

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة عمار ثليجي - الأغواط -

Université Amar Thelidji – Laghouat –

Faculté de TECHNOLOGIE



Filière: Génie Mécanique

Option: Génie des Matériaux

## MEMOIRE

Effet Des Température D'austénisation Sur La Modification De  
La Structure Dual Phase En Bande

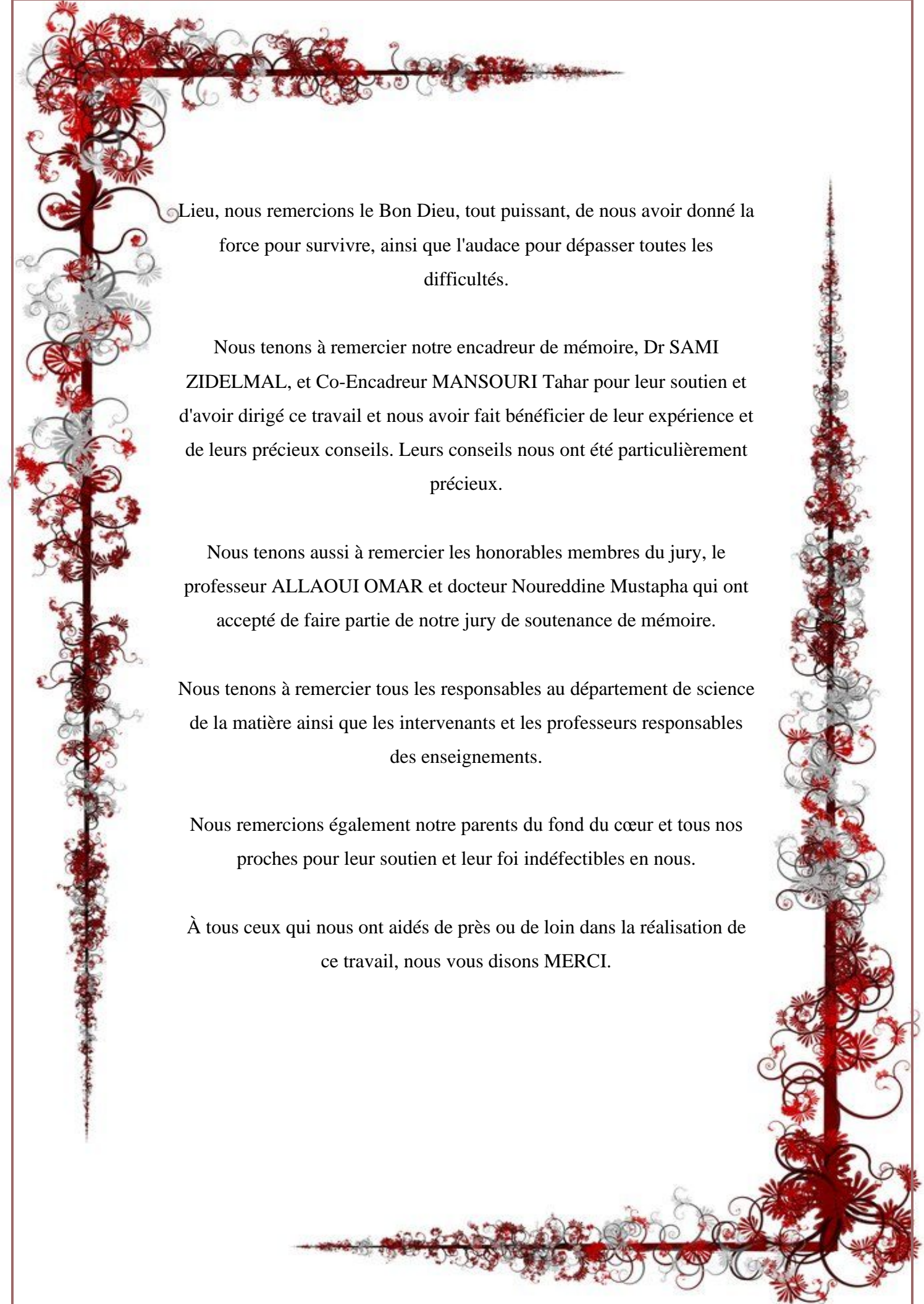
**Réalisé Par :**

- ❖ Mokhtari Nasreddine
- ❖ Sahli Imihoub

Devant le jury composé de:

|                     |     |                |               |
|---------------------|-----|----------------|---------------|
| ALLAOUI OMAR        | Pr  | Univ. Laghouat | Président     |
| NOUREDDINE MUSTAPHA | MCB | Univ. Laghouat | Examineur     |
| ZIDELMEL SAMI       | MCA | Univ. Laghouat | Encadreur     |
| MANSOURI TAHAR      | Dr  | Univ. Laghouat | Co- Encadreur |

Promotion 2022/2023



Lieu, nous remercions le Bon Dieu, tout puissant, de nous avoir donné la force pour survivre, ainsi que l'audace pour dépasser toutes les difficultés.

Nous tenons à remercier notre encadreur de mémoire, Dr SAMI ZIDELMAL, et Co-Encadreur MANSOURI Tahar pour leur soutien et d'avoir dirigé ce travail et nous avoir fait bénéficier de leur expérience et de leurs précieux conseils. Leurs conseils nous ont été particulièrement précieux.

Nous tenons aussi à remercier les honorables membres du jury, le professeur ALLAOUI OMAR et docteur Nouredine Mustapha qui ont accepté de faire partie de notre jury de soutenance de mémoire.

Nous tenons à remercier tous les responsables au département de science de la matière ainsi que les intervenants et les professeurs responsables des enseignements.

Nous remercions également notre parents du fond du cœur et tous nos proches pour leur soutien et leur foi indéfectibles en nous.

À tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin dans la réalisation de ce travail, nous vous disons MERCI.

### Résumé

La structure Dual phase en bande présente toujours des propriétés mécaniques les plus faible par rapport aux autres types de morphologies. Cela est dû à l'anisotropie de la microstructure. L'objectif de ce travail est de voir la possibilité de rendre cette microstructure plus isotrope à l'aide d'un traitement thermique. Pour se faire on a choisi trois températures d'austénisation 950, 1050 et 1150 °C. Pour formation la microstructure dual-phase (ferrite + Martensite) un traitement thermique (SQ) aux températures de recuit intercritique (ICT) de 740 °C, 780 °C et 800 °C est applique. Les résultats expérimentaux montrent que après une austénisation a la température 1150°C, l'acier API X52 perd totalement la structure en bande et la martensite devient répartie d'une manière homogène dans la matrice ferritique. Une comparaison des microstructures et des duretés est menée sur des échantillons obtenus après modification des traitements thermiques.

### Abstract

The Dual phase band structure always has the weakest mechanical properties compared to other types of morphologies. This is due to the anisotropy of the microstructure. The objective of this work is to see the possibility of making this microstructure more isotropic using a heat treatment. To do this, three austenization temperatures were chosen: 950, 1050 and 1150 °C. To form the dual-phase microstructure (ferrite + Martensite), a heat treatment (SQ) at intercritical annealing temperatures (ICT) of 740°C, 780°C and 800°C is applied. The experimental results show that after austenization at a temperature of 1150°C, the API X52 steel completely loses the band structure and the martensite becomes homogeneously distributed in the ferritic matrix. A comparison of microstructures and hardnesses is carried out on samples obtained after modification of heat treatments.

### ملخص

يتميز هيكل النطاق ثنائي الطور دائماً بأضعف الخواص الميكانيكية مقارنةً بأنواع الأشكال الأخرى. هذا يرجع إلى تباين الخواص في البنية المجهرية. الهدف من هذا العمل هو رؤية إمكانية جعل هذه البنية المجهرية أكثر تجانساً باستخدام المعالجة الحرارية. للقيام بذلك ، تم اختيار ثلاث درجات حرارة للأوستينيت: 950 و 1050 و 1150 درجة مئوية. لتشكيل البنية المجهرية ثنائية الطور (الفريت + مارتينسيت) ، يتم تطبيق المعالجة الحرارية (SQ) عند درجات حرارة التلدين بين الحرج (ICT) من 740 درجة مئوية ، 780 درجة مئوية و 800 درجة مئوية. تظهر النتائج التجريبية أنه بعد الأوستنة عند درجة حرارة 1150 درجة مئوية ، يفقد فولاذ API X52 تماماً بنية النطاق ويصبح مارتينسيت موزعاً بشكل متجانس في المصفوفة الفيريتية. يتم إجراء مقارنة بين البنى المجهرية وصلابة العينات المحصل عليها بعد تعديل المعالجات الحرارية.

# Sommaire

|                            |   |
|----------------------------|---|
| Listes des figures         |   |
| Listes des tableaux        |   |
| Listes des symboles        |   |
| Introduction générale..... | 1 |
| Références .....           | 3 |

## Chapitre I : Spécifications des aciers HSL

|       |  |    |
|-------|--|----|
| I. 1  | Introduction.....  | 4  |
| I. 2  | Les catégories des aciers HSLA .....                         | 5  |
| I.2.1 | Les aciers HSLA ferrito-perlitique .....                     | 5  |
| I.2.2 | Les aciers dual-phase .....                                  | 7  |
| I.2.3 | Les aciers de ferrite aciculaire .....                       | 8  |
| I.2.4 | Les aciers HSLA résistants à la corrosion atmosphérique..... | 9  |
| I.2.5 | Les aciers perlitiques de construction laminés.....          | 10 |
| I.2.6 | Les aciers de forme d'inclusion contrôlée .....              | 11 |
| I. 3  | Evolution des aciers HSLA.....                               | 11 |
| I.3.1 | L'affinement des grains .....                                | 11 |
| I.3.2 | Durcissement par précipitation .....                         | 12 |
| I.3.3 | Développement du laminage contrôlé .....                     | 12 |
| I.3.4 | Développement du refroidissement contrôlé .....              | 12 |
| I. 4  | Rôle des éléments d'additions .....                          | 13 |
| I.4.1 | CARBONE .....  | 13 |
| I.4.2 | AZOTE .....  | 13 |
| I.4.3 | MANGANESE .....  | 13 |

|  |    |
|--|----|
| I.4.4 SILICIUM.....                      | 13 |
| I.4.5 PHOSPHORE .....                    | 14 |
| I. 5 Rôle des éléments disperoïdes ..... | 14 |
| I.5.1 Vanadium.....                      | 14 |
| I.5.2 Titane .....                       | 14 |
| I.5.3 Niobium .....                      | 15 |
| I. 6 Précipitation .....                 | 15 |
| I. 7 Avantage des aciers HSLA .....      | 16 |
| I. 8 Applications .....                  | 16 |
| I. 8.1 Fabrication des pipelines.....    | 16 |
| I. 8.2 Applications d'Automobile.....    | 17 |
| Références .....                         | 18 |

## Chapitre II : Les aciers DUAL-PHASES

|  |    |
|--|----|
| II.1 Introduction .....  | 21 |
| II.2 Generalites sur les aciers Dual-Phases .....                              | 21 |
| II.2.1 Le développement de la structure Dual-Phase.....                        | 23 |
| II.2.2 Principales propriétés et applications .....                            | 23 |
| II.2.3 Production des aciers Dual Phases .....                                 | 25 |
| II.3 Propriétés mécaniques typiques des aciers Dual Phases .....               | 25 |
| II.4 La microstructure des aciers Dual-Phases (DP).....                        | 29 |
| II.1.1 La ferrite .....  | 31 |
| II.1.2 La martensite .....   | 31 |
| II.1.3 Morphologies de martensite .....  | 32 |
| II.2 la relation entre microstructure et propriétés des aciers Dual-Phase..... | 34 |
| II.2.1 Absence de palier élastique dans les aciers Dual-Phases .....           | 35 |
| Références .....   | 37 |

## Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

|           |  |    |
|-----------|--|----|
| III.1     | Introduction .....                             | 39 |
| III.2     | Matériau .....                                 | 39 |
| III.3     | Traitement thermique .....                     | 39 |
| III.3.1   | Effet de la température d'austénisation .....  | 40 |
| III.3.2   | Développement d'une structure Dual-phase ..... | 40 |
| III.3.2.1 | Traitement (SQ): (Step Quenching) .....        | 41 |
| III.4     | Métallographie .....                           | 42 |
| III.6.1.  | Préparation des échantillons .....             | 42 |
| III.6.1.1 | Polissage .....                                | 42 |
| III.6.1.2 | Attaque chimique .....                         | 43 |
| III.5     | Les technique d'analyse .....                  | 43 |
| III.5.2   | Microscope optique .....                       | 43 |
| III.5.3   | Microscope électronique à balayage .....       | 44 |
| III.3     | Caractérisation mécanique .....                | 45 |
| III.3.2   | Essai de Dureté .....                          | 45 |

## Chapitre IV : Résultat et interprétation

|   |    |
|---|----|
| IV.1. Introduction.....   | 47 |
| IV.2. L'acier a l'état initial.....   | 47 |
| IV.3. Effet de la température d'austénitisation .....                           | 48 |
| IV.3.1 Sur la microstructure .....  | 48 |
| IV.3.2 Sur la dureté.....   | 50 |
| IV.4 Développement d'une structure dual-phase .....                             | 50 |
| IV.4.1 Introduction .....   | 50 |
| IV.4.2 La proportion de la phase martensitique.....                             | 51 |
| IV.4.3 Traitement S.Q.....  | 51 |
| IV.5 Effet de la température d'austénitisation sur traitement S.Q.....          | 53 |
| IV.6 Evolution de la dureté en fonction de la proportion de la martensite ..... | 57 |
| Références du Chapitre IV .....   | 60 |
| Conclusion.....   | 61 |



**Liste**

## Liste des Tableaux

| Tableaux     | Titre  | page      |
|--------------|--|-----------|
| <b>I.1</b>   | Rôle métallurgique des principaux éléments dispersoïdes        | <b>15</b> |
| <b>III.1</b> | Composition chimique d'acier X52                               | <b>39</b> |
| <b>III.2</b> | Nombre total des enchevêtrements et d'éprouvettes utilisées.   | <b>46</b> |
| <b>IV.1</b>  | Caractéristiques mécaniques des aciers X52 à l'état reçu       | <b>48</b> |
| <b>IV.2</b>  | Fraction volumique de la martensite à différentes températures | <b>51</b> |

## Liste des Symboles

| Symbole       | Signification                                   |
|---------------|---|
| <b>HSLA</b>   | High-strength low-alloy                         |
| <b>Re</b>     | Limité d'élasticité                             |
| <b>Rm</b>     | Résistance à la traction                        |
| <b>A</b>      | Allongement à la rupture                        |
| <b>E</b>      | Module d'élasticité                             |
| <b>KCV</b>    | Résilience                                      |
| <b>DP</b>     | Dual Phase                                      |
| $\sigma_{Dp}$ | résistances à la traction de l'acier Dual phase |
| $\sigma_M$    | résistances à la traction de la martensite      |

|                              |   |
|------------------------------|---|
| <b><math>\Sigma f</math></b> | résistances à la traction de la ferrite   |
| <b>VM</b>                    | la fraction volumique de la martensite    |
| <b><math>\Gamma</math></b>   | Austénite                                 |
| <b>SQ</b>                    | Step Quenching                            |
| <b>IQ</b>                    | Intermediate Quenching                    |
| <b>DQ</b>                    | Direct Quenching                          |
| <b>DQL</b>                   | Direct Quenching-Rolling                  |
| <b>HV</b>                    | La micro-dureté Vickers                   |
| <b>K</b>                     | La résilience                             |
| <b>W</b>                     | l'énergie absorbée                        |
| <b>Ceq</b>                   | Carbone équivalent                        |
| <b>Re0.2</b>                 | La limite d'élasticité a 20%              |
| <b>Cd</b>                    | la teneur moyenne en acier au carbone     |
| <b>Cf</b>                    | le teneur en carbone de phase ferrite     |
| <b>Cm</b>                    | le teneur en carbone de phase martensite  |
| <b><math>\Sigma f</math></b> | la résistance à la traction de la ferrite |
| <b>ICT</b>                   | la temperature intercritique              |
| <b>Ac1</b>                   | Palaiier eutectoid à 723°C                |

## Listes des figures

| <b>Fig.</b>        | <b>Titre</b>   | <b>page</b> |
|--------------------|--|-------------|
| <b>CHAPITRE I</b>  |  |             |
| <b>1</b>           | acier microalliés ferrito-perlitique   | <b>6</b>    |
| <b>2</b>           | La microstructure de dual-phase  | <b>7</b>    |
| <b>3</b>           | acier de ferrite aciculaire  | <b>8</b>    |
| <b>4</b>           | Evolution de la résilience en fonction de la température pour un acier de ferrite aciculaire   | <b>9</b>    |
| <b>5</b>           | Durcissement de la solution-solide de la ferrite.  | <b>10</b>   |
| <b>6</b>           | acier perlitiques de construction laminés.   | <b>11</b>   |
| <b>CHAPITRE II</b> |  |             |
| <b>1</b>           | Schéma de différentes nuances d'acier dans une carte d'allongement par rapport à la résistance à la traction.                                      | <b>22</b>   |
| <b>2</b>           | La microstructure de Dual-phase  | <b>23</b>   |
| <b>3</b>           | Résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual-phase comparés à d'autres aciers faiblement alliés.                                | <b>24</b>   |
| <b>4</b>           | Un diagramme schématique montrant la production d'un acier dual-phase.   | <b>25</b>   |
| <b>5</b>           | Pourcentage de martensite dans un acier dual-phase à 1.5%Mn en fonction de la concentration en carbone et la température intercritique             | <b>26</b>   |
| <b>6</b>           | 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. | <b>28</b>   |
| <b>7</b>           | Structure Dual-phase obtenue après recuit intercritique à la température a) 760 °C b) 800 °C.  | <b>29</b>   |
| <b>8</b>           | Micrographie, obtenue en microscopie électronique à transmission, montrant les dislocations dans l'interface ferrite/martensite.                   | <b>30</b>   |

|  |   |           |
|--|---|-----------|
| <b>9</b>                                     | Micrographie optique montrant les deux types de ferrite dans un acier DP : Gris = ferrite intercritique, Blanc = ferrite epitaxiale, Noir = martensite.                                       | <b>31</b> |
| <b>10</b>                                    | Paramètres de maille quadratique de la phase martensitique en fonction de la teneur en carbone.   | <b>32</b> |
| <b>10</b>                                    | Effet de la teneur en C sur le pourcentage en volume relatif de martensite de lattes et de plaques, la température Ms et le pourcentage en volume d'austénite retenue dans les alliages Fe-C. | <b>32</b> |
| <b>11</b>                                    | Micrographie optique après attaque Nital 3% de martensite en lattes a) Cm $\approx$ 0.5% b) Cm $\approx$ 0.12%.   | <b>33</b> |
| <b>12</b>                                    | Structure de la martensite en plaque.   | <b>34</b> |
| <b>13</b>                                    | Absence de palier dans l'aciers dual-phases   | <b>35</b> |
| <b>Matériaux et technique expérimentales</b> |   |           |
| <b>1</b>                                     | Composition chimique d'acier X52 utilisés dans ce travail.  | <b>39</b> |
| <b>2</b>                                     | Four-Nabertherm GmbH (LGP)  | <b>40</b> |
| <b>3</b>                                     | Le cycle thermique SQ appliqué sur acier X52 suivi d'un revenu sur les aciers Dual—phase  | <b>41</b> |
| <b>7</b>                                     | Polisseuse Metkon FORCIPOL 2V   | <b>42</b> |
| <b>8</b>                                     | échantillon après attaque chimique (Nital 4%)   | <b>43</b> |
| <b>9</b>                                     | Microscope optique de type LIECA DMLM   | <b>44</b> |
| <b>10</b>                                    | Microscope électronique à balayage (TESCANVEGA3)  | <b>45</b> |
| <b>11</b>                                    | Durometer Model MVK-H2 (Hardness Testing Machine).  | <b>46</b> |

| <b>Resultants et interpretation</b> |   |           |
|-------------------------------------|---|-----------|
| <b>1</b>                            | Micrographie optique et MEB d'acier reçu  | <b>47</b> |
| <b>2</b>                            | Microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénisation  | <b>49</b> |
| <b>3</b>                            | Evolution de la dureté en fonction de la température d'austénisation  | <b>50</b> |
| <b>4</b>                            | Microstructure Optique de l'acier X52 après traitement SQ a une température d'austénisation 950 °C, pour différentes températures intercritique a) 740 °C b) 780 °C c) 820 °C | <b>52</b> |
| <b>5</b>                            | Evolution de la structure en bande en fonction des températures intercritique (température d'austénisation 1050 °C pendant 30 minutes)<br>a) 740 °C b) 780 °C c) 820 °C       | <b>54</b> |
| <b>6</b>                            | Evolution de la structure en bande en fonction des températures intercritique (température d'austénisation 1150 °C pendant 30 minutes)<br>a) 740 °C b) 780 °C c) 820 °C       | <b>55</b> |
| <b>7</b>                            | Evolution de la structure en bande en fonction des températures intercritique (température d'austénisation 820 °C pendant 10 minutes)<br>a) 950 °C b) 1050 °C c) 1150 °C      | <b>57</b> |
| <b>8</b>                            | Evolution de la dureté en fonction de la température intercritique à différents temps et températures d'austénisation.  | <b>59</b> |
| <b>9</b>                            | Evolution de la dureté en fonction du temps d'austénisation   | <b>60</b> |



# **INTRODUCTION GENERALE**

# INTRODUCTION GENERALE

Les aciers dual phase sont caractérisés par une microstructure composite consistant en une phase de martensite dure dispersée dans une matrice de ferrite ductile. Les aciers dual phase présentent une élasticité continue, d'un taux d'érouissage initial élevé et d'un bon allongement [1, 2]. La microstructure recherchée peut être obtenue par recuit intercritique dans le domaine (ferrite+austenite) suivi d'un refroidissement rapide permettant d'assurer la transformation de l'austénite, qui s'est formée au cours du maintien entre  $Ac_1$  et  $Ac_3$ , en martensite.

Pour les mêmes conditions de recuit intercritique, la microstructure (DP) peut avoir plusieurs morphologies. La morphologie de la martensite contrôle directement les propriétés mécaniques des aciers dual phase. Zidelmel [3] a constaté que l'effet de la morphologie de la martensite sur les propriétés mécaniques des aciers Dual Phase est aussi important que l'effet de la fraction volumique de la martensite. Ils ont trouvé que le traitement SQ offrait les mauvaises propriétés mécaniques pour les aciers dual phase.

Le principal objectif de ce mémoire est de comprendre les mécanismes de formation des bandes, et de relier leurs caractéristiques microstructurales (taille des grains, morphologie, intensité des bandes) sur la dureté. Il est intéressant de voir la possibilité de rendre cette microstructure à l'aide d'un traitement thermique plus isotrope. Pour ce faire on a choisi trois températures d'austénisation 950, 1050 et 1150 °C. Pour la formation de la microstructure dual-phase (ferrite + Martensite) un traitement thermique (SQ) aux températures de recuit intercritique (ICT) de 740 °C, 780 °C et 800 °C est appliqué.

Pour répondre aux objectifs ainsi édictés et mener ce travail à terme, nous avons organisé de façon didactique, le manuscrit de ce mémoire en quatre chapitres :

**Le premier chapitre** est réservé à l'étude des spécifications des aciers HSLA. Dans ce premier chapitre, nous allons présenter en détail les aciers HSLA, pour avoir une idée claire sur ces familles d'aciers à haute résistance utilisés actuellement dans plusieurs secteurs de l'industrie.

## Introduction Générale

---

---

**Le deuxième chapitre** est consacré à Les aciers dual-phases qui fait l'objet de cette étude nous analysons les résultats de la bibliographie sur les aciers Dual Phase, en nous intéressant aux aspects de transformations de phases et les propriétés mécaniques.

**Dans le troisième chapitre,** est consacré à l'étude de la genèse des microstructures en bandes. Nous décrivons, ensuite, l'effet des principaux paramètres qui affectent la formation des microstructures en bandes.

**Le quatrième chapitre,** décrit les principales caractéristiques du matériau de notre étude et les traitements thermiques réalisés pour obtenir des aciers DP en bande et présente les résultats obtenus avec leurs discussions.

Vers la fin de ce travail, nous présentons une conclusion générale retraçant l'ensemble des résultats obtenus.

### Références du Introduction Générale

- [1] PARK, K., NISHIYAMA, M., NAKADA, N., TSUCHIYAMA, T. Effect of the martensite distribution on the strain hardening and ductile fracture behaviors in dual-phase steel, *Materials Science and Engineering A*, 2014, Vol. 604, pp. 135-141.
- [2] FEREDUNI, E., BANADKOUKI, S. S. G. Improvement of mechanical properties in a dual-phase ferrite–martensite AISI4140 steel under tough-strong ferrite formation, *Materials & Design*, 2014, Vol. 56, pp. 232-240.
- [3] Zidemel Sami, Effet de la teneur du niobium et les paramètres thermomécaniques sur les propriétés mécaniques des aciers HSLA, Thèse de doctorat en science, Université de Blida, Juin 2015



# **Chapitre I : Spécifications des aciers HSLA**

Dans ce premier chapitre, nous allons présenter une étude bibliographique relativement détaillée sur les aciers HSLA, pour avoir une idée claire sur cette famille d'aciers à haute résistance utilisés actuellement dans plusieurs secteurs de l'industrie.

Bien sûr, au cours de cette étude bibliographique, nous allons donner un aperçu sur l'historique de développement de ces aciers, la composition chimique correspondante, le processus d'élaboration et les applications les plus courantes. Pour respecter la chronologie d'apparition des aciers à haute résistance à l'échelle industrielle.

## **I. 1 Introduction**

L'acier a représenté une grande avancée dans l'histoire de l'humanité, en raison de ses multiples utilisations et excellentes propriétés. Tout au long de l'histoire, de grandes découvertes ont été faites grâce à la connaissance des phénomènes qui dominent le comportement des alliages, tels que la composition chimique, la microstructure et les procédés thermomécaniques. De nombreux chercheurs ont contribué à ces connaissances et ont établi les fondations responsables des développements continus dans le domaine de la métallurgie. [1]

Depuis les années 60, la production des aciers HSLA et leur utilisation pour une large gamme d'applications ont gagné une grande importance. Comparés aux aciers au carbone, les aciers HSLA offrent non seulement une haute limite élastique, mais aussi les propriétés de travail tel que la formabilité et la soudabilité. Probablement le facteur qui a accéléré l'adoption des aciers HSLA était la réduction du coût par le biais de la facilité de fabrication et la diminution en poids. La première accentuation sur le durcissement par précipitation a donné un chemin à l'étude du raffinement du grain. A cause de la faible quantité du carbone des aciers HSLA, leur excellente soudabilité est devenue le premier motif pour le changement [1, 2].

## I. 2 Les catégories des aciers HSLA

Les aciers HSLA comprennent plusieurs classes désignées à améliorer des combinaisons spécifiques des propriétés telles que la résistance, résilience, formabilité, soudabilité. Ces aciers peuvent être divisés en six catégories.

### I.2.1 Les aciers HSLA ferrito-perlitique

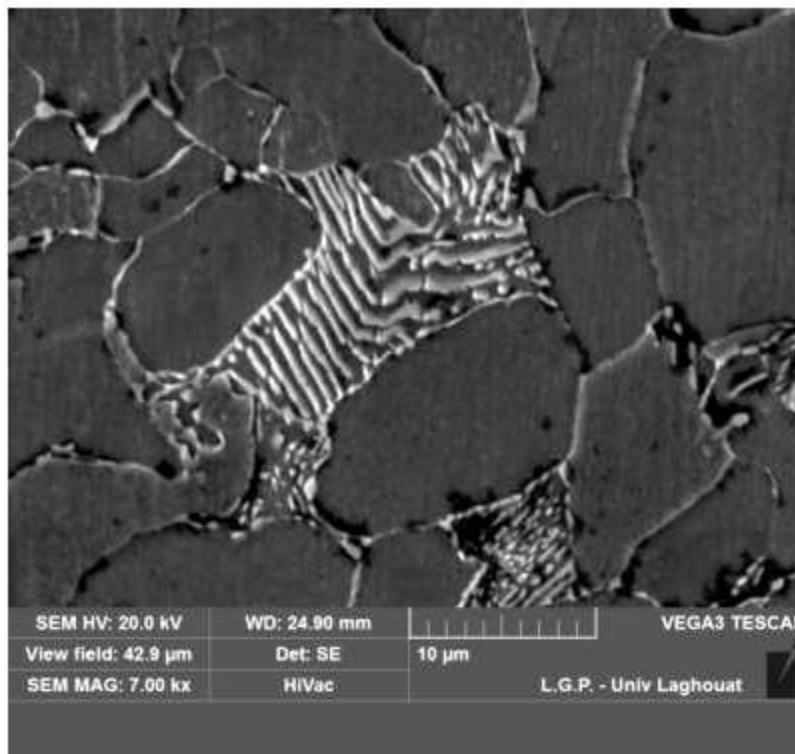
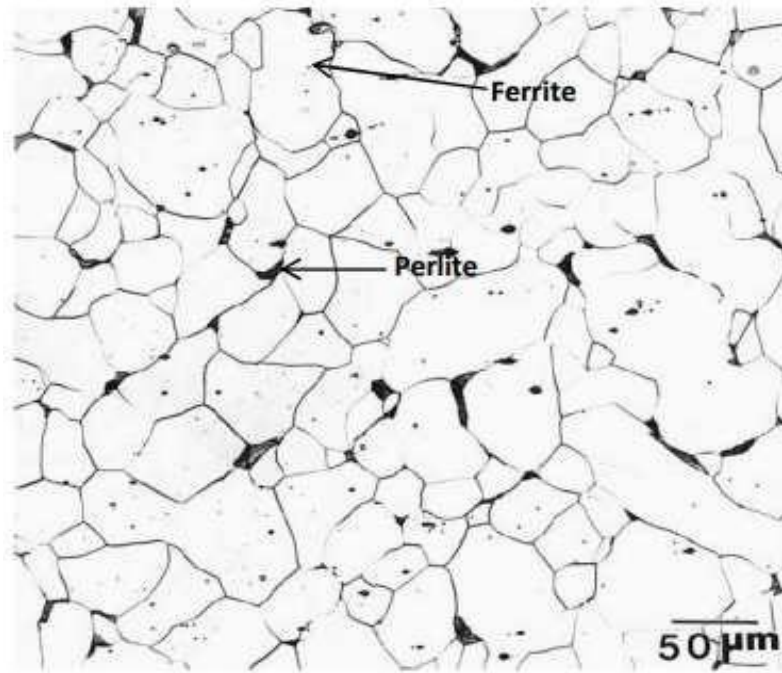
Les aciers HSLA ferrito-perlitiques sont généralement des aciers C-Mn qui contiennent de faibles additions d'éléments susceptibles de former des carbures et/ou des carbonitrides, tels le vanadium et le niobium. Ces aciers ont des limites conventionnelles d'élasticité de 550 MPa et une température de transition ductile-fragile de  $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Fondamentalement ce sont des aciers dont la structure d'emploi est ferrito-perlitique, la ferrite étant durcie par une fine précipitation, bien répartie, de carbures et/ou de carbonitrides formés à partir des éléments dispersoïdes. [4, 5]

Pour pouvoir développer cette précipitation, il est indispensable de mettre tout d'abord en solution dans l'austénite, le carbone et les éléments dispersoïdes. La solubilité de ces derniers est limitée, et qui évolue avec la température. Afin de mettre en solution des quantités d'éléments suffisamment grandes pour pouvoir espérer un effet durcissant important lors de la précipitation ultérieure, il est donc nécessaire de porter l'acier à de plus

hautes températures. Mais en portant l'acier à haute température on va engendrer un grossissement important du grain austénitique qui ira à l'encontre du but visé puisqu'il provoquera la formation d'une ferrite trop grossière et donc peu performante mécaniquement. Compte tenu des températures qu'il faut atteindre, il est difficile d'empêcher ce grossissement. On doit recourir alors à une procédure particulière de l'affinement du grain austénitique : le traitement thermomécanique.

Celui-ci consiste, après avoir porté le métal à haute température pour mettre en solution les précipités, à réaliser une déformation à chaud (laminage, forgeage) dans des conditions contrôlées de telle sorte que le corroyage soit achevé à relativement basse température (mais supérieure à celle à laquelle débute la transformation  $(\gamma \rightarrow \alpha)$ ) pour que l'austénite écrouie recristallise totalement et très finement. Dès l'achèvement de la recristallisation, le métal doit être refroidi énergiquement jusqu'à la température de début

de la transformation ( $\gamma \rightarrow \alpha$ ), afin d'éviter à la fois un grossissement des grains austénitiques fraîchement recristallisée et une précipitation de carbures et/ou nitrures au sein de l'austénite [6].



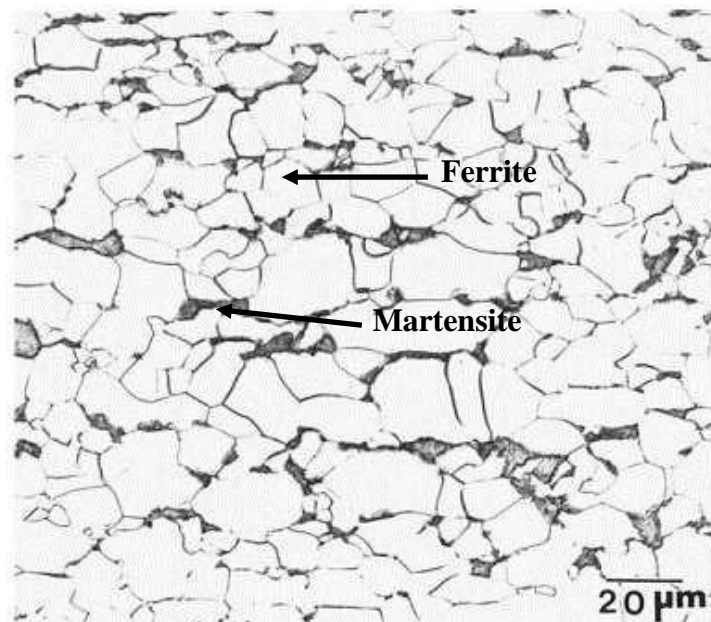
**Figure. I.2:** acier microalliés ferrito-perlitique [7,28]

## I.2.2 Les aciers dual-phase

Si les aciers microalliés bénéficient de très bonnes propriétés mécaniques, leur limite d'élasticité élevée les rend par contre difficilement formables à froid. Dans le but de réduire la masse des véhicules, les chercheurs dans l'industrie automobile ont mis au point des aciers dont la limite d'élasticité reste moyenne (300 à 350 MPa), mais dont la résistance à la traction, après consolidation est importante due à la déformation plastique, est comparable à celle des aciers microalliés (650 à 700 MPa) ; par ailleurs, leur allongement à la rupture demeure élevée (25 à 30%). Après leur mise en forme à froid, par écrouissage, leur limite d'élasticité est d'au moins 500 MPa. Ces aciers, connus le nom d'aciers **dual-phase**, font preuve d'une excellente formabilité à froid. Leur microstructure est composée de grains ferritiques, et des îlots de martensite dont la proportion varie en fonction de la température intercritique. Ils contiennent peu de carbone (0.08 à 0.15%) et entre 1 et 1.5 % de manganèse. [9, 10]

La microstructure des aciers dual-phase peut être développée soit par un chauffage à l'intérieur d'un intervalle de température intercritiques ( $\alpha+\gamma$ ), ou par le contrôle du refroidissement à partir des conditions du laminage à chaud. [11]

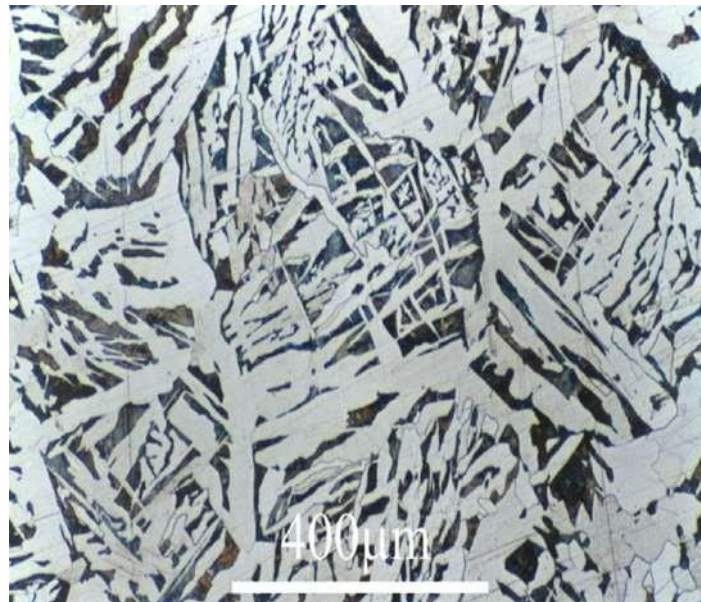
Pour la deuxième condition, il faut parfaitement contrôler la température de fin de laminage pour que la microstructure soit composée de ferrite et d'austénite.



**Figure. I.3 :** La microstructure de dual-phase [7]

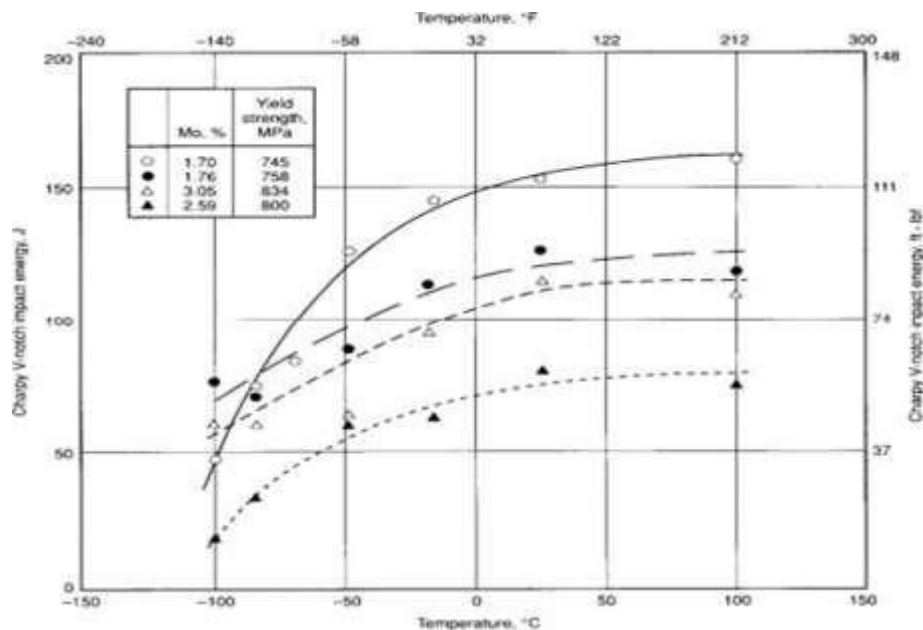
### I.2.3 Les aciers de ferrite aciculaire

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



**Figure. I.4 :** acier de ferrite aciculaire [7]

Les aciers de ferrite aciculaire peuvent être obtenus par trempage ou, de préférence, par le refroidissement à l'air avec les alliages appropriés pour la trempabilité. L'avantage principal de ce type d'acier HSLA est la combinaison peu commune de haute limite d'élasticité (415 à 690 MPa), de la résilience élevée. Une application importante de ces aciers est le pipeline. Les propriétés d'un acier de ferrite aciculaire laminé sont récapitulées dans la **Figure. I.5**. L'application principale de l'acier de ferrite aciculaire implique les canalisations d'hydrocarbures dans des conditions arctiques. Cette application exige une combinaison de dureté supérieure, de haute résistance, d'excellente résistance à la fissuration induite par l'hydrogène.



**Figure. I.5 :** Evolution de la résilience en fonction de la température pour un acier de ferrite aciculaire [12]

La résilience et la limite d'élasticité d'un acier laminé de 25 mm à une structure bainitique à ultra bas carbone. Les teneurs nominales des éléments d'alliage a inclus 0.024 à 0.027% C, 0.92 à 1.00% Mn, 3.54 à 3.63% Ni, et 0.050 à 0.055% Nb [12].

En réponse à ces besoins, les chercheurs ont développé un acier de ferrite aciculaire dur pour le pipeline par l'optimisation du contenu de carbone et de niobium, l'addition du bore, et/ou l'application du refroidissement en ligne accélérée.

Quatre catégories pour le service arctique sont disponibles : X52, X65, X52, et X80.

#### I.2.4 Les aciers HSLA résistants à la corrosion atmosphérique

Les premiers aciers HSLA développés étaient les aciers résistants à la corrosion. Ces aciers contiennent de cuivre et d'autres éléments qui augmentent la résistance à la corrosion, le durcissement de la solution-solide, et un certain affinement de grain de la microstructure de ferrite. L'effet de durcissement de plusieurs éléments d'alliage est montré dans la **Figure. I.6**.

Le vanadium et/ou le niobium peuvent améliorer la limite d'élasticité de ces aciers ; l'addition du niobium également améliore la dureté. Une normalisation ou un laminage et un refroidissement commandés peuvent également affiner la taille de grain (et améliorer ainsi la dureté et la limite d'élasticité). Cependant, si la normalisation ou le

refroidissement accéléré sont employés pour affiner la taille de grain, l'effet du carbone et des éléments de micro-alliage contenus sur la trempabilité et le potentiel pour des transformations indésirables à la bainite supérieur et à la ferrite de Widmanstätten doivent être considérées.

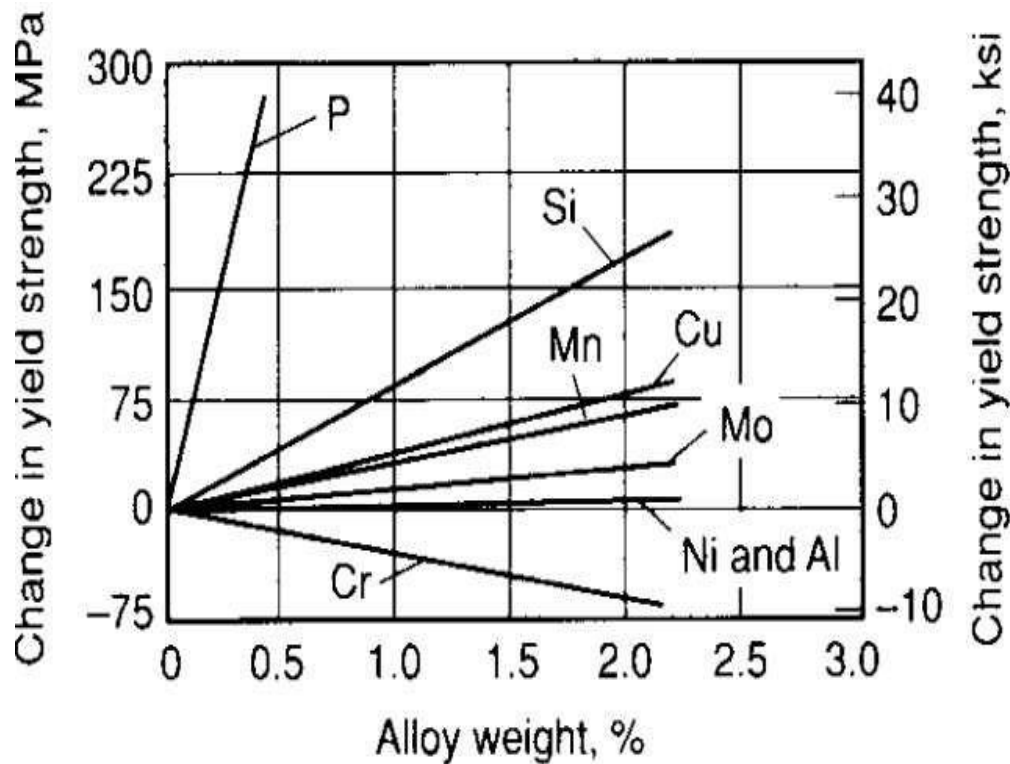


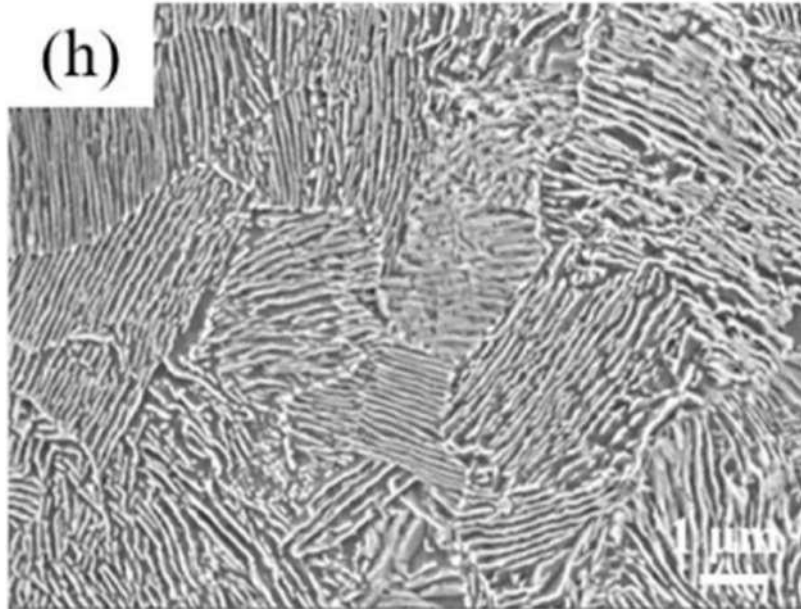
Figure. I.6 Durcissement de la solution-solide de la ferrite. [11]

### I.2.5 Les aciers perlitiques de construction laminés

Les aciers perlitiques de construction laminés sont un groupe spécifique d'aciers HSLA ayant des propriétés mécaniques augmentés (et, dans certains cas, la résistance à la corrosion atmosphérique) sont obtenus par l'addition des quantités modérées d'un ou plusieurs éléments de micro-alliage autres que le carbone. Certains de ces aciers sont des aciers de carbone-manganèse et diffèrent des aciers au carbone ordinaires seulement en ayant un plus grand contenu de manganèse. D'autres aciers de construction perlitiques contiennent un peu d'éléments d'alliage, qui sont ajoutés pour augmenter la formabilité, la dureté, et la résilience. : Les aciers perlitiques de construction laminés sont caractérisés par des limites ; d'élasticités dans la gamme de 290 à 345 MPa dans la **Figure. I.7**. Ils ne sont pas prévus pour la trempe et ne devraient pas être soumis à un tel traitement. Pour

certaines applications, ils peuvent être recuits, normalisés, ou soumis à un effort relaxé, processus qui peuvent changer les propriétés mécaniques.

Les inconvénients de base de ces aciers sont la microstructure perlitique augmente la température de transition mais n'améliore pas la limite d'élasticité.



**Figure. I.7** acier perlitiques de construction laminés. [13]

### **I.2.6 Les aciers de forme d'inclusion contrôlée**

Un développement important dans les aciers HSLA micro-alliés est l'utilisation du contrôle de la forme d'inclusion. Les inclusions de sulfure, qui sont plastique aux températures de laminage et ainsi s'allongent et aplatissent pendant le laminage, affectent défavorablement la ductilité dans (par l'épaisseur) la direction transversale courte.

L'objectif principal du contrôle de la forme d'inclusion est de produire des inclusions de sulfure avec la plasticité négligeable même aux températures de laminage les plus élevées.

## **I. 3 Evolution des aciers HSLA**

### **I.3.1 L'affinement des grains**

Au début des années 1950 l'effet bénéfique de l'affinement du grain ferritique sur la limite d'élasticité et sur la température de transition ductile-fragile a été démontré. Dans un

premier temps, l'affinement du grain utilisées l'addition du Al-N. Plus tard d'autres additifs de l'affinement de grains comme le niobium, le titane ou le vanadium se sont avérés important pour contribuer au durcissement par précipitation et aux limites conventionnelles d'élasticité plus élevées [27].

### **I.3.2 Durcissement par précipitation**

Il a été constaté que l'affinement du grain pourrait avoir lieu en aciers au niobium, mais aucun durcissement par précipitations n'était présent si la température de normalisation ou d'austénitisation était un classique  $Ac3 + 30 \text{ }^\circ\text{C}$ . Avec les températures de normalisation plus élevées, le durcissement par précipitations est devenu progressivement plus grand mais seulement au détriment d'une perte prononcée de ténacité. D'autre part, les aciers au vanadium ont montré un durcissement par précipitation une fois la normalisation à partir des températures conventionnelles et de la ténacité était plus grande que dans les aciers au niobium [14].

### **I.3.3 Développement du laminage contrôlé**

Une grande partie des recherches détaillées pour comprendre les mécanismes présents au cours du laminage contrôlé a été effectuée. Le laminage contrôlé Conventionnel a été en mesure d'augmenter la limite conventionnelle d'élasticité à 450 - 525 MPa avec température de transition à l'impact (ITT) aussi basse que  $-80 \text{ }^\circ\text{C}$ . [15]

### **I.3.4 Développement du refroidissement contrôlé**

Le développement du refroidissement contrôlé, c'est-à-dire, le refroidissement accéléré soit d'une plaque, ou plus particulièrement de bandes laminées à chaud, suivi rapidement le développement du laminage contrôlé. La raison est que la taille des grains de la ferrite diminue avec la baisse de la température de transformation de austénite en ferrite avec pour conséquence une amélioration de la limite conventionnelle d'élasticité et la ténacité (la plus basse température de transition d'impact, ITT). Le refroidissement accéléré des plaques de matériaux peut être effectué par la circulation d'air ou les jets d'eau, mais un grand soin est nécessaire pour empêcher le refroidissement superficiel excessif et la formation de la structure de matensite/bainite [14].

## I.4 Rôle des éléments d'additions

### I.4.1 Carbone

Le carbone forme des carbures à haute température. L'augmentation de la teneur en carbone augmente le taux de la perlite des aciers HSLA. Des niveaux de carbone élevé tendent à former la martensite ou la bainite dans la microstructure des aciers laminés. Quelques aciers HSLA ont des quantités de carbone de 0.06% ou même moins, sont encore capable de développer une limite élastique de 345 à 620 MPa. En diminuant la quantité du carbone au-dessous de 0.05% améliore la résistance au HIC « Hydrogen Induced Cracking » et la soudabilité. [16]

### I.4.2 Azote

L'azote joue un rôle analogue à celui du carbone ; il forme de nitrures à haute température. Il provoque un net affinement structural, marqué surtout dans les aciers au vanadium. La précipitation des nitrures de vanadium améliore aussi le raffinement de grains parce qu'ils ont une faible solubilité dans l'austénite que les carbures de vanadium. Une addition de plus de 0.005% d'azote provoque une fragilisation. [17]

### I.4.3 Manganèse

Le rayon atomique du manganèse est de même ordre de celui du fer, il y forme une solution solide de substitution. De caractère gamma gène, il abaisse la température de la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ . Il participe essentiellement au durcissement par solution solide dans la ferrite. Dans les aciers pour des applications de soudage, le manganèse devrait être maintenu au-dessous de certaine valeur maximale qui dépend de la composition globale mais surtout sur la teneur en carbone. [18]

### I.4.4 Silicium

Le silicium est généralement présent dans les aciers entièrement désoxydés avec des quantités supérieures à 0,35%. Le silicium a un effet sur le durcissement des aciers faiblement alliés. Le silicium a un effet significatif sur la limite conventionnelle d'élasticité par le durcissement par la solution solide. [19]

### I.4.5 Phosphore

C'est un élément efficace du durcissement de la ferrite par solution solide. Il élève aussi la résistance à la corrosion mais cause une diminution de la ductilité. Le phosphore à faible quantité <0.05% peut causer aussi une fragilisation au niveau des joints de grains austénitiques primaires. [19]

## I.5 Rôle des éléments dispersoïdes

Les éléments dispersoïdes sont essentiellement le vanadium, le niobium, et le titane qui se combinent avec le carbone et/ou l'azote pour former une fine dispersion des particules précipitant dans la matrice. Les éléments dispersoïdes sont ajoutés à l'acier pour deux objectifs principaux, à savoir, l'affinement des grains et/ou le durcissement par précipitation. Les deux effets résultent de la précipitation des carbures, nitrures ou carbonitrures des éléments dispersoïdes. Ces trois éléments dispersoïdes ont des effets très différents en raison de leurs différentes affinités pour le carbone et l'azote. Il faut souligner, cependant, que les carbures/nitrures qui précipitent dans l'austénite ne causent pas le durcissement. Le **tableau I.1** illustre le rôle de chaque élément.

### I.5.1 Vanadium

Le durcissement par précipitations est un des principaux responsable de la résistance des aciers HSLA, il est facilement atteint avec l'addition de vanadium de 0,03 % à 0,10%. La précipitation des carbonitrures du vanadium dans la ferrite peut développer une augmentation significative de la contrainte. [20, 21]

### I.5.2 Titane

Le titane peut participer à la fois à l'affinement des grains et au durcissement par précipitation, selon sa teneur. A des compositions supérieures à 0.050 % en poids, les carbures de titane TiC commencent à exercer un effet de durcissement. Cependant, actuellement, le titane est employé commercialement pour retarder la croissance des grains d'austénite. Pour contrôler la coalescence du grain austénitique, l'emploi du titane est plus délicat car la possibilité de précipiter des carbures de cet élément nécessite au préalable la fixation de l'azote toujours présent dans l'acier (Les nitrures de titane TiN sont en général

de taille trop importante pour jouer un rôle dans la résistance au grossissement du grain).  
[22]

### I.5.3 Niobium

Le Niobium peut avoir aussi un grand effet de durcissement par précipitation à condition qu'il soit pris en solution au cours de réchauffage et est gardé en solution au cours de laminage.

Les principales contributions du Niobium sont de former des précipités au-dessous de la température de transformation et de retarder la recristallisation de l'austénite. Les additions de 0.010- 0.053% Nb augmente la limite élastique par la combinaison entre le durcissement par précipitation et le durcissement par raffinement des grains. Le niobium est un élément plus efficace dans le raffinement du grain que le vanadium, parce que le carbure de niobium est plus stable dans l'austénite que celui du vanadium à des températures de laminage identiques. La faible solubilité du carbure de niobium dans l'austénite fournit des précipités plus stables, qui retardent la croissance des grains austénitiques. [23]

**Tableau I.1** : Rôle métallurgique des principaux éléments dispersoïdes [22]

| Eléments | Durcissement par précipitation | Affinement du grain ferritique | Fixation de l'azote | Modification de la structure |
|----------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------|------------------------------|
| Vanadium | Fort                           | Faible                         | Fort                | Moyen                        |
| Niobium  | Moyen                          | Fort                           | Faible              | Non                          |
| Titane   | Fort (< 0.05%)                 | Fort                           | Fort                | Non                          |

## I. 6 Précipitation

La précipitation des carbures, nitrures et carbonitrures peut avoir lieu dans quatre contextes différents [24] :

1. Dans le domaine austénitique au refroidissement s'il est suffisamment lent, et conformément aux conditions d'équilibre ;

2. Dans le domaine ferritique ou ferrito-perlitique au moment de la transformation de phase ;
3. Après un refroidissement suffisamment rapide, en évitant le domaine de précipitation, refroidissement suivi d'un revenu que la phase transformée soit de la ferrite, de la bainite ou de la martensite ;
4. Au cours d'un recuit de recristallisation de produits écrouis à froid, en général au moment du chauffage et à condition qu'une certaine proportion de l'élément soit restée en solution.

## **I. 7 Avantage des aciers HSLA**

- ❖ Ils combinent soudabilité améliorée due au très faible niveau de carbone et bonne formabilité, leurs caractéristiques mécaniques facilitent le formage sur presses et sur lignes automatisées.
- ❖ Ils se caractérisent de plus par une bonne tenue à la fatigue et à la résistance au choc.
- ❖ Grâce à leur limite élastique élevée ( $R_e$ ), ils sont particulièrement adaptés lorsqu'une réduction de poids est recherchée, c'est pourquoi ces aciers s'utilisent fréquemment en remplacement des aciers de construction.
  
- ❖

## **I. 8 Applications**

Les aciers HSLA sont utilisés dans une large variété d'applications, et leurs propriétés peuvent être adaptées en fonction des applications spécifiques par une combinaison appropriée de la composition et les microstructures obtenues par le procédé du laminage. Par exemple, les faibles teneurs en carbone et étroitement celle du carbone équivalent offrent de bonne soudabilité. La bonne limite d'élasticité et ténacité résulte de la fine taille des grains. Les avantages remarquables des aciers HSLA produisent un état de satisfaction pour une longue liste d'applications.

### **I. 8.1 Fabrication des pipelines**

Les pipelines sont les moyens les plus économiques pour le transport de grande quantité de gaz naturel et du pétrole. L'augmentation du besoin en énergie a intensifié le développement de la construction de toutes les sections de pipelines. La fabrication des

pipelines est encouragée d'un côté par la découverte de grande réserve de pétrole dans les régions inaccessibles et par le progrès achevé dans le domaine du design de la fabrication des pipelines [25].

Bien que la résistance à la traction soit une exigence clé dans les pipelines, d'autres propriétés ne sont pas moins critiques pour la fabrication et le fonctionnement d'oléoducset de gazoducs. Il s'agit notamment de soudabilité, la ténacité et la résistance à la corrosion, qui sont remplies par les aciers HSLA.

### **I. 8.2 Applications Automobile**

L'expérience dans l'application du laminage à froid et du laminage à chaud des aciers HSLA dans les applications automobiles indique l'importance des exigences en matière de rigidité, le comportement aux chocs, la résistance à la fatigue, la résistance à la corrosion, et naturellement, la formabilité et la soudabilité. En plus l'amélioration de la consommation du carburant par kilométrage est grâce à la réduction du poids. [26]

**Références**

- [1] COCHRANE, R. C. Phase transformations in microalloyed high strength low alloy (HSLA) steels. In: Phase transformations in steels. Woodhead Publishing, 2012. p. 153-212.
- [2] DUPREZ, L., LEUNIS, E., GÜNGÖR, Ö. E., et al. Hydrogen embrittlement of high strength, low alloy (HSLA) steels and their welds. In: Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies. Woodhead Publishing, 2012. p. 562-591.
- [3] PUSHKAREVA, I. Microstructural evolution of Dual Phase steel. Improvement of damage resistance. 2009. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine.
- [4] DEARDO, A. J. Microalloyed steels: past, present and future. In: HSLA Steels 2015, Microalloying 2015 & Offshore Engineering Steels 2015. Springer, Cham, 2016. p. 17-32.
- [5] KREBS, B., GERMAIN, L., HAZOTTE, A., et al. Banded structure in Dual Phase steels in relation with the austenite-to-ferrite transformation mechanisms. Journal of materials science, 2011, vol. 46, no 21, p. 7026-7038.
- [6] BLAOUÏ, M. M. Etude de l'influence des traitements thermiques sur le comportement en fatigue des aciers, Thèse de doctorat, Université Djillali Liabès-Sidi Bel Abbès, 2019.
- [7] BRAMFITT, B. L., BENSCOTER, A. O. Metallographer's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels ASM International. Metals Park, OH, 2002, p. 252.
- [8] BASU, S., BENZERGA, A. A. On the path-dependence of the fracture locus in ductile materials: Experiments. International Journal of Solids and Structures, 2015, vol. 71, p. 79-90.
- [9] ZUIDEMA, B. K., DENNER, S. G., ENGL, B., et al. New high strength steels applied to the body structure of ULSAB-AVC. 2001.
- [10] LIU, Y., FAN, D., ARRÓYAVE, R., SRIVASTAVA, A. Microstructure-Based Modeling of the Effect of Inclusion on the Bendability of Advanced High Strength Dual-Phase Steels. Metals, 2021, vol. 11, no 3, p. 431.
- [11] Metals handbook Vol.1 «Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys», ASM International, USA, 2005.

- [12] CHAI, F., SU, H., YANG, C., XUE, D. Nucleation Behavior Analysis of Intragranular Acicular Ferrite in a Ti-killed C-Mn Steel. *J. Iron Steel Res. Int.* 2014, vol. 21, p. 369–374.
- [13] HU, Y., ZHOU, L., DING, H. H., LEWIS, R., LIU, Q. Y., GUO, J., WANG, W. J. Microstructure evolution of railway pearlitic wheel steels under rolling-sliding contact loading. *Tribology International*, 2021, vol. 154, p. 106685.
- [14] ZHAO, C., GAO, S., YANG, T., SCHERER, M., SCHULTHEIß, J., MEIER, D., RÖDEL, J. Precipitation hardening in ferroelectric ceramics. *Advanced Materials*, 2021, vol. 33, no 36, p. 2102421.
- [15] ZHANG, G., DAI, J., YAN, J., LI, L. Study on controlled rolling and cooling process of CH1T steel High speed wire 1# shaoguan steel. In: *Journal of Physics: Conference Series*. IOP Publishing, 2021. p. 012095.
- [16] CHOWDHURY, S., BOLAN, N., FARRELL, M., et al. Role of cultural and nutrient management practices in carbon sequestration in agricultural soil. In: *Advances in Agronomy*. Academic Press, 2021. p. 131-196.
- [17] OMALE, J. I., OHAERI, E. G., TIAMIYU, A. A., ESKANDARI, M., MOSTAFIJUR, K. M., SZPUNAR, J. A. Microstructure, texture evolution and mechanical properties of X52 pipeline steel after different thermomechanical treatments. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, vol. 703, p. 477-485.
- [18] GARIBOLDI, E., CONFALONIERI, C., COLOMBO, M. High Temperature Behavior of Al-7Si-0.4 Mg Alloy with Er and Zr Additions. *Metals* 2021, 11, 879. Stefano Spigarelli and Elisabetta Gariboldi, 2021, pp. 65.
- [19] OPIELA, M. Thermodynamic Analysis of Precipitation Process of MX-type Phases in High Strength Low Alloy Steels. *Advances in Science and Technology. Research Journal*, 2021, vol. 15, no 2, pp. 90-100.
- [20] MAROPOULOS, S., RIDLEY, N., KARAGIANNIS, S. Structural variations in heat treated low alloy steel forgings. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, vol. 380, no 1-2, p. 79-92.
- [21] BALIAN, R., BACH, J. F., BACCELLI, F. 2. Mise en forme et mise en oeuvre. In: *La métallurgie*. EDP Sciences, 2021. p. 43-46.

- [22] GRUMBACH, M. Aciers microalliés, Technique de l'ingénieur, M4525 v1, 10 déc. 2000.
- [23] MISRA, R. D. K., JIA, Z., O'MALLEY, R., JANSTO, S. J. Precipitation behavior during thin slab thermomechanical processing and isothermal aging of copper-bearing niobium-microalloyed high strength structural steels: The effect on mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, vol. 528, no 29-30, p. 8772-8780.
- [24] DEHMOLAEI, R., SHAMANIAN, M., KERMANPUR, A. Microstructural characterization of dissimilar welds between alloy 800 and HP heat-resistant steel. *Materials Characterization*, 2008, vol. 59, no 10, p. 1447-1454.
- [25] ZHONG, Y., ZHENG, Z., LI, J., WANG, C. Fabrication of 316L nuclear nozzles on the main pipeline with large curvature by CMT wire arc additive manufacturing and self-developed slicing algorithm. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, p. 141539.
- [26] FRÓMETA, D., LARA, A., GRIFE, L., DIEUDONNE, T., DIETSCH, P., REHRL, J., CALVO, J. Fracture Resistance of Advanced High-Strength Steel Sheets for Automotive Applications. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2021, vol. 52, no 2, p. 840-856.
- [27] BATAILLE, C., LUC, E., BIGERELLE, M., DELTOMBE, R., DUBAR, M. Rolls wear characterization in hot rolling process. *Tribology International*, 2016, vol. 100, p. 328-337.
- [28] MANSOURI, T. Effet de la température de revenu sur les caractéristiques mécaniques d'un acier X52 à structure Dual Phase. 2022. Thèse de doctorat. Univ. Laghouat.

A decorative red scroll graphic with a gradient from light to dark red. It has a vertical strip on the left side and a small circular element on the top right corner, resembling a scroll's binding.

## **Chapitre II : Les aciers dual-phases**

Dans ce deuxième chapitre, nous allons présenter une étude bibliographique relativement détaillée sur les aciers Dual Phase (DP) et leurs propriétés mécaniques. L'examen de la littérature comprend les observations expérimentales concernant le comportement à la déformation et les propriétés de rupture, ainsi que le comportement de contrainte de traction-déformation et de rupture ductile des aciers Dual Phase.

## II.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. [1]

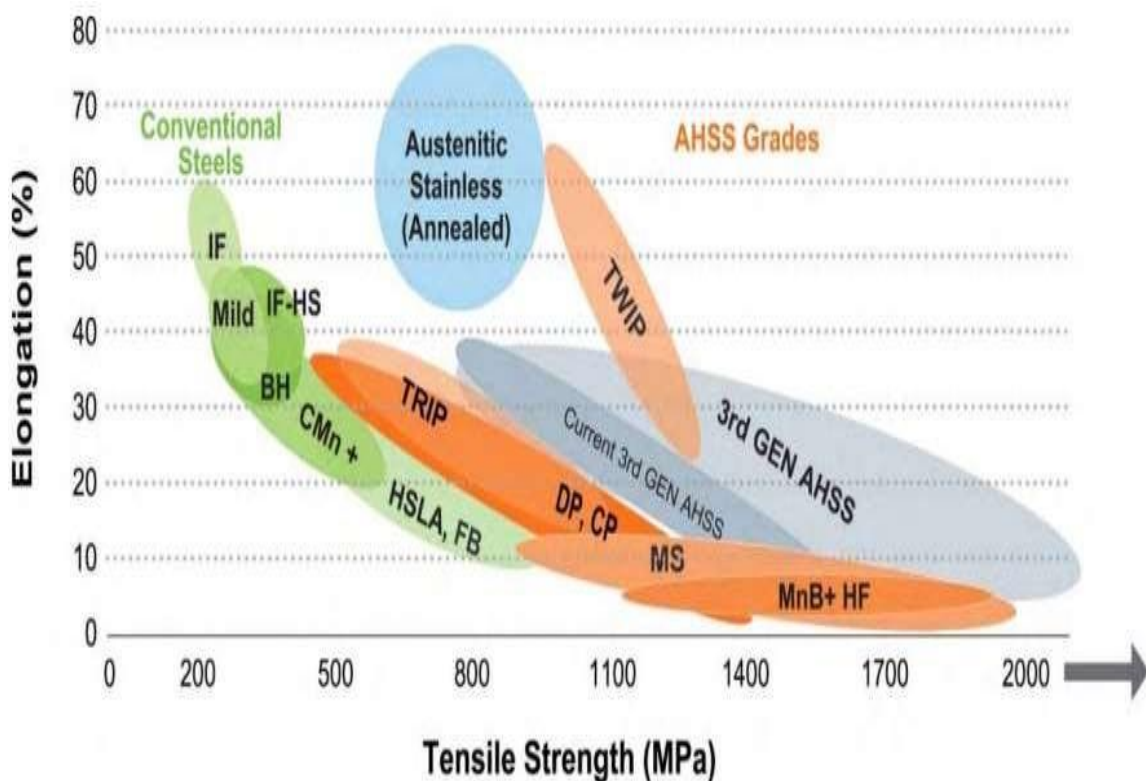
Les aciers DP font partie de la catégorie des aciers HSLA (High Stress Low Alloyed). Leur microstructure dual-phase (Figure. II.2 et II.3) généralement ferrito-martensitique, dicte les propriétés mécaniques du alliage formé. Grâce aux études menées sur ce sujet, il est désormais plus facile d'appréhender l'influence de paramètres tels que la composition chimique, la température de traitement, la vitesse de refroidissement... En effet, il existe plusieurs facteurs aux interactions multiples régissant les propriétés à la fois locales et globales. C'est pourquoi il est nécessaire de comprendre les DP de leur microstructure à leur mode d'utilisation.

## II.2 Généralités sur les aciers Dual-Phases

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 intéressantes caractéristiques mécaniques qui sont attrayants pour l'industrie, en particulier le secteur automobile.

Les aciers Dual phase se particularisent par un remarquable compromis résistance / emboutissabilité. Cette ductilité provient de la microstructure, combinaison de phases très dures (martensite ou bainite) Dispersées dans une matrice Ferritique comme la montre la **Figure II.2**. La **Figure II.1** montre la résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual phase (ferrite- martensite) et (bainite-martensite) par rapport aux aciers faiblement alliés durci par solution solide et par précipitation. Comme on peut le remarquer dans la **Figure II.1**, les aciers dual- phase (ferrite-martensite) avec résistance la traction et 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. Ces aciers sont utilisés dans l'industrie automobile [2] [3].



**Figure II.1:** Schéma de différentes nuances d'acier dans une carte d'allongement par rapport à la résistance à la traction. [3]

### II.2.1 Le développement de la structure Dual-Phase

On utilise deux techniques différentes pour développer cette structure. Avec la première, on réchauffe l'acier dans le domaine inter critique (entre les températures  $A_1$  et  $A_3$ ) ; en effet, dans ce domaine de température, la ferrite demeure essentiellement inchangée, et la perlite se transforme en austénite, riche en carbone. Finalement, par trempe, l'austénite se transforme en martensite. Avec la seconde technique, on obtient une structure mixte de ferrite et de martensite en trempant directement l'acier à la sortie de laminoir. Dans ce cas, il faut parfaitement contrôler la température de fin de laminage pour que la microstructure soit composée de ferrite et d'austénite ; on doit toutefois améliorer la trempabilité des aciers Dual phase par de faible addition de Cr (0.5%) et de Mo (0.4%). [3]

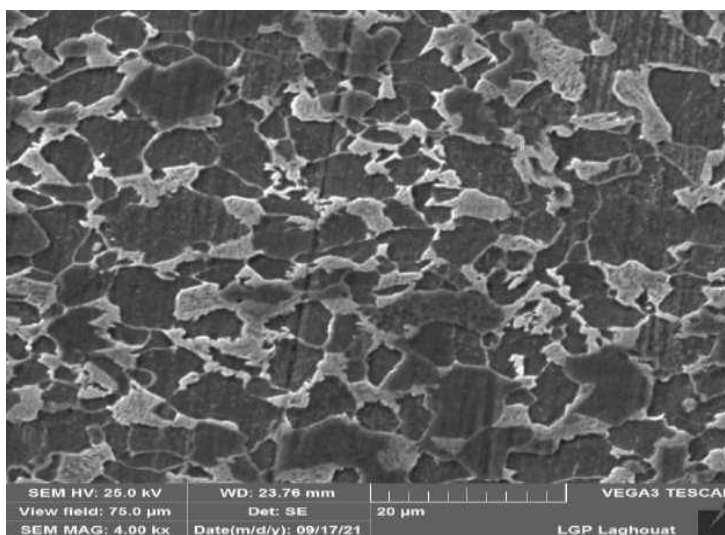


Figure II.2: La microstructure de Dual-phase [16].

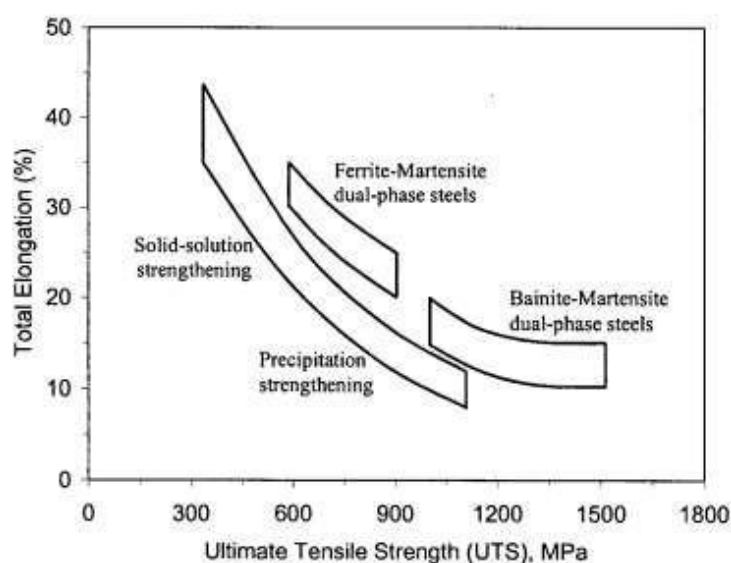
### II.2.2 Principales propriétés et applications

Les aciers Dual Phase contiennent, principalement, entre 0.08 et 0.2% de carbone, et entre 0.5 et 1.5% de manganèse ainsi que certains éléments d'alliage comme le vanadium, le chrome ou le molybdène.

Le comportement de l'élasticité Continu, le taux d'érouissage initial élevé et la ductilité relativement élevée sont les propriétés intéressantes mécaniques des aciers dual-phase par rapport aux aciers (HSLA) conventionnelle. L'utilisation des aciers dual-phase dans les applications automobiles offre des avantages énormes, principalement en raison de la nécessité dans ce secteur pour une amélioration de la sécurité et le poids réduit des véhicules. La **Figure. II.4** montre la résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual phase (ferrite- martensite) et (bainite-martensite) par rapport aux aciers faiblement

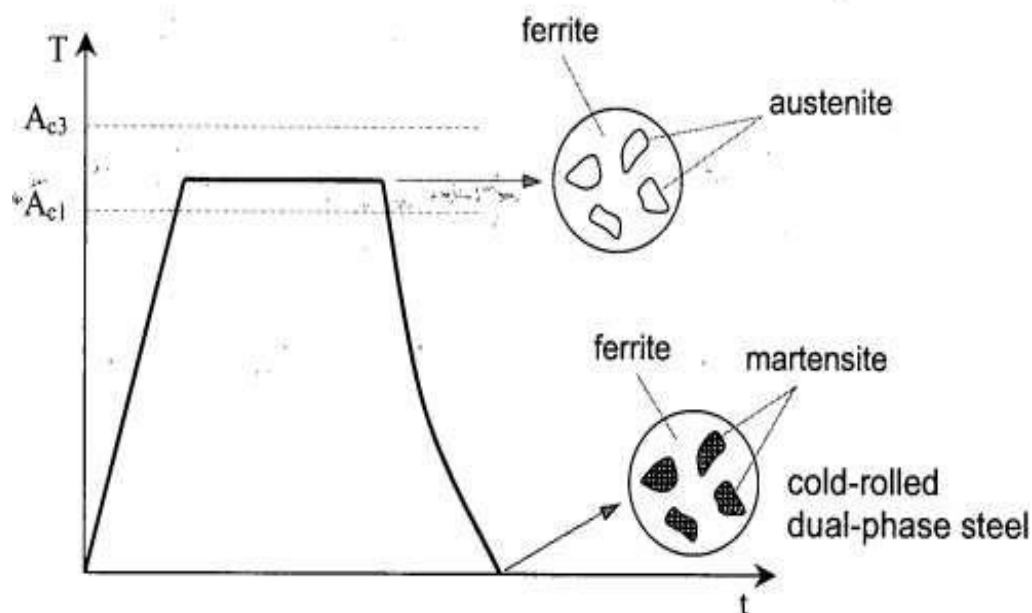
alliés durci par solution solide et par précipitation. Comme on peut le remarquer dans la **Figure. II.4**, les aciers dual-phase (ferrite-martensite) avec résistance à la traction et allongement total de l'ordre de 600-900 MPa et 20-35%, respectivement, présentent une combinaison supérieure de résistance 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. Ce niveau élevé de résistance mécanique obtenu sur pièces se traduit par une excellente tenue à la fatigue et une bonne capacité d'absorption d'énergie.



**Figure.II.4** : Résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual-phase comparés à d'autres aciers faiblement alliés [5].

### II.2.3 Production des aciers Dual Phases

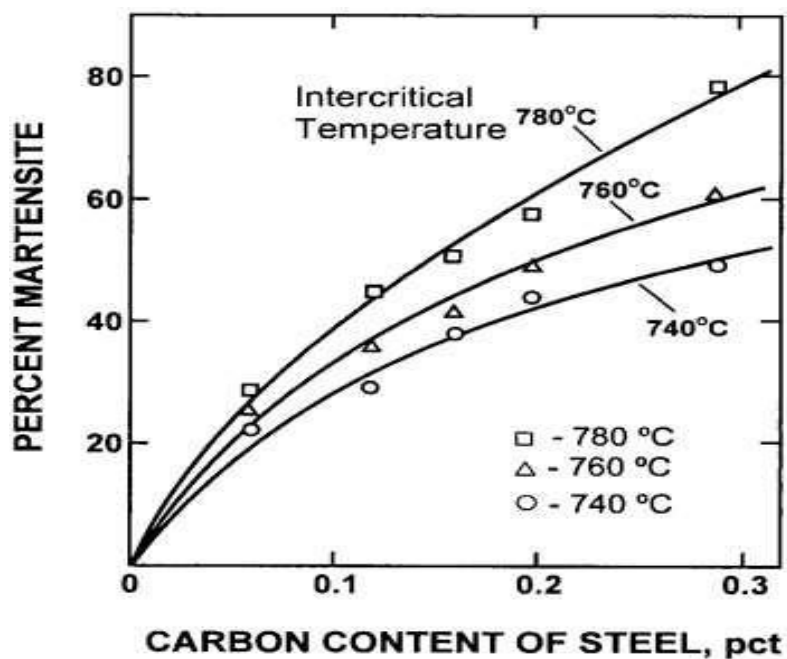


**Figure. II.5 :** Un diagramme schématisant la production d'un acier dual-phase [6].

La microstructure d'un acier Dual-phase est développée par un chauffage à l'intérieur d'un intervalle de températures intercritiques ( $\alpha+\gamma$ ). Au cours du processus de recuit intercritique, 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 et ensuite refroidi rapidement à température ambiante (Figure. II.5). Pour les aciers Dual-phase laminés à chaud [7], le processus de laminage à chaud a lieu dans la région austénitique et l'acier est ensuite refroidi dans la région de températures ferrite-austénite ( $\alpha+\gamma$ ). L'austénite restante se transforme en martensite lors du refroidissement rapide ultérieur sur la fin de traitement. La filière de production des aciers Dual-phase laminés à chaud est illustrée à la Figure. II.6. Sur la Figure. II.6,  $AC1$  et  $AC3$  sont respectivement les températures critiques inférieure et supérieure pendant le refroidissement.

### II.3 Propriétés mécaniques typiques des aciers Dual Phases

La **Figure. II.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.



**Figure. II.7 :** Pourcentage de martensite dans un acier dual-phase à 1.5% Mn en fonction de la concentration en carbone et la température intercritique [8]

Une observation importante à la **Figure. II.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. II.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 ( $\gamma$ ) 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. 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 :

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

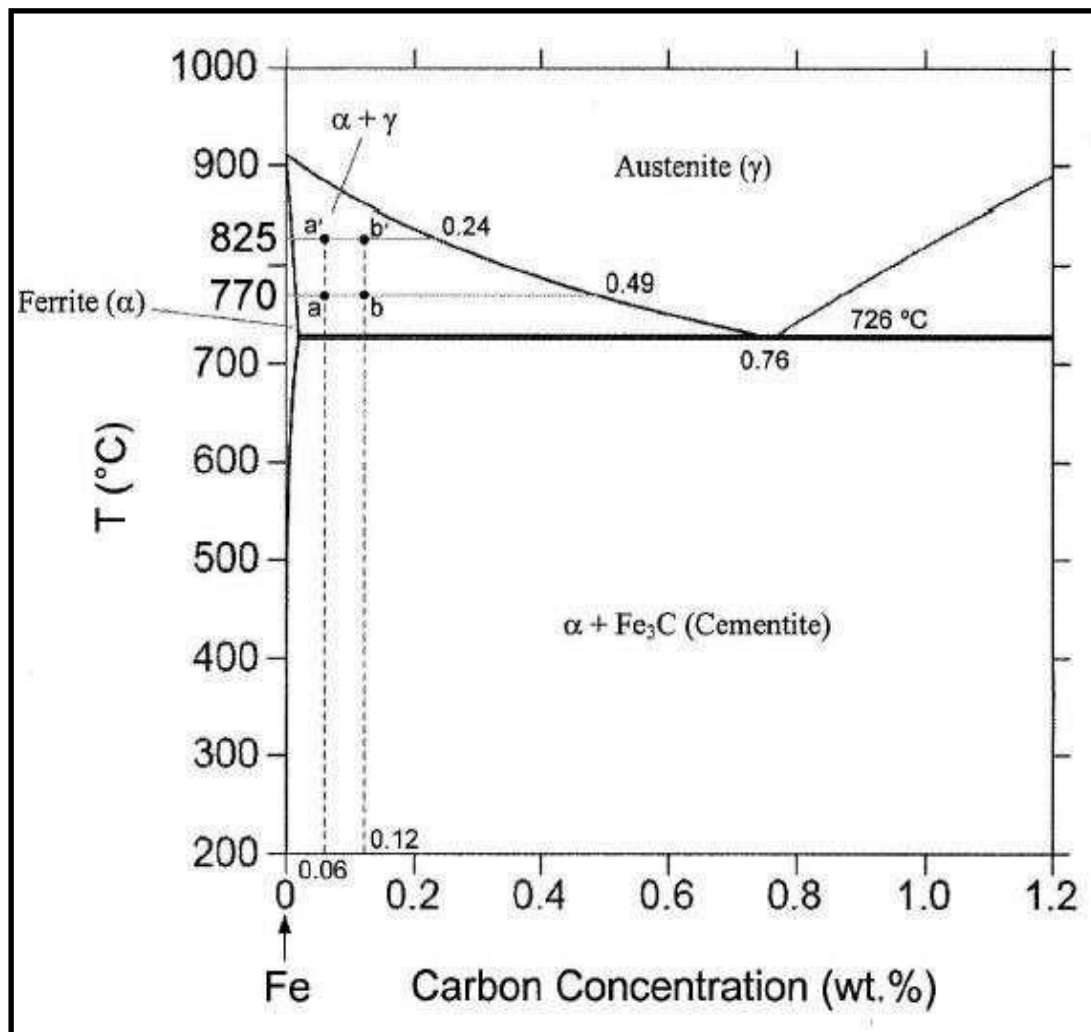
$$\text{Acier à 0.12 \% C (point b) : } \gamma = \frac{0.12-0.015}{0.49-0.015} \times 100 = 22\%$$

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 :

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

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



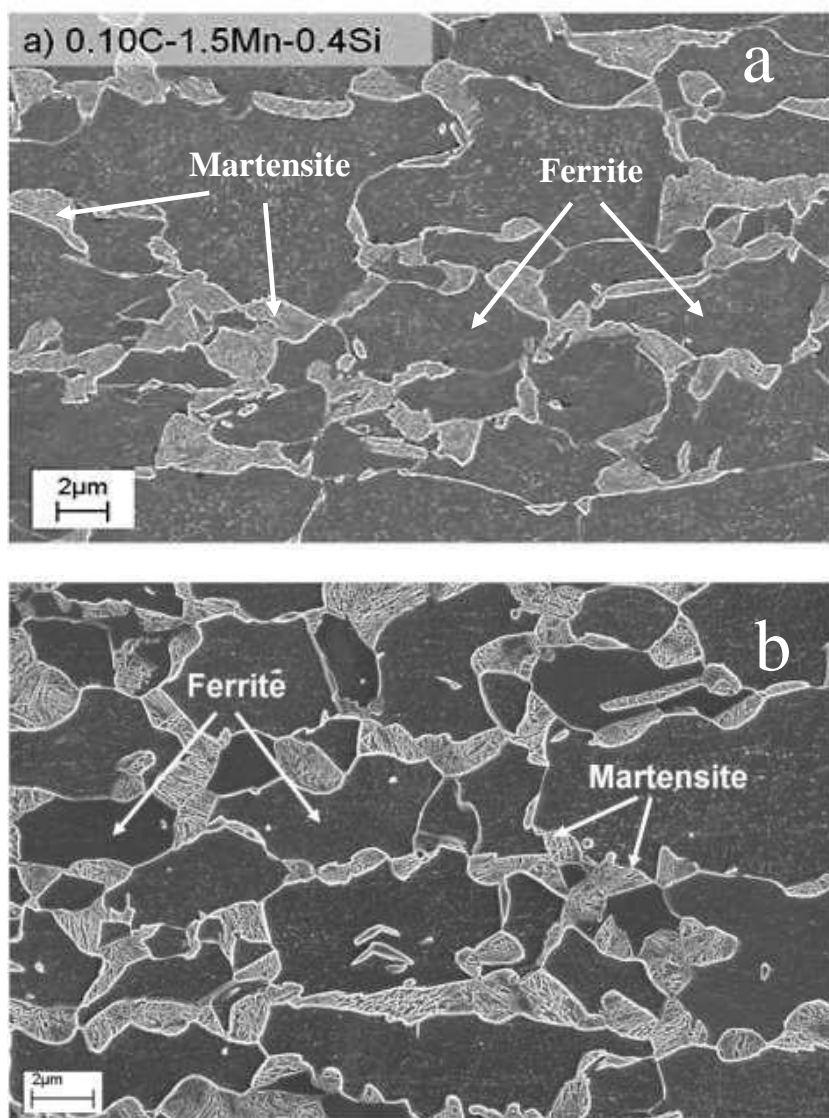
**Figure. II.8 :** diagramme Fe-C montrant l'effet de la concentration en carbone dans l'acier et la température intercritique sur la quantité de l'austénite formée.

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 à la **Figure. II.8** 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 supérieure.

## II.4 La microstructure des aciers Dual-Phases (DP)

La microstructure de l'acier DP est constituée d'une phase ductile, la ferrite et d'une phase dure, la martensite. Avec le procédé de recuit intercritique, l'acier est généralement chauffé à une température intercritique (à la fois  $\alpha$  et  $\gamma$  sont stables), tenue pendant un certain temps pour former la quantité désirée de l'austénite, puis ensuite refroidi rapidement (trempe) pour que l'austénite intercritique se transforme en martensite. La **Figure. II.13** montre une microstructure vue par microscope électronique à balayage d'un échantillon chauffé à 760 °C et 800 °C [9].

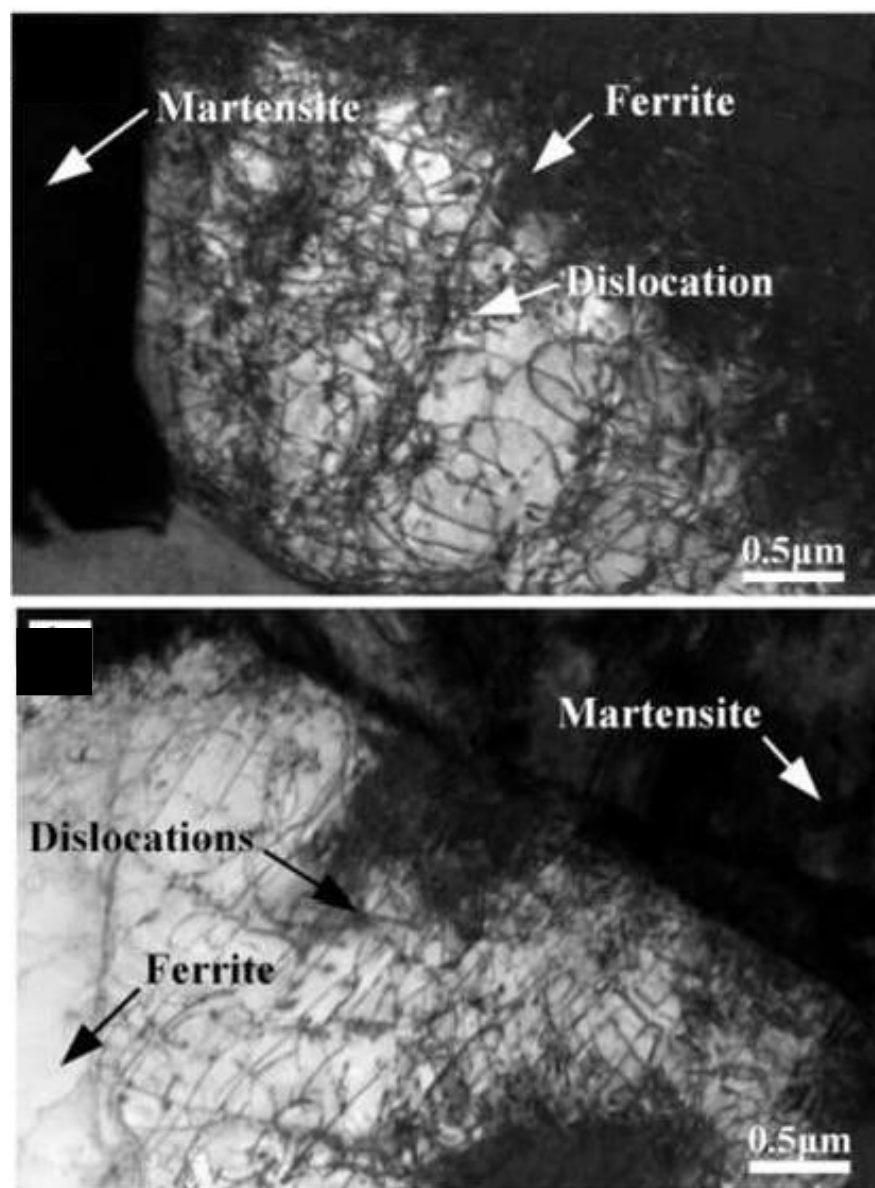
Notez que les îles martensite (gris clair) sont beaucoup plus petites que les grains de ferrite (gris foncé), et que les îles de martensite sont situées aux joints de grains de ferrite.



**Figure. II.13 :** Structure Dual-phase obtenue après recuit intercritrique à la température  
a) 760 °C      b) 800 °C. [9]

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 [9].

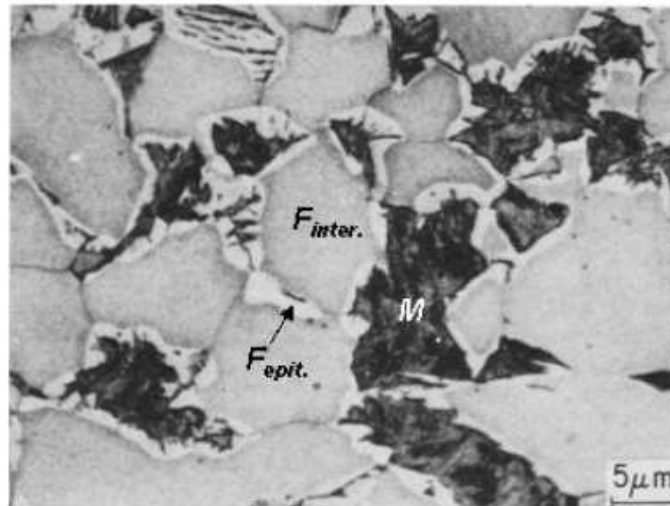
Un exemple particulièrement illustratif est donné à la **Figure. II.14** pour un acier dual-phase laminé à chaud. La densité de dislocations est relativement faible à l'intérieur de grains ferritique, mais la densité de dislocation dans la ferrite est très grande proximité de l'interface ferrite / martensite.



**Figure. II.14** Micrographie, obtenue en microscopie électronique à transmission, montrant les dislocations dans l'interface ferrite/martensite. [10]

### II.4.1 La ferrite :

Deux types de ferrite peuvent être identifiés dans l'acier DP : la ferrite intercritique proeutectoïde, présente au cours du maintien dans le domaine ( $\alpha+\gamma$ ) et la ferrite se formant pendant le refroidissement. Cette dernière, se développant à partir de la ferrite proeutectoïde pendant le refroidissement, est appelée la ferrite epitaxiale ou d'épitaxie. [11]



**Figure. II.15 :** Micrographie optique montrant les deux types de ferrite dans un acier DP : Gris = ferrite intercritique, Blanc = ferrite epitaxiale, Noir = martensite. [11]

### II.4.2 La martensite :

La martensite est le terme générique pour les microstructures formées par des transformations de phase sans diffusion. Lorsque l'acier est chauffé dans le domaine intercritique, il se transforme en austénite et de ferrite, dont les structures cristallines respectives sont cubiques à face centrée (CFC) et cubique centré (CC). Lorsque l'acier est refroidi lentement, normalement les atomes de carbone libérés de l'austénite par diffusion forment la ferrite et la perlite, mais d'une trempe rapide il n'y a pas assez de temps pour les atomes de carbone de quitter la structure cristalline austénitique. Et donc ils se retrouvent piégés dans la structure cristalline (CFC) provoquant une expansion du volume et une distorsion du réseau par la transformation de l'acier à une structure quadratique centré (QC), la martensite. En d'autres termes, la martensite est la phase hors équilibre qui se développe lorsque la phase austénite est refroidie si rapidement qu'il n'y a pas suffisamment de temps pour la diffusion des atomes de carbone à partir de la phase austénite. Du moment que la martensite se produit sans diffusion, la composition de la martensite et de l'austénite mère sont les mêmes. Par rapport aux microstructures formées lors du refroidissement lent, la

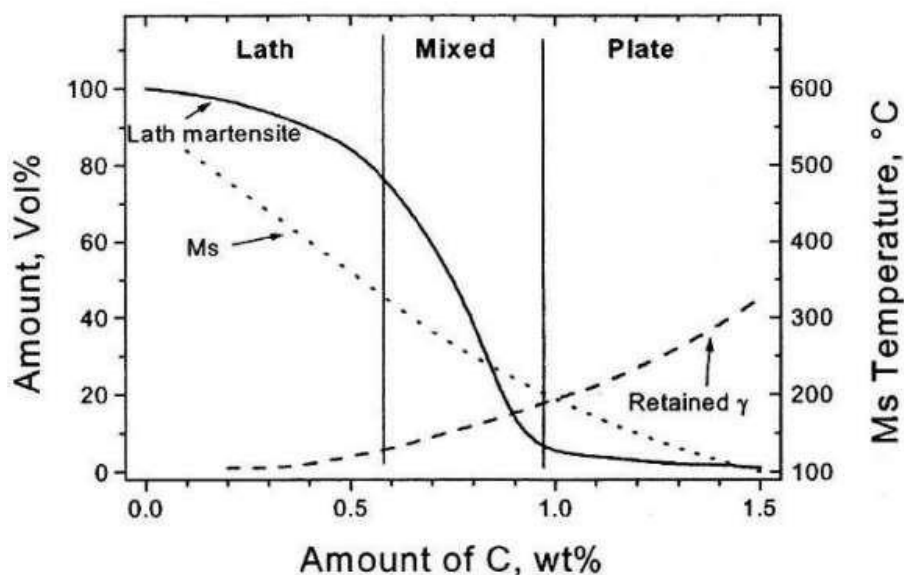
martensite a une structure fine et est beaucoup plus dure. Pour cette raison, la transformation martensitique est un phénomène important qui peut être utilisé pour améliorer de manière significative les propriétés mécaniques du métal.



**Figure. II.16 :** Paramètres de maille quadratique de la phase martensitique en fonction de la teneur en carbone [12].

### II.4.3 Morphologies de martensite :

L'observation en microscopie optique montre deux principales morphologies de martensite, à savoir, la martensite en lattes et la martensite en plaque (plaquettes). Le type qui se forme dépend de la teneur en carbone de l'acier.

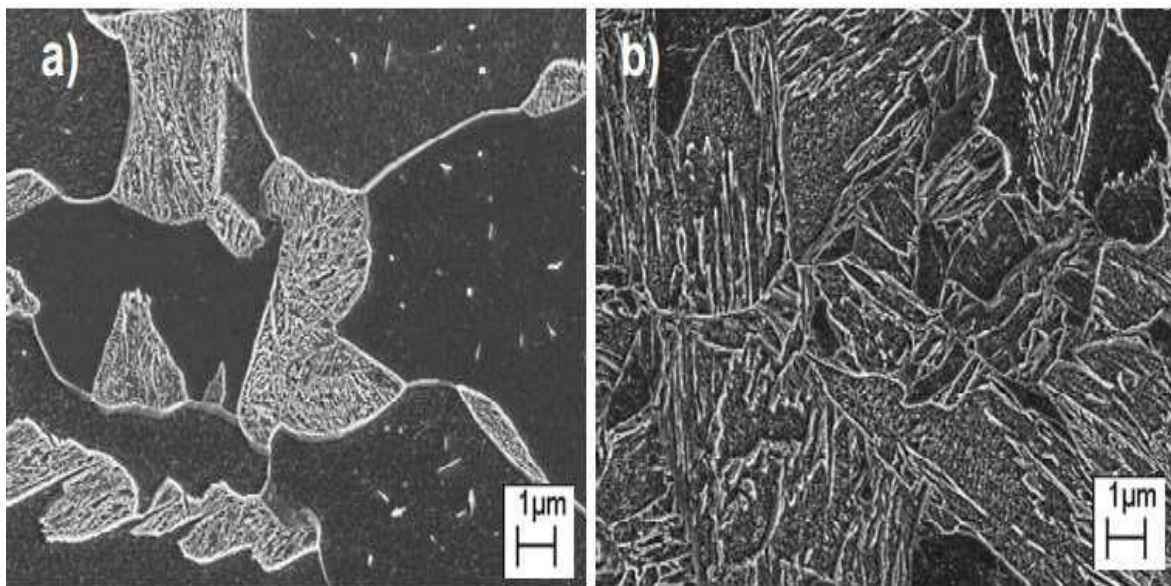


**Figure. II.17 :** Effet de la teneur en C sur le pourcentage en volume relatif de martensite de lattes et de plaques, la température Ms et le pourcentage en volume d'austénite retenue dans les alliages Fe-C [11].

**a) Martensite en latte :**

La structure de martensite en latte est la structure martensitique la plus courante. Elle est formée dans les aciers à bas et moyens carbone. La structure de martensite en latte est caractérisée par sa forme d'aiguille et regroupées dans des colonies d'orientation cristalline semblable (similaire) [9]

Ces lattes sont longues, avec des épaisseurs de l'ordre de  $0.2 \mu\text{m}$ . Leur croissance est stoppée aux joints de grains de l'austénite. Ces lattes contiennent une forte densité de dislocations.

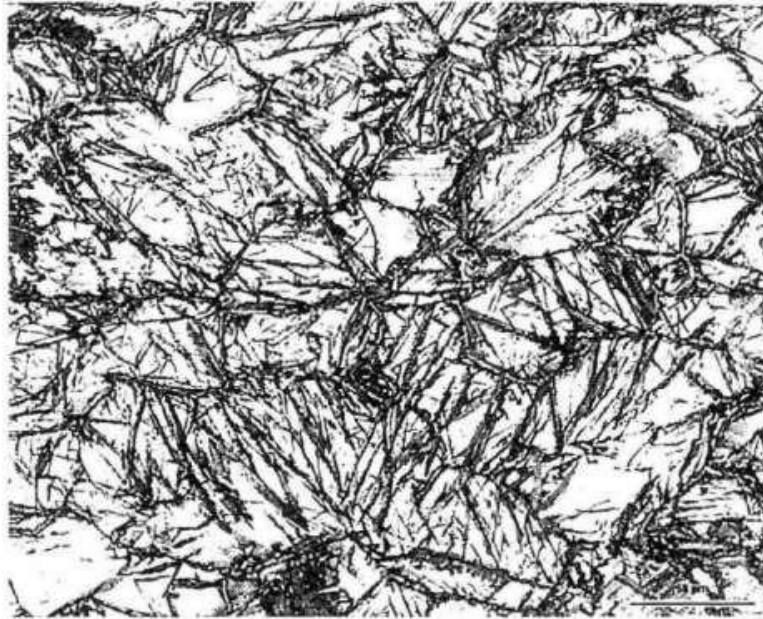


**Figure. II.18 :** Micrographie optique après attaque Nital 3% de martensite en lattes

a)  $C_m \approx 0.5\%$     b)  $C_m \approx 0.12\%$  [9]

**b) Martensite en plaquettes :**

C'est la forme de martensite dans les aciers dont la teneur en carbone est élevée. Contrairement à la martensite en latte, qui forme en colonies, la martensite en plaquettes ne se forme pas regroupée. La croissance des plaquettes se développe dans le grain d'austénite suivant des directions définies, qui sont parallèles aux plans d'accolement et limitées par les joints de grains [11].



**Figure. II.19** : Structure de la martensite en plaque [11].

## II.5. la relation entre microstructure et propriétés des aciers Dual- Phase

Plusieurs efforts ont été faits pour décrire la relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques des aciers Dual phase, souvent en utilisant des modèles basés sur les matériaux composites. [13]

Récemment, de larges programmes de recherche ont été effectués sur la contrainte des aciers Dual phase (martensite + ferrite) ayant une haute résistance et une bonne formabilité. La formule utilisée pour la contrainte de ces aciers est simplement la loi des mélanges donnée par :

$$\sigma_{Dp} = \sigma_M \cdot V_M + (1 - V_M) \cdot \sigma_F$$

Ou :

$\sigma_{Dp}$ ,  $\sigma_M$ ,  $\sigma_F$  : sont respectivement les résistances à la traction de l'acier Dual phase, la martensite, et la ferrite.

$V_M$  : la fraction volumique de la martensite.

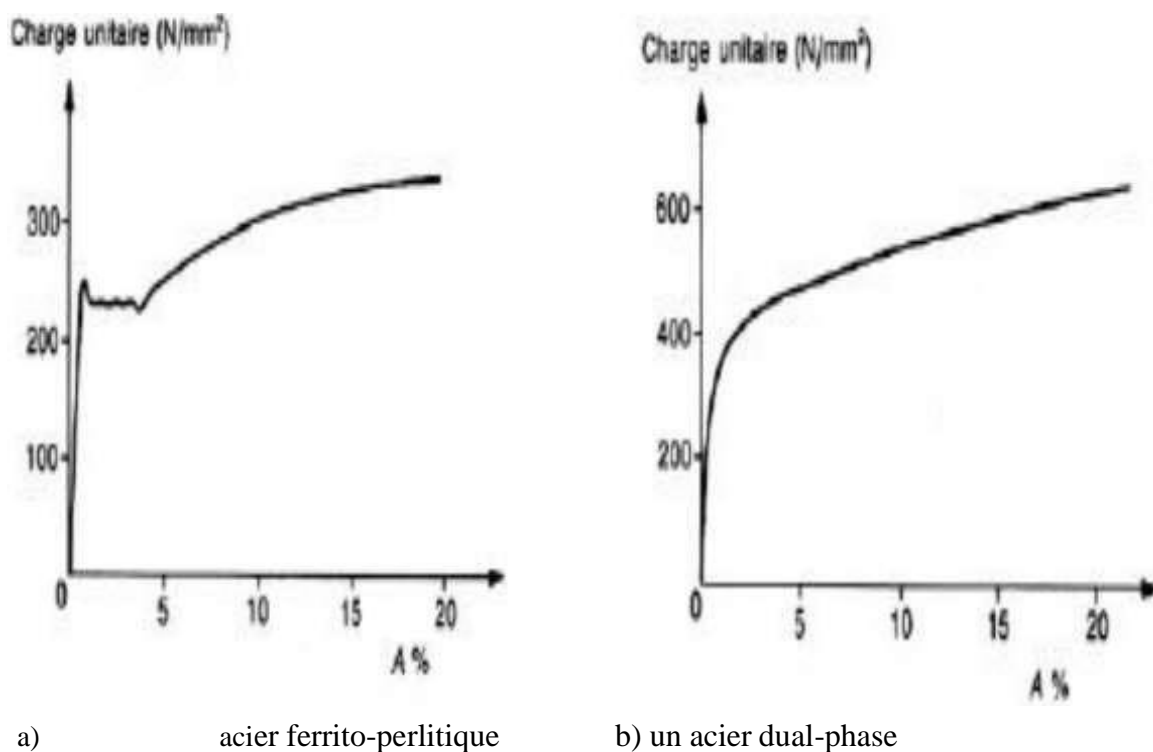
$(1 - V_M)$  : la fraction volumique de la ferrite.

Il est clair à partir de cette équation que la contrainte des aciers Dual phase varie linéairement avec la fraction volumique de la martensite si les valeurs de la contrainte des deux constituants sont constantes. [14]

### II.5.1 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. II.20** [18-19]. 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 [15].

Lorsqu'on atteint la haute limite d'élasticité  $\sigma_{eH}$ , 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'écroutissage reprend normalement. Cette déformation hétérogène est fortement contraignante lors de l'emboutissage de la tôle car elle est à l'origine de défauts d'aspect inacceptables.



**Figure. II.20** : Absence de palier dans l'aciers dual-phases

Les aciers Dual Phase ne présentent pas de crochet ni de palier de traction, comme le montre **Figure. II.20**. 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.

**Références**

- [1] FONSTEIN, N. Dual-phase steels. In: Automotive steels. Woodhead Publishing, 2017. pp. 169-216.
- [2] BAÏLON, J.P., DORLOT, J.M. Des matériaux. Presses inter Polytechnique, 2000.
- [3] BING, M. A Study of Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Ultra-High Strength Microalloyed Steel Hot Band Coils for Automotive Applications. 2017. Thèse de doctorat. University of Pittsburgh.
- [4] HILDITCH, T. B., DE SOUZA, T., HODGSON, P. D. Properties and automotive applications of advanced high-strength steels (AHSS). In: Welding and joining of advanced high strength steels (AHSS). Woodhead Publishing, 2015. p. 9-28.
- [5] Mohammad, M. Deformation and Fracture Behaviour of a low-carbon Dual- Phase steel, 2006. These de doctorat, université de Columbia.
- [6] ANDRADE, C. V. Influence du niobium sur les microstructures et les propriétés d'aciers multiphasés à effet TRIP/Effect of niobium additions on the microstructures and properties of TRIP-assisted multiphase steels. 2005. Thèse de doctorat. UCL.
- [7] WATERSCHOOT, T., De COOMAN, B. C., VANDERSCHUEREN, D. Influence of run-out table cooling patterns on transformation and mechanical properties of high strength dual phase and ferrite–bainite steels. Ironmaking & Steelmaking, 2001, vol. 28, no 2, p. 185-190.
- [8] SPEICH, G. R. Physical metallurgy of dual-phase steels, Conference on Fundamentals of Dual-Phase Steels, Warrendale, Pennsylvania, 1981, pp. 3-45.
- [9] GRANBOM, Y. Structure and mechanical properties of dual phase steels: An experimental and theoretical analysis. 2010. Thèse de doctorat. KTH.
- [10] LI, C. N., YUAN, G., JI, F. Q., REN, D. S., WANG, G. D. Effects of auto-tempering on microstructure and mechanical properties in hot rolled plain C-Mn dual phase steels. Materials Science and Engineering: A, 2016, vol. 665, p. 98-107.
- [11] PUSHKAREVA, I. Microstructural evolution of Dual Phase steel. Improvement of damage resistance. 2009. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine.
- [12] JONES, D. R., ASHBY, M. F. Engineering materials 2: an introduction to microstructures and processing. Butterworth-Heinemann, 2012.
- [13] ADAMCZYK, J., GRAJCAR, A. Heat Treatment and Mechanical Properties of Low-Carbon Steel with Dual Phase Microstructure. Journal of Achievements in Materials & Manufacturing Engineering, Volume 22, 2007, pp. 13-20.
- [14] EBRAHIMIAN, A., GHASEMI, B.S.S. Mutual Mechanical Effects of Ferrite and Martensite in a Low Alloy Ferrite-Martensite Dual Phase Steel. Journal of Alloys &

Compounds, Volume 708, 2017, pp. 43-54.

[15] SOLER, M. Etude du vieillissement d'un acier à bake-hardening : évolution des propriétés mécaniques de traction - corrélation avec la microstructure. 1998. Thèse de doctorat, INSA Lyon.

[16] MANSOURI, T. Effet de la température de revenu sur les caractéristiques mécaniques d'un acier X52 à structure Dual Phase. 2022. Thèse de doctorat. Univ. Laghouat.

An orange scroll graphic with a white border, featuring a vertical strip on the left side and a small circular tab on the top right. The text is centered on the scroll.

**Chapitre III : Matériaux  
et technique  
expérimentales**

### III.6 Introduction :

Dans ce chapitre, nous présentons l'acier étudié et toutes les techniques et les procédures qui ont été utilisées durant la réalisation de ce travail de recherche, et qui incluent la préparation des échantillons avant traitements thermiques, la réalisation de traitement thermique pour obtenir des aciers DP, la caractérisation microstructurale et mécanique des échantillons après traitement thermique, micro dureté sur les différents échantillons. Ce chapitre va comprendre aussi, la composition chimique de l'acier X52 utilisé.

### III.6 Matériaux :

Le matériau utilisé dans la présente étude est un acier à haute limite élastique de nuance X52 qui nous a été livré par la société, Alpha pipe Ghardaïa, en Algérie. Cet acier a été reçu sous forme de tôle de 14 mm d'épaisseur. La composition chimique de cet acier est donnée dans la Tableau. III.1.

Tableau III.1 : Composition chimique d'acier X52

| Elements | Fe      | C    | Mn   | Si   | S     | P     | Nb   | V    | Ti    | Al    |
|----------|---------|------|------|------|-------|-------|------|------|-------|-------|
| X 52     | Balance | 0.12 | 1.22 | 0.16 | 0.001 | 0.011 | 0.03 | 0.03 | 0.002 | 0.034 |

### III.6 Traitements thermiques :

Les traitements thermiques que nous avons effectués à la cour de cette étude, ont été faits à l'aide d'un four électrique de type NABERTHERM, comme la montre la Figure. III.2. Il s'agit d'une chambre isolée de 700 x 500 x 250 mm, dont la température est régulée par une résistance, avec une capacité de chauffage maximale de 3000 °C. Au fond de la chambre, l'échantillon a une température complètement homogène, gradient de température inférieur à 5 °C entre les différents points de l'échantillon. Après le chauffage les échantillons subissent un refroidissement à l'eau.



Figure. III.2: Four-Nabertherm GmbH (LGP)

### III.3.1 Effet de la température d'austénisation

Pour étudier l'influence de la température d'austénisation sur les caractéristiques structurales et mécanique (la dureté) de l'acier X52, nous avons effectué les traitements thermiques suivant :

- Chauffage aux températures : 950 C° - 1050 C° - 1150 C°
- Maintient pendant : 30 min
- Refroidissement à four

### III.3.2 Développement d'une structure Dual-phase

Pour développer une structure dual—phase (ferrite + Martensite) avec différentes fraction volumique de la phase martensitique, on a effectué de traitement thermique suivant :

- Traitement (SQ) : Step Quenching.

## III.3.1 Traitement (SQ) : Step Quenching.

Chauffage à 950 ° C, 1050 ° C et 1150 ° C pendant 30 minutes

Refroidissement jusqu'aux températures inter—critiques (760 et 800 ° C) pendant 10 min et 30 min

Refroidissement à l'eau

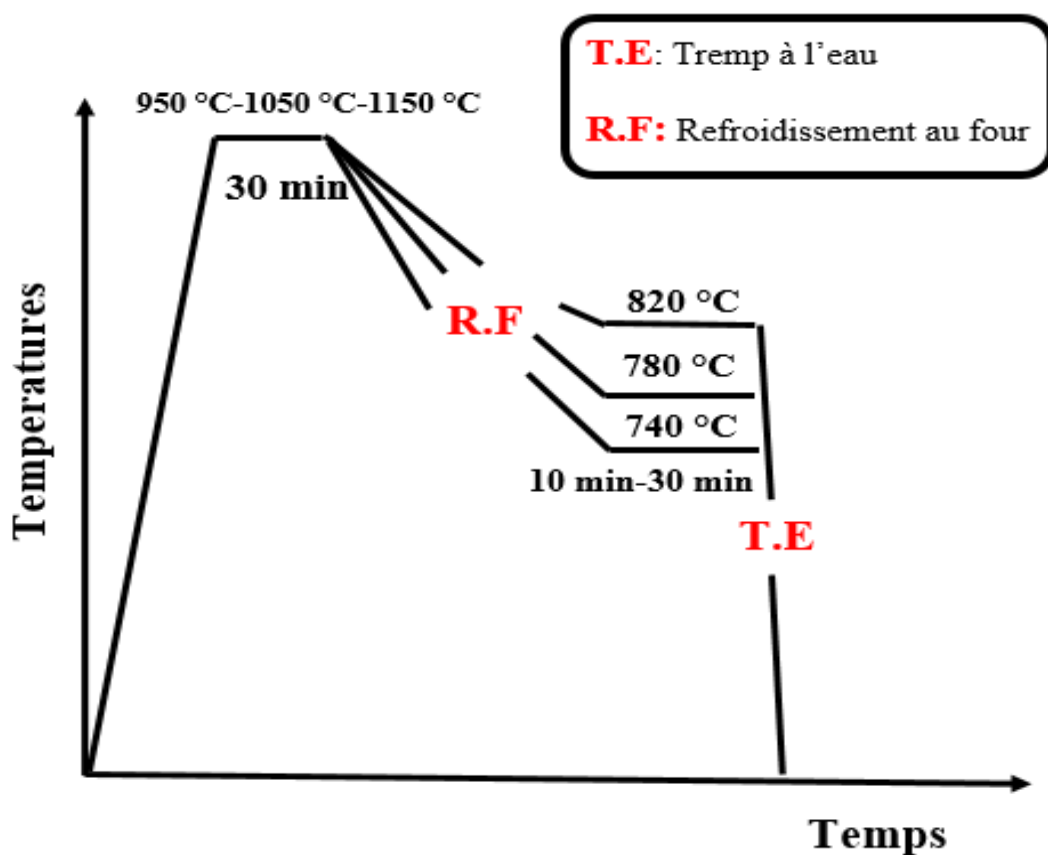


Figure. III.3 : Le cycle thermique SQ appliqué sur acier X52

### III.6 Métallographie :

L'étude des microstructures est une étape importante pour la bonne compréhension des propriétés mécaniques. La dureté du matériau dépend de différentes caractéristiques microstructurales, comme la taille de grains, la nature et proportion des phases durcissantes. Certains éléments microstructuraux peuvent être déterminés par une observation au microscope optique et microscope électronique à balayage. Nous présentons les principales étapes effectuées afin d'assurer de bonnes observations micrographiques.

### III.5- Préparation des échantillons :

#### III.5.1.1 Polissage :

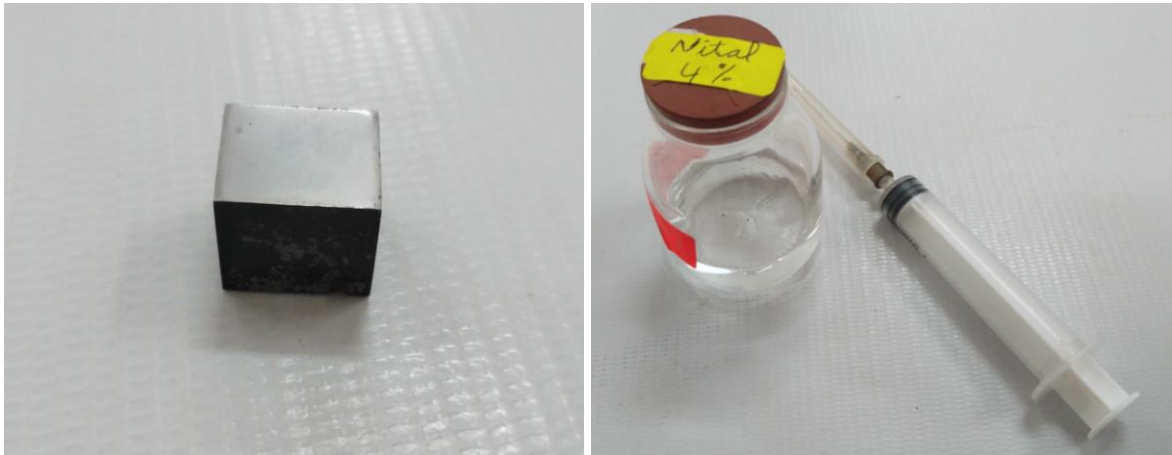
Pour mettre en évidence la microstructure des échantillons après traitement thermique, les échantillons sont polis mécaniquement aux papiers abrasifs de carbure de silicium de différents grades, 80, 400, 600, 800 et 1200. La préparation se poursuit par polissage de finition avec la pâte diamantée de granulométrie 1 et 0,25  $\mu\text{m}$ , jusqu'à l'obtention d'une surface à état miroir. Cette procédure a permis d'obtenir des polissages métallurgiques.



**Figure. III.4** : Polisseuse Metkon FORCIPOL 2V

### III.5.1.2 Attaque chimique :

Les échantillons sont ensuite attaqués avec une solution de Nital (solution composée de 4% d'acide nitrique et 96% d'éthanol) pendant environ 20 à 40 secondes, de manière à révéler la microstructure et cela se manifeste par la disparition de l'état miroir, ensuite il faut rincer l'échantillon avec l'eau pour arrêter l'effet de l'attaque.



**Figure. III.5 :** échantillon après attaque chimique (Nital 4%)

## III.6 Les techniques d'analyse

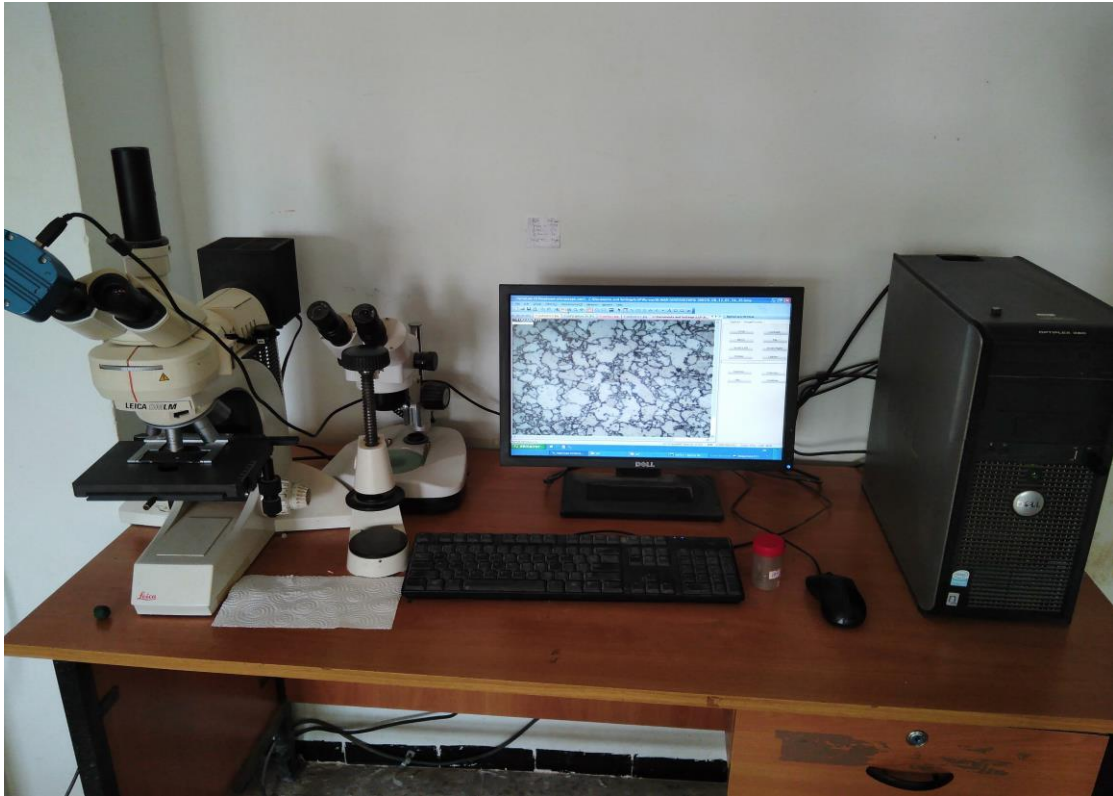
Les techniques d'analyse utilisées dans notre travail sont :

- Le microscope optique (MO).
- Le microscope électronique à balayage (MEB)
- La micro-dureté Vickers (HV).

### III.7.1 Microscope optique :

Le microscope optique est une technique de base pour étudier les transformations structurales. Il permet de visualiser et d'analyser les détails de la structure sous ces différentes échelles (forme et taille des grains de structure, forme et taille et distribution de la porosité, joints de grain, points multiples, ordre structural...). Pour cela, Les échantillons sont observés au microscope optique. Le microscope **LIECA DMLM** équipé d'une

caméra à haute résolution (sous un grossissement de 1000 fois)



**Figure. III.7 :** Microscope optique de type LIECA DMLM

### III.7.2 Microscope électronique à balayage :

Les échantillons sont ensuite observés au Microscope électronique à balayage de type **TESCAN VEGA3**. Le **TESCAN VEGA3** est un système MEB d'émission thermique en tungstène adapté aux opérations à vide poussé et faible. Une haute résolution spatiale avec électron secondaire et détecteur de rétrodiffusion permet l'observation avec des détails de surface fins. Il s'agit d'une caractéristique essentielle pour la caractérisation complète de la recherche sur les matériaux.



**Figure. III.8 :** Microscope électronique à balayage (TESCANVEGA3)

### **III.6Caractérisation mécanique :**

#### **III.8.1 Essai de Micro Dureté :**

L'essai de dureté est largement utilisé sur les métaux. Il caractérise la résistance qu'oppose le matériau à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Ainsi, pour des conditions expérimentales données, la dureté du métal sera d'autant plus grande que la pénétration du corps sera faible. Il existe plusieurs type d'essais de dureté, qui diffèrent essentiellement par la forme du pénétrateur. Dans l'essai Vickers le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée dont l'angle au sommet est de 136°. L'empreinte formée est donc pyramidale. Si (d) diamètre de l'empreinte et (F) la force appliquée, alors la dureté est :

$$H_v = 1.8544 F / d^2$$

(08) mesures de Micro dureté Vickers, sous une charge de 100 g, ont été réalisées sur des échantillons à l'aide d'un duromètre Model MVK-H2 (Hardness Testing Machine). Les échantillons utilisés sont ceux de l'analyse métallographique.



**Figure. III.9:** Durometer Model MVK-H2 (Hardness Testing Machine).

**Tableau III.2 :** Nombre total des échantillons utilisés.

|                     | Nombre des échantillons    |               |
|---------------------|----------------------------|---------------|
|                     | Traitement d'austénisation | Traitement SQ |
| <b>Micrographie</b> | 3                          | 18            |
| <b>Micro dureté</b> | 6                          | 36            |

A decorative orange scroll graphic with rounded corners and a vertical strip on the left side, resembling a rolled-up document. The text is centered on the scroll.

# **Chapitre IV**

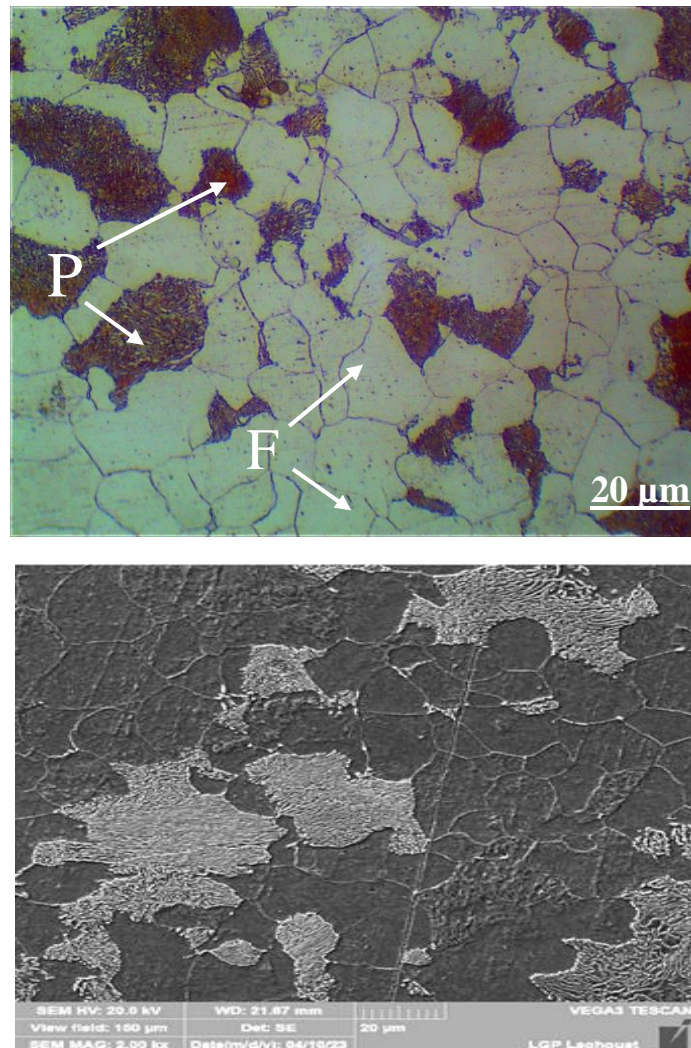
## **Résultats et interprétation**

## IV.1 Introduction

Notre étude a été principalement basée sur l'influence de la température d'austénitisation sur la microstructure et la dureté de l'acier dual phase X52.

## IV.2 L'acier à l'état initial

La **Figure IV.1** montre les micrographies optiques et au microscope électronique à balayage de l'acier X52 à l'état reçu dont la microstructure est constituée de ferrite (zones en blanc) et de perlite (zones en noir). Les propriétés mécaniques de cet acier, données par le laboratoire des essais mécaniques de la société pipe gaz Ghardaïa, sont groupées dans le Tableau IV.1. En utilisant le logiciel imagej pour calculer les proportions des phases présentes à l'état initial. 80.64% de ferrite et 19.36% de perlite.



**Figure IV.1** : Micrographie optique et MEB d'acier reçu

**Tableau IV.1** : Caractéristiques mécaniques des aciers X52 à l'état reçu

|            | <b>Principales propriétés mécaniques</b> |                      |            |           |
|------------|--|----------------------|------------|-----------|
|            | Re <sub>0.2</sub> (MPa)                  | R <sub>m</sub> (MPa) | HV         | A (%)     |
| <b>X52</b> | <b>377</b>                               | <b>516</b>           | <b>179</b> | <b>27</b> |

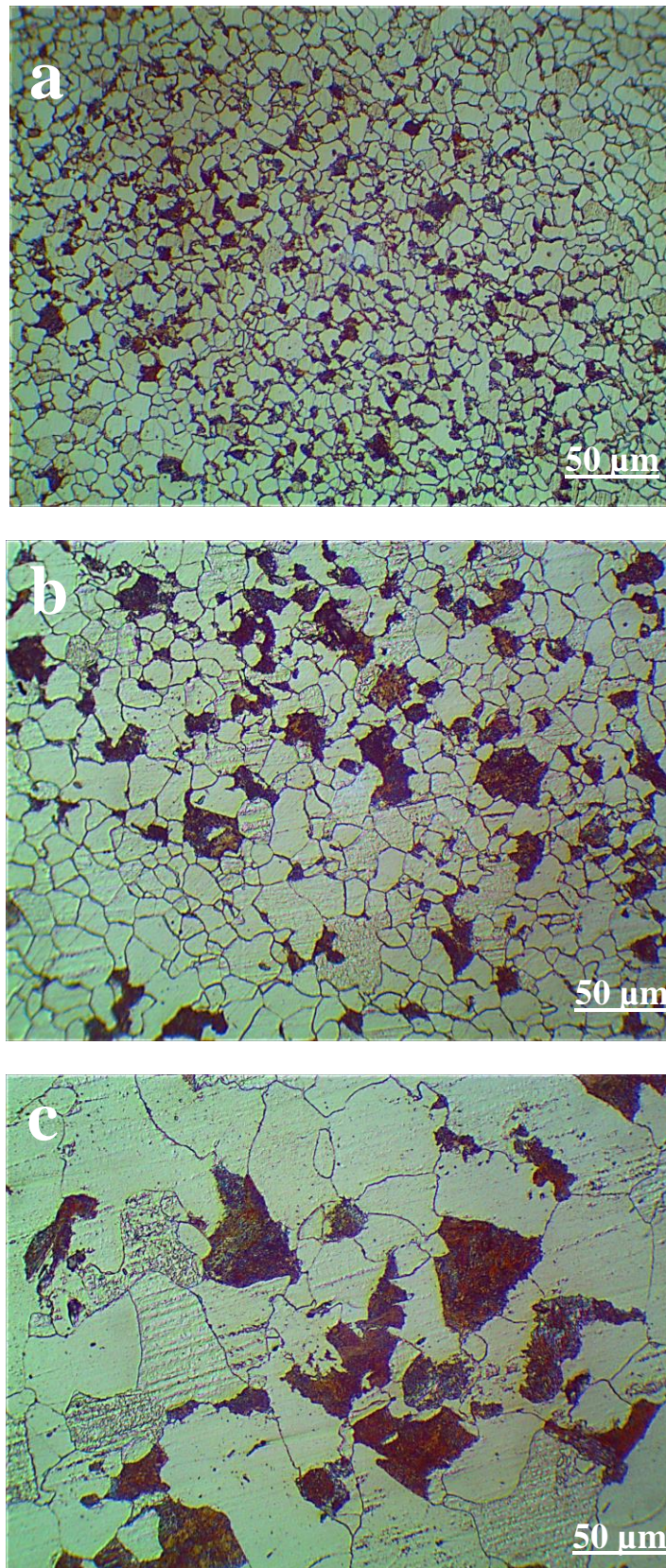
Avec :

- Re<sub>0.2</sub> : La limite conventionnelle d'élasticité
- R<sub>m</sub> : La résistance à la traction
- A : Le pourcentage d'allongement après rupture
- HV : Dureté de Vickers

### IV.3 Effet de la température d'austénitisation

#### IV.3.1 Sur la microstructure

Les microstructures optiques en fonction des différentes températures d'austénitisation pour l'acier X52 sont respectivement montrées dans la figure IV.2. A basse température d'austénitisation (950 °C), la microstructure de l'acier est formée de ferrite polygonale et de perlite (figure IV.2a). Après une austénitisation à 1050 °C et 1150 °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 IV.2b et figure IV.2c). Mais la taille du grain à la température d'austénitisation 1150 °C est plus grande que celle à la température d'austénitisation 1050 °C.



**Figure IV.2 :** Microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénisation

(a) T= 950 °C

(b) T= 1050 °C

(c) T = 1150 °C

### IV.3.2 Sur la dureté

La variation de la dureté de l'acier dual-phase X52 en fonction de la température d'austénitisation est donnée par le Figure IV.3. La tendance générale représentée sur cette figure est que la dureté d'acier dual- phase X52 augmente avec l'augmentation de la température d'austénitisation ; c'est-à-dire avec l'augmentation de la taille de grain de ferrite et perlite.

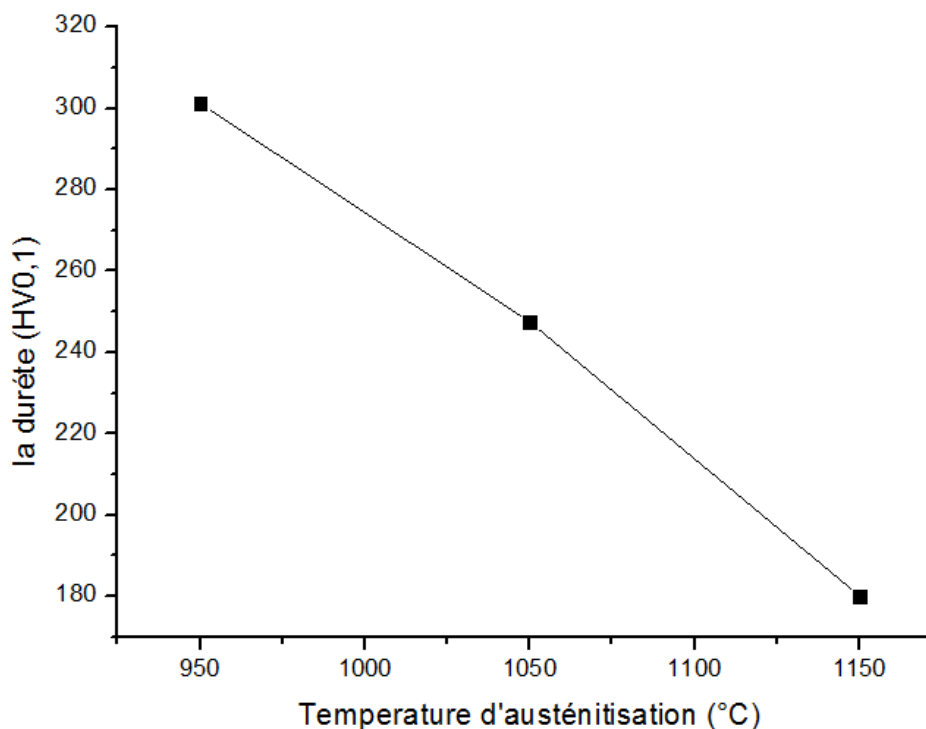


Figure IV.3 : Evolution de la dureté en fonction de la température d'austénitisation

## IV.4 Développement d'une structure dual-phase

### IV.4.1 Introduction

Cette structure est construite à l'aide de deux méthodes distinctes. La première étape consiste à réchauffer l'acier dans le domaine intercritique (entre les températures  $A_1$  et  $A_3$ ) ; la ferrite demeure presque inchangée dans ce domaine de température et la perlite se transforme en austénite, qui est riche en carbone. Finalement, l'austénite se transforme en martensite par trempe. En trempant directement l'acier à la sortie du laminoir, on obtient une structure

composée de ferrite et de martensite.

### IV.4.2 La proportion de la phase martensitique

En utilisant la méthode des segments inverses pour calculer les proportions des phases présentes après trempe dont les températures intercritiques sont 740, 780 et 820 °C. La Tableau IV.2 montre les proportions de la martensite dans l'acier X52 :

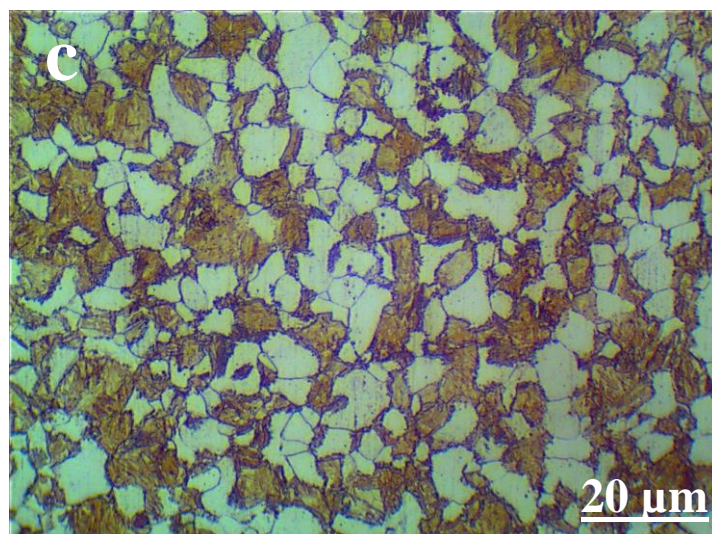
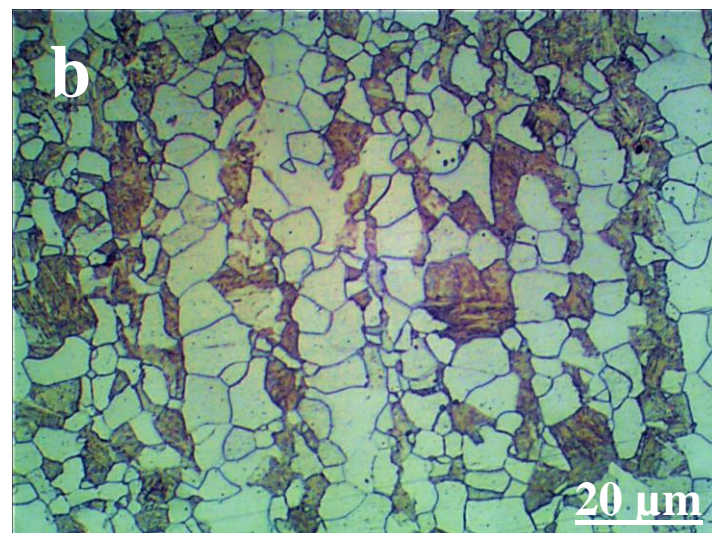
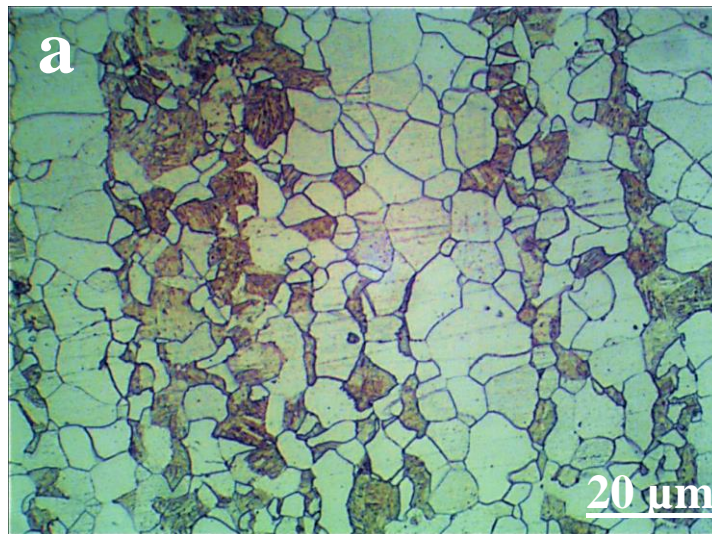
**Tableau IV.2** : Fraction volumique de la martensite à différentes températures

| Températures intercritique (°C)               |         | 740 | 780 | 820 |
|---|---------|-----|-----|-----|
| Fraction volumique de la martensite $V_m$ (%) | 950 °C  | 28  | 47  | 61  |
|   | 1050 °C | 28  | 47  | 61  |
|   | 1150 °C | 28  | 47  | 61  |

### IV.4.3 Traitement S.Q

La Figure IV.4 représente des micrographies optiques (ferrite + Martensite) de l'acier X52 qui a subi le traitement SQ pendant 30 min. Ces microstructures présentent une morphologie en bande avec une distribution non uniforme des phases. Ce type de structure est plus accentué, 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 [1]. 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 [2]. Offerman et al. Montrent par une analyse à la sonde électronique que la présence de bandes est fortement corrélée à la ségrégation en manganèse [3]. 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 [4] 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 ( $\alpha + \gamma$ ). Avec l'augmentation la température intercritique le volume fraction de martensite diminuer comme montre le tableau IV.2.



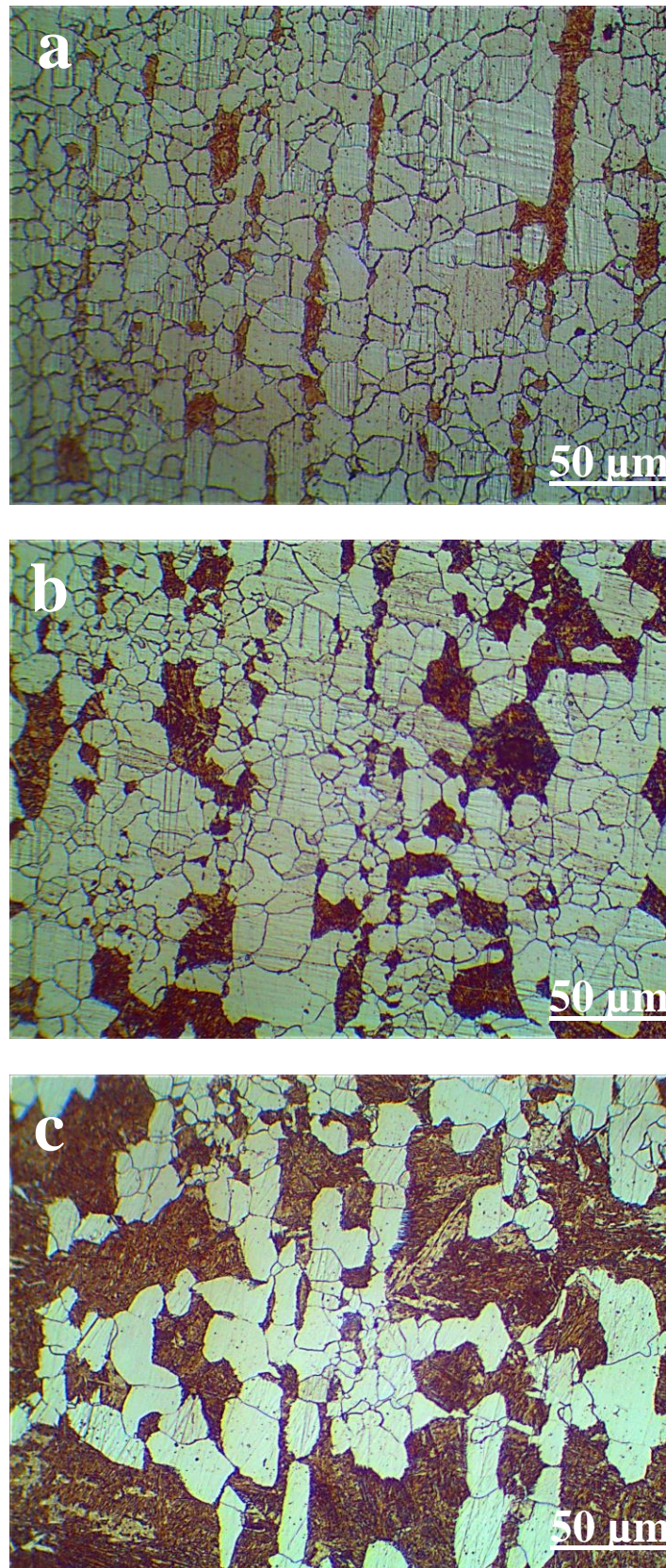
**Figure IV.4 :** Microstructure Optique de l'acier X52 après traitement SQ a une température d'austénisation 950 °C, pour différentes températures intercritique  
a) 740 °C   b) 780 °C   c) 820 °C

## IV.5 Effet de la température d'austénisation sur traitement S.Q

La figure IV.5 et figure IV.6 montre l'évolution de la structure en bande en fonction des températures intercritiques (T.I.C.) sachant que l'austénisation est faite à 1050 °C et 1150 °C pendant 30 minutes.

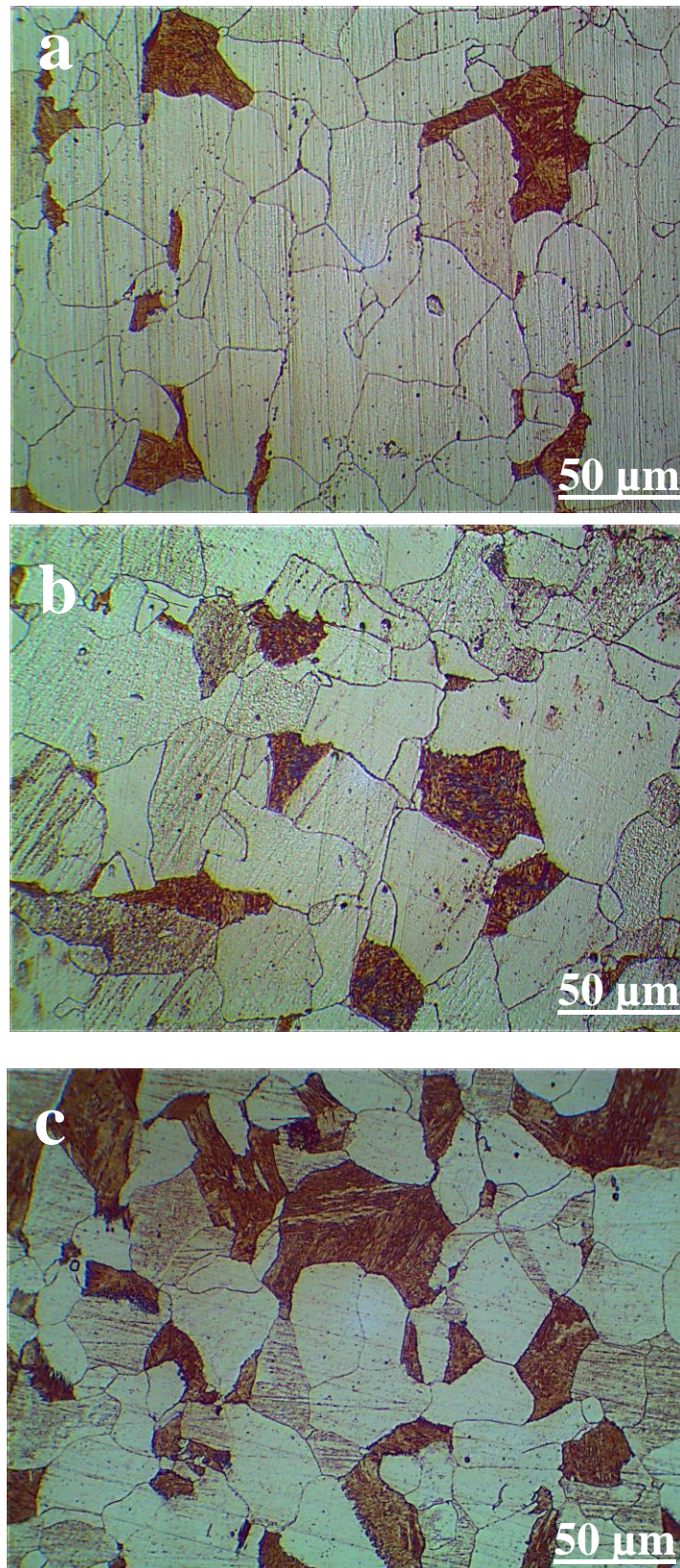
Nous constatons que pour la température d'austénisation 1050 °C, la structure en bandes est déjà localement très présente, et des gros îlots de martensite connectent plusieurs bandes figure IV5 (a). En comparaison des microstructures obtenues par la température d'austénisation 950 °C, la microstructure présente de gros grains, et il n'y a plus d'évidence de microstructure en bandes figure IV.5 (b) et figure IV.5(c). La taille de grain austénitique a donc une influence sur la cinétique de transformation. A même vitesse de refroidissement, plus la taille de grain austénitique est importante, plus ils présentent moins densité de sites de germination pour la ferrite qu'une fine taille de grain, et l'augmentation des distances de diffusion ralentissent la cinétique de transformation en bande. Nos résultats vont dans la même direction que ceux trouvés par Thompson et Howell [5]. Ils concluent qu'il n'y a plus de bandes dans la microstructure lorsque la taille de grain austénitique est importante. Dans ce cas, l'influence des joints de grains comme sites préférentiels de germination domine celle des ségrégations chimiques.

Pour la température d'austénisation 1150 °C, on assiste à la disparition totale des bandes et la martensite est réparti d'une manière homogène dans la matrice ferritique.



**Figure IV.5 :** Evolution de la structure en bande en fonction des températures intercritique (température d'austénisation 1050 °C pendant 30 minutes)

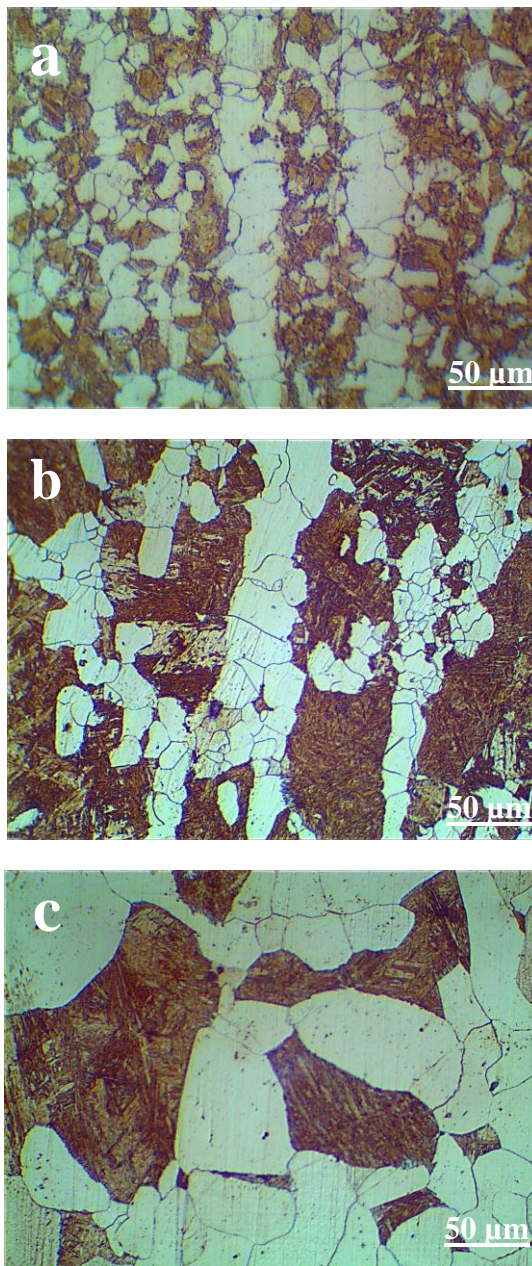
a) 740 °C    b) 780 °C    c) 820 °C



**Figure IV.6 :** Evolution de la structure en bande en fonction des températures intercritique (température d'austénisation 1150 °C pendant 30 minutes)

a) 740 °C    b) 780 °C    c) 820 °C

La figure IV.7 montre des micrographies optiques d'une structure en bande obtenue à la température 820 °C pendant 10 minutes pour différentes températures d'austénisations. Lorsque la température d'austénisation est basse (950 °C), la structure obtenue est en bande avec une grande intensité de ces bandes et la distance inter-bande est petite, c'est-à-dire que les bandes sont serrées figure IV.7(a). Avec l'augmentation de la température d'austénisation, l'intensité de bande décroît avec l'augmentation de la température d'austénisation. A l'inverse, la distance moyenne inter-bandes de la microstructure ont tendance à augmenter figure IV.7 (b).



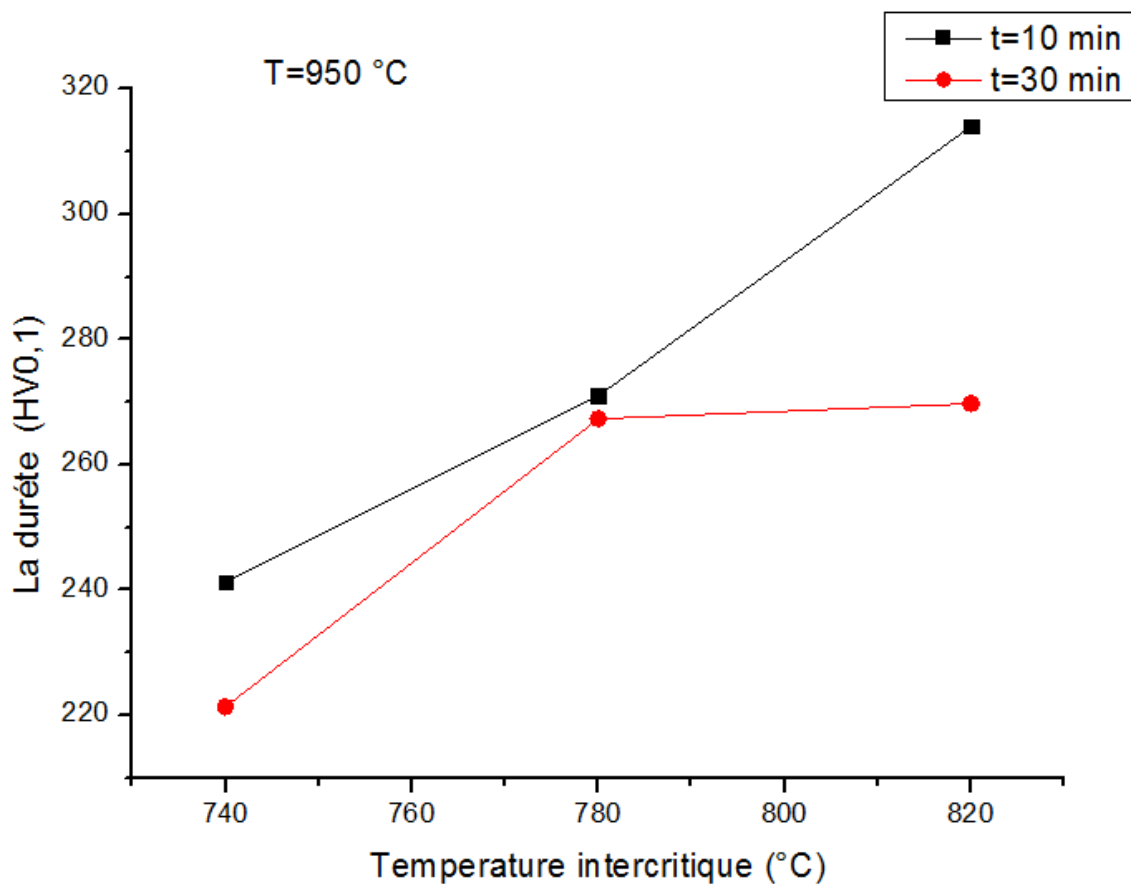
**Figure IV.7 :** Evolution de la structure en bande en fonction des températures intercritique (température d'austénisation 820 °C pendant 10 minutes)  
a) 950 °C   b) 1050 °C   c) 1150 °C

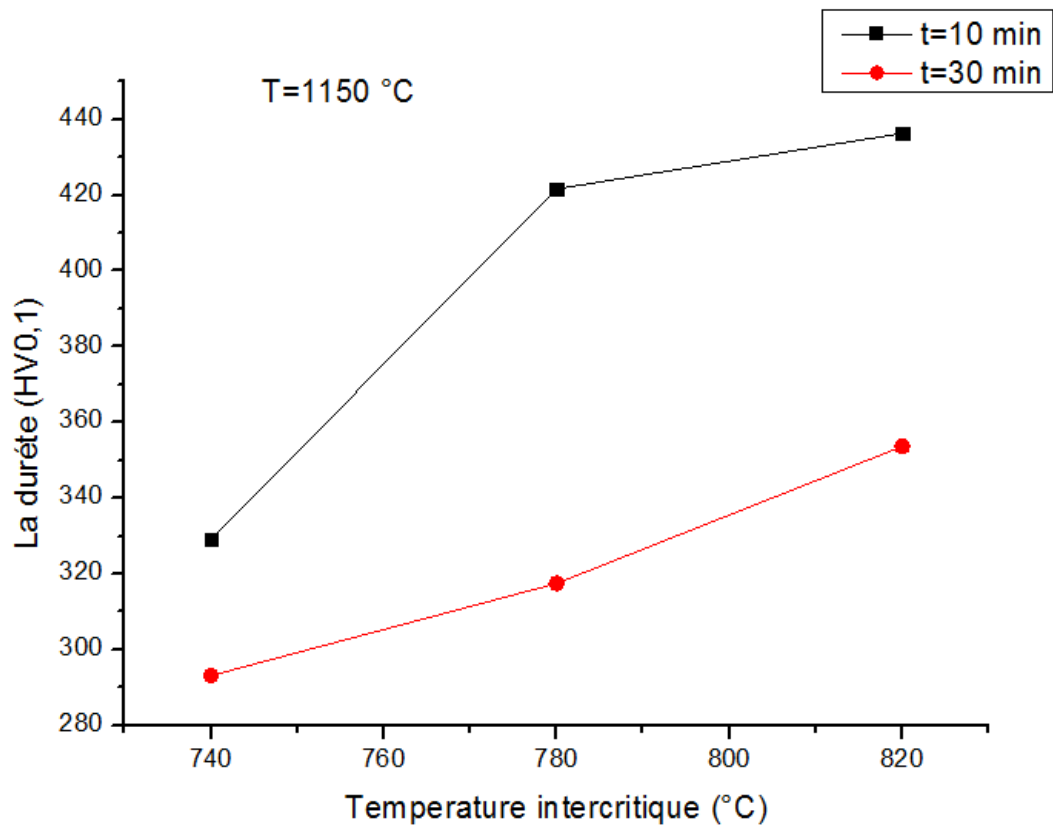
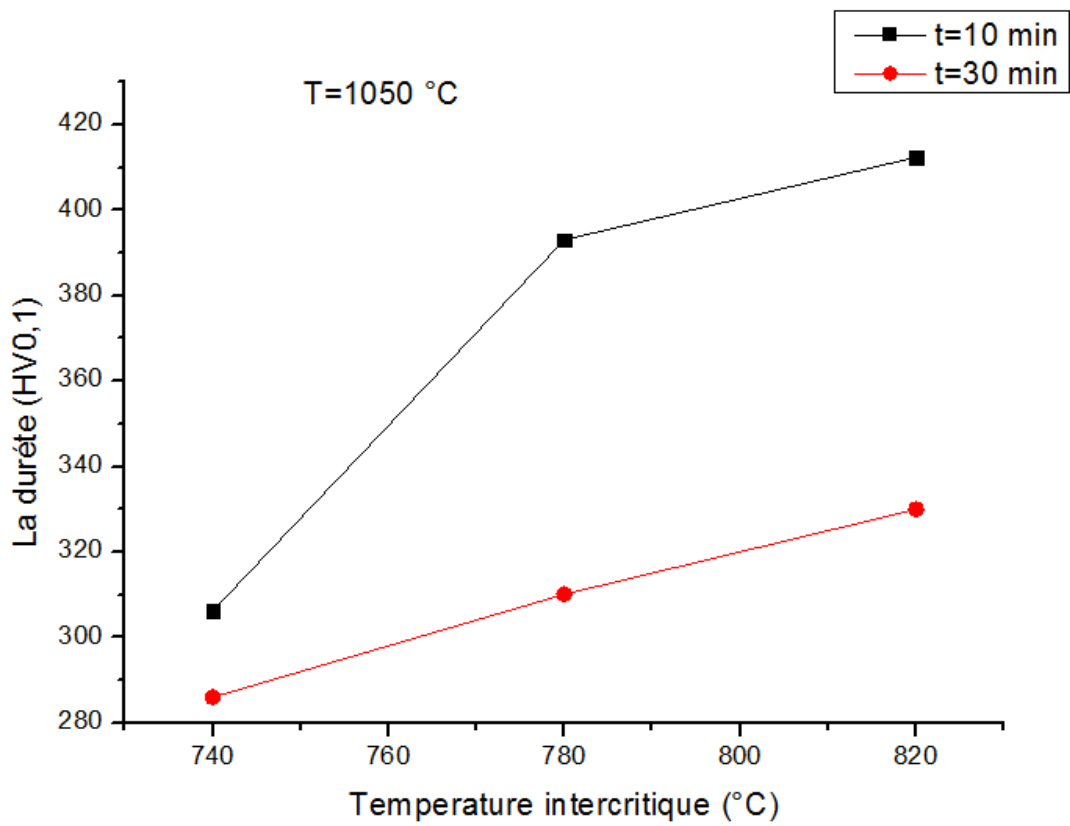
## IV.6 Evolution de la dureté en fonction de la proportion de la martensite

Les relations exacte microstructure / propriétés mécaniques dépendra de divers facteurs, notamment la composition chimique, historique des traitements, et la fraction volumique de la martensite et de sa distribution.

La variation de la dureté de l'acier dual-phase X52 en fonction de la proportion de la martensite liés aux différentes températures intercritiques est donnée par le Figure IV.8 La tendance générale représentée sur cette figure est que la dureté de acier dual- phase X52 augmente avec l'augmentation de la température intercritique ; c'est-à-dire avec l'augmentation de la fraction de volume de la martensite (phase très dure) et cela quel que soit la température et le temps d'austénisation.

La figure IV.9 présente l'évolution de la dureté HV en fonction du temps d'austénisation et cela pour différentes températures d'austénisation. Nous remarquons que la dureté diminue à chaque fois que la température d'austénisation augmente, cela est due à la présence d'une structure plus grossière à haute température d'austénisation





**Figure IV.8 :** Evolution de la dureté en fonction de la température intercritique à différents temps et températures d'austénisation.

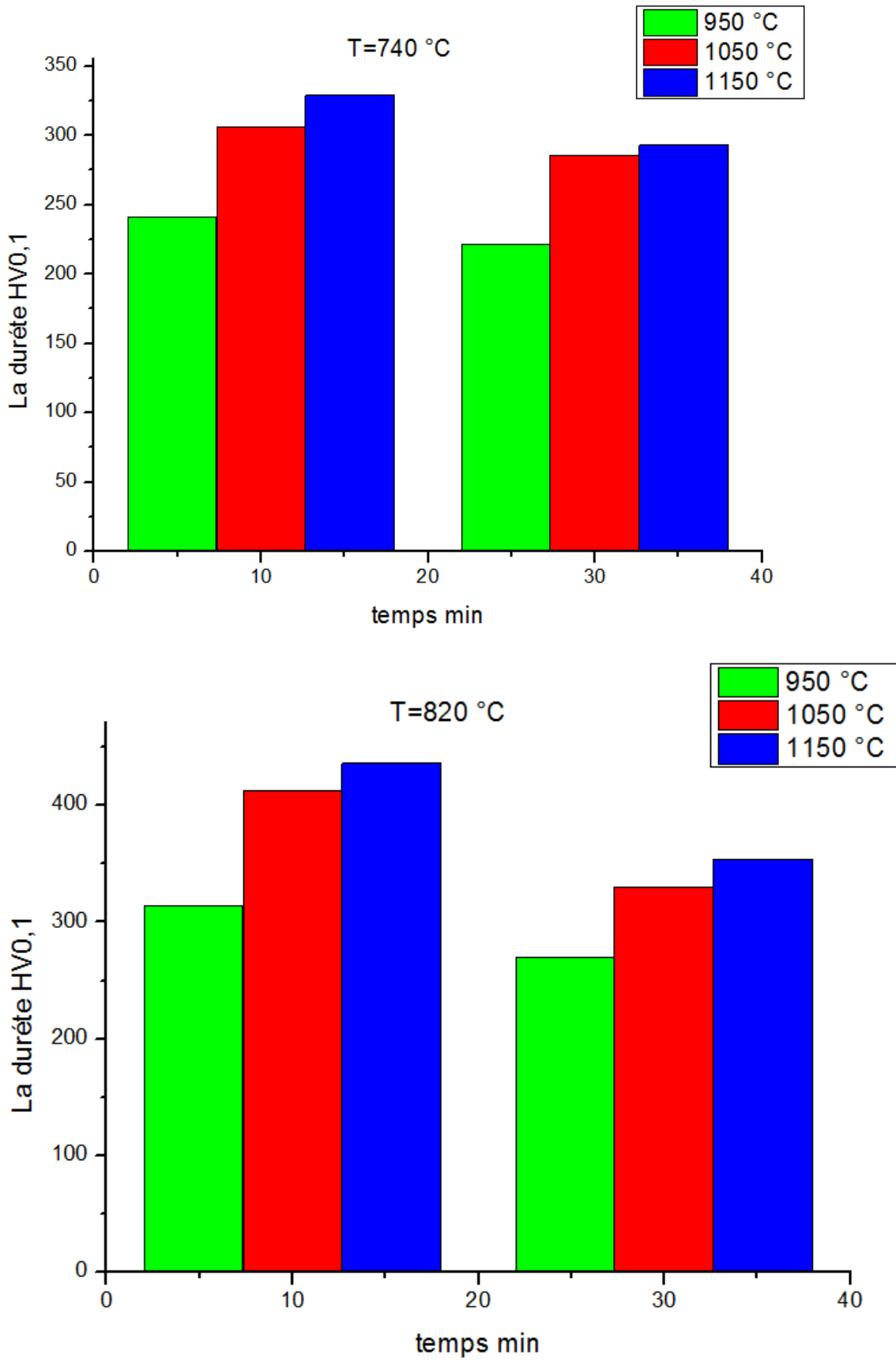


Figure IV.9 : Evolution de la dureté en fonction du temps d'austénisation

**Références**

- [1] THOMPSON, S. W., HOWELL, P. R. Factors influencing ferrite/pearlite banding and origin of large pearlite nodules in a hypoeutectoid plate steel. *Materials Science and Technology*, 1992, vol. 8, no 9, p. 777-784.
- [2] ERDOGAN, M. The effect of new ferrite content on the tensile fracture behaviour of dual phase steels. *Journal of Materials Science*, 2002, vol. 37, no 17, p. 3623-3630.
- [3] OFFERMAN S. E., VAN DIJK N. H., REKVELDT M.T., SIETSMA J. Ferrite/pearlite band formation in hot rolled medium carbon steel. *Materials Science and Technology*, 2002, vol. 18, no 3, p. 297-303.
- [4] JOHN, D. VERHOEVEN. A review of microsegregation induced banding phenomena in steels. *Journal of materials engineering and performance*, 2000, vol. 9, no 3, p. 286-296.
- [5] THOMPSON SW, HOWELL PR., *Materials Science and Technology*, 1992, Vol. 8, pp.777-784

## Conclusions

Notre travail a été consacré d'une part au développement d'une structure dual-phase (ferrite +martensite) en bande à partir de différentes Températures d'austénisation d'une structure totalement austénitique. D'autre part voir la possibilité de briser cette structure bande.

Les conclusions essentielles qui peuvent être dégagées au cours de cette étude sont :

1. Pour les structures dual-phases, quel que soit la température d'austénisation, la dureté augmente avec l'augmentation de la température intercritique, due à l'augmentation de la proportion de la martensite.
2. Pour une température d'austénisation 1150 °C, la martensite perd son caractère allongé (bande) et devient équiaxe et repartis d'une manière homogène dans la matrice ferritique.
3. La taille de grain austénitique influence la finesse, et l'intensité de la structure en bandes. L'intensité des bandes diminue lorsque la taille de grain austénitique augmente.
4. Pour une température intercritique donnée et un temps d'austénisation donné, la dureté augmente à chaque fois que la température d'austénisation augmente, cela est due à la présence d'une structure plus grossière.