

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
Centre de Recherche en Technologies Industrielles

Projet de Fin d'Etudes
pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'Etat
en Génie des Matériaux

Thème

Caractérisation microstructurale et micromécanique d'un
assemblage X60/316L, réalisé par Cladding, après
déformation par laminage à chaud.

Présenté par :

AOUIDAD Ines
SIAD Serine

Encadré par :

A. KASSER (MCA) ENP.
N. KHERROUBA Docteur CRTI.

Devant le jury :

Président
Examineur

Dr. K. ABADLI
Pr. M. LARIBI

ENP
ENP

ENP 2022

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
Centre de Recherche en Technologies Industrielles

Projet de Fin d'Etudes
pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'Etat
en Génie des Matériaux

Thème

Caractérisation microstructurale et micromécanique d'un
assemblage X60/316L, réalisé par Cladding, après
déformation par laminage à chaud.

Présenté par :

AOUIDAD Ines
SIAD Serine

Encadré par :

A. KASSER (MCA) ENP.
N. KHERROUBA Docteur CRTI.

Devant le jury :

Président
Examineur

Dr. K. ABADLI
Pr. M. LARIBI

ENP
ENP

ENP 2022

ملخص :

الهدف من هذا العمل هو دراسة سلوك مجموعة مكونة من فولاذ عالي المرونة وفولاذ أوستنيتي غير قابل للصدأ تنتجه عملية الكسوة ، تحت تأثير الضغوط الخارجية. تم إجراء التوصيفات المجهرية والميكانيكية على المواد المتعددة بأكملها وكذلك في الواجهة. في هذا العمل ، سلطنا الضوء على أهمية فهم وإتقان جوانب تحويل الطور وآليات إعادة التبلور من أجل تحسين الخواص الميكانيكية عن طريق الحرارة و / أو المعالجة الحرارية.

الكلمات المفتاحية : الكسوة، فولاذ، الفولاذ المقاوم للصدأ ال أوستنيتي، تحويل الطور، التبلو، الصالبة.

Abstract :

The objective of this work is to study the behavior of an assembly composed of a high yield strength steel and an austenitic stainless steel made by the cladding process under the effect of hot working followed by recrystallization annealing. Microstructural and micromechanical characterizations were performed on the whole multi-material and at the interface. In the present work, we have highlighted the importance of understanding and mastering the aspects of phase transformation and recrystallization mechanisms in order to optimize the mechanical properties by thermal and/or thermomechanical treatment.

Keywords: Cladding, HSLA steel, stainless steel, thermomechanical treatment, recrystallization, phase transformation, microhardness, annealing.

Résumé :

L'objectif de ce travail est l'étude du comportement d'un assemblage composé d'un acier à haute limite élastique et d'un acier inoxydable austénitique élaboré par le procédé de Cladding, sous l'effet d'une déformation à chaud suivie d'un recuit de recristallisation. Des caractérisations microstructurales et micromécaniques ont été faites sur l'ensemble du multi-matériau ainsi qu'à l'interface. Dans le présent travail, nous avons mis en évidence l'importance de la compréhension et la maîtrise des aspects de transformation de phases et les mécanismes de recristallisation dans le but d'optimiser les propriétés mécaniques par traitement thermique ou/et thermomécanique.

Mots clés : Cladding, acier HLE, acier inoxydable austénitique, traitement thermo-mécanique, recristallisation, transformation de phase, microdureté, recuit.

Remerciements

Avant toute chose, le plus grand merci revient à notre Dieu qui lui seul nous a donné courage et volonté d'accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à remercier vivement nos promoteurs monsieur A. KASSER et monsieur N. KHERROUBA pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail, pour leurs encouragements, leur disponibilité et leur grande compréhension.

Nous remercions également Mr K. ABADLI pour nous avoir honoré en acceptant de présider le jury et Mr M. LARIBI d'avoir accepté de juger notre humble travail.

Nous n'oublions pas de remercier Mr le directeur d'AGNOR, Mme H. BOUCHAFAA de l'USTHB, Mr A. MANSERI du CRTSE ;

Au centre de recherche CRTI et en particulier à Mr M. DJAMA, I. HADJI, L. RABAHI, Z. BOUTAGHOU, W. BEDJAOUI et N. TADJER qui, de par leurs conseils et bienveillance, nous ont facilité le travail au sein du centre.

Et enfin nous tenons à remercier particulièrement nos parents, qui nous ont permis de réaliser ce travail grâce à leurs encouragements, leurs disponibilités, leurs patiences et leurs conseils avisés et leurs soutiens qui nous ont été très précieux.

Ces remerciements ne seraient pas complets sans associer toutes les personnes ayant contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail.

Merci,

Dédicaces

A mes parents,

Aux êtres qui me sont le plus cher au monde

Devant tous les sacrifices que vous avez faits pour moi, aucune dédicace ne saurait exprimer la grandeur des sentiments que j'ai pour vous.

A mon seul et unique frère,

A toute ma famille,

A tous mes amis sans exception

Ines

Dédicaces

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce travail à :

Ma raison de vivre, qui sans eux je ne serai jamais arrivée là où je suis, qui ont fait des sacrifices pour ma réussite, qui ont toujours cru en moi et qui m'ont toujours soutenu : Mes chers parents.

La prunelle de mes yeux, ma fierté, qui ont toujours su me reconforter : Mon frère Ryadh et ma petite sœur Lina.

A mes grands-parents, oncles, tantes et cousins qui me donnent l'amour et la vivacité.

A mes copines : Rym et Nesrine d'avoir supporté mes crises de panique durant ces cinq années.

A ma binôme Inès, pour son soutien moral et sa compréhension tout au long de notre parcours.

A mes camarades de classe, pour leur respect et gentillesse tout au long du cycle d'ingénieur.

A ceux que j'aime.

Serine.

Table des matières:

Liste des figures :

Liste des tableaux :

Liste des abréviations :

| | |
|---|----|
| Introduction générale : | 13 |
| Partie 1 : Partie bibliographique | 15 |
| Chapitre 1 : Généralités sur les aciers et les procédés de Cladding. | 16 |
| 1.1 Introduction : | 17 |
| 1.2 Définition des aciers : | 17 |
| 1.3 Classification des aciers : | 17 |
| 1.4 Influence des éléments d'alliage : | 18 |
| 1.5 Microstructure des aciers HLE : | 19 |
| 1.6 Traitements thermiques et thermomécaniques : | 20 |
| 1.6.1 Traitements thermiques des aciers : | 20 |
| i. Recuit de recristallisation : | 20 |
| i. Trempe et revenu : | 21 |
| 1.6.2 Traitements thermomécaniques des aciers HLE : | 22 |
| 1.7 Influence du refroidissement sur la microstructure des aciers : | 22 |
| 1.8 Influence de la teneur en carbone sur les propriétés mécaniques : | 23 |
| 1.9 Généralités sur les aciers inoxydables : | 23 |
| 1.10 Définition de l'acier inoxydable : | 24 |
| 1.11 Constitution des aciers inoxydables : | 24 |
| 1.11.1 Influence des éléments d'addition : | 24 |
| 1.12 Diagramme d'équilibre : | 25 |
| 1.12.1 Les diagrammes d'équilibre binaire Fe-Cr : | 25 |
| 1.12.2 Les ternaires Fe-Ni-Cr : | 27 |
| 1.13 Classification des aciers inoxydables : | 28 |
| 1.13.1 Aciers inoxydables ferritiques : | 28 |
| 1.13.2 Aciers inoxydables austénitiques : | 28 |
| 1.13.3 Aciers inoxydables martensitiques : | 29 |
| 1.13.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques : | 29 |
| 1.14 Normalisation et désignation de l'acier inoxydable austénitique 316L : | 29 |
| 1.15 Transformations de phase dans l'acier inoxydable austénitique : | 30 |
| 1.15.2 Précipitation des carbonitrides type MC : | 30 |
| 1.15.3 Précipitation des carbures type M₆C : | 30 |

| | |
|---|----|
| 1.15.4 Les phases intermétalliques : | 31 |
| 1.16 Quelques caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables austénitiques : | 31 |
| 1.17 Le Cladding : | 32 |
| 1.17.1 Cladding par soudage à l'arc : | 32 |
| 1.17.2 Cladding par laminage à chaud : | 33 |
| 1.17.3 Cladding par collage à chaud : | 34 |
| Chapitre 2 : Déformation | 35 |
| 2.1 Introduction : | 36 |
| 2.2 Mécanisme de la déformation plastique : | 36 |
| 2.2.1 Déformation par glissement : | 36 |
| 2.2.2 Déformation par maclage : | 37 |
| 2.2.3 Déformation à chaud : | 38 |
| i. La restauration statique : | 39 |
| ii. La recristallisation statique : | 40 |
| a) La recristallisation primaire (germination et croissance normale) : | 40 |
| b) Recristallisation secondaire (croissance anormale et grossissement des grains) : | 41 |
| 2.3 Précipitation et recristallisation : | 42 |
| Partie 2 : Partie expérimentale | 44 |
| Chapitre 3 : Techniques expérimentales | 45 |
| 3.1 Introduction : | 46 |
| 3.2 Description des matériaux étudiés : | 46 |
| 3.3 Traitement Thermomécanique : | 48 |
| 3.3.1 Le laminage à chaud : | 48 |
| 3.3.2 Découpage : | 49 |
| 3.3.3 Traitements thermiques : | 50 |
| 3.4 Caractérisation expérimentale : | 51 |
| 3.4.1 Caractérisation microstructurale : | 51 |
| 3.4.1.1 Préparation des échantillons : | 51 |
| 3.4.1.1.2 Polissage : | 51 |
| 3.4.1.1.3 Attaque chimique : | 52 |
| 3.4.1.2 Observations microscopiques : | 53 |
| • Traitement d'analyse d'image : | 54 |
| 3.4.1.3 Microscopie électronique à balayage : | 54 |
| 3.4.1.4 La spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) : | 55 |
| 3.4.1.5 Diffraction aux rayons X : | 56 |
| 3.4.2 Caractérisation mécanique : | 58 |
| 3.4.2.1 Essai de microdureté : | 58 |

| | |
|--|----|
| Chapitre 4 : Résultats et discussions | 59 |
| 4.1 Analyse chimique : | 60 |
| a) L'acier inoxydable austénitique : | 60 |
| 4.2 Identification des alliages : | 60 |
| i. Acier au carbone X60 : | 60 |
| ii. Acier inoxydable 316L : | 62 |
| 4.3 Caractérisation microstructurale : | 64 |
| 4.3.1 Microstructure de l'interface : | 65 |
| 4.3.2 Microstructure de l'état de réception : | 67 |
| i. Analyse ponctuelle par EDS : | 69 |
| 4.3.3 Effet du laminage à chaud : | 71 |
| i. Microscopie électronique à balayage : | 72 |
| ii. Les cartographies de l'échantillon laminé non traité : | 75 |
| iii. Analyse linéaire par EDS de l'état laminé : | 75 |
| 4.3.4 Effet du traitement de recuit : | 76 |
| i. Microstructure de l'état traité pendant 2 min : | 77 |
| ii. Microstructure de l'état traité pendant 5 min : | 78 |
| iii. Microstructure de l'état traité pendant 15 min : | 80 |
| iv. Microstructure de l'état traité pendant 30 min : | 80 |
| v. Microstructure de l'état traité pendant 1h : | 81 |
| vi. Microstructure de l'état traité pendant 5h : | 82 |
| 4.4 Détermination de la taille des grains : | 83 |
| 4.5 Analyse par DRX : | 86 |
| i. Acier X60 : | 86 |
| ii. Acier 316L : | 89 |
| iii. Interface : | 91 |
| 4.6 Essai de microdureté : | 92 |
| 4.7 Taille des grains et la microdureté : | 95 |
| Conclusions : | 96 |
| Références Bibliographiques : | 98 |

Liste des figures :

| | |
|--|----|
| Figure 1-1 : Microstructure d'un acier X60 [4]..... | 20 |
| Figure 1-2 : Schéma sur la recristallisation [1]. | 21 |
| Figure 1-3 : Diagramme TRC de l'acier X60 API-5L [6]..... | 23 |
| Figure 1-4 : Diagramme binaire Fe-Cr [4]. | 26 |
| Figure 1-5 : Projection sur le plan température / teneur en chrome d'une coupe d'un diagramme ternaire Fe-Ni-Cr pour des teneurs croissantes en chrome [4] | 27 |
| Figure 1-6 : Coupe isotherme d'un ternaires Fe-Ni-Cr à 1100 °C [4]..... | 28 |
| Figure 1-7 : Microstructure d'un cladding fait par soudage à l'arc [14][15]. | 32 |
| Figure 1-8 : Cladding par laminage à chaud. | 33 |
| Figure 1-9 : Microstructure d'un cladding fait par laminage à chaud [16]. | 33 |
| Figure 1-10 : Microstructure d'un cladding fait par collage à chaud [17]. | 34 |
| Figure 1-11 : Tôles claddées par collage à chaud [18]..... | 34 |
| Figure 2-1 : Déformation plastique par glissement [19] | 37 |
| Figure 2-2 : Modification de la forme d'un grain sous l'effet du glissement a) avant déformation ; b) après déformation [21] | 37 |
| Figure 2-3 : Schéma structure avant/ après restauration statique [25] | 39 |
| Figure 2-4 : Schéma de la recristallisation statique secondaire [27] | 41 |
| Figure 2-5 : Evolution du grain pendant la recristallisation : a) métal écroui (structure anisotrope) ; b) formation de nouveaux grains (nucléation) ; croissance des nouveaux grains (structure équiaxe) [28] | 42 |
| Figure 3-1 : Schéma illustratif du pipeline étudié | 46 |
| Figure 3-2 : Tôle Cladding Acier X 60/316L..... | 47 |
| Figure 3-3 : Dimensions de l'échantillon de réception. | 47 |
| Figure 3-4 : Tour de découpage | 49 |
| Figure 3-5 : Four de modèle « NABERTHERM » | 50 |
| Figure 3-6 : Enrobeuse de modèle « METAPRESS-A » | 51 |
| Figure 3-7 : Polisseuse de type « MECOTECH » | 52 |
| Figure 3-8 : Potentiostat de la marque « Struers® LectroPol-5 » | 53 |
| Figure 3-9 : Microscope optique de type « Nikon® Eclipse LV100ND » équipé d'une caméra de type « Nikon® DS-Fi2 » | 53 |
| Figure 3-10 : Microscope électronique à balayage..... | 55 |
| Figure 3-11 : Schéma représentatifs des émissions électroniques..... | 56 |
| Figure 3-12 : Schéma sur la diffraction des rayons X..... | 57 |
| Figure 3-13 : Diffractomètre à rayon X..... | 57 |
| Figure 3-14 : Microduromètre de la marque « BHIMADZU »..... | 58 |
| Figure 4-1 : Diagramme d'équilibre Fer-Carbone..... | 61 |
| Figure 4-2 : Diagramme pseudo-binaire 70% Fe-Ni-Cr de l'acier inoxydable 316L [30]..... | 63 |
| Figure 4-3 : Diagramme TTT de l'acier inoxydable austénitique AISI 316 [30]. | 64 |
| Figure 4-4 : Microstructure de l'interface l'état de réception avec grossissement $\times 500$ | 65 |
| Figure 4-5 : Micrographie électronique à balayage de l'échantillon de réception à l'interface $\times 250$ | 66 |
| Figure 4-6 : Spectre d'analyse de la composition chimique de l'interface de l'échantillon de réception..... | 66 |
| Figure 4-7 : Microstructure du X60 à l'état de réception avec grossissement $\times 500$ | 68 |
| Figure 4-8 : Microstructure du 316L à l'état de réception avec grossissement $\times 500$ | 68 |

| | |
|--|----|
| Figure 4-9 : Spectre d'analyse de la composition chimique pour l'acier 316 L de l'échantillon de réception. | 69 |
| Figure 4-10 : Spectre d'analyse de la composition chimique pour l'acier X 60 de l'échantillon de réception. | 70 |
| Figure 4-11 : Microstructure du X60 à l'état laminé avec grossissement $\times 500$ | 71 |
| Figure 4-12 : Microstructure du 316L à l'état laminé avec grossissement $\times 500$ | 72 |
| Figure 4-13 : Micrographie électronique à balayage de l'échantillon laminé à l'interface $\times 1000$ | 73 |
| Figure 4-14 : Micrographie électronique à balayage de l'échantillon laminé à l'interface $\times 2500$ | 73 |
| Figure 4-15 : Micrographie électronique à balayage de l'échantillon laminé à l'interface $\times 5000$ | 74 |
| Figure 4-16 : Micrographie électronique à balayage de l'échantillon laminé à l'interface $\times 10000$ | 74 |
| Figure 4-17 : Cartographies de l'échantillon laminé. | 75 |
| Figure 4-18 : Profil analyse linéaire dans l'échantillon laminé non traité | 76 |
| Figure 4-19 : Microstructure du X60 traité pendant 2 min avec grossissement $\times 500$ | 77 |
| Figure 4-20 : Microstructure du 316L traité pendant 2 min avec grossissement $\times 500$ | 78 |
| Figure 4-21 : Microstructure du 316L traité pendant 5 min avec grossissement $\times 500$ | 79 |
| Figure 4-22 : Microstructure du 316L traité pendant 15 min avec grossissement $\times 500$ | 80 |
| Figure 4-23 : Microstructure du 316L traité pendant 30 min avec grossissement $\times 500$ | 81 |
| Figure 4-24 : Microstructure du 316L traité pendant 1h avec grossissement $\times 500$ | 82 |
| Figure 4-25 : Microstructure du 316L traité pendant 5h avec grossissement $\times 500$ | 83 |
| Figure 4-26 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction des temps de recuits..... | 84 |
| Figure 4-27 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction des temps de recuit (de 30 min à 5h)..... | 86 |
| Figure 4-28 : Diffractogramme de l'acier X60 à l'état de réception. | 87 |
| Figure 4-29 : Diffractogramme de l'acier X60 à l'état de réception et laminé | 88 |
| Figure 4-30 : Diffractogramme de l'acier X60 à l'état laminé et aux différents temps de recuit (2min, 5min, 15min, 1h et 5h)..... | 89 |
| Figure 4-31 : Diffractogramme de l'acier 316L à l'état de réception. | 89 |
| Figure 4-32 : Diffractogramme de l'acier 316L à l'état de réception et laminé..... | 90 |
| Figure 4-33 : Diffractogramme de l'acier 316L à l'état laminé et aux différents temps de recuit (2min, 5min, 15min, 1h et 5h)..... | 91 |
| Figure 4-34 : Diffractogramme de l'interface dans tous les états. | 92 |
| Figure 4-35 : Empreintes de microdureté HV0.05 à l'interface des deux zones 316L/ X60... .. | 92 |
| Figure 4-36 : Evolution de la microdureté du 316L..... | 93 |
| Figure 4-37 : Evolution de la taille des grains et de la microdureté en fonction des temps de recuits. | 95 |

Liste des tableaux :

| | |
|---|----|
| Tableau 1-1 : Les désignations de la nuance 316L selon les différentes normes [2] | 30 |
| Tableau 1-2 : Quelques caractéristiques physico-chimiques de la nuance 316L [7] | 31 |
| Tableau 2-1 : Les systèmes de maillage pour différentes structures [22]..... | 38 |
| Tableau 4-1 : Composition chimique en pourcentage massique de l'acier 316L..... | 60 |
| Tableau 4-2 : Composition chimique en pourcentage massique de l'acier X60 API 5L. | 60 |
| Tableau 4-3 : Résultats des microanalyses par spectrométrie en dispersion d'énergie (EDS) à l'interface | 67 |
| Tableau 4-4 : Résultats de la composition chimique pour l'acier 316 L de l'échantillon de réception. | 69 |
| Tableau 4-5 : Résultats de la composition chimique pour l'acier X60 de l'échantillon de réception. | 70 |
| Tableau 4-6 : Résultats du calcul de la taille moyenne des grains. | 84 |

Liste des abréviations :

HSLA : High Strength Low Alloy

HLE : Haute Limite Elastique

API : American Petroleum Institute

CFC : Cubique à faces centrées

CC : Cubique centé

AISI : American Iron Steel Institute

TRC : Transformation en Refroidissement Continu

TTT : Temps-Température-Transformation

σ : phase sigma

γ : phase gamma (austénite)

α : phase alpha (ferrite)

δ : phase delta

MEB : Microscope électronique à balayage.

ZAT : Zone affectée thermiquement.

EDS : Electron dispersive spectrometry

DRX : Diffraction des rayons X

Introduction générale :

Grâce à ses propriétés mécaniques excellentes (résistance à la traction), l'acier à haute limite élastique API 5L X60 est largement utilisé dans l'industrie pétrolière et gazière. Toutefois, pour pallier à sa faible résistance à la corrosion, il est revêtu par une couche en acier inoxydable austénitique qui lui confère une meilleure protection dans les milieux agressifs. Le multimatériau ainsi fabriqué permet de combiner les meilleures propriétés des deux alliages offrant par conséquent des solutions optimales dans divers secteurs industriels. Cependant, de tels assemblages non similaires représentent un défi industriel majeur compte tenu des hétérogénéités microstructurales qu'ils engendrent particulièrement au niveau de l'interface. C'est ainsi qu'on se propose dans le présent travail, d'étudier les changements microstructuraux engendrés par un traitement thermomécanique que subit l'assemblage. Ce traitement consiste en un laminage à chaud dans le domaine austénitique suivi d'un recuit de recristallisation interrompu par une trempe. Ceci dit, plusieurs phénomènes entreront en jeu durant ces traitements à savoir les transformations de phases induites par l'hétérogénéité microstructurale au niveau de l'interface, l'adoucissement obtenu suite au recuit de recristallisation ainsi que le phénomène de grossissement des grains. Ce travail s'inscrit dans le cadre d'un projet initié au niveau du Centre de Recherche en Technologies Industrielles CRTI et qui a pour objectif une meilleure compréhension du comportement de l'assemblage suites aux sollicitations externes (thermiques et thermomécaniques) afin d'optimiser les propriétés mécaniques au niveau de l'interface ainsi que sa tenue à la corrosion.

Le présent document est scindé en deux grandes parties :

1. Une partie bibliographique elle-même divisée en deux chapitres :
 - Un premier chapitre regroupant des généralités sur les deux alliages composant l'assemblage claddé (API X60 et 316L) ainsi qu'une brève description du procédé d'assemblage par cladding.
 - Un second chapitre consacré à la déformation à chaud et les phénomènes qu'elle engendre dans les aciers sujets de notre étude
2. Une partie expérimentale composée de deux chapitres
 - Un chapitre dédié aux différentes techniques expérimentales ayant permis de réaliser nos investigations
 - Un chapitre dans lequel sont exposés les résultats obtenus ainsi que nos discussions et interprétations

Une conclusion générale regroupant les points essentiels obtenus à travers cette étude ainsi que quelques perspectives pour la suite du projet clôturera ce document.

Partie 1 : Partie bibliographique

Chapitre 1 : Généralités sur les aciers et les procédés de Cladding.

1.1 Introduction :

Les aciers sont les métaux ferreux les plus utilisés dans l'industrie grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques. Les aciers à hautes limites (HLE) élastiques sont différents des aciers au carbone dans le sens où ils ne sont pas faits pour répondre à une composition chimique spécifique mais plutôt à des propriétés mécaniques spécifiques. Ces aciers ont été développés dans le but de remplacer les aciers de construction conventionnels qui ont montré leurs limites. Les aciers HLE se distinguent par leur haute limite élastique (supérieur à 275 MPa). En effet, les aciers destinés à la fabrication des pipelines de transport de gaz sont confrontés à de nombreux défis de résistance mécanique, de soudabilité et de résistance à la corrosion. Afin de résister aux milieux corrosifs, les aciers HLE sont revêtus par les aciers inoxydables. Les nuances austénitiques restent largement utilisées dans les industries pétrolières, grâce à leur résistance à l'oxydation dans les atmosphères agressives et leur particularité de former un film protecteur à leur surface, ils sont les mieux appropriés aux différents milieux corrosifs et parfois même pour des applications mettant en jeu des contraintes mécaniques.

Aujourd'hui, le défi technologique consiste à développer des matériaux qui possèdent des propriétés mécaniques précises avec une bonne résistance aux conditions de fonctionnement (corrosion, abrasion, usure...etc.) et un coût économique acceptable. Parmi les procédés adoptés, la production de multimatériaux par la technique de cladding. Les produits claddés sont largement utilisés dans les industries chimiques, pétrolières, navales et aéronautiques.

1.2 Définition des aciers :

Selon la norme NF EN 10020, les aciers sont des alliages métalliques ferreux (le fer est l'élément principal) contenant du carbone dont la teneur ne dépasse pas 2% en masse [1]. Ils contiennent plusieurs éléments d'additions tels que : le Chrome (Cr), le Nickel (Ni), le Molybdène (Mo), le Vanadium (V), le Tungstène (W), l'Aluminium (Al) ...etc., et d'autres éléments présents suite à l'élaboration tels que : le Soufre (S), le Manganèse (Mn), le Silicium (Si), le Phosphore (P), le Cuivre (Cu) ...etc.

1.3 Classification des aciers :

Ils sont classés en deux grandes familles selon leur composition chimique.

- Aciers alliés : ce sont des aciers qui contiennent des éléments d'élaboration et des éléments d'addition qui ont été ajoutés dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques. Les éléments d'additions sont : Chrome (Cr), Molybdène (Mo), Vanadium (V), Tungstène (W), Niobium (Nb), Aluminium (Al), etc.

Cette classe est, elle-même, divisée en deux sous-groupes :

- Aciers faiblement alliés : La teneur de chaque élément d'alliage est inférieure à 5%
- Aciers fortement alliés : La teneur d'au moins un élément d'alliage dépasse 5%
- Aciers non alliés : aussi appelés aciers ordinaires, ce sont des aciers qui ne contiennent pas d'éléments d'additions, mais que des éléments d'élaboration tels que : S, P, Si, Mn...

Dans notre étude nous allons nous intéresser à l'acier X60 qui est un acier micro allié à haute limite élastique dont la teneur en Ti, Nb, V... ne dépasse pas 0,22% [2]. Le terme micro-allié signifie que de faibles quantités d'éléments d'addition ont été ajoutées à l'acier pour améliorer sa résistance, par affinement des grains, et durcissement par précipitation.

Ces éléments forment des précipités de carbures, nitrures ou carbonitrures dans la solution solide, qui empêchent le grossissement des grains. Il en résulte une microstructure à grains fins qui offre beaucoup d'obstacles au mouvement des dislocations au sein des joints de grains, ce qui confère à l'acier une haute limite élastique.

La désignation X60 est tirée de l'API 5L (American Petroleum Institute). En effet, selon cette norme, les deux chiffres après la lettre X désignent la limite élastique minimale en ksi (kilo pound per square inch) [2].

La limite élastique de l'acier au carbone X60 est égale à 414 MPa et la résistance à la rupture est de 517 MPa [2].

1.4 Influence des éléments d'alliage :

Les principaux éléments dans les aciers micro-alliés sont : le Carbone (C), le Silicium (Si), le Vanadium (V), le Titane (Ti) et le Niobium (Nb) dont ci-après leurs effets sur ces aciers :

- **Le Soufre (S)** et le **Phosphore (P)** sont des impuretés, ils provoquent une chute des propriétés mécaniques des aciers. Leurs teneurs doivent être très faibles. La ségrégation du Phosphore aux joints de grains diminue la ténacité et la ductilité de l'acier [1].

- **Le carbone (C)** : C'est un élément durcisseur qui augmente la dureté, la limite élastique, la résistance à la traction et diminue la plasticité, la ductilité et la résistance à la corrosion.
- **Le Silicium (Si)** : Le silicium forme avec l'oxygène contenu dans le bain fondu l'oxyde SiO_2 , on dit alors que c'est un élément désoxydant. Le silicium restant qui ne s'est pas oxydé participe au durcissement de la ferrite.
- **Le Manganèse (Mn)** : Le manganèse forme avec l'oxygène des oxydes de Manganèse MnO , il fixe le soufre en formant des sulfures de Manganèse MnS , il affine le grain ferritique.
- **Le vanadium (V)** : Le vanadium forme des précipités sous forme de carbure VC et des nitrures de type VN très fins et stables.
- **Le titane (Ti)** : Le titane forme, par traitements thermiques et thermomécaniques, des précipités de carbure TiC et de nitrures TiN très fins et stables.
- **Le niobium (Nb)** : Le niobium est un élément qui se met en solution à haute température. Il participe dans l'affinement du grain austénitique lorsqu'il précipite sous forme de nitrure NbN ou carbonitrure NbCN au cours du laminage, il agit comme un inhibiteur de la recristallisation de l'austénite et engendre un durcissement structural [3].

Les principaux éléments qui provoquent le durcissement structural par précipitation sont :

Nb : carbonitrures NbC_xN_y

Ti : carbures TiC , nitrures TiN et carbonitrures TiCN

V : carbures VC et nitrures VN .

1.5 Microstructure des aciers HLE :

L'acier X60 est hypoeutectoïde, sa teneur en carbone ne dépasse pas 0,28%. La microstructure est formée d'une matrice ferritique avec une faible présence de lamelles de perlite (Figure 1-1).



Figure 1-1 : Microstructure d'un acier X60 [4].

1.6 Traitements thermiques et thermomécaniques :

1.6.1 Traitements thermiques des aciers :

Le traitement thermique est un cycle thermique (variation de la température en fonction du temps) constitué de trois étapes importantes : chauffage, maintien et refroidissement où le métal subit des modifications microstructurales et amélioration des propriétés mécaniques, physiques et électrochimiques. Les paramètres d'un traitement thermique sont la température de chauffage, le temps de maintien, la température et la vitesse de refroidissement. Dans le cadre de notre étude, on s'intéressera principalement au recuit de recristallisation qui sera repris avec plus amples détails dans le paragraphe suivant.

i. Recuit de recristallisation :

Ce traitement est effectué aux aciers déformés à froid dans le but d'éliminer les effets de l'écroutissage (grande dureté et faible ductilité). Les grains recristallisent par la germination de nouveaux grains suivie de leur croissance pour donner des grains de ferrite fins (Figure 1-2).

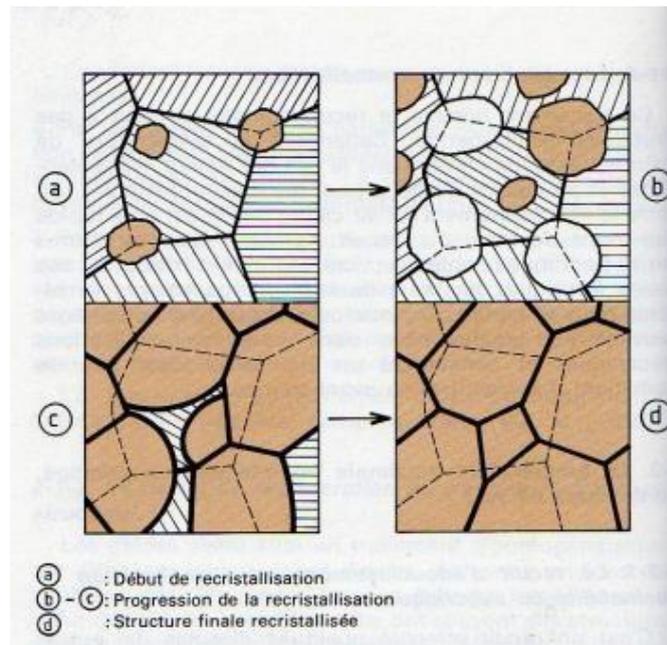


Figure 1-2 : Schéma sur la recristallisation [1].

La déformation plastique d'un métal conduit à la formation d'une structure écrouie caractérisée par une grande densité de dislocations qui provoque une augmentation de la dureté, la résistance et la traction et diminue la ductilité. Il est donc nécessaire de procéder à un traitement thermique de recristallisation afin d'améliorer les propriétés mécaniques. Le métal est chauffé à une température de recristallisation qui dépend de la nuance de l'acier. Lorsque le métal atteint sa température de recristallisation, il y a germination de nouveaux grains recristallisés suivie d'une croissance jusqu'à la consommation de toute la structure écrouie [1].

i. Trempe et revenu :

La trempe est un traitement thermique qui consiste à chauffer l'acier à une température supérieure à A_{C3} pour les aciers hypoeutectoïdes, et supérieure à A_{C1} pour les aciers hypereutectoïdes afin d'atteindre le domaine austénitique homogène à gros grains, également appelé austénitisation, pendant un temps nécessaire à la diffusion des éléments suivi d'un refroidissement rapide (dans l'eau ou l'huile) à une vitesse supérieure à la vitesse de chauffage. Les atomes de carbone n'ont pas le temps de diffuser, ce qui va permettre d'obtenir une structure martensitique, dont la dureté est reliée à la proportion du carbone. La martensite apparaît sous forme d'aiguilles fines et dures.

La trempe effectuée juste après un laminage a pour but de conserver la microstructure écrouie.

Le revenu est généralement effectué après trempe à basse température pour marquer un retour à l'état stable. Après un refroidissement lent, les propriétés de résistance mécanique (dureté, limite élastique ...) diminuent et la ductilité augmente.

1.6.2 Traitements thermomécaniques des aciers HLE :

Le traitement thermomécanique est une combinaison d'un traitement thermique qui implique cycle thermique et une déformation mécanique, tel que le laminage à chaud.

Avant le laminage à chaud, l'acier est chauffé à des températures assez élevées dans le but d'atteindre la phase austénitique et de provoquer la mise en solution des carbures. Au cours du laminage à chaud, les grains sont disloqués et écrouis.

Le refroidissement rapide après le laminage à chaud va engendrer la formation de phase hors équilibre (martensite ou bainite) en forme d'aiguilles fines [5].

1.7 Influence du refroidissement sur la microstructure des aciers :

Le diagramme de Transformation en Refroidissement Continu TRC nous permet de définir les microstructures de l'acier à différentes températures en fonction de la vitesse de refroidissement. Ainsi, l'austénite peut se transformer et donner différentes microstructures selon la vitesse de refroidissement utilisée. On remarque à partir de la Figure 1-3 que des vitesses de refroidissement très grandes induisent la formation de la martensite. Aussi, nous constatons que la dureté de l'acier est d'autant plus grande que la vitesse de refroidissement est élevée. Ceci est principalement dû à la formation de phases hors équilibre très riches en carbone.

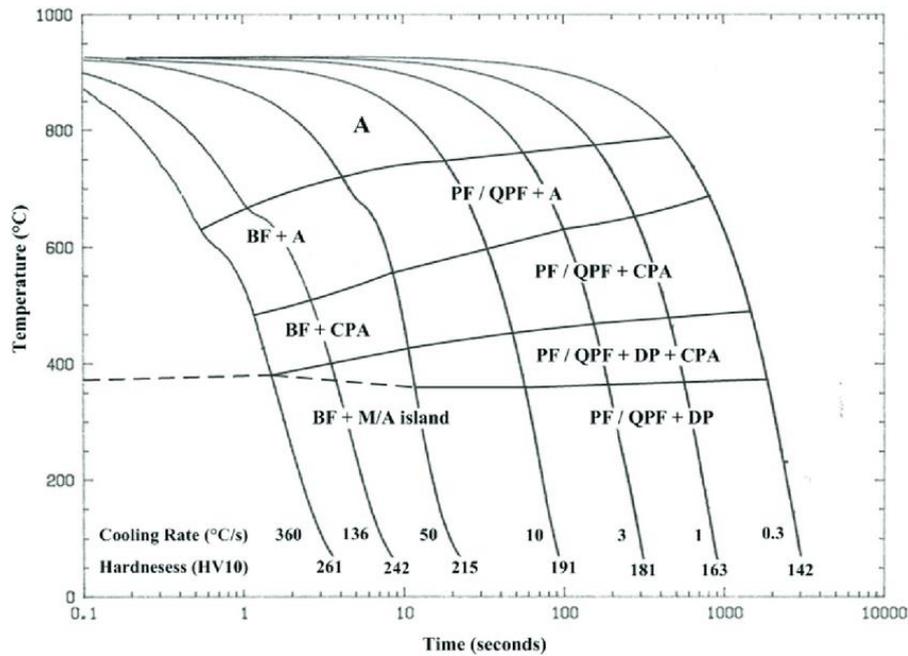


Figure 1-3 : Diagramme TRC de l'acier X60 API-5L [6].

1.8 Influence de la teneur en carbone sur les propriétés mécaniques :

L'augmentation de la teneur en carbone accroît la limite élastique, la dureté et la résistance à la traction et diminue l'allongement et la résilience.

Le carbone augmente la température de transition ductile-fragile ce qui provoque la fragilité de l'acier à froid.

Il élève le taux de la perlite dans la microstructure ce qui induit la formation des carbures et carbonitrides.

Il augmente la solubilité du niobium et donc le potentiel du durcissement structural [3].

1.9 Généralités sur les aciers inoxydables :

Les aciers inoxydables comparés aux autres aciers se distinguent essentiellement par leurs qualités remarquables, particulièrement les propriétés mécaniques, la soudabilité et la résistance à la corrosion. Toutes ces qualités font de l'acier inoxydable un matériau de choix pour de multiples utilisations, aussi bien pour l'usage quotidien que pour les technologies industrielles : automobiles, pharmaceutiques, pétrolières, équipements maritimes.

1.10 Définition de l'acier inoxydable :

L'acier inoxydable est un alliage métallique à base de fer qui contient une teneur en carbone inférieure à 1.2 % et une teneur en chrome supérieur à 10.5 %. Le caractère dit « inoxydable » n'est pas dû au fait que ces matériaux ne s'oxydent pas [7]. Bien au contraire, l'ajout du chrome dans la matrice implique une importante réactivité avec le milieu extérieur (oxygène), ce qui provoque la formation d'une couche d'oxyde de chrome protectrice à la surface de l'alliage. Cette dernière constitue une barrière face à la corrosion et lui confère une meilleure résistance à l'oxydation. Le matériau ainsi recouvert devient « passif » dans les milieux agressifs [2].

D'autre part, la limitation de la teneur en carbone est due à la présence du chrome dans l'alliage, le chrome peut interagir avec le carbone et former des carbures de chrome. Ces précipitations appauvrissent la région et réduisent la résistance à la corrosion de l'alliage.

1.11 Constitution des aciers inoxydables :

1.11.1 Influence des éléments d'addition :

Les éléments qui entrent dans la composition des aciers inoxydables sont classés en trois groupes :

- **Les éléments alphagènes** qui stabilisent la ferrite et réduisent le domaine austénitique : le chrome, le molybdène, le vanadium, le silicium, le niobium et le titane.
- **Les éléments gammagènes** qui stabilisent l'austénite et réduisent le domaine ferritique : le carbone, le nickel et le manganèse.
- **Les éléments carburigènes** qui forment avec le carbone des carbures stables : le chrome, le molybdène, le niobium et le titane.

Le carbone : la teneur en carbone est limitée à un maximum de 1.2% en masse afin d'éviter la formation des carbures, notamment les carbures de chrome qui sont des composés chimiques très stable [2].

Le chrome : il forme une couche d'oxyde et d'hydroxyde de fer et de chrome qui confère à l'acier une protection contre la corrosion (couche de passivation). En revanche, le chrome forme avec le carbone des carbures qui précipitent aux joints des grains causant la corrosion intergranulaire [2].

Le nickel : favorise la formation de structures homogènes de type austénitique. Au-delà de 6 à 8 %, l'acier devient austénitique à toutes températures. Le nickel apporte les propriétés de ductilité, de malléabilité et de résilience.

Le molybdène : il accroît la stabilité des films de passivation et améliore la tenue à la corrosion dans les milieux corrosifs, en particulier ceux qui sont acides, mais aussi les solutions phosphoriques soufrées, etc.

Le titane : il prend la place du chrome pour former un carbure de titane (TiC) avant que ne se forme le carbure de chrome préservant ainsi le caractère inoxydable de l'acier en évitant la corrosion intergranulaire.

Le niobium : il a un point de fusion beaucoup plus élevé que le titane et présente des propriétés similaires. Le carbure de niobium NbC est plus stable que le carbure de chrome.

Le silicium : il joue un rôle important dans la résistance à l'oxydation, notamment vis-à-vis des acides fortement oxydants comme l'acide nitrique concentré ou l'acide sulfurique concentré à chaud [2].

Le manganèse : cet élément est un substitut du nickel, le manganèse améliore les propriétés mécaniques, empêche la fragilité à chaud et améliore l'usinabilité [8].

1.12 Diagramme d'équilibre :

Les aciers inoxydables sont essentiellement des alliages Fe-Cr et Fe- Cr-Ni à teneur en carbone variant de 0.002 à 1 % selon les nuances. Bien que certains éléments d'addition (tels que Mo, Ti, S, ...) soient ajoutés afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques et la tenue à la corrosion, l'essentiel des propriétés des aciers inoxydables est lié à la connaissance des diagrammes de phases et diagrammes TTT des alliages binaires ou ternaires.

1.12.1 Les diagrammes d'équilibre binaire Fe-Cr :

Le chrome (CC) est un élément alphagène, il favorise l'extension du domaine ferritique. On constate sur le diagramme Fe-Cr (Figure 1-4) l'existence d'une boucle γ , le contournement de cette boucle permet de passer du domaine de la ferrite α au domaine de la ferrite δ [1].

On peut délimiter deux régions de teneur en chrome :

- Première région (%Cr < 13)

Ces alliages peuvent être constitués à haute température d'austénite totalement ou partiellement et peuvent donc subir la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ par refroidissement lent ou rapide.

- Deuxième région (% Cr > 13)

Du fait que ces alliages sont toujours ferritiques, le durcissement par trempe martensitique n'est pas possible. Cependant, pour des teneurs suffisantes en Cr, une phase dite sigma σ peut apparaître, et précipiter dans la matrice ferritique ou aux joints de grains entraînant une fragilisation importante des alliages [1].

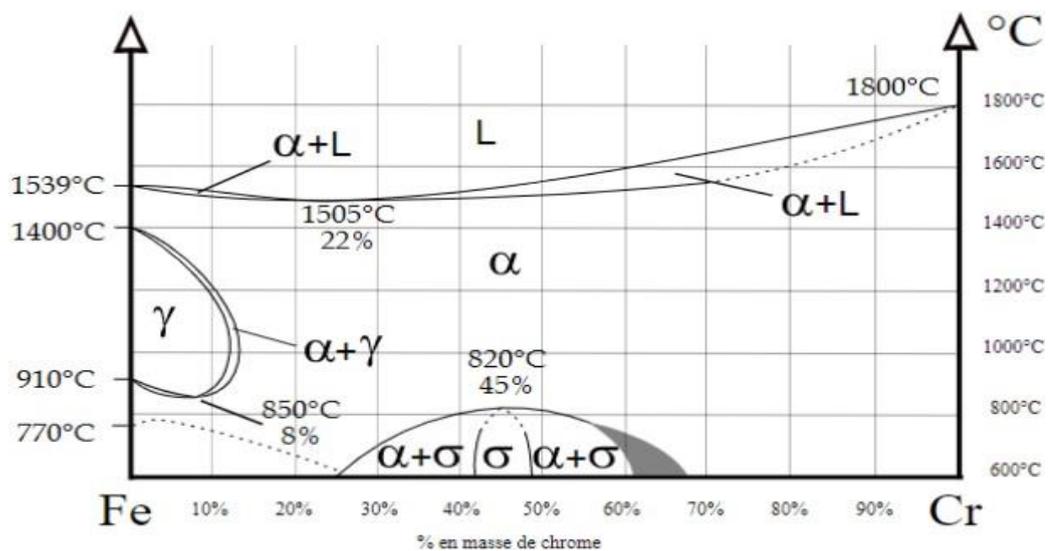


Figure 1-4 : Diagramme binaire Fe-Cr[4].

Étant un élément gammagène, le carbone fait accroître la dimension de la boucle γ et ainsi fait augmenter l'étendue du domaine austénitique. Tout comme le carbone, le Nickel est un élément gammagène ; il favorise l'extension du domaine austénitique dans le diagramme binaire Fe-Ni et réduit le domaine ferritique [9].

L'effet du Carbone ainsi que le Nickel sur le système Fe-Cr est présenté dans la figure 1-5 ci-dessous.

1.12.2 Les ternaires Fe-Ni-Cr :

L'addition du nickel conduit à augmenter la boucle γ des alliages Fe-Cr. La phase γ est présente avec une large extension en composition et en température dans le système Fe-Cr, la figure (2) qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Ni-Cr montre le déplacement de la boucle γ vers des teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel [2].

En outre, la coupe isotherme présentée sur la figure 1-6 montre que l'augmentation de la teneur en chrome d'un acier inoxydable austénitique fait apparaître une certaine proportion de la ferrite α . Par ailleurs, l'augmentation de la teneur en nickel restitue ensuite la structure entièrement austénitique.

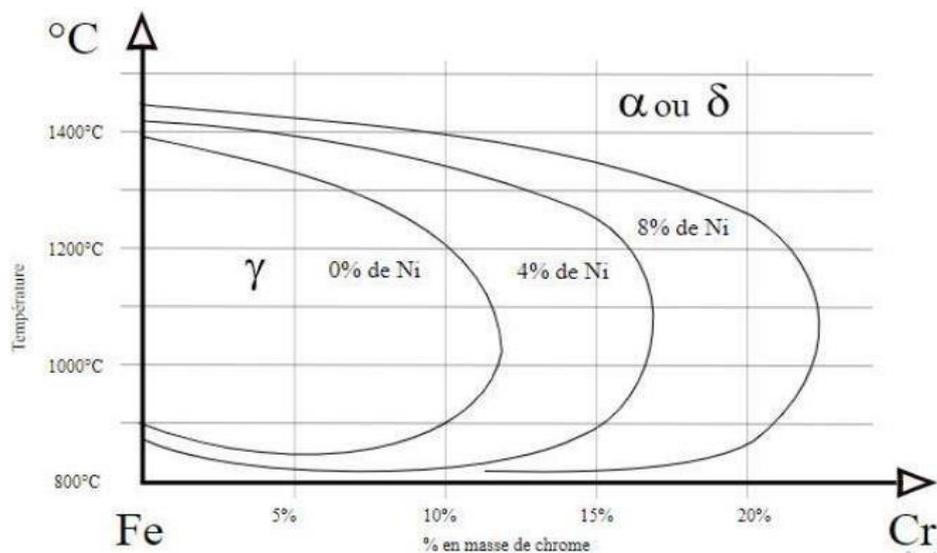


Figure 1-5 : Projection sur le plan température / teneur en chrome d'une coupe d'un diagramme ternaire Fe-Ni-Cr pour des teneurs croissantes en chrome [4].

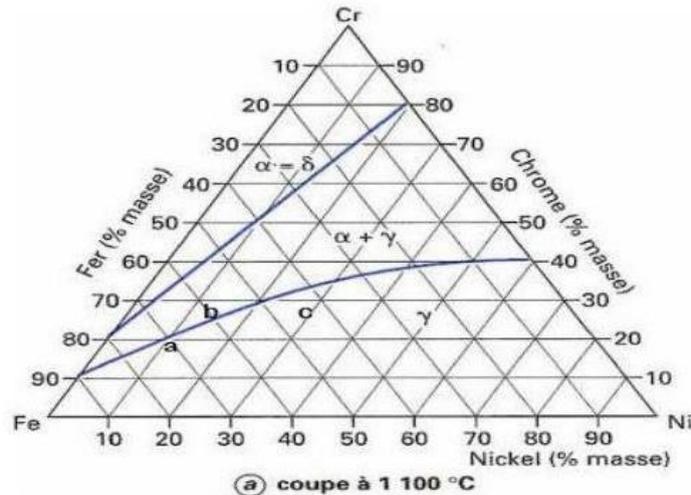


Figure 1-6 : Coupe isotherme d'un ternaires Fe-Ni-Cr à 1100 °C [4].

1.13 Classification des aciers inoxydables :

Selon leur microstructure à la température ambiante, les aciers inoxydables sont classés en quatre groupes :

- Aciers ferritiques.
- Aciers austénitiques.
- Aciers martensitiques.
- Aciers austéno ferritiques (duplex).

1.13.1 Aciers inoxydables ferritiques :

Ce sont des aciers à base de Fe-Cr-C à faible teneur en carbone (<1 %), la teneur en chrome varie entre 11 à 30 %. Les aciers ferritiques ne subissent pas de transformations austénitiques, l'équilibre entre les éléments alphagènes (Cr) et gammagènes (Ni, C) est tel que l'alliage serait à toutes températures à l'extérieure de la boucle γ du diagramme Fe-Cr. Bien que ces aciers présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûre, ils risquent la fragilisation par la précipitation de la phase σ et ce pour les alliages contenant entre 23 et 70 % de chrome [10].

1.13.2 Aciers inoxydables austénitiques :

Ce sont de loin, les plus connus et les plus employés parmi les aciers inoxydables : ils contiennent généralement entre 0.02 à 0.10 %C, 17 à 20 % de chrome, 7 à 5 % de molybdène tels que leur structure soit entièrement austénitique à haute température (1050- 1150 °C). Cette

austénite est maintenue à l'ambiante sous sa forme métastable [11]. Ces aciers sont le sujet de notre étude, ils seront traités en détail dans ce qui suit.

1.13.3 Aciers inoxydables martensitiques :

Les aciers inoxydables martensitiques ont une teneur importante en carbone (>1%) ce qui fait qu'ils ont une limite à la rupture et une dureté élevée, et environ 12 à 19 % de chrome [4].

La structure martensitique est obtenue par trempe de la phase austénitique située à l'intérieur de la boucle γ du diagramme Fe-Cr. C'est pourquoi, les teneurs en chrome et en carbone doivent être choisies de façon à pouvoir atteindre par chauffage l'intérieur de la boucle γ et la teneur en nickel particulièrement doit être limitée afin d'éviter la stabilisation de l'austénite [10].

1.13.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques :

Connus sous le nom d'acier duplex, ils contiennent des teneurs en chrome, molybdène et azote relativement élevées. Du fait de l'équilibre en éléments alphas et gammagènes, la structure à haute température est biphasée (mixte) ferrite + austénite. Elle est de même maintenue métastable à l'ambiante par hypertrempe, ce qui nécessite que la stabilité de la phase austénite soit suffisante [10]. Ce type d'acier est sensible à la précipitation de plusieurs types de précipités provoquant la dégradation de leurs propriétés.

1.14 Normalisation et désignation de l'acier inoxydable austénitique 316L :

Dans notre cas d'étude nous nous sommes intéressés à la caractérisation de l'acier inoxydable **316 L**. C'est une gamme d'aciers inoxydables austénitiques connus pour leur résistance à la corrosion et ils sont souvent utilisés dans les milieux agressifs à hautes températures. L'alliage 316 est une désignation américaine du système AISI (American Iron and Steel Institute) et la lettre « L » signifie faible taux de carbone « Low carbon ». Cet alliage a aussi une désignation suivant le système EN (norme européenne) : X2CrNiMo17-12-02, soit une désignation numérique : 1.4404 [2].

Le tableau 1-1 ci-dessous résume les désignations de la nuance 316L selon les différentes normes :

Tableau 1-1 : Les désignations de la nuance 316L selon les différentes normes [2].

| Norme européenne EN 10088 , désignation Symbolique : | Norme européenne EN 10088 , désignation Numérique : | Norme américaine AISI : |
|---|--|-------------------------|
| X2CrNiMo 18-14-3 | 1.4435 | 316 L |

1.15 Transformations de phase dans l'acier inoxydable austénitique :

Les éléments contenus dans les alliages peuvent former des précipités selon les traitements thermiques appliqués. Nous citons dans ce qui suit les différentes phases qui peuvent se former :

1.15.1 Précipitation des carbures de type $M_{23}C_6$ et M_7C_3 :

Ce sont les principaux carbures de tous les aciers inoxydables austénitiques, ils contiennent environ 70 à 90 % de chrome en poids et cristallisent selon le système CFC. La précipitation de ces carbures se fait préférentiellement aux joints de grains, aux joints de macles et à l'intérieur du grain, engendrant le phénomène de corrosion intergranulaire. Dans une gamme de température variant de 600 à 900 °C, la cinétique de précipitation est très rapide comme montré sur la figure 1-8. Elle est contrôlée par la diffusion du chrome dans le Fer [4].

1.15.2 Précipitation des carbonitrides type MC :

L'addition des éléments stabilisants tels que (Ti, Nb, V, Zr) ralentit la précipitation et la coalescence des carbures $M_{23}C_6$ riche en chrome et accroît ainsi la résistance à la corrosion intergranulaire. L'appauvrissement en carbone de l'austénite aura lieu par formation sélective des carbonitrides MCN , qui ont une structure CFC. Les carbonitrides MCN précipitent dans la matrice sur les dislocations, sur les macles et les joints de grains [11].

1.15.3 Précipitation des carbures type M_6C :

Dans les aciers austénitiques, le carbure M_6C ne se forme qu'après des temps longs (plus de 1500 heures) dans un domaine de température centré sur 650°C (S. De, 2011) [4]. Il a une structure cubique à faces centrées (CFC), sa composition dans les aciers contenant du molybdène est : Fe_3Mo_3C et dans les aciers contenant du niobium : Fe_3Nb_3C [11].

1.15.4 Les phases intermétalliques :

On assiste aussi dans les aciers inoxydables à la précipitation de phases intermétalliques :

- **La phase sigma σ** : C'est une phase à base de Fe-Cr qui se forme d'abord aux joints de grains triples, puis aux joints simples, et seulement après de longues durées aux parois de macles.
- **La phase chi χ** : une phase mineure qui concerne les aciers inoxydables au molybdène, elle précipite dans les joints de grains et les parois de macles et ce après de longues durées de maintien à des températures d'environ 750 °C.
- **La phase de lave** : Comme la phase χ , c'est une phase intermétallique mineure qui concerne les aciers inoxydables au molybdène [4].

1.16 Quelques caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables austénitiques :

Module d'élasticité : les aciers inoxydables austénitiques ont à l'origine une limite d'élasticité faible, elle est de l'ordre de 200000 N/mm² [12].

Dureté et ductilité : Les aciers inoxydables austénitiques présentent une très grande ductilité, une résistance à la rupture inférieure à 650 MPa et une dureté de 250 HV ainsi qu'un allongement à rupture d'environ 60 % à l'ambiante [13].

Ténacité (résilience) : La structure austénitique et la malléabilité qui y sont liées vont de pair avec une excellente ténacité à basse température de travail [4].

Quelques caractéristiques physico-chimiques de la nuance 316L d'acier inoxydable austénitique sont représentées dans le tableau 1-2 ci-dessous [7] :

Tableau 1-2 : Quelques caractéristiques physico-chimiques de la nuance 316L [7]

| Propriété | Acier inoxydable 316 L |
|---|------------------------|
| Structure cristalline | CFC |
| Paramètre de maille (nm) | 0.3595 |
| Température de fusion (°C) | 1440 |
| Conductivité thermique (W/m.K) | 16.3 |
| Dureté de Vickers (Hv) | 250 |
| Module d'élasticité (GPa) | 200 |
| Résistivité électrique ($\mu\Omega.cm$) | 75 |
| Densité (g/cm^3) | 7.9 |

1.17 Le Cladding :

Le secteur pétrolier est considéré comme l'un des secteurs les plus agressifs auxquels les aciers font face. C'est pour cela que les pipelines nécessitent des revêtements intérieurs pour les protéger des effets intensément corrosifs des fluides de production qui les traversent contenant des niveaux élevés de dioxyde de carbone.

Le cladding est un processus de revêtement où le métal de base est revêtu par un autre dans le but d'avoir d'excellentes propriétés mécaniques.

Le cladding est une technique de revêtement d'un métal de base vulnérable à la corrosion. C'est une combinaison des propriétés mécaniques du métal de base et celles du métal de revêtement. Il a été prouvé qu'il améliore d'une manière considérable la durée de vie des nouveaux composants [2].

Il existe plusieurs procédés de cladding comme le rechargement, le laminage et le collage à chaud.

1.17.1 Cladding par soudage à l'arc :

Appelé également cladding par rechargement, il se fait par l'application d'un arc électrique en utilisant une électrode qui va provoquer la fusion du métal de base et le métal du revêtement sous forme de cordon de soudure. La figure 1-9 montre la microstructure d'un cladd fait par soudage à l'arc.

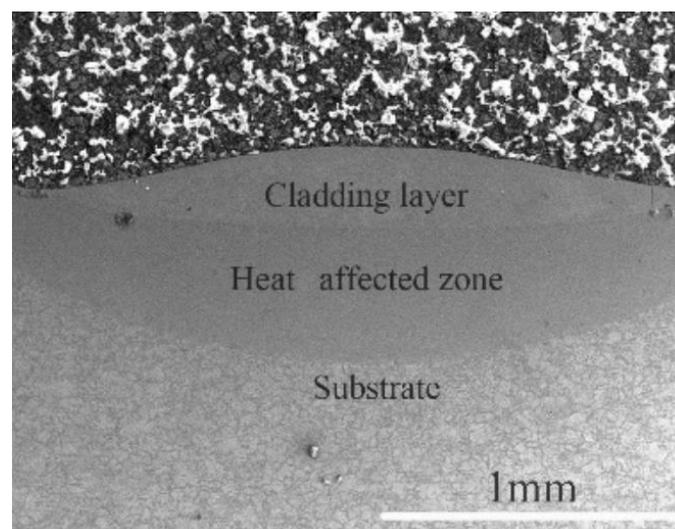


Figure 1-7 : Microstructure d'un cladding fait par soudage à l'arc [14][15].

1.17.2 Cladding par laminage à chaud :

Le laminage et le collage à chaud se font par déformation plastique à une température qui permet d'initier la recristallisation. Elle provoque souvent une diffusion des atomes à l'interface, elle permet également d'avoir des alliages facilement manipulables.

Le métal de base est plaqué entre les deux couches de métal de revêtement, ce placage est ensuite passé à travers deux cylindres du laminoir lourds maintenus à haute température et à haute pression, le métal résultant de cette déformation est claddé.

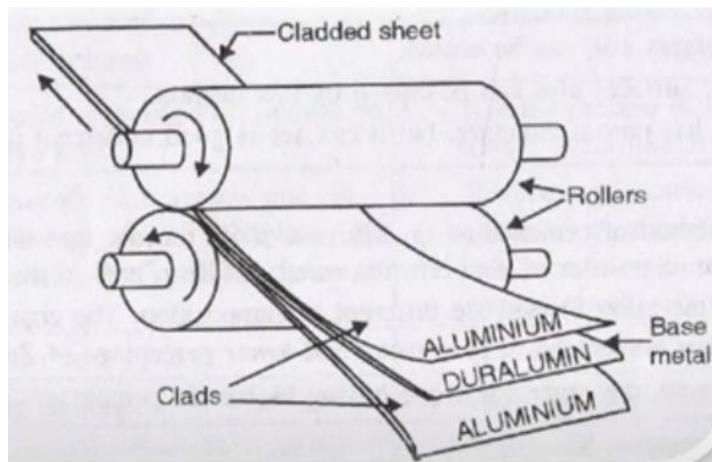


Figure 1-8 : Cladding par laminage à chaud.

La microstructure d'un cladding par laminage à chaud est montrée sur la figure 1-11 ci-dessous :

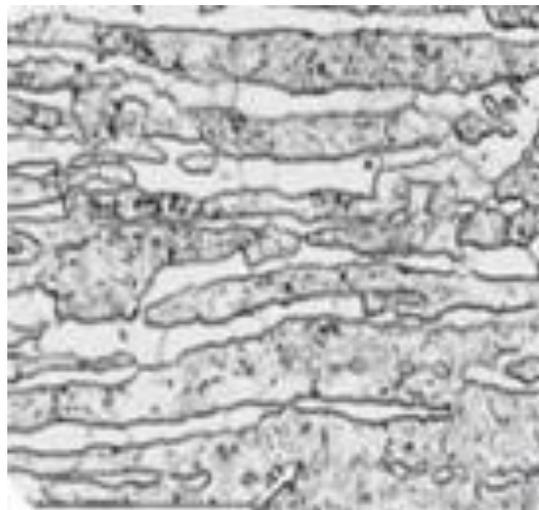


Figure 1-9 : Microstructure d'un cladding fait par laminage à chaud [16].

1.17.3 Cladding par collage à chaud :

C'est une méthode chinoise classée parmi les plus économiques en industrie. Le tube extérieur est en acier faiblement allié à haute limite élastique (X60, X45 ...), il a une très bonne résistance aux forces de pression extérieures. Le tube intérieur est en acier inoxydable (316L, Duplex ...) il a une excellente résistance à la corrosion [17].

La technique consiste à insérer le tube en acier inoxydable à l'intérieur de l'acier au carbone, des liaisons atomiques se forment entre les deux métaux à haute température et haute pression [17].

La microstructure d'un cladding par collage à chaud est montrée sur la figure 1-12 ci-dessous :

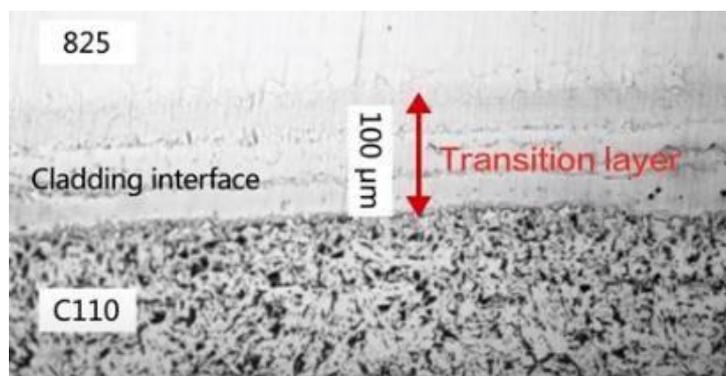


Figure 1-10 : Microstructure d'un cladding fait par collage à chaud [17].



Figure 1-11 : Tôles claddées par collage à chaud [18].

Chapitre 2 : Déformation

2.1 Introduction :

L'une des raisons principales de l'emploi très généralisé des métaux est leur propriété de malléabilité, en d'autres termes leur aptitude à se déformer sans rupture sous l'effet de sollicitations mécaniques plus ou moins élevées. Toutefois, l'aptitude des métaux à se déformer plastiquement dépend de plusieurs facteurs qu'il est nécessaire de connaître en vue des opérations de mise en forme, notamment le laminage à chaud ou à froid du métal.

2.2 Mécanisme de la déformation plastique :

L'une des conséquences de la déformation plastique est l'écrouissage, il est caractérisé par une haute densité de dislocations ($10^8 - 10^{12}$) cm^{-2} . Pendant la déformation plastique des métaux, il se produit des dislocations sous formes de défauts linéaires dans le polycristal et éventuellement des macles [19].

Au début de la déformation lorsque la densité de dislocation est faible, le métal se déforme facilement par glissement et mouvement de ces dislocations. Lors de l'écrouissage, la densité de dislocations augmente, les dislocations se freinent mutuellement, leur glissement devient de plus en plus difficile. La limite d'élasticité est multipliée par 5 et 6 rendant le métal plus dur, plus résistant, mais moins plastique et moins résilient [20].

En effet, les déplacements relatifs des atomes sous l'effet des contraintes externes se produisent principalement par glissement ou par maclage selon le matériau et les conditions expérimentales de la déformation.

2.2.1 Déformation par glissement :

Ce mécanisme est défini comme étant un glissement des plans cristallins les uns par rapport aux autres. C'est aussi un cisaillement d'un fragment du cristal sur l'autre partie suivant un plan de glissement (P) et parallèlement à une direction de glissement (D) comme le montre la figure 2-1 suivante [19].

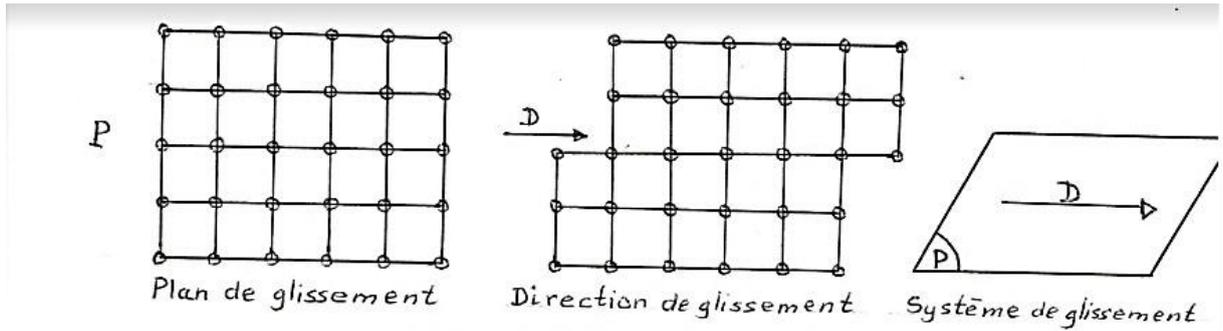


Figure 2-1 : Déformation plastique par glissement [19].

Une structure écrouie est caractérisée par une forte déformation orientée des grains, la figure 2-2 ci-dessous représente la modification de la forme du grain sous l'effet de la déformation par glissement.

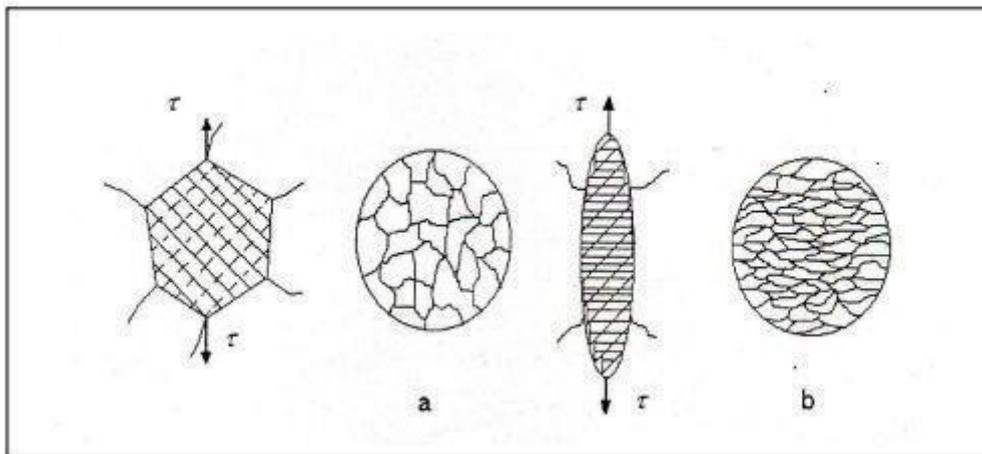


Figure 2-2 : Modification de la forme d'un grain sous l'effet du glissement a) avant déformation ; b) après déformation [21].

2.2.2 Déformation par maillage :

Le maillage est un mode de déformation beaucoup plus compliqué que le glissement. Dans ce cas, les atomes des matériaux se déplacent de telle manière que le réseau non transformé et le réseau maillé deviennent symétriques par rapport à un plan de macle. Ce mode existe fréquemment dans les métaux c.c ($Fe\alpha$) et c.f.c (fer Y) (Tableau 2-1)[22].

Tableau 2-1 : Les systèmes de maillage pour différentes structures [22].

| Structure | Direction de maillage | Plan de maillage |
|-----------|-----------------------|------------------|
| c.f.c | $\langle 112 \rangle$ | (111) |
| c.c | $\langle 111 \rangle$ | (112) |
| h.c | $\langle 101 \rangle$ | (1012) |

2.2.3 Déformation à chaud :

Les opérations de déformations à chaud sont définies comme étant celles qui se déroulent à hautes températures tel que la $T_{def} \geq 0.6 T_f$ où T_f est la température de fusion du matériau déformé [23]. La déformation à chaud est mise en jeu dans la pratique dans deux types de conditions :

- Fortes déformations sous vitesses élevées au cours de la mise en forme (laminage à chaud, forgeage, filage...).
- Conditions statiques (ou cycliques) de faible contrainte (chaudière, moteur...).

Lorsque le métal comporte une variation de défauts et inclusion (précipités) plus ou moins dur que le reste du matériau, il peut se produire localement une concentration de contrainte qu'on dit écrouissage local. Ce phénomène est une des principales causes de la naissance des fissures. [24]. Les défauts de structure formés lors de la déformation ne se trouvent pas généralement en équilibre thermodynamique ; ceci fait que l'état d'un métal écroui est thermodynamiquement instable. Toutefois pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant la déformation, un apport d'énergie est nécessaire, c'est -à -dire il faut lui faire subir un traitement thermique de recuit.

Dans certaines opérations de travail, la connaissance de certains paramètres tels que la structure initiale, la vitesse de déformation, le taux de déformation ainsi que la température de

déformation est d'une importance primordiale, étant donné que ces paramètres ont une influence sur les éventuels changements structuraux induits par le traitement de recuit [23].

Ces changements constituent un outil important pour affiner la microstructure et ainsi améliorer les propriétés mécaniques des métaux. Selon sa nature, le matériau déformé peut subir des changements structuraux dynamiques c'est-à-dire pendant la déformation à hautes températures ; ou alors des changements structuraux statiques à la fin de la déformation si le matériau est encore chaud ou alors si le matériau déformé subit un traitement thermique de recuit, c'est ainsi que l'on distingue deux mécanismes d'adoucissement statique :

- La restauration statique
- La recristallisation statique

i. La restauration statique :

Pendant l'étape d'écroutissage, il y'a formation d'une sous-structure à dislocations enchevêtrées et quand l'état stable de déformation est atteint, les dislocations seraient arrangées en réseau de sous-grains (figure 2-3) dont la désorientation dépend du matériau, de la vitesse de déformation et de la température. La restauration est donc l'expression utilisée pour décrire les mouvements des dislocations et leurs réarrangements. Pendant la déformation à chaud, si le taux de déformation est inférieur à la déformation critique pour initier la recristallisation statique, le principal mécanisme d'adoucissement serait alors la restauration statique. Dans ce cas, l'adoucissement du matériau n'atteindra pas 100% [25]; la vitesse de la restauration statique augmente avec la température, le degré de déformation ainsi qu'avec la vitesse de déformation [20].

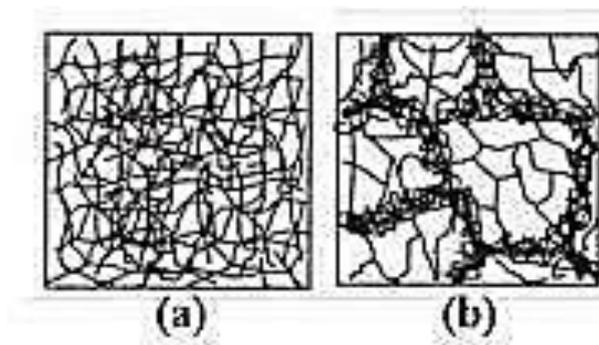


Figure 2-3 : Schéma structure avant/ après restauration statique [25].

ii. La recristallisation statique :

C'est un processus d'adoucissement qui se produit après qu'un matériau ait été maintenu à température suffisamment haute pour déclencher les processus de diffusion [19]. Les conditions de chauffage et de maintien en température sont déterminées en fonction de la composition de l'alliage et du taux d'écroutissage. Il est à noter que pour un même taux de déformation, la température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est long [25].

Durant la recristallisation, de nouveaux grains sont formés au sein de la structure déformée, ceux-ci croissent en consommant les anciens grains écrouis, donnant ainsi une nouvelle structure de grains avec une faible densité de dislocation [14]. C'est un processus diffusif gouverné par la germination et la croissance. Les germes sont d'autant plus nombreux que le taux d'écroutissage est plus élevé [6]. Par ailleurs, les impuretés et les éléments d'addition ont pour effet de diminuer la mobilité des nouveaux joints de grain.

Cette transformation est accompagnée d'une diminution importante de la résistance à la traction R_m , la limite élastique R_e , la dureté HV et d'une augmentation d'A% et de la résilience. La recristallisation s'effectue en 3 étapes : i) Germination, ii) Croissance et iii) Coalescence.

a) La recristallisation primaire (germination et croissance normale) :

La recristallisation primaire est le résultat de la formation et de la croissance des germes en de nouveaux cristaux. Les germes apparaissent avec une orientation différente de celle de la matrice où ils sont nés ; ils croissent progressivement aux dépens des anciens grains écrouis jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres et à ce stade, la recristallisation primaire proprement dite est terminée et on entre dans un stade appelé croissance des grains [14].

Cependant le métal recristallisé possède un excès d'énergie sous forme de joints de grains, la force motrice devient donc l'énergie interfaciale des joints. La croissance des nouveaux grains se fait dans la direction où la désorientation est plus faible. Afin de diminuer l'énergie interfaciale totale, il peut y avoir un grossissement du grain issu de la recristallisation primaire par migration des joints de grains, les gros grains absorbent généralement les plus petits.

b) Recristallisation secondaire (croissance anormale et grossissement des grains) :

Dans certains cas, bien que la recristallisation élimine les dislocations, le matériau contient toujours des joints de grains qui sont thermodynamiquement instables [26] . Lorsqu'on poursuit le recuit après recristallisation totale, cette dernière est suivie d'un remaniement de la structure, au cours duquel, certains grains grossissent aux dépens d'autres, qui disparaissent. En effet, les grains de petite taille, issus de la recristallisation primaire sont caractérisés par une certaine orientation cristallographique, se mettent soudainement à croître, d'où l'appellation utilisée de recristallisation secondaire (Figure 2-4)[27].

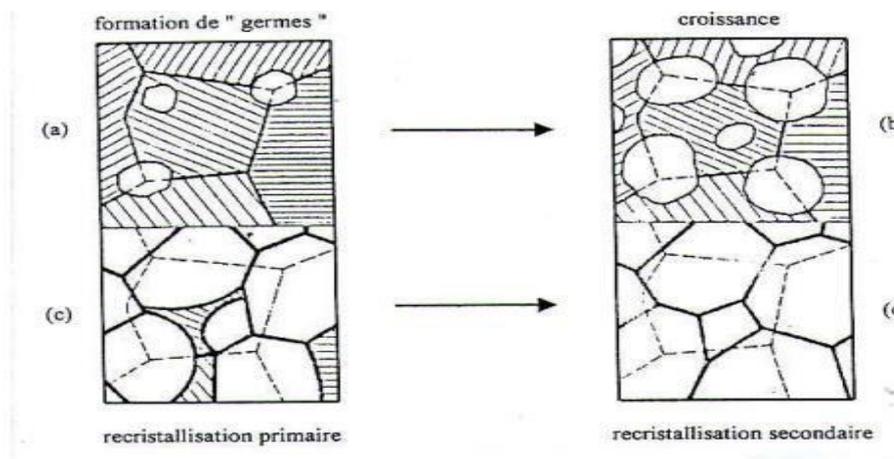


Figure 2-4 : Schéma de la recristallisation statique secondaire [27].

Au cours de la recristallisation secondaire, la structure sera constituée de grains de grosseurs différentes, jusqu'à ce que les nouveaux cristaux aient envahi toute la masse, (Figure 2-5). En outre, la température de recuit est le facteur le plus important, le grain grossit d'autant plus vite que la température est élevée. La majeure partie du grossissement du grain s'effectue assez rapidement (durant les premières minutes), et le phénomène n'évolue ensuite que très lentement. Les longues durées de maintien donnent néanmoins des grains sensiblement plus gros [27].

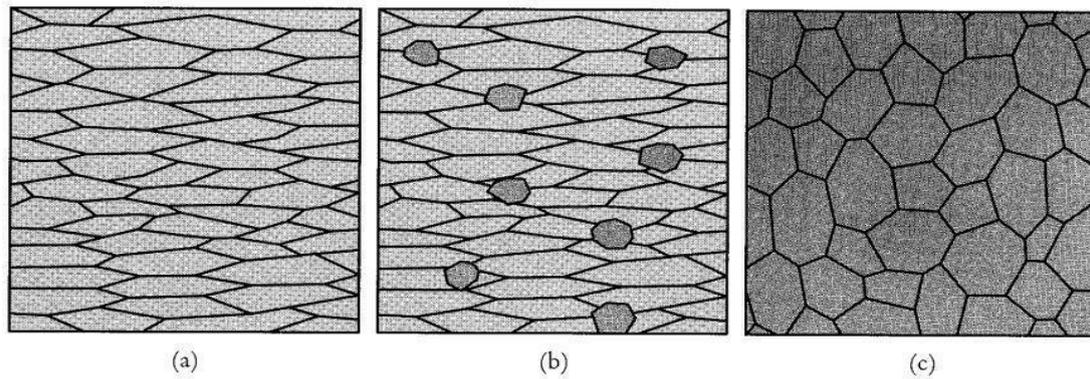


Figure 2-5 : Evolution du grain pendant la recristallisation : a) métal écroui (structure anisotrope) ; b) formation de nouveaux grains (nucléation) ; croissance des nouveaux grains (structure équiaxe) [28].

La taille des grains obtenus après recuit de recristallisation influe beaucoup sur les propriétés des alliages, car une structure à grains fins est plus résiliente qu'une structure à gros grains, celle-ci n'est pas favorable pour des sollicitations mécaniques [29]. L'effet de la taille des grains sur le comportement mécanique d'agrégats polycristallins est résumé par la loi de Hall-Petch. Cette dernière est une relation entre la contrainte à partir de laquelle un matériau polycristallin subit une déformation plastique et la taille de ses grains. (Comportement mécanique, école des mines)

$$\sigma_c = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (1)$$

σ_c : désigne la contrainte critique.

d : la taille des cristallites.

σ_0 et k : constantes du métal considéré.

2.3 Précipitation et recristallisation :

Dans les aciers micro-alliés, la précipitation et la recristallisation interagissent de différentes façons. La précipitation induite par la déformation se produit principalement sur les dislocations dans la matrice déformée, la dispersion fine des particules de précipités peut restreindre considérablement le réarrangement des dislocations. Elles exercent également une force de Pinning Zener sur les joints de grains en mouvement. En conséquence, la précipitation peut

retarder le début de la recristallisation en limitant le processus de germination ou même arrêter la phase de croissance [26].

Partie 2 : Partie expérimentale

Chapitre 3 : Techniques expérimentales

3.1 Introduction :

Il est primordial de passer par certaines méthodes pour arriver à étudier le comportement d'un matériau. Ce chapitre a pour but de mettre en évidence les différentes techniques expérimentales ayant permis de réaliser tous les essais afin de déterminer les caractéristiques et les propriétés de nos échantillons d'études ainsi que leurs évolutions en fonction des paramètres imposés dans le présent travail. Nous allons donc décrire en détail le protocole expérimental suivi dans notre projet.

3.2 Description des matériaux étudiés :

L'assemblage sujet de notre étude a été prélevé à partir d'un pipeline destiné au transport des hydrocarbures. Le pipeline de diamètre extérieur de 914 mm, est constitué d'une couche externe de 20 mm d'épaisseur en acier au carbone de grade API 5L X60 et d'une couche interne d'environ 3 mm d'épaisseur en acier inoxydable austénitique de type 316L. Les deux matériaux sont assemblés par cladding. La figure 3-1 ci-dessous représente une schématisation du matériau étudié :

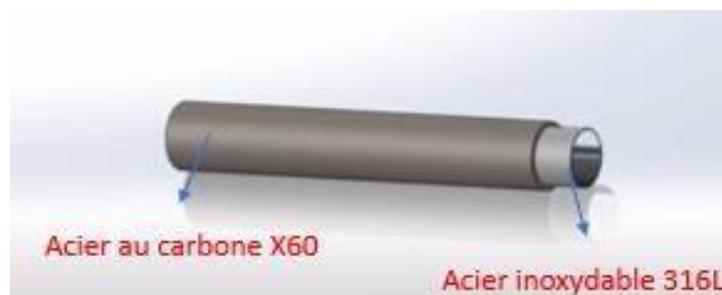


Figure 3-1 : Schéma illustratif du pipeline étudié.

Au début de notre projet, nous avons reçu le matériau claddé sous forme d'une tôle d'environ 20 cm de longueur, 15 cm de largeur et 5 cm d'épaisseur (Figure 3-2), fournie par l'entreprise pétrolière et gazière algérienne « SONATRACH ».



Figure 3-2 : Tôle Cladding Acier X 60/316L.

Cette tôle a été ensuite découpée de sorte d'avoir un échantillon de réception de 80 mm de longueur, 5 mm de largeur et 7.1 mm d'épaisseur (Figure 3-3), qui a été utilisé dans les traitements thermomécaniques (laminage à chaud) et thermiques.

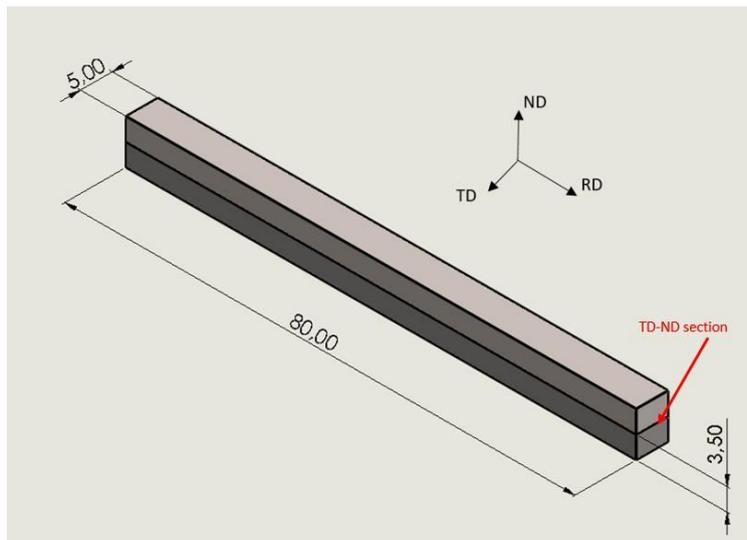


Figure 3-3 : Dimensions de l'échantillon de réception.

3.3 Traitement Thermomécanique :

3.3.1 Le laminage à chaud :

Le laminage est un processus de mise en forme par déformation plastique qui consiste à faire passer un matériau entre deux cylindres rotatifs provoquant une réduction de l'épaisseur, un allongement et un élargissement.

Nous avons effectué le laminage à l'entreprise nationale « AGENOR » en utilisant un laminoir de marque « JOLIO » (Figure 3-4).

Les paramètres de laminage sont :

- Température de laminage = 950°C.
- Le diamètre du cylindre supérieur $D_c = 140\text{mm}$ avec une longueur de 17,5cm.
- Vitesse de laminage = 73,01 mm/sec.

Soit la vitesse de rotation $n = 1$ tour par 6 secondes ce qui est égale à 0,166tr/sec.

$$v_c = \frac{\pi D_c n}{60} \quad (2)$$

$$v_c = 73,01\text{mm/sec}$$

L'échantillon de réception était chauffé jusqu'à 950°C, il a ensuite été laminé à une vitesse $v_c = 73,01\text{mm/sec}$ et puis il a été trempé dans l'eau.

Nous avons réduit l'épaisseur de 50%, l'épaisseur est ainsi passée de 7,1mm à 3,5mm, la longueur est passée de 80 mm à 101 mm et la largeur de 5mm à 8mm.

Afin de porter notre tôle à la température de 950 °C, nous avons utilisé un four tubulaire portatif (Figure 3-5).



Figure 3-4 : Laminoir de la marque « JOLIO ».



Figure 3-5 : Four électrique.

3.3.2 Découpage :

Le découpage a pour but de faciliter la caractérisation du matériau, il est plus simple d'étudier un échantillon de petites dimensions.

Après le laminage à chaud, un découpage a été effectué en utilisant un tour qui se trouve à l'atelier du département mécanique de l'Ecole Nationale Polytechnique. L'échantillon déformé a été découpé en 8 échantillons de dimensions $10 \times 8 \times 3.5 \text{ mm}^3$. Les huit (8) échantillons sous forme parallélépipédique sont destinés à l'étude du comportement du cladding 316 L/ X60 sous l'effet de l'érouissage et du traitement du recuit de recristallisation.



Figure 3-4 : Tour de découpage.

Parmi les 8 échantillons, nous avons gardé un échantillon laminé non traité thermiquement en guise de référence. Les 7 échantillons restants ont subi un traitement thermique de recuit dans un four de modèle « NABERTHERM » (Figure 3-7) au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI).

3.3.3 Traitements thermiques :

Consécutif au laminage à chaud, le recuit de recristallisation réalisé sur nos échantillons a permis de suivre les évolutions microstructurales et micromécaniques des différentes zones de l'ensemble claddé (316L, X60 ainsi que l'interface). Effectuer ce traitement thermique de recuit consiste à jouer sur trois paramètres essentiels : la température, le temps et le milieu de maintien en température. Il faut distinguer aussi trois phases successives : la montée en température, le maintien en température et le refroidissement. En général, le refroidissement est la phase la plus critique car la maîtrise de la vitesse de refroidissement nous permet d'obtenir les caractéristiques finales souhaitées. Il a été donc important pour nous de bien choisir le milieu de refroidissement.

Notre traitement thermique consistait en un recuit de recristallisation interrompu par une trempe. Les échantillons ont été chauffés dans un four tubulaire jusqu'à 900°C, maintenus à cette température pendant différents temps de maintien : 2 min, 5 min, 15 min, 30 min, 1h, 3h, 5h, puis trempés rapidement dans l'eau.



Figure 3-5 : Four de modèle « NABERTHERM ».

3.4 Caractérisation expérimentale :

Dans notre étude nous avons réalisé deux types de caractérisation, une caractérisation microstructurale qui permet de faire une approche qualitative et quantitative des différentes phases de l'assemblage ainsi qu'une caractérisation micromécanique qui permet de déterminer la microdureté du matériau étudié.

3.4.1 Caractérisation microstructurale :

3.4.1.1 Préparation des échantillons :

3.4.1.1.1 Enrobage :

L'enrobage est fait pour faciliter la manipulation des échantillons. Nous avons réalisé un enrobage à chaud en utilisant une enrobeuse de type « METAPRESS-A » se trouvant au laboratoire du département Génie des matériaux de l'Ecole Nationale Polytechnique. La résine utilisée est conductrice.



Figure 3-6 : Enrobeuse de modèle « METAPRESS-A ».

3.4.1.1.2 Polissage :

Le polissage est un traitement de surface qui permet de supprimer l'effet du laminage, les stries et les impuretés. Il est indispensable de faire un bon polissage pour l'observation microscopique. Nous sommes passés lors du polissage par les étapes suivantes :

- **Dégrossissage** : C'est un polissage grossier qui permet d'éliminer les effets du laminage et découpage. Nous l'avons effectué sur une polisseuse de type « MECOTECH » à l'aide de papier abrasif de granulométrie croissante P800-P1000-P1200-P2400-P4000.
- **Finition** : C'est un polissage qui permet d'éliminer les stries résultant du polissage grossier. Un feutre sur lequel on disposait un mélange d'eau et de poudre d'alumine à 0.3 µm avec une vitesse de rotation très faible, nous a permis d'atteindre l'état miroir.



Figure 3-7 : Polisseuse de type « MECOTECH ».

3.4.1.1.3 Attaque chimique :

Après l'obtention d'un état de surface miroir, des attaques chimiques et électrolytiques ont été réalisées dans le but de révéler la microstructure du matériau (joints de grains, contraste des phases...etc.). L'assemblage étant constitué de deux matériaux (316L et X60), deux types d'attaque ont été utilisés selon la nuance d'acier.

- **Attaque chimique** : pour attaquer l'acier API 5L X60, la solution utilisée est le Nital à 5%. C'est un mélange de 1 ml de HNO_3 et 19 ml d'éthanol. Le temps d'attaque a été de quelques secondes.
- **Attaque électrolytique** : L'acier inoxydable 316L est immergé dans une solution électrolytique en étant soumis à une tension électrique de 5v pendant 25 secondes. La solution utilisée est un mélange de 25 ml de HNO_3 et 25 ml d'eau distillée. L'équipement utilisé pour l'attaque est « Struers® LectroPol-5 » (Figure 3-10).

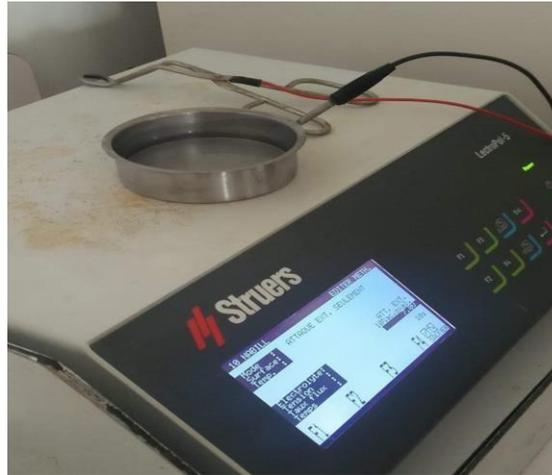


Figure 3-8 : Potentiostat de la marque « Struers® LectroPol-5 ».

3.4.1.2 Observations microscopiques :

3.4.1.2.1 Microscope optique :

L'observation métallographique nous a permis de caractériser la microstructure du matériau entre autres : les joints de grains, les macles, les ségrégations et les différentes phases présentes. L'observation a été faite au CRTI à l'aide d'un microscope optique de type « Nikon® Eclipse LV100ND » équipé d'une caméra de type « Nikon® DS-Fi2 » en utilisant différents grossissements allant de $\times 50$ à $\times 1500$.



Figure 3-9 : Microscope optique de type « Nikon® Eclipse LV100ND » équipé d'une caméra de type « Nikon® DS-Fi2 ».

- **Traitement d'analyse d'image :**

L'utilisation du logiciel de traitement d'image ImageJ nous a permis de mesurer la taille de grain des phases en présence. Pour cela, nous avons effectué des attaques métallographiques appropriées permettant une dissolution sélective et une coloration distincte des phases en présence.

Le calcul de la taille des grains par la méthode dite d'interception linéaire est donné par la relation suivante :

$$d_m (\mu m) = \frac{L(\mu m) \times 1000}{n \times G} \times X_V \quad (3)$$

Tel que :

- d_m : taille moyenne des grains.
- L : segment passant par un nombre maximum de grain.
- N : nombre de grains que le segment touche.
- G : grossissement.
- X_v : la structure est soit : monophasée $X_v=1$ ou biphasée $X_v=2$.

3.4.1.3 Microscopie électronique à balayage :

Les observations faites au microscope optique ont été complétées par des observations au microscope électronique à balayage de hautes résolutions (MEB). L'équipement utilisé est de type « JSM – 7610Fplus » (Figure 3.12). Les observations au MEB ont été réalisées au niveau du Centre de Recherche Technologique des Semi-Conducteurs (CRTSE). La microscopie électronique à balayage est utilisée essentiellement pour obtenir des images topographiques de la surface de l'échantillon. Ces images sont formées point par point par balayage de la surface du métal au moyen d'un faisceau électronique. Elles sont formées principalement à l'aide des émissions électroniques de surface (électrons secondaires et électrons rétrodiffusés).

En effet, on peut observer différents contrastes apportant une variété d'information sur l'échantillon, essentiellement le contraste topographique qui permet d'examiner aisément le microrelief des surfaces de rupture par exemple, mais aussi le contraste de numéro atomique (la répartition des phases en présence). D'autres contrastes peuvent également être observés, à savoir : les contrastes chimiques (présence et distributions des éléments chimiques) et le contraste cristallin (structure cristalline et texture). [8]



Figure 3-10 : Microscope électronique à balayage.

Pour analyser la composition chimique de chaque phase et déterminer la répartition des éléments entre les différentes phases présentes, nous avons eu recours à l'analyse par EDS (abréviation de l'anglais « Energy Dispersive X ray spectroscopy »).

3.4.1.4 La spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) :

Pendant l'analyse par EDS, l'échantillon est exposé à un faisceau d'électron à l'intérieur du microscope électronique à balayage (MEB). Ces électrons entrent en collision avec les électrons à l'intérieur de l'échantillon, entraînant l'expulsion de ces derniers de leurs orbites. Ils sont par conséquent remplacés par des électrons d'un état supérieur. Ainsi, l'énergie des rayons x est caractéristique de l'élément à partir duquel elle a été émise. Lorsqu'un rayon X incident frappe le détecteur, il crée une impulsion de charge proportionnelle à l'énergie du rayon X. L'impulsion de charge est ensuite convertie en une impulsion de tension.

Enfin, l'énergie telle que déterminée à partir de la mesure de tension, pour chaque rayon x incident est envoyée à un ordinateur pour affichage des données. Le spectre de l'énergie rayon X nous permet de déterminer la composition élémentaire du volume échantillonné.

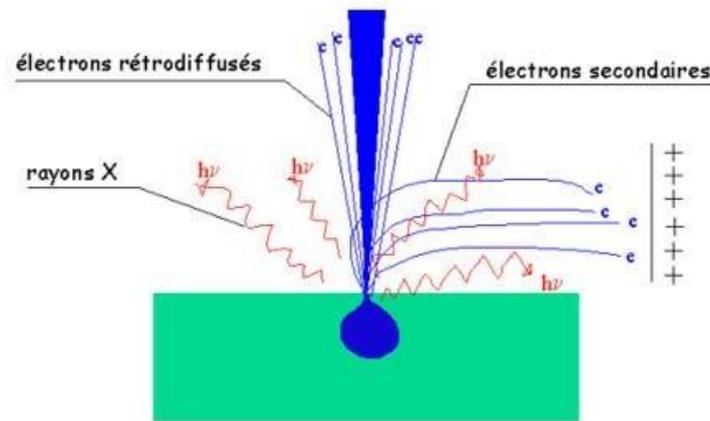


Figure 3-11 : Schéma représentatifs des émissions électroniques.

3.4.1.5 Diffraction aux rayons X :

Les rayons x sont produits par l'interaction des électrons avec une cible métallique (l'échantillon). Ces électrons sont émis par un filament chauffé par effet joule. Leur mouvement est accéléré par un champ électrique créé par différence de potentiel entre une cathode constituée par le filament et une anode constituée par l'échantillon. Ce dernier est refroidi par une circulation d'eau. Le faisceau de rayon X monochromatique qui frappe le cristal est diffracté par chacune des familles de plan réticulaire, dans une direction donnée, et ce à chaque fois que la loi de Bragg est vérifiée :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (4)$$

n : ordre de la diffraction.

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

d : distance de deux plans réticulaires.

θ : angle d'incidence des rayons X.

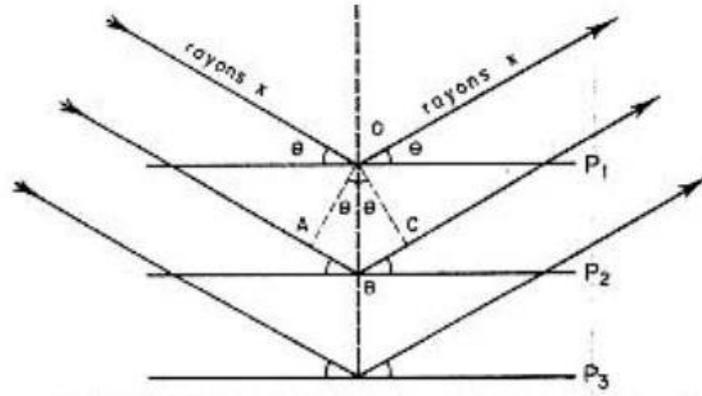


Figure 3-12 : Schéma sur la diffraction des rayons X.

Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase. Dans ce cas, l'angle suivant lequel le faisceau de rayons X est dévié serait égal à l'angle d'incidence θ . Cet angle est caractéristique de la distance interréticulaire d . Si l'on connaît la longueur d'onde λ du faisceau de rayon X, on peut alors mesurer l'équidistance d à partir de l'angle θ et ainsi identifier la nature du cristal.

Le diffractomètre à rayon X utilisé dans notre étude de caractérisation est de la marque « Bruker D8 Discover », la cathode utilisée en cobalt, avec une longueur d'onde $\lambda = 1.78 \text{ \AA}$ et un balayage allant de $40\text{-}110^\circ$. L'appareil se trouve au laboratoire d'analyse des matériaux du CRTI.



Figure 3-13 : Diffractomètre à rayon X.

3.4.2 Caractérisation mécanique :

3.4.2.1 Essai de microdureté :

Les essais de microdureté ont été effectués au laboratoire LSGM à l'USTHB, en utilisant un microduromètre de la marque « BHIMADZU », la charge utilisée est de 490 mN (Hv 0.05). Nous avons opté pour de petites charges car nous voulions étudier des zones très locales du matériau. L'échantillon à analyser est placé sous microscope, et est éclairé. On ajuste la hauteur du plateau sur lequel est disposé l'échantillon afin d'obtenir une image nette à l'écran. Le poinçon pyramidal en diamant est ensuite lâché sur la surface à analyser. On obtient ainsi une empreinte noire de forme carrée dont on peut mesurer les diagonales. A partir de la longueur de la diagonale et connaissant la charge appliquée, on peut déduire la micro dureté Vickers, notée Hv. Cette opération est répétée 3 à 4 fois en différents points de l'échantillon, étant donné que le test de microdureté est une mesure très locale et que la micro dureté n'est pas toujours uniforme sur l'ensemble de la surface du métal.



Figure 3-14 : Microduromètre de la marque « BHIMADZU ».

Chapitre 4 : Résultats et discussions

Ce chapitre présente l'interprétation et la discussion des principaux résultats obtenus à partir des investigations citées au chapitre précédent.

4.1 Analyse chimique :

a) L'acier inoxydable austénitique :

Les compositions chimiques de l'acier inoxydable 316L qui constitue la couche interne du pipeline, et celle de l'acier au carbone constituant la couche externe du pipeline sont données dans le Tableau 4-1 et 4-2 respectivement :

Tableau 4-1 : Composition chimique en pourcentage massique de l'acier 316L.

| | | | | | | | |
|------------|--------|-------|-------|--------|--------|--------|-------|
| Élément | C | Mn | P | Ti | Cr | Mo | Ni |
| % en masse | 0.0302 | 0.347 | 1.09 | 0.0052 | 15.9 | 1.98 | 10.8 |
| Élément | Fe | Al | Co | Cu | Nb | V | N |
| % en masse | 69.0 | 0.008 | 0.165 | 0.357 | 0.0256 | 0.0683 | 0.168 |

Tableau 4-2 : Composition chimique en pourcentage massique de l'acier X60 API 5L.

| | | | | | | | | |
|------------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|--------|--------|
| Élément | C | Si | Mn | P | Ti | Cr | Mo | Ni |
| % en masse | 0.0425 | 0.368 | 1.53 | 0.0071 | 0.0164 | 0.183 | 0.0087 | 0.0238 |
| Élément | Fe | Al | Cu | Nb | V | | | |
| % en masse | 97.7 | 0.0347 | 0.0114 | 0.0408 | 0.002 | | | |

4.2 Identification des alliages :

i. Acier au carbone X60 :

D'après le diagramme d'équilibre (Figure 4-1), notre acier au carbone X60 API 5L est un alliage fer carbone constitué de 0,0425 % en masse carbone (voir ligne verticale rouge).

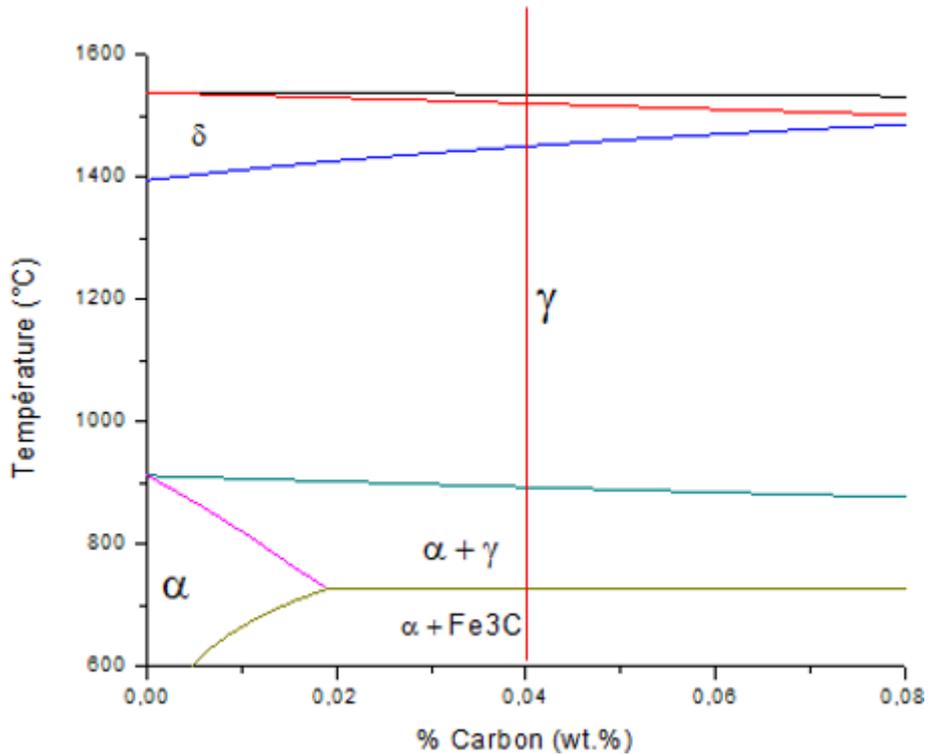


Figure 4-1 : Diagramme d'équilibre Fer-Carbonate.

A $T=600^\circ\text{C}$, l'acier est constitué de ferrite α et de perlite Fe_3C . Les proportions des différentes phases peuvent être calculées par la méthode des segments inverses :

$$\% \alpha = \frac{6,67 - 0,0425}{6,67 - 0,0018} = 0,9938 = 99,38 \%$$

$$\% Fe_3C = \frac{0,00425 - 0,0018}{6,67 - 0,0018} = 0,0062 = 0,62 \%$$

Au chauffage et plus précisément au palier eutectoïde qui correspond à $T=723^\circ\text{C}$, la cémentite se transforme en austénite et la ferrite s'enrichit en carbone.

A $T=800^\circ\text{C}$, l'acier est constitué de ferrite α et d'austénite γ , leur proportion est :

$$\% \alpha = \frac{0,34 - 0,0425}{0,34 - 0,012} = 0,9070 = 90,70 \%$$

$$\% \gamma = \frac{0,0425 - 0,012}{0,34 - 0,012} = 0,0929 = 9,30 \%$$

Le chauffage jusqu'à $T = 900^\circ\text{C}$ induit la transformation de la ferrite en austénite de structure CFC, l'acier est constitué de 100% d'austénite de réseau CFC très ductile.

Au refroidissement, la transformation de l'austénite dépend de la vitesse de refroidissement. Pour les faibles vitesses de refroidissement, à $T = 892^\circ\text{C}$ il y a apparition des premiers cristaux de ferrite.

A $T = 723^\circ\text{C}$ l'austénite subit une transformation eutectoïde pour donner la perlite. La structure finale devient Ferrite + Perlite.

Pour les grandes vitesses de refroidissement, le diagramme TRC de l'acier X60 (Figure) indique que l'austénite se transforme sans diffusion, pour donner une structure hors équilibre appelée martensite, qui est une solution solide d'insertion sursaturée en carbone dans le fer alpha. Notons aussi l'apparition de la bainite pour des vitesses de refroidissement intermédiaires.

ii. Acier inoxydable 316L :

Selon le diagramme d'équilibre pseudo-binaire ci-dessous (Figure 4-2), l'acier inoxydable 316L dont le taux de $\% \text{Fe} = 70$, $\% \text{Cr} = 15$, $\% \text{Ni} = 10.8$ (ligne verticale rouge), subit à l'équilibre les transformations suivantes :

A $T = 900^\circ\text{C}$ la structure de l'acier inoxydable 316L est entièrement austénitique.

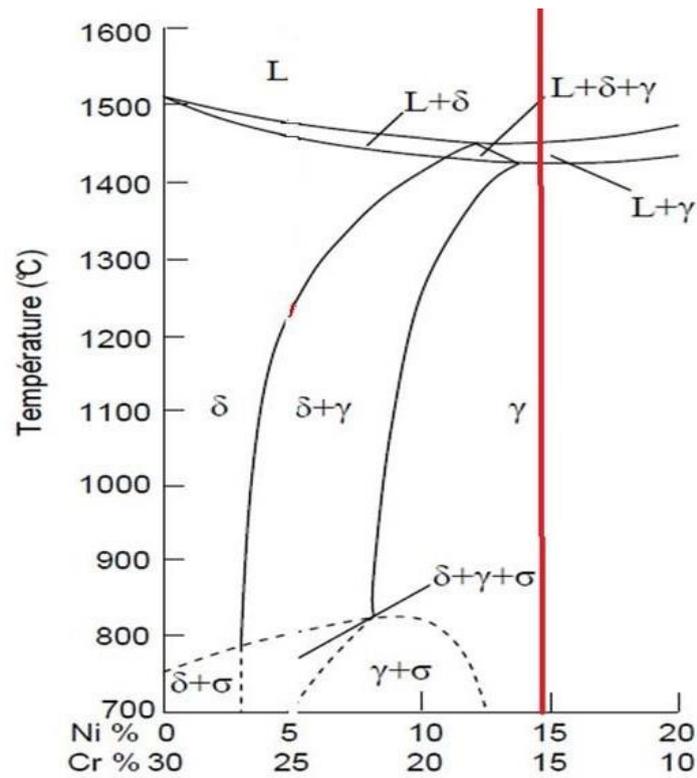


Figure 4-2 : Diagramme pseudo-binaire 70% Fe-Ni-Cr de l'acier inoxydable 316L [30].

Bien que ces états correspondent à des états d'équilibre, ce diagramme reste insuffisant pour étudier les phénomènes de changement de phases qui font intervenir, en plus de la température, le temps et la vitesse de transformation.

Le diagramme de transformation isotherme (temps-température-transformation : TTT) permet d'étudier l'évolution de l'austénite en fonction du temps et de la température (Figure 4-3).

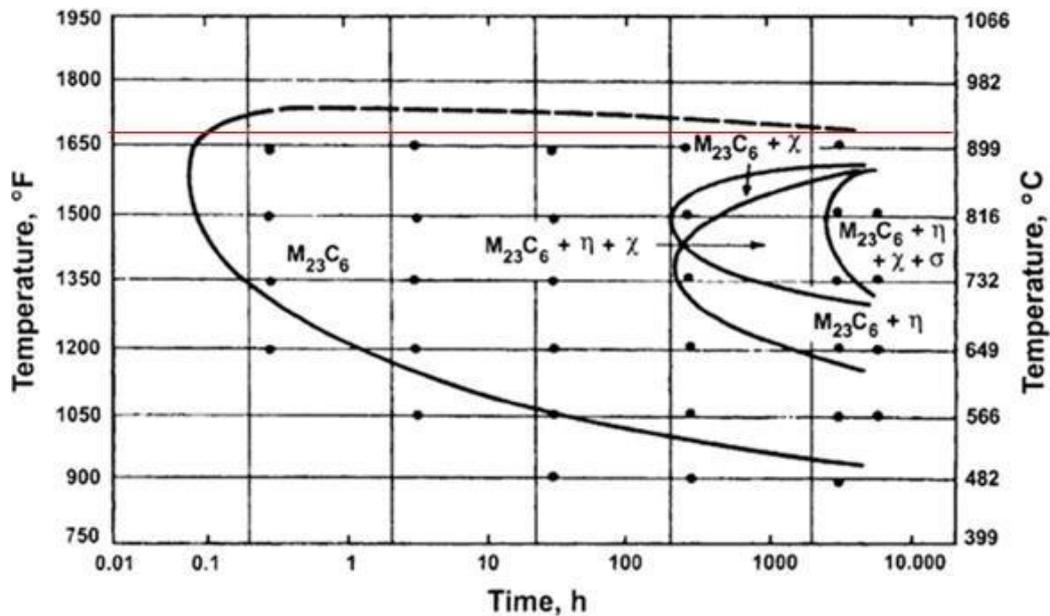


Figure 4-3 : Diagramme TTT de l'acier inoxydable austénitique AISI 316 [30].

La lecture du diagramme TTT se fait en isotherme, par exemple à la température de maintien 900°C, les carbures de chrome peuvent éventuellement apparaître très rapidement après quelques minutes de maintien à cette température (après un temps d'incubation suffisant pour débiter la décomposition de l'austénite). Notons toutefois l'absence des phases secondaires particulièrement la phase σ . En effet, la précipitation de cette phase, très riche en chrome (élément alphasène), est très rarement observée dans les aciers inoxydables austénitiques.

4.3 Caractérisation microstructurale :

L'étude métallographique est primordiale afin d'avoir un premier aperçu sur l'état microstructural d'un matériau. Nous avons effectué un recuit de recristallisation interrompu par une trempe pour visualiser les changements microstructuraux et le comportement des matériaux durant des temps intermédiaires. Nous allons présenter ci-dessous toutes les analyses obtenues par microscopie optique que l'on a réalisées sur le multimatériau étudié (réception, laminé non traité, laminé traité thermiquement pendant 2 min, 5min, 15min, 1h et 5h).

4.3.1 Microstructure de l'interface :

L'assemblage que nous avons étudié est un Cladding constitué d'un acier au carbone ferrito-perlitique revêtu d'un acier inoxydable austénitique.

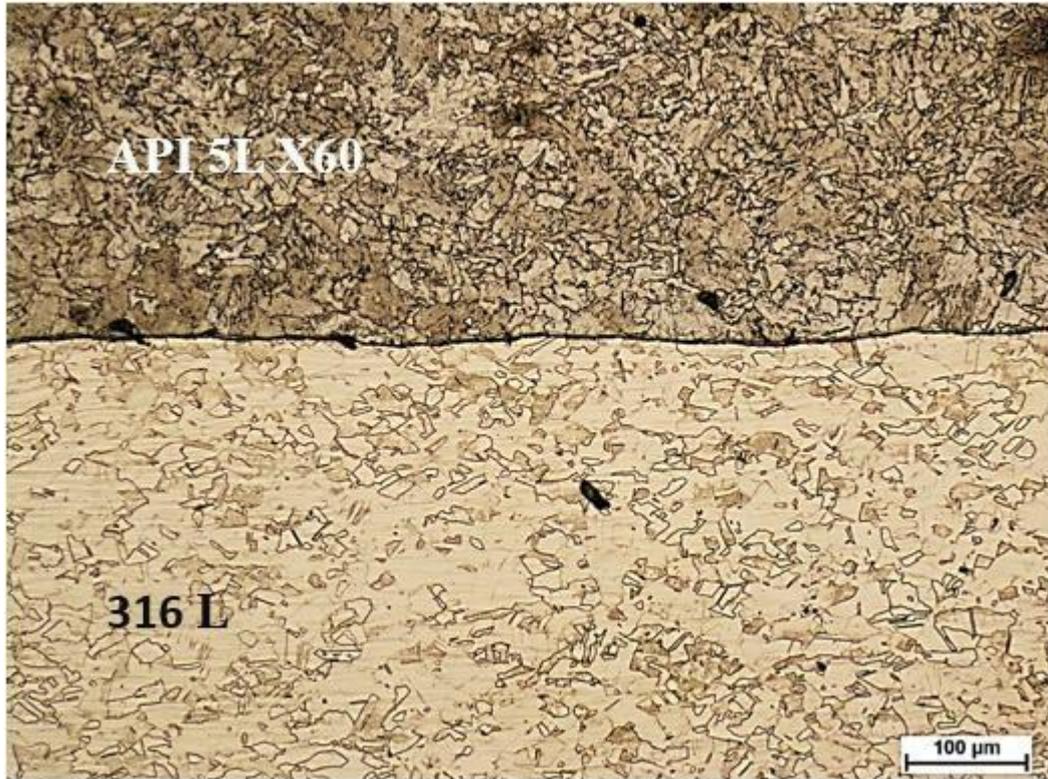


Figure 4-4 : Microstructure de l'interface l'état de réception avec grossissement $\times 500$.

Nous pouvons aisément observer une microstructure ferrito-perlitique typique des aciers hypoeutectoides du côté de l'acier API 5L X60 et une microstructure composée de grains d'austénite typique des aciers inoxydables austénitiques. Ces microstructures seront reprises avec plus de détails dans les paragraphes suivants. Il est cependant intéressant de noter que l'interface montre une délimitation nette, fine et claire entre les deux matériaux (figure 4-4).

On remarque aussi que la taille des grains reste la même en allant du volume vers l'interface dans les deux matériaux, la microstructure n'a pas montré un affinement des grains à l'interface ce qui nous pousse à émettre l'hypothèse que le cladding n'a pas été fait par laminage à chaud.

On remarque également qu'il n'y a pas de zone affectée thermiquement au niveau de l'interface, ni la présence de structure typique de la solidification donc il est clair que ce cladding n'a pas été réalisé par des procédés faisant intervenir le soudage par fusion. De surcroît, les images obtenues par le microscope électronique à balayage ci-dessous (Figure 4-5) n'ont pas montré

de résine ou de colle entre les deux aciers. Les résultats de l'analyse ponctuelle par EDS à l'interface ont confirmé ce constat (Figure 4-6 et Tableau 4-3). En effet, il n'y a que les éléments constitutifs des deux alliages dans cette zone, à savoir le fer, le carbone, le chrome et le nickel (Tableau 4-1). Il n'y a pas eu de changements microstructuraux au niveau de l'interface après les traitements thermo mécanique et thermique.

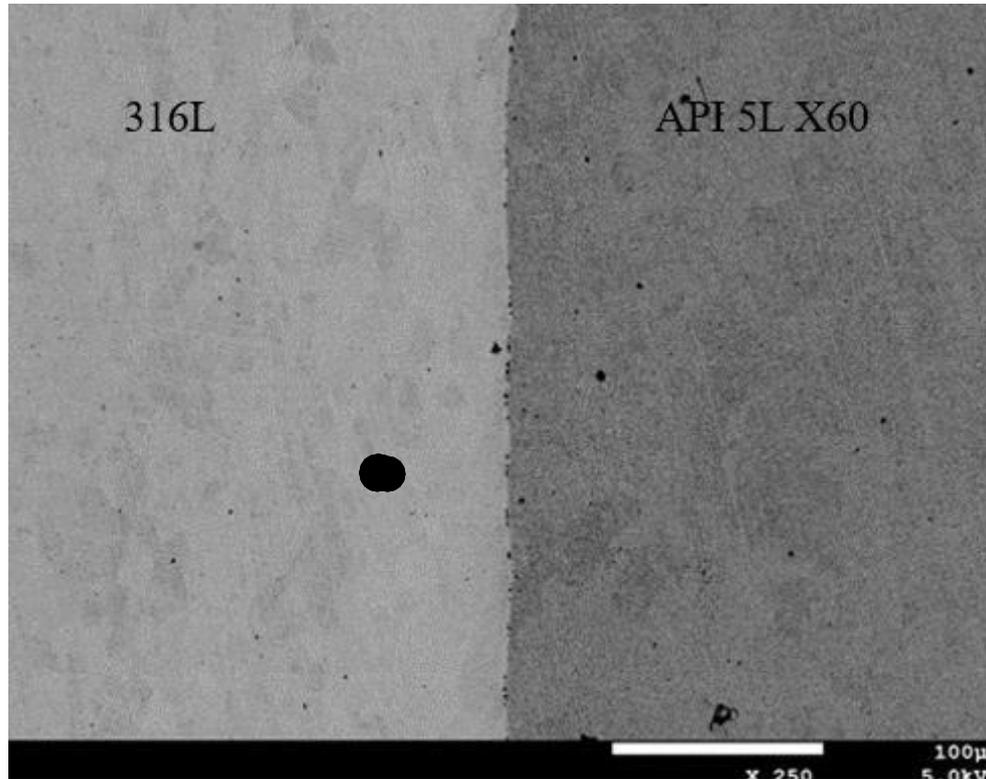


Figure 4-5 : Micrographie électronique à balayage de l'échantillon de réception à l'interface $\times 250$.

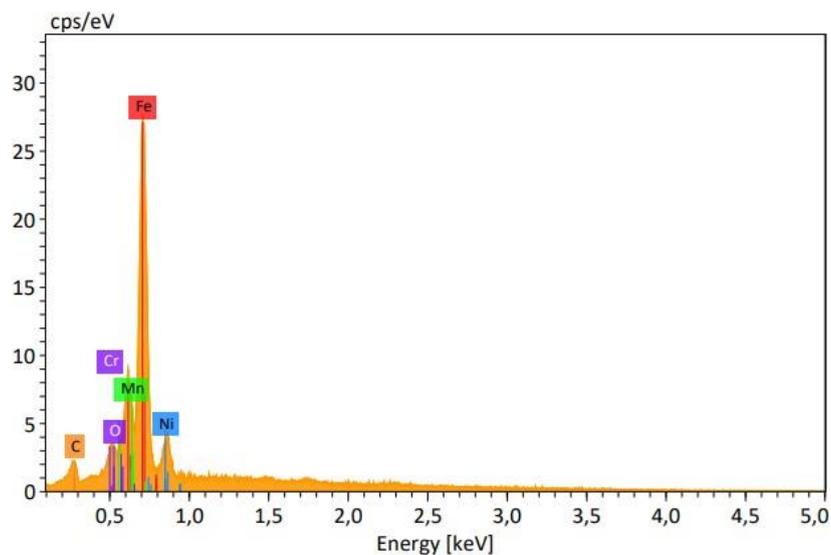


Figure 4-6 : Spectre d'analyse de la composition chimique de l'interface de l'échantillon de réception.

Tableau 4-3 : Résultats des microanalyses par spectrométrie en dispersion d'énergie (EDS) à l'interface.

| Eléments | %Poids | %Atomique | %Erreur |
|-----------|--------|-----------|---------|
| Fer | 78.21 | 72.09 | 11,42 |
| Chrome | 9.80 | 9.70 | 14,85 |
| Nickel | 7.64 | 6.70 | 14,46 |
| Manganèse | 1.77 | 1,66 | 21,26 |
| Carbone | 1.47 | 6,29 | 19,75 |
| Oxygène | 1.11 | 3,56 | 20,49 |

Compte tenu de toutes ses observations au niveau de l'interface, on peut potentiellement supposer que le procédé de cladding ayant permis d'obtenir l'assemblage sujet de notre étude n'a pas été réalisé par collage à chaud.

4.3.2 Microstructure de l'état de réception :

Comme le montre les figures (4-7, 4-8) ci-dessous de l'état de réception, on observe que :

- La microstructure de l'acier X60 est formée de grains de ferrite (F) de couleur claire et des rangées de perlite (P) de couleur plus sombre disposées quasi régulièrement.
- La microstructure de l'acier inoxydable 316L est constituée de grains austénitiques homogènes (γ) plus ou moins équiaxes. Les points noirs peuvent être des inclusions ou des porosités formées pendant l'attaque chimiques (des oxydes en surface).

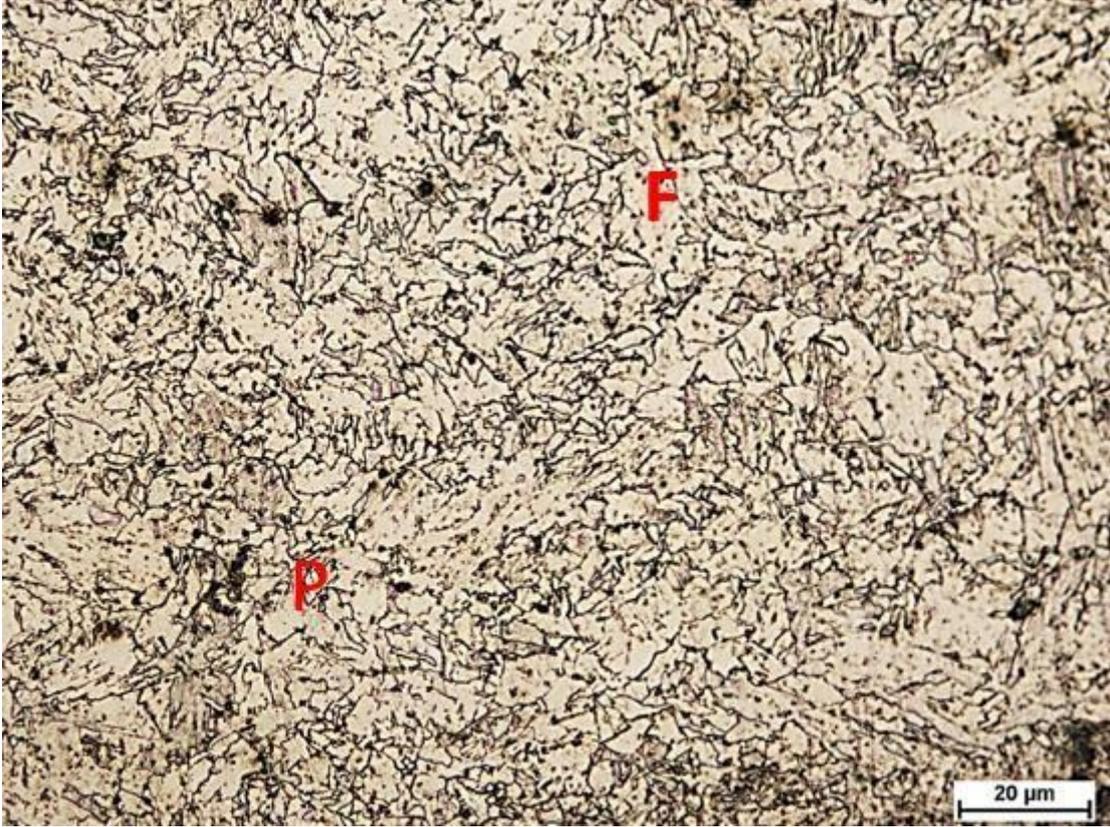


Figure 4-7 : Microstructure du X60 à l'état de réception avec grossissement $\times 500$.

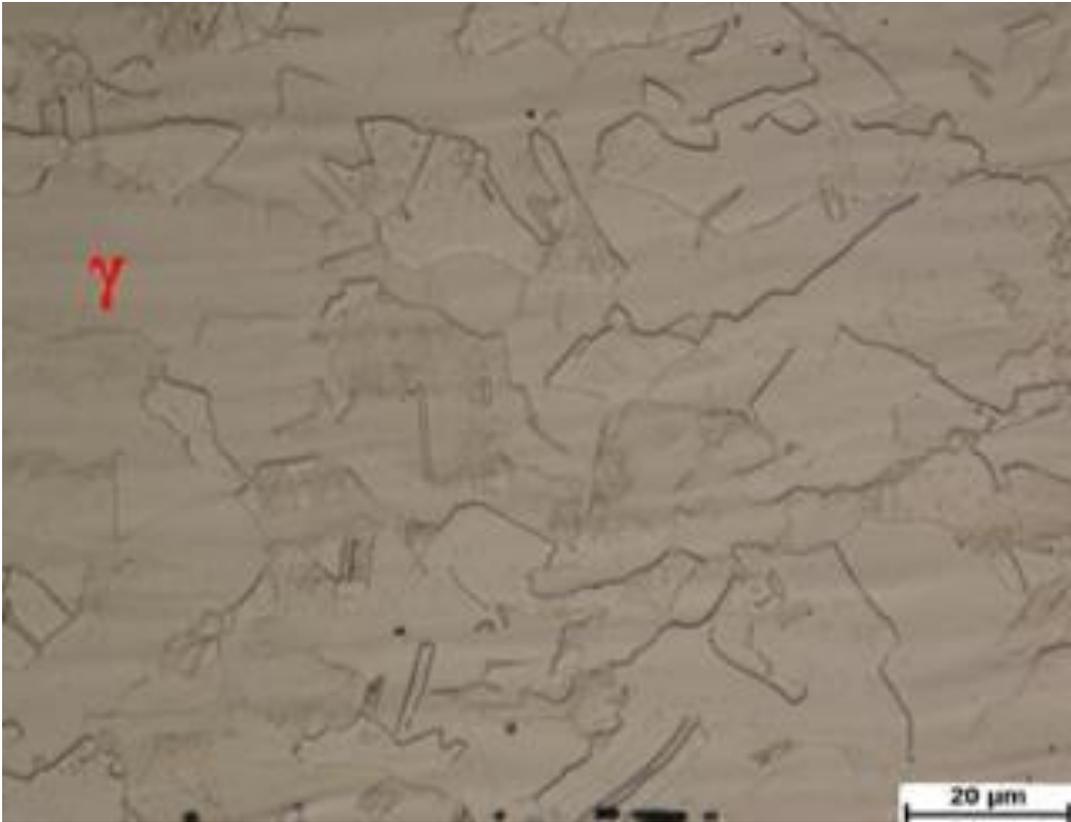


Figure 4-8 : Microstructure du 316L à l'état de réception avec grossissement $\times 500$.

i. Analyse ponctuelle par EDS :

Les résultats de l'analyse EDS faite pour l'acier 316L correspondent bien à ceux de la phase austénitique. La Figure 4-9 et le Tableau 4-4 ci-dessous montrent la composition chimique d'une zone de l'échantillon. On constate que l'austénite est riche en éléments gammagènes.

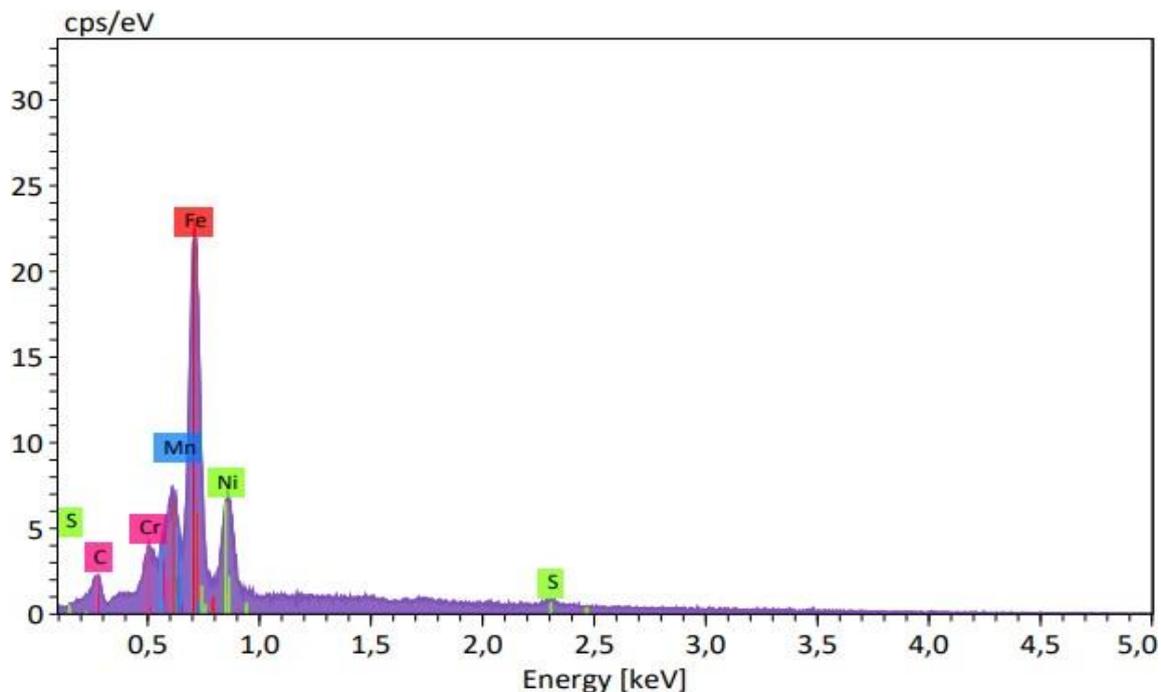


Figure 4-9 : Spectre d'analyse de la composition chimique pour l'acier 316 L de l'échantillon de réception.

Tableau 4-4 : Résultats de la composition chimique pour l'acier 316 L de l'échantillon de réception.

| Eléments | % Poids | % Atomique | % Erreur |
|-----------|---------|------------|----------|
| Fer | 65.00 | 60,84 | 11,52 |
| Chrome | 17.60 | 17,69 | 13,43 |
| Nickel | 14.30 | 12,73 | 13,01 |
| Manganèse | 1.48 | 6,44 | 19,40 |
| Carbone | 1.10 | 1,8 | 8,59 |
| Souffre | 0.53 | 0,5 | 32,32 |

Les résultats de l'analyse EDS faite pour l'acier X60 correspondent bien à ceux de la phase ferrito-perlitique. La Figure 4-10 et le Tableau 4-5 ci-dessous montrent la composition chimique d'une zone de l'échantillon, on constate que l'acier est constitué de carbone (C), fer (Fe), manganèse (Mn), chrome (Cr) et oxygène (O) qui pourrait former des oxydes.

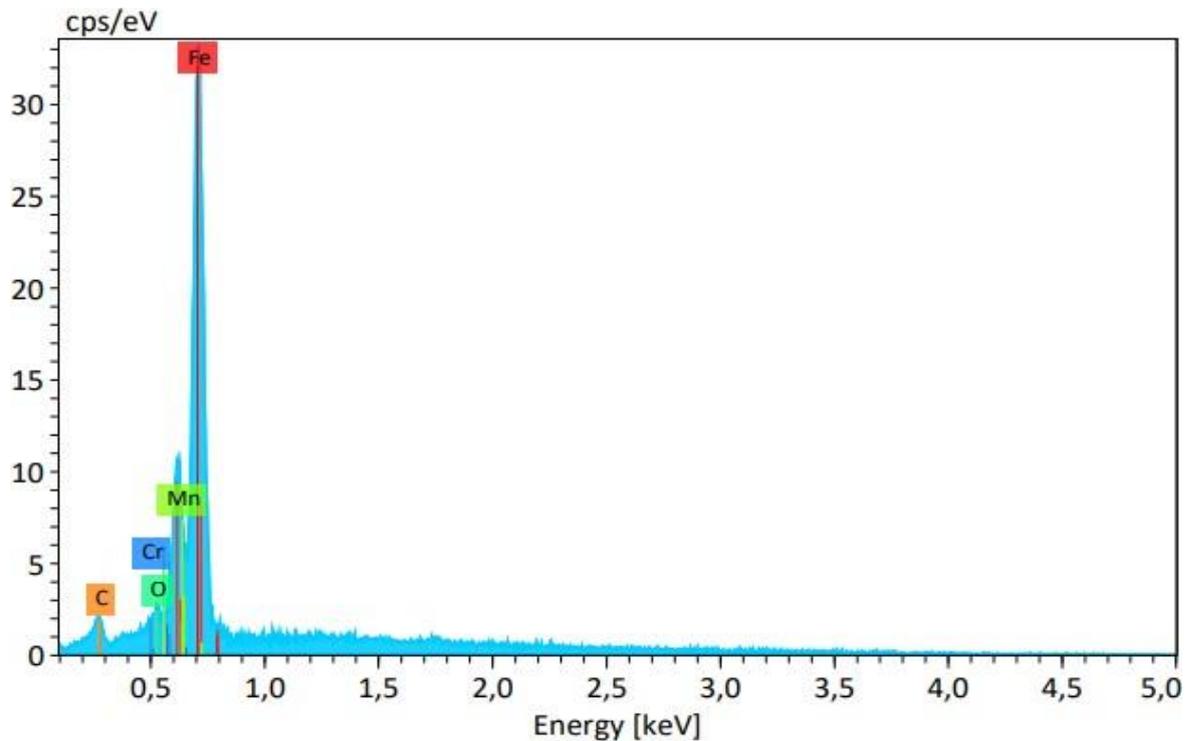


Figure 4-10 : Spectre d'analyse de la composition chimique pour l'acier X 60 de l'échantillon de réception.

Tableau 4-5 : Résultats de la composition chimique pour l'acier X60 de l'échantillon de réception.

| Eléments | % Poids | % Atomique | % Erreur |
|-----------|---------|------------|----------|
| Fer | 94.49 | 89,88 | 11,75 |
| Manganèse | 2.00 | 2,04 | 25,44 |
| Chrome | 1.98 | 1,91 | 24,09 |
| Oxygène | 0.98 | 4,35 | 26,42 |
| Carbone | 0.55 | 1,81 | 31,05 |

4.3.3 Effet du laminage à chaud :

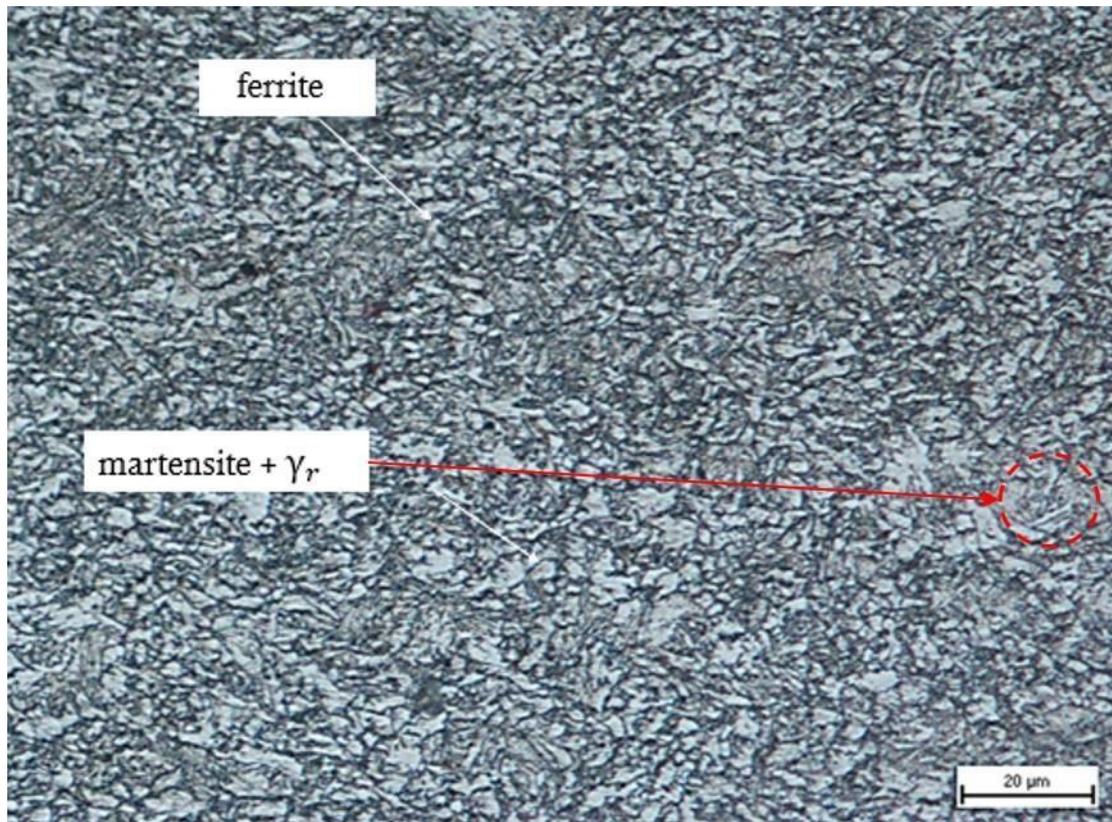


Figure 4-11 : Microstructure du X60 à l'état laminé avec grossissement $\times 500$.

Le laminage a été fait à 950°C car c'est la température à laquelle la recristallisation dynamique n'a pas lieu d'être. En effet, nous nous intéressons dans le présent travail à l'étude de la recristallisation statique.

Pendant le laminage à chaud, le matériau a été porté à une température de 950°C pendant 15min, il est ainsi totalement austénitique dans les deux alliages constitutifs de l'assemblage. Lors du processus de laminage, le multimatériau est mis en contact direct avec les cylindres du laminoir de température plus basse (température ambiante), il en résulte une sensible baisse en température par conduction entre le métal et les cylindres froids que l'on considère comme un refroidissement lent. De ce fait, la microstructure austénitique de l'acier au carbone se transforme en ferrite (fer alpha CC) et austénite (fer gamma CFC) selon le diagramme TRC (voir chapitre 1), tandis que l'acier inoxydable reste austénitique.

Après le laminage, on a trempé le matériau dans l'eau, la microstructure finale de l'acier au carbone devient donc ferrite + austénite résiduelle + martensite et celle de l'acier inoxydable reste austénitique (Figure 4-11).

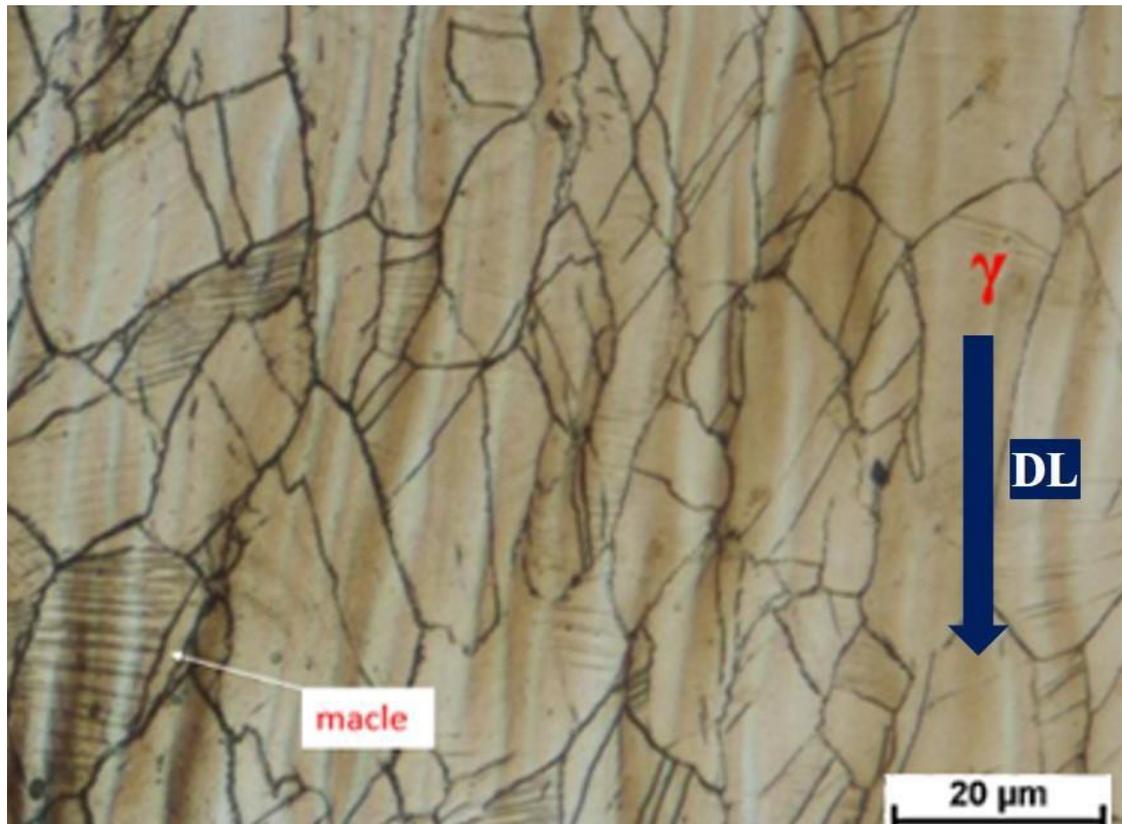


Figure 4-12 : Microstructure du 316L à l'état laminé avec grossissement $\times 500$.

On remarque que les grains austénitiques de l'acier inoxydable sont écrusés et allongés. On observe également une forte présence de macles à l'intérieur des grains austénitiques (Figure 4-12).

i. Microscopie électronique à balayage :

La microscopie électronique à balayage a été utilisée essentiellement pour obtenir des images de la surface de l'échantillon, les images formées à l'aide des émissions d'électrons rétrodiffusées nous ont permis d'observer différents contrastes notamment le contraste topographique à travers lequel nous avons pu examiner aisément l'apparition de microfissure (Figures 4-13, 4-14). En effet, la trempe après le laminage à chaud a causé la formation de microfissure à l'interface du côté de l'acier X60 (Figures 4-15, 4-16).

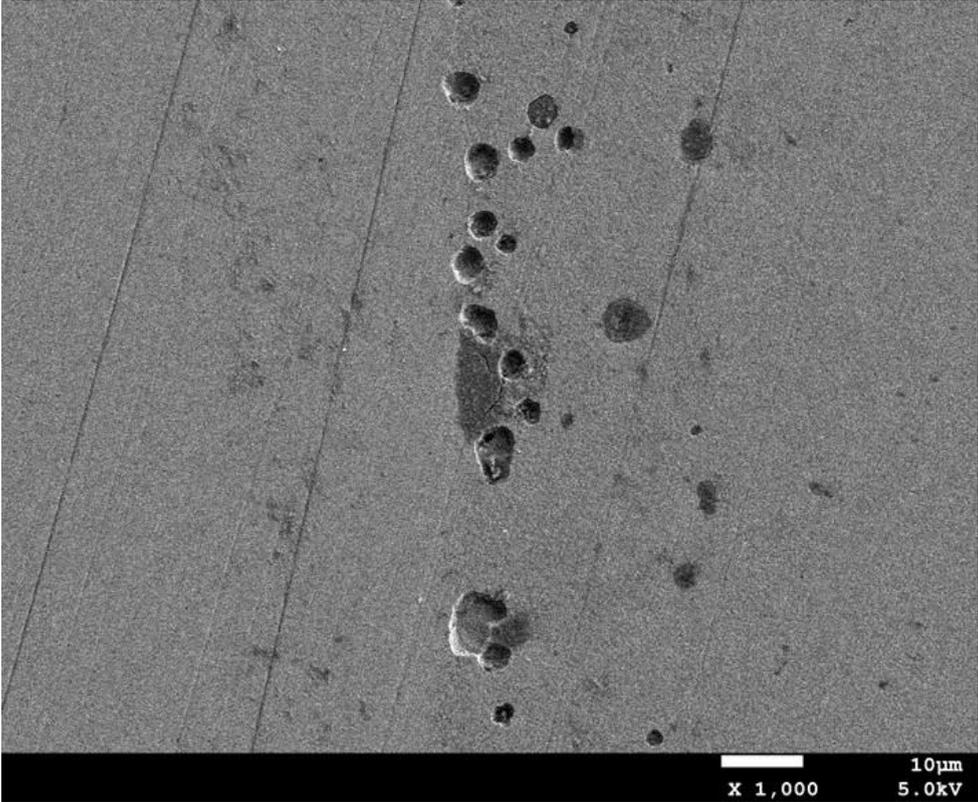


Figure 4-13 : Micrographie électronique à balayage de l'échantillon laminé à l'interface $\times 1000$.

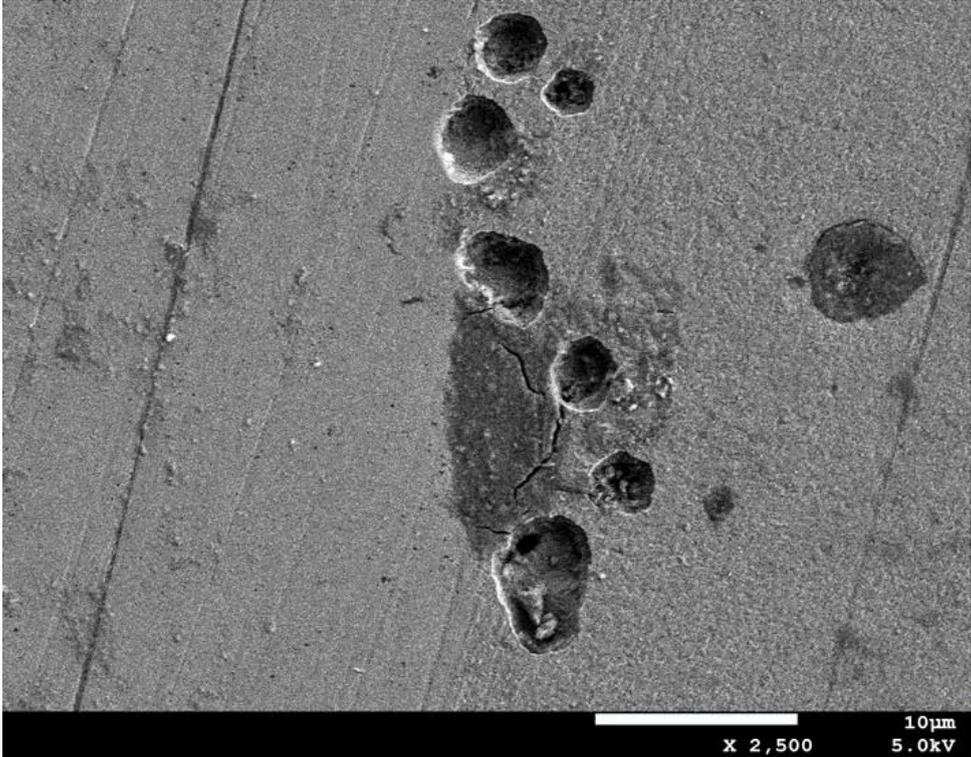


Figure 4-14 : Micrographie électronique à balayage de l'échantillon laminé à l'interface $\times 2500$.

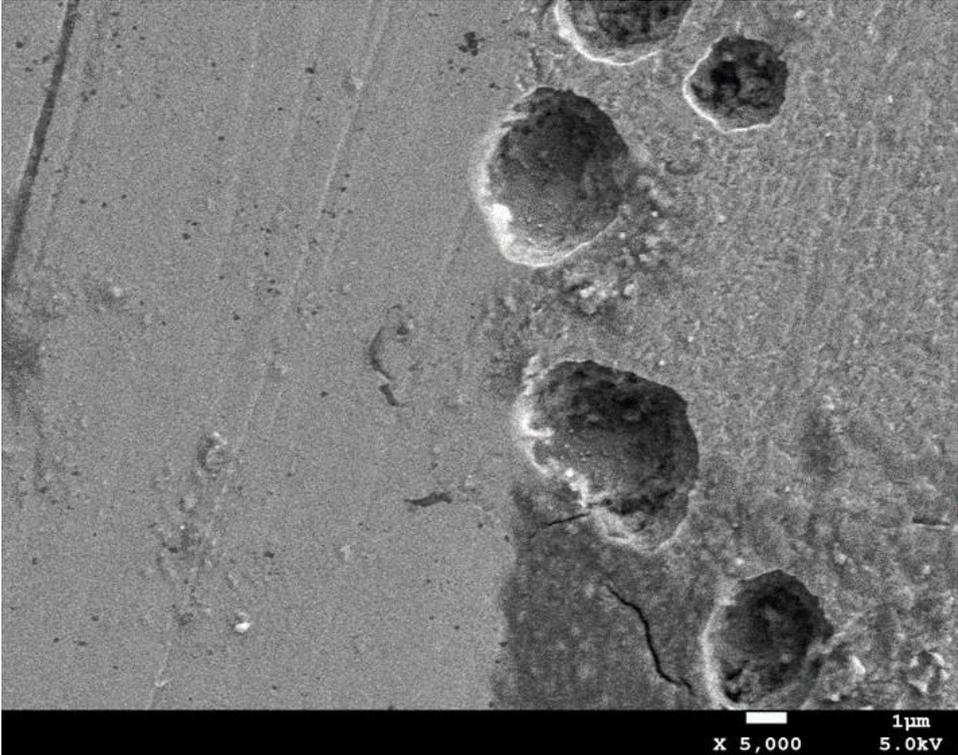


Figure 4-15 : Micrographie électronique à balayage de l'échantillon laminé à l'interface ×5000.

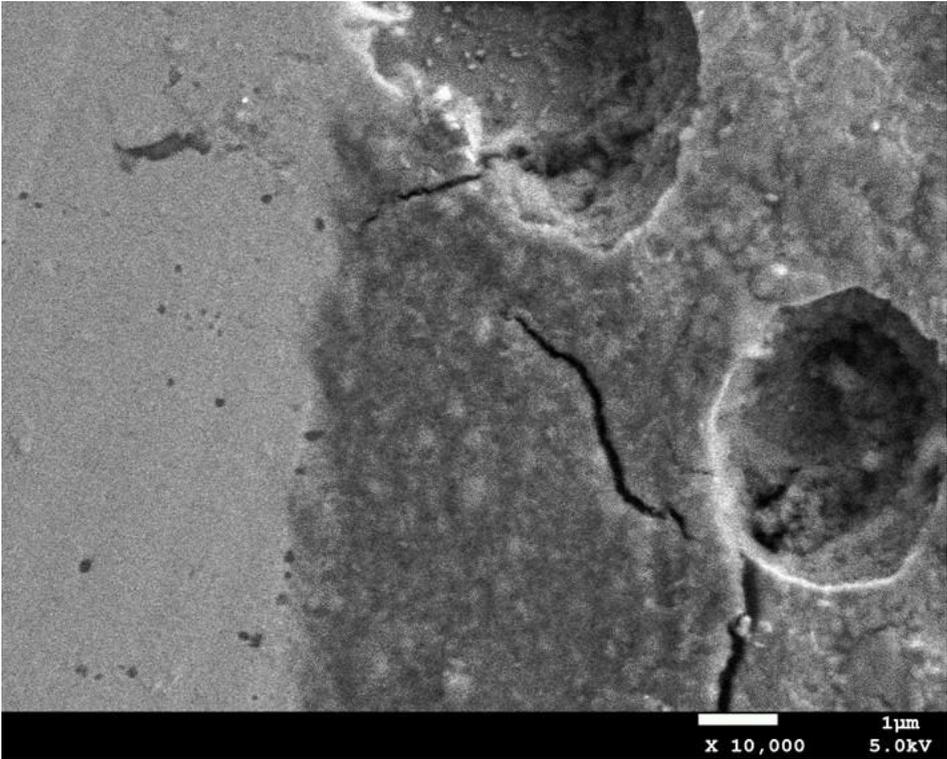


Figure 4-16 : Micrographie électronique à balayage de l'échantillon laminé à l'interface ×10000.

ii. Les cartographies de l'échantillon laminé non traité :

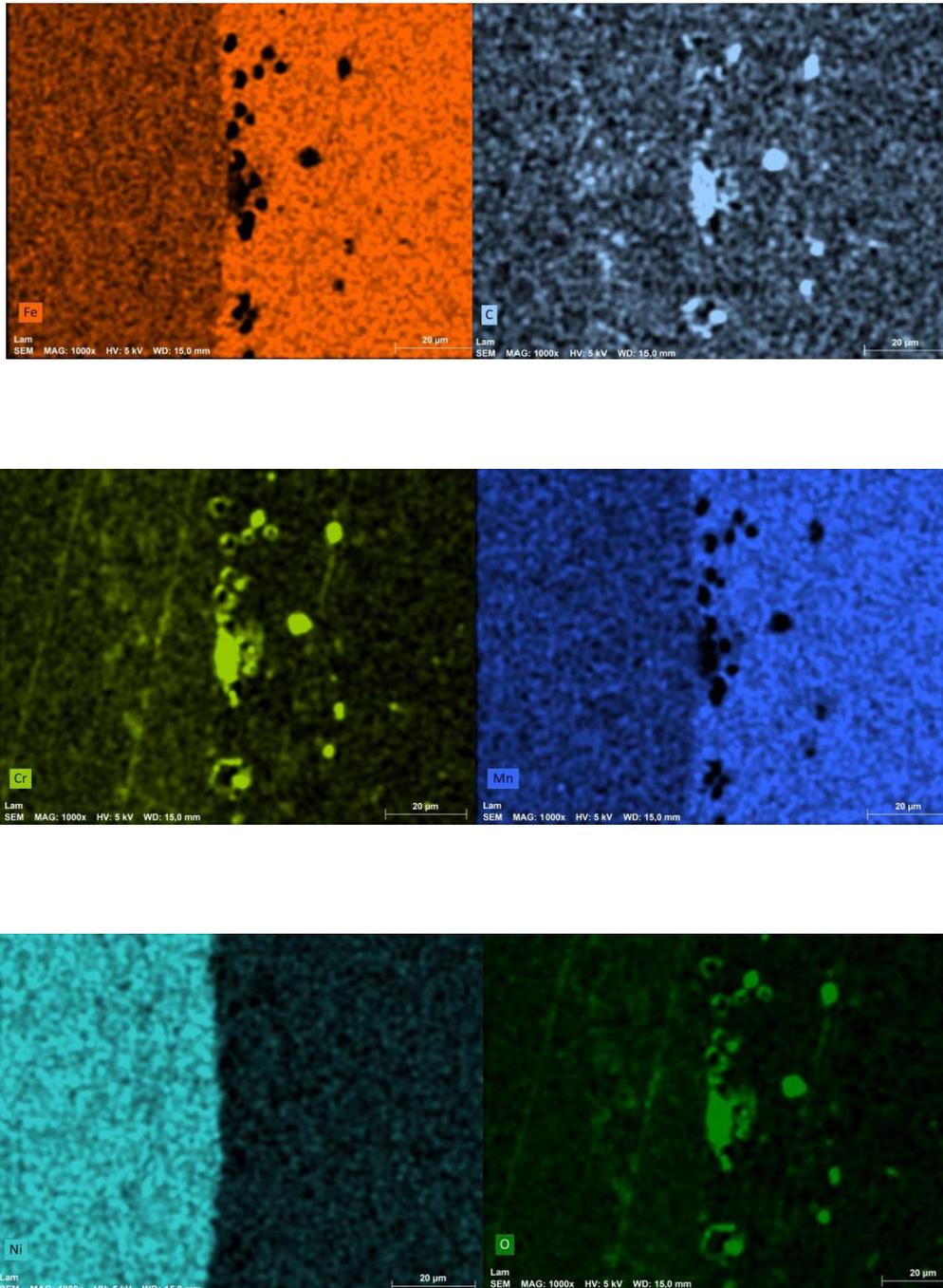


Figure 4-17 : Cartographies de l'échantillon laminé.

Les cartographies ci-dessus (Figure 4-17) nous renseignent sur les éléments qui constituent les particules se trouvant à l'interface de l'échantillon laminé non traité. Ces particules sont riches en Chrome, oxygène et en carbone.

iii. Analyse linéaire par EDS de l'état laminé :

A partir des profils EDS effectués (Figure 4-18), on remarque que l'interface est nettement identifiable à partir de ces profils. En effet, elle correspond à l'endroit où le taux des différents éléments constitutifs des deux aciers changent brusquement particulièrement le Fer qui diminue drastiquement en passant de l'acier X60 vers l'acier 316L à l'inverse du Chrome qui augmente fortement en passant l'interface de l'acier X60 vers l'acier inoxydable 316L.

Le taux du chrome et du nickel est plus élevé dans l'acier 316L, ce qui favorise la formation des carbures de chrome de type $Cr_{23}C_6$ qu'on a retrouvées dans les diffractomètres plus bas.

Le taux d'oxygène est plus élevé dans l'acier X60, ce qui pourrait induire la formation des oxydes de fer potentiellement à ce niveau.

La présence de l'oxygène et du silicium au niveau de l'acier inoxydable peut induire la formation des oxydes de silicium SiO_2 .

Le taux de Mn, C, S ...etc. reste pratiquement le même dans les deux aciers.

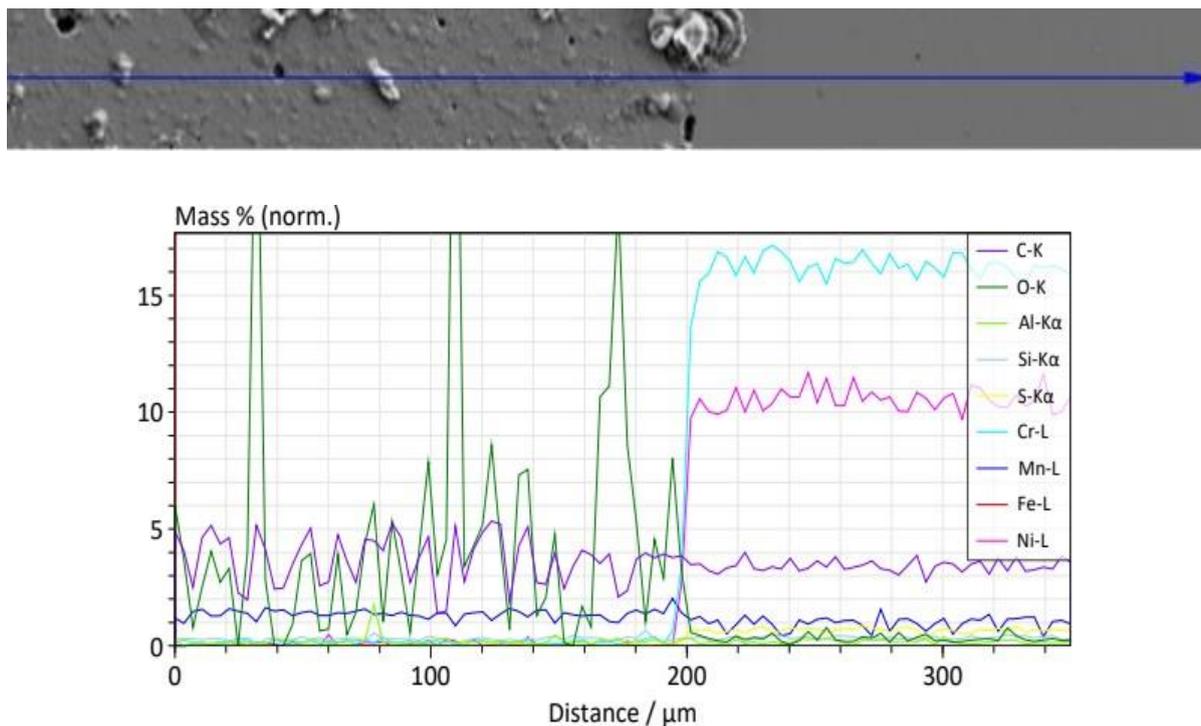


Figure 4-18 : Profil analyse linéaire dans l'échantillon laminé non traité.

4.3.4 Effet du traitement de recuit :

Pendant le recuit, l'acier a été porté à une température égale à $900^{\circ}C$ engendrant, par conséquent, une microstructure après laminage à chaud totalement austénitique. Le

multimatériau a été maintenu à cette température pendant des périodes de recuit différentes : 2min, 5min, 15min, 30min, 1h, 3h, 5h, et a été ensuite refroidi très rapidement (recuit interrompu par une trempe) afin de pouvoir visualiser les changements microstructuraux qui se passent. Le comportement des deux aciers diffère d'un temps de maintien à un autre.

i. Microstructure de l'état traité pendant 2 min :

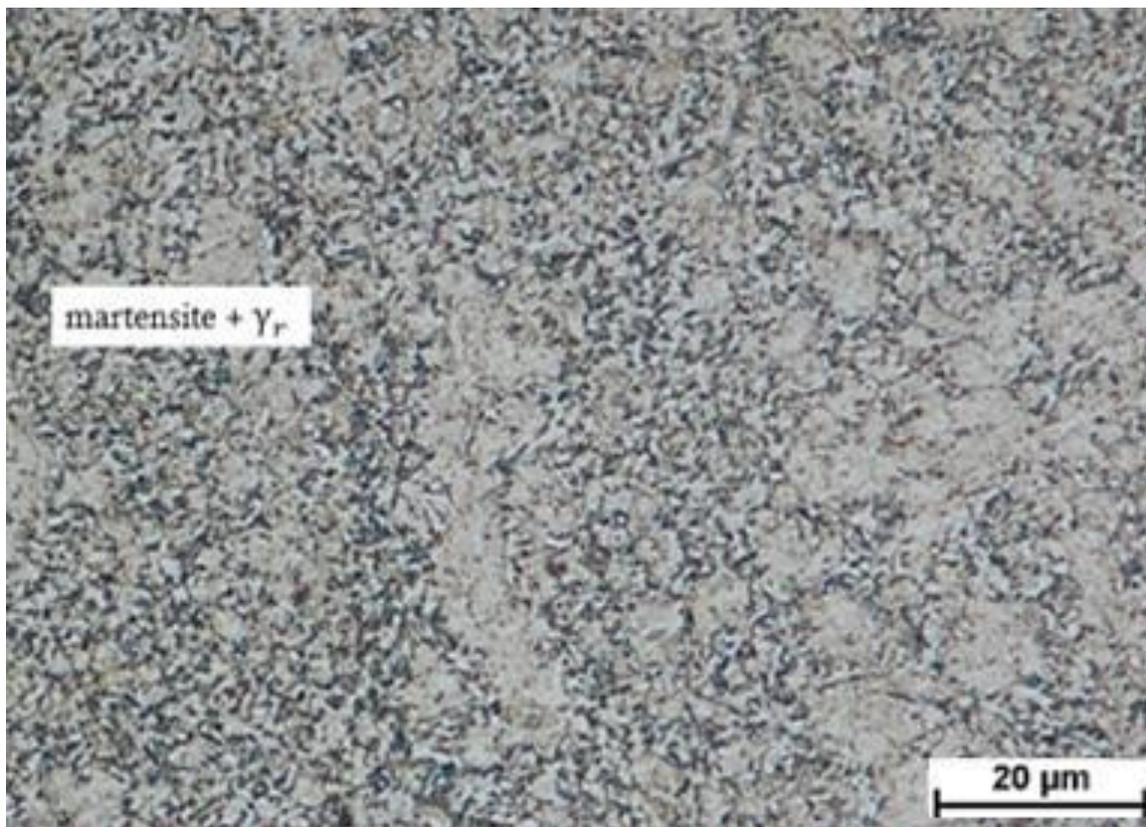


Figure 4-19 : Microstructure du X60 traité pendant 2 min avec grossissement $\times 500$.

Comme le montre la figure 4-19, la microstructure finale de l'acier X60 obtenue après le recuit à 900 °C pendant 2 min consécutif au laminage à chaud est constituée principalement d'aiguilles très fines de martensite formées à partir de l'austénite qui s'est transformée par transformation displacive pendant la trempe. Notons, cependant, que les aiguilles de martensite sont malheureusement difficilement observables à partir des microstructures prises par le microscope optique.

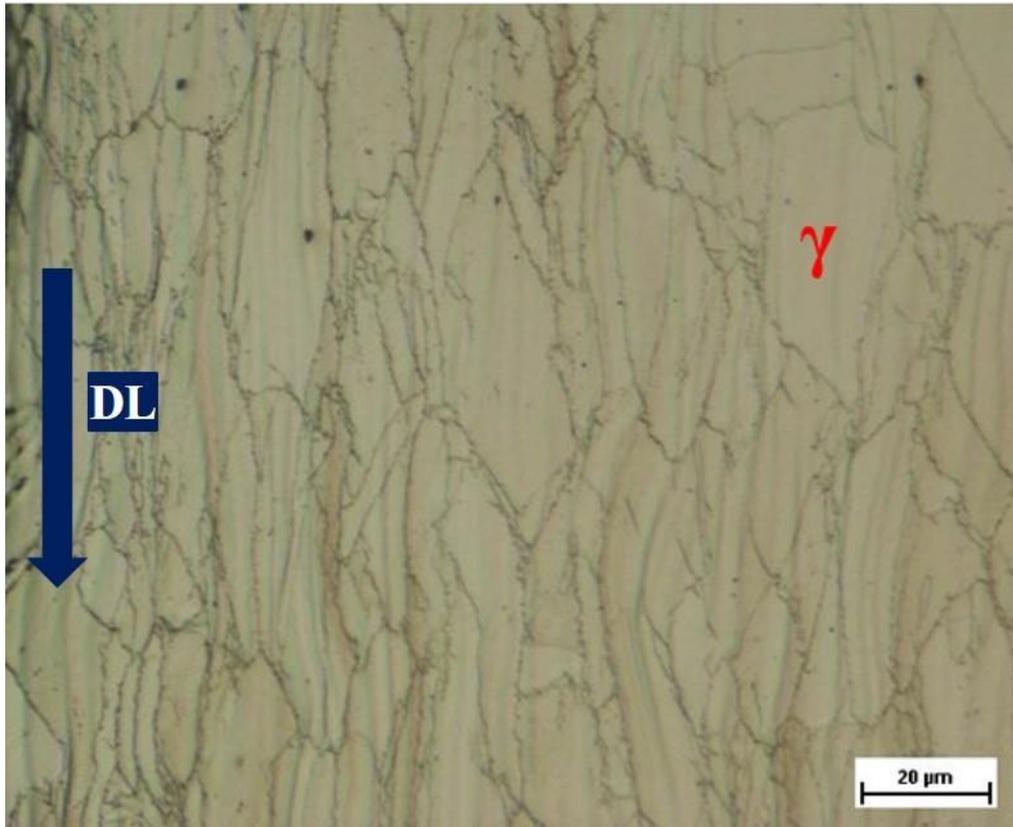


Figure 4-20 : Microstructure du 316L traité pendant 2 min avec grossissement $\times 500$.

Pour l'acier 316L, on remarque que l'effet du laminage est toujours présent après un recuit à 900 °C pendant 2 min. En effet, les grains austénitiques sont allongés et fins avec un début de recristallisation par germination de quelques petits grain équiaxes aux sites de haute énergie (anciens joints de grains écrouis) (Figure 4-20).

ii. Microstructure de l'état traité pendant 5 min :

Pour l'acier au carbone, la même microstructure est obtenue pour tous les recuits, il est ainsi difficile de suivre et observer les changements microstructuraux car c'est un matériau qui a subi plusieurs transformations de phases pendant le laminage à chaud et le traitement de recuit. Nous nous limitons donc à suivre la recristallisation au niveau de l'acier inoxydable austénitique 316L.

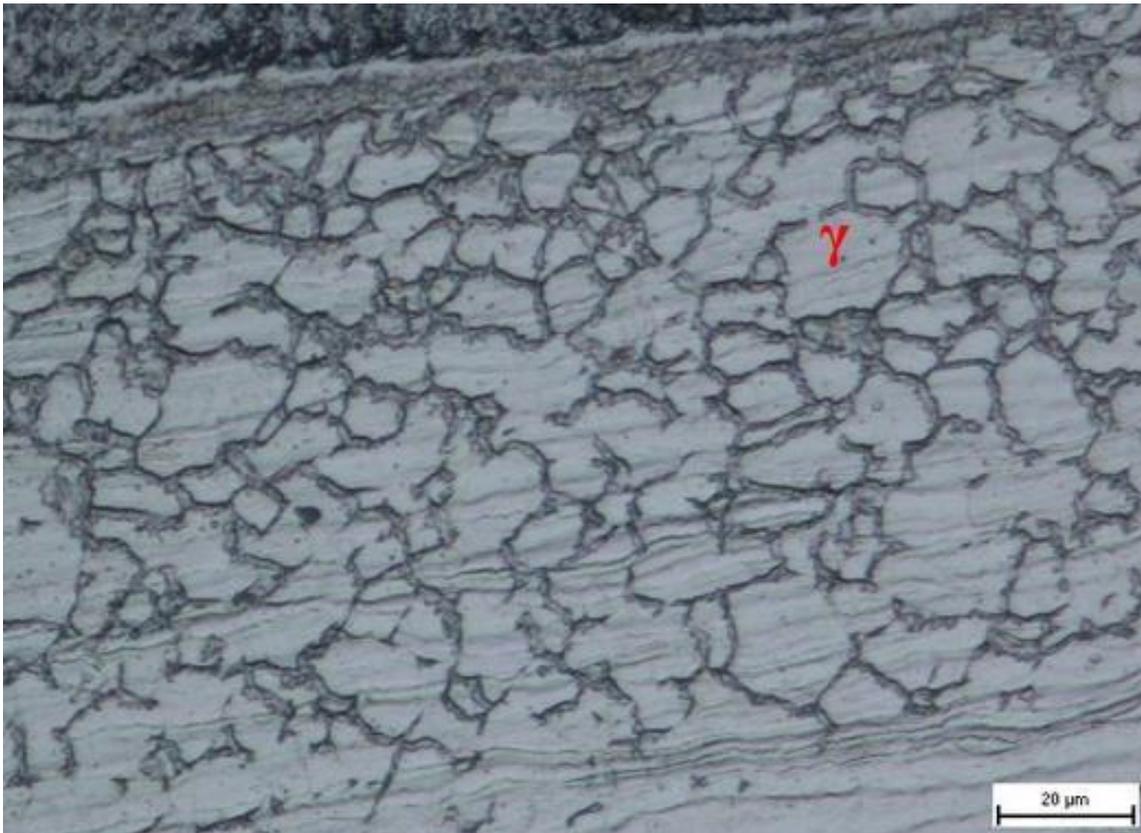


Figure 4-21 : Microstructure du 316L traité pendant 5 min avec grossissement $\times 500$.

Le suivi de l'évolution microstructurale pendant le recuit a montré que la recristallisation est plus prononcée dans l'échantillon recuit à 900 °C pendant 5 min. Elle est caractérisée par des grains recristallisés relativement fins où les grains recristallisés se développent en consommant la structure écrouie. Le taux de recristallisation est d'environ 85% (Figure 4-21).

Les anciens grains écrouis sont le siège d'une forte densité de dislocations. Pendant le traitement de recuit, nous assistons à la germination d'une sous-structure composée de grains fins relativement équiaxes. Au fur et mesure que le temps de recuit augmente, de nouveaux grains recristallisés apparaissent tandis que les grains préalablement recristallisés continuent leur croissance.

iii. Microstructure de l'état traité pendant 15 min :

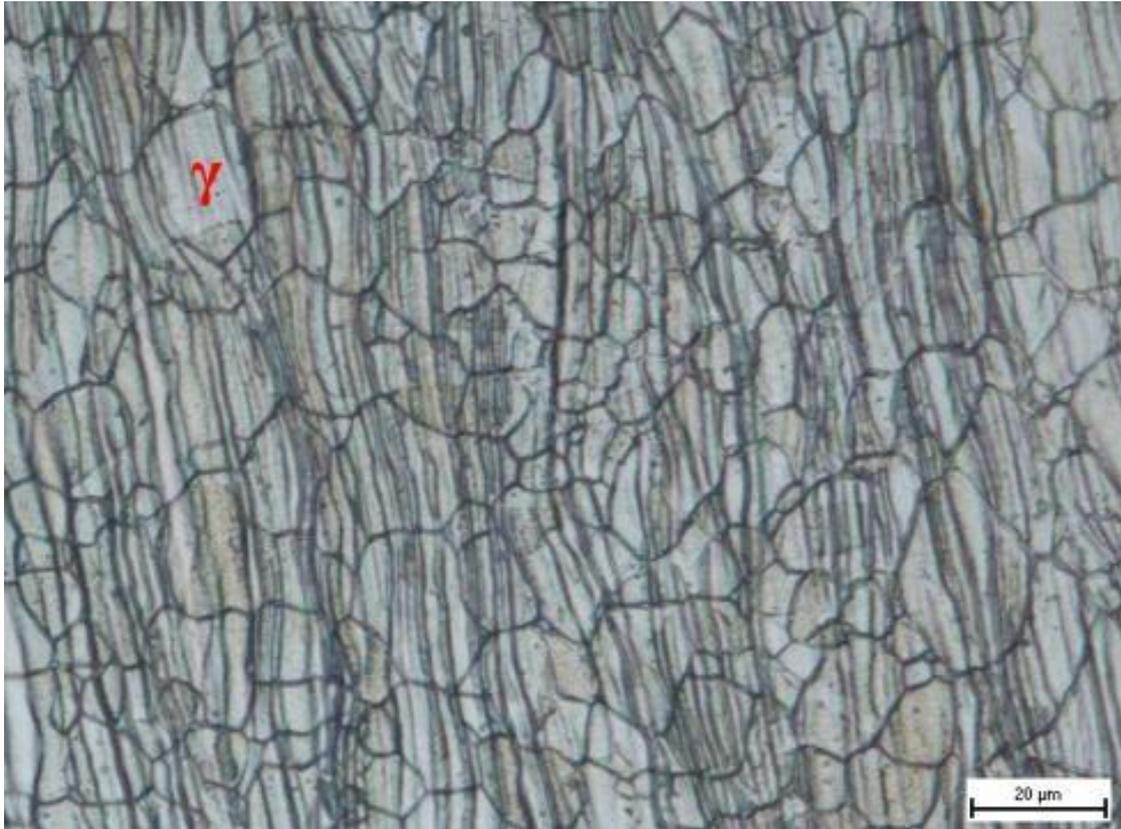


Figure 4-22 : Microstructure du 316L traité pendant 15 min avec grossissement $\times 500$.

Après 15 min de recuit, on observe un développement dans la recrystallisation, le taux de recrystallisation est d'environ 95%, ceci marque la fin de l'étape de la germination et la croissance des nouveaux grains recrystallisés (Figure 4-22).

iv. Microstructure de l'état traité pendant 30 min :

On remarque qu'après 30 min de recuit à 900 °C, la recrystallisation a pris fin avec une croissance totale des grains recrystallisés et début de grossissement des grains (Figure 4-24).

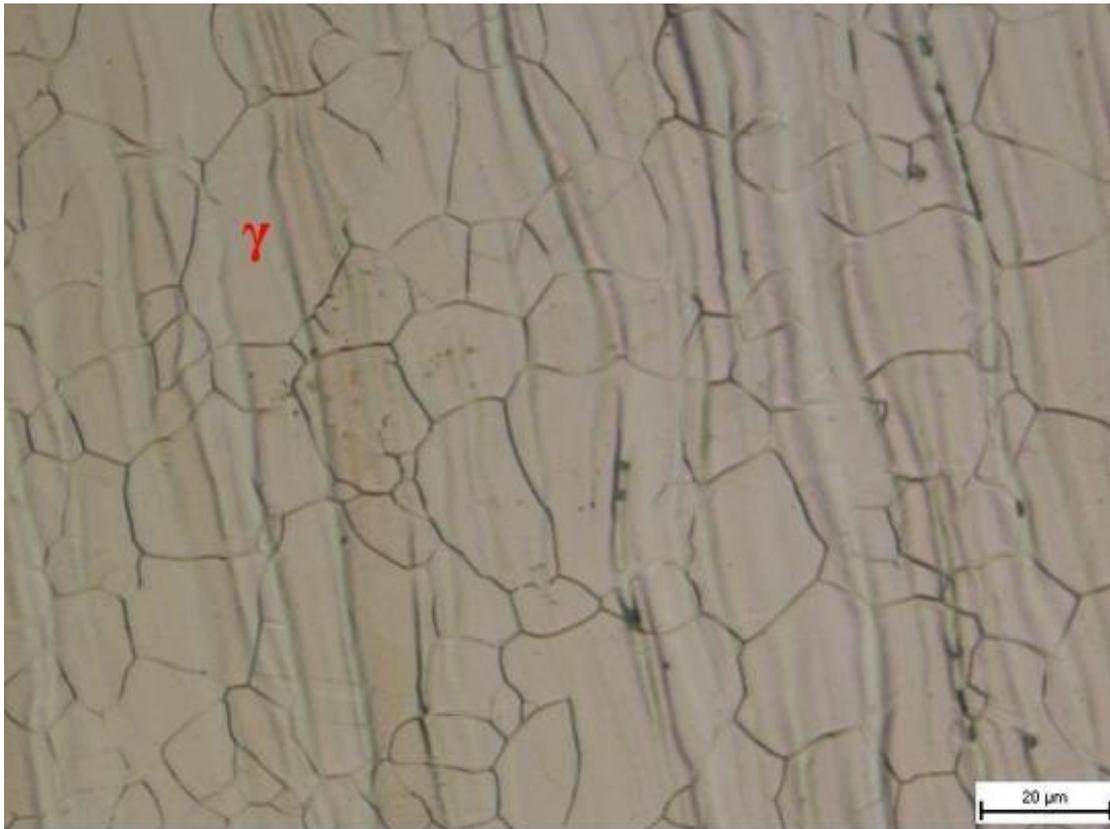


Figure 4-23 : Microstructure du 316L traité pendant 30 min avec grossissement $\times 500$.

v. Microstructure de l'état traité pendant 1h :

On remarque qu'après un recuit à 900 °C pendant 1h, les grains recristallisés continuent leurs croissance. Toutefois, dans ce cas, certains grains grossissent au détriment d'autres grains plus petits qui disparaissent. Ce phénomène, appelé coalescence, a pour but de minimiser l'énergie d'interface totale en diminuant la densité des joints de grains.

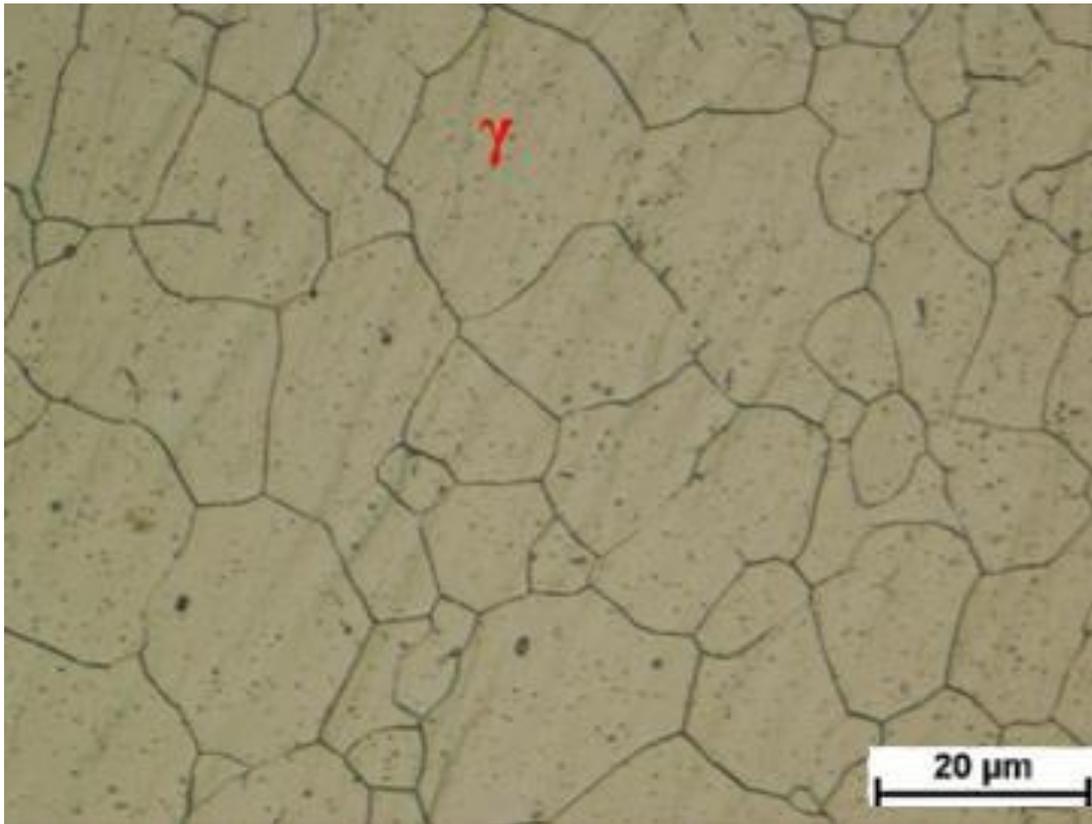


Figure 4-24 : Microstructure du 316L traité pendant 1h avec grossissement $\times 500$.

vi. Microstructure de l'état traité pendant 5h :

Le prolongement du temps de recuit jusqu'à 5h a accentué le phénomène déjà observé après maintien pendant 1h, à savoir la croissance de certains grains aux dépens d'autres grains (Figure 4-25). Ce phénomène est aussi appelé recristallisation secondaire.

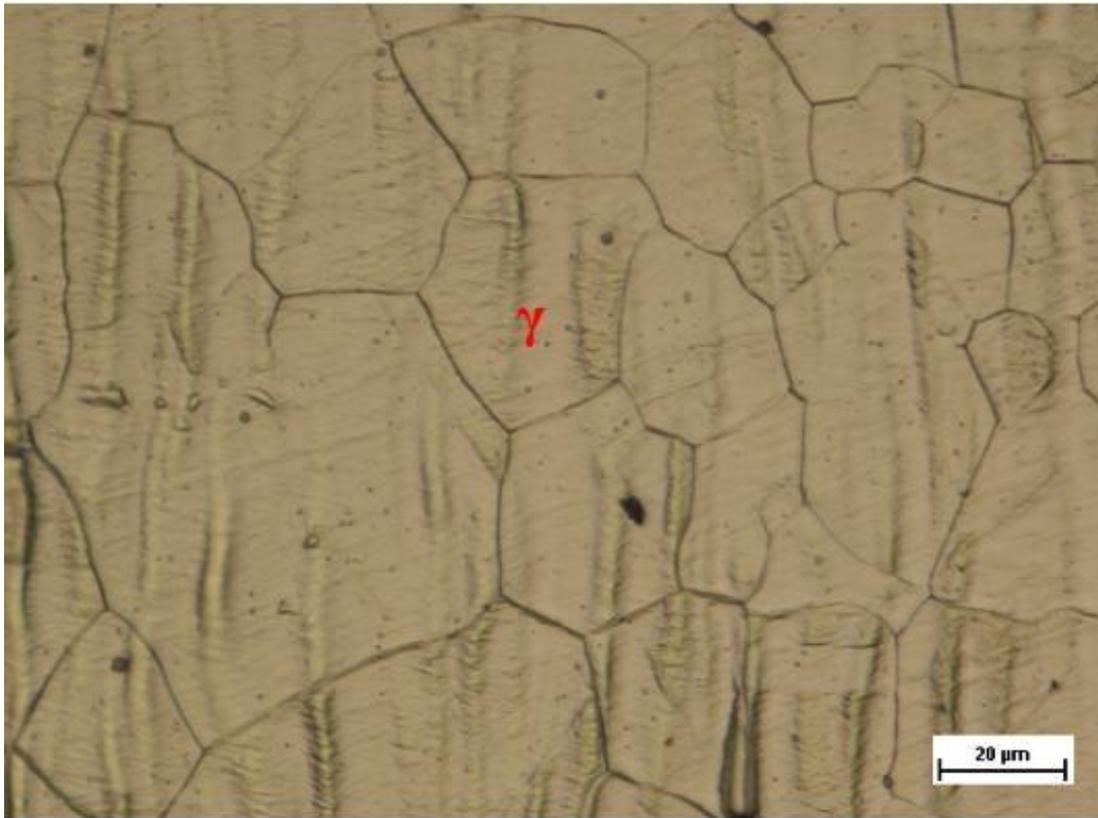


Figure 4-25 : Microstructure du 316L traité pendant 5h avec grossissement $\times 500$.

4.4 Détermination de la taille des grains :

Pour le calcul de la taille des grains, on a tracé des lignes de longueurs différentes (3 horizontales et 3 verticales) dans une image de grossissement $\times 500$.

En calculant le nombre d'interception et en appliquant la loi de d_m , on a trouvé (Tableau 4-6) :

$$d_m = \frac{L \cdot 100}{n \cdot G} * X_v \quad (5)$$

Tableau 4-6 : Résultats du calcul de la taille moyenne des grains.

| Temps de recuit (s) | Taille des grains moyenne (μm) | Erreur (%) |
|---------------------|---|------------|
| 120 | 21.52 | 3.33 |
| 300 | 24,97 | 2.95 |
| 900 | 27,75 | 1.36 |
| 1800 | 29,29 | 1.63 |
| 3600 | 42,61 | 8.35 |
| 18000 | 61,41 | 5.25 |

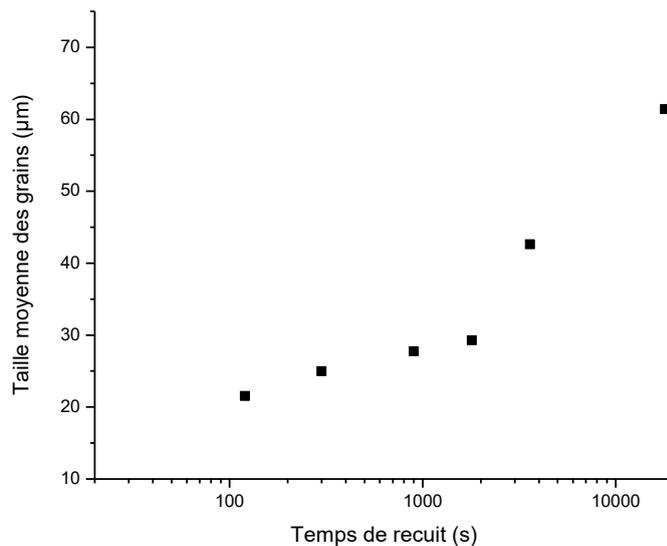


Figure 4-26 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction des temps de recuits.

Comme indiqué précédemment, la recristallisation procède par germination et croissance des nouveaux grains recristallisés. La recristallisation est complète lorsque les grains écrouis sont tous éliminés et remplacés par de nouveaux grains recristallisés équiaxes. Toutefois, la taille des grains en fin de recristallisation est plus fine que la taille initiale à l'état de réception (environ $50\mu\text{m}$).

On remarque sur la courbe de l'évolution de la taille des grains en fonction des temps de recuit (Figure 4-26) que les grains recristallisés sont d'autant plus gros que le temps de recuit est grand. L'effet considérable de la température et le temps de maintien pendant le recuit accélère la croissance des nouveaux grains recristallisés. Nous remarquons sur la Figure 4-26 que l'évolution de la taille des grains d'austénite dans l'acier 316L présente deux tendances distinctes :

Une recristallisation primaire dans laquelle des grains recristallisés fins germent et croissent à partir de la microstructure écrouie. Cette première étape s'étale jusqu'à 30 min de recuit.

Une recristallisation secondaire caractérisée par une croissance excessive de certains grains. Cette étape commence à partir du maintien pendant 1h. On passe, ainsi, d'une taille de grains de 30 μm après 1h de maintien à environ 70 μm après maintien pendant 5h.

L'évolution de la taille des grains pendant la recristallisation secondaire peut être décrite par l'équation suivante :

$$d - d_0 = a \cdot t^n \quad (6)$$

Où :

- d : la taille des grains.
- d_0 : la taille initiale des grains.
- t : le temps de recuit.
- n et a sont des coefficients qui dépendent de la composition et la température du matériau.

$$\ln(d - d_0) = \ln(a) + n \ln(t) \quad **$$

L'équation est de type $y = ax + b$, tel que $x = \ln(t)$ et $y = \ln(d - d_0)$.

L'équation ** devient donc $y = 0,3049 x + 1,1592$

- n est la pente de la droite $n= 0.304$.
- a est le coefficient tel que $b=\ln(a)$ donc $a=3.187$.

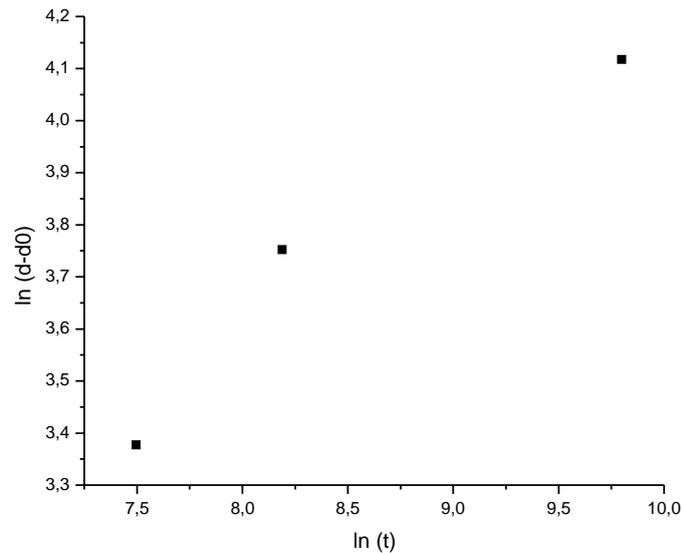


Figure 4-27 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction des temps de recuit (de 30 min à 5h).

4.5 Analyse par DRX :

L'analyse par diffraction des rayons X a été faite sur trois zones (316L, X60 et interface) de chaque échantillon (Réception, laminé non traité, traité 2min, 5min, 15min, 1h et 5h) dans le but de déterminer les phases présentes dans chaque matériau afin d'expliquer les différents changements microstructuraux qui se sont produits pendant les traitements thermo mécaniques et thermiques.

Nous avons superposé les résultats de la DRX des différents états pour pouvoir visualiser le changement des pics et ainsi définir les phases présentes.

i. Acier X60 :

Pour l'échantillon de réception, on remarque l'apparition de pics correspondant à la phase ferritique (fer alpha) définie par les plans (110), (200) et (211) avec des intensités différentes ainsi qu'un pic correspondant à la cémentite, ce qui confirme la microstructure ferrito-perlitique de l'acier au carbone (Figure 4-28).

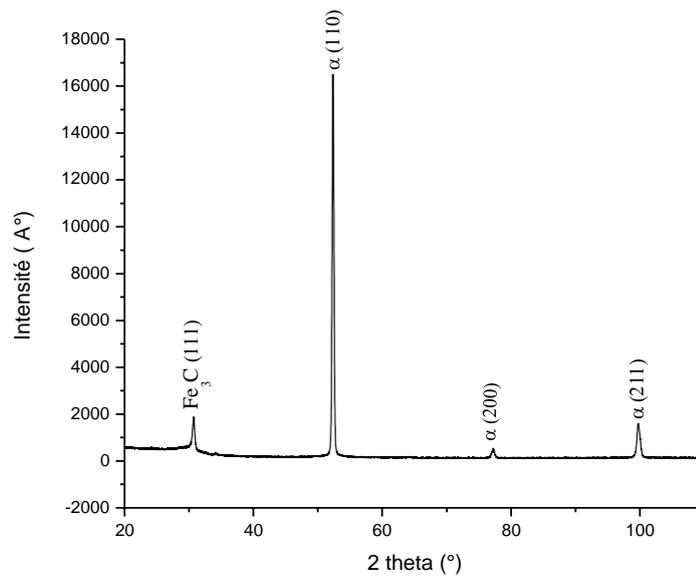


Figure 4-28 : Diffractogramme de l'acier X60 à l'état de réception.

Pour l'échantillon laminé non traité, on remarque l'apparition de nouveaux pics qui correspondent à l'austénite de structure CFC définie par les plans (111) et (200) (Figure 4-29). La phase alpha est toujours présente. Cela confirme ce qu'on a dit sur les micrographies un peu plus hautes : après que l'acier ait atteint l'austénitisation, et soit passé entre les cylindres du laminoir suivi d'une trempe, on a obtenu une microstructure finale de ferrite avec de l'austénite résiduelle et martensite définie par les plans (111) et (200).

Etant donné que la base de données du logiciel avec lequel on a pu indexer les pics (HighScore) n'est pas très riche, le logiciel n'a pas pu nous donner exactement les pics correspondant à la martensite. Les plans (110), (200) et (211) peuvent correspondre au fer alpha comme ça peut coïncider avec la martensite.

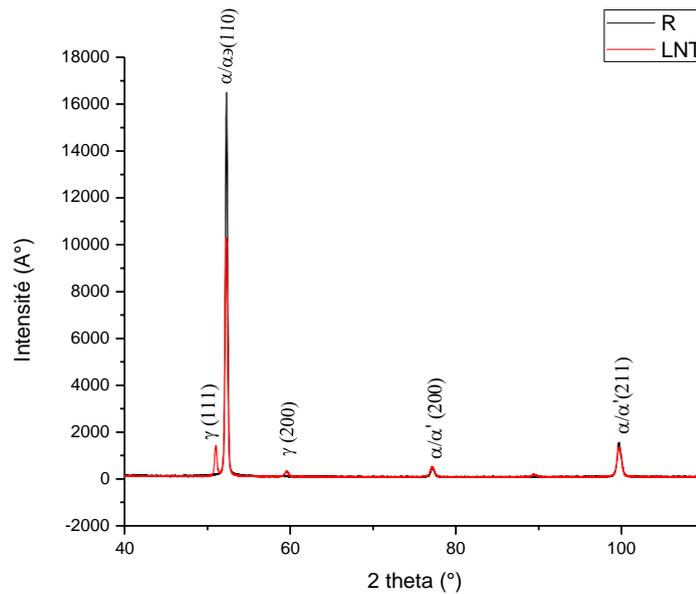


Figure 4-29 : Diffractogramme de l'acier X60 à l'état de réception et laminé.

Après les différents temps de recuit (Figure 4-30), on observe la présence des mêmes pics avec des intensités différentes.

On remarque aussi qu'il n'y a pas formation de carbures car la mise en solution est totale où tous les éléments ont été dissous dans le fer gamma, ensuite après la trempe il y a eu une transformation martensitique (austénite vers martensite) où le carbone est en insertion dans la martensite. Donc les carbures n'ont pas eu le temps de se former.

Il y a apparition de l'oxyde fer Fe_3O_2 défini par les plans (103) et (300) en surface qui ont pu se former pendant la manipulation expérimentale de l'échantillon traité thermiquement pendant 15min.

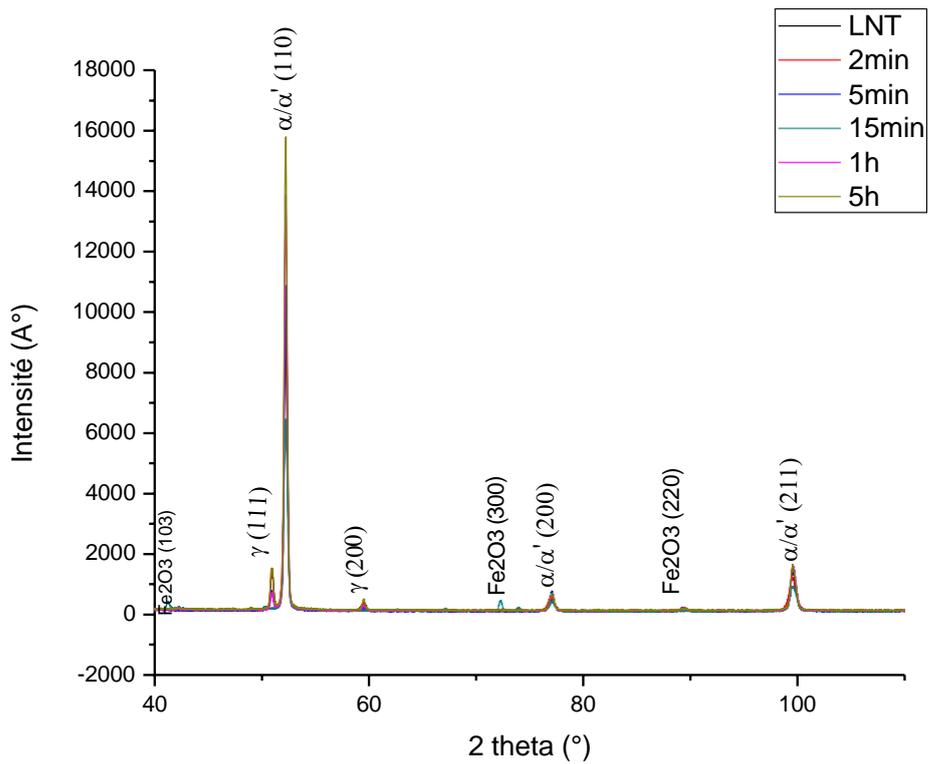


Figure 4-30 : Diffractogramme de l'acier X60 à l'état laminé et aux différents temps de recuit (2min, 5min, 15min, 1h et 5h).

ii. Acier 316L :

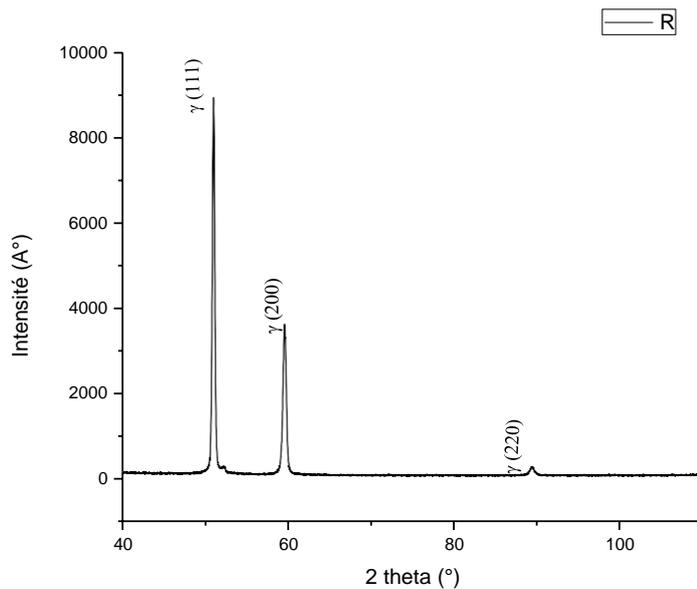


Figure 4-31 : Diffractogramme de l'acier 316L à l'état de réception.

Pour l'échantillon de réception (Figure 4-31), il y a formation de la structure austénitique (fer gamma) définie par les plans (111), (200) et (220).

Avant le laminage, l'échantillon était chauffé à 950°C pendant 15min. A cette température, la microstructure de l'acier inoxydable 316L est entièrement austénitique tel que mentionné précédemment.

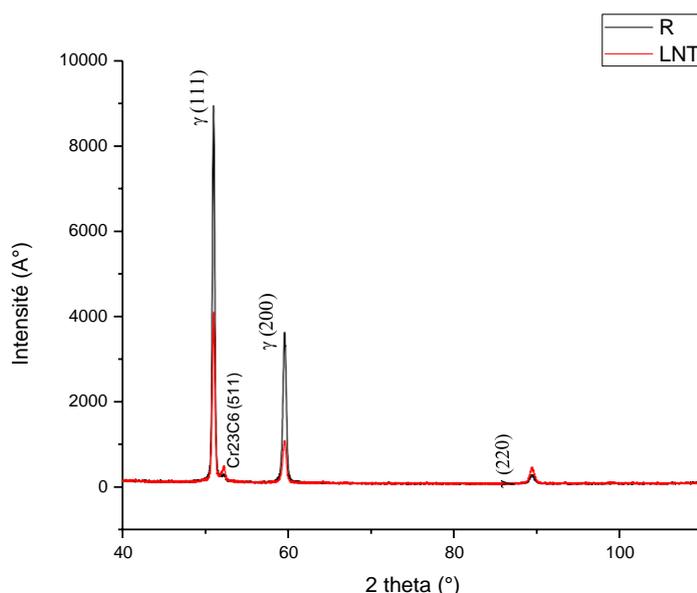


Figure 4-32 : Diffractogramme de l'acier 316L à l'état de réception et laminé.

Après le laminage à chaud suivi d'une trempe rapide, l'acier garde sa microstructure initiale, c'est-à-dire austénitique.

On remarque, de plus, que les pics correspondant à la phase gamma sont moins intenses et plus fins pour l'échantillon laminé que ceux de l'échantillon de réception.

Il y a apparition d'un nouveau pic de faible intensité pour $2\theta = 52^\circ$, correspondant à un carbure de chrome $Cr_{23}C_6$ défini par le plan (511), on suppose que ces carbures qui se forment à partir de 600°C à 900°C (voir chapitre 1) ne se sont pas dissout au chauffage jusqu'à 950°C, c'est ce qui fait qu'une faible quantité de $Cr_{23}C_6$ non dissoute est restée dans la matrice austénitique (Figure 4-32).

Après les différents recuits, les mêmes pics sont conservés, ceci s'explique en considérant que la trempe à partir de 950 °C a pour résultat de figer la microstructure haute température dans l'acier inoxydable 316L. De plus, on note que l'intensité du pic correspondant au carbure de

chrome $Cr_{23}C_6$ diminue après les longs temps de recuit de 1h à 5h, cela est expliqué par leur dissolution dans la matrice austénitique (Figure 4-33).

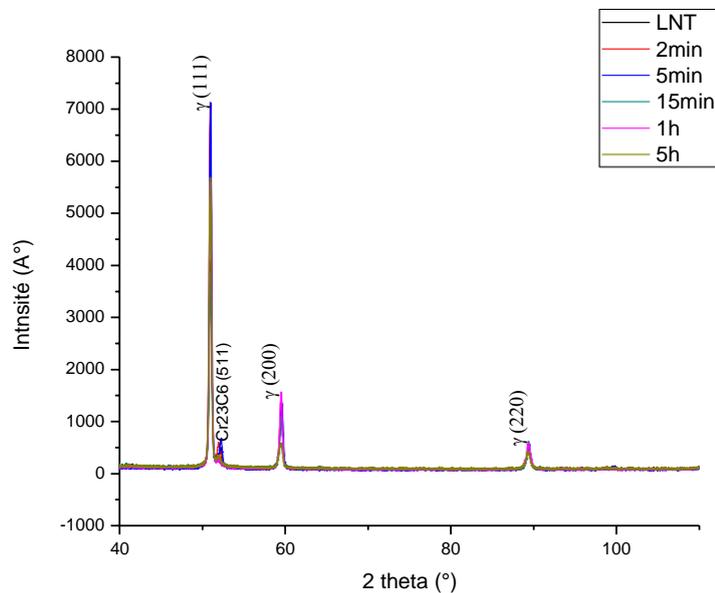


Figure 4-33 : Diffractogramme de l'acier 316L à l'état laminé et aux différents temps de recuit (2min, 5min, 15min, 1h et 5h).

iii. Interface :

A l'interface, on remarque la présence des phases qu'on a vues plus haut dans l'acier X60 et l'acier 316L, c'est-à-dire la phase alpha et la phase gamma (Figure 4-34).

Il n'existe aucun pic correspondant aux éléments organiques, donc il n'y a pas de colle au niveau de l'interface.

L'interface est donc constituée des éléments présents dans les deux matériaux.

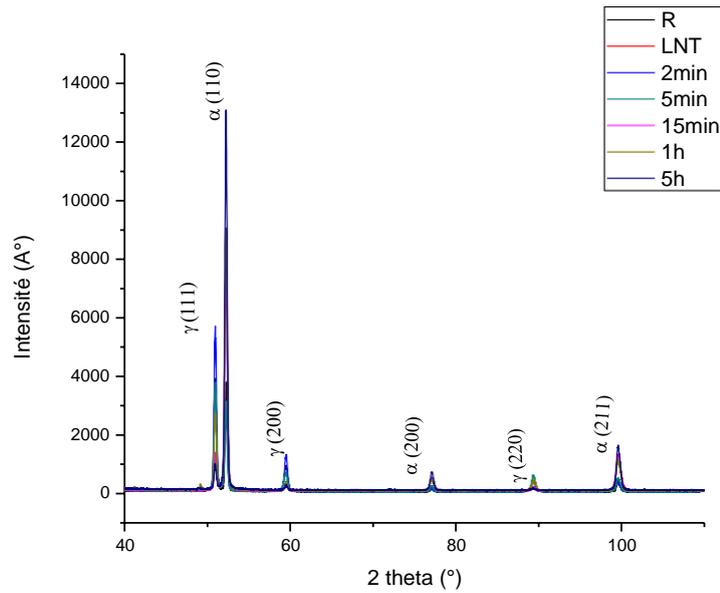


Figure 4-34 : Diffractogramme de l'interface dans tous les états.

4.6 Essai de microdureté :

L'essai Vickers nous a permis de suivre l'évolution de la microdureté dans les trois zones (acier au carbone API 5L X60, acier inox 316 L, interface), et ainsi mettre en évidence l'effet des traitements thermomécaniques effectués (laminage à chaud+ recuit de recristallisation interrompue par une trempe) sur la variation des valeurs de la microdureté. L'empreinte a la forme d'un losange (Figure 4-35).

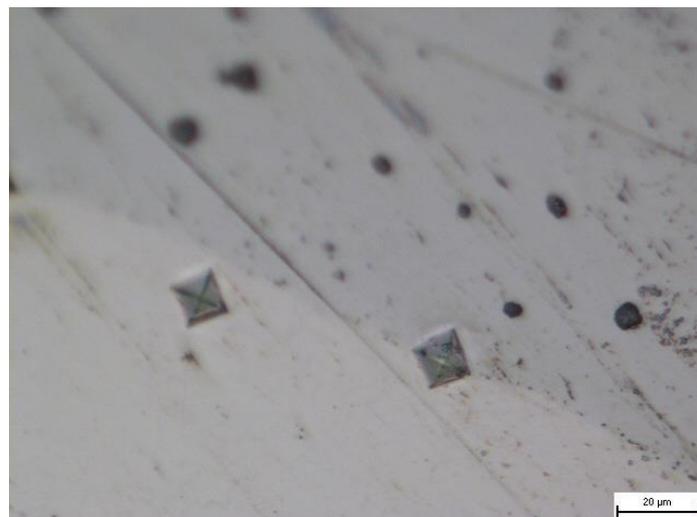


Figure 4-35 : Empreintes de microdureté HV0.05 à l'interface des deux zones 316L/ X60.

La microdureté de l'échantillon de réception :

- Hv X60 = 232.
- Hv 316L = 329,4.

Remarque : l'évolution de la microdureté de l'acier X60 étant très complexe et ce en raison des multiples transformations de phases qu'il a subies suite au traitement thermomécanique/thermique, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'acier 316L seulement.

➤ Evolution de la microdureté de l'acier 316 L :

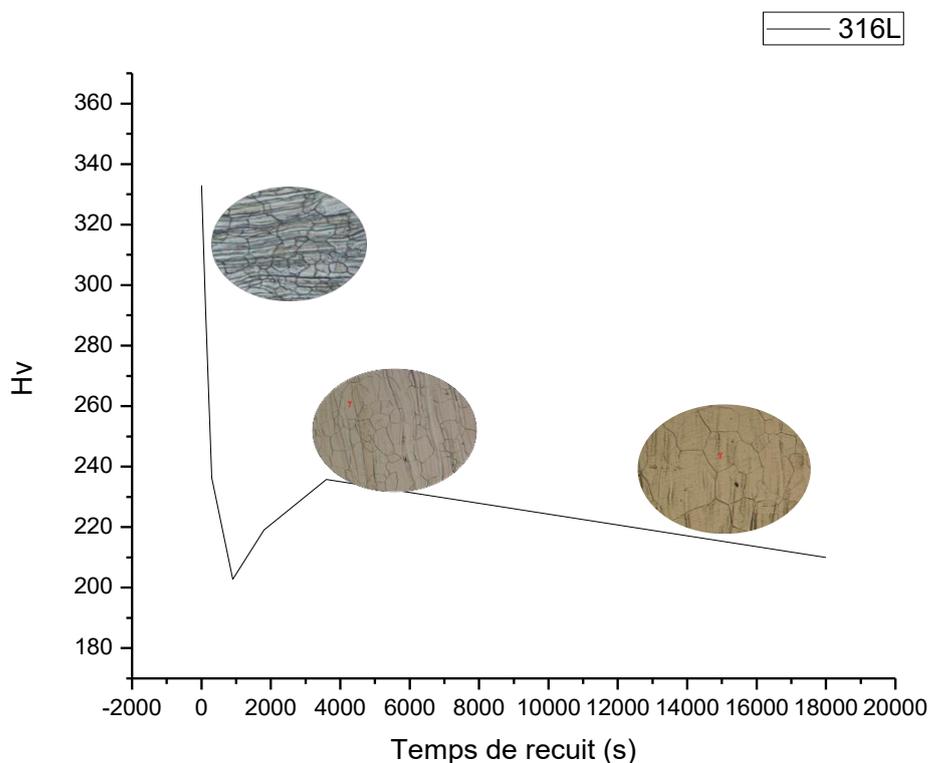


Figure 4-36 : Evolution de la microdureté du 316L.

D'après la courbe de l'évolution de la microdureté de l'acier 316L en fonction des temps de recuit (Figure 4-36), on remarque que :

La microdureté chute après le laminage à chaud jusqu'à 15 min de recuit, cela est expliqué par la recristallisation du métal, les dislocations disparaissent et la microstructure écrouie commence à se recristalliser.

De 15 min à 1h de recuit, il y a une légère augmentation de la microdureté provoquée par la présence des carbures de chrome $Cr_{23}C_6$.

Après 1h de recuit, les grains recristallisés deviennent de plus en plus gros, les joints de grains diminuent, les carbures de chrome $Cr_{23}C_6$ se dissolvent dans la matrice austénitique ce qui provoque la diminution de la microdureté.

4.7 Taille des grains et la microdureté :

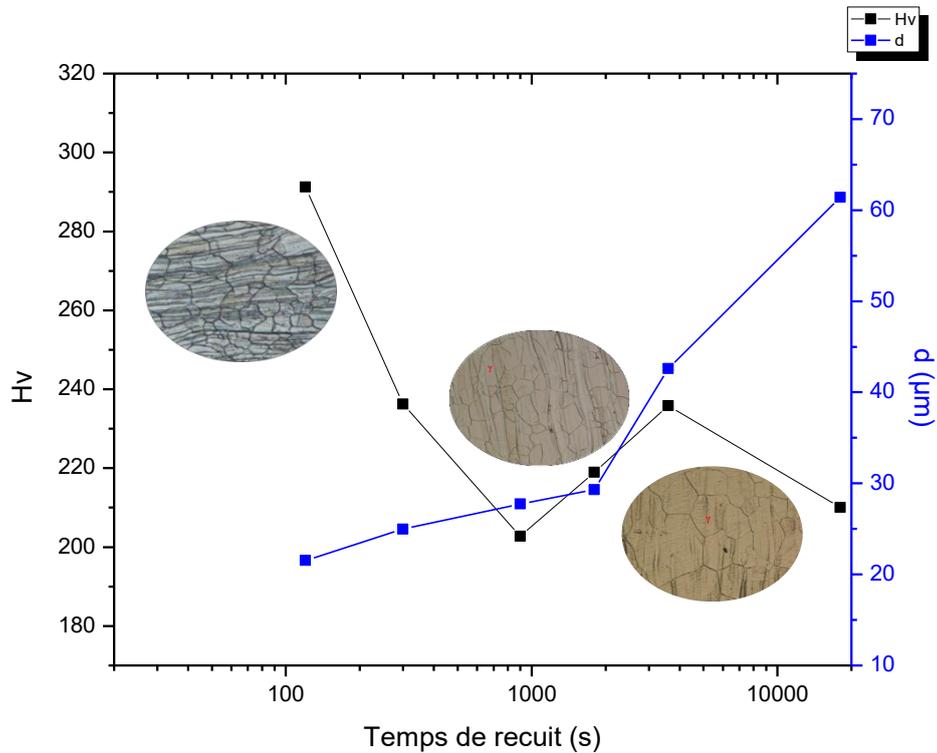


Figure 4-37 : Evolution de la taille des grains et de la microdureté en fonction des temps de recuits.

D’après la figure 4-37 qui décrit l’évolution de la microdureté et la taille des grains en fonction des temps de recuit, on remarque que la microdureté varie inversement avec la taille des grains.

Pour les temps de recuit de 2min, 5min et 15min et 30min, la microdureté diminue tandis que la taille des grains augmente, cela est traduit par la recristallisation de la structure écrouie initiée par la germination et la croissance.

De 1h à 5h, la microdureté diminue alors que la taille des grains continue d’augmenter ce qui est dû au grossissement des grains et donc la densité des joints de grains diminue.

Conclusions :

L'exploitation des résultats et l'étude bibliographique ont permis d'aboutir aux principales conclusions suivantes :

- Le procédé du cladding est une technique très intéressante qui permet la combinaison des différentes caractéristiques des matériaux à assembler dans le but d'optimiser les propriétés de l'assemblage ainsi formé.
- La trempe qui suit le traitement thermomécanique provoque des microfissures au niveau l'interface.
- Sous l'effet de la température pendant les recuits et les traitements thermomécaniques des oxydes peuvent se former à l'interface.
- Pendant la déformation et tout au long des recuits, de faibles proportions de carbures de chrome du type Cr_{23}C_6 ont précipité au niveau des joints des grains dans l'acier 316L.
- La déformation génère une microstructure composée de grains écrouis et par conséquent augmente la dureté.
- Les recuits d'adoucissement ont pour effet d'éliminer l'effet de l'écrouissage.
- La température du traitement thermique de recuit qui suit le laminage influe énormément sur les caractéristiques de la liaison entre les deux alliages. Elle doit donc être bien choisie.
- L'étude des phénomènes de recristallisation dans les alliages nous a permis de mettre en évidence, l'effet du temps de maintien à la température de recuit et de la déformation plastique.
- La recristallisation primaire dans l'acier inoxydable 316L s'achève au bout de 30 min de maintien ; les maintiens ultérieurs ont eu pour effet de provoquer une recristallisation secondaire caractérisée par la coalescence de certains grains.
- Le suivi de l'évolution de l'acier X60 était compliqué à cause de la complexité et la simultanéité des différents phénomènes induits dans cet acier aussi bien pendant le laminage à chaud que pendant le traitement de recuit.
- Les grains recristallisés à 900°C se développent avec des distributions de tailles différentes et leur croissance évolue à la même cinétique pour tous les taux d'écrouissage.
- Les deux matériaux composant le clad ne sont pas miscibles chimiquement. Leur frontière reste visible et inamovible à toutes les conditions d'études utilisées.

Quelques perspectives pour continuer et enrichir la présente étude peuvent être résumées en ce qui suit :

- Prévoir plusieurs recuits à différentes températures en variant le temps de maintien particulièrement pendant la recristallisation primaire afin de pouvoir déterminer les cinétiques de recristallisation.
- Réaliser des investigations plus poussées (par MEB-FEG, l'EBSD pour l'étude de la texture induite lors de la déformation...etc.)
- Etudier l'éventuelle formation d'une zone de diffusion au niveau de l'interface et son effet sur l'intégrité de l'assemblage claddé : étude microstructurale, essais mécaniques de cisaillement...etc.

Références Bibliographiques :

- [1] J.BARRALIS GM. Précis de métallurgie ‘élaboration, structures-propriétés et normalisaion’ pdf.
- [2] YAZID H, ASMA, Caractérisation microstructurale et micromécanique d'un rechargement acier au carbone/ acier inoxydable réalisé par cladding, USTHB,2019.
- [3] Du E, Oestral C, Saisonnalite ET, et al. Mémoire de magister Ben. 2014; 1–133.
- [4] Skaken Rima Yasmina, Sidiboumedienne Imene, Caractérisation microstructurale et tenue à la corrosion d ’ un assemblage Claddé 316L / X60, Ecole Nationale Polytechnique, 2019.
- [5] Hillenbrand HG, Gras M, Kalwa C. Development and production of high strength pipeline steels. Niobium, Sci Technol 2001; 543–569.
- [6] Zarchi HRK, Khajesarvi A, Banadkouki SSG, et al. Microstructural Evolution and Carbon Partitioning in Interstitial Free Weld Simulated API 5L X60 Steel. Reviews on Advanced Materials Science 2019; 58: 206–217.
- [7] Grosso S, Revêtements architecturés de Ti , TiN et TiO élaborés par pulvérisation cathodique au défilé sur des fils en acier inoxydable : relation entre la composition chimique , la microstructure et les propriétés d ’ usage Stephane Grosso To cite this version .
- [8] Kheira R, Comportement structural et mécanique de soudures d’acier inoxydable austénitique du type 316L vieilles. Thèse Dr 2013; 202.
- [9] Dr.ABADELI. Cours AMTT aciers inoxydables. 2021; 1–28. Ecole Nationale Polytechnique.
- [10] Kheireddine B. Etude de la précipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans l’acier inoxydable duplex 2205, Université Saad Dahleb Blida, 2005.
- [11] MADDOURI K. Effet des traitements thermiques sur la microstructure et le comportement à la corrosion d’un acier inoxydable de type 309, Université de Badji Mokhtar Annaba, 2011.
- [12] Sattonnay G, Jenzer S, Bonis J, et al. Caractérisation et analyse de l ’ acier inox 316L en FA.
- [13] Zahia AMY. Caractérisation de l ’ acier inoxydable X5CrNi18-10 et étude de son oxydation à température, Université Mouloud Maameri Tizi Ouzou, 2013.
- [14] Zurob HS, Hutchinson CR, Brechet Y, et al. Rationalization of the softening

- and recrystallization behaviour of microalloyed austenite using mechanism maps. 2004; 382: 64–81.
- [15] Microstructure-of-a-coating-produced-by-laser-cladding-a-Morphology-of-the-cladding (1).
- [16] Switzner N, Yu Z. Austenitic stainless steel cladding interface microstructures evaluated for petrochemical applications. *Weld J* 2019; 98: 50S–61S.
- [17] GB, National standards of the people's Republic of China, Manufacturing of CRA Clad or lined steel pipes STSTC (2019.04.15).
- [18] Butting Germany, 'Clad pipes,' Butting Co. Broch., pp. 1–12, 2014..pdf.
- [19] Pr.KASSER. introduction générale à la déformation des métaux par déformation. *L'invention du monde* 2021; 40–61.
- [20] S.BENSAADA. Effet de l'écroutissage sur la taille des grains lors des recuits de recristallii 2005; 89–93.
- [21] Matériaux et mécanique de l'ingénieur, microstructure et choix des matériaux. université de sherbooke, 2020.
- [22] Affinement II. Affinement des grains par traitement thermique. 2017, pp. 23–60.
- [23] Pr.KASSER. conditions et comportement des métaux pendant la déformation à chaud. 2008; 62–79.
- [24] KEBIR, Tayeb université DEL de S-A. Influence de l'écroutissage des matériaux sur la propagation de fissure de fatigue.
- [25] Boukharouba M. Effet de la température et de la déformation plastique sur les mécanismes et cinétiques de la recristallisation , de la précipitation et de la dissolution discontinue dans les alliages métalliques binaires et ternaires,2010.
- [26] Cookson MD, Stirk PMR. Recrystallization and related annealing phenomena.
- [27] Mécanismes de Germination , de Croissance et de Coalescence dans les alliages binaires. 1–74.
- [28] Kerisit C, Kerisit C. Analyse des mécanismes de recristallisation statique du tantale déformé à froid pour une modélisation en champ moyen. l'école supérieur des mines de Paris, spécialité science et génie des matériaux, 2012.
- [29] Gil FJ, Ginebra MP, Manero JM, et al. Formation of α -Widmanstätten

structure: effects of grain size and cooling rate on the Widmanstatten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy. 2001, pp. 142–152.

- [30] Martinez-Ubeda AI, Griffiths I, Karunaratne MSA, et al. Influence of nominal composition variation on phase evolution and creep life of Type 316H austenitic stainless steel components. *Procedia Struct Integr* 2016; 2: 958–965.