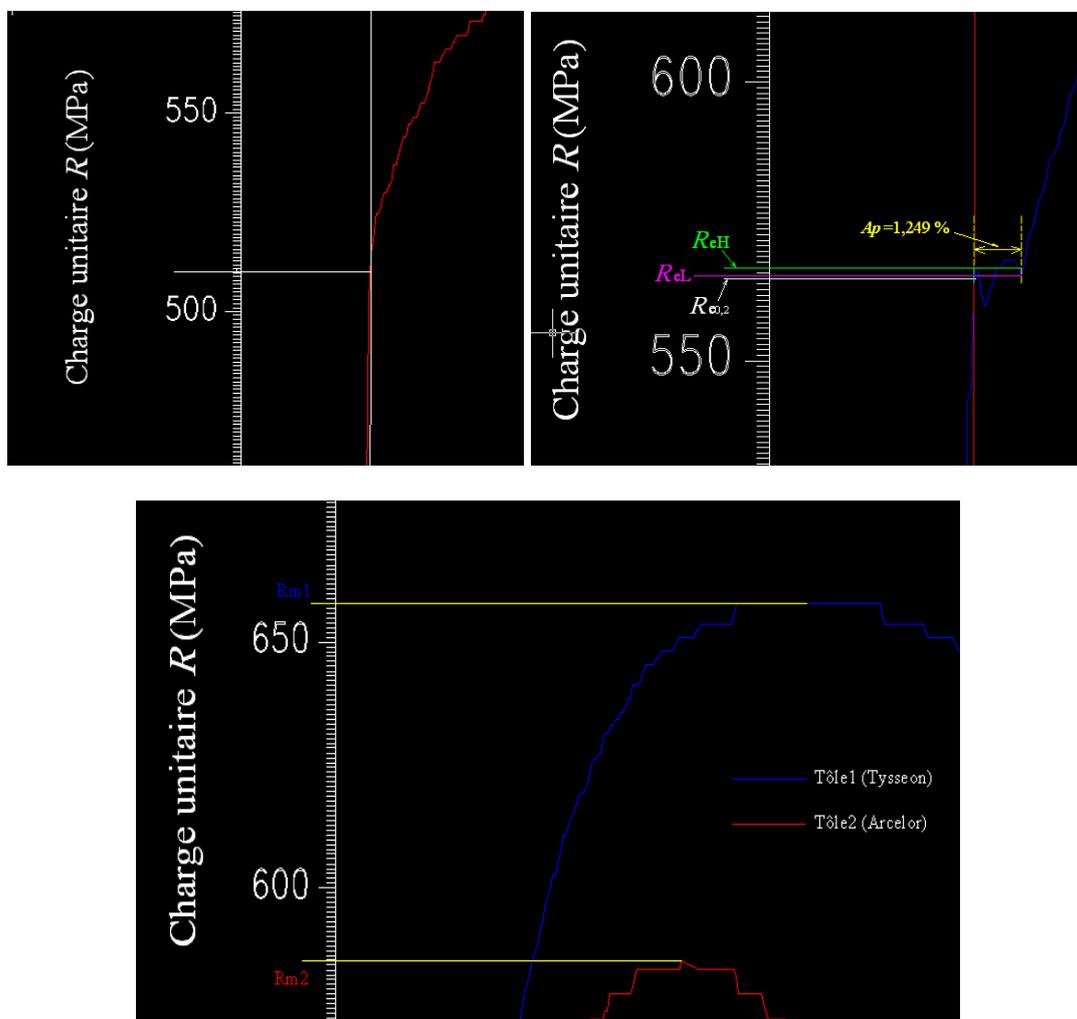


Figure 3.21: Relevé des valeurs caractéristiques de la courbe de traction avec AutoCAD.

4. Traitement de recuit

Le traitement de recuit que nous avons réalisé dans ce travail a pour but de provoquer la recristallisation. Ce traitement est effectué sur des échantillons découpés à l'aide d'une micro-tronçonneuse à partir de la longueur utile des éprouvettes de traction déformés.

Les échantillons découpés sont classés d'une façon à avoir une uniformité de la déformation, le long de la partie utile de l'éprouvette à traction, en affectant aux échantillons les plus déformés les températures de traitement les moins faibles (voir tableau) :

Echantillon	6	4	2	1	3	5
Température du recuit	820°C	750°C	680°C	650°C	720°C	750°C

Tableau 3.5: Températures de traitement correspondant à chaque échantillon.

Chaque échantillon subit un chauffage à la température de traitement correspondant, puis un maintien de temps de 30 minutes, suivi d'un refroidissement à l'air libre (voir schéma ci-dessous):

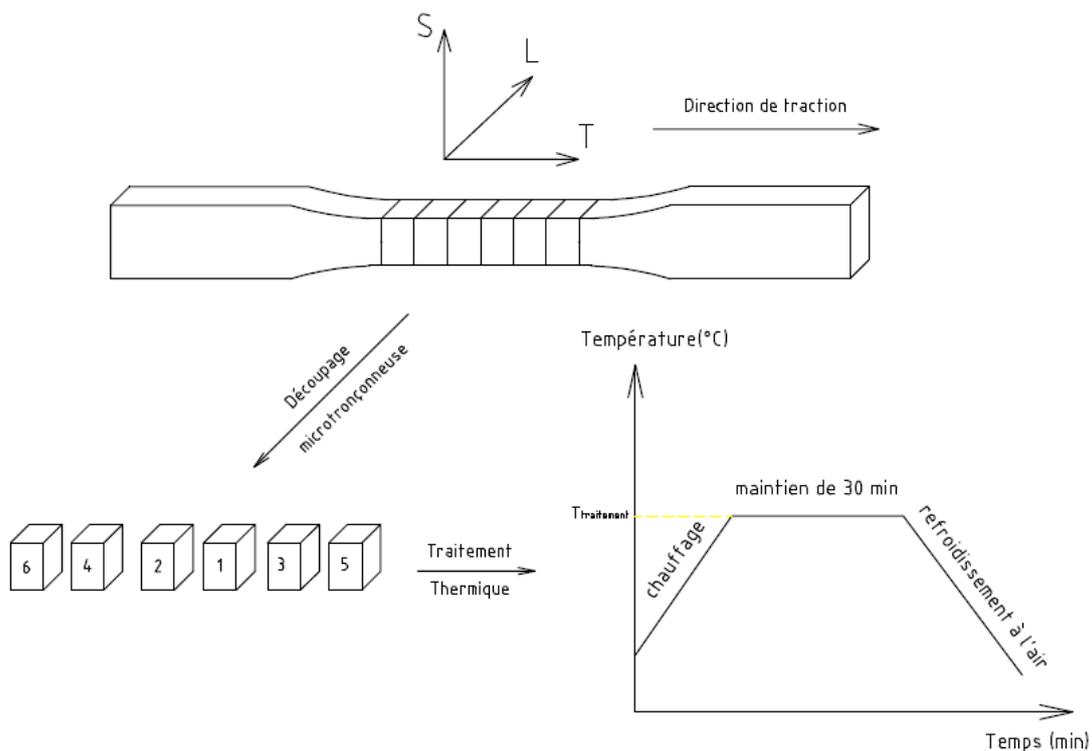


Figure 3.22: Schéma de préparation des échantillons pour traitement thermique.

5. Techniques de caractérisation

Plusieurs techniques de caractérisation essentielles ont été utilisées au cours de ce travail afin d'étudier l'influence du taux de déformation plastique et de la température de recuit sur la microstructure et les propriétés mécaniques. Ces techniques sont :

- La métallographie en microscope optique et électronique
- La diffraction des rayons X
- Les essais de dureté et microdureté

5.1 La métallographie en microscope optique et électronique

L'étude des microstructures est une étape importante pour la bonne compréhension des propriétés mécaniques. Certains éléments microstructuraux peuvent être déterminés par une observation au microscope optique. Cependant, la caractérisation des microstructures les plus fines nécessite une étude en microscopie électronique. Dans ce paragraphe, nous présentons les principales observations micrographiques effectuées au cours de cette étude.

5.1.1. Examen métallographique au microscope optique

Afin de remonter à l'état structural des matériaux étudiés par voie métallographique, nous avons procédé à la préparation de nos échantillons comme illustré dans le schéma de la figure 3.23 :

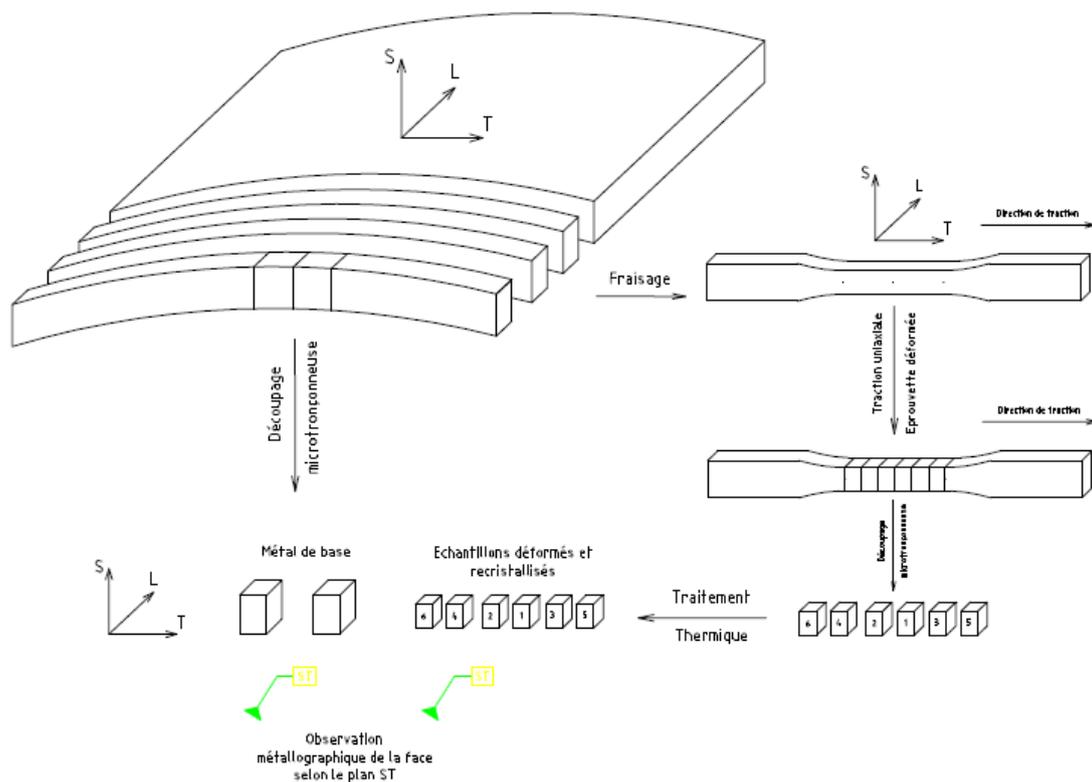


Figure 3.23: Schéma de préparation des échantillons pour observation microscopique.

Les échantillons sont d'abord polis mécaniquement au papier abrasif de carbure de silicium jusqu'à la granulométrie 1200. La préparation se poursuit par un polissage avec une suspension diamantée de granulométrie 1 μ m, jusqu'à disparition des rayures. Les échantillons sont ensuite pré-attaqués avec une solution de Nital (3 % d'acide

nitrique et 97 % d'éthanol) de 10 à 30 secondes, puis attaqués avec le réactif Marshal [43] pendant 5 à 30 secondes, de manière à révéler la microstructure.

L'observation métallographique a été effectuée au niveau du laboratoire LSGM (Laboratoire de sciences et génie des matériaux) à l'Ecole Nationale Supérieure Polytechnique. L'appareillage utilisé pour l'acquisition des images est un microscope optique (de marque Olympus) équipé d'une caméra numérique reliée à un micro-ordinateur. Le logiciel installé pour l'acquisition et le traitement des images est "Archimed".

En premier temps, nous avons procédé, à une analyse métallographique pour visualiser les zones de déformation à l'échelle micrographique. Des échantillons dans des différents endroits du métal de base de la pièce déformée ont été prélevés pour cette fin.

5.1.2. Calcul de la taille des grains

Afin de déterminer la taille de grains, les images métallographiques sont d'abord traitées par le logiciel Photoshop, puis analysées par le logiciel Visilog6.9.

La procédure du calcul passe par les étapes suivantes (figure 3.24):

- Filtrage des images à l'aide du logiciel Photoshop;
- Obtention des images filtrées et les ouvrir avec le logiciel Visilog6.9;
- Calibrage du logiciel Visilog6.9
- Détection des joints et calcul automatique de la grosseur G (selon la norme ASTM E112 et ISO 643) à l'aide du logiciel Visilog6.9.
- Détermination de la taille moyenne de grain d_m à partir de la grosseur G , selon la norme Afnor N.F.A.046102, pour cela on a :

$$d_m = \sqrt{a} = \frac{1}{\sqrt{m}} (mm) = \frac{1000}{\sqrt{m}} (\mu m) \quad (3.21)$$

Avec :

a : la valeur de l'aire moyenne de grain;

m : étant le nombre de grain par unité de surface (mm^2), est égal :

$$m = 16 \cdot 2^{G-1} \quad (3.21)$$

$$d_m = \frac{1000}{\sqrt{16 \cdot 2^{G-1}}} = \frac{250}{\sqrt{2^{G-1}}}$$

$$d_m = \frac{250}{\sqrt{2^{G-1}}} (\mu m) \quad (3.22)$$

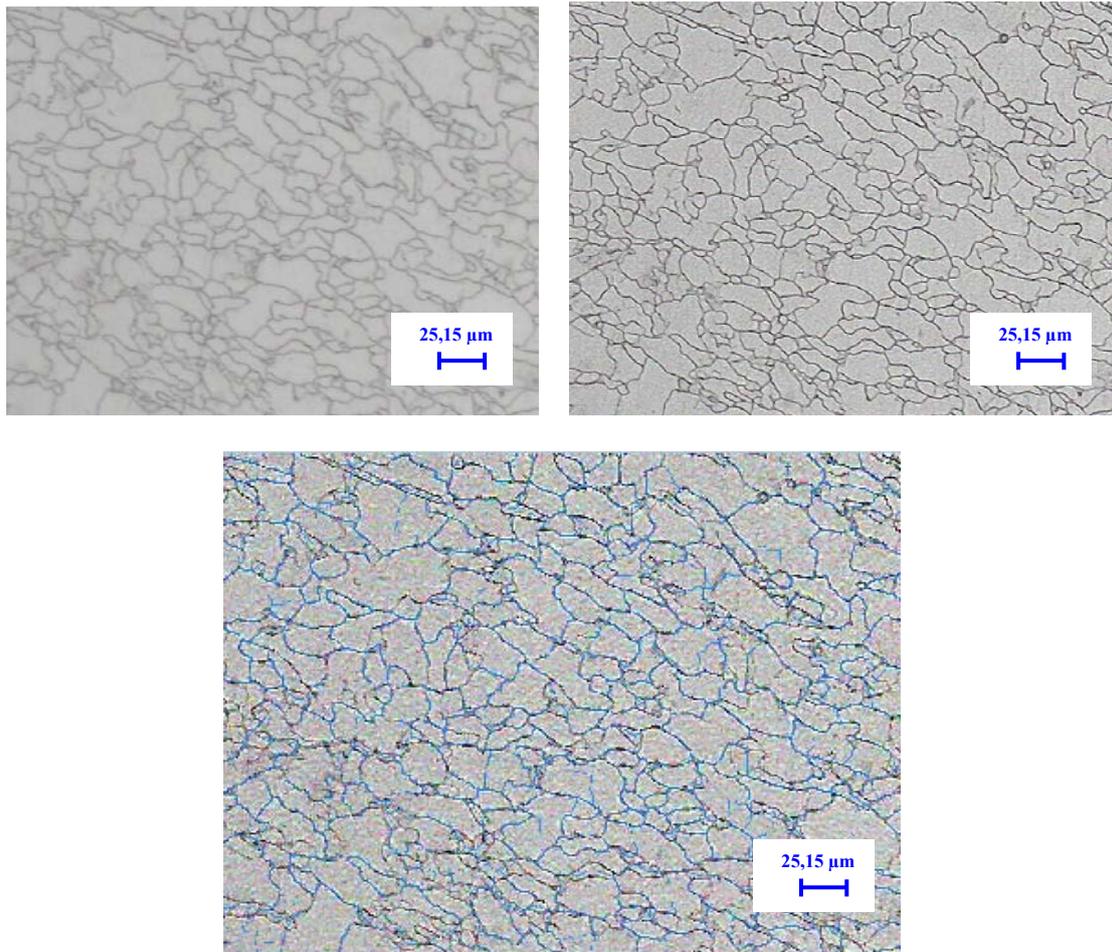
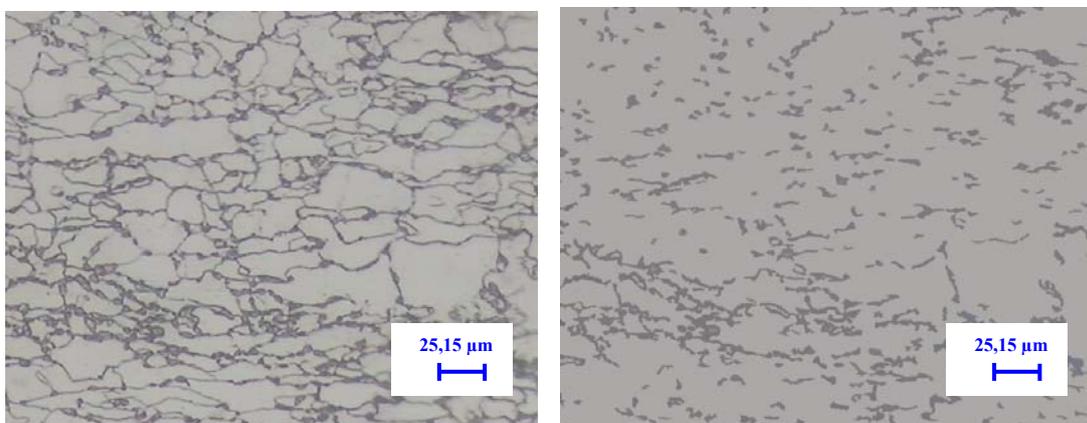


Figure 3.24: Procédure de traitement d'image pour le calcul de la taille des grains.

5.1.3. Mesure de la fraction recristallisée

En utilisant le logiciel décrit précédemment, le taux de recristallisation peut être estimé sur la base d'une image seuillée obtenue après une série de traitements avec les logiciels Photoshop et ImagJ (figure 3.25).



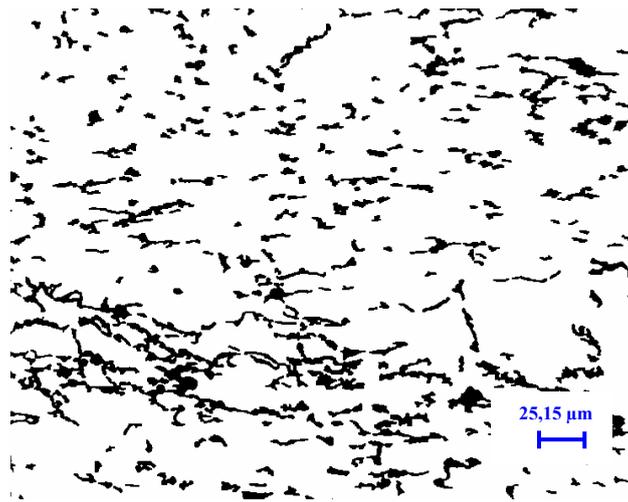


Figure 3.25: Procédure de traitement d'image pour le calcul de la fraction recristallisée.

5.1.4. Observation au MEB et microanalyse chimique des particules EDAX

Pour compléter les observations en microscopie optique, nous avons aussi utilisé un microscope électronique à balayage de marque Quanta A600 FEI (figure 3.26) au sein de Laboratoire de Génie des Matériaux de l'Ecole Militaire Polytechnique. Cet appareil nous a permis d'analyser les faciès de ruptures et faire quelques micro-analyses chimiques.

La préparation des échantillons est identique à celle décrite précédemment pour l'observation au microscope optique.



Figure 3.26: Photo du MEB de marque Quant A600 FEI.

5.2. Analyse par diffraction des rayons X

Lors des traitements thermiques que subit le métal, différentes réactions peuvent avoir lieu : transformation de phases cristallines, croissance de grains, dissolution ou formation de précipités, etc. La diffraction des rayons X est l'une des techniques permettant le suivi de la formation des phases cristallines et de leur évolution lors d'un tel traitement. L'identification des phases cristallines par diffraction rayons X est rendue possible grâce à la périodicité de l'arrangement atomique (structure) des cristaux qui sont uniques d'une phase à l'autre. Ces périodicités sont dues à un empilement de plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondant aux distances entre les plans d'empilement. Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est-à-dire que la différence de marche des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier (Figure 3.27):

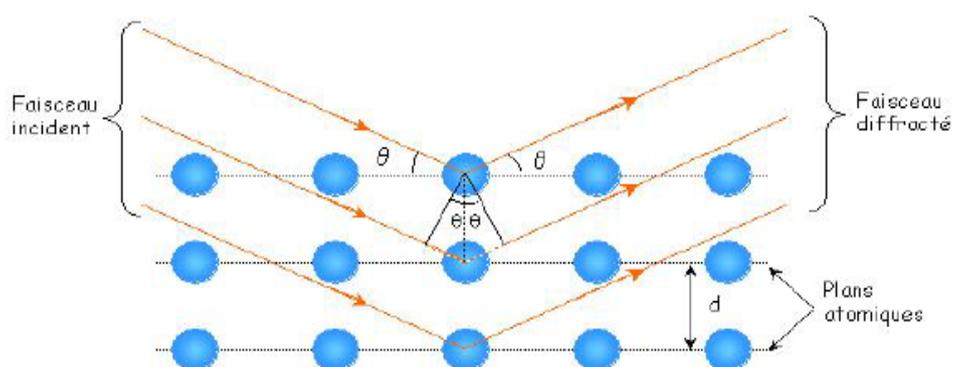


Figure 3.27: Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg.

Si l'on connaît la longueur d'onde λ du faisceau de rayon X, on peut mesurer à partir de l'angle θ la distance inter-réticulaire d et ainsi identifier la nature du cristal. Cette distance nommée d_{hkl} , est donnée par la loi de Bragg où les indices hkl désignent la direction considérée dans le cristal :

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda \quad (3.24)$$

Avec :

n : Ordre de la diffraction.

λ : Longueur d'onde du faisceau de rayons X.

d_{hkl} : Distance entre deux plans réticulaires.

θ : Angle d'incidence des rayons X.

La connaissance des positions et la variation de l'intensité des pics permettent l'identification des phases présentes et les textures cristallographiques. Ainsi, le paramètre de maille cristallin a est donné par :

$$a = d \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)} \quad (3.25)$$

La relation de Scherrer donne le diamètre moyen D_{hkl} des cristallites dans la direction normale au plan hkl diffractant :

$$D_{hkl} = \frac{k\lambda}{W_t \cos \theta} \quad (3.26)$$

Avec:

k : Constante de Scherrer, $K \approx 0,9$

λ : Longueur d'onde de la radiation X utilisé (\AA)

W_t : Largeur du pic à mi-hauteur

θ : Angle du pic de diffraction mesuré (rad).

Dans le présent travail, la diffraction des rayons X est effectuée au Centre de Développement des Technologies Avancées CDTA, sur des échantillons de métal de base et traités (déformation à 20 %, puis recuit à 820°C), et ceux pour les deux aciers, à l'aide d'un diffractomètre de type Brunkers Axs Advenced (figure 3.28).

La diffraction a été réalisée en utilisant une anticathode en cuivre d'une radiation $K_{\alpha 1} = 1,54056 \text{\AA}$, et un angle d'incidence $\theta = 2,5^\circ$. Les spectres ont été enregistrés dans l'intervalle $5^\circ < 2\theta < 88^\circ$, avec un pas de déplacement de $0,05^\circ$ et de temps de 2s.

Les diagrammes de diffraction des rayons X obtenus, sont traités avec le logiciel OriginPro 8.5 qui permet d'extrapoler les courbes et d'éliminer les bruits de fond. Ce qui facilite l'indexation des pics et l'identification de phases par comparaison avec les fiches ASTM.

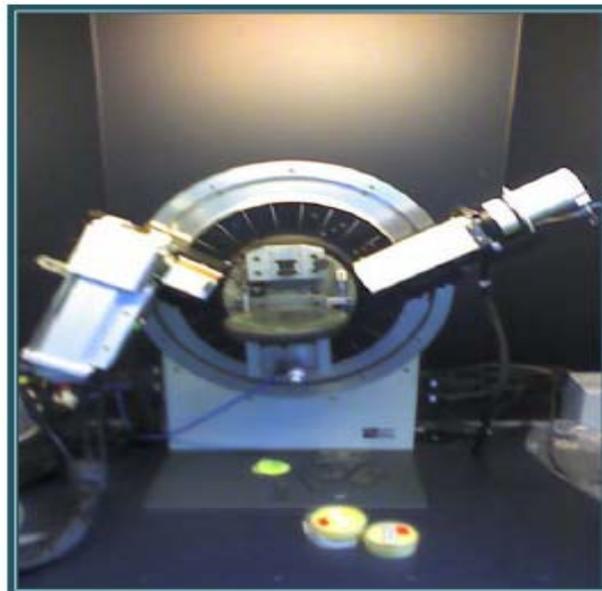


Figure 3.28 : Diffractomètre de type Brunkers Axs Advenced

5.3. Essais de dureté et microdureté

5.3.1. Introduction

L'essai de dureté est largement utilisé sur les matériaux. Il caractérise la résistance à la pénétration d'un corps dur. Les changements microstructuraux à l'issue de la déformation et de la recristallisation ont un impact direct sur les valeurs de dureté. Elle est principalement liée à la résistance à la traction plutôt qu'à la limite d'élasticité ou à la ductilité [27]. Pour une catégorie donnée de matériaux dont les courbes contrainte-déformation ont la même allure, une bonne corrélation existe entre la dureté et la résistance maximale à la traction. Certaines méthodes de mesure de la dureté conduisent à une relation linéaire, comme celle de la figure 3.30, pour le cas des aciers.

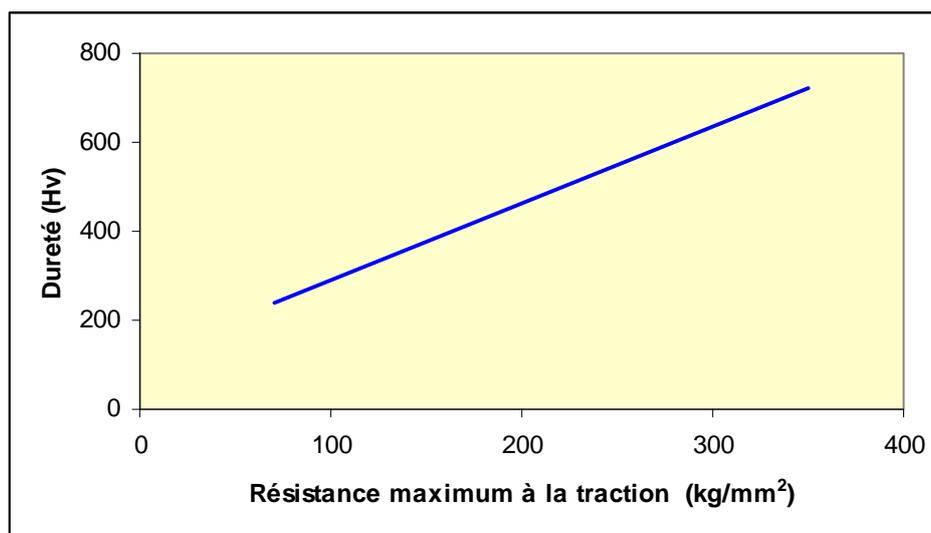


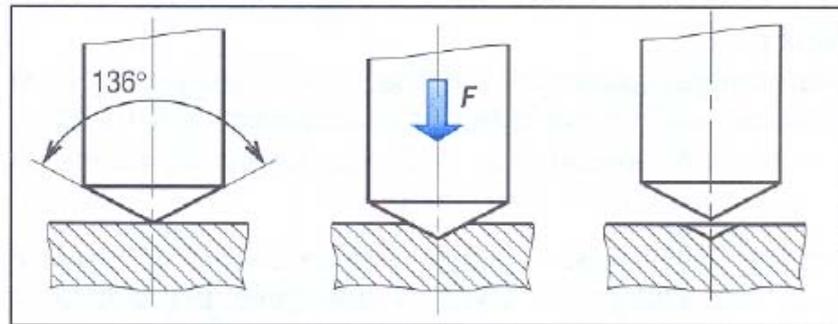
Figure 3.30 : Courbe de dureté en fonction de la résistance maximale à la traction.

L'essai de dureté permet aussi de déterminer facilement si un matériau particulier a subi des traitements mécaniques et thermiques convenables. Il ne donne toutefois aucune indication, ou fort peu, quant à la présence de fissures ou autres signes de rupture [28].

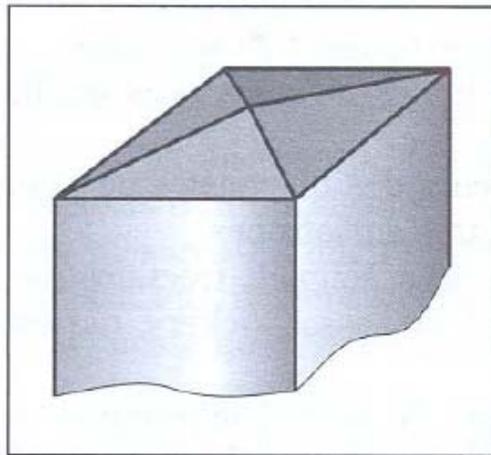
Les mesures de dureté ont donc une grande valeur, de ce fait, nous avons procédé à des mesures de la dureté et de la microdureté Vickers afin de pouvoir confirmer les caractéristiques mécaniques déduites de l'essai de traction.

5.3.2. Principe de l'essai dureté Vickers HV

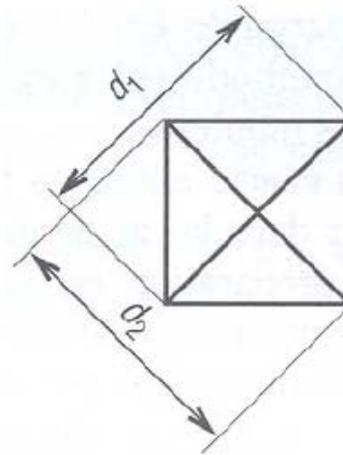
L'essai Vickers consiste à créer une empreinte sur une pièce par un pénétrateur soumis à une force d'appui déterminée. Le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée dont l'angle au sommet est 136°. L'empreinte formée est donc pyramidale, voir la figure 3.31 :



a) Principe de l'essai Vickers



b) Géométrie de pénétrateur ; Pyramide en diamant de base carrée.



c) Mesure de l'empreinte.

Figure 3.31 : Principe de l'essai de dureté Vickers HV [27].

Si S_e est la surface latérale de cette empreinte (exprimée en mm^2), d_{em} sa diagonale en mm et F la force appliquée en Kgf, la dureté est alors donnée par :

$$HV = \frac{\text{Force appliquée (Kgf)}}{\text{Aire d'empreinte (mm}^2\text{)}} \quad (3.27)$$

$$HV = \frac{F}{S_e} = \frac{2F \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d_{em}^2}$$

$$HV = 1.8544 \frac{F}{d_{em}^2}$$

5.3.3. Appareil et paramètres de mesure de la dureté et microdureté

Pour la dureté, la mesure est effectuée au laboratoire de Génie des Matériaux LGM de l'Ecole Militaire Polytechnique EMP. La charge de l'essai appliquée est de 40 kgf, elle est appliquée progressivement et de façon constante jusqu'à ce que la charge choisie soit atteinte.

Pour ce qui est de la mesure de la microdureté, les essais sont réalisés en utilisant un microduromètre de marque Olympus à pénétration Vickers, en appliquant une charge de 300 kgf et un temps de pénétration de 15 s.

Les essais sont effectués sur des échantillons polis mécaniquement au papier abrasif de carbure de silicium jusqu'à la granulométrie 1200. Les mesures sont prises pour les deux alliages sur les échantillons de métal initial, des éprouvettes déformées, puis traités. Une moyenne de trois mesures au minimum a été effectuée lors de chaque essai.

D'après la norme API [44], la dureté maximale acceptable pour les aciers étudiés API X70 doit être inférieure à 350 HV.

Résultats et interprétations

1. Caractérisation des aciers à l'état de réception

1.1. Analyse des éléments de la composition chimique

La composition chimique des deux aciers API 5L X70 étudiés est donnée dans le tableau (4.1), ainsi que les valeurs maximales requises par l'API 5L. Le calcul du carbone équivalent est donné dans API 5L par la formule empirique :

$$CE = C + \frac{Mn}{6} + \frac{(Cr + Mo + V)}{5} + \frac{(Cu + Ni)}{15}$$

- Acier 1 (Tysseon):

$$CE = 0,09 + \frac{1,59}{6} + \frac{(0,036 + 0,0049 + 0,064)}{5} + \frac{(0,012 + 0,021)}{15} = 0,37818$$

- Acier 2 (Arcelor):

$$CE = 0,057 + \frac{1,63}{6} + \frac{(0,024 + 0,0029 + 0,001)}{5} + \frac{(0,014 + 0,024)}{15} = 0,33678$$

Elément chimique (%)	Acier 1 (Tysseon)	Acier 2 (Arcelor)	Max spécifié par API 5L
CE	0,37818	0,33678	0,43
C	0,09	0,057	0,26
Mn	1,59	1,63	1,65
Si	0,31	0,21	-
P	0,006	0,002	0,03
S	0,005	0,008	0,03
Cu	0,012	0,014	-
Al	0,035	0,025	-
Ti	0,005	0,015	0,06
Nb	0,055	0,068	-
Ni	0,021	0,024	-
Cr	0,036	0,024	-
Mo	0,0049	0,0029	-
V	0,064	0,001	-

Tableau 4.1: La composition chimique (en pourcentage %) des deux aciers et les valeurs exigées par la norme API.

Les deux aciers étudiés contiennent une faible teneur en carbone (0,09 % et 0,05 % respectivement), elle est largement inférieure au maximum spécifié par la norme. Ainsi, le carbone équivalent mesuré pour les deux aciers est au-dessous de la valeur maximale (0.43 %) exigée par la norme API pour les aciers à souder, ce qui confère une bonne soudabilité.

Il est de 0,37818 % pour l'acier 1 et de 0,33678 % pour l'acier 2, ce qui montre que ce dernier présente une meilleure résistance.

Par contre, la présence du manganèse en quantité relativement importante (1,59 % pour l'acier 1 et 1,63 % pour l'acier 2) compense la faible teneur en carbone et permet de préserver une bonne soudabilité.

Un indice de qualité est le rapport Mn/C [3]:

- pour l'acier 1 (Tysseon) : $Mn/C = 1,59/0,09 = 17,667$

- pour l'acier 2 (Arcelor) : $Mn/C = 1,63/0,057 = 28,596$

L'indice de qualité de l'acier 2 est plus grand que celui de l'acier 1, il en résulte de ce fait qu'il a un effet plus durcissant et présente une meilleure résistance à la rupture fragile.

Les deux aciers étudiés sont propres et ne présentent qu'une faible teneur en soufre et en phosphore. La somme des teneurs en impuretés (S+P) :

- Acier 1 (Tysseon): $S+P = 0,005 + 0,006 = 0,011 \%$.

- Acier 2 (Arcelor): $S+P = 0,008 + 0,002 = 0,010 \%$.

Cette somme des teneurs est très basse par rapport aux celles rencontrées dans les nuances des tubes de transport. Il en résulte une basse teneur en inclusion et donc une bonne ductilité.

On note aussi la présence d'éléments microalliés en faibles quantités tels que le V, le Nb et le Ti. Ces éléments contribuent à l'amélioration de la limite d'élasticité, de la dureté, de la résilience et de la soudabilité. L'acier 2 contient des quantités de Ti et Nb plus fortes que celles contenues dans l'acier 1, mais une teneur en V plus faible.

La combinaison des trois éléments microalliés Nb, Ti, et V dans les deux aciers est typique pour les tôles fortes, comme c'est le cas dans notre étude. Ceci a un effet à double avantage ; il facilite la mise en solution de ces précipités et donne un meilleur coefficient de durcissement.

1.2. Analyse des propriétés mécaniques

Après la réalisation des essais de traction, nous avons constaté que la rupture des éprouvettes s'est produite au niveau de la zone calibrée de l'éprouvette, ce qui implique la conformité de l'essai par rapport à la norme. Ces essais ont donné les résultats déduits des courbes de traction conventionnelle et rationnelle présentés, comme suivants :

1.2.1. Courbe de traction conventionnelle et caractéristiques mécaniques

Les courbes conventionnelles de traction des deux aciers sont tracées dans la figure 4.1. Celle correspondant à la tôle 1 (Tysseon) possède un crochet de traction suivi d'un palier de charge. La transition élasto-plastique se fait d'une façon hétérogène (bande de Piobert Lüders) et fait apparaître un maximum R_{eH} suivi d'un palier (A_p) pendant lequel il n'y a pas de consolidation, où la déformation élastique s'arrête de façon brutale à cause du blocage des dislocations par des atomes interstitiels (des impuretés azote et carbone). Le déblocage des dislocations est accompagné d'un décrochement brusque de la limite d'élasticité. Ce déblocage prend normalement naissance dans les congés de raccordement de l'éprouvette, car il règne dans cette zone une concentration de contraintes très locales. Il se forme un front où les dislocations sont débloquées, ce front se déplace à travers l'éprouvette, donnant naissance à ce qu'on appelle *des bandes de Lüders*. Plusieurs bandes peuvent se propager, sous une contrainte à peu près constante. Pour provoquer la déformation plastique, il est nécessaire d'activer des sources de dislocations, ce qui exige une forte contrainte. Une avalanche de dislocations se produit alors et la déformation plastique peut se poursuivre.

Cette allure est un cas typique des aciers HSLA ferritique contenant des impuretés interstitielles, dans ce cas, il est convenu de ne prendre en compte que le niveau inférieur (R_{eL}) des variations de R_e dans la zone du palier [45-39].

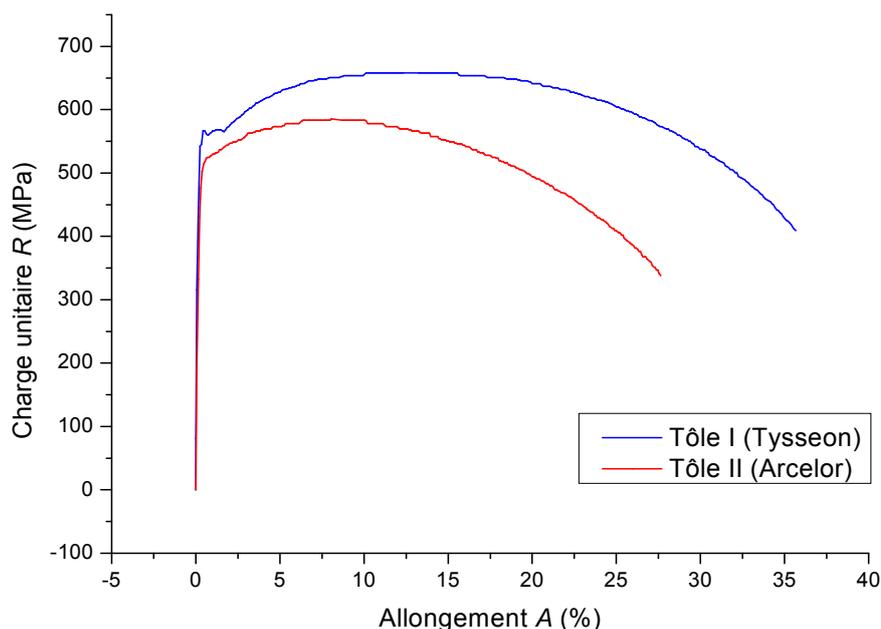


Figure 4.1: Courbes de traction conventionnelle des deux tôles.

Pour le cas de la courbe correspondant à la tôle 2 (Arcelor), l'allure ne présente pas de bande de Piobert Lüders, la transition élasto-plastique se fait de manière progressive. La limite d'élasticité est alors définie de façon conventionnelle $R_{p0,2}$. Elle est mesurée pour une valeur de 0,2% d'allongement.

Les deux courbes présentent un domaine élastique très proche ; mais dans le domaine plastique, l'allure de la courbe correspondant à l'acier 1 (Tysseon) est supérieure à celle de l'acier 2 (Arcelor). Cela signifie que ces propriétés mécaniques sont meilleures.

Les caractéristiques mécaniques statiques déduites de ces courbes sont regroupées dans le tableau 4.2. Les valeurs de la limite d'élasticité, de l'allongement et de la résistance à la rupture pour les deux aciers sont supérieures aux valeurs minimales exigées par la norme API 5L pour les aciers X70. Cela prouve que les deux tôles sont des aciers HLE à haute limite d'élasticité HLE de forte ductilité et aptes pour l'utilisation destinée au transport du gaz et pétrole.

Les caractéristiques mécaniques de l'acier 1 (Tysseon), tels que le module d'Young, la limite d'élasticité, la résistance à la rupture et l'allongement sont supérieures à celles de l'acier 2 (Arcelor). Cela signifie que l'acier 1 (Tysseon) est plus rigide, plus résistant et plus ductile par rapport à l'acier 2 (Arcelor). En plus, sa ténacité est supérieure, par contre, leurs résiliences sont proches avec une petite avance de l'acier 1, qui est plus tenace et plus résistant à la rupture. En revanche, on remarque que la striction à la rupture Z et l'allongement de la striction Z_{μ} de l'acier 2 sont supérieurs à ceux de l'acier 1 (Tysseon), c'est-à-dire que son allongement à la déformation plastique localisée ou hétérogène (domaine de striction) est plus élevé.

Caractéristiques mécaniques	Tôle 1 (Tysseon)	Tôle 2 (Arcelor)	Caractéristiques mécaniques minimales exigées par la norme API 5L pour l'acier X70
Module d'Young E (GPa)	244,5	209,1	
Limite d'élasticité conventionnelle $R_{p0,2}$ (Mpa)	565	512	480
Limite supérieure d'élasticité R_{eH} (Mpa)	567	–	–
Limite inférieure d'élasticité R_{eL} (Mpa)	565,5	–	–
Longueur du palier A_p (%)	1,249	–	–
Résistance à la rupture R_m (Mpa)	657,9	585,9	560
Allongement à la rupture A (%)	35,55	27,51	20
La striction à la rupture Z (%)	67,41	82,11	
Allongement de la striction Z_μ (%)	206,82	459,01	
Résilience W (J/m ³)	65,397	62,684	
Ténacité K_c (kJ/m ³)	23,146	15,665	

Tableau 4.2 : Les valeurs caractéristiques déduites de la courbe de traction conventionnelle.

1.2.2. Courbe de traction rationnelle et caractéristiques mécaniques

L'allure des courbes contrainte-déformation réelles des deux tôles présente trois zones (figure 4.2).

- la première correspond au domaine élastique : caractérisée par de faibles déformations et contraintes ($\varepsilon < 3 \%$, et $\sigma < 900$ MPa). L'allure des courbes de la tôle 1 et 2 sont superposées, donc les deux matériaux se déforment réversiblement de la même façon, avec une petite marche d'endurance de l'acier 1, pour les déformations élastiques.

- Déformation plastique homogène : correspond aux déformations et contraintes ($3 \% < \varepsilon < 27 \%$, et $900 \text{MPa} < \sigma < 9000$ MPa). Dans cette zone, les deux courbes sont superposées jusqu'à 12 % de déformation avec des faibles pentes, les deux aciers se déforment plastiquement et irréversiblement d'une façon identique, mais au-delà de cette valeur (>12 %), les deux courbes commencent à se scinder, et la pente de la courbe correspondant à la tôle1 (Tysseon) est supérieure à celle de la tôle 2 (Arcelor), ainsi, leur domaine plastique est plus large. Cela veut dire que l'acier 1 (Tysseon) s'érouie plus vite et se consolide plus que l'acier 2 (Arcelor).

- la troisième partie correspond à la zone de striction : qui commence d'abord pour l'acier 2 dont le taux de consolidation est le moins faible ($\epsilon > 22\%$), puis dans l'acier 1, à partir de 27 % déformation. Dans ce domaine, les deux aciers se déforment irréversiblement et d'une manière hétérogène et différente jusqu'à la rupture. Remarquons pour cette partie là, la zone de striction de l'acier 2 (Arcelor) indiquée par ϵ_{s2} est plus large que celle de l'acier 1 (Tysseon) désignée par ϵ_{s1} ($\epsilon_{s2} > \epsilon_{s1}$), contrairement au domaine plastique. Cela implique qu'il s'allonge plus que ce dernier, avant de se rompre. Ce qui est justifié par les valeurs de que la striction à la rupture Z et de l'allongement de la striction $Z\mu$, déduites de la courbe conventionnelle.

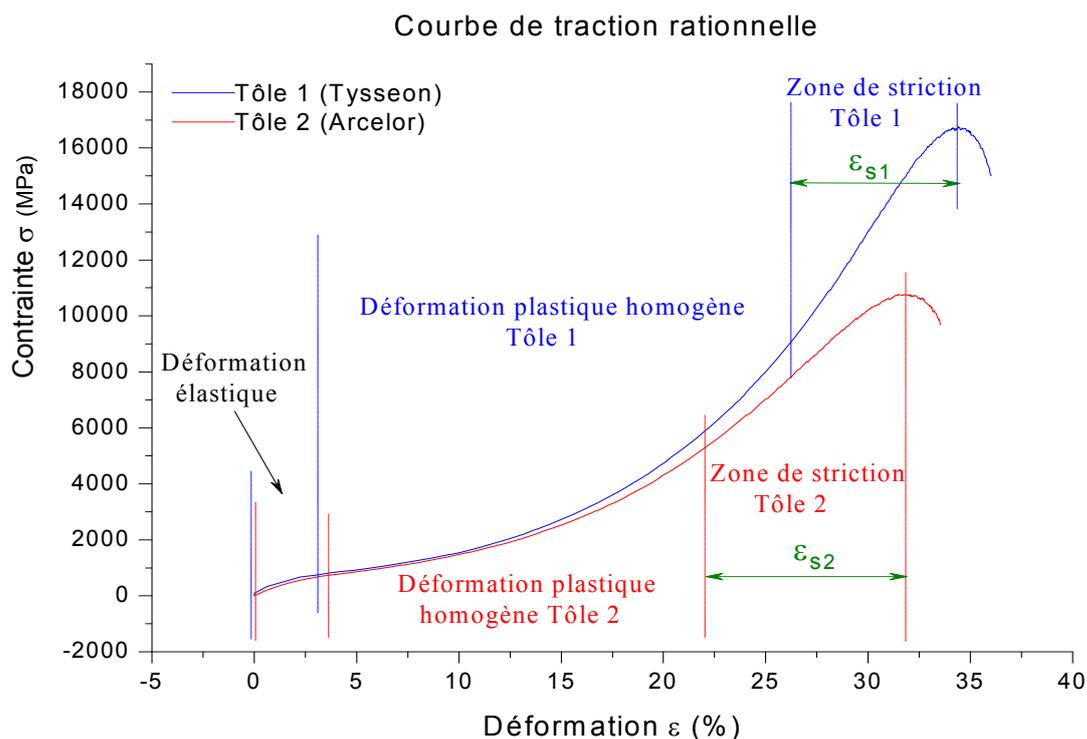


Figure 4.2: Courbes de traction rationnelles des deux tôles.

Les caractéristiques mécaniques k et n données au tableau 4.3 sont déduites à partir de la droite de tendance du graphe $\ln \sigma = f(\ln \epsilon)$, comme illustré dans la figure 4.3 :

	Coefficient d'écroutissage n	Coefficient de résistance k (MPa)
Tôle 1 (Tysseon)	0,0889	542,67
Tôle 2 (Arcelor)	0,0641	509,54

Tableau 4.3: Les valeurs caractéristiques déduites de la courbe de traction rationnelle.

Les coefficients d'écroutissage n et de résistance k de l'acier 2 (Arcelor) sont inférieurs à ceux de l'acier 1 (Tysseon), cela veut dire que ce dernier est plus ductile et plus résistant.

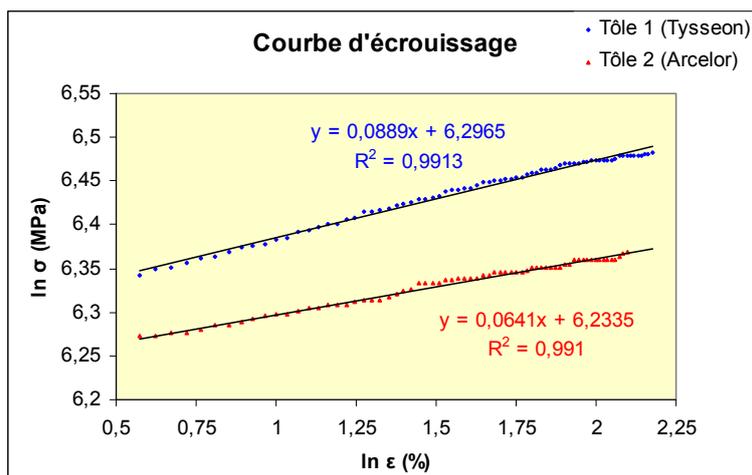


Figure 4.3: Courbe d'érouissage des deux aciers.

1.2.3 Mesure de dureté et microdureté

La mesure de dureté des deux aciers à l'état de réception a donné une valeur moyenne de 228,3 HV pour l'acier 1 (Tysseon), et de 217,5 HV pour l'acier 2 (Arcelor). Ainsi que la mesure de microdureté, elle est estimée à 236,97 HV et 216 HV, pour l'acier 1 et 2 respectivement. Cela confirme les résultats des caractéristiques mécaniques déduites des courbes de traction, en particulier celle de la résistance à la rupture, et qui prouve que l'acier 1 (Tysseon) est plus résistant et plus dur que l'acier 2 (Arcelor).

1.2.4. Analyse fractographique de faciès de rupture

a) Analyse macroscopique

La figure 4.4 présente le profil des surfaces de rupture des deux aciers, en forme de cône et coupe ayant subi une légère striction, c'est le cas le plus courant d'une rupture de traction dans le cas des métaux ductiles [38].

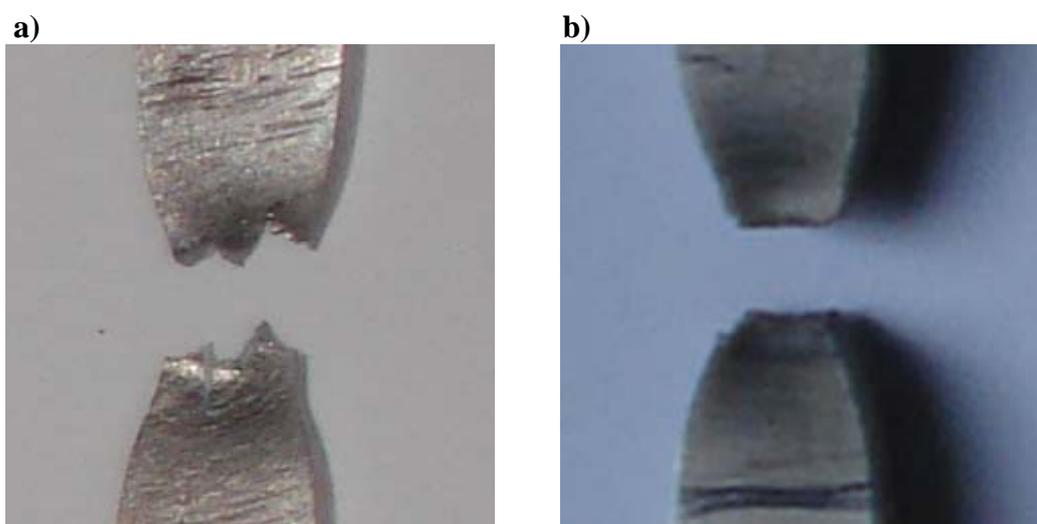


Figure 4.4: Observation macroscopique des éprouvettes de traction après rupture.
a) Tôle 1 (Tysseon), b) Tôle 2 (Arcelor).

Sur la surface de contact de rupture de l'acier 1 (Tysseon), il apparaît les lèvres d'arrachement de rupture (figure 4.5a), qui sont le signe de la propagation rapide de la fissure sur le périmètre de la striction, entraînant la rupture par déformation de cisaillement selon un angle d'environ 45° par rapport à l'axe de traction, angle pour lequel la cisssion est maximale et égale à $1/2$.

Par contre, la surface du contact de rupture de l'acier 2 (Arcelor) présente plus tôt une apparence irrégulière et fibreuse de la région intérieure centrale de la surface qui découle de la déformation plastique survenue.

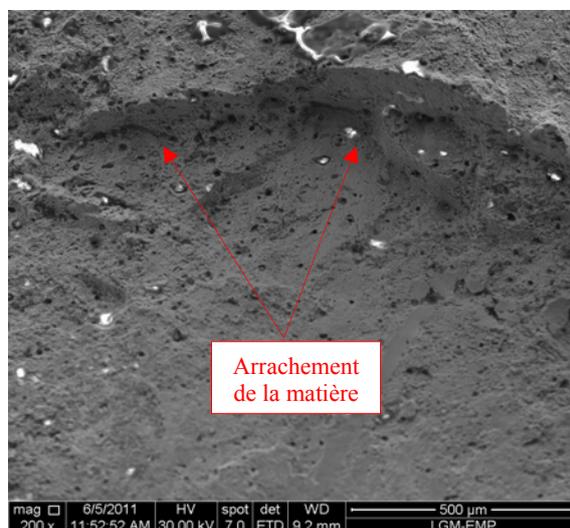
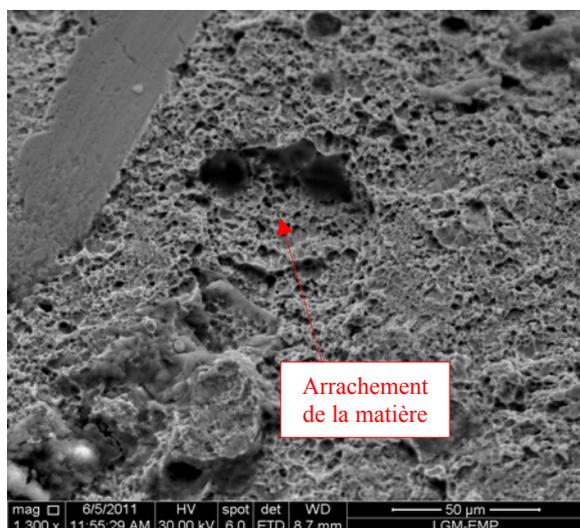
Cette différence du profil des surfaces de rupture nous permet de dire que l'acier 2 (Arcelor) a subi plus d'allongement dans le domaine de striction que l'acier 1 (Tysseon), avant de se rompre.

b) Analyse microscopique

L'examen fractographique au Microscope Electronique à Balayage (MEB) du faciès de rupture de l'acier 1 (Tysseon) révèle la présence des bandes de glissement (figure 4.5b), qui témoignent la déformation irréversible de certaines particules du cristal les unes par rapport aux autres à la surface. Ces bandes sont dues aux décrochages du mouvement des dislocations ancrées par un nuage appelé nuage ou atmosphère du Cottrell, ce dernier est formé par les atomes du carbone et d'éléments d'alliage en solutions solides interstitielles, qui sont logés le long des dislocations coins, dans les zones de contrainte de tension de ces dislocations. Le décrochage de ces dislocations de leur nuage de Cottrell se produit sur certains grains favorablement orientés, qui forme des bandes dans l'éprouvette de traction, dans une telles bandes appelées *bandes de Piere-Lüder*. Ces dernières se font dans des plans de glissement de plus forte densité atomique, et selon des directions de glissement de plus grande densité. Dans notre cas, pour la ferrite (α) cubique centrée, les plans les plus denses sont (011) et (112), et la direction est [111]. L'ancrage des dislocations par les atomes en solution solide d'insertion se manifeste sur la courbe de traction par une discontinuité à la limite d'élasticité, ce qui a été observé dans la courbe de traction de cet acier [41-38].

Pour le cas de l'acier 2 (Arcelor), l'examen fractographique au MEB du faciès de rupture, présente le phénomène d'arrachement de matière (figures 4.5a), ce qui constitue une signature d'une rupture ductile accompagnée d'une déformation plastique, et qui est issue d'une défaillance de traction uniaxiale [8].

a) Acier 2 (Arcelor)



b) Acier 1 (Tysseon)

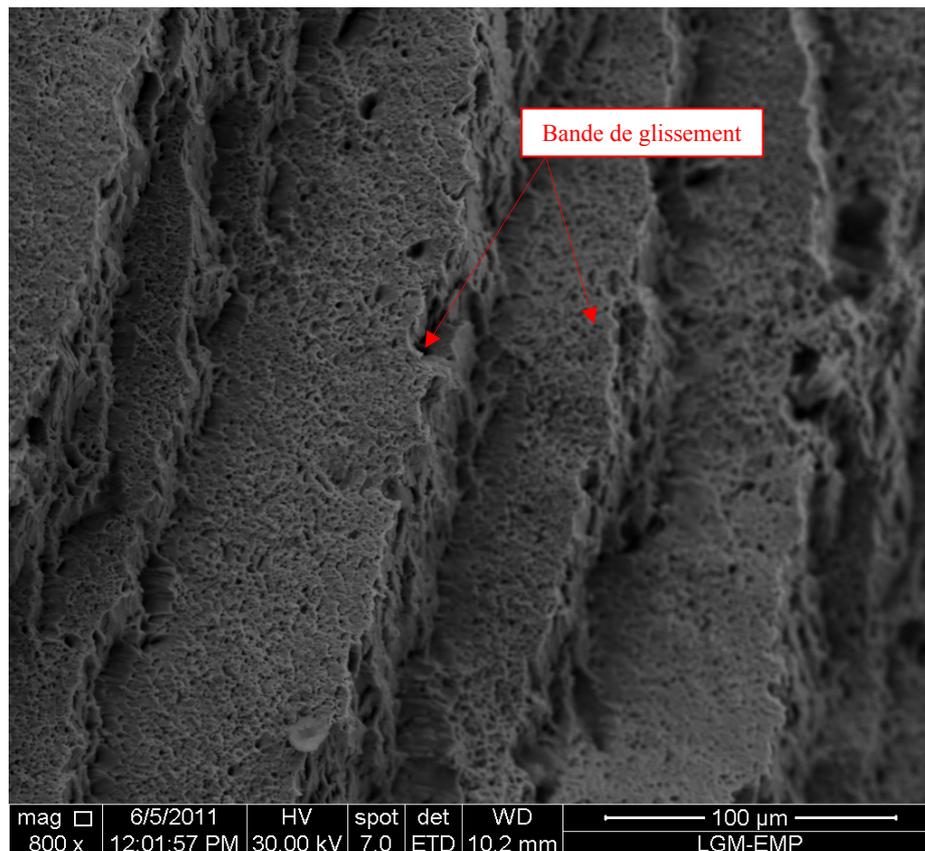


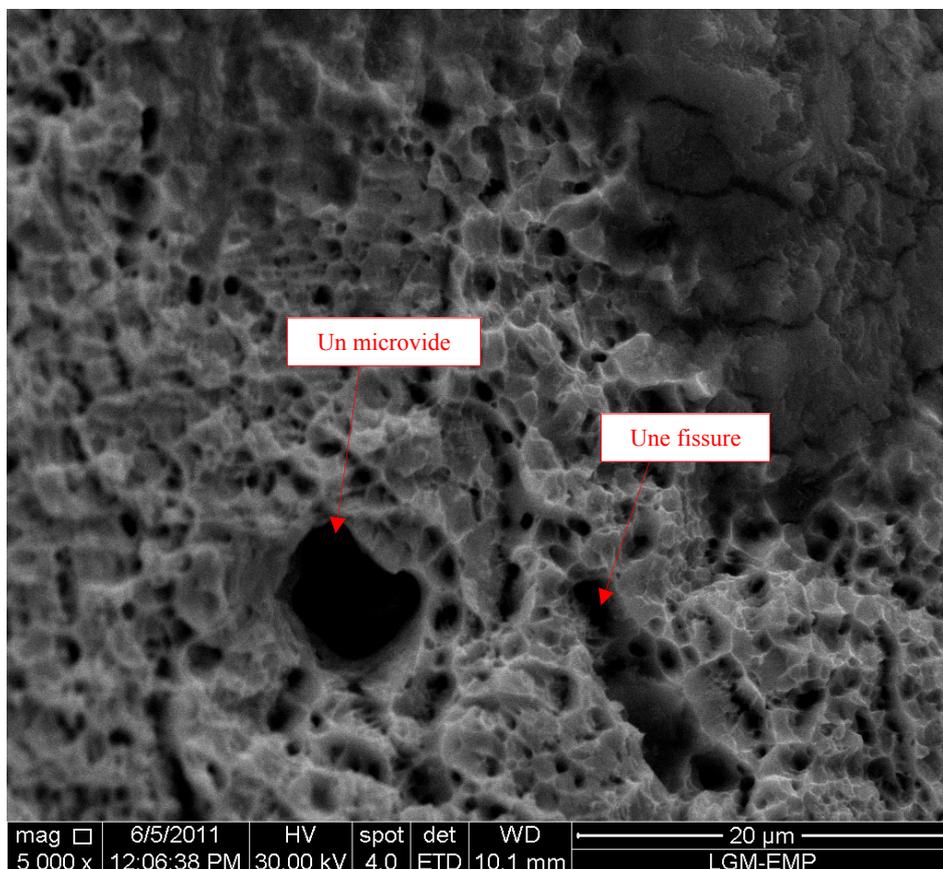
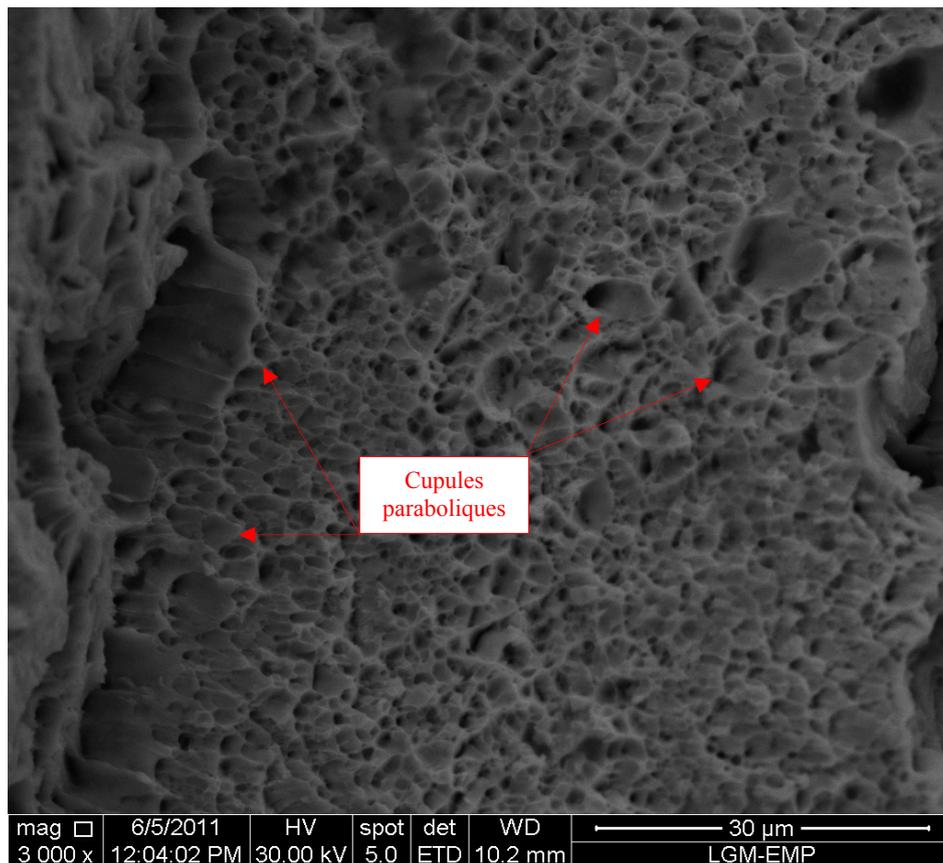
Figure 4.5: Observation au MEB de faciès de rupture, pour un faible grossissement.
a) Tôle 2 (Arcelor), b) Tôle 1 (Tysseon).

L'observation au Microscope Electronique à Balayage, pour de forts grossissements de la région centrale des surfaces de rupture en cônes et coupes révèle que celles-ci consistent en de nombreuses "cupules" sphériques pour le cas de l'acier 2 (figure 4.6b), qui constituent la signature d'une rupture ductile issue d'une défaillance de traction uniaxe. Chaque cupule correspond à un demi-microvide qui s'est formée avant de se séparer lors de la rupture.

Des cupules apparaissent également sur la lèvres de cisaillement à 45°C dans le cas de l'acier 1 (Tysseon), mais elles sont allongées ou en forme C (figure 4.6a). La forme parabolique de ces cupules est la résultante d'une rupture ductile par cisaillement. Cette forme favorise de plus, la formation d'une fissure elliptique par fusionnement des ces cupules (figure 4.6a), qui s'amplifie davantage dans une direction parallèle à son axe principal, entraînant la rupture par déformation de cisaillement selon un angle environ 45°C par rapport à l'axe de traction, angle pour lequel la cisssion est maximale [8].

La taille de ces cupules varie de quelques 1/10 de microns quelques microns à quelques dizaines de microns. Elle est plus faible dans l'acier 1, mais irrégulière par rapport à l'acier 2.

a) l'acier 1 (Tysseon)



b) l'acier 2 (Arcelor)

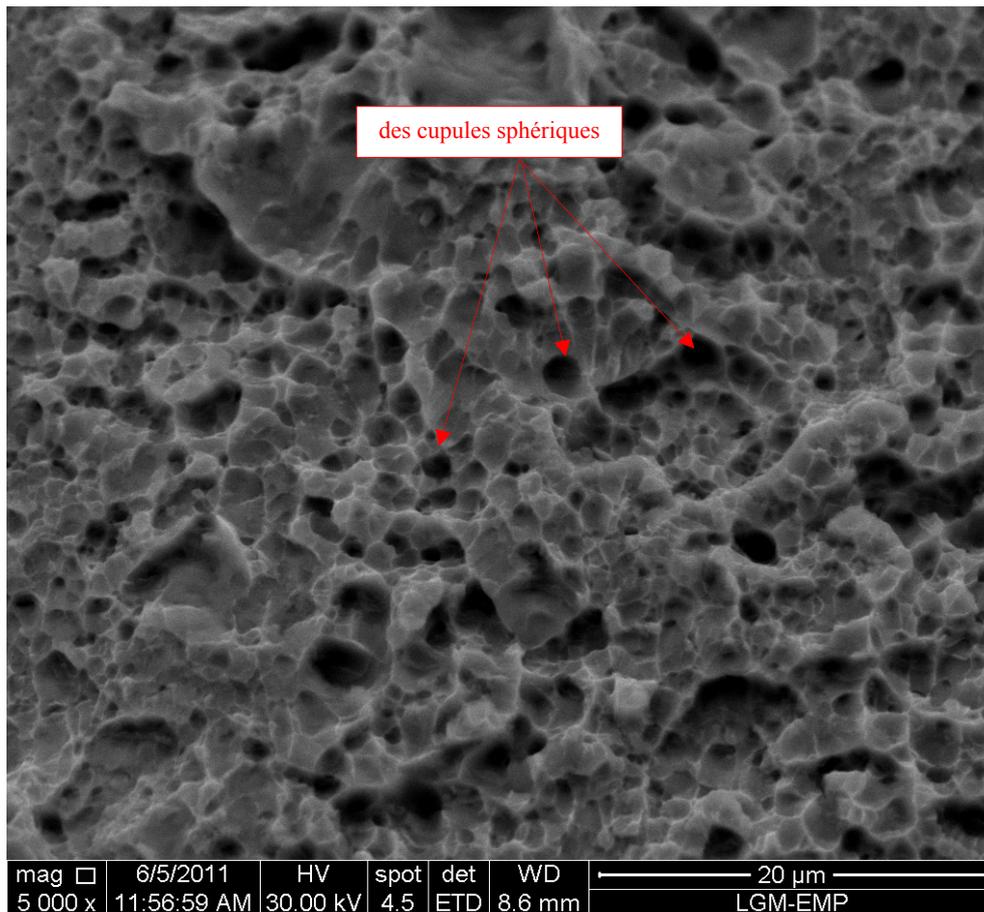


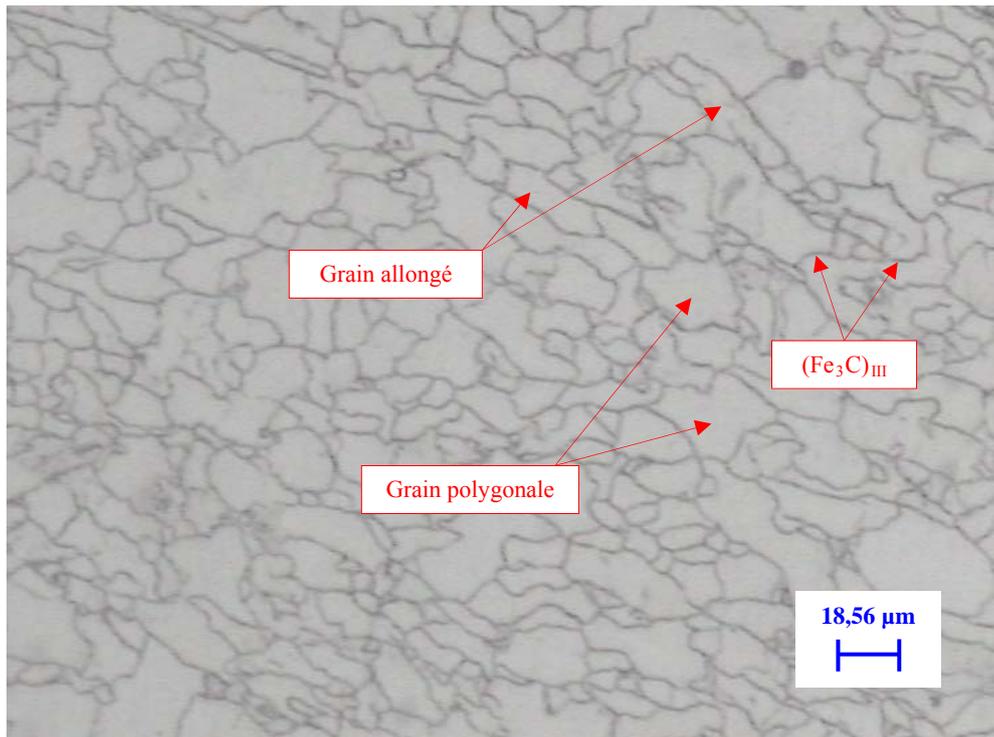
Figure 4.6 : a) Fractographie obtenue au MEB montrant les cupules paraboliques qui caractérisent une rupture ductile de l'acier 1 (Tysseon) résultant d'une charge de cisaillement. b) Fractographie obtenue au MEB montrant les cupules sphériques qui caractérisent une rupture ductile de l'acier 2 (Arcelor) consécutive à l'application de charge de traction uniaxes.

1.3. Analyse métallographique de la microstructure à l'état de réception

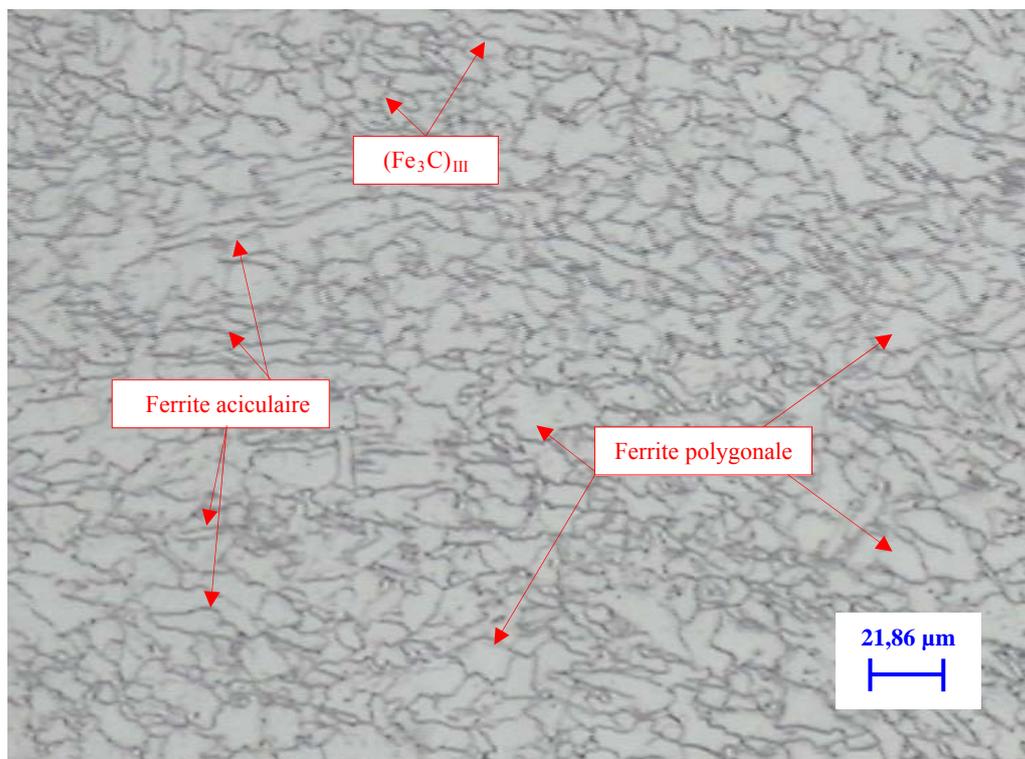
1.3.1. Observation au microscope optique

Les microstructures initiales des deux aciers ont été caractérisées au microscope optique, elles sont présentées dans la figure 4.7. Celle-ci montre la microstructure du métal de base des deux tôles à l'état de réception.

L'acier 1 (Tysseon) (a) présente une structure à ferrite polygonale, par contre l'acier 2 (Arcelor) (b) a une microstructure à *dual phase* qui est constituée d'un mélange de ferrite polygonale et de ferrite aciculaire (ou bainite). Cette microstructure est obtenue par une machine de refroidissement accéléré à trempe interrompue, qui permet de réaliser les plaques et tôles à tubes. Cette combinaison offre d'excellentes propriétés de résistance et de dureté [3].



(a) Tôle 1 (Tysseon) : Microstructure à ferrite polygonale



(b) Tôle 2 (Arcelor) : Microstructure à dual phase (mélange de ferrite polygonale et de ferrite aciculaire)

Figure 4.7: Microstructure des deux aciers à l'état de réception.

La forme des grains des deux aciers est relativement irrégulière et en général convexe, correspondant à la morphologie habituelle des grains dans un polycristal déformé, elle présente une forte proportion de grains allongés dans la direction de laminage, surtout pour l'acier 2 qui contient une proportion de ferrite aciculaire. Ceci est évident, car des recherches faites sur ce dernier acier prouvent que la fraction volumique de la ferrite aciculaire augmente avec l'augmentation de la quantité de déformation à chaud dans la région non recristallisée d'austénite, parce que la ferrite aciculaire se forme au voisinage des sites favorables de nucléation, tels que les dislocations dans les grains d'austénite. Cette déformation est insuffisante pour donner une microstructure entière de ferrite aciculaire [26-46].

Cette anisotropie de microstructure ne devrait cependant pas influencer sur les résultats des essais de mécanique de la rupture, car l'orientation de toutes nos éprouvettes est perpendiculaire au sens du laminage.

D'une manière générale, les échantillons présentent une grande dispersion de leurs tailles de grains. Nous pouvons par exemple l'observer sur une micrographie des grains dont la taille varie d'environ 3 à 40 μm pour l'acier 1 avec une taille moyenne de 14,17 μm et une taille qui varie d'environ 4 à 25 μm pour l'acier 2 avec une taille moyenne de 13,05 μm .

Il en résulte que la microstructure de l'acier 2 (Arcelor) est un peu plus fine et que la distribution de sa taille de grain est plus homogène par rapport à celle de l'acier 1 (Tysseon). Cette différence d'homogénéité est probablement due à la quantité d'élément microallié de Niobium Nb contenu dans les deux tôles, qui est supérieure pour l'acier 2 de 0,068 % par rapport à celle de l'acier 1, qui est de 0,055 %, car il s'est avéré qu'une petite augmentation en Niobium de 0.045 à 0.075 % pour cet acier donne une microstructure plus homogène avec une meilleure résilience [40-35].

Finalement, ces microstructures sont nécessaires pour l'acier API 5L de catégorie X70, qui sont satisfaisantes et garantissent les propriétés mécaniques demandées.

1.3.2. Observation au MEB et micro-analyse chimique des particules

L'observation au Microscope Electronique à Balayage (MEB), permet d'identifier la microstructure initiale à grande échelle et révèle les très fines particules existantes tels que (les précipités, les nitrures etc.).

a) acier 1 (Tysseon)

La figure 4.8 précise la morphologie des grains de la ferrite pour l'acier 1, elle est irrégulière et convexe. Certains sont bien allongés dans le sens du laminage, et d'autres de formes polygonales, on remarque aussi de très fines particules qui sont disposées dans les grains et les joints des grains, elles correspondraient peut être aux précipités tels que : les nitrures, les carbures, et les carbonitrures.

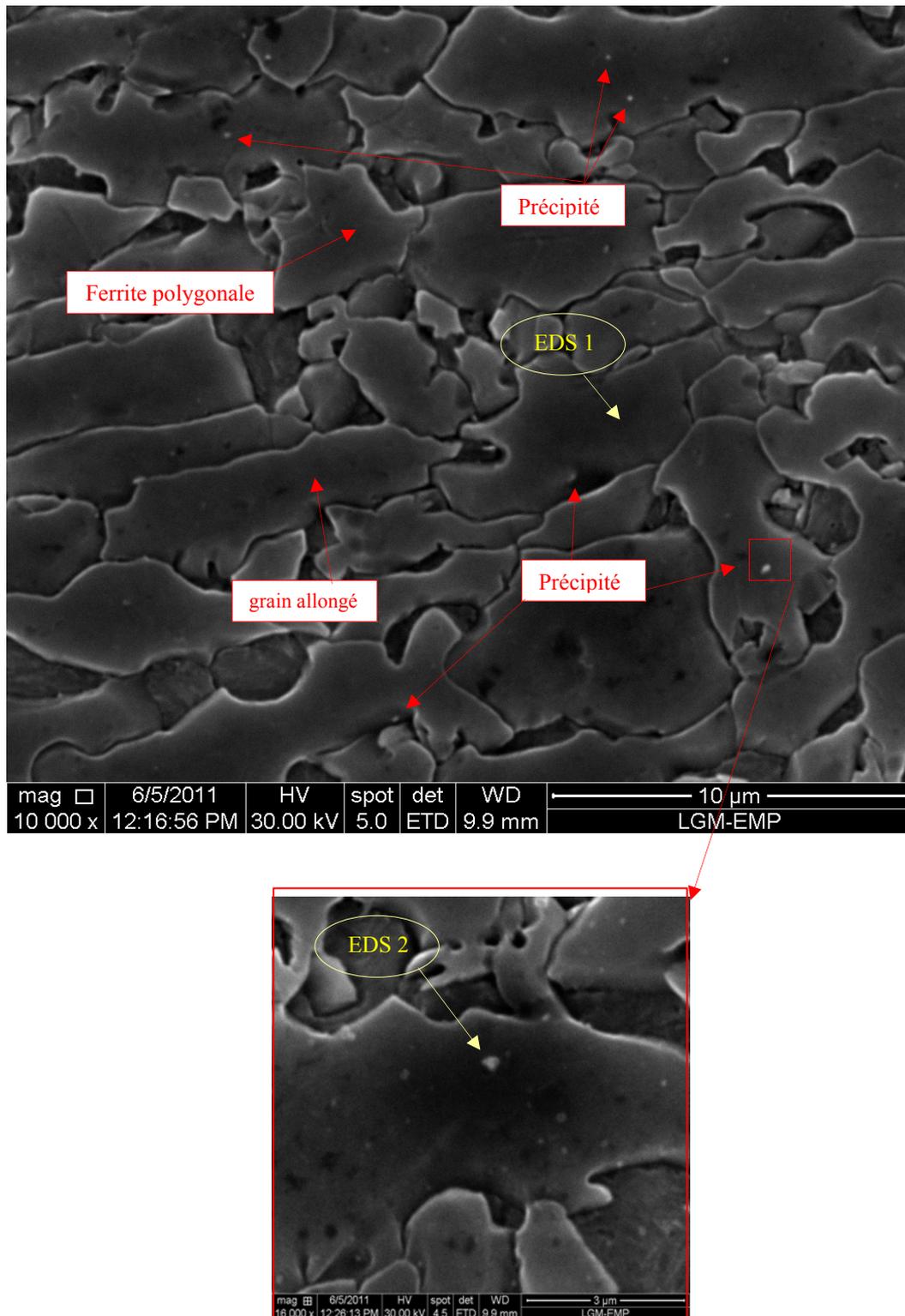


Figure 4.8 : Observation au MEB de la microstructure de l'acier 1 (Tysseon).

L'analyse quantitative des particules par le système EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) de la matrice de l'acier 1 (Tysseon) a donné la présence des éléments suivants: le fer, le manganèse, le carbone, et le silicium (figure 4.9).

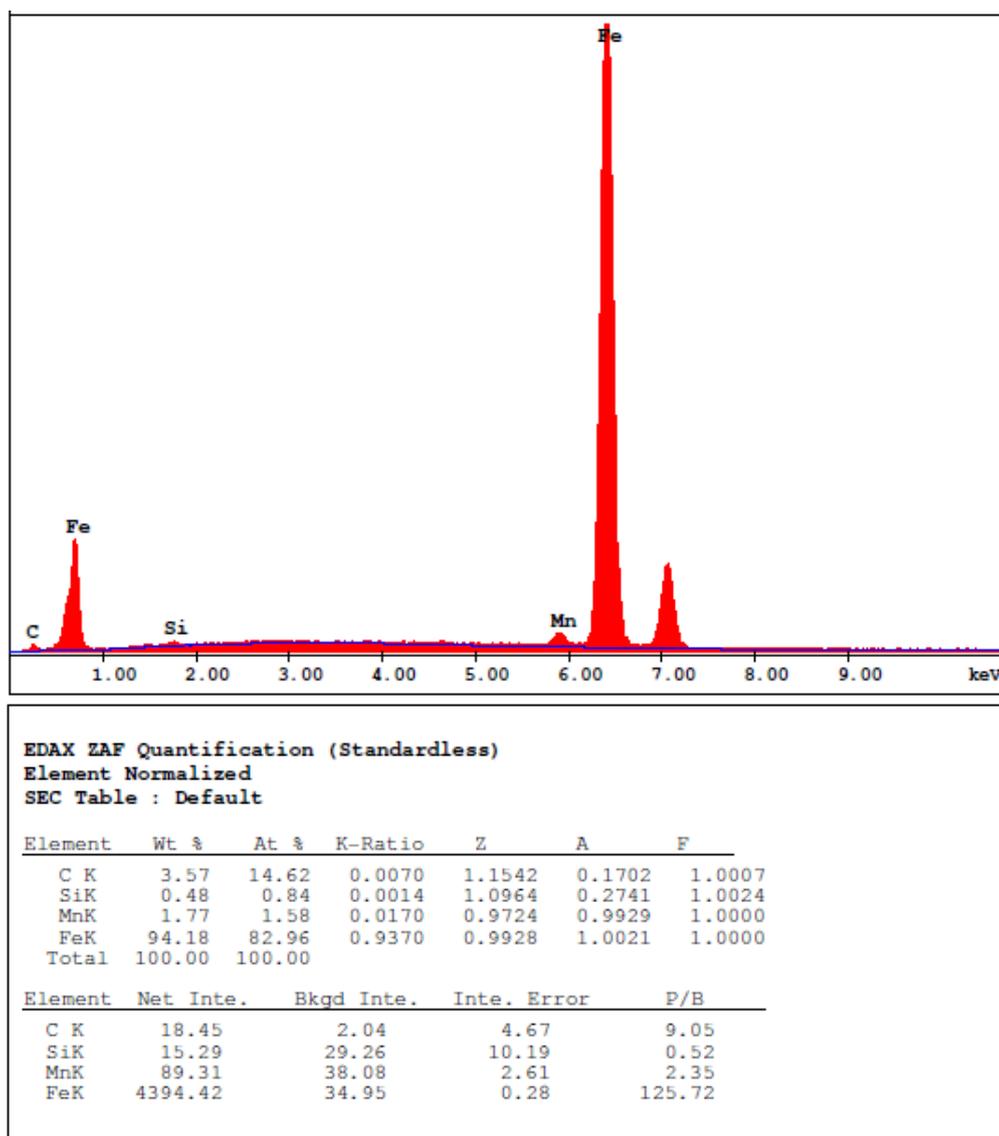


Figure 4.9 : Micro-analyse chimique EDS 1, de la matrice de l'acier 1 (Tysseon) à l'état de réception.

Par contre, l'EDS 2 d'une particule de l'acier 1 (Tysseon) révèle la présence d'autres éléments en plus, de celles trouvés dans la matrice, il s'agit du chrome et de l'aluminium (figure 4.10).

En comparant les résultats quantitatives de l'EDS, entre la matrice et la zone des précipités dans l'acier 1 (Tysseon), on déduit que :

- une partie de la quantité du carbone se trouve dans la matrice, et l'autre partie se combine avec d'autres éléments pour former des nitrures et des carbonitrures.
- l'aluminium peut se trouver sous forme de précipités de nitrure d'aluminium, malgré que le système EDS n'a pas révélé la présence de l'azote, d'ailleurs même l'analyse chimique par spectromètre ne l'a pas détecté, à cause de sa très faible teneur et de leur taille très fine. On pense que l'acier 1 (Arcelor) est produit en un refroidissement continu, où la cinétique de précipitation du carbure d'aluminium AlN , à basse température vers 900°C à 950°C , est très

rapide dans la ferrite, ce qui permet la précipitation d'une certaine quantité d'aluminium avec l'azote [18].

- pour le chrome révélé juste dans les précipités, il est très probable qu'il se présente sous forme de carbures, où il est utilisé pour les produits épais, comme dans notre cas pour augmenter les caractéristiques à l'ambiante et la tenue à chaud [4].

- pour le manganèse, il est partagé entre la matrice et la zone des précipités, en se substituant au fer dans la cémentite, ce qui permet l'augmentation de la proportion de perlite [13].

- une bonne partie, du silicium se concentre dans la zone des précipités et l'autre partie se trouve dans la matrice pour le renforcement de la solution solide [4].

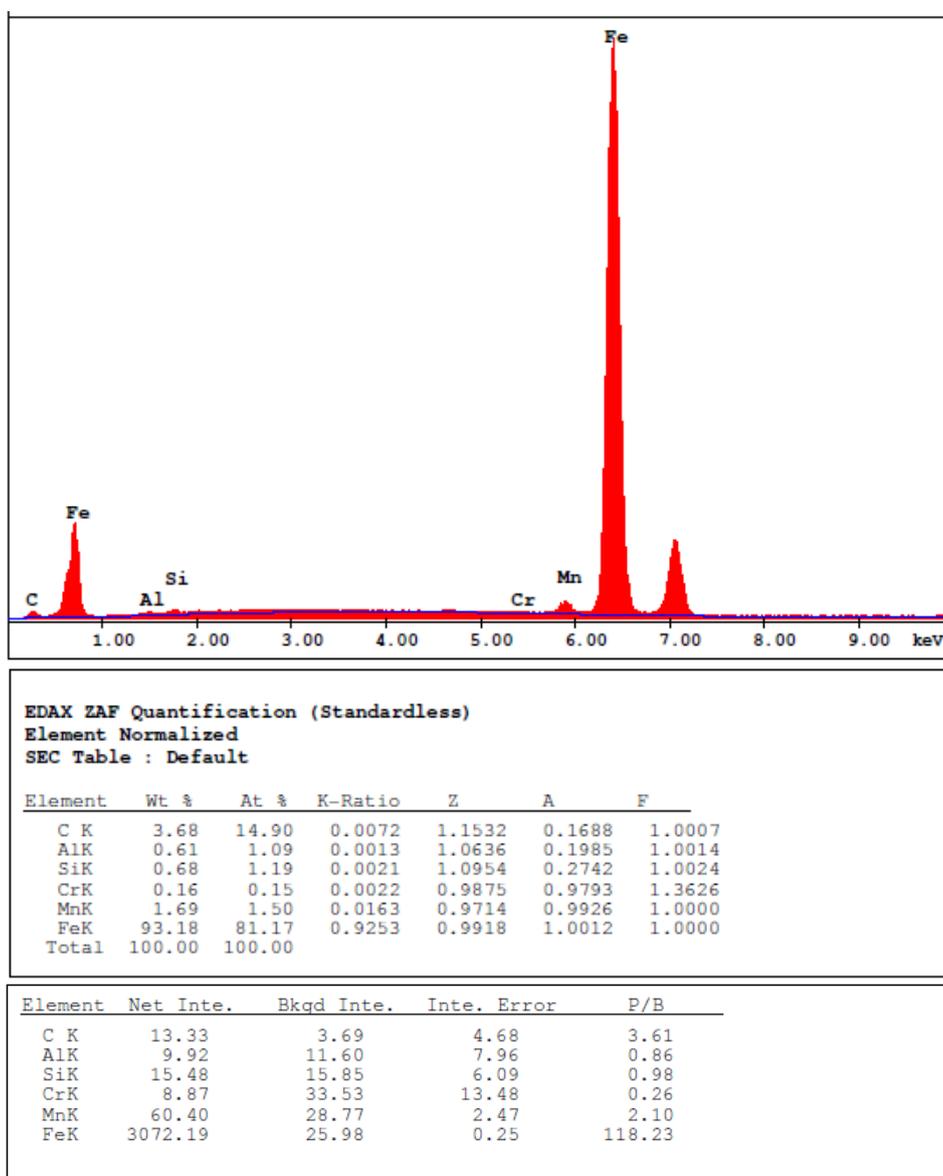


Figure 4.10 : Micro analyse chimique à l'aide de EDS 2 d'une particule dans l'acier 1 (Tysseon) à l'état de réception.

b) acier 2 (Arcelor)

L'observation au MEB, de la microstructure de l'acier 2 (Arcelor), présente la morphologie des grains de ferrite (figure 4.11). Les grains sont irréguliers et plus convexes que ceux de l'acier 1 (Tysseon), certains sont aciculaires sous forme d'aiguilles bien allongés et d'autres de formes polygonales, on remarque aussi de très fines particules qui peuvent être des précipités tels que les nitrures, les carbures et les carbonitrures, elles sont disposées dans les grains et les joints des grains.

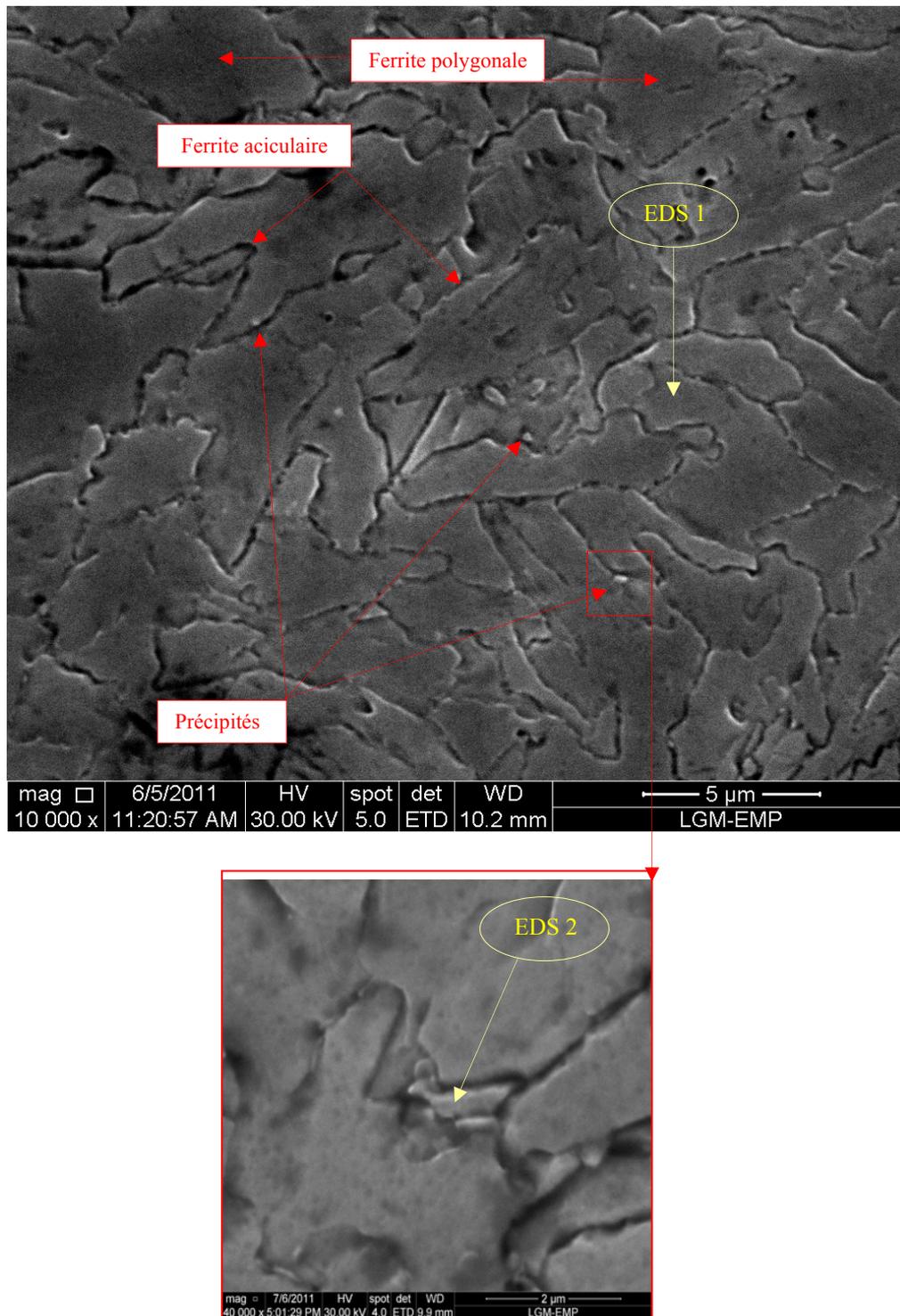


Figure 4.11: Observation au MEB de la microstructure de l'acier 2 (Arcelor).

La micro-analyse chimique EDS 1 de la matrice de l'acier 2 (Arcelor), révèle la présence du fer, le manganèse, le carbone, l'aluminium et le silicium (figure 4.12).

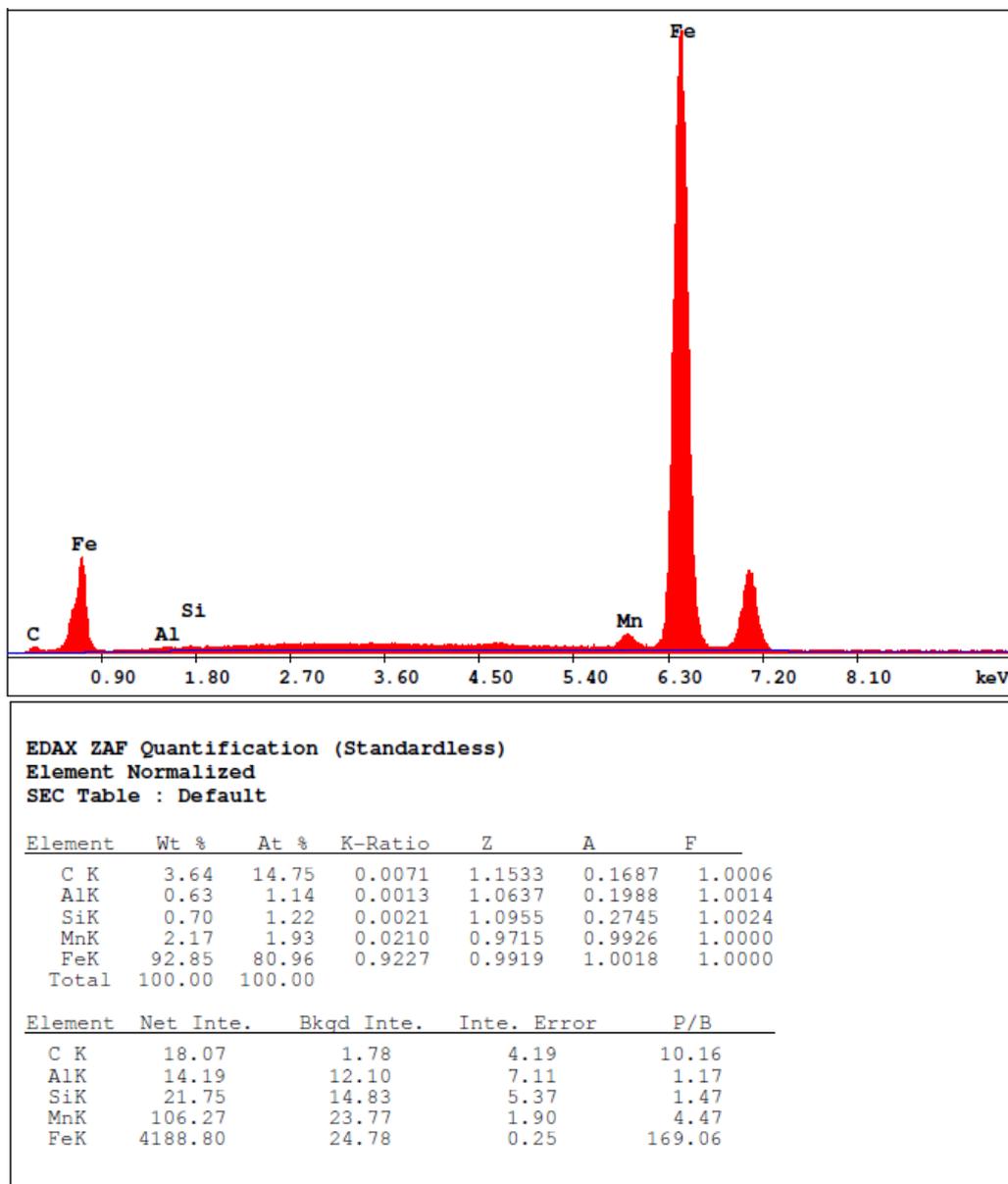


Figure 4.12 : Micro analyse chimique à l'aide de EDS de la matrice dans l'acier 2 (Arcelor).

Par contre, l'analyse EDS 2 d'une particule présente dans le grain et le joint de grain révèle la présence d'autres éléments en plus de ceux trouvés dans la matrice, il s'agit du chrome et du vanadium (figure 4.13).

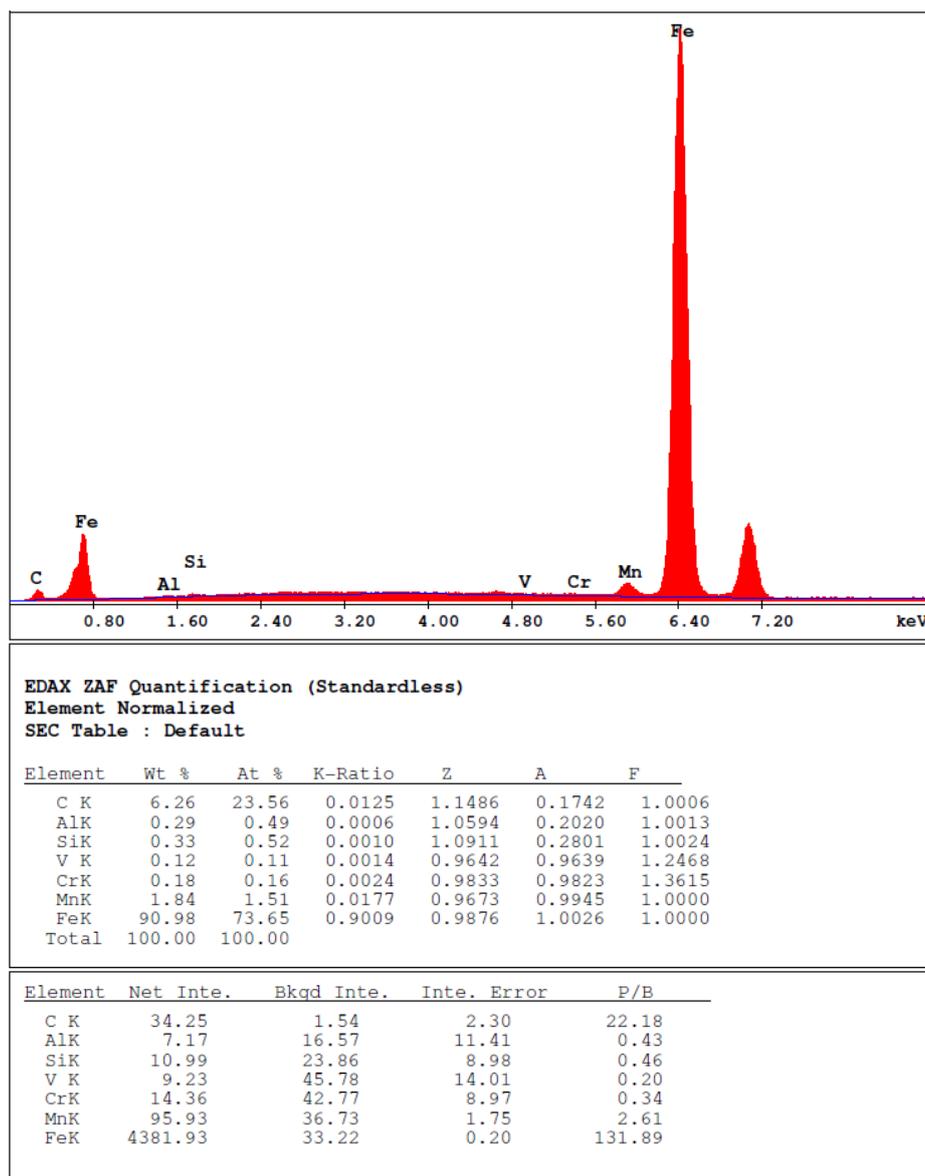


Figure 4.13 : Micro analyse chimique à l'aide de EDS d'une particule dans l'acier 2 (Arcelor).

Il résulte de l'estimation de l'analyse chimique quantitative des éléments dans l'acier 2 (Arcelor) que :

- la quantité du carbone concentré dans les précipités est 2,7 fois supérieure à celle dans la matrice, ce qui permet de dire qu'une grande partie du carbone se combine avec d'autres éléments tel que le vanadium, pour former des carbures et des carbonitrides.
- le contraire est estimé pour l'aluminium, avec une présence dans la zone des précipités de 0,72 fois par rapport à celle dans la matrice. On pense que cet acier (Arcelor), contrairement à l'acier 1 (Tysseon), est produit avec un refroidissement accéléré, en évitant la précipitation d'une certaine quantité d'aluminium, ce qui permet de la maintenir en solution dans la matrice, comme c'est le cas pour beaucoup de produits bruts de laminage [4-18].
- Pour le manganèse, la quantité dans la zone de précipité est 1,33 fois supérieur à celle dans la matrice, ce qui est évident, car il se substitue au fer dans la cémentite en augmentant la

proportion de perlite, et transforme le sulfure de fer en sulfure de manganèse, ce qui permet d'éviter les chutes brutales de forgeabilité. Ces inclusions de sulfure de manganèse sont plastiques à chaud ; elles s'allongent donc sous l'effet du laminage et sont ainsi responsables de la directionnalité des propriétés de ductilité [13-4].

- une bonne partie, du silicium se concentre dans la matrice, ce qui est légitime, car il est utilisé pour le renforcement de la solution solide [4].

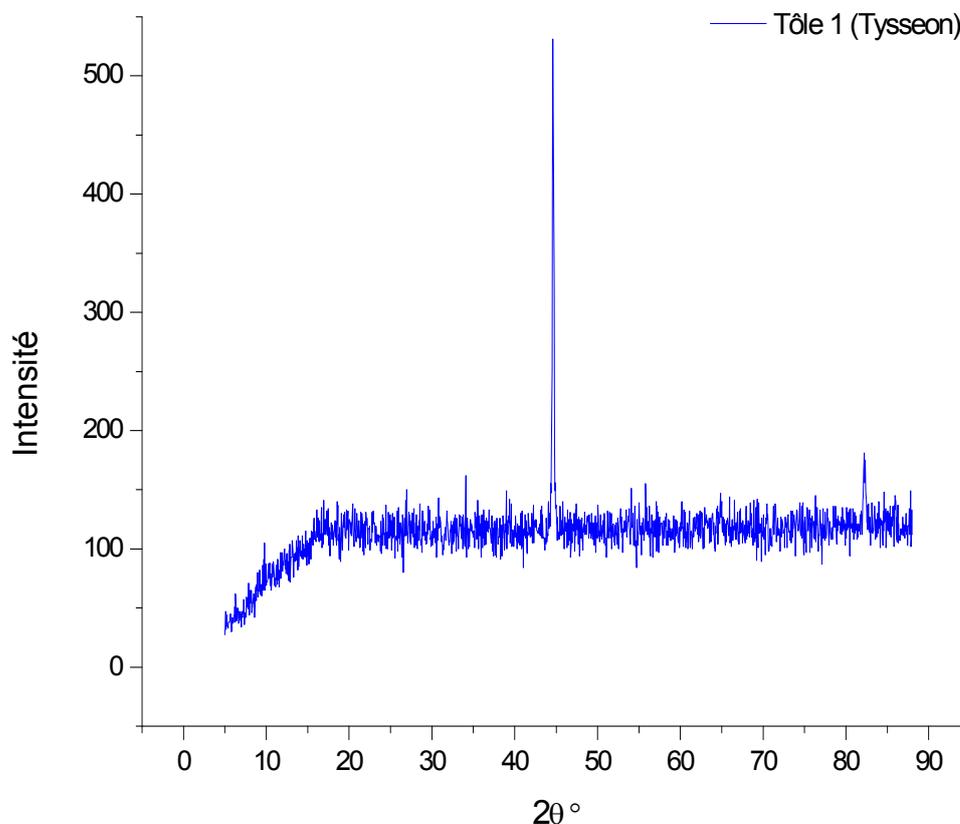
- pour le chrome, il est très probable qu'il se présente sous forme de carbures, où il est utilisé pour les produits épais, comme dans notre cas, pour augmenter les caractéristiques à l'ambiante et la tenue à chaud [4].

- pour le vanadium, il est très probable qu'il se trouve sous forme de carbure de vanadium, car en présence d'aluminium, ce dernier se substitue au VC, surtout que la teneur en azote est très faible pour cet acier [2].

1.4. Caractérisation par diffraction des rayons X

Nous présentons dans la figure 4.14 les diagrammes de diffraction des rayons X des deux tôles à l'état de réception. Elle est caractérisée par la présence d'un pic principal et deux autres de faible intensité.

a) Acier 1 (Tysseon)



b) Acier 2 (Arcelor)

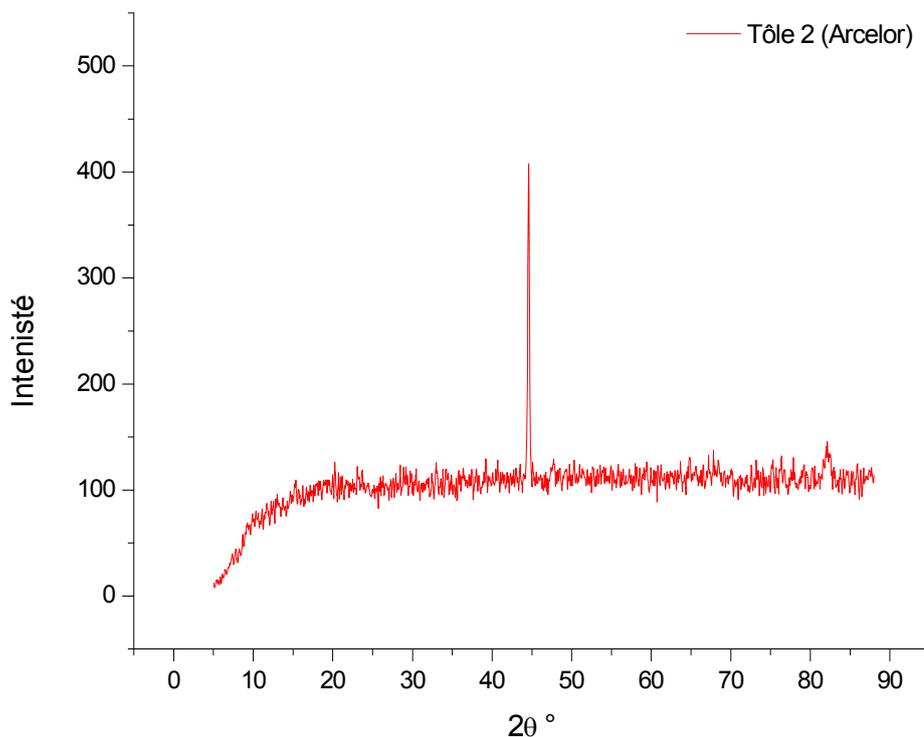


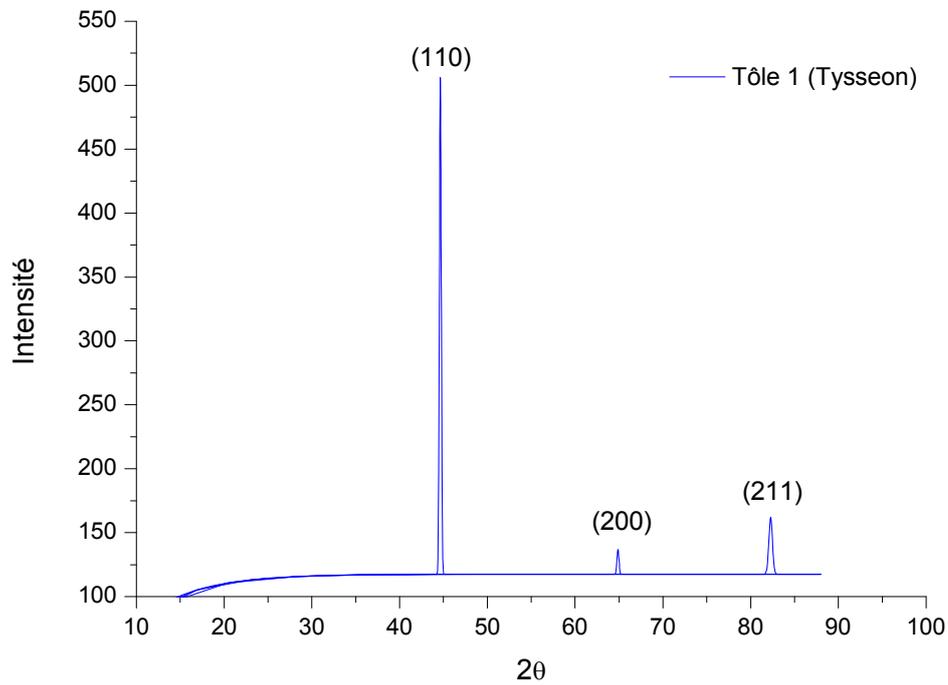
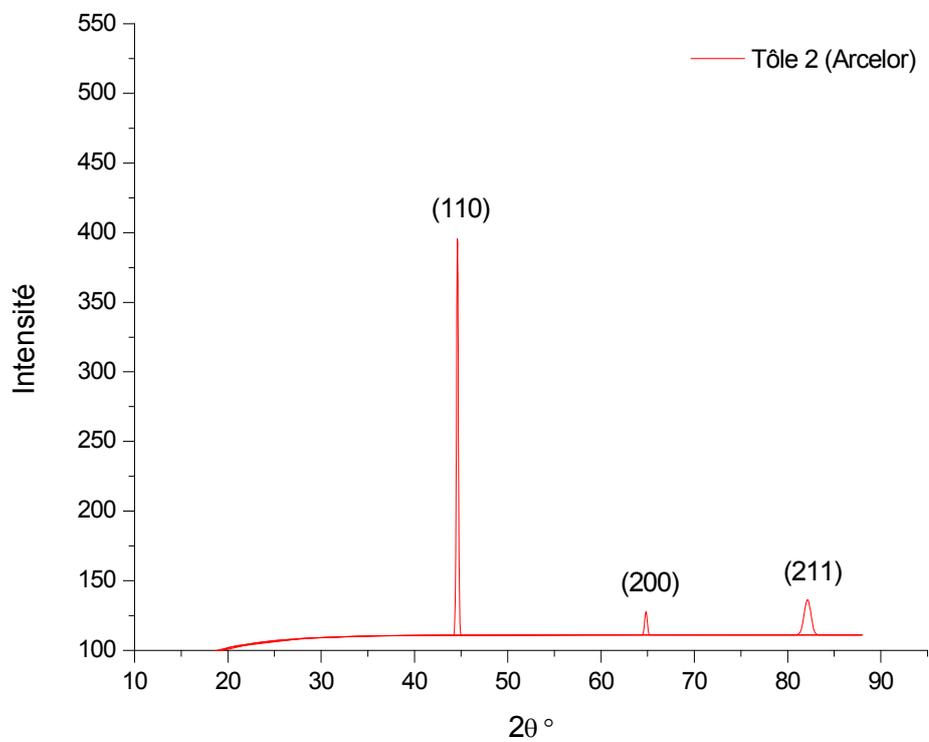
Figure 4.14 : Diagramme de diffraction des RX des deux aciers.

Après le traitement et l'analyse des diagrammes avec le logiciel OriginPro (figure 4.15), l'indexation des pics par comparaison avec les fiches ASTM permet l'identification d'une seule phase la ferrite (α), et ce pour les deux aciers. Il faut remarquer qu'il y a une seule orientation principale se présentant en position de diffraction de la famille de plans (110). Cette orientation est due au laminage qu'ils ont subi les deux aciers. La présence de deux autres pics supplémentaires de faible intensité a été identifiée à ceux de la famille (200) et (211). Par contre, aucune précipitation de phases secondaires n'a été détectée par la DRX.

Les valeurs caractéristiques des pics sont portées dans le tableau 4.3 :

	Pic	Famille de plan (hkl)	2θ	largeur de pic	Largeur du pic à mi-hauteur	D_{hkl}	d_{hkl}	a (Å)	a_{moy} (Å)
Tôle 1 (Tysseon)	1	(110)	44,64	0,92	0,25	3,53905	2,02828	2,86843	2,869
	2	(200)	64,88	1,42	0,27	2,97477	1,4359	2,87181	
	3	(211)	82,28	1,46	0,48	1,49953	1,17079	2,86783	
Tôle 2 (Arcelor)	1	(110)	44,60	0,75	0,25	3,57351	2,02982	2,8706	2,872
	2	(200)	64,81	0,79	0,31	2,58218	1,4373	2,87459	
	3	(211)	82,14	2,43	0,83	0,8644	1,17245	2,87189	

Tableau 4.3 : Valeurs caractéristiques des pics de diagramme DRX.

a) Acier 1 (Tysseon)**b) Acier 2 (Arcelor)****Figure 4.15:** Diagramme de diffraction des RX après traitement et analyse des pics.

D'après le tableau 4.3, on remarque que la position des pics de l'acier 2 (Tysseon) est légèrement décalée vers la gauche par rapport à la position des pics de l'acier 1 (Arcelor), on constate que l'acier 2 ce dernier est plus déformé. En revanche, l'intensité et la largeur du premier et du troisième pic, correspondant respectivement à l'orientation des familles des plans (110) et (200), de l'acier 1 sont supérieures à celles de l'acier 2. Par contre, le contraire est observé pour le deuxième pic correspondant à l'orientation de famille du plan (211). Cette variation est expliquée par la distribution du diamètre moyen des cristallites, qui est en relation étroite avec l'élargissement des pics de diffraction. Sa distribution est illustrée dans la figure 4.8. Elle est estimée pour le pic principal à 79,47 % avec un diamètre moyen des cristallites égal à $3,54\text{A}^\circ$ pour l'acier 1 et à 74,01% avec un diamètre moyen des cristallites diffractés égal à $3,57\text{A}^\circ$ pour l'acier 2.

Comme le profil de pic de DRX est caractéristique de l'état d'ordre du matériau diffusant, puisque un cristal parfait donne un diagramme de raies symétriques, intenses et fines, avec une largeur à mi-hauteur de l'ordre d'un dixième de degré.

Donc, on peut conclure que l'acier 1 (Tysseon) est plus ordonné que l'acier 2 (Arcelor), mais moins isotrope que ce dernier.

Le processus de recristallisation qui est accompagné par une altération des orientations cristallographiques du matériau déformé.

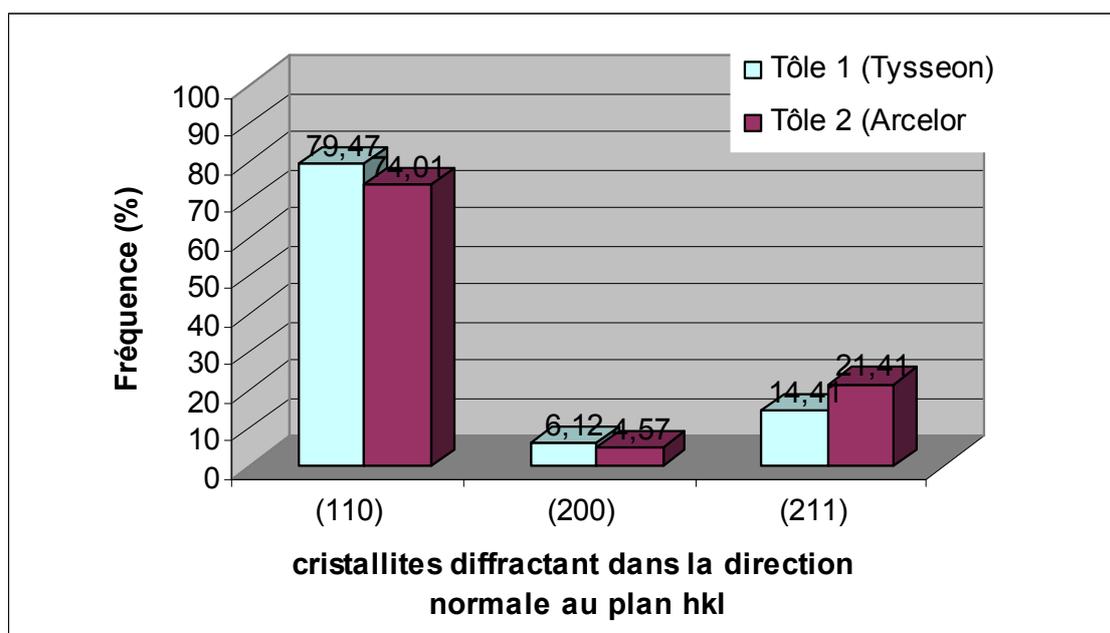


Figure 4.16: Distribution de la taille des cristallites correspond à la direction normale au plan (hkl) diffractant.

Cependant, le paramètre de maille du réseau cristallin des deux aciers est très proche, il est estimé à $2,869\text{A}^\circ$ pour l'acier 1 (Tysseon) et à $2,872\text{A}^\circ$ pour l'acier 2 (Arcelor). Cela veut dire que ce dernier est plus contracté.

1.5. Conclusion

La caractérisation des aciers de composition chimique différente a permis de donner les résultats suivants :

✓ les propriétés mécaniques et la soudabilité des deux tôles sont celles des aciers HLE, exigée par la norme API, et apte pour l'utilisation en pipeline.

- ✓ les caractéristiques mécaniques de l'acier 1 (Tysseon), tels que le module d'Young, la limite d'élasticité, la limite à la rupture et l'allongement, sont supérieures à celles de l'acier 2 (Arcelor), par contre, ce dernier présente une meilleure soudabilité.
- ✓ l'acier 1 (Tysseon) est plus ductile, plus dur et plus résistant que l'acier 2 (Arcelor). Cela est justifié par la différence de teneur de l'élément du silicium, utilisé pour le renforcement de la solution solide, et qui est supérieure dans cet acier.
- ✓ la quantité du carbone, estimée par le système EDS, est supérieure dans la zone des précipités par rapport à celle dans la matrice, pour les deux tôles. La différence est plus marquée dans l'acier 2 (Tysseon). Ce qui permet de dire qu'une grande partie du carbone se combine avec d'autres éléments tel que les éléments microalliés (V, Ti, Nb) pour former des carbures, des nitrures et des carbonitrures. Comme c'est le cas dans l'acier 1, où on révèle la présence du carbure de vanadium.
- ✓ pour le chrome révélé juste dans la zone des précipités des deux aciers, il très probable qu'il soit présent sous forme de carbure, où il est utilisé pour les produits épais, comme dans notre cas, pour augmenter les caractéristiques à l'ambiante et la tenue à chaud [4].
- ✓ les deux aciers présentent un comportement élastique voisin, par contre, ils se différencient dans le domaine plastique, où l'acier est caractérisé par un allongement supérieur dans le domaine de déformation plastique homogène, il s'écrouit donc et se consolide plus que l'acier 2, par contre, ce dernier présente un domaine de striction plus large, c'est-à-dire que son allongement dans le domaine de déformation plastique hétérogène (striction) est supérieur, ce qui est observé dans la courbe de traction rationnelle par son domaine de striction le plus large, et sur le faciès de la rupture où l'acier 1 (Tysseon) présente des lèvres d'arrachement, qui signe un arrêt de striction et la rupture par cisaillement. Ce dernier résultat est aussi confirmé par les valeurs du coefficient de striction et l'allongement à la striction, mesurés expérimentalement.
- ✓ les deux aciers présentent une rupture ductile, ce qui confirme les résultats décrits ci-dessus.
- ✓ l'acier 2 de microstructure ferrite polygonale et ferrite aciculaire présente une taille moyenne de grain inférieure à celle de l'acier 1 de microstructure ferrite polygonale, ceci s'explique par le pourcentage de la ferrite aciculaire qu'il contient, puis celle-ci est caractérisée par une finesse des plaquettes obtenues par une machine de refroidissement accélérée [44], ce qui est en corrélation avec notre prédiction sur le résultat de la micro-analyse chimique par EDS, où une certaine quantité d'aluminium reste en solution dans la matrice de l'acier 2 (Arcelor), en évitant sa précipitation à cause de la grande vitesse de refroidissement, ce qui n'est pas le cas pour l'acier 1 (Arcelor), où une bonne partie de l'aluminium se présente sous forme de nitrures d'aluminium, produit en un refroidissement continu [4-18].
- ✓ le vanadium se trouve dans l'acier 2 (Arcelor) sous forme de carbure de vanadium, car en présence d'aluminium, ce dernier se substitue au VN, surtout que la teneur en azote est très faible pour cet acier [2].
- ✓ de plus, la distribution de taille est plus homogène dans l'acier 2 (Arcelor) qui contient un pourcentage de ferrite aciculaire. Ceci peut être expliqué par la différence en quantité d'élément microallié, en particulier celle du niobium qui homogénéise la microstructure [40-35], où l'acier 2 contient la valeur supérieure de 0,068 % par rapport à celle de l'acier 1 qui

est de 0,055 %. Cette homogénéité de microstructure conduit à une homogénéité des propriétés, ce qui a été confirmé par la diffraction des rayons X, où l'acier 2 est plus isotrope.

✓ l'acier 1 est plus ordonné que l'acier 2, il présente un paramètre de maille plus faible. La maille du réseau cristallin de l'acier 2 est plus contractée à cause de l'importante densité de dislocations contenue dans les cristaux de la ferrite aciculaire par rapport à celle de la ferrite polygonale.

2. Déformation et analyse de la plasticité des deux aciers

2.1. Courbes de traction conventionnelle

- Cas de l'acier 1 (Tysseon)

Le graphique suivant représente les courbes de traction de l'acier 1 (Tysseon) à différents taux de déformations 5%, 10%, 20% et 30%.

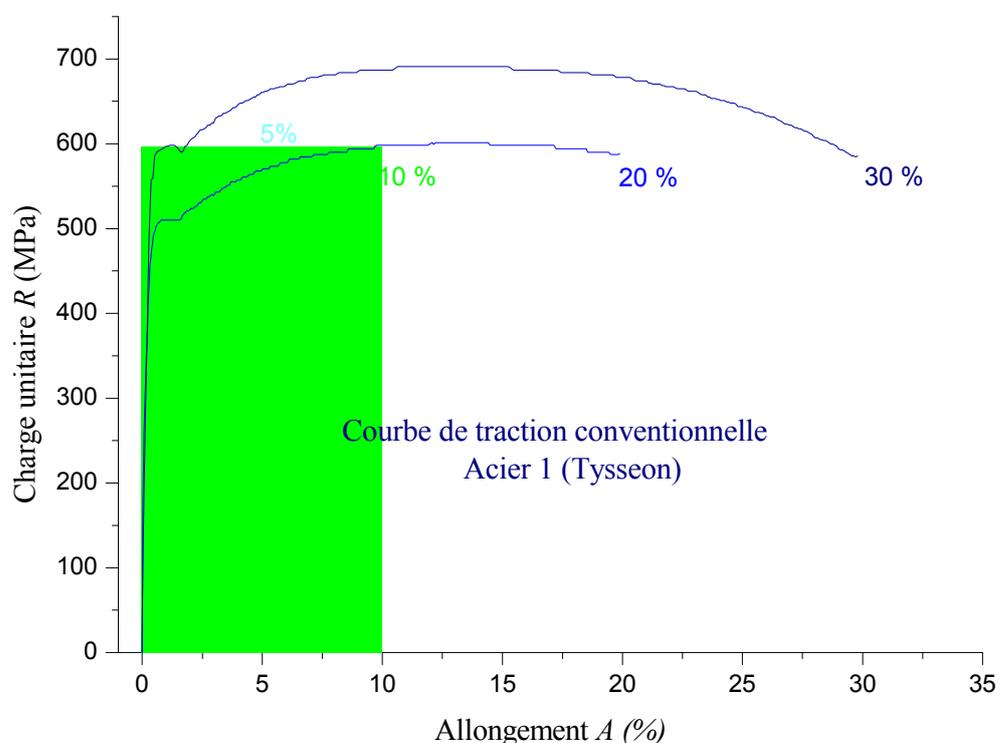


Figure 4.17: Courbes de traction de l'acier 1 (Tysseon) à différents taux de déformations, (5 %, 10 %, 20 % et 30 %).

Dans le domaine élastique, on remarque que le comportement du matériau 1 est le même à différents taux de déformations pour les faibles contraintes, mais au fur et à mesure que la force augmente ($R > 250$ MPa), les deux matériaux commencent à se démarquer jusqu'au point de transition élasto-plastique, où on aura la limite élastique de l'acier 1 déformé à 5 % supérieure à celle de l'état déformé à 10 % et 20 % respectivement, ce qui n'est pas logique ! Ce comportement continue à apparaître dans le domaine plastique. Cela est peut être dû soit à la transition élasto-plastique, qui se fait d'une façon hétérogène (bande de Piobert Lüders), ou à l'hétérogénéité des éprouvettes correspondants aux différents taux de déformation, ou encore aux erreurs commises lors de l'essai de traction.

- Cas de l'acier 2 (Arcelor)

Pour le cas de l'acier 2 (Arcelor), le comportement élastique et élasto-plastique se fait d'une façon normale, car le matériau ne présente pas de bandes de Piobert Lüders, la transition se fait de manière progressive (figure 4.18).

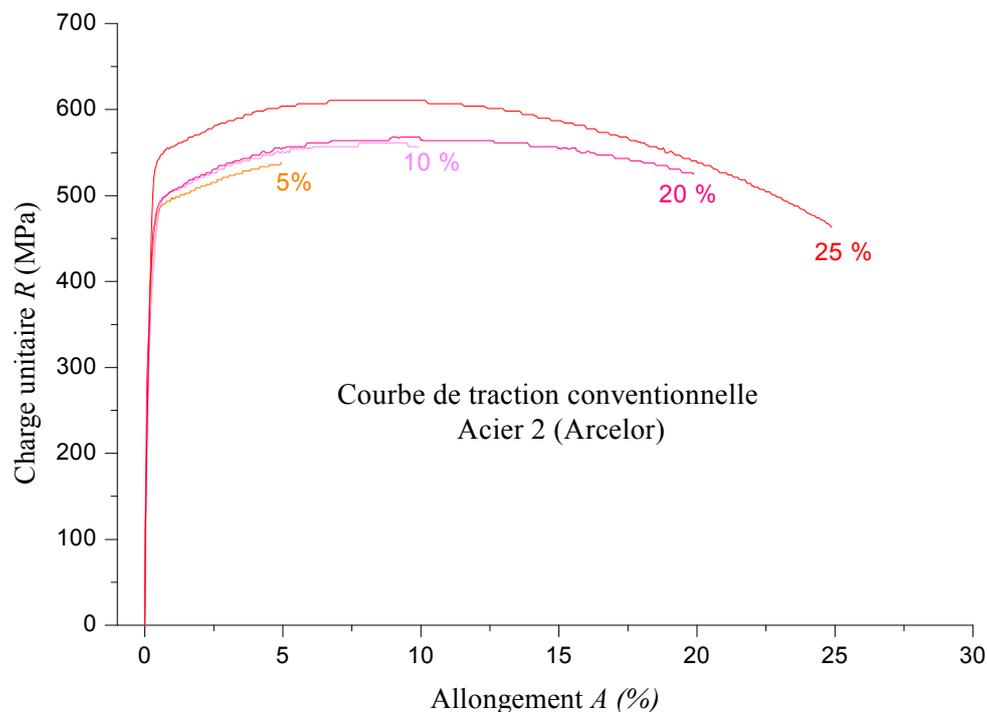


Figure 4.18 : Courbes de traction de l'acier 2 (Arcelor) à différents taux de déformation, (5 %, 10 %, 20 % et 25 %).

Les valeurs des caractéristiques mécaniques des deux aciers, déduites des courbes de traction conventionnelles, sont regroupées dans le tableau 4.4. Ces valeurs nous ont permis de tracer les courbes présentant la variation du module d'Young, de la limite d'élasticité et de la limite à la rupture en fonction de la déformation (figure 4.19 et 4.20).

Taux de déformation	Module d'Young		Limite d'élasticité		Limite de traction	
	Tôle 1	Tôle2	Tôle 1	Tôle2	Tôle 1	Tôle2
5%	2031,1	2015	523,75	476,8	589	537,9
10%	1575,7	1967,2	507,4	461,65	555,5	561
20%	1008,6	1018,7	510,1	498,18	601,2	568
25%		1722,7		543,3		610,8
30%	1145,8		590,07		691	

Tableau 4.4: Valeurs des caractéristiques mécaniques déduites des courbes conventionnelles à différents taux de déformation.

La figure 4.19 montre que le module d'Young de l'acier 1 diminue plus rapidement que celle de l'acier 2 pour les taux d'allongements inférieure à 10 %, mais au delà de cette valeur et jusqu'au taux d'allongement de 20%, correspondant à l'apparition de la striction, le module d'Young de l'acier 2 diminue plus rapidement que celle de l'acier 1. Par contre pour les taux d'allongement supérieure à 20%, le module d'Young augmente avec la déformation pour les deux aciers, l'augmentation est plus rapidement pour le cas de l'acier 2.

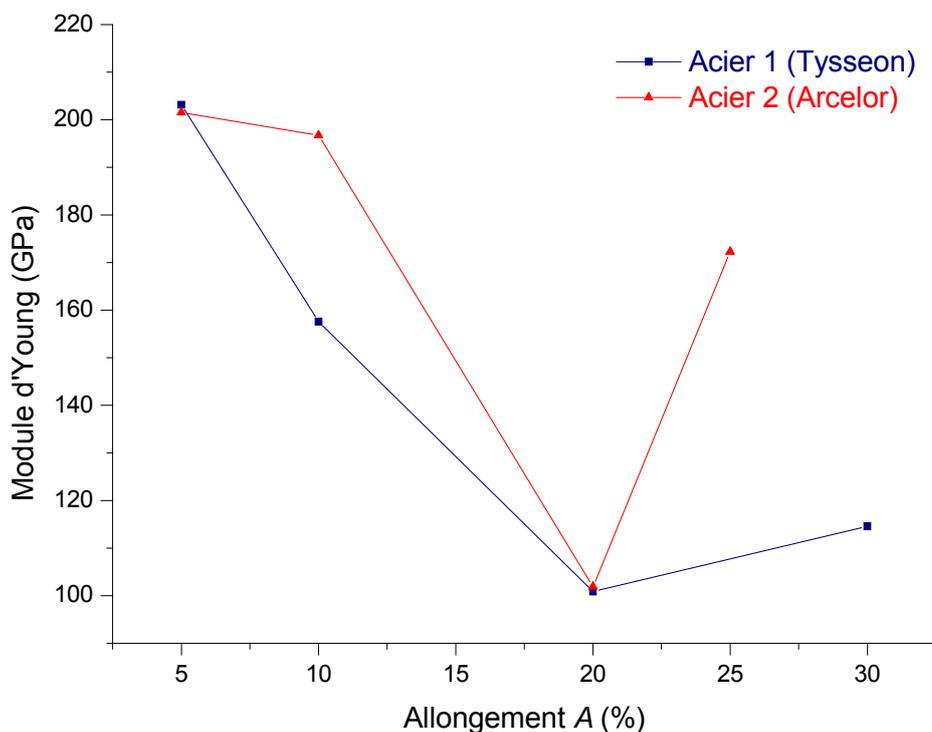


Figure 4.19: Variation de module d'Young en fonction de l'allongement.

La figure 4.20 présente la variation de la limite d'élasticité et la limite de la rupture en fonction du taux d'allongement, elle montre que la limite d'élasticité des deux aciers diminue faiblement et de la même façon avec l'augmentation de l'allongement, pour les taux inférieure à 10 %, à partir de cette valeur et jusqu'au taux de 20 %, la limite d'élasticité de l'acier 2 augmente avec l'augmentation de l'allongement, par contre celle de l'acier 1, elle est presque constante. Par contre pour les taux d'allongements supérieurs à 20%, la limite d'élasticité de l'acier 1 commence à augmenter avec la déformation, mais cette augmentation reste plus faible que celle observée dans l'acier 2, malgré sa, les valeurs de la limite d'élasticité de l'acier 1 au cours d'érouissage, sont toujours supérieure à celle de l'acier 2, car elle est plus élevée à l'état de réception.

En revanche, les courbes de la valeur de la limite à la rupture en fonction de la déformation, présentent des variations opposées des deux aciers. Pour le taux de déformation inférieure à 10%, la limite à la rupture de l'acier 1 diminue, tandis que celle de l'acier 2 augmente. A partir de cette valeur et jusqu'au taux de 20%, la limite de traction de l'acier 1 commence à augmenter avec l'augmentation de l'allongement, par contre celle de l'acier 2, elle est très faible. Pour les taux supérieurs à 20%, l'augmentation de la limite de traction de l'acier 1 est

de la même façon que celle de l'acier 2. Malgré ces différentes variations, la figure 4.20 montre que les valeurs de la limite à la rupture sont supérieures pour l'acier 1 (Tysseon) par rapport à l'acier 2 (Arcelor) au cours de l'érouissage, sauf pour les allongements voisins aux taux de 10%, ou on observe que la limite de rupture de l'acier 2 est légèrement supérieure à celle de l'acier 1.

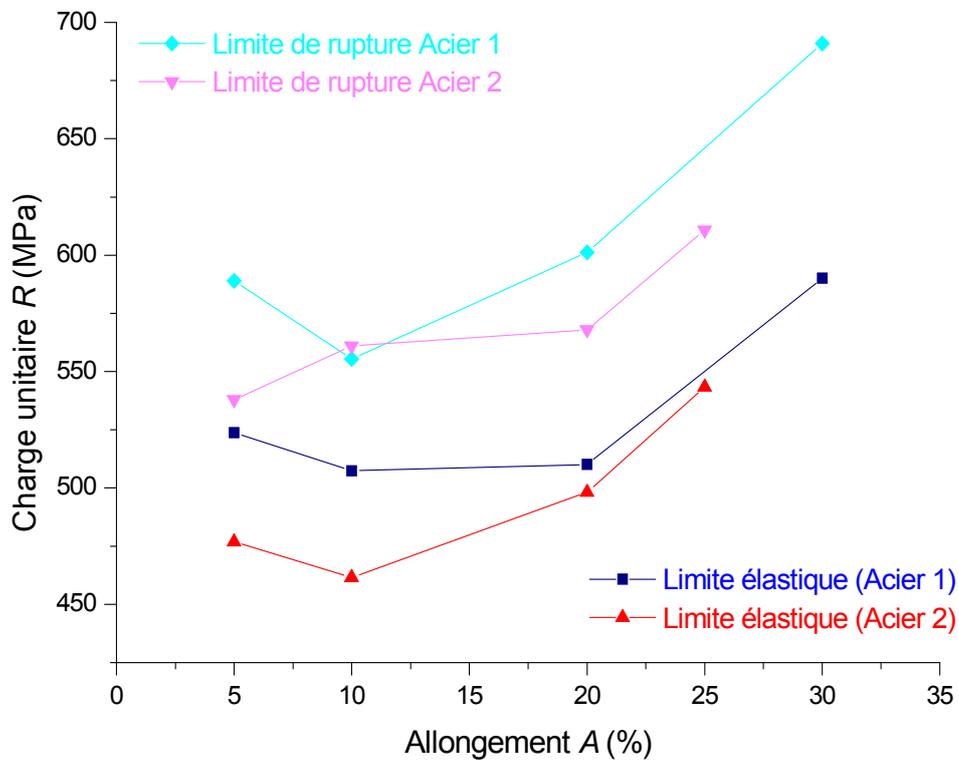
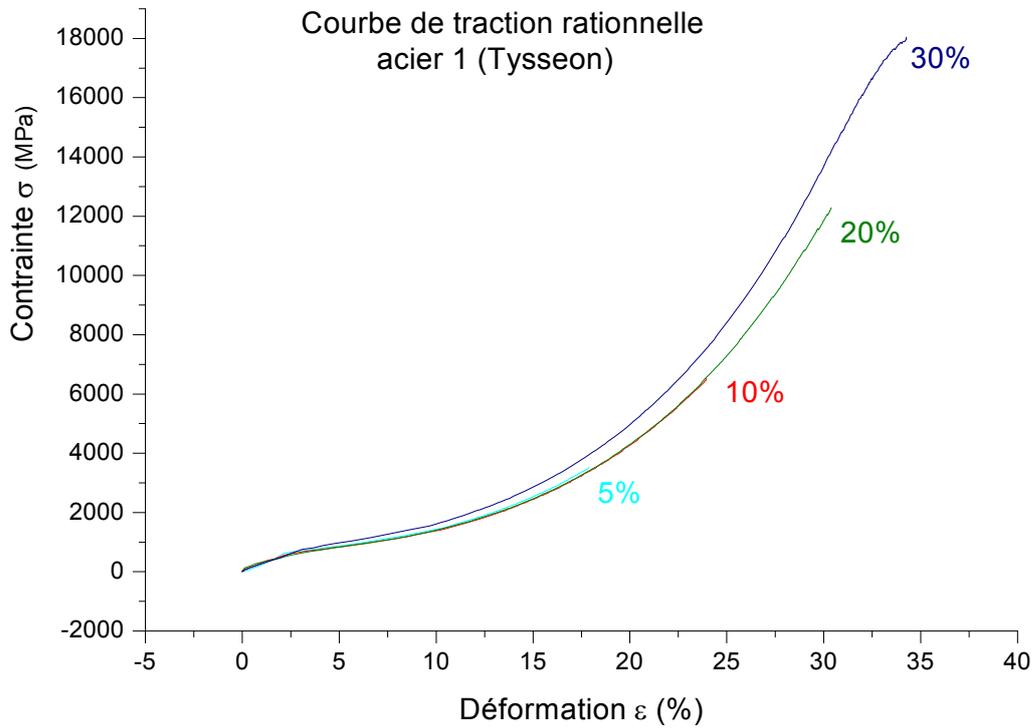
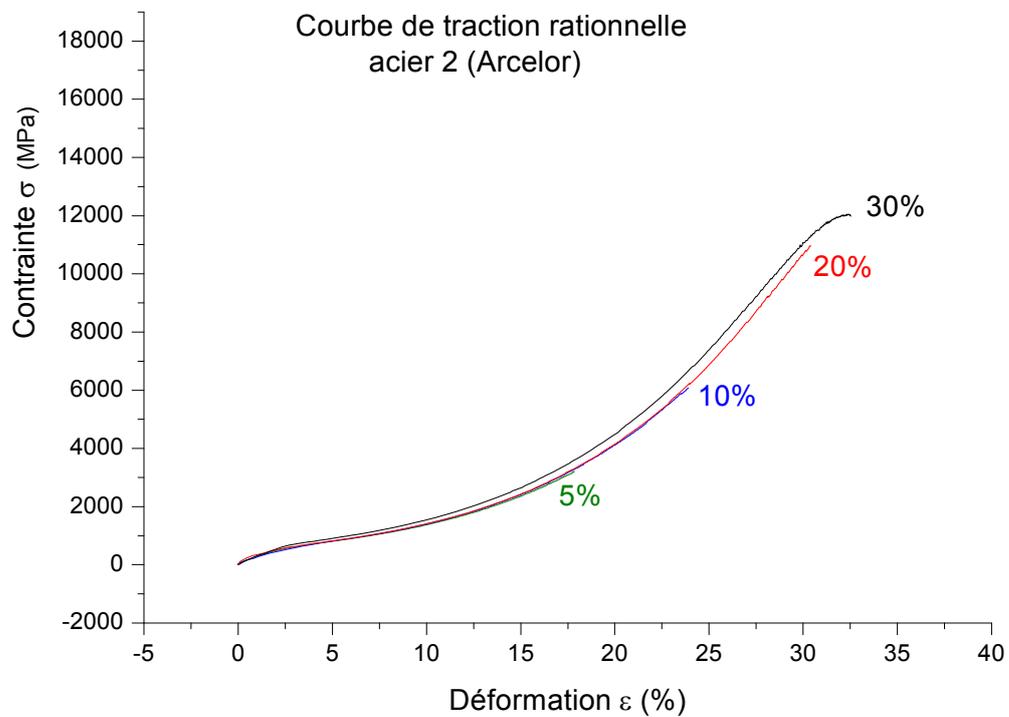
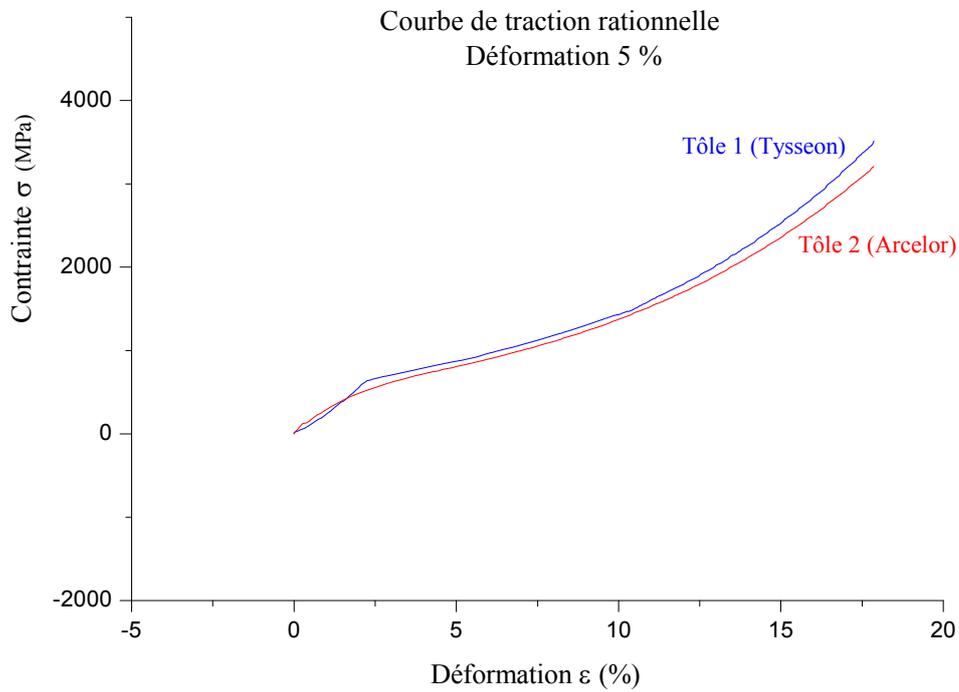
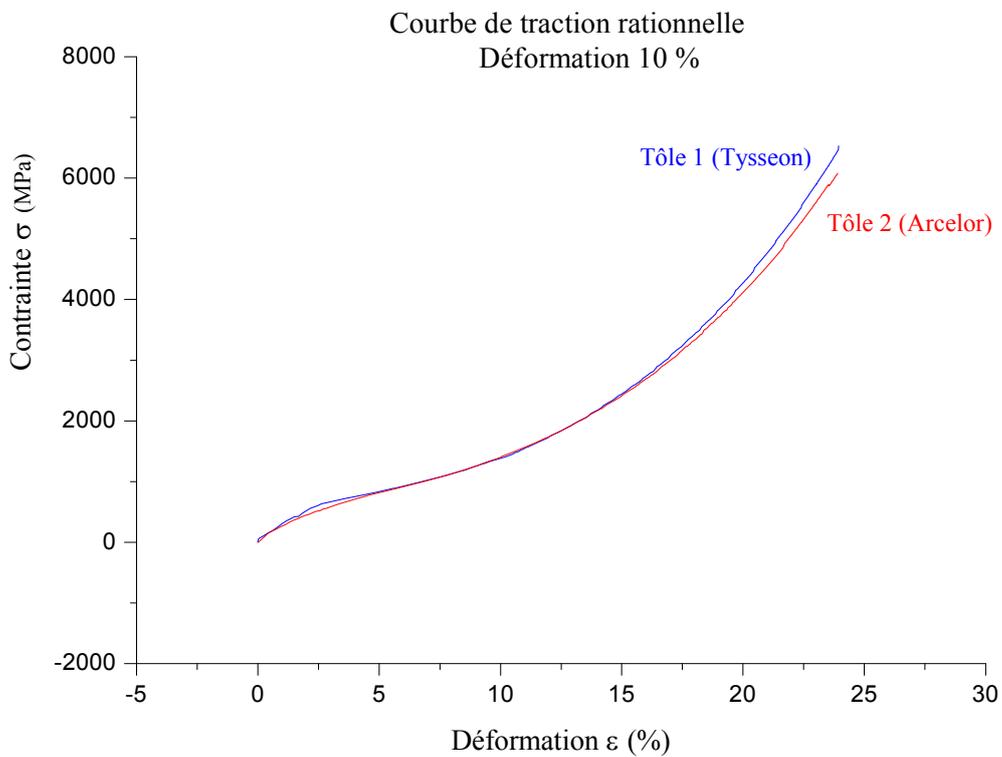


Figure 4.20 : Variation de la limite d'élasticité et la limite à la rupture en fonction de l'allongement.

2.2. Courbes de traction rationnelle

Les courbes donnant la variation de la contrainte réelle en fonction de la déformation réelle, pour les deux aciers, sont représentées à la figure suivante:

a) acier 1 (Tysseon),**b) acier 2 (Arcelor)****Figure 4.21 :** Courbe rationnelles à différents taux d'allongement

a) Taux de déformation 5 %**b) Taux de déformation 10 %**

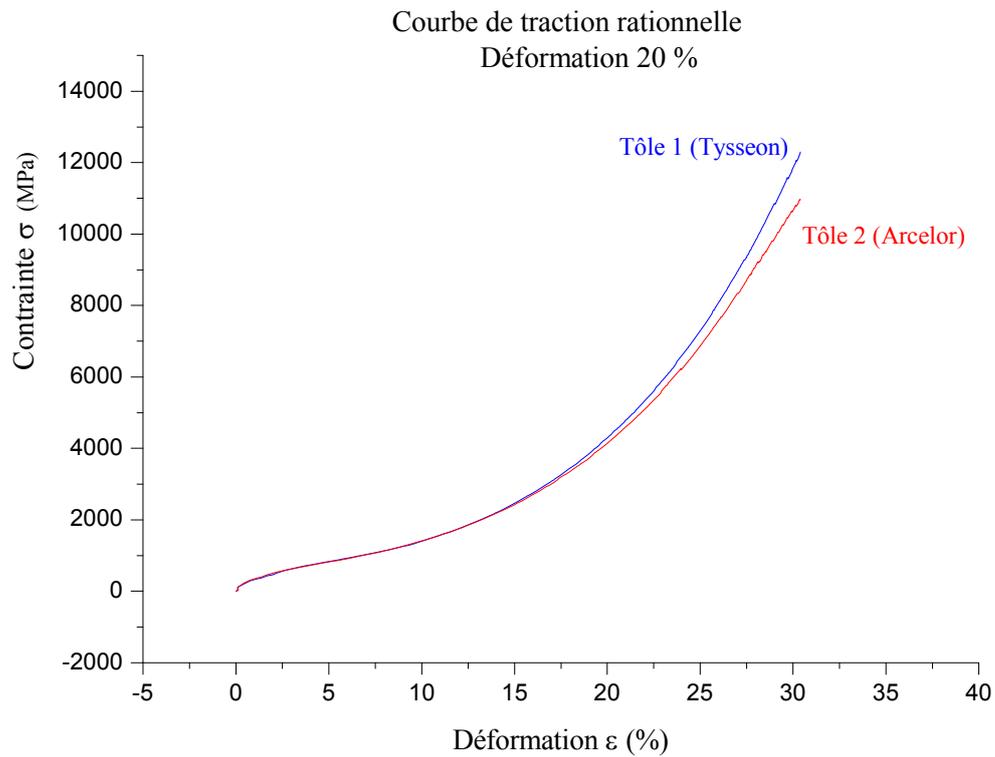
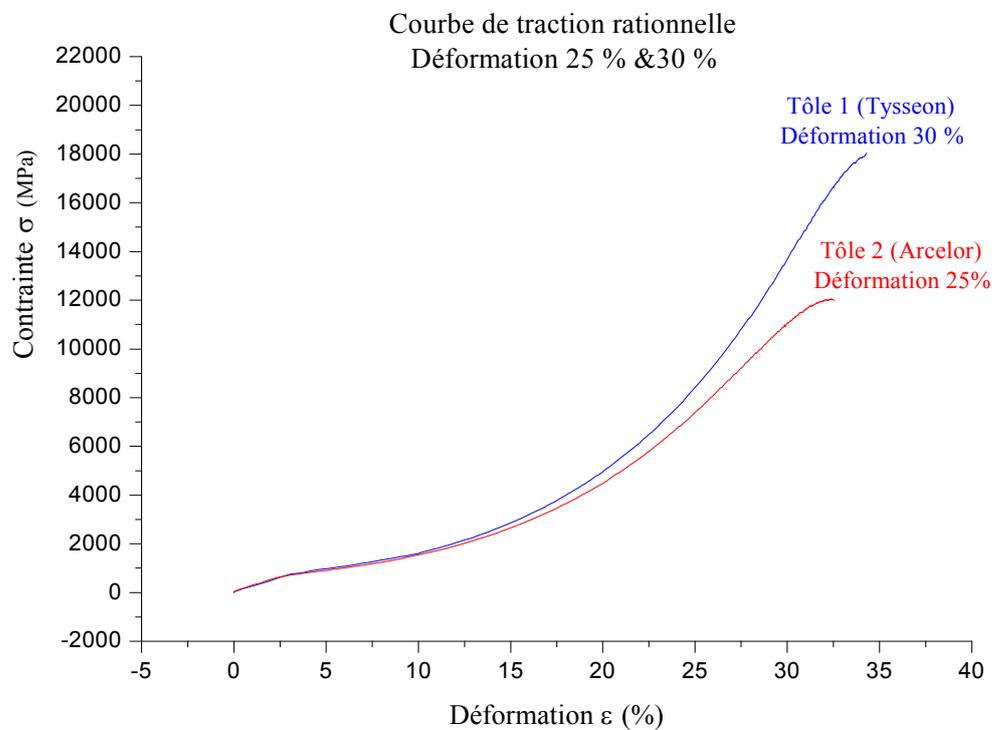
c) Taux de déformation 20 %**d) Taux de déformation 25 % (2) & 30 % (1)**

Figure 4.22 : Comparaison de l'évolution du profil des courbes rationnelles des deux aciers en fonction du taux d'allongement.

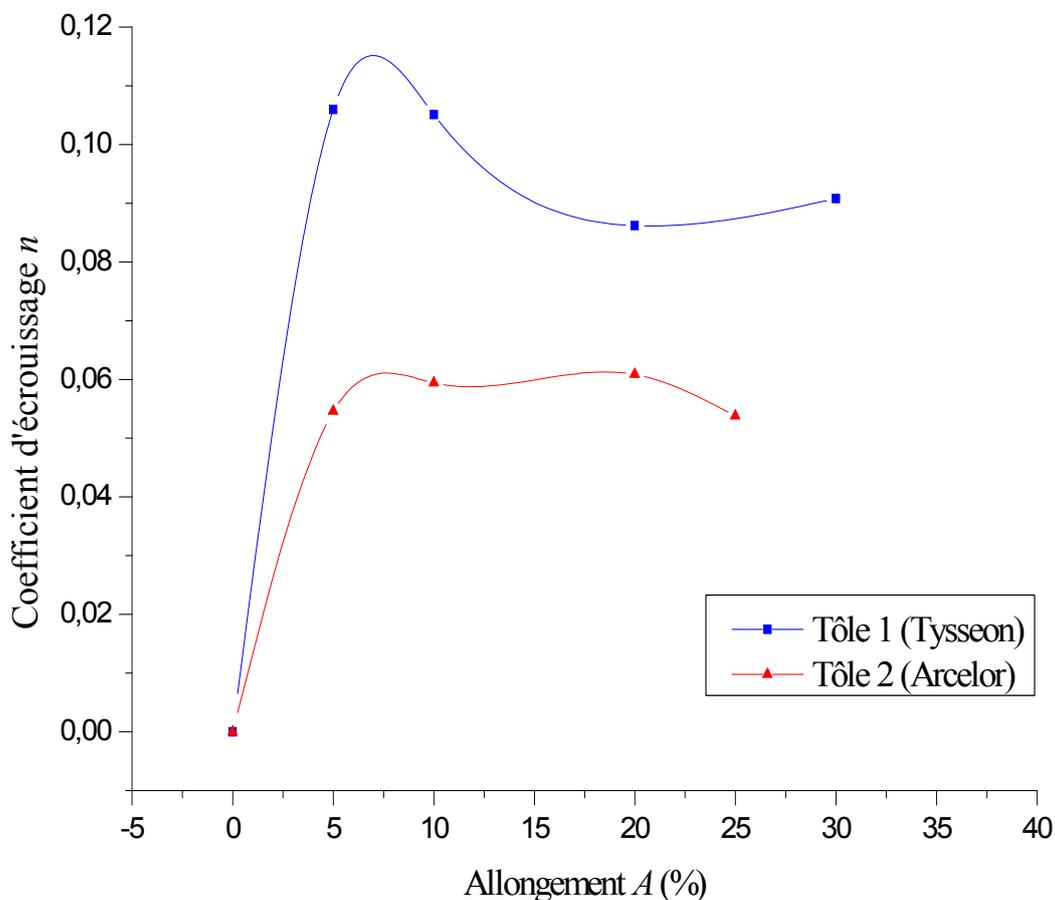
La figure 4.22 montre que la contrainte réelle augmente avec la déformation réelle de façon identique pour les deux aciers jusqu'à 15 % de déformation réelle, au-delà de cette valeur, l'acier 1 se consolide plus que l'acier 2. Les caractéristiques mécaniques déduites de ces courbes sont données dans le tableau 4.5.

Taux de déformation	Coefficient d'érouissage n		Coefficient de résistance k (MPa)	
	Tôle I (Tysseon)	Tôle II (Arcelor)	Tôle I (Tysseon)	Tôle II (Arcelor)
5 %	0,106	0,0546	495,27	491,76
10 %	0,10511	0,0594	477,95	500,25
20 %	0,0862	0,0609	493,59	502,25
25/30 %	0,0908	0,0538	568,04	552,91

Tableau 4.5 : Les valeurs caractéristiques déduites des courbes de traction rationnelles.

Les valeurs du tableau 4.5 permettent de tracer les graphes donnant les variations des coefficients d'érouissage et de résistance en fonction du taux d'allongement, et ce pour les deux aciers (figure 4.23).

a) coefficient d'érouissage n



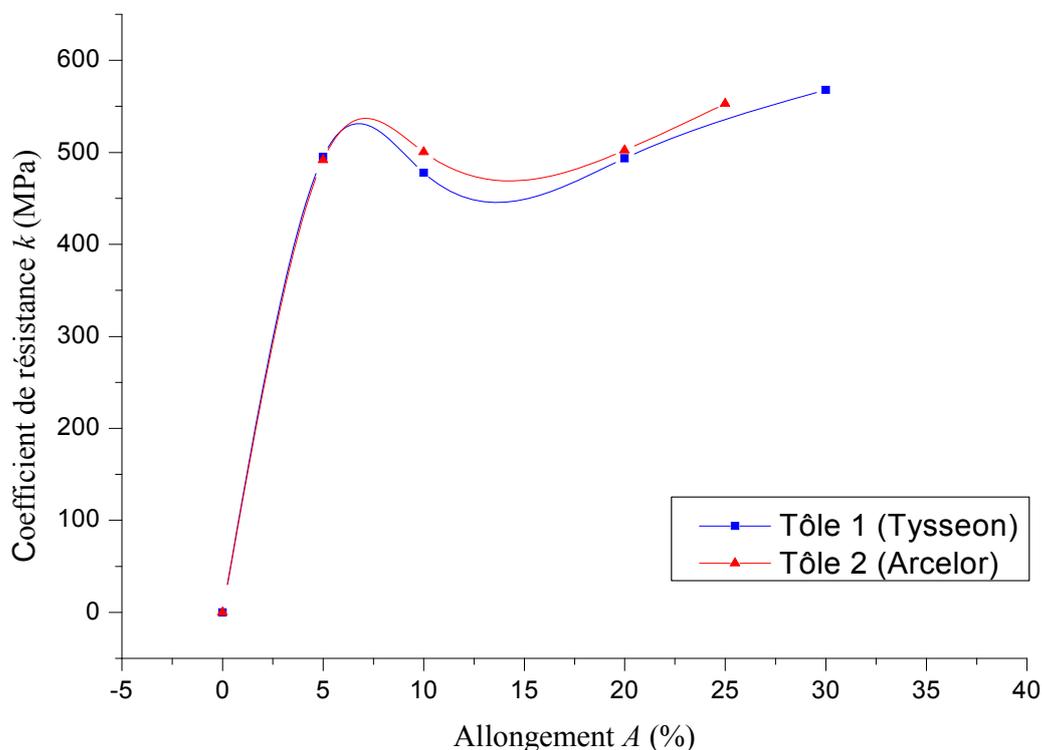
b) coefficient de résistance k 

Figure 4.23: Variations des coefficients d'écroutissage et de résistance en fonction de l'allongement.

D'après la figure 4.23, le coefficient d'écroutissage des deux aciers augmente quand la déformation augmente, et atteint les valeurs maximales pour un taux de 7 % d'allongement environ. À partir de ce taux, le coefficient d'écroutissage de l'acier 1 diminue avec l'allongement jusqu'au début de striction, ou il commence à augmenter. Par contre ce de l'acier 2 varie très légèrement jusqu'au tau de 20%, ou il diminue. Remarquons que l'intervalle d'allongement (8 à 10 %), où le coefficient d'écroutissage est généralement mesuré selon la loi de Hollomon [40-38], correspond dans notre graphe aux valeurs supérieures du coefficient d'écroutissage des deux aciers, ce qui confirme les valeurs obtenues.

Dans tous les taux d'allongement, le coefficient d'écroutissage de l'acier 1 est toujours supérieur à celui de l'acier 2, il est donc plus résistant.

Pour le cas du coefficient de résistance, il augmente avec la déformation de la même façon pour les deux aciers jusqu'à 7 % d'allongement, puis diminue et atteint ses valeurs minimales correspondant aux environs de 15 % d'allongement, à partir de là, il augmente jusqu'à atteindre les valeurs maximales, au domaine de fin de striction (à partir de 25% pour l'acier 2 et de 30 % pour l'acier 1). Remarquons que pendant ce parcours, le coefficient de résistance de l'acier 2 est légèrement supérieur à celui de l'acier 1, donc la consolidation de l'acier 2 est plus élevée que celle de l'acier 1, pour les taux d'allongement supérieure à 7 %.

2.3. Mesure de dureté et microdureté

Nous présentons dans la figure 4.24 les variations de la dureté en fonction de l'allongement des échantillons des deux tôles. Elle montre que la dureté des deux aciers augmente avec l'augmentation du taux d'allongement, l'augmentation est plus rapidement dans le cas de l'acier 1 pour les taux inférieure à 10%, mais à partir de ce taux et jusqu'à 30%, l'augmentation est plus rapidement dans l'acier 2.

On remarque aussi sur le graphe, que les deux courbes se rencontrent à une valeur proche de 285 HV, dans leurs domaines de striction, mais en général, la dureté de l'acier 1 est supérieure à celle de l'acier 2, il est donc plus résistant, ce qui confirme les résultats de l'essai à traction.

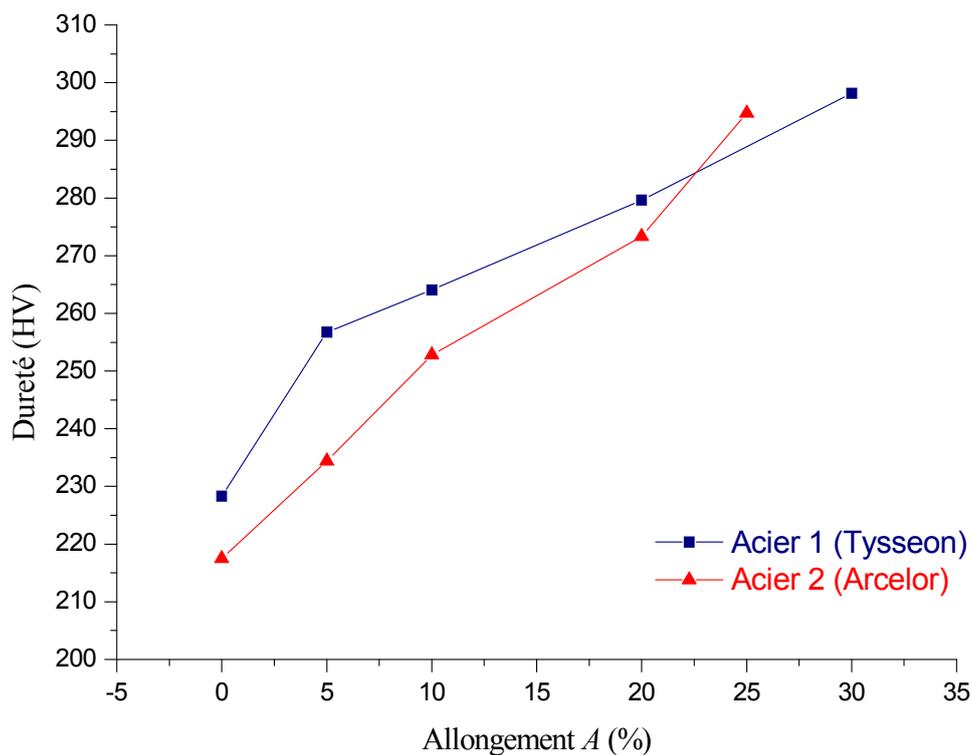


Figure 4.24 : Variations de la dureté en fonction de l'allongement.

Pour le cas de la microdureté, les allures des courbes des deux aciers (figure 4.25) sont très proches, la microdureté augmente toujours avec l'allongement, pour atteindre la valeur maximale, correspondant au domaine de striction. Remarquons que la microdureté de l'acier 1 est supérieure à celle de l'acier 2, quels que soit l'allongement, sauf pour le taux de 10%, où elles sont égales, ce qui est proche des résultats de la dureté obtenus.

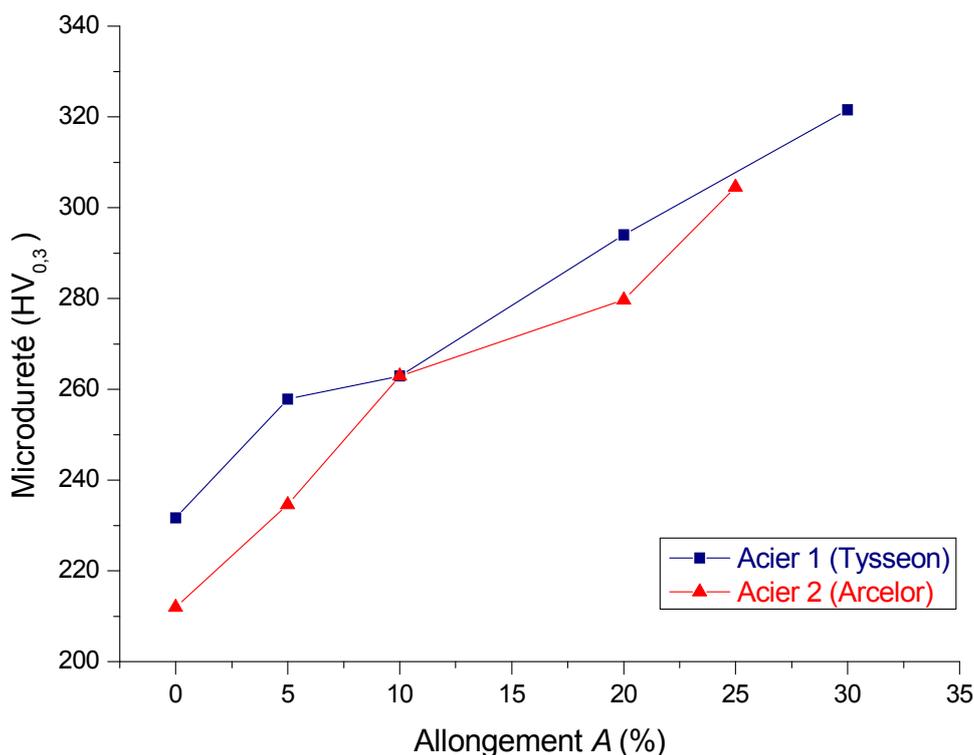


Figure 4.25 : Variations de la microdureté en fonction de l'allongement.

Une bonne corrélation existe entre la dureté et la résistance maximale à la traction. Certaines méthodes de mesure de la dureté conduisent à une relation linéaire [27]. La figure 4.26 donne une approche de celle-ci, sur les résultats obtenus. On remarque qu'il existe une certaine corrélation, et que certaines valeurs mesurées sont décalées des valeurs réelles.

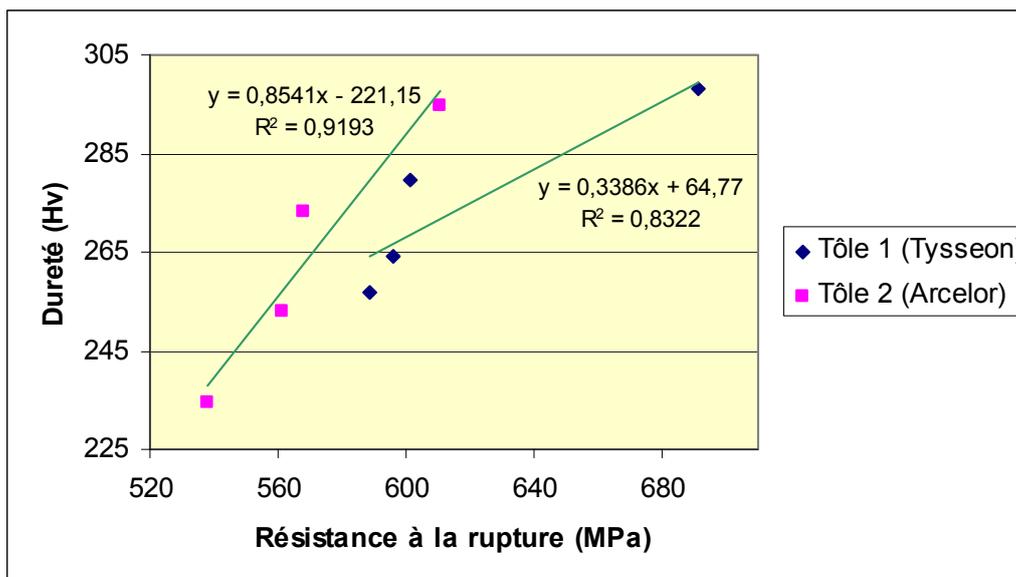


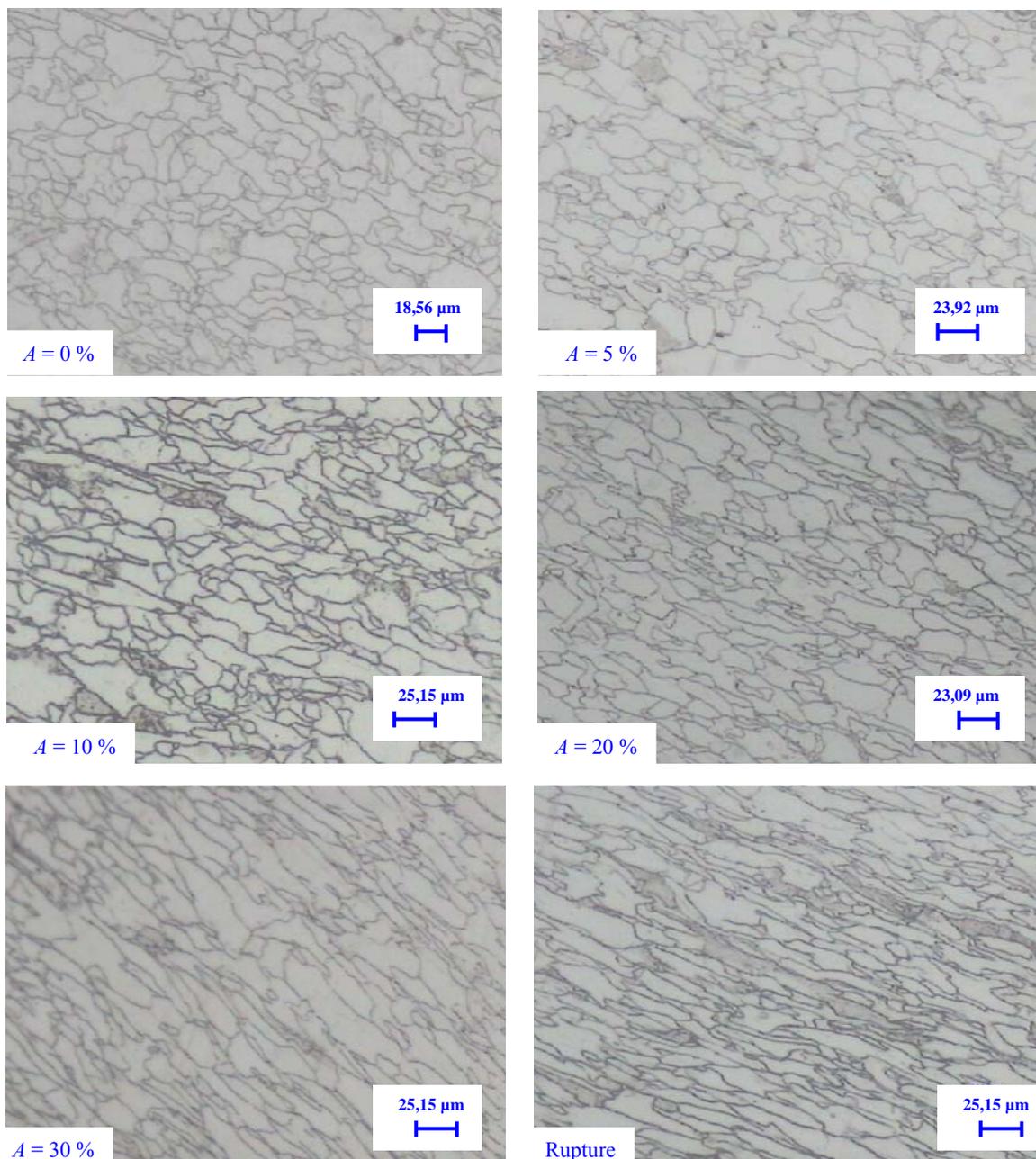
Figure 4.26 : Courbes de dureté en fonction de la résistance à la rupture.

2.4. Analyse métallographique de la microstructure déformée

Nous montrons dans la figure 4.27 l'évolution de la microstructure des deux aciers en fonction de l'allongement. Au cours de la déformation par traction suivant la direction perpendiculaire au laminage, les grains deviennent de plus en plus allongés vers la direction de traction, au fur et à mesure que l'allongement augmente, surtout à partir du taux d'allongement de 20 %.

Comme la déformation est à froid, elle est caractérisée par la prédominance des mécanismes athermiques, donc la déformation plastique est assurée uniquement par le glissement des dislocations. Quand la limite d'élasticité du matériau est franchie, le glissement simultané de très nombreuses dislocations aboutit au blocage d'une partie d'entre elles contre divers obstacles (autres dislocations, joints de grains, précipités, etc.), ce qui provoque l'écroutissage, leur nombre croît avec l'augmentation de cette déformation permanente, et il est suivi par un durcissement du matériau.

a) acier 1 (Tysseon)



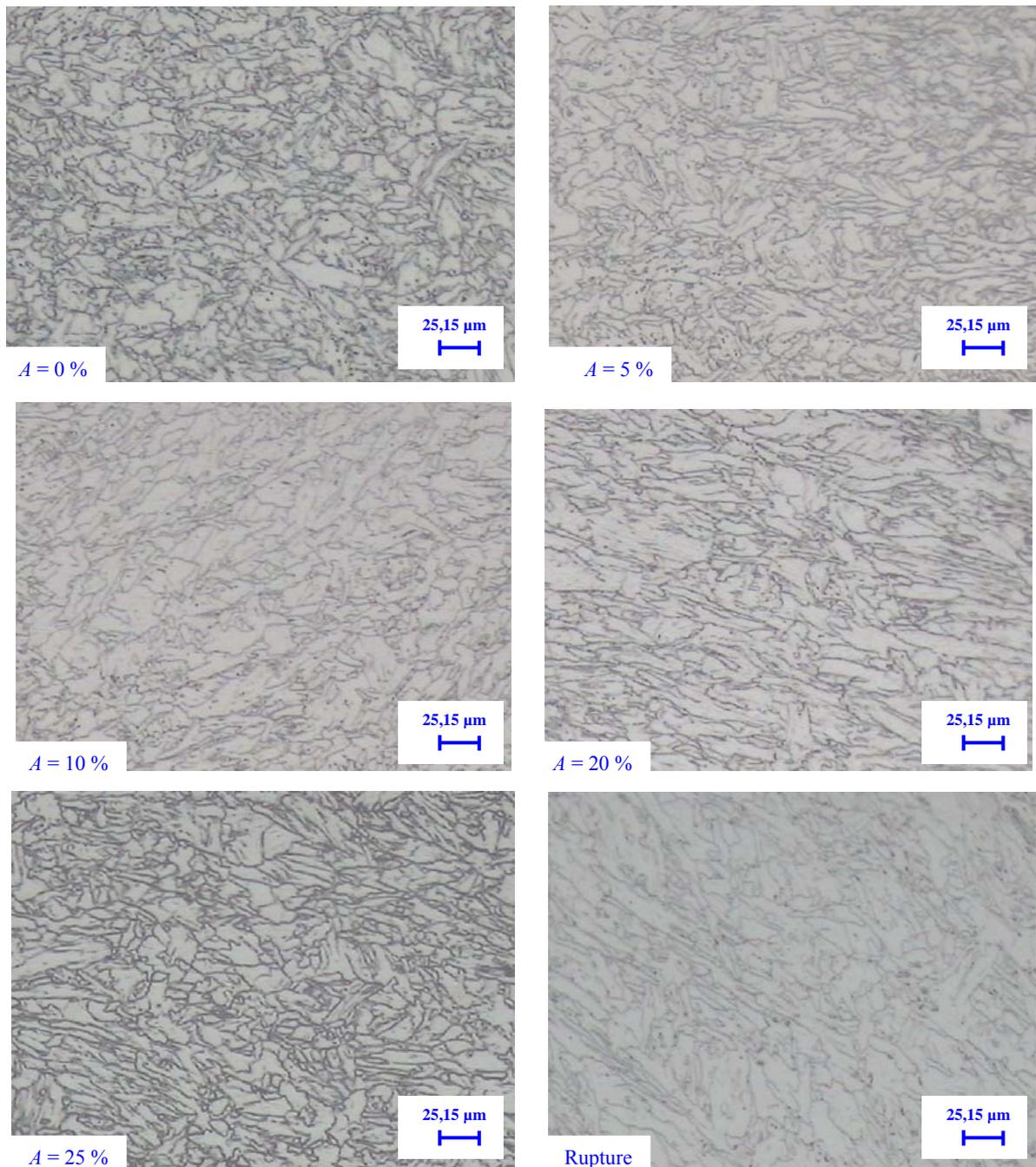
b) acier 2 (Arcelor)

Figure 4.27: Evolution de la microstructure en fonction de l'allongement

Les deux aciers conservent leurs hétérogénéités initiales de la microstructure, puisqu'on remarque toujours l'existence d'une distribution hétérogène de la taille de grain, celle-ci diminue avec le taux d'écroutissage (figure 4.28). Pour l'acier 1 (Tysseon), la taille moyenne de grain baisse légèrement pour les taux d'allongement inférieurs à 5%, à partir de ce taux, elle diminue proportionnellement avec l'allongement jusqu'à 30 % de déformation, dans le domaine de striction, ou elle atteint la valeur 12,64 µm.

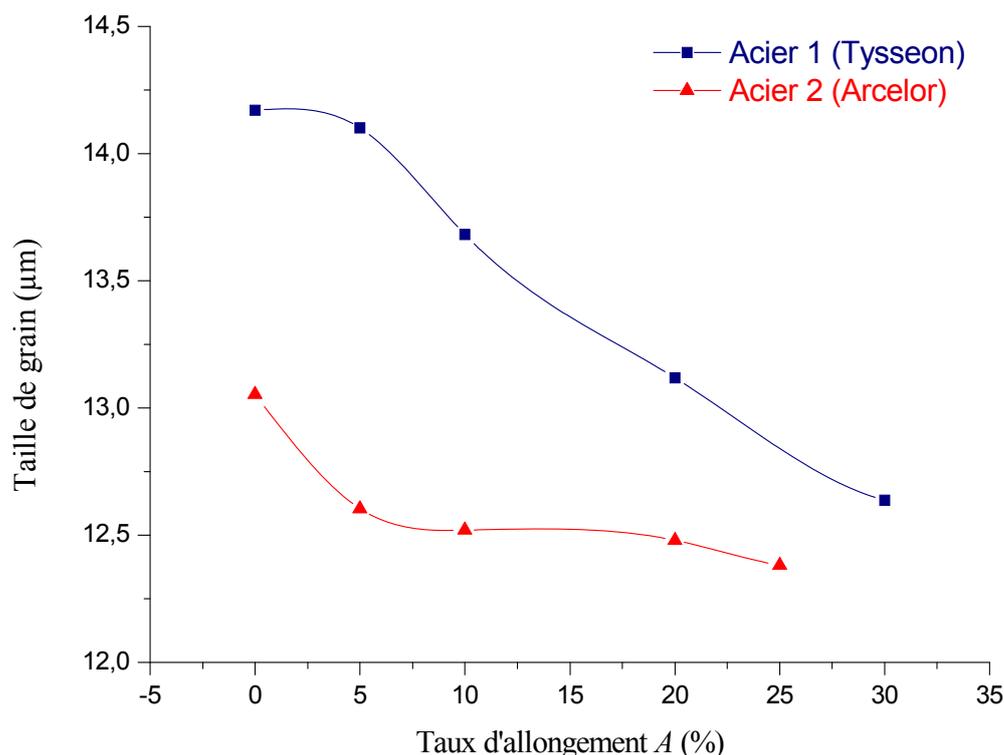


Figure 4.28 : Evolution de la taille des grains en fonction de l'allongement

Par contre, pour l'acier 2 (Arcelor), l'allure de la courbe correspondant à la variation de leur taille des grains en fonction de l'allongement suit un chemin différent de celui de l'acier 1. Elle diminue rapidement au début d'allongement jusqu'au taux 5%, puis elle suit un parcours presque linéaire jusqu'au domaine de début de striction, où la taille diminue un peu, pour atteindre la valeur 12,35 µm à 25 % d'allongement.

D'après le graphe, la taille des grains de l'acier 2 est toujours inférieure à celle de l'acier 1.

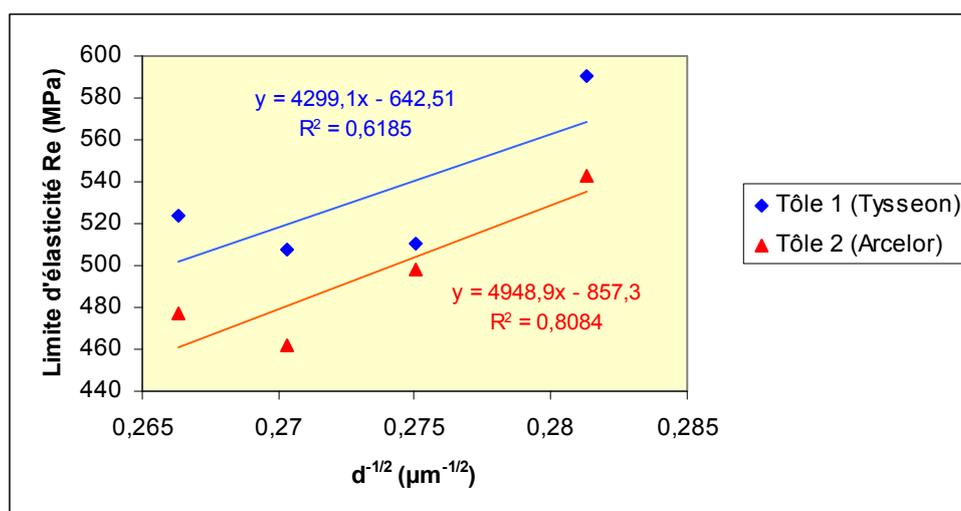


Figure 4.29 : Variations de la limite élastique en fonction de diamètre moyen à la puissance (-1/2).

La loi de Hall-Petch généralisée prend en compte l'influence de la taille des grains sur la limite élastique, où cette dernière varie linéairement avec le diamètre moyen porté à la puissance (-1/2). Nous présentons dans la figure 4.20 ces variations de la limite d'élasticité des deux aciers en fonction de $d^{-1/2}$, elle ne présente pas une fonction linéaire surtout pour le cas de l'acier 1. Nous constatons que les deux aciers sont en désaccord avec la loi Hall-Petch. Donc, l'influence d'autres mécanismes sur le durcissement est plus dominante que celle de la taille des grains, où alors la mesure de celle-ci présente beaucoup d'erreurs.

2.5. Conclusion

La déformation des deux aciers aux différents taux donne :

- ✓ la courbe de traction de l'acier 1 (Tysseon) présente la bande Cottrell, ce qui crée une zone d'instabilité à la transition élasto-plastique, et influe sur le comportement plastique de l'acier aux différents taux d'allongement.
- ✓ Le module d'Young des deux aciers diminue avec l'allongement jusqu'au début de striction (20% d'allongement), puis augmente à partir de cette valeur, il est généralement supérieure dans l'acier 2.
- ✓ La limite d'élasticité et la résistance à la rupture des deux aciers varient avec l'allongement et atteindront leurs valeurs maximales pour les taux élevés, à la fin du domaine de striction, elles sont généralement supérieures dans le cas de l'acier 1.
- ✓ Les deux aciers présentent un comportement élastique et plastique proche jusqu'au taux de 15 % de déformation, où l'acier 1 s'érouit et se consolide plus que l'acier 1.
- ✓ Le coefficient d'érouissage de l'acier 1 est toujours supérieur à celui de l'acier 2, quelque soit le taux d'allongement, sa valeur maximale est atteinte pour un taux d'allongement proche de 7 %, et ce pour les deux aciers. Par contre le coefficient de résistance de l'acier 2 est plus élevé que celle de l'acier 1 pour les taux d'allongement supérieures à 7%.
- ✓ La dureté augmente avec l'allongement, et atteint les valeurs maximales dans le domaine de striction.
- ✓ La taille diminue au fur et à mesure que l'allongement augmente.

3. Analyse des résultats de traitement de recuit

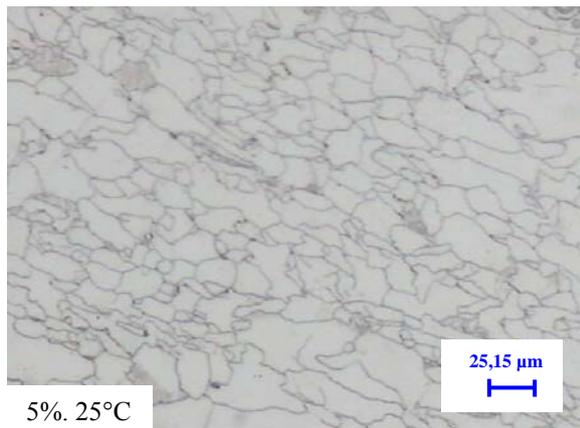
Nous présentons dans cette partie les résultats obtenus après traitement de recuit aux températures (650, 680, 720, 750, 790 et 820°C) sur des échantillons écrouis à différents taux d'allongement. L'analyse porte sur l'évolution de la microstructure au cours de recuit, et l'influence du taux d'allongement et de la température de traitement sur les propriétés mécaniques et sur les mécanismes de restauration et de recristallisation.

3.1. Influence de la température sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques

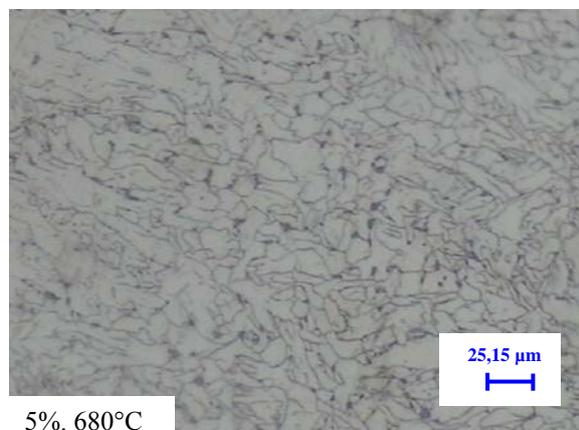
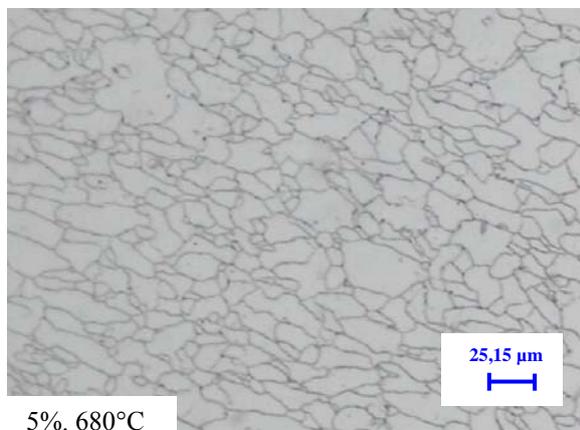
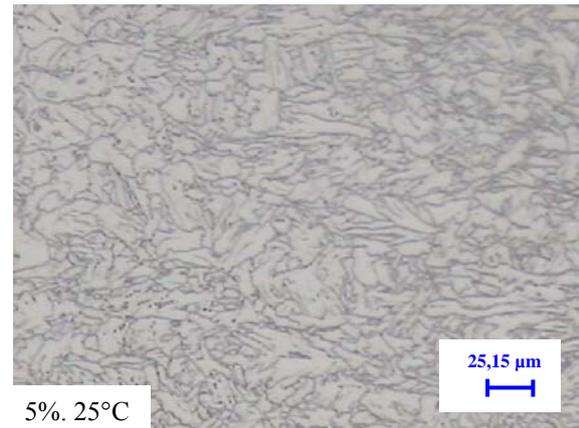
- Cas du taux d'allongement de 5 %

L'évolution de la microstructure au cours de recuit révèle que pour le taux d'allongement de 5%, le début de germination apparaît bien à la température 680°C, aux joints de grains dans l'acier 2 (Arcelor), par rapport à l'acier 1 où on n'observe que quelques tâches très fines des germes (figure 4.30a). Quand la température augmente, la germination augmente, avec l'apparition de début de croissance de ces germes recristallisés dans les deux aciers à la température 750°C. On remarque que l'acier 1 qui avait un retard à l'apparition des germes recristallisés par rapport à celle de l'acier 2 (figure 4.30b) présente une vitesse de croissance plus rapide que ce dernier, et que la recristallisation à la température 820°C n'est pas achevée pour les deux échantillons.

a) acier 1 (Tysseon)



b) acier 2 (Arcelor)



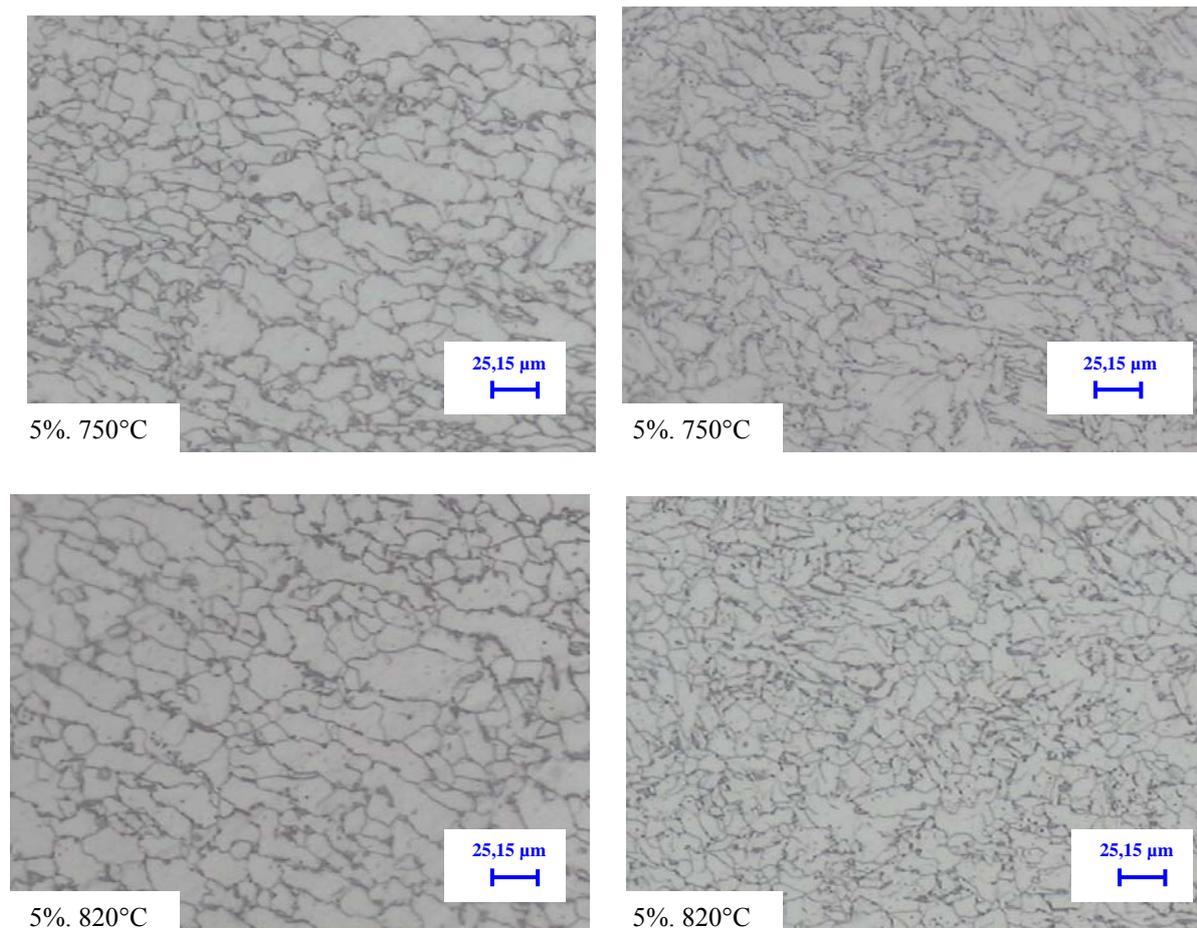


Figure 4.30 : Evolution de la microstructure des échantillons écrouis à 5% en fonction de la température de recuit.

- Nous montrons dans la figure 4.31 les variations de la dureté et de la microdureté en fonction de la température pour le taux d'allongement de 5%. Pour l'acier 1 (Tysseon), la dureté diminue au fur et mesure que la température augmente, puis chute à partir de la valeur 680°C et continue à chute de plus en dessus de la température 750°C. En revanche, pour le cas de l'acier 2 (Arcelor), elle reste presque constante, quand la température augmente, jusqu'à la valeur 680°C, où elle diminue brusquement.

D'après l'observation métallographique, illustrée dans la figure 4.30. Il en résulte que l'acier 1 (Tysseon) se restaure d'abord, ce qui diminue l'énergie emmagasinée et retarde un peu la recristallisation par rapport à l'acier 2 (Arcelor), où celle-ci commence avant la restauration, puis les deux processus se poursuivent en même temps, quand la température approche de la valeur 700°C, ce qui fait chuter la dureté. L'acier 1 (Tysseon) possède donc une énergie de défaut d'empilement plus élevée que celle de l'acier 2 (Arcelor) [26].

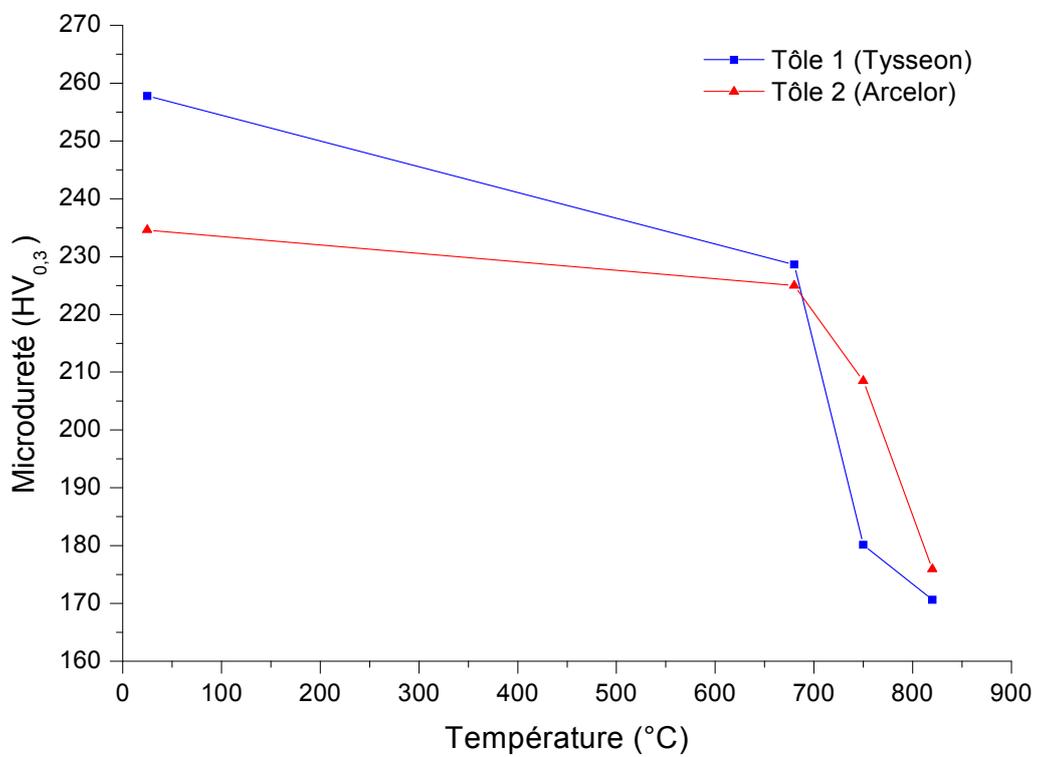
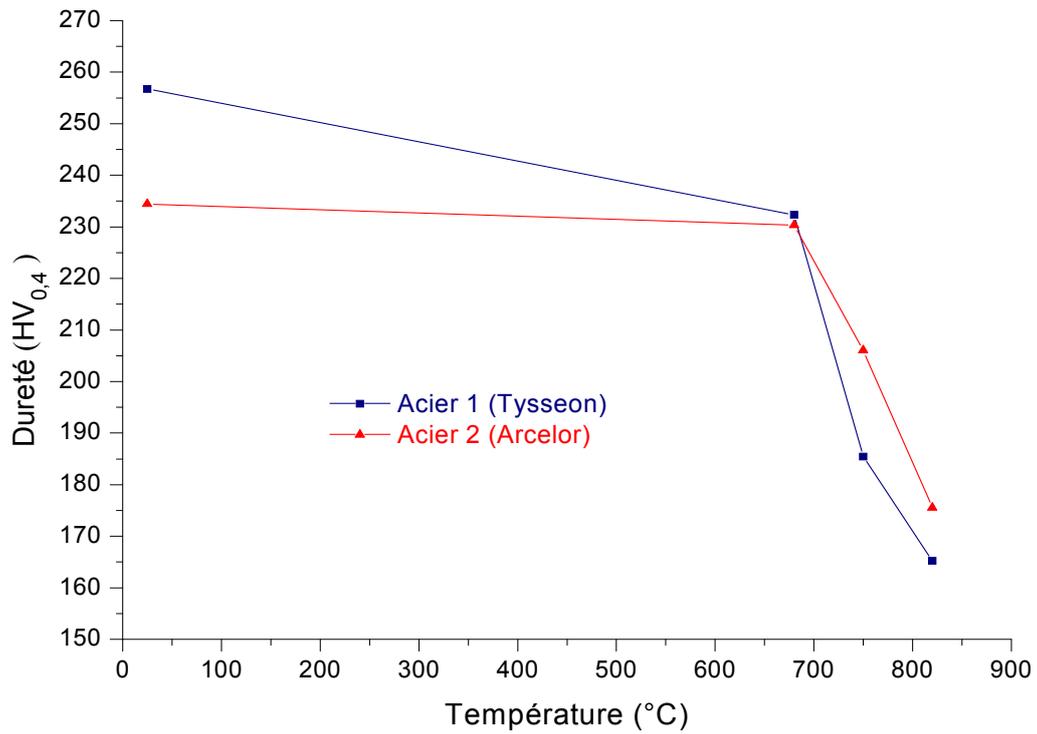


Figure 4.31 : Variations de la dureté et de la microdureté en fonction de la température pour le taux 5 % d'allongement.

- la taille de grain de l'acier 2 diminue avec l'augmentation de la température, elle plus rapidement à partir de la température 750°C, par contre celle de l'acier 1, elle reste constante, jusqu' à 680°C, puis la taille de grain chute jusqu'à la température 750°C, ou elle diminue faiblement. Cela prouve que la germination de l'acier 2 se fait d'abord, et que la vitesse recrystallisation de l'acier 1 est plus grande que celle de l'acier 2 (figure 4.23).

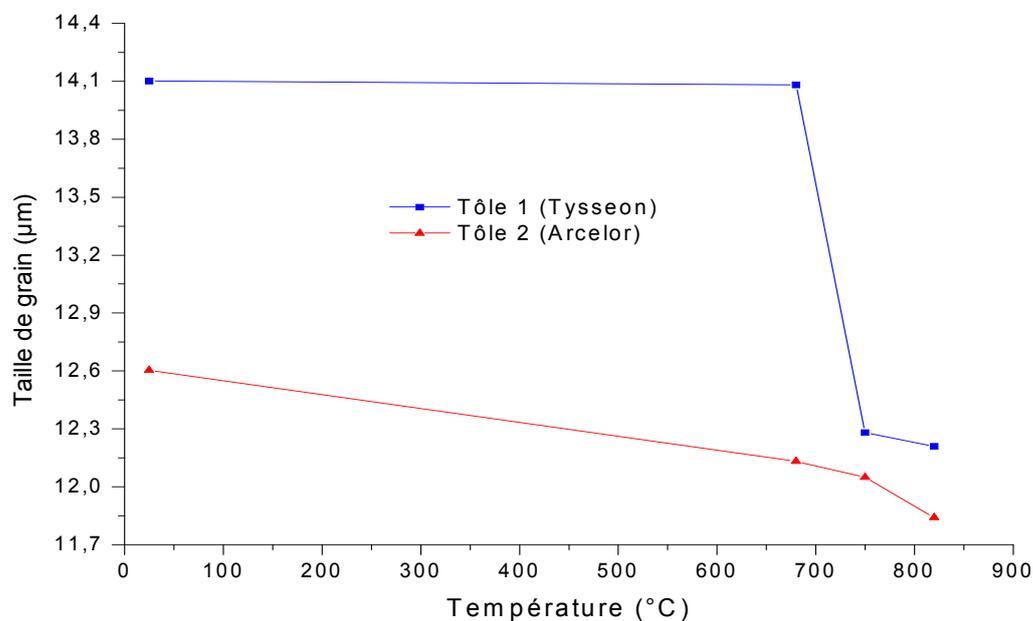


Figure 4.23 : Variations de la taille moyenne de grain en fonction de la température pour le taux d'allongement de 5 %.

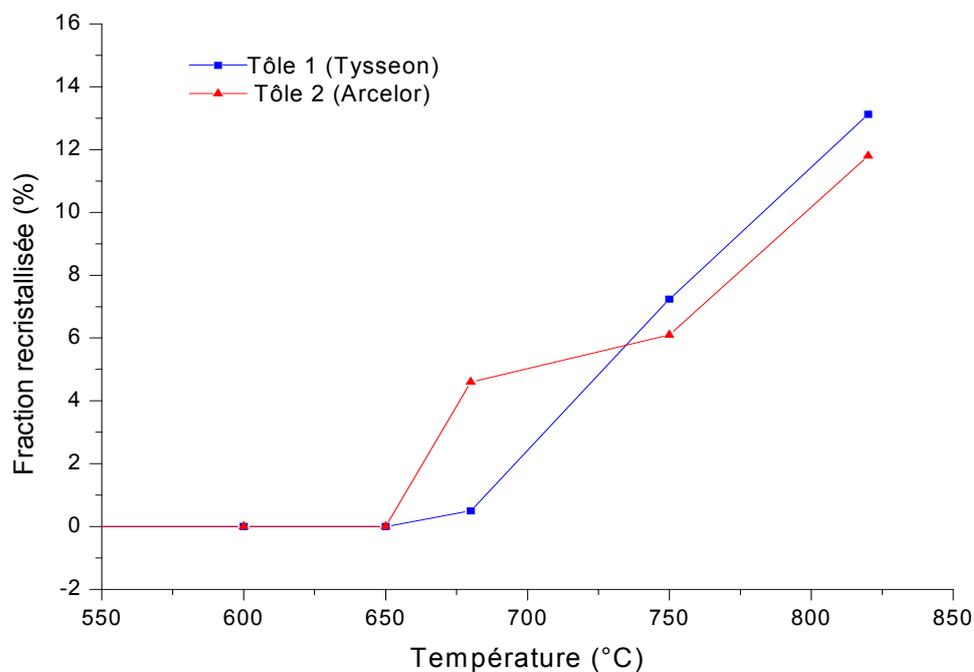


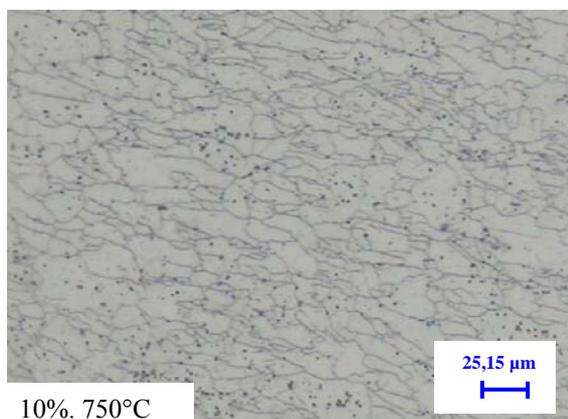
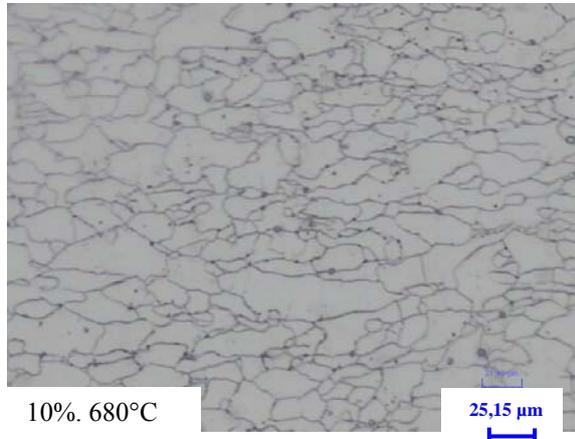
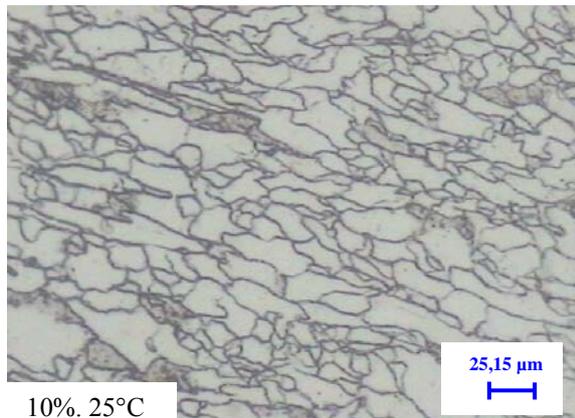
Figure 4.24 : évolution de la fraction recrystallisée en fonction de la température pour le taux d'allongement 5 %.

- la figure 4.24 montre que la germination est plus rapide dans l'acier 2 (Arcelor) à entre 650°C et 680°C, et que la vitesse de recristallisation de l'acier 1 est plus élevée que celle de l'acier 2. Remarquons aussi, que dans le cas des deux aciers, la recristallisation est partielle.

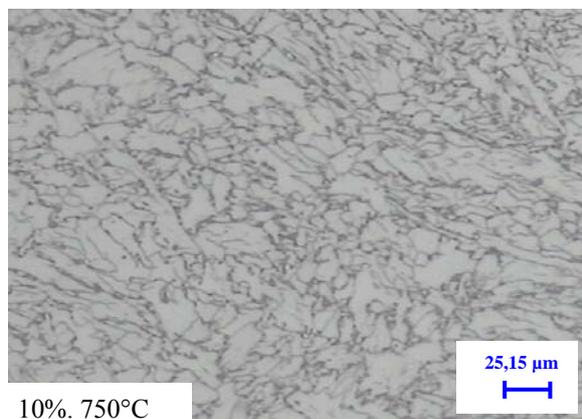
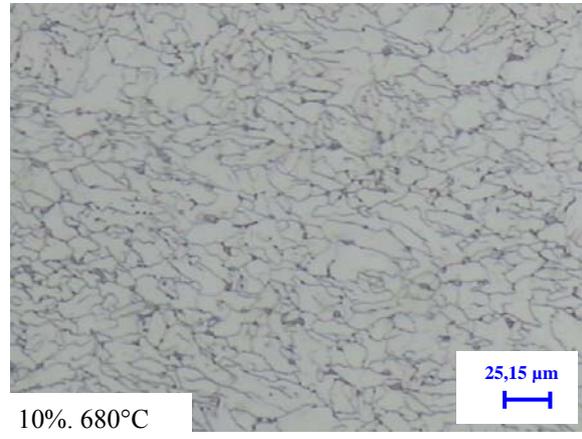
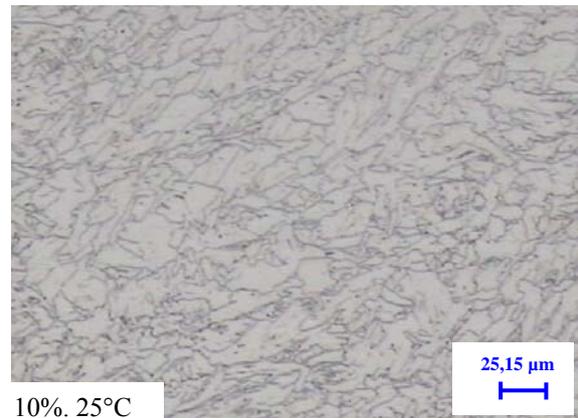
- Cas d'allongement de 10 %

Quand on augmente l'allongement à 10%, lors de recuit à différentes températures, on remarque que la germination dans l'acier 1 (Tysseon) a été retardée au-delà de la valeur 750°C. Par contre, l'acier 2 (Arcelor) a subi une légère augmentation de la vitesse de germination. Dans les deux métaux, la recristallisation n'est toujours pas achevée, voir figure 4.25.

a) acier 1 (Tysseon)



b) acier 2 (Arcelor)



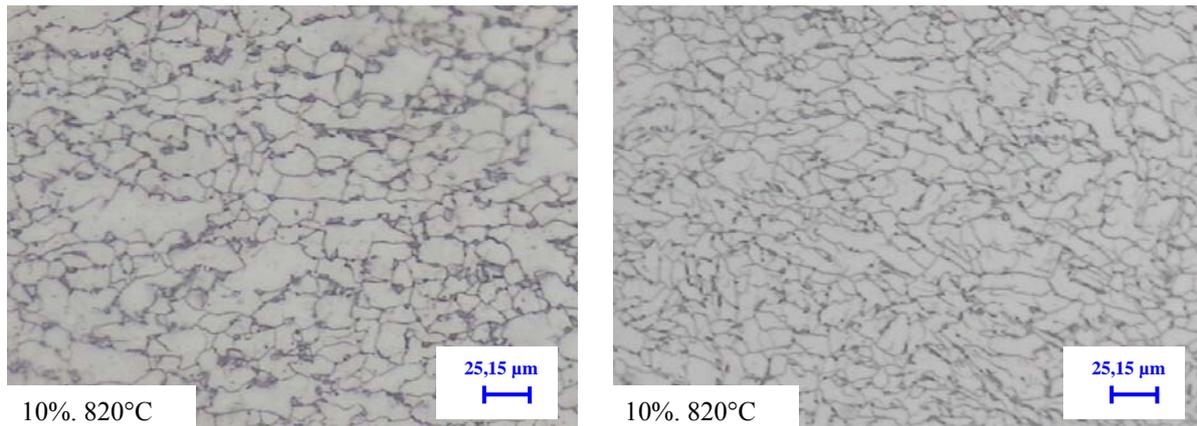
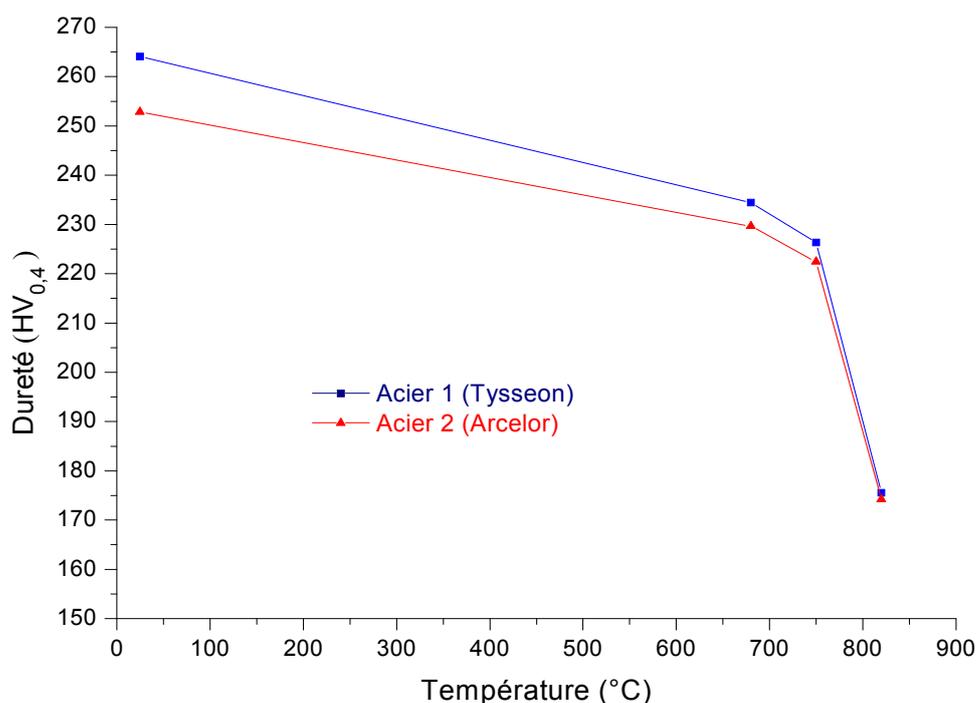


Figure 4.25 : Evolution de la microstructure des échantillons écrouis à 10 % en fonction de la température de recuit.

- Nous présentons dans la figure 4.26 les courbes des variations de la dureté et de la microdureté en fonction de la température de recuit pour le taux d'allongement de 10 %, nous remarquons qu'elles sont identiques. La dureté diminue proportionnellement à l'augmentation de la température, et de la même façon pour les deux aciers. Elle chute à partir de la température 750 °C.

Donc, quand le taux d'allongement augmente à 10 %, la température de début de restauration diminue, pour les deux aciers, et l'évolution du processus de restauration pour l'acier 1 (Tysseon) augmente, ce qui retarde plus sa recristallisation. En revanche, la recristallisation de l'acier 2 (Arcelor) n'est pas retardée, mais on observe une diminution de sa résistance.



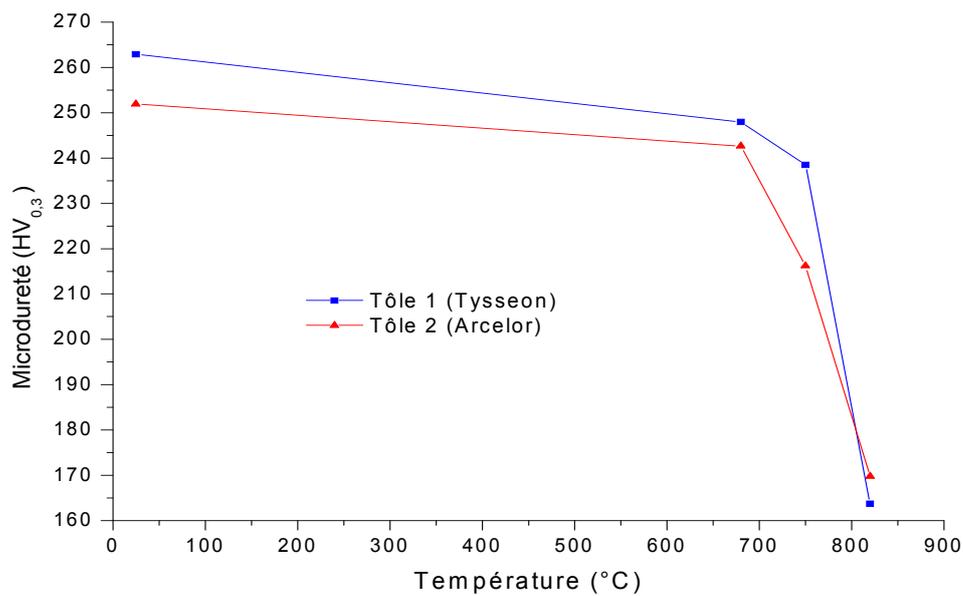


Figure 4.26 : Variations de la dureté et de la microdureté en fonction de la température pour le taux d'allongement de 10 %.

- la taille moyenne de grain de l'acier 1 (Tysseon) est constante jusqu'à la température 700°C, au-delà de cette valeur, quand la germination commence, elle chute à une valeur minimale à 820°C. Pour l'acier 2 (Arcelor), la recristallisation commence à une température inférieure à 700°C, ce qui a diminué sa taille moyenne des grains, mais pour les température supérieure à cette valeur, le nombre de germes formés augmente et atteint sa valeur maximale vers 800°C proche, et on entre dans la phase de croissance des germes, où la taille moyenne des grains commence à augmenter.

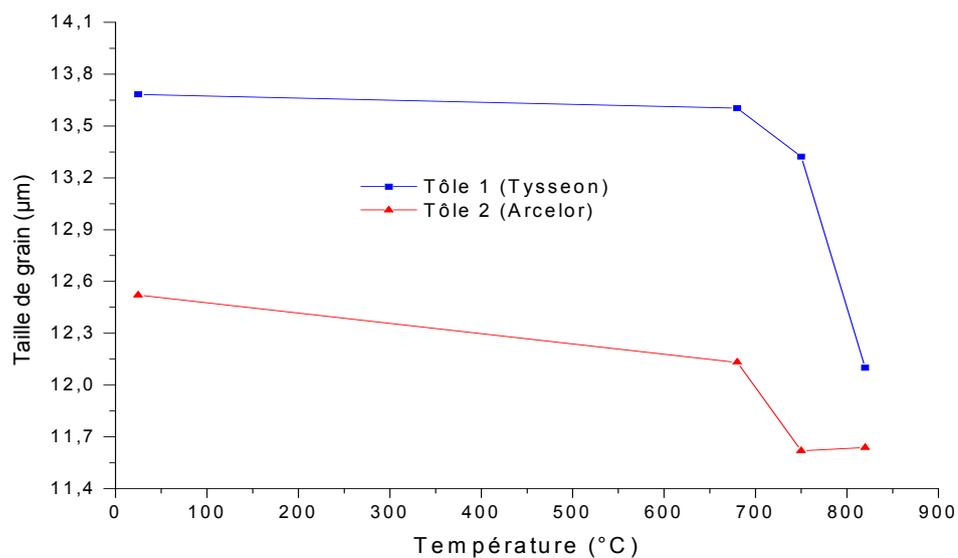


Figure 4.27 : Variations de la taille moyenne des grains en fonction de la température pour le taux d'allongement de 10%.

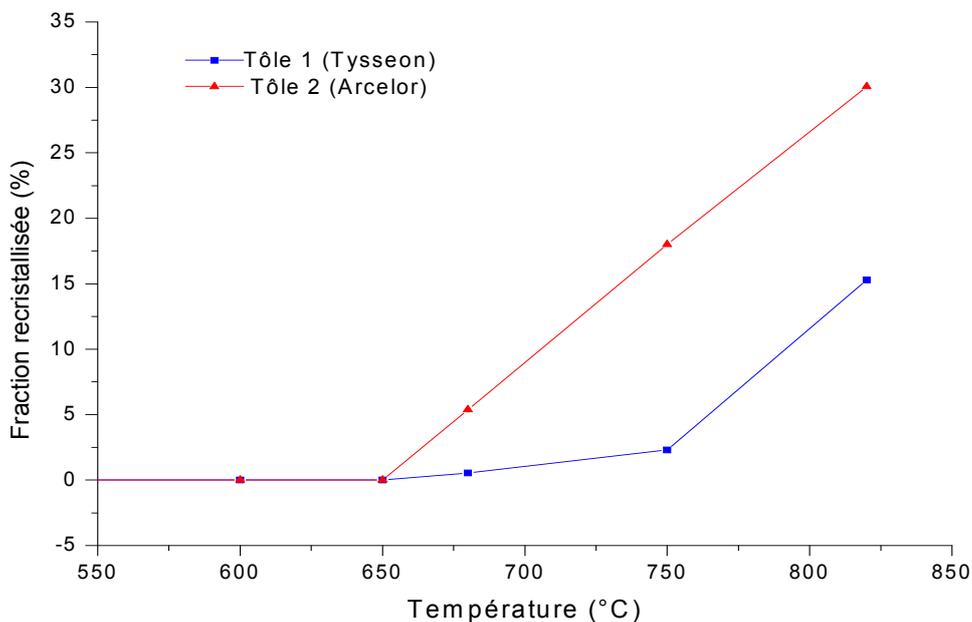


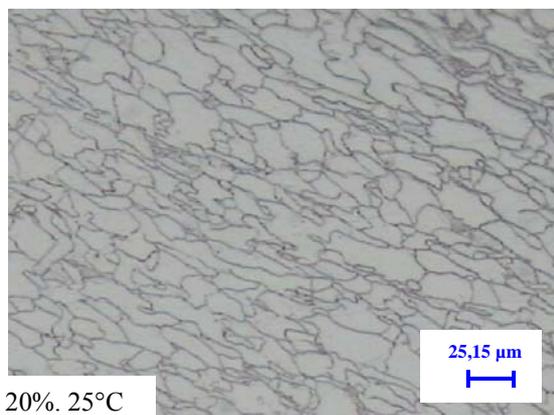
Figure 4.28 : Evolution de la fraction recristallisée en fonction de la température pour le taux d'allongement de 10 %.

- Pour le taux l'allongement de 10%, la germination de l'acier 1 (Tysseon) a été retardée, et la vitesse de recristallisation de l'acier 2 augmente, elle est égale à celle de l'acier 1, à partir de la température de 750 °C (voir figure 4.28). Malgré cette augmentation, la recristallisation est toujours partielle.

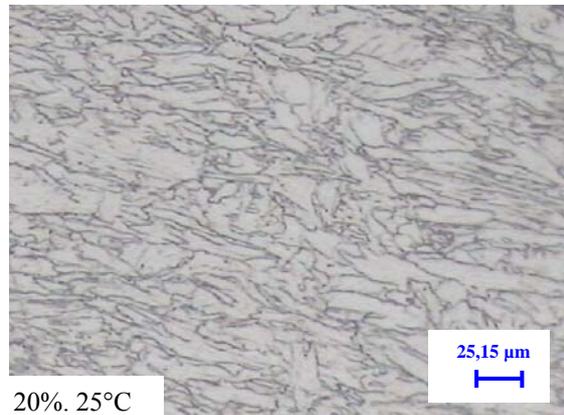
- Cas du d'allongement de 20 %

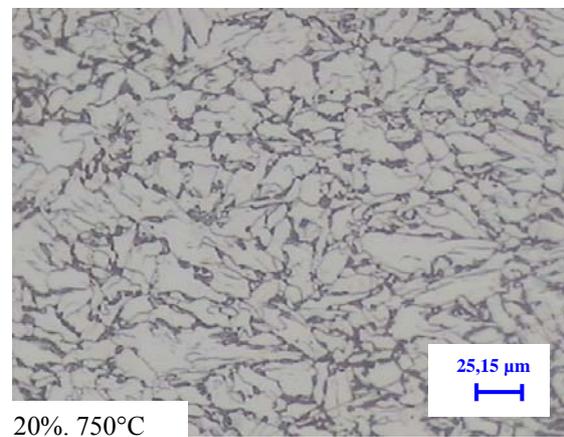
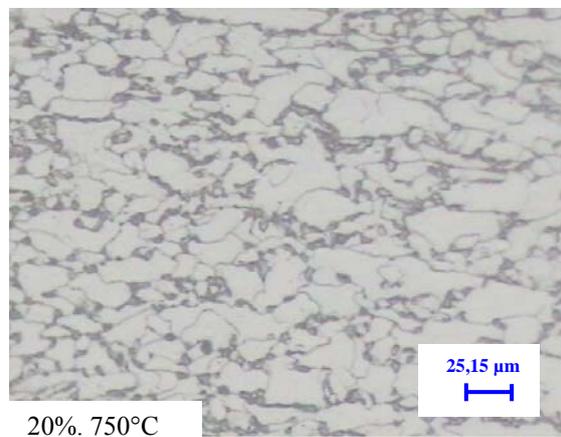
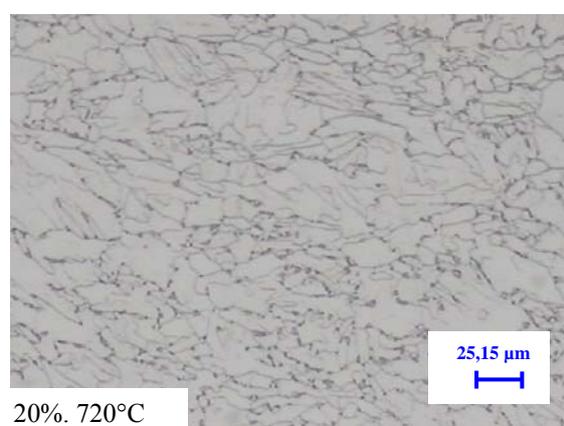
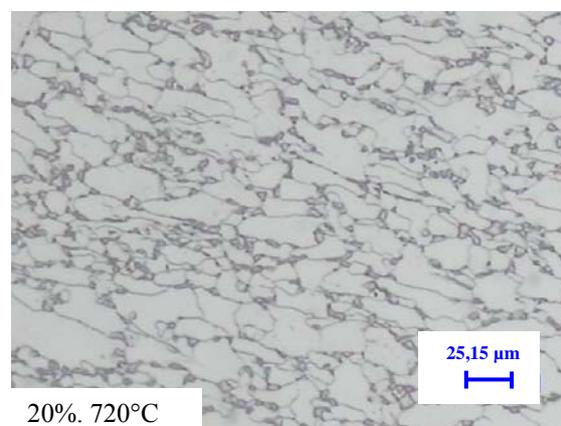
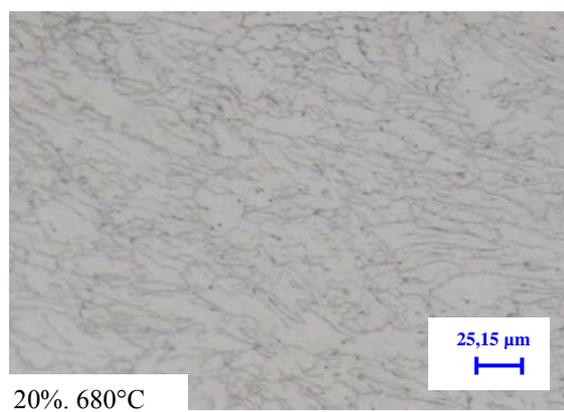
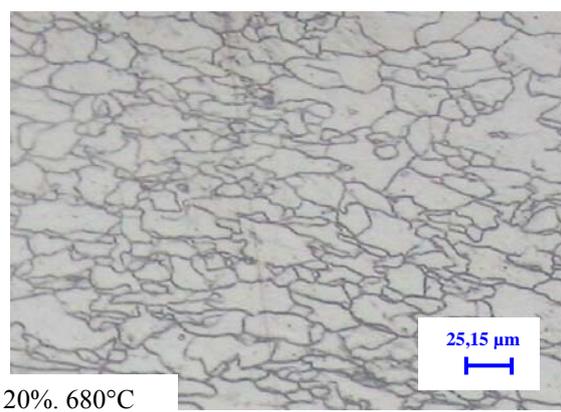
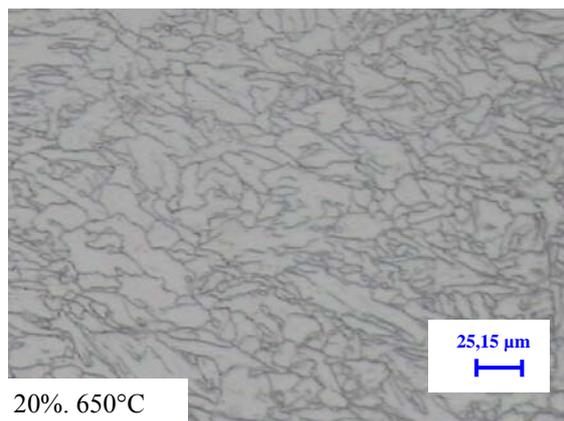
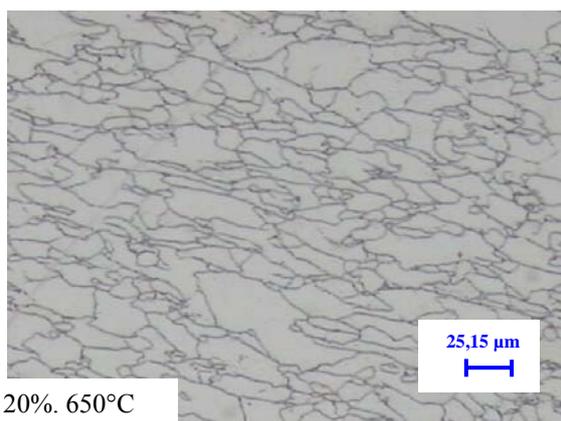
En augmentant l'allongement à 20 %, la germination est encore retardée vers la température 700°C pour les deux aciers, mais la vitesse de croissance des germes, dès son apparition, est plus rapide avec l'augmentation de la température, surtout pour l'acier 1 (Tysseon), où on observe sa recristallisation presque totale à la température 820°C (figure 4.29).

a) acier 1 (Tysseon)



b) acier 2 (Arcelor)





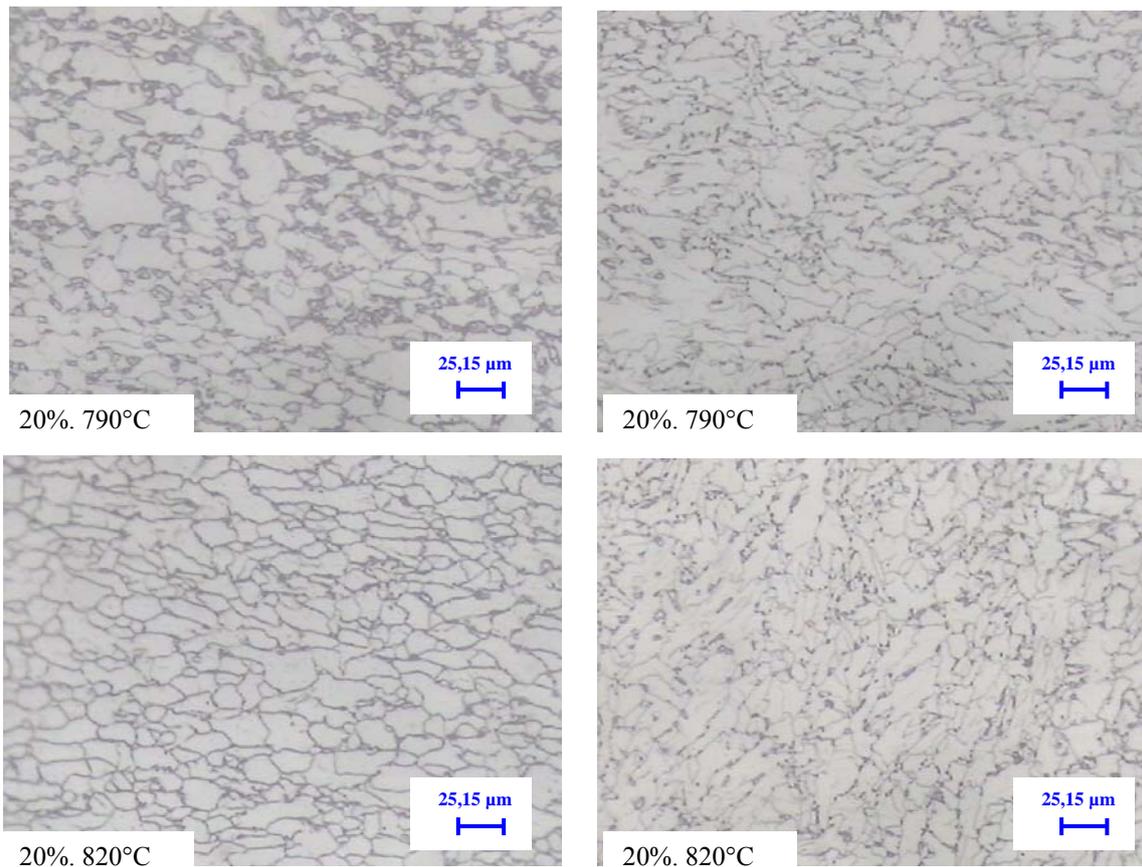


Figure 4.29 : Evolution de la microstructure des échantillons écrouis à 20 % en fonction de la température de recuit.

- Pour le taux d'allongement de 20 %, la dureté des deux aciers, diminue très faiblement, avec l'augmentation de la température jusqu'à la valeur proche de 680°C, où la diminution de la dureté est plus rapide, puis elle chute à partir de la température de 720°C, au cours de cette chute, on remarque l'apparition des paliers correspondant à une augmentation relative de la dureté dans l'intervalle des température [750°C,790°C], puis rechute une autres fois jusqu'à la température 820°C. La présence de ces petits paliers, est due probablement à l'étape de fin de germination, marquée par le nombre maximal de germes formés, ce qui diminue la taille moyenne des grains, et augmente relativement la dureté, juste avant le début de croissance.

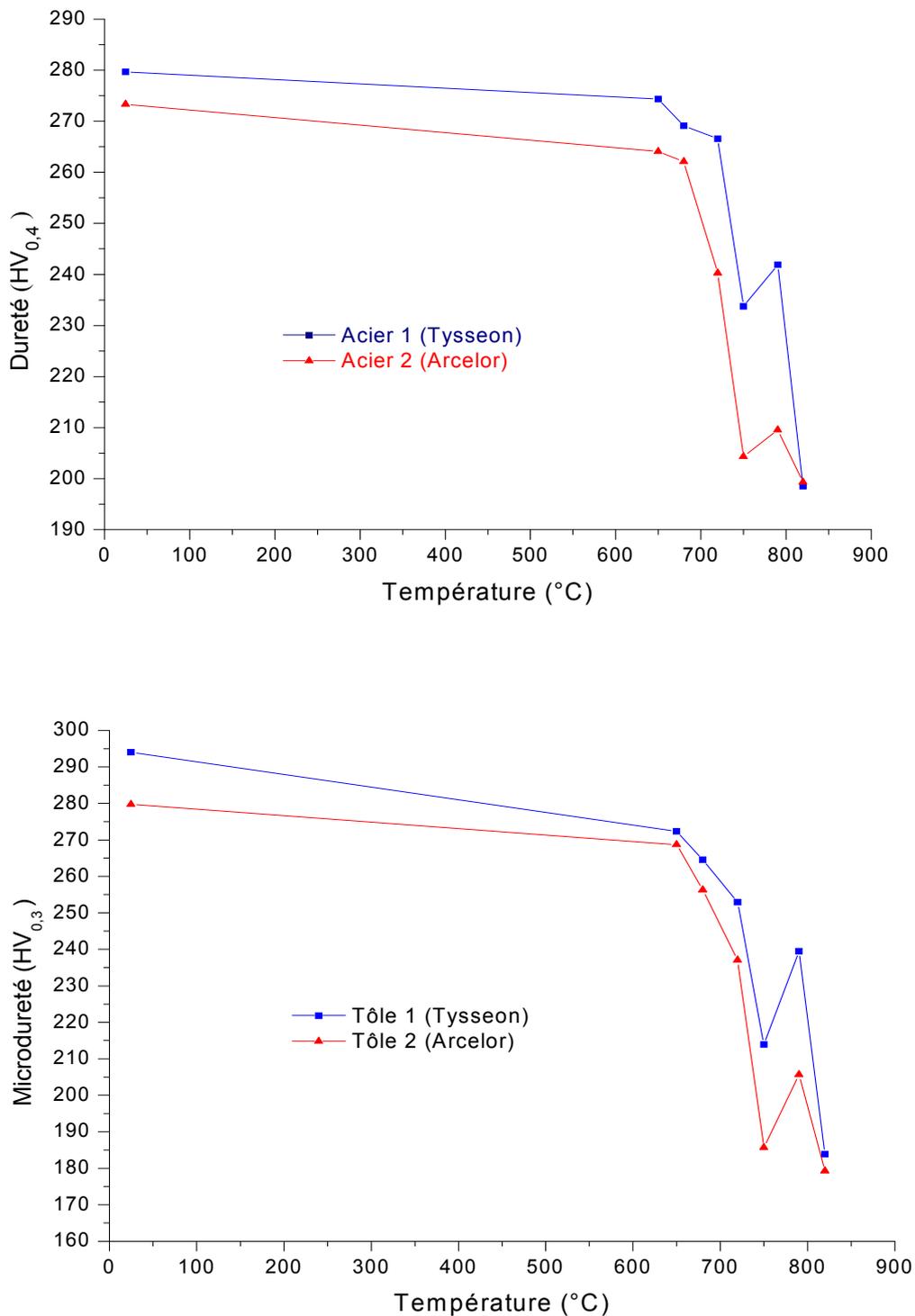


Figure 4.30 : Variations de la dureté et de la microdureté en fonction de la température pour le taux 20 % d'allongement.

- la figure 4.31 complète les résultats de la métallographie et de la dureté, où la taille des grains est constante quand la température est inférieure à 700°C, et ce pour les deux aciers, car les processus de restauration et de recristallisation ne sont pas produits. A partir de cette

valeur, la taille moyenne des grains chute vers les valeurs minimales, à la température 820°C pour le cas de l'acier 2, et à la température 790°C pour le cas de l'acier 1, qui ensuite, elle augmente dans ce dernier jusqu'à 820°C à cause de début de croissance des grains.

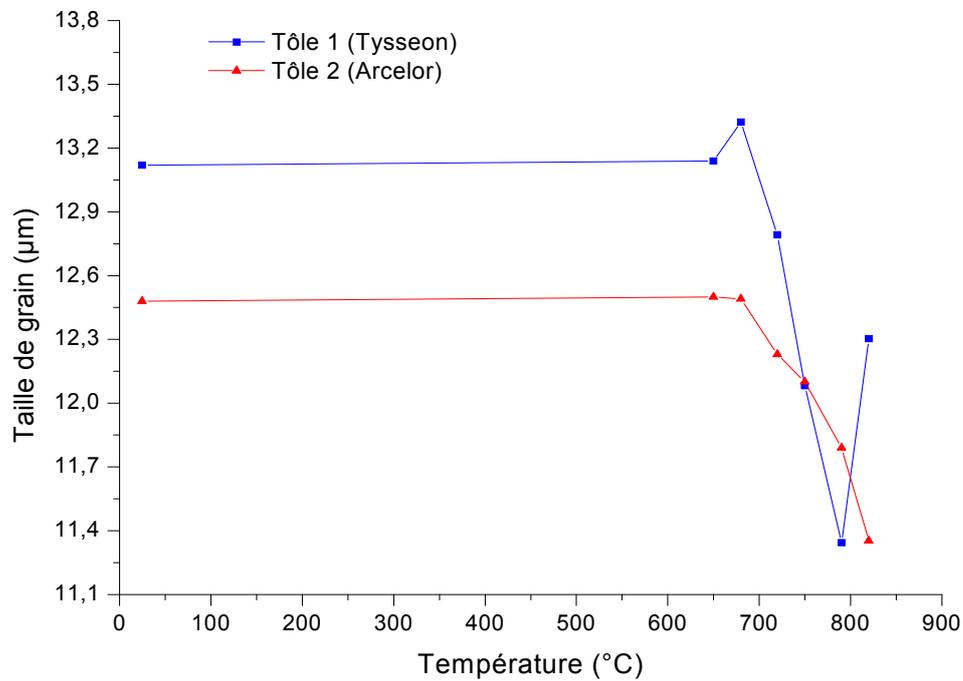


Figure 4.31 : Variations de la taille moyenne des grains en fonction de la température pour le taux d'allongement de 20 %.

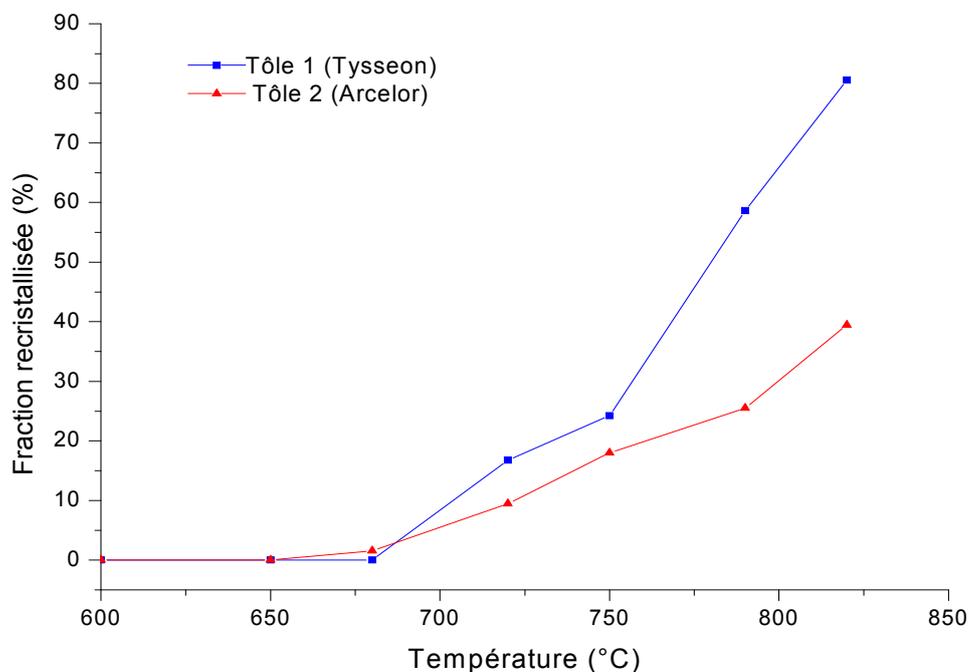


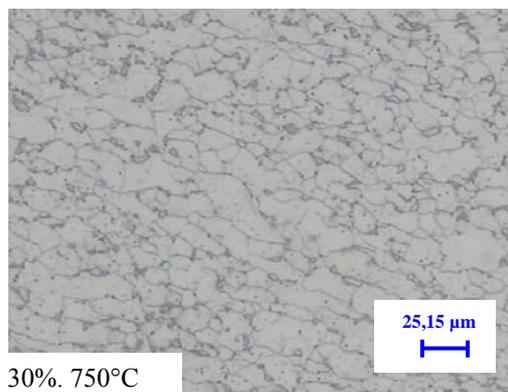
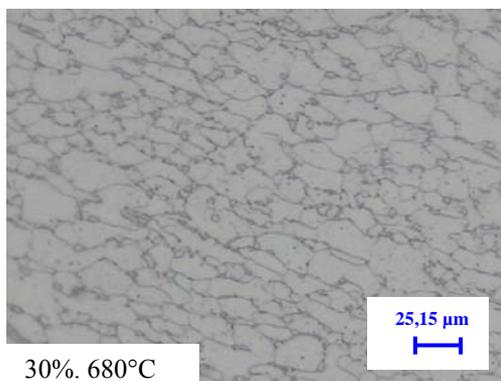
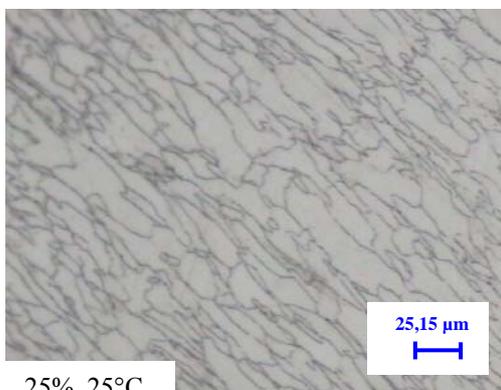
Figure 4.32 : Evolution de la fraction recristallisée en fonction de la température pour le taux d'allongement de 20 %.

- En augmentant l'allongement à 20 %, la germination est encore retardée vers la température 700°C pour les deux aciers, mais dès son apparition, la vitesse de croissance des germes augmente rapidement avec la température, surtout pour l'acier 1 (Tysseon), où on observe sa recrystallisation presque totale à la température 820°C (figure 4.32).

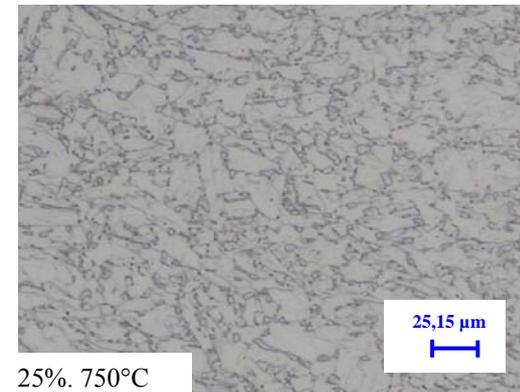
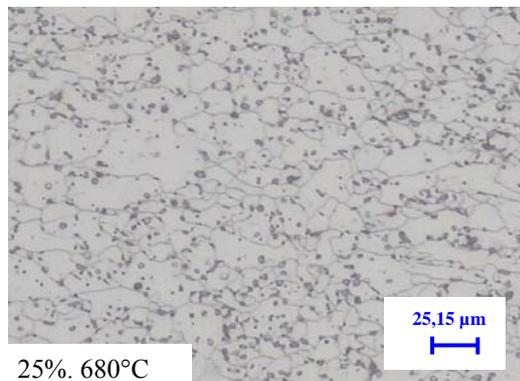
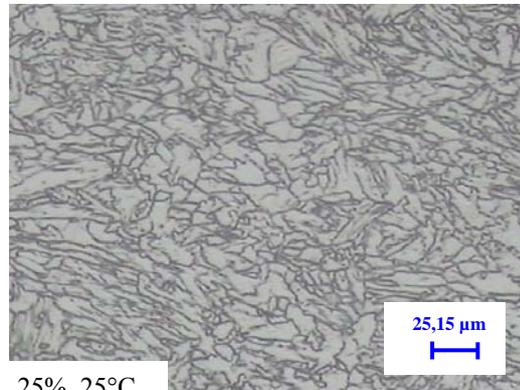
- Cas d'allongement de 30 % pour l'acier 1 et 25% pour l'acier 2

La figure 4.33 présente le début de recrystallisation des deux aciers à partir d'une température inférieure à 680°C, où l'on observe déjà la croissance rapide de certains germes par rapport aux autres, surtout pour l'acier 1. Cette hétérogénéité marquée de croissance est due à la grande vitesse de recrystallisation, favorisée principalement par l'écroutissage élevé. En augmentant la température, l'acier 2 entre dans l'étape de fin de croissance à la température 820°C, par contre pour l'acier 1 (Tysseon), on pense que certains germes subissent une recrystallisation secondaire, pendant que d'autres croissent au dépend de ces derniers.

a) acier 1 (Tysseon)



b) acier 2 (Arcelor)



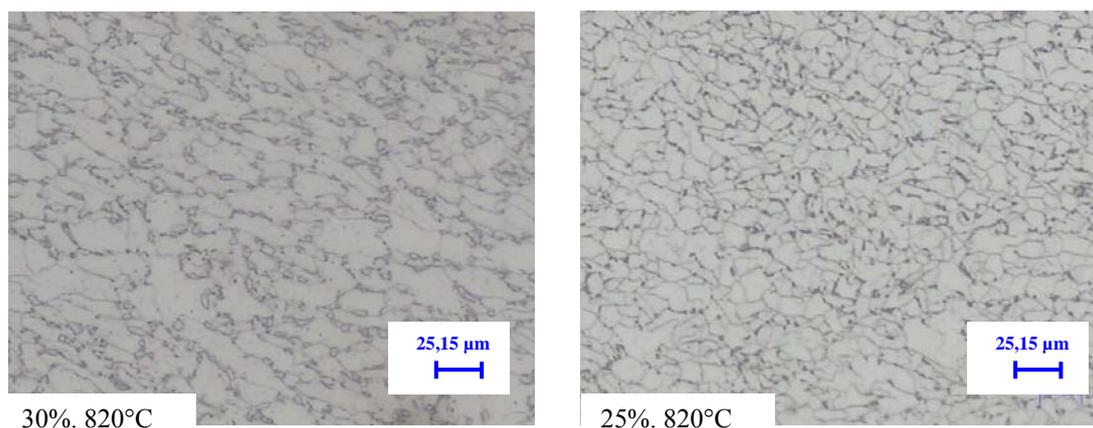
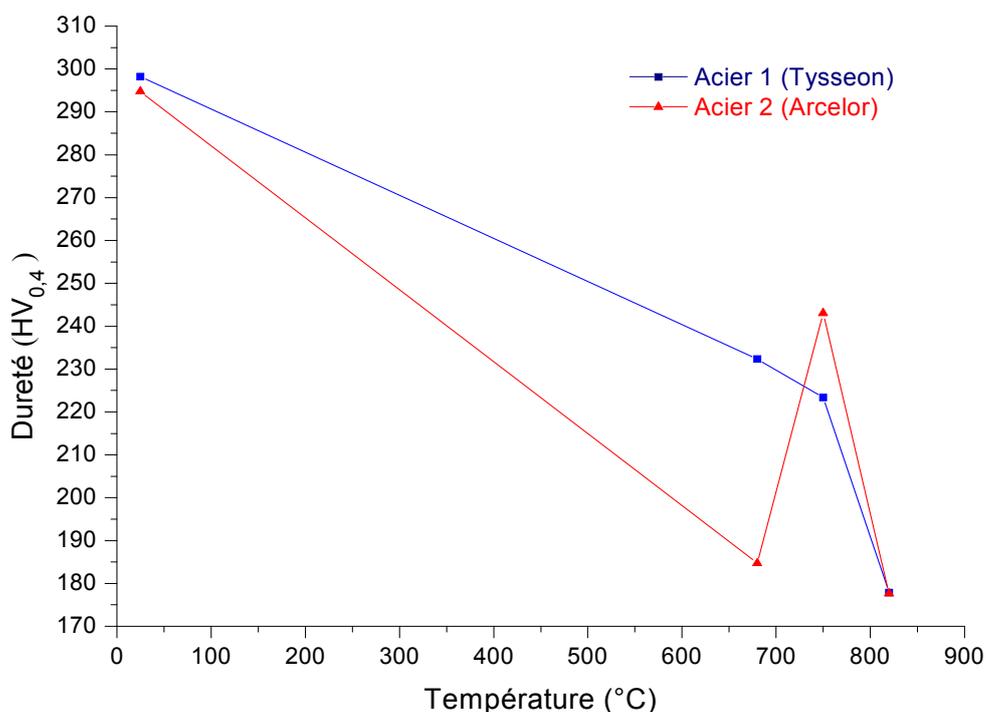


Figure 4.33 : Evolution de la microstructure des échantillons des de l'acier 1 et 2, écrouis à 30 % et 25 % respectivement, en fonction de la température de recuit.

- La figure 4.34 présente la diminution de la dureté des échantillons les plus écrouis, en fonction de la température, qui est plus rapide pour l'acier 2, jusqu'à la valeur proche de 680°C. À partir de cette valeur, la dureté de l'acier 2 (Arcelor) augmente avec la température et atteint une valeur 245 HV à 750°C, puis chute encore à la valeur minimale à la température de 820°C. Par contre, pour l'acier 1 (Tysseon), la dureté continue à diminuer jusqu'à la température 750°C, puis chute à sa valeur minimale correspondant à la température maximale du traitement de recuit.

- La diminution de la résistance des deux aciers avec la température, avant le début de la recristallisation, résulte de la restauration qui précède celle-ci, malgré que la température de germination des deux tôles a été abaissée avec l'augmentation de l'allongement, parce que ce dernier influe sur la restauration plus que la recristallisation.



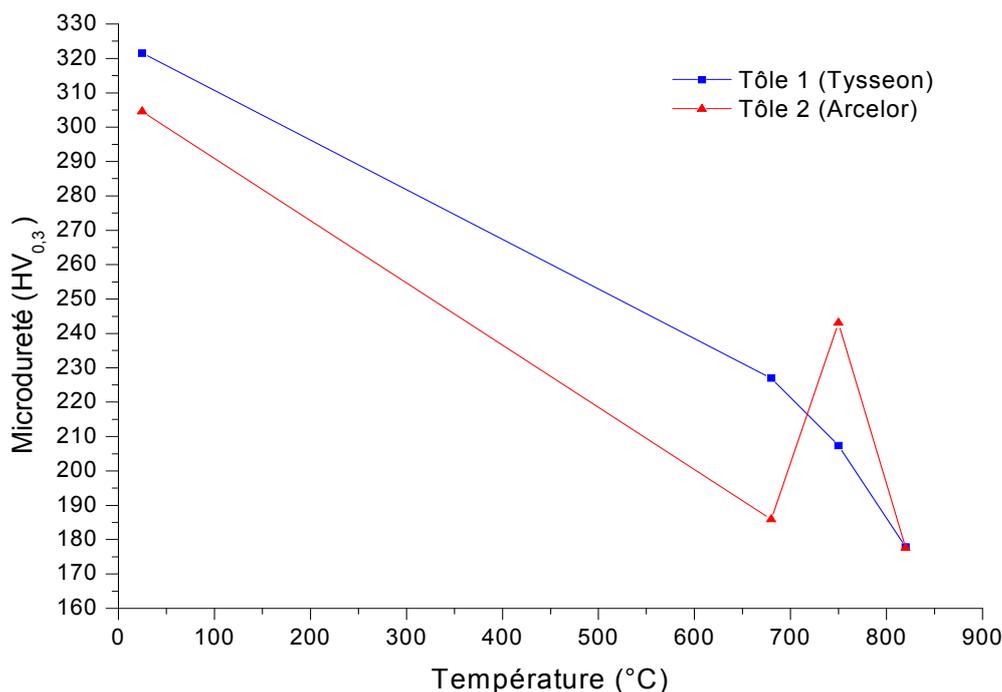
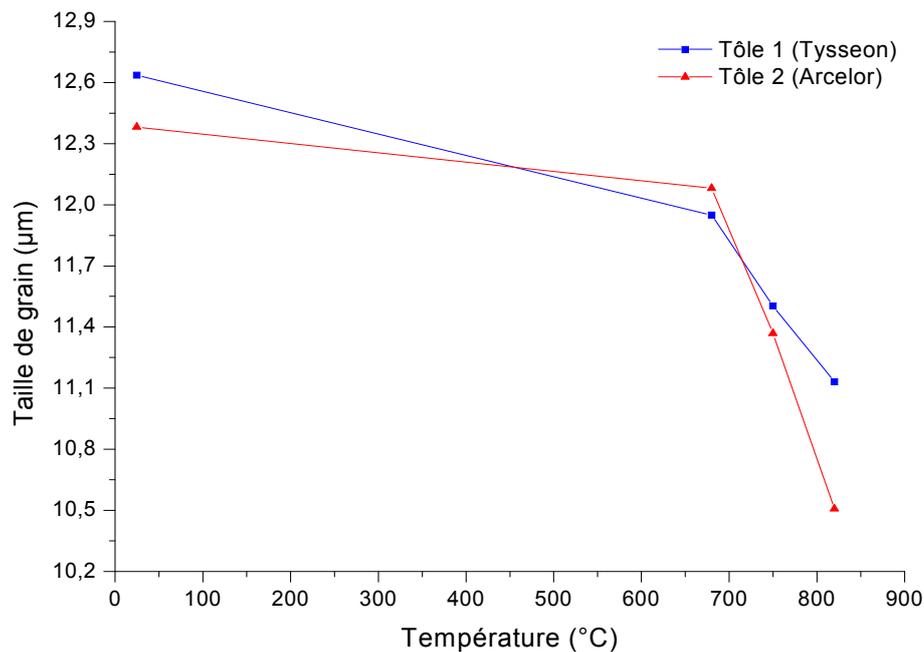


Figure 4.34 : Variations de la dureté et de la microdureté en fonction de la température pour un taux d'allongement de 30 % de l'acier 1 et de 25 % de l'acier 2.

L'augmentation relative de la dureté dans l'intervalle de températures [680°C, 750°C] de l'acier 2 correspond probablement à l'étape où le nombre de germe recristallisée est maximale, ce qui provoque l'augmentation des joints de surfaces, et augmente la dureté de l'acier 2. Mais quand la taille de certains germes atteint son seuil, à partir de là, les germes croissent sous l'action de l'énergie de déformation stockée en envahissant la matrice qui les entourent, jusqu'à ce qu'ils se rejoignent, dans cette étape les joints de surface formés auparavant diminuent, ce qui diminue la dureté [28].

- les courbes de la figure 4.35 présente la variation de la taille du grain en fonction de la température pour le taux d'allongement de 20%, elle montre que la taille moyenne de grain de l'acier 1 diminue plus rapidement avec la température, que celle de l'acier 2 pour des températures inférieures à 680°C, mais à partir de cette température la taille de grain des deux aciers chute à des valeurs minimale à 820°C, cette fois ci la diminution est plus rapide dans l'acier 2. D'après la figure, on remarque aussi, que la dureté de l'acier 2, atteint des valeurs supérieure à celle de l'acier 1 dans l'intervalle des températures [500°C, 720°C], en dehors de cet intervalle, la dureté de l'acier 1 est supérieure

Figure 4.35: Variations de la taille moyenne de grain en fonction de la température pour le taux d'allongement de 30 % de l'acier 1 et 25 % d'acier 2.



- la courbe de l'évolution de la fraction recristallisée en fonction de la température (figure 4.36) montre que la germination se produit à une température inférieure à 680°C, et que la vitesse de recristallisation est plus grande dans l'acier 2 (Arcelor) par rapport à celle de l'acier 1 (Tysseon).

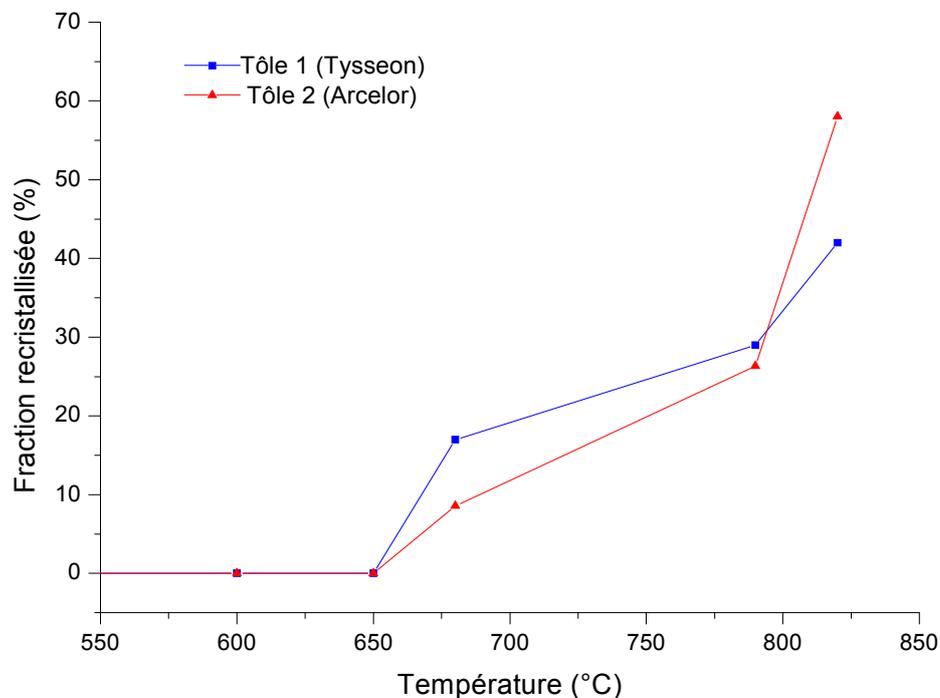


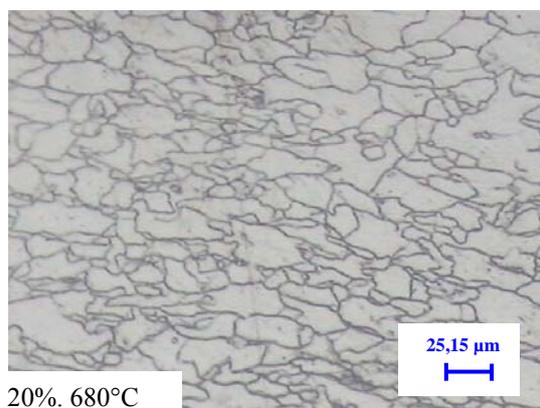
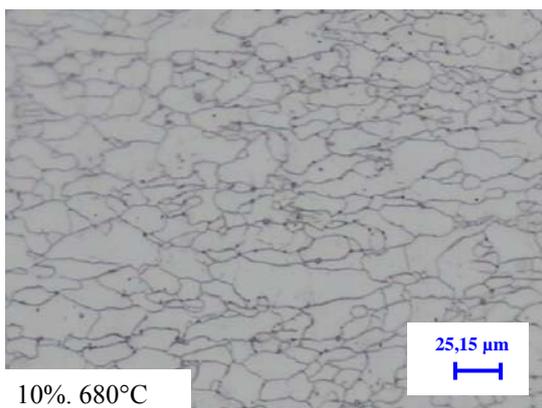
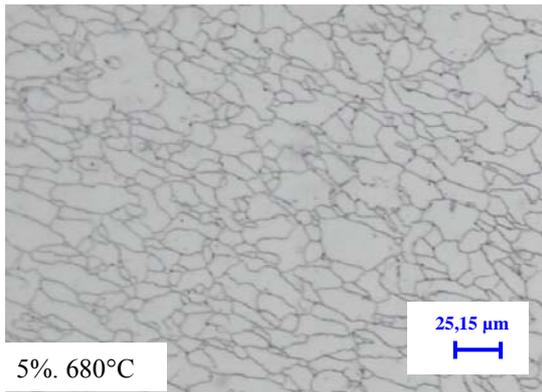
Figure 4.36 : évolution de la fraction recristallisée en fonction de la température pour le taux d'allongement de 30 % et 25 % des aciers 1 et 2 respectivement.

3.2. Influence du taux d'allongement sur la microstructure et les propriétés mécaniques

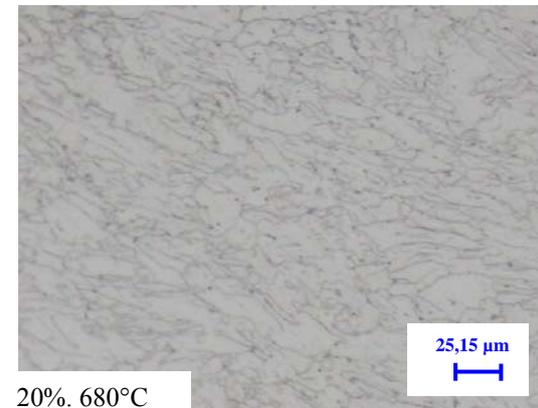
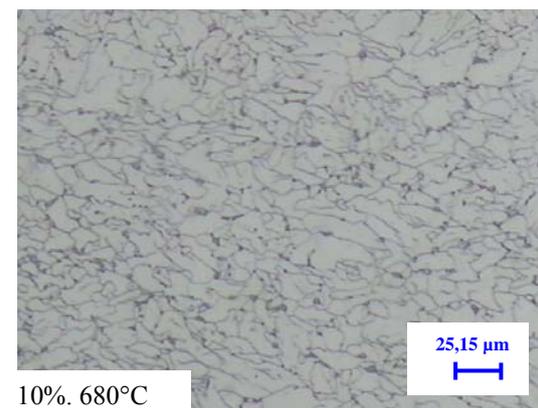
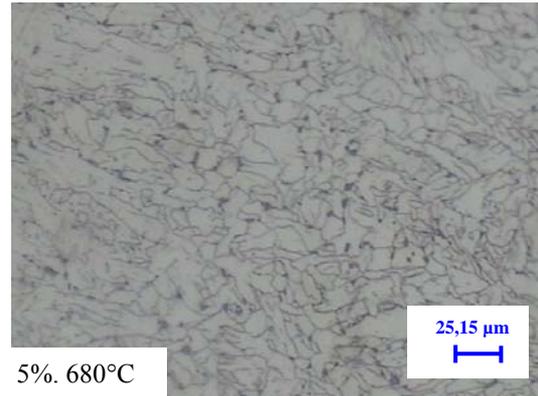
- Cas du recuit à 680°C

D'après la figure 4.37, on constate qu'à température constante de 680°C, la germination très faible, et elle est retardée avec l'augmentation de l'allongement, surtout pour l'acier 1, où elle est supprimée aux taux 20%. A partir de cette valeur, la vitesse de germination augmente très rapidement.

a) acier 1 (Tysseon)



b) acier 2 (Arcelor)



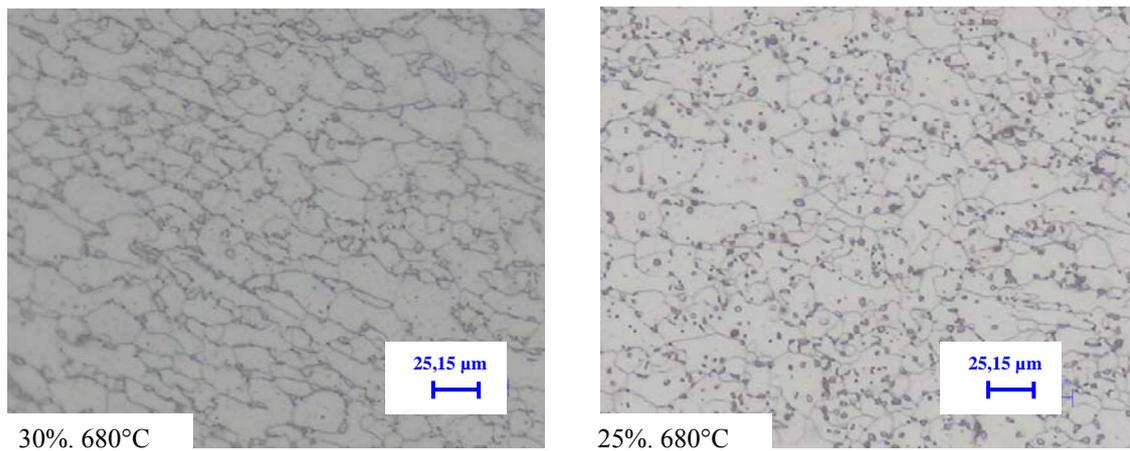


Figure 4.37 : Evolution de la microstructure des échantillons recuits à la température 680°C, en fonction du taux d'allongement.

- à 680°C, la dureté des deux aciers est presque constante, pour les taux d'allongement inférieurs à 10%, mais à partir de ce taux et jusqu'à 20% d'allongement, la dureté augmente de la même façon, dans les deux aciers, ensuite elle chute à des valeurs minimales, pour les taux supérieurs à 20%, dans ce dernier cas, la diminution de la dureté en fonction de la déformation est plus rapide dans l'acier 2 (figure 4.38).

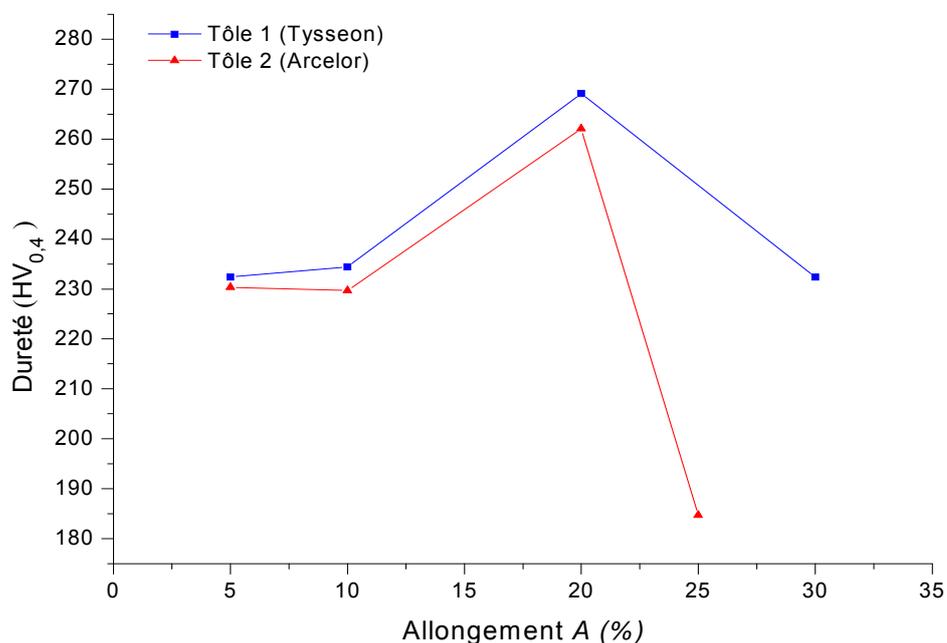


Figure 4.38 : Variations de la dureté de recuit à la température 680°C, en fonction du taux d'allongement.

- La taille de grain de l'acier 1 recuit à la température 680°C diminue avec l'augmentation du taux d'allongement, car à cette température, les processus de restauration et de recristallisation n'ont pas été déclenchés ou bien ils sont justes au début d'apparition. Par

contre, celle de l'acier 2, elle est constante au début d'allongement, puis augmente dans l'intervalle [10%,20%], en suite elle diminue pour des taux supérieurs à 20%.

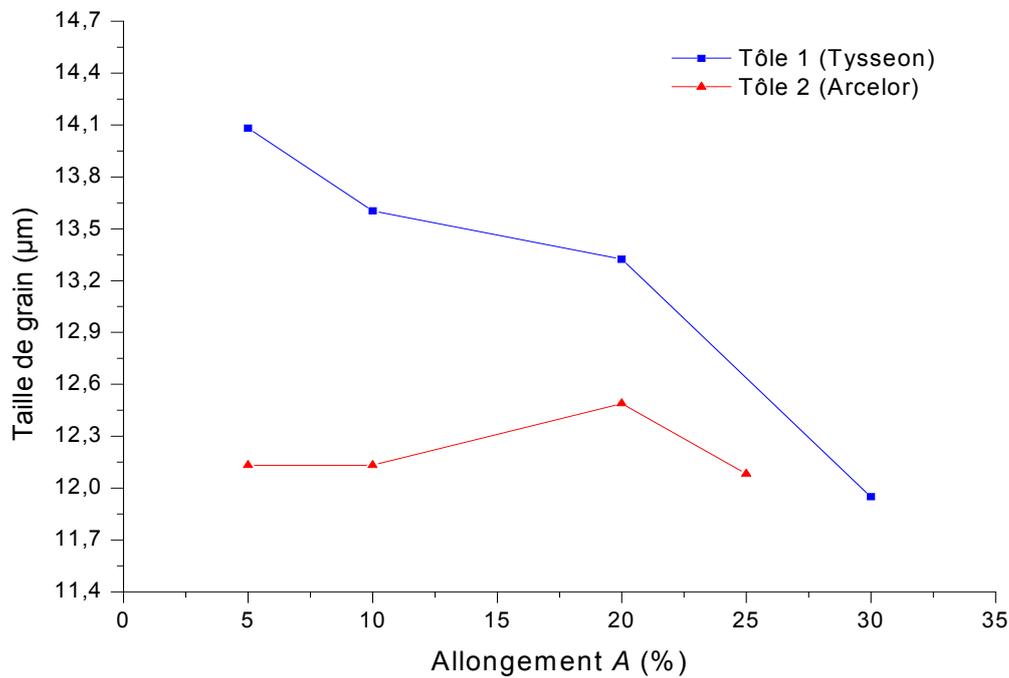


Figure 4.39 : Evolution de la taille moyenne de grain recuit à la température 680 °C en fonction de l'allongement.

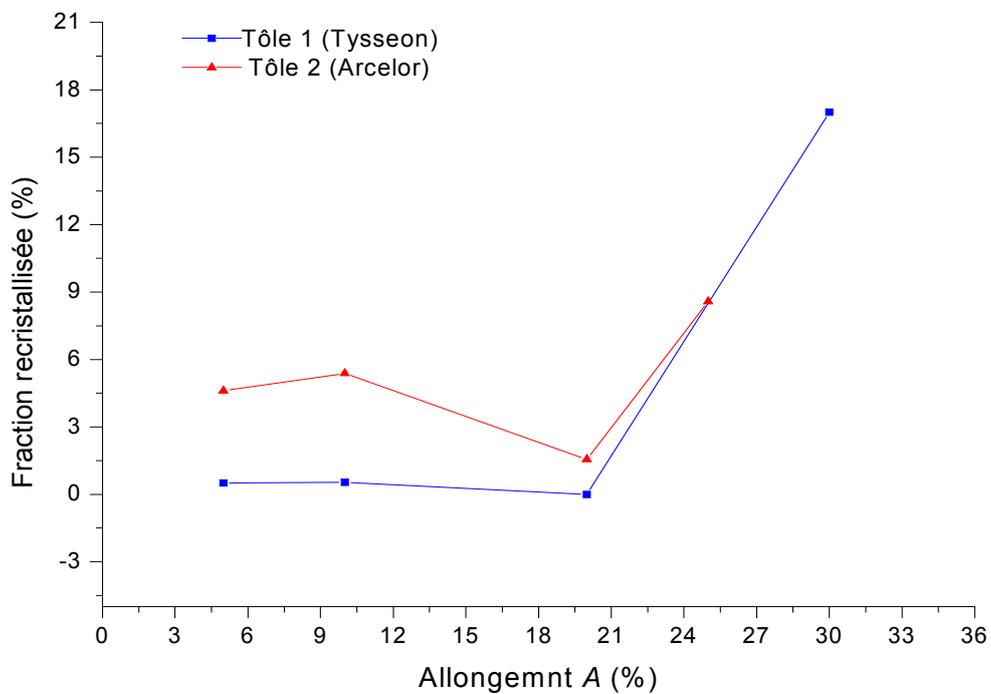


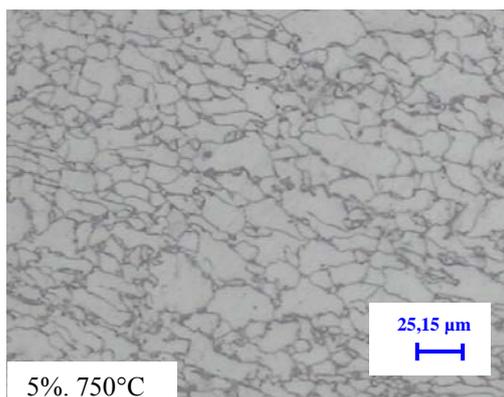
Figure 4.40 : Evolution de la fraction recristallisée au cours de recuit à 680°C, en fonction du taux d'allongement.

- la figure 4.40 montre qu'à température constante de 680°C, le déclenchement du processus de recristallisation des deux aciers, se fait pour un seuil d'écroutissage de 20%, et dans ce cas, la vitesse de recristallisation est supérieure dans l'acier 1. On remarque aussi que la germination dans l'acier 2, commence à un seuil d'allongement inférieure à 5%, mais le processus est retardé avec l'augmentation de l'allongement, jusqu'au taux de 20%.

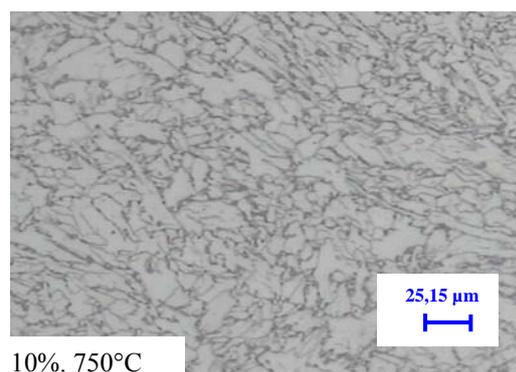
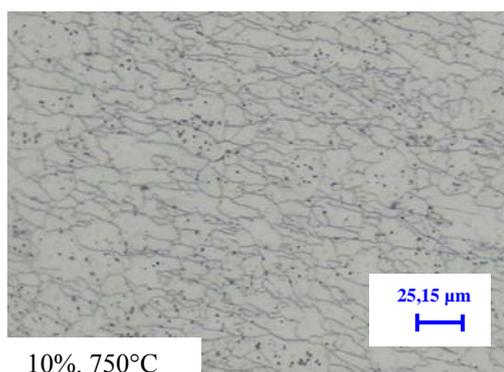
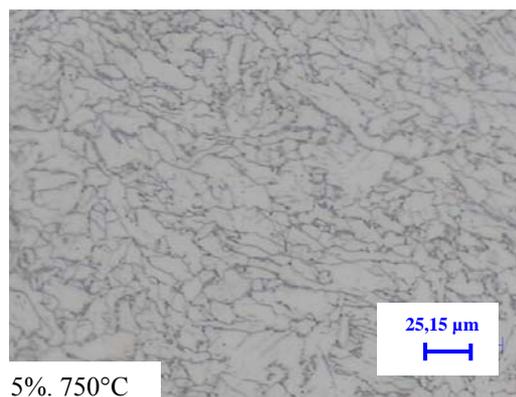
- Cas du recuit à 750°C

L'observation métallographique (figure 4.41) montre que l'écroutissage critique du début de recristallisation à la température 750°C est inférieur à 5% pour les aciers, et que la vitesse de recristallisation augmente avec le taux d'allongement pour l'acier 2 (Arcelor), où on observe la croissance des germes aux taux de 25 %. Pour l'acier 1 (Tysseon), malgré que la vitesse de recristallisation soit supérieure à celle de l'acier 2, aux taux de 5%, sa germination est retardée considérablement auprès de 20 % d'allongement. Dans ce cas, la restauration se produit d'abord, en diminuant l'énergie emmagasinée sous forme de distorsions élastiques, et réduit la force motrice de croissance des germes, ce qui a retardé la recristallisation, mais juste après ce taux, la recristallisation réapparaît avec une vitesse plus grande, avec l'augmentation du taux d'écroutissage.

a) acier 1 (Tysseon)



b) acier 2 (Arcelor)



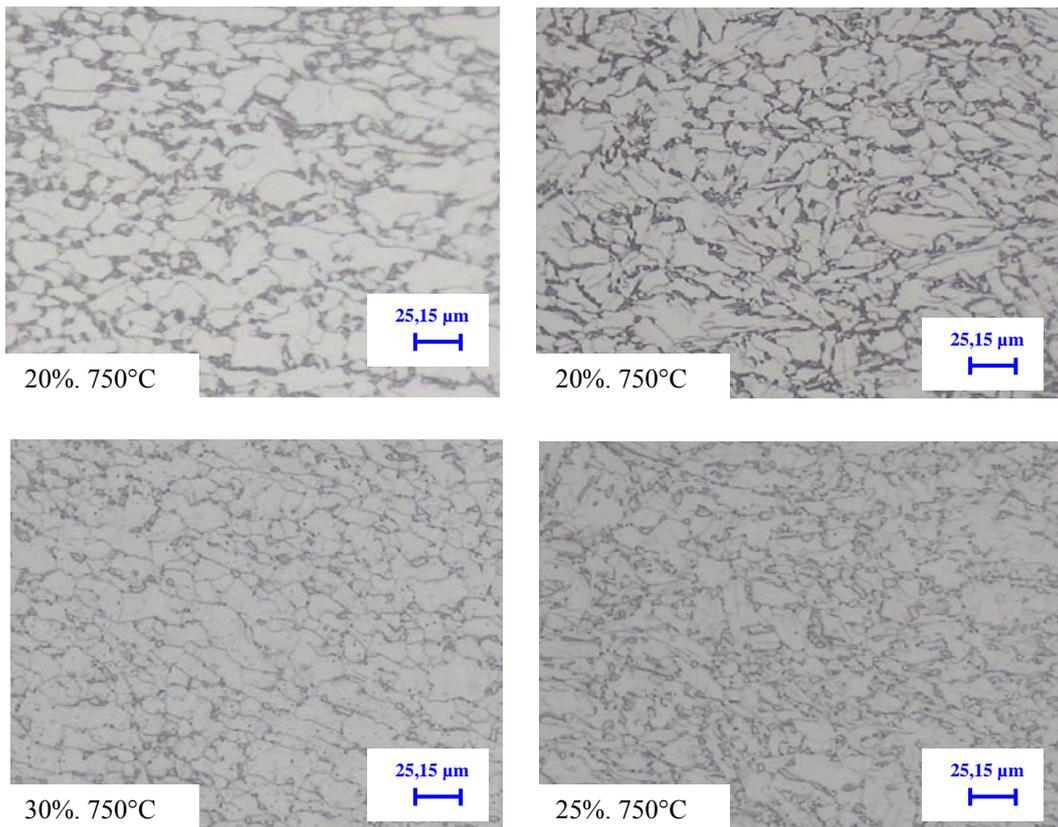


Figure 4.41 : Evolution de la microstructure des échantillons recuits à 750°C, en fonction du taux d’allongement.

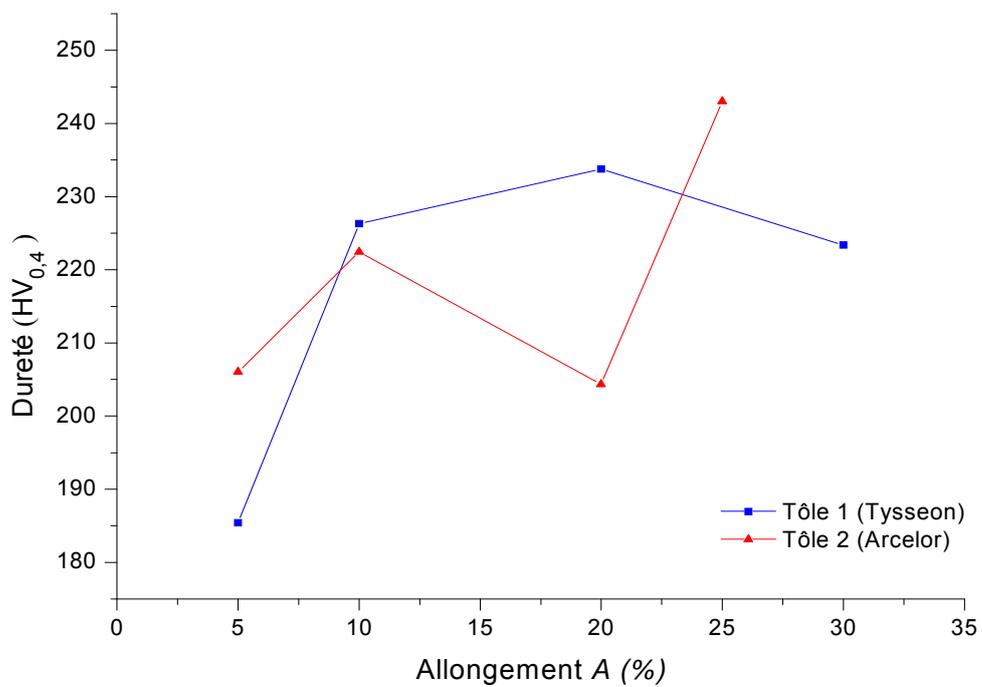


Figure 4.42 : Variation de la dureté de tôles recuites à la température 750°C, en fonction du taux d’allongement.

- la dureté de l'acier 1 recuit à 750°C, augmente avec la déformation, pour les taux d'allongement inférieurs à 20%, dans ce cas l'effet d'écroutissage est plus dominant que celle de la température, mais pour les supérieurs à 20%, la dureté diminue, dans ce cas la température est plus dominante. Par contre pour le cas de l'acier 2, l'effet de la température est plus dominant dans l'intervalle des taux d'allongement [10%,20%], où on observe la diminution de la dureté, pour les déformation inférieure à 10% et supérieure à 20%, la dureté augmente avec l'allongement, donc l'effet d'écroutissage dans ce cas plus dominant que celle de la température (figure 4.42).

- La figure 4.43 montre que les variations de la taille moyenne des grains pour les deux aciers recuits à la température de 750°C, est opposée au début d'allongement, elle augmente pour l'acier 1 et diminue pour l'acier 2, jusqu'à un taux de 10 %, où on observe le contraire, c'est-à-dire que la taille des grains de l'acier 1 diminue avec l'écroutissage, par contre, celle de l'acier 1 augmente jusqu'au taux de 20 %, puis diminue dans les deux aciers à partir de cette valeur.

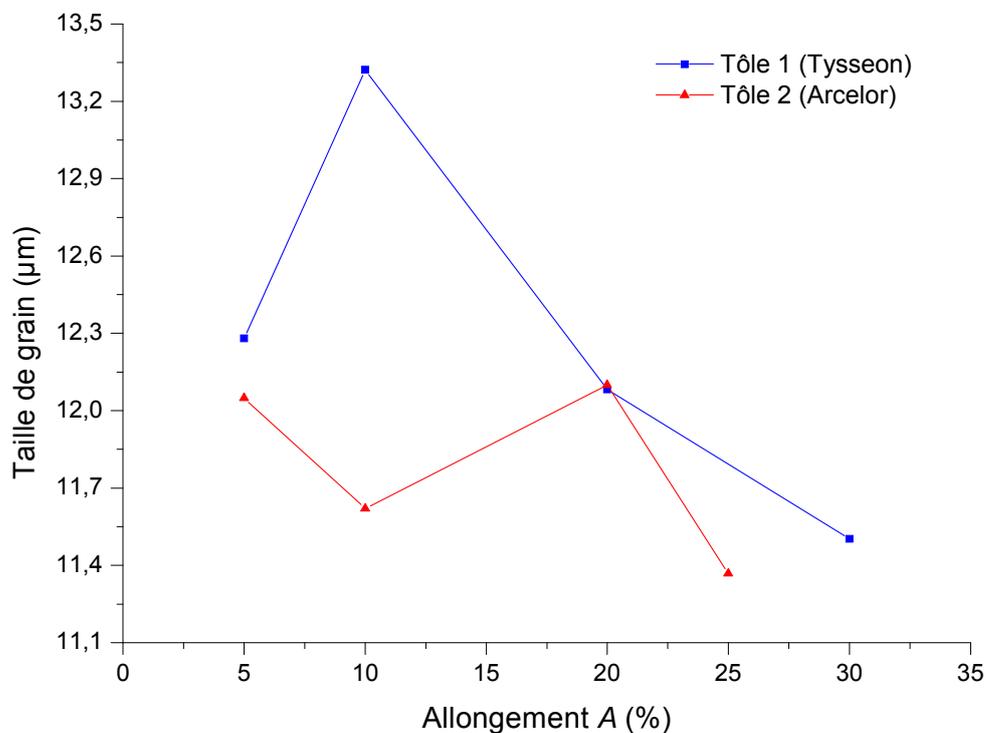


Figure 4.43 : Evolution de la taille moyenne des grains de deux aciers recuits à la température 750°C, en fonction du taux d'allongement.

- la figure 4.44 montre que la recristallisation commence dans l'acier 2 (Arcelor) avant l'acier 1 (Tysseon), pour un taux d'allongement de 5%, mais la vitesse de croissance de ce dernier est plus grande, et dans les deux tôles, la recristallisation est partielle.

- la figure 4.44 montre aussi que la germination de l'acier 1 (Tysseon) diminue avec l'allongement aux taux inférieurs à 5 %, à cause des germes qui ne sont pas 'matures' ; c'est-à-dire que la taille de leurs volumes n'est pas suffisante pour continuer à croître dans la

matrice écrouie, il faut plus d'énergie emmagasinée, mais à partir de ce taux, la recristallisation augmente normalement avec l'écrouissage, et elle est plus rapide dans l'intervalle d'allongement [10%,20%], par contre, la recristallisation dans l'acier 2, est constante dans cette intervalle, mais augmente au delà de sa.

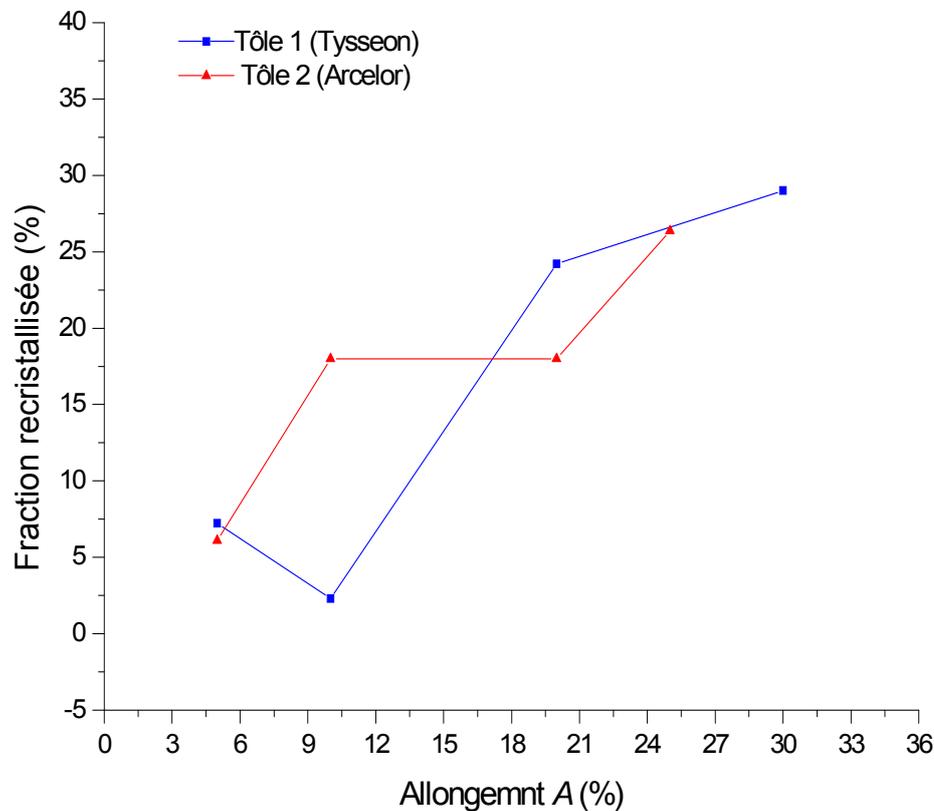
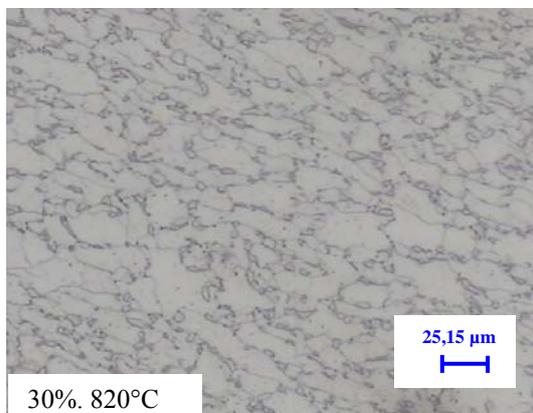
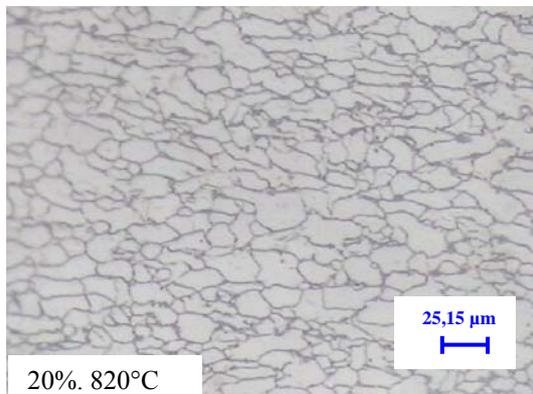
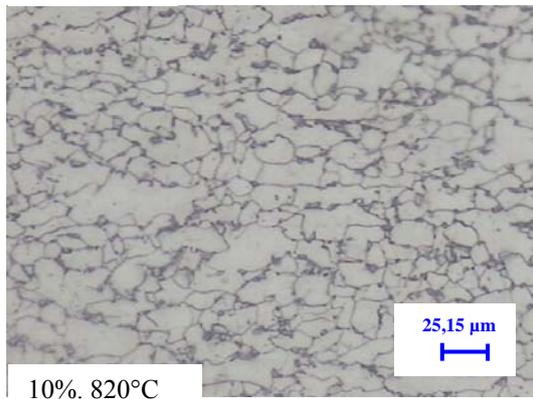
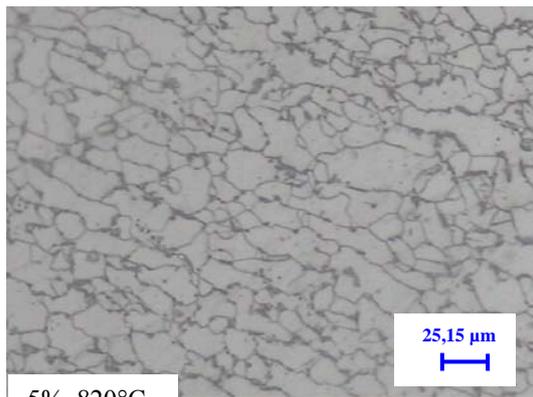


Figure 4.44 : Evolution de la fraction recristallisée à la température de recuit 750°C, en fonction de l'allongement.

- cas du recuit à 820°C

D'après l'observation métallographique, illustrée dans la figure 4.45, la recristallisation de l'acier 1 (Tysseon), recuit à 820°C, augmente avec le taux d'allongement, elle atteint son état final correspondant à la fin de croissance normale des germes pour un taux de 20%. A partir de ce taux, on remarque que la croissance des germes est un peu retardée, à cause du début de restauration qui est retardé par rapport à la recristallisation pour les taux d'écrouissage élevés, contrairement à ce qui a été observé pour les taux d'allongement faibles, ce qui a retardé un peu la recristallisation [26]. Presque la même évolution de la microstructure est observée dans l'acier 2 (Arcelor), sauf que la vitesse de recristallisation est inférieure à celle de l'acier 1.

a) acier 1 (Tysseon)



b) acier 2 (Arcelor)

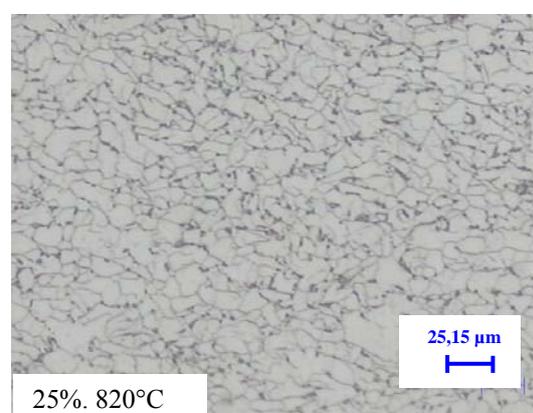
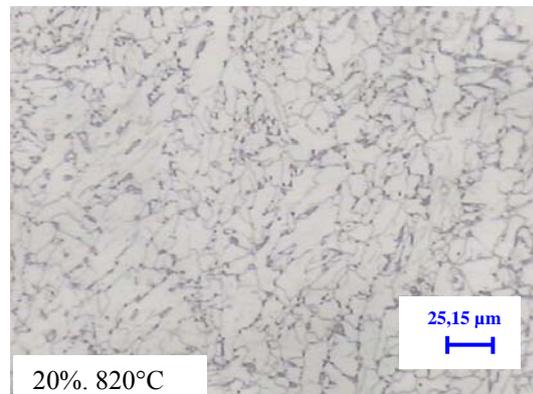
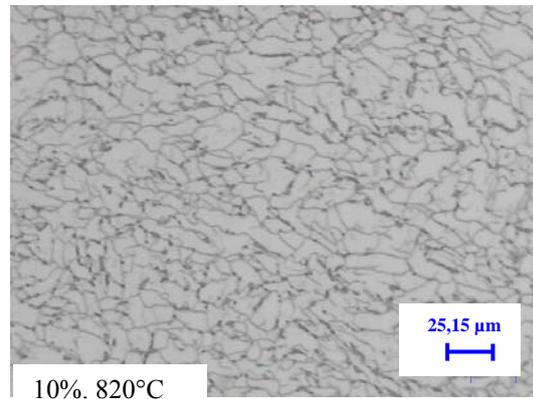
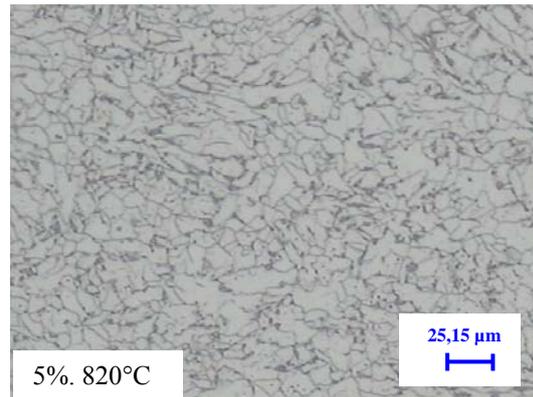


Figure 4.45 : Evolution de la microstructure des échantillons recuits à la température 820°C, en fonction du taux d'allongement.

- pour le cas de recuit à 820°C, la dureté de l'acier 1 (Tysseon) augmente avec l'augmentation du taux d'allongement, mais à partir de 20%, elle chute à des valeurs minimale, à cause de la croissance des germes recristallisés. Dans l'acier 2 (Arcelor), la dureté est constante à un moment donné, puis augmente avec l'allongement jusqu'au taux de 20%, puis chute en suite dans l'intervalle [20%,25%].

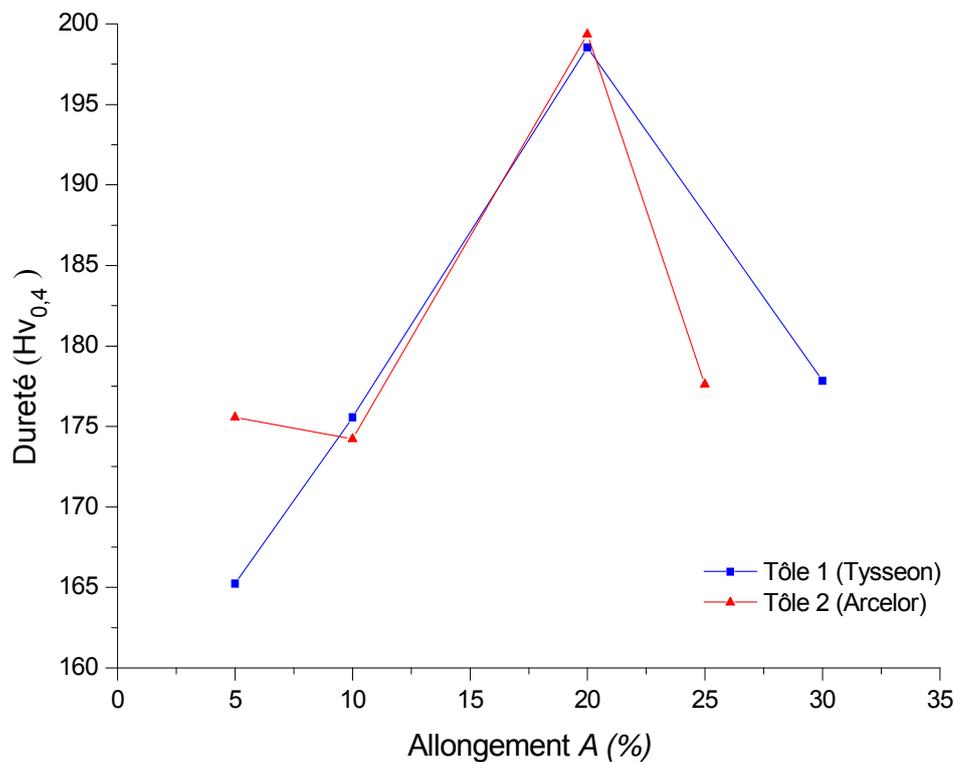


Figure 4.46 : Variations de la dureté des échantillons recuits à la température 820°C, en fonction du taux d'allongement.

- la figure 4.47 montre que la taille moyenne de l'acier 1 recuit à 680°C diminue quand l'allongement augmente jusqu'au taux de 10 %, où elle augmente légèrement, puis chute à une valeur minimale pour le taux de 30%. Par contre la taille moyenne de grain de l'acier 2 diminue avec l'allongement, et chute à partir du taux de 20%.

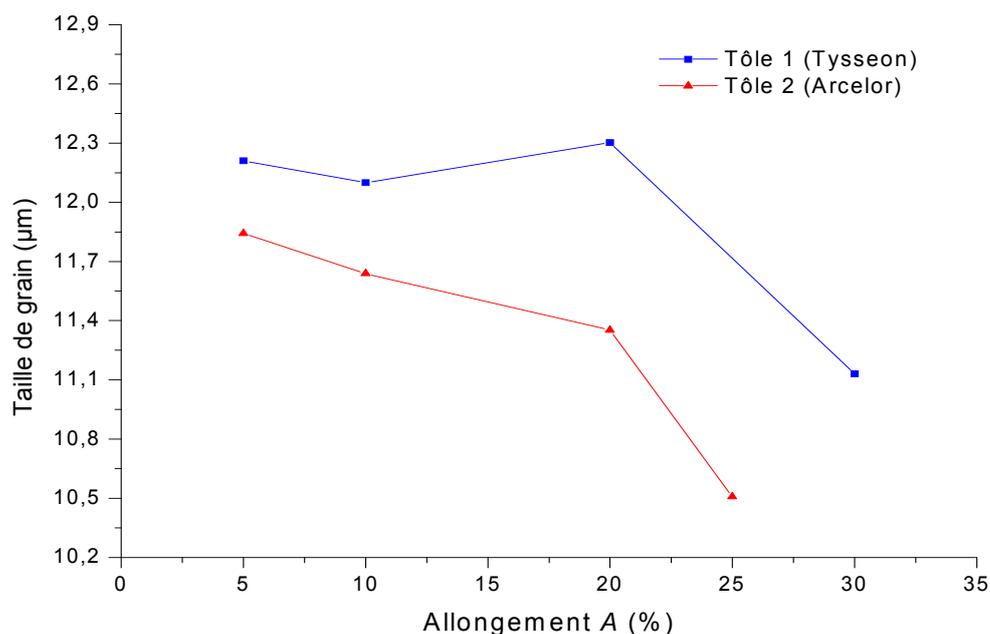


Figure 4.47 : Variations de la taille moyenne de grain de métal recuit à la température 820°C, en fonction du taux d'allongement.

- lors de recuit à la température 820°C, la fraction recristallisée de l'acier 2 augmente avec l'allongement quelque soit le taux, par contre celle de l'acier 1, elle augmente jusqu'au taux de 20%, en suite elle diminue, donc 820°C, la recristallisation de l'acier 1 est retardé pour les taux d'allongement supérieurs à 20%.

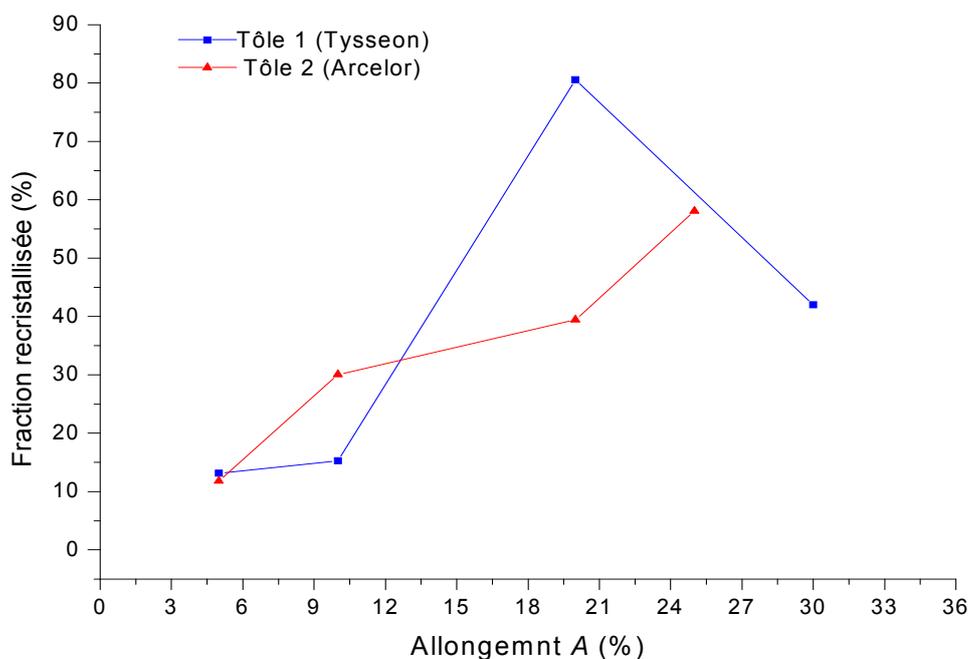
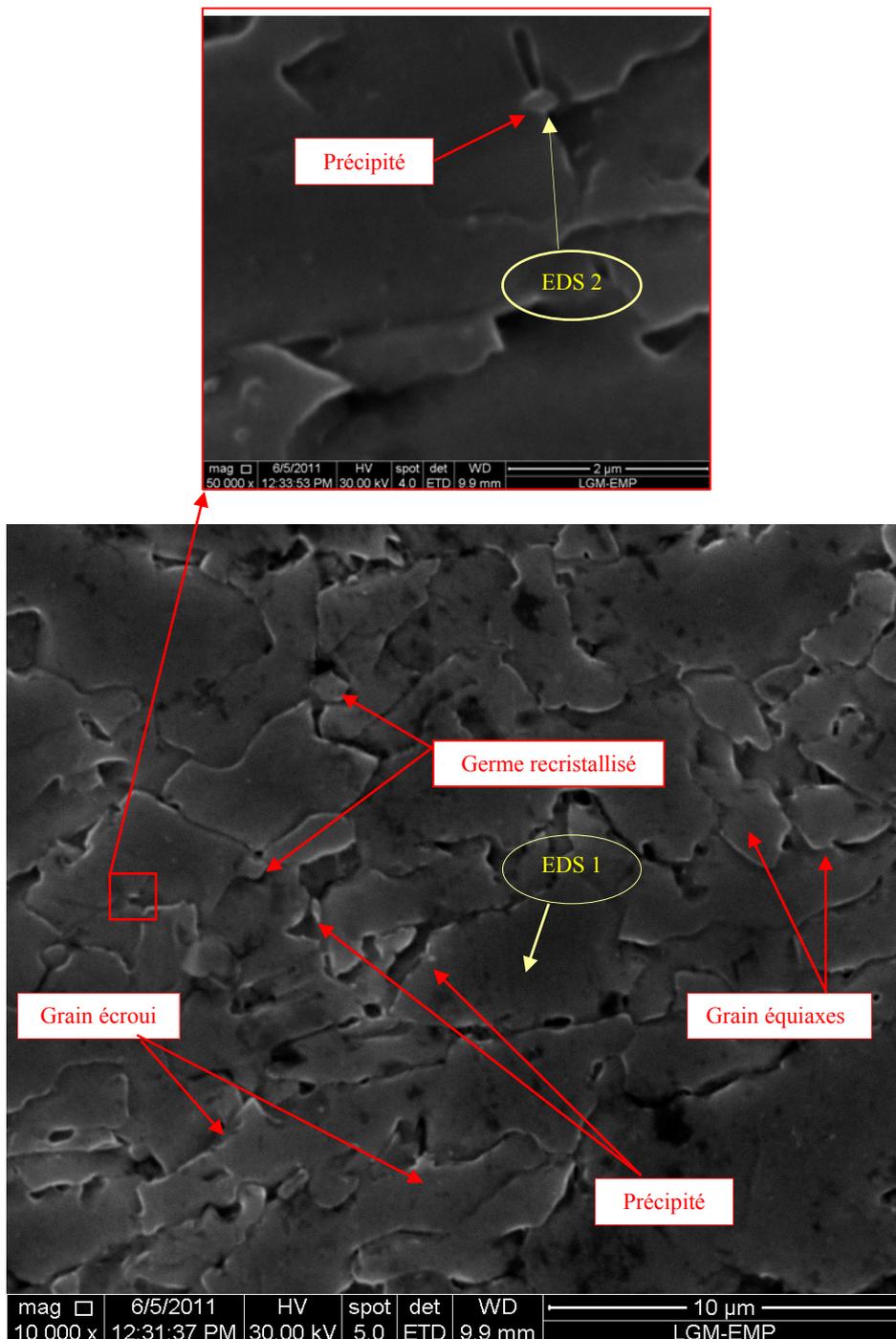


Figure 4.48 : Evolution de la fraction recristallisée des aciers recuits à la température 820°C en fonction du taux d'allongement.

3.3. Observation au MEB et microanalyse chimique de l'acier recuit

a) Acier 1 (Tysseon) à l'état recuit

L'observation au Microscope Electronique à Balayage des échantillons écrouis à 20 % puis recuits à la température 820°C pendant 30 minutes montre que la recristallisation pour l'acier 1 (Tysseon) n'est pas achevée. Elle présente des germes en état de croissance, certains sont en début de recristallisation, certains grains qui sont équiaxes ou de forme polygonale, et d'autres qui sont allongés, ils sont plus convexes que celle de l'acier initial à cause de l'érouissage. Ainsi, de très fines particules de précipités (figure 4.49).



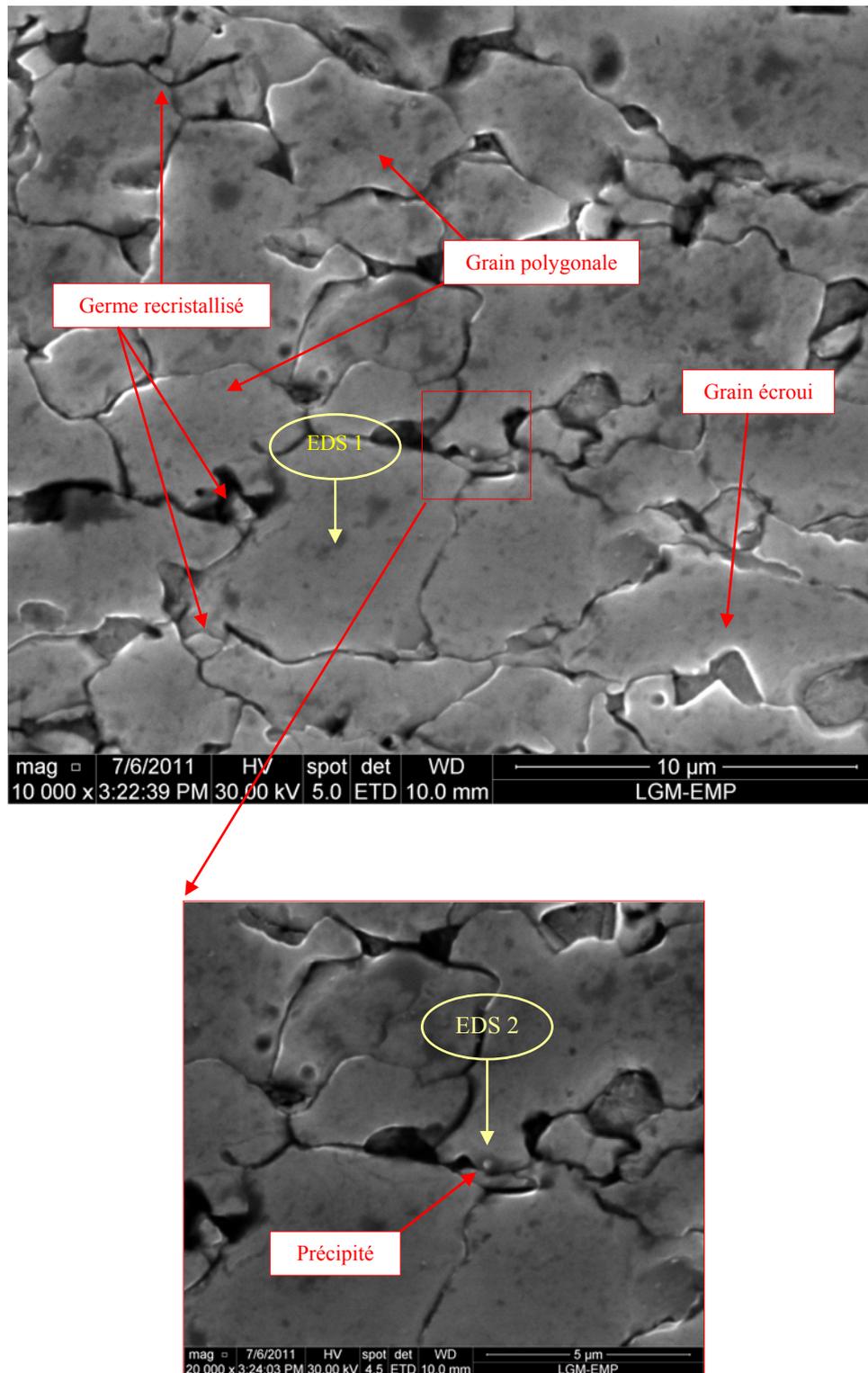


Figure 4.49 : Observation au MEB d'un échantillon de la tôle 1 (Tysseon) déformé à 20% et recuit à 820°C pendant 30 minutes.

La micro-analyse chimique EDS1 de la matrice de l'acier 1 (Tysseon) traité a permis d'identifier les éléments suivants (figure 4.50) : fer, manganèse, carbone, silicium, et aluminium. Ce dernier élément n'apparaît pas dans la matrice de l'acier à l'état initial, peut

être dû au fait que le volume intercepté par le système EDS correspondant à cette particule ne contenait pas de l'aluminium à cause de sa faible teneur.

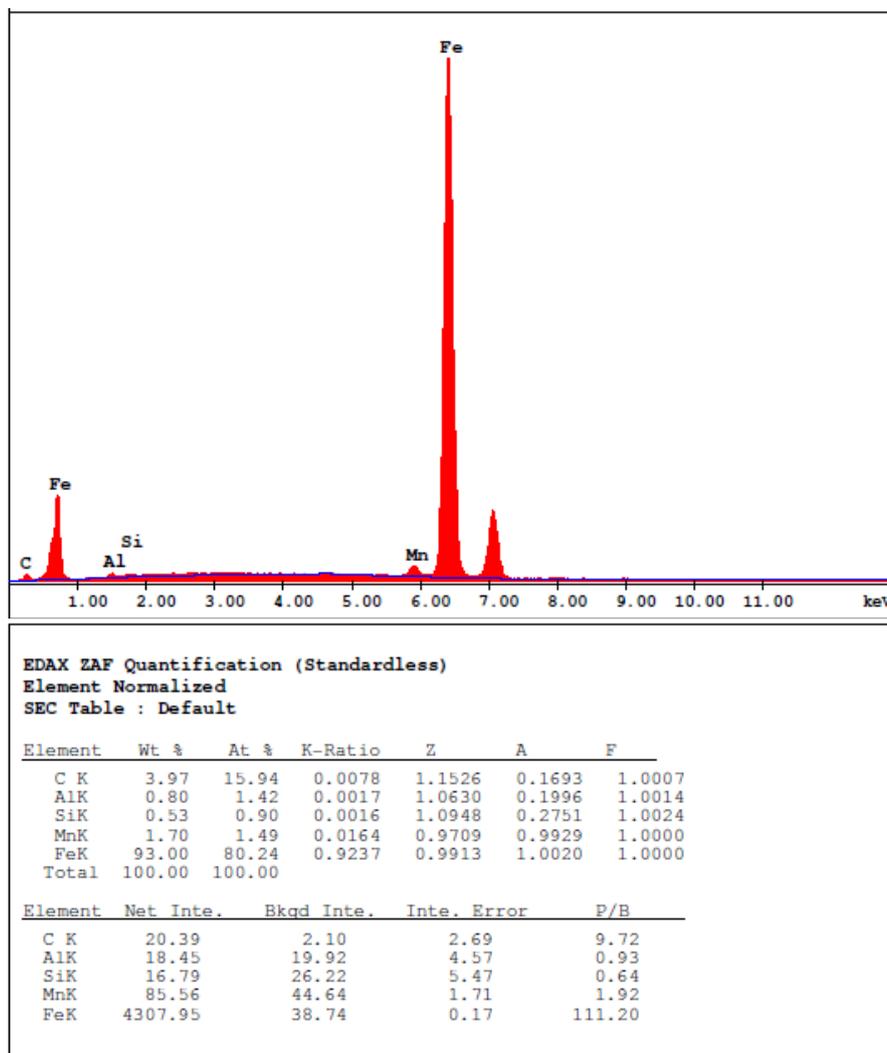
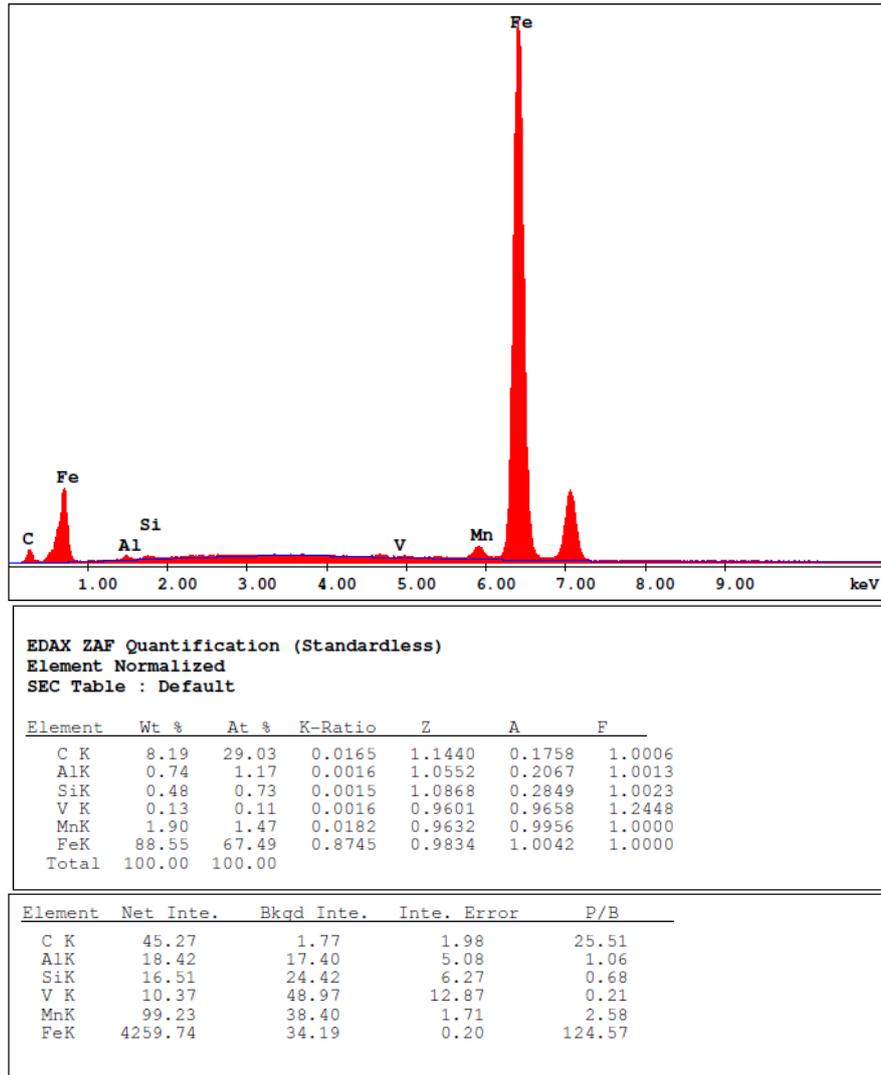


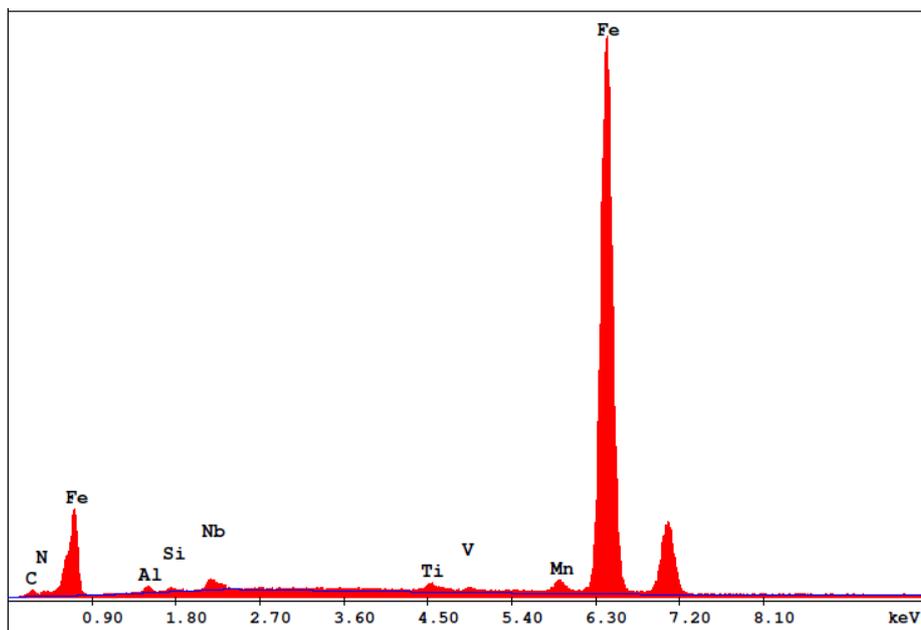
Figure 4.50 : Micro-analyse chimique EDS1 de la matrice de l'acier 1 (Tysseon), après écrouissage à 20% et un recuit à 820°C, pendant 30 minutes.

Par contre, l'analyse EDS 2 de deux particules se trouvant dans l'acier 1 (Tysseon) révèle la présence d'autres éléments en plus de ceux trouvés dans la matrice. Il s'agit du vanadium pour la première particule, et pour la deuxième, on trouve : l'azote, le niobium, le titane et le vanadium (figure 4.51). Ces trois derniers sont des éléments microalliés qui se combinent avec l'azote et le carbone et forment des précipités. Ce qui est justifié par la distribution de la quantité du carbone qui se concentre plus dans la zone des précipités.

- Particule 1



- Particule 2



EDAX ZAF Quantification (Standardless)						
Element Normalized						
SEC Table : Default						
Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
C K	3.23	13.18	0.0062	1.1537	0.1674	1.0006
AlK	1.15	2.09	0.0024	1.0641	0.1998	1.0014
SiK	0.80	1.40	0.0024	1.0959	0.2740	1.0024
TiK	0.44	0.46	0.0047	0.9886	0.9326	1.1579
V K	0.33	0.32	0.0038	0.9688	0.9596	1.2414
MnK	2.12	1.89	0.0204	0.9719	0.9891	1.0000
FeK	91.92	80.67	0.9112	0.9923	0.9990	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
C K	6.08	0.70	4.72	8.75
AlK	9.91	4.46	4.60	2.22
SiK	9.47	5.46	5.01	1.73
TiK	12.31	8.89	4.68	1.38
V K	9.05	8.73	5.98	1.04
MnK	39.45	8.96	2.02	4.40
FeK	1578.90	9.27	0.27	170.37

Figure 4.51 : Micro-analyse chimique EDS 2 des précipités dans l'acier 1 (Tysseon), après un écrouissage à 20% suivant d'un recuit à 820°C pendant 30 minutes.

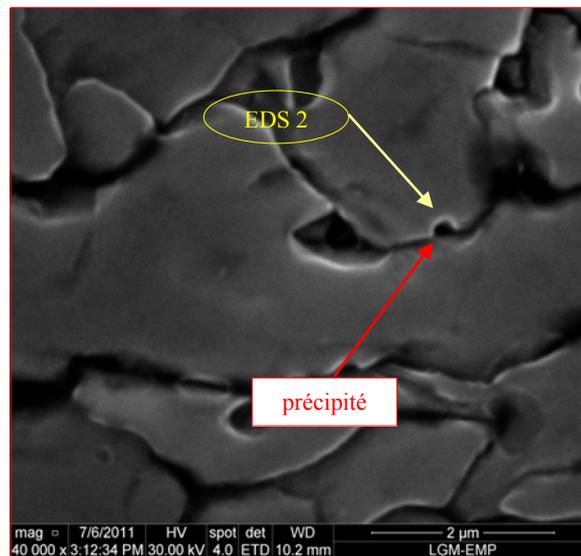
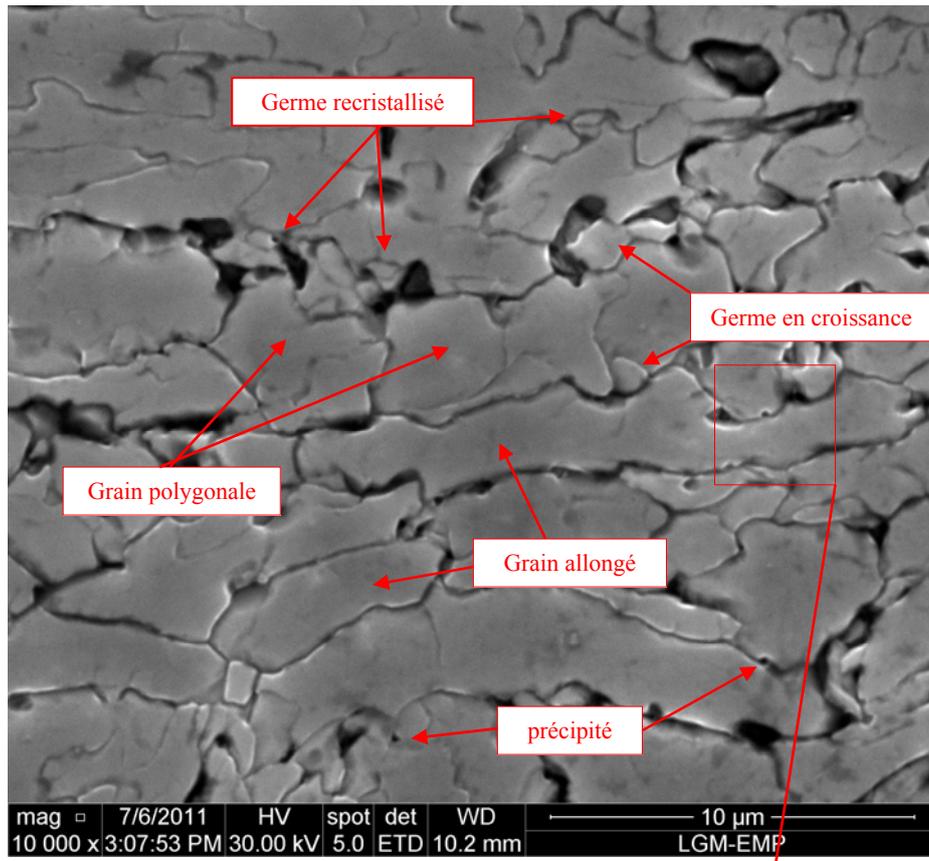
Pour le niobium, le précipité le plus probable à se former est le carbonitride $\text{NbC}_{0,8}\text{N}_{0,14}$, ce qui explique déjà, la révélation de l'azote. Ce carbonitride est considéré parmi les précipités les plus fins, ce qui acquiert un durcissement global très intéressant dans le matériau. Il est également le plus efficace pour freiner la recristallisation, ce qui est utilisé dans le laminage contrôlé.

Pour les cas de vanadium, les précipités les plus courants sont le carbure VC et le nitrure VN, et pour le cas du titane, il s'agit du carbure du titane TiC, dans une certaine mesure le nitrure de titane TiN, et, dans certains cas, le carbonitride de titane (TiCN) [4-2].

Dans tous les cas, ces précipités permettent l'amélioration des propriétés des aciers à haute limite d'élasticité.

b) Acier 2 (Arcelor) à l'état recuit

La même chose est observée au MEB, pour le cas de l'acier 2 (Arcelor), la figure 4.52 présente des grains de forme polygonale, certains sont allongés, d'autres équiaxes ou de forme d'aiguilles, des germes recristallisés, certains en état de croissance, et d'autre au début de germination, on remarque aussi la présence des précipités.



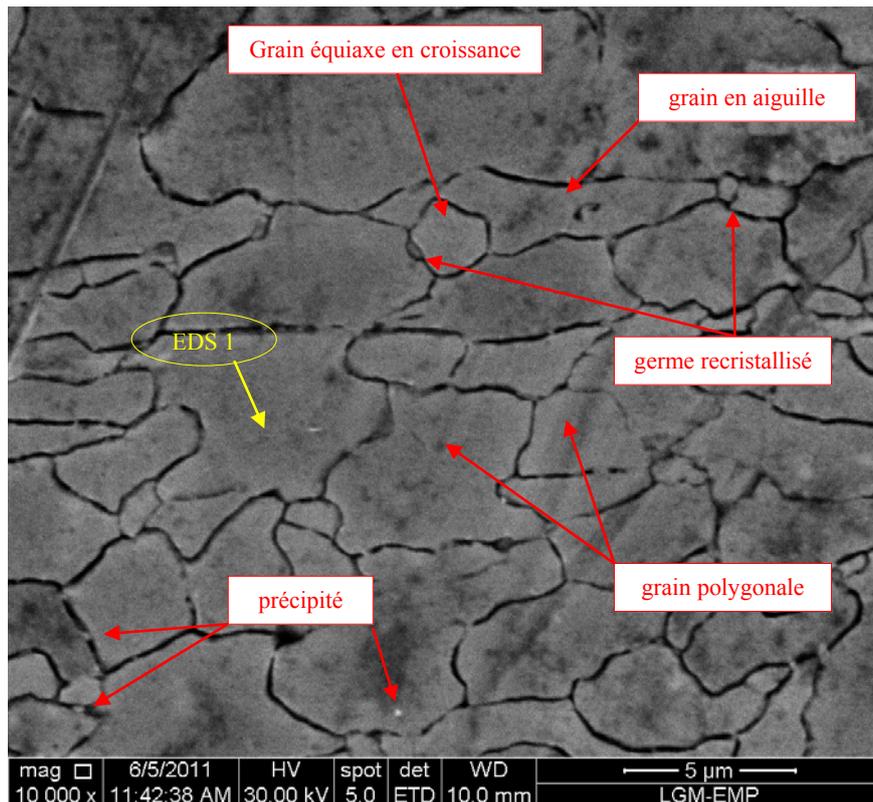
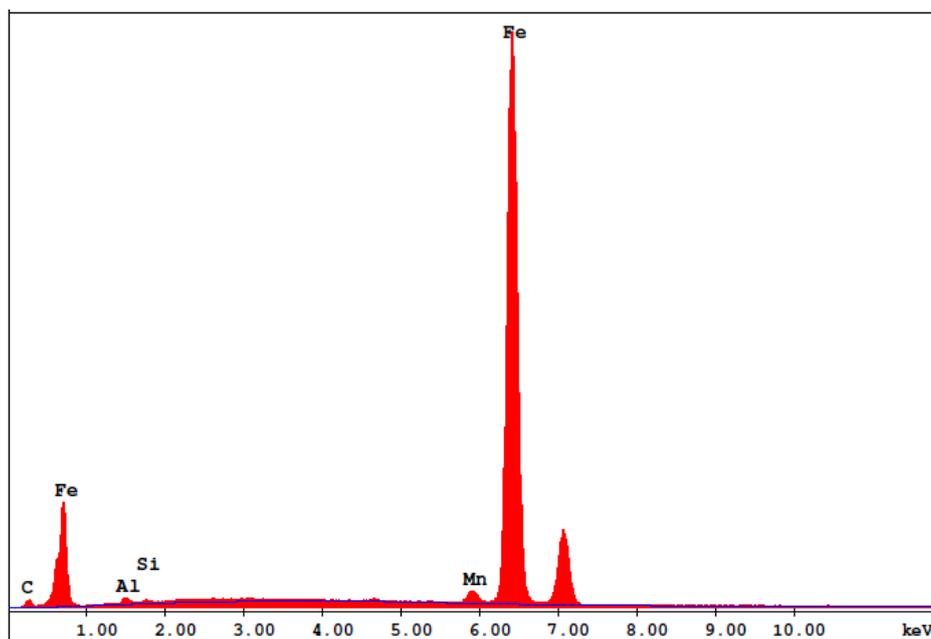


Figure 4.52 : Observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon de la tôle2 (Arcelor), déformé à 20%, et recuit à 820°C, pendant 30 minutes.

L'analyse chimique quantitative des particules EDS 1, de la matrice de l'acier 2 (Arcelor), après traitement, a donné les mêmes éléments que ceux trouvés à l'état initial. Il s'agit du fer, du manganèse, du carbone, du silicium et de l'aluminium (figure 4.53).

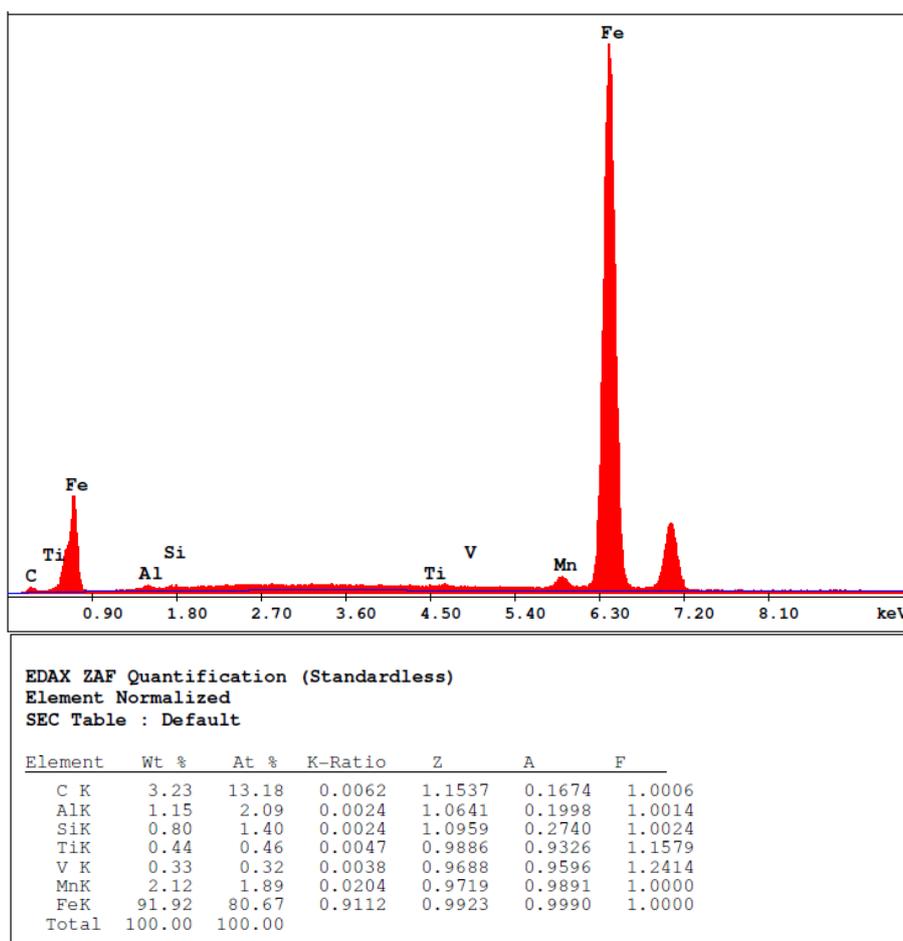


EDAX ZAF Quantification (Standardless)						
Element Normalized						
SEC Table : Default						
Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
C K	4.43	17.45	0.0086	1.1513	0.1694	1.0007
AlK	1.18	2.07	0.0026	1.0619	0.2063	1.0014
SiK	0.54	0.91	0.0017	1.0936	0.2833	1.0024
MnK	1.75	1.51	0.0169	0.9697	0.9934	1.0000
FeK	92.10	78.07	0.9138	0.9901	1.0021	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkqd Inte.	Inte. Error	P/B
C K	22.78	2.17	2.50	10.51
AlK	27.36	17.87	3.18	1.53
SiK	17.12	23.96	5.15	0.71
MnK	84.08	40.98	1.68	2.05
FeK	4077.42	37.07	0.17	109.98

Figure 4.53: Micro analyse chimique EDS1 de la matrice de l'acier 2 (Arcelor), après écrouissage à 20% et un recuit à 820°C, pendant 30 minutes.

Par contre, l'analyse EDX 2 des particules dans l'acier 2 (Arcelor) après traitement révèle la présence d'autres éléments en plus de ceux trouvés dans la matrice, il s'agit d'éléments microalliés : le titane et le vanadium (figure 4.51). Ces éléments se présentent sous forme de carbure de titane et de carbure de vanadium, respectivement.



Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
C K	6.08	0.70	4.72	8.75
AlK	9.91	4.46	4.60	2.22
SiK	9.47	5.46	5.01	1.73
TiK	12.31	8.89	4.68	1.38
V K	9.05	8.73	5.98	1.04
MnK	39.45	8.96	2.02	4.40
FeK	1578.90	9.27	0.27	170.37

Figure 4.54 : Micro-analyse chimique d'un précipité dans un échantillon de la tôle 2, écroui à 20 % et recuite à 820°C pendant 30 minutes, par l'EDS à l'aide de microscope électronique à balayage.

3.3.1. Influence du traitement de recuit sur l'apparition des éléments chimiques

La micro-analyse chimique par l'outil EDS, à l'aide du microscope électronique à balayage MEB, pour l'acier 1 (Tysseon) et l'acier 2 (Arcelor), à l'état initial et après écrouissage suivi d'un traitement de recuit, permet de constater les résultats suivants :

- la matrice des deux aciers est constituée essentiellement des mêmes éléments suivants : le fer, le manganèse, le carbone, le silicium et l'aluminium. Après écrouissage suivi de recuit, il n'y a apparition d'aucun autre élément, mais on remarque une légère variation de la quantité de ces éléments. Pour le carbone, la quantité est voisine entre les deux aciers à l'état initial, et cela malgré que l'acier 1 (Tysseon) contienne une teneur supérieure à celle de l'acier 2 (Arcelor). On constate que la différence est située dans les phases secondaires (précipités).

Après le traitement, on remarque une légère augmentation de la quantité du carbone dans la matrice, elle est plus marquée dans l'acier 2 (Arcelor). Cette augmentation est due à l'apparition de nouveaux joints de grains au cours de la recristallisation. A ce stade là, le nombre de joints de grains dans l'acier 2, qui est en plein processus de germination, est plus grand que celle de l'acier 1, qui subit l'étape de fin de croissance des germes. Ce qui augmente la quantité du carbone logé dans ces nouveaux joints, dans la matrice de l'acier 2.

- par contre, l'analyse de certaines phases secondaires (précipités) de deux tôles révèle la présence d'autres éléments que ceux trouvés dans leurs matrices. Il s'agit du chrome, en plus du vanadium pour l'acier 2 (Arcelor). Ce dernier se présente sous forme de carbure de vanadium. Après écrouissage suivi de recuit, le chrome n'apparaît pas dans les deux aciers, mais l'analyse révèle d'autres éléments en plus du vanadium. Pour l'acier 1 (Tysseon), on trouve : l'azote, le niobium, et le titane, et pour l'acier 2, on a le titane. On constate la possibilité de présence des carbures dans les deux tôles, et la présence en plus, de nitrures et de carbonitrures dans l'acier 1. Ces derniers, de taille ultrafine, de l'ordre de 5 à 10 nm, sont difficiles à identifier par MEB. Après traitement, il est possible qu'ils aient subi une légère coalescence, ce qui a permis de les révéler.

3.4. Caractérisation par diffraction des rayons X de l'acier recuit

La figure 4.53 présente les diagrammes de diffraction des rayons X de l'acier écroui à 20 % et recuit à la température 820°C, pendant 30 minutes, pour le cas des deux tôles. Elle est marquée par la présence d'un pic principal et de deux autres pics de faible intensité.

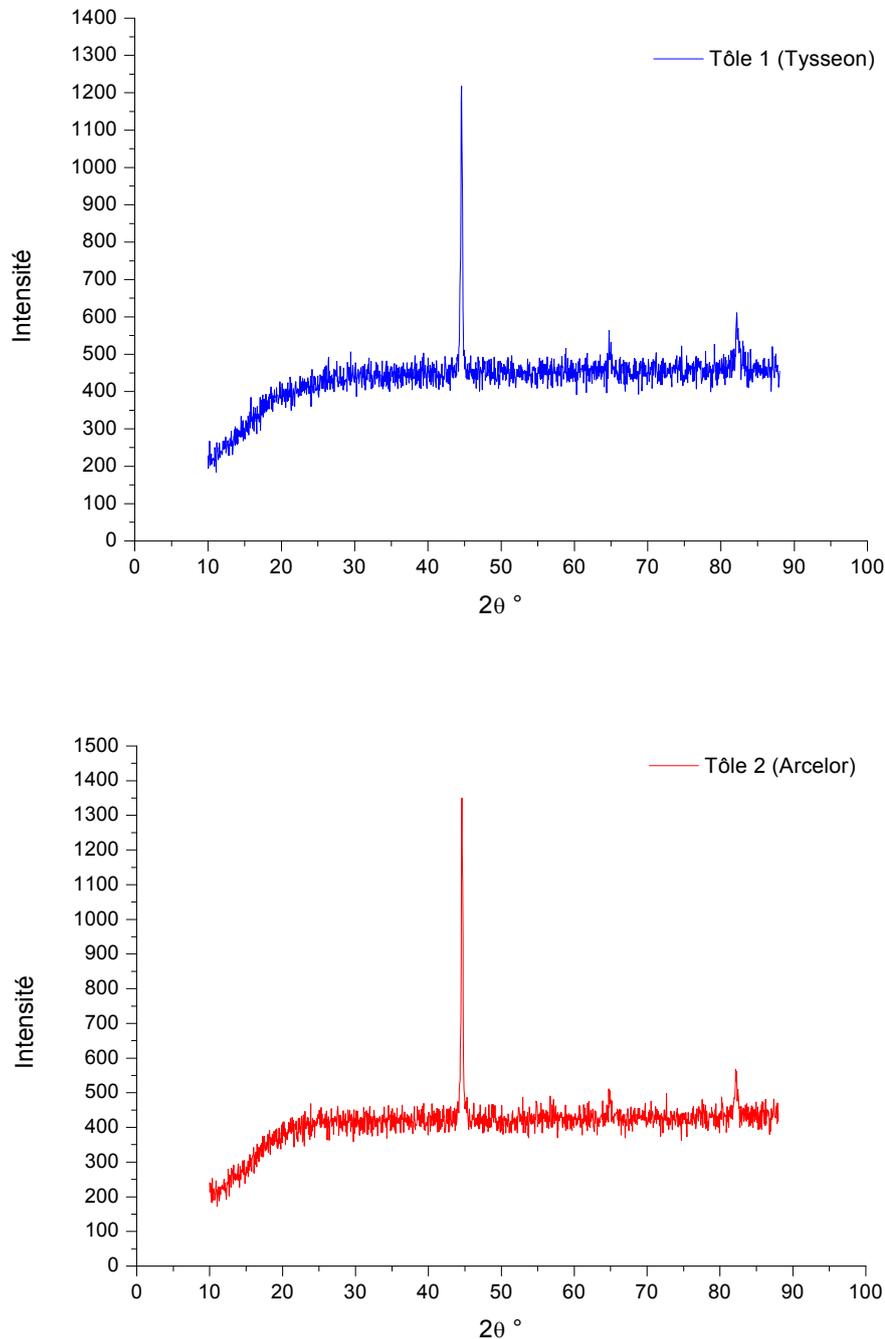


Figure 4.53 : Diagramme de diffraction des RX de l'acier écroui à 20 % et recuit à 820°C, pendant 30 minutes, pour les deux tôles.

Après le traitement et l'analyse des diagrammes avec le logiciel OriginPro (figure 4.54), l'indexation des pics par comparaison avec les fiches ASTM a permis l'identification d'une seule phase ; la ferrite (α), et ce pour les deux aciers. Il faut remarquer qu'il y a une seule

orientation principale présentant en position de diffraction de la famille de plans (110). Cette orientation est due au laminage qu'ont subi les deux aciers au cours de leur élaboration. Les deux autres pics supplémentaires de faible intensité ont été attribués aux familles de plans (200) et (211). Par contre, aucune précipitation de phases secondaire n'a été détectée par la DRX. Nous pouvons constater aussi que les raies de diffraction sont en positions angulaires presque analogues à celles des deux aciers à l'état initial.

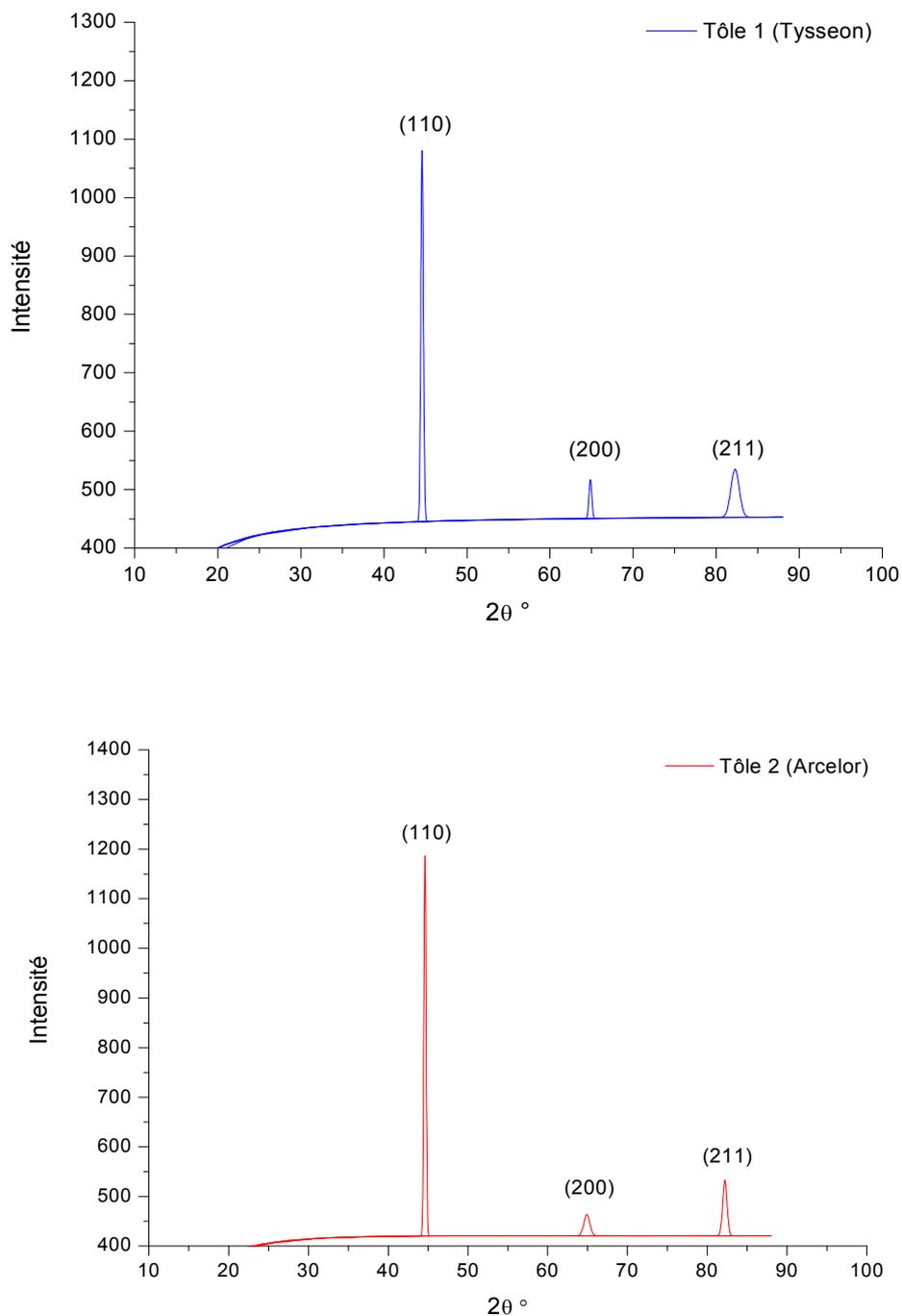


Figure 4.54 : Diagramme de diffraction des RX de l'acier écroui à 20 % et recuit à 820°C, pendant 30 minutes, après traitement et analyse des pics.

Les valeurs caractéristiques des pics correspondant aux aciers initial et traité, pour les deux tôles, sont regroupées dans le tableau 4.6 :

	Pic	Famille de plan (hkl)	2θ	largeur de pic	Largeur du pic à mi-hauteur	D_{hkl}	d_{hkl}	a (A°)	a_{moy} (A°)
Tôle 1 (Tysseon) initial	1	(110)	44,64	0,92	0,25	3,53905	2,02828	2,86843	2,869
	2	(200)	64,88	1,42	0,27	2,97477	1,4359	2,87181	
	3	(211)	82,28	1,46	0,48	1,49953	1,17079	2,86783	
Tôle 1 (Tysseon) traité	1	(110)	44,60	1,0995	0,34904	2,51461	2,02996	2,87079	2,871
	2	(200)	64,85	1,0879	0,3845	2,08258	1,43657	2,87313	
	3	(211)	82,27	3,37496	1,17429	0,60844	1,17093	2,86818	
Tôle 2 (Arcelor) initial	1	(110)	44,60	0,75	0,25	3,57351	2,02982	2,8706	2,872
	2	(200)	64,81	0,79	0,31	2,58218	1,4373	2,87459	
	3	(211)	82,14	2,43	0,83	0,8644	1,17245	2,87189	
Tôle 2 (Arcelor) traité	1	(110)	44,62	1,12723	0,31854	2,75519	2,02909	2,86957	2,870
	2	(200)	64,90	2,2175	0,8651	0,92536	1,43558	2,87116	
	3	(211)	82,21	1,91664	0,62837	1,13765	1,17175	2,87019	

Tableau 4.6 : Valeurs caractéristiques des pics de diagramme DRX des deux tôles à l'état initial et à l'état écroui à 20 %, puis recuit à la température 820°C pendant 30 minutes.

D'après les valeurs du tableau 4.6, on remarque que les pics correspondant à l'acier 1 (Tysseon) à l'état traité sont déplacés légèrement vers la gauche, dans le sens des faibles angles, par rapport à celles de l'état initial. Ce déplacement est directement lié aux variations de la distance interarticulaire, où l'on observe qu'elle diminue après le traitement de recuit ; une conséquence de la déformation plastique retenue, puisqu'ils restent toujours des grains écrouis, vu que la recristallisation est partielle à cet état. Il en résulte qu'à ce stade, l'état des contraintes de l'acier initial est plus stable que celui de l'acier traité. Le contraire est observé dans l'acier 2 (Arcelor) après recuit, où ces pics de diffraction sont déplacés vers la droite, et la distance réticulaire augmente par rapport à son état initial. On constate que les contraintes dues à la déformation de l'acier 2 sont relaxées après le recuit, et qu'elles sont plus faibles que dans son état initial, malgré que le processus de recristallisation soit partiel.

On remarque aussi que l'intensité et la largeur du pic principal augmente pour les deux aciers après le traitement de recuit, et qu'elle est supérieure dans l'acier 2, contrairement à ce qui a été observé à l'état initial. Le même inversement des valeurs est observé pour les deux autres pics de faible intensité. Cette modification de la forme et de l'intensité des pics dans le diffractogramme est liée aux phénomènes de recristallisation et aux changements morphologiques qu'ont subis les grains dans la structure des deux aciers lors de l'écrouissage et du traitement de recuit. Elle est due principalement à la désorientation des grains, causée par les dislocations et les défauts d'empilement, et à la distribution de la déformation et de la taille des domaines cohérents de diffraction [71].

Cette variation est marquée par la distribution de diamètre moyen des cristallites, qui est en relation étroite avec l'élargissement des pics de diffraction. Ainsi, plus le diamètre moyen des cristallites diminue, plus les pics de diffraction s'élargissent.

Comme le profil du pic de DRX est caractéristique de l'état d'ordre du matériau diffusant, puisque un cristal parfait donne un diagramme de raies symétriques, intenses et fines, avec une largeur à mi-hauteur de l'ordre d'un dixième de degré.

Donc on peut conclure que l'acier 2 (Arcelor) est plus ordonné à cet état (recristallisation partielle) que l'acier 1 (Tysseon) après le traitement, mais moins isotrope que ce dernier.

Sa distribution est illustrée sur la figure 4.55. Elle est estimée pour le pic principal (110) de l'acier 1 (Tysseon), à 66,6% avec un diamètre moyen des cristallites égal à 2,51461 Å, alors qu'elle était de 79,47 % avec un diamètre de 3,54 Å avant le traitement. Cette diminution est compensée par la famille de cristallites d'orientation (211), où sa distribution augmente à 26,5 % avec une taille moyenne plus fine de 0,60844 Å par rapport à l'état initial. La même chose est observée pour le cas de l'acier 2, mais avec une faible variation.

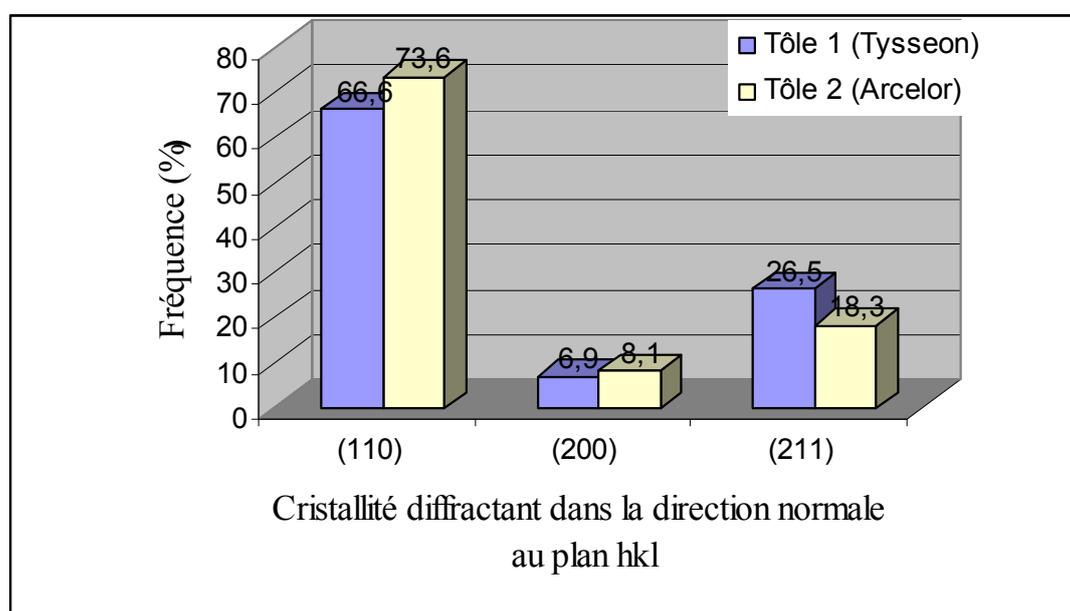


Figure 4.55 : Distribution de la taille des cristallites correspondant à la direction normale au plan (hkl) diffractant, des deux tôles, après écrouissage et traitement de recuit.

Cependant, le paramètre de maille du réseau cristallin des deux aciers après un écrouissage à 20 % puis un recuit à 820°C se rapproche de plus en plus, il est estimé à 2,871 Å pour l'acier 1 (Tysseon) et à 2,870 Å pour l'acier 2 (Arcelor), alors qu'ils étaient à 2,869 Å et 2,872 Å à l'état initial. Nous constatons que la maille de l'acier 1 devient plus contractée après traitement par rapport à celle de l'acier 2, qui subit une légère dilatation.

Il en résulte que l'orientation des grains obtenue après recristallisation partielle est en relation avec celle de l'état initial. Cette relation pourrait être due soit à des relations d'orientation entre les germes de recristallisation et la matrice, soit à la croissance sélective de certains germes bien orientés, où la croissance de ces derniers est favorisée par les précipités.

3.5. Conclusion

L'analyse portée sur l'évolution de la microstructure et des caractéristiques physiques des deux tôles, au cours d'un écrouissage suivi de recuit, montre l'influence du taux d'allongement et de la température de traitement sur les propriétés mécaniques et sur les mécanismes de restauration et de recristallisation. Il en résulte que :

- ✓ La température de début de germination augmente avec l'augmentation de l'allongement, elle est supérieure dans l'acier 1 (Tysseon), jusqu'au taux de 20%. Car la restauration se produit d'abord en diminuant l'énergie emmagasinée sous forme de distorsions élastiques, ce qui réduit la force motrice de croissance des germes et retarde la recristallisation, mais à partir de ce taux (> 20%), la germination commence à une température inférieure à 680°C, pour les deux aciers, avec une vitesse de recristallisation plus supérieure.
- ✓ La vitesse de recristallisation augmente avec l'augmentation de la température et de l'allongement, elle est supérieure pour l'acier 1 (Tysseon) et est favorisée par les taux d'écrouissage élevés.
- ✓ La dureté diminue de la même façon dans les deux aciers, avec l'augmentation de la température, pour les différents taux d'allongements inférieurs à 25%, où elle chute à des valeurs minimales à partir d'une certaine température. Cette chute est retardée vers des températures supérieures en augmentant le taux d'allongement.
- ✓ Les meilleures valeurs de la dureté après traitement, obtenues à la température de recuit de 680°C, pour le taux d'allongement de 19,83 % de l'acier 1 (Tysseon) et de 17,16 % pour l'acier 2 (Arcelor), sont de 257,27 HV_{0,4} et de 246,33 HV_{0,4}, respectivement.
- ✓ La température de restauration pour les deux tôles diminue avec l'augmentation de la température et du taux d'allongement, mais sa vitesse augmente avec ces derniers.
- ✓ A haute température, vers 820°C, la recristallisation précède la restauration, cette dernière est influencée par des taux d'allongement élevés.
- ✓ Pour les taux d'allongement inférieurs à 20 %, la restauration précède la recristallisation, dans l'acier 1 (Tysseon), contrairement à l'acier 2 (Arcelor), mais pour un taux d'allongement de 20 %, elles se font en même temps pour les deux aciers.
- ✓ La taille moyenne des grains dans les deux aciers diminue avec la température à l'état de germination, jusqu'à une valeur critique correspondant au début de croissance de germes, où elle augmente jusqu'à la fin du recuit.
- ✓ Pour un taux d'écrouissage de 20 %, la croissance du grain pour l'acier 1 (Tysseon) commence à partir de la température de 785°C, et pour l'acier 2, elle tend vers sa fin à 820°C, à cette température, on pense que certains germes de l'acier 1 subissent une recristallisation secondaire.
- ✓ Après un écrouissage de 20% et un recuit de 30 minutes à la température 820°C, l'état initial des contraintes de l'acier 1 (Tysseon) est plus stable que celui de l'état traité, mais le contraire est observé pour l'acier 2 (Arcelor). Il en résulte donc que ce dernier devient plus ordonné que l'acier 1 (Tysseon) après le traitement, mais moins isotrope, ce qui est justifié par le paramètre de maille, où la maille devient plus contractée dans l'acier 1, après le traitement, par contre, dans l'acier 2, cette maille subit une légère dilatation.

- ✓ Après une déformation à traction de 20% dans le sens perpendiculaire à la direction du laminage, suivi d'un recuit pendant 30 minutes à la température 820°C, l'orientation des grains obtenue pour les deux aciers est en relation étroite avec celle de l'état initial. On remarque une légère désorientation de certains grains. Cette correspondance pourrait être due, soit à des relations d'orientation entre les germes de recristallisation et la matrice, soit à la croissance sélective de certains germes bien orientés, ou bien à la croissance de ces derniers qui est favorisée par les précipités

- ✓ La matrice des deux aciers est constituée essentiellement des mêmes éléments, en particulier pour le carbone, où la quantité est voisine entre les deux aciers, et cela malgré que l'acier 1 (Tysseon) contienne une teneur supérieure à celle de l'acier 2 (Arcelor). On constate que la différence est située dans les joints de grains et les phases secondaires (précipités) ; en effet, la microanalyse de ces précipités estime la présence de carbure de vanadium dans les deux aciers, mais en plus, des nitrures et des carbonitrures tels que (TiN Nb, VN, TiC, C_{0,8} N_{0,14}, TiC) dans l'acier 1 (Tysseon), ce qui justifie les meilleures propriétés mécaniques de cet acier par rapport à celle de l'acier 2.

Conclusion générale

Le but de ce travail a été la comparaison des caractéristiques de deux aciers à haute limite d'élasticité grade API X70 de dénomination différente (Arcelor et Tysseon), utilisés en Pipeline pour le transport du gaz à grand diamètre, ce qui permet de faire un meilleur choix des propriétés, et de réduire de façon significative le coût du transport. Ensuite d'étudier l'influence du taux de déformation et de la température de recuit sur leurs microstructures et sur leurs propriétés mécaniques. Pour cela :

✓ Nous avons procédé à une analyse chimique des deux tôles reçues, afin de comparer la différence en composition d'éléments d'alliages présents, puis une micro-analyse des particules existantes dans le matériau par la technique de caractérisation EDAX. Cette dernière a révélé que la matrice des deux aciers HLE est constituée essentiellement des mêmes éléments, en particulier pour le carbone, où la quantité est voisine entre les deux aciers, et cela malgré que l'acier 1 (Tysseon) contienne une teneur supérieure à celle de l'acier 2 (Arcelor). On constate que la différence est située dans les joints de grains et les phases secondaires (précipités) ; en effet, la microanalyse de ces précipités estime la présence de carbure de vanadium dans les deux aciers, mais en plus, des nitrures et carbonitrures tels que (TiN Nb, VN, TiC, C_{0,8} N_{0,14}, TiC) dans l'acier 1 (Tysseon), ce qui justifie les meilleures propriétés mécaniques de cet acier par rapport à celle de l'acier 2. Par contre, ce dernier présente une meilleure soudabilité.

✓ Nous avons procédé à une analyse microstructurale par observation en microscope optique et électronique MEB. Elle montre que l'acier 2 de microstructure ferrite polygonale et ferrite aciculaire présente une taille moyenne des grains inférieure à celle de l'acier 1 de microstructure ferrite polygonale, ceci s'explique par le pourcentage de la ferrite aciculaire qu'il contient, puisque celle-ci est caractérisée par une finesse des plaquettes obtenues par une machine de refroidissement accéléré [30]. En plus, la distribution de taille est plus homogène dans l'acier 2 (Arcelor) contenant un pourcentage de ferrite aciculaire. Ceci peut être expliqué par la différence en quantité d'éléments microalliés, en particulier celle du niobium qui homogénéise la microstructure [40] [35], où l'acier 2 contient la valeur de 0,068 % supérieure à celle de l'acier 1 qui est de 0,055 %. Cette homogénéité de microstructure conduit à une homogénéité des propriétés, ce qui a été confirmé par la diffraction des rayons X, où l'acier 2 est plus isotrope.

✓ Nous avons utilisé la technique de diffraction des rayons X. Après avoir indexé les différentes raies présentes sur les diffractogrammes, nous avons pu confirmer l'existence d'une seule phase : la ferrite α pour les deux aciers HLE. Les valeurs des paramètres de maille sont en bon accord avec ceux de la littérature. L'acier 2 (Tysseon) présente un paramètre de maille plus fort à cause de l'importante densité de dislocations contenue dans les cristaux de la ferrite aciculaire par rapport à celle de la ferrite polygonale, donc l'acier 1 (Tysseon) est plus ordonné, par contre, l'acier 2 est plus isotrope, car la distribution du diamètre moyen des cristallites est bien répartie dans son réseau, plus que ce n'est le cas dans l'acier 1.

✓ Nous avons réalisé des essais de traction aux éprouvettes issues des deux tôles étudiées et complétés par les essais de dureté et de microdureté, à fin de relever les caractéristiques mécaniques et comparer leurs propriétés. Nous avons constaté que les

propriétés mécaniques et la soudabilité des deux tôles sont celles des aciers HLE, exigées par la norme API, et sont donc aptes à l'utilisation en pipeline, et que les caractéristiques mécaniques de l'acier 1 (Tysseon) sont supérieures à ceux de l'acier 2 (Arcelor), il est donc plus ductile, plus dur et plus résistant. Cela est justifié par la différence en teneur de l'élément silicium, utilisé pour le renforcement de la solution solide, et du taux de carbone qui sont supérieures dans l'acier 1.

✓ Nous avons pu constater que les deux aciers présentent un comportement élastique voisin, par contre, ils se différencient dans le domaine plastique, où l'acier 1 (Tysseon) est caractérisé par un allongement supérieur dans le domaine de déformation plastique homogène, il s'érouit donc et se consolide plus que l'acier 2, ce qui est confirmé par leur coefficient d'érouissage supérieur. Par contre, l'acier 2 (Arcelor) présente un domaine de striction plus large, c'est-à-dire que son allongement dans le domaine de déformation plastique localisé (striction) est supérieur, ce qui est observé dans la courbe de traction rationnelle par son domaine de striction qui est plus large, et justifié par les valeurs du coefficient de striction et de l'allongement à la striction, mesurés expérimentalement.

✓ Nous avons fait subir les éprouvettes de traction à un examen fractographique au MEB, celui-ci montre que l'acier 1 (Tysseon) présente une rupture ductile macroscopique, marquée par des lèvres d'arrachement, qui est le signe d'un arrêt de striction et de rupture par cisaillement, et par la présence de bandes de Pierre-Lüder dans l'acier 1 (Tysseon) causées par le décrochage des dislocations ancrées par les atomes en solution solide d'insertion (nuage Cottrell) interstitielles, et qui manifeste sur la courbe de traction par la discontinuité de la limite d'élasticité, et par des cupules paraboliques en microfractographie. Par contre, l'acier 2 (Arcelor) présente une rupture ductile microscopique, marquée par le phénomène d'arrachement de la matière, et par les cupules sphériques en microfractographie.

✓ Nous avons fait subir aux divers échantillons, découpés à partir des éprouvettes de traction déformées à différents taux, des traitements de recuit aux différentes températures. Nous avons ainsi pu mettre en évidence, par métallographie et essais de dureté et microdureté, certains aspects morphologiques associés aux réactions de restauration et recristallisation, tels que:

- pour les deux tôles, le temps de maintien pendant le recuit, qui est de 30 minute, ne permettait pas d'avoir une recristallisation complète, quelques soient le taux d'érouissage et la température de recuit utilisés,

- La température du début de germination augmente avec l'augmentation de l'allongement, elle est supérieure dans l'acier 1 (Tysseon), jusqu'au taux 20%, car la restauration se produit d'abord, en diminuant l'énergie emmagasinée sous forme de distorsions élastiques, ce qui réduit la force motrice de croissance des germes et retarde la recristallisation, mais à partir de ce taux (> 20%), la germination commence à une température inférieure à 680°C, pour les deux aciers, avec une vitesse de recristallisation supérieure.

- La vitesse de recristallisation augmente avec l'augmentation de la température et de l'allongement, elle est supérieure pour l'acier 1 (Tysseon), et favorisée par les taux d'érouissage élevés.

- La dureté diminue de la même façon dans les deux aciers, avec l'augmentation de la température, pour les différents taux d'allongement inférieurs à 25 %, et chute à des valeurs minimales à partir d'une certaine température, cette chute est retardée vers des températures supérieures en augmentant le taux d'allongement. Les meilleures valeurs de la dureté après traitement de recuit sont de 257,27 Hv_{0,4} pour l'acier 1 (Tysseon) et de 246,33 Hv_{0,4} pour l'acier 2 (Arcelor). Elles sont obtenues à une température de recuit de 680°C, et pour un taux d'allongement de 19,83 % pour l'acier 1 (Tysseon) et de 17,16 % pour l'acier 2 (Arcelor),

✓ Après une déformation à traction de 20% dans le sens perpendiculaire à la direction du laminage, suivi d'un recuit pendant 30 minutes à la température 820°C, la caractérisation par diffraction des rayons X a montré que :

- l'orientation des grains obtenue pour les deux aciers est en relation étroite avec celle de l'état reçu initial, on ne remarque qu'une légère désorientation de certains grains. Cette correspondance pourrait être due, soit à des relations d'orientation entre les germes de recristallisation et la matrice, soit à la croissance sélective de certains germes bien orientés, où la croissance de ces derniers est favorisée par les précipités.

- la maille de l'acier 1 (Tysseon) se contracte, car la recristallisation à cet état est partielle, et ne permet pas la restauration du matériau écroui. Par contre l'acier 2 (Arcelor) subit une légère dilatation, et cela malgré que la recristallisation soit partielle, cela est dû à la transformation partielle de la ferrite aciculaire (de plus forte densité de dislocation) existant à l'état initial avant déformation et traitement de recuit, en ferrite polygonale.

Perspectives

L'analyse des résultats ouvre la voie à plusieurs perspectives, parmi lesquels :

- ❖ Faire un traitement de recuit pour des maintiens de temps supérieurs à 30 minutes.
- ❖ Une observation au microscope électronique à transmission pour identifier les particules de phase secondaire, et l'étude de l'influence des microalliés et leur précipitation sur les propriétés du matériau.
- ❖ Le suivi de l'évolution des textures par la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD : Electron Back Scattering Diffraction) à différents angles de la direction de laminage.
- ❖ Étude et modélisation de la transition rupture ductile-fragile dans ces aciers.

Référence Bibliographique

- [1]: F. ARYA. Effect of cool deformation on mechanical properties and microstructure of Nb microalloyed steels, Master of Engineering, Department of Mining and Materials Engineering McGill University Montreal, Canada (August 2008).
- [2]: M. GRUMBACH. Technique de l'ingénieur. Aciers microalliés, M 4 525.
- [3]: A. S. BILAT. Estimation du risque de rupture fragile de soudure de pipelines en aciers à haut grade: caractérisation et modélisation, thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (Juin 2007).
- [4]: M. GRUMBACH. Technique de l'ingénieur: Acier d'usage général, M 305.
- [5]: P. E. REPAS. Metallurgical fundamentals of HSLA steels. World Materials Congress Chicago, Microalloyed HSLA Steels proceeding, p. 3-14 (1988).
- [6]: P. CHOQUET P, H. BIAUSSER, J. GENET et J.J. AERNOUT. Optimization of the hot rolling of high grade pipeline steels at the hot strip mill. World Materials Congress Chicago, Microalloyed HSLA Steels proceedings, p. 571-580 (1988).
- [7]: A. LE BON. Le laminage contrôlé des produits plats. CIT n°2, p. 278 (1979).
- [8]: A. MKADDEM et Alain POTIRON. Technique de l'ingénieur. Étude expérimentale du pliage de tôles: application aux aciers HLE, p. 6-7, BM 7 514.
- [9]: C. ROSSARD. Simulation du laminage contrôlé de divers aciers. Recristallisation pendant la déformation et conséquences pour l'efficacité du traitement thermomécanique. Rev. Métallurgie (F) 65, n°3, p. 181-95 (Mars 1968).
- [10]: T. KUNITAKE. Progrès récents dans le domaine des aciers soudables à haute résistance pour tôles fortes et dans la recherche fondamentale correspondante. Recent development in the field of welding high strength steel Nüremberg, p. 41-50 (1971).
- [11]: J. LECLERC. Aciers soudables à haute limite d'élasticité. Eléments intervenant dans le choix d'une composition chimique en fonction des traitements thermomécaniques appliqués en cours ou après laminage. Communication à la Soc. Ing. Soudeurs (29 Juin 1972).
- [12]: USINOR-IRSID-DILLING. Mise au point de schémas de laminage. Méthodes de simulation. Rev. Métallurgie (F) n°4, p. 297-328 (Avril 1975).
- [13]: G. MURRY. Technique de l'ingénieur. Transformations dans les aciers, M 1 115.
- [14]: J. HERTZ. Technique de l'ingénieur. Diagrammes d'équilibre. Alliages binaires, M 70.

- [15]: S. SEKINO et T. FUJISHIMA. Yield stress and other tensile properties of nitrogen or carbon charged pure iron. Trans. Japan Inst. Metals 7, n°2, p. 142-8 (1966).
- [16]: M.P. SIDEY. Effects of aluminium nitride on the properties of steel. Iron and Steel (GB), p. 268-75 (Juin 1967).
- [17]: M. GRUMBACH et G. SANZ. Le vieillissement après écrouissage des aciers. CIT du CDS, n°5, p. 1285-341 (1970).
- [18]: A. CONSTANT, M.GRUMPACH et G. SANZ. Etude des transformations de l'austénite et de l'évolution des précipités dans les aciers à dispersoïdes. Conséquences pratiques. Rev. Métallurgie (F) 67, n°11, p. 913-30 (Novembre 1970).
- [19]: G.R SPEICH et D.S DABKOWSKI. Effect of deformation in the austenite and austenite-ferrite regions on the strength and fracture behavior of C, C-Mn, C-Mn-Nb and C-Mn-Mo-Nb steels. Processing of AIME Conference Cleveland, New York, J B Balance Editor, p. 557-97, CBMM International (Août 1976).
- [20]: A. COOLEN et M. JEANNEAU. Le laminage contrôlé des tôles fortes. Rev. Métallurgie (F), p. 711-24, 8-9 (Sept 1980).
- [21]: J.M. RODRIGUEZ-IBAHA, I. GUTTIEREZ et B. LOPEZ. Microalloying in Steels: Proceedings of international conference, Trans. Tech Publications Ltd, San Sebastian, Espagne (1998).
- [22]: J.J. JONAS. Recristallisation. Materials Science and Engineering A184, p.155-156 (1994).
- [23]: C.M. SELLARS et J.A. WHITEMAN. Metal Science 13, p. 187-194 (1979).
- [24]: Ironmaking and Steelmaking, vol. 24, n°5 (1997).
- [25]: M. NOUREDDINE. Evolution de la microstructure et des propriétés mécaniques de l'acier HSLA X70 lors des réparations par soudage, thèse Magister, Ecole Nationale Polytechnique (2009).
- [26]: A. AYAD. Caractérisation par électron back scattering diffraction (EBSD) de l'évolution des textures de déformation en traction d'un acier doux. Université Mentouri Constantine, p. 9-14, 21-26 (2005).
- [27]: ASM Handbook Volume 8. Mechanical Testing and Evaluation, p. 416, 469-478 (2000).
- [28]: B. CHALMERS. Métallurgie physique, édition DUNOD, p. 166-167, 299-308 (1963).
- [29]: CARRERER et HIBBARD. Acta Metallurgica Vol. 1, p. 661 (1953).

- [30]: R. VILLEGAS. Genèse de la ferrite aciculaire dans les aciers à moyen carbone microalliés au vanadium. Thèse de doctorat, Insitut National Polytechnique de Lorraine, p. 8-10, 60 (2007).
- [31]: R. W. CAHN. Recovery adn recrystallization, Elsevier Science by 1996. J.C.M. Li J. Appl. Phys. 33 (1962), 2958.
- [32]: J. SAAD. Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, these de Doctorat, Université Paris Sud (2004).
- [33]: G. BERNARDN. Métallurgie Générale, Ed Maison. CIE, p. 201 (1969).
- [34]: F. J. HUMPHREYS and M. HATHERLY. Recristllisation and related annealing phenomena, Pergamon Press, p. 188 (1995).
- [35]: R. D. DOHERTY, D. A. HUGHES, F. J. HUMPHREYS, J. J. JONAS, D. JUUL JENSEN. Materials Science and Engineering, Vol A238, p. 219-274 (1997).
- [36]: G. J. MARSHAL and R. A. RICKS, Proc. Recrystallization 92, ed Fuentes Gil Sevillano, San Sebastian, Spain, p. 245 (1992).
- [37]: B. GARDIOLA. Etude de propriétés mécaniques d'aciers HSLA obtenus par CSP en relation avec les textures, microstructures et changements de phase. Thèse de doctroat, Université de Metz, p. 11-19 (Juillet 2002).
- [38]: D WILLIAM, Jr. CALLISTER. Science et Génie des Matériaux, 5^e édition, Edition DUNOD, p.109-115, 162-166 (2001).
- [39]: D. FRANÇOIS. Technique de l'ingénieur: Loi de comportement des métaux: élastoplasticité, viscoplasticité, p. 3, 6-8, M 4 152.
- [40]: S. SHANMUGAM, R.D.K. MISRA, J. HARTMANN and S.G. JANSTO. Microstructure of high strength niobium-containing pipeline steel, Elsevier 2006.
- [41]: J. P. BAÏLON et J. M. DORLOT. Des Matériaux, Presses Internationales Polytechnique
- [42]: D. FRANÇOIS. Technique de l'ingénieur. Essais de rupture, M 126-3.
- [43]: ASM Handbook Vol. 9, Metallography and Microstructures, p. 1413 (2004).
- [44]: Submarine pipeline systems, OFFSHORE STANDARD DNV-OS-F101, p. 1-166 (2000).
- [45]: G. SAADA. Technique de l'ingénieur, L'état métallique: déformation plastique, M 45-4.
- [46]: J. H. DRIVER. Journal de physique, Colloque C3 supplément au journal de physique III, volume 5 (Avril 1995).