

UNIVERSITE DE BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département de Mécanique

THESE DE DOCTORAT EN SCIENCES

En Génie Mécanique

**EFFET DE LA TENEUR DU NIOBIUM ET LES PARAMETRES
THERMOMECHANIQUES SUR LES PROPRIETES MECANIQUES
DES ACIERS HSLA**

Par :

Sami ZIDELMEL

Devant le jury composé de :

Y.Benkhedda	Professeur, U.Blida 1	Président
A.Kellou	Professeur, USTHB	Examineur
M.Azzaz	Professeur, USTHB	Examineur
H.I.Feraoun	Professeur, U.Tlemcen	Examineur
M.Temmar	MCA, U.Blida 1	Examineur
T.Sahraoui	Professeur, U.Blida 1	Directeur de Thèse

Blida, Juin 2015

Résumé

Les paramètres thermomécaniques influençant les propriétés mécaniques de deux aciers microalliés pour pipelines (X70 et X52) ont été étudiés par laminage à chaud et refroidissement à l'air sur un laminoir-pilote. La température de fin de laminage (T_{nr}) a été au préalable déterminé au moyen de formulation empirique. Les résultats obtenus ont décidé le choix de deux températures de fin de laminage, 900 °C et 950 °C. Deux taux de déformation 20 et 40% ont également été sélectionnés afin d'étudier l'effet de l'écroutissage sur la microstructure et les propriétés mécaniques. Les résultats des tests de traction ont montré qu'une basse température de fin de laminage permet d'obtenir à la fois une microstructure satisfaisante ainsi que les propriétés mécaniques désirées. De plus, il s'est avéré que plus le taux de déformation est élevé, plus la limite d'élasticité et la résistance à la traction sont importantes. La substitution de la perlite en aciers HSLA conventionnels par la phase de martensite a eu comme conséquence une excellente combinaison de résistance/ductilité. Généralement les aciers dual phase martensite ferrite (DPMF) possèdent une ductilité plus élevée que les aciers HSLA conventionnels à un niveau donné de contrainte. La fraction de volume et la morphologie de la phase de martensite ont été systématiquement variées par le contrôle de la température de recuit intercritique. On a observé que la limite élastique et la résistances à la traction dépendent de la proportion et de la morphologie de la martensite.

Abstract

The thermomechanical parameters influencing the mechanical properties of two micro-alloyed steels for pipelines (X70 and X52) were studied by hot rolling and air cooling on a rolling mill-pilot. The finish rolling temperature (T_{nr}) was first determined using empirical formulation. The results obtained have decided the choice of two finish rolling temperatures of, 900 °C and 950 °C. Two rates of deformation 20 and 40% were also selected in order to study the effect of work hardening on the microstructure and the mechanical properties. The results of tensile tests showed that a low finish rolling temperature allows to obtain at the same time a satisfactory mechanical properties and the desired microstructure. Furthermore, it was found that the higher the strain rate, the greater the yield strength and tensile strength. The substitution for pearlite in conventional HSLA steels by the martensite phase resulted in an excellent strength/ductility combination. In general, the martensite-ferrite dual phase (MFDP) steels possess higher ductility than the conventional HSLA steels at a given strength level. The volume fraction and the morphology of the martensite phase were systematically varied by control of the intercritical annealing temperature. It was observed that the yield and tensile strengths were dependent on the martensite content and on the martensite morphology.

المخلص

تمت دراسة العوامل الحرارية وميكانيكية التي تؤثر على الخواص الميكانيكية لنوعين من الفولاذ الخاص بالأنايب (X70) و (X52) من خلال الدرفلة على الساخن وتبريد على الهواء بواسطة مدرفل نموذجي. تم تحديد درجة الحرارة لنهاية الدرفلة (TNR) باستخدام صياغة التقديرية. النتائج التي تم التوصل لها تقرر اختيار اثنين من درجات الحرارة لنهاية الدرفلة، 900 درجة مئوية و 950 درجة مئوية. وقد تم اختيار اثنين من معدلات التشوه 20 و 40% أيضا من أجل دراسة تأثير تصلب على البنية المجهرية والخواص الميكانيكية. وأظهرت نتائج اختبارات الشد على أن انخفاض درجة حرارة لنهاية الدرفلة تسمح للحصول في الوقت ذاته على خواص مجهرية مرضية و الميكانيكية المطلوبة. وعلاوة على ذلك، فقد وجد أنه كلما ارتفع معدل التشوه، إزدادت مقاومة الفولاذ. أدى باستبدال الحالة البرليت في الفولاذ HSLA التقليدي بالحالة المرتنسايت إلي مزيج ممتاز قوة / ليونة . بشكل عام، فإن الفولاذ مزدوج الحالات يمتلك ليونة أعلى من الفولاذ HSLA التقليدي على مستوى قوة معينة. وقد تفاوتت نسبة ومورفولوجية الحالة المرتنسايت عن طريق التحكم في درجة الحرارة. ولوحظ أن حد المرونة و القوة الشد تعتمد على نسبة ومورفولوجية الحالة المرتنسايت.

Remerciements

A l'issue de ce travail, je souhaite tout d'abord remercier le Professeur Sahraoui Tahar pour avoir accepté de diriger cette thèse. Je lui exprime ma reconnaissance pour l'ensemble de ses conseils avisés et pour son aide précieuse, notamment lors de la phase finale de ce travail. Il a su me communiquer son dynamisme, son enthousiasme et sa passion. Ce fut un réel plaisir de travailler ensemble. Outre sa grande compétence scientifique, sa qualité humaine ont permis de générer un environnement de travail efficace

Je tiens à exprimer ma gratitude envers le Professeur Hadji Mohamed, qui est à l'origine de ce travail, qui m'a conseillé dès que cela était nécessaire. J'ai apprécié sa disponibilité.

J'ai effectué les traitements thermomécaniques (laminage) au sein du Centre de Recherche et de Développement Métallurgique (CRDM) au Caire (Egypte). Je remercie chaleureusement tous les membres de ce centre pour m'avoir accueilli, aidé et soutenu durant mon séjour. Je remercie Tahar El-Baitar, directeur du laboratoire des essais mécaniques, de m'avoir donné les moyens de travailler dans les meilleures conditions possibles.

Les essais de traction et de résilience ont été effectués au laboratoire des essais mécaniques au sein de la société Alpha- Pipe Ghardaïa. Je tiens à exprimer mes respects les plus distingués ainsi que ma gratitude à Monsieur Chellou Hacene, responsable du laboratoire, qui m'a fort bien accueilli au sein de son laboratoire. Je le remercie pour son aide efficace.

La caractérisation microstructurale par microscopie électronique à balayage (MEB) a été effectuée au Centre de Développement des Technologies Avancées (CDTA) d'Alger. Je remercie vivement madame Belaroussi pour sa disponibilité et son savoir-faire.

Je remercie le professeur Benkhedda Younes d'avoir accepté de présider le jury ainsi que pour le regard critique qu'il a porté sur ce travail. Je désire également remercier tous les membres du jury de cette thèse : Azzaz Mohamed, Kellou Abdelhafid, Feraoun Houda Imene et Temmar Mustapha d'avoir accepté de participer à l'évaluation de mes travaux.

Enfin, j'ai une pensée toute particulière pour ma famille qui m'a aidé à persévérer dans cette voie et qui ont surtout supporté mes humeurs changeantes durant les derniers mois de rédaction. Merci de votre soutien.

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

La mémoire de mon père,

Ma mère,

Mon épouse,

Mes enfants Imene, Douaa, Allaa et Adem,

Mes frères et sœurs

Listes des Figures

Figure 1.1: Cinétiques de dissolution des précipités

Figure 1.2 : la coalescence des grains austénitiques pendant le réchauffage pour différentes additions d'éléments microalliés

Figure 1.3 : Illustration schématique de différentes microstructures de l'austénite qui résultent de diverses conditions de déformation

Figure 1.4 : Schéma de la germination de la ferrite dans un laminage biphasé d'un acier microallié

Figure 1.5: Prédiction du durcissement par précipitation en fonction de la température de bobinage

Figure 1.6 : Diagramme schématique temps-température du laminage contrôlé conventionnel

Figure 1.7 : Effet de la quantité initiale du soluté sur la température de non recristallisation

Figure 1.8 : Diagramme schématique temps-température du laminage contrôlé par recristallisation

Figure 1.9 : Diagramme schématique temps-température du laminage contrôlé par recristallisation dynamique

Figure 1.10: Schéma des modifications microstructurales possibles durant la déformation à chaud

Figure 1.11 : Le schéma de la courbe de contrainte-déformation vraie d'un matériau en cours de restauration dynamique

Figure 1.12: Les étapes de la restauration dynamique

Figure 1.13 : Courbe typique contrainte-déformation d'une recristallisation dynamique, à vitesse de déformation constante

Figure 1.14 : formes caractéristiques des courbes contraintes-déformations démontrant le cas de la recristallisation dynamique : pics multiples et pic unique

Figure 1.15: Illustration schématique de l'évolution de la recristallisation dynamique

Figure 1.16: Effet de la température et la vitesse de déformation sur les cinétiques de recristallisation dynamique

Figure 1.17 : Cinétique de recristallisation statique

Figure 1.18 : effet de la déformation sur les cinétiques de recristallisation statique

Figure 1.19 : Effet de la déformation et de la température sur la taille du grain recristallisé

Figure 1.20 : effet de la température sur les cinétiques de recristallisation statique

Figure 1.21 : Influence des éléments de microalliage sur les cinétiques de recristallisation statique

Figure 2.1: Résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual-phase comparés a d'autre aciers faiblement alliés.

Figure 2.2 : Un diagramme schématique montrant la production d'un acier dual-phase

Figure 2.3 : Structure Dual-phase obtenue après recuit intercritique à la température 760 °C

Figure 2.4 : Micrographie, obtenue en microscopie électronique à transmission, montrant les dislocations dans l'interface ferrite/martensite

Figure 2.5 : Influence du taux de martensite sur la limite d'élasticité

Figure 2.6: une représentation schématique des microstructures biphasées de base

Figure 2.7 : Pourcentage de martensite dans un acier dual-phase à 1.5%Mn en fonction de la concentration en carbone et la température intercritique

Figure 2.8 : diagramme Fe-C montrant l'effet de la concentration en carbone dans l'acier et la température intercritique sur la quantité de l'austénite formée

Figure 2.9 : Allures des courbes de traction

Figure 2.10: Courbe Contrainte-déformation des aciers dual-phase à 1.5 % Mn pour différentes concentration en carbone, chauffés à 760 °C

Figure 3.1: Différents traitements thermiques développés pour produire une structure Dual-Phase (a) IQ-Eau (b) IQ-Air (c) SQ

Figure 3.2: Image originale en niveaux de gris

Figure 3.3: Histogramme de l'image de la figure 3.2

Figure 3.4: Image binarisée

Figure 4.1 : Microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénisation

Figure 4.2 : Microstructure de l'acier X70 à différentes températures d'austénitisation

Figure 4.3: Evolution de la $Re_{0.2}$ en fonction de la température d'austénisation

Figure 4.4: Evolution de l'allongement en fonction de la température d'austénisation

Figure 4.5 : Microstructure de l'acier X52 pour différentes séries thermomécaniques

Figure 4.6 : Microstructure de l'acier X70 pour différentes séries thermomécaniques

Figure 4.7: Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement IQ-W, à différentes températures intercritiques

Figure 4.8: Microstructure Optique de l'acier X52 après traitement IQ-W, à différentes températures intercritiques

Figure 4.9: Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement IQ-A, à différentes températures intercritiques

Figure 4.10: Microstructure Optique de l'acier X52 après traitement IQ-A, à différentes températures intercritiques

Figure 4.11: Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement SQ, à différentes températures intercritiques

Figure 4.12: Microstructure Optique de l'acier X52 après traitement SQ, à différentes températures intercritiques

Figure 4.13: Evolution de la limite conventionnelle d'élasticité en fonction de la température intercritique pour les aciers X52 et X70

Figure 4.14: Evolution de la résistance à la traction en fonction de la température intercritique pour les aciers X52 et X70

Figure 4.15: Evolution de l'allongement à la rupture en fonction de la température intercritique pour les aciers X52 et X70

Figure 4.16 : Courbe de traction typique d'une structure DP présentant une continuité élastique (a) X70 IQ-A 740 °C (b) X52 IQ-A 740 °C

Figure 4.17 : Variation du coefficient d'érouissage en fonction des températures intercritiques

Figure 4.18: Faciès de rupture de l'acier X70 selon le traitement IQ-W

Figure 4.19: Faciès de rupture de l'acier X52 selon le traitement IQ-W

Figure 4.20: Faciès de rupture de l'acier X70 après Traitement thermique SQ

Figure 4.21: Faciès de rupture de l'acier X52 après Traitement thermique SQ

Figure 4.22: Faciès de rupture de l'acier X70 selon le traitement IQ-A

Figure 4.23: Evolution de l'énergie absorbée lors d'un essai de Charpy en fonction de la température d'essai pour différents traitements thermiques d'un acier X70

Figure 4.24: Evolution de l'énergie absorbée lors d'un essai de Charpy en fonction de la température d'essai pour différents traitements thermiques d'un acier X52

Figure 4.25: Fractographie par MEB de l'acier X70 rompu à la température ambiante pour différents traitements thermiques (ICT = 780 °C)

Figure 4.26: Fractographie par MEB de l'acier X52 rompu à la température ambiante pour différents traitements thermiques (ICT = 780 °C)

Figure 4.27: Fractographies par MEB de l'acier X70 rompu à $T = -40$ °C pour différents traitements thermiques (ICT = 780 °C)

Figure 4.28 : Fractographies par MEB de l'acier X52 rompu à $T = -40$ °C pour différents traitements thermiques (ICT = 780 °C)

Liste des Tableaux

Tableau 1.1 : Les variations microstructurales pour chaque étape du laminage contrôlé

Tableau 3.1 : Composition chimique des aciers X52 et X70

Tableau 3.2: paramètres thermomécaniques

Tableau 4.1: La valeur et le pourcentage du Niobium dissout dans l'austénite

Tableau 4.2 : Evolution de la dureté en fonction de la température de fin de laminage

Tableau 4.3: Propriétés de traction des aciers X52 et X70 en fonction des températures intercritiques

Tableau 4.4: Les propriétés intrinsèques des phases ferrite et martensite

Tableau 4.5: Les coefficients d'écrouissage des aciers X52 et X70 pour différentes températures intercritiques

Tableau 4.6: Les propriétés Charpy des aciers dual phase X52 et X70 lors des différents traitements thermiques IQ-W, IQ-A et SQ

Tableau 4.7 : Propriétés de résilience des aciers X52 et X70 aux températures -20 °C et 20 °C

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	17
Chapitre 1. Laminage à chaud des aciers à haute limite élastique HLE	
1-1 INTRODUCTION	20
1-2 TEMPERATURE DE RECHAUFFAGE	21
1.2.1 Remise en solution des précipités	22
1.2.1.1 Solubilité dans l'austénite	22
1.2.2 Croissance des grains au réchauffage	23
1-3 TEMPERATURE DE LAMINAGE	24
1-4 TEMPERATURE DE FIN DE LAMINAGE	25
1-5 TEMPERATURE DE BOBINAGE	28
1-6 TYPES DE LAMINAGE CONTROLE	30
1-6-1 Laminage Contrôlé Conventionnel (CCR)	31
1-6-2 Laminage Contrôlé par Recristallisation (RCR)	32
1-6-3 Laminage Contrôlé par Recristallisation Dynamique (DRCR)	33
1- 7 LA METALLURGIE DE DEFORMATION A CHAUD DES ACIERS	34
1-7-1 Phénomènes Métallurgiques pendant la déformation	35
1-7-1-1 Ecrouissage	35
1-7-1-2 Restauration dynamique	36
1-7-1-3 Recristallisation Dynamique	39
1-7-1-3-a Effet des paramètres thermomécaniques sur les cinétiques de recristallisation dynamique et sur la structure	43

1-7-2 Phénomènes Métallurgiques après la déformation	46
1-7-2-1 Restauration statique	46
1-7-2-2 Recristallisation statique	46
1-7-2-3 Spécificités du phénomène de recristallisation statique	47
1-7-2-4 Effet du taux de déformation sur les cinétiques de recristallisation	48
1-7-2-5 Effet de la température sur les cinétiques de recristallisation	49
1-7-2-6 Effet de la composition chimique sur les cinétiques de recristallisation	51

Chapitre 2: Les aciers Dual-Phases

2-1 INTRODUCTION	53
2-2 GENERALITES SUR LES ACIERS DUAL PHASE	54
2-2-1 Production des aciers Dual Phase	56
2-2-2 Composition chimique des aciers Dual Phase et rôle des éléments d'alliage	56
2-3 LA MICROSTRUCTURE DES ACIERS DUAL-PHASE (DP)	56
2-3-1 Proportion de martensite	58
2-3-2 Taille et répartition des îlots de martensite	59
2-3-3 Morphologie des îlots de martensite	60
2-3-4 Taux du carbone dans la martensite	61
2-3-5 Caractéristiques des grains de ferrite	62
2-4 PROPRIETES MECANIKES TYPIQUES DES ACIERS DUAL-PHASE	62
2-4-1 Absence de palier élastique dans les aciers Dual-Phases	65
2-4-2 Phénomène d'écrouissage	66

Chapitre 3 : Matériaux et techniques expérimentales

3-1 Matériaux utilisés	68
3-2 Traitements thermomécaniques	68
3-2-1 Installation du laminage à chaud	69
3-2-2 Programmes du procédé thermomécanique	69
3-3 Traitements Thermiques	69
3-3-1 Effet de la température d'austénisation	70
3-3-2 Développement d'une structure Dual-phase	70
3-3-2-1 Traitement (IQ-W): Intermediate Quenching Water	70
3-3-2-2 Traitement (IQ-A): Intermediate Quenching Air	70
3-3-2-3 Traitement (SQ): Step Quenching	70
3-4 Caractérisations mécaniques	72
3-4-1 Traction	72
3-4-2 Résilience	72
3-5 Caractérisations microstructurales	72
3-5-1 Microscopie optique	73
3-5-2 Microscopie électronique à balayage	73
3-6 Détermination de la proportion des phases	73

Chapitre 4 : Interprétations des résultats

4-1 Effet des paramètres thermomécaniques sur la microstructure et les propriétés mécaniques	77
4-1-1 Effet de la température d'austénitisation sur la microstructure et les propriétés de traction	77
4-1-2 Effet de la température de fin de laminage	83
4-1-2-1 Détermination de la température de non-recristallisation	83

4-1-2-2 Effet de la température de fin de laminage sur la microstructure	84
4-1-2-3 Effet de la température de fin de laminage sur les propriétés de traction	88
4-2 Développement des structures Dual-Phase	89
4-2-1 Introduction	89
4-2-2 Evolution Microstructurale des structures Dual-Phase	89
4-2-2-1 Traitement I.Q.Eau (IQ-W)	90
4-2-2-2 Traitement I.Q.Air (IQ-A)	91
4-2-2-3 Traitement (S.Q.)	93
4-2-3 Evolution des contraintes ($Re_{0,2}$) et (R_m)	95
4-2-4 Ductilité	100
4-2-5 Phénomène d'élasticité continue	101
4-2-6 Phénomène d'écrouissage	105
4-3-7 Modes de rupture lors d'un essai de traction	109
4-2-8 Propriétés mécaniques lors d'un essai de résilience	117
4-2-9 Modes de rupture lors d'un essai de résilience	123
Conclusions et recommandations	129

Références Bibliographiques

Introduction Générale

La localisation géographique des ressources en énergies fossiles (pétrole et gaz naturel) en Algérie est très éloignée des centres de consommation situés dans les zones industrialisées. L'acheminement de ces ressources sur de grandes distances s'opère par pipelines. La réalisation d'infrastructures comme des pipelines sur des centaines, voir des milliers de kilomètres, doit répondre à des impératifs de rentabilité et de sécurité. La limite d'élasticité et la ténacité sont deux propriétés d'emploi fondamentales exigées aux aciers pour pipelines. Elles répondent chacune à une demande bien précise. L'augmentation des limites d'élasticité conditionne la rentabilité des infrastructures. Par contre, une bonne ténacité est motivée par des impératifs de sécurité des installations pour éviter la ruine de la structure par propagation rapide des fissures. L'enjeu majeur du développement des aciers pour pipelines est de concilier de hautes limites d'élasticité et des ténacités élevées. Pour parvenir à cet objectif, les aciers microalliés produits par laminage à chaud ont permis l'augmentation du grade jusqu'aux aciers X70 par affinement de la taille de grain. La maîtrise du procédé de laminage à chaud, en optimisant les paramètres thermomécaniques, a permis d'augmenter la limite d'élasticité des aciers pour pipelines depuis le grade X52 jusqu'aux grades X70 employés de nos jours par la SONATRACH. Et cela sans défavoriser la résilience des aciers en question. Les aciers à haute limite élastique (HLE) sont des aciers à haute résistance mécanique caractérisés par de faibles additions de niobium (Nb), de vanadium (V) et/ou de titane (Ti). Ces éléments dont l'affinité pour le carbone sont très forts, et qui forment des carbures solubles à haute température. Le rôle de ces carbures est double: en premier lieu, ils empêchent la croissance des grains austénitiques pendant le laminage; en second lieu, puisqu'ils sont très petits et finement dispersés, ils favorisent le durcissement par précipitation. Les propriétés mécaniques des aciers (HLE) sont affectées par des paramètres de traitements thermomécaniques, composition chimique et traitements thermiques. La production des aciers (HLE) laminés à chaud nécessite des opérations bien spéciales pour améliorer les propriétés mécaniques. Le

laminage contrôlé donne des grains austénitiques fins et/ou des grains d'austénite fortement déformés, qui durant le refroidissement se transforment en grains ferritiques fins qui améliore d'une façon remarquable la résilience avec l'augmentation de la limite élastique.

La précipitation, pendant ou après la déformation, mène à un durcissement supplémentaire. Le laminage à chaud est généralement effectué à une température supérieure à celle à laquelle l'austénite recristallise pendant que la brame est réduite à son épaisseur finale. Les propriétés mécaniques de l'acier sont affectées par paramètres de traitement thermomécaniques, composition chimique et traitement thermique. Il serait souhaitable de produire une relation entre les propriétés mécaniques et les variables contrôlées.

Ces aciers ont investi particulièrement les domaines industriels du bâtiment, du transport et de la pétrochimie. L'usage des aciers HLE dans l'industrie du bâtiment a permis une réduction considérable de la section des produits, entraînant des économies dans la réalisation des ouvrages (grands projets d'urbanisation, ponts, etc.).

L'usage des aciers HLE dans l'industrie automobile a entraîné une réduction significative de la masse des véhicules conduisant à des économies aussi bien dans la fabrication que dans la mise en service, garantissant ainsi une réduction de la consommation énergétique. L'usage des aciers microalliés dans l'industrie pétrochimique a permis, entre autres, la réalisation de pipelines, avec des diamètres toujours croissants, opérationnels dans des conditions extrêmes (Mer du Nord, Sibérie, etc.)

Un acier à haute limite élastique atteint sa résistance essentiellement par raffinement de grain, et par précipitation. Cependant à l'exception du raffinement du grain, la plupart des procédés utilisés pour augmenter la résistance ont tendance à diminuer la ductilité. Un des chemins suivis pour surmonter ce problème est de développer des aciers à plusieurs phases dans lesquelles les constituants sont responsables pour les différentes exigences des propriétés mécaniques. L'exemple typique d'un acier à plusieurs phases est l'acier **dual-phase**.

Les aciers Dual-Phase (DP) sont une classe des aciers (HLE) dont la microstructure est constituée d'une matrice ferritique à grains équiaxes et d'îlots de martensite répartis dans la matrice. La microstructure recherchée est

obtenue par recuit intercritique dans le domaine ferrite/austénite suivi d'un refroidissement rapide permettant d'assurer la transformation de l'austénite.

Les objectifs de cette thèse sont : en premier lieu établir une relation entre les paramètres thermomécaniques et les propriétés mécaniques des aciers (HLE) de nuance X52 et X70, et en second lieu développer une structure dual-phase (ferrite+martensite) dont la martensite présente différentes morphologies. Le manuscrit de thèse que nous présentons ici est subdivisé en quatre chapitres:

- De manière à comprendre l'influence des paramètres du procédé du laminage à chaud sur les propriétés des aciers, nous rappelons, dans le premier chapitre, des notions essentielles sur les aspects métallurgiques de la transformation de phase. Nous donnons ensuite une description détaillée de ce procédé, en montrant l'importance des paramètres thermomécaniques pour l'obtention du produit final possédant les propriétés mécaniques souhaitées.
- Le deuxième chapitre est consacré à un aperçu de la littérature de la recherche disponible sur les aciers DP: la formation de la microstructure, la structure de phase et les propriétés, les effets de la composition chimique, les températures intercritiques, et les morphologies de phase sur les propriétés mécaniques.
- Le troisième chapitre de cette étude concerne les matériaux sélectionnés pour cette étude, ainsi la caractérisation du point de vue des microstructures (optique et MEB) et des propriétés mécaniques (dureté, traction et résilience).
- Le quatrième chapitre expose les différents résultats et leurs interprétations et l'établissement d'un lien entre les propriétés mécaniques et les paramètres microstructuraux. Nous montrons comment certains paramètres du procédé (température de fin de laminage, taux de déformation) peuvent conduire à différents états métallurgiques de la ferrite. Nous donnons ensuite, sur la base de ces observations, une interprétation qualitative de deux propriétés mécaniques particulières de ces tôles d'acier. En second lieu, nous présentons comment la variation des modes de traitements thermiques peut influencer la morphologie de la martensite et delà les propriétés mécaniques des structures dual-phase.

Les conclusions qui rappelleront les résultats obtenus, et les perspectives envisagées à cette étude sont finalement dégagées à la fin de ce manuscrit.

Chapitre 1

Laminage à chaud des aciers à haute limite élastique HLE

1-1 INTRODUCTION

L'intérêt traditionnel du laminage à chaud était simplement de réduire la section de l'acier. Cependant, avec l'utilisation des éléments d'alliage tels que Nb, V, et/ou Ti, le laminage à chaud à des températures contrôlées est aussi utilisé pour conditionner l'austénite afin d'avoir une fine taille de grain ferritique durant le refroidissement. Cette méthode, est dite laminage contrôlé [1]. Le laminage contrôlé est un procédé pour lequel, aux différentes étapes du laminage, les températures sont contrôlées, la quantité de réduction par passe est déterminée, et la température de fin de laminage est définie avec précision. La maîtrise de ces paramètres conduit d'abord à une structure austénitique fine, résultant de la conjugaison des phénomènes de recristallisation-précipitation et ensuite après la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, à une structure ferrito-perlitique dont la finesse est la garantie de bonnes propriétés de résistance et de ténacité. Le laminage contrôlé est devenu maintenant de plus en plus applicable aux aciers à haute limite élastique HLE avec des compositions soigneusement choisies pour donner des propriétés mécaniques optimales à la température ambiante. Les principaux paramètres du laminage contrôlé sont:

- ◆ Température de réchauffage.
- ◆ Température et taux de laminage.
- ◆ Température de fin de laminage.
- ◆ Température de bobinage.

Les différentes étapes de laminage contrôlé ont un effet intense sur le développement de la microstructure, qui a un rapport direct avec les propriétés mécaniques finales. Les phénomènes métallurgiques, qui se produisent pendant ces étapes, sont montrés dans le tableau 1.1.

Tableau 1.1 : Les variations microstructurales pour chaque étape du laminage contrôlé

Différentes étapes du laminage contrôlé	Changement microstructural
Température de réchauffage	<ul style="list-style-type: none"> • Dissolution des précipités • Coalescence du grain austénitique
Température de laminage	<ul style="list-style-type: none"> • Recristallisation • Croissance du grain
Température de fin de laminage	<ul style="list-style-type: none"> • Précipitation • Transformation de la ferrite
Température de bobinage	<ul style="list-style-type: none"> • Coalescence du grain ferritique • Précipitation. • Transformation de la ferrite

1-2 TEMPERATURE DE RECHAUFFAGE:

Le réchauffage des aciers au carbone et des aciers microalliés a deux objectifs principaux. Le premier, d'ordre mécanique, est simplement de porter le métal à une température suffisante pour diminuer les efforts de formage, accroître la ductilité de l'acier de façon à pouvoir lui appliquer des déformations importantes, et de terminer le laminage dans le domaine austénitique. Le second objectif est la remise en solution des précipités apparus au cours de la solidification, en premier lieu parce qu'ils sont trop gros, et donc pas assez nombreux pour contribuer au durcissement de l'acier à température ambiante, et parce que les éléments tels que le niobium, le titane ou le vanadium qui jouent un rôle très important sur l'évolution de la structure au cours du laminage. Nous verrons également que la dissolution des précipités a un effet important sur la taille du grain austénitique de réchauffage.

1-2-1 Remise en solution des précipités

La remise en solution des précipités est un objectif si important que les températures de réchauffage sont la plupart du temps fixées de façon à atteindre une remise en solution quasi complète, voire complète, des éléments microalliés, (Ti, Nb et V). De nombreux auteurs ont déterminé les lois de remise en solution des principaux précipités présents dans les aciers. [2][3][4]

$$\begin{aligned} \text{Log}_{10} (\text{Nb})(\text{C}) &= - \frac{7510}{T} + 2.96 & \text{Log}_{10} (\text{Nb})(\text{N}) &= - \frac{9940}{T} + 3.82 \\ \text{Log}_{10} (\text{V})(\text{C}) &= - \frac{9500}{T} + 6.72 & \text{Log}_{10} (\text{Ti})(\text{C}) &= - \frac{7000}{T} + 2.75 \\ \text{Log}_{10} (\text{V})(\text{N}) &= - \frac{8330}{T} + 3.40 & \text{Log}_{10} (\text{Ti})(\text{N}) &= - \frac{8000}{T} + 0.32 \end{aligned}$$

À partir de ces équations et de la teneur des éléments, il est aisé de calculer la température de remise en solution du précipité considéré. Inversement, il est possible de calculer, à une température donnée, la quantité des éléments respectifs en solution solide.

1-2-1-1 solubilité dans l'austénite:

La grande solubilité du carbone dans l'austénite empêche la précipitation de la cémentite à haute température. Cependant, de faibles additions d'éléments comme Nb, V et Ti réagissent avec le carbone et l'azote, formant, dans l'austénite, des carbures, nitrures ou carbonitrures. On constate, à partir de la **figure 1.1**, qu'en règle générale, la solubilité dans l'austénite des nitrures d'un élément dispersoïde donné est inférieure à celle de ses carbures.

La solubilité de ses carbonitrures est intermédiaire entre celle de ses nitrures et celle de ses carbures. On remarque que seuls les carbures de vanadium VC sont mis en solution dans l'austénite à des températures relativement basses (900 à 1000 °C). [5]

La précipitation des carbonitrures est très efficace pour retarder la migration des joints de grains et éviter le grossissement des grains d'austénite, ce qui conduit à une microstructure fine avec de bonnes propriétés mécaniques.

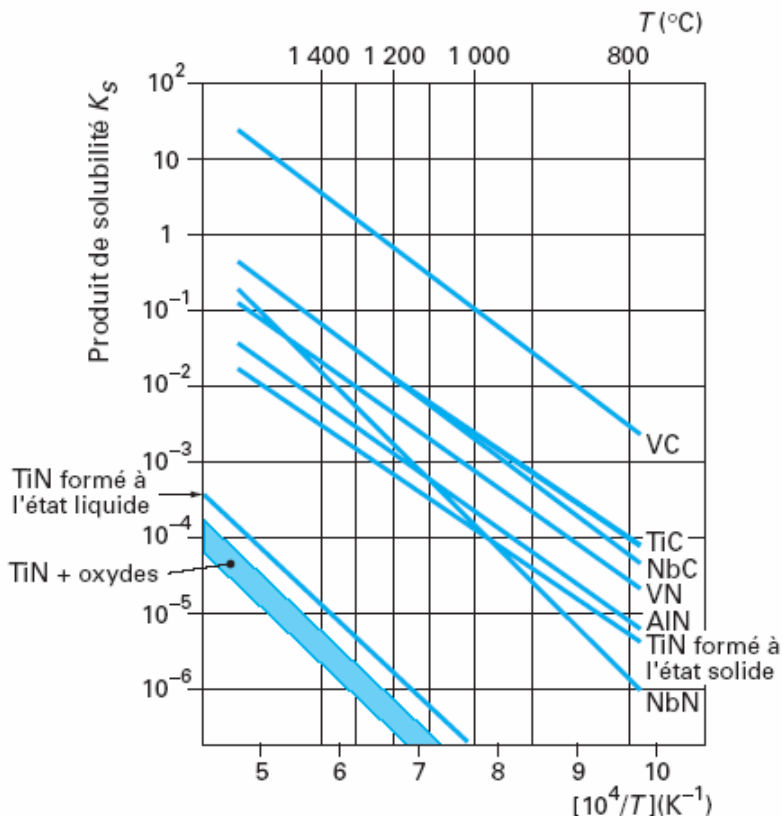


Figure 1.1: Cinétiques de dissolution des précipités. [5]

1-2-2 Croissance des grains au réchauffage

La **figure 1.2** montre le comportement de la coalescence des grains austénitiques pendant le réchauffage pour différentes additions d'éléments microalliés [6]. La région hachurée de la courbe représente la température de la coalescence des grains (T_{gc}) pour chaque cas d'acier. La (T_{gc}) est contrôlée par la stabilité et la solubilité des précipités, qui immobilisent les grains austénitiques. La stabilité de ces précipités est contrôlée par leur composition. Pour la plupart des classes commerciales des aciers, la mise en solution complète des carbures de Vanadium (VC) est attendue à 920 °C, et les nitrures de vanadium (VN) à des températures plus élevées, alors que Nb (CN) et TiN exigent des températures dans la gamme 1150-1300 °C. Les précipités non dissous, en particulier TiN, aide à empêcher la coalescence des grains d'austénite en immobilisant les joints de grain d'austénite [7][8].

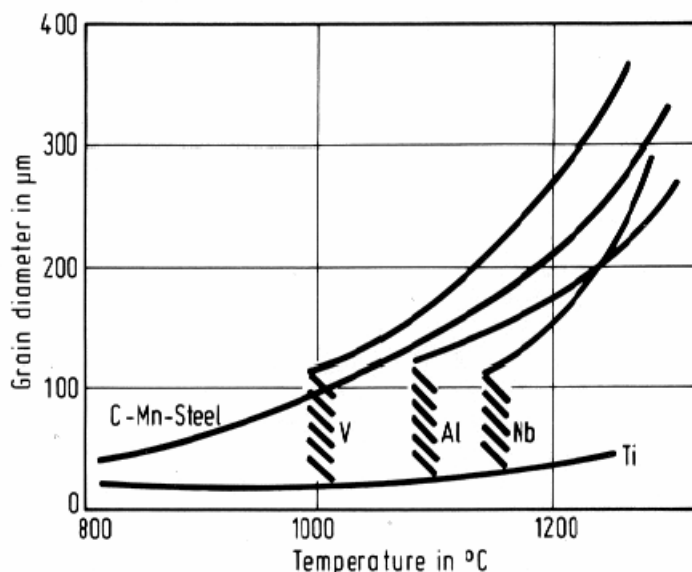


Figure 1.2 : la coalescence des grains austénitiques pendant le réchauffage pour différentes additions d'éléments microalliés [6]

Le comportement de la coalescence des grains d'austénite pour différents aciers au Nb et au V a été encore le sujet d'une étude extensive [9]. Il a été démontré que les aciers au Nb ont des températures de la coalescence des grains (T_{gc}) plus élevées que celles des aciers au V. Le maximum de la température de la coalescence des grains (T_{gc}) se produit à un rapport stœchiométrique dans les aciers au Nb, alors que pour les aciers au V cela est moins marqué. L'augmentation de la teneur du Nb affine la taille des grains austénitiques à toutes les températures jusqu'à 1200 °C, probablement à cause des Nb (C, N) non dissous.

1-3 TEMPERATURE DE LAMINAGE

L'objectif métallurgique du début de laminage est de réaliser une taille de grain d'austénite recristallisé la plus fine possible avant l'étape de finition, et elle est achevée aux températures au-dessus de 1000 °C. Pendant l'étape de dégrossissage, la majeure partie de la déformation plastique a lieu, et l'affinement des grains d'austénite est réalisé par recristallisation répétée. Kwon

[10] a montré que la recristallisation dans les aciers au Nb précède la précipitation à 1000 °C, entraînant une structure à grain partiellement recristallisée pendant le temps d'interpasse. La recristallisation partielle doit être évitée au stade de laminage de dégrossissage pour bénéficier de l'uniformité des grains et les propriétés mécaniques du produit final. Par conséquent, les passes de dégrossissage doivent être accomplies à une température supérieure à 1000 °C. Une caractéristique importante résultant de la microstructure de l'austénite est la taille des grains. Tant que la recristallisation est complète, l'affinement des grains peut être obtenu progressivement, avec la taille du grain recristallisé [19]

La taille du grain recristallisé diminue avec l'augmentation de la déformation, la diminution de la taille des grains austénitiques initiaux, et la diminution de la température. Une grande déformation génère une forte densité de dislocation et introduit de sous-grains plus petits, ce qui augmente la densité des sites de germination de la recristallisation statique, ce qui entraîne de nouveaux grains plus fins. L'effet de la taille initiale du grain austénitique peut être rationalisé, en supposant que la germination prédominante se produit aux joints de grain et que la vitesse de germination par région de joints est indépendante de la taille du grain [7].

1-4 TEMPERATURE DE FIN DE LAMINAGE

Le comportement de l'austénite lors de la déformation à chaud à différentes températures peuvent être observés dans la **figure 1.3** [11]. Cette figure montre l'influence à la fois de la température de déformation et du taux de déformation sur la microstructure de l'austénite statiquement recristallisée. Lorsque la température de déformation diminue, tels que la recristallisation devient de plus en plus difficile, une microstructure partiellement recristallisée est observée. Quand les réductions sont appliquées à des températures au-dessous de la température de non recristallisation (T_{nr}), les grains austénitiques sont allongés dans la direction de laminage, et les bandes de

déformation se forment dans les grains non recristallisés. Quand la température baisse, la recristallisation devient plus difficile et atteint un stade où elle cesse.

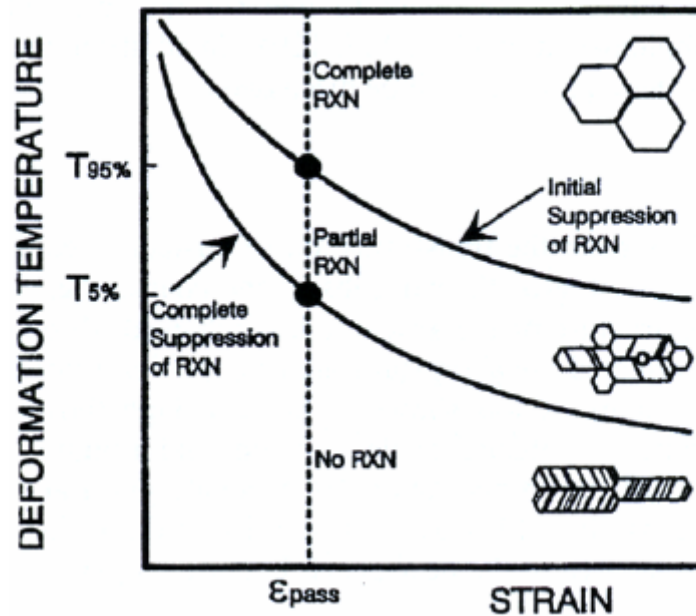


Figure 1.3 : Illustration schématique de différence

microstructure de l'austénite qui résulte de diverse condition de déformation [11]

Une microstructure complètement non recristallisée est présente lorsque la déformation de l'austénite se produit au-dessous de la température de fin de recristallisation. Par conséquent, il est très important de produire cet état de déformation de l'austénite, qui se réalise par l'élimination et/ou le retardement de la recristallisation après déformation [12]. La densité de défauts cristallins (les joints de grain, les bandes de déformation, etc.) augmente avec la déformation dans la région non recristallisée. Ces défauts agissent comme sites de germination pour la ferrite pendant un subséquent refroidissement.

La température de fin de laminage (FRT) influence la taille du grain ferritique et les propriétés mécaniques. Il y a trois possibilités de la (FRT): (a) FRT dans la région d'austénite recristallisée, (b) FRT dans la région d'austénite non-recristallisée, (c) FRT dans la région austénite + ferrite.

a) Quand la (FRT) est dans la région d'austénite recristallisée, on obtient une structure d'austénite entièrement recristallisée qui après transformation produit une microstructure de ferrite recristallisée. La ferrite germe sur les joints de grain d'austénite. La taille du grain de la ferrite transformée (d_α) dépendra de la taille du grain d'austénite recristallisé (d_γ) et de la vitesse de refroidissement à partir de la (FRT).

$$d_\alpha = 3.75 + 0.18d_\gamma + 1.4 \left(\frac{dT}{dt} \right)^{-\frac{1}{2}}$$

b) Si la (FRT) est dans la région d'austénite non recristallisée, la structure d'austénite est de forme allongée avant transformation. L'allongement des grains a lieu parce que la recristallisation est retardée par des éléments tels que le niobium. La déformation de l'austénite au-dessous de sa température de recristallisation introduit des bandes de déformation. Dans ce cas la ferrite germe non seulement sur les joints de grain d'austénite mais également sur des bandes de déformation [13]. La densité des bandes de déformation dépend principalement de la réduction et légèrement affectés par la température de déformation et la vitesse de la déformation.

c) Quand la (FRT) est dans la région biphasée ($\gamma+\alpha$), une structure de ferrite déformée (qui peut être recristallisé), et de la perlite est formée [14]. Ceci est schématiquement montré sur la **figure 1.4**. Il a été présumé que l'austénite est recristallisée à une structure de grains équiaxe avant la fin du laminage dans la région biphasée. Dès que la température chutera au-dessous de la température Ar_3 de l'acier, la ferrite germe sur les joints de grain d'austénite. La déformation dans la région biphasée durcit l'austénite et les grains récemment formés de ferrite. Sous l'influence de la température, le procédé de restauration s'installe, et l'austénite et la ferrite développent des sous-structures [15]. Les nouveaux grains de la ferrite germinent sur des joints de grain d'austénite déformés et également sur des dislocations. Les précipités des éléments microalliés stabilisent la sous-structure en retardant la recristallisation. La croissance des nouveaux grains de la ferrite récemment formée sur les joints de grain d'austénite sera empêchée par les joints des sous-grains. Quand la température chute au-dessous de Ar_1 , l'austénite restante se transforme en

perlite. Ainsi une structure de ferrite fine, et de perlite se formera à la température ambiante.

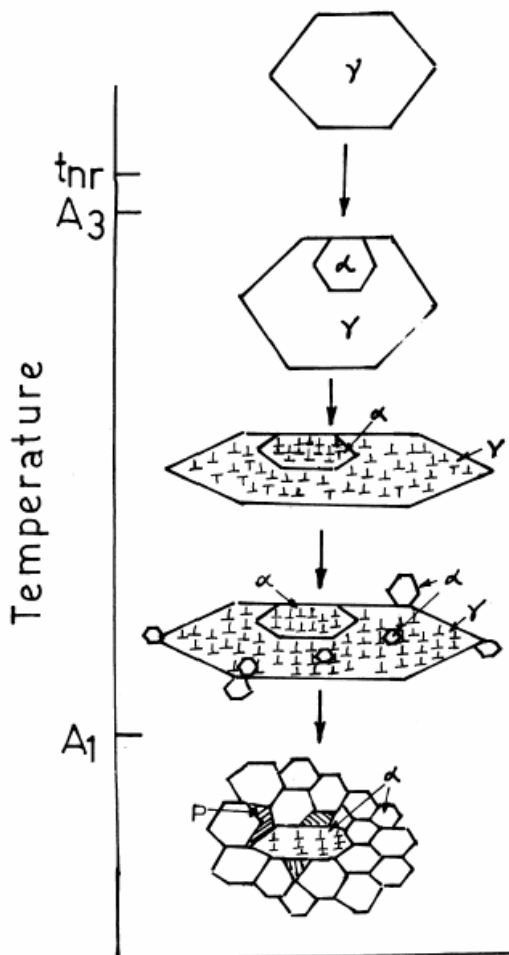


Figure 1.4 : Schéma de la germination de la ferrite dans un laminage biphasé d'un acier micro allié [16]

1-5 TEMPERATURE DE BOBINAGE

Les températures de bobinage (CT) d'une bande à chaud influencent la taille du grain de la ferrite et sa morphologie, espacements inter-lamellaire de la perlite, et la morphologie des précipités. En variant les températures de fin de laminage et les vitesses de refroidissement, la température de bobinage peut être contrôlée. Il y a deux possibilités : (i) une basse température de bobinage et (ii) une haute température de bobinage.

(i) Une basse température de bobinage peut s'étendre environ de 650-550°C. La morphologie allongée des grains d'austénite peut être préservée en supprimant la recristallisation par le refroidissement à l'eau en particulier pour l'acier microallié au Nb. Au cours du bobinage, la ferrite germe sur les joints de grain d'austénite et à l'intérieure de l'austénite sur d'autres défauts. Ceci devrait conduire à une taille du grain ferritique équiaxe et fine après transformation. Un refroidissement plus rapide associé à une température de bobinage beaucoup plus basse (~ 550°C) facilite à Al et N de rester en solution [17] dans la bande en plus de la formation des grains ferritique extrêmement fins. Dans un acier à faible teneur en carbone (C ~ 0.04%) avec du Nb, un refroidissement trop rapide n'est pas nécessaire, étant donné avec la présence des carbonitrides, la recristallisation l'austénite devient lente et la bande peuvent toujours entrer dans la bobineuse avec une austénite de morphologie allongée. Cela permettra d'assurer une taille des grains ferritique plus fine après transformation et une précipitation adéquate de carbonitrides de niobium fins dans la bande à chaud.

(ii) Une haute température de bobinage peut être bien au-dessus de A_1 . Ceci est exigé pour quelques types d'acier à faible teneur en carbone exigeant le laminage à froid [18]. Quand la température de bobinage est au-dessus de A_1 , la ferrite et l'austénite coexistent avant le passage dans la bobineuse. L'austénite qui a une solubilité plus élevée en carbone devient plus riche en carbone et après la transformation en ferrite, des ilots de cémentite apparaissent sur les joints de grain.

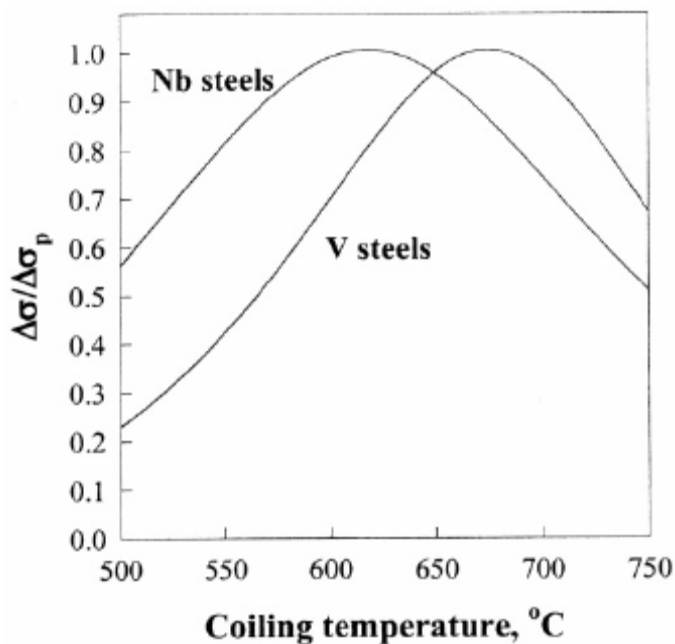


Figure 1.5: Prédiction du durcissement par précipitation en fonction de la température de bobinage [19]

Militzer [19] a présenté l'effet des températures de bobinage sur la limite conventionnelle d'élasticité d'un acier microallié vanadium-azote. Il a montré qu'il existe une température optimale de bobinage, où la limite d'élasticité est maximale. La résistance des bobines diminue à basse température en raison de l'absence de précipitations, et à des températures élevées, dues au sur-revenu (overaging) des précipités de nitrure de vanadium, résultant de la faible vitesse de refroidissement dans les bobines. Ceci est clairement décrit à la **figure 1.5**, où la relation entre le durcissement par précipitation en fonction des températures de bobinage pour les aciers microalliés au Vanadium et au Niobium, est montrée. Les résultats montrent les températures de bobinage idéales pour les aciers au Niobium et les aciers au Vanadium, où le maximum de durcissement par précipitation étant observé à 675 °C pour l'acier aux Vanadium et à 625 °C pour l'acier au Niobium. Le phénomène du pic de la limite conventionnelle d'élasticité en fonction de la température de bobinage a été également trouvé dans d'autres travaux de recherches [20].

1-6 TYPES DE LAMINAGE CONTROLE

Depuis les vingt dernières années, nous avons assisté à une introduction progressive de différents types du laminage contrôlé, qui comprend actuellement.

- Le laminage contrôlé conventionnel C.C.R
- Le laminage contrôlé par recristallisation R.C.R
- Le laminage contrôlé par recristallisation dynamique D.R.C.R

Avec les différentes méthodes du laminage contrôlé, les propriétés attractives peuvent être transmises aux matériaux dans les conditions du laminage à chaud. L'utilisation du laminage contrôlé mène à la production des aciers avec presque deux fois la limite élastique des aciers produits par les méthodes de laminage traditionnel. Cette augmentation de la limite élastique est accompagnée par une augmentation de la résilience, qui résulte directement du raffinement du grain ferritique causé par le laminage contrôlé.

1-6-1 Laminage Contrôlé Conventionnel (CCR)

Le laminage contrôlé conventionnel (CCR) était le premier type du laminage contrôlé à avoir une utilisation commerciale. Autour de 8 à 10 % du tonnage d'acier laminé annuellement est maintenant produit dans ce sens. Ce processus est développé pour la production des plaques pour la fabrication des pipelines « gazoducs - oléoducs », pour lesquels les limites élastiques exigées varient entre 350 et 490 MPa. Au premier lieu, les grains grossiers de l'austénite réchauffée sont affinés par recristallisation répétée. Le laminage contrôlé conventionnel est conduit en suite au-dessous de (T_{nr}) de sorte que l'allongement de l'austénite est atteint et les grains sévèrement déformés d'austénite fournissent de nombreux emplacements de germination, comme le montre la **figure 1.6**. Pour que cette déformation donne de meilleurs résultats, les réductions appliquées dans cet intervalle de température doivent être importante. En fin, quand les grains de l'austénite déformés se transforment en ferrite, la ferrite produite possède une structure à grains très fins à cause du grand nombre des sites de germination sur les grains austénitiques déformés.

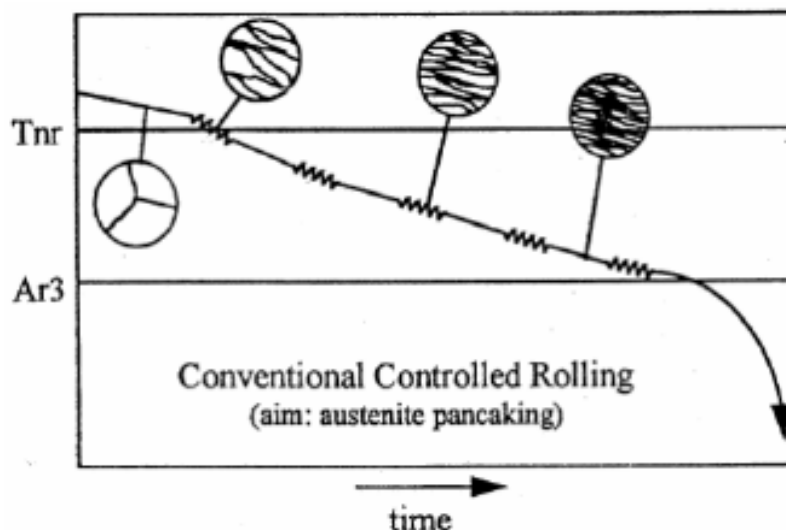


Figure 1.6 : Diagramme schématique temps-température du laminage contrôlé conventionnel [21]

Comme il est montré dans la **figure 1.7**, l'effet du précipité Nb (C, N) fournit le moyen le plus efficace d'accroître la température de fin de recristallisation (T_{nr}). En outre, la recristallisation est entravée à des températures plus élevées avec de faibles teneurs de Nb que pour les autres éléments. Lorsque On réchauffe les brames, la température est généralement assez élevée pour que le Nb soit en solution. Au cours de laminage, le Nb forme des nitrures, des carbures et / ou des carbonitrures qui retarde efficacement la recristallisation [22][23][24].

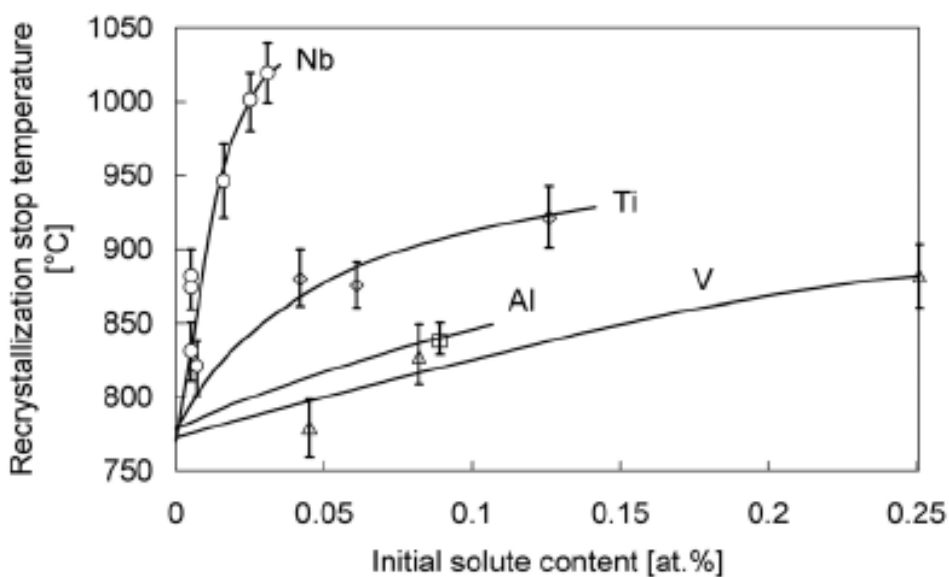


Figure 1.7 : Effet de la quantité initiale du soluté sur la température de non recristallisation [25].

1-6-2 Laminage Contrôlé par Recristallisation (RCR)

Comme il a été décrit ci-dessus, le laminage contrôlé est généralement basé sur l'utilisation de faibles températures de finition entre 800 et 900 °C, avec le résultat que des fines tailles de grains ferritique apparaissent après transformation. Cependant, une telle définition est non appropriée pour certains produits, qui ne peuvent pas être finis à telles faibles températures dues aux charges excessives du laminage. Le laminage contrôlé par recristallisation (RCR) signifie que le laminage est conduit au-dessus de la température de non-recristallisation, et que la recristallisation statique totale est obtenue entre les passes de laminages [26]. La recristallisation répétée de l'austénite fournit aux grains recristallisés plus d'affinement. Le schéma du diagramme temps-température du laminage contrôlé par recristallisation (RCR) est illustré à la **figure 1.8**.

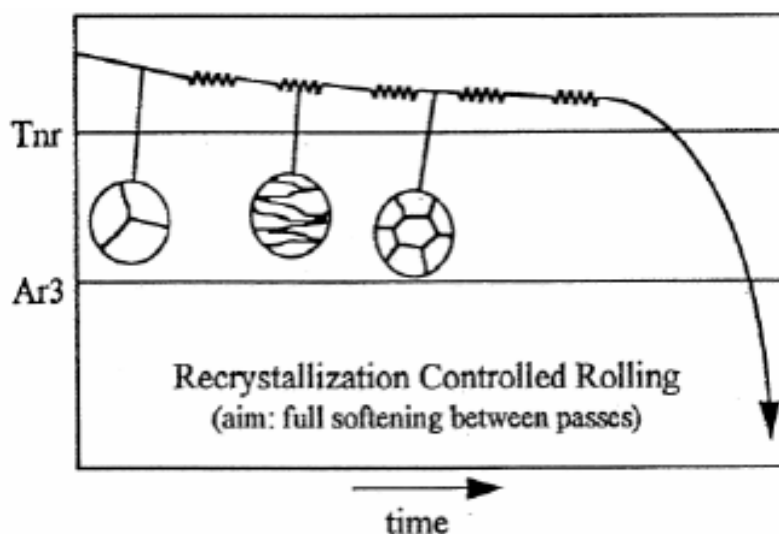


Figure 1.8 : Diagramme schématisé temps-température du laminage contrôlé par recristallisation [21].

1-6-3 Laminage Contrôlé par Recristallisation Dynamique (DRCR)

Le laminage contrôlé par recristallisation dynamique signifie que la recristallisation dynamique (DRX), est déclenchée dans une ou plusieurs passes pendant le laminage et cela, à son tour, déclenche la recristallisation

metadynamique rapide (MDRX) comme le montre la **figure 1.9**. La (DRX) est induite par l'application de grandes déformations en une seule passe ou par accumulation de déformation entre les passes, car le temps d'entre passes est réduit. Dans les deux cas, la déformation critique pour le déclenchement de la (DRX) est atteinte. La faible température de finition par (DRCR) avait l'avantage de produire des tailles de grains ferritique plus fines après transformation, que celles produites par (CCR). Pour pouvoir pratiquer le laminage contrôlé, la connaissance de l'évolution microstructurale de l'austénite pendant le laminage est essentielle.

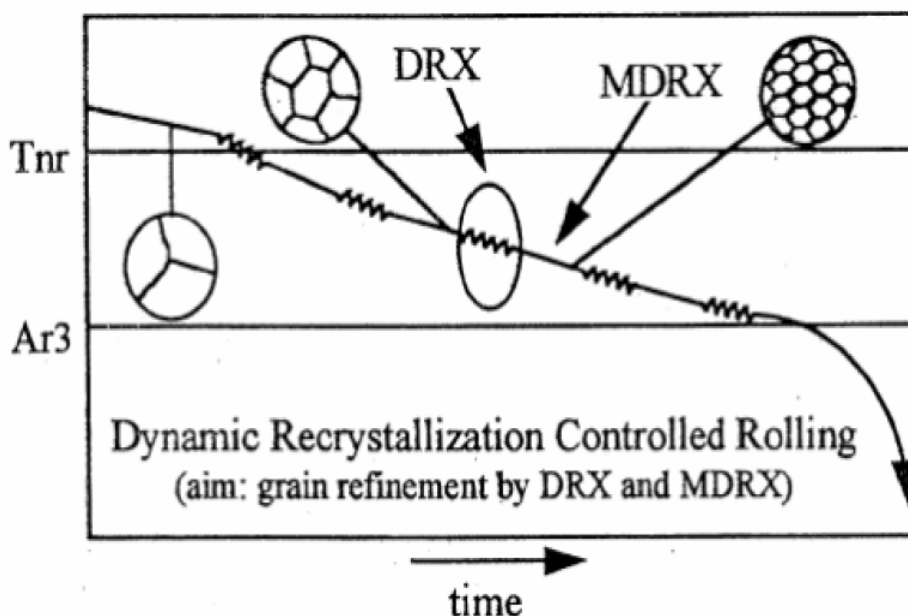


Figure 1.9 : Diagramme schématisé temps-température du laminage contrôlé par recristallisation dynamique [21].

1- 7 LA METALLURGIE DE DEFORMATION A CHAUD DES ACIERS

Au cours de la déformation à chaud des matériaux, la température peut être assez élevée pour permettre aux procédés d'adoucissement d'avoir lieu après déformation (adoucissement statique) ou pendant la déformation (adoucissement dynamique). Ces phénomènes sont d'une importance industrielle considérable. En effet, les procédés de mise en forme, à l'instar de laminage à chaud, ou de forgeage, sont menés à des températures où

l'écrouissage et l'adoucissement se produisent. Aux températures où les procédés activés thermiquement se produisent, un matériau est viscoplastique et sa contrainte d'écoulement dépendra non seulement de la déformation mais également de la température et de la vitesse de déformation. Le schéma des modifications microstructurales c'est-à-dire, restauration et recristallisation dynamique (au cours de la déformation) restauration et recristallisation statique (après déformation) sont présentées à la **figure 1.10**.

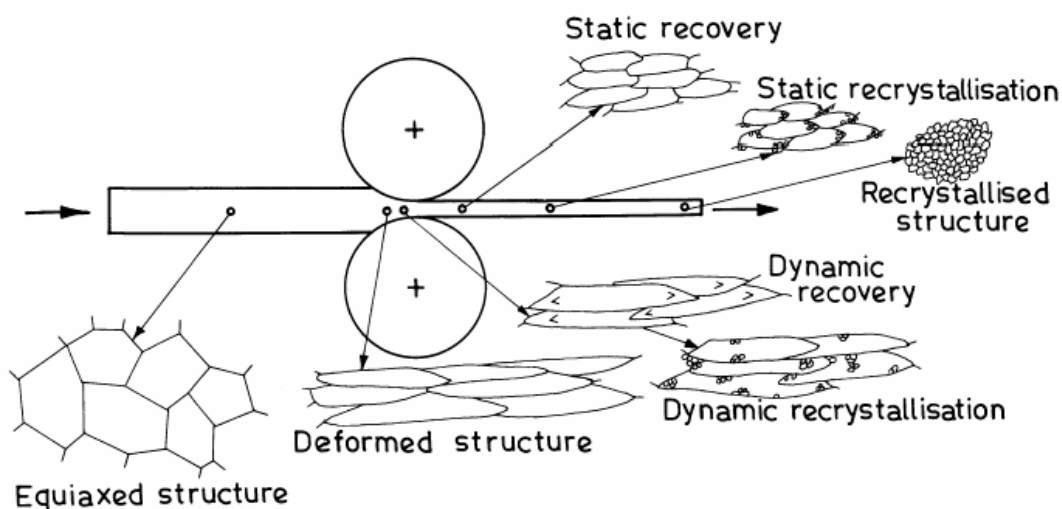


Figure 1.10: Schéma des modifications microstructurales possible durant la déformation à chaud [16]

1-7-1 Phénomènes Métallurgiques pendant la déformation

1-7-1-1 Ecrouissage

Les matériaux métalliques se déforment par la création et le glissement des dislocations le long des plans cristallographiques particuliers. Les dislocations sont caractérisées par un vecteur de burgers b , qui est la direction de glissement de la dislocation, et une ligne de dislocation l . Le mouvement d'une dislocation comprend le glissement de cette dislocation sur un plan cristallographique compact dans le sens donné par le vecteur de burgers. Dans le cas des métaux de réseau cristallin cubique à faces centrées CFC, ces plans sont les $\{111\}$ et les directions de glissement sont les directions $\langle 110 \rangle$. Dans le

cas des métaux de réseau cristallin cubique centré CC la direction de glissement $\langle 111 \rangle$ et les plans de glissement sont $\{110\}$, $\{211\}$ ou $\{321\}$. Le glissement sur un plan donné est possible seulement si l'effort de cisaillement sur ce plan est plus grand qu'une contrainte appelée l'effort de cisaillement critique.

Pendant la déformation plastique, des dislocations neuves sont produites principalement par le mécanisme Frank-Read. Une dislocation qui est encrée en deux points (des précipités) se courbe progressivement sous l'action de la contrainte appliquée. En conclusion, ce procédé mène à la production d'une boucle de dislocation. La multiplication des dislocations au cours de la déformation conduit à une augmentation du nombre d'obstacles à leur mouvement. Outre les interactions entre dislocations, les interactions avec les précipités également agit comme des obstacles au mouvement des dislocations. Cela mène à une augmentation de l'effort de cisaillement critique sur un système de glissement donné. Ce phénomène est connu sous le nom de **l'écrouissage**.

La majeure partie de l'énergie dépensée à la déformation d'un métal est perdue sous forme de chaleur et seulement une petite partie (~1%) correspond à la création des dislocations [27]. Même si cela est beaucoup moins que l'énergie de déformation, cette énergie, appelée « l'énergie emmagasinée », fait un matériau déformé thermodynamiquement instable. Si l'échantillon déformé est chauffé à une température suffisamment élevée, les phénomènes thermiquement activés peuvent fonctionner afin de diminuer l'énergie emmagasinée par le réarrangement des dislocations dans des configurations à faible d'énergie.

1-7-1-2 Restauration dynamique

La restauration dynamique concerne la réorganisation des dislocations et se compose de deux processus. Les dislocations de signes opposés s'annihilent ou se réorganisent pour former des cellules de densité de dislocation relativement faible délimitée par des frontières de densité de dislocation

relativement élevée. À des températures élevées (applicables aux procédés à laminage à chaud), les mécanismes responsables de la restauration dynamique sont le glissement et la montée des dislocations. Dans les métaux de transition comme le fer, la restauration dynamique se déroule rapidement et un état stationnaire de contrainte est atteint, qui résulte de l'équilibre entre l'écroutissage et la restauration. Le schéma de la courbe de contrainte-déformation vraie d'un matériau en cours de restauration dynamique est illustré dans la **Figure 1.11**. Cet état stationnaire est produit par la réorganisation continue de sous-joints, l'annihilation des anciennes frontières et la génération de nouvelles frontières (polygonisation). Cet état d'équilibre est caractérisé par la taille des sous-grains qui dépend seulement du taux de déformation et de la température [28]. Au cours de cet état stationnaire, la taille des sougrains reste constante. Il correspond à un équilibre entre l'écroutissage par multiplication des dislocations et l'adoucissement par l'annihilation des dislocations à l'intérieur des sougrains ou dans les frontières [29].

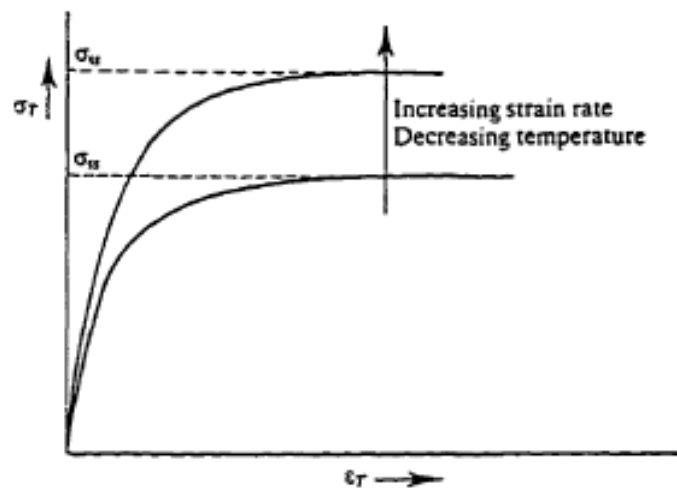


Figure 1.11 : Le schéma de la courbe de contrainte-déformation vraie d'un matériau en cours de restauration dynamique [30]

La contrainte d'écoulement à l'état stationnaire d'un matériau donné en cours de restauration dynamique est une fonction de la vitesse de déformation et de la température avec la forme générale de :

$$\sigma_{ss} = \left(\dot{\varepsilon} \right)^m \exp\left(\frac{Q}{RT} \right)$$

Où m est une constante, Q est l'énergie d'activation de la déformation, $\dot{\varepsilon}$ est la vitesse de déformation, R est la constante de gaz parfait et T est la température absolue.

La restauration n'est pas un seul procédé microstructural mais implique une série de mécanismes qui sont schématiquement représentés sur la **figure 1.12**. La première opération de la restauration dynamique concerne l'annihilation des dislocations de signes différents et le réarrangement des dislocations dans des configurations à faible énergie, c'est-à-dire la formation des cellules dont les frontières contenant une haute densité des dislocations et une faible densité à l'intérieur de cellules. Au cours de la déformation à chaud, la multiplication des dislocations due à la déformation et l'annihilation et le réarrangement des dislocations dues à la restauration dynamique se produit simultanément.

L'énergie stockée d'une sous-structure restaurée est encore importante comparée à celle du matériau entièrement recristallisé, et elle peut être abaissée par la formation et la coalescence des sougrains. En fin de compte, ces sougrain se fusionnent dans un plus grand sougrain. La microstructure produite par restauration dynamique est étroitement liée aux paramètres de déformation. C'est-à-dire, la taille du sougrain diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation et la diminution de la température de déformation.

[31]

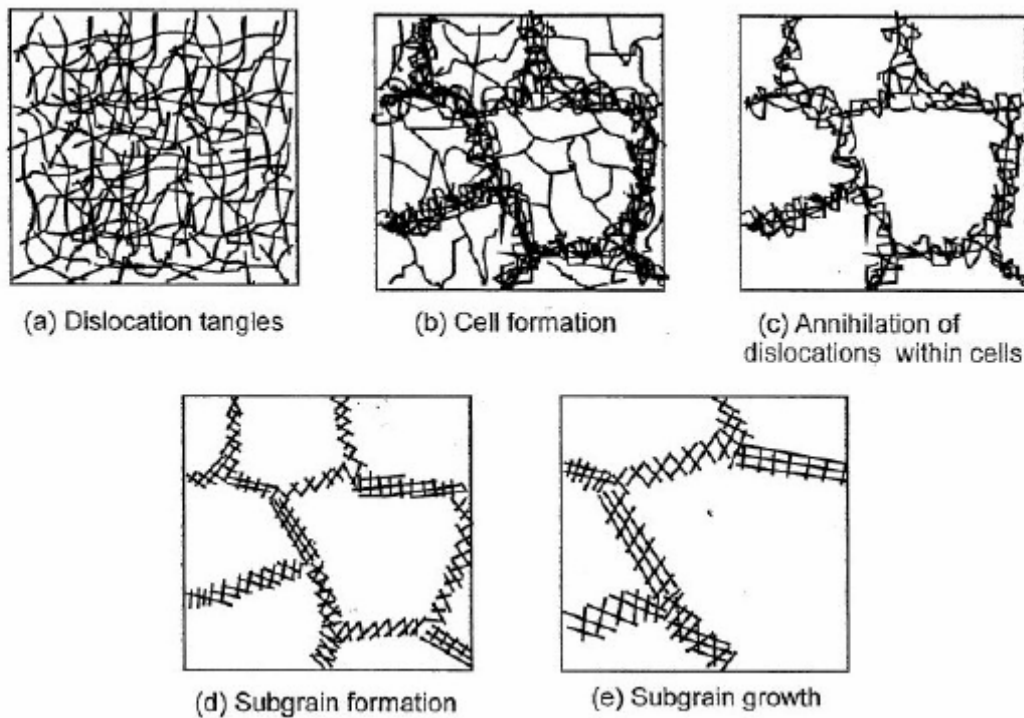


Figure 1.12: Les étapes de la restauration dynamique [27].

1-7-1-3 Recristallisation Dynamique

La recristallisation dynamique procède par germination et croissance de nouveaux grains. Son avancée ne dépend pas du temps mais de la déformation appliquée. Les cinétiques sont également exprimées sous la forme d'une loi d'Avrami :

$$FR(\epsilon) = 1 - \exp(-k \epsilon^n)$$

FR taux de recristallisation statique,

ϵ déformation,

k et n deux constantes caractérisant la cinétique.

Du fait que cette recristallisation se produit pendant la déformation, elle peut dans certaines conditions être mise en évidence par la simple observation de la loi de comportement contrainte-déformation (σ - ϵ). L'identification de la recristallisation dynamique est basée sur l'existence de pics sur la courbe contrainte-déformation, avant qu'un état stationnaire soit atteint, comme l'illustre la **figure 1.13**. L'avancée de la recristallisation se traduit par la baisse du niveau d'écrouissage de la structure par élimination simultanée d'un grand

nombre de dislocations. Dans les métaux de faible et moyenne énergie de défaut d'empilement (par exemple le fer- γ), la lenteur de la restauration dynamique permet à la densité de dislocation d'augmenter à un niveau appréciable. La recristallisation dynamique aura lieu quand une déformation critique (ϵ_c) (qui correspond à un équilibre entre l'écroutissage et la recristallisation) est atteinte avant que la contrainte d'écoulement maximale est atteinte pour une déformation (ϵ_p) [32][33]. Par conséquent, la déformation qui correspond à la contrainte maximale (pic) est toujours plus grande que la déformation critique exigée pour amorcer la recristallisation dynamique. Selon Sellars [34] et Jonas [35], la relation entre les deux déformations présente est $\epsilon_c = 0,8 \epsilon_p$.

La première spécificité de la recristallisation dynamique réside dans le fait que le nouveau grain recristallisé continue de s'écrouter avec, comme conséquence, le ralentissement de sa croissance. La recristallisation dynamique conduit donc à un affinement très important de la structure, au moins jusqu'à l'arrêt de la déformation. La seconde spécificité du phénomène est que la structure peut se recristalliser plusieurs fois de suite au cours de la déformation.

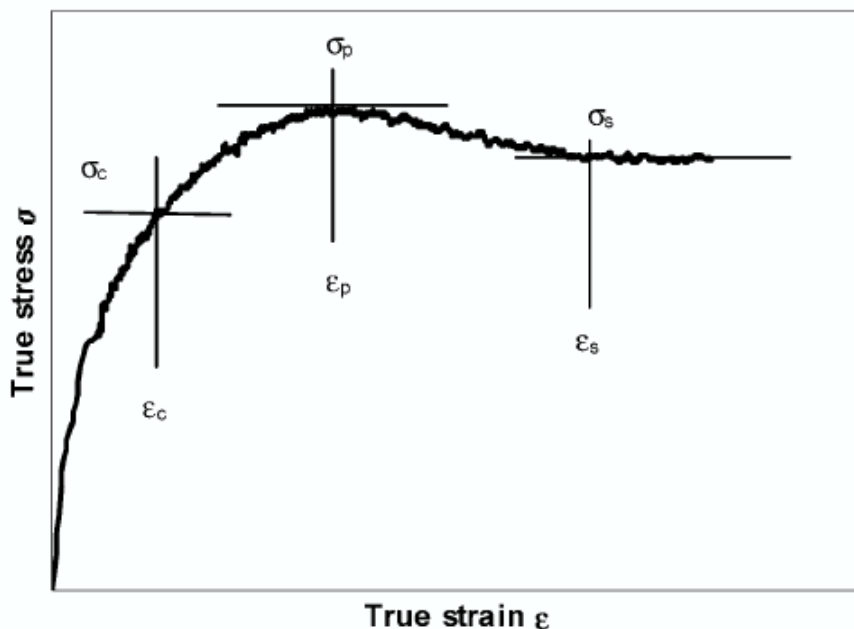


Figure 1.13 : Courbe typique contrainte-déformation d'une recristallisation dynamique, à vitesse de déformation constante. [36]

Une transition des courbes à pic multiple à celles à un seul pic, comme le montre la **Figure 1.14**, est observée à mesure que la vitesse de déformation augmente ou la température diminue. Si la vitesse de déformation est assez faible, la contrainte d'écoulement n'atteint pas l'état stationnaire après le premier pic, mais oscille autour d'une certaine valeur due aux cycles successifs de la recristallisation qui se produit simultanément avec la déformation. Dans les procédés industriels de laminage à chaud, les vitesses de déformation sont relativement importantes, telles que la recristallisation dynamique à un seul pic est susceptible de se produire le plus souvent. Dans un matériau donné, les caractéristiques de la recristallisation dynamique dépendent de trois paramètres : la taille du grain initial D_0 , la température T , et la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$. La taille du grain initial affecte la déformation critique ϵ_c , la déformation au pic ϵ_p , et la cinétique de la recristallisation dynamique. Plus la taille du grain initial est fin, plus les déformations critiques et au pic sont faibles. C'est parce que les dislocations s'accumulent rapidement et la surface spécifique des joints de grains mène à une cinétique de recristallisation plus rapide. La déformation au pic s'avère également dépendante de la taille du grain d'initial, cependant, la contrainte à l'état stationnaire et la taille du grain final sont indépendantes de la taille du grain initial [37].

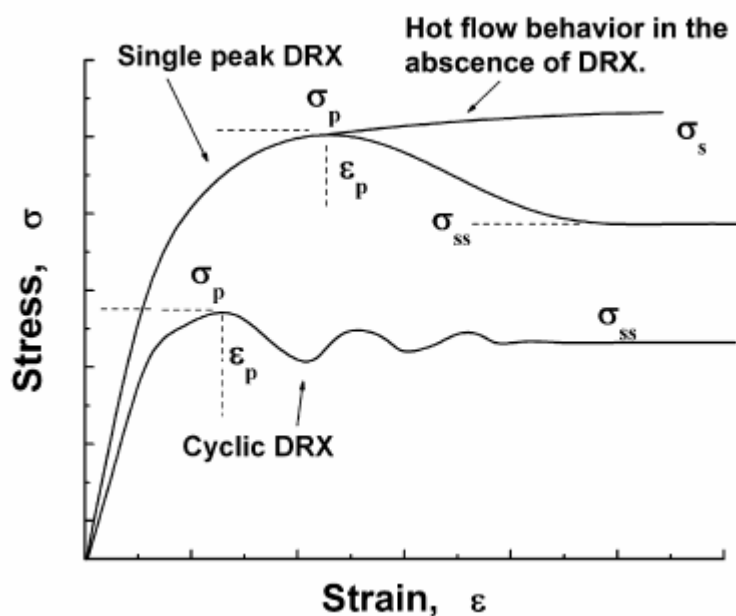


Figure 1.14 : formes caractéristiques des courbes contraintes-déformations démontrant le cas de la recristallisation dynamique : pics multiples et pic unique [38].

Le comportement d'un pic unique est associé à l'affinement de grain alors que le comportement de pic multiple est associé à la coalescence des grains. La force motrice pour la croissance des germes est la différence dans la densité de dislocation de part et d'autre du joint du grain. Cependant, le mécanisme de la germination diffère pour le phénomène du pic simple à celui des pics multiples. Dans le cas d'un seul pic (affinement des grains), la germination se produit essentiellement le long des joints de grain existants qui correspond à une structure en collier [39]. La croissance de chaque grain est arrêtée par la déformation concurrente. Lorsque tous les sites de joints de grains sont épuisés, de nouveaux grains germinent dans le grain d'origine à l'interface entre les grains recristallisés et non recristallisés. Le progrès de la recristallisation dynamique est schématiquement illustré sur la **figure 1.15**.

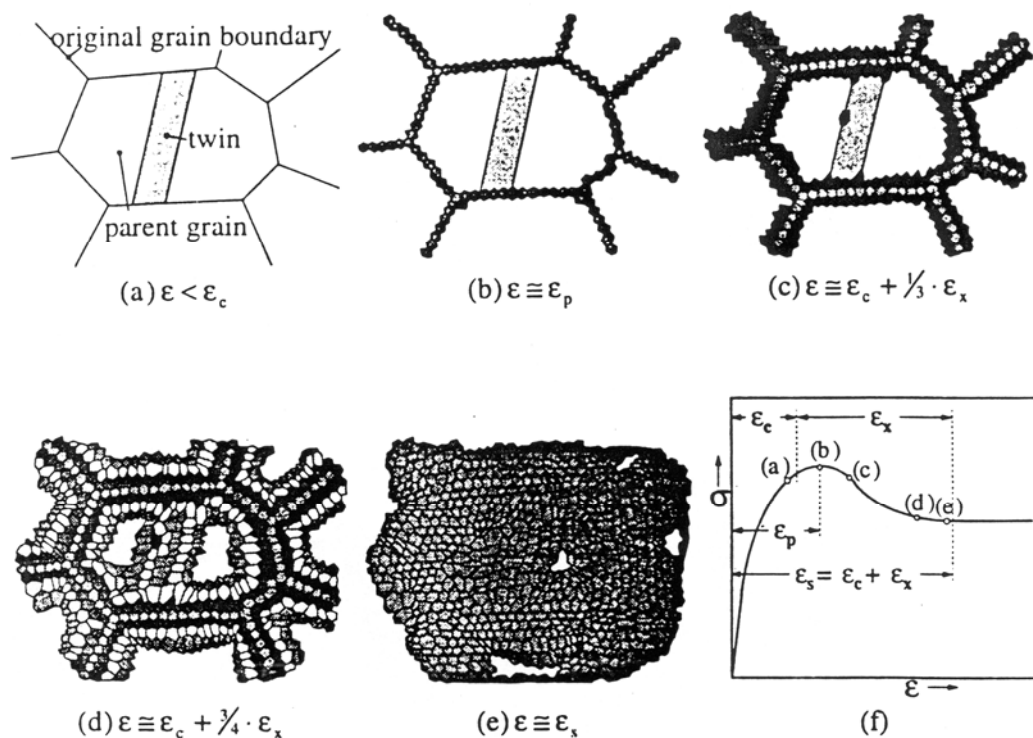


Figure 1.15 : Illustration schématique de l'évolution de la recristallisation dynamique [39].

Les effets équivalents de la diminution de la vitesse de déformation et l'augmentation de la température ont été longtemps observés dans des conditions de déformation à chaud, ce qui permet de définir le paramètre Zener-Hollomon Z qui doit être défini: **[40]**

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$$

Où $\dot{\varepsilon}$ est vitesse de déformation, T la température absolue, R la constante des gaz parfait, et Q énergie d'activation.

La courbe contrainte-déformation présente un pic unique dans des conditions de Z élevé et des pics multiples dans des conditions de Z faible. La valeur de la déformation critique diminue avec diminution de Z. La contrainte maximale augmente avec l'augmentation de Z **[41]**. L'évolution de la forme des courbes de contrainte-déformation avec Z peut être expliquée comme suit : à des valeurs élevées de Z, la recristallisation est seulement partielle et un équilibre est atteint entre la déformation des grains recristallisés et la recristallisation des grains déformés. Ceci mène à un grand pic suivi d'un état stationnaire dans la courbe de contrainte-déformation. Pour les faibles valeurs de Z, le matériau se recristallise complètement avant qu'un deuxième cycle de recristallisation commence et ce procédé est alors répété.

1-7-1-3-a Effet des paramètres thermomécaniques sur les cinétiques de recristallisation dynamique et sur la structure

Les deux paramètres thermomécaniques qui influent sur la cinétique de recristallisation dynamique sont la température et la vitesse de déformation.

Plus la température de déformation est élevée, plus la recristallisation dynamique apparaît pour de faibles déformations et plus la cinétique est rapide (figure 1.16a); cet effet s'explique par une augmentation de la vitesse de germination avec la température et, simultanément, par la plus grande mobilité des joints de grains. Les grains en cours de recristallisation envahissent donc plus rapidement la structure qui, à l'arrêt de la déformation, sera plus grossière.

L'effet de la vitesse de déformation sur la déformation critique responsable de l'apparition de la recristallisation dynamique (ϵ_c) est, en revanche, contre versé. Si on relie ce paramètre à la déformation au pic de contrainte (ϵ_p) par une relation de proportionnalité du type $\epsilon_c = a \epsilon_p$, on déduit de la figure 1.16b, que plus la vitesse de déformation est élevée, plus le déclenchement de la recristallisation dynamique est retardé. En revanche, plus la vitesse de déformation est élevée, plus la cinétique sera lente. Cela est directement visible sur les courbes de la figure 1.16b, où l'on observe nettement l'augmentation du paramètre (ϵ_s) que nous avons associé, dans un but de simplification, à la recristallisation dynamique complète.

En termes de structure, l'accroissement de la vitesse de déformation se traduit, à un taux de déformation donné, par un écrouissage global plus important et par un affinement plus prononcé des grains recristallisés.

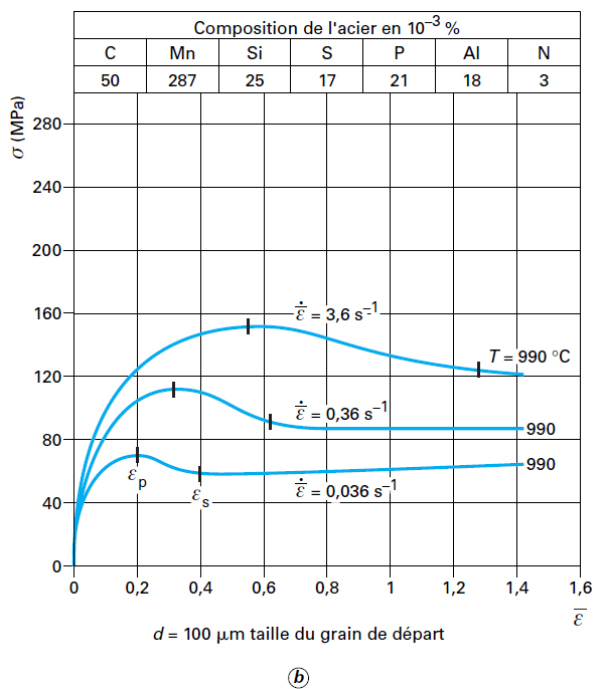
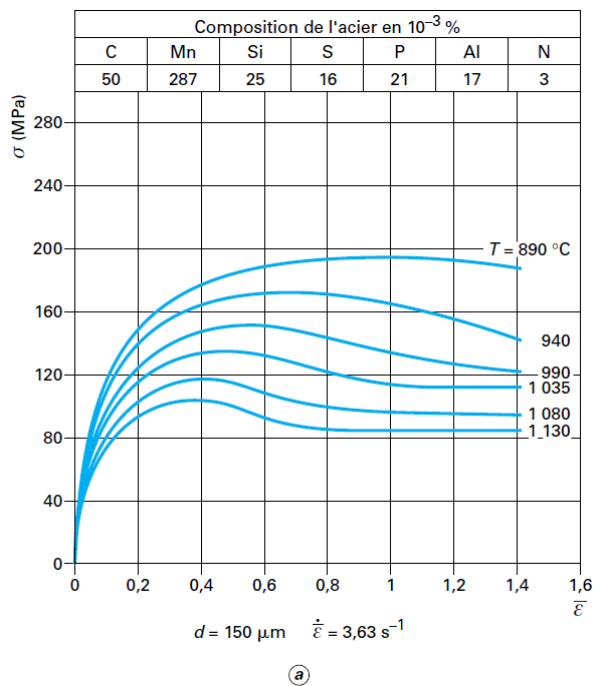


Figure 1.16: Lois de comportement contrainte-déformation : mise en évidence de la recristallisation dynamique [5]

1-7-2 Phénomènes Métallurgiques après la déformation

Dans des procédés industriels de déformation à chaud, les vitesses de déformation sont tellement grandes qu'il n'y ait pas assez de temps pour l'adoucissement dynamique complet d'un matériau écroui. Par conséquent, la restauration statique concurrente, accompagné de recristallisation statique, se déroule après déformation.

1-7-2-1 Restauration statique

La restauration statique est définie comme un procédé d'adoucissement dans lequel la diminution de la densité et le changement de distribution des dislocations après déformation à chaud sont les mécanismes opératoires. Les mécanismes qui opèrent à basses températures implique le mouvement des lacunes; ceux qui opèrent dans un intervalle de température intermédiaire impliquent le mouvement des dislocations sans montée, et ceux de hautes températures ($> 0.5T_f$) impliquent le mouvement des dislocations avec montée et glissement.

1-7-2-2 Recristallisation statique

La recristallisation statique est le mode privilégié d'évolution structurale des aciers lors de leur mise en forme à haute température. Elle a donc été étudiée de façon assez complète en termes de mécanismes, cinétiques et conséquences sur la structure [42] [43] [44]. L'effet des paramètres thermomécaniques et de la composition chimique de l'acier est décrit dans les paragraphes suivants. En raison de son intérêt industriel, la recristallisation statique a été plus largement étudiée au cours des années. En effet, selon beaucoup de paramètres (la température de déformation, taux de déformation, temps d'interpasse), la recristallisation peut se produire ou non entre les cages de laminage de finition. Dans le cas des aciers microalliés, la microstructure finale fine est réalisée en ajustant soigneusement les paramètres de déformation [45].

1-7-2-3 Spécificités du phénomène de recristallisation statique

La recristallisation est un procédé activé thermiquement où la germination nécessite un temps d'incubation avant que les germes deviennent détectables. La recristallisation statique est généralement décrite qu'elle se développe en deux étapes: la germination de nouveaux grains, et la croissance de ces grains au détriment de ceux déformés. La germination de nouveaux grains se déroule de préférence sur des joints de grain et des bandes de déformation. La recristallisation complète est atteinte lorsque les grains écrouis sont intégralement éliminés et remplacés par des grains équiaxes. La taille des grains en fin de recristallisation est plus fine que la taille de grain initiale.

La recristallisation statique se produisant après l'arrêt de la déformation, sa cinétique est de ce fait exprimée en fonction du temps ; elle présente une allure spécifique (figure 1.17) qui est bien traduite par une loi de type Avrami :

$$X_a = 1 - \exp \left[-0.693 \left(\frac{t}{t_{0.5}} \right)^n \right]$$

Où X_a est la fraction volumique recristallisée et $t_{0.5}$ est le temps qui correspond à la moitié du volume recristallisé. n une constante caractérisant la cinétique.

Sur cette figure, on observe l'existence d'un temps d'incubation, que nous pouvons associer à la phase de germination, qui dépend fortement des paramètres thermomécaniques et de la composition chimique de l'acier.

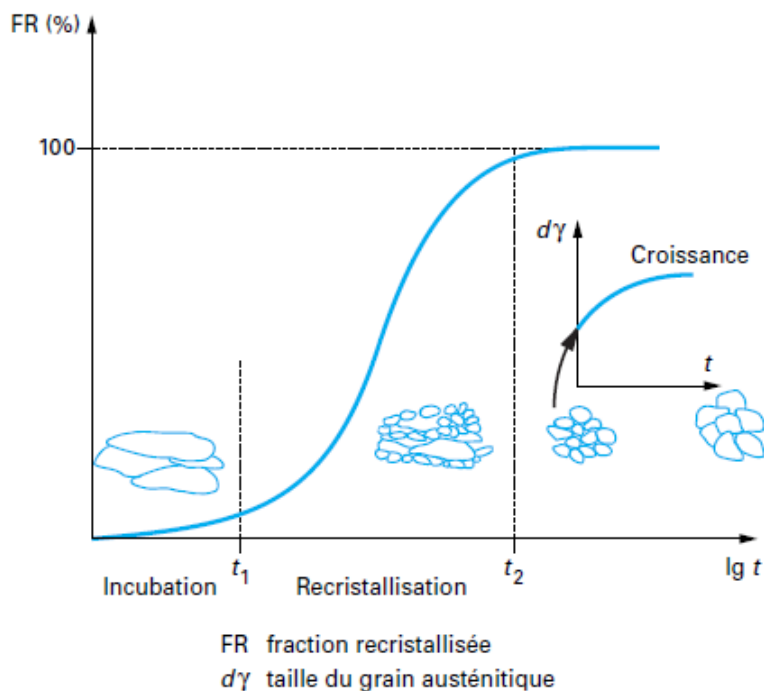


Figure 1.17 : Cinétique de recristallisation statique [5]

1-7-2-4 Effet du taux de déformation sur les cinétiques de recristallisation

Plus la déformation appliquée est forte, plus l'énergie emmagasinée dans la structure est importante et plus la force motrice de la recristallisation est élevée. Cela se traduit par une accélération des cinétiques en termes de germination (temps d'incubation plus court) et en termes de croissance des grains (pente de la courbe plus forte) comme il est montré dans la **figure 1.18**. Il faut néanmoins indiquer l'existence d'un taux de déformation critique en deçà duquel il n'y a pas de recristallisation; les études publiées par différentes équipes situent cette déformation critique autour de 5 à 7 %. En ce qui concerne la taille de grain en fin de recristallisation, plus le taux de déformation appliqué est élevé, plus les sites de germination sont nombreux : en conséquence, la taille de grain recristallisé diminue lorsque la déformation augmente comme l'indique la **figure 1.19**.

1-7-2-5 Effet de la température sur les cinétiques de recristallisation

Deux phénomènes antagonistes sont associés à l'effet de température. D'un côté, à taux de déformation constant, plus la température est élevée, plus l'écroissage de la structure à l'arrêt de la déformation est faible en raison d'une plus importante restauration dynamique (niveau de contrainte plus bas quand la température augmente) avec, pour conséquence, une force motrice a priori plus faible. En revanche, l'effet considérable de la température sur les phénomènes de diffusion accélère la croissance des nouveaux grains recristallisés et, donc, la cinétique. La dépendance de la température sur la recristallisation statique est illustrée à la **figure 1.20**. On peut voir clairement que les courbes typiques de type S sont observées aux différentes températures de déformation, indiquant que ces courbes sont conformes à la loi d'Avrami. Plus la température est élevée, plus l'écroissage en fin de déformation est faible et donc moins nombreux sont les germes des nouveaux grains. En outre, plus la température est élevée, plus la croissance des nouveaux grains sera rapide.

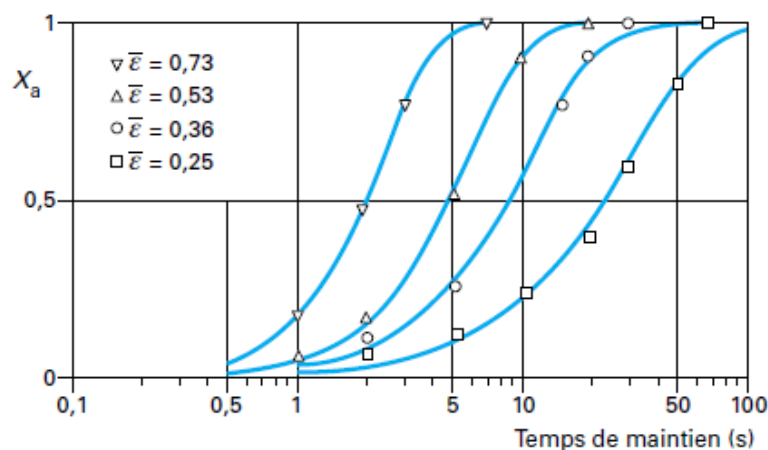


Figure 1.18 : effet de la déformation sur les cinétiques de recristallisation statique [5]

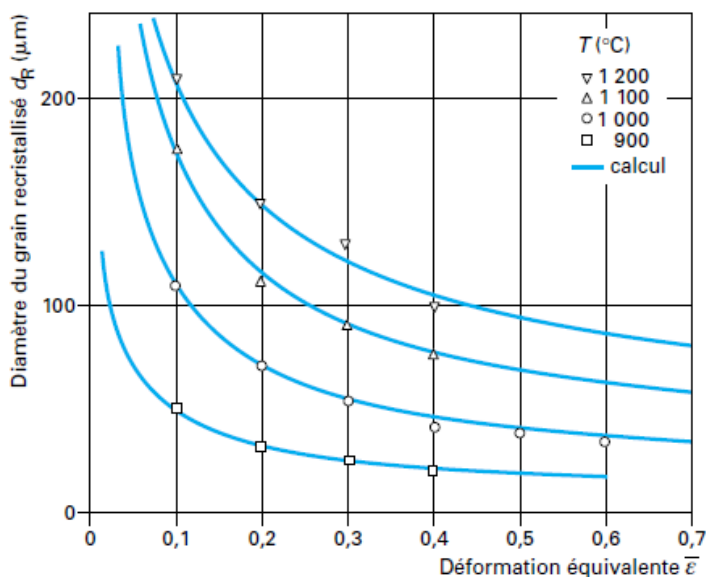


Figure 1.19 : Effet de la déformation et de la température sur la taille du grain recristallisé [5]

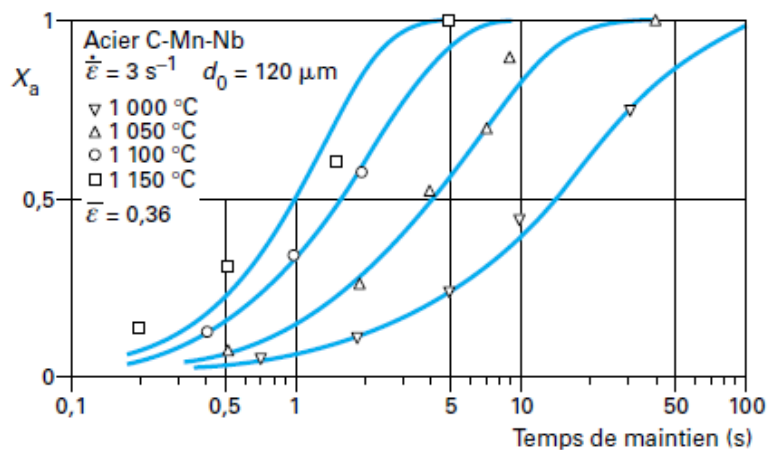


Figure 1.20 : effet de la température sur les cinétiques de recristallisation statique [5]

On constate que la recristallisation statique (SRX) se produit rapidement et l'adoucissement atteint une grande fraction en une durée très brève pour une température de déformation plus élevée. Par exemple, à un temps de 5 s, la fraction d'adoucissement de la (SRX), atteints par cet acier, augmente environ

de 25% à 1000 °C à 56% à 1050 °C, et 92% à 1100 °C. Cela est dû à la force motrice pour la recristallisation qui augmente avec l'augmentation de la température de déformation, et la cinétique de recristallisation sera plus rapide.

1-7-2-6 Effet de la composition chimique sur les cinétiques de recristallisation

L'effet de la composition chimique des aciers sur la recristallisation a été étudié de façon assez intensive. Nous allons « focaliser » dans ce paragraphe sur l'effet des éléments microalliés et, tout particulièrement, sur le niobium, ce qui nous permettra de comprendre le rôle essentiel qui lui est attribué. La plupart des éléments en solution solide ont une influence sur les cinétiques de recristallisation, influence qu'on associe le plus souvent à la modification des conditions de diffusion et au ralentissement, voir à l'inhibition, du mouvement des dislocations ou des joints de grains. Ce dernier effet est particulièrement significatif lorsqu'il y a précipitation des éléments microalliés de façon concomitante à la recristallisation.

L'influence des éléments microalliés (titane, vanadium et niobium) est visualisée sur la **figure 1.21a**. Leurs effet sont considérable à l'égard aux quantités mises en jeu ($\approx 0,1\%$) puisque, par rapport à un acier au carbone (entendez par là sans élément microalliés), les temps de recristallisation sont multipliés par 10 voire 1 000 dans le cas du niobium. On conçoit bien que, compte tenu des courts temps interpasses typiques des procédés de laminage, la présence de cet élément peut aller jusqu'à inhiber la recristallisation statique [46]. Une utilisation judicieuse du niobium va donc permettre un contrôle de l'évolution structurale de l'acier au cours du laminage et, en conséquence, un contrôle de la structure et des propriétés finales du produit (rappelons également que cet élément va aussi contribuer au durcissement final en précipitant sous forme de carbures et de carbonitrures au cours du bobinage). La **figure 1.21b** montre en outre que la teneur de cet élément accentue son action sur la recristallisation.

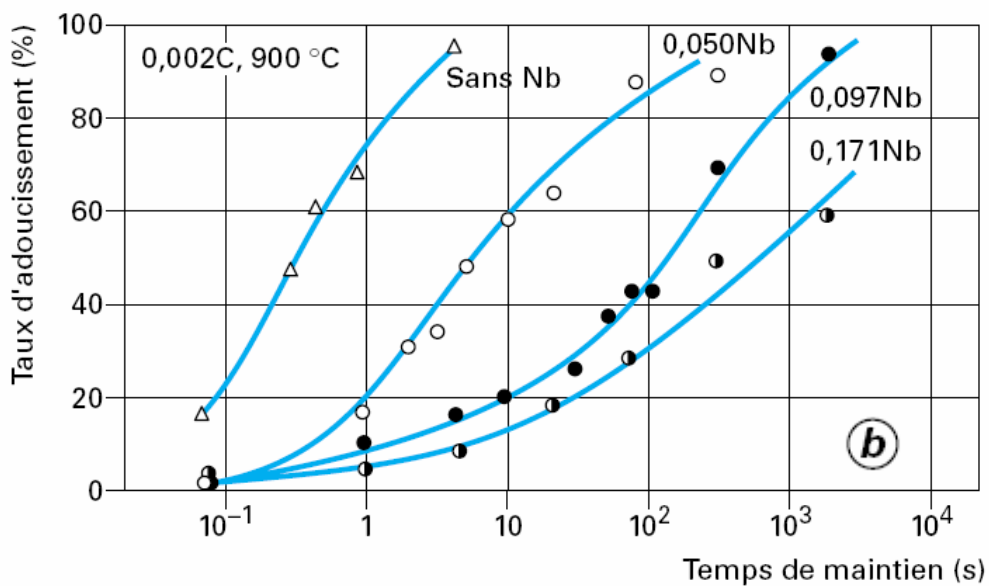
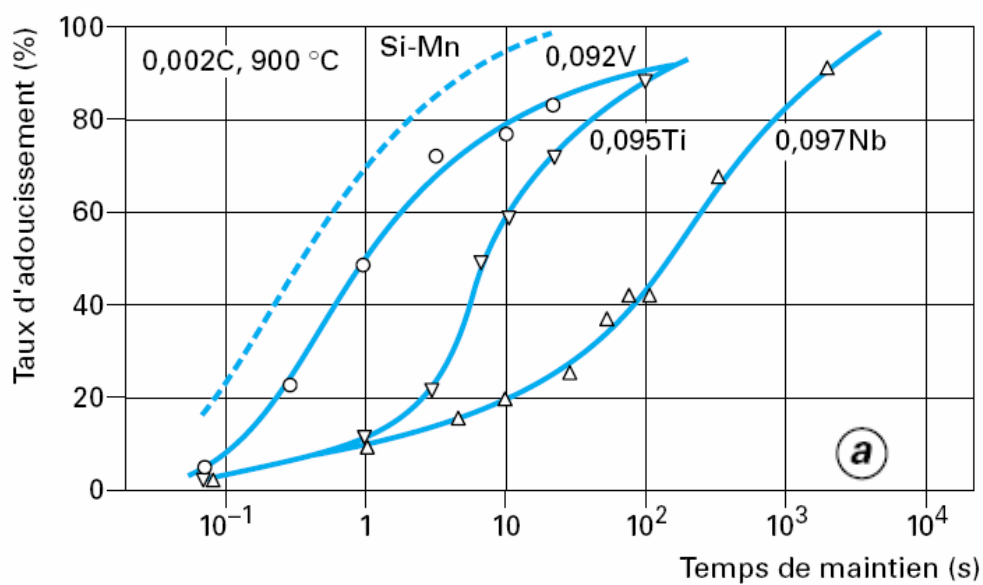


Figure 1.21 : Influence des éléments microalliés sur les cinétiques de recristallisation statique [5]

Chapitre 2 : ACIERS DUAL-PHASES

2-1 INTRODUCTION

Les aciers Dual Phase (DP) constituent plus de 50% du poids des pièces de structures d'automobiles récentes. Ils sont constitués majoritairement d'une phase ductile, la ferrite et d'une phase dure, la martensite. Ces aciers présentent un bon compromis entre la résistance mécanique et la ductilité. Une bonne résistance à l'endommagement est exigée pour leur utilisation en tant que des pièces de structures et de renfort pour l'automobile. Les aciers DP ont été développés dans les années 1970, la raison de ce développement est la nécessité d'un nouveau acier à haute résistance, sans réduire la formabilité ou augmenter le coût. La demande pour les aciers DP ne cesse d'augmenter. Les matériaux qui peuvent combiner entre une grande résistance et une bonne formabilité et de réduire ainsi le poids des véhicules ce qui conduit à des produits qui ont des avantages environnemental et économique. En comparant les aciers (DP) avec d'autres aciers à haute limite d'élasticité (HLE), les aciers (DP) montrent des propriétés supérieures [47].

2-2 GENERALITES SUR LES ACIERS DUAL PHASE

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

Le comportement de l'élasticité Continu, le taux d'écroutissage initial élevé et la ductilité relativement élevée sont les propriétés mécaniques intéressantes des aciers dual-phase par rapport aux aciers (HLE) conventionnelle [48]. L'utilisation des aciers dual-phase dans les applications automobiles offre des avantages énormes, principalement en raison de la nécessité dans ce secteur pour une amélioration de la sécurité et le poids réduit des véhicules. **La figure 2.1** montre la résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual phase (ferrite-martensite) par rapport aux aciers faiblement alliés durci par solution solide et par précipitation [49]. Comme on peut le remarquer, les aciers dual-phase (ferrite-martensite) avec une résistance à la traction et un allongement total de l'ordre de 600-900 MPa et 20-35%, respectivement, présentent une combinaison supérieure de résistance et la ductilité quand ils sont comparés avec les autres aciers. Ce compromis provient de leur microstructure constituée d'une phase dure (martensite) dispersée dans une matrice ferritique ductile. Ils ont une remarquable aptitude à la répartition des déformations permettant une bonne emboutissabilité.

2-2-1 Production des aciers Dual Phase

La microstructure peut être développé par un chauffage à l'intérieur d'un intervalle de température intercritiques ($\alpha+\gamma$). L'acier de microstructure (ferrite-perlite) est d'abord chauffé à la température intercritique (région de phase de ferrite-austénite entre les températures AC1 et AC3), où une certaine quantité d'austénite est formée. L'acier subit alors un maintien isotherme appelé recuit intercritique, dont la température détermine la proportion ferrite-austénite ainsi que le taux de carbone contenu dans l'austénite. La dernière étape se compose d'un refroidissement suffisamment rapide pour provoquer la transformation totale de l'austénite restante en martensite [50]. Finalement, la microstructure obtenue se compose d'une matrice de ferrite et d'îlots de martensite comme le montre la **figure 2.2**. La transformation martensitique s'accompagne d'une augmentation de volume des îlots, elle-même responsable de la concentration de dislocations localisées à l'interface entre les deux phases.

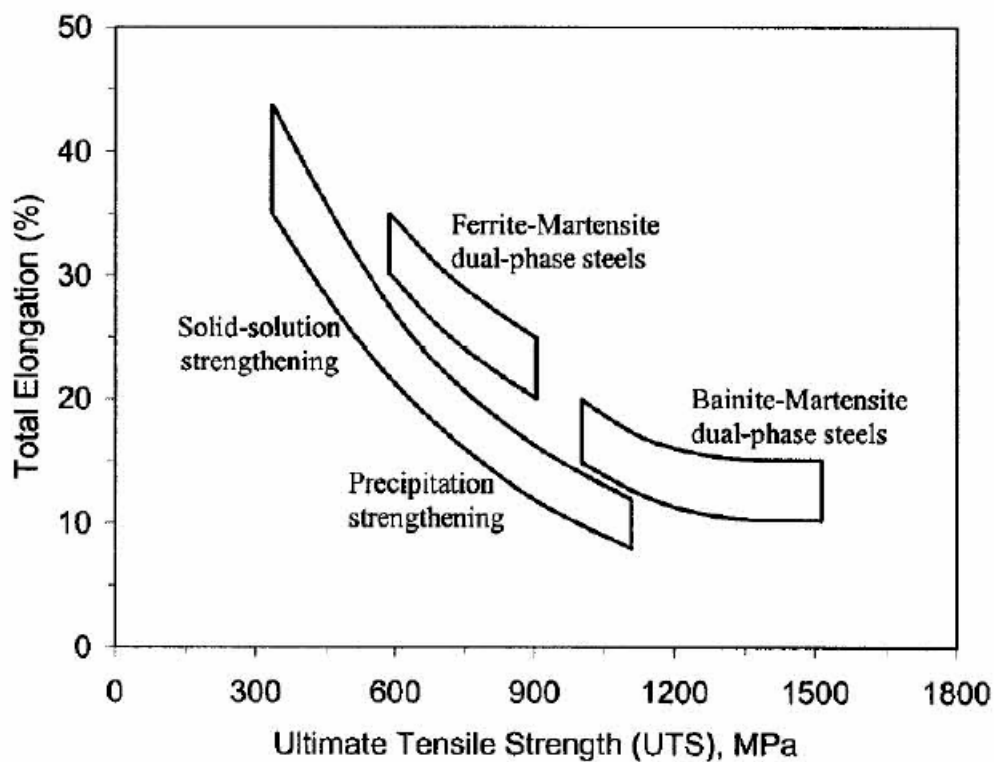


Figure 2.1: Résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual-phase comparés a d'autres aciers faiblement alliés. [49]

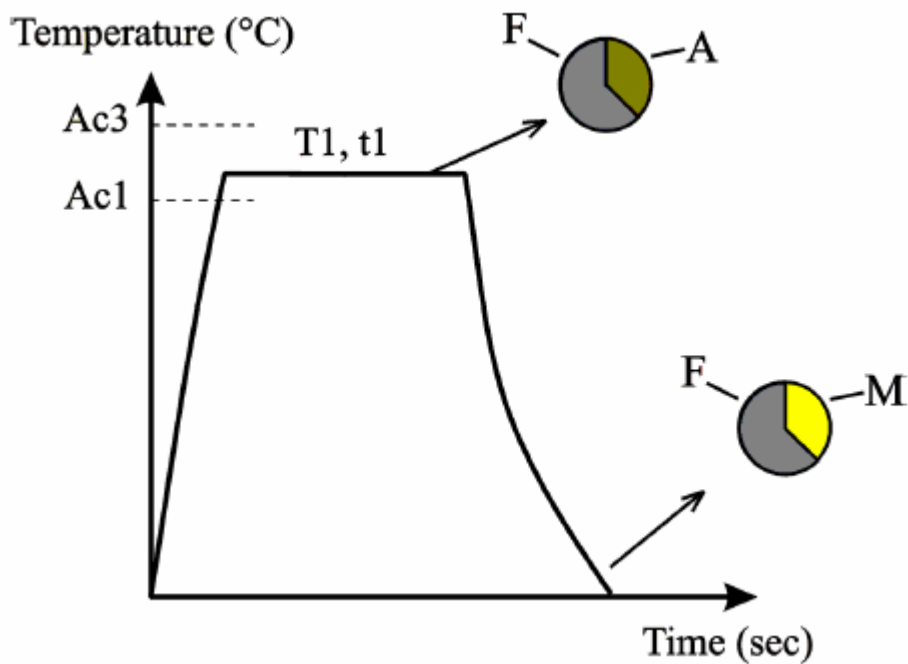


Figure 2.2. Un diagramme schématique montrant la production d'un acier dual-phase [50]

2-2-2 Composition chimique des aciers Dual Phase et rôle des éléments d'alliage

Les aciers Dual Phase laminés à froid conventionnels contiennent environ 0.05 à 0.15 % de carbone selon leur grade. Le Manganèse (Mn) constitue le principal élément d'alliage dans ces aciers, avec une teneur de l'ordre de 1.5 %. Le (Mn) est inclus dans la composition des aciers Dual Phase pour ses propriétés γ -gènes. En effet, sa présence est responsable de l'augmentation de la stabilité de l'austénite lors du recuit intercritique et donc de l'amélioration de la trempabilité de l'acier. Par ailleurs, du fait de sa diffusion très lente dans l'austénite, la présence de cet élément retarde l'équilibre chimique au sein de cette phase lors du recuit intercritique [51].

Outre que le Manganèse, le Silicium, le Chrome et le Phosphore constituent donc les principaux éléments γ -gènes. Cependant, l'intérêt de l'ajout de Si dans la composition des aciers Dual Phase est double puisque sa présence engendre également un durcissement non négligeable par solution solide de la ferrite. En plus de ces éléments, ces aciers sont généralement micro-alliés au Ti, V ou Nb [52] [53]. De la même façon que dans les aciers HLE, l'ajout de ce type d'éléments a pour conséquence la formation de précipités (carbures, carbonitrides) au sein de la ferrite, ce qui permet d'obtenir un durcissement par précipitation de la matrice, engendrant une augmentation supplémentaire des caractéristiques mécaniques.

2-3 La microstructure des aciers Dual-Phase (DP)

La microstructure de l'acier DP est constituée d'une phase ductile, la ferrite et d'une phase dure, la martensite. Cette microstructure peut être obtenue en effectuant un recuit intercritique dans le domaine ($\alpha+\gamma$). La **figure 2.3** montre une microstructure vue par microscope électronique à balayage d'un échantillon chauffé à 760 °C [54]. Notez que les îles martensite (gris clair) sont beaucoup plus petites que les grains de ferrite (gris foncé), et que les îles de martensite sont situées aux joints de grains de ferrite.

Les aciers DP sont caractérisés par une grande densité de dislocations mobile dans la ferrite, et cette caractéristique microstructurale est sans doute en

grande partie responsable du comportement d'élasticité continu. Divers auteurs ont montré des exemples de forte densité de dislocations près de l'interface ferrite / martensite par microscope électronique à transmission. Un exemple particulièrement illustratif est donné à la figure 2.4 pour un acier dual-phase. La densité de dislocation est relativement faible à l'intérieur des grains de ferrite et près des joints de grains ferrite / ferrite; Cependant, la densité de dislocation dans la ferrite est très élevée à proximité des interfaces ferrite / martensite.

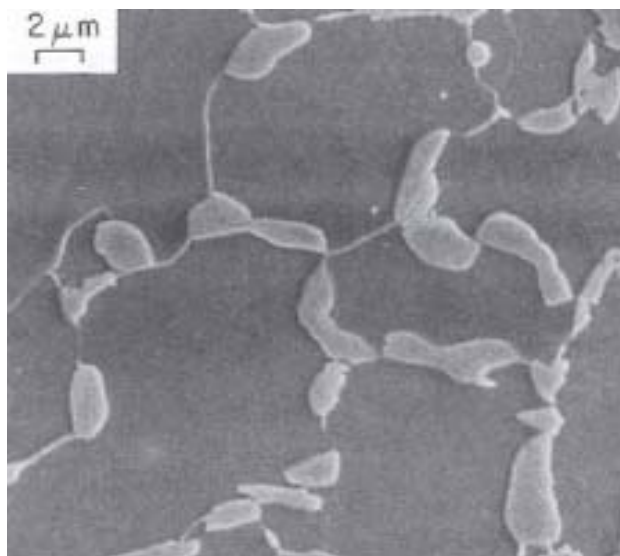


Figure 2.3 : Structure Dual-phase obtenue après recuit intercritique à la température 760 °C [54]

La répartition de ces dislocations mobiles est homogène au sein de l'acier. En effet, lors du refroidissement rapide appliqué en fin de recuit, le réseau cubique faces centrées de l'austénite se transforme en réseau quadratique centré de la martensite, par cisaillement du réseau cristallin. Cette transformation displacive, qui constitue une manifestation du changement de structure C.F.C./C.C. du fer, s'accompagne donc d'un accroissement de volume. Ce phénomène est à l'origine de l'existence d'une zone de déformation plastique dans la ferrite adjacente aux îlots de martensite. Speich et al. [55] attribuent quant à eux cette continuité à la présence de contraintes résiduelles localisées autour des îlots de martensite. En effet, la déformation plastique s'amorce alors dans ces zones de

concentration de contrainte, permettant ainsi une déformation répartie de l'acier.

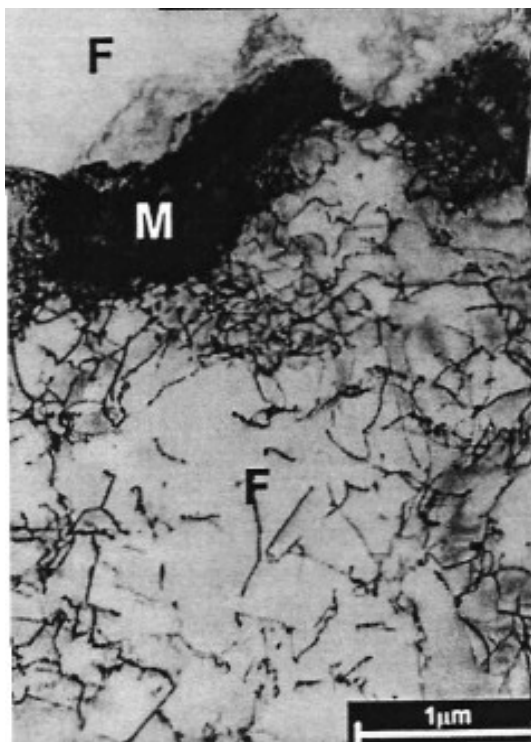


Figure 2.4 : Micrographie, obtenue en microscopie électronique à transmission, montrant les dislocations dans l'interface ferrite/martensite. [56]

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

2-3-1 Proportion de martensite

Liedl et al. [56] confirment que la limite d'élasticité augmente avec l'augmentation du taux de martensite pour un acier Dual Phase à 0.09% C, comme le montre la figure 2.5. Grâce à une analyse micro-mécanique par

éléments finis, Liedl parvient à expliquer la linéarité constatée entre la limite d'élasticité $R_{p0.2}$ et le taux de martensite contenu.

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

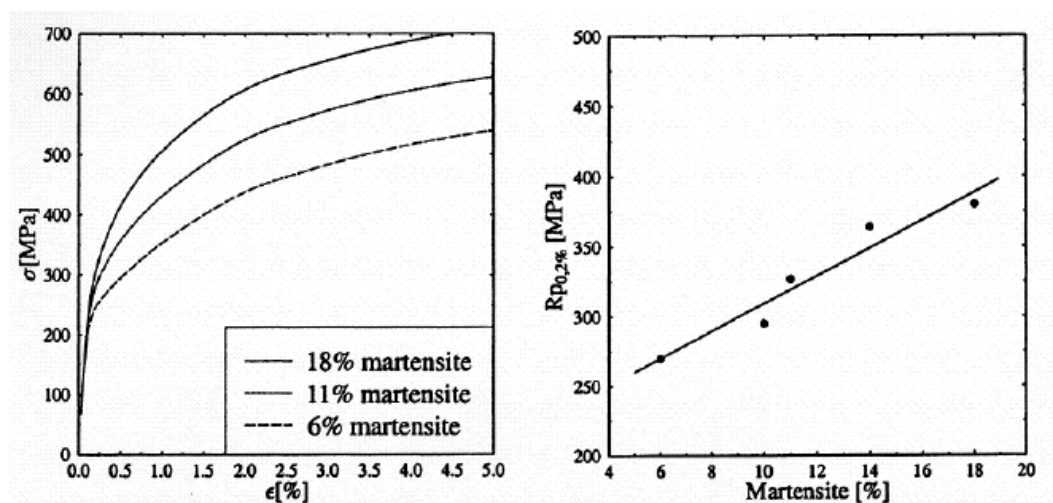


Figure 2.5 : Influence du taux de martensite sur la limite d'élasticité [56]

2-3-2 Taille et répartition des îlots de martensite

Pickering et al. [57] estiment que l'évolution de la valeur de la limite d'élasticité d'un acier Dual Phase suit une loi de type Hall et Petch en fonction de la taille des îlots de martensite. En réalité, les mécanismes à l'origine de ce phénomène seraient plutôt à considérer physiquement en termes d'espacement entre îlots qu'en termes de taille d'îlots. En effet, ce n'est pas tant la taille de ces îlots qui modifie la valeur de la limite d'élasticité, que l'espacement entre ces derniers. Ainsi, plus la densité des îlots de martensite augmente, plus les fissures coalescent tôt. En ce qui concerne l'allongement à la rupture, Pickering et al. [57] constatent une diminution significative lorsque la taille des îlots augmente.

En effet, les îlots jouent le rôle d'inclusions qui sont le siège des initiations de fissures et leur présence provoque une rupture anticipée.

Par ailleurs, Al-Abbasi et al. [58] [59] [60] mettent en évidence le rôle non négligeable de la dispersion des tailles d'îlots de martensite et modélisent ce phénomène. En effet, il semble que pour des taux relativement importants de martensite, la dispersion de tailles des îlots ait une influence sensible sur les propriétés mécaniques.

2-3-3 Morphologie des îlots de martensite

La morphologie des îlots de martensite constitue elle aussi un paramètre influant. De façon générale, plus les îlots de martensite sont interconnectés, plus la ductilité générale de l'acier diminue. Les travaux de Bayram et al. [61] ont montré qu'il est possible d'obtenir des microstructures très variables en termes de répartition et de proportion de martensite, selon le chemin thermique emprunté avant le refroidissement depuis le domaine biphasé ferrite/austénite. Ainsi, les microstructures obtenues seront bien distinctes.

Becker et al. [62] ont conçu un système par lequel des microstructures biphasées puissent être qualitativement décrites et classifiées. Une description complète de leur système de classification nécessite la connaissance des densités des différents types de grain et l'interface des phases (par exemple, α - α , α' - α' et α' - α), les fractions volumiques relatives (c'est-à-dire $f_{v\alpha} + f_{v\alpha'} = 1$), et les tailles relatives [$d(\alpha)$ et $d(\alpha')$].

La figure 2.6 montre une représentation schématique des microstructures biphasées dans le système de classification mis au point par Becker et al., où la phase de martensite est sombre (α'), et la phase claire est la ferrite (α). Une structure de dispersion n'a aucune interface (α' - α') et se compose d'une dispersion d'îles de α' dans une matrice de α , indépendamment des fractions de volume relatives. Une structure duplex idéale a les caractéristiques suivantes : 1) quantités égales de joints de grain (α - α) et de (α' - α'), 2) les fractions volumique égales de la ferrite et de la martensite, et 3) la taille du grain de ferrite et la taille d'île de martensite sont équivalents. Une structure de réseau

(network) n'a aucune interface (α - α) et se compose de α' entouré de α , avec des joints de grains (α - α) sont remplacés par des interfaces (α - α').

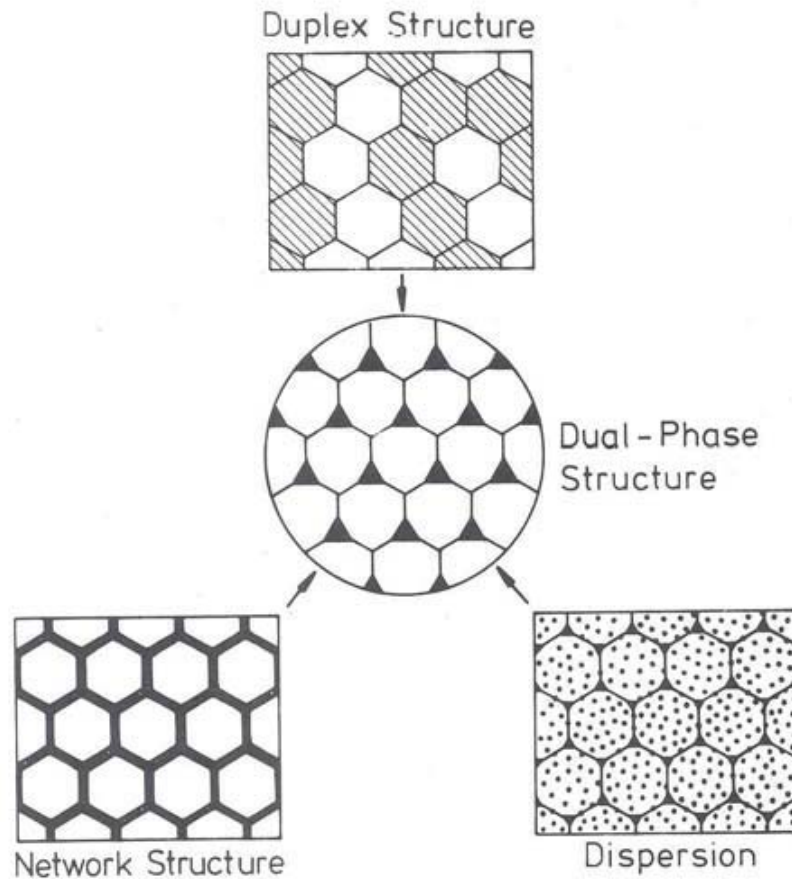


Figure 2.6: une représentation schématique des microstructures biphasées de base [49].

2-3-4 Taux du carbone dans la martensite

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

ce phénomène ait une influence sur la matrice de ferrite qui est d'autant plus importante que le taux de carbone contenu dans la martensite est élevé.

2-3-5 Caractéristiques des grains de ferrite

Les caractéristiques mécaniques d'un acier Dual Phase dépendent aussi des caractéristiques de la matrice de ferrite (durcissement par solution solide ou par précipitation par exemple). Par ailleurs, Jiang et al. [63] [64] montrent que la contrainte d'écoulement d'un acier Dual Phase dépend de la taille des grains de ferrite selon une loi du type Hall-Petch.

2-4 Propriétés mécaniques typiques des aciers Dual Phase

Pour illustrer les propriétés des aciers dual-phase, il est utile d'examiner l'étude expérimentale de Speich et Miller [55]. Ils produisent une série d'aciers dual-phase en faisant varier systématiquement la concentration en carbone de l'acier et la température de recuit intercritique. La **Figure 2.7** illustre la quantité de martensite (formé à partir d'austénite au cours d'un refroidissement rapide) dans un acier dual-phase à 1,5% de Mn en fonction de la concentration en acier au carbone pour différentes températures de recuit intercritique.

Une observation importante à la figure 2.7, c'est que la même quantité en martensite peut être produite avec différentes concentrations de carbone. La relation entre la quantité de phase austénite (et sa concentration en carbone) formée au cours du recuit à une température intercritique et la concentration en carbone totale de l'acier peut être comprise à l'aide du diagramme de phase fer-carbone. Dans la figure 2.8, deux aciers avec 0.06 % et 0.12 % de carbone et deux différentes températures intercritique, à savoir 770 ° C et 825 ° C, sont représentés comme des exemples possibles.

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

fonction de la concentration en carbone de l'acier, plus élevée la concentration en carbone de l'acier ; la plus grande est la teneur en austénite.

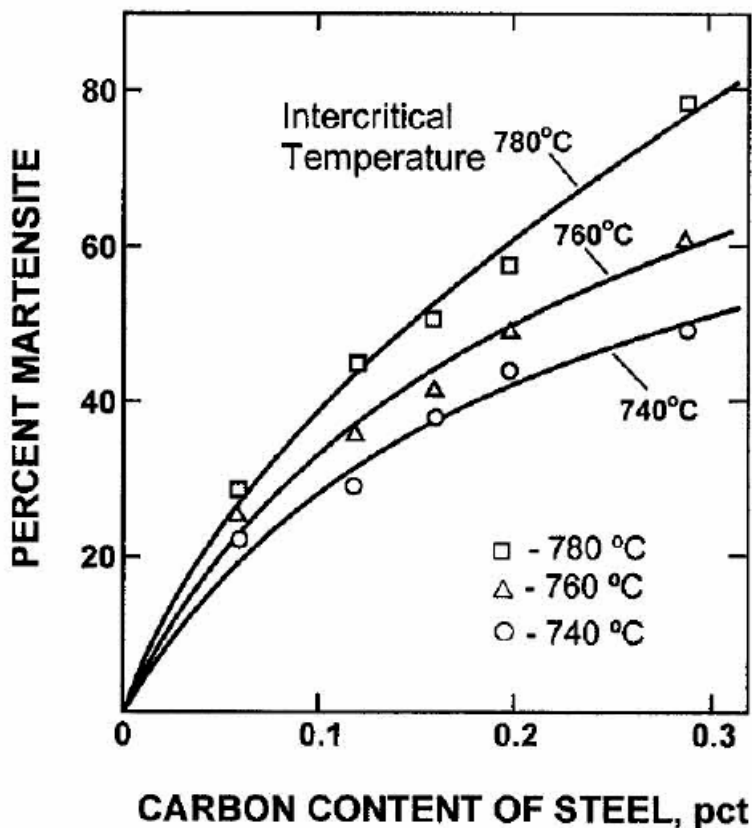


Figure 2.7 : Pourcentage de martensite dans un acier dual-phase à 1.5%Mn en fonction de la concentration en carbone et la température intercritique

Selon le diagramme de phase Fe-C, la quantité relative de la phase austénite formée dans les aciers à 0,06 % et 0,12 % de carbone à la température intercritique de 770 ° C peut être calculée en utilisant la règle du levier comme suit :

$$\text{Acier à 0,06 \% C (point a) : } \gamma = \frac{0,06 - 0,015}{0,49 - 0,015} \times 100 = 10\%$$

$$\text{Acier à 0,12 \% C (point b) : } \gamma = \frac{0,12 - 0,015}{0,049 - 0,015} \times 100 = 22\%$$

Où 0,015 est la concentration de carbone (en% M.) de la phase de ferrite à cette température. Comme on peut le remarquer, une augmentation de la

concentration en carbone de l'acier à partir de 0.06% à 0.12% conduit à une augmentation de la quantité de l'austénite (et de la martensite après refroidissement rapide) de 10% à 22%.

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

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

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

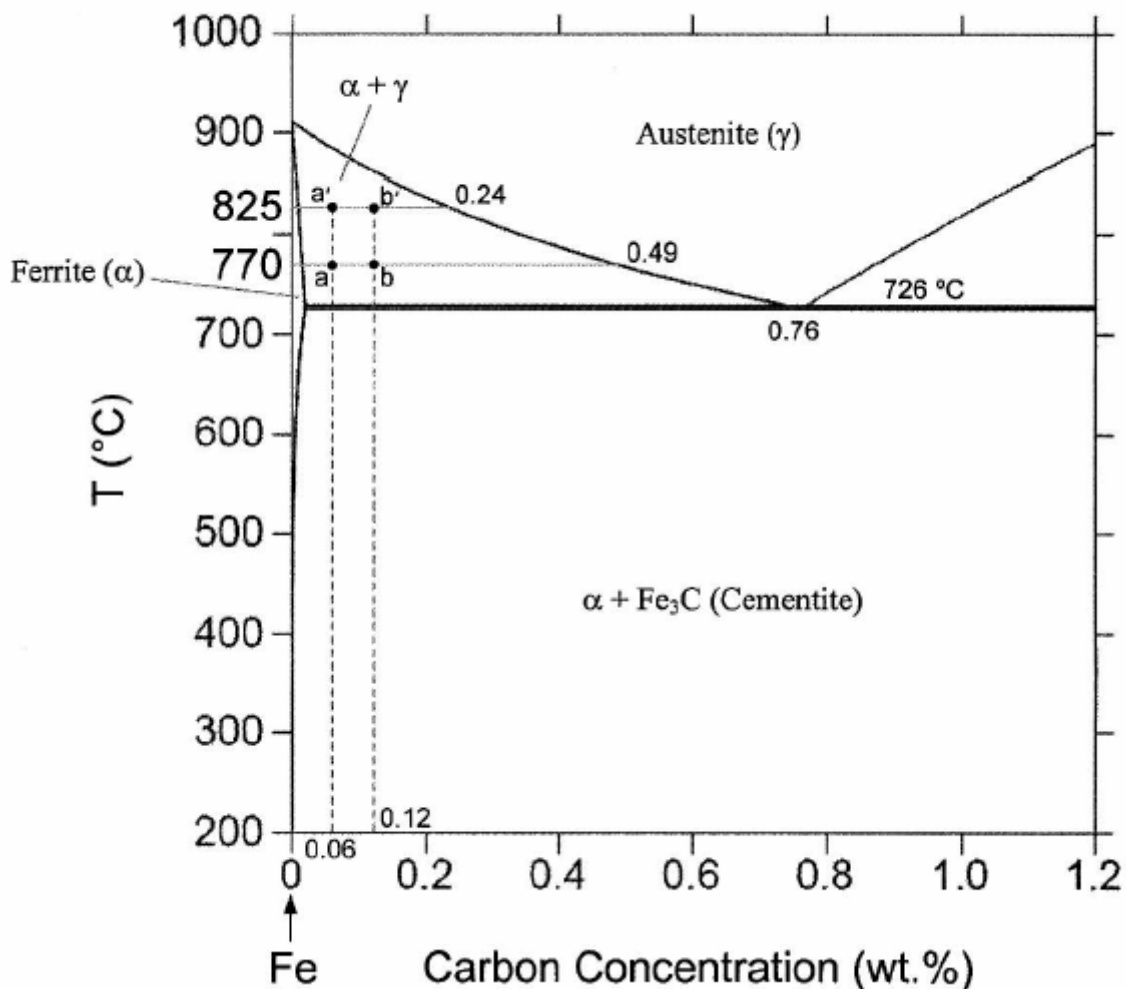


Figure 2.8 : diagramme Fe-C montrant l'effet de la concentration en carbone dans l'acier et la température intercritique sur la quantité de l'austénite formée

Où 0,010 % est la concentration de carbone en ferrite à 825 ° C. Il est clairement visible que, une augmentation de la température intercritique de 770 °C à 825 °C entraîne une augmentation dans le pourcentage de l'austénite (ou de la martensite formée à partir d'austénite lors de d'un refroidissement rapide) pour les deux des aciers avec 0.06% et 0.12% de carbone. Une autre observation est tirée de la figure 2.8, c'est que pour la formation d'une quantité fixe en austénite (par exemple 22%) dans des aciers à différents concentration de carbone, l'acier ayant une concentration en carbone inférieure doit être recuit à température intercritique supérieur.

2-4-1 Absence de palier élastique dans les aciers Dual-Phases

Lors d'un essai de traction sur un acier doux, on observe un crochet suivi d'un palier de traction, schématisés sur la Figure 2.9.a [65] [66]. Ce crochet de limite d'élasticité est la conséquence du blocage des sources de dislocations et de l'ancrage des dislocations par leurs atmosphères à l'état initial, avant toute sollicitation [67].

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

Les aciers Dual Phase ne présentent pas de crochet ni de palier de traction, comme le montre la Figure 2.9.b. Cette particularité est attribuée à l'introduction de dislocations mobiles autour des îlots de martensite, durant la transformation martensitique.

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

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

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

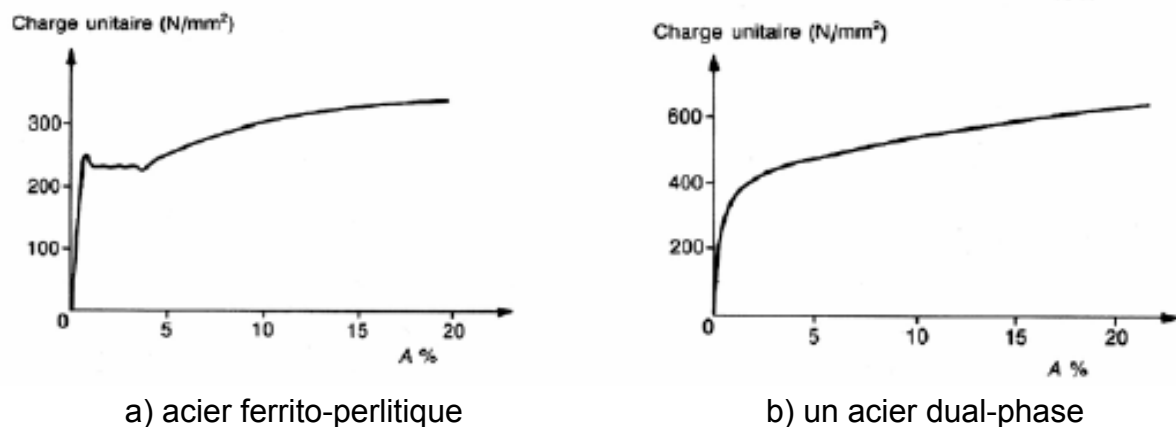


Figure 2.9 : Allures des courbes de traction

2-4-2 Phénomène d'écrouissage

Les aciers dual-phase présentent un fort taux d'écrouissage initial très caractéristique. Lors de la déformation, la déformation plastique de la matrice ferritique transfère la contrainte appliquée à la phase martensitique. Les dislocations générées dans la ferrite due à la transformation martensitique (survenant au cours du refroidissement rapide) et l'incompatibilité plastique entre les phases constitutives contribuent également à l'écrouissage des aciers

dual-phase. Le taux d'érouissage initial des aciers dual-phase augmente avec l'augmentation du pourcentage de la martensite. Cet effet peut être observé à la **figure 2.10** qui illustre les courbes de contrainte-déformation des aciers dual-phase ayant des différents pourcentage de martensite (environ 25-60 %). Le phénomène d'érouissage est également affecté par la taille de la martensite. Selon Balliger et Gladman [68], le taux d'érouissage des aciers dual-phase augmente avec la diminution de la taille de la martensite.

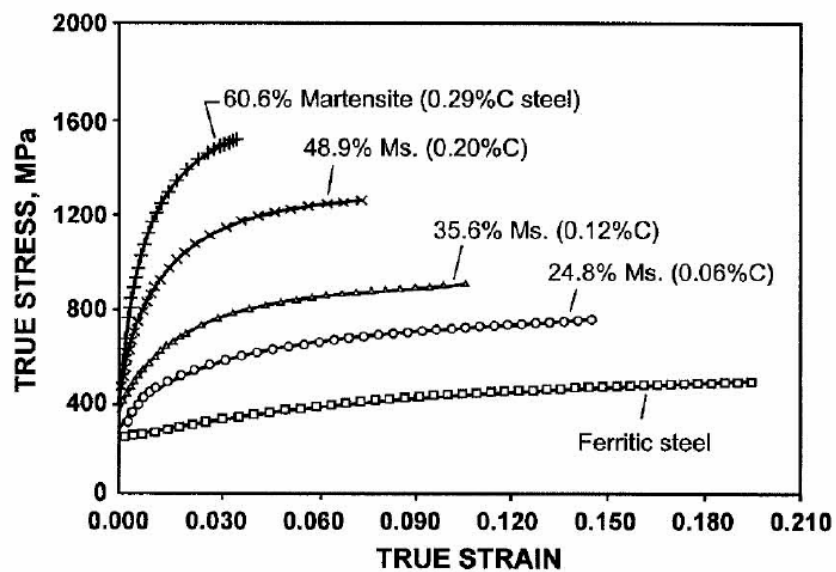


Figure 2.10: Courbe Contrainte-déformation des aciers dual-phase à 1.5 % Mn pour différentes concentrations en carbone, chauffés à 760 °C

Chapitre 3 : Matériaux et techniques expérimentales

Ce chapitre est consacré en premier lieu à la présentation des aciers étudiés et aux traitements thermomécaniques que nous avons conduits. Nous présenterons ensuite les techniques expérimentales mises en jeu pour caractériser ces aciers.

3-1 Matériaux utilisés

Les matériaux utilisés dans la présente étude sont des aciers à haute limite élastique de nuance X52 et X70 qui ont été produit par la société, ENSIDER Annaba, en Algérie. La composition chimique de ces aciers est donnée dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 : Composition chimique des aciers X52 et X70

Elements	Fe	C	Mn	Si	S	P	Nb	V	Ti	Al
X 52	Balance	0.12	1.22	0.23	0.001	0.011	0.03	0.03	0.002	0.034
X 70	Balance	0.07	1.52	0.34	0.001	0.012	0.045	0.048	0.003	0.035

3-2 Traitements thermomécaniques

Le traitement thermomécanique dans la présente étude a été fait par le laminage à chaud des aciers en variant le taux de réduction à une température donnée dans le domaine austénitique suivi par un refroidissement une fois à l'air et une fois à l'eau. La première étape du traitement consiste à homogénéiser le matériau dans l'austénite, à 1200°C pendant une (01) heure. Ce traitement permet d'homogénéiser la microstructure et la dissolution des précipités formés.

3-2-1 Installation du laminage à chaud

Le réchauffage de tous les échantillons ont été faits dans un four, gardé très proche du laminoir. Le laminage des échantillons a été fait sur un laminoir de type quatre (modèle 051 deux de FENN) ayant deux cylindres d'appui et deux cylindres de travail de diamètres respectives 320 mm et 100 mm. La vitesse de laminage linéaire a été maintenue constante à 10 m/mn dans toutes les expériences. Aucun chauffage antérieur des cylindres n'a été fait avant que le laminage à chaud des échantillons.

3-2-2 Programmes du procédé thermomécanique

Les détails des procédés thermomécaniques sont fournis dans le tableau ci-dessous.

Tableau 3.2: paramètres thermomécaniques

	1 ^{ère} passe		2 ^{ème} passe		3 ^{ème} passe		4 ^{ème} passe		Refroidissement
	T (°C)	ϵ (%)	T (°C)	ϵ (%)	T (°C)	ϵ (%)	T (°C)	ϵ (%)	
Série 1	1080	20	1020	20	950	20	900	20	Air
Série 2	1080	20	1020	20	950	20	900	40	Air
Série 3	1080	20	1020	20	950	20			Air
Série 4	1080	20	1020	20	950	40			Air

3-3 Traitements Thermiques

Les traitements thermiques que nous avons effectués au cours de cette étude, ont été faits à l'aide d'un four tubulaire dont la température maximale est de 1200 °C.

3-3-1 Effet de la température d'austénisation

Pour étudier l'influence de la température d'austénisation sur les caractéristiques mécaniques et structurales de nos aciers, nous avons effectué le traitement thermique suivant:

- ❖ Chauffage aux températures : 900 C° - 1000 C° - 1100 C° -1200 C°
- ❖ Maintient pendant : 30 min
- ❖ Refroidissement à l'air

3-3-2 Développement d'une structure Dual-phase

Pour développer une structure dual-phase (ferrite+Martensite) avec différentes morphologies et fraction volumique de la phase martensitique, on a effectué trois traitements thermiques : figure 3.1

3-3-2-1 Traitement (IQ-W): Intermediate Quenching

- Chauffage à 940 °C pendant 30 minutes
- Refroidissement à l'eau
- Chauffage aux températures (740, 760, 780 et 810 °C) pendant 30 mn
- Refroidissement à l'eau

3-3-2-2 Traitement (IQ-A): Intermediate Quenching

- Chauffage à 940 °C pendant 30 minutes
- Refroidissement à l'air
- Chauffage aux températures (740, 760, 780 et 810 °C) pendant 30 mn
- Refroidissement à l'eau

3-3-2-3 Traitement (SQ): Step Quenching

- Chauffage à 940 °C pendant 30 minutes
- Refroidissement au four jusqu'aux températures (740, 760, 780 et 810 °C), puis maintien pendant 30 mn
- Refroidissement à l'eau

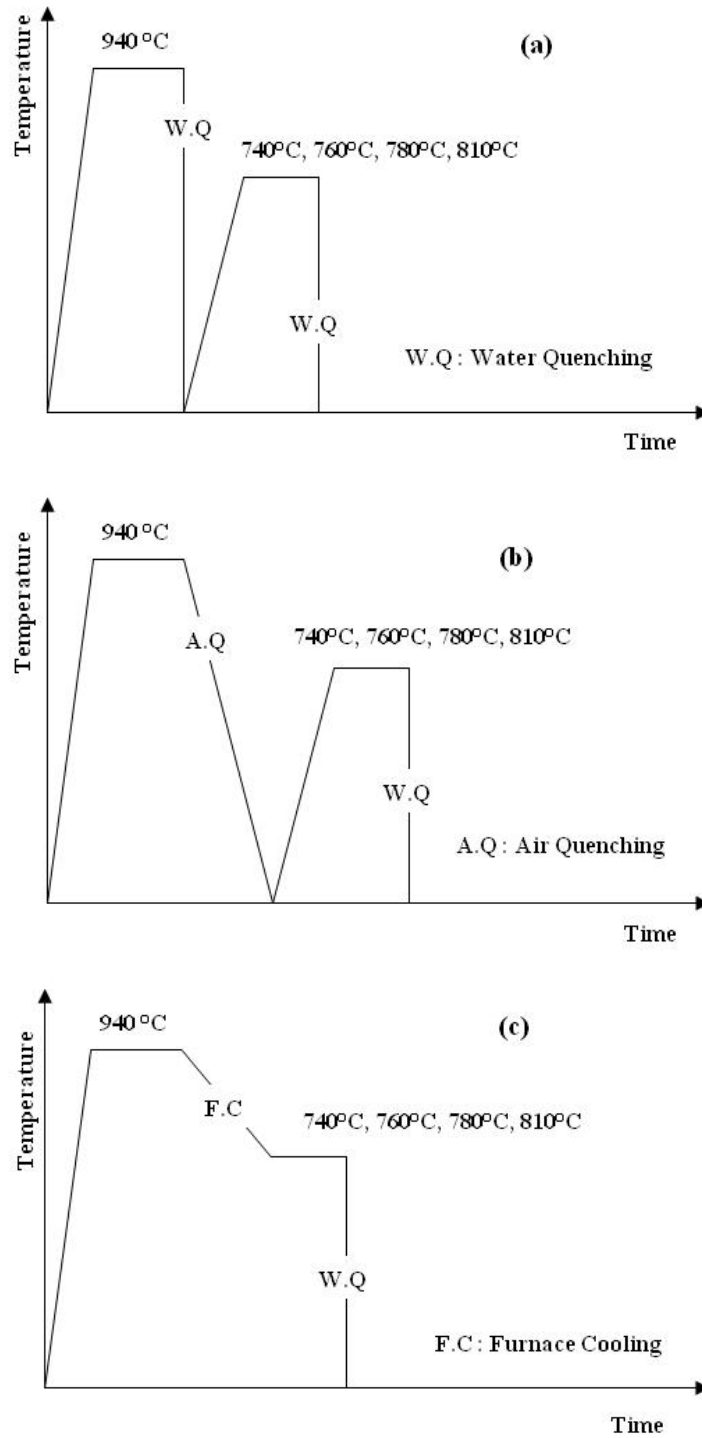


Figure 3.1: Différents traitements thermiques développés pour produire une structure Dual-Phase

(a) IQ-Eau

(b) IQ-Air

(c) SQ

3-4 Caractérisations mécaniques

3-4-1 Traction

Afin de caractériser les propriétés mécaniques et d'étudier l'influence des différents traitements thermiques, des essais de traction uniaxiale à la température ambiante ont été réalisés. Les éprouvettes de traction ont été préparées en adaptant la norme européenne EN 10002-1. (ASTM E8).

Les essais ont été réalisés à température ambiante. Les charges et élongations mesurées ont été converties en courbes contrainte vraie - déformation vraie. A partir de chaque courbe, la valeur de la contrainte vraie à charge maximale ainsi que la valeur de la déformation uniforme ont été déterminées.

3-4-2 Résilience

La Résilience a été effectuée par un essai Charpy à des températures allant de -60 °C à la température ambiante en utilisant une machine de capacité 450 J (model Controlab R0042 N° V12001). Les dimensions des éprouvettes sont conformes à la normalisation ASTM A370, comme le montre la figure....

Pour les températures inférieures à 0 °C, nous avons utilisé des mélanges réfrigérant. Nous nous sommes assuré que la température obtenue du liquide, mis dans le bac isolant, se stabilisait à la valeur voulue pendant au moins une quinzaine de minutes (temps suffisant pour que l'éprouvette ait une température homogène). Nous nous sommes aussi assuré que le temps mis pour sortir l'éprouvette du bac et la rompre était suffisamment court pour que la température n'évolue pas de façon significative.

3-5 Caractérisation de la microstructure

La première famille de méthodes de caractérisation que nous avons utilisé regroupe les méthodes d'investigation de la microstructure locale, depuis l'échelle macroscopique par microscopie optique jusqu'au facies de rupture par microscopie électronique à balayage.

3-5-1 Microscopie optique

Dans cette étude, nous avons utilisé la microscopie optique pour caractériser l'aspect général de la microstructure, notamment la présence de ségrégations ou d'inhomogénéités, et pour déterminer la taille des grains. Pour révéler les joints de grains, nous avons attaqué les échantillons avec du Nital à 4% (acide nitrique dilué dans de l'éthanol) après un polissage jusqu'au micron à l'aide de solutions diamantées.

3-5-2 Microscopie électronique à balayage

Pour compléter les observations en microscopie optique, ainsi que l'étude des Facies de ruptures des éprouvettes nous avons aussi utilisé un microscope électronique à balayage JEOL JSM-6360LV. Cet appareil nous a permis d'observer certains échantillons en contraste cristallin. L'observation en contraste cristallin est très utile pour permettre la visualisation de la structure granulaire dans son ensemble puisque le contraste obtenu est bien meilleur qu'en microscopie optique.

3-6 Détermination de la proportion des phases

L'estimation de la proportion des phases est déterminée à l'aide d'un logiciel de traitement d'images selon l'algorithme suivant :

1. Lire l'image en niveau de gris.

Une image en niveaux de gris autorise un dégradé de gris entre le noir et le blanc. En général, on code le niveau de gris sur un octet (8 bits) soit 256 nuances de dégradé. L'expression de la valeur du niveau de gris avec $N_g = 256$ devient: $p(i,j) \in [0, 255]$.

2. Etablir l'histogramme de l'image.

L'histogramme d'une image donne la répartition de ses niveaux de gris. Ainsi pour une image qui possède 256 niveaux de gris, l'histogramme représente le niveau de gris en fonction du nombre de pixels à ce niveau de gris dans l'image. L'histogramme donne donc une excellente idée de la

séparation entre quelque chose qui est clair et quelque chose qui est foncé dans l'image. L'histogramme permet d'obtenir le nombre de pixel de la même couleur dans une image. Si on fait varier la luminosité on voit que les pic se déplacent soit vers la gauche quand la luminosité diminue et vers la droite quand la luminosité augmente.

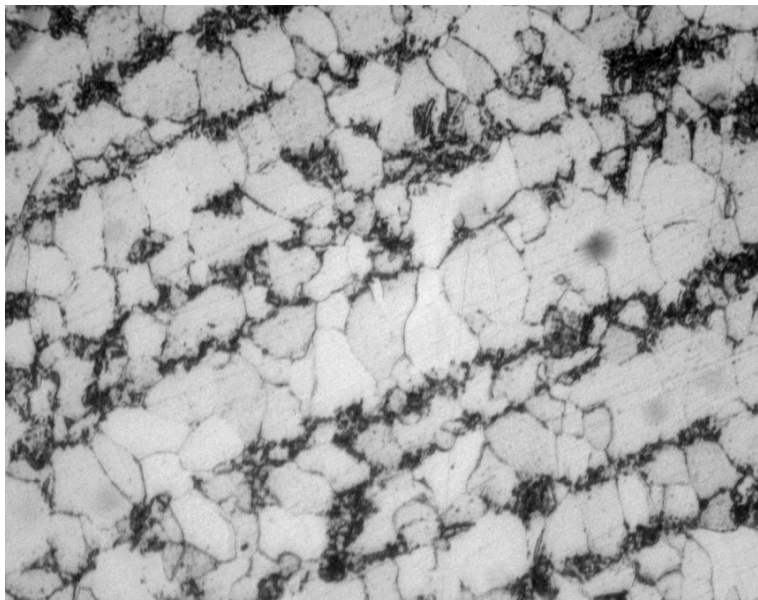


Figure 3.2 : Image originale en niveaux de gris

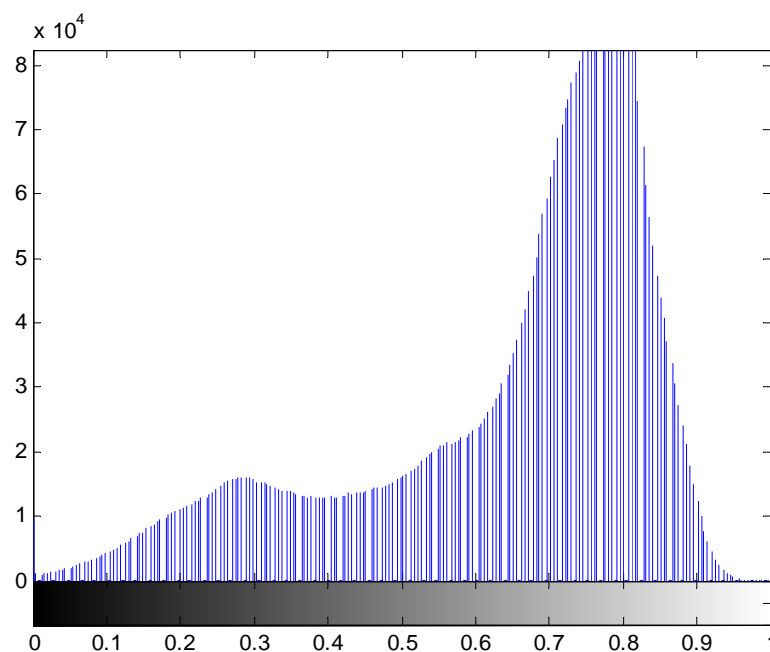


Figure 3.3 : Histogramme de l'image de la figure 3.2

3. Dédure le seuil de binarisation de l'histogramme

La segmentation consiste à prendre des pixels qui sont proches de couleur pour les regrouper et de leur donner par la suite la même valeur suivant la valeur moyenne du groupe. On définit un seuil qui permettra de savoir si un pixel deviendra noir ou blanc. Si le pixel est inférieur au seuil alors le pixel deviendra noir si non le pixel devient blanc. Pour déterminer le seuil on peut utiliser l'histogramme et on donnera la valeur du seuil manuellement ou on peut utiliser un seuillage automatique via un algorithme donné.

4. Binarisation de l'image.

Une image binaire est une image $M \times N$ où chaque point peut prendre uniquement la valeur 0 ou 1. Les pixels sont noirs (0) ou blancs (1).

La binarisation est basée sur un seuillage brut. Cela signifie que si un pixel de l'image a une intensité supérieure à une certaine valeur de seuil, il lui sera attribué la couleur blanche sinon il sera noir. Ce procédé est réalisé sur chaque pixel de l'image. Nous obtenons donc une image comportant seulement deux niveaux (valeur 0 ou 1). L'image est binarisée.

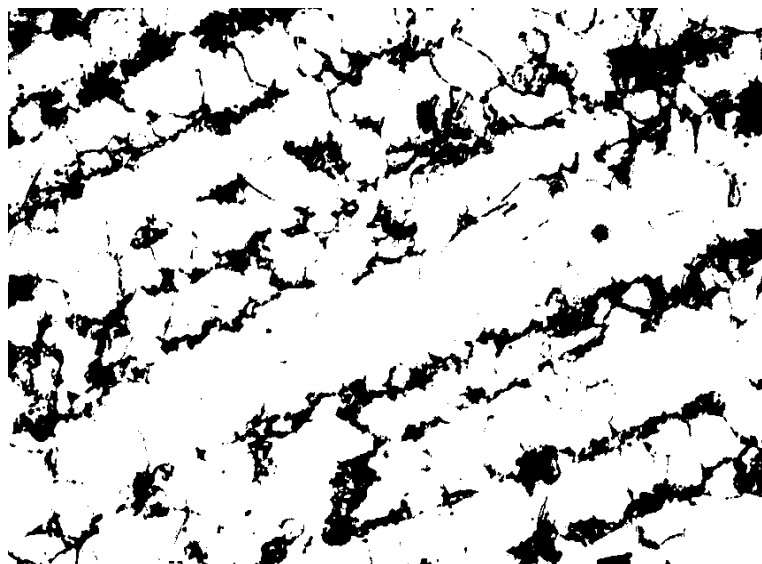


Figure 3.4 : Image binarisée

5. Compter les pixels noirs par rapport à l'ensemble des pixels de l'image.

Résultats pour l'ensemble des échantillons

Echantillons	Proportion de la (Martensite) en %
X52 SQ 740	21
X52 SQ 760	34
X52 SQ 780	52
X52 SQ 810	57
X70 SQ 740	10
X70 SQ 760	26
X70 SQ 780	45
X70 SQ 810	50

Chapitre 4 : Interprétations des résultats

4-1 Effet des paramètres thermomécaniques sur la microstructure et les propriétés mécaniques

Il est bien connu que la température d'austénitisation, la température et le taux de réduction par passe, et la température de fin de laminage sont les principaux paramètres qui influent sur les propriétés mécaniques et l'évolution de la microstructure des produits laminés à chaud [69][70].

4-1-1 Effet de la température d'austénitisation sur la microstructure et les propriétés de traction

Les microstructures optiques en fonction des différentes températures d'austénitisation pour les deux aciers X52 et X70 sont respectivement montrées dans les **figures 4.1 et 4.2**. A basse température d'austénitisation (900 °C), les microstructures des deux aciers sont formées de ferrite polygonale et de perlite (figure 4.1a et figure 4.2a). Mais la taille du grain de l'acier X70 est légèrement plus fine que celle de l'acier X52. La fraction volumique de la perlite dans l'acier X52 est plus élevée à celle de l'acier X70 en raison de la teneur en carbone, 0.12% pour X52 par rapport à 0.07 % pour X70. Après une austénitisation à 1000 °C, la microstructure garde toujours la forme polygonale de la ferrite, mais nous assistons au grossissement des grains ferritique, en particulier pour l'acier X52 (figure 4.1b et figure 4.2b). Après austénitisation à 1100 °C, la microstructure présente deux régions distinctes ferrite /perlite et perlite/ferrite aciculaire (figure 4.1c et figure 4.2c). Cependant, après austénitisation à 1200 °C, la ferrite perd son caractère polygonal et présente une ferrite complètement aciculaire (figure 4.1d et figure 4.2d). La ferrite aciculaire se présente sous forme d'aiguilles enchevêtrées adoptant différentes orientations cristallographiques à l'intérieur des grains austénitiques.

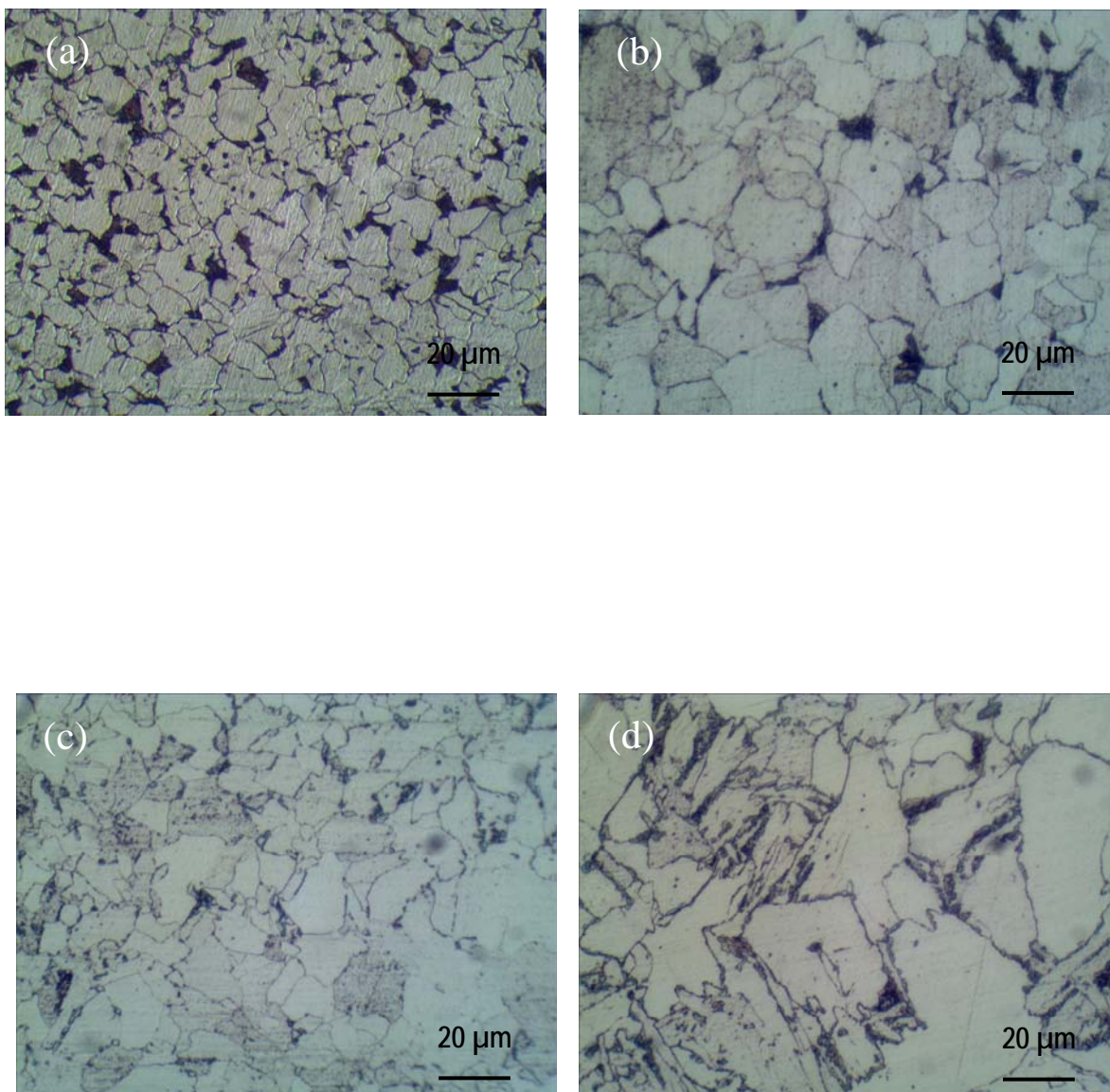


Figure 4.1 : Microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénisation

(a) T = 900 °C
(c) T = 1100 °C

(b) T = 1000 °C
(d) T = 1200 °C

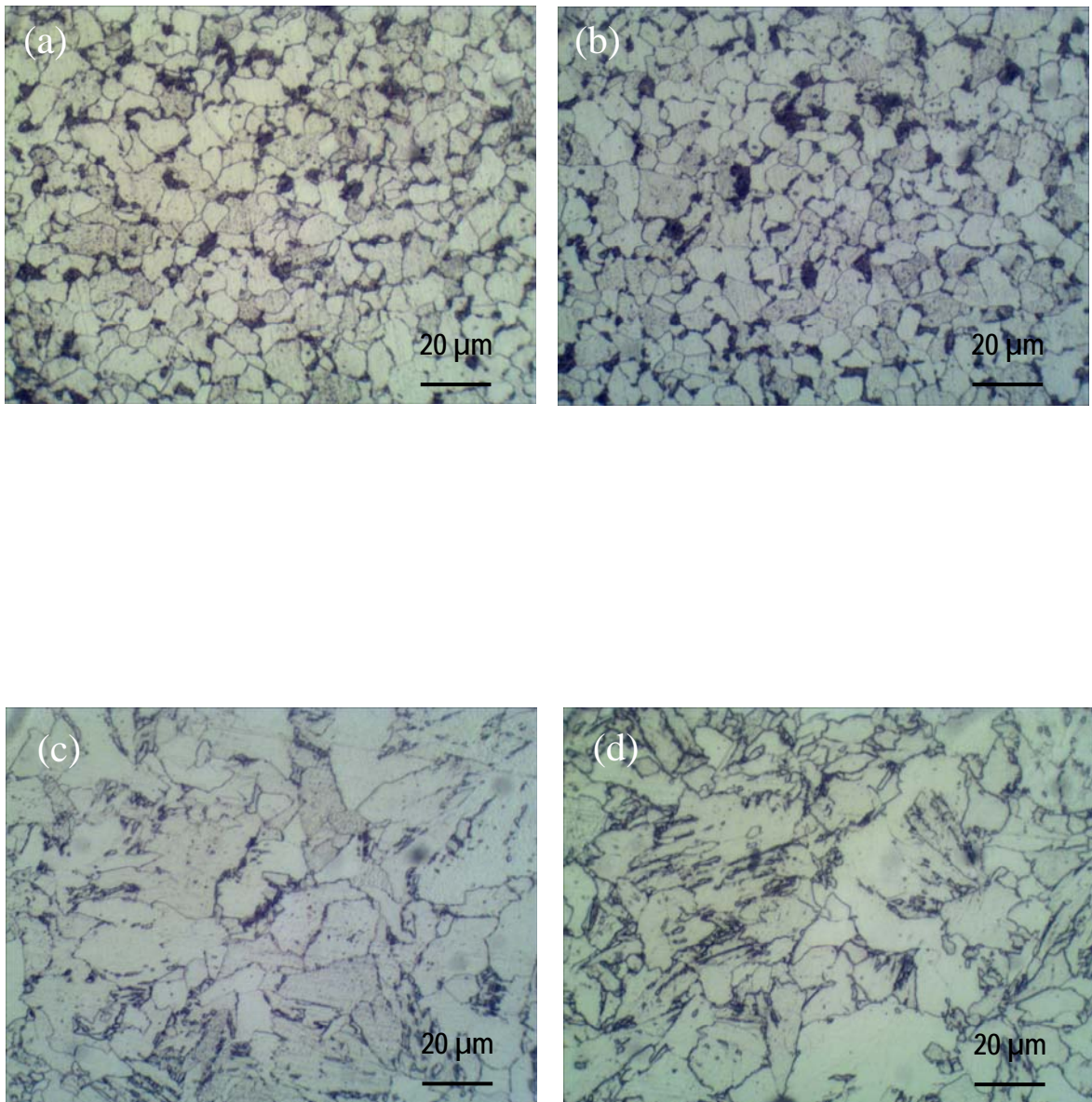


Figure 4.2 : Microstructure de l'acier X70 à différentes températures d'austénitisation

(a) $T = 900\text{ °C}$
(c) $T = 1100\text{ °C}$

(b) $T = 1000\text{ °C}$
(d) $T = 1200\text{ °C}$

Les aiguilles de la ferrite aciculaire se développent plutôt entièrement à l'intérieur des grains austénitiques, en prenant naissance sur des inclusions non métalliques [71] [72]. Les aiguilles de ferrite aciculaire servent ensuite de sites de germination pour d'autres aiguilles. Il est bien établi que les conditions d'austénitisation (température, temps) ainsi que la composition chimique de l'acier influencent la taille des grains austénitiques [73]. La taille des grains austénitiques influence directement la formation de la ferrite aciculaire. Plus la taille des grains austénitiques est importante plus la densité de sites de germination intragranulaires est élevée, favorisant de ce fait la formation de la ferrite aciculaire [71] [72] [73]. La microstructure de cette ferrite aciculaire a suscité un grand intérêt car elle est à l'origine de propriétés exceptionnelles de résistance mécanique et de ténacité des tôles soudées en aciers microalliés [74].

L'évolution de la limite conventionnelle d'élasticité $Re_{0.2}$ en fonction des températures d'austénitisation pour les aciers X52 et X70 est donnée par la **figure 4.3**. A partir d'une austénitisation à 1000 °C, On constate une augmentation brusque de ($Re_{0.2}$) jusqu'à 1100 °C au-delà de laquelle la température d'austénitisation n'a pas d'effet significatif. L'augmentation brusque de la contrainte $Re_{0.2}$ de ces aciers après une austénitisation de 1000 °C peut être attribuée à la variation de la microstructure de la ferrite polygonale à la ferrite aciculaire pour le traitement d'austénitisation à 1100 et 1200 °C, respectivement. La présence de la ferrite aciculaire a un plus grand effet sur la contrainte et compense plus la diminution due à l'augmentation de la taille du grain. Normalement, on s'attend à ce que la $Re_{0.2}$ diminue avec l'augmentation de la température d'austénitisation due à la coalescence du grain austénitique. Mais au contraire, la présence du Niobium sous forme de carbure dans l'acier a comme conséquence une augmentation de la contrainte pour les températures d'austénitisation élevées. Pour ce type d'acier, le durcissement par précipitation l'emporte sur le durcissement par affinement de grain.

Nous constatons, d'après le **tableau 4.1**, qu'après austénitisation à 900 °C 10 % du Niobium est en solution, et lors du refroidissement de cet élément, il

précipite sous forme de carbure, et la coalescence des précipités non dissous dont la contribution est défavorable à l'amélioration du durcissement.

Par contre, après austénitisation à 1100 °C, 98 % du Niobium de l'acier X70 est en solution dans l'austénite, mais seulement 86 % pour l'acier X52. Lors du refroidissement, on assisterait à une nouvelle précipitation. Ce sont ces précipités qui produisent l'essentiel du durcissement. Pour atteindre cet objectif, il est donc nécessaire de former de précipités de refroidissement au détriment des précipités non dissous. L'augmentation de la température d'austénitisation avec une mise en solution optimale permet d'arriver à ce résultat. La ($Re_{0.2}$) de l'acier X70 est sensiblement plus élevée que celle de l'acier X52 pour toutes les températures d'austénitisation. Cette amélioration suggère que les éléments microalliés tel que le niobium est plus efficace pour l'acier X70 que pour l'acier X52.

La **figure 4.4** montre que la ductilité, mesurée à l'aide de l'allongement à la rupture, diminué avec l'augmentation des températures d'austénitisation pour les deux aciers. Cela est attribué au remplacement de la microstructure ferrite / perlite avec ferrite aciculaire / perlite et également une augmentation de la taille des grains austénitiques avec l'augmentation des températures d'austénitisation.

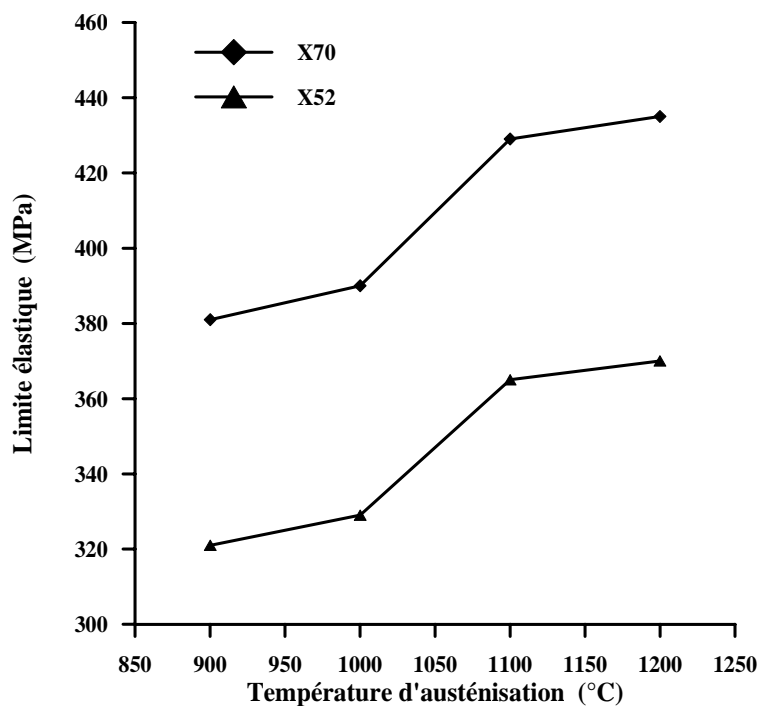
L'équation (1) est généralement utilisée pour déterminer la teneur du Niobium mise en solution à une température d'austénitisation donnée. La teneur du Niobium dissout à différentes températures d'austénitisation est donnée par le **tableau 4.1**

$$\text{Log}_{10} (\text{Nb})(\text{C}) = - \frac{7510}{T} + 2.96 \quad (1)$$

Tableau 4.1: La valeur et le pourcentage du Niobium dissout dans l'austénite

Aciers		Températures d'austénisation (°C)			
		900	1000	1100	1200
X 52	Nb en solution	0.003	0.0095	0.0257	0.06
	% Nb en solution	10	32	86	200
X 70	Nb en solution	0.0051	0.016	0.044	0.1
	% Nb en solution	11	36	98	220

On note que la température pour laquelle le Niobium est complètement en solution dans l'austénite est respectivement 1116 °C et 1102 °C pour les aciers X52 et X70

**Figure 4.3:** Evolution de la $Re_{0.2}$ en fonction de la température d'austénisation

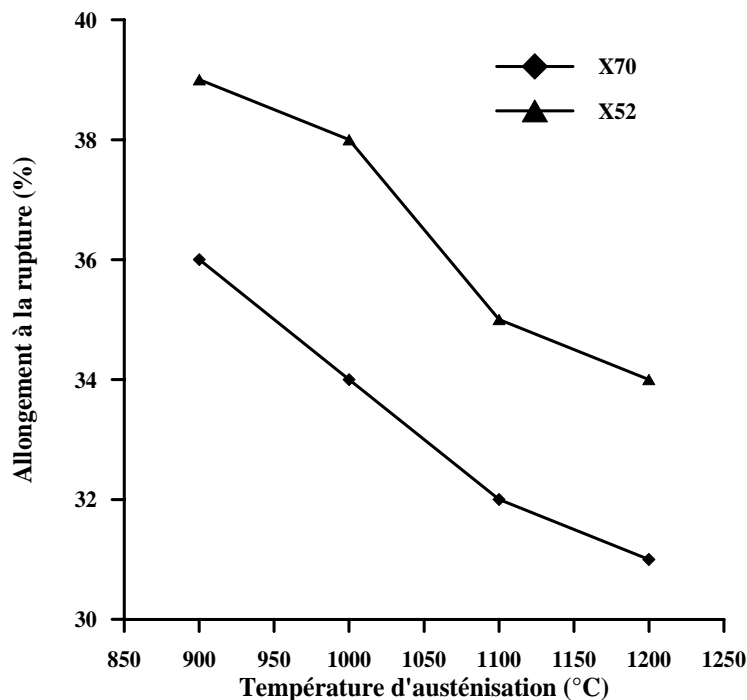


Figure 4.4: Evolution de A_r en fonction de la température d'austénisation

4-2-2 Effet de la température de fin de laminage

4-2-2-1 Détermination de la température de non-recristallisation

La recristallisation due à la déformation à une température plus élevée que la température de non-recristallisation (T_{nr}) affine la taille du grain à une certaine limite par recristallisation répétée. La déformation dans la région d'austénite non recristallisée diminue la taille du grain de ferrite par allongement du grain d'austénite avant transformation. La déformation de l'austénite au-dessous de sa température de recristallisation introduit des bandes de déformation en plus des grains austénitiques allongés. Ceux-ci divisent un grain d'austénite en plusieurs blocs, et sont équivalents aux joints de grain d'austénite en ce qui concerne le potentiel pour la germination de la ferrite. L'allongement a lieu parce que la recristallisation est retardée par des éléments tels que le niobium. La détermination de la température de non-recristallisation (T_{nr}) est une étape essentielle pour concevoir un programme de laminage, car elle spécifie les températures au-dessous de laquelle les déformations sont accumulées dans

l'austénite donnant une structure allongée (c'est-à-dire une densité de dislocation plus élevée).

Barbosa [76] et Panigrahi [77] ont développé la corrélation suivante pour prédire la température de non recristallisation T_{nr} en utilisant la composition de l'acier:

$$T_{nr} = 887 + 464C + 890Ti - 357Si + (6445Nb - 644\sqrt{Nb}) + (732V - 230\sqrt{V})$$

La température de non-recristallisation des aciers X52 et X70 calculée par l'équation ci-dessus sont respectivement 968 °C et 998 °C

4-2-2-2 Effet de la température de fin de laminage sur la microstructure

Les différentes étapes du traitement thermomécanique peuvent avoir un effet important sur le développement de la microstructure, qui a un rapport direct avec les propriétés mécaniques finales. La microstructure sous divers procédés de laminage se compose de grains de ferrite et de perlite. Comme le montre les **figures 4.5 et 4.6**, les plus fins grains de ferrite sont obtenus pour l'acier X70 à une température de fin de laminage de 900 °C et un taux de déformation de 40% (série 2). Les grains de ferrite se forment aux joints de grain austénitique au cours de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. L'affinement des grains austénitiques réduisent donc la taille des grains ferritique en augmentant les joints de grain austénitiques [78]. Pour les deux aciers X70 et X52, la température de fin de laminage de 950 et 900 °C, sont dans la gamme des températures de non recristallisation. Si la température de fin de laminage est assez basse pour supprimer la recristallisation, les grains déformés d'austénite restent allongés [69]. Il est bien connu que le niobium est l'élément le plus efficace à retarder la recristallisation de l'austénite déformée quand il est initialement mis en solution solide [79]. Une basse température de fin de laminage provoque la formation des bandes de déformation dans l'austénite, ce qui est bénéfique pour la formation de ferrite fine. La densité des bandes de déformation augmente évidemment avec l'augmentation du taux de réduction. Avec une réduction de 20% à la température de fin de laminage à 900°C (série 1), on observe des grains ferrites homogènes. Dans ce cas, les bandes de déformation dans

l'austénite ne se sont pas développées de toute évidence. Une plus grande réduction de laminage provoque les diminutions de la taille du grain ferritique dans les deux aciers. L'exigence d'avoir une fine taille de grain ferritique, nécessite une grande vitesse de germination ferritique pendant la transformation. Comme la ferrite germe essentiellement au niveau du joint de grain austénitique, le besoin d'avoir une fine taille de grain austénitique est apparent. La transformation de l'austénite en ferrite est accélérée par le raffinement de la taille de grain austénitique et/ou par l'augmentation de la quantité de déformation dans le domaine austénitique à basse température.

La quantité de réduction a également une influence sur la taille du grain de ferrite. **Les Figures 4.5 et 4.6** montrent aussi que la taille des grains ferritiques diminue avec l'augmentation des taux de réduction. Les différentes tailles de grain de la ferrite sont le résultat direct de différents états d'austénite après la dernière passe. Plus les grains austénitiques sont allongés plus les grains ferritiques deviennent beaucoup plus fins. La température de fin de laminage a été portée à une basse température 900 °C, avant le début de la transformation Austénite-Ferrite, pour donner un meilleur affinement des grains. Cet affinement est d'autant plus important que le taux de déformation est élevé durant la dernière passe, où il n'y a pratiquement plus de recristallisation, l'écrouissage jouant un effet catalytique par la création d'un plus grand nombre de sites de germination. On constate que pour la dernière passe, une réduction de 40 % est importante pour assurer un bon affinement du grain ferritique.

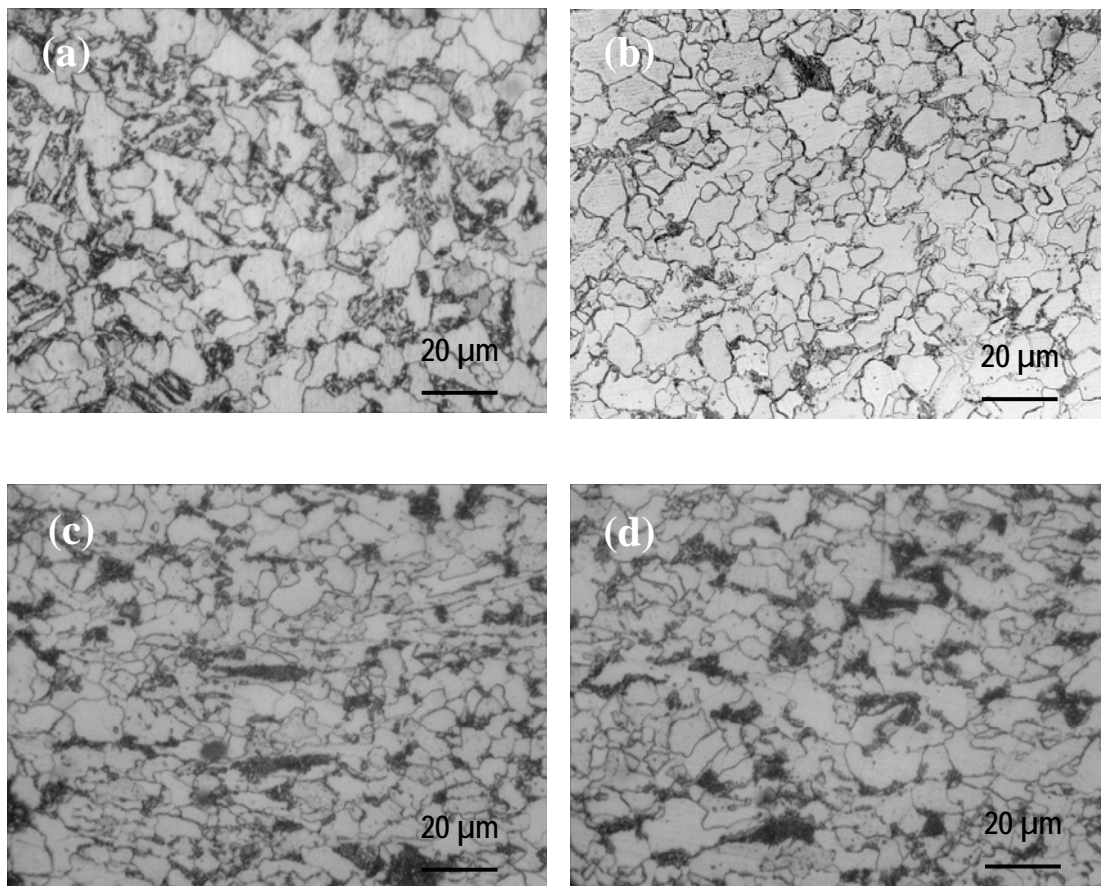


Figure 4.5 : Microstructure de l'acier X52 pour différentes température de fin de laminage et taux de réduction

(a) Série 3

(b) Série 4

(c) Série 2

(d) Série 1

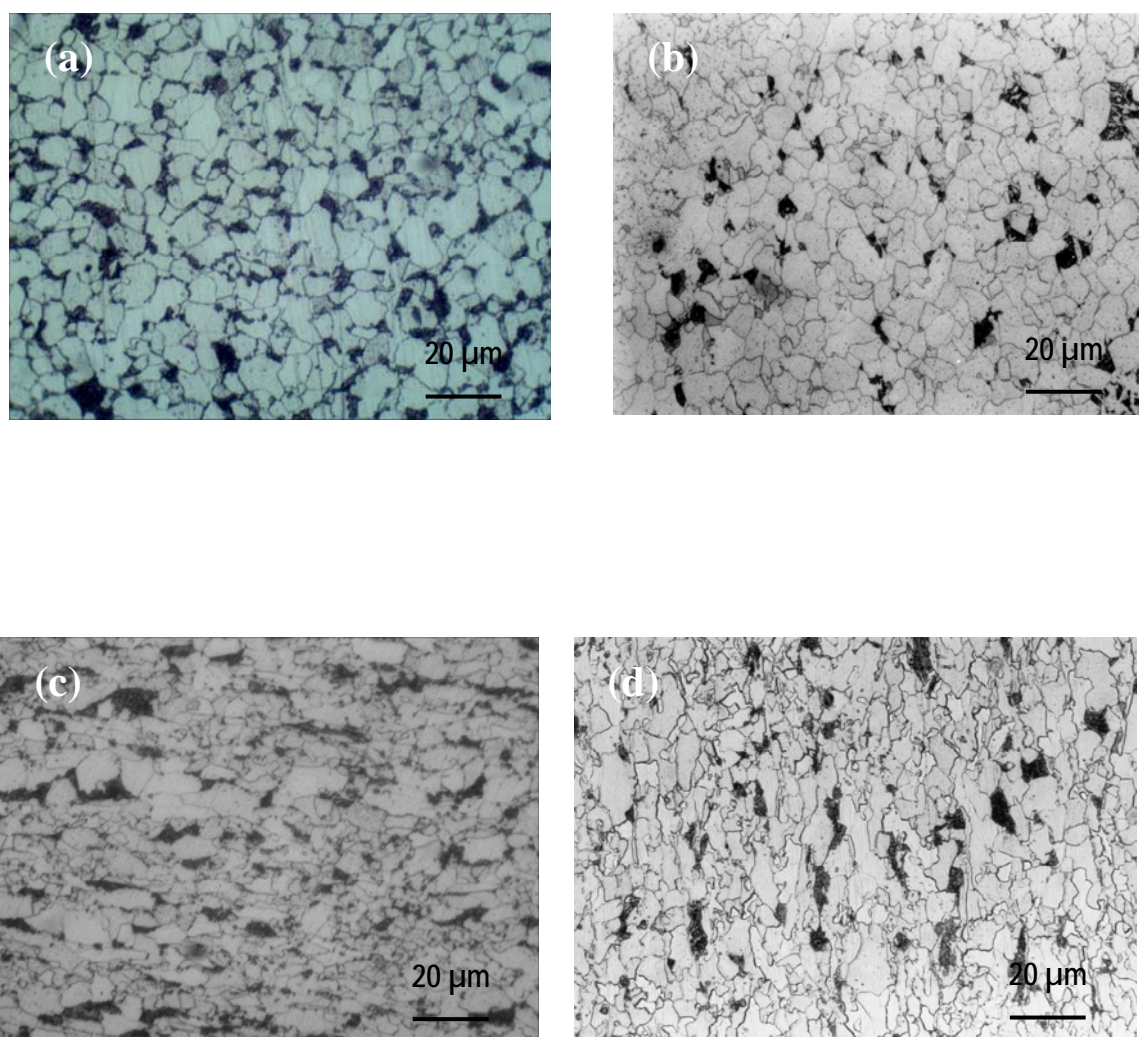


Figure 4.6 : Microstructure de l'acier X70 pour différentes séries thermomécaniques

(a) Série 3

(b) Série 4

(c) Série 2

(d) Série 1

4-2-2-3 Effet de la température de fin de laminage sur les propriétés de traction

L'influence des paramètres de traitement thermomécanique sur limite conventionnelle d'élasticité ($Re_{0.2}$), la résistance à la traction (R_m) et l'allongement à la rupture (A) des aciers X52 et X70 est illustrée sur le **Tableau 4.2**. Il est évident que les aciers laminés à faible température de fin de laminage (TFL) 900 °C affichent une limite élastique et une résistance à la traction plus élevées par rapport à ceux laminés à haute (TFL) 950 °C. De la même manière, le taux de réduction influe sur les propriétés mécaniques (la limite d'élasticité, résistance à la traction et l'allongement à la rupture) des deux aciers. Comme on peut le constater, Les échantillons laminés à la même température de fin de laminage révèlent une augmentation des contraintes $Re_{0.2}$ et R_m des deux aciers avec l'augmentation du taux de réduction de 20 à 40 %.

Tableau 4.2 : Evolution de la dureté en fonction de la température de fin de laminage

Acier	TFL (°C)	Red. (%)	$Re_{0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)
X52	950	20	355	495	31
		40	360	510	29
	900	20	377	516	27
		40	400	530	24
X70	950	20	410	530	37
		40	480	590	34
	900	20	490	610	32
		40	538	665	30

4-2 Développement des structures Dual-Phase

4-2-1 Introduction

La substitution de la perlite en aciers HSLA conventionnels par la phase de martensite a eu comme conséquence une excellente combinaison de résistance/ductilité. Généralement les aciers dual phase martensite ferrite (DPMF) possèdent une ductilité plus élevée (aptitude de mise en forme) que les aciers HSLA conventionnels à un niveau donné de contrainte. Nous avons développé des structures dual-phase (ferrite+martensite) à partir des aciers X52 et X70 qu'ont subi le laminage à chaud de la série 1. La répartition des contraintes dans chacune des phases d'un matériau multiphasé est à l'origine des propriétés mécaniques spécifiques des aciers Dual Phase, comme par exemple l'absence de palier de traction. En effet, sous l'action d'une contrainte appliquée, chacune des phases se trouve dans un état de contrainte spécifique qui dépend de nombreux paramètres, tels que les caractéristiques mécaniques intrinsèques à chacune d'elles, leur proportion, leur morphologie, leur répartition.

En utilisant les différents procédés thermiques IQ-W, IQ-A et SQ, des microstructures dual-phase avec une variété de quantité et de morphologies de martensite ont été produites. Dans la section suivante, on décrit en détail les microstructures d'aciers obtenus, et le comportement mécanique des échantillons d'acier avec un accent sur la relation entre les propriétés mécaniques observées aux microstructures d'aciers.

4-2-2 Evolution Microstructurale des structures Dual-Phase

Les **Figures 4.7, 4.8, 4.9, 4.10, 4.11, 4.12**, montrent les micrographies optiques des aciers X52 et X70 soumis à différents traitements thermiques (IQ-W), (IQ-A), (SQ). Il est évident que tous les traitements thermiques présentent des microstructures dual phase ferrite-martensite, mais la morphologie, la proportion et la distribution de la phase martensitique varient considérablement en fonction des types de traitement thermique et de la composition chimique **[80]**. La différence de l'état microstructural initial des échantillons avant t'atteindre le domaine intercritique ($\alpha+\gamma$) peut être tenu pour responsable des

différences observées dans la morphologie et la distribution de la martensite [81] [82] [83] [84].

4-2-2-1 Traitement I.Q.Eau (IQ-W)

Les **figures 4.7 et 4.8** montrent une structure dual-phase, caractérisée par une microstructure qui consiste en une martensite fine et fibreuse uniformément dispersées dans une matrice ferritique ductile, obtenue par le traitement (IQ-W). Durant le chauffage aux températures intercritiques ($\alpha + \gamma$), la germination de l'austénite, à partir de la microstructure initiale totalement martensitique, commence au niveau des joints des grains d'austénite antérieurs, les carbures qui précipitent sur les joints de grains d'austénite antérieurs et également au niveau des joints de lattes de martensite en formant des régions à forme aciculaire et transforme ensuite de fines particules de martensite lors de la trempe à la température ambiante. La morphologie et la dispersion de la martensite dans le traitement IQ-W dépend du procédé de réversion d'austénite à partir de la martensite initiale. La bonne dispersion des sites de germination favorise l'apparition d'une martensite de morphologie fine et fibreuse uniformément dispersées dans la microstructure dual-phase finale [81] [85].

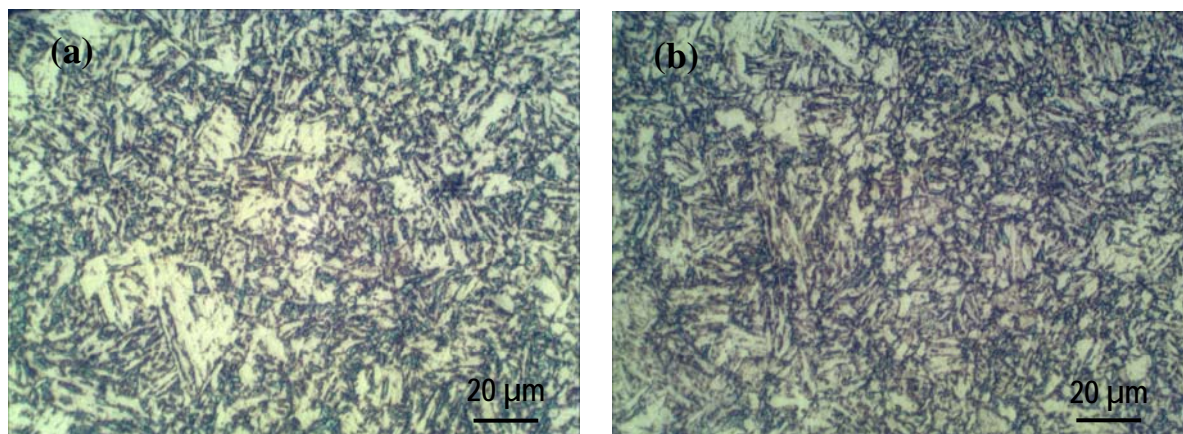


Figure 4.7: Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement IQ-W, à différentes températures intercritiques

a) 760 °C b) 780 °C

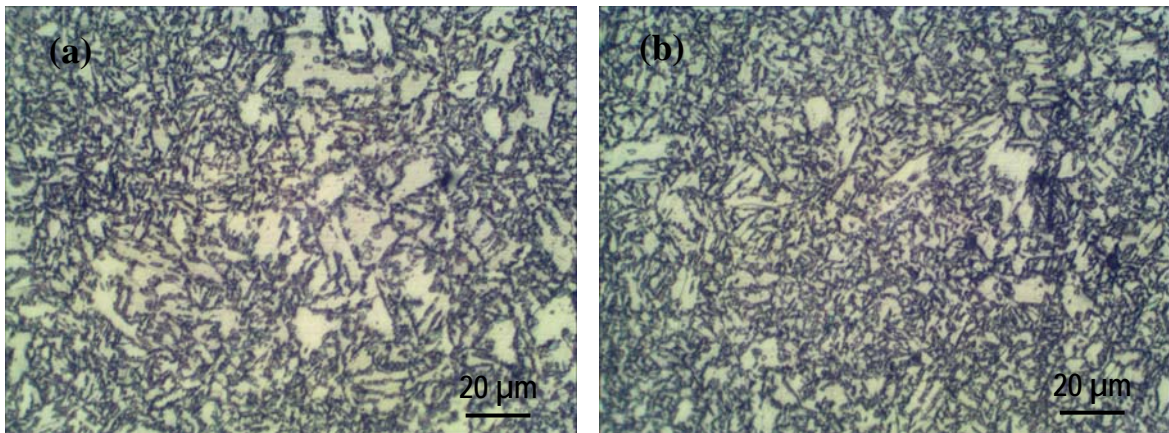


Figure 4.8: Microstructure Optique de l'acier X52 après traitement IQ-W, à différentes températures intercritiques

a) 760 °C b) 780 °C

4-2-2-2 Traitement I.Q.Air (IQ-A)

Les **figures 4.9 et 4.10** montrent des microstructures dual phase (DP) développées à partir d'une microstructure initiale ferrito-perlitique (traitement IQ-Air), qui sont composées de ferrite polygonale entourée d'un réseau de martensite sombre, en particulier le long des joints de grains ferrite / ferrite et les points triples de la ferrite, en suivant l'emplacement de la perlite dans la microstructure initiale (ferrite + perlite). Lorsque la structure initiale (ferrite + perlite) est réchauffée dans le domaine intercritique, l'austénite germe à l'intérieur des colonies de perlite et sur les jonctions de colonies de perlite. Pendant ce temps, l'austénite germe sur les joints de grains de ferrite-ferrite. Par la suite, cette austénite se transforme en îlots de martensite après trempe à l'eau. **[83][86]**. Un certain nombre d'études intéressantes ont révélé que la répartition significative du manganèse entre l'austénite et la ferrite se produit pendant le processus de recuit. La concentration du manganèse dans l'austénite contribue essentiellement à la trempabilité de l'acier à proximité de l'interface ferrite-austénite **[82]**. Le manganèse est considéré comme un élément d'alliage important qui augmente la trempabilité de l'austénite et

favorise la formation de la martensite. Pendant le recuit intercritique, le manganèse dans la ferrite se déplace jusqu'au joint de grain et diffuse dans l'austénite, en formant une zone riche en manganèse au niveau du joint de grain austénitique qui présente une trempabilité plus élevée que celle du centre de l'austénite. Après trempe à l'eau, le joint de grain riche en manganèse se transforme en martensite. [87]

Le développement de la martensite type réseau (network) que l'on trouve dans la présente étude suit les observations faites par Navara [88]. Selon Navara, la formation d'austénite (la martensite) après un recuit intercritique directe à partir d'une structure ferrito-perlitique est causée par la formation des germes d'austénite dans des régions enrichies au manganèse (Mn) en raison de la diffusion rapide de Mn à travers les interfaces ferrite-ferrite

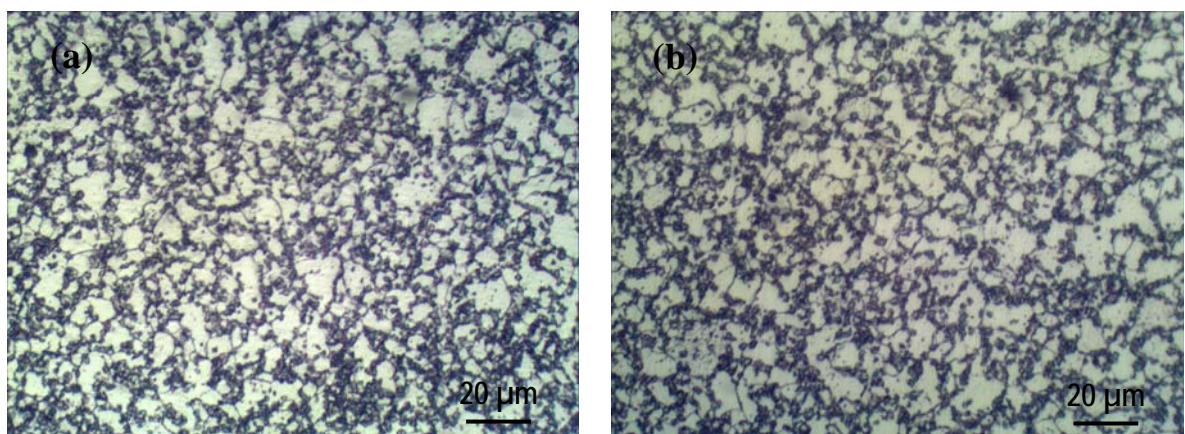


Figure 4.9: Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement IQ-A, à différentes températures intercritiques

a) 760 °C b) 780 °C

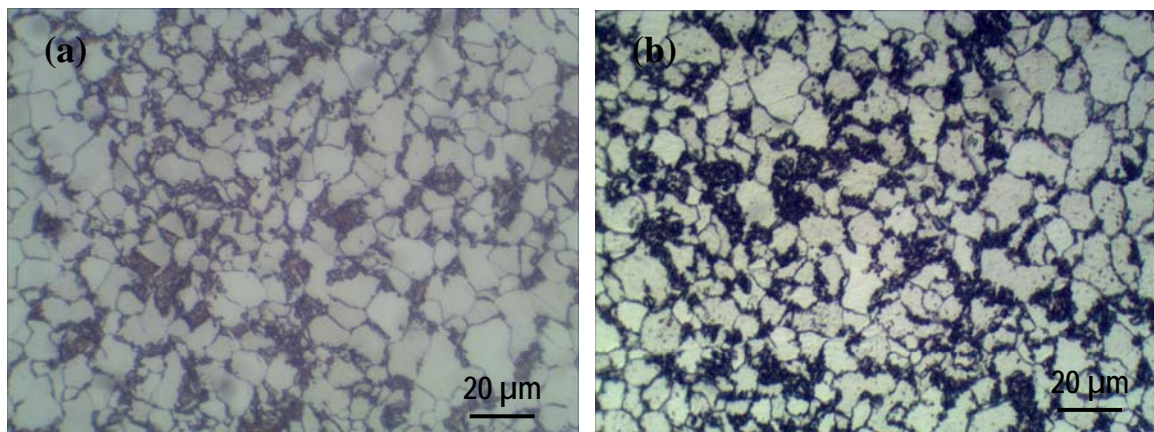


Figure 4.10: Microstructure Optique de l'acier X52 après traitement IQ-A, à différentes températures intercritiques

a) 760 °C b) 780 °C

4-2-2-3 Traitement S.Q.

Les **figures 4.11 et 4.12** représentent des micrographies optiques (ferrite + Martensite) des aciers X52 et X70 qui ont subi le traitement SQ. Ces microstructures présentent une morphologie en bande avec une distribution non uniforme des phases. Ce type de structure est plus accentuée, si la température intercritique augmente. Dans le cas du traitement SQ, la phase initiale avant recuit dans le domaine biphasé est la phase austénite. Selon Thompson & Howell, la structure en bandes apparaît après un refroidissement relativement lent depuis le domaine austénitique [89]. Après refroidissement au four jusqu'aux températures dans le domaine ($\alpha + \gamma$), la ferrite germe au niveau des joints de grains de l'austénite et se développe à l'intérieur des grains d'austénite, qui résulte à avoir deux régions distinctes de ferrite et d'austénite [85][81][84][90]. Offerman et al. montrent par une analyse à la sonde électronique que la présence de bandes est fortement corrélée à la ségrégation en manganèse [91]. Plus la vitesse de refroidissement est faible, plus le carbone a tendance à migrer depuis les zones pauvres vers les zones riches en manganèse. Verhoeven [92] développe une théorie largement admise pour expliquer la formation des bandes. L'austénite est plus stable dans les zones riches en manganèse. Lors d'un refroidissement lent, la ferrite germe

préférentiellement aux joints triples et aux joints de grains austénitiques situés dans les zones pauvres en manganèse. Lors de la trempe, les régions d'austénite non transformée se transforment en martensite en gardant la même disposition, en conduisant à une microstructure Dual-Phase en bandes alternées entre la ferrite et la martensite après trempe à partir du domaine ($\alpha + \gamma$).

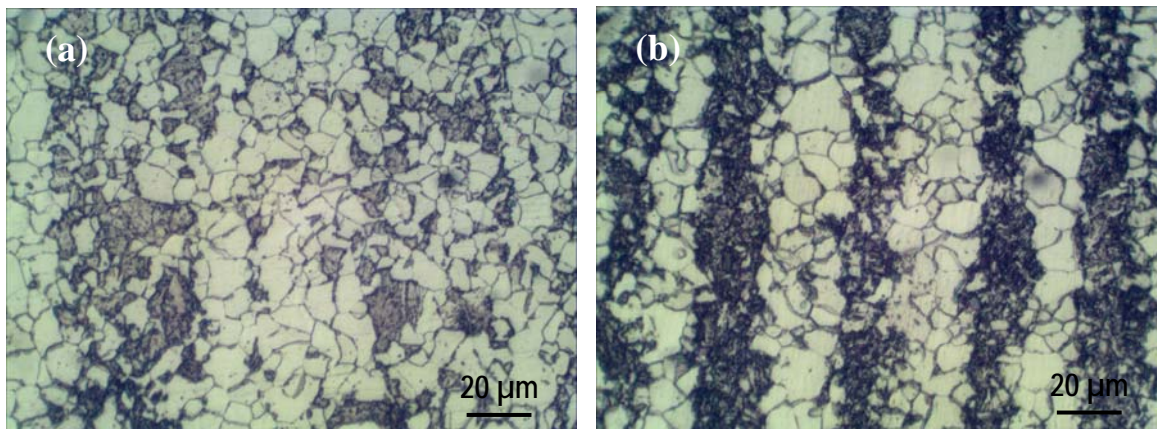


Figure 4.11: Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement SQ, à différentes températures intercritiques

a) 760 °C b) 780 °C

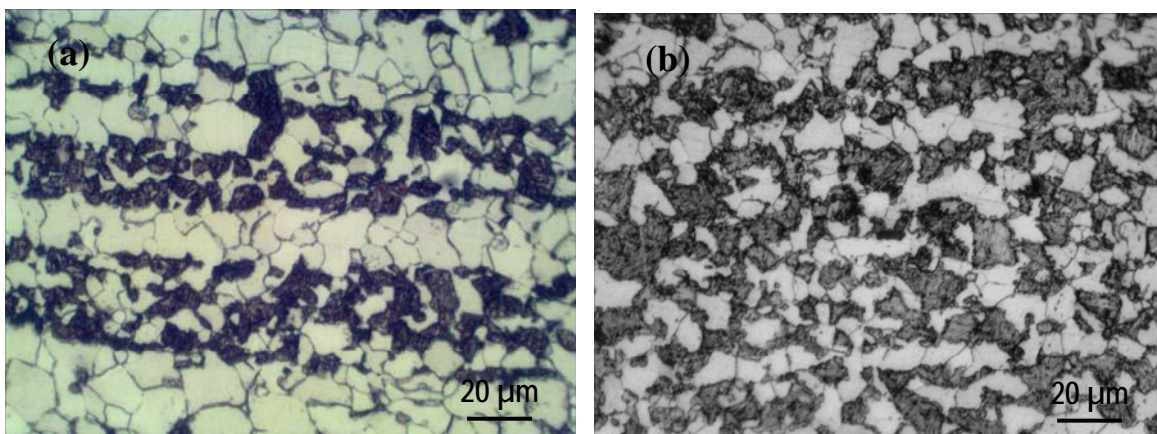


Figure 4.12: Microstructure Optique de l'acier X52 après traitement SQ, à différentes températures intercritiques

a) 760 °C b) 780 °C

4-2-3 Evolution de la limite conventionnelle d'élasticité et la résistance à la traction

Les **figures 4.13 et 4.14** montrent la variation de la limite conventionnelle d'élasticité ($Re_{0.2}$) et la résistance à la traction (R_m) en fonction des températures intercritiques pour les aciers X 52 et X 70. La tendance générale représentée sur ces courbes est que, pour un traitement thermique donnée, la résistance des aciers dual-phase augmente avec la température intercritique; c'est-à-dire avec l'augmentation de la fraction de volume de la martensite (phase très dure) **[93]**.

En général, la résistance réalisée sur les aciers dual-phases (DP) sont attribués à la fraction volumique de la martensitique **[94] [91]**. De nos jours, il est largement admis que la fraction volumique de la martensite (MVF), ainsi que la teneur en carbone de la martensite sont des facteurs dominants qui régissent les caractéristiques mécaniques des aciers (DP) **[95] [96]**. En outre, plusieurs études antérieures ont montré que également d'autres variables microstructuraux, telles que la morphologie et de la distribution de particules de martensite, sont également importants **[97] [98]**.

La limite conventionnelle d'élasticité, la résistance à la traction et l'allongement à la rupture des éprouvettes qu'ont subi les traitements IQ-W, IQ-A et SQ sont résumées dans le **tableau 4.4**. Les propriétés de traction varient de façon significative avec les types de traitement thermique, qui peuvent être attribuées à la différence de morphologies, fraction volumique, et la distribution de la phase martensitique. Une comparaison des propriétés mécaniques entre les échantillons IQ-W, IQ-A et SQ révèle que l'échantillon IQ-W affiche des valeurs nettement plus élevées de la limite d'élasticité, résistance à la traction, et l'allongement total. Cette observation est en excellent accord avec les rapports de Bayram et al. **[61]** et Bag et al. **[81]**. Ces propriétés mécaniques conduisent à conclure que la martensite fine et fibreuse obtenue par traitement IQ-W présente clairement une combinaison la plus attrayante de résistance et de ductilité par rapport à ceux des traitements thermiques IQ-A et SQ quelque soit l'acier. **[9]**

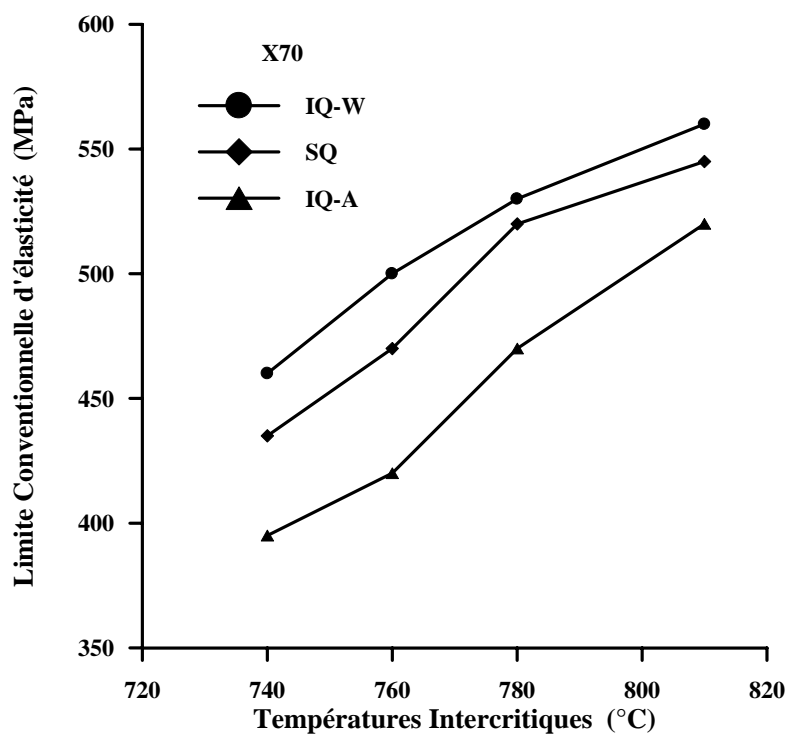
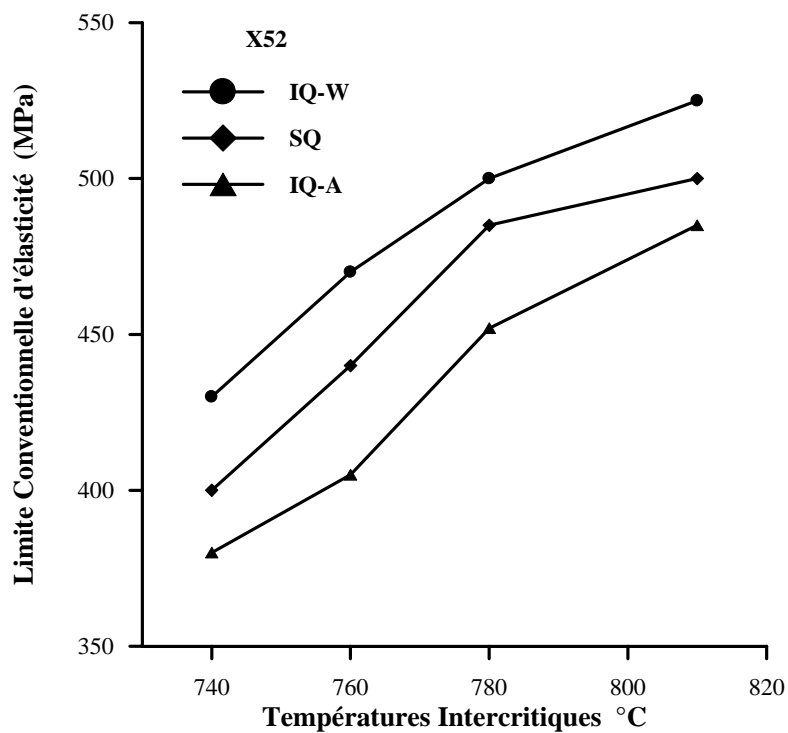


Figure 4.13: Evolution de la limite conventionnelle d'élasticité en fonction de la température intercritique pour les aciers X52 et X70

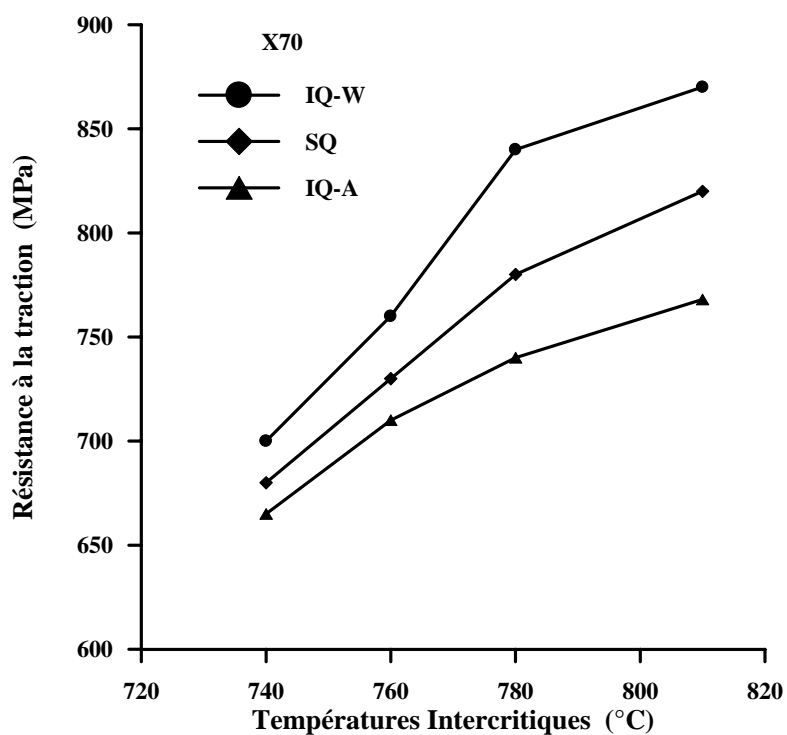
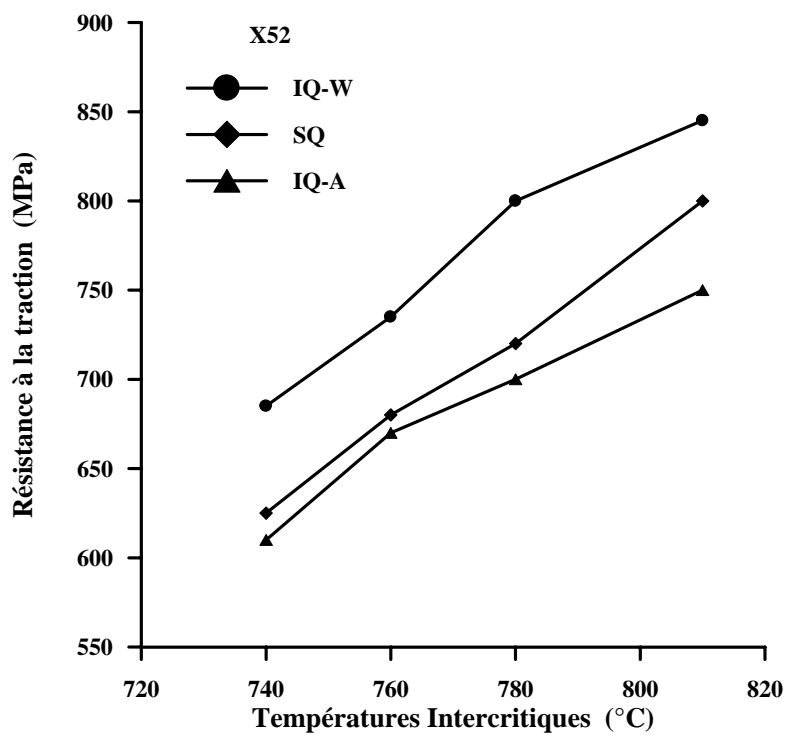


Figure 4.14: Evolution de la résistance à la traction en fonction de la température intercritique pour les aciers X52 et X70

Tableau 4.3: Propriétés de traction des aciers X52 et X70 en fonction des températures intercritiques

			Température (°C)			
			740	760	780	810
X52	Re _{0.2} (MPa)	SQ	400	440	485	500
		IQ-W	430	470	500	525
		IQ-A	380	405	452	485
	Rm (MPa)	SQ	580	680	720	790
		IQ-W	685	735	800	845
		IQ-A	640	670	700	750
	A (%)	SQ	20	16	12	11
		IQ-W	34	31	28	25
		IQ-A	26	22	19	16.5
X70	Re _{0.2} (MPa)	SQ	435	470	520	545
		IQ-W	460	500	530	560
		IQ-A	405	420	470	520
	Rm (MPa)	SQ	590	730	780	820
		IQ-W	700	760	840	870
		IQ-A	670	710	740	768
	A (%)	SQ	16	13	10	10
		IQ-W	32	29	26	24
		IQ-A	23	20	17	13

La variation de la résistance à la traction des aciers DP, en termes de fraction volumique de la martensite, a été modélisée dans des études précédentes [100], formulés avec la règle des mélanges comme dans les matériaux composites. Elle prédit une relation linéaire entre la contrainte et la fraction volumique de la martensite. Un des paramètres de contrôle principal pour les propriétés mécaniques des aciers dual phase est la teneur en carbone de la martensite. La teneur en carbone de la martensite peut être calculée selon la règle des mélanges (Equation 1) [101].

$$C_d = C_f \cdot (1 - V_m) + C_m \cdot V_m \quad \Leftrightarrow \quad C_m = \frac{C_d - C_f}{V_m} + C_f \quad (1)$$

Où C_d est la teneur moyenne en acier au carbone et C_f et C_m sont les teneurs en carbone des phases ferrite et martensite, respectivement. V_m est la fraction volumique de la martensite. Dans cette équation, la teneur en carbone est supposée être de 0.02, ce qui est la limite de solubilité du carbone dans la phase de ferrite.

De nombreux chercheurs ont travaillé sur les aciers DP afin de déterminer une relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques, et à développer de nouveaux matériaux pour des applications spécifiques. Chen et Cheng [100] ont étudié la variation de la résistance à la traction des phases ferrite et martensite, en fonction de la fraction volumique et la teneur en carbone de la martensite dans les aciers DP en utilisant les équations suivantes:

$$\sigma_f = 497 + 67 \times V_m \quad (2)$$

$$\sigma_m = 541 + 2289 \sqrt{C_m} \quad (3)$$

Où σ_f et σ_m sont les résistances à la traction de la ferrite et de la martensite, respectivement.

Les équations ci-dessus ont été appliquées sur les aciers X52 et X70 qui ont subi les traitements thermiques IQ-W, IQ-A et SQ à 780 ° C avec la même fraction volumique de la martensite. Les calculs de C_m , σ_f , σ_m sont données par le **tableau 4.4**.

Tableau 4.4: Les propriétés intrinsèques des phases ferrite et martensite

	C_d	C_m	V_m	σ_f (MPa)	σ_m (MPa)
X52	0.12	0.21	0.52	531.84	1589.95
X70	0.07	0.13	0.45	527.15	1366.3

Ces valeurs peuvent être utilisées pour faire des prédictions théoriques de la résistance à la traction de l'acier DP en utilisant la règle de mélange:

$$\sigma_{DP} = \sigma_m \cdot V_m + (1 - V_m) \cdot \sigma_f \quad (4)$$

Selon l'équation (4), La résistance à la traction prédite des aciers X52 et X70 sont d'environ 1082 MPa et 905 MPa, respectivement.

Ces calculs ont abouti à une conclusion que la règle des mélanges ne peut pas être appliquée pour prédire la résistance des aciers DP, ayant des microstructures à différentes morphologies. Il est évident que la résistance des aciers dual-phase dépend non seulement de la proportion de la martensite mais aussi de la résistance des deux phases (ferrite et martensite) qui varie avec la température intercritique. L'augmentation de la résistance de la ferrite est causée par la martensite ayant une expansion volumétrique durant la transformation à partir de l'austénite qui résulte de l'augmentation de la densité de dislocation dans la région ferritique, précisément à l'interface Martensite-Ferrite. Les paramètres métallurgiques importants affectant les propriétés mécaniques de l'acier dual-phase sont : La morphologie, la distribution, la fraction volumique de la martensite dans la matrice ferritique, et la fraction volumique des précipités (la fraction volumique des carbures dans les aciers traités IQ-W, IQ-A et SQ est presque la même, car elle dépend de la température de recuit intercritique).

4-2-4 Ductilité

La ductilité des aciers DP a été étudiée en termes d'allongement total à la rupture. La variation de l'allongement à la rupture des structures dual-phase en

fonction de la température intercritique des aciers X52 et X70 est donnée par la **figure 4.15**. On constate que d'une manière générale, l'allongement à la rupture des deux aciers diminue avec l'augmentation de la température intercritique. Cela est dû à l'augmentation de la fraction volumique de la martensite dure et fragile [102]. Cette diminution est attribuée probablement aussi à la formation d'une martensite grossière « coarse ».

La morphologie de la martensite dicte la ductilité des aciers dual-phase et conclue qu'une structure fine présente une bonne ductilité. Les aciers X 52 et X 70 qu'ont subi le traitement SQ (structures en bande), présentent le plus faible allongement à la rupture par rapport à ceux qu'ont subi les traitements thermiques IQ-W et IQ-A. La faible valeur de l'allongement pour le traitement SQ est probablement due au fait que les grains de ferrite se rompent d'une manière fragile avant la rupture de la martensite pendant la striction. Ceci est provoqué par la contrainte interne locale produite dans le voisinage de l'interface ferrite/martensite pendant la déformation [99][103][104]. La microstructure en bandes provoque des déformations hétérogènes plus sévères de la matrice ferritique (haute densité de dislocations dans la phase de ferrite). En conséquence, la ductilité sera plus faible et la résistance sera plus importante.

4-2-5 Phénomène d'élasticité continue

Dans les aciers à bas carbone, le comportement d'élasticité discontinue a été attribué à l'effet d'atomes de soluté interstitiels (carbone), appelé l'atmosphère de Cottrell, sur blocage de la dislocation. Lorsque l'effort est appliqué à un tel acier lors d'un essai de traction, il doit être supérieur à une certaine valeur critique pour bloquer les dislocations. L'effort nécessaire pour déplacer les dislocations est inférieur à la contrainte nécessaire pour les bloquer, d'où l'apparition d'une limite élastique supérieur et inférieur dans la courbe contrainte-déformation en traction [105]. Toutefois, ce phénomène n'est pas observé pour les aciers duals phase. Comme on peut le voir sur la **Figure 4.16**. Les courbes contrainte-déformation des aciers Dual-Phase présentent un comportement d'élasticité continue.

L'élasticité continue des deux phases ferrite-martensite a été liée aux points suivants **[93]**:

- Présence de dislocations libres qui sont créées dans la matrice ferritique par déformation plastique lors de la transformation de l'austénite en martensite.
- Ces dislocations libres, situées aux interfaces ferrite-martensite sont supposées être mobiles au début de la déformation plastique.

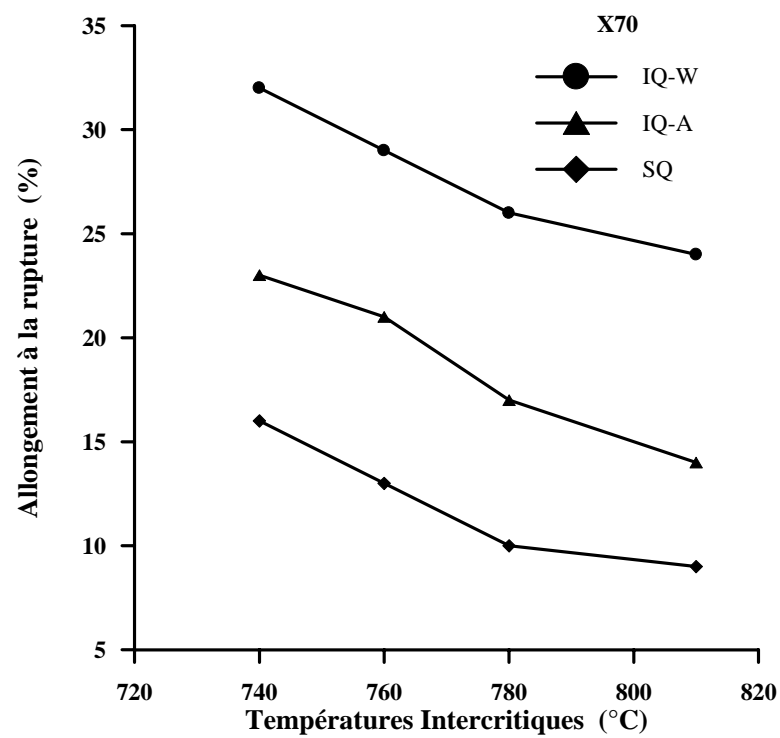
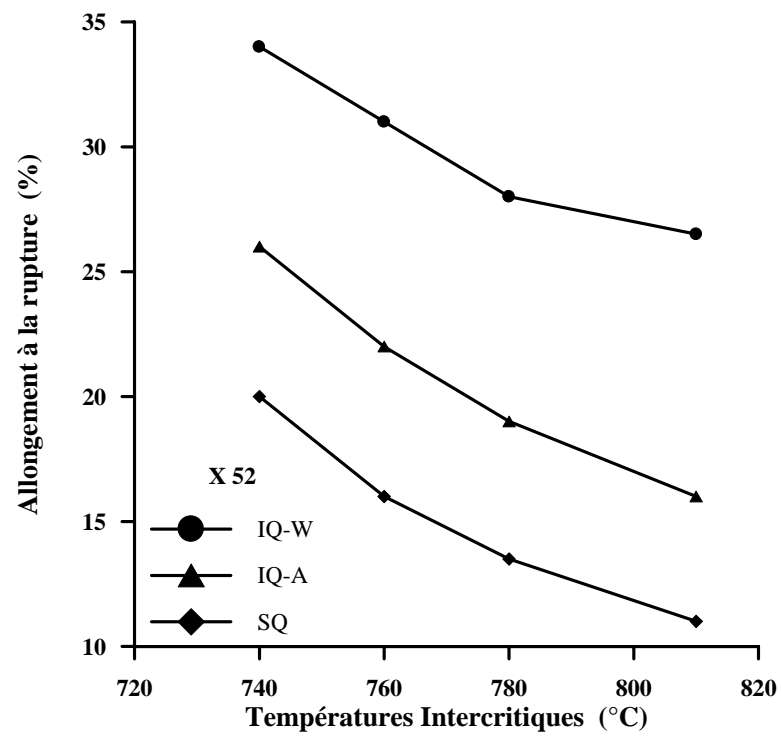


Figure 4.15: Evolution de l'allongement à la rupture en fonction de la température intercritique pour les aciers X52 et X70

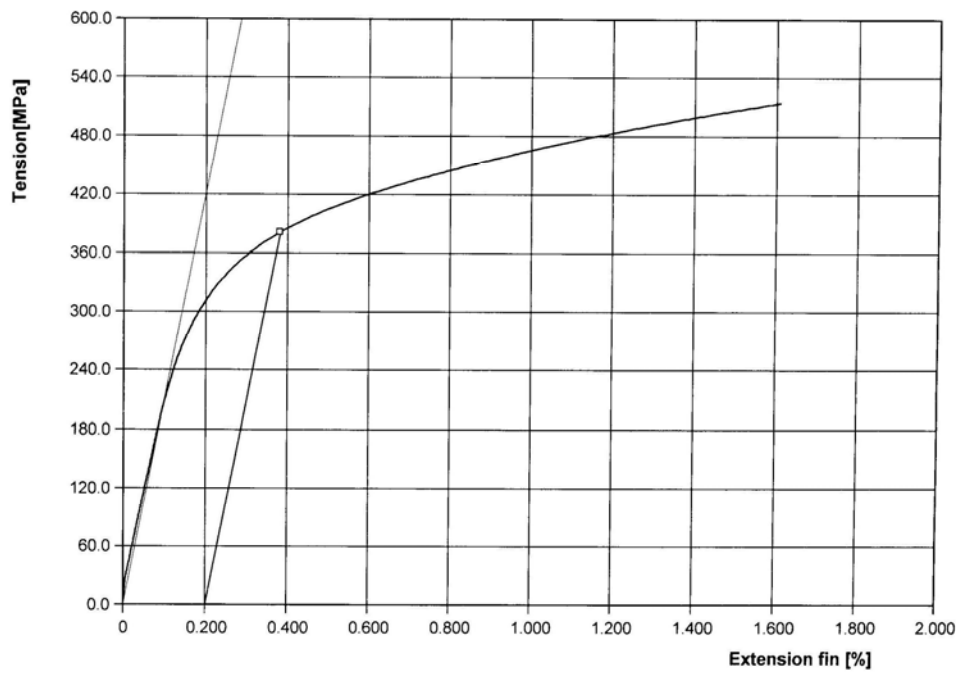
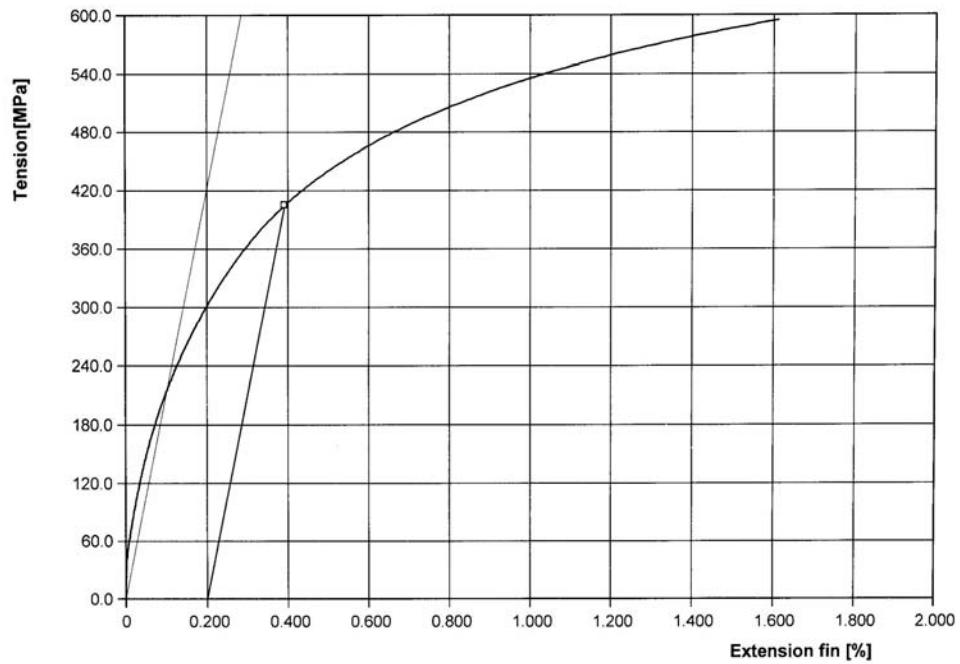


Figure 4.16 : Courbe de traction typique d'une structure DP présentant une continuité élastique

(a) X70 IQ-A 740 °C

(b) X52 IQ-A 740 °C

4-2-6 Phénomène d'écrouissage

Le phénomène d'écrouissage des aciers dual-phases est attribué à la densité des dislocations dans la phase ferritique. La distribution des dislocations tend à être non uniforme entre une région à haute densité de dislocation dans la ferrite avoisinante (adjacente) au grain martensitique, et une région à faible densité de dislocation à l'intérieur du grain ferritique. Le coefficient d'écrouissage (n) est un bon indicateur pour l'écrouissage des matériaux. Un matériau avec une valeur élevée de (n) est préféré pour les procédés qui impliquent une déformation plastique. Plus la valeur de (n) est élevée, plus le matériau peut se déformer d'avantage avant que la striction commence. De nombreux chercheurs ont indiqué que le phénomène d'écrouissage de l'acier dual-phase est fonction de la microstructure de ces constituants tels que la morphologie et la fraction volumique de la martensite. L'augmentation de la fraction volumique de martensite (VM) fait augmenter le coefficient d'écrouissage (n) [107] [108].

Le comportement de l'écoulement de la plupart des métaux et alliages peut être décrit par l'équation de Hollomon suivante :

$$\sigma = K \cdot \varepsilon^n$$

Où (K) et (n) sont des constantes appelées: le coefficient de contrainte et coefficient d'écrouissage, respectivement. Afin de comparer le comportement d'écrouissage initial des aciers dual-phase, l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie a été étudiée. Selon l'équation ci-dessus une courbe linéaire est obtenue quand on trace $\text{Log}(\sigma)$ en fonction de $\text{log}(\varepsilon)$; où la pente de la courbe est égale à (n).

La Variation de $\text{Log}(\sigma)$ en fonction de $\text{Log}(\varepsilon)$ des aciers X52 et X70 pour différents traitements thermiques est illustrée dans la **Figure 4.17**. Cette variation, qu'est non linéaire, indique que le phénomène d'écrouissage de ces aciers obéis au mécanisme d'écrouissage en deux étapes [102][109]. La

variation de $\text{Log}(\sigma)$ en fonction de $\text{Log}(\epsilon)$ indique que (i) le taux de l'érouissage diminue considérablement avec l'augmentation de la déformation pour tous les échantillons (DP) et (ii) le premier stade de la déformation est fortement influencée par la morphologie de la martensite. [96] [94]

Les changements des coefficients d'érouissage (n_1) et (n_2) pour les deux stades d'érouissage en fonction de la température interctique (ICT) sont présentés sur le **tableau 4.6**. Comme on peut le constater sur ce tableau, les deux coefficients augmentent avec l'augmentation de (ICT). Pour toutes les microstructures, le coefficient d'érouissage du premier stade (n_1) est plus élevé que celui du deuxième stade (n_2).

Le premier stade d'érouissage se produit à faible déformation plastique où la ferrite se déforme plastiquement alors que la martensite subie une déformation élastique. Cet érouissage est contrôlé par la distribution et la densité des dislocations dans la ferrite [110].

Pendant la transformation martensitique, de nombreuses dislocations mobiles ont été produites en grains ferritiques. Par conséquent, l'augmentation de (ICT) provoque plus de contraintes internes sur des grains de ferrite adjacents et la production de plus de dislocations dans la phase ferrite [81]. La concentration des dislocations dépend de la disponibilité des interfaces ferrite/austénite avant la trempe qui détermine la quantité et la distribution des contraintes dans la phase ferritique lors de la transformation austénite en martensite. Selon Debdulal Das [111], les variations des microstructures en fonction des différents traitements thermiques permettent de déduire que la quantité d'interfaces ferrite/d'austénite, et par conséquent la concentration des dislocations mobile dans la ferrite, augmente dans l'ordre IQ-W < IQ-A < SQ.

Le coefficient d'érouissage (n_1) augmente avec l'augmentation de la fraction volumique de martensite. Les variations de (n_1) peuvent être liées à l'augmentation de la contrainte de la ferrite avec l'augmentation de (ICT), ce qui provoque des contraintes plus élevées et des dislocations mobiles dans les grains de ferrite à proximité des îlots de martensite. Les effets de l'incompatibilité plastique ainsi que les dislocations mobiles préexistantes peuvent être utilisés pour comprendre le taux d'érouissage élevé au cours des premiers stades de la déformation plastique. Il a été suggéré que le niveau du

taux d'écroissage élevé est atteint quand des dislocations produites sont immobilisées par les interactions dislocation-dislocation. Par conséquent, la contrainte nécessaire pour la poursuite de la déformation de l'acier augmente rapidement jusqu'à un niveau adéquat pour la germination et la propagation des nouvelles dislocations mobile.

Tableau 4.5: Les coefficients d'écroissage des aciers X52 et X70 pour différentes températures intercritiques

Coefficient d'écroissage			Températures Intercritiques (°C)			
			740	760	780	810
X70	IQ Eau	n ₁	0.35	0.37	0.38	0.40
		n ₂	0.10	0.11	0.13	0.13
	IQ Air	n ₁	0.38	0.40	0.42	0.43
		n ₂	0.12	0.13	0.15	0.17
	SQ	n ₁	0.42	0.43	0.45	0.46
		n ₂	0.14	0.16	0.17	0.18
X52	IQ Eau	n ₁	0.36	0.38	0.40	0.41
		n ₂	0.12	0.13	0.14	0.14
	IQ Air	n ₁	0.39	0.42	0.44	0.45
		n ₂	0.14	0.15	0.17	0.18
	SQ	n ₁	0.42	0.44	0.46	0.47
		n ₂	0.16	0.18	0.19	0.20

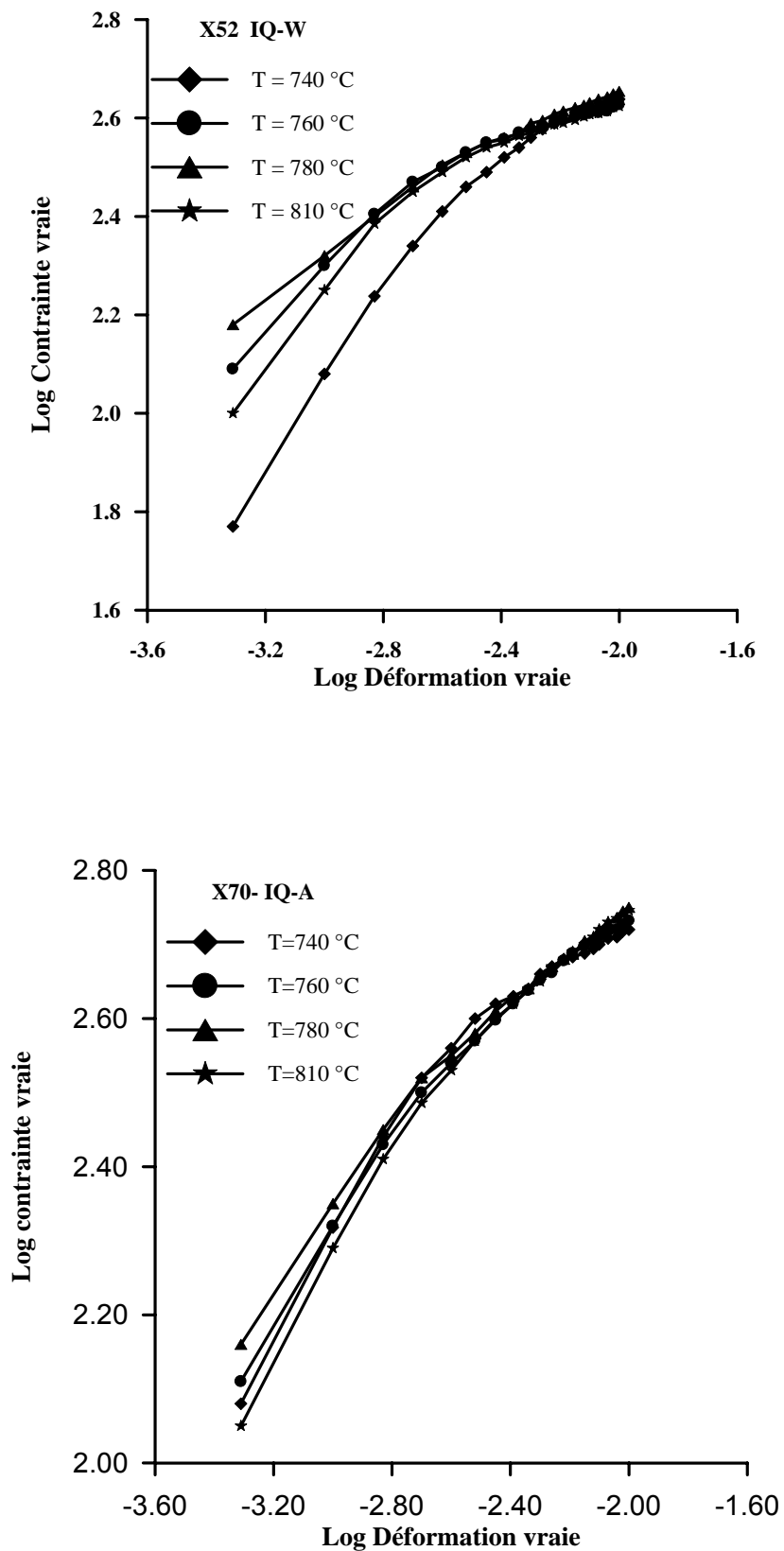


Figure 4.17 : Variation du coefficient d'érouissage en fonction des températures intercritiques

Comme on peut également le voir sur le **tableau 4.5**, le coefficient d'écroissage (n_2) du deuxième stade augmente avec l'augmentation de (ICT). La variation de (n_2) avec (ICT) peut être liée à la co-déformation plastique des phases ferrite et martensite. La martensite est une phase plus dure que la ferrite, de sorte que sa déformation plastique commence pendant la deuxième étape d'écroissage. Avec l'augmentation de (ICT), on va assister à l'augmentation de la densité de dislocations dans la ferrite. Par conséquent, l'augmentation de (n_2) avec l'augmentation de (ICT) est liée à l'augmentation de la contrainte de la ferrite **[106]**.

Selon Mazinani et Poole **[112]**, la plasticité de la martensite est favorisée lorsque (i) sa résistance est réduite par abaissement de la concentration de carbone ou (ii) la morphologie de la martensite bascule de la forme équiaxe vers la forme en bande.

4-2-7 Modes de rupture lors d'un essai de traction

Dans le but d'élucider l'effet de la morphologie et de la distribution de la martensite sur la ductilité, des faciès de rupture de traction ont été étudiés au MEB pour la totalité des échantillons traités thermiquement. La variation de modes de rupture en fonction de la température intercritique (ICT) est en général d'accord avec la variation de la ductilité en fonction de (ICT). Les travaux de Bag et al. **[81]** sur des observations fractographiques d'aciers (DP) indiquent que, lors de la déformation par traction, la ferrite se déforme d'abord et facilite la germination des fissures soit au niveau des précipités présents, soit aux interfaces ferrite-martensite. Par la suite, ces fissures se propagent par clivage ou par cupules, en fonction de l'état des contraintes présent dans la microstructure. De nombreux chercheurs **[113][98]** ont observé que la formation de micro-cavités découle à la fois de la rupture des particules de martensite et de la décohésion de l'interface. Ils considèrent que la martensite peut être un site pour l'initiation de micro-cavités. La fragilité de la phase martensitique dans la microstructure des aciers dual phase (DP) est susceptible à favoriser la rupture.

Les faciès de rupture en traction des éprouvettes (IQ-W) rompue à la température ambiante pour les aciers X70 et X52, obtenus à différentes températures intercritiques, sont montrés respectivement dans les **figures 4.18 et 4.19**. Ces microfractographies révèlent la présence des cupules, un aspect typique d'une rupture ductile en raison de la ductilité élevée rapportée par ce type de traitement thermique. Une observation plus pointue des fractographies indique que l'augmentation de la température intercritique cause la formation des cupules de plus grandes tailles dues à la présence d'une martensite plus grossière dans la microstructure à haute température intercritique. Cependant, une microstructure fine issue du traitement (IQ-W) possède un plus faible espacement entre les particules de martensite. En conséquence, la densité des dislocations et les concentrations de contrainte à l'interface ferrite-martensite diminuent. Ainsi, la formation des cavités se produit au stade avancé de la déformation plastique. La rupture des aciers dual-phase donnés par le procédé (IQ-W) se produit par germination et coalescence des microcavités en raison de la déformation localisée dans la ferrite après une grande quantité de déformation plastique. La distribution aléatoire et fine de la martensite ayant une morphologie fibreuse limite la croissance des micro-cavités et retarde la coalescence des cavités résultant en des valeurs élevées d'allongement à la rupture [111].

Les **figures 4.20 et 4.21** représentent les fractographies des faciès de rupture de traction des éprouvettes SQ des aciers X70 et X52, obtenus à différentes températures intercritiques respectivement. Alors que le mode principal de rupture est ductile avec une grande taille de cupules a été observée pour l'échantillon (SQ) pour les basses températures intercritique (Figure 4.20a) et (Figure 4.21a). La rupture fragile est présente et dominante dans les échantillons (SQ) pour les hautes températures intercritique, indiquant une rupture prématurée au premier stade de la déformation, comme il est illustré dans les figures 4.20b et 4.21b. La modification du mode de rupture en fonction de la (ICT) est en accord avec la diminution de la ductilité pour les échantillons (SQ). Pour une microstructure en bande issue du traitement (SQ), l'espacement moyen entre les particules de martensite est grand. Ainsi, pendant la déformation plastique, la densité de dislocations et les concentrations de

contrainte dans la ferrite proche des particules de martensite augmentent rapidement, ce qui conduit à la formation de microcavités au début de la déformation plastique. Dans les aciers dual-phase donnés par le traitement (SQ), la propagation des fissures par clivage dans la ferrite, entraînant une rupture prématurée, avec de faibles quantités de la déformation plastique. Nous pouvons également enregistrer que les morphologies de clivage observées dans les échantillons (SQ) sont identiques à ceux rapportées en littérature pour des aciers similaires [91][114][115].

Dans le cas des échantillons (IQ-A), comme l'indique la **figure 4.22**, les microcavités formés aux interfaces de martensite/ferrite peuvent facilement se développer le long de l'interface sans interruption étant donné que de telles interfaces ont une concentration de contrainte plus élevée et sont presque continues, en particulier pour des aciers de DP à haute température (ICT). Ces observations collaborent le fait que la ductilité pour la microstructure de IQ-W est beaucoup plus importante que celle pour la microstructure IQ-A à la même température (ICT).

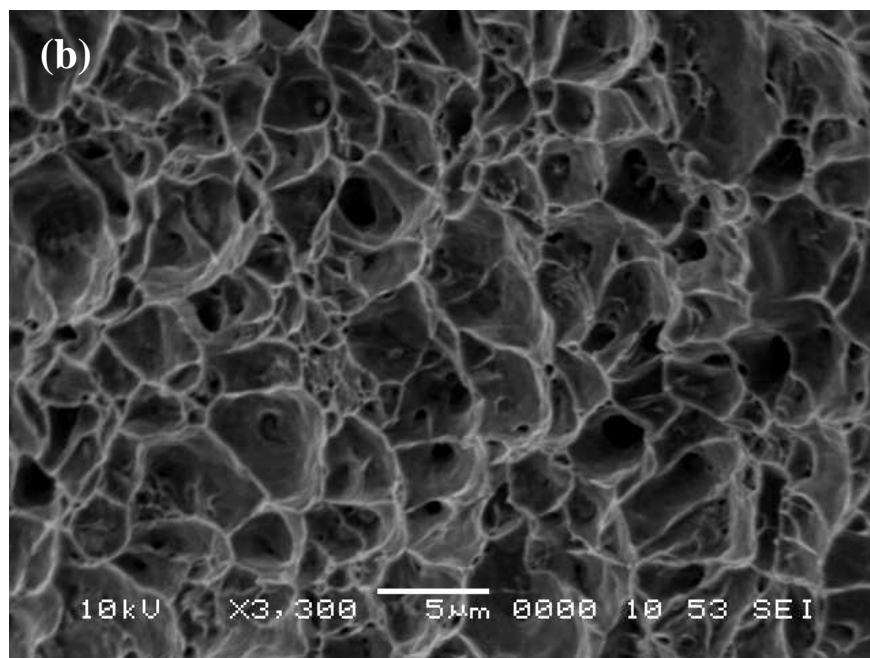
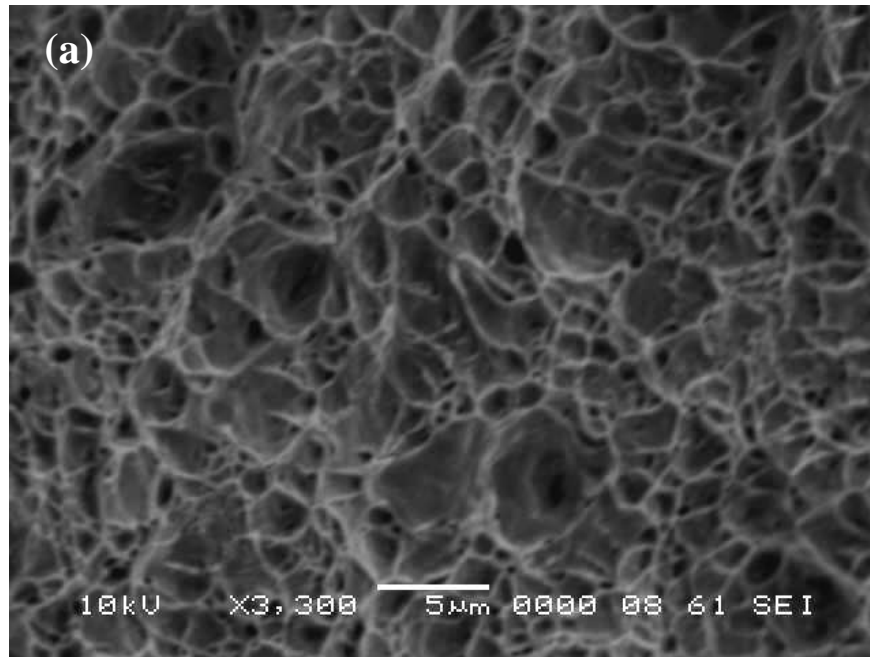


Figure 4.18: Facies de rupture de l'acier X70 selon le traitement IQ-W

(a) T = 760 °C

(b) T = 810 °C

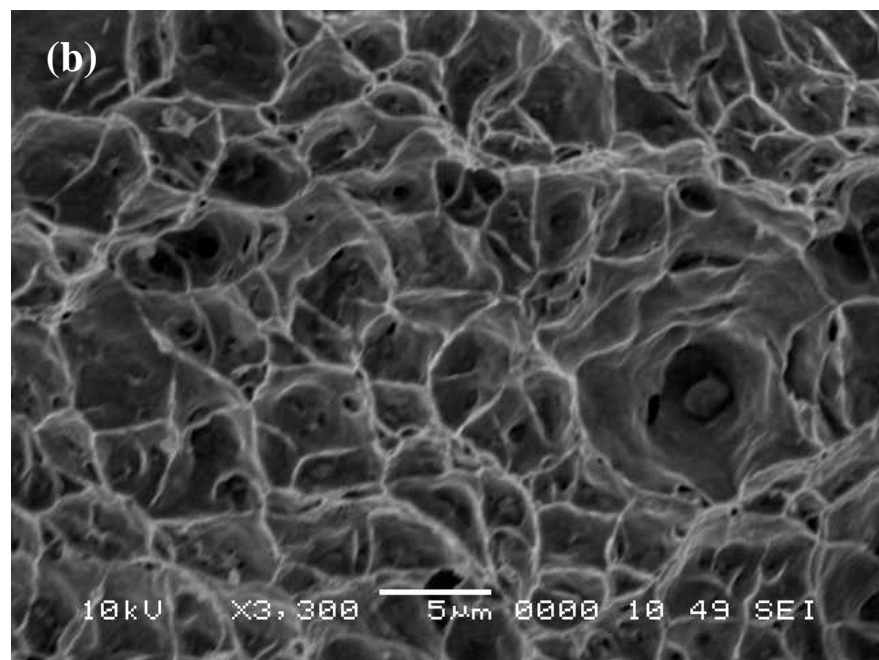
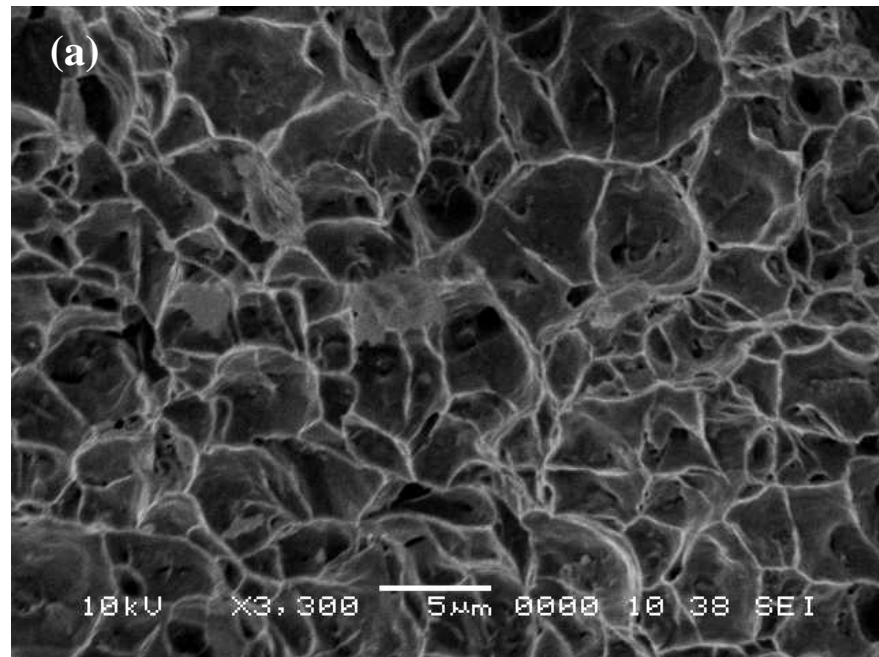


Figure 4.19: Facies de rupture de l'acier X52 selon le traitement IQ-W

(a) T = 760 °C

(b) T = 810 °C

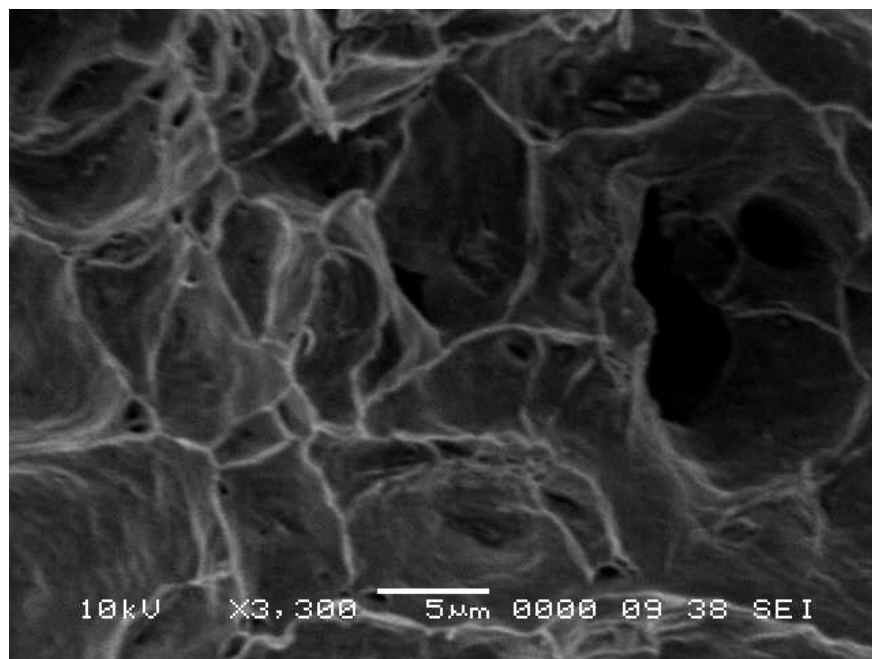
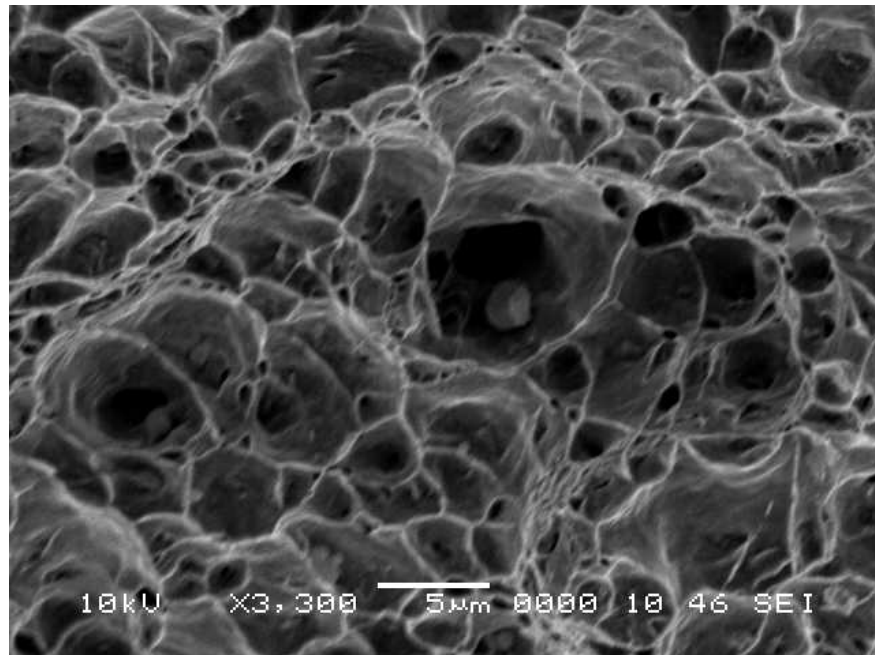


Figure 4.20: Faciès de rupture de l'acier X70 après Traitement thermique SQ

(a) $T = 760\text{ °C}$

(b) $T = 810\text{ °C}$

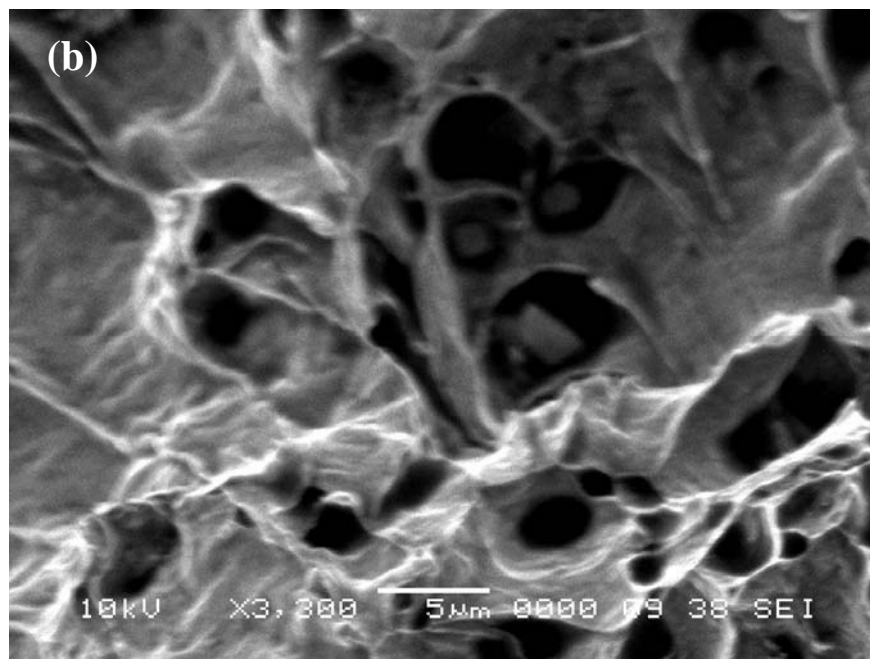
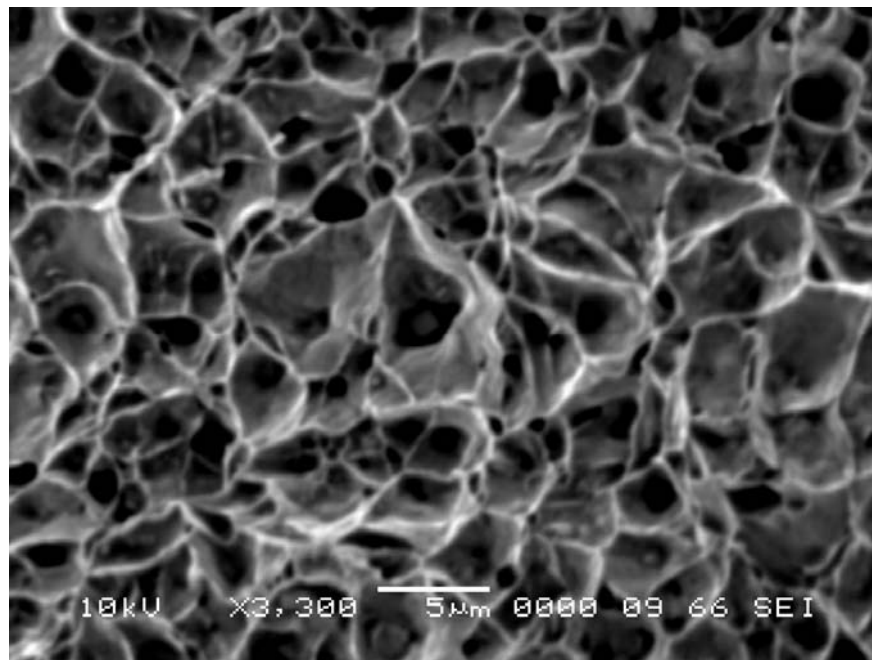


Figure 4.21: Facies de rupture après traction de l'acier X52 selon le Traitement thermique SQ

(a) $T = 760\text{ °C}$

(b) $T = 810\text{ °C}$

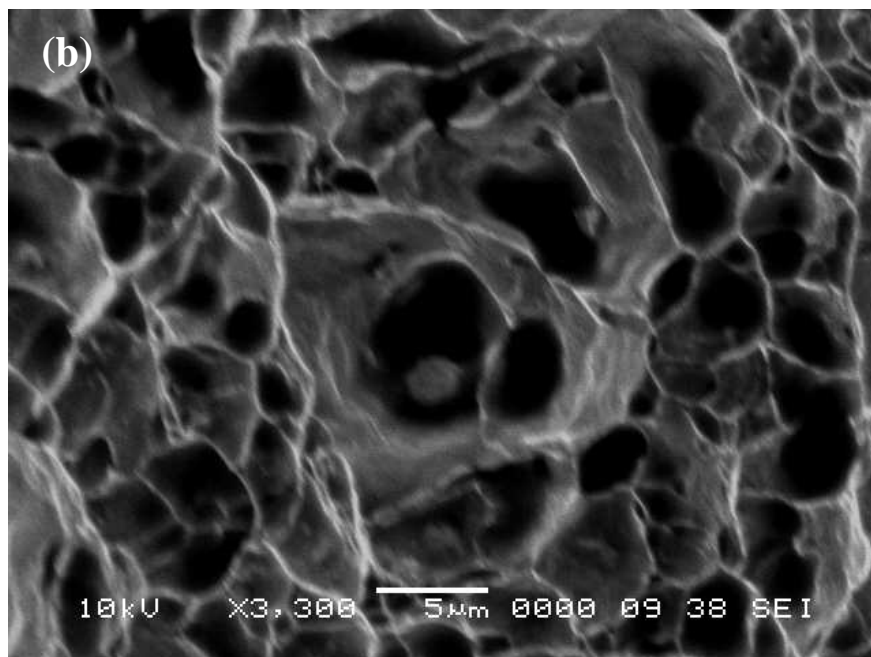
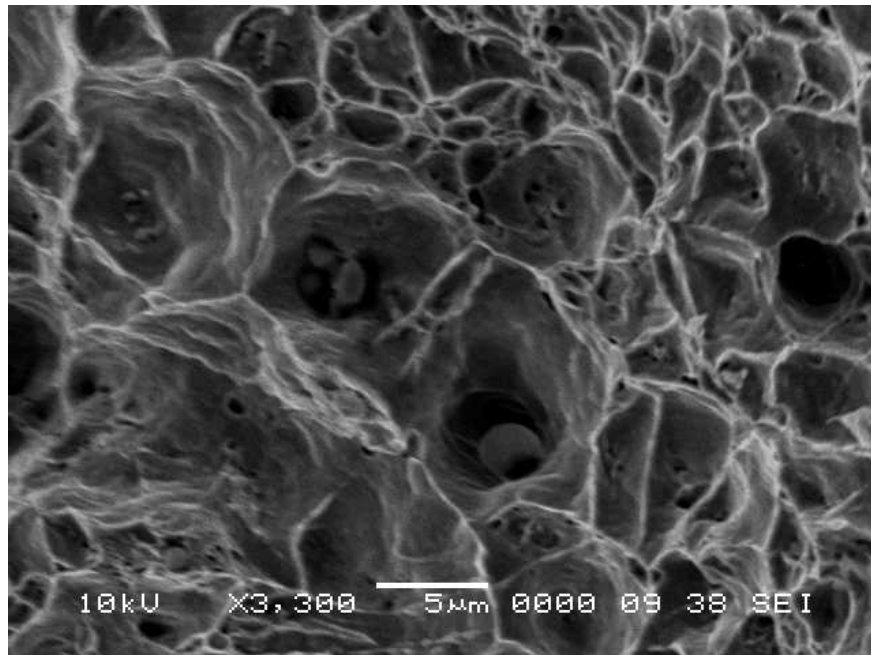


Figure 4.22: Faciès de rupture de l'acier X70 selon le traitement IQ-A

(a) T = 760 °C

(b) T = 810 °C

4-2-8 Propriétés lors d'un essai de résilience

Dans les aciers à haute limite élastique (HSLA), la ténacité est largement représentée en termes de la température de transition ductile-fragile (TTDF) et l'énergie absorbée à une température donnée ou l'énergie absorbée au palier supérieur (USE). Il est connu que l'énergie absorbée dépend de différents facteurs microstructuraux, tels que le type, la fraction volumique, et la morphologie des phases secondaires, et que la (TTDF) repose essentiellement sur la taille de grain, qui joue le rôle d'une barrière contre la propagation des fissures par clivage [116] [117].

Les **figures 4.23 et 4.24** montrent l'évolution de l'énergie absorbée au cours de l'essai Charpy en fonction des températures d'essai des aciers X52 et X70 soumis aux différents traitements thermiques (IQ-W), (IQ-A) et (SQ).

Les données montrées dans la **Figure 4.23** indiquent que pour une température de chauffage égale à 780 °C, la (TTDF) de l'échantillon IQ-eau basée sur le critère de 28 J d'énergie absorbée est inférieure à - 80 °C, l'énergie absorbée à - 20 °C est de 150 J, et le palier supérieur commence à environ 0 °C avec une énergie absorbée (USE) d'environ 220 J. La (TTDF) des échantillons SQ et IQ-air sont - 20 °C et - 53 °C, l'énergie absorbée à - 20 °C sont de 28 J et 90 J, respectivement. Les valeurs de (USE) du traitement IQ-Air commence à environ 0 °C avec une énergie absorbée d'environ 170 J, et (USE) du traitement SQ commence à environ 20 °C avec une énergie absorbée d'environ 110 J et le palier inférieur commence approximativement à -20 °C avec une énergie absorbée (LSE) d'environ 28 J. Par contre pour une température de chauffage égale à 810 °C, la (TTDF) de l'échantillon IQ-eau basée sur le critère de 28 J d'énergie absorbée est inférieure à - 80 °C, l'énergie absorbée à - 20 °C est de 136 J, et le palier supérieur commence à environ 0 °C avec une énergie absorbée (USE) d'environ 212 J. La (TTDF) des échantillons SQ et IQ-air sont - 12 °C et - 49 °C, l'énergie absorbée à - 20 °C sont de 28 J et 136 J, respectivement. Les valeurs de (USE) du traitement IQ-Air commence à environ 0 °C avec une énergie absorbée d'environ 159 J, et (USE) du traitement SQ commence à environ 20 °C avec une énergie absorbée d'environ 100 J et le

palier inférieur commence approximativement à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec une énergie absorbée (LSE) d'environ 23 J.

Les données montrées dans la **Figure 4.24** indiquent que pour une température de chauffage égale à $780\text{ }^{\circ}\text{C}$, la (TTDF) de l'échantillon IQ-eau basée sur le critère de 28 J d'énergie absorbée est inférieure à $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, l'énergie absorbée à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ est de 120 J, et le palier supérieur commence à environ $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec une énergie absorbée (USE) d'environ 210 J. La (TTDF) des échantillons SQ et IQ-air sont $-12\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, l'énergie absorbée à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ sont de 23 J et 76 J, respectivement. Les valeurs de (USE) du traitement IQ-Air commence à environ $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec une énergie absorbée d'environ 154 J, et (USE) du traitement SQ commence à environ $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec une énergie absorbée d'environ 100 J et le palier inférieur commence approximativement à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec une énergie absorbée (LSE) d'environ 23 J. Par contre pour une température de chauffage égale à $810\text{ }^{\circ}\text{C}$, la (TTDF) de l'échantillon IQ-eau basée sur le critère de 28 J d'énergie absorbée est $-57\text{ }^{\circ}\text{C}$, l'énergie absorbée à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ est de 105 J, et le palier supérieur commence à environ $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec une énergie absorbée (USE) d'environ 185 J. La (TTDF) des échantillons SQ et IQ-air sont $-8\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $-37\text{ }^{\circ}\text{C}$, l'énergie absorbée à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ sont de 21 J et 55 J, respectivement. Les valeurs de (USE) du traitement IQ-Air commence à environ $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec une énergie absorbée d'environ 140 J, et (USE) du traitement SQ commence à environ $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec une énergie absorbée d'environ 85 J et le palier inférieur commence approximativement à $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec une énergie absorbée (LSE) d'environ 21 J. Les valeurs de l'énergie du palier supérieure (USE), l'énergie du palier inférieure (LSE) et de la température de transition ductile fragile (TTDF) obtenus de ces courbes sont résumées dans le **tableau 4.6**.

Les données de l'essai Charpy aux températures $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ de tous les traitements sont résumés dans le Tableau 4.8. Il est intéressant de noter que les propriétés de résilience aux températures $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ sont plus élevés pour les échantillons IQ-Eau que pour les échantillons SQ (structure en bande). Les résultats montrent que le traitement IQ-Eau possède de meilleures propriétés de résilience que les traitements IQ-Air et SQ comme il est exprimé par sa faible (TTDF) et les valeurs (USE) plus élevés. Par conséquent, on peut

conclure que les valeurs les plus élevées d'énergie par essai Charpy des échantillons IQ-W sont associées à la martensite fine et en fibre.

Les observations actuelles sont en accord avec les suggestions, données par Kang et Kwon [118], qu'une distribution fine de la martensite augmente l'énergie absorbée des aciers dual-phase. Par contre, le traitement SQ produit une détérioration de la température de transition ductile Fragile (TTDF) comme le montre le **tableau 4.6**

Pour le même traitement thermique, quelque soit la température d'essai, l'énergie absorbée, pour une température ICT = 780 °C, est supérieure à celle d'une ICT = 810 °C. Cela est dû à la différence de la fraction volumique de la martensite. On remarque aussi que la (TTDF) augmente avec l'augmentation de la température intercritique. La faible énergie par essai Charpy à basse température (de - 60 °C à - 20 °C) pour les échantillons SQ est due à la microstructure ferrito-martensitique grossière en bandes. Les valeurs les plus élevées de ductilité (29%), USE (220 J) et la TTDF (<- 80 °C) ont été obtenus avec le traitement IQ-Eau (martensite fine et fibreuse). Cependant, le traitement SQ (martensite en bandes) donne une faible ductilité, faible USE et une (TTDF) supérieur. Le traitement IQ-Air (martensite en réseau le long de l'interface ferrite / ferrite) présente des valeurs intermédiaires de contrainte, USE, ductilité et TTDF.

Il est intéressant de noter que la valeur de l'énergie (Charpy) testé à température ambiante est plus élevée pour le traitement IQ-Eau que pour les traitements SQ et IQ-Air pour la même fraction volumique de martensite, c'est-à-dire la même température intercritique. Les résultats de l'énergie (Charpy) testée à la température ambiante de la présente recherche sont en bon accord avec les travaux rapportés par Shi et al. [119] ayant presque la même V_m et microstructure. En revanche, les propriétés de résilience testées à température ambiante des échantillons QI-Eau obtenue dans la présente étude sont plus élevées que les résultats rapportés par Bag et al. [81].

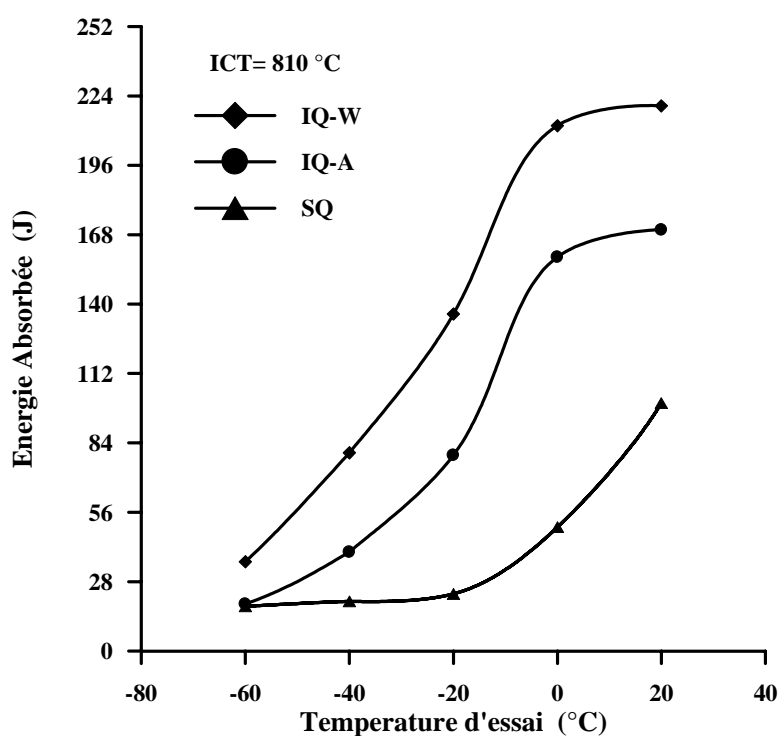
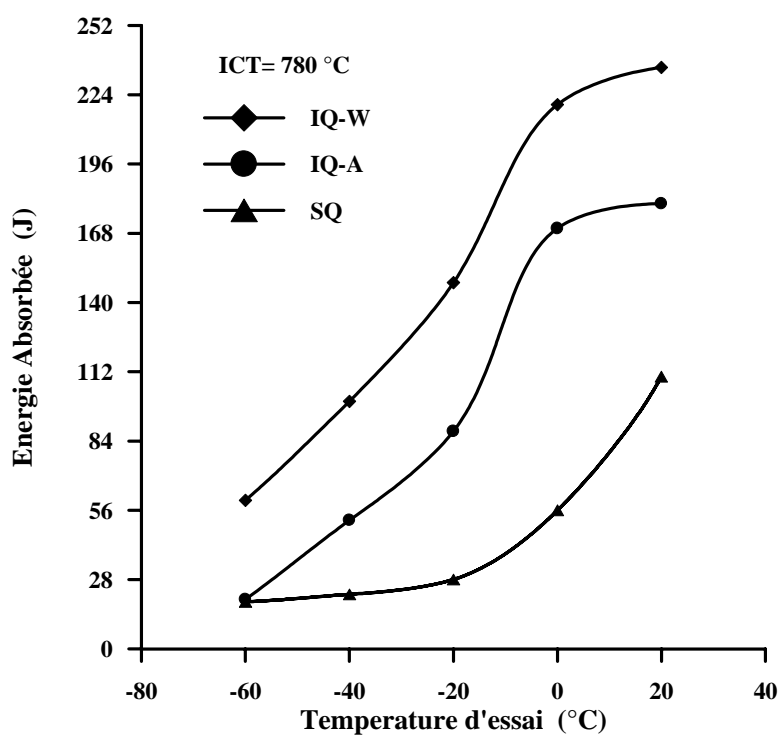


Figure 4.23: Evolution de l'énergie absorbée lors d'un essai de Charpy en fonction de la température d'essai pour différents traitements thermiques d'un acier X70

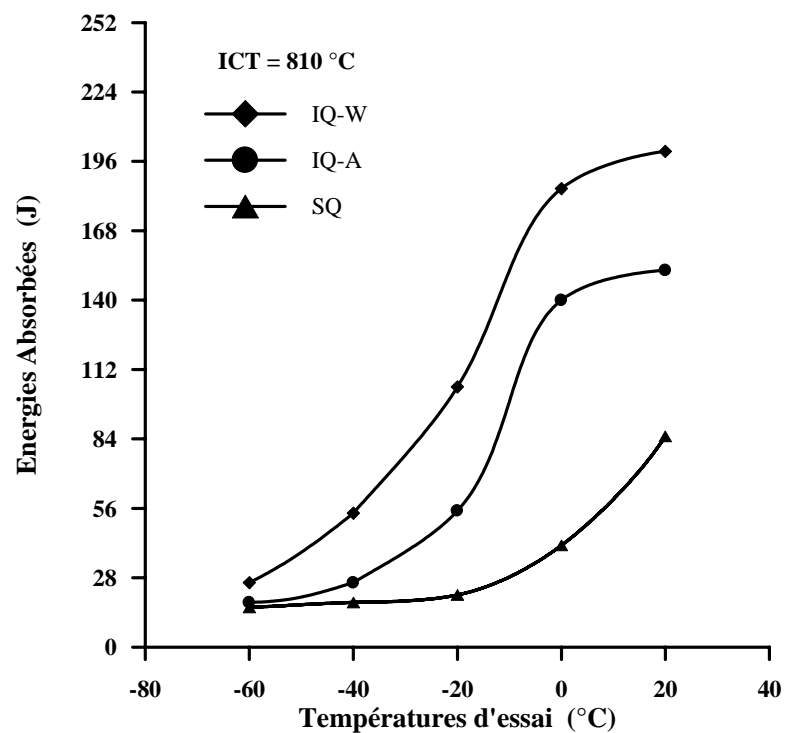
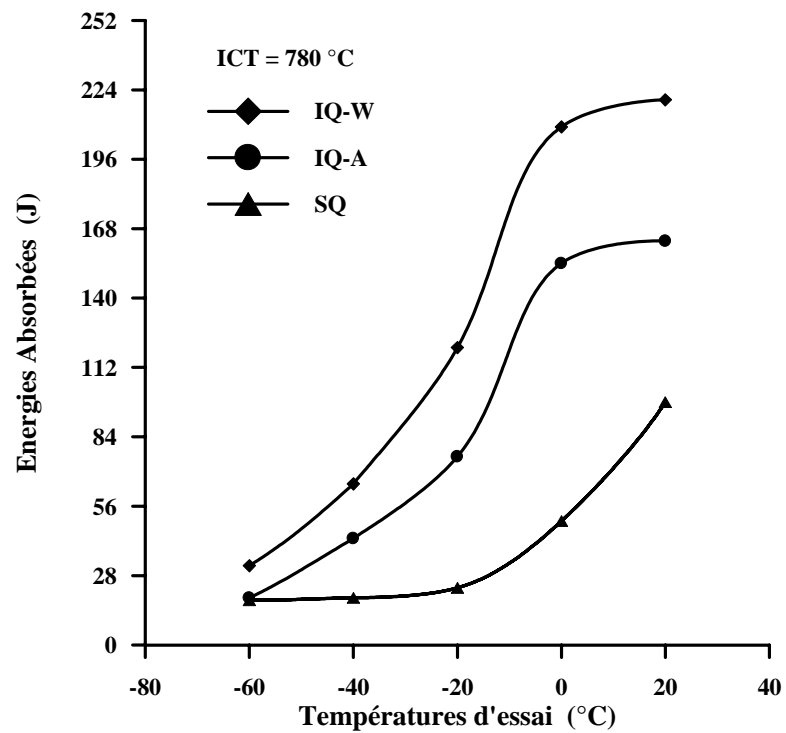


Figure 4.24: Evolution de l'énergie absorbée lors d'un essai de Charpy en fonction de la température d'essai pour différents traitements thermiques d'un acier X52

Tableau 4.6: Les propriétés Charpy des aciers dual phase X52 et X70 lors des différents traitements thermiques IQ-W, IQ-A et SQ

		Charpy Impact properties		
		L.S.E. (J)	U.S.E. (J)	TTDF (°C)
X52	IQ-E 780	---	210	< - 60
	IQ-E 810	---	198	- 57
	IQ-A 780	---	154	- 50
	IQ-A 810	---	143	- 37
	SQ-780	23	---	- 12
	SQ- 810	21	---	- 8
X70	IQ-E 780	---	220	< - 80
	IQ-E 810	---	212	< - 80
	IQ-A 780	---	170	- 53
	IQ-A 810	---	159	- 49
	SQ-780	25	---	- 20
	SQ-810	18	---	- 12

Tableau 4.7 : Propriétés de résilience des aciers X52 et X70 aux températures -20 °C et 20 °C

Aciers	Traitements	ICT (°C)	Température d'essai (°C)	
			-20	20
X52	IQ-W	780	120	220
		810	105	200
	IQ-A	780	76	163
		810	55	152
	SQ	780	23	98
		810	21	85
X70	IQ-W	780	150	235
		810	136	220
	IQ-A	780	90	180
		810	79	170
	SQ	780	28	110
		810	23	100

4-2-9 Modes de rupture lors d'un essai de résilience

La caractérisation du comportement à la rupture lors d'un essai Charpy des échantillons testés aux températures - 40 ° C et 20 ° C a été réalisée par microscopie électronique à balayage (MEB).

L'examen des faciès de rupture révèle quelques caractéristiques intéressantes concernant le processus de rupture. Les faciès de rupture des échantillons IQ-Eau, IQ-Air et SQ testés à la température ambiante, des aciers X70 et X52, sont présentés dans les **figures 4.25 et 4.26**. La taille des cupules dans le

traitement IQ-Eau est extrêmement fine par rapport à celles des traitements IQ-Air et SQ, indiquant une grande valeur de l'énergie absorbée à température ambiante pour le traitement IQ-Eau par rapport à ceux des traitements IQ-Air et SQ, comme le montre les **figures 4.23 et 4.24**. La formation de cupules dans la fine microstructure est compatible avec le niveau d'énergie absorbée élevé observé pour le traitement IQ-Eau. Pour un traitement thermique donnée, l'acier X70 présente des cupules de faible dimensions donc une énergie absorbée importante par rapport à l'acier X52, cela est due à la différence des proportions de la martensite (phase dure et fragile) entre les deux aciers.

Les faciès de rupture des échantillons IQ-Eau, IQ-Air et SQ testés à - 40 ° C, pour les aciers X52 et X70, sont présentés dans les figures **4.27 et 4.28**. Le traitement SQ montre une rupture fragile par clivage, et les rivières complexes qui constitués les étapes du clivage, tandis que pour les traitements IQ- Eau et IQ-A, on peut observer la co-existence des deux modes de rupture, les cupules et les facettes de clivage. La zone des surfaces de clivage augmente dans l'ordre des traitements SQ>IQ-Air>IQ-Eau, tandis que les zones de cupules augmentent dans l'ordre inverse.

Lorsqu'une charge est appliquée à un acier dual-phase (DP), il est prévu que la rupture se produit en premier lieu dans la martensite dure ou par la séparation d'interface ferrite-martensite **[120]**. La propagation des micro-fissures par clivage ou par cupule, dépend de l'état de contrainte présent dans les microstructures. Dans les échantillons IQ-Eau, les fissures se forment dans les interfaces ferrite / martensite, en raison de la morphologie fine et fibreuse de la martensite et se propagent dans un mode de cupules. Dans le cas du traitement SQ, les microfissures s'amorcent à la fois au niveau de la ferrite et au niveau des interfaces ferrite-martensite et se propagent par clivage et par cupules.

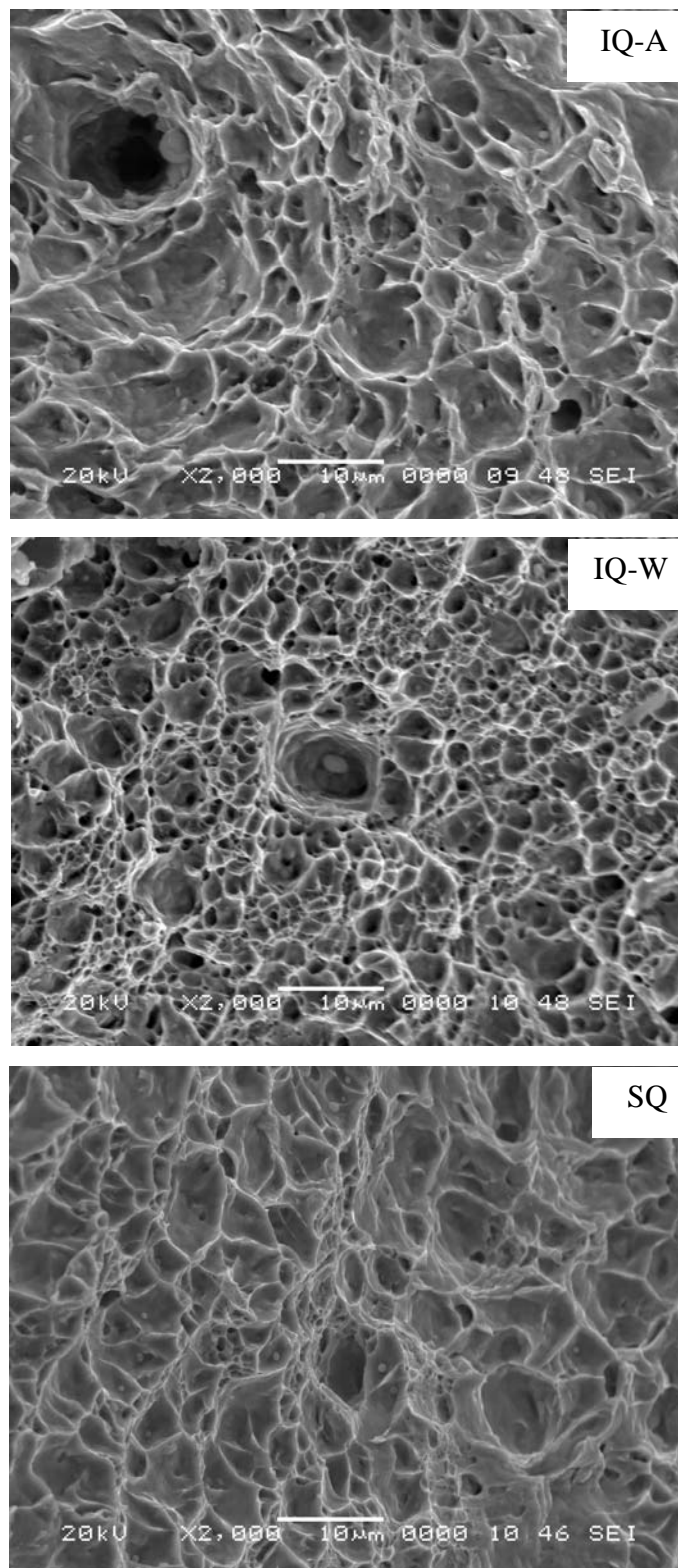


Figure 4.25: Fractographie par MEB de l'acier X70 rompu à la température ambiante pour différents traitements thermiques (ICT = 780 °C)

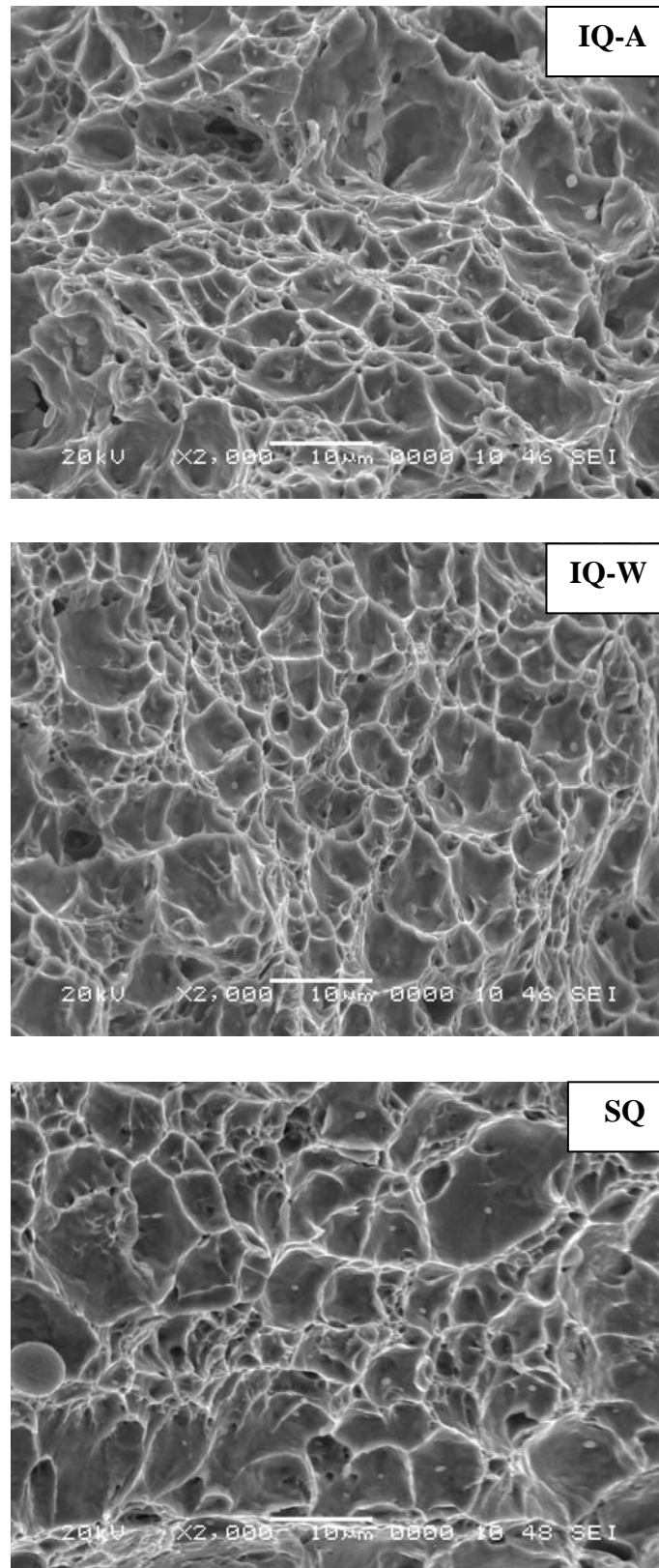


Figure 4.26: Fractographie par MEB de l'acier X52 rompu à la température ambiante pour différents traitements thermiques (ICT = 780 °C)

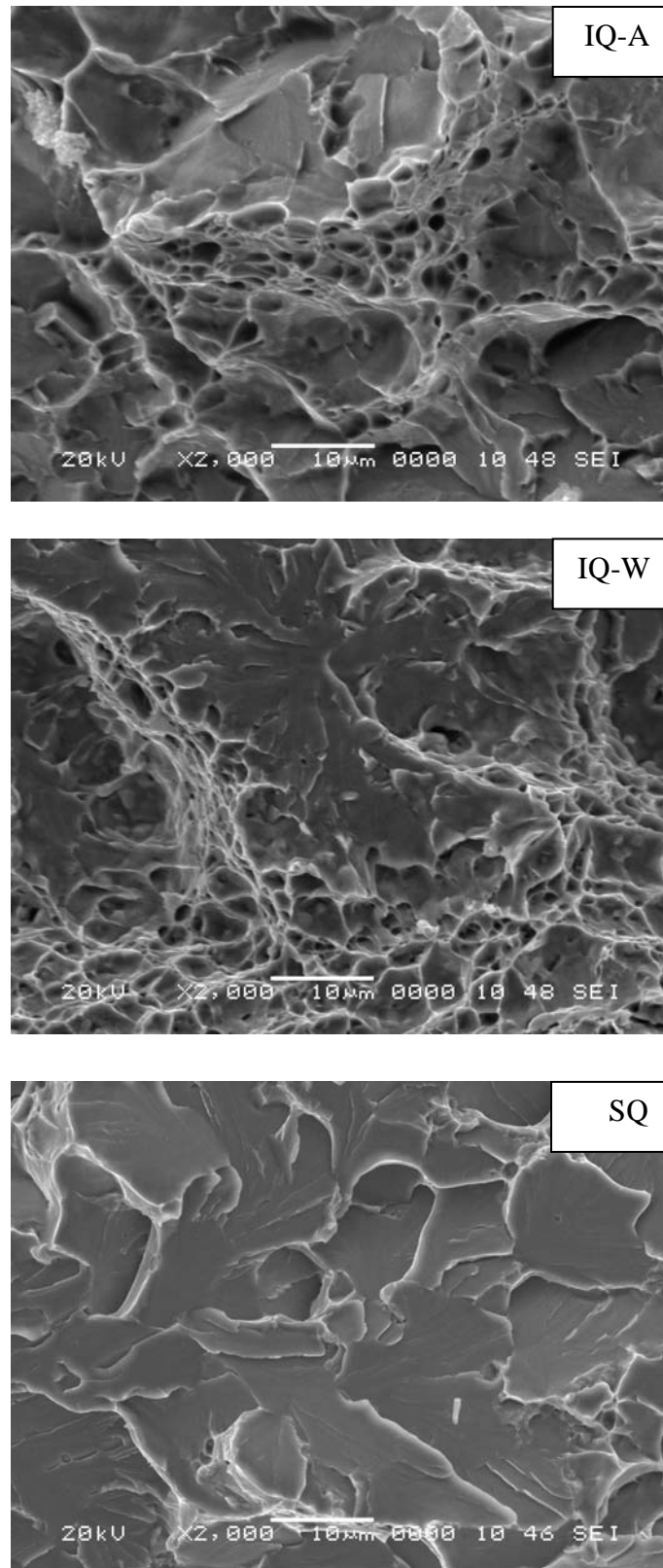


Figure 4.27: Fractographies par MEB de l'acier X70 rompu à $T = -40\text{ °C}$ pour différents traitements thermiques (ICT = 780 °C)

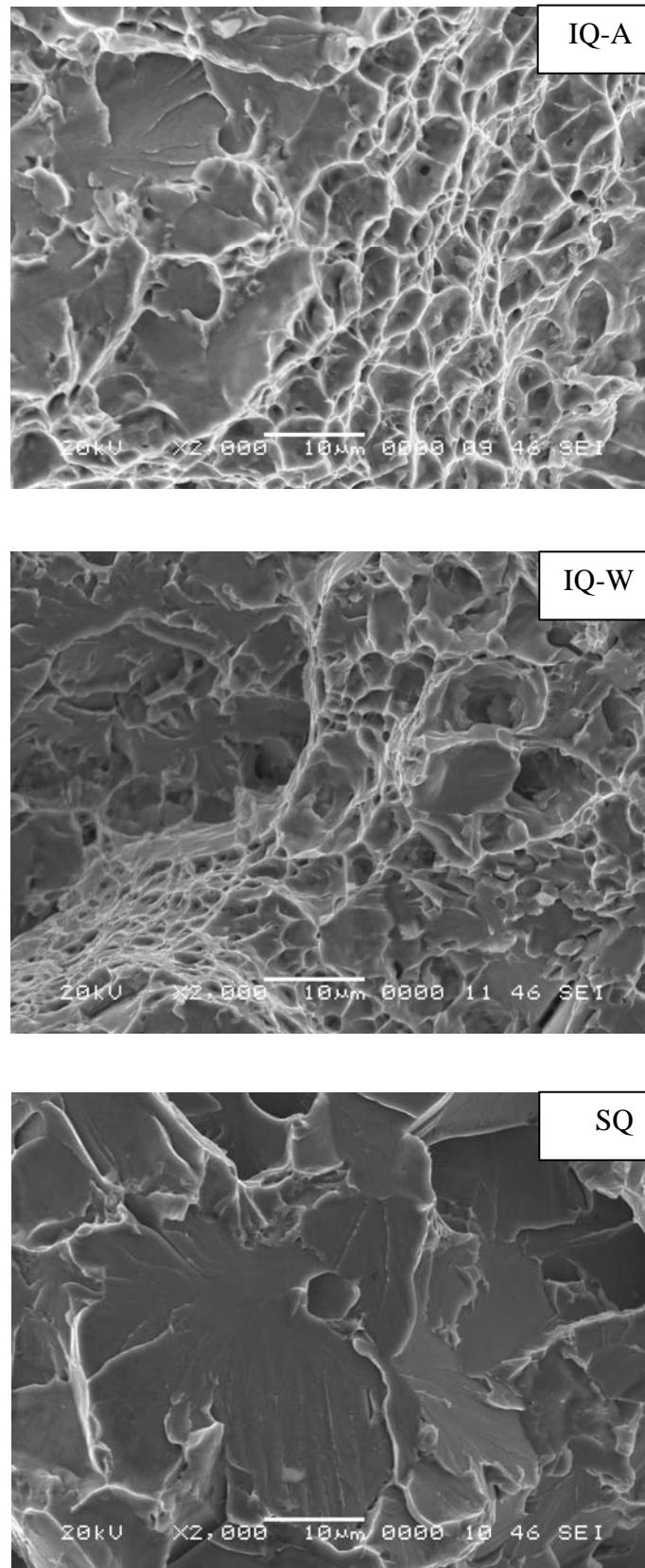


Figure 4.28 : Fractographies par MEB de l'acier X52 rompu à $T = -40\text{ °C}$ pour différents traitements thermiques (ICT = 780 °C)

5- Conclusions

Deux aciers à haute limite élastique (HLE) de nuance X52 et X70 ont été traités sous différents paramètres de laminage dans lequel les températures de fin laminage (FRT) et les taux de déformation étaient systématiquement variés. L'influence de ces paramètres sur la microstructure et les caractéristiques mécaniques a été élucidée.

1. La (FRT) de l'acier X70 est supérieure à celle de l'acier X52, cela est due au retardement de la recristallisation, qu'est provoqué par l'effet du Niobium dissous et l'effet épinglant des précipités fins. Par le retardement de la recristallisation, la microstructure peut être affinée après la transformation de phase.
2. La limite conventionnelle d'élasticité des aciers X52 et X70 augmente avec la diminution de la (FRT) et l'augmentation du taux de réduction. Ce résultat peut être attribué au durcissement par affinement de grains.
3. L'état microstructural initial des aciers X52 et X70 avant d'atteindre le domaine intercritique possède une grande influence sur la morphologie et la distribution de la martensite. Les traitements IQ-Eau, IQ-Air et SQ présentent une martensite fine et fibreuse uniformément répartie dans la ferrite, une ferrite polygonale entourée d'un réseau de martensite et une microstructure ferrite-martensite en bande, respectivement.
4. Les aciers Dual-Phase présentent d'excellentes propriétés mécaniques. Différents compromis entre la résistance mécanique et la ductilité peuvent être obtenus en fonction du taux de martensite, ainsi que de la morphologie des phases. D'une manière générale, les meilleures propriétés de traction sont trouvées lorsque les microstructures sont fines. La dispersion des îlots de martensite joue un rôle primordial. Le traitement IQ-Eau a fourni une meilleure combinaison de résistance et de ductilité.

5. Le traitement IQ-Eau a présenté une meilleure résilience que les traitements IQ- Air et SQ exprimée par une basse TTDF et une plus grande USE.

Perspectives

Les perspectives de ces travaux relèvent à la fois du domaine expérimental et de l'aspect modélisation.

1. Utilisez le microscope électronique à transmission pour identifier le type de précipités responsable au durcissement par précipitation.
2. La quantité des atomes de soluté à l'interface ferrite/martensite dans les aciers (DP) est insuffisante pour figer le grand nombre de dislocations. Donc, les atomes manquants doivent être fournis par diffusion des régions internes des grains. Ceci est possible par traitement de revenu.
3. Utiliser le simulateur thermomécanique Gleeble afin de concevoir un programme de laminage aussi proche de la production réelle.
4. La caractérisation des matériaux est un outil important pour décrire et améliorer les propriétés mécaniques des matériaux et développer des microstructures optimales. L'approche habituelle, nécessitant des méthodes expérimentales extensives, est très longue et coûteuse. Ceci a donc donné lieu à la méthode par réseau de neurones qui peut être employée pour prédire le comportement des matériaux, sans le besoin d'études expérimentales.

Références

- [1] B. Eghbali, A. Abdollah-zadeh, *Journal of Materials Processing Technology* 180 (2006), pp. 44-48
- [2] A. M. Elwazri, E. Essadiqi, S. YUE, *ISIJ International*, Vol. 44 (2004), pp. 162–170
- [3] R. Shukla, S.K. Das, *Metallurgical and Materials Transactions*, vol.34A, (2012), pp 4835-4845
- [4] S.N. Prasad, S.R. Mediratta, D.S.Sarma, *Materials Science and Engineering A*, Vol.358 (2008), pp. 288-297
- [5] Marc Grumbach, *Technique de l'ingénieur*, M 4525 (2000), pp. 1-29
- [6] L.J. Cuddy and J.C. Raley, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 14A (1983), pp 1989-1995
- [7] S.F. Medina, M.I. Vega and M. Gómez, *Materials Science Forum*, Vol. 467 (2004) pp. 1205-1210
- [8] Borje Lehtinen, Per Hansson, *Scandinavian Journal of Metallurgy*, Vol.18 (1989) pp 295-300
- [9] C.M. Sellars, *Proceedings of an International Conference on HSLA Steels '85, Metallurgy and Applications*, Beijing, China, edited by J.M Gray, ASM International, 1986, pp 73- 82
- [10] O. Kwon, A.J DeArdo, *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 39 (1991), pp. 529-538
- [11] A.J.DeArdo, *Ironmaking and steelmaking*, vol.28 (2001), pp 138-144
- [12] I. Tamura and C. Ouchi, *Thermomechanical Processing of High Strength Low alloy Steels*, (1988), pp 82
- [13] Inagaki H, *Transactions Iron and Steel Institute of Japan*, Vol.13 (1983) pp.1059-1067
- [14] T. Tanaka, *International Metals Reviews*, N°4 (1981), pp 185-212
- [15] Dunne D. P., Feng B., Chandra T., *ISIJ International* Vol.31 (1991), pp.1354-1361
- [16] B K PANIGRAHI, *Bulletin of Materials Science*, Vol. 24 (2001), pp. 361–371.

- [17] Wilson E. G., Gladman T. International Metals Reviews, Vol. **33** (1988), pp 211-238
- [18] Van Cauter A, Dilewijns J, Horzenberger F, Hubert R A, De Cooman B. C., Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 9 (2000), pp 131-137
- [19] M. Militzer, E. Hawbolt, T. Meadowcroft, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 31, (2000), pp 1247-1159
- [20] J. Zrník, T. Kvackaj, D. Sripinproach, P. Sricharoenchai, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 133 (2003), pp 236–242
- [21] Siciliano F. J. and Jonas J. J., Metallurgical and Materials Transactions A, Vol.31 (2000), pp 511-530.
- [22] M. Gomez, S. F. Medina, A. Quispe, P. Valles, ISIJ International, Vol.42 (2002), pp. 423–431
- [23] S. Vervynckt, P. Thibaux, and K. Verbeken, Metals and Materials International, Vol. 18, No. 1 (2012), pp. 37-46
- [24] Siqian Bao, Gang Zhao, Chibin Yu, Qingming Chang, Chuanlong Ye, Xinping Mao, Applied Mathematical Modelling, Vol. 35 (2011) pp.3268–3275
- [25] T. N. Baker, Materials Science and Technology, Vol. 25 (2009), pp1083-1107
- [26] Yue S. and Jonas J. J., Materials Forum, Vol.14, N° 4 (1990), pp 245-252.
- [27] Humphreys F. J., Hatherly M., Recrystallization and related annealing phenomena, Elsevier Science Ltd , Second Edition, 2004.
- [28] H.J. McQUEEN, J. J. Jonas, Journal of Applied Metal Working, Vol. 3 (1984), pp 233-241
- [29] E. Nes, K. Marthinsen, Materials Science and Engineering A, Vol.322, (2002), pp. 176-193
- [30] Thomas H. Courtney, "Mechanical Behaviour of Materials", McGraw-Hill series in materials science and engineering, seconde edition (2000).
- [31] Paulo Rangel Rios, Fulvio Siciliano Jr, Hugo Ricardo Zschommler Sandim, Materials Research, Vol. 8, (2005), pp. 225-238,
- [32] P. Uranga, A.I. Fernandez, B. Lopez, J.M. Rodriguez, Materials Science and Engineering A, Vol.345 (2003), pp. 319-327

- [33] E. I. Poliak and J. J. Jonas, *ISIJ International*, Vol. 43 (2003), pp. 684–691
- [34] C. M. Sellars, J. Cobo, *Ironmaking and Steelmaking*, Vol. 28 (2001), pp. 230-236
- [35] Jonas J.J., Quelennec X., Jiang L., *Acta Materialia*, Vol. 57 (2009), pp. 2748-2756
- [36] E. I. POLIAK and J. J. JONAS, *ISIJ International*, Vol. 43 (2003), pp. 684–691
- [37] F. Xiao, Y. Cao, G. Qiao, X. Zhang, B. Liao, *Journal of Iron and steel Research, International* Vol.19 (2012), pp. 52-56
- [38] I. Mejia, A. Bedolla-Jacuinde, C. Maldonado, J.M. Cabrera, *Materials Science and Engineering A* 528 (2011), pp. 4133–4140
- [39] Jalal Biglou, **“Dynamic Recrystallization during Strip Rolling of HSLA Steels and Prediction of Roll Forces using Artificial Neural Networks”** These de doctorat, université de Waterloo, Ontario, Canada, 1997
- [40] M. Shaban, B. Eghbali, *Journal of Materials Science and Technology*, Vol. 27 (2011), pp. 359-363
- [41] Ali Dehghan-Manshadi, J. J. Jonas, Peter. D. Hodgson, Matthew R. Barnatt, *ISIJ International*, Vol. 48 (2008), pp. 208–211
- [42] S. F. Medina, A. Quispe, *ISIJ International*, Vol. 41 (2001), pp. 774–781
- [43] A. B. Quispe, S. F. Medina, J. M. Cabrera, and J. M. Prado, *Materials Science and Technology*, Vol. 15 (1999), pp. 635-641
- [44] D. Jorge-Badiola, I. Gutierrez, *Acta Materialia*, Vol.52 (2004), pp. 333–341
- [45] P.D.Hodgson, S.H.Zahiri, *ISIJ Int.*, Vol. 44 (2004), pp. 1224-1229
- [46] Linda BÄCKE, *ISIJ International*, Vol. 50 (2010), N° 2, pp. 239–247
- [47] M. Aksoy and A. Esin, *Journal of Materials Engineering*, Vol. 10 Issue 4 (1988), pp. 281-287
- [48] A. R. SALEHI, S. SERAJZADEH, A. KARIMI TAHERI, *Journal of Materials Science*, Vol. 41 (2006), pp. 1917–1925

- [49] Mohammad Mazinani, **Deformation and Fracture Behaviour of a low-carbon Dual-Phase steel**, these de doctorat, université de Columbia (2006)
- [50] Victor Andrade Carozzo, **Influence du Niobium sur les Microstructures et les Propriétés d'Aciers Multiphasés à Effet TRIP**, thèse de doctorat, université de Catholique de Louvain, Belgique (2005)
- [51] Speich G.R., Demarest V.A., Miller R.L., Metallurgical Transactions A, Vol. 12 (1981), pp. 1419-1428
- [52] Khalid F.A., Materials Science and Engineering A, Vol. 325 (2002), pp. 281 - 285
- [53] Soto R., Saikaly W., Bano X., Issartel C., Rigaut G., Charai A., Acta Materialia, Vol. 47 (1999), pp. 3475 - 3481
- [54] Brandon Michael Hance, **The influence of deformation-induced residual stresses on the post-forming tensile stress/strain behaviour of dual-phase steels**, these de doctorat, université de Pittsburg (USA) 2005
- [55] SPEICH G.R. Physical metallurgy of dual-phase steels, Conference on Fundamentals of Dual-Phase Steels, Warrendale, Pennsylvania (1981), pp. 3-45
- [56] Liedl U., Traint S., Werner E.A., Computational Materials Science, Vol. 25 (2002), pp. 122-128
- [57] Pickering F.B. Constitution and Properties of Steels. VCH : Weinheim, (1992), pp. 272 - 284
- [58] AL-Abbasi F.M., Nemes J.A. International Journal of Solids and Structures, Vol. 40 (2003), pp. 3379-3391
- [59] AL-Abbasi F.M., Nemes J.A. International Journal of Solids and Structures, Vol. 45 (2003), pp. 1449-1465
- [60] AL-Abbasi F.M., Nemes J.A. Computational Materials Science, Vol. 39 (2007), pp. 402-415.
- [61] Bayram A., Uguz A., Materials Characterization, Vol. 43 (1999), pp. 259-269

- [62] J. Becker, E. Hornbogen, "Microscopic Analysis of the Formation of Dual-Phase Microstructures," Conference Proceedings (Chicago, 1981), R.A. Kot and B.L. Bramfitt, eds., Met. Soc. of AIME, New York, 1981.
- [63] Jiang Z., Liu J., Lian J., *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 40 (1992), pp. 1587-1597
- [64] Jiang Z., Guan Z., Lian J. *Materials Science and Engineering A*, Vol. 190 (1995), pp. 55-64
- [65] Murry G., *Techniques de l'Ingénieur*, Vol. MB4, M300 (1993), pp. 1-29
- [66] Dominique Francois, *Techniques de l'Ingénieur*, Vol. MB1, Dossier M4152 (2005), pp.1-23
- [67] SOLER M. Thèse de doctorat, **Etude du vieillissement d'un acier à bake-hardening : évolution des propriétés mécaniques de traction - corrélation avec la microstructure**. INSA Lyon, 1998.
- [68] Balliger, N. K., Gladman, T., *Metal Science*, Vol. 15 (1981), pp. 95-108
- [69] Adem Bakkaloglu, *Materials Letters*, Vol. 56 (2002), pp. 263– 272
- [70] H. Niakana,, A. Najafizadeh, *Materials Science and Engineering A*, Vol.527 (2010), pp. 5410–5414
- [71] J.M. Gregg, H.K.D.H. Bhadeshia, *Acta materialia*, Vol. 45, (1997), pp. 739-748.
- [72] J.R. Yang, H.K.D.H. Bhadeshia, *Journal of Materials Science*, Vol. 26 (1991), pp. 839-845.
- [73] K.A. Alograb, D.K. Matlock, *ISIJ International*, Vol.47 (2007), pp. 1034-1041
- [74] K.M. Wu et al., *Materials Characterization* Vol. 52 (2004), pp 121–127
- [75] R.A. Farrar, P.L. Harrison, *Journal of Materials Science*, Vol. 22 (1987), pp. 3812-3820.
- [76] R. Barbosa, *ISIJ International*, Vol.36 (1996), pp. 1084-1093
- [77] B. K. Panigrahi, *Bulletin of Materials Science*, Vol. 24 (2001), pp. 361–371
- [78] Yang Caifu, Zhang Yongquan, *Journal of Iron and Steel*, Vol. 37 (2002), pp. 42-47
- [79] S.N. Prasad, D.S. Sarma, *Materials Science and Engineering A*, Vol.408 (2005), pp.53-63
- [80] Ersoy Erisir, Oguz Gurkan Bilir, *JMEPEG*, Vol. 23, (2014), pp.1055–1061

- [81] Bag A, Ray KK, Dwarakadasa ES., Metallurgical and Materials Transaction A, Vol. 30, (1999), pp.1193-1202
- [82] A. N. Kumar, S. N. Basu, Journal of Materials Science, Vol. 26, (1991), pp. 2089- 2092
- [83] Yueyue Hu, Xiurong Zuo, Rutao Li, Zhanzhan Zhang, Materials Research, Vol. 15 (2012), pp. 317-322
- [84] Benoit Krebs, Lionel Germain, Alain Hazotte, Mohamed Goune, Journal of Materials Science, Vol. 46 (2011), pp.7026–7038
- [85] E. Ahmad, T. Manzoor, M.M.A. Ziai, and N. Hussain, JMEPEG, Vol.21 (2012), pp. 382–387
- [86] Rudnizki J, Böttger B, Prah U and Bleck W. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 42 (2011), pp. 2516-2525.
- [87] Nouri A, Saghafian H and Kheirandish S. Journal of Iron and Steel Research International, Vol.17 (2010), pp.44-50.
- [88] E.Navara, B. Bengtsson, Materials Science and Technology, Vol. 2 (1986), pp. 1196-1201.
- [89] Thompson SW, Howell PR., Materials Science and Technology, Vol.8, (1992), pp.777-784
- [90] M. Erdogan, Journal of Materials Science, Vol. 37 (2002), pp. 3623-3630.
- [91] Offerman SE, Van Dijk NH, Rekvelde MT, Sietsma J, Materials Science and Technology, Vol.18 (2002), pp. 297-303
- [92] John D. Verhoeven, Journal of Materials Engineering and Performance, Vol.9, (2000), pp. 286-296.
- [93] A. Kumar, S.B. Singh, K.K. Ray, Materials Science and Engineering A, Vol.474, (2008), pp. 270-282
- [94] T.S. Byun, I.S. Kim, Journal of Materials Science, Vol. 28 (1993), pp. 2923-2632
- [95] G. Rosenberg, I. Sinaiová, L. Juhar, Materials Science and Engineering A 582 (2013), pp. 347–358
- [96] Z. Jiang, Z. Guan, J. Lian, Materials Science and Engineering A, Vol.190 (1995), pp.55–64.
- [97] M. Sarwar, T. Manzoor, E. Ahmad, N. Hussain, Materials and Design, Vol.28, (2007), pp. 1928–1933.

- [98] J. Kadkhodapour, S. Schmauder, *Acta Materialia* Vol.59, (2011), pp. 4387–4394.
- [99] J. Liu, Z. Jiang, J. Lian, *Materials Science and Technology*, Vol.7 (1991), pp. 527-532.
- [100] H.C. Chen, G. H. Cheng, *Journal of Materials Science*, Vol. 24 (1989), pp 1991-1994.
- [101] M. Delincea, Y. Brechetb, J.D. Emburyc, *Acta Materialia*, Vol.55 (2007), pp. 2337-2350.
- [102] P. Movahed, S. Kolahgar, S.P.H. Marashi, M. Pournvari, N. Parvin, *Materials Science and Engineering A* 518 (2009), pp. 1–6
- [103] X.L.Cai, J.Feng, W.S.Owen, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.16, (1985), pp 1405-1415
- [104] Y.Tomita, *Journal of Materials Science*, Vol.25, (1990), pp 5179-5184
- [105] M.A. Meyers, K.K. Chawla, W.F. Hosford, *Mechanical Behavior of Materials*, second ed., Cambridge University Press, 2008.
- [106] M.R. Akbarpour, A. Ekram, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 477 (2008), pp. 306–310.
- [107] S. Gunduz, *Materials Letters*, Vol. 63 (2009), pp. 2381–2383.
- [108] V. Colla, M. De Santis, A. Dimatteo, A. Solina, R. Valentino, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 40 (2009), pp. 2557–2567.
- [109] J. Lian, Z. Jiang, J. Liu, *Materials Science and Engineering A*, Vol.147 (1991), pp. 55–65.
- [110] A. Zare, A. Ekrami, *Materials Science and Engineering A* Vol. 528 (2011), pp. 4422–4426
- [111] Debdulal Das, Partha Protim Chattopadhyay, *Journal of Materials Science*, 2009, Vol. 44, pp 2957-2965
- [112] M. Mazinani, W.J. Poole, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.38, (2007), pp. 328-339.
- [113] Kang J, Ososkov Y, Embury JD, Wilkinson DS. *Scripta Materialia*, Vol.56 (2007), pp: 999–1002.
- [114] P. Das, PP Chattopadhyay, NR. Bandyopadhyay, *Journal of Metallurgical and Materials Engineering*, Vol. 84 (2003), pp. 68-79
- [115] M. Sarwar, R. Priestner, *Journal of Materials Science*, Vol. 31 (1996), pp 2091-2095

- [116] Y.M. Kim, S.Y. Shin, H. Lee, B. Hwang, Metallurgical and Materials Transactions A 38 (2007), pp. 1731–1742.
- [117] S.S. Shin, B. Hwang, S. Lee, N.J. Kim, Materials Science and Engineering A, Vol. 458 (2007), pp. 281-289.
- [118] S. Kang and H. Kwon: Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 18A, (1987), pp. 1587-1592.
- [119] L. Shi, Z Yan, Y. Liu, C. Zhang, Z. Qiao, Materials Science and Engineering A, Vol. 590 (2014), pp. 7–15.
- [120] B. Hwang, C.G. Lee, S.J. Kim, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 42 (2011), pp 717–728.

UNIVERSITE DE BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département de Mécanique

THESE DE DOCTORAT EN SCIENCES

En Génie Mécanique

**EFFET DE LA TENEUR DU NIOBIUM ET LES PARAMETRES
THERMOMECHANIQUES SUR LES PROPRIETES MECANIQUES
DES ACIERS HSLA**

Par :

Sami ZIDELMEL

Devant le jury composé de :

Y.Benkhedda	Professeur, U.Blida 1	Président
A.Kellou	Professeur, USTHB	Examineur
M.Azzaz	Professeur, USTHB	Examineur
H.I.Feraoun	Professeur, U.Tlemcen	Examineur
M.Temmar	MCA, U.Blida 1	Examineur
T.Sahraoui	Professeur, U.Blida 1	Directeur de Thèse

Blida, Juin 2015