

UNIVERSITE DE SAAD DAHLED DE BLIDA

Faculté des Sciences de L'ingénieur

Département de Génie mécanique

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : Science Des Matériaux.

Thème

**ETUDE DE L'EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES
SUR L'EVOLUTION MICROSTRUCTURALE D'UN ACIER
MICROALLIE (HLE) ELABORE AU NIOBIUM**

Par :

Sofiane OULD ROUIS

Devant le jury composé de :

| | | |
|---------------|-------------------------------------|-------------|
| T.SAHRAOUI. | Professeur, USDB. | Président |
| S.BOUTARFAYA. | Maître De Recherche, Comena, Draria | Examineur |
| A. BRAHIMI. | Maître assistant (A), USDB. | Examineur |
| S.BERGUEL. | Maître De Conférences (A), USDB. | Examineur |
| M.HADJI. | Professeur, USDB. | Rapporteur. |

Blida, avril 2011

RESUME

Le développement des aciers (HLE) est le résultat de combinaison de technologie de traitement et d'éléments microalliés. Il est bien connu que l'addition des éléments microalliés (tels que le Nb, Va..) dans les aciers est d'une importance capitale pour produire une qualité de haute résistance.

Cette addition influe sur l'évolution de la microstructure de l'austénite durant le traitement thermomécanique et provoque un durcissement par précipitation de la matrice par conséquent détermine les propriétés mécanique finales du produit.

Notre travail se consacre à l'étude de l'influence du Niobium sur l'évolution de la microstructure d'un acier microallié mère X70 forgé à haute limite d'élasticité après différents traitements thermiques et thermomécaniques; ceci, afin d'en définir les propriétés optimales d'emploi.

Les objectifs de cette étude sont basés principalement sur:

- ✚ La compréhension du processus d'élaboration des aciers microalliés à haute limite d'élasticité (HLE), avec une perspective de diminuer le pourcentage de carbone.
- ✚ Le forgeage contrôlé des aciers HLE.
- ✚ La définition et la compréhension de précipitation des aciers- Nb.
- ✚ L'étude de l'influence du Niobium sur le durcissement des aciers (HLE)- Nb lors du chauffage.

Trois échantillons d'aciers ont été donc élaborés à partir d'un acier mère X70 avec des teneurs croissantes en élément dispersoïdes le Niobium en vue de l'étude de l'influence de ce dernier sur les caractéristiques structurales de l'acier élaboré.

Etant contraint du nombre des échantillons et la géométrie de ces derniers notre étude va être limitée par une étude métallographique ainsi que des essais mécaniques faisant appel à des essais de dureté Vickers des échantillons.

ABSTRACT

The development of the high strength low alloy steels (HSLA) is the result of combining of processing technology and microalloyed element. It is well known that the addition of microalloyed elements (such as Nb, Va...) in steels is of importance to produce a high quality resistance.

This addition affects the evolution of microstructure of austenite during thermo mechanical processing and cause a hardening by precipitation of the matrix thus determines the mechanical properties of the final product.

Our work is dedicated to the study of the influence of niobium on the microstructure evolution of a Micro-alloyed steel X70 forged high strength after various thermal and thermo mechanical treatments; this, in order to define the properties of optimal use.

The objectives of this study are based primarily on:

- ✚ Understanding the development process of microalloyed steels with high yield (HSLA), with a view to reducing the percentage of carbon.
- ✚ The controlled forging steel HSLA.
- ✚ The definition and understanding of precipitation-Nb steels.
- ✚ The study of the influence of niobium on the hardening of steel (HSLA) - Nb during heating.

Three samples of steels were then developed so from a X70 steel with increasing concentration of the dispersoïde element niobium to study the influence of the latter on structural characteristics of steel produced.

Constraints as the number of samples and the geometry of our recent study will be limited as study of metallographic and mechanical tests using the Vickers hardness testing of samples.

ملخص

إن تطوير الأصلاب ذات حد المرونة العالية هو نتيجة توافق بين تكنولوجيا المعالجات و عناصر المزج. كما هو معلوم فان إضافة عناصر المزج (الميكرو ممزوجة كالنيبيوم- الفاناديوم...) في الأصلاب يكتسي أهمية كبيرة لإنتاج نوعية ذات مقاومة عالية.

هذه الإضافة تؤثر على تطور البنية المجهرية للأستنيت أثناء المعالجة الميكانيكوحرارية فتحدث تصليدا بالترسب للبنية و بالتالي تحدد الخصائص الميكانيكية النهائية للمنتج.

تتمحور أعمالنا حول دراسة أثر النيوبيوم على التطور البنيوي للصلب الميكرو ممزوج X70 المطروق ذو حد المرونة العالية بعد عدة معالجات حرارية و معالجة ميكانوحرارية, و هذا بهدف تعريف الخصائص المثالية للاستعمال.

تتأسس أهداف هذه الدراسة أساسا على:

✚ فهم طريقة إعداد الأصلاب الميكرو ممزوجة ذات حد المرونة العالية بهدف تقليص نسبة الكربون.

✚ الطرق المراقب لهذه الأصلاب.

✚ تعريف و فهم الترسب عند الأصلاب-بالنيوبيوم.

✚ دراسة أثر النيوبيوم على تصليد الأصلاب ذات حد المرونة العالية بالنيوبيوم عند التسخين.

تم إعداد ثلاث عينات من الصلب من خلال صلب X70 خام بنسب متزايدة من عنصر الإضافة النيوبيوم بهدف دراسة أثر هذا الأخير على الخصائص البنيوية للصلب المعد.

تحت مرغبات خاصة بعدد العينات و هندستها تنحصر دراستنا في دراسة ميتالوجرافية متنوعة باختبارات ميكانيكية تتمثل في اختبار الصلادة من نوع فيكرس على هذه العينات.

REMERCIEMENT

Mes remerciements les plus chaleureux vont en premier lieu à mon directeur de recherche le professeur **M.HADJI**, pour m'avoir confié ce sujet de magister, et pour la confiance qu'il m'a accordée. Ses compétences et ses bonnes directives m'ont aidé à boucler rapidement la préparation du mémoire.

Je suis très sensible à l'honneur que m'a fait Monsieur **T.SAHRAOUI** le professeur à l'université de Blida en acceptant de participer à ce jury en tant que président. Je lui exprime toute ma reconnaissance pour l'intérêt porté à ce travail.

Un merci particulier à Monsieur **S.BOUTARFAYA** Maître de recherche au COMENA, pour toute l'attention qu'il m'a portée à mes travaux et pour les moyens mis à ma disposition durant la durée des mes travaux ; ainsi que pour ces encouragements constants à chaque sollicitation.

J'adresse ma profonde reconnaissance à Monsieur **A. BRAHIMI** pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de bien vouloir participer à ce jury de soutenance et pour avoir accepté de mettre son savoir et son expérience au profil de ce travail.

Je souhaite aussi remercier Monsieur **S.BERGUEL** Maître de conférence à l'université de Blida pour sa disponibilité et son aide ainsi que pour sa précieuse participation à ce jury de soutenance.

Enfin, à mes camarades de mémoire dont la sympathie m'a été extrêmement précieuse, à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réussite de ce projet je les remercie tous.

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail à :

- ✚ Mes parents pour leur honnête et infallible sacrifice.
- ✚ Mon épouse pour sa patience, ses encouragements et son soutien durant les moments difficiles.
- ✚ Mes frères et ma sœur.
- ✚ Mes amis les plus intimes pour leurs soutiens et leurs encouragements.

A mes enfants ZAKARIA, NESSRINE.

TABLE DES MATIERES

| | |
|--|----|
| RESUME | 2 |
| REMERCIEMENTS | 5 |
| TABLE DES MATIERES | 7 |
| LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX | 9 |
| INTRODUCTION | 14 |
| | |
| 1. LES ACIERS MICROALLIES A HAUTE LIMITE ELASTIQUE HLE. (H.S.L.A) | 15 |
| 1.1. Classification des aciers H.S.L.A..... | 16 |
| 1.2. Influence des éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques..... | 16 |
| 1.3. Eléments de microalliage : (dispersoïdes)..... | 18 |
| 1.3.1. Propriétés propres à chaque élément..... | 19 |
| 1.3.2. Principes métallurgiques | 23 |
| 1.4. Mécanismes d'action..... | 24 |
| 1.4.1. Mise en solution..... | 25 |
| 1.4.2 Précipitation..... | 26 |
| 1.4.2.1 Précipitation dans l'austénite..... | 26 |
| 1.4.2.2 Précipitation dans la ferrite..... | 27 |
| 1.4.2.3 Précipitation au réchauffage..... | 28 |
| 1.4.3 Effet sur la transformation de phase | 29 |
| 1.5. Effets sur les propriétés mécaniques | 29 |
| 1.5.1 Durcissement..... | 30 |
| 1.5.1.1 Évaluation du durcissement..... | 30 |
| 1.5.2 Contrôle du grain | 31 |
| 1.5.2.1 Affinement du grain γ | 31 |
| 1.5.2.2 Affinement du grain α | 31 |
| 1.5.3 Effet global | 32 |

| | |
|---|-----|
| 1.5.4. Ténacité | 32 |
| 1.6. Compromis entre le renforcement et la ténacité | 33 |
| 1.7. Les traitements thermiques des alliages industriels | 33 |
| 1.7.1. Diagrammes de transformations | 34 |
| 1.71.1. Diagrammes TTT | 34 |
| 1.7.1.1.1. Transformation au réchauffage | 35 |
| 1.7.1.2. Diagrammes TRC (transformations en refroidissement continu)..... | 36 |
| 1.7.2. Traitements thermomécaniques..... | 37 |
| 1.7.3. Les transformations bainitiques..... | 37 |
| 1.7.4. La transformation martensitique | 39 |
| | |
| 2. PROCEDURE EXPERIMENTALE | 41 |
| 2.1. Objectif | 41 |
| 2.2. Techniques d'analyse..... | 43 |
| 2.2.1. Introduction | 43 |
| 2.2.2. Elaboration | 43 |
| 2.2.2.1. Calcul de la quantité de la charge | 43 |
| 2.2.3. Analyses chimiques | 45 |
| 2.2.3.1 Spectrométrie de fluorescence X | 45 |
| 2.2.4. Dureté | 47 |
| 2.2.5. Microstructure | 47 |
| 2.2.6. Traitements thermiques et thermomécanique | 48 |
| 2.3. Chronologie des travaux..... | 49 |
| 2.4. Observations métallographiques..... | 51 |
| 2.5. Résultats expérimentaux | 83 |
| | |
| 3. RESULTATS ET INTERPRETATIONS | 91 |
| CONCLUSION | 101 |
| REFERENCES | 103 |

LISTE DES ILLUSTRATIONS GRAPHIQUES ET TABLEAUX

| | | |
|-------------|---|----|
| Figure 1 : | Evolution du diamètre moyen du grain en fonction de la température pour un acier au Nb et un autre sans Nb | 20 |
| Figure 2 : | Effet de la température d'austénitisation sur les propriétés à l'état trempé revenu (2 h à 600°C) | 25 |
| Figure 3 : | Courbes de transformation en refroidissement continu avec domaine de précipitation | 28 |
| Figure 4 : | Durcissement en fonction de la taille | 30 |
| Figure 5 : | Influence combinée de l'affinement du grain et de la précipitation sur la limite d'élasticité et la température de transition (loi de Petch). | 32 |
| Figure 6 : | Diagramme TTT (température ; temps, Taux de transformation) ; schématique. | 34 |
| Figure 7 : | Représentation schématique d'une transformation en refroidissement continu. | 36 |
| Figure 8 : | Four à arc. | 44 |
| Figure 9 : | Spectromètre d'analyse chimique | 47 |
| Figure 10 : | microscope optique | 48 |
| Figure 11 : | four de traitements thermiques | 48 |
| Figure 12 : | Structure de Widmanstätten à l'état brut de coulée Pour la Nuance à (0.10% Nb) x 500 | 51 |
| Figure 13 : | Structure de Widmanstätten à l'état brut de coulée Pour la Nuance à (0.15% Nb) x 500 | 51 |
| Figure 14 : | Structure de Widmanstätten à l'état brut de coulée Pour la Nuance à (0.20% Nb) x 500 | 51 |
| Figure 15 : | Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire (0.10% Nb) x 500 | 53 |
| Figure 16 : | Structure Ferrite fine+ perlite + ferrite aciculaire (0.15 % Nb)- x 500 | 53 |
| Figure 17 : | Structure Ferrite granulaire+ perlite + ferrite aciculaire (0.20 %Nb)-x 500 | 53 |
| Figure 18 : | Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire (0.10% Nb) x 1000 | 54 |
| Figure 19 : | Structure Ferrite fine+ perlite + ferrite aciculaire (0.15 % Nb)-x1000 | 54 |

| | | |
|-------------|--|----|
| Figure 20 : | Structure Ferrite granulaire+ perlite + ferrite aciculaire (0.20 %Nb) x 1000 | 54 |
| Figure 21 : | Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire E1 x500 /1000°C | 56 |
| Figure 22 : | Structure Ferrite granulaire + perlite E1 x500 / 950°C | 56 |
| Figure 23 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire E1 x500 / 900°C | 56 |
| Figure 24 : | Structure Ferrite fine + perlite + ferrite aciculaire E1 x500 / 850°C | 56 |
| Figure 25 : | Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire E1 x1000 /1000°C | 57 |
| Figure 26 : | Structure Ferrite granulaire + perlite E1 x1000 / 950°C | 57 |
| Figure 27 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire E1 x1000 / 900°C | 57 |
| Figure 28 : | Structure Ferrite fine + perlite + ferrite aciculaire E1 x1000 / 850°C | 57 |
| Figure 29 : | Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire E2 x500 / 1000°C | 58 |
| Figure 30 : | Structure Ferrite + perlite E2 x500 / 950°C | 58 |
| Figure 31 : | Structure Ferrite polygonale + perlite E2 x500 / 900°C | 58 |
| Figure 32 : | Structure Ferrite + perlite E2 x500 / 850°C | 58 |
| Figure 33 : | Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire E2 x1000 /1000°C | 59 |
| Figure 34 : | Structure Ferrite + perlite E2 x1000 / 950°C | 59 |
| Figure 35 : | Structure Ferrite polygonale + perlite E2 x1000 / 900°C | 59 |
| Figure 36 : | Structure Ferrite + perlite E2 x1000 / 850°C | 59 |
| Figure 37 : | Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire E3 x500 /1000°C | 60 |
| Figure 38 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire E3 x500 / 950°C | 60 |
| Figure 39 : | Structure Ferrite + perlite E3 x500 / 900°C | 60 |
| Figure 40 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire E3 x500 / 850°C | 60 |
| Figure 41 : | Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire E3 x1000/1000°C | 61 |
| Figure 42 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire E3 x1000/950°C | 61 |
| Figure 43 : | Structure Ferrite + perlite E3 x1000/900°C | 61 |
| Figure 44 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire E3 x1000/850°C | 61 |
| Figure 45 : | Structure ferrite aciculaire+ Ferrite + perlite E1 x500 | 65 |
| Figure 46 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire E2 x500 | 65 |
| Figure 47 : | Structure Ferrite + bainite E3 x500 | 65 |

| | | | |
|-------------|--|-----------------|----|
| Figure 48 : | Structure ferrite aciculaire+ Ferrite + perlite | E1 x1000 | 66 |
| Figure 49 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E2 x1000 | 66 |
| Figure 50 : | Structure Ferrite fine + bainite | E3 x1000 | 66 |
| Figure 51 : | Structure ferrite aciculaire +Ferrite + perlite | E1 x500 | 67 |
| Figure 52 : | Structure ferrite +Ferrite aciculaire + perlite | E2 x500 | 67 |
| Figure 53 : | Structure Ferrite + perlite | E3 x500 | 67 |
| Figure 54 : | Structure Ferrite aciculaire + ferrite + perlite | E1 x1000 | 68 |
| Figure 55 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E2 x1000 | 68 |
| Figure 56 : | Structure Ferrite + perlite | E3 x1000 | 68 |
| Figure 57 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E1 x500 | 71 |
| Figure 58 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E2 x500 | 71 |
| Figure 59 : | Structure Ferrite + perlite | E3 x500 | 71 |
| Figure 60 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E1 x1000 | 72 |
| Figure 61 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E2 x1000 | 72 |
| Figure 62 : | Structure Ferrite + perlite | E3 x1000 | 72 |
| Figure 63 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E1 x500 | 73 |
| Figure 64 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E2 x500 | 73 |
| Figure 65 : | Structure Ferrite + perlite | E3 x500 | 73 |
| Figure 66 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E1 x1000 | 74 |
| Figure 67 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E2 x1000 | 74 |
| Figure 68 : | Structure Ferrite + perlite | E3 x1000 | 74 |
| Figure 69 : | Structure Ferrite + bainite | E1 x500 /1100°C | 77 |
| Figure 70 : | Structure Ferrite + martensite | E1 x500 / 900°C | 77 |
| Figure 71 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E1 x500 / 850°C | 77 |

| | | | |
|-------------|--|------------------|----|
| Figure 72 : | Structure Ferrite + perlite | E1 x500 / 800°C | 77 |
| Figure 73 : | Structure Ferrite + bainite | E1 x1000 /1100°C | 78 |
| Figure 74 : | Structure Ferrite + martensite | E1 x1000 / 900°C | 78 |
| Figure 75 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E1 x1000 / 850°C | 78 |
| Figure 76 : | Structure Ferrite + perlite | E1 x1000 / 800°C | 78 |
| Figure 77 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E1 x500 /1100°C | 80 |
| Figure 78 : | Structure Ferrite + perlite | E1 x500 / 900°C | 80 |
| Figure 79 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E1 x500 / 850°C | 80 |
| Figure 80 : | ferrite aciculaire fine + Ferrite + perlite | E1 x500 / 800°C | 80 |
| Figure 81 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E1 x1000 /1100°C | 81 |
| Figure 82 : | Structure Ferrite + perlite | E1 x1000 / 900°C | 81 |
| Figure 83 : | Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire | E1 x1000 / 850°C | 81 |
| Figure 84 : | ferrite aciculaire fine + Ferrite + perlite | E1 x1000 / 800°C | 81 |
| Figure 85 : | Influence du % Nb sur la dureté à l'état brut de coulée | | 85 |
| Figure 86 : | Influence du % Nb sur la dureté après forgeage et refroidissement à l'eau. | | 85 |
| Figure 87 : | Influence de la température d'austénitisation sur la dureté. Refroidissement à l'eau. Nuance à (0.10%Nb) | | 86 |
| Figure 88: | Influence de la température d'austénitisation sur la dureté. Refroidissement à l'eau, Nuance à (0.15 %Nb). | | 86 |
| Figure 89 : | Influence de la température d'austénitisation sur la dureté. Refroidissement à l'eau, Nuance à (0.20 %Nb). | | 87 |
| Figure 90 : | Influence du % Nb sur la dureté après Trempe étagée (T1=1050°C et T2=600°C) refroidissement à l'eau. | | 87 |
| Figure 91 : | Influence du % Nb sur la dureté après Trempe étagée (T1=1050°C et T2=700°C) refroidissement à l'eau. | | 88 |
| Figure 92 : | Influence du % Nb sur la dureté après Trempe étagée (T1=850°C et T2=600°C), refroidissement à l'eau. | | 88 |

| | | |
|--------------|---|----|
| Figure 93 : | Influence du % Nb sur la dureté après Trempe étagée (T1=850°C et T2=700°C) refroidissement à l'eau. | 89 |
| Figure 94 : | Influence de la température d'austénitisation sur la dureté, refroidissement à l'eau glacée. Nuance à (0.10 % Nb) | 89 |
| Figure 95 : | Influence de la température d'austénitisation sur la dureté. Refroidissement à l'air libre. Nuance à (0.10 %Nb) | 90 |
| Figure a : | Microstructure de la bainite en microscope optique | 40 |
| Figure b : | Microstructure de la bainite supérieure vue en microscope optique | 40 |
| Figure c : | Microstructure de la martensite lamellaire à haut carbone | 40 |
| Figure d : | Microstructure de la martensite à bas carbone à lattes | 40 |
| Tableau 1 : | Effet des éléments de microalliage | 21 |
| Tableau 2 : | Rôle du niobium en fonction de la température du laminage | 22 |
| Tableau 3 : | Composition chimique des trois nuances visées (wt%) | 44 |
| Tableau 4 : | Composition chimique de l'acier X70 mère. | 44 |
| Tableau 5 : | Composition chimique de l'acier X70 élaboré. | 46 |
| Tableau 6 : | Duretés des nuances E1 E2 et E3 à l'état brut de coulé. | 83 |
| Tableau 7 : | Dureté après forgeage des nuances E1 E2 et E3 | 83 |
| Tableau 8 : | Duretés des nuances E1 E2 et E3 après trempe à l'eau | 83 |
| Tableau 9 : | Duretés des nuances E1 E2 et E3 après trempe étagée à 1050°C | 84 |
| Tableau 10 : | Duretés des nuances E1 E2 et E3 après trempe étagée à 850°C | 84 |
| Tableau 11 : | Duretés de la nuance E1 après trempe à l'eau glacée | 84 |
| Tableau 12 : | Duretés de la nuance E1 après trempe à l'air libre | 84 |

INTRODUCTION

Les aciers trempés et revenus ont été les premiers à présenter des caractéristiques de résistance élevée et une bonne ténacité avec de faibles teneurs en carbone et en éléments d'alliage. Ensuite, les aciers H.S.L.A (HSLA, High Strength Low Alloy) ont été développés. D'excellentes caractéristiques de résistance et de ténacité ont pu être obtenues avec l'addition de quantités adéquates de Chrome, de Nickel, de Molybdène, de Vanadium, Nb etc...., et en appliquant un traitement thermique approprié. Des teneurs en éléments d'alliages encore plus basses ont été utilisées pour les aciers microalliés tels que les aciers au Mo, V, B, Zr. Dès lors le traitement thermique est devenu extrêmement important. Ces aciers sont dits aussi Aciers microalliés à dispersoïdes [1] [2].

Un élément est dit à dispersoïdes, s'il entre en combinaison avec d'autres éléments pour former des composés dispersés plus ou moins régulièrement dans la matrice de base d'un matériau. Pour les aciers ces composés sont des carbures, nitrures ou des carbonitrures. Ces composés précipitent dans la solution solide parfois liquide à cause des faibles produits de solubilité de leurs carbures, nitrures ou carbonitrures. Pour cette même raison, les quantités de ces éléments dans ces aciers sont faibles, ce qui explique que les aciers à dispersoïdes sont dénommés aciers microalliés [3]

Une diminution de la taille des grains et la précipitation d'une seconde phase amélioreraient les propriétés mécaniques des alliages. On tire parti de ces phénomènes dans les aciers microalliés à haute limite d'élasticité en effectuant de faibles additions d'éléments d'alliages et en soumettant ces aciers à des traitements thermomécaniques rigoureusement contrôlés. [4]

Dans cette étude, une élaboration d'un acier microalliés X70 à des pourcentages croissants en élément d'alliage qui est le **niobium** a été faite pour étudier l'effet de cet élément sur les caractéristiques mécaniques et structurales de l'acier.

CHAPITRE 1

LES ACIERS MICROALLIÉS À HAUTE LIMITE ELASTIQUE (AHLE)

Les aciers microalliés à haute limite élastique (high-strength low-alloy steels) ont été développés durant les années 1960 et 1970. Pendant les années 1980 une augmentation substantielle de la production de ces aciers a eu lieu. Ils allaient graduellement remplacer les aciers de construction conventionnels [5], [6].

Grâce à leur haute limite élastique, les aciers HLE permettent de faire un gain substantiel en poids. Le remplacement des aciers usuels traitables thermiquement par les aciers HLE est également intéressant du moment que le traitement thermique de ces derniers est réalisable par des méthodes beaucoup moins chères que la trempe et le revenu conventionnels.

Le terme "microallié" signifie que de petites quantités d'élément d'addition (Niobium, Vanadium, Titane...) ont été ajoutées à l'acier. Ces additions contribuent dans l'augmentation de la résistance de l'acier ; par raffinement des grains et par durcissement de précipitation grâce aux carbides, nitrides ou carbo-nitrides. Le raffinement des grains qui contribue dans l'augmentation de la résistance à l'impacte est obtenu par traitement de normalisation et également par laminage contrôlé. [6]

L'exigence de formabilité est moins sévère dans nombre d'applications mais, par contre, un meilleur renforcement est nécessaire pour une bonne tenue des tôles. Les aciers qui remplissent cette condition sont les aciers dits microalliés MA (Micro-Alloyed), ils sont proches de la famille précédente mais plus résistants. Une faible teneur en carbone est tolérée en présence de niobium ou de titane. Ce sont des aciers laminés à chaud en continuité. Une recristallisation statique a lieu entre les différents passages à haute température. Toute la stratégie de renforcement est fondée sur la précipitation qui se fait pendant tout l'intervalle de température du laminage, la première passe étant opérée vers 1000 °C. Les effets complexes sont résumés dans le cas du niobium (tableau 2 adapté d'après [11]). [7]

1.1. Classification des aciers H.S.L.A.

Les aciers H.S.L.A peuvent être divisés en six catégories

- Aciers résistants à la corrosion : contenant du cuivre et d'autres éléments qui augmentent la résistance à la corrosion, le durcissement par solution solide et l'affinement du grain ; ils sont les premiers à être développés.
- Aciers à dispersoïdes Ferrito-perlitique : ce sont des aciers types C-Mn qui contiennent de faibles quantités d'éléments susceptibles de former des carbures et carbonitride tels que le V et Nb. Aussi ils peuvent contenir d'autres éléments pour améliorer la résistance à la corrosion et le durcissement par solution solide .Ce sont des aciers dont la structure est ferrito-perlitique.
- Aciers laminés à structure perlitique : L'addition de quantités modérées d'un ou plusieurs éléments autres que le carbone augmente les propriétés mécaniques ainsi que la soudabilité de ces aciers.
- Aciers à ferrite aciculaire : à la différence de la structure ferritique polygonale, la ferrite aciculaire est caractérisée par une haute densité de dislocation et des grains fins très déformés, ce qui confère à l'acier une limite d'élasticité très élevée, une très bonne ténacité combinée à une bonne soudabilité.
- Aciers Dual-Phase : ils ont une microstructure composée à 80—>90% de ferrite et 10 à 20%de martensite. Actuellement ils sont de plus en plus délaissés au profit d'autres types d'aciers HSLA.
- Aciers à forme d'inclusion contrôlée : le contrôle de la forme (des inclusions qui détermine, la plasticité de ces derniers, s'exécute par des petites additions d'éléments de terre rare Or, Ce.), de Zr, de Ca ou du Ti.

1.2. Influence des éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques

Un acier est un alliage à composants multiples, constitué de carbone et de plusieurs autres éléments. La présence de ces éléments s'explique soit par la difficulté de l'élimination de certains d'entre eux (S et P) soit par des additions

volontaires (Mn, B, Al, Zr, Nb, V, Ti). La présence de ces éléments dans l'acier agit considérablement sur ses propriétés mécaniques.

L'effet recherché de l'utilisation d'éléments dispersoïdes est l'obtention des charges de ruptures et des limites d'élasticité élevées avec une résilience suffisante sur des produits laminés, forgés ou moulés.

L'addition de ces éléments, dits dispersoïdes, principalement le bore, l'aluminium, le titane, le zirconium, le vanadium et le **niobium**, qui présentent tous une affinité marquée pour l'azote, sauf l'aluminium, et une affinité pour le carbone, conduit à la formation de nitrures et de carbonitrides. Ces nitrures et carbonitrides, parfaitement solubles à haute température (1200°C), précipitent aux températures 850/950° sous l'action de la déformation lors du laminage et donnent des résultats très bénéfiques sur les caractéristiques mécaniques [8], [9].

1.2.1. Carbone :

Le Carbone est présent dans l'acier sous forme de cémentite (Fe_3C), une partie en solution solide dans la ferrite (fer Alpha), l'autre partie en combinaison chimique avec cette dernière sous forme de perlite. La dureté de la cémentite est sensiblement plus grande que celle de la ferrite. Les particules dures et fragiles de la cémentite, contenues dans l'acier, perturbent le réseau de la ferrite et font augmenter ainsi la résistance à la déformation tout en dégradant la plasticité et la ductilité.

Il en résulte que l'augmentation de la teneur de l'acier en Carbone accroît la dureté, la charge à la rupture et la limite élastique tout en diminuant l'allongement, la striction et la résilience. Aussi, le carbone augmente la température de transition (ductile-fragile) et par conséquent la fragilité de l'acier à froid. Il augmente le taux de perlite dans la microstructure et participe à la formation de carbures de carbonitrides. Il augmente la solubilité du Niobium et de ce fait il augmente le potentiel de durcissement structural. Il abaisse la transformation gamma-alpha et peut donc conduire directement à un affinement du grain ferritique. Dans les aciers faiblement perlitiques, sa teneur est limitée à un niveau très bas à cause de son effet néfaste sur la soudabilité et la résilience.

1.2.2. Azote :

Il joue un rôle analogue à celui du Carbone ; il est formateur de nitrures et de carbonitrures à hautes températures. Il provoque l'affinement structural, surtout dans les aciers au vanadium. De faible solubilité dans l'austénite que les carbures de Vanadium, les nitrures de Vanadium améliorent le raffinement des grains. Sa présence en quantités importantes dans les aciers conduit à la fragilisation.

1.2.3. Manganèse :

Le Manganèse est un élément durcissant. En solution dans la ferrite, il augmente la limite élastique, la résistance à la rupture et diminue la température de transition. En plus de son caractère d'élément gammagène qui fait retarder la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. Il favorise la précipitation des nitrures et carbonitrures et provoque une répartition plus fine de précipités ; il joue alors un rôle d'affineur de grains.

A chaud, le Manganèse améliore l'usinage de l'acier en bloquant le Soufre sous forme de sulfures de Manganèse et en empêchant la formation de sulfures de fer (FeS), qui ont un effet néfaste sur la fragilité à chaud de l'acier. Combiné avec une bonne teneur en Carbone, il permet d'obtenir des propriétés mécaniques élevées. Toutefois, comme le Carbone et pour des raisons de soudabilité, la teneur du Manganèse est limitée à 1.5%.

1.2.4. Silicium :

Le Silicium contribue de la même manière que le Manganèse au relèvement de la limite d'élasticité, mais favorise la transformation de l'austénite en ferrite polygonale à gros grains. Il relève la température de transition et par conséquent il affecte la résilience. Une teneur élevée de cet élément augmente sensiblement la fissuration à froid et détériore la ténacité des joints de grains.

1.3. Eléments de microalliage : (dispersoïdes) [10]

Les éléments principaux de microalliage sont :

- le titane
- le niobium
- le vanadium.

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

Les principaux précipités formés à partir des trois éléments de base sont les suivants :

- pour le vanadium, les carbures VC et les nitrures VN ;
- pour le niobium, il s'agit du carbonitride $Nb C_x N_y$;
- pour le titane, il s'agit du carbure TiC, dans une certaine mesure de TiN, et, dans certains cas, de carbonitride (TiCN).

Alors que les carbures et les nitrures de vanadium sont considérés comme distincts, le titane se caractérise par l'existence de carbures et de nitrures ou de carbonitrides, le niobium se présente toujours sous forme de carbonitride NbCN dont la formule n'est pas stoechiométrique et dépend en principe de la teneur en azote, la formule la plus courante est : $NbC_{0,8} N_{0,14}$

1.3.1. Propriétés propres à chaque élément : [5]

1.3.1.1 Titane

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

Les progrès de la métallurgie secondaire et l'emploi du vide ont permis de s'affranchir de ces inclusions et l'on peut ainsi utiliser le titane en microalliage avec des précipitations fines.

Comme indiqué dans les conditions générales, la présence de titane en solution puis la précipitation ont pour conséquence de retarder la recristallisation, de durcir la matrice en fixant azote et carbone.

Étant donné la disponibilité du métal sous forme de ferrotitane à un prix inférieur à ceux du niobium ou du vanadium, l'emploi du titane est très répandu dans les tôles moyennes et minces ; l'effet fragilisant des précipités est un peu

plus marqué que celui du niobium d'où certaines limitations en produits épais (tôles fortes) à forte exigence en ténacité ; par ailleurs, la présence même très réduite d'inclusions dures limite son emploi dans les produits pour usinage.

1.3.1.2 Niobium :

Ce sont sans doute les précipités les plus fins qui sont obtenus d'où un durcissement global très intéressant ; le niobium est également très efficace pour le contrôle des grains en TTM (traitement thermomécanique). [10]

C'est un élément dispersoïdes qui se met en solution à haute température. Il est très efficace dans l'affinement du grain austénitique lorsqu'il précipite au cours du laminage sous forme de nitrures Nb(N) ou carbonitrures Nb(CN) par sa contribution au freinage des grains recristallisés.

En solution dans l'austénite, le Niobium retarde aussi bien la recristallisation statique que la recristallisation dynamique. Il agit comme inhibiteur de la recristallisation de l'austénite et provoque un durcissement structural. Il a été démontré que dans un acier à bas Carbone les additions en Niobium n'exercent une influence notable qu'à partir de 0.04 %. A des températures de laminage identiques, le Niobium est un élément plus efficace dans L'affinement du grain que le Vanadium. La faible solubilité du carbure de Niobium dans l'austénite fournit des précipités plus stables, qui retardent la croissance des grains austénitiques. [5]

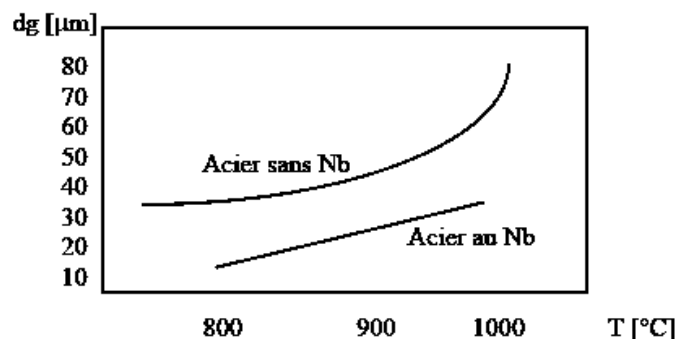


Figure 1 : Evolution du diamètre moyen du grain en fonction de la température pour un acier au Nb et un autre sans Nb [8].

1.3.1.3 Vanadium: [10]

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

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

| Tableau 1 – Effet des éléments de microalliage | | | |
|--|--------------------------------------|------------------------------------|--------------------------------------|
| | Niobium | Titane | Vanadium |
| Mise en solution | Haute température | Haute température sauf TiN, TiO | Basse température |
| Recristallisation | Retard | Retard | Peu d'effet |
| Précipitation durcissante | Oui si solution | Oui si solution | Oui Traitement thermique |
| Aciers IF (1) | Efficace | Très efficace | Peu |
| Affinement du grain | Très efficace | Efficace | Peu d'effet |
| Soudabilité (fissuration) | Traitement de relaxation à contrôler | Peu utilisé | Traitement de relaxation à contrôler |
| Soudage forte énergie (dispersoïdes) | | TiO, TiN | |
| (1) IF - Interstitiel Free (aciers sans élément interstitiel libre). | | | |

| Matrice | Mécanisme | Rôle | Conséquences |
|------------------|---|--|---|
| austénite | particules non solubles | bloque les parois de grains, ce qui empêche la croissance de grain | structure de grain plus fine |
| | précipitation en phase solide | ralentit la recristallisation et maintient la structure de grains allongés et disloqués | germination de ferrite plus fine |
| | atomes de soluté en substitution dans le solide | ralentit la restauration et la recristallisation et maintient la structure de grains allongés et disloqués | germination de ferrite plus fine |
| | | retarde la transformation en ferrite et génère une structure aciculaire | durcissement par dislocations |
| ferrite | précipitation en phase solide | bloque les parois de grains, ce qui empêche la croissance de grain | structure de grain plus fine |
| | | dispersion fine et durcissante | durcissement structural |
| | atomes de soluté en substitution dans le solide | disponibles pour une précipitation au cours de traitements thermiques | durcissement par solution solide et possibilité de précipitation ultérieure |

Tableau 2 : Rôle du niobium en fonction de la température du laminage d'après [11].
Les lignes sont rangées par ordre de températures décroissantes.

1.3.2 Principes métallurgiques : [5]

Conférer à un métal des caractéristiques mécaniques élevées revient à créer, à l'échelle microscopique, des obstacles qui s'opposent aux mouvements des dislocations ou glissements internes engendrés par une conduite externe. Ces obstacles peuvent être des joints de grains, des précipités ou des hétérogénéités chimiques ou géométriques dans le réseau cristallin. Ils constituent une barrière efficace pour la progression des dislocations dans les métaux. Il en est ainsi du fait que le passage par une surface de séparation change l'orientation du plan de glissement, alors que la surface de séparation elle-même est un domaine d'arrangement désordonné des atomes; c'est pourquoi plus le grain est fin (plus l'étendue des surfaces de séparation ou joints de grains est grande) plus la résistance du métal est élevée.

La relation de **HALL-PETCH** établit que la limite d'élasticité et la résilience sont inversement proportionnelles à la racine carrée du diamètre moyen du grain.

$$R_e = R_{e0} + K \cdot 1/\sqrt{d} \quad \text{(a) Où } d \text{ est le diamètre du grain, } R_{e0} \text{ (Résistance initiale) et } K \text{ sont des constantes du métal considéré.}$$

$$1/O = A + B \cdot 1/\sqrt{d} \quad \text{(b) Avec } O = T^\circ\text{C de transition, } A \text{ et } B \text{ sont les seuils de la zone de transition.}$$

Ces deux équations montrent bien que le diamètre moyen du grain est l'élément le plus important pour l'obtention d'une limite élastique élevée et une température de transition (ductile fragile) faible.

De son côté la structure à grains fins, par hérédité, est obtenue grâce au contrôle de la cinétique de grossissement et recristallisation du grain austénitique. Ce phénomène métallurgique se produit en général très rapidement dans les aciers ordinaires. Avec les aciers microalliés, en conjuguant les effets d'une composition chimique judicieusement choisie et des conditions particulières de laminage, on arrive à freiner le grossissement du grain lors du chauffage et retarder sa cristallisation après déformation à chaud lors du laminage.

Certains éléments chimiques forment lors du laminage à chaud des précipités peu solubles dans l'austénite ; leur mise en solution ne peut se faire qu'à haute température. Tant qu'ils ne sont pas dissous, ils constituent un obstacle au grossissement des grains lors de la recristallisation.

Contrairement à cela, et à titre d'exemple, le vanadium, utilisé seul, n'est pas un bon affineur du grain d'austénite ; ses précipités se dissolvent complètement à une température se situant entre 950°C et 1000°C. L'Aluminium, le **Niobium** ou le titane, dont les températures de mise en solution complète sont très élevées (1050-1200 et 1350), sont par contre des éléments précieux pour retarder le grossissement austénitique (0.02% de Nb suffisent pour diminuer par 100 la vitesse de recristallisation à 870°C dans un acier à bas carbone). En plus de leur effet inhibiteur sur la recristallisation, et le grossissement du grain austénitique, ces éléments apportent un durcissement structural important.

En présence de cette hétérogénéité chimique, les dislocations ne peuvent se déplacer que sur de courtes distances avant de buter. La limite élastique ne sera atteinte que lorsque la contrainte est suffisamment élevée pour que les dislocations franchissent ces obstacles.

L'intensité du durcissement, ainsi réalisée, augmente avec la densité des précipités et il est fonction de leur nature, leur forme, leurs dimensions et leurs espacements. D'autre part, l'affinement du grain et le durcissement par précipitation sont tous les deux conditionnés par le chauffage des brames et les différents paramètres dans le laminage thermomécanique [8].

1.4. Mécanismes d'action [10]

Beaucoup de renseignements sont fournis par les essais de dureté et de traction ; en combinant ces résultats avec les mesures de taille de grain et les formules de calcul de la limite d'élasticité comme la loi de **Hall-Petch**, on peut séparer les durcissements par affinement de grain, du durcissement de la matrice par les précipités. Comme la présence d'un élément en faible quantité ne modifie pas trop la matrice, on peut aussi travailler en différentiel par rapport à un acier de référence sans microalliage.

L'action des éléments de microalliage dépend beaucoup de l'état initial, c'est-à-dire de la mise en solution préalable, car les conditions de formation des

nouveaux précipités fins ont une grande influence sur les phénomènes. Les courbes de solubilité ont donc une grande importance [12] [13].

1.4.1. Mise en solution

De manière générale, une mise en solution notable nécessite de hautes températures de l'ordre de 1200°C pour le **niobium** et le titane sauf pour les très faibles teneurs en carbone ; cela coïncide avec les températures de réchauffage courantes en laminage à chaud ; comme de simples traitements thermiques à haute température donneraient des grains austénitiques énormes et en conséquence des structures grossières et fragiles après refroidissement et changement de phase, l'interaction de l'évolution des éléments avec la déformation à chaud est primordiale pour obtenir les propriétés désirées.

À titre d'exemple, la figure 2 montre l'effet de la température d'austénitisation avec un maintien d'une demi-heure sur la limite d'élasticité après trempe et revenu d'un acier au **niobium**, d'un acier au Nb-V, d'un acier au V et d'un acier de référence ; la limite d'élasticité croît quand le niobium ou le vanadium ou les deux remis en solution peuvent précipiter finement et durcir la matrice.

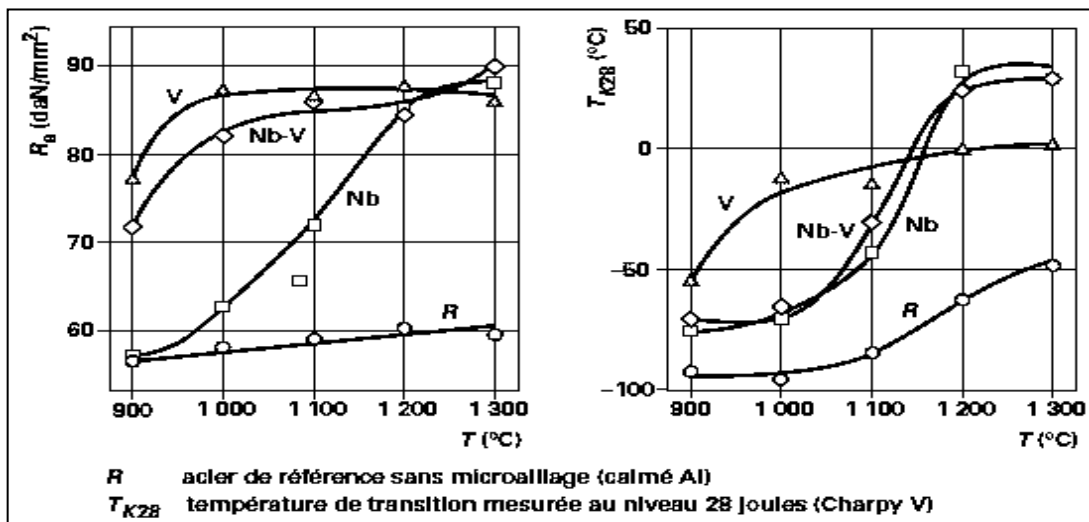


Figure 2 – Effet de la température d'austénitisation sur les propriétés à l'état trempé revenu (2 h à 600°C) [14]

1.4.2 Précipitation :

L'aptitude des éléments à engendrer une précipitation dépend de leur solubilité initiale dans l'austénite. D'après les valeurs des produits de solubilité, c'est le carbure de vanadium qui est le plus soluble dans l'austénite, suivi par ordre décroissant de solubilité de TiC, NbC, VN et TiN. C'est encore VC et TiC qui sont les plus solubles dans la ferrite suivi de NbC et NbN. A la température de transition austénite/ferrite la solubilité du carbure de vanadium décroît d'au moins un ordre de grandeur ce qui implique que le vanadium en solution peut précipiter dans la ferrite et jouer un rôle d'affinement. Les nitrures ont tous une solubilité plus faible que les carbures. [15], [16], [17]

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

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

1.4.2.1 Précipitation dans l'austénite.

Malgré les indications des équations d'équilibre, il y a un gros retard à une précipitation au refroidissement dans l'austénite des composés comme les carbures de titane ou de niobium, les temps d'incubation sont très longs.

Cela est dû en partie au fait que le carbone et l'azote, ainsi que les éléments métalliques, sont encore très solubles dans l'austénite, même à des températures de l'ordre de 900°C, ce qui retarde la formation des précipités ; les conséquences sont importantes pour les propriétés, car il est facile de conserver ces éléments en solution pour leur efficacité ultérieure même pour des produits épais. Par contre, des déformations importantes accélèrent la précipitation dans certains cas.

1.4.2.2 Précipitation dans la ferrite :

Précipitation interphase

Il s'agit d'un mécanisme de précipitation qui se produit à une interface mobile entre deux phases. C'est le cas des aciers dits microalliés, qui contiennent une très faible concentration d'élément carburigène ($M = \text{Ti}, \text{Nb} \dots$) qui doit durcir le métal par précipitation de carbures MC très fins. Ces carbures peuvent se trouver disposés en nappes à deux dimensions au sein de la ferrite proeutectoïde lorsque la vitesse de refroidissement est inférieure à quelques $^{\circ}\text{C}/\text{s}$. Ces nappes sont espacées de 10 à 50 nm. Le mécanisme en est le suivant : Au cours de la transformation proeutectoïde, la ferrite « rejette » des solutés (C et M) qui produisent une sursaturation de l'austénite au voisinage de l'interface ferrite/austénite. Dès que le produit de solubilité du carbone et de l'élément carburigène dépasse une valeur critique, cette austénite donne lieu à une précipitation discontinue de carbure (γ sursaturée $\rightarrow \alpha + MC$). Ceci a pour effet de diminuer la concentration de carbone dans l'austénite adjacente, ce qui permet à l'interface α/γ d'avancer de nouveau jusqu'à ce que l'accumulation corrélative de carbone et de M à l'interface devienne assez élevée pour déclencher un nouveau processus de précipitation.

Le domaine de précipitation en refroidissement continu coïncidant avec le début de transformation se représente comme sur la figure **3** pour une nuance au **niobium**.

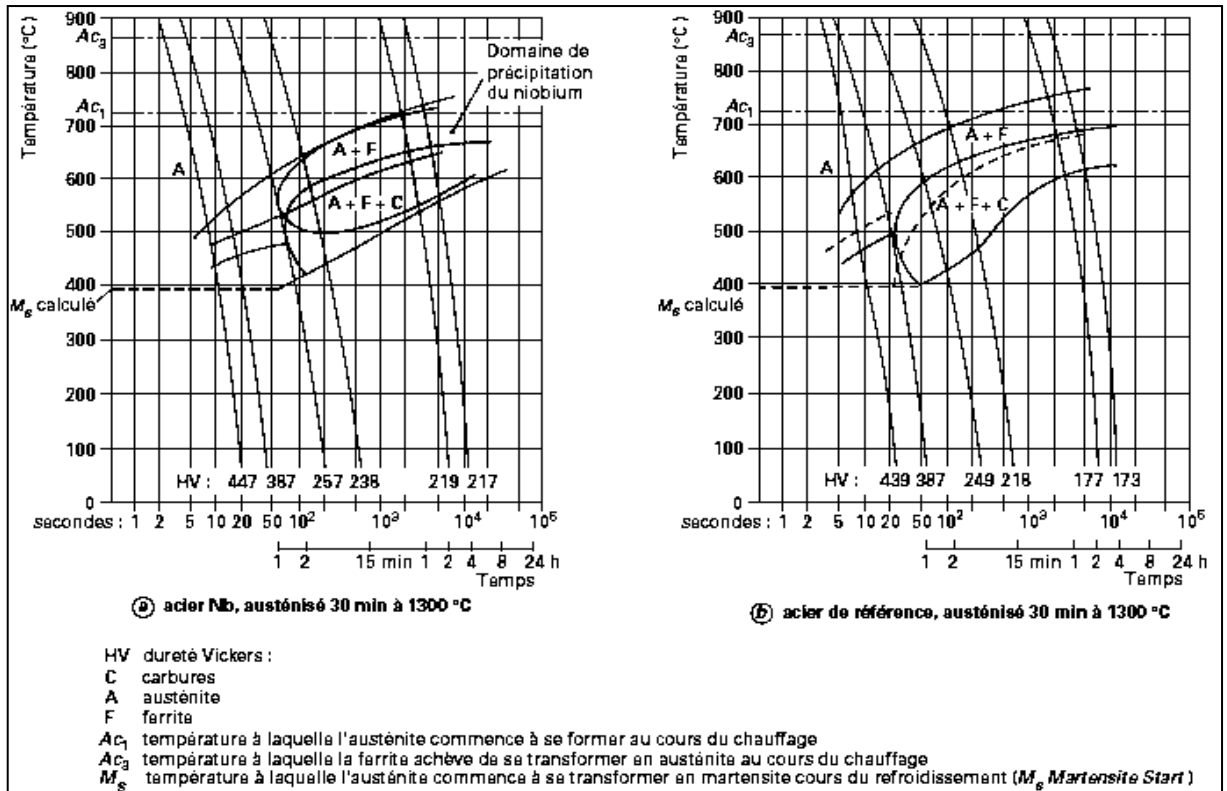


Figure 3 – Courbes de transformation en refroidissement continu avec domaine de précipitation [14]

1.4.2.3 Précipitation au réchauffage (en dessous de Ac1)

Après trempe ou refroidissement rapide, par exemple par arrosage à la sortie d'un train à bande, une partie ou la totalité de l'élément de microalliage peut rester en solution ; la précipitation se produira lors d'un maintien à une température comprise entre 550 et 700°C ; sur des plaques, des barres ou des pièces. Cette précipitation concerne également des zones affectées par la chaleur en soudage dans lesquelles des chauffages ultérieurs seront effectués (traitements de relaxation par exemple ou soudage multipasse).

Le durcissement relatif après revenu de la martensite montre un effet durcissant très important de la phase ferritique avec un optimum au voisinage de 600°C, durcissement qui se maintient très bien après des revenus de plusieurs heures ; on constate ainsi une propriété intéressante des précipités fins qui est leur forte résistance à la coalescence, ce qui rend d'ailleurs leur observation difficile.

L'intensité du durcissement par trempe et revenu est plus grande que celle obtenue par la précipitation directe de la ferrite en refroidissement continu ; mais cette dernière peut se trouver augmentée par un refroidissement accéléré.

1.4.3. Effet sur la transformation de phase :

Étant donné la faible quantité d'élément en solution l'effet sur la courbe de transformation n'est pas très important, mais il existe néanmoins quand les éléments sont dissous et il est pris en compte dans les formules de trempabilité au moins dans le cas du vanadium [18]. Pour le niobium et le titane, il est difficile de séparer l'effet intrinsèque des éléments de celui qui est lié à la taille de grain et au rôle de l'écroissage.

La figure 3 montre un exemple de courbe de transformation réalisée à partir d'une température élevée pour un acier au niobium ce qui augmente légèrement la trempabilité.

Il y a un effet indirect par le fait que le métal écroi favorise la germination des grains α , l'écroissage provenant de la non-recristallisation.

Par contre à l'état non dissous, par exemple après une austénitisation à 900°C, les éléments comme le niobium qui fixent le carbone ont tendance à diminuer légèrement la teneur en carbone en solution d'où une baisse de trempabilité.

1.5. Effets sur les propriétés mécaniques

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

1.5.1 Durcissement.

Depuis une vingtaine d'années, la tendance aux aciers à grains très fins s'est développée avec les aciers thermomécaniques. Des combinaisons adéquates de déformation et de température ont conduit à la formation de grain très fin. Ceci permet d'obtenir la limite d'élasticité la plus élevée et la température de transition ductile-fragile la plus basse. [1]

1.5.1.1 Évaluation du durcissement [10]

L'effet de durcissement par les précipités dépend de leur nature, de leur nombre et de leur taille (figure 4). La théorie la plus utilisée est celle d'Ashby-Orowan qui s'exprime par la formule :

$$\Delta\sigma = 5,9f^{1/2} \ln(x / 2,5 \times 10^{-4})$$

Avec :

$\Delta\sigma$: durcissement (en N/mm^2),

f : fraction volumique,

x : diamètre des précipités (en μm).

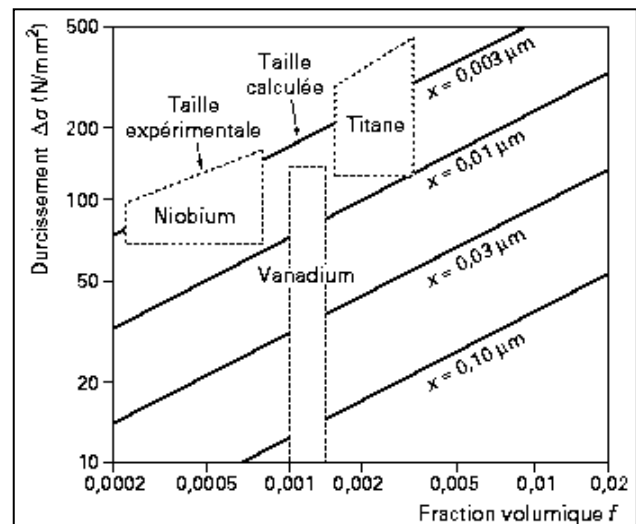


Figure 4– Durcissement en fonction de la taille Et de la quantité des précipités [12]

Cette équation ne prend en compte que la fraction volumique f et la taille des précipités x .

On représente également cette équation par des diagrammes comme celui de la figure 4 où sont reportées les bandes correspondant aux trois principaux éléments ; cela permet de constater que la nature du précipité joue un rôle en plus de l'effet de taille [12].

Un autre facteur est la **notion de cohérence** entre la matrice et le précipité, c'est-à-dire une sorte de coïncidence des réseaux cristallins qui rend le précipité très efficace particulièrement en précipitation interphase ; cette notion qui n'est pas prise en compte dans les formules permet d'expliquer les fortes baisses de durcissement pour des traitements avec réchauffage dans l'austénite

(normalisation par exemple) ou après recuit de tôles minces alors que la coalescence des précipités est très lente.

1.5.2 Contrôle du grain

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

1.5.2.1 Affinement du grain γ

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

Malgré un gros grain de départ après mise en solution à haute température, il se produit au cours d'un laminage ou d'un forgeage en plusieurs passes un affinement du grain, au moins en présence de niobium ou de titane.

Entre les passes de laminage, il y a également un grossissement après la recristallisation à grains fins du métal déformé : ce grossissement très rapide à température élevée, pour une matrice sans précipité est fortement ralenti par des précipités.

1.5.2.2 Affinement du grain α

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

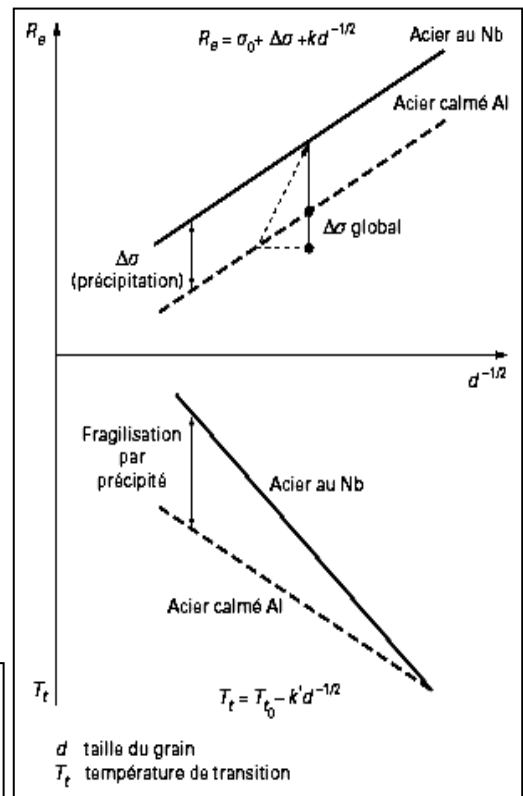
Mais il y a un autre mécanisme important qui est le rôle de l'écroûissage du grain γ par suite de la non-recristallisation à température basse : les grains écroûis sont le siège de germinations multiples d'où la naissance de très petits grains.

Il est possible de combiner les deux effets ci-dessus.

1.5.3 Effet global.

L'augmentation globale de la limite d'élasticité R_e et de la résistance à la rupture par traction R_m correspond à la somme du durcissement intragranulaire par les précipités et de l'effet taille de grain, chiffré par la loi de Petch, qui peut être aussi important que le premier ; par rapport à un acier de référence, le durcissement global peut atteindre plus de 200 Mpa, soit pour un acier extra doux un quasi-doublement. La figure 5 montre la conjugaison des deux phénomènes.

Figure 5– Influence combinée de l'affinement du grain et de la précipitation sur la limite d'élasticité et la température de transition (loi de Petch).



1.5.4. Ténacité

Dans l'appréciation du rôle des éléments sur la ténacité qu'elle soit mesurée par une énergie de rupture en résilience, une température de transition ou une valeur de mécanique de la rupture [K_{Ic} (facteur d'intensité de contrainte), J_{Ic} (paramètre de Rice), CTOD (Crack Tip Opening Displacement)...], il est nécessaire de distinguer l'effet fragilisant d'une précipitation de l'effet indirect des changements de microstructure souvent très favorable d'où un effet d'amélioration global.

Cela est souvent illustré par divers diagrammes comme celui de la figure 5 qui représente l'effet de la taille du grain ferritique α sur la température de transition Charpy V (loi de Petch).

Pour les structures bainitiques ou martensitiques, c'est l'affinement du grain austénitique γ qui joue un rôle favorable sur l'amorçage et la propagation des clivages.

En ce qui concerne l'effet fragilisant des précipités, il semble bien qu'il dépende également de la taille de grain : importante pour des grains grossiers

formés à haute température (plus de 50°C de décalage de la température de transition comme on le voit sur la figure 5), la fragilisation n'est plus apparente pour les grains les plus fins. Cela pourrait être lié au mécanisme d'amorçage des clivages.

1. 6. Compromis entre le renforcement et la ténacité

L'exigence d'un bon renforcement et d'une bonne ténacité implique deux tendances difficiles à concilier. Tous les mécanismes de renforcement entravent le glissement et, de ce fait, ont tendance à altérer la ténacité. Une exception d'importance est la taille de grains qui, si elle est fine, restreint l'extension des micro-fissures. En conséquence, tout mécanisme de renforcement qui réduit la taille de grains participe à l'obtention d'un bon compromis.

Les carbonitrides non dissous dans l'austénite ralentissent la croissance de grains au cours des traitements thermiques et constituent des sites pour la transformation γ/α , malheureusement ils n'ont pas d'effet de renforcement ultérieur. Une précipitation aux joints de grains préserve une taille de grains fine mais elle ne doit pas être fragilisante.

En pratique, si un acier n'est pas embouti dans une certaine limite de temps, il subit un vieillissement à cause de la diffusion des interstitiels aux joints qui deviennent fragiles du fait de la formation de précipités [19].

1.7. Les traitements thermiques des alliages industriels [20]

Les analyses des transformations structurales trouvent leur application directe pour les traitements thermiques, et plus généralement les traitements thermomécaniques des alliages industriels. La tendance industrielle est de maîtriser tout le cycle de mise en forme et de traitement thermique grâce à une séquence continue. Ceci requiert une connaissance précise des cinétiques des transformations microstructurales ainsi qu'une bonne modélisation de celles-ci pour établir des codes de calcul capables de prévoir l'évolution microstructurale au cours d'un cycle thermomécanique ainsi que les caractéristiques mécaniques résultant de ce cycle.

1.7.1. Diagrammes de transformations

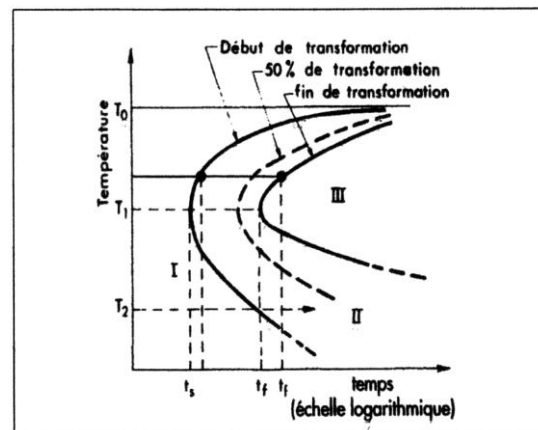
1.7.1.1 Diagrammes TTT

L'ensemble des courbes de transformations isotherme rassemblé en coordonnées semi-logarithmiques dans un diagramme température-temps-taux de transformation, permet de déterminer les conditions des traitements thermiques requis pour réaliser un état microstructural donné. Chaque isotherme permet de définir les durées t_s et t_f telles que le taux de transformation se situe respectivement à un seuil (à fixer entre 1% et 5%), et à une fin (entre 95 et 99%). L'ensemble des couples de valeurs t_s et t_f constitue le diagramme TTT de l'alliage.

Un alliage de composition donnée (figure.6), après un traitement thermique prolongé à une température assez élevée T_0 , est brusquement ramené à une température T inférieure à T_0 . Les deux courbes, lieux des points t_s et t_f , délimitent trois domaines :

- domaine I état de haute température métastable,
- domaine II juxtaposition de l'état de haute température métastable et de l'état stable aux basses températures,
- domaine III : état stable de basse température.

Fig.6.Diagramme TTT (température temps, Taux de transformation) schématique.



Les courbes affectent une forme en C avec un coude bien marqué qui définit la température T_i à laquelle la vitesse de la transformation est la plus grande. Dans ce domaine de température, l'écart par rapport à la température d'équilibre est relativement grand, ce qui confère au système une « force motrice » AG appréciable; de plus la température reste suffisamment élevée pour que la vitesse

de diffusion, et par conséquent de croissance, soit encore assez élevée. Au voisinage de la température T_0 , la vitesse de transformation se ralentit par suite de la proximité des conditions de l'équilibre thermodynamique. Aux températures les moins élevées telles que T_2 , le diagramme TTT fait apparaître l'impossibilité de réaliser la totalité de la transformation, en raison de la lenteur de la diffusion. Le tracé des branches inférieures des courbes peut être, pour cette raison, plus ou moins certain.

Pour des compositions différentes, la position des courbes se déplace d'une manière continue. Dans les alliages renfermant plus de deux constituants, leur position ne résulte pas d'une simple addition des effets de chaque constituant, ce qui rend complexe une analyse exhaustive des cinétiques de transformation. De plus, étant donné le caractère fréquemment hétérogène de la germination, les caractéristiques microstructurales (grosseur du grain, répartition des éléments d'alliage ou des impuretés dans la matrice et dans les joints), jouent un rôle important dans l'amorçage de la transformation et c'est toute l'histoire thermique de l'alliage qui intervient en provoquant un déplacement des courbes de transformation.

1.7.1.1.1. Transformation au réchauffage

La transformation *inverse* par chauffage au-dessus du solvus, ou du point A_3 ; des aciers, correspond à la mise en solution totale ou partielle des phases secondaires (précipités divers, carbures...). Dans ce cas la forme des courbes TTT est différente puisque l'énergie motrice de la transformation et la vitesse de diffusion croissent toutes deux avec la température. L'homogénéisation complète de l'austénite peut exiger des durées assez longues. Des courbes analogues ont été établies pour la dissolution des carbures durcissant dans les aciers (NbC, TiC ...). Leur mise en solution complète peut requérir des températures au moins égales à 1200°C lorsque le produit de solubilité de la phase à dissoudre est petit.

Le traitement ***d'austénitisation*** est une composante importante du traitement thermique des aciers, car sa température et sa durée conditionnent non seulement l'homogénéité de la solution solide, mais également la grosseur du grain austénitique par suite la cinétique de la transformation ultérieure.

1.7.1.2. Diagrammes TRC (transformations en refroidissement continu)

Au cours des traitements industriels, les transformations interviennent souvent au cours d'un refroidissement continu plus ou moins rapide. Par ailleurs, la définition précise d'un traitement thermique, et en particulier celle de la trempe, exige la connaissance de la loi de refroidissement en fonction du temps et celle de la cinétique de transformation. La superposition d'une courbe de refroidissement au diagramme TTT permet de prévoir qualitativement si la transformation peut, ou non, se produire. La connaissance des courbes de transformation en refroidissement continu (diagrammes TRC) s'impose alors pour connaître l'état structural final du métal à la suite d'un traitement suivant une loi de refroidissement donnée.

La transformation peut être suivie en refroidissement continu par la mesure de la variation d'une propriété physique de l'alliage, notamment par dilatométrie. Dans un alliage qui se refroidit depuis T suivant une loi telle que celle représentée par R_1 dans la figure.7, la transformation débute en P_1 au bout du temps t_1 et s'arrête en P'_1 après un temps t'_1 , sans que pour autant elle soit nécessairement achevée. L'ensemble des points tels que P_1 et P'_1 obtenus pour différentes lois de refroidissement, délimite le domaine dans lequel se produit la transformation en refroidissement continu.

On notera que si les points tels que P_1 marquent bien le début de la transformation, les points tels que P'_1 correspondent à un arrêt de la transformation qui reste souvent inachevée. Cependant, si le refroidissement est assez lent, la transformation est généralement totale.

La courbe R_2 correspond à un refroidissement rapide qui assure une trempe efficace : un alliage ainsi refroidi depuis son état stable conserve cet état de haute température puisqu'à aucun moment le point représentatif ne pénètre dans le domaine

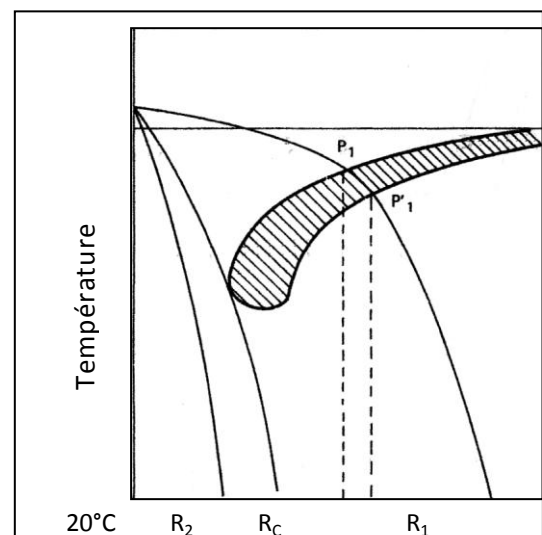


Figure 7. - Représentation schématique d'une transformation en refroidissement continu. Les courbes R_1 , R_2 , R , représentent différentes lois de refroidissement. Le domaine hachuré est celui dans lequel se produit la transformation.

de transformation. La courbe R2 (figure 7) définit la vitesse critique de trempe : c'est le refroidissement le moins rapide qui permet de conserver le métal dans son état de haute température.

1.7.2 Traitements thermomécaniques

Il peut être avantageux de tirer parti de l'effet conjugué d'une déformation plastique et d'un traitement thermique, c'est-à-dire profiter du procédé même de formage, pour obtenir directement la microstructure et les propriétés désirées, au lieu d'effectuer les traitements thermiques après coup sur les produits. En voici quelques exemples :

- Pour les aciers à hautes caractéristiques, la déformation plastique peut être effectuée dans la «baie» située entre les domaines perlitique et bainitique. Ce traitement appelé austéniformage (ausforming) conduit à une structure martensitique très fine avec de très hautes caractéristiques de résistance et de ténacité;
- On peut profiter de l'évolution structurale de l'austénite au cours d'une déformation au dessus du point A₃: c'est la base du laminage contrôlé des tôles qui permet de réduire la taille des grains par recristallisation et de modifier la germination au cours des opérations ultérieures;
- On peut ajuster la fin du cycle de laminage et de refroidissement pour maîtriser la transformation bainitique (aciers bainitique à carbone ultra-bas) ou la précipitation dans la ferrite.

1.7.3. La transformation bainitique :

La bainite est un produit de décomposition de l'austénite en ferrite plus cémentite, qui se forme au cours de transformations isothermes ou au cours d'un refroidissement à des températures inférieures à celles du domaine perlitique, — au moins 200°C au-dessous du point A₃. Les courbes TTT d'un acier peu allié montrent, deux « nez » de transformation, correspondant aux domaines perlitique et bainitique, séparés par une « baie » d'autant mieux marquée que l'acier est plus allié en certains éléments. Dans les aciers au carbone eutectoïdes, les deux domaines ne sont pratiquement pas séparés. L'addition de 1% de chrome ou de 0,5% de molybdène fait apparaître une baie bien marquée

entre les deux domaines. À des teneurs plus élevées, la séparation est totale et il existe même vers 500°C un intervalle de température où l'austénite est métastable, intervalle qui peut dépasser 200°C.

La microstructure de la bainite n'a pu être résolue qu'avec l'avènement de la microscopie électronique en transmission, d'abord sur répliques, puis sur lames minces. C'est un constituant diphasé de ferrite en plaquettes et de très fines particules de cémentite. Suivant les températures de transformation, l'arrangement de ces deux phases est légèrement différent.

Il est clair que, vu les températures relativement basses, la redistribution du carbone ne peut plus se faire comme dans la perlite, aussi fine soit-elle. Contrairement à celle-ci, la phase carbure ne peut être enrichie en éléments carburigènes. Un nouveau mécanisme ne mettant en jeu que de courtes distances de migration des atomes de carbone doit intervenir. Il s'agit très probablement d'une germination de la ferrite du type. « Déplacement », à la manière de la martensite, l'enthalpie libre motrice augmentant au fur et à mesure que la température diminue : la température de début de transformation B , est d'autant plus basse que la teneur en éléments d'alliage est plus élevée. Suivant les modèles actuellement en vigueur, la croissance s'effectuerait soit par un mécanisme de cisaillement, soit par déplacement de marches (ou ledges) à l'interface, en accord avec la forme de plaquettes lenticulaires ou de lattes qu'affectent les cristallites de ferrite bainitique. Du fait de la rapidité de la croissance des lattes de ferrite, seule la diffusion des atomes de carbone (en sursaturation dans la ferrite) est possible à courte distance, mais pas celle des éléments d'alliage. Suivant la température, le rejet du carbone s'effectue soit à l'interface à la manière de la précipitation interphase des carbures alliés – c'est la bainite supérieure –, soit par précipitation plus localisée dans les lattes elles-mêmes – bainite inférieure.

La microstructure bainitique offre un grand intérêt pour le métallurgiste. Car elle confère à l'acier une excellente résistance mécanique, allié à une bonne ductilité. Ceci est dû à la dispersion des carbures, légèrement différente de celle d'une martensite revenu. Il est convenu de réserver le nom de transformations bainitique aux transformations de type « displacifs » accompagnées de processus de diffusion

: leur cristallographie suit donc les mêmes règles que les transformations martensitiques.

1.7.4. La transformation martensitique : [21]

1.7.4.1. Nature de la martensite.

La martensite est une solution solide d'insertion du carbone dans le fer α . Dans le réseau du fer α (martensite), les atomes du carbone occupent les interstices octaédriques dans la direction [001] et produisent une forte distorsion du réseau.

1.7.4.2. Mécanisme de la transformation martensitique.

Cette transformation a lieu seulement lorsqu'un refroidissement rapide produit la surfusion de l'austénite jusqu'à de basses températures qui rendent impossible la diffusion. Le processus marche donc sans diffusion, c'est-à-dire il ne s'accompagne pas de redistribution de diffusion des atomes de carbone dans le réseau de l'austénite.

Le plus souvent les cristaux martensitiques ont la forme de bâtonnets minces étendus dans la même direction. A la différence de la martensite aciculaire, cette martensite est dite massive. Elle a une structure complexe et se distingue par une densité des dislocations élevées : $\sim 10^{12} \text{ cm}^{-2}$.

1.7.4.3. Cinétique de la transformation martensitique.

Dans le cas général, une transformation martensitique ne peut pas être étouffée par un refroidissement rapide, comme il en est dans les transformations de diffusion qui accompagnent la cristallisation ordinaire. La transformation s'amorce dès la température M_s (« s » de l'anglais start) et se déroule non pas dans des conditions isothermes, mais dans un intervalle de température. La surfusion jusqu'à la température M_s déclenche la transformation de l'austénite en martensite.

Pour assurer la marche de cette transformation, un acier doit être refroidi d'une façon contenue au-dessous de M_s . Une interruption dans le refroidissement met pratiquement fin à la transformation martensitique.

Exemple de quelques structures bainitiques et martensitiques :

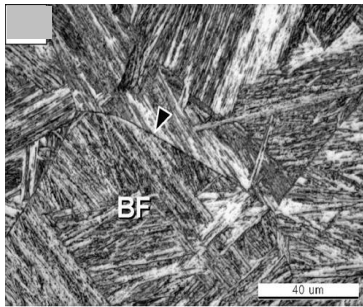


Fig.a : Structure bainitique X70 API
[22]

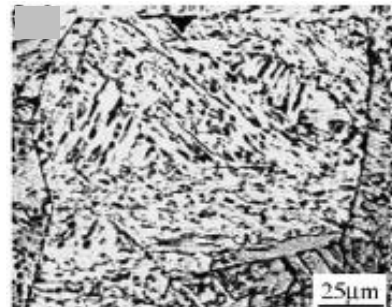


Fig.b : Structure bainitique d'un
acier X60 [23]

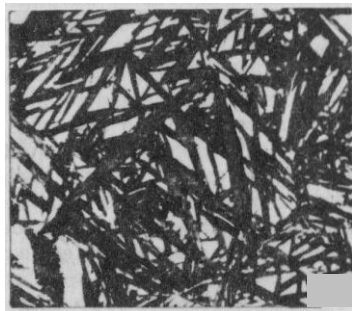


Fig.c : Microstructure de la
martensite lamellaire à haut
carbone [21]

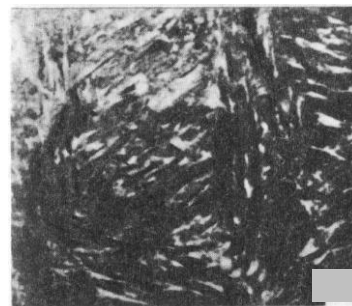


Fig.d : Microstructure de la
martensite à bas carbone à
lattes x1000. [21]

CHAPITRE 2

PROCEDURE EXPERIMENTALE

2-1 Objectif :

Le développement des aciers (HLE) est le résultat de combinaison de technologie de traitement et d'éléments microalliés. Il est bien connu que l'addition des éléments microalliés (tels que le Nb, Va..) dans les aciers est d'une importance capitale pour produire une qualité de haute résistance.

Cette addition influe sur l'évolution de la microstructure de l'austénite durant le traitement thermomécanique et provoque un durcissement par précipitation de la matrice par conséquent détermine les propriétés mécaniques finales du produit.

Notre travail se consacre à l'étude de l'influence du Niobium sur l'évolution de la microstructure d'un acier microallié mère X70 forgé à haute limite d'élasticité après différents traitements thermiques et thermomécaniques; ceci, afin d'en définir les propriétés optimales d'emploi.

Les objectifs de cette étude sont basés principalement sur:

- La compréhension du processus d'élaboration des aciers microalliés à haute limite d'élasticité (HLE), avec une perspective de diminuer le pourcentage de carbone.
- Le forgeage contrôlé des aciers HLE.
- La définition et la compréhension de précipitation des aciers- Nb.
- L'étude de l'influence du Niobium sur le durcissement des aciers (HLE)- Nb lors du chauffage.

Trois échantillons d'aciers ont été donc élaborés à partir d'un acier mère X70 avec des teneurs croissantes en élément dispersoïde le Niobium en vue de l'étude de l'influence de ce dernier sur les caractéristiques structurales de l'acier élaboré.

Etant contraint du nombre des échantillons et la géométrie de ces derniers notre étude va être limitée par une étude métallographique ainsi que des essais mécaniques faisant appel à des essais de dureté Vickers des échantillons.

2-2 techniques d'analyse :

2.2.1 Introduction :

Dans cette partie, nous faisons le point sur les différentes techniques expérimentales utilisées lors de la réalisation de ce travail. L'interprétation exacte des différents résultats obtenus lors de cette étude repose sur les mesures correctes et justes provenant des instruments techniques utilisés et des limites technologiques de chaque équipement.

2.2.2 Elaboration :

L'élaboration des différents échantillons a été réalisée au centre de recherche de DRARIA, ALGER.

A partir d'éléments purs, trois échantillons de compositions choisies, ont été élaborés à l'aide d'un four à arc, de type « Centorr » sous balayage d'argon dans un creuset en cuivre refroidis à l'eau.

La technique consiste à faire le vide, puis un remplissage d'argon, trois fois de suite avant chaque fusion. L'expérience montre que l'oxydation est ainsi négligeable. Aussi, afin d'assurer une parfaite homogénéisation, chaque échantillon subit trois fusions consécutives.

2.2.2.1 Calcul de la quantité de la charge :

Avant chaque élaboration, il est primordial de calculer d'une manière précise la quantité des éléments constituant la charge métallique et les éléments ajoutés à celle-ci afin d'atteindre une composition estimative finale. L'élaboration vise **trois** nuances d'aciers à dispersoïde à bas carbone au Niobium, dont la composition est présentée sur le tableau03

| Eléments | C | Mn | Si | P | S | Cr | Mo | Ni | Al | Co |
|----------|--------|-------|--------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|
| Nuance A | 0.0545 | 1.562 | 0.2307 | < 0.002 | <0.001 | 0.0284 | <0.005 | 0.0146 | 0.0361 | <0.0500 |
| Nuance B | 0.0545 | 1.562 | 0.2307 | < 0.002 | <0.001 | 0.0284 | <0.005 | 0.0146 | 0.0361 | <0.0500 |
| Nuance C | 0.0545 | 1.562 | 0.2307 | < 0.002 | <0.001 | 0.0284 | <0.005 | 0.0146 | 0.0361 | <0.0500 |

| Eléments | Cu | Nb | Ti | V | W | Sn | Fe |
|----------|---------|------|--------|--------|---------|---------|-------|
| Nuance A | <0.0100 | 0.10 | 0.0137 | 0.0152 | <0.0500 | <0.0050 | <97.9 |
| Nuance B | <0.0100 | 0.15 | 0.0137 | 0.0152 | <0.0500 | <0.0050 | <97.9 |
| Nuance C | <0.0100 | 0.20 | 0.0137 | 0.0152 | <0.0500 | <0.0050 | <97.9 |

Tableau 3 : composition chimique des trois nuances visées (wt%)

L'acier de base constituant la charge dont, la composition est présentée sur le tableau 4, est prélevé d'un pipe et fourni par le laboratoire des essais mécaniques et soudage de ALPHA PIPE / GHARDAIA. C'est un acier à haute limite d'élasticité de type X70 (Norme API).

| Eléments | C | Mn | Si | P | S | Cr | Mo | Ni | Al | Co |
|------------|--------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Nuance x70 | 0.0545 | 1.562 | 0.2307 | 0.0020 | 0.0010 | 0.0284 | 0.0050 | 0.0146 | 0.0361 | 0.0500 |

| Eléments | Cu | Nb | Ti | V | W | Sn | Fe |
|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|------|
| Nuance x70 | 0.0100 | 0.0742 | 0.0137 | 0.0152 | 0.0500 | 0.0050 | 97.9 |

Tableau 4 : pourcentage en Wt%



Fig.8 four à arc

2.2.3 Analyses chimiques :

Les analyses chimiques ont été faites au laboratoire des essais mécaniques et soudage de ALPHA PIPE / GHARDAIA sur un spectromètre de fluorescence des rayons X.

2.2.3.1 Spectrométrie de fluorescence X :

La spectrométrie de fluorescence X (FX ou XRF pour X-ray fluorescence) est une technique d'analyse élémentaire qui permet de :

- Qualifier les éléments chimiques présents dans un échantillon. Après cette étape nous connaissons les éléments constituant l'échantillon (ex. : Fer, Chrome, Nickel,...).
- Quantifier les éléments présents (ex. : Fer 72,98 %, Chrome 18 % et Nickel 9%).

Cette technique utilise des phénomènes physiques qui ont été découverts et développés dans le domaine de la physique quantique (effet photoélectrique, émission spontanée, diffraction des rayons X). [24]

Lorsque l'on bombarde de la matière avec des rayons X, la matière réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X ; c'est la fluorescence X, ou émission secondaire de rayons X.

Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon, en analysant ce spectre, on peut en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments. [25]

La représentation graphique du signal obtenu est appelée spectre brut, il permet de distinguer des pics ou "raies". [24]

Résultats obtenus :

La composition chimique obtenue des trois nuances d'aciers élaborés est sur le tableau 5. (Wt %)

Nuance A :

| Eléments | C | Mn | Si | P | S | Cr | Mo | Ni | Al | Co |
|----------|--------|-------|--------|---------|---------|--------|---------|--------|--------|---------|
| Nuance A | 0.0520 | 1.551 | 0.2317 | <0.0020 | <0.0010 | 0.0284 | <0.0050 | 0.0146 | 0.0283 | <0.0500 |

| Eléments | Cu | Nb | Ti | V | W | Sn | Fe |
|----------|---------|--------|--------|--------|---------|---------|--------|
| Nuance A | <0.0100 | 0.1020 | 0.0142 | 0.0270 | <0.0500 | <0.0050 | <97,37 |

Nuance B :

| Eléments | C | Mn | Si | P | S | Cr | Mo | Ni | Al | Co |
|----------|--------|-------|--------|---------|---------|--------|---------|--------|--------|---------|
| Nuance B | 0.0408 | 1.442 | 0.2177 | <0.0020 | <0.0010 | 0.0284 | <0.0050 | 0.0146 | 0.0239 | <0.0500 |

| Eléments | Cu | Nb | Ti | V | W | Sn | Fe |
|----------|---------|--------|--------|--------|---------|---------|--------|
| Nuance B | <0.0100 | 0.1501 | 0.0136 | 0.0328 | <0.0500 | <0.0050 | <97,89 |

Nuance C :

| Eléments | C | Mn | Si | P | S | Cr | Mo | Ni | Al | Co |
|----------|--------|-------|--------|---------|---------|--------|---------|--------|--------|---------|
| Nuance C | 0.0561 | 1.446 | 0.1874 | <0.0020 | <0.0010 | 0.0284 | <0.0050 | 0.0146 | 0.0175 | <0.0500 |

| Eléments | Cu | Nb | Ti | V | W | Sn | Fe |
|----------|---------|--------|--------|--------|---------|---------|--------|
| Nuance C | <0.0100 | 0.2001 | 0.0130 | 0.0266 | <0.0500 | <0.0050 | <97,88 |

Tableau 5 : pourcentage en Wt%



Figure 9 : Spectromètre d'analyse chimique.

2.2.4 Dureté :

Les essais de dureté VICKERS ont été réalisés sous une charge de 30 Kg à l'aide d'un **duromètre**. Chaque résultat est la moyenne de trois mesures.

2.2.5 Microstructure :

La métallographie par microscope optique de nos échantillons donne des informations sur la morphologie et le nombre de phase en présence.

a) Polissage :

Les échantillons destinés à l'observation sont polis successivement sous eau par meulage mécanique sur papiers abrasifs de granulométrie décroissante, puis suivis d'un polissage de finition par une suspension l'alumine sur un drap fine.

b) Réactif d'attaque :

Nital (95% d'éthanol + 5% HNO₃).

Les observations sont effectuées sur un microscope optique de type ZEISS AXIOVER T40 MAT équipé d'une caméra photo numérique.

L'étude métallographique a été faite au laboratoire de métallurgie du département de mécanique de l'université de BLIDA.



Figure 10 : microscope optique

2.2.6 Traitements thermiques et thermomécanique :

➤ Les différents traitements thermiques ont été effectués dans un four au laboratoire de métallurgie au département mécanique université de Blida.



Figure 11 : four de traitements thermiques.

➤ Les traitements thermomécaniques ont été effectués à l'unité de transformation métallique : FMP/GHARDAIA. La déformation à chaud (Forgeage) est assurée par une presse hydraulique de 25 Tonnes.

Caractéristique de la presse :

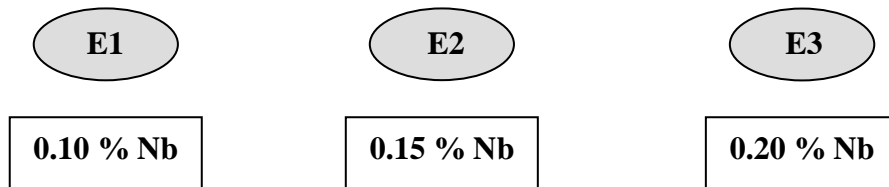
Tonnage : 25 tonnes.

Moteur : 22 kw.

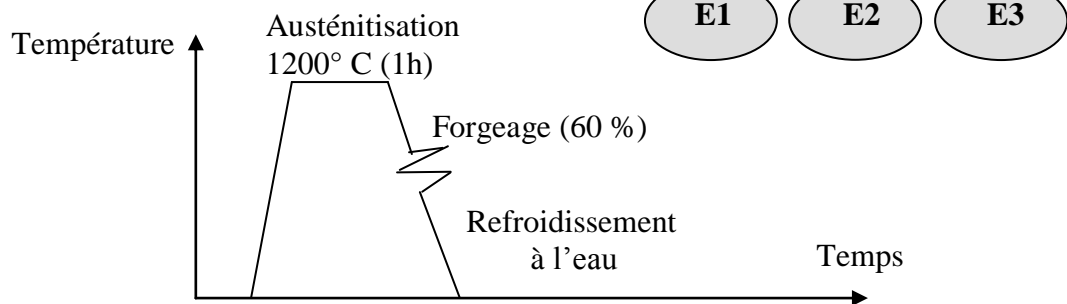
Course : 750 mm.

2.3 Chronologie des travaux expérimentaux :

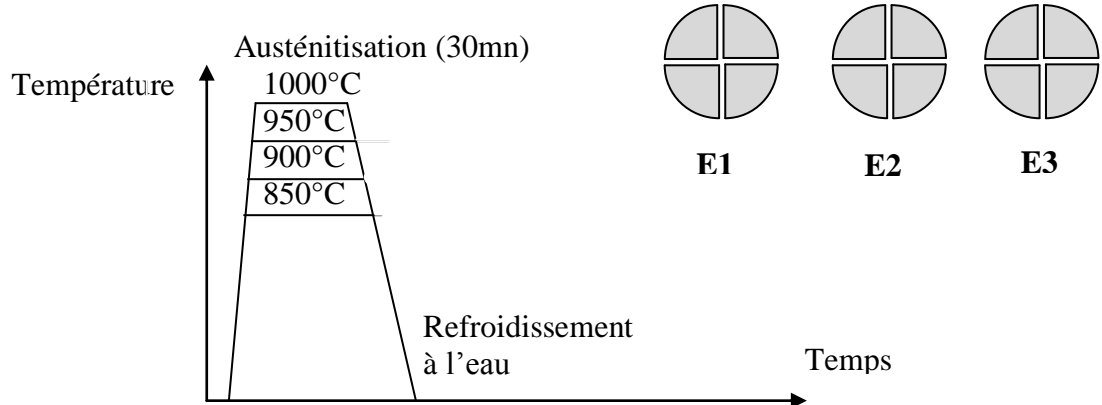
1- ELABORATION DES ECHANTIONS : E1 – E2 – E3 de l'acier microallié X 70.



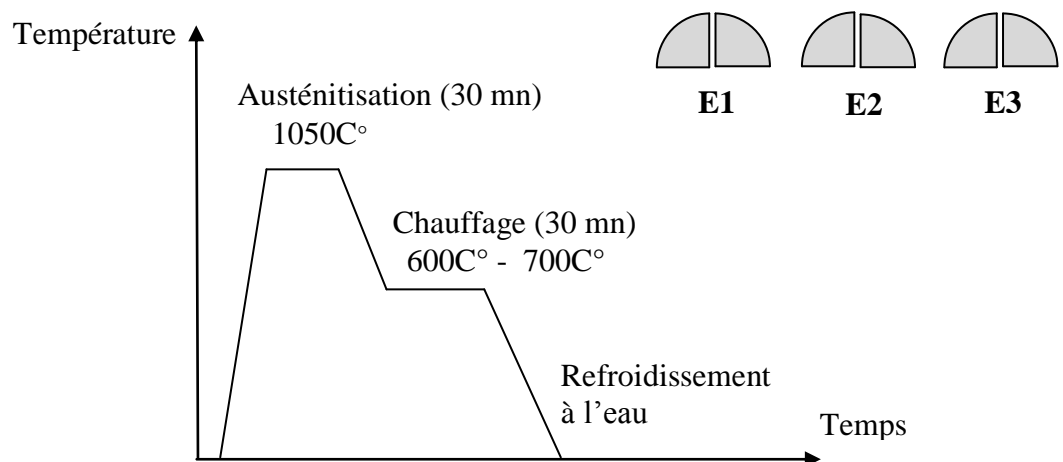
2- TRAITEMENT DE DEFORMATION A CHAUD.



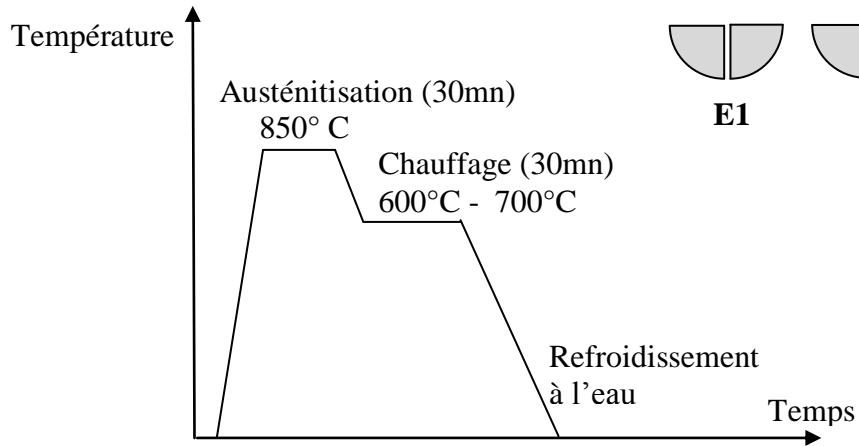
3- TRAITEMENT DE TREMPE A L'EAU.



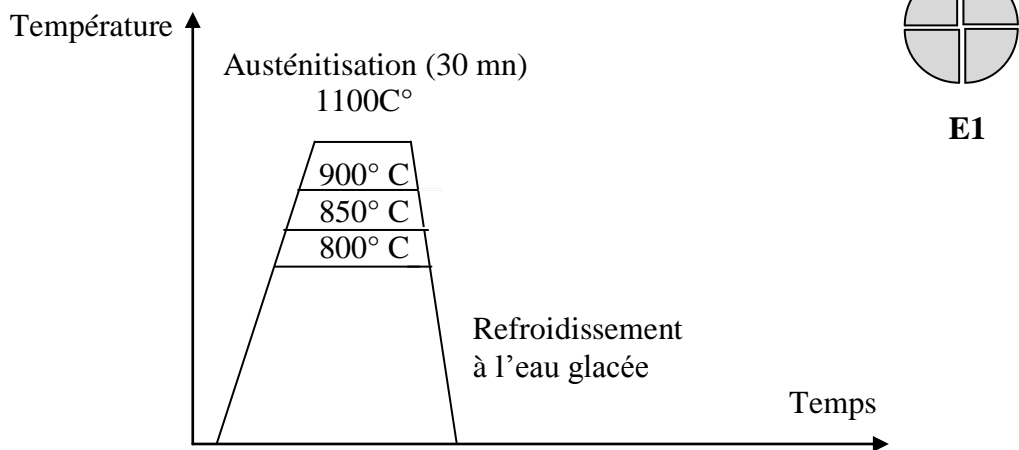
4- TRAITEMENT DE TREMPE ETAGEE A 1050°C.



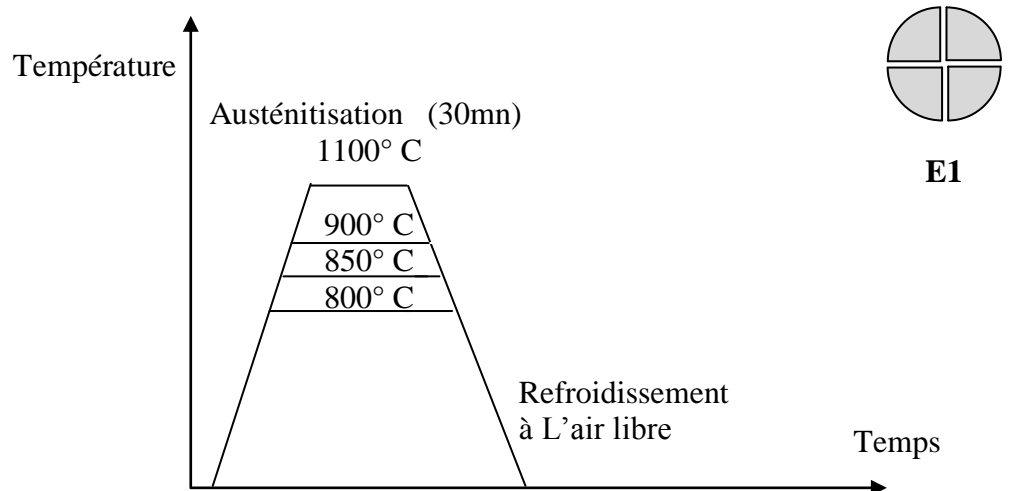
TRAITEMENT DE TREMPE ETAGEE A 850°C.



5- TRAITEMENT DE TREMPE A L'EAU GLACEE.

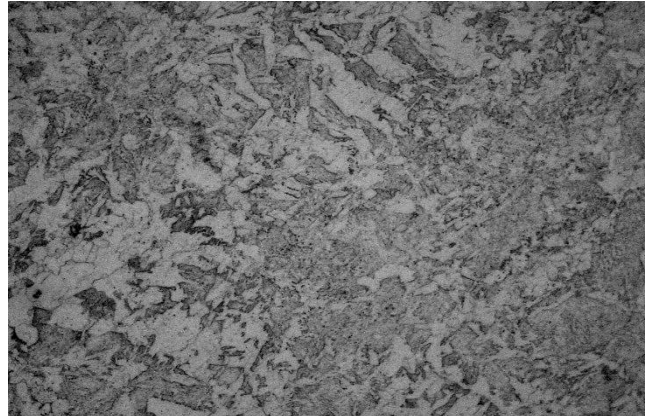


6- TRAITEMENT DE TREMPE A L'AIR LIBRE.



2.4. Observations métallographiques :

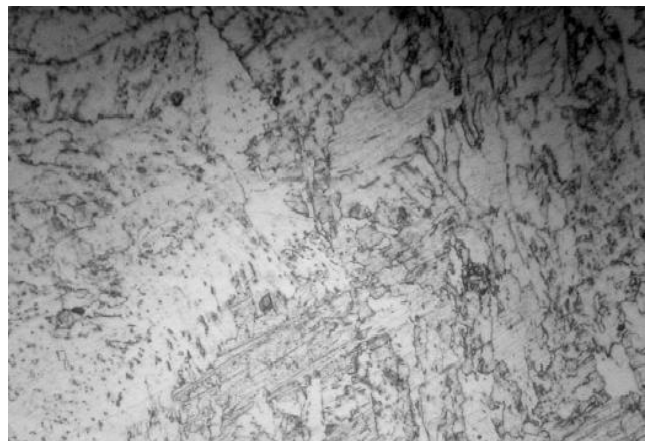
1- BRUT DE COULEE :



**Fig.12 Structure de Widmanstätten à l'état brut de coulée
Pour la Nuance à (0.10% Nb) x 500**



**Fig.13 Structure de Widmanstätten à l'état brut de coulée
Pour la Nuance à (0.15% Nb) x 500**



**Fig.14 Structure de Widmanstätten à l'état brut de coulée
Pour la Nuance à (0.20% Nb) x 500**

1- échantillons à l'état brut de coulée :

Les micrographies optiques des figures 12 ,13 et 14 montrent les microstructures des trois échantillons E1, E2 et E3 à l'état brut de coulée après la fusion dans un four à arc.

- La figure 12 montre une structure de *Widmanstätten* pour la nuance de 0.10 % Nb avec des aiguilles plus ou moins variées en dimensions et en formes suivant une répartition plutôt hétérogène.
- La figure 13 montre une structure de *Widmanstätten* pour la nuance de 0.15 % Nb présentant une microstructure granulaire fine ayant une distribution uniforme avec un aspect homogène.
- La figure 14 montre une structure de *Widmanstätten* pour la nuance de 0.20 % Nb avec des aiguilles plus grossière que celle de la nuance 0.10 % Nb mais avec une répartition structurale plus homogène.

Conclusion partielle :

Suivant les trois échantillons on peut remarquer une différence de structures dans la taille des grains ainsi que dans l'homogénéité dans la répartition et on peut conclure que :

- 1- Une teneur de 0.15 % Nb favorise une affinité de grains.
- 2- Une teneur de 0.20 % Nb favorise une homogénéité dans la répartition.

2- ECHANTILLONS APRES TRAITEMENT DE DEFORMATION A CHAUD.

Les 3 échantillons de l'acier **X70** élaboré de l'état brut de coulé sont austénitisés à **1200°C** durant **1heure** puis déformés à chaud (**60 %**) et enfin refroidies à l'eau. (**X 500**).

0.10 % Nb



Fig.15 Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire

0.15 % Nb

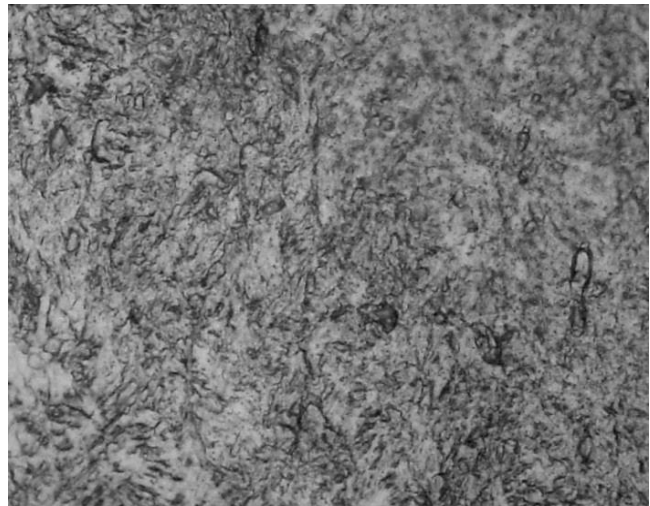


Fig.16 Structure Ferrite fine+ perlite + ferrite aciculaire

0.20 % Nb

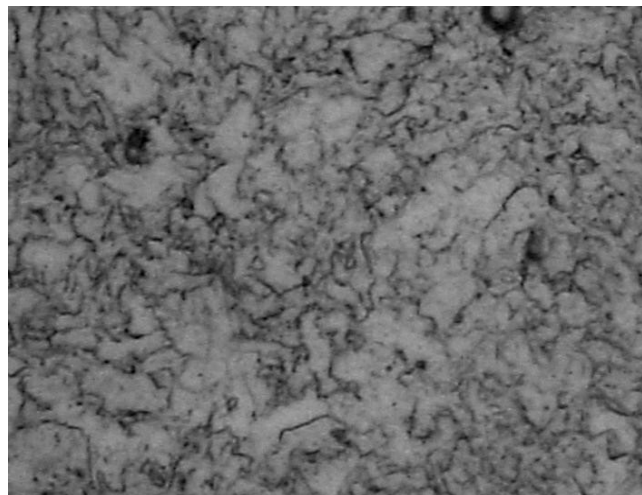


Fig.17 Structure Ferrite granulaire+ perlite + ferrite aciculaire

Les 3 échantillons de l'acier **X70** élaboré de l'état brut de coulé sont austénisés à **1200°C** durant **1heure** puis déformés à chaud et enfin refroidies à l'eau. (X 1000).

0.10 % Nb



Fig.18 Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire

0.15 % Nb

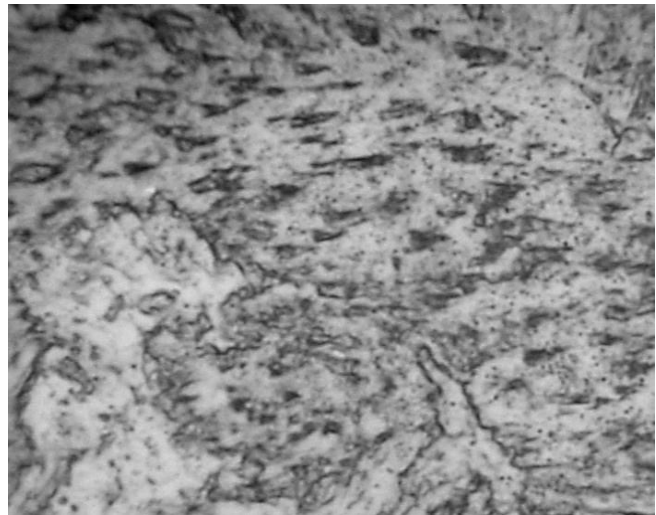


Fig.19 Structure Ferrite fine+ perlite + ferrite aciculaire

0.20 % Nb

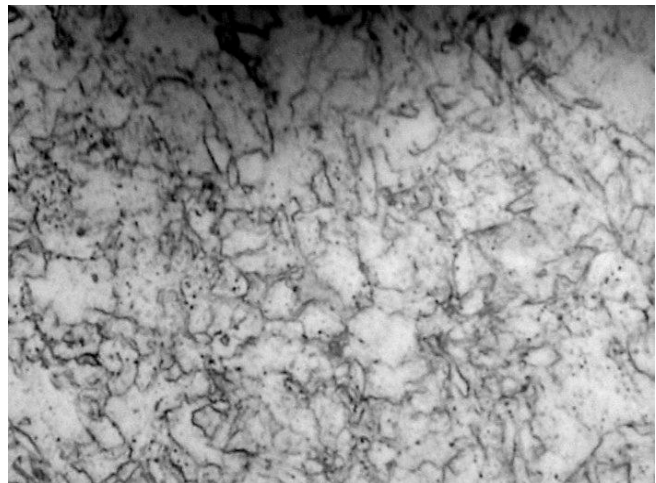


Fig.20 Structure Ferrite granulaire+ perlite + ferrite aciculaire

2- Echantillons après traitement de déformation à chaud.

Les micrographies optiques des figures 15 ,16 et 17 montrent les microstructures des trois échantillons E1, E2 et E3 après un *traitement thermomécanique* constitué par une austénitisation à **1200°C** durant **1heure** puis déformation à chaud (**60 %**) et enfin un refroidissement à l'eau. (X 500).

- la figure 15 est une micrographie optique de la nuance de 0.10 % Nb et elle montre une structure ferritique avec une portion de perlite plus une ferrite aciculaire.
 - La ferrite a un aspect polygonal allongé.
 - On a une répartition relativement homogène des grains.

- La figure 16 de la nuance de 0.15 % Nb présente une microstructure ferritique fine ayant une distribution uniforme avec un aspect homogène.

- La figure 17 de la nuance de 0.20 % Nb montre une structure ferritique avec une portion de perlite plus une faible portion de ferrite aciculaire.
 - La ferrite a une forme granulaire relativement grossière ayant des formes variées mais de répartition plutôt uniforme.

Conclusion partielle :

Suivant les trois échantillons on peut remarquer une différence de structures dans la taille des grains mais l'homogénéité dans la répartition est conservée :

- Une teneur de 0.10 % Nb favorise une structure aciculaire et polygonale.
- Une teneur de 0.15 % Nb favorise une structure fine et homogène.
- Une teneur de 0.20 % Nb favorise une structure ferritique granulaire relativement grossière.

Un tel traitement montre une amélioration structurale du point de vue finesse et homogénéité des phases constituant les nuances surtout pour la nuance de 0.15 % Nb.

3 - ECHANTILLONS APRES TRAITEMENT DE TREMPE A L'EAU.

L'échantillon **E1** de l'acier X70 élaboré à **0.10 % Nb** austénisé et déformés à chaud et refroidies à l'eau # austénisé (**1000°-950°- 900°-850°C**) et trempé à l'eau. (**X 500**).

E1 x500/1000°C

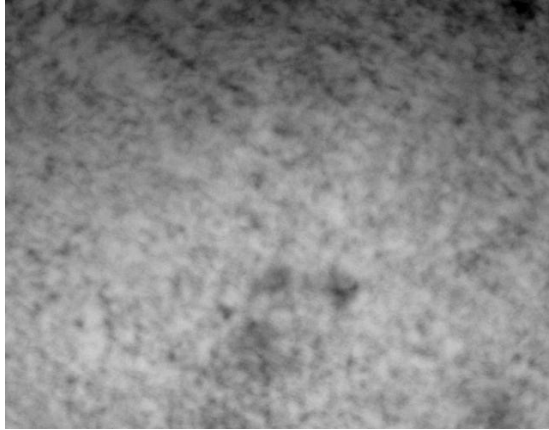


Fig.21 Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire

E1 x500 / 950°C

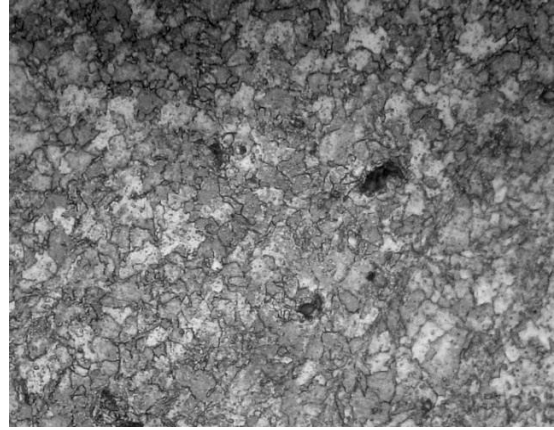


Fig.22 Structure Ferrite granulaire + perlite

E1 x500 / 900°C



Fig.23 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E1 x500 / 850°C

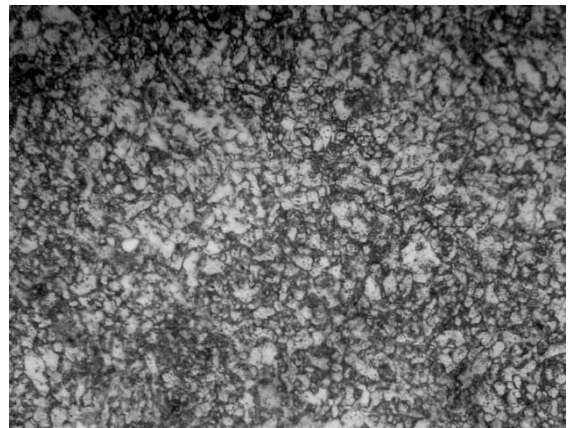


Fig.24 Structure Ferrite fine + perlite + ferrite aciculaire

L'échantillon **E1** de l'acier élaboré à **0.10 % Nb** austénisé et déformé à chaud et refroidie à l'eau # austénisé (**1000°-950°-900°-850°C**) et trempé à l'eau. (**X1000**)

E1 x1000 / **1000°C**

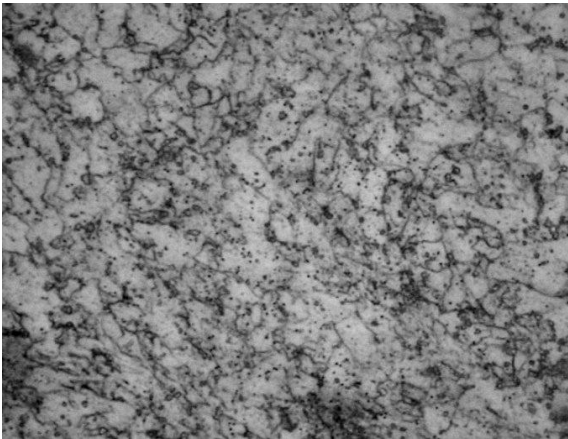


Fig.25 Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire

E1 x1000 / **950°C**

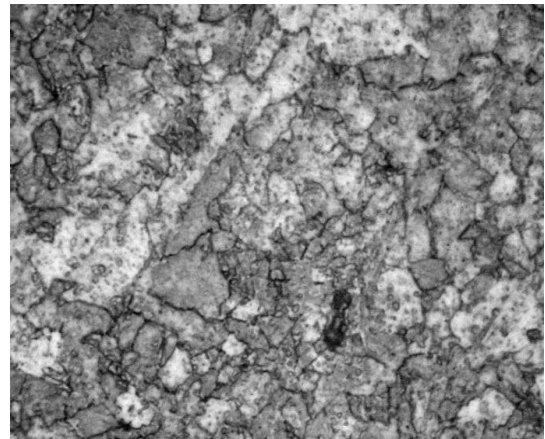


Fig.26 Structure Ferrite granulaire + perlite

E1 x1000 / **900°C**

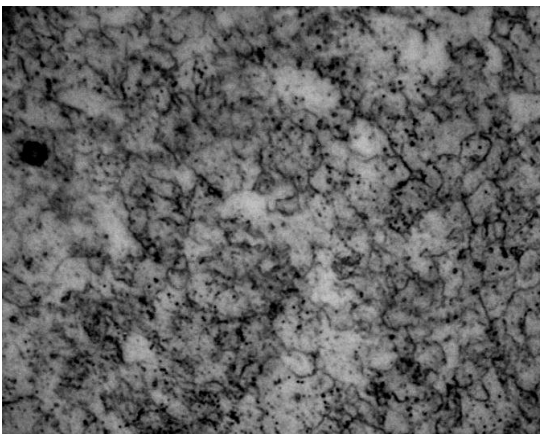


Fig.27 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E1 x1000 / **850°C**

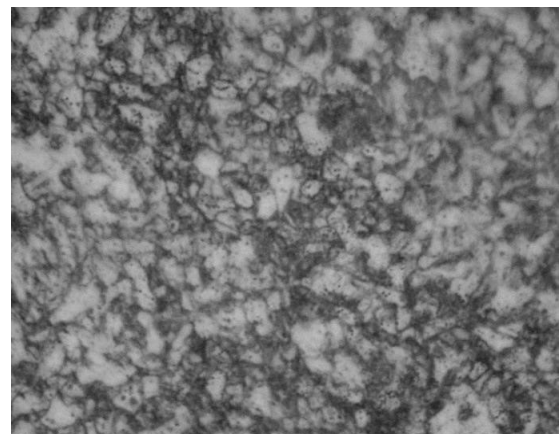


Fig.28 Structure Ferrite fine + perlite + ferrite aciculaire

L'échantillon **E2** de l'acier élaboré à **0.15 % Nb** austénisé et déformés à chaud et refroidie à l'eau # austénisé (**1000°-950°- 900°- 850°C**) et trempé à l'eau. (X 500).

E2 x500 / **1000°C**

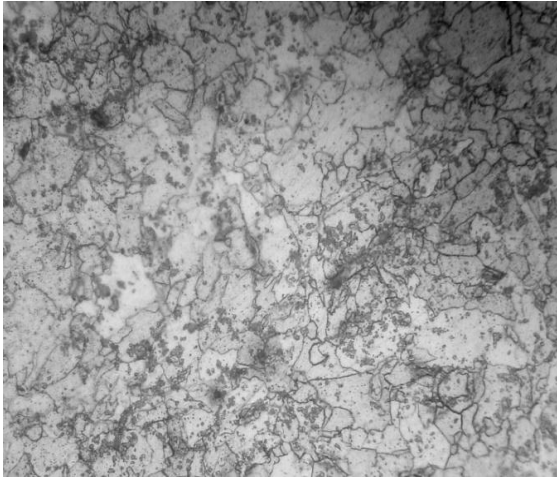


Fig.29 Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire

E2 x500 / **950°C**

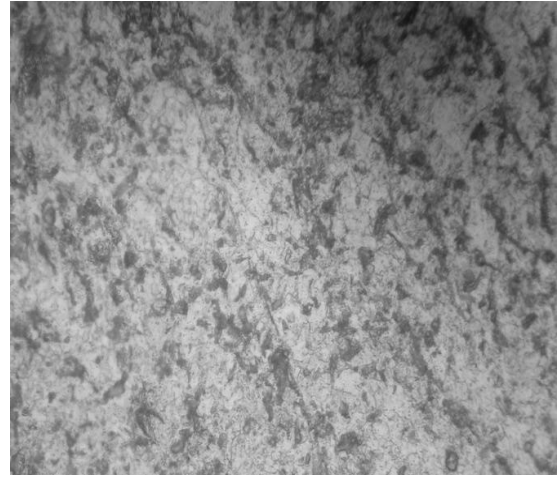


Fig.30 Structure Ferrite + perlite

E2 x500 / **900°C**

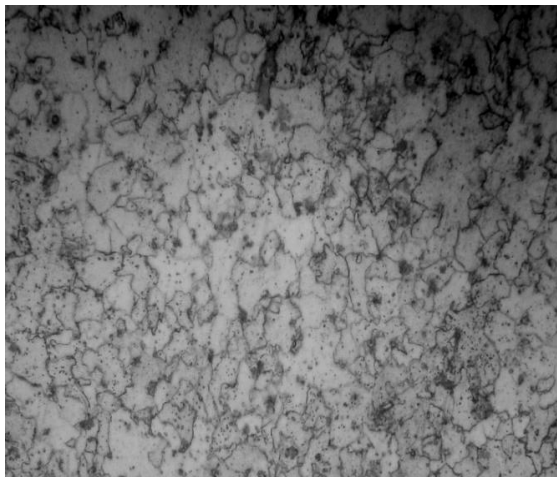


Fig.31 Structure Ferrite polygonale + perlite

E2 x500 / **850°C**

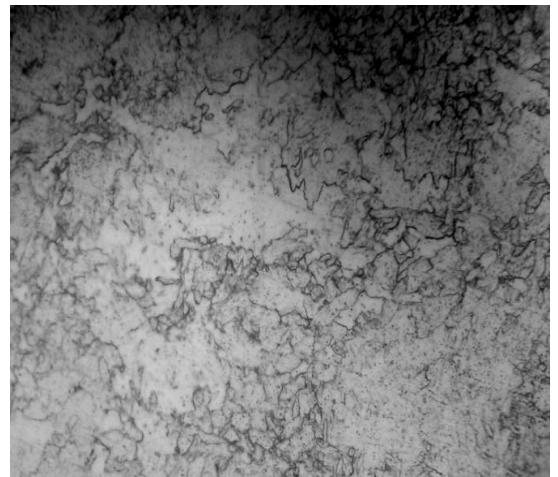


Fig.32 Structure Ferrite + perlite

L'échantillon **E2** de l'acier élaboré à **0.15 % Nb** austénisé et déformés à chaud et refroidies à l'eau # austénisé (**1000°-950°-900°-850°C**) et trempés à l'eau. (**X 1000**).

E2 x1000 / **1000°C**

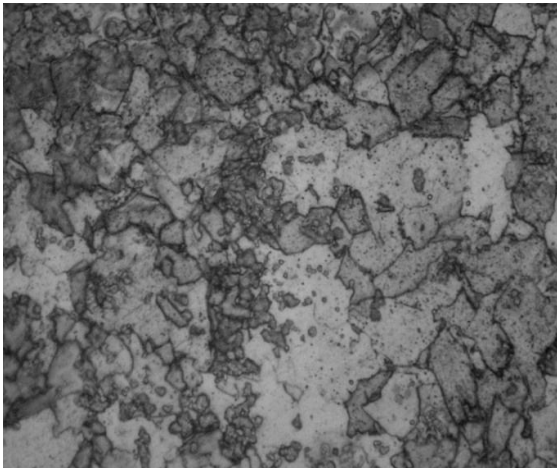


Fig.33 Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire

E2 x1000 / **950°C**

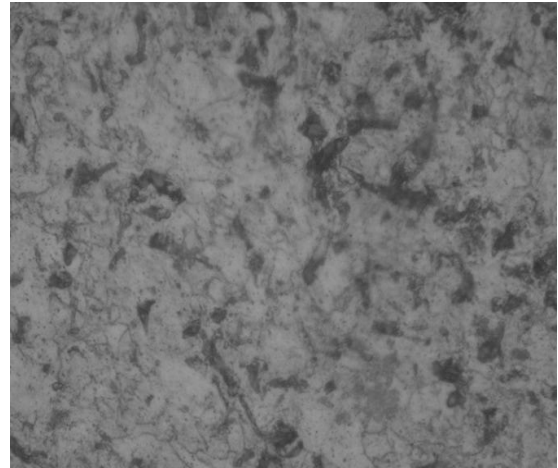


Fig.34 Structure Ferrite + perlite

E2 x1000 / **900°C**

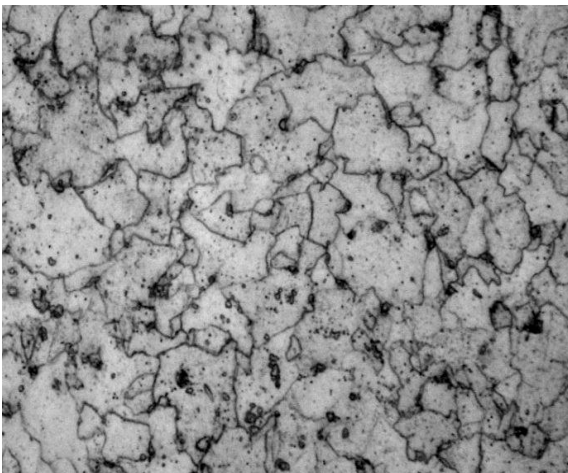


Fig.35 Structure Ferrite polygonale + perlite

E2 x1000 / **850°C**

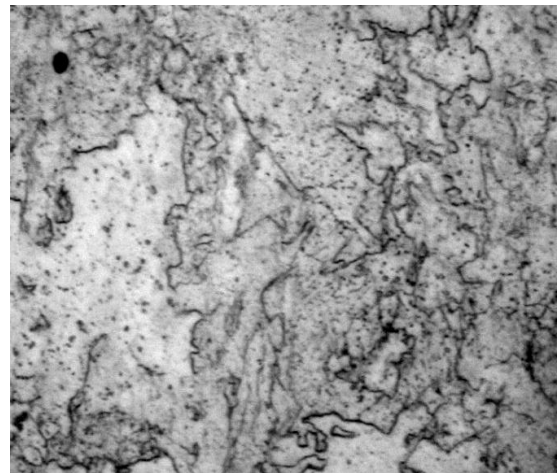


Fig.36 Structure Ferrite + perlite

L'échantillon **E3** de l'acier élaboré à **0.20 % Nb** austénisé et déformés à chaud et refroidies à l'eau # austénisé (**1000°-950°-900°-850°C**) et trempé à l'eau. (**X 500**).

E3 x500 / **1000°C**

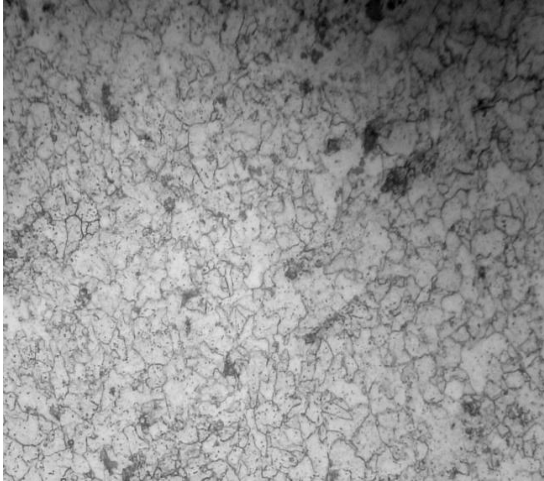


Fig.37 Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire

E3 x500 / **950°C**

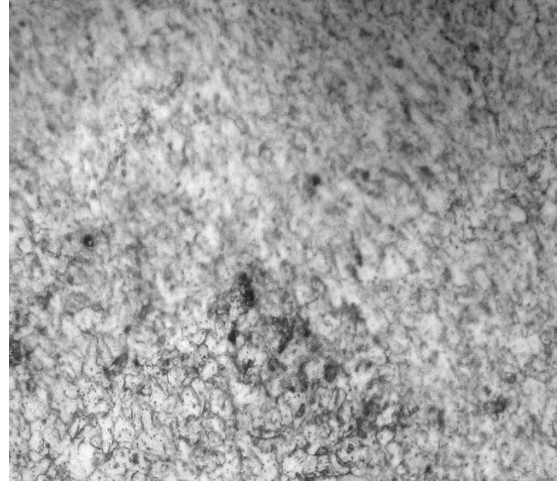


Fig.38 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E3 x500 / **900°C**

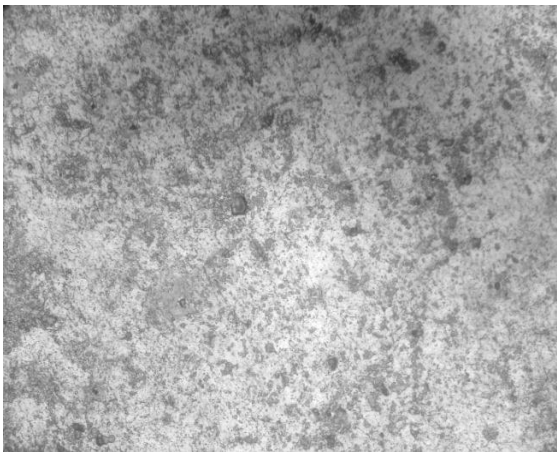


Fig.39 Structure Ferrite + perlite

E3 x500 / **850°C**



Fig.40 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

L'échantillon **E3** de l'acier élaboré à **0.20 % Nb** austénisé et déformés à chaud et refroidie à l'eau # austénisé (**1000° - 950° - 900° - 850°C**) et trempé à l'eau. (**X1000**)

E3 x1000 /1000°C

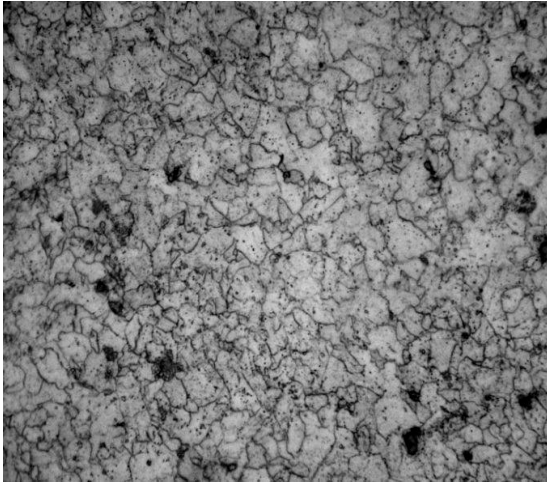


Fig.41 Structure Ferrite polygonale + perlite + ferrite aciculaire

E3 x1000 /950°C

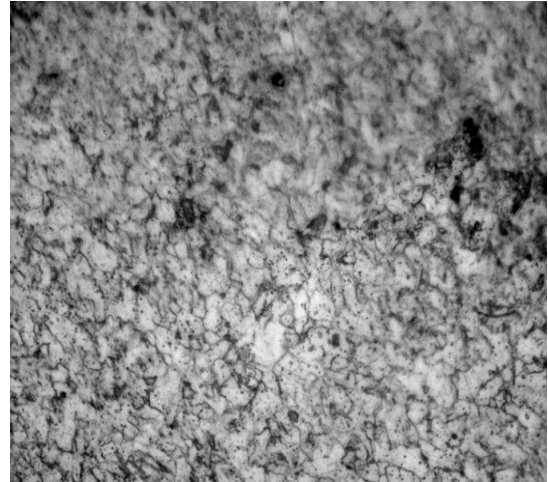


Fig.42 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E3 x1000 / 900°C

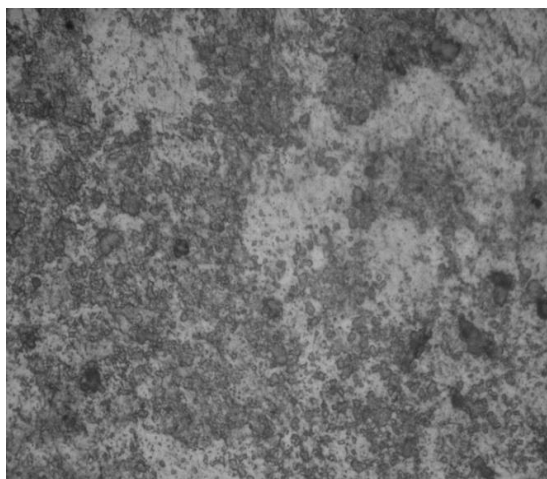


Fig.43 Structure Ferrite + perlite

E3 x1000 / 850°C

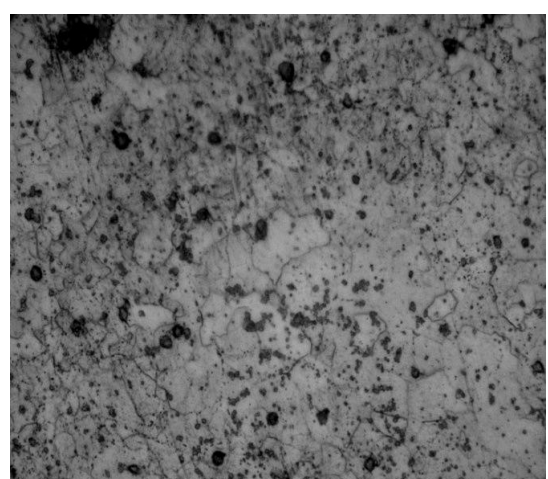


Fig.44 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

3 - Echantillons après traitement de trempe à l'eau.

Après le dernier traitement thermomécanique, les échantillons E1-E2-E3 sont mis en solution à différentes températures d'austénitisation (1000°C -950°C -900°C - 850°C) pendant 30 mn puis ils sont trempés à l'eau. (les échantillons sont coupés en 4 parties).

L'échantillon E1 : (0.10 % Nb)

- pour la T° d'austénitisation de **1000 °C** la micrographie optique montre une structure combinée entre polygonale et aciculaire avec une distribution structurale homogène plus une portion de perlite.(fig.25)
- pour la T° d'austénitisation de **950 °C** la micrographie optique montre une dominance de structure granulaire avec des tailles de grains variées plus une portion de perlite. (fig.26)
- pour la T° d'austénitisation de **900 °C** la micrographie optique montre une structure relativement homogène de forme granulaire et de taille de grains moyennes plus une faible portion de ferrite aciculaire plus de la perlite. (fig.27)
- pour la T° d'austénitisation de **850 °C** la micrographie optique montre une structure homogène de ferrite fine plus une portion de perlite et une ferrite aciculaire. (fig.28)

Interprétation :

un tel traitement a montré une morphologie plus fine et plus homogène de la structure de l'échantillon E1 de la nuance 0.10% Nb par rapport au traitement de déformation à chaud.

L'échantillon E2 : (0.15 % Nb)

- pour la T° d'austénitisation de **1000 °C** la micrographie optique montre une structure ferritique polygonale de taille variée de grains avec des formes plus apparantes avec une portion de perlite ainsi qu'une faible portion de ferrite aciculaire. (fig.33)

- pour la T° d'austénitisation de **950 °C** la micrographie optique montre une structure plus ou moins hétérogène de ferrite plus de la perlite. (fig.34)
- pour la T° d'austénitisation de **900 °C** on a une structure ferritique polygonale de taille moyenne favorisant une homogénéité structurale ainsi qu'une portion de perlite. (fig.35)
- pour la T° d'austénitisation de **850 °C** on a une structure ferritique polygonale grossière favorisant une structure hétérogène plus de la perlite . (fig.36)

Interprétation :

pour l'échantillon E2 de la nuance 0.15 % Nb la morphologie générale de la structure a tendance vers une forme polygonale de la ferrite ainsi qu'une irrégularité de forme par rapport à l'échantillon E1.

L'échantillon E3 : (0.20 % Nb)

- pour la T° d'austénitisation de **1000 °C** la micrographie optique montre une structure ferritique polygonale fine et homogène avec une portion de perlite grossière ainsi qu'une ferrite aciculaire. (fig.41)
- pour la T° d'austénitisation de **950 °C** la micrographie optique montre une structure ferritique plus fine plus de la perlite ainsi qu'une ferrite aciculaire . (fig.42)
- pour la T° d'austénitisation de **900 °C** on a une structure ferritique favorisant une aspect hétérogène ainsi qu'une portion de perlite. (fig.43)
- pour la T° d'austénitisation de **850 °C** on a une structure ferritique polygonale grossière favorisant une structure hétérogène plus de la perlite . (fig.44)

Interprétation:

pour l'échantillon E3 de la nuance 0.20 % Nb on remarque une amélioration apparente de la structure du point de vue taille de grains et l'homogénéité de répartition des grains pour les températures d'austénitisation de 1000°C et 950 °C

conclusion partielle :

- pour l'échantillon E1 de la nuance à 0.10 % Nb le traitement de trempe à l'eau a contribué à l'homogénéité relative de la structure avec un léger affinement de grain par rapport au traitement de déformation à chaud.
- pour l'échantillon E2 de la nuance à 0.15 % Nb le traitement de trempe à l'eau n'a pas amélioré l'état structural de l'échantillon alors que la structure obtenue avec le traitement de déformation à chaud reste meilleure.
- pour l'échantillon E3 de la nuance à 0.20 % Nb le traitement de trempe à l'eau a contribué à un affinement de grains pour les températures de 1000°C et 950 °C ainsi qu'à l'homogénéité structurale de cette nuance.

du point de vue thermique on peut dire que les meilleurs états structuraux sont obtenus pour des températures d'austénitisation au dessus de 900°C, à l'exception de l'échantillon E1 qui présente les meilleures caractéristiques structurales pour les faibles températures d'austénitisation.

4- ECHANTILLONS APRES TRAITEMENT DE TREMPE ETAGEE A 1050°C.

Les échantillons **E1/E2 et E3** austénisés et déformés à chaud et refroidies à l'eau # austénisés (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempés à l'eau. # Austénisés à **1050°C** refroidies et maintenues à **600°C** puis refroidies à l'eau. (**X500**).

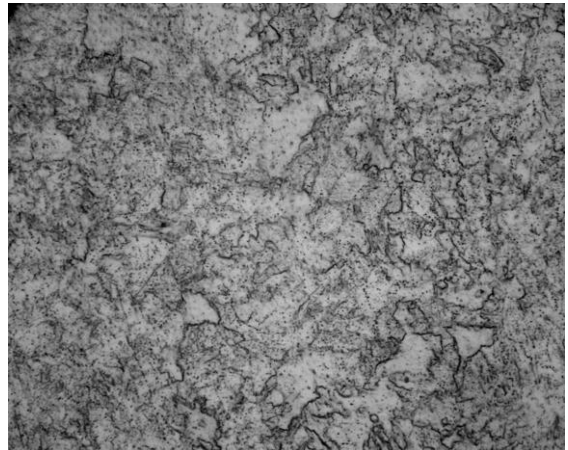
E1 x500

Fig.45 Structure ferrite aciculaire
+Ferrite + perlite



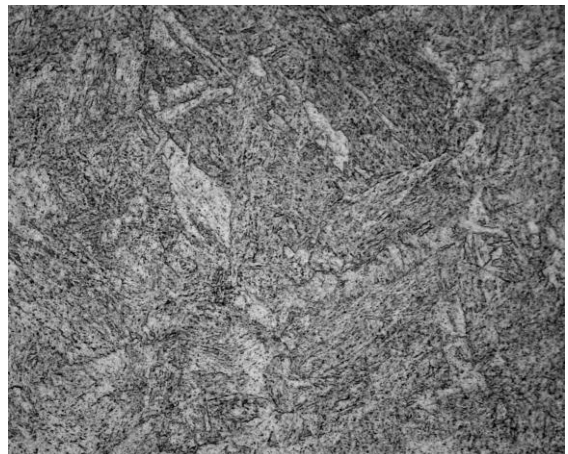
E2 x500

Fig.46 Structure Ferrite + perlite +
ferrite aciculaire



E3 x500

Fig.47 Structure Ferrite + bainite



Les échantillons **E1/E2 et E3** austénisés et déformés à chaud et refroidies à l'eau # austénisés (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempés à l'eau. # Austénisés à **1050°C** refroidies et maintenues à **600°C** puis refroidies à l'eau. (X1000).

E1 x1000

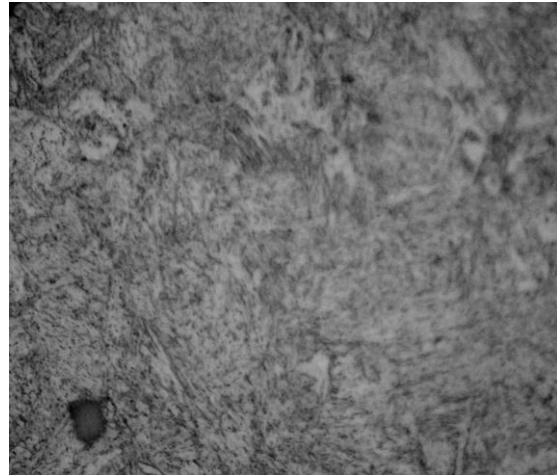


Fig.48 Structure ferrite aciculaire
+Ferrite + perlite

E2 x1000

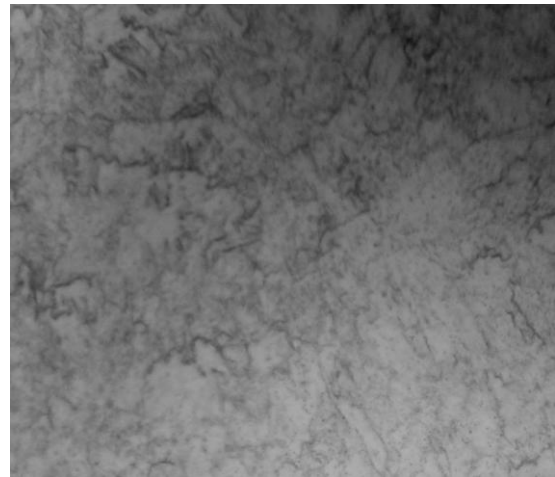


Fig. Structure Ferrite + perlite + ferrite
aciculaire

E3 x1000



Fig.50 Structure Ferrite + bainite

4- ECHANTILLONS APRES TRAITEMENT DE TREMPE ETAGEE A 1050°C.

Les échantillons **E1/E2 et E3** austénisés et déformés à chaud et refroidies à l'eau # austénisés (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempés à l'eau. // Austénisés à **1050°C** refroidies et maintenues à **700°C** puis refroidies à l'eau. (**X500**).

E1 x500

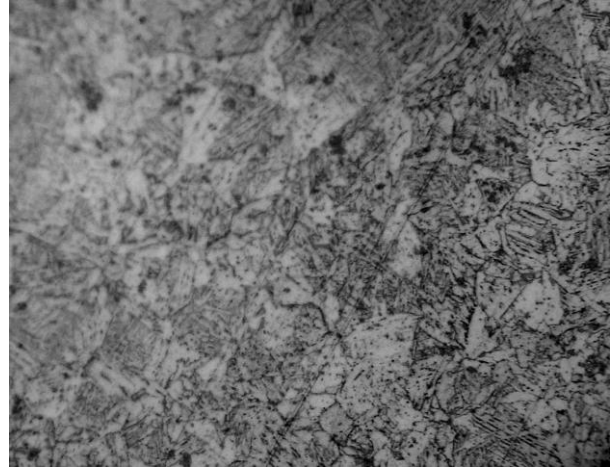


Fig.51 Structure ferrite aciculaire
+Ferrite + perlite

E2 x500

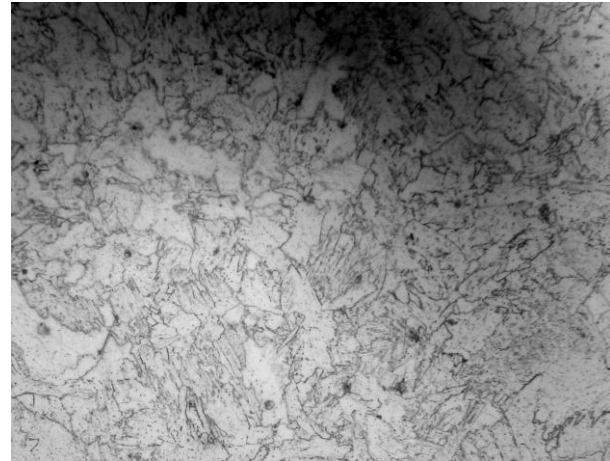


Fig.52 Structure Ferrite + ferrite
aciculaire + perlite

E3 x500

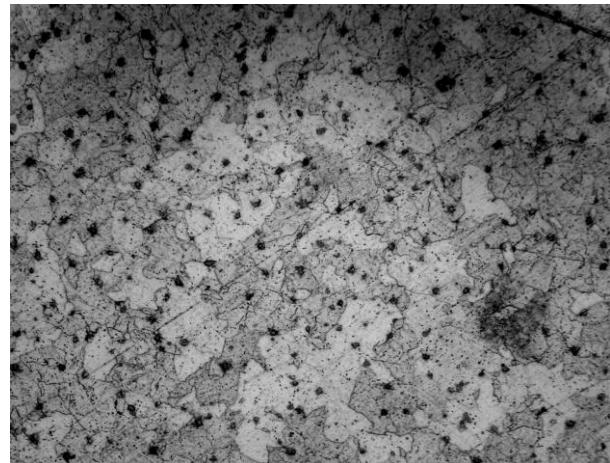


Fig.53 Structure Ferrite + perlite

Les échantillons **E1/E2 et E3** austénisés et déformés à chaud et refroidies à l'eau # austénisés (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempés à l'eau. # Austénisé à **1050°C** refroidie et maintenues à **700°C** puis refroidies à l'eau. (X 1000).

E1 x1000

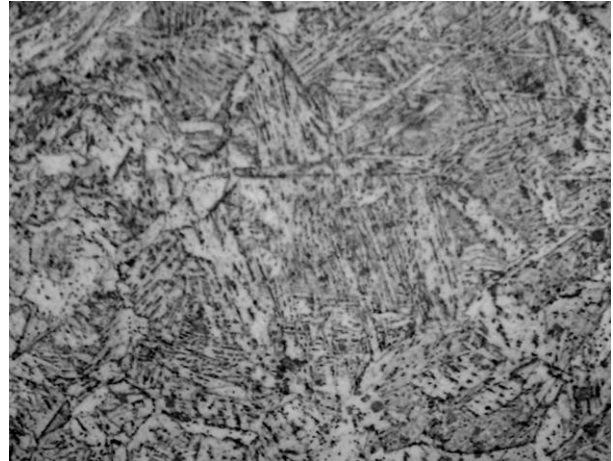


Fig.54 Structure ferrite aciculaire
+Ferrite + perlite

E2 x1000

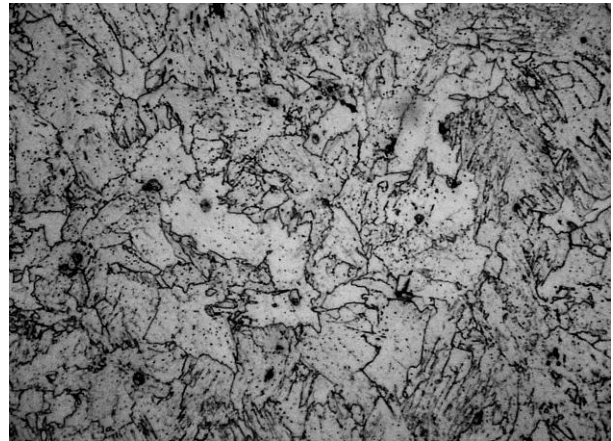


Fig.55 Structure Ferrite + ferrite
aciculaire + perlite

E3 x1000

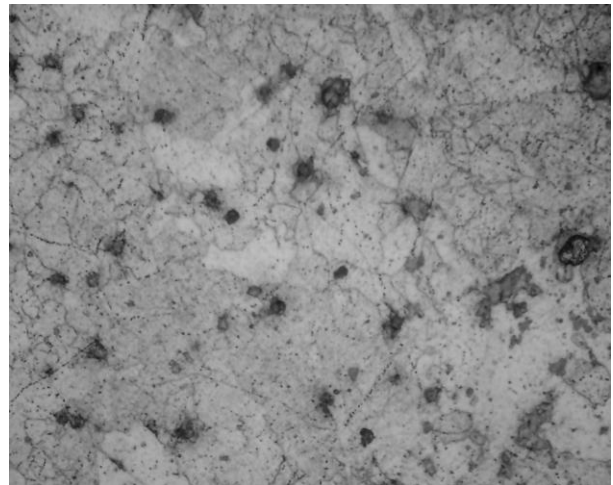


Fig.56 Structure Ferrite + perlite

4- Echantillons après traitement de trempe étagée à 1050°C.

Dans ce traitement thermique 3 pièces des 3 nuances E1-E2-E3 ont subi un traitement étagé en effectuant une mise en solution des trois pièces à 1050°C pendant 30 mn puis un refroidissement jusqu'à 600°C ensuite un maintien pendant 30 mn enfin une trempe à l'eau.

Les 3 autres pièces ont subi le même traitement thermique mais la température du palier est à 700°C.

1°/ palier à 600 °C :

- pour la nuance E1 (0.10 % Nb) la microstructure présente une dominance de ferrite aciculaire plus une portion de ferrite et de la perlite. (fig.45)
- pour la nuance E2 (0.15 % Nb) la microstructure présente un aspect polygonal dominant de la ferrite avec des tailles de grains variées plus de la perlite. (fig.46)
- pour la nuance E3 (0.20 % Nb) la microstructure se constitue de la ferrite ainsi qu'une portion considérable de bainite. (fig.47)

Interprétation :

Ce type de traitement thermique montre une amélioration structurale du point de vue homogénéité dans la distribution et la finesse par rapport au dernier traitement thermique effectué.

L'échantillon E3 de la nuance présente donc les meilleures caractéristiques structurales vu la présence d'une seconde phase qui est la bainite.

2°/ palier à 700 °C :

- pour la nuance E1 (0.10 % Nb) la microstructure présente une combinaison de ferrite aciculaire et une ferrite granulaire ainsi qu'une portion de perlite. (fig.54)
- pour la nuance E2 (0.15 % Nb) la microstructure présente une ressemblance avec la nuance E1 avec une portion ferritique plus grossière plus une portion de ferrite aciculaire plus de la perlite. (fig.55)
- pour la nuance E3 (0.20 % Nb) la micrographie optique montre une structure ferrito-perlitique. (fig.56)

Interprétation :

Dans ce type de traitement les 3 nuances présentent une structure ayant un aspect homogène.

- Les nuances E1 et E2 présentent une amélioration structurales apparentes grace à l'apport de la ferrite aciculaire bienque la portion de cette dernière diminue avec l'augmentation de la teneur en Nb.

- La nuance E3 montre une dégradation structurale à cause d'une forme présentant une moindre quantité de ferrite aciculaire.

5 - ECHANTILLONS APRES TRAITEMENT DE TREMPE ETAGEE A 850°C.

Les échantillons **E1/E2 et E3** austénisés et déformés à chaud et refroidies à l'eau # austénisés (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempés à l'eau. # Austénisé à **850°C** refroidie et maintenues à **600°C** puis refroidies à l'eau. (X 500).

E1 x500

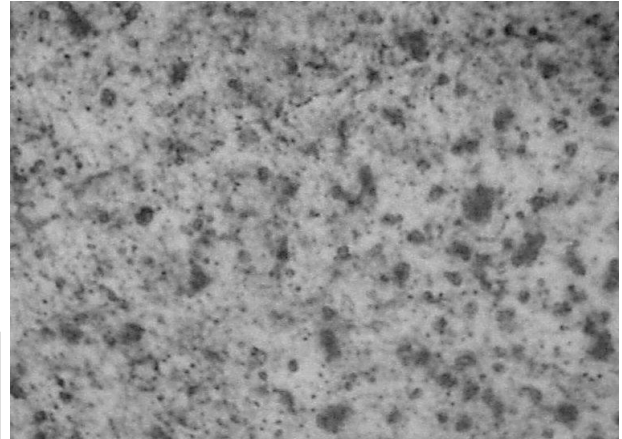


Fig.57 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E2 x500

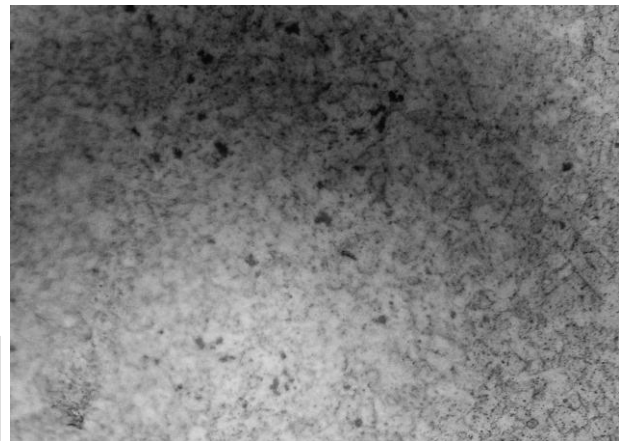


Fig.58 Structure Ferrite + ferrite aciculaire + perlite

E3 x500

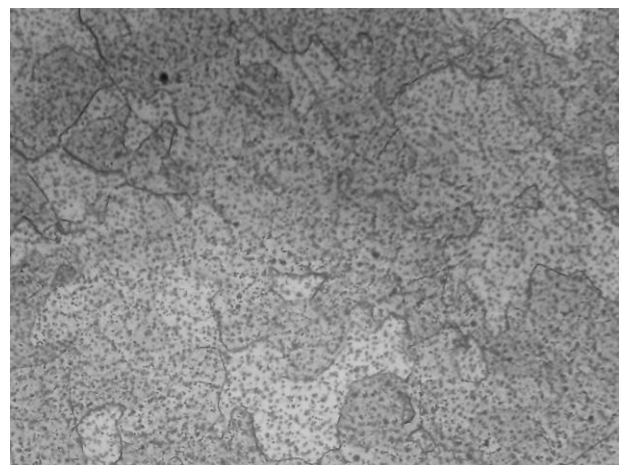


Fig.59 Structure Ferrite + perlite

Les échantillons **E1/E2 et E3** austénisés et déformés à chaud et refroidies à l'eau # austénisés (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempés à l'eau. # Austénisé à **850°C** refroidie et maintenues à **600°C** puis refroidies à l'eau. (**X1000**).

E1 x1000

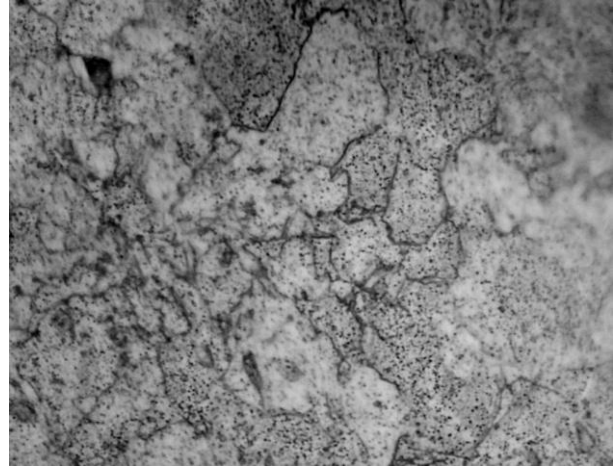


Fig.60 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E2 x1000

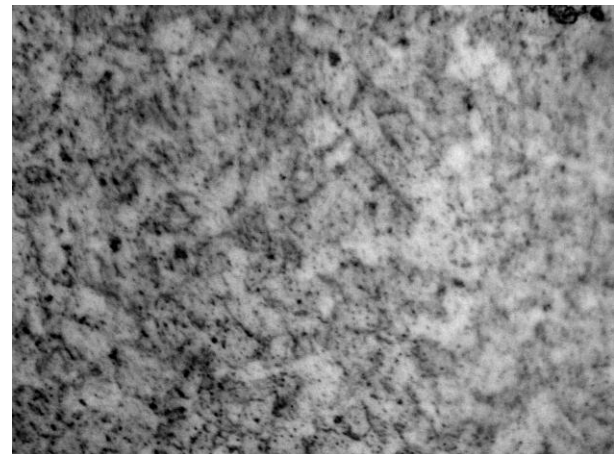


Fig.61 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E3 x1000

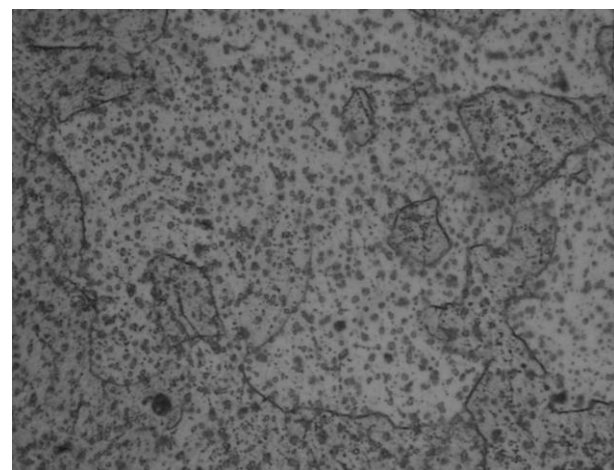


Fig.62 Structure Ferrite + perlite

5-ECHANTILLONS APRES TRAITEMENT DE TREMPE ETAGEE A 850°C.

Les échantillons **E1/E2 et E3** austénisés et déformés à chaud et refroidies à l'eau # austénisés (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempés à l'eau. # Austénisé à **850°C** refroidie et maintenues à **700°C** puis refroidies à l'eau. (X 500).

E1 x500

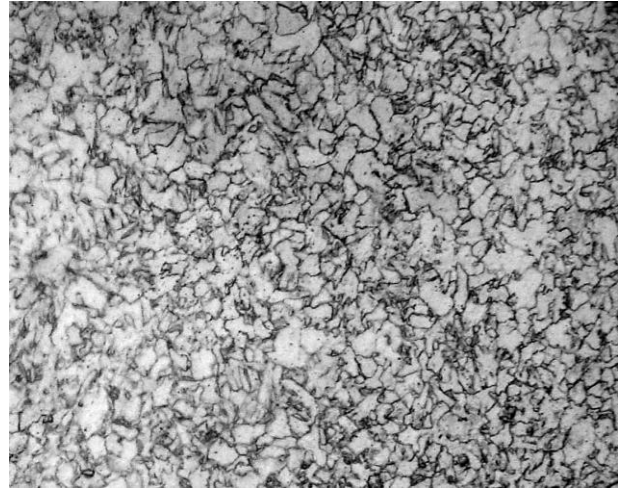


Fig.63 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E2 x500

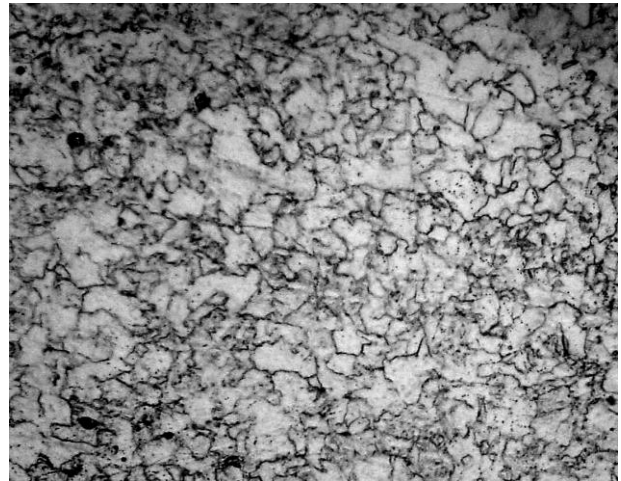


Fig.64 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E3 x500

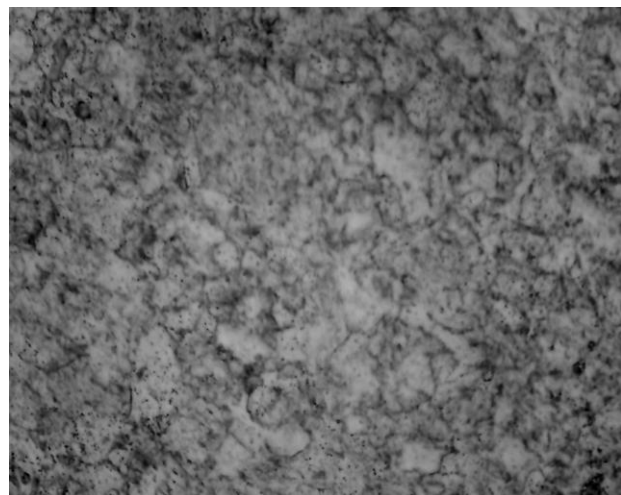
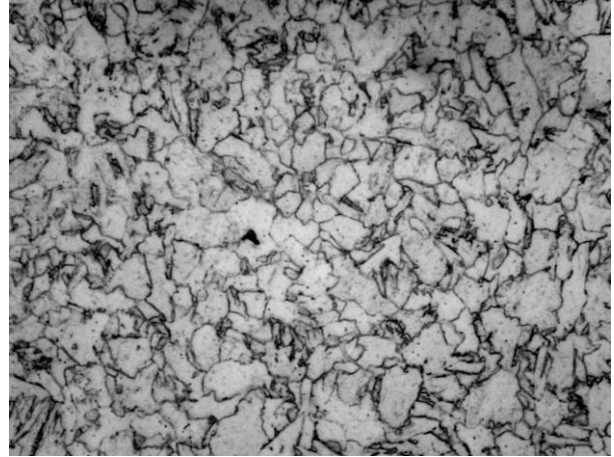


Fig.65 Structure Ferrite + perlite

Les échantillons **E1/E2 et E3** austénisés et déformés à chaud et refroidies à l'eau
austénisés (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempés à l'eau. # Austénisés à **850°C**
refroidies et maintenues à **700°C** puis refroidies à l'eau. (**X1000**).

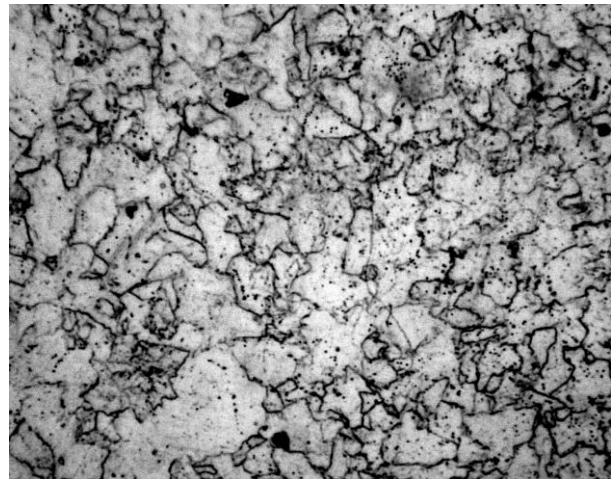
E1 x1000

Fig.66 Structure Ferrite + perlite +
ferrite aciculaire



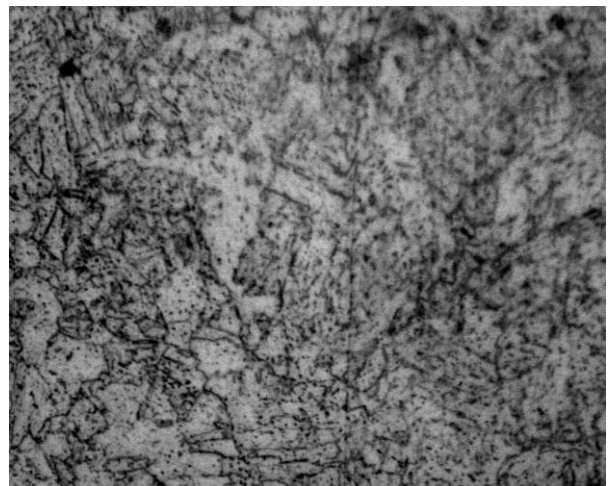
E2 x1000

Fig.67 Structure Ferrite + perlite +
ferrite aciculaire



E3 x1000

Fig.68 Structure Ferrite + perlite



5 - Echantillons après traitement de trempe étagée à 850°C.

Dans ce traitement thermique les 3 autres pièces des 3 nuances E1-E2-E3 ont subi un traitement étagé à 850°C en effectuant une mise en solution des trois pièces à **850°C** pendant 30 mn puis un refroidissement jusqu'à 600°C ensuite un maintien pendant 30 mn enfin une trempe à l'eau.

Les 3 autres pièces ont subi le même traitement thermique mais la température du palier est à **700°C**.

1°/ palier à 600 °C :

- pour la nuance E1 (0.10 % Nb) la microstructure présente une forme ferritique grossière avec une répartition hétérogène ainsi qu'une portion de perlite et une moindre quantité de ferrite aciculaire. (fig.60)
- pour la nuance E2 (0.15 % Nb) la microstructure présente un aspect relativement régulier avec une ferrite relativement fine plus de la perlite. (fig.61)
- pour la nuance E3 (0.20 % Nb) la microstructure présente une forme homogène avec une répartition régulière de perlite. (fig.62)

Interprétation :

D'une façon générale ce traitement thermique ne présente pas d'intérêt métallurgique particulier puisqu'on ne remarque pas d'amélioration significative dans la structure des trois nuances.

2°/ palier à 700 °C :

- pour la nuance E1 (0.10 % Nb) la microstructure présente un aspect homogène et régulier avec une répartition uniforme de grains ferritiques polygonale avec une taille de grains moyenne ainsi qu'une présence de ferrite aciculaire. (fig.66)
- pour la nuance E2 (0.15 % Nb) la microstructure présente une ressemblance polygonale avec la nuance E1 avec une portion ferritique

plus grossière et moins régulière ainsi qu'une présence de la perlite. (fig.67)

- pour la nuance E3 (0.20 % Nb) la microstructure présente une forme ferritique avec un aspect fin ainsi qu'une présence de la perlite. (fig.68)

Interprétation :

Le présent traitement thermique contribue à une homogénéité apparente de la structure et montre une forme polygonale de la ferrite pour les deux nuance E1 et E2 et on remarque un *affinement de grains* pour la nuance de **0.10 % Nb** (E1) puis un *grossissement croissant* de grains en fonction de la teneur en Nb.

D'une façon générale ce traitement thermique marque une amélioration remarquable relativement au précédent traitement (600°C) du point de vue affinement de grains et homogénéité structurale des trois nuances.

Conclusion partielle :

Le présent traitement thermique qui consiste à une austénitisation puis un refroidissement suivie d'un maintien isotherme et un refroidissement à l'eau a permis d'aboutir à des états microstructuraux intéressants et peuvent être rigides comme suit :

- Une austénitisation à 1050°C et un maintien à 600°C révèle une structure ferritique fine ainsi qu'à la formation de la bainite.
- Une austénitisation à 1050°C et un maintien à 700°C génère une dominance de ferrite aciculaire pour les faibles teneurs en Nb.
- Une austénitisation à 850°C et un maintien à 600°C ne présente pas d'intérêt structurale significatif.
- Une austénitisation à 850°C et un maintien à 700°C favorise la formation de la ferrite polygonale et un affinement considérable des grains ferritiques.

6- ECHANTILLONS APRES TRAITEMENT DE TREMPE A L'EAU GLACEE.

L'échantillon **E1 (0.10 % Nb)** austénisé et déformés à chaud et refroidie à l'eau # austénisé (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempé à l'eau. # Austénisé à 850°C refroidie et maintenues à 700°C puis refroidie à l'eau # austénisé à (**1100°- 900°- 850°- 800°C**) durant 30mn ensuite trempé à l'eau glacée. (X500)

E1 x500 / **1100°C**

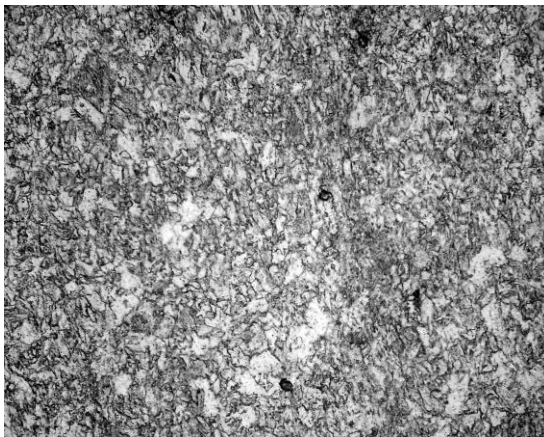


Fig.69 Structure Ferrite + bainite

E1 x500 / **900°C**

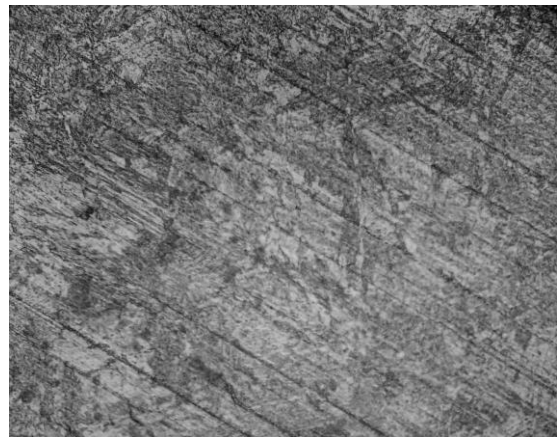


Fig.70 Structure Ferrite + martensite

E1 x500 / **850°C**

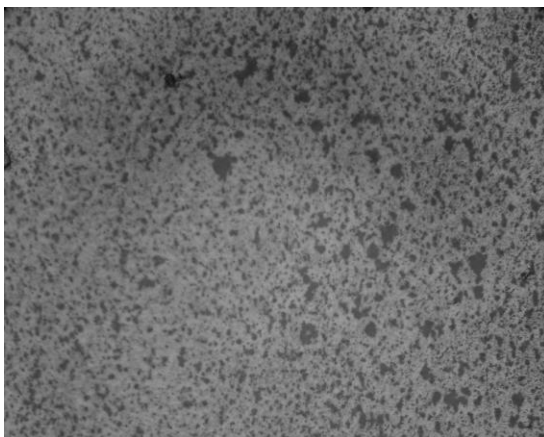


Fig.71 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E1 x500 / **800°C**



Fig.72 Structure Ferrite + perlite

L'échantillon **E1 (0.10 % Nb)** austénisé et déformés à chaud et refroidie à l'eau # austénisé (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempé à l'eau. # Austénisé à 850°C refroidie et maintenues à 700°C puis refroidie à l'eau # austénisé à (1100°- 900°- 850°- 800°C) durant 30mn ensuite trempé à l'eau glacée. (X1000)

E1 x1000 /1100°C

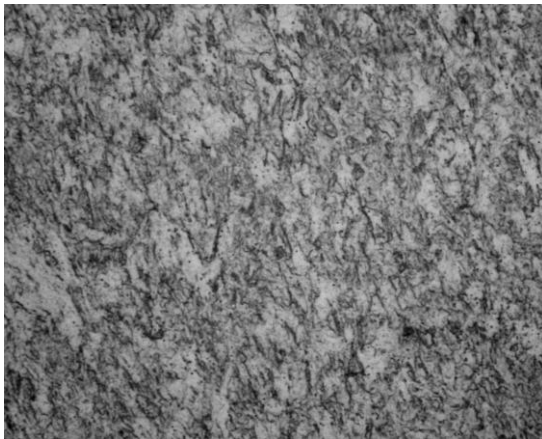


Fig.73 Structure Ferrite + bainite

E1 x1000 / 900°C

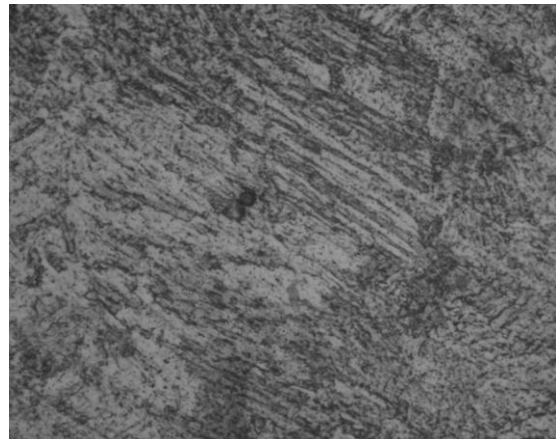


Fig.74 Structure Ferrite + martensite

E1 x1000 / 850°C

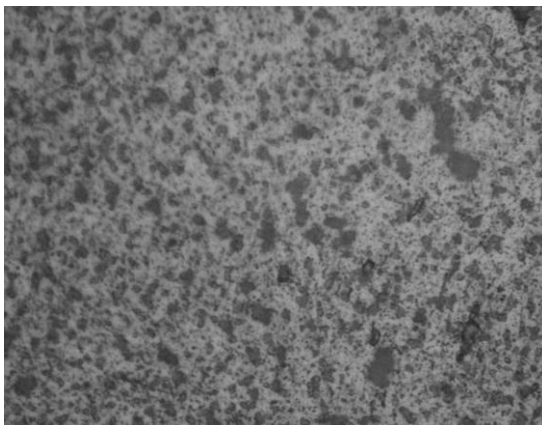


Fig.75 Structure Ferrite + perlite +ferrite aciculaire

E1 x1000 / 800°C

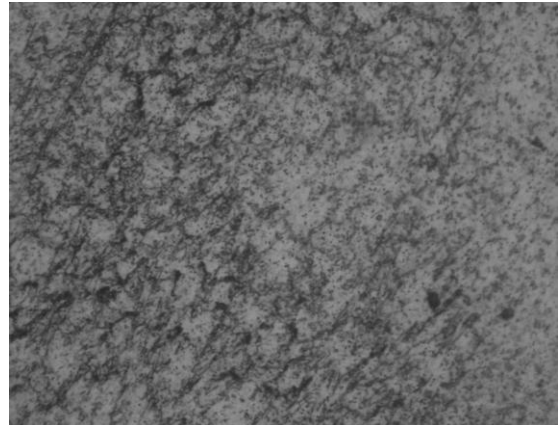


Fig.76 Structure Ferrite + perlite

6- Echantillons après traitement de trempe à l'eau glacée.

Les 4 pièces de l'échantillon E1 de la nuance 0.10 % Nb sont austénitisés à (**1100°- 900°- 850°- 800°C**) durant 30mn ensuite trempé à ***l'eau glacée***.

- pour la T° d'austénitisation de **1100 °C** la micrographie optique montre une structure ferritique fine de taille homogène de grains avec de la bainite. (fig.73)
- pour la T° d'austénitisation de **900 °C** la micrographie optique est marquée par une structure ferritique allongée et fine plus de la martensite . (fig.74)
- pour la T° d'austénitisation de **850°C** on a une structure ferritique d'aspect granulaire mais à caractère homogène plus une ferrite aciculaire. (fig.75)
- pour la T° d'austénitisation de **800 °C** on a une présence de structure ferritique relativement grossière plus de la perlite. (fig.76)

Interprétation :

Dans ce traitement thermique la trempe a été réalisée dans de l'eau glacée qui peut être considéré comme un taux de refroidissement rapide ce qui entraîne une structure à caractère durcissant comme la martensite et la bainite, ce qui a été observé dans les différentes structures avec une présence de ferrite aciculaire plus de la perlite et selon les T° d'austénitisation.

Les micrographies optiques sont en générale d'aspect homogène et une distribution régulière de grains ferritiques et on remarque que *les meilleures structures sont observées pour les températures supérieures à 900°C.*

Ce type de traitement montre ainsi l'effet d'un refroidissement rapide sur la formation de nouveaux constituants durcissants.

7- ECHANTILLONS APRES TRAITEMENT DE TREMPE A L'AIR LIBRE.

L'échantillon **E1 (0.10 % Nb)** austénisé et déformé à chaud et refroidie à l'eau // austénisé (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempé à l'eau. // Austénisé à 850°C refroidie et maintenues à 700°C puis refroidie à l'eau // austénisé à (1100°- 900°- 850°- 800°C) durant 30mn ensuite trempé à l'eau glacée // austénisé à (1100°- 900°- 850°- 800°C) durant 30 mn puis refroidi à l'air libre (X500).

E1 x500 /1100°C

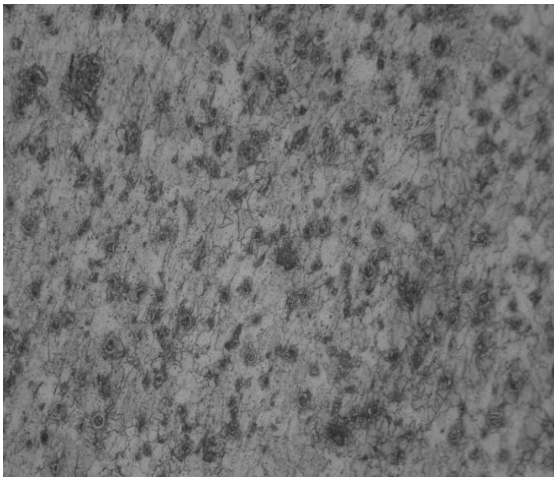


Fig.77 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E1 x500 / 900°C

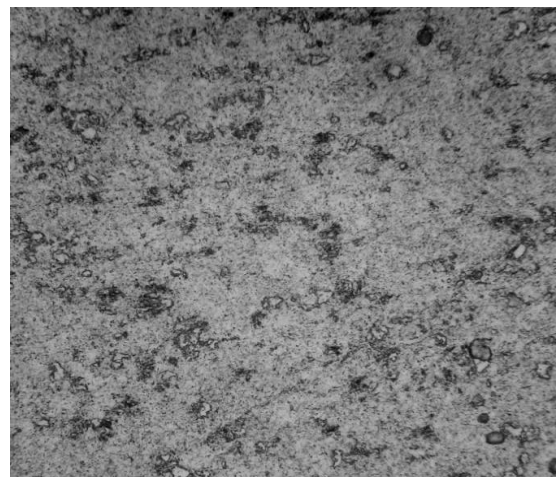


Fig.78 Structure Ferrite + perlite

E1 x500 / 850°C

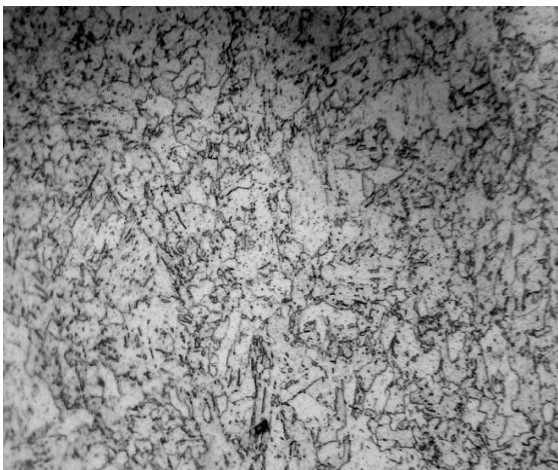


Fig.79 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E1 x500 / 800°C

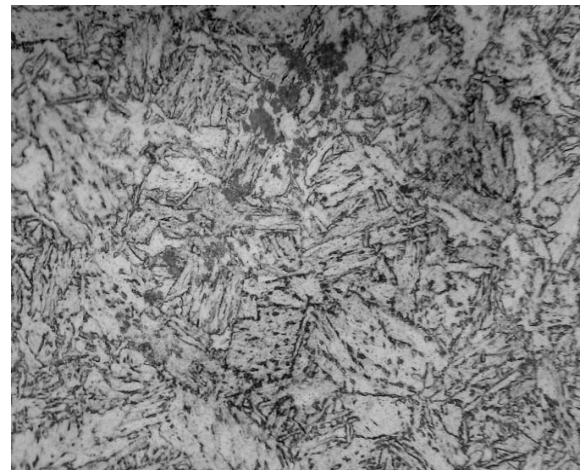


Fig.80 Structure ferrite aciculaire fine + Ferrite + perlite

L'échantillon **E1 (0.10 % Nb)** austénisé et déformé à chaud et refroidie à l'eau // austénisé (1000°- 950°- 900°- 850°C) et trempé à l'eau. // Austénisé à 850°C refroidie et maintenues à 700°C puis refroidie à l'eau // austénisé à (1100°- 900°- 850°- 800°C) durant 30mn ensuite trempé à l'eau glacée // austénisé à (**1100°- 900°- 850°- 800°C**) durant 30 mn puis refroidi à l'**air libre (X1000)**.

E1 x1000 / **1100°C**

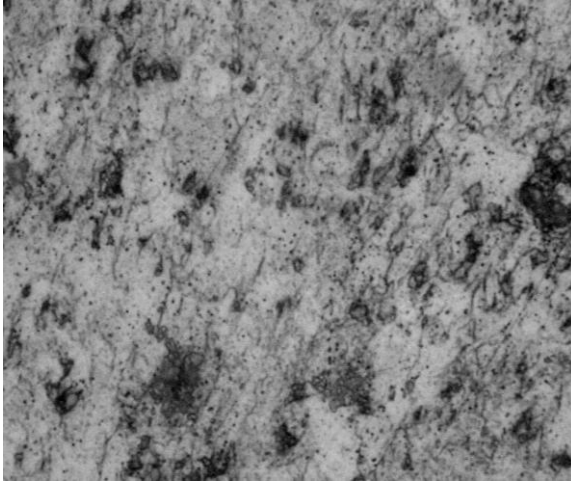


Fig.81 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E1 x1000 / **900°C**

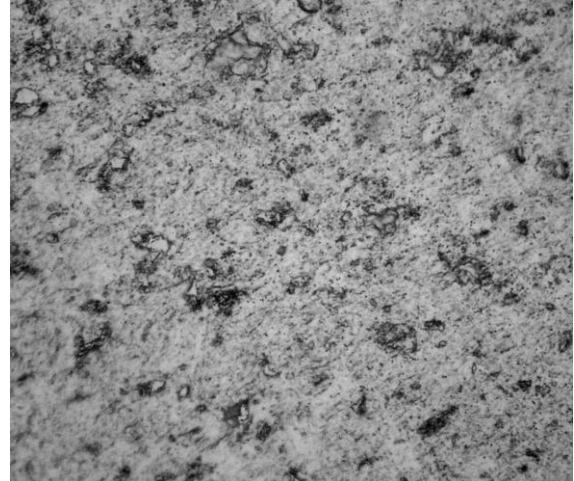


Fig.82 Structure Ferrite + perlite

E1 x1000 / **850°C**

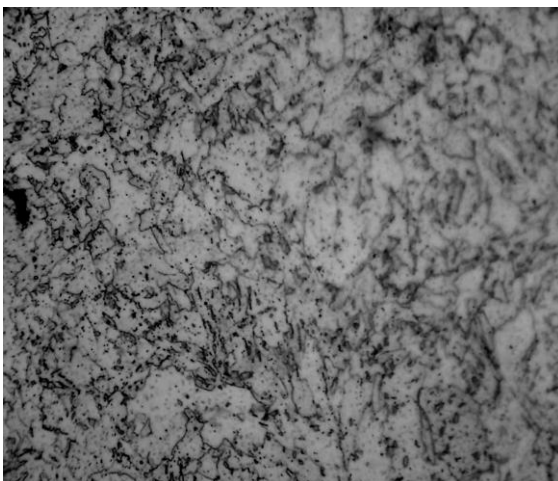


Fig.83 Structure Ferrite + perlite + ferrite aciculaire

E1 x1000 / **800°C**

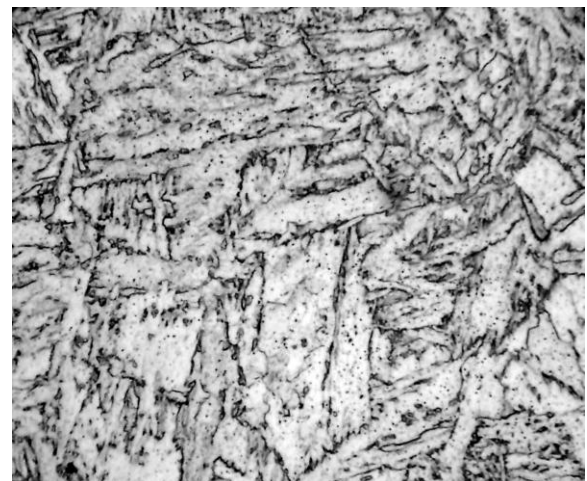


Fig.84 Structure ferrite aciculaire fine + Ferrite + perlite

7- Echantillons après traitement de trempe à l'air libre.

Les 4 pièces de l'échantillon E1 de la nuance 0.10 % Nb sont encore austénitisés à (**1100°- 900°- 850°- 800°C**) durant 30mn ensuite refroidis à *l'air libre*.

- pour la T° d'austénitisation de **1100 °C** la micrographie optique montre une structure ferritique régulière avec une présence d'une ferrite aciculaire ainsi que de la perlite. (fig.77)
- pour la T° d'austénitisation de **900 °C** la micrographie optique montre une présence de ferrite plus de la perlite. (fig.78)
- pour la T° d'austénitisation de **850 °C** on a une structure ferritique plus de la ferrite aciculaire plus une portion de perlite.

On remarque une taille de grains plus fine et plus homogène. (fig.79)

- pour la T° d'austénitisation de **800 °C** la micrographie optique montre une structure ferrite plus une grande portion de ferrite aciculaire plus de la perlite. (fig.80)

Interprétation :

Contrairement au traitement précédant les meilleures structures sont obtenues au dessous de 900°C c'est-à-dire pour les T° d'austénitisation à 800°C et 850°C.

Les structures pour les T° d'austénitisation de 900 et 1100°C présentent des structures non homogènes tandis que les T° de 800 et 850 °C montrent des structures ferritiques aciculaires dominantes.

Ce traitement thermique montre que pour un refroidissement à *l'air* la portion de la ferrite aciculaire augmente avec la diminution de la T° d'austénitisation et que les meilleures caractéristiques structurales sont obtenues pour les T° les plus basses (800-850°C).

2- 5 résultats expérimentaux obtenus :

1. BRUT DE COULEE : échantillons **E1 – E2 – E3** de l'acier microallié X 70 élaboré.

| Tableau 6 | | | |
|-----------|-----|------|------------|
| Aciers | E1 | E2 | E3 |
| % Nb | 0,1 | 0,15 | 0,2 |
| Dureté Hv | 162 | 235 | 256 |

2- TRAITEMENT DE DEFORMATION A CHAUD.

| Tableau 7 | | | |
|-----------------------|------|------------|------|
| Aciers | E1 | E2 | E3 |
| % Nb | 0,10 | 0,15 | 0,20 |
| Dureté après forgeage | 216 | 254 | 200 |

3- TRAITEMENT DE TREMPER A L'EAU.

| Tableau 8 | | | | | |
|-----------|-----------------------|-----|------------|-----|------|
| 0.10 % Nb | Température de trempe | 850 | 900 | 950 | 1000 |
| | Dureté Hv | 202 | 212 | 163 | 175 |

| | | | | | |
|-----------|-----------------------|-----|-----|-----|-------------|
| 0.15 % Nb | Température de trempe | 850 | 900 | 950 | 1000 |
| | Dureté Hv | 160 | 160 | 154 | 173 |

| | | | | | |
|-----------|-----------------------|-----|-----|------------|------|
| 0.20 % Nb | Température de trempe | 850 | 900 | 950 | 1000 |
| | Dureté Hv | 143 | 154 | 158 | 149 |

4 - TRAITEMENT DE TREMPE ETAGEE A 1050°C.

| Tableau 9 | | | | |
|-----------------------------------|-----------|------------|------|------------|
| Température du chauffage 600°C | %Nb | 0.10 | 0.15 | 0.20 |
| | Dureté Hv | 229 | 184 | 253 |
| Température du chauffage 700°C | %Nb | 0.10 | 0.15 | 0.20 |
| | Dureté Hv | 244 | 232 | 177 |

5 - TRAITEMENT DE TREMPE ETAGEE A 850°C.

| Tableau 10 | | | | |
|-----------------------------------|-----------|------------|------|------|
| Température du chauffage 600°C | %Nb | 0.10 | 0.15 | 0.20 |
| | Dureté Hv | 235 | 154 | 129 |
| Température du chauffage 700°C | % Nb | 0.10 | 0.15 | 0.20 |
| | Dureté Hv | 202 | 193 | 159 |

6 - TRAITEMENT DE TREMPE A L'EAU GLACEE.

| Tableau 11 | | | | |
|----------------------------|-----|-----|------------|------|
| Température de trempe (°C) | 800 | 850 | 900 | 1100 |
| Dureté Hv | 191 | 203 | 278 | 219 |

7 - TRAITEMENT DE TREMPE A L'AIR LIBRE.

| Tableau 12 | | | | |
|----------------------------|------------|-----|-----|------|
| Température de trempe (°C) | 800 | 850 | 900 | 1100 |
| Dureté Hv | 211 | 190 | 168 | 192 |

FIGURES REPRESENTATIVES DES RESULTATS

1-BRUT DE COULEE : échantillons **E1 – E2 – E3** de l'acier microallié **X 70** élaboré.

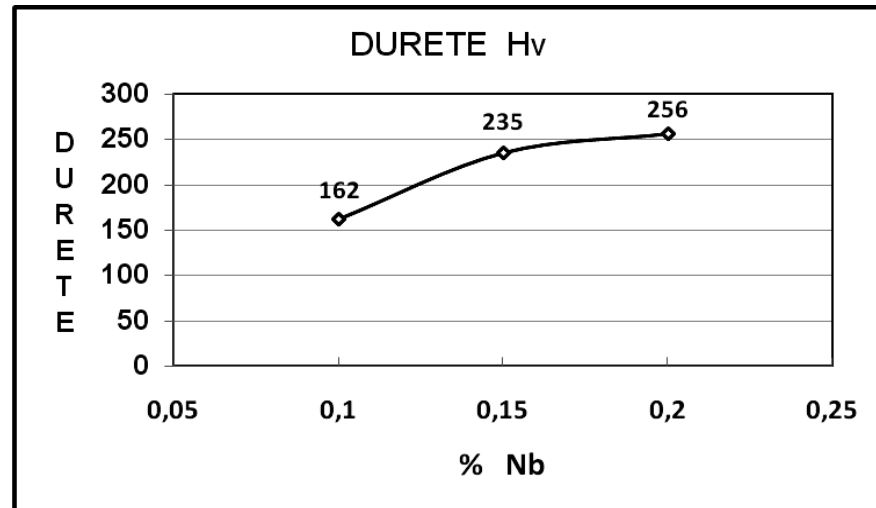


Fig. 85. Influence du % Nb sur la dureté à l'état brut de coulée

2 - TRAITEMENT DE DEFORMATION A CHAUD.

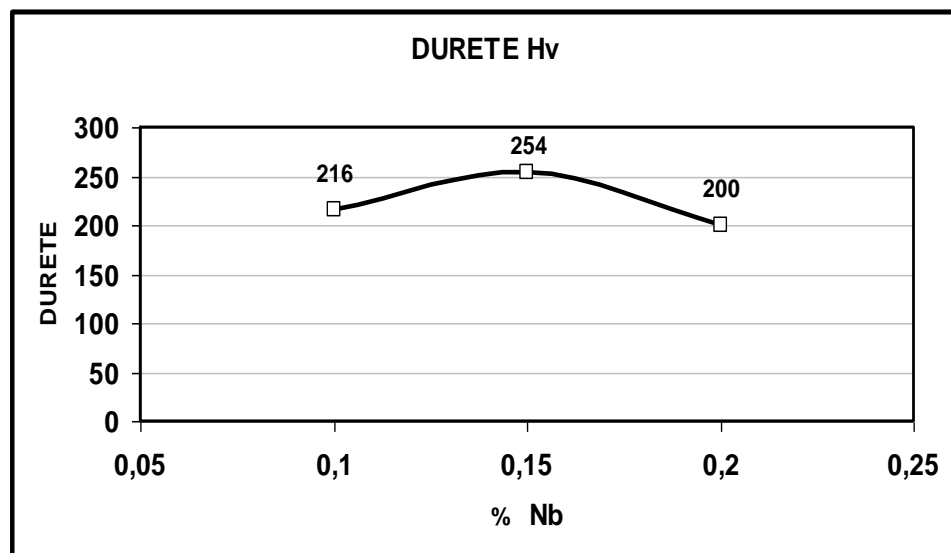


Fig. 86 Influence du % Nb sur la dureté après Forgeage et refroidissement à l'eau.

3 -TRAITEMENT DE TREMPE A L'EAU.

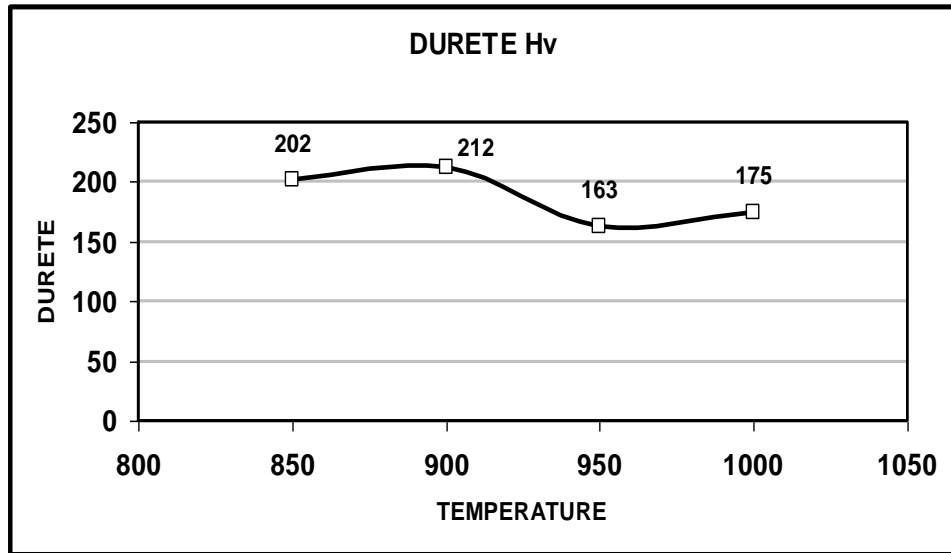


Fig.87 Influence de la température d'austénitisation sur la dureté. Refroidissement à l'eau. Nuance à (0.10%Nb)

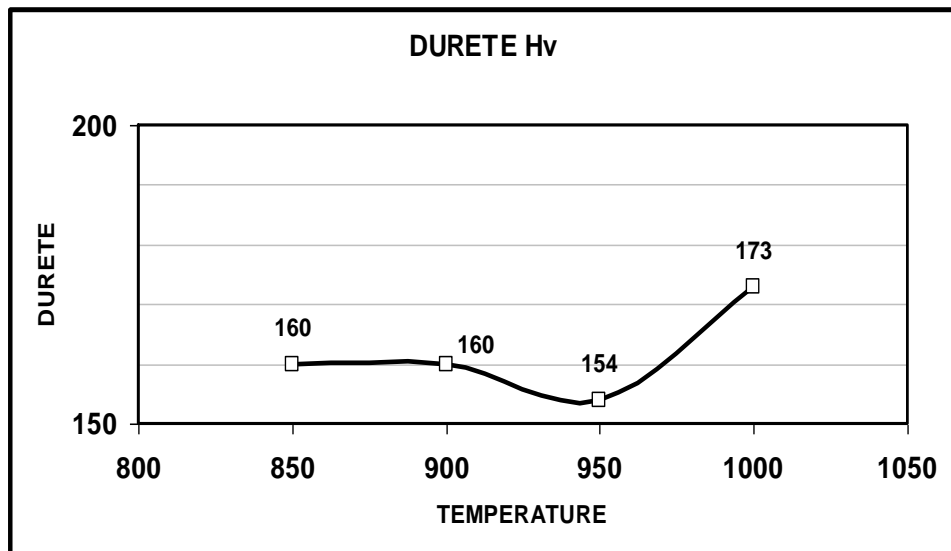


Fig.88 Influence de la température d'austénitisation sur la dureté. Refroidissement à l'eau, Nuance à (0.15%Nb).

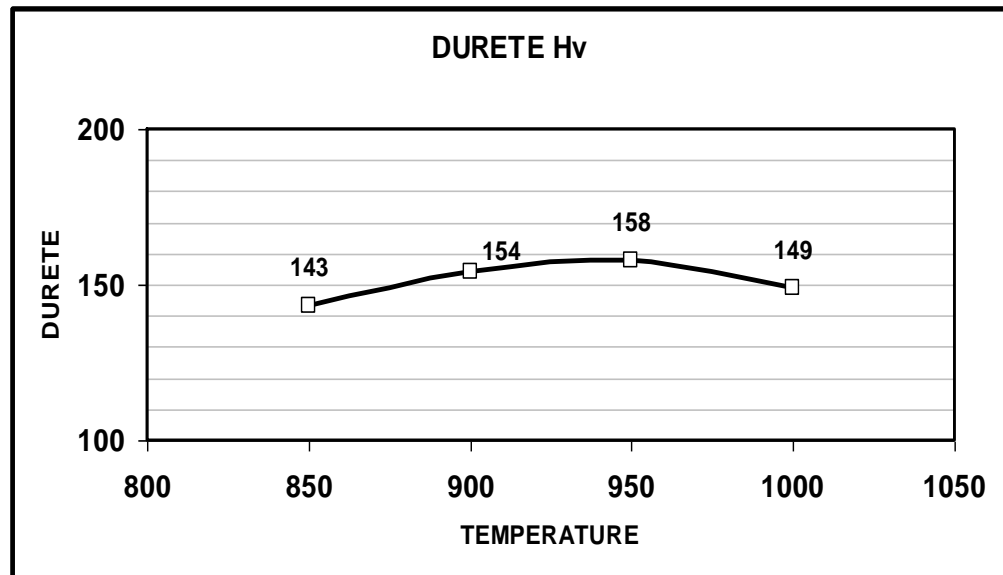


Fig. 89 Influence de la température d'austénitisation sur la dureté. Refroidissement à l'eau, Nuance à (0.20 %Nb).

4 -TRAITEMENT DE TREMPE ETAGEE A 1050°C.

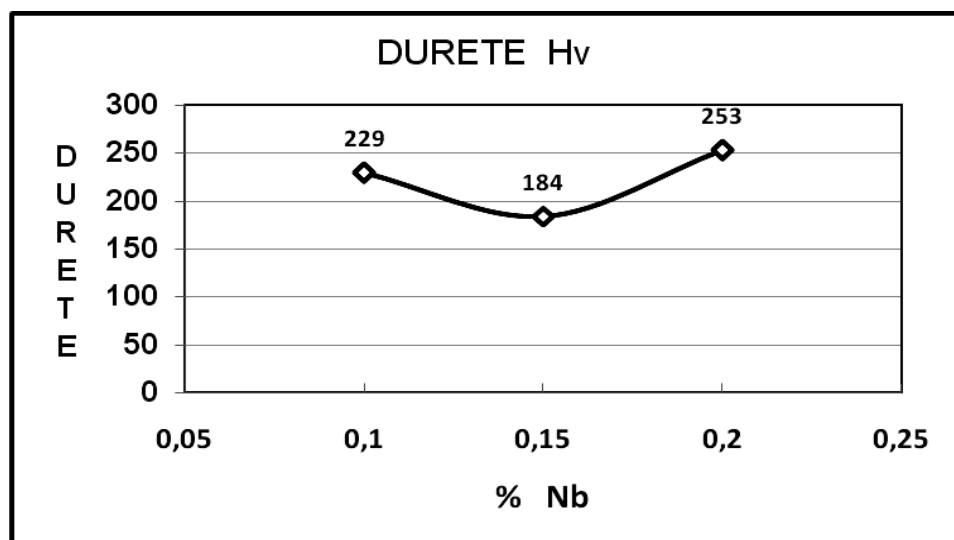


Fig.90 Influence du % Nb sur la dureté après Trempe étagée (T1=1050°C et T2=600°C) refroidissement à l'eau.

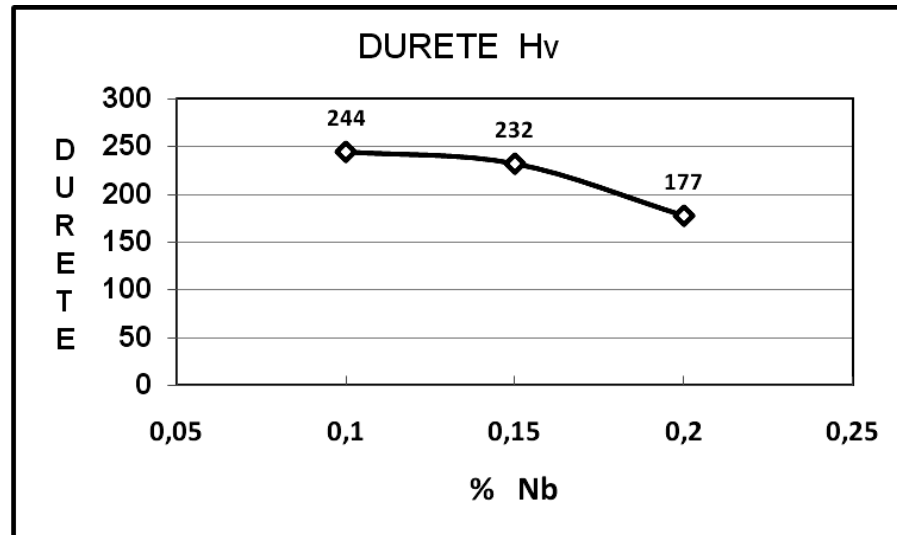


Fig.91 Influence du % Nb sur la dureté après Trempe étagée (T1=1050°C et T2=700°C) refroidissement à l'eau.

5 - TRAITEMENT DE TREMPÉ ETAGÉE A 850°C.

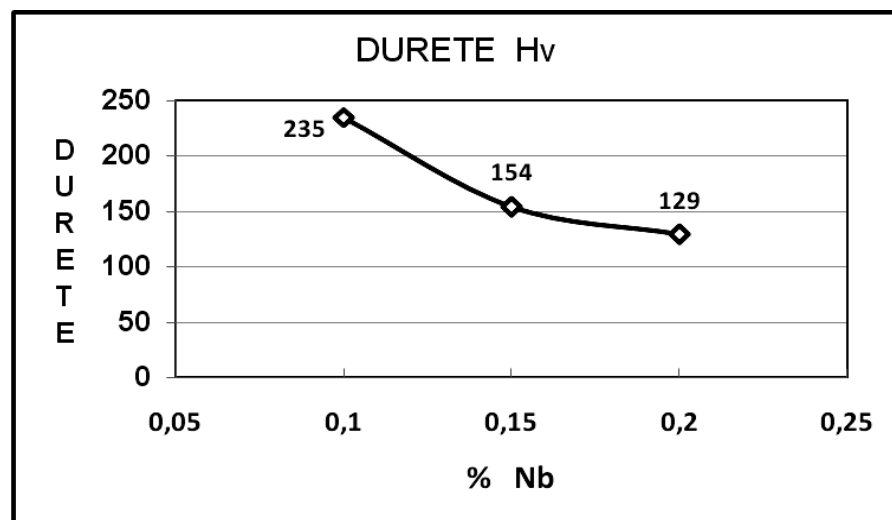


Fig.92 Influence du % Nb sur la dureté après Trempe étagée (T1=850°C et T2=600°C), refroidissement à l'eau.

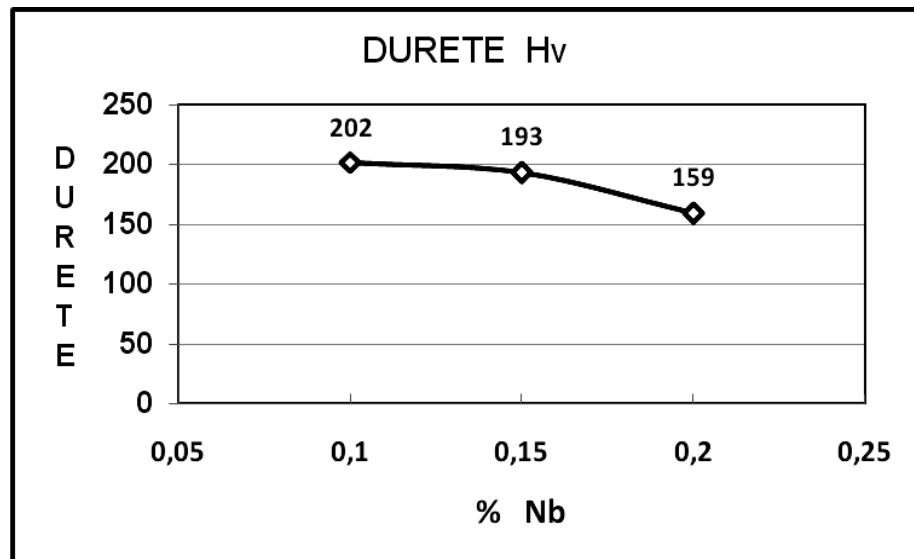


Fig.93 Influence du % Nb sur la dureté après Trempe étagée (T1=850°C et T2=700°C) refroidissement à l'eau.

6 -TRAITEMENT DE TREMPÉ A L'EAU GLACÉE.

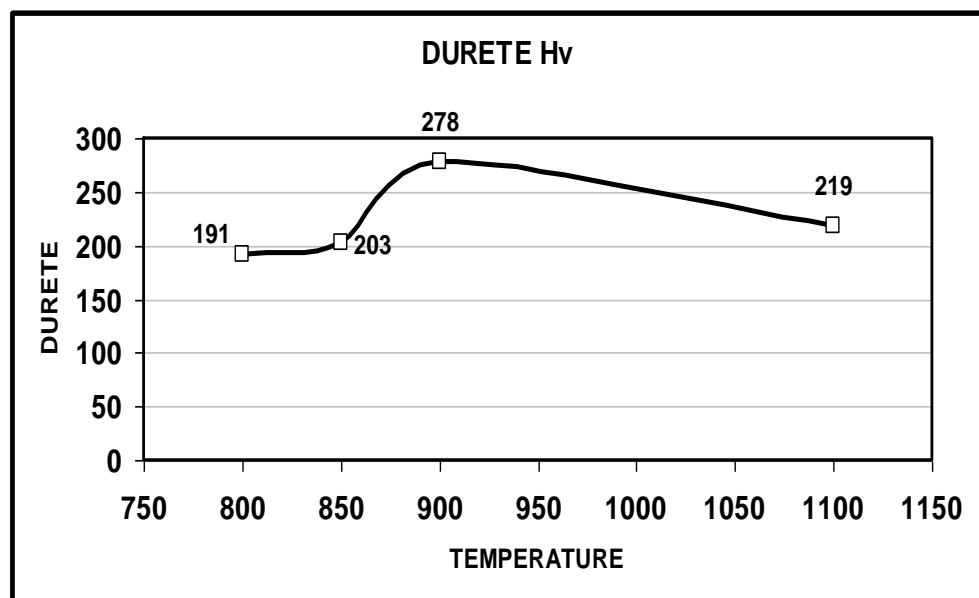


Fig.94 Influence de la température d'austénitisation sur la dureté, refroidissement à l'eau glacée. Nuance à (0.10 %Nb)

7- TRAITEMENT DE TREMPE A L'AIR LIBRE.

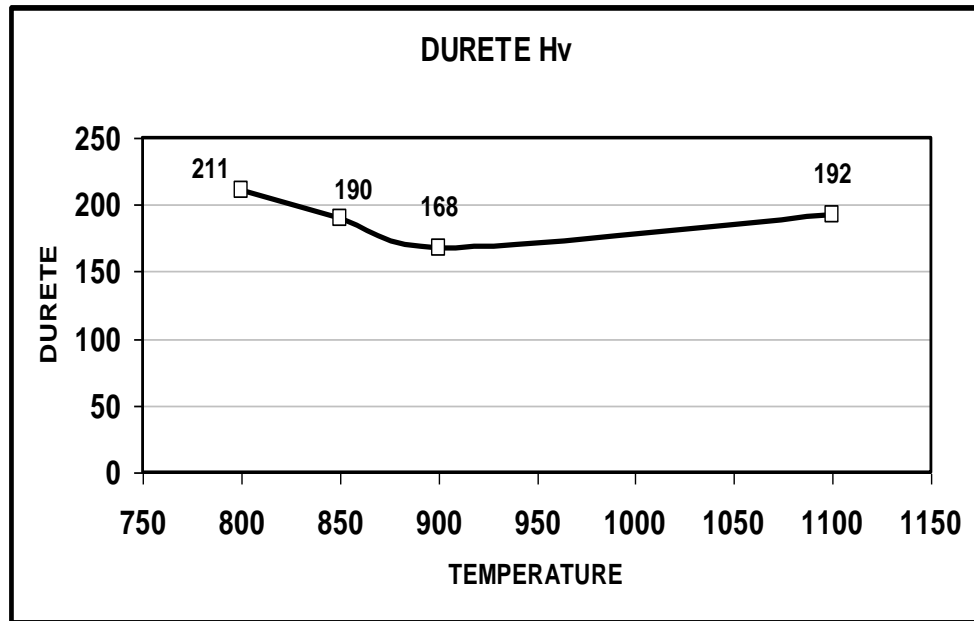


Fig.95 Influence de la température d'austénitisation sur la dureté. Refroidissement à l'air libre. Nuance à (0.10 %Nb)

CHAPITRE 3

INTERPRETATIONS DES RESULTATS ET CONCLUSION

Introduction :

Les principaux phénomènes métallurgiques fondamentaux à considérer pour les aciers à dispersoïdes sont la mise en solution et la précipitation des éléments dispersoïdes.

Ainsi les effets métallurgiques du refroidissement accéléré dépendent nettement de la composition chimique des aciers utilisés et particulièrement de leurs trempabilités. Avec une composition chimique relativement pauvre, même après refroidissement rapide, des microstructures de ferrite/perlite, semblable à celles produites par refroidissement à l'air, sont obtenues.

Le travail effectué est focalisé sur l'étude de l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques (dureté) de trois nuances d'aciers microalliés à haute limite d'élasticité au niobium, de l'élaboration en passant par les différents traitements thermomécaniques et thermiques, afin de définir les propriétés optimales.

1-Elaboration des échantillons : E1- E2- E3

Trois échantillons E1-E2 et E3 ont été élaborés à partir d'un acier mère HSLA X70 norme API à différentes teneurs en élément dispersoïde qui est le niobium (0.10 - 0.15 - 0.20%).

Une analyse microscopique montre une structure de *widmanstätten* pour les trois nuances E1- E2- E3. Cette structure est souvent obtenue dans les aciers HSLA à l'état brut de coulée.

Les mesures de dureté de ces échantillons à l'état brut de coulée montrent une croissance en fonction du pourcentage du Nb qui est essentiellement dû à la présence accrue des carbures de niobium.

2- Traitement de déformation à chaud :

Les trois échantillons E1-E2-E3 ont subi une déformation à chaud de 60% après une austénitisation à **1200°C/1h** suivi d'une trempe à l'eau.

La T° d'austénitisation de 1200°C a été choisi pour éliminer la ségrégation résultante après coulée et pour mettre en solution le maximum d'élément dispersoïde Nb vu son faible produit de solubilité à basse T°.

De nombreuses investigations faites sur les aciers HSLA ont montré que le taux de ferrite aciculaire obtenu ainsi que des grains fins étaient fonction du taux de déformation pour cela un taux de 60% de déformation a été choisi. [26], [27]

Suivant la variation des teneurs en niobium les échantillons présentent différentes microstructures, pour cela une étude métallographique et mécanique a été faite pour interpréter ces variations structurales.

Les valeurs de duretés obtenues après un tel traitement thermomécanique peuvent être considérés comme satisfaisantes puisqu'ils montrent un seuil de dureté relativement élevé.

D'après la figure 86 on remarque que le pic de dureté (254 Hv) correspond à la nuance E2 (0.15 % Nb) ce qui peut être confirmé par la microstructure de celle-ci qui présente une allure plus fine par rapport au deux nuances E1 et E3. (fig.16)

- Pour la nuance 0.10 % Nb la micrographie montre une structure ferritique polygonale allongée plus de la perlite plus une portion de ferrite aciculaire.
- Pour la nuance de 0.15 % Nb la microstructure est une ferrite fine et homogène montrant ainsi l'effet de la déformation à chaud sur l'affinement de grains ce qui a conduit à un durcissement maximum de la structure.
- Pour la nuance 0.20 % Nb la structure est une ferrite granulaire relativement grossière avec de la perlite et une faible portion de ferrite aciculaire ce qui reflète la faible valeur de dureté ainsi qu'une teneur élevée d'élément dispersoïde engendre une précipitation grossière moins performante dans le durcissement structurale.

Globalement ce traitement thermomécanique peut être considéré comme satisfaisant vu les caractéristiques structurales et mécaniques obtenues montrant l'effet de la déformation à chaud sur l'affinement des grains et sur la précipitation de l'élément dispersoïde, malgré la T° d'austénitisation de 1200°C qui entraîne une coalescence du grain austénitique peu performante mécaniquement.

3- Traitement de trempe à l'eau.

Dans cette partie d'étude on a procédé à un traitement thermique de trempe à l'eau pour différentes températures d'austénitisation pour montrer l'effet de cette dernière sur les caractéristiques mécaniques et structurales de l'acier ainsi que l'effet de la vitesse de refroidissement.

Les trois échantillons E1, E2 et E3 ont été coupés en 4 parties dont chacune correspondra à une température d'austénitisation différente. (12 pièces)

Quant aux températures d'austénitisations adéquates, elles ont été choisies selon les gammes suivantes : **850, 900, 950, 1000°C** pour un maintien de 30mn.

D'après les mesures prises, les trois échantillons présentent différentes valeurs de duretés selon la teneur en Nb et la température de trempe.

- Pour une teneur de 0.10 % Nb le maximum de dureté (212 Hv) correspond à une austénitisation à **900°C** et les meilleurs résultats sont obtenus pour des températures d'austénitisation les plus basses. (fig.87)
- Pour une teneur de 0.15 % Nb le maximum de dureté (173 Hv) correspond à une austénitisation à **1000°C** et on remarque que les résultats obtenus sont presque d'un même niveau et qu'ils sont inférieures à celle de l'échantillon de 0.10 % Nb. (fig.88)
- Pour une teneur de 0.20 % Nb le maximum de dureté (158 Hv) correspond à une austénitisation à **950°C**, de même que le précédant les valeurs deviennent de plus en plus inférieures et atteignent donc le niveau de dureté le plus bas. (fig.89)

Dans cette partie d'étude on peut conclure que les meilleures caractéristiques sont obtenues pour un minimum de taux de Nb (0.10 % Nb) et pour une T° d'austénitisation de 900°C et que les valeurs obtenues sont défavorables en fonction de la teneur en élément dispersoïde. Pour des teneurs supérieures en Nb les meilleurs résultats correspondent à des T° d'austénitisation plus élevées.

Ce résultat peut être interprété par le fait qu'un taux accru en élément dispersoïde formerait des précipités à basse température en quantité suffisante pour empêcher le maximum de carbone de se mettre en solution à haute température et de ce fait générerait une structure ultérieure peu durcissante.

Du point de vue microstructural les micrographies optiques de la nuance E1 présentent des structures plus fines et plus homogènes mais pour la nuance E2 on remarque une coalescence des grains ce qui explique la dégradation mécanique de cette nuance tant que pour la nuance E3 le présent traitement a contribué à un affinement de grains ferritique favorable au durcissement mais une teneur relativement élevée en élément dispersoïde a entraîné une coalescence des précipités des carbonitrides de Nb ce qui va à l'encontre du durcissement global de l'acier.

En comparaison avec le traitement thermomécanique on remarque une dégradation des caractéristiques mécaniques pour les trois échantillons surtout pour les deux nuances E2 et E3 et on peut conclure que la déformation à chaud contribue à un meilleur durcissement car il présente un seuil de dureté plus élevé.

4 -Traitement de trempe étagée à 1050°C :

Cette partie d'étude comprend deux cycles thermiques ayant le même schéma thermodynamique et qui est caractérisé par une trempe étagée où la moitié des échantillons E1-E2 et E3 vont subir ce type de traitement thermique (6 pièces).

Le schéma thermique de cette partie d'étude peut être représenté par :

- Une austénitisation à 1050°C pendant 30mn des trois échantillons E1-E2 et E3 :
- Les trois échantillons ont été ensuite maintenus pendant 30 mn à une température constante (600°C (trois pièces) et 700°C (trois autres pièces)).
- Refroidissement rapide à l'eau.

Chaque cycle thermique est caractérisé par la température constante du chauffage (600 ou 700°C).

Des mesures de dureté ont été faites pour étudier l'influence du pourcentage du Nb sur les caractéristiques mécaniques de l'acier, ainsi qu'une étude métallographique a été réalisée pour illustrer les variations microstructurales de l'acier en fonction de la teneur en Nb.

Des niveaux de duretés relativement élevés ont été observés dans cette partie d'étude qui marque l'importance de ce type de traitement par rapport aux autres traitements thermiques.

➤ Pour le cycle à 600°C :

D'une façon générale les résultats obtenus montrent une amélioration structurale et mécanique par rapport au traitement précédant pour les trois nuances.

L'allure de la courbe représentative de la dureté en fonction du pourcentage de Nb marque une dégradation remarquable pour la teneur de 0.15 % Nb et montre un maximum de dureté pour une teneur de 0.20 % Nb (253 Hv). (fig.90)

En effet la microstructure de l'échantillon à 0.20 % Nb présente une allure fine et montre une présence d'une nouvelle phase qui est la bainite. L'échantillon à 0.15 % Nb est marqué par une structure grossière apparente et justifie de ce faite ses caractéristiques mécaniques.

➤ Pour le cycle à 700° C :

La courbe de la dureté des trois échantillons prend une allure décroissante en fonction du pourcentage du Nb et montre un pic de dureté à **0.10 % Nb** (244 Hv) (fig.91). La microstructure correspondante montre l'effet consolidant de la ferrite aciculaire sur la matrice.

Pour la nuance E1 et E2 on remarque une amélioration considérable tant que pour la nuance E3 ses caractéristiques mécaniques décroissent pour un maintien isotherme à 700 °C.

Pour les deux nuances E1 et E2 la température de maintien isotherme à 700 °C donne des meilleurs résultats par rapport à la température isotherme de 600 °C et montre de ce fait un intérêt particulier pour le durcissement de ces nuances dû à l'apport consolidant d'une portion supérieure de la ferrite aciculaire sur la matrice.

Ces résultats confirment l'effet du maintien isotherme sur l'évolution structurale et mécanique de l'acier. [22]

5 -Traitement de trempe étagée à 850°C:

Le schéma thermique de cette partie d'étude est analogue au précédent sauf que la température d'austénitisation est à 850 °C/30 mn. (6 autres pièces)

- Une austénitisation à 850°C pendant 30mn des trois échantillons E1-E2 et E3 :
- trois pièces des échantillons E1-E2 et E3 ont été maintenues pendant 30 mn à une température constante 600°C et les trois autres pièces à 700°C.
- Refroidissement rapide à l'eau.

L'austénitisation à 1050°C entraîne la présence ultérieure des phases durcissantes puisqu'elles sont issues du domaine austénitique mais une austénitisation à 850°C favorise une dominance plutôt ferritique et de ce fait des

caractéristiques plus faible. Pour cela dans cette partie d'étude les valeurs de duretés sont relativement inférieures au traitement précédent.

L'échantillon à E1 (0.10 % Nb) représente le cas optimum et donc les meilleures caractéristiques mécaniques.

D'une façon générale il y a une légère dégradation des caractéristiques mécaniques par rapport au traitement thermique précédant sauf pour le cas de la nuance E1.

➤ Pour le cycle à 600°C :

L'allure de la courbe représentative de la dureté est décroissante et plus rapide et le pic de dureté correspond à la teneur de **0.10% Nb** et atteint 235 Hv au-delà de ces teneurs en Nb on remarque une chute de duretés. (fig.92)

Les micrographies optiques des différents échantillons révèlent des structures plutôt grossières et on a absence des structures fines de ces derniers. D'autre part une austénitisation à 850°C ne permet pas une mise en solution complète du Nb vu sa faible solubilité à basse T° et de ce fait générerait une précipitation peu durcissante.

➤ Pour le cycle à 700°C :

L'allure de la courbe représentative de la dureté est décroissante et moins rapide et le pic de dureté correspond à la teneur de **0.10% Nb** et atteint 202 Hv au-delà on remarque une chute de duretés. (fig.93)

Les micrographiques optiques des différents échantillons révèlent des structures ferritiques polygonales homogènes. Pour la nuance de 0.10 % Nb la taille moyenne des grains est fine par rapport aux deux autres nuances et on remarque que la structure devient de plus en plus grossière à fur et mesure que la teneur en élément dispersoïde augmente.

Les résultats correspondants sont moins satisfaisants par rapport à celle de la T° isotherme de 600°C car les microstructures sont de préférence polygonales et non aciculaires.

*Globalement pour le traitement étagé de la T° d'austénitisation de **1050°C** les résultats sont meilleurs que celle de la T° de **850°C** car bien que les microstructures de celle-ci sont polygonales et homogènes mais celle de la T° de 1050°C sont consolidés par l'apport de la ferrite aciculaire qui contribue au mieux au durcissement de la structure.*

6 -Traitement de trempe à l'eau glacée.

Dans ce cycle de traitement thermique l'échantillon à 0.10 % de Nb est soumis à une trempe à l'eau glacée pour une gamme variée de température d'austénitisation (800-850-900-1100°C)/30mn mettant en jeu l'influence de ce paramètre métallurgique sur les caractéristiques mécaniques de l'acier.

Les résultats expérimentaux de cette partie d'étude sont marqués par un pic de dureté maximum relativement par rapport à tous les résultats obtenus précédemment car le refroidissement est assez rapide pour former des constituants microstructuraux à caractère durcissant (de nombreuses investigations faites sur les aciers HSLA montrent que la vitesse de refroidissement contribut à un affinement de grains ainsi qu'à la formation de la ferrite aciculaire fine [27], [23] [28],).

Le pic de dureté dans ce cas atteint un niveau le plus élevé (278 Hv) et il est observé pour une température d'austénitisation de 900°C, température pour laquelle le graphe représentatif de la dureté en fonction de la T° présente un changement considérable. (fig.94)

En effet pour cette température d'austénitisation **900 °C** la micrographie optique est marquée par une structure ferritique allongée et fine plus de la martensite ainsi qu'une portion de ferrite aciculaire. (fig.74)

A 900°C le chauffage de cette nuance d'acier est réalisé à un niveau bas du domaine austénitique ce qui entraîne un double effet de durcissement car on a une présence de phase martensitique après refroidissement par l'eau glacée, ainsi qu'un chauffage à cette température évitera un grossissement du grain

austénitique dû à la présence des carbures NbC non dissous, qui pour des températures supérieures le grain austénitique devient plus gros. Pour cela cette température correspond à un durcissement maximum.

Ce type de traitement présente un intérêt particulier puisqu'il montre l'effet d'un refroidissement rapide sur la formation des structures ayant des phases fines et durcissantes contribuant à une amélioration structurale et mécanique.

7- Traitement de trempe à l'air libre.

Le même échantillon (0.10 % Nb) a subi dans ce cas un traitement thermique de trempe à l'air libre pour les mêmes températures d'austénitisation (800-850-900-1100°C)/30mn.

Ce traitement thermique met en évidence l'effet de la vitesse de refroidissement pour les mêmes paramètres métallurgiques sur les constituants structuraux de l'acier E1.

L'aspect général des micrographies optiques de cet échantillon révèle une structure ferrito-perlitique avec des portions de ferrite aciculaire plus ou moins fines selon la température d'austénitisation.

Le maximum de dureté est observé à la température de 800°C (211 Hv) après laquelle on remarque une chute des caractéristiques mécaniques pour les températures plus élevées, à cette température on remarque une présence apparente de la ferrite aciculaire dominante qui a contribué à l'amélioration des caractéristiques mécaniques de cette nuance. (fig.95)

Le pic de dureté correspond donc à une structure ferritique consolidée par la présence de ferrite aciculaire fine qui est atteinte à température de 800°C. (fig.80)

Au delà de cette température la portion de ferrite aciculaire diminue et les produits de la transformation perlitique ont une structure plus grossière et moins homogène.

Les résultats de ce traitement thermique peuvent être comparés avec les résultats obtenus après le traitement thermique de trempe à l'eau marquant une

ressemblance mais avec une légère diminution des caractéristiques structurales et mécaniques vu la vitesse de refroidissement de ce traitement qui est plus lente.

Un tel traitement thermique favorise donc la présence de la ferrite aciculaire à basse T° d'austénitisation qui contribue à la consolidation de la structure tan disque le traitement de trempe à l'eau glacée montre des grains plus fins avec une consolidation de la martensite.

CONCLUSION

La présente étude est consacrée pour l'étude de l'effet des traitements thermiques et thermomécaniques sur trois nuances d'aciers microalliés élaborés à partir d'un acier HSLA X70 normes API en faisant varier le pourcentage d'un élément dispersoïde qui est le **Niobium** (0.10- 0.15 – 0.20%).

Trois échantillons ont été donc le sujet d'un traitement thermomécanique et différents traitements thermiques successifs et ont fait l'objet de plusieurs variations mécaniques et structurales.

Une grande variété de microstructures a été observée durant les différents traitements thermiques ainsi que des niveaux croissants de duretés reflétant l'effet de ces derniers sur l'évolution mécanique et microstructurale de l'acier et peuvent ainsi déduire les conclusions suivantes :

1. Après coulée l'acier voit ses caractéristiques mécaniques augmenter en fonction du pourcentage du Niobium qui se présente sous forme de carbures.
2. La micrographie optique montre une structure de Widmanstätten pour les trois nuances à l'état brute de coulée.
3. D'une façon générale les meilleures caractéristiques mécaniques et structurales correspondent au minimum de pourcentage en Niobium (**0.10 %**) pour les différents traitements thermiques effectués.
4. Un traitement thermomécanique défini par une austénitisation à 1200°C/1h suivi d'un forgeage puis refroidissement à l'eau produit un seuil de dureté intéressant et montre un pic de dureté pour la nuance de 0.15 % Nb.
5. Un traitement de trempe à l'eau à différentes températures d'austénitisation montre que le maximum de dureté est obtenu pour une teneur de 0.10 % Nb à la température de 900°C.

6. Un niveau de dureté intermédiaire est obtenu en réalisant un traitement étagé à 1050°C/850°C suivi d'un maintien isotherme à 600°C/700°C et un refroidissement à l'eau.
7. un traitement thermique étagé à 1050 °C avec un maintien isotherme à 600°C montre un pic de dureté pour la nuance E3 (0.20% Nb) favorisé par la formation d'une seconde phase qui est la bainite.
8. De même avec le traitement thermique étagé à 1050 °C et un maintien isotherme à 700°C le pic de dureté correspond à la nuance E1 (0.10%) favorisé par la formation de la ferrite aciculaire qui contribue à un durcissement important de la structure. et montre une diminution de sa portion en fonction de la teneur en Nb.
9. le traitement thermique étagé à 850°C avec un maintien isotherme à 600°C montre un pic de dureté pour la nuance E1 (0.10) mais un tel traitement ne présente pas d'intérêt structural significatif.
10. le traitement thermique étagé à 850°C avec un maintien isotherme à 700°C favorise la formation d'une ferrite polygonale avec un affinement de grains ferritique contribuant à un durcissement intermédiaire de la structure et révèle un pic de dureté pour la nuance E1 (0.10%).
11. Une trempe à l'eau glacée pour une austénitisation à 900°C de la nuance à 0.10 % Nb contribue à une amélioration des caractéristiques mécaniques de l'acier consolidé par la formation de la martensite et montre un maximum de dureté obtenu durant toute l'étude.
12. Une trempe à l'air libre de la nuance E1 à 0.10 % Nb révèle la présence de la ferrite aciculaire pour les faible T° d'austénitisation et donne un pic de dureté à 800°C et montre l'effet favorable d'un refroidissement relativement lent sur l'amélioration des caractéristiques structurale et mécanique de l'acier.

REFERENCES

1. ETUDE DE L'INFLUENCE DU TRAITEMENT THERMIQUE APRES SOUDAGE DES FORTES EPAISSEURS (LA RELAXATION) SUR LES PROPRIETES MECANIQUES ET MICROSTRUCTURALES 'UN ACIER MICROALLIE A DISPERSOÏDE (X70 API 5L).
Mémoire de magister Otmani. Université de Blida **2003**
2. Pr C SHIGA. Effet du traitement thermique sur les propriétés du métal fondu. 1996
3. R.CAZES. Aciers à dispersoïde 1991.
4. DES MATERIAUX, chapitre 10, alliages à base de fer, aciers microalliés.
2000
5. ETUDE DU COMPORTEMENT A CHAUD DE L'ACIER MICROALLIE « X60 » ; mémoire de magister. Nacer-Eddine TITOUCHE. mai **2005**
6. Karl-Erik Thelning, Steel and its heat treatment, 2nd edition, Butterworths, (1984).
7. MADELEINE DURAND-CHARRE; Institut National Polytechnique de Grenoble, La microstructure des aciers et des fontes - Genèse et interprétation - **2003**
8. Document SIDER, "Etude des effets des éléments chimiques et des paramètres du laminage sur la résilience du X60", document interne.
9. Philippe Charlier, "aciers à dispersoïde", Techniques de l'ingénieur, volume 2 I, chapitre M310.
10. Marc GRUMBACH ; Aciers microalliés ; Techniques d'ingénieur. M4525.
11. V. THILLOU, M. HUA, C.I. GARCIA, C. PEDRIX and A.J. DEARDO, "Precipitation of NbC and Effect Of Mn on the Strength Properties of Hot Strip HSLA Low Carbon Steels " Microalloying in steels, Ed. J.M. Rodriguez-Ibade et coll. Pub. Trans. Tech. (1998), 311-318 [Thi98].
12. PICKERING (J.-B.). – Constitution and Properties of Steels. Materials Science and Technology vol. 7, Editor: VCH, chapitres 5, 6, 7, 8.

13. Microalloyed HSLA Steels. Proceedings of Microalloying '88. World Materials congress. Chicago, Published: ASM (1988).
14. CONSTANT (A.), GRUMBACH (M.) et G. SANZ (G.). – Les aciers utilisés dans la construction métallique. CIT no 5, juin 1973
15. T. GLADMAN the physical metallurgy of microalloyed steels, (1997), the Institute of materials, London 1997 UK. (Gla97).
16. P.H. Li, A.K. IBRAHEEM and R. PRIESTNER, "Eutectic Precipitation of (TiNbV) (CN) in Cast, Microalloyed, Low-C austenite and effects of Reheating", Microalloying Materials Science Forum, 284-286, (1998), Trans Tech. Pub. Switzerland 517-524. [Li__98b]
17. K. INOUE, N. ISHIKAWA. I. OHNUMA, H. OHTANI and K. ISHIDA, "calculation of phase Equilibria between Austenite and (Nb,Ti,V)(c,N) in microalloyed steels", ISIJ Int. 41 N°2 (2001), 175-182. (ino01)
18. BERNARD (G.), BRUYÈRE (R.) et GRUMBACH (M.). – Évaluation des aciers à haute limite d'élasticité pour utilisation en chaudronnerie. Rev de Métallurgie CIT, avril 1980.
19. R.W. CAHN and P. HAASEN, Physical Metallurgy (1983), North –Holland Physics Publishing, Amsterdam (Cah83).
20. Les traitements thermiques des alliages industriels. METALURGIE MECANIQUE.
21. I. LAKHTIN - Métallographie et traitement thermique des métaux - Edition Mir 1986.
22. Young Min Kim^{a,*}, Hakcheol Lee^b, Nack J. Kim^b.; Transformation behavior and microstructural characteristics of acicular ferrite in linepipe steels; Materials Science and Engineering A 478 (2008) 361–370 accepted 6 June **2007**
23. V.I Bol'shakov, D.V. Laukhin, G. D Sukhomlin, and V. I. Iuksenko "EFFECT OF HEAT TREATMENT ON FORMATION OF ACICULAR FERRITE AND ON THE PROPERTIES OF LOW-CARBON MICROALLOYED STEELS 10G2FB AND 09G2S- THERMAL TREATMENT-*Metal Science and Heat Treatment*- December **2004**

24. [http:/ La fluorescence X. pdf](#)
25. [http:/ Spectrométrie de fluorescence X-Wikipédia.htm](#)
26. Zhiping Zhao, Zhenmin Wang, ongmei Zhang,L ifeng Qiao "Effect of deformation and cooling rate on the transformation behaviour and microstructure of X70 steels" Journal of University of Science and Technology Beijing Volume 14, Number5 Page410 October **2007**
27. Adem Bakkalog˘lu " Effect of processing parameters on the microstructure and properties of an Nb microalloyed steel "Materials Letters 56 (2002) 263–272 - accepted: 18 September **2001**
28. Fu-Ren Xiao , Bo Liao , Yi-Yin Shan , Gui-Ying Qiao , Yong Zhong,Chunling Zhang , Ke Yang-"Challenge of mechanical properties of an acicular ferrite pipeline steel"-Materials Science and Engineering A 431 (2006) 41–52 – accepted : 5 May **2006**