

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



THESE

Présentée pour l'obtention du **grade de DOCTORAT 3^{ème} Cycle**

En : Métallurgie Physique

Spécialité : Génie Mécanique

Par : MANSOURI Tahar

Sujet

Effet de la température de revenu sur les caractéristiques mécaniques d'un acier X70 à structure Dual Phase

Devant le jury composé de :

Mr. BENHORMA Hadj Aissa	Professeur	Univ. Laghouat	Président
Mr. ZIDELMEL Sami	MCA	Univ. Laghouat	Directeur de thèse
Mr. ALLAOUI Omar	Professeur	Univ. Laghouat	Co- Directeur de thèse
Mr. RAYANE Abdelkrim	MCA	Univ. Laghouat	Examineur 1
Mr. ALLAOUI Laid Abdelkrim	MCA	ENS. Laghouat	Examineur 2
Mr. DJENDEL Mokhtar	MCA	Univ. B.B.A	Examineur 3
Mr. BOUBAAYA Rabah	MCA	Univ. B.B.A	Invité

19/11/2022

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

REMERCIEMENTS

En premier lieu ; je remercie le grand puissant dieu qui m'a facilité et m'a donné la volonté et le courage pour réaliser ce modeste travail.

Je tiens à remercier d'un grand profit moral et intellectuel nos encadreur monsieur **Sami Zidemel** et **Allaoui Omar** pour son soutien, leurs conseils appréciables pour l'amélioration de la qualité de ce projet.

Je tiens à remercier vivement Monsieur **Hadj aissa benhorma** qui a accepté de présider le jury de cette thèse.

Je voudrais remercier aussi les membres de jury **Karim Rayane, Allaoui Laid abdelkrim, Djendel Mokhtar et Boubaaya Rabah** d'avoir accepté d'être membres du jury.

Je tiens aussi à remercier l'administration du département de génie mécanique et le responsable du laboratoire GBP et LPM, ainsi que son collaborateur pour avoir aidé de faire ce travail.

Mes vifs remerciements à tous les professeurs qui ont donné le meilleur d'eux-mêmes afin de nous assurer une formation et un avenir digne.

Finalement, je tiens à exprimer mon gratitude et reconnaissance à toute personne qui à contribue de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail.

Mansouri Tahar

A decorative border of pink lily flowers surrounds the text. The flowers are in various stages of bloom, with some showing prominent stamens and others more fully open. The colors range from light pink to a deeper magenta.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail aux être les plus chers au monde qui m'a

Beaucoup aidé moralement et matériellement

*A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur,
ma vie et mon bonheur, maman que j'adore.*

*A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et Source de
joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour nous A mon père.*

*À ma chère Femme. Merci d'avoir donné un sens à ma vie. Merci pour ton
amour, ton soutien et tes encouragements qui ont toujours été pour moi d'un
grand réconfort.*

A tous les enseignants et toutes les enseignantes de génie mécanique

Spécialement à monsieur zidelmel Sami et Allaoui Omar

Et tous ceux qui de près ou de loin ont participé à mon aboutissement

Et tous mes amis

2021/2022

Mansouri Tahar

Résumé

L'objectif de cette recherche est d'étudier l'influence du traitement de revenu sur les caractéristiques microstructurales et mécaniques d'un acier X70 à structure dual phase. La formation de la microstructure dual—phase (ferrite + Martensite) de l'acier X70 est obtenue dans cette étude par trois traitements thermiques distincts : trempe directe (DQ), trempe par étapes (SQ) et trempe intermédiaire (IQ), Le traitement thermique appliqué aux températures de recuit intercritique (ICT) de 760 °C et 800 °C. Nous étudions les effets des températures de revenu allant de 200 à 500 °C sur la microstructure et les propriétés de traction et de résilience de l'acier X70 dual phase. Le revenu amorce la diffusion du carbone et affecte sa redistribution dans la microstructure. Il a été constaté que la quantité de carbures augmente avec l'augmentation de la température de revenu et conduit à un appauvrissement en carbone de la martensite. D'autre part, l'augmentation de la température de revenu provoque une diminution de la résistance à la traction et de la limite d'élasticité tandis que l'allongement augmente. L'énergie absorbée augmente avec l'augmentation de la température de revenu.

Mots clés : API X70, Aciers biphasés, Revenu, Résilience, Traction.

Abstract

The objective of this research is to study the influence of tempering on the mechanical characteristics of an X70 steel with a dual phase structure. The formation of (Martensite + ferrite) dual phase microstructure of X70 steel is achieved in this study by three distinct heat treatments: direct quenching (DQ), step quenching (SQ) and Intermediate Quenching (IQ), the heat treatment applied at an intercritical annealing temperatures (IAT) of 760 °C and 800 °C. We investigate the effects of a tempering temperature in the range of 200 to 500 °C on microstructure and tensile and resilience properties in a dual-phase X70 steel. The tempering starts carbon diffusion and affects its redistribution in the microstructure. It was noticed that the amount of carbides increases with the increase of the tempered temperature and leads to depleted carbon in martensite. On the other hand, the increase of the tempered temperature induces a decrease of the ultimate tensile strength and the yield strength while the elongation increases. The energy absorbed increases with the increase of tempering temperature.

Keywords: API X70, Dual Phase steels, Tempering, resilience, Tensile.

ملخص

الهدف من هذا البحث هو دراسة تأثير معالجة الارجاع على الخصائص المجهريه والميكانيكية لفولاذ X70 بهيكل ثنائي الطور. تم الحصول على تشكيل البنية المجهريه ثنائية الطور (الفريت + مارتنيسيت) من الفولاذ X70 في هذه الدراسة من خلال ثلاثة معالجات حرارية متميزة: التبريد المباشر (DQ)، التبريد التدريجي (SQ) والتبريد المتوسط (IQ)، يتم تطبيق المعالجة الحرارية في درجات حرارة تصل إلى 760 درجة مئوية و 800 درجة مئوية. ندرس تأثيرات درجات الحرارة الارجاع التي تتراوح من 200 إلى 500 درجة مئوية على البنية المجهريه وخصائص الشد والمرونة لفولاذ X70 ثنائي الطور. يطلق ارجاع في انتشار الكربون وتؤثر على إعادة توزيعه في البنية المجهريه. وجد أن كمية الكربيدات تزداد مع زيادة درجة حرارة ارجاع وتؤدي إلى افقار الكربون من مارتنيسيت. من ناحية أخرى، تؤدي زيادة درجة حرارة الارجاع إلى انخفاض مقاومة الشد وحد المرونة بينما تزداد الاستطالة. تزداد الطاقة الممتصة مع زيادة درجة حرارة التهدئة.

كلمات مفتاحية: API X70، فولاذ ثنائي طور، ارجاع، الصدمة، الشد.



Sommaire

Sommaire

Listes des figures	
Listes des tableaux	
Listes des symboles	
Introduction générale	1
Références	4

Chapitre I : Spécifications des aciers HSLA

I. 1	Introduction.....	6
I. 2	Les catégories des aciers HSLA	7
I.2.1	Les aciers HSLA ferrito-perlitique	7
I.2.2	Les aciers dual-phase	9
I.2.3	Les aciers de ferrite aciculaire :	10
I.2.4	Les aciers HSLA résistants à la corrosion atmosphérique	11
I.2.5	Les aciers perlitiques de construction laminés.....	12
I.2.6	Les aciers de forme d'inclusion contrôlée	13
I. 3	Evolution des aciers HSLA.....	13
I.3.1	L'affinement des grains	13
I.3.2	Durcissement par précipitation	14
I.3.3	Développement du laminage contrôlé	14
I.3.4	Développement du refroidissement contrôlé	14
I. 4	Rôle des éléments d'additions	15
I.4.1	CARBONE	15
I.4.2	AZOTE	15
I.4.3	MANGANESE	15

I.4.4	SILICIUM.....	15
I.4.5	PHOSPHORE.....	16
I. 5	Rôle des éléments disperoïdes.....	16
I.5.1	Vanadium.....	16
I.5.2	Titane.....	16
I.5.3	Niobium.....	17
I. 6	Précipitation.....	17
I. 7	Caractérisation des aciers.....	18
I.7.1	Caractéristiques physiques.....	18
I.7.2	Caractéristiques mécaniques.....	18
I.7.3	Caractéristiques chimiques.....	19
I. 8	Avantage des aciers HSLA.....	20
I. 9	Le laminage à chaud des aciers HSLA.....	20
I. 10	Applications.....	21
I.10.1	Fabrication des pipelines.....	21
I.10.2	Applications d'Automobile.....	22
	Références.....	23

Chapitre II : Les aciers DUAL-PHASES

II.1	Introduction.....	27
II.2	Generalites sur les aciers Dual-Phases.....	27
II.2.1	Le développement de la structure Dual-Phase.....	29
II.2.2	Principales propriétés et applications.....	30
II.2.3	Production des aciers Dual Phases.....	31
II.3	Propriétés mécaniques typiques des aciers Dual Phases.....	32
II.4	La microstructure des aciers Dual-Phases (DP).....	38

II.4.1	La ferrite	40
II.4.2	La martensite	40
II.4.3	Morphologies de martensite	41
II.5	la relation entre microstructure et propriétés des aciers Dual-Phase	43
II.5.1	Absence de palier élastique dans les aciers Dual-Phases	44
II.6	Traitements thermiques.....	45
II.6.1	La trempe des aciers	46
II.6.1.1	Les types de la trempe.....	47
II.6.2	Le revenu des aciers.....	47
II.6.2.1	Revenu de la martensite.....	48
II.6.2.2	Le revenu des aciers Dual-phase.....	49
II.6.3	Le recuit des aciers	51
II.7	Le laminage des aciers	52
Références	54

Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

III.1	Introduction.....	56
III.2	Matériau	56
III.3	Traitement thermique	56
III.3.1	Développement d'une structure Dual-phase	57
III.3.1.1	Traitement (SQ): (Step Quenching).....	58
III.3.1.2	Traitement (IQ-A): (Intermediate Quenching-Air).....	59
III.3.1.3	Traitement (DQ): (Direct Quenching).....	60
III.4	Traitement thermomécanique	61

III.4.1 Traitement (DQL): Direct Quenching-rolling	61
III.5 Traitement de revenu sur les aciers Dual-phase	62
III.6 Métallographie	63
III.6.1. Préparation des échantillons	63
III.6.1.1 Polissage.....	63
III.6.1.2 Attaque chimique.....	64
III.7 Les technique d'analyse.....	64
III.7.1 Microscope optique.....	65
III.7.2 Microscope électronique à balayage.....	65
III.8 Caractérisation mécanique	66
III.8.1 Essai de Dureté	66
III.8.2 Essai de traction	67
III.8.3 Essai de résilience	70
III.8.4 Fractographie.....	72
Références du Chapitre III.....	73

Chapitre IV : Résultat et interprétation

IV.1. Introduction.....	74
IV.2. L'acier a l'état initial.....	74
IV.3. Développement des structures Dual-Phase	76
IV.3.1. Traitement D.Q	76
IV.3.2. Traitement I.Q	78
IV.3.3. Traitement S.Q	80
IV.3.4. La proportion de la phase Martensitique	82

IV.4 Evolution de la vitesse de déformation de laminage sur la structure dual phase.....	82
IV.4.1. L'effet de la déformation sur morphologie.....	82
IV.4.2. L'effet de la déformation sur la dureté	83
IV.5 .Evolution de la microstructure en fonction de la température de revenu	85
IV.6. Evolution des propriétés mécaniques en fonction de la proportion et la morphologie de la martensite	90
IV.6.1. Evolution de la dureté	90
IV.6.2. Evolution de la Résistance et l'allongement total.....	91
IV.6.2.1- Fractographie.....	93
IV.6.3. Evolution de la Résilience.....	99
IV.7 Evolution des propriétés mécaniques en fonction de la température de revenu.....	101
IV.7.1. Evolution de la dureté	101
IV.7.2. Evolution de la Résistance et l'allongement total.....	103
IV.7.2.1- Fractographie.....	109
IV.7.3. Evolution de la Résilience.....	113
Références du Chapitre IV.....	115
Conclusion.....	119



Liste



Liste des Tableaux

Tableaux	Titre	page
I.1	Rôle métallurgique des principaux éléments dispersoïdes.	17
III.1	Nombre total des enchevêtrements et d'éprouvettes utilisées.	73
IV.1	Caractéristiques mécaniques des aciers X70 à l'état reçu	75
IV.2	Principales propriétés mécaniques obtenues sur les échantillons testés après l'application des traitements thermiques « IQ, SQ et DQ » à 760 et 800 °C.	93
IV.3	Propriétés de résilience d'acier X70 à la température ambiante	101

Liste des Symboles

Symbole	Signification
HSLA	High-strength low-alloy
Re	Limité d'élasticité
Rm	Résistance à la traction
A	Allongement à la rupture
E	Module d'élasticité
KCV	Résilience
DP	Dual Phase
σ_{Dp}	résistances à la traction de l'acier Dual phase
σ_M	résistances à la traction de la martensite

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

Listes des figures

Fig.	Titre	page
CHAPITRE I		
1	Facteurs affectant une énergie absorbée	7
2	acier microalliés ferrito-perlitique	8
3	La microstructure de dual-phase	9
4	acier de ferrite aciculaire	10
5	Evolution de la résilience en fonction de la température pour un acier de ferrite aciculaire	11
6	Durcissement de la solution-solide de la ferrite.	12
7	acier perlitiques de construction laminés.	13
CHAPITRE II		
1	Schéma de différentes nuances d'acier dans une carte d'allongement par rapport à la résistance à la traction.	28
2	La microstructure de Dual-phase	29
3	La microstructure de Dual-Phase laminé à chaud.	29
4	Résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual-phase comparés à d'autres aciers faiblement alliés.	30
5	Un diagramme schématique montrant la production d'un acier dual-phase.	31
6	Un diagramme schématique montrant la production d'un acier dual-phase laminés à chaud.	31
7	Pourcentage de martensite dans un acier dual-phase à 1.5%Mn en fonction de la concentration en carbone et la température intercritique.	32
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.	34
9	Effet du volume de martensite sur la limite d'élasticité et la résistance à la traction de l'acier dual phase.	35
10	Allongement uniforme en fonction de la résistance à la traction pour les aciers HSLA standard et les aciers dual phases Fe-Mn-C.	35

11	Ténacité aux chocs en fonction de la température de revenu des aciers faiblement alliés à moyenne teneur en carbone.	36
12	Effet de la température de revenu sur la résistance à la traction et la dureté des aciers au carbone et alliés trempés avec des teneurs en carbone de 0,50 et 0,30 %	37
13	Structure Dual-phase obtenue après recuit intercritique à la température a) 760 °C b) 800 °C.	38
14	Micrographie, obtenue en microscopie électronique à transmission, montrant les dislocations dans l'interface ferrite/martensite.	39
15	Micrographie optique montrant les deux types de ferrite dans un acier DP : Gris = ferrite intercritique, Blanc = ferrite epitaxiale, Noir = martensite	40
16	Paramètres de maille quadratique de la phase martensitique en fonction de la teneur en carbone.	41
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.	41
18	Micrographie optique après attaque Nital 3% de martensite en lattes a) $C_m \approx 0.5\%$ b) $C_m \approx 0.12\%$.	42
19	Structure de la martensite en plaque.	43
20	Allures des courbes de traction.	44
21	cycle thermique de trempe.	46
22	Cycle combiné de traitement thermique de Trempe + Revenu.	48
23	schéma représentant les processus impliqués dans le revenu des aciers Dual- phase.	50
24	MEB images microstructures DP après traitement de revenu.	50
25	Procédé de laminage	52
Matériaux et technique expérimentales		
1	Composition chimique d'acier X70 utilisés dans ce travail.	56
2	Four-Nabertherm GmbH (LGP)	57
3	Le cycle thermique SQ appliqué sur acier X70 suivi d'un revenu sur les aciers Dual—phase	58

4	Le cycle thermique IQ-Aappliqué à l'acier X70 suivi d'un revenu sur les aciers Dual—phase	59
5	: Le cycle thermique DQ appliqué à l'acier X70 suivi d'un revenu sur les aciers Dual—phase	60
6	Le cycle thermomécanique DQL appliqué à l'acier X70 suivi d'un revenu sur les aciers Dual—phase	62
7	Polisseuse Metkon FORCIPOL 2V	63
8	échantillon après attaque chimique (Nital 4%)	64
9	Microscope optique de type LIECA DMLM	65
10	Microscope électronique à balayage (TESCANVEGA3)	66
11	Durometer Model MVK-H2 (Hardness Testing Machine).	67
12	Dimensions de l'éprouvette de traction.	68
13	L'éprouvette de traction	68
14	Machine essai de traction Mohr & Federhaff Losenhausen	69
15	Dimensions et forme de l'éprouvette Charpy en V	70
16	Éprouvette de résilience a) l'état reçu b) après traitement thermique c et d) après essai de résilience	71
17	Machine essai de résilience (Mouton pendule Charpy)	71
18	Schéma montrant l'analyse fractographique des échantillons de test de traction.	72
19	Schéma montrant l'analyse fractographique des échantillons de test de résilience.	72
Resultants et interpretation		
1	Micrographie optique et MEB d'acier reçu	75

2	Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement DQ, à différentes températures intercritiques a) 760 °C b) 800 °C	77
3	Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement IQ à différentes températures intercritiques a) 760 °C b) 800 °C	79
4	Microstructure Optique de l'acier X52 après traitement SQ, à différentes températures intercritiques a) 760 °C b) 800 °C	81
5	Fraction volumique de la martensite à différentes températures.	82
6	Micrographie par MEB de l'acier DP X70, après le traitement DQ a la température 800 °C a) sans laminage b) avec laminage (30%)	84
7	Evolution de la dureté en fonction de la température intercritique pour l'acier X70	85
8	Microstructure par Optique d'un acier DP au cours du revenu après SQT a 800 °C pour différentes températures a) T= 200°C b) T= 300 °C c) T= 400 °C	87
9	Microstructure par Optique d'un acier DP au cours du revenu après DQT a 800 °C pour différentes températures a) T= 200°C b) T= 300 °C c) T= 400 °C	88
10	Microstructure par Optique d'un acier DP au cours du revenu après IQT a 800 °C pour différentes températures a) T= 200°C b) T= 300 °C c) T= 400 °C	89
11	Les duretés HV10 de l'acier X70 après traitement DQ, IQ et SQ.	90
12	Évolution de propriété mécanique en fonction de la fraction volumique de martensite Pour différents traitement thermique (a) la limite d'élasticité (b) la résistance à la traction (c) l'allongement uniforme.	92
13	Facies de rupture de l'acier X70 selon le traitement IQ (a) T = 760 °C (b) T = 800 °C	96
14	Facies de rupture de l'acier X70 selon le traitement SQ (a) T = 760 °C (b) T = 800 °C	97
16	Facies de rupture de l'acier X70 selon le traitement DQ (a) T = 760 °C (b) T = 800 °C	98
16	Evolution de l'énergie absorbée lors d'un essai de Charpy à l'ambiante en fonction de la température intercritique pour différents traitements thermiques d'un acier X70	99
17	Evolution de la dureté en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour différents traitements thermiques a) T=760 °C b) T=800 °C	102
18	Evolution des propriétés mécaniques en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour traitement thermique DQ à : a) 760°C a) 800°C	104
19	Evolution des propriétés mécaniques en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour traitement thermique IQ à : a) 760°C a) 800°C	105
20	Evolution des propriétés mécaniques en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour traitement thermique SQ à : a) 760°C a) 800°C	106
21	Evolution des propriétés mécaniques en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour différents traitement thermique à 760 °C	107

22	Evolution des propriétés mécaniques en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour différents traitement thermique à 800 °C	108
23	Micrographies MEB de la surface de rupture pour différentes températures de revenu à 800 °C de DQT a) T= 300 °C b) T= 400 °C	110
24	Micrographies MEB de la surface de rupture pour différentes températures de revenu à 800 °C de IQT a) T= 300 °C b) T= 400 °C	111
25	Micrographies MEB de la surface de rupture pour différentes températures de revenu à 800 °C de SQT a) T= 300 °C b) T= 400 °C	112
28	l'évolution de l'énergie absorbée à la température ambiant en fonction des températures de revenu d'un acier X70 à a) T= 760 °C b) T= 800 °C	114



**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'écroutissage initial élevé et d'un bon allongement [1, 2]. Il est bien connu que les propriétés mécaniques des aciers à haute limite élastique sont largement déterminées par leurs microstructures. Dans les aciers dual phase ferrite-martensite, la ferrite assure une formabilité élevée, alors que la martensite dure offre une résistance considérable.

La microstructure recherchée peut être obtenue par recuit intercritique dans le domaine (ferrite+austénite) suivi d'un refroidissement rapide permettant d'assurer la transformation de l'austénite, qui s'est formée au cours du maintien entre A_{c1} et A_{c3} , en martensite. On sait que, outre la fraction volumique de la martensite, la contrainte et la ductilité de l'acier (FMDP) sont influencées par un certain nombre d'autres variables microstructurales, telles que la taille des grains, la morphologie et la distribution de la martensite et la composition chimique de l'acier [3,4]. Jusqu'à présent, l'attention a été consacrée à l'importance de la fraction volumique de la martensite sur la résistance et la ductilité, et l'influence de la morphologie de la martensite sur les propriétés mécaniques [5, 6].

La morphologie de la martensite constitue elle aussi un paramètre influant. La situation peut devenir plus compliquée si le laminage à chaud est effectué dans le domaine de température intercritique [7]. Les effets de la microstructure sur le comportement mécanique des aciers DP ont été étudiés dans de nombreuses recherches [3,4]. Une combinaison optimale de haute résistance et ductilité avec une forte résilience a été trouvée dans la phase de ferrite et de martensite finement dispersée.

Le laminage intercritique peut être défini comme le processus de laminage dans lequel la déformation est effectuée dans la plage de température de transformation ($\alpha+\gamma$). Les chercheurs sont divisés dans leur opinion sur l'effet du laminage intercritique pour l'amélioration des propriétés mécaniques. Pour certains le laminage intercritique est indésirable parce qu'il implique différents défauts métallurgiques tels que grossissement anormal du grain, de la structure à

grain mixte, structure ferritique déformée, et une anisotropie planaire des propriétés mécaniques. En outre, même parmi ceux qui prétendent l'effet d'amélioration du laminage intercritique ils essaient d'exploiter cet effet bénéfique seulement sur des applications limitées. La raison de cette divergence d'opinion est que le comportement de la ferrite pendant et après déformation dans le domaine intercritique n'a pas encore été étudié suffisamment pour permettre une pleine compréhension de l'effet du laminage intercritique. [8]

Pour améliorer l'allongement et la formabilité des aciers DP, un processus de revenu pourrait être proposé. Au cours du revenu, des changements de microstructure entraînent une amélioration des propriétés des phases martensitique et ferritique [9,10]. Il active la diffusion du carbone et affecte la redistribution du carbone dans la microstructure. La dureté de la martensite diminue avec l'augmentation de la température due à la diffusion des atomes de carbone à partir de leurs sites de réseau interstitiels pour former des précipités de carbure de seconde phase. Les effets des températures de revenu sur la microstructure et les propriétés mécaniques correspondantes des aciers DP ont également été remarqués par Anazadeh et al. [9]

Après trempe intercritique, le revenu est généralement appliqué pour modifier les propriétés mécaniques des aciers DP [11]. Les effets du revenu sur la microstructure et les propriétés mécaniques des aciers DP ont été rapportés et révèlent que l'influence de revenu sur les caractéristiques des aciers DP sont affectées par la composition chimique, la fraction volumique de martensite, l'austénite retenue et les paramètres de revenu [12]. Les comportements d'élasticité sont significativement affectés par les températures de revenu, où les aciers DP effectuent un discontinu lors du revenu à plus de 300 °C et la limite d'élasticité augmente d'abord, puis diminue avec l'augmentation de la température de revenu, tandis que la résistance à la traction et l'allongement changent légèrement jusqu'au revenu à des températures élevées [13-15]. Li et coll. [16] ont constaté que la résistance à la traction avait une relation linéaire avec le rapport de nanodureté de la martensite et de la ferrite. De plus, la réduction de la différence de nanodureté entre les deux phases pourrait effectivement retarder la formation de vide dans la martensite [17]. Cependant, la plupart des travaux à ce jour ont été axés sur l'influence des paramètres de revenu sur les aciers DP avec un certain nombre de phases constitutives, et il existe peu d'études portant sur les effets synergiques de la teneur en ferrite et de la température de revenu sur la mécanique.

Dans ce travail, les aciers DP avec différente fraction et morphologie de martensite ont été produits par recuit intercritique aux températures 760 et 800 °C pendant trente minute. Les aciers DP générés ont subi un revenu à différentes températures allant de 200 à 500 °C pendant une heure. Par la suite, des examens de métallographie et des essais de dureté et des essais de traction et résilience ont été effectués.

Pour répondre aux objectifs 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 de 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.

Le deuxième chapitre est consacré aux aciers dual-phases qui font 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 aux propriétés mécaniques.

Dans le troisième chapitre, nous allons présenter 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 thermique, la réalisation des traitements thermiques pour obtenir des aciers DP, la caractérisation des échantillons après traitement thermique, essais de traction et résilience sur les différents échantillons. Ce chapitre va comprendre aussi, la composition chimique de acier HSLA X70 utilisés.


Le quatrième chapitre, regroupe les résultats de caractérisation et microstructure, que nous avons obtenu pour L'acier X70 et des discussions portant sur les résultats observés lors de cette étude.

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

Références

- [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] FERREIDUNI, 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] DAS, D., CHATTOPADHYAY, P. P. Influence of martensite morphology on the work-hardening behavior of high strength ferrite–martensite dual-phase steel, *Journal of Materials Science*, 2009, Vol 44, 11, pp.2957-2965.
- [4] SAEIDI, N., ASHRAFIZADEH, F., NIROUMAND, B. Development of a new ultrafine grained dual phase steel and examination of the effect of grain size on tensile deformation behaviour, *Materials Science and Engineering A*, 2014, Vol. 599, pp. 145-149.
- [5] HAYASHI, K., MIYATA, K., KATSUKI, F., ISHIMOTO, T., NAKANO, T. Individual mechanical properties of ferrite and martensite in Fe–0.16 mass% C–1.0 mass% Si–1.5 mass% Mn steel. *Journal of alloys and Compounds*, 2013, vol. 577, pp. 593-596.
- [6] KARMAKAR, A., GHOSH, M., CHAKRABARTI, D. Cold-rolling and inter-critical annealing of low-carbon steel: Effect of initial microstructure and heating-rate. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, vol. 564, pp. 389-399.
- [7] NIAKAN, H., NAJAFIZADEH, A. Effect of niobium and rolling parameters on the mechanical properties and microstructure of dual phase steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2010, vol. 527, no 21-22, p. 5410-5414.
- [8] HOSSEINIFAR, F., EKRAMI, A. The effect of cold-rolling prior to the inter-critical heat treatment on microstructure and mechanical properties of 4340 steel with ferrite–Martensite microstructure. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, p. 142314.

- [9] ANAZADEH, S. A. KHERIANDISH, S. H. Affect of the tempering temperature on the microstructure and mechanical properties of dual phase steels. *Mater. Sci. Eng.*, 2012, vol. 532, 1, pp. 21-25.
- [10] GÜNDÜZ, S. Effect of chemical composition, martensite volume fraction and tempering on tensile behaviour of dual phase steels. *Mater. Lett.*, 2009, vol. 63, 27, pp 2381-2383.
- [11] KAMP, A., CELOTTO, S., HANLON, D. N. Effects of tempering on the mechanical properties of high strength dual-phase steels. *Mater. Sci. Eng. A*, 2012, 538, pp. 35–41.
- [12] KUANG, C. F., LI, J., ZHANG, S. G., WANG, J., LIU, H. F., VOLINSKY, A. A. Effects of quenching and tempering on the microstructure and bake hardening behavior of ferrite and dual phase steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 613, p. 178-183.
- [13] SAYED, A. A., KHEIRANDISH, S. Affect of the tempering temperature on the microstructure and mechanical properties of dual phase steels. *Mater. Sci. Eng. A*, 2012, vol. 532, pp. 21–25.
- [14] HERNANDEZ, V. B., NAYAK, S. S., ZHOU, Y. Tempering of martensite in dual-phase steels and its effects on softening behavior. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2011, vol. 42, no 10, p. 3115.
- [15] SIRINAKORN, T., UTHAISANGSUK, V., SRIMANOSAOWAPAK, S. Effects of the tempering on mechanical properties of dual phase steels. *J. Met. Mater. Miner.*, 2014, vol. 24, pp. 13–20.
- [16] LI, H., GAO, S., TIAN, Y., TERADA, D., SHIBATA, A., TSUJI, N. Influence of tempering on mechanical properties of ferrite and martensite dual phase steel. *Mater. Today Proc.* 2015, vol. 2, pp. 667–671.
- [17] AZUMA, M., GOUTIANOS, S., HANSEN, N., WINTHER, G., HUANG, X. Effect of hardness of martensite and ferrite on void formation in dual phase steel. *Mater. Sci. Technol.*, 2012, vol. 28, pp. 1092–1100



**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]. Par exemple, l'énergie absorbée lors d'un essai de résilience est effectués à l'aire sous la courbe de traction contrainte-déformation (**Figure. I.1**).

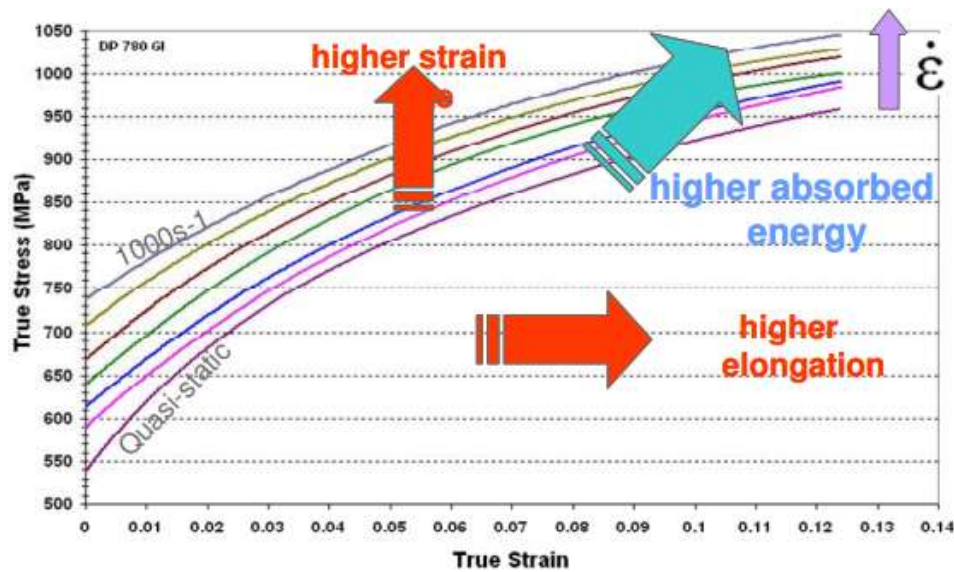


Figure. I.1 : Facteurs affectant une énergie absorbée [3]

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 que 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 recrystallise totalement et très finement. Dès l'achèvement de la recrystallisation, 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 recrystallisés et une précipitation de carbures et/ou nitrures au sein de l'austénite [6].

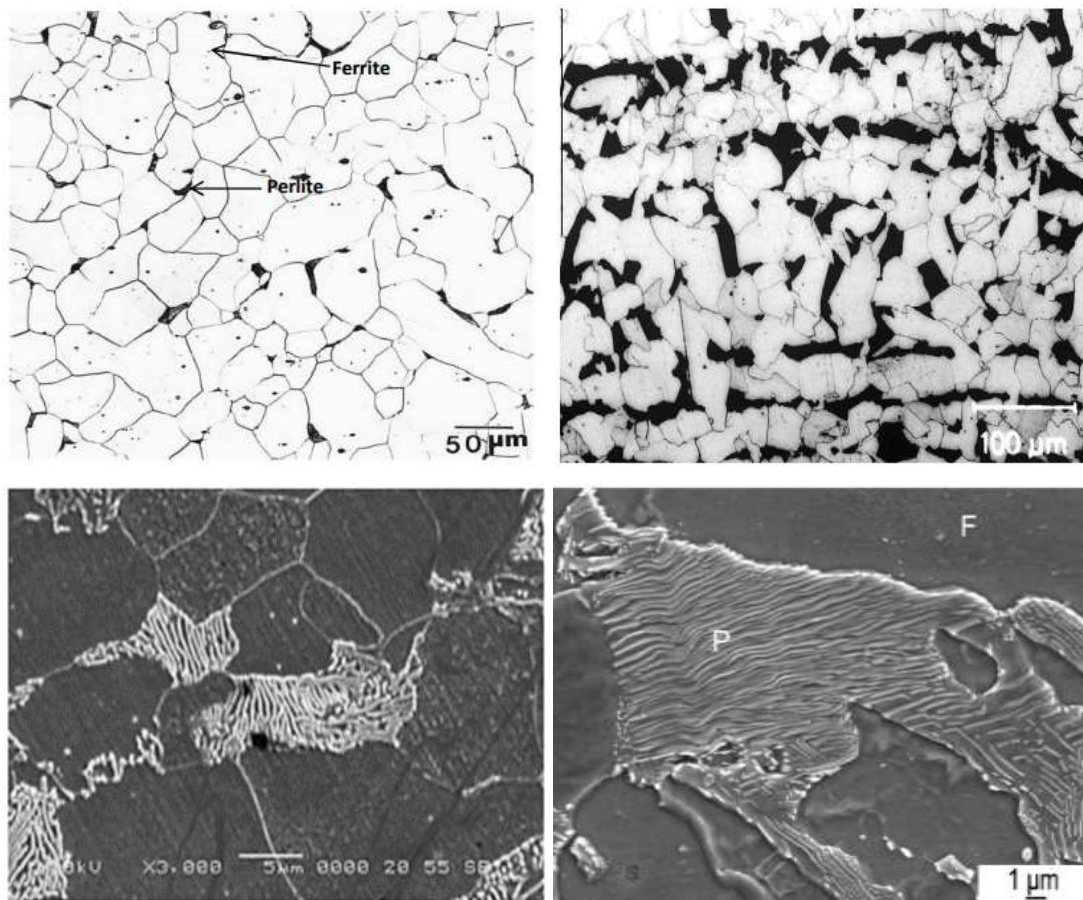


Figure. I.2 : acier microalliés ferrito-perlitique [7-9]

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. [10, 11]

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. [12]

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.

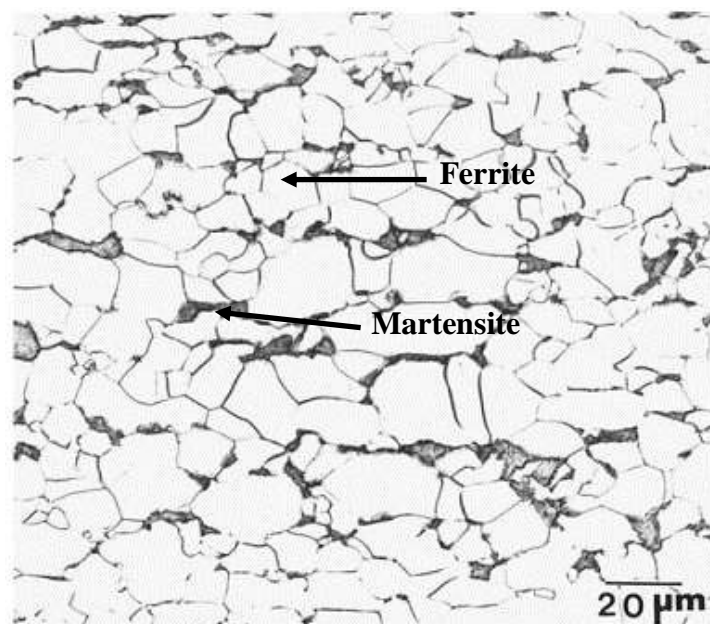


Figure. I.3 : La microstructure de dual-phase [7]

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

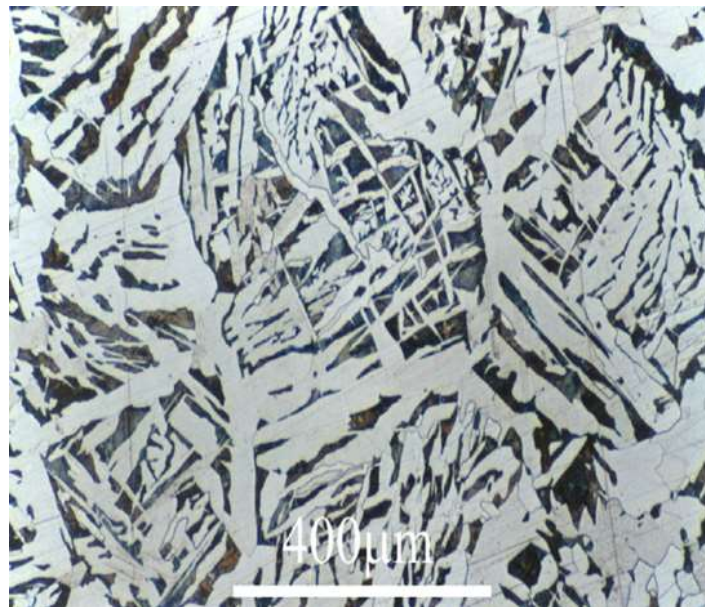


Figure. I.4 : acier de ferrite aciculaire [7]

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.

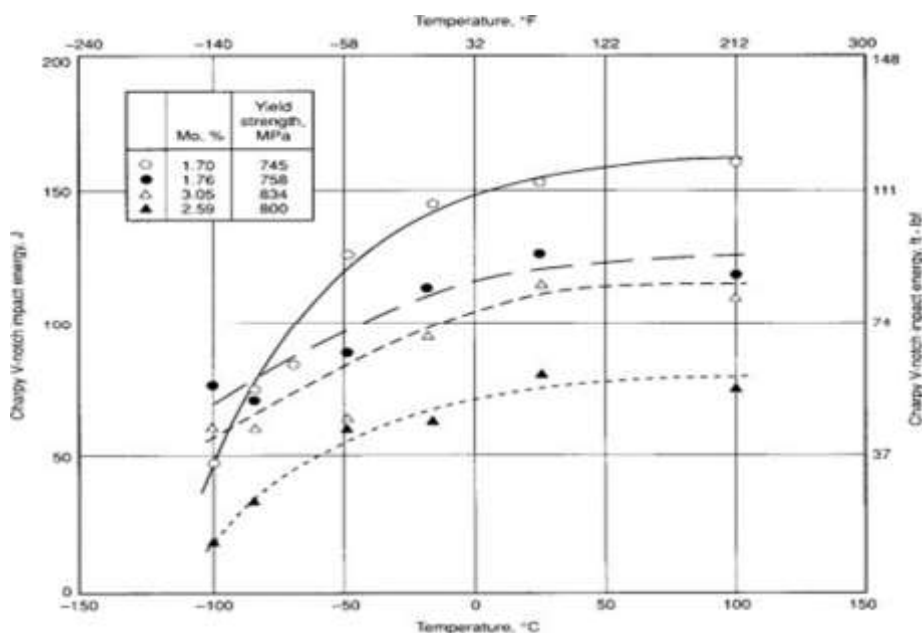


Figure. I.5 : Evolution de la résilience en fonction de la température pour un acier de ferrite aciculaire [13]

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 [13].

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, X70, 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.

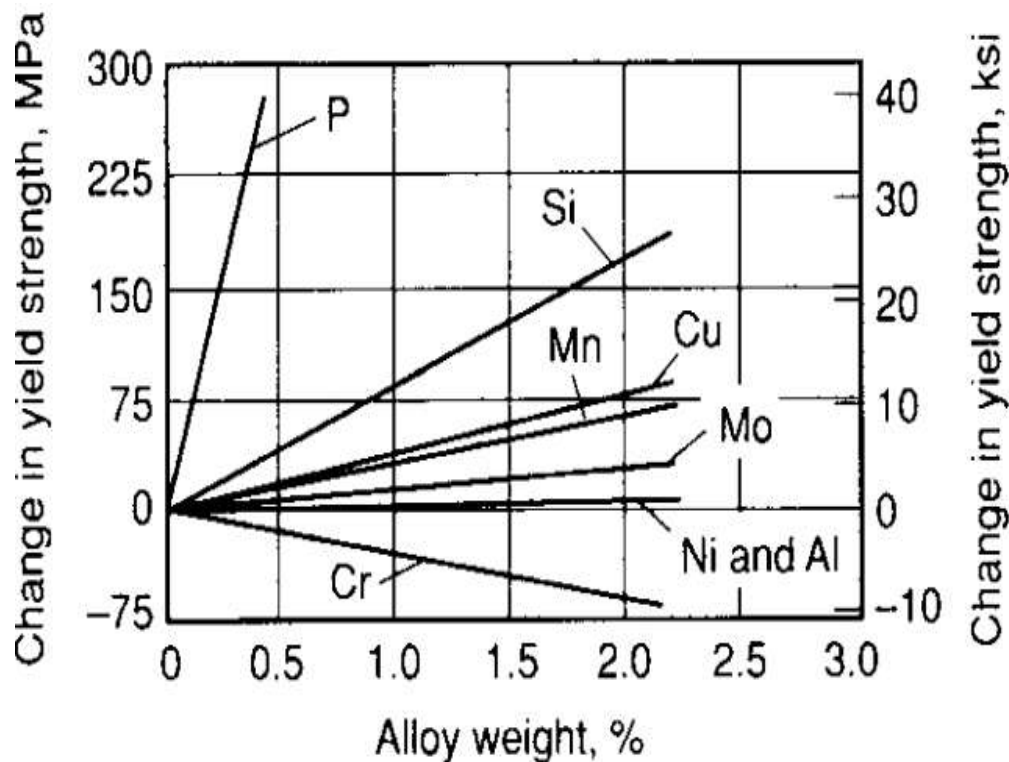


Figure. I.6 Durcissement de la solution-solide de la ferrite. [12]

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.

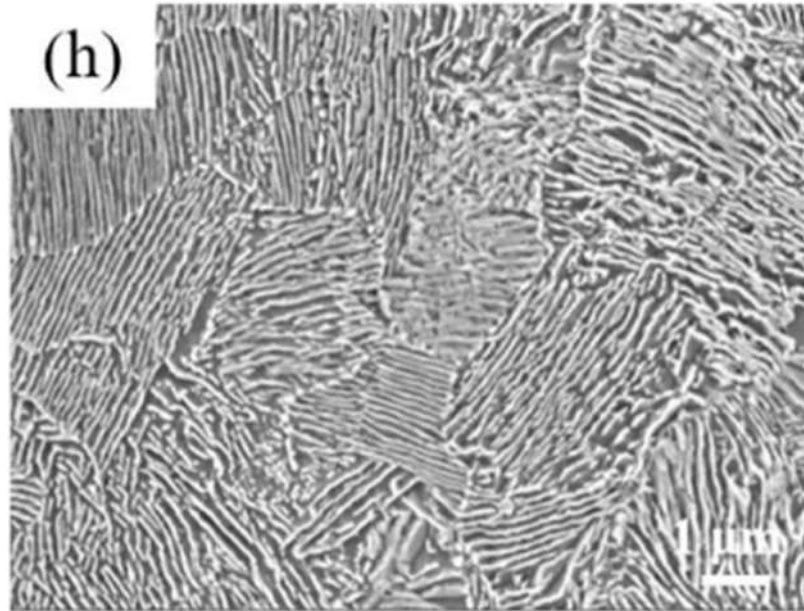


Figure. I.7 acier perlitiques de construction laminés. [14]

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 [32].

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 $Ac3 + 30$ ° 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 [15].

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 ° C. [16]

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 [15].

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. [17]

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. [18]

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. [19]

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. [20]

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. [20]

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. [21, 22]

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). [23]

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. [24]

Tableau I.1 : Rôle métallurgique des principaux éléments dispersoïdes [23]

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 [25] :

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 Caractérisation des aciers

Pour permettre la caractérisation des aciers, les 3 critères principaux sont les caractéristiques physiques, mécaniques et chimiques [26].

I.7.1 Caractéristiques physiques

La dilatation est une caractéristique physique forte importante pour le constructeur métallique. Le coefficient de dilatation linéaire de l'acier est 12×10^{-6} 1/K [26].

I.7.2 Caractéristiques mécaniques

Parmi les caractéristiques mécaniques des aciers, les plus couramment utilisées pour une application dans la construction métallique sont :

❖ **Limité d'élasticité : R_e en N/mm² ou MPa**

C'est la limite de la charge au-delà de laquelle le métal se déforme de façon irréversible c'est-à-dire qu'il ne retrouve plus sa géométrie initiale ; la déformation n'est plus élastique et subsiste, elle devient plastique. Elle sert au calcul à la contrainte des éléments travaillant à la flexion, au cisaillement, au flambement [26].

❖ **Résistance à la traction (rupture) : R_m en N/mm² ou MPa**

C'est la plus grande force que le métal peut supporter en traction avant rupture. Elle sert au calcul de fatigue [26].

❖ **Allongement à rupture : A en %**

C'est l'allongement maximal tolérable avant la rupture [26].

❖ **Module d'élasticité : E en N/mm²**

Exprimant la rigidité du métal, c'est le facteur de proportion entre une contrainte appliquée à une barre et l'allongement relatif de cette barre dans le domaine plastique [26].

❖ **Résilience : KCV en J/cm²**

C'est une caractéristique qui permet d'apprécier la résistance d'un métal à une rupture brutale ; l'essai consiste à rompre à l'occasion d'un choc unique une section métallique entaillée en son milieu, reposant sur 2 appuis et sollicitée en flexion.

Il s'agit d'un des principaux critères de choix de qualité d'acier pour les constructions soudées [26].

❖ **Dureté**

C'est la résistance à la déformation. Cette caractéristique permet d'estimer les propriétés mécaniques d'un métal. En effet, des correspondances entre les résultats de mesure de dureté et le niveau de résistance (essentiellement à la traction) ont été établies ; elles dépendent de la nature du métal de base [26]

❖ **L'essai de traction**

Il consiste à soumettre une éprouvette d'acier à une charge d'acier progressivement de plus en plus grande jusqu'au moment de la rupture. Le moment à partir duquel le métal subit une déformation est appelé la limite élastique. La rupture, qu'on appelle la charge de rupture, est la charge maximale que peut supporter un acier sans subir de modification. Une fois ces limites atteintes, on mesure la section initiale de l'éprouvette en méga Pascals (MPa). On mesure aussi l'allongement de l'éprouvette au moment de la rupture, et la striction qui est le rapport entre la section de l'éprouvette au niveau de la rupture et de sa section initiale. Un acier doux, qui est celui le plus répandu a une charge de rupture proche de 350MPa, mais il est courant d'utiliser des aciers dont la charge de rupture dépasse les 1000MPa. A l'heure actuelle, nous sommes capables de créer des aciers spéciaux résistant à des charges de plus de 3000Mpa [27].

I.7.3 Caractéristiques chimiques

Les métaux sont susceptibles de réagir chimiquement une fois en contact avec d'autres éléments. Lorsqu'il y a altération, on parle de corrosion.

La teneur des éléments qui le composent est donnée par les normes ou par les catalogues des producteurs.

La réactivité des aciers avec leur environnement est importante. La corrosion atmosphérique dépend de l'humidité relative et de la pollution de l'air. Elle engendre une dégradation du matériau en termes d'épaisseur, de poids et par conséquent de performances [27].

❖ Ténacité

C'est la capacité d'un métal à résister à la propagation brutale d'une fissure. Comme il est pratiquement impossible de garantir qu'une construction ne comporte aucun défaut, il est indispensable de prendre en compte ces défauts pour estimer la taille critique de ces défauts au-delà de laquelle ils seront responsables de la rupture et en deçà de laquelle la rupture serait évitée [27].

I. 8 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. 9 Le laminage à chaud des aciers HSLA

Le laminage à chaud s'impose pour deux raisons capitales [28] ; la première est que la résistance à chaud du métal décroît très rapidement avec la température. La seconde est d'ordre métallurgique. Le laminage à froid provoque un écrouissage du métal.

Le laminage ne peut se poursuivre au-delà de la limite de rupture, par ailleurs l'écrouissage peut entraîner un dépassement des capacités de puissance du système de laminage à froid. En pratique, les premières séries de réductions commencent à chaud afin d'atteindre facilement de fortes déformations du matériau et d'ajuster les propriétés métallurgiques du produit. Le passage à froid est ensuite nécessaire pour obtenir les caractéristiques géométriques et mécaniques adéquates, ainsi qu'un bon état de surface. Les cages des laminoirs sont généralement « quarto », composées de deux cylindres de travail de faible diamètre (de l'ordre de 10 cm), assurant le laminage, et de deux cylindres

d'appui de diamètre plus grand, de la cage (vis de serrage, vérins, etc.) permettent de régler l'épaisseur correcte en sortie d'emprise. Le laminage à froid est généralement réalisé sur laminoirs réversibles multicylindres, où plusieurs cages se succèdent, on parlera d'un train de laminage sont disposées de chaque côté des cages pour assurer la traction et contre traction de la bande. Le laminage s'effectue sous film d'huile minérale afin de faciliter l'écoulement du métal, éliminer la chaleur produite par le laminage et lubrifier les équipements internes de la cage de laminage. A froid, un traitement thermique peut être fait pour restaurer la structure et éviter la rupture par endommagement. Au contraire pendant le laminage à chaud, la recristallisation dynamique s'effectue au cours de la déformation tant que la température du produit le permet. Le laminage à froid n'est nécessaire généralement que pour obtenir des tolérances serrées, et un bon état de surface. D'un point de vue pratique, la différence entre le procédé à chaud et le procédé à froid tient donc surtout à la différence des géométries des produits qu'ils traitent. En l'occurrence, plus épais pour les laminages à chaud et plus minces pour les laminages à froid. [29]

I. 10 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 procédés 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 produit un état de satisfaction pour une longue liste d'applications.

I.10.1 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 [30].

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'oléoducs et de gazoducs. Il s'agit notamment de soudabilité, la ténacité et la résistance à la corrosion, qui sont remplies par les aciers HSLA.

I.10.2 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. [31]

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] SOOMRO, I. A. ABRO, M. I., BALOCH, M. M. Effect of intercritical heat treatment on mechanical properties of plain carbon dual phase steel. Mehran University Research Journal of Engineering & Technology, 2018, vol. 37, no 1, p. 149-158.
- [10] ZUIDEMA, B. K., DENNER, S. G., ENGL, B., et al. New high strength steels applied to the body structure of ULSAB-AVC. 2001.

- [11] 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.
- [12] *Metals handbook Vol.1 «Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys»*, ASM International, USA, 2005.
- [13] 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.
- [14] 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.
- [15] 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.
- [16] 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.
- [17] 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.
- [18] OMALE, J. I., OHAERI, E. G., TIAMIYU, A. A., ESKANDARI, M., MOSTAFIJUR, K. M., SZPUNAR, J. A. Microstructure, texture evolution and mechanical properties of X70 pipeline steel after different thermomechanical treatments. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, vol. 703, p. 477-485.
- [19] 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.

- [20] 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.
- [21] 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.
- [22] BALIAN, R., BACH, J. F., BACCELLI, F. 2. Mise en forme et mise en oeuvre. In: *La métallurgie*. EDP Sciences, 2021. p. 43-46.
- [23] GRUMBACH, M. Aciers microalliés, *Technique de l'ingénieur*, M4525 v1, 10 déc. 2000.
- [24] 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.
- [25] 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.
- [26] PRENTICE, Hall., ENLEWOOD, Cliffs., CHAWLA, M.A. *Tensile Testing, Mechanical Metallurgy*, 1984, vol. 16, pp. 559-599.
- [27] BAÏLON, J. P., DORLOT, J. M. *Des matériaux*. Presses inter Polytechnique, 2000.
- [28] LU, J., YU, H., YANG, S. Mechanical behavior of multi-stage heat-treated HSLA steel based on examinations of microstructural evolution. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 803, p. 140493.
- [29] 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.

[30] 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.

[31] 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.

[32] 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.



**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].

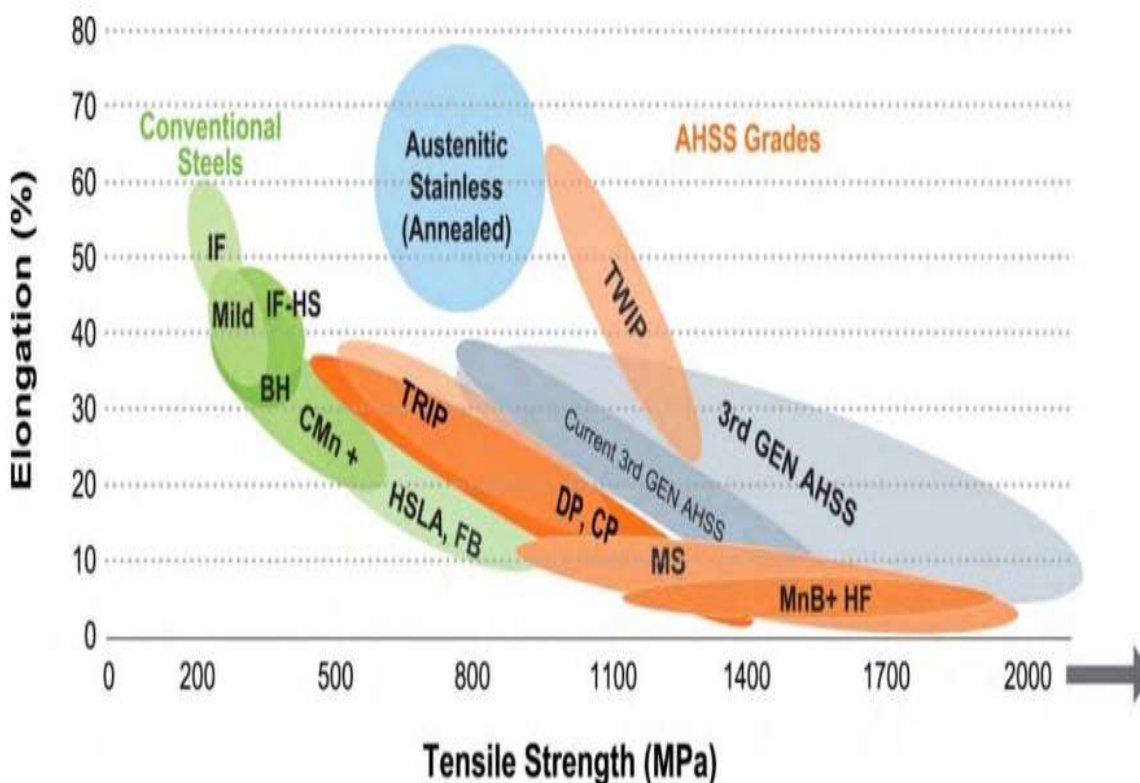


Figure. II.1 : Schéma de différentes nuances d'acier dans une carte d'allongement par rapport à la résistance à la traction. [3]

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]

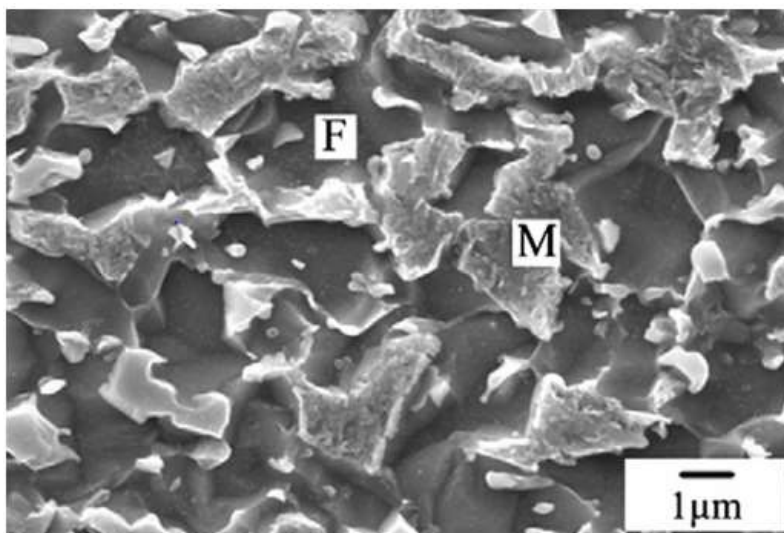


Figure II.2 : La microstructure de Dual-phase [4]

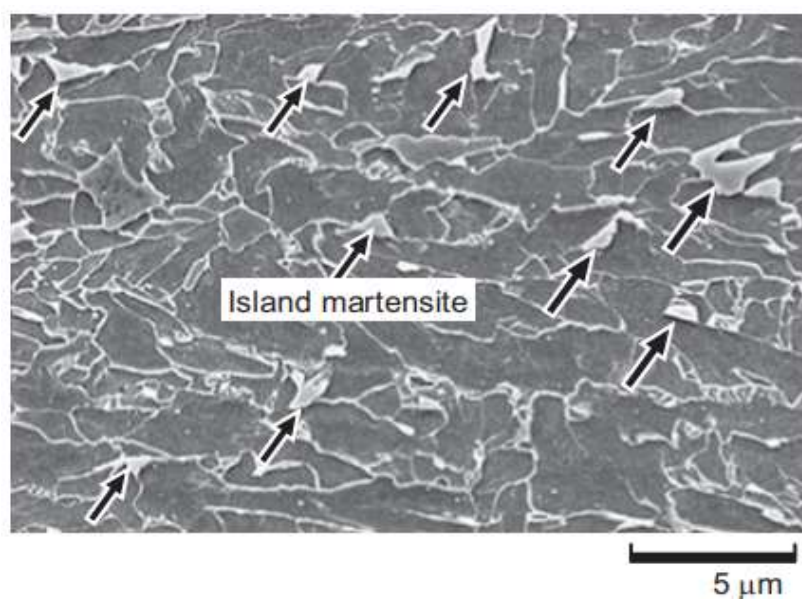


Figure II.3 : La microstructure de Dual-Phase laminé à chaud. [5]

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.

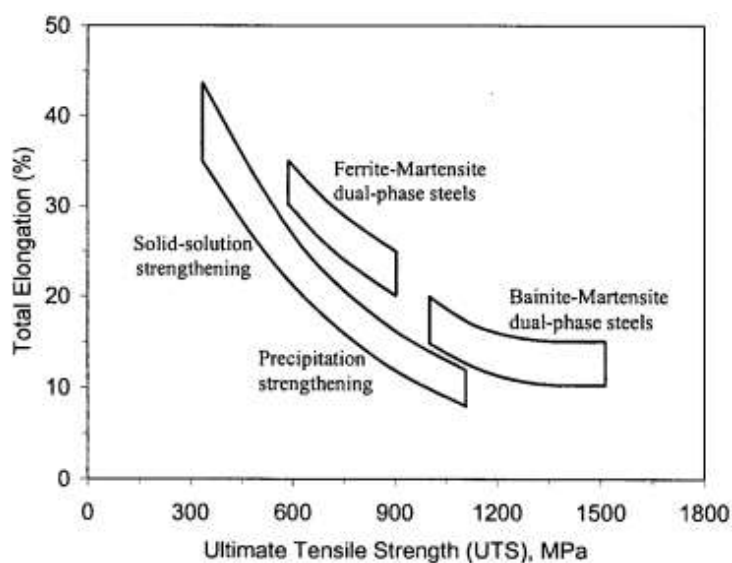


Figure.II.4 : Résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual-phase comparés à d'autres aciers faiblement alliés [6].

II.2.3 Production des aciers Dual Phases

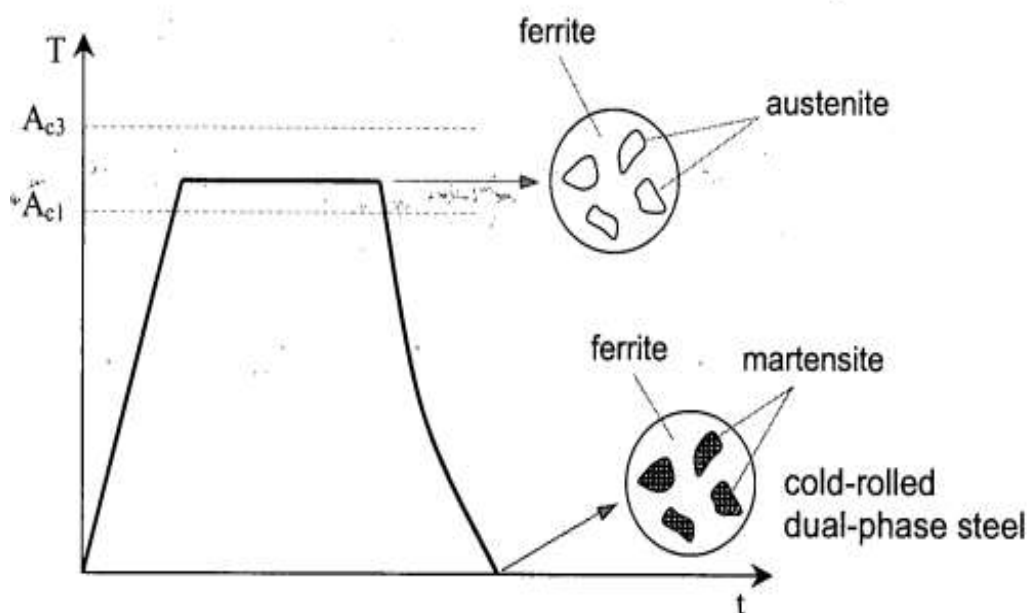


Figure. II.5 : Un diagramme schématique montrant la production d'un acier dual-phase [7].

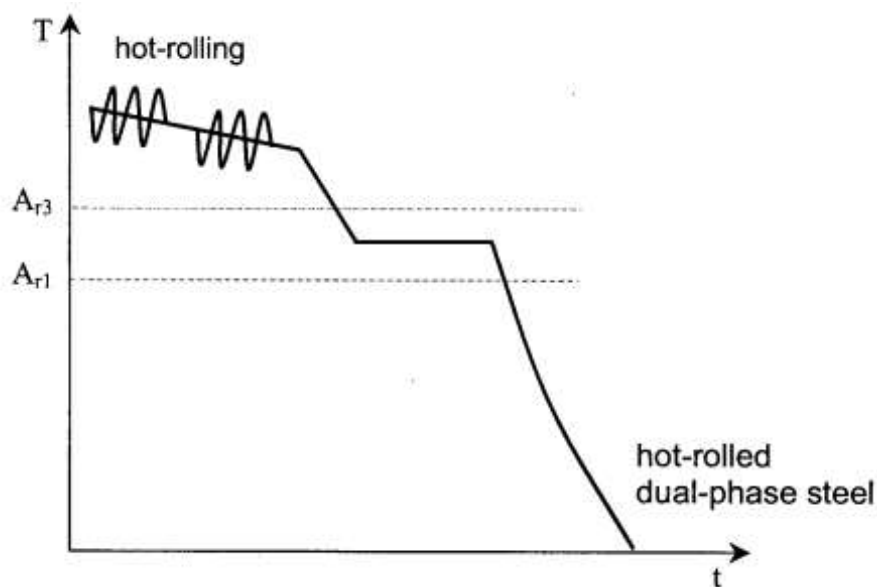


Figure. II.6 : Un diagramme schématique montrant la production d'un acier dual-phase laminés à chaud [7].

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 [8], le processus de laminage à chaud a lieu dans la région austénitique et l'acier est ensuite refroidi dans la gamme 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.

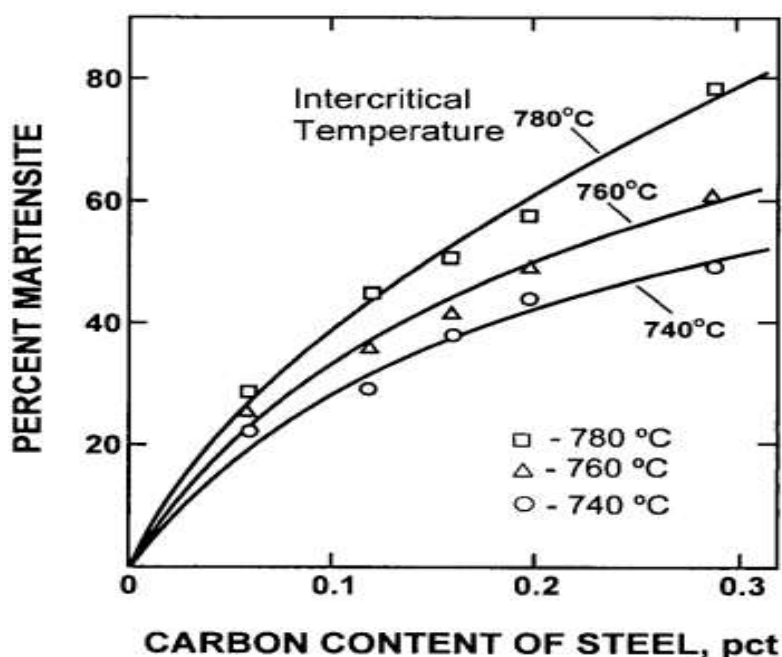


Figure. II.7 : Pourcentage de martensite dans un acier dual-phase à 1.5%Mn en fonction de la concentration en carbone et la température intercritique [9]

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 (γ) formé à une température intercritique fixe est indépendante de la teneur en carbone d'acier (par exemple 0.49% et 0.24% pour les deux des aciers à 770 ° C et 825 ° C, respectivement). Cependant, la fraction d'austénite est une fonction de la concentration en carbone de l'acier, plus élevée la concentration en carbone de l'acier ; la plus grande est la teneur en austénite. 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 :

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

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

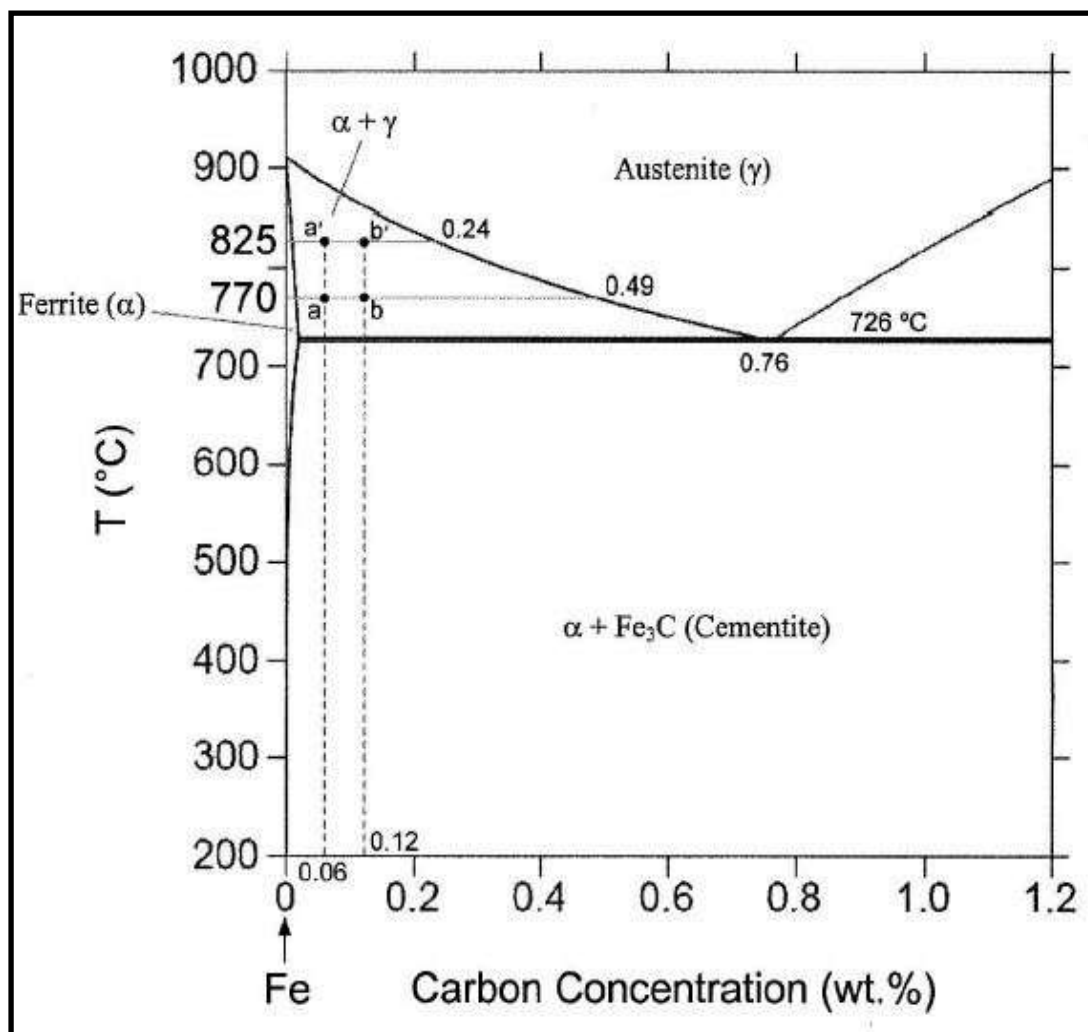


Figure. II.8 : diagramme Fe-C montrant l'effet de la concentration en carbone dans l'acier et la température intercritique sur la quantité de l'austénite formée.

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.

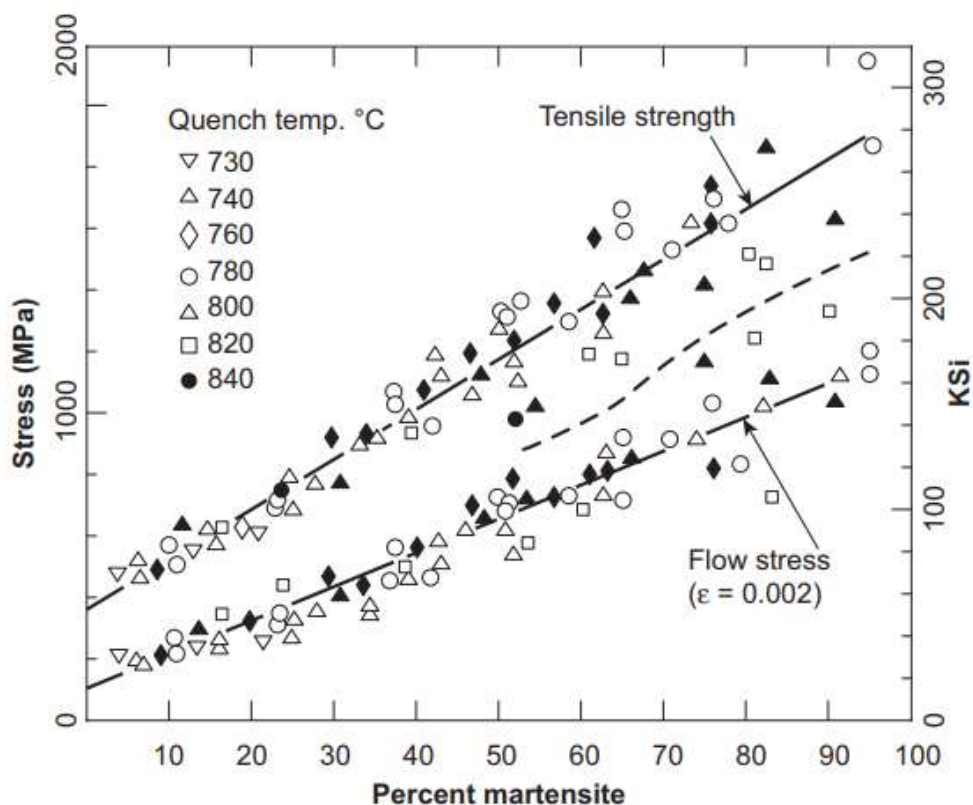


Figure. II.9 : Effet du volume de martensite sur la limite d'élasticité et la résistance à la traction de l'acier dual phase [4]

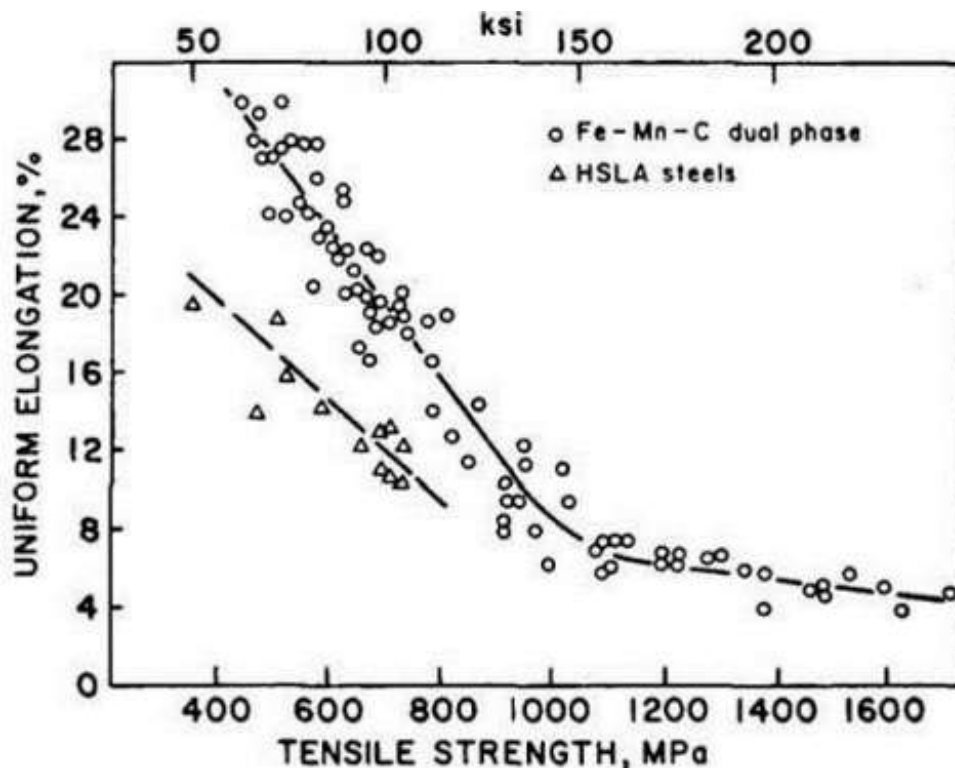


Figure. II.10 : Allongement uniforme en fonction de la résistance à la traction pour les aciers HSLA standard et les aciers dual phases Fe-Mn-C [10]

La Figure II.9 montre que la limite d'élasticité d'un acier DP augmente également linéairement avec l'augmentation de la fraction volumique de martensite. Parce que la ductilité de la matrice de ferrite est principalement responsable de la déformation qui se produit dans les matériaux, la distribution ou la taille des « îlots » de la martensite a un effet sur l'allongement uniforme et la résistance à la traction, tandis que la taille des grains de ferrite et fraction volumique de martensite peut influencer directement sur la limite d'élastique. Il a été suggéré que la combinaison optimale de résistance et de formabilité est obtenue par une distribution très fine des îlots de martensite et la taille de grain de ferrite très fine. DP600 et DP780/800 sont largement utilisés dans l'industrie automobile. [4] Il a également tracé l'allongement uniforme en fonction de la résistance à la traction, comme la montre la Figure. II.10. Comme nous pouvons le voir, à un niveau de résistance donné, les aciers DP ont une ductilité supérieure aux aciers HSLA standard, et l'allongement uniforme diminue avec l'augmentation de la résistance à la traction, comme on peut s'y attendre. [10]

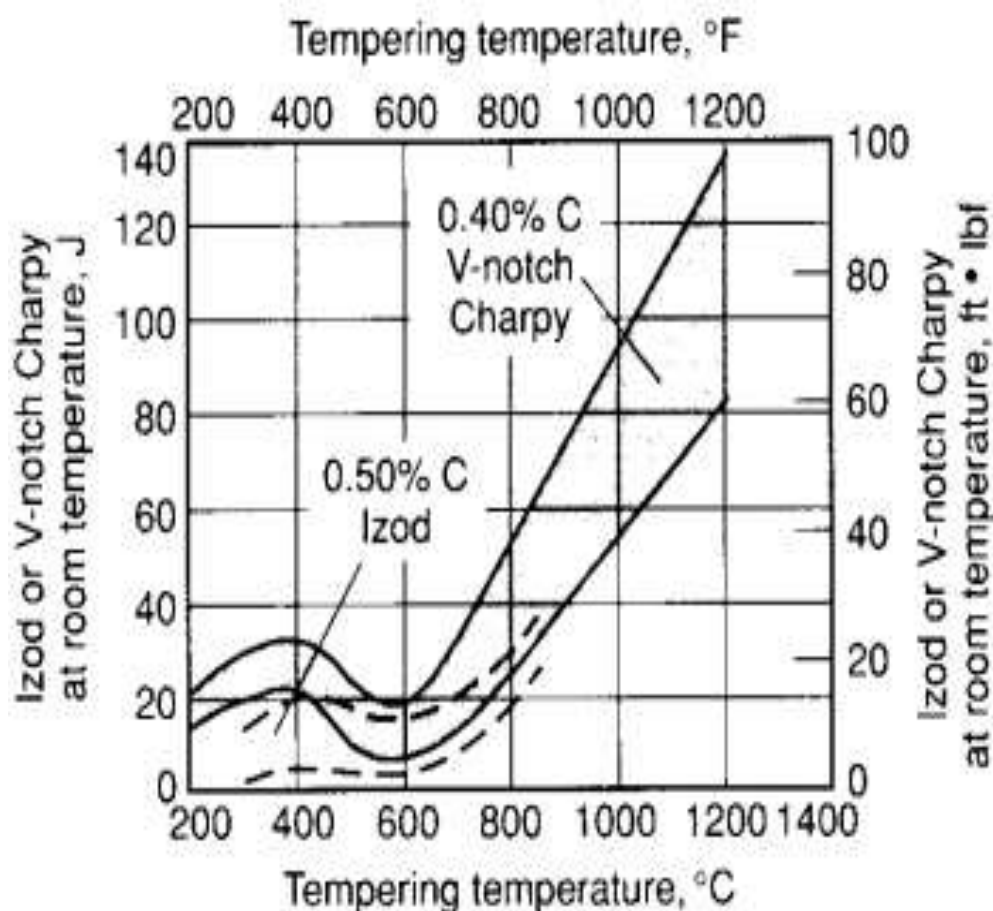


Figure. II.11 : Ténacité aux chocs en fonction de la température de revenu des aciers faiblement alliés à moyenne teneur en carbone. [11]

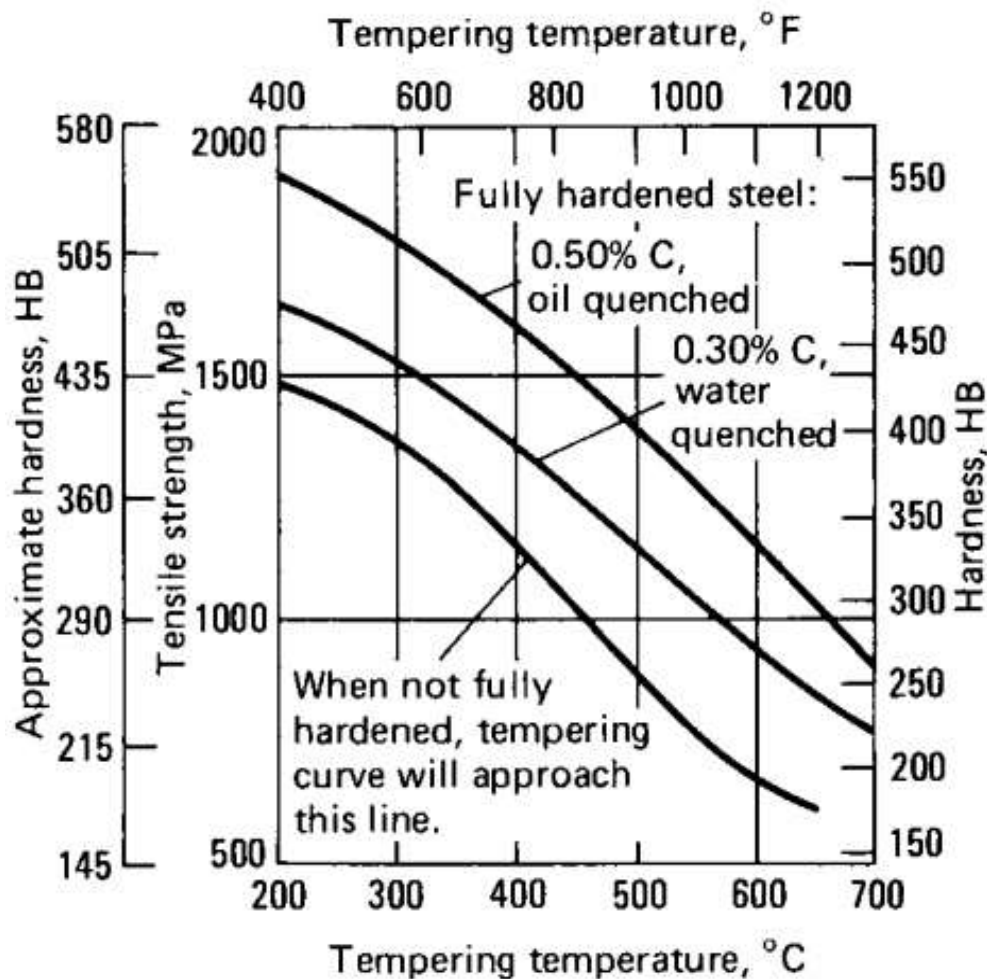


Figure. II.12 : Effet de la température de revenu sur la résistance à la traction et la dureté des aciers au carbone et alliés trempés avec des teneurs en carbone de 0,50 et 0,30 %. [11]

La Figure. II.11 présente la ténacité aux chocs en fonction de la température de revenu des aciers faiblement alliés à moyenne teneur en carbone, La Figure. II.11 montre que la ténacité peut en fait diminuer si les aciers sont trempés dans le domaine de 260 à 370 °C. Cette diminution de la ténacité est appelée fragilisation martensitique trempée. L'effet de la température de revenu sur la résistance à la traction et la dureté est illustré à la Figure. II.12, la Figure. II.12 montre que la température de revenu augmente, la résistance à la traction et la dureté diminuent.

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 α et γ 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 [12].

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.

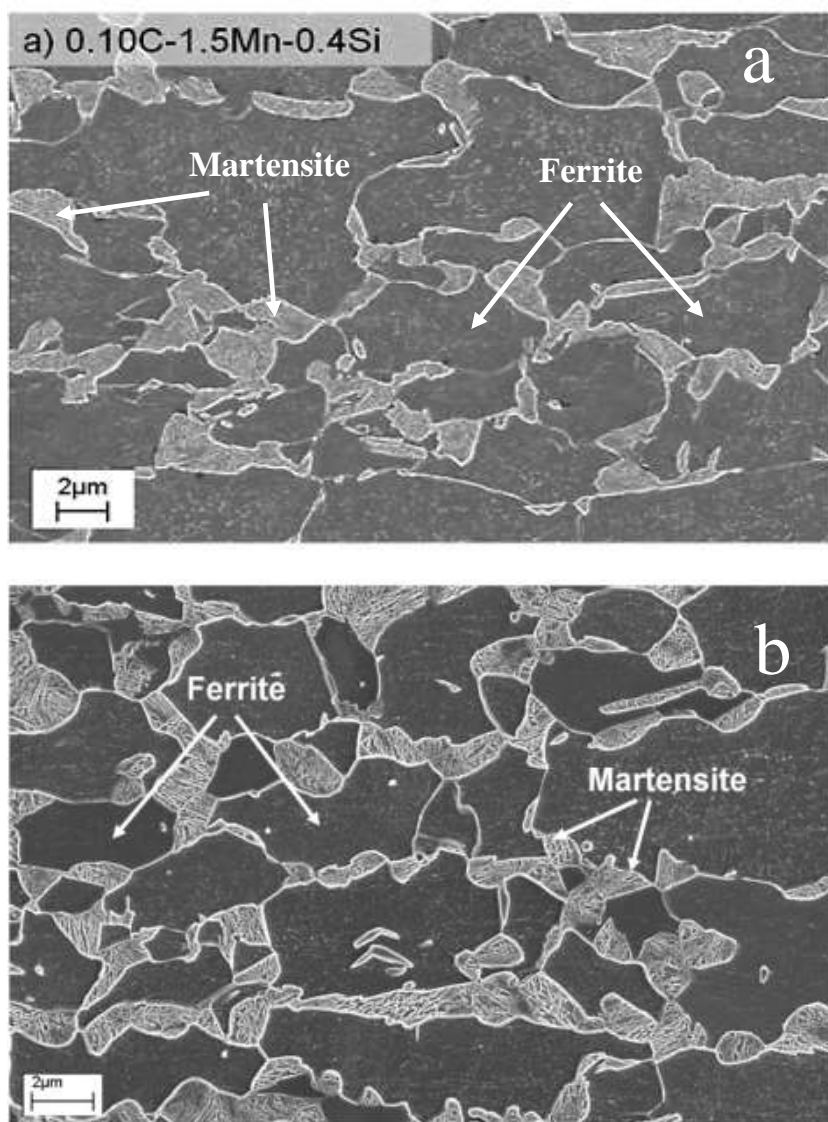


Figure. II.13 : Structure Dual-phase obtenue après recuit intercritique à la température
a) 760 °C b) 800 °C. [12]

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 [12].

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 ferritiques, mais la densité de dislocation dans la ferrite est très grande proximité de l'interface ferrite / martensite.

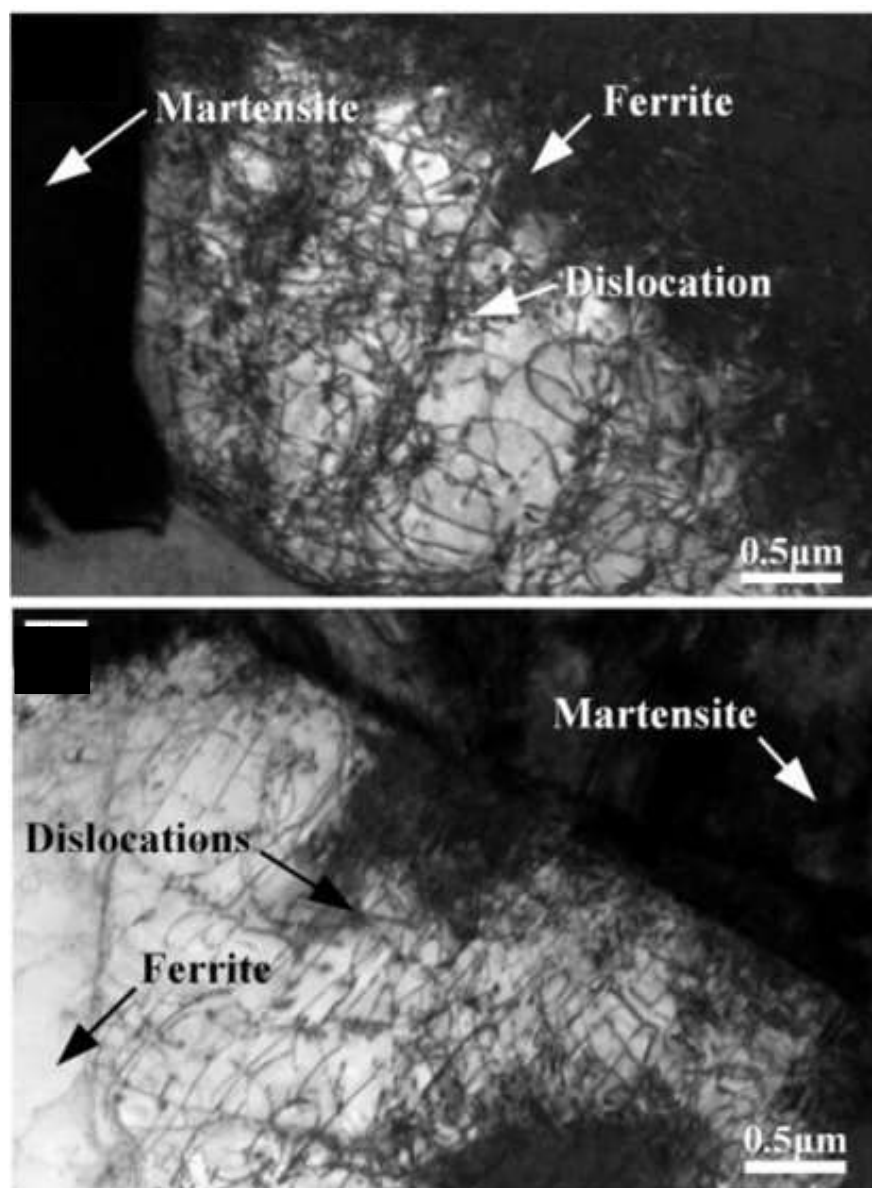


Figure. II.14 Micrographie, obtenue en microscopie électronique à transmission, montrant les dislocations dans l'interface ferrite/martensite. [13]

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. [14]

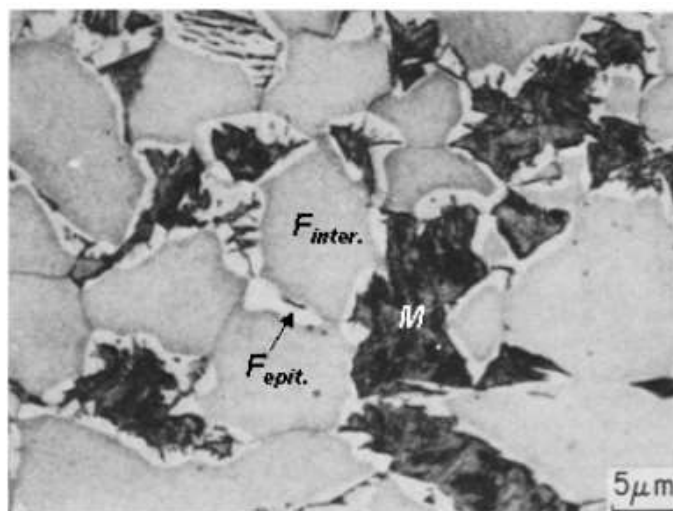


Figure. II.15 : Micrographie optique montrant les deux types de ferrite dans un acier DP : Gris = ferrite intercritique, Blanc = ferrite epitaxiale, Noir = martensite. [14]

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.

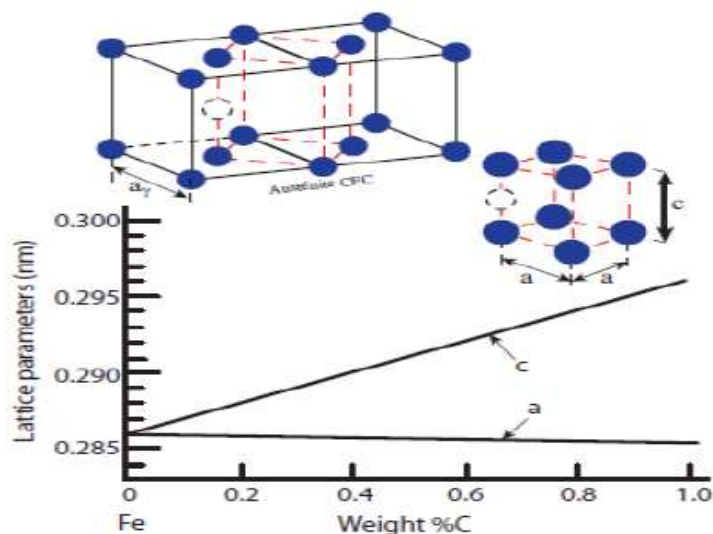


Figure. II.16 : Paramètres de maille quadratique de la phase martensitique en fonction de la teneur en carbone [15].

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.

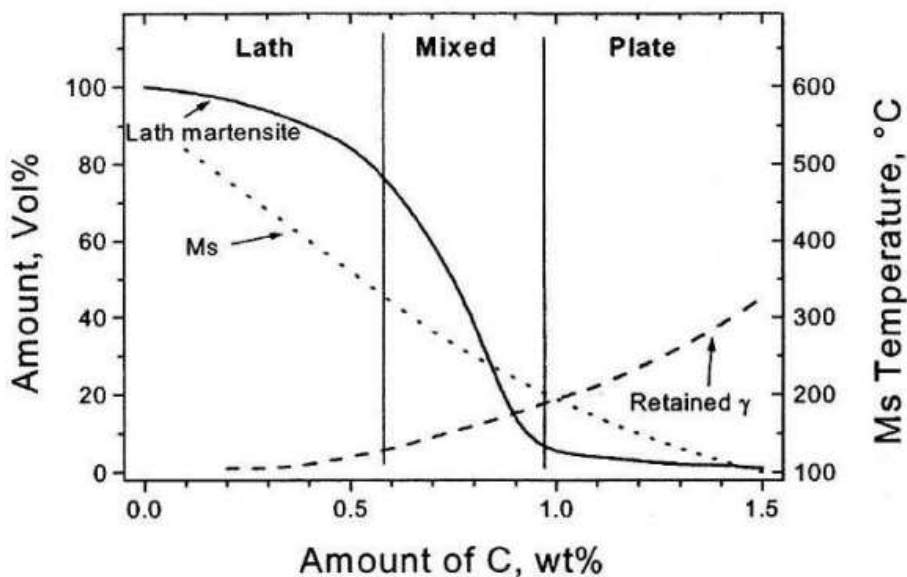


Figure. II.17 : Effet de la teneur en C sur le pourcentage en volume relatif de martensite de lattes et de plaques, la température Ms et le pourcentage en volume d'austénite retenue dans les alliages Fe-C [14].

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) [12]

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.

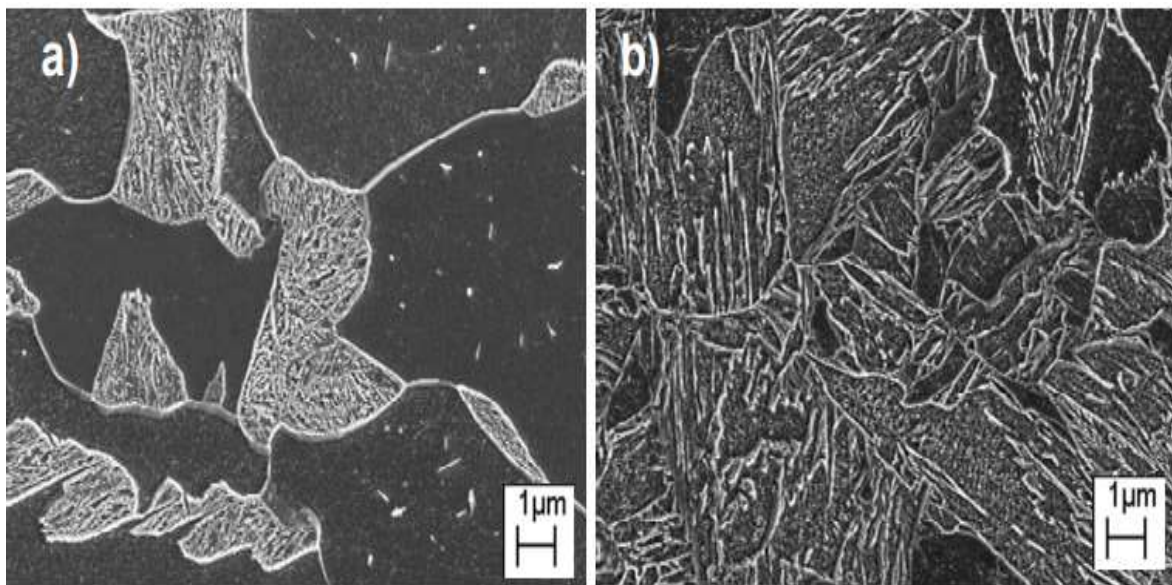


Figure. II.18 : Micrographie optique après attaque Nital 3% de martensite en lattes

a) $C_m \approx 0.5\%$ b) $C_m \approx 0.12\%$ [12]

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 [14].

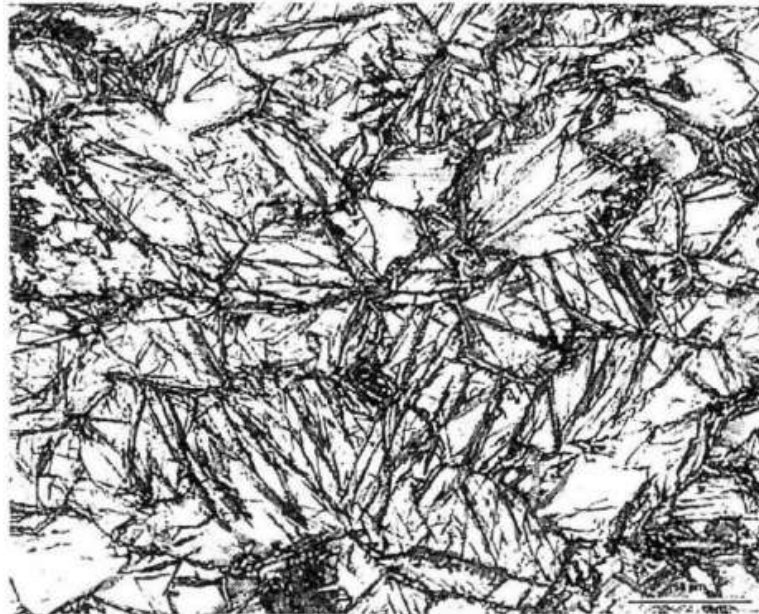


Figure. II.19 : Structure de la martensite en plaque [14].

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. [16]

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 :

σ_{Dp} , σ_M , σ_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. [17]

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 [20].

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

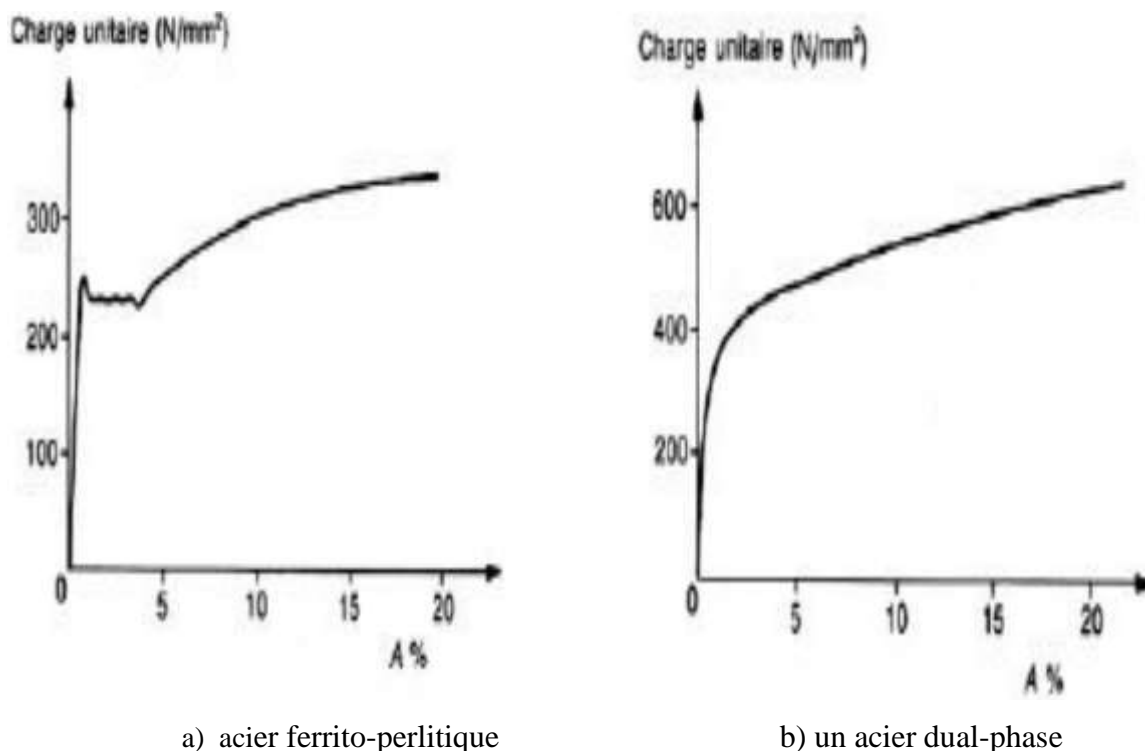


Figure. II.20 : Absence de palier dans l'aciers dual-phases

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.

II.6 Traitements thermiques

Le traitement thermique donne aux éléments en acier des propriétés mécaniques bien déterminées, parmi elles on cite :

- La dureté plus élevée.
- La moindre fragilité.
- L'augmentation de la résistance.

Ces propriétés sont obtenues par chauffage et maintien puis refroidissement postérieur de l'acier suivant un régime de température bien déterminé [21] . Parmi les traitements les plus appliqués aux aciers on distingue :

II.6.1 La trempe des aciers

La trempe des aciers est une opération de durcissement qui consiste à chauffer le métal à une température dite d'austénisation pour un intervalle de temps donnée suivi d'un refroidissement brusque, **Figure. II.21** Le refroidissement est effectué dans un bain d'eau, d'huiles ou autres liquides caloporteurs. La trempe est un traitement thermique qui permet d'augmenter la résistance et la dureté de l'acier mais diminue sa résilience. L'acier trempé donc est très fragile, ceci le rend peu apte aux utilisations pratiques.

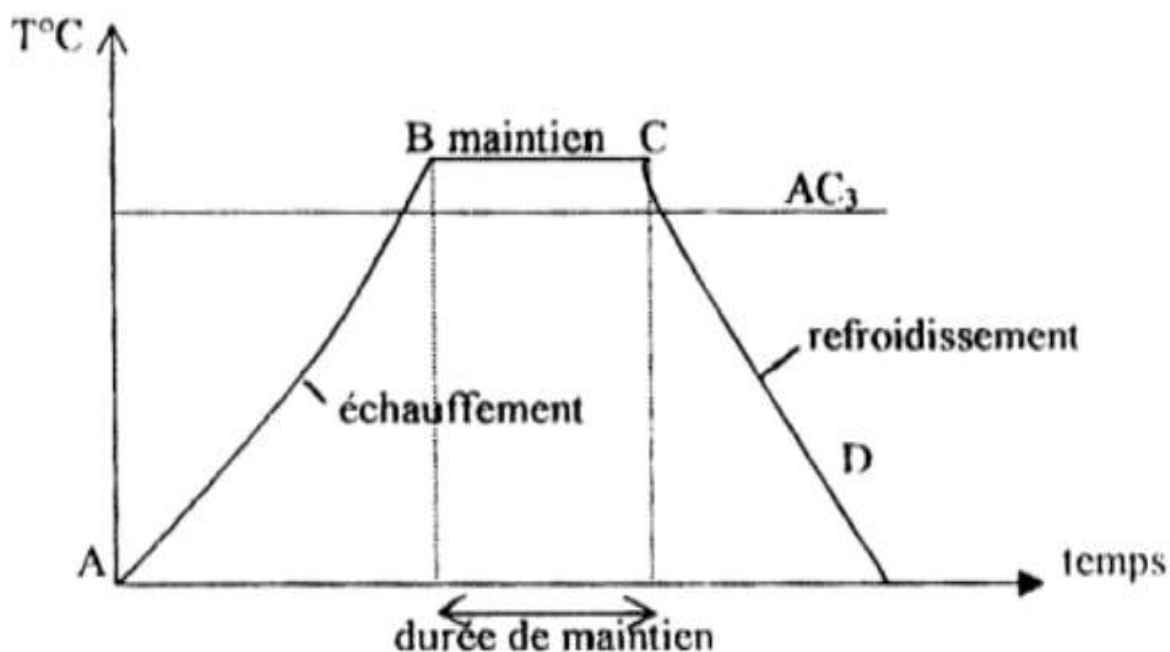


Figure. II.21 : cycle thermique de trempe [22].

- **AB** : L'échauffement à des températures supérieures aux températures de transformation (par exemple : AC_3)
- **BC** : Maintient à une température définie.
- **CD** : Refroidissement avec une vitesse donnée :
 - Lente (dans le four, à l'air).
 - Assez rapide (dans l'huile).
 - Très rapide (dans l'eau).

II.6.1.1 Les types de la trempe

Trois types de trempe distingués :

- La trempe martensitique.
- La trempe bainitique.
- La trempe austénitique (hypertrempe).

A- La trempe martensitique

La trempe martensitique consiste à amener rapidement le métal à une température inférieure à la valeur critique M_s , généralement de l'ordre de 180 à 250 °C. Le refroidissement rapide de l'austénite provoque un blocage des atomes de carbone insérés dans le réseau gamma. Ce réseau devient quadratique centré instantanément. Cette nouvelle structure (solution solide d'insertion) se nomme martensite [22].

B- La trempe bainitique

Pour obtenir la bainite par trempe, l'acier austénitisé est refroidi à une température choisie, à vitesse suffisante pour éviter la transformation en ferrite ou perlite. On maintient à cette température (240 °C à 450 °C) pour obtenir une transformation totale et l'on refroidit ensuite à la température ambiante. La température choisie pour la trempe bainitique dépend de la microstructure désirée (et la dureté recherchée) et de la vitesse de transformation de l'acier [21].

C- La trempe austénitique

Le procédé d'hypertrempe permet d'adoucir les aciers austénitiques et consiste à chauffer les pièces vers 1100 °C. Le refroidissement doit être rapide pour éviter la précipitation des carbures vers 600 °C à 800 °C. Il est généralement effectué à l'eau [21,22].

II.6.2 Le revenu des aciers

Au cours du revenu, il y avait une décomposition de la martensite et retour pareil à une structure comportant les constituants d'équilibre ferrite et carbures. C'est une opération qui s'effectue après la trempe son principe est basé sur le chauffage de l'acier entre 150 et 650°C

pendant environ une heure. Le but principal de cette opération est d'augmenter la ténacité de l'acier et aussi diminuer la dureté [23]. Principalement deux types de revenu sont distingués :

- A- Le revenu de détente C'est un revenu qui s'effectue à un intervalle de température de 140 à 200 °C, son but est de diminuer les contraintes internes et relever la limite d'élasticité des pièces en aciers [21,22].
- B- Le revenu d'adoucissement Son domaine de température est entre 450 et 600°C, il vise la décomposition complète de la martensite par précipitation de carbone sous forme de cémentite [21,22].

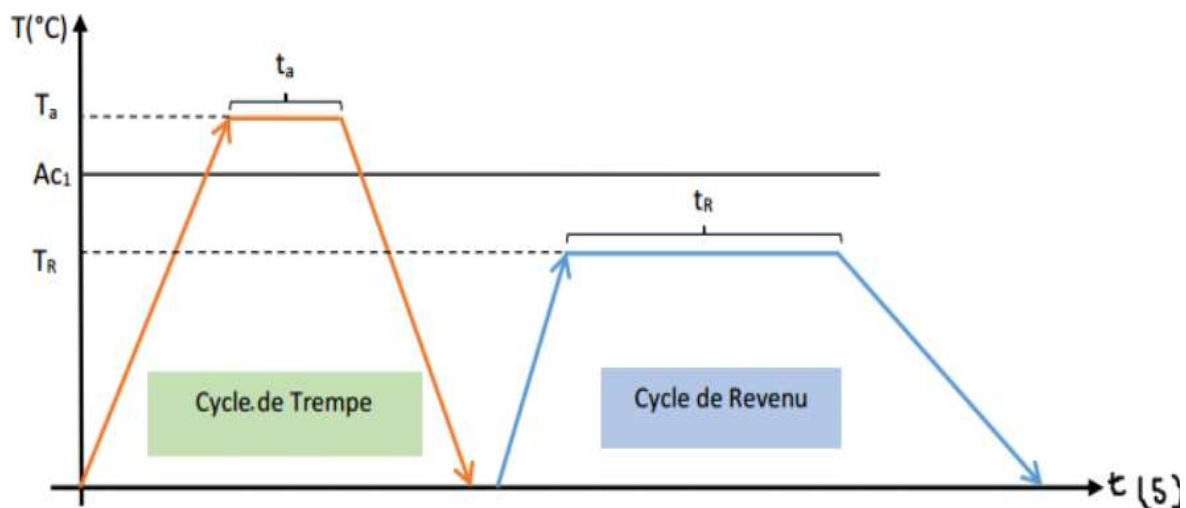


Figure. II.22 : Cycle combiné de traitement thermique de Trempe + Revenu [24].

II.6.2.1 Revenu de la martensite

Le revenu est le processus dans lequel la microstructure se rapproche de l'équilibre sous l'influence de l'activation thermique. L'acier Dual-phase est soumis au traitement de revenu afin d'améliorer ses propriétés mécanique et de formabilité. Différents changements se produisent dans la microstructure, qui a un impact significatif sur son comportement mécanique. Au cours du revenu, la martensite se décompose suivant ces étapes :

1. Première étape revenu (100-200°C)

Cette étape est associée à l'apparition de carbure de transition epsilon, qui précipite uniformément dans la phase martensitique.

2. Deuxième étape de revenu (200 à 350°C)

Cette étape de revenu comporte la transformation d'austénite résiduelle, en général dans la plage de température de 200 à 300°C

3. Troisième étape de revenu (250 à 600°C)

La troisième étape de revenu est associée à la précipitation dans la phase martensitique du carbure Fe_3C le plus stable des différents carbures de fer. La précipitation de la cémentite commence généralement dans la plage de température de 200 à 300 °C ; en même temps, le carbure de transition se dissout et fournit les atomes de carbone pour la croissance des particules de cémentite. A 500-600°C, la sphéroïdisation des particules de cémentite devient importante.

4. Quatrième étape de trempe (400 à 600°C)

Si les éléments carburugènes sont présents (Cr, Mo, W, V) une nouvelle étape de revenu peut se produire. Dans cette étape, les particules de cémentite se dissolvent et sont remplacés par les carbures des éléments d'alliage plus stables. En conséquence, la dureté peut augmenter lors du revenu à ces températures, ce qui entraîne un « durcissement secondaire » [24].

II.6.2.2 Le revenu des aciers Dual-phase

Le revenu des aciers Dual-phase est complexe en nature, en raison de sa microstructure type composite et répartition des contraintes. Le revenu est influencé par le carbone interstitiel, le carbone dans les joints de grain, la distribution spécifique des dislocations et des contraintes résiduelles, et probablement par le carbone libéré de la martensite en raison du revenu. Habituellement, le revenu des aciers Dual-phase est une combinaison de ces effets prévus pour chacune des différentes phases. Il y a des effets synergiques qui peuvent être attribués à la présence des deux phases. [14]

Le Schéma d'ensemble des différents phénomènes de vieillissement des aciers Dual-phase est montré dans la Figure. II.23.

Le processus de vieillissement peut être divisé à trois étapes principales :

1. Les dislocations sont piégées dans la ferrite par les atomes de carbone interstitiels,
2. L'étape de précipitation : le carbone interstitiel excessif, non utilisé par le piégeage, Commence à former des carbures de transition, tels que le carbure ϵ ,

3. étape du revenu de la martensite : en raison de la formation des carbures sa transition dans la martensite, le volume de la martensite diminue. Les contraintes internes, présentes dans la ferrite due à la transformation martensitique, sont réduites.

La figure II.24 montre des images par MEB des échantillons recuits donne domaine intercritique à 840 °C (a) puis revenu à 200 °C (b), 300 °C (c), 400 °C (d), 500 °C (e) et 600 °C pendant 1h, respectivement. Les régions inégales et lisses dans les images MEB correspondent respectivement aux phases de martensite et de ferrite. La fraction volumique de martensite dans l'échantillon recuit intercritique était de 80 %. La microstructure de l'éprouvette trempée à 200 °C (Fig. 1(b)) était similaire à celle de l'éprouvette trempée (Fig. 1(a)). En revanche, des carbures fins ont précipité dans la martensite après revenu à 300 °C (Fig. 1(c)). Avec l'augmentation de la température de revenu (Figs.1(d)–(f)), plus de carbures ont précipité et la taille des carbures a augmenté. De plus, les sous-structures de martensite sont devenues plus grossières. Après revenu à 600 °C (Fig. 1 (f)), les limites d'interphase sont devenues floues. On s'attend à ce que la récupération et la recristallisation de la martensite se produisent à des températures de revenu plus élevées.

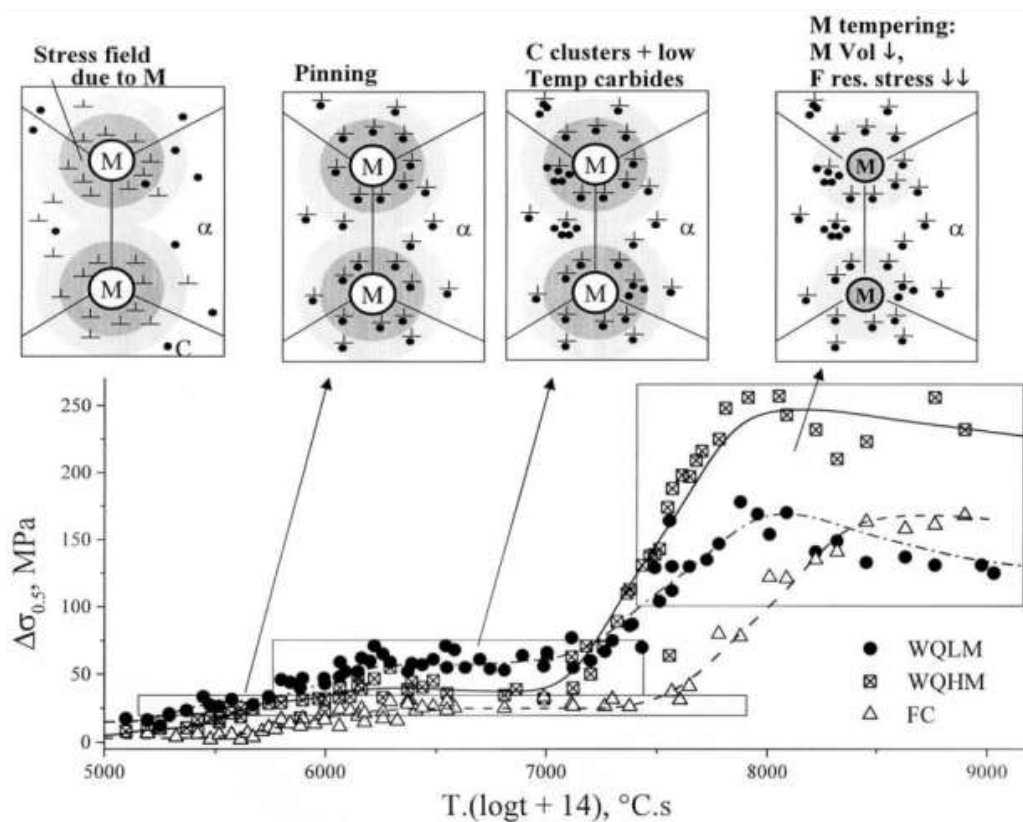


Figure II.23 : schéma représentant les processus impliqués dans le revenu des aciers Dual- phase [14]

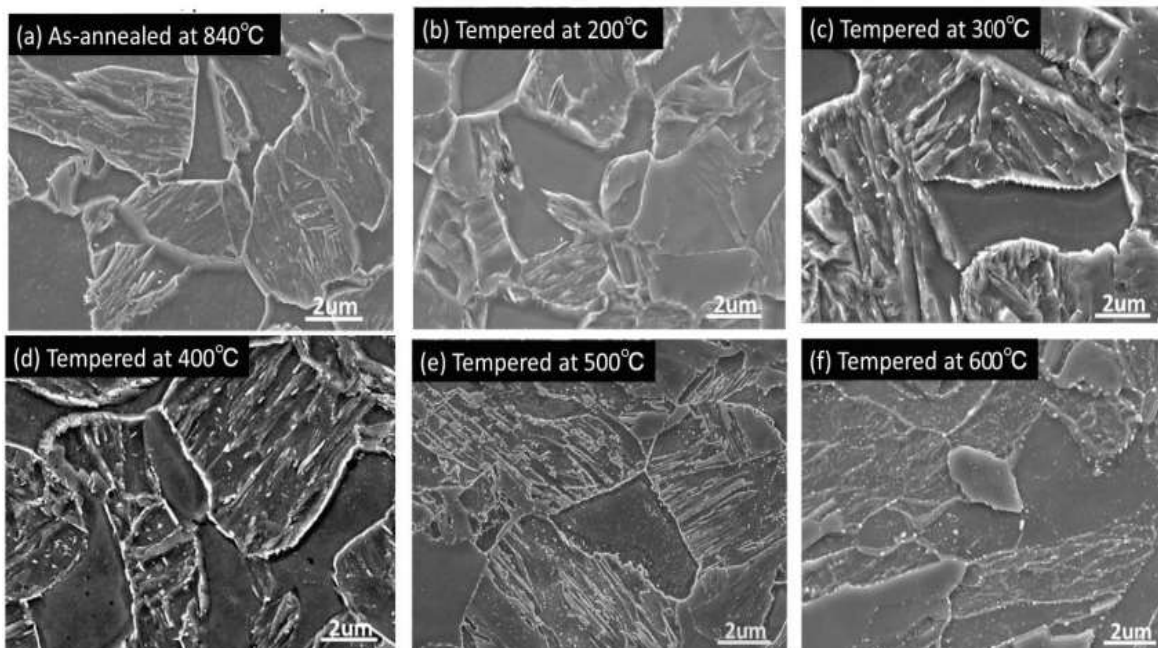


Figure II.24 : MEB images microstructures DP après traitement de revenu. [25]

II.6.3 Le recuit des aciers

Le recuit est un processus de traitement thermique qui comporte un chauffage suivi d'un refroidissement lent, utilisé pour réduire la dureté, augmenter la ductilité et faciliter l'élimination des contraintes internes.

Son application est principalement effectuée pour les produits semi finis tel que les fils et les feuilles travaillés à froid [26]. On distingue plusieurs types de recuits, on site :

A) Le recuit d'homogénéisation

Il s'applique généralement pour les aciers bruts de fonderie, qui comporte une hétérogénéité de répartition ses constituants. Donc le recuit d'homogénéisation comme son nom l'indique, son but est de réduire cette hétérogénéité.

B) Le recuit de régénération

Après les traitements de chauffage à une température assez grande les grains des aciers grossi, donc le traitement de régénération, ou d'affinage structural, a pour but d'affiner ces grains et rendre à l'acier sa structure fine.

C) Le traitement de recristallisation

C'est un recuit destiné à faire recristalliser un acier pour obtenir un grain plus fin. La recristallisation s'accompagne généralement d'une réduction de la résistance et de la dureté d'un matériau ainsi qu'une augmentation de ductilité.

II.7 Le laminage des aciers

La déformation des aciers peut être effectuée à chaud ou à froid. Elle permet de obtenir une grande variété de produits finis et semi-finis par différentes lignes de production. Il s'agit notamment des produits plats laminés à chaud et à froid, des produits longs laminés à chaud, des produits longs emboutis, des tubes et des fils. Parmi les techniques de mise en forme : le laminage.

Le laminage est un procédé industriel de formage des métaux dans lequel un matériau métallique est introduit entre une ou plusieurs paires de rouleaux pour réduire son épaisseur et le rendre plus uniforme [26] .

Deux techniques de laminage sont possible selon la température du matériau : à chaud ou à froid.

A- Laminage à chaud

Dans le laminage à chaud, la taille, la forme et les propriétés métallurgiques du métal sont modifiées par compression répétée du métal chaud dont la gamme des températures de travail est comprise entre 1050 et 1300 °C entre des rouleaux à entraînement électrique.

Le laminage à chaud permet une grande variété de formes et de pièces, ainsi que la possibilité de fabriquer de grandes pièces sans se soucier de l'intégrité du matériau. C'est pourquoi l'acier laminé à chaud est souvent utilisé dans des projets structurels [26].

B- Laminage à froid

L'acier laminé à froid est principalement un acier laminé à chaud qui a subi d'autres traitements. Une fois que l'acier laminé à chaud a refroidi, il est ensuite ré-laminé à température ambiante pour atteindre les dimensions exactes et une meilleure qualité de surface [27].

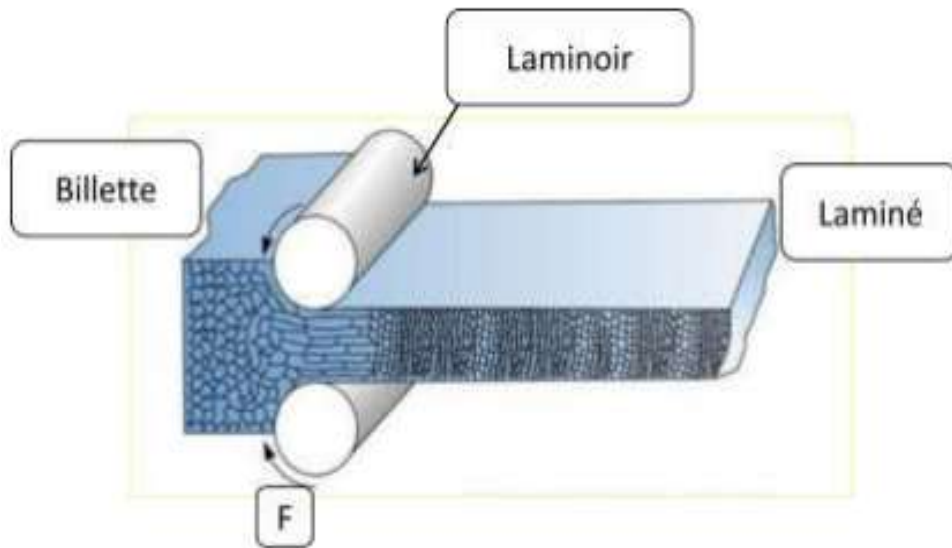


Figure. II.25 Procédé de laminage [28]

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] GOTO, S., KAMI, C., KAWAMURA, S. Effect of alloying elements and hot-rolling conditions on microstructure of bainitic-ferrite/martensite dual phase steel with high toughness. Materials Science and Engineering: A, 2015, vol. 648, p. 436-442.
- [6] Mohammad, M. Deformation and Fracture Behaviour of a low-carbon Dual- Phase steel, 2006. These de doctorat, université de Columbia.
- [7] 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.
- [8] 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.
- [9] SPEICH, G. R. Physical metallurgy of dual-phase steels, Conference on Fundamentals of Dual-Phase Steels, Warrendale, Pennsylvania, 1981, pp. 3-45.
- [10] GONG, Y. The mechanical properties and microstructures of vanadium bearing high strength dual phase steels processed with continuous galvanizing line simulations. 2015. Thèse de doctorat. University of Pittsburgh.
- [11] Metals handbook Vol.1 «Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys», ASM International, USA, 2005.
- [12] GRANBOM, Y. Structure and mechanical properties of dual phase steels: An experimental and theoretical analysis. 2010. Thèse de doctorat. KTH.
- [13] 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.

- [14] PUSHKAREVA, I. Microstructural evolution of Dual Phase steel. Improvement of damage resistance. 2009. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine.
- [15] JONES, D. R., ASHBY, M. F. Engineering materials 2: an introduction to microstructures and processing. Butterworth-Heinemann, 2012.
- [16] 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.
- [17] 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.
- [18] MURRY, G. Techniques de l'Ingénieur, 1993, Vol. MB4, M300, pp. 1-29.
- [19] DOMINIQUE, F. Techniques de l'Ingénieur, 2005, Vol. MB1, Dossier M4152, pp.1-23.
- [20] 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.
- [21] DESGAGNES, R., LANGEVIN, R., et al. Guide d'auto-apprentissage. Canada, Perform, 2015.
- [22] SPEER, J. G., EDMONDS, D.V., RIZZO, F. C., MATLOCK, D. K. Partitioning of carbon from supersaturated plates of ferrite, with application to steel processing and fundamentals of the bainite transformation. Current Opinion in Solid State and Materials Science, Vol 8, août 2004, pp 219-237.
- [23] BENZAADA, S. Traitements thermiques, classification et désignation des aciers et fontes, document internet, 2019.
- [24] DEVAR, M. Évolution de la microstructure lors du traitement thermique de l'acier inoxydable AISI 410. 2021. Thèse de doctorat. École de technologie supérieure.
- [25] LI, H., GAO, S., TIAN, Y., TERADA, D., SHIBATA, A., TSUJI, N. Influence of tempering on mechanical properties of ferrite and martensite dual phase steel. Materials Today: Proceedings, 2015, vol. 2, p. S667-S671.
- [26] ASADI, M. Influence of the hot rolling process on the mechanical behavior of dual phase steels. Universitätsbibliothek Clausthal, 2011.
- [27] VAN LONG, L., VAN HIEN, D., THANH, N. T., THO, N. C., DO, V. T. Impact of Cold-Rolling and Heat Treatment on Mechanical Properties of Dual-Phase Treated Low Carbon Steel. Advances in Materials Science and Engineering, 2020, vol. 2020.
- [28] MEKICHA, M. A. Wear particles formation in cold rolling. Thèse de doctorat. Universiteit Twente. 2021.



**Chapitre III :
Matériaux et technique
expérimentales**

III.1 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 des traitements thermiques et thermomécaniques pour obtenir des aciers DP, la caractérisation microstructurale et mécanique des échantillons après traitement thermique, essais de traction, résilience et micro dureté sur les différents échantillons. Ce chapitre va comprendre aussi, la composition chimique de l'acier X70 utilisé.

III.2 Matériaux :

Le matériau utilisé dans la présente étude est un acier à haute limite élastique de nuance X70 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 Figure. III.1.

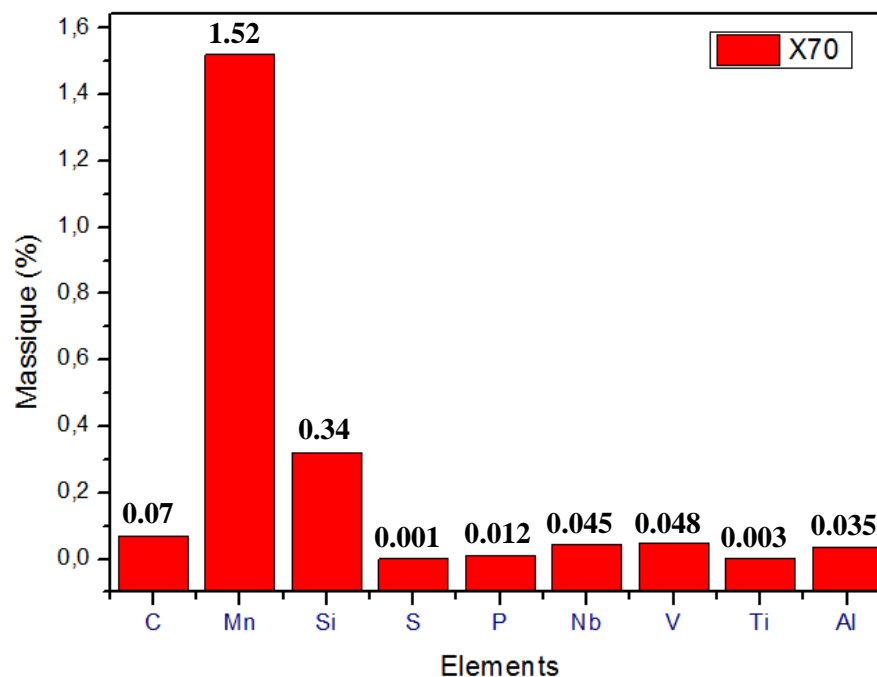


Figure. III.1 : Composition chimique d'acier X70 utilisés dans ce travail.

III.3 Traitements thermiques :

Les traitements thermiques que nous avons effectués à la cour de cette étude, ont été

faite à l'aide d'un four électrique de type NABERTHERM, comme le 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 subi un refroidissement à l'eau.



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

III.3.1 Développement d'une structure Dual-phase

Pour développer une structure dual—phase (ferrite + Martensite) avec différentes morphologies et fraction volumique de la phase martensitique, on a effectué des traitements thermiques suivant :

- Traitement (SQ) : Step Quenching.
- Traitement (IQ) : Intermediate Quenching
- Traitement (DQ) : Direct Quenching

III.3.1.1 Traitement (SQ) : Step Quenching.

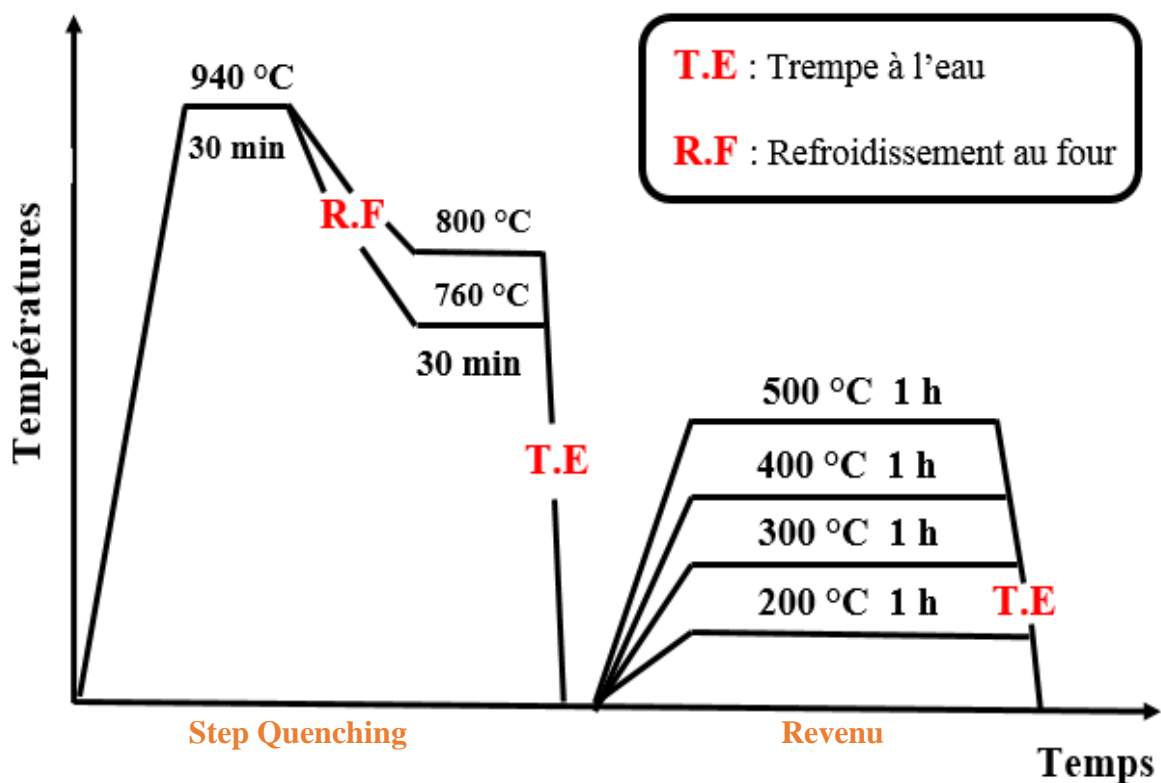
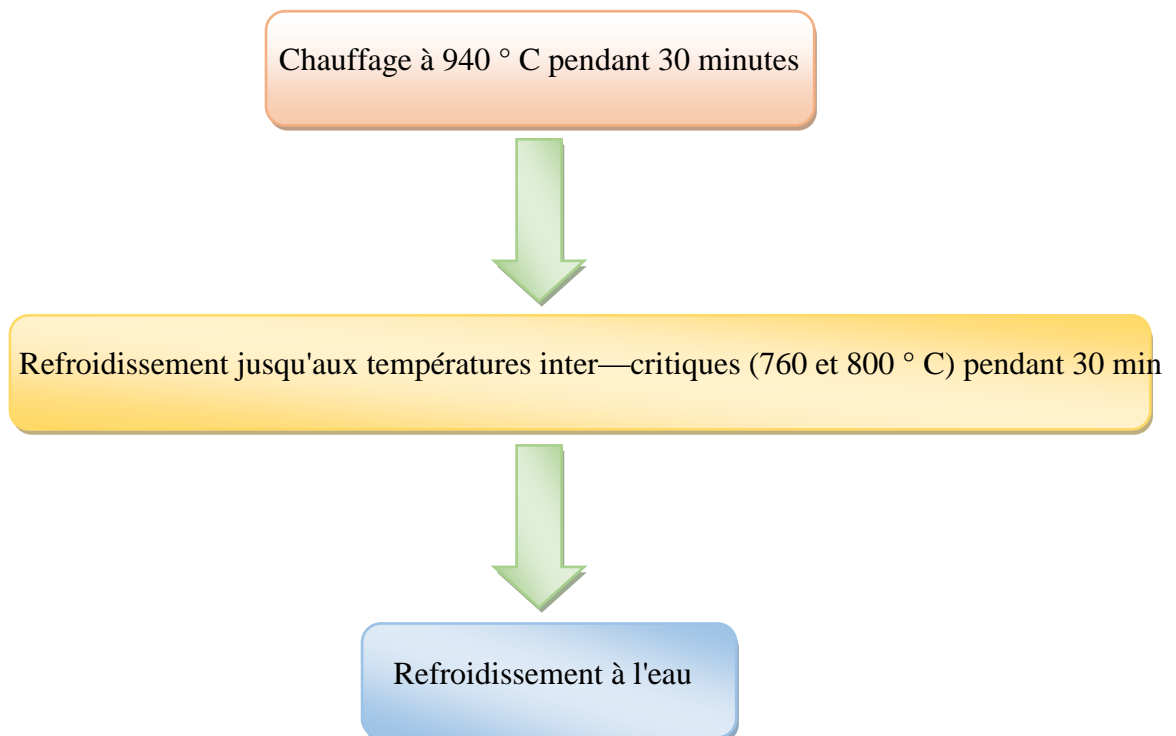


Figure. III.3 : Le cycle thermique SQ appliqué sur acier X70 suivi d'un revenu sur les aciers Dual—phase

III.3.1.2 Traitement (IQ) : Intermediate Quenching.

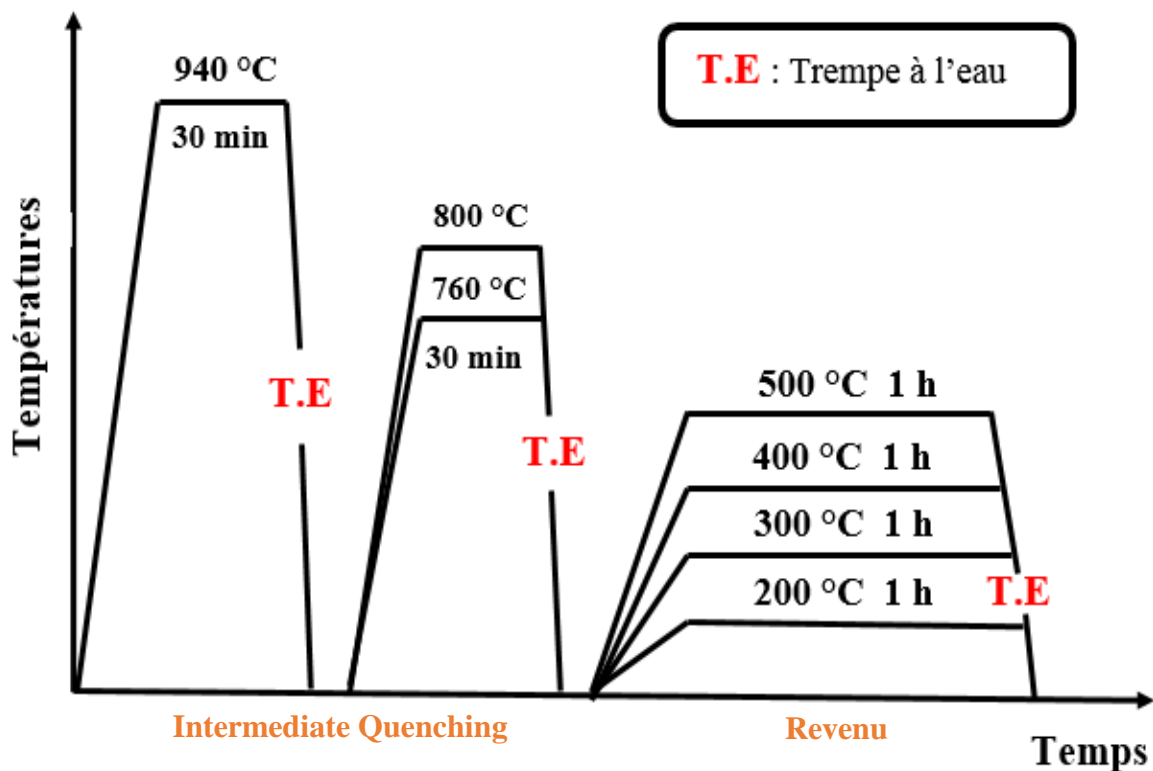
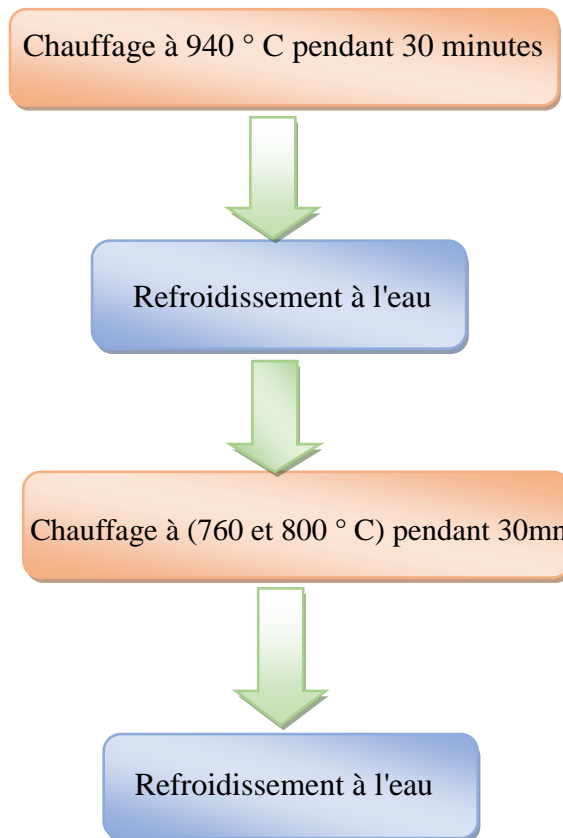


Figure. III.4 : Le cycle thermique IQ-Appliqué à l'acier X70 suivi d'un revenu sur les aciers Dual—phase

III.3.1.3 Traitement (DQ) : Direct Quenching.

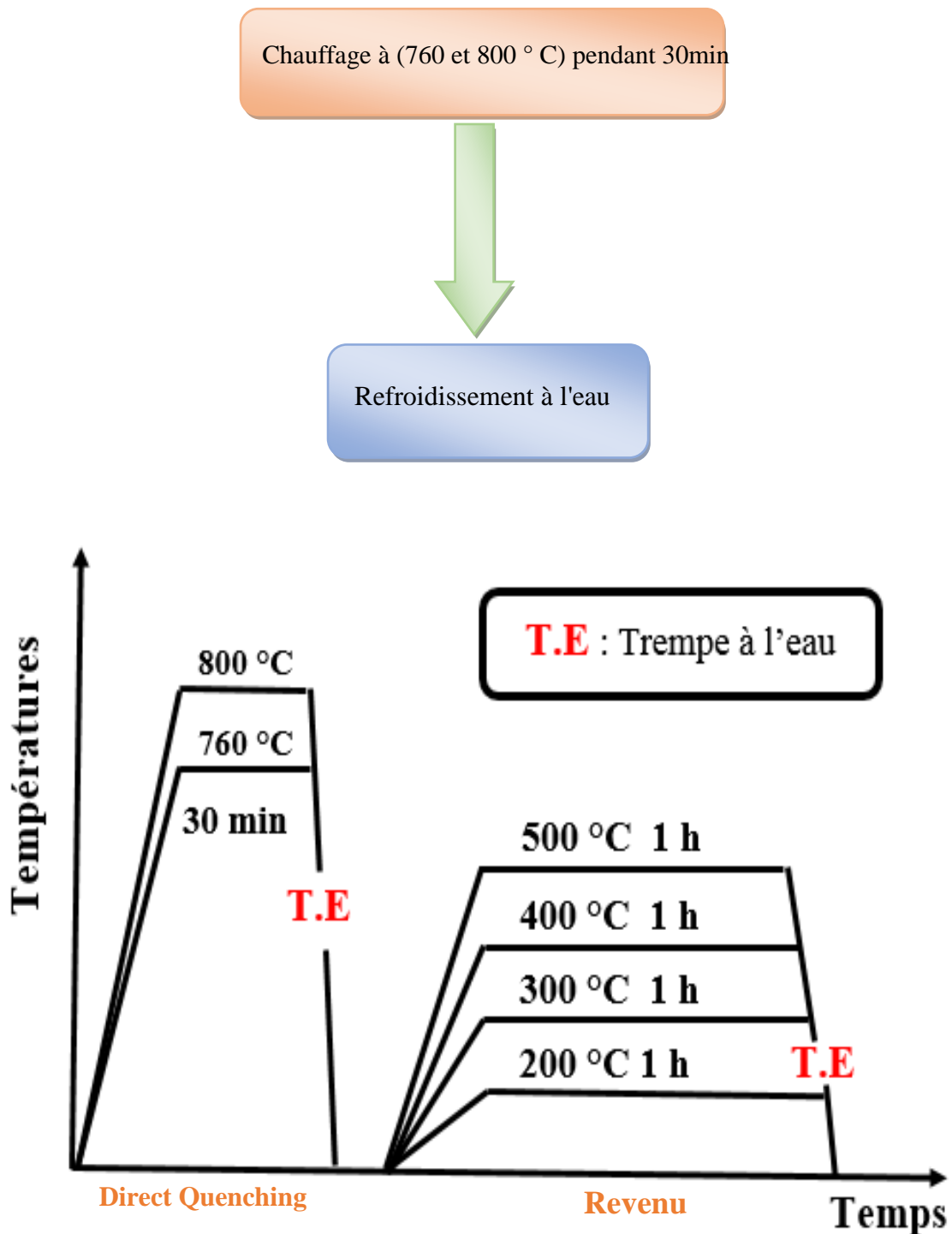


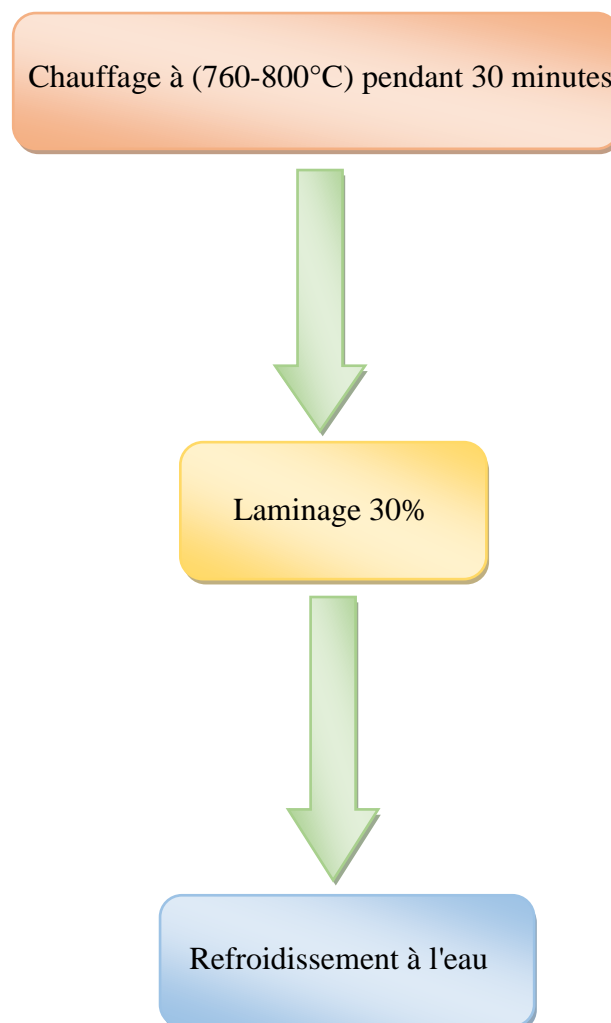
Figure. III.5 : Le cycle thermique DQ appliqué à l'acier X70 suivi d'un revenu sur les aciers Dual—phase

III.4 Traitement thermomécanique

Le traitement thermomécanique appliqué sur les aciers X70 a été effectué par laminage au centre de recherche et de développement métallurgique du Caire (Egypte).

Le laminage des échantillons a été fait au niveau du centre de recherche et de développement métallurgique (Caire- Egypte) sur un laminoir de type quatre (modèle 051 deux de FENN) ayant deux cylindres d'appui et deux cylindres de travail de diamètres respectifs 320 mm et 100 mm. La vitesse de laminage linéaire a été maintenue constante à 10 m/min dans toutes les expériences. Aucun chauffage antérieur des cylindres n'a été fait avant le laminage des échantillons.

4.1 Traitement (DQL): Direct Quenching-Rolling



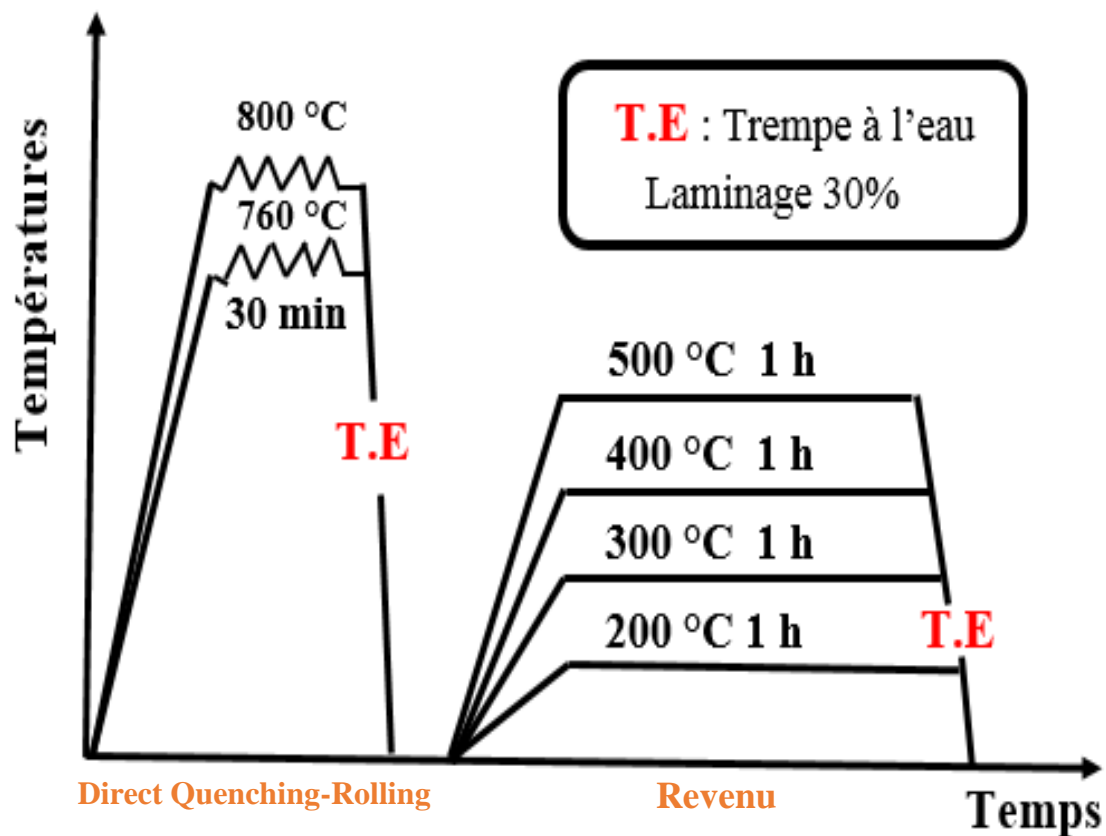


Figure. III.6 : Le cycle thermomécanique DQL appliqué à l'acier X70 suivi d'un revenu sur les aciers Dual—phase

III.5 Traitement de revenu sur les aciers Dual-phase

Un revenu est un traitement thermique à basse température (150 à 650 °C), Le but du revenu est d'améliorer la ductilité et la ténacité des structures obtenues et cela se fait par l'élimination des contraintes internes et les dislocations produites au cours du traitement de durcissement par trempe, tout en conservant les valeurs de limite d'élasticité et de résistance nécessaire pour l'emploi envisagé.

C'est pour cette raison, que la température de revenu doit être inférieure à la température du palier Ac 1.

Dans notre cas, les températures de revenu sont les suivants : 200, 300, 400, 500°C

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.6-1. Préparation des échantillons :

III.6.1.1 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 μm , jusqu'à l'obtention d'une surface à état miroir. Cette procédure a permis d'obtenir des polis miroirs métallurgiques.



Figure. III.7 : Polisseuse Metkon FORCIPOL 2V

III.6.1.2 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.

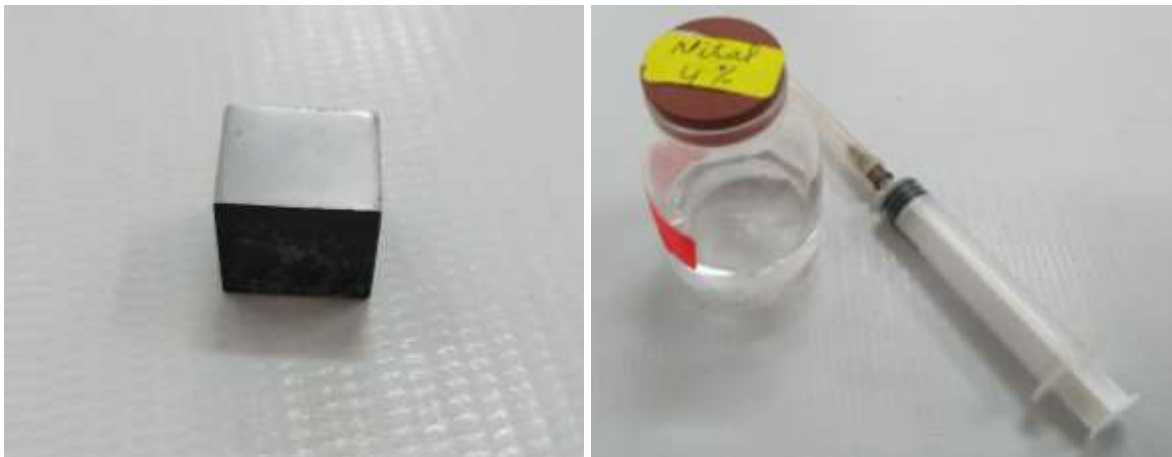


Figure. III.8 : échantillon après attaque chimique (Nital 4%)

III.7 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).
- Traction
- Energie absorbée lors d'un essai de résilience

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.9 : 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.10 : Microscope électronique à balayage (TESCANVEGA3)

III.8 Caractérisation 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 différent 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 :

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

(06) mesures de dureté Vickers, sous une charge de 200 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.11: Durometer Model MVK-H2 (Hardness Testing Machine).

III.8.2. Essai de traction

L'essai de traction est le moyen le plus couramment employé pour caractériser le comportement mécanique d'un matériau sous une sollicitation progressive à vitesse de chargement faible ou modérée. L'essai permet, en outre, l'étude et l'identification des mécanismes physiques de déformation plastique. Cette dernière, gouverne le processus majeur de mise en forme, par ou sans enlèvement de matière, des matériaux dans la plus part des procédés de fabrication utilisés dans l'industrie mécanique [1].

➤ **Eprouvettes :**

La **Figure. III.12** présente les dimensions des éprouvettes de traction utilisées. Les essais de traction ont été réalisés au niveau de labo de la société, Alpha pipe Ghardaïa, en Algérie à l'aide d'une machine de marque **Mohr & Federhaff Losenhausen** d'une capacité de 600 KN. Ces essais ont été effectués à température ambiante avec une vitesse de déformation constante.

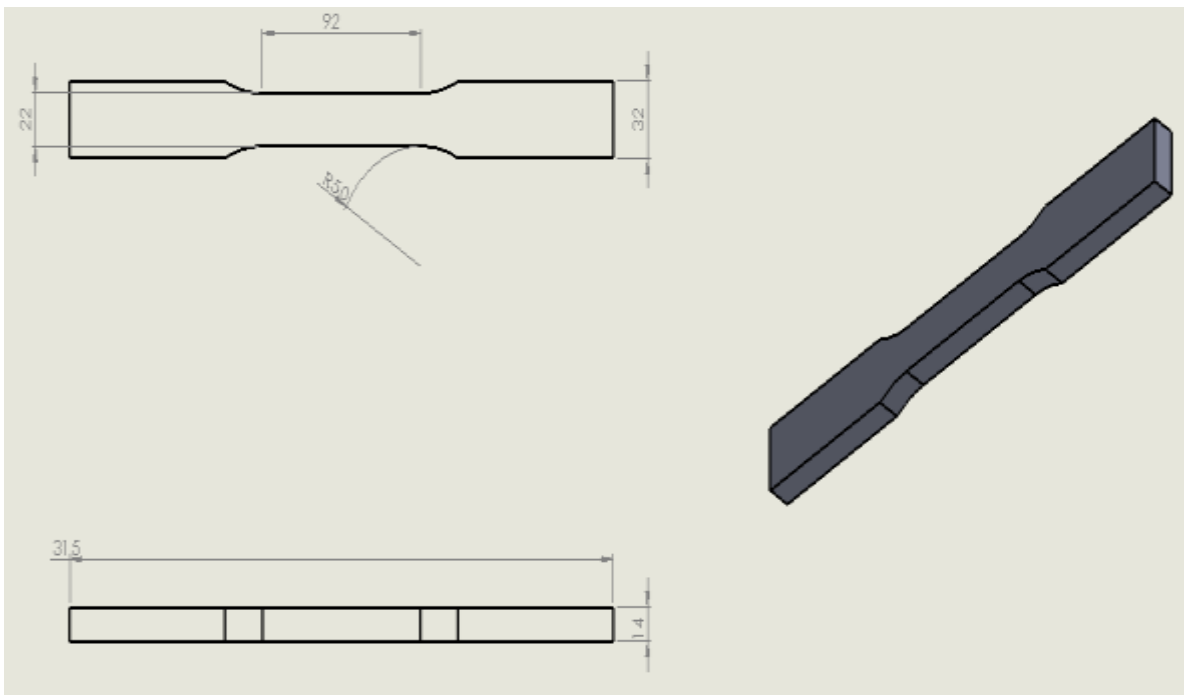


Figure. III.12 : Dimensions de l'éprouvette de traction.



Figure. III.13 : L'éprouvette de traction

➤ **Exécution de l'essai :**

L'essai de traction consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction, l'essai est réalisé sur machine de traction, Une fois l'éprouvette en place, on applique un léger pré charge afin d'être sûr que l'on n'a pas de jeu.

Ensuite, on déplace la traverse à vitesse constante qui a pour effet d'étirer l'éprouvette, et on mesure l'effort généré par ce déplacement. On mesure l'effort par un capteur de force inséré dans la ligne de charge, L'essai s'arrête à la rupture de l'éprouvette.

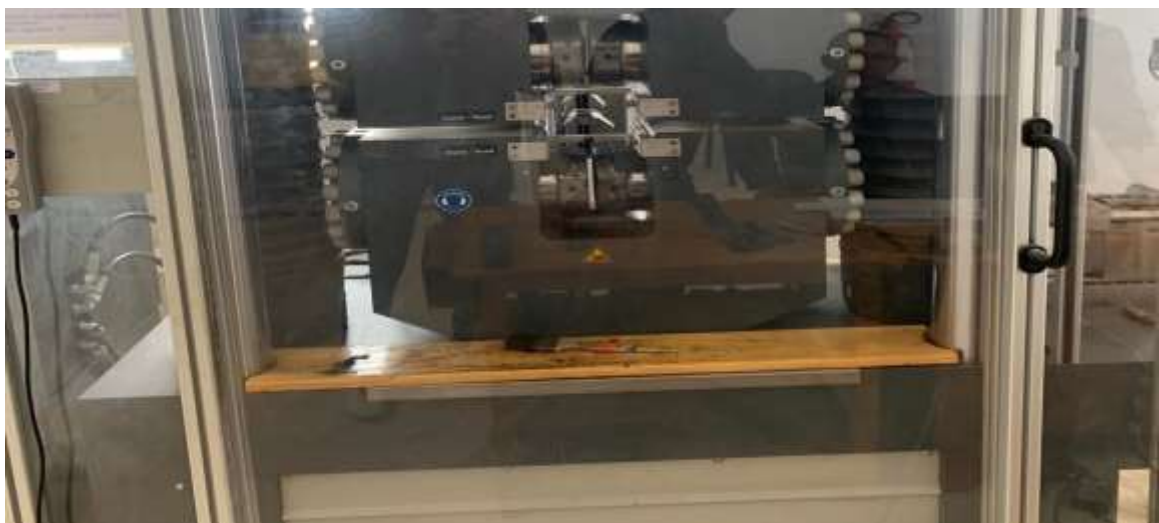


Figure. III.14 : Machine d'essai de traction Mohr & Federhaff Losenhausen

III.8.3 Essai de résilience :

Ces essais ont été effectués sur un mouton pendule Charpy V de marque **HOYTOM 450j / CPC** (**Figure. III.17**) dont la capacité maximale est de 450J. Nous avons effectué des essais à la température ambiante au laboratoire d'ALFAPIPE. Les éprouvettes utilisées pour effectuer les essais sont des éprouvettes normalisées à la norme **ASTM A370**. Les dimensions de l'éprouvette sont données dans la (**Figure. III.15**). Pour réaliser l'essai, il est nécessaire de faire une entaille normalisée sur entailles en V.

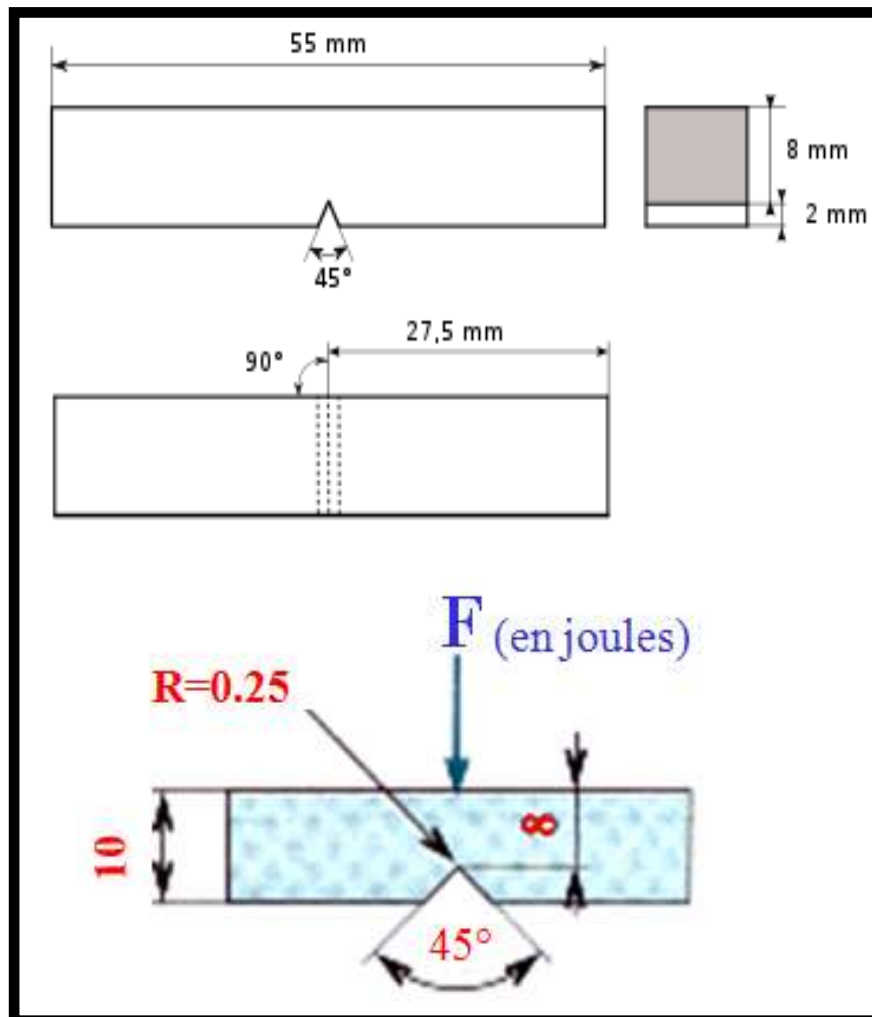


Figure. III.15 : Dimensions et forme de l'éprouvette Charpy en V.

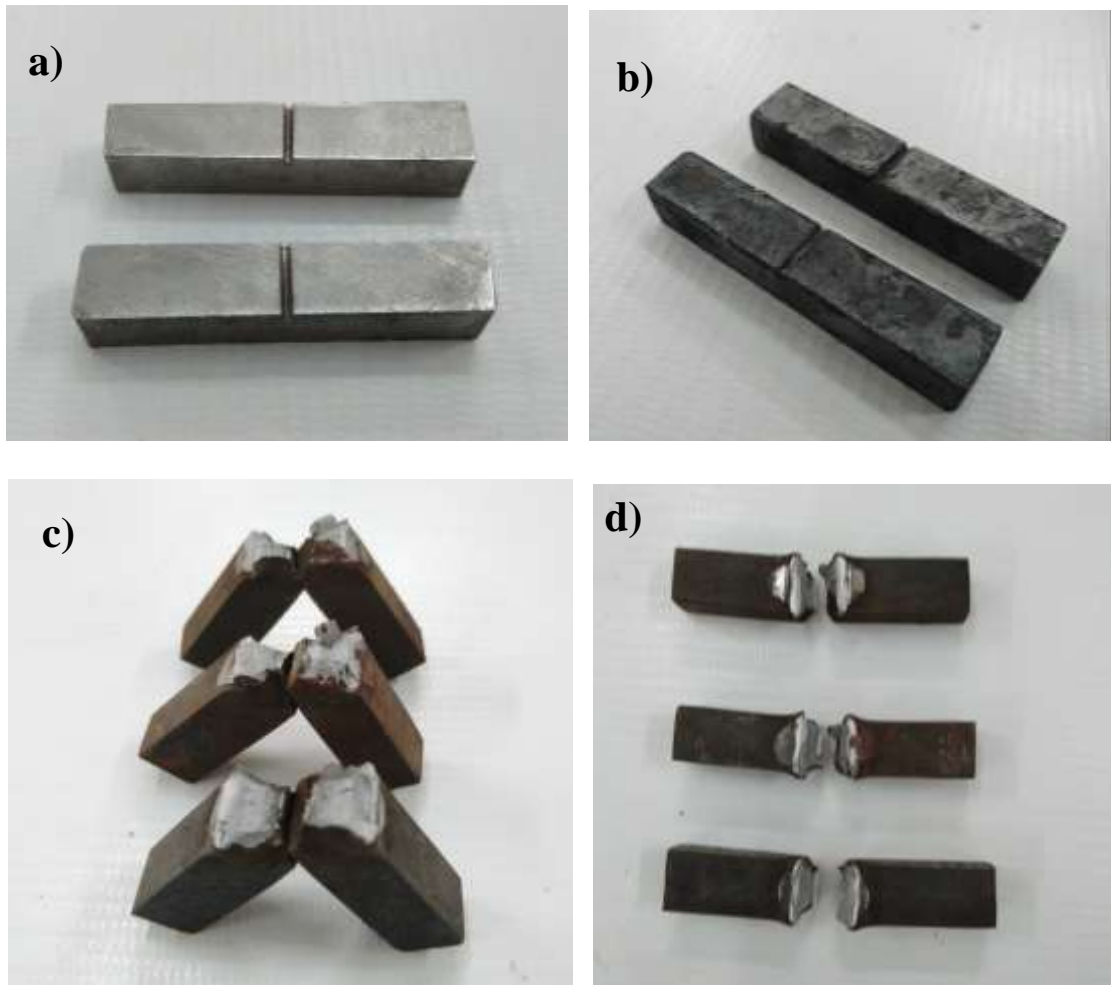


Figure. III.16 : Éprouvette de résilience a) l'état reçu b) après traitement thermique
c et d) après essai de résilience



Figure. III.17 : Machine essai de résilience (Mouton pendule Charpy)

III.8.4 Fractographie

Après le test de traction et résilience, les surfaces de fracture des échantillons cassés ont été analysées au MEB comme illustré à la Figure III.18 et Figure III.19.

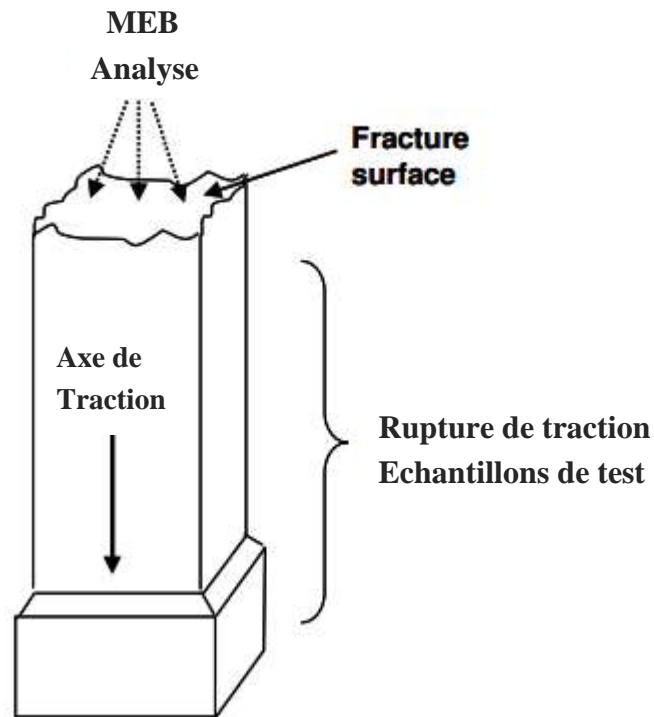


Figure III.18. Schéma montrant l'analyse fractographique des échantillons de test de traction.

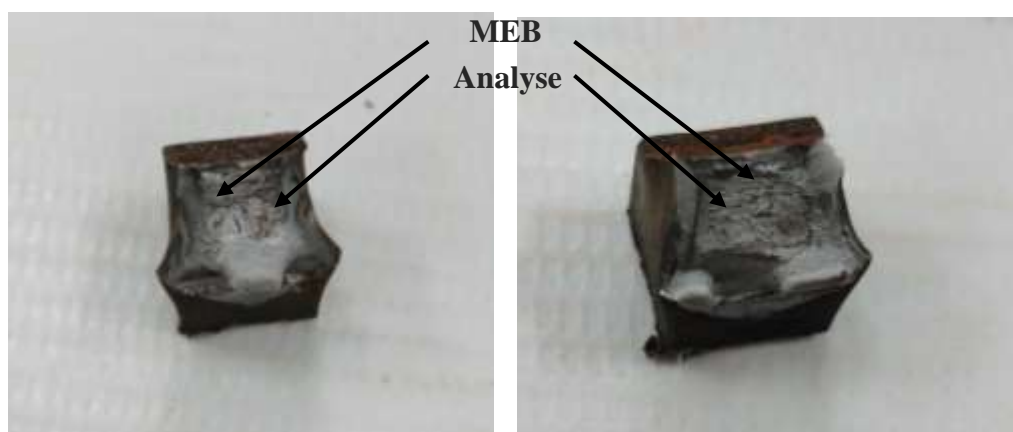


Figure III.19. Schéma montrant l'analyse fractographique des échantillons de test de résilience.

Tableau III.1 : Nombre total des enchantaient et d'éprouvettes utilisées.

	Nombre des enchantaient et d'éprouvettes	
	Aven traitement de revenu	Aprés traitement de revenu
Micrographie	16	32
Dureté	16	32
Traction	16	32
Résilience	32	64

Références

[1] FANG, X. A one-dimensional stress wave model for analytical design and optimization of oscillation-free force measurement in high-speed tensile test specimens. International Journal of Impact Engineering, 2021, vol. 149, p. 103770.



**Chapitre IV :
Résultats et
interprétations**

IV.1 Introduction

Notre étude a été principalement basée sur l'influence du traitement de revenu sur la microstructure et les Propriétés mécaniques (Traction, résilience et dureté) de l'acier dual phase X70. Dans ce chapitre, les résultats obtenus vont être présentés en deux grandes parties distinctes :

Une première partie qui va être consacrée aux résultats obtenus au niveau des changements réalisés sur les microstructures initiales d'un acier HSLA X70. Dans cette partie, nous allons présenter et discuter l'effet des traitements thermiques et thermomécanique effectués sur les aciers étudiés au niveau des microstructures.

Une deuxième partie qui va être consacrée à l'influence du traitement thermique sur les propriétés mécaniques. Les essais de traction, résilience et dureté sur acier HSLA X70 ont été effectués. Au cours des essais de traction et résilience, nous allons étudier l'influence de la morphologie de la martensite d'un acier Dual-Phase obtenu sur les propriétés de traction et l'énergie absorbée respectivement. Enfin, les résultats obtenus suite aux essais de traction et résilience seront discutés et comparés aux travaux effectués par d'autres chercheurs (selon la littérature).

IV.2 L'acier a l'état initial

La **Figure IV.1** montre les micrographies optique et au microscope électronique à balayage de l'acier X70 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. 90.64% de ferrite et 9.36% de perlite.

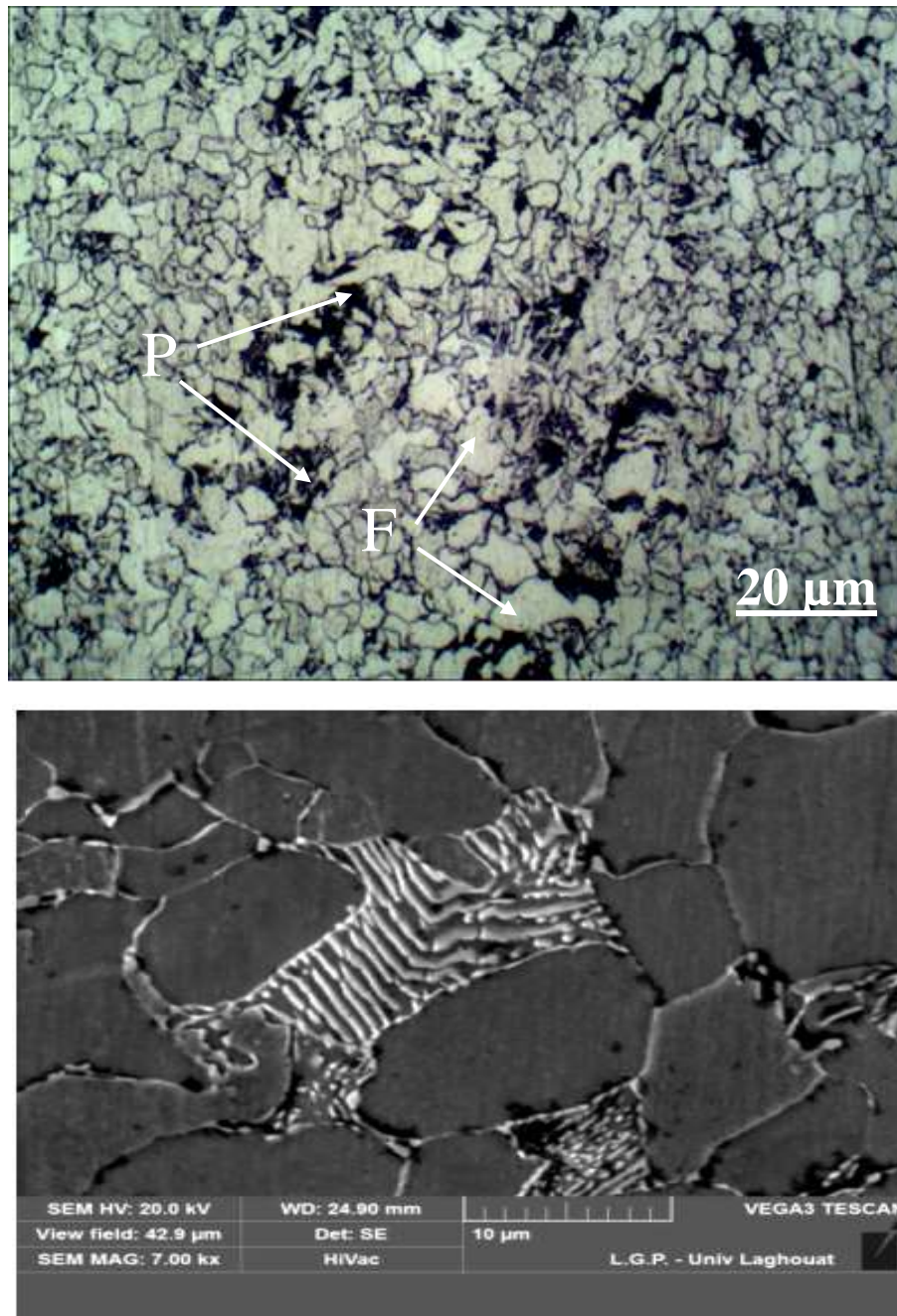


Figure IV.1 : Micrographie optique et MEB d'acier reçu

Tableau IV.1 : Caractéristiques mécaniques des aciers X70 à l'état reçu

Principales propriétés mécaniques						
	Re0.2 (MPa)	Rm (MPa)	Re/Rm (%)	A (%)	Résilience (J/cm ²)	HV
X70	538	665	81	30.2	327.5	232

Avec :

- $Re_{0.2}$: La limite conventionnelle d'élasticité
- R_m : La résistance à la traction
- A : Le pourcentage d'allongement après rupture

IV.3 Développement d'une structure dual-phase

Nous avons développé des structures dual-phase (ferrite+martensite) à partir de l'acier X70, en utilisant différents procédés thermiques IQ, DQ et SQ. Des microstructures dual-phase avec une variété de quantité et de morphologies de martensite ont été produites.

Il est évident que tous les traitements thermiques présentent des microstructures dual-phase ferrite-martensite, mais la morphologie, la proportion et la distribution de la phase martensitique varient considérablement en fonction des types de traitement thermique. La différence de l'état microstructural initial des échantillons avant d'atteindre le domaine intercritique ($\alpha+\gamma$) peut être tenu pour responsable des différences observées dans la morphologie et la distribution de la martensite [1].

IV.3.1 Traitement D.Q

La Figure IV.2 montre une structure dual-phase, caractérisée par une microstructure qui consiste en une dispersion d'une martensite dure dans une matrice ferritique ductile, obtenue par le traitement DQ à partir des températures intercritiques 760 et 800 °C. Pendant chauffage dans le domaine ($\alpha+\gamma$), la ferrite demeure essentiellement inchangée, et la perlite se transforme en austénite riche en carbone. Du moment que la martensite se transforme sans diffusion, elle hérite la quantité du carbone de l'austénite fixée par la température intercritique. Donc, la fraction volumique de la martensite augmente avec l'augmentation de la température intercritique comme montre la **Figure IV.5**.

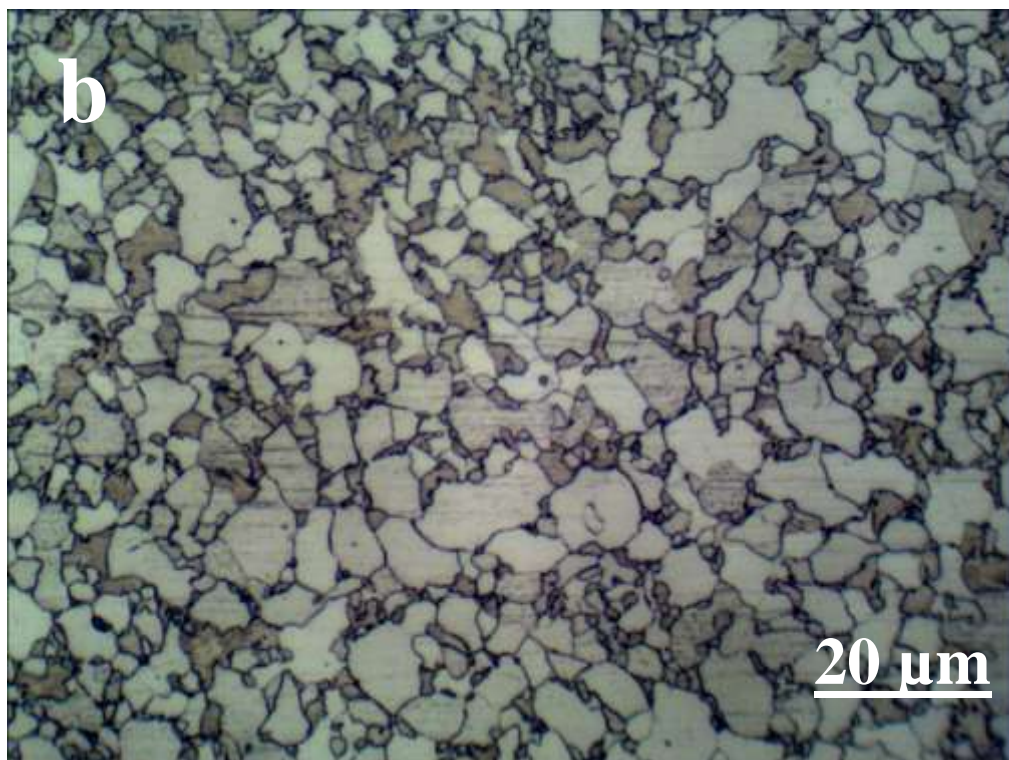
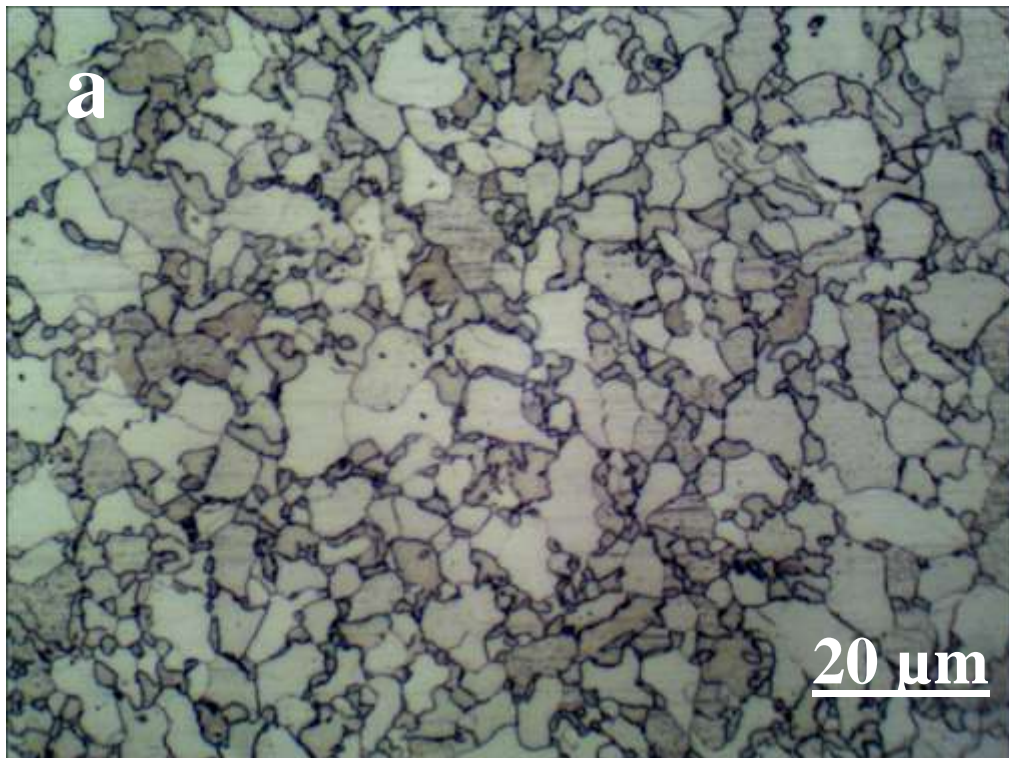


Figure IV.2 : Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement DQ, à différentes températures intercritiques a) 760 °C b) 800 °C

IV.3.2 Traitement I.Q

La Figure IV.3 montre des microstructures dual phase (DP) développées à partir du traitement IQ, qui sont composés de ferrite polygonale entourée d'un réseau de martensite sombre (martensite fine répartie dans la matrice de ferrite, en particulier le long des joints de grains ferrite / ferrite). Le développement de la martensite type réseau (network) que l'on trouve dans le présent traitement suit les observations faites par Navara [2]. Selon Navara, la formation d'austénite (la martensite) après un recuit intercritique directe à partir d'une structure ferrite-perlitique est causée par la formation des germes d'austénite dans des régions enrichies au manganèse (Mn) en raison de la diffusion rapide de Mn à travers les interfaces ferrite-ferrite. Les carbures qui précipitent sur les joints de grains d'austénite antérieurs et également au niveau des joints de lattes de martensite en formant des régions à forme aciculaire se transforme ensuite de fines particules de martensite lors de la trempe à la température ambiante. La morphologie et la dispersion de la martensite dans le traitement IQ dépend du procédé de réversion d'austénite à partir de la martensite initiale [3].

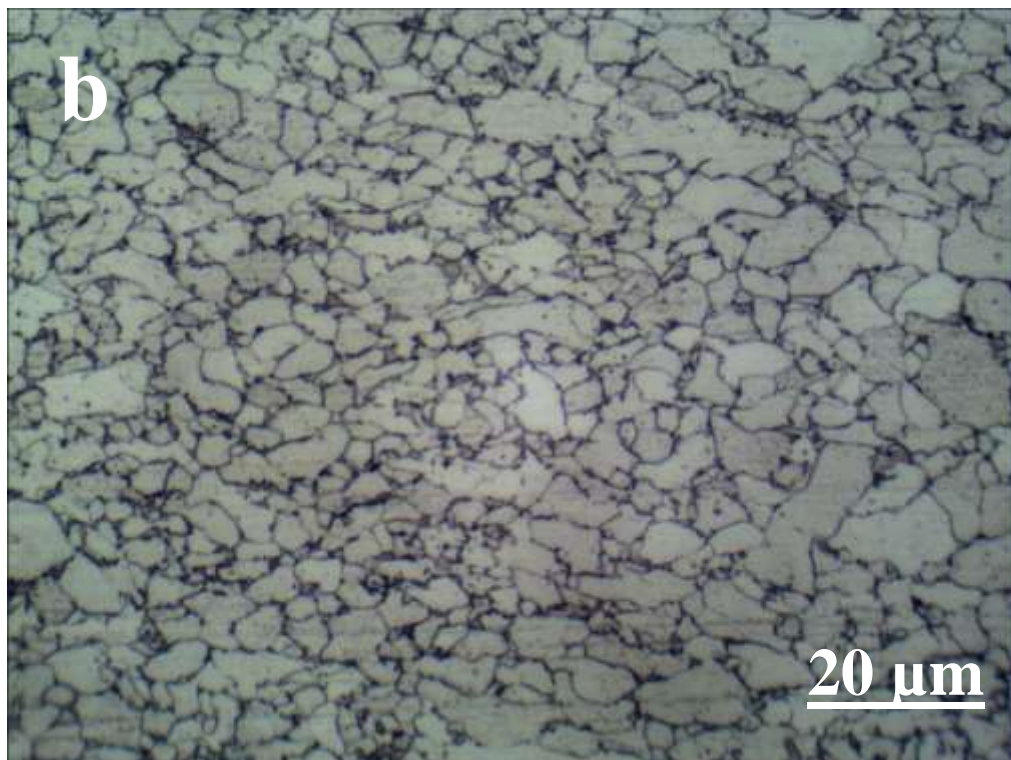
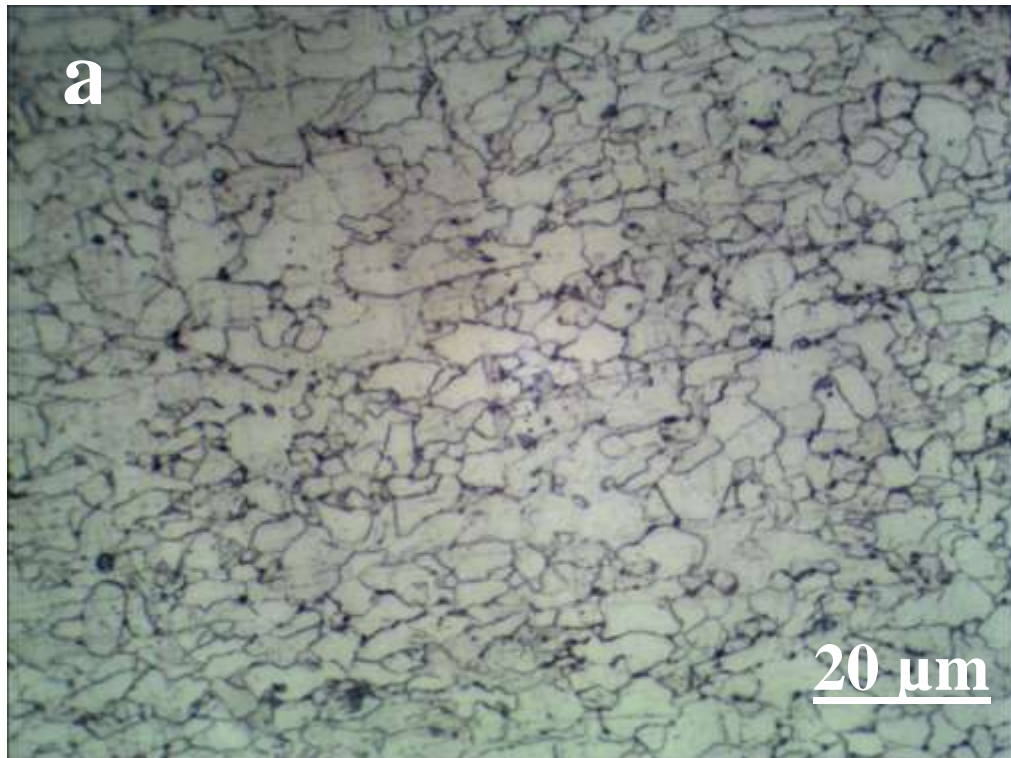


Figure IV.3 : Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement IQ à différentes températures intercritiques a) 760 °C b) 800 °C

IV.3.3 Traitement S.Q

La Figure IV.4 représente des micrographies optiques (ferrite + Martensite) de l'acier X70 qui a subi le traitement SQ. 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 [4]. 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 [5]. Offerman et al. Montrent par une analyse à la sonde électronique que la présence de bandes est fortement corrélée à la ségrégation en manganèse [6]. 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 [7] développe une théorie largement admise pour expliquer la formation des bandes. L'austénite est plus stable dans les zones riches en manganèse. Lors d'un refroidissement lent, la ferrite germe préférentiellement aux joints triples et aux joints de grains austénitiques situés dans les zones pauvres en manganèse. Lors de la trempe, les régions d'austénite non transformée se transforment en martensite en gardant la même disposition, en conduisant à une microstructure Dual-Phase en bandes alternées entre la ferrite et la martensite après trempe à partir du domaine ($\alpha + \gamma$).

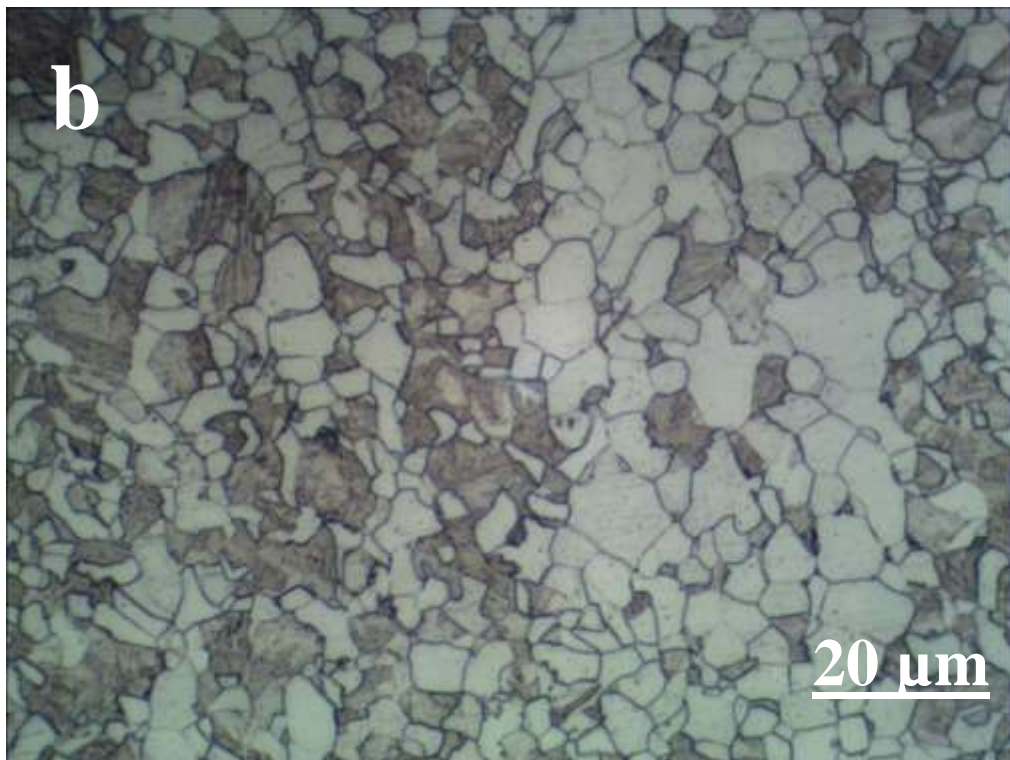
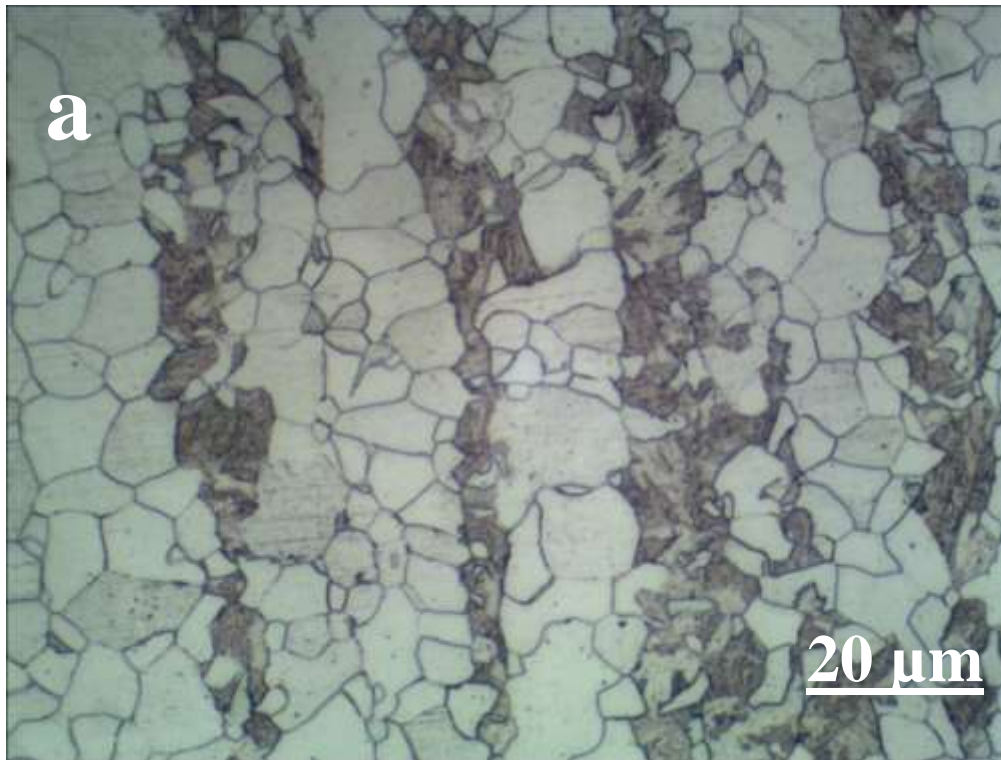


Figure IV.4 : Microstructure Optique de l'acier X70 après traitement SQ, à différentes températures intercritiques a) 760 °C b) 800 °C

IV.3.4 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 760 et 800 C. La Figure IV.5 montre les proportions de la martensite dans l'acier X70 :

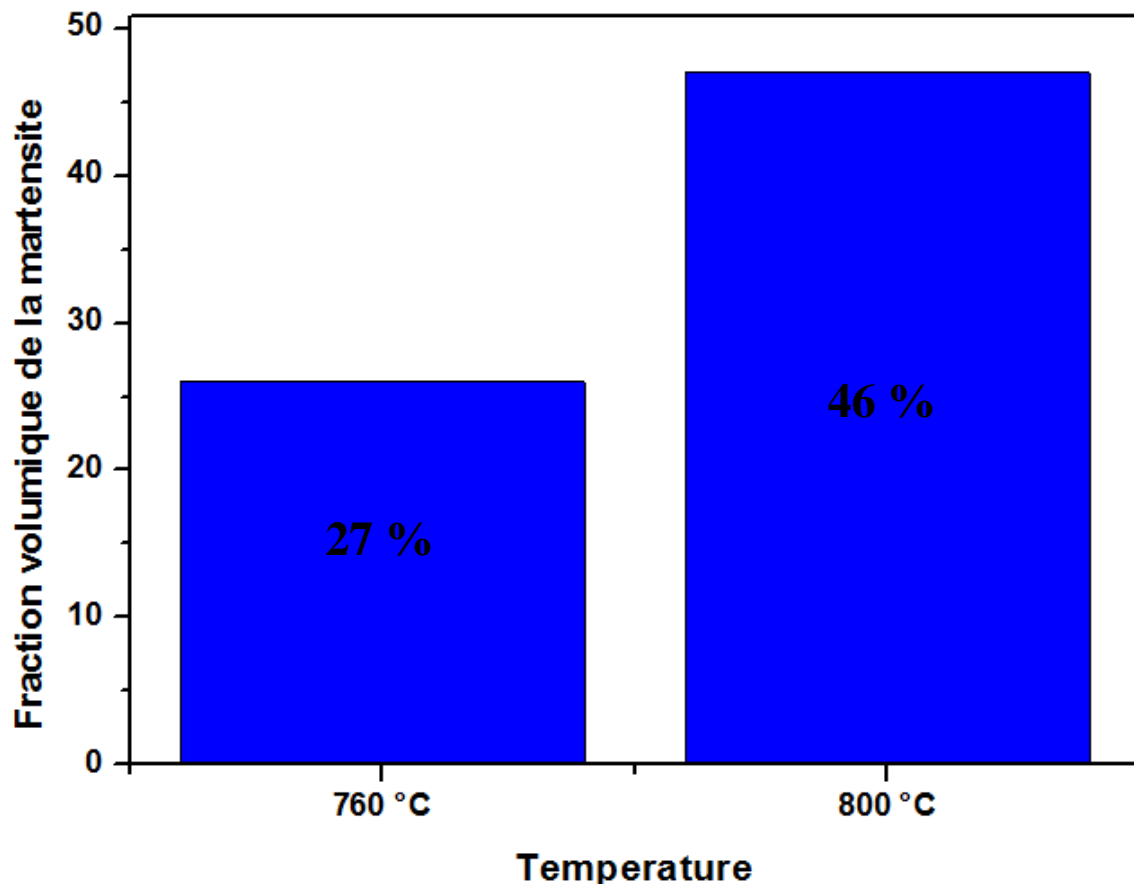


Figure IV.5 : Fraction volumique de la martensite à différentes températures.

IV.4 Effet du taux de déformation par laminage sur la structure dual phase

IV.4.1 L'effet de la déformation sur morphologie

La structure dual phase des échantillons traités à 800 °C sans laminage et à 800 °C avec 30 % de réduction de l'acier X70 est illustrée à la Figure IV.6. Nous constatons que les particules de martensite sont devenues plus fibreuses (allongées) avec l'application de déformation par laminage. La formation de martensite fibreuse et le

raffinement du grain ferritique contribuent à l'augmentation de la dureté dans l'acier dual phase. La densité de défauts cristallins (les joints de grain, les bandes de déformation, etc.) augmente avec la déformation dans la région non recristallisée. Ces défauts agissent comme sites de germination pour la ferrite pendant un subséquent refroidissement. Les limites des grains qui augmentent avec la déformation agissent comme des sites de germination pour la ferrite lors du refroidissement ultérieur. D'autre part, le laminage dans la gamme ($\alpha + \gamma$) est nécessaire pour augmenter les sites de germination pour la précipitation dans la ferrite et affiner les grains de ferrite aussi petits que possible. Selon Ahmad [8], l'inconvénient de cette structure en fibre qu'elle est anisotrope, et delà elle affecte les propriétés de traction suivant le sens longitudinal et transversal.

IV.4.2 L'effet de la déformation sur la dureté

La **Figure IV.7** présent l'évolution de la dureté en fonction de la température intercritique pour l'acier X70 avec ou sans laminage et 30 % de réduction. La tendance générale montrée dans cette figure est que la dureté de l'acier dual phase augmente avec l'augmentation de la température intercritique ; c'est-à-dire avec l'augmentation de la fraction volumique de la martensite (phase très dure). Les valeurs de dureté des échantillons laminés de manière intercritique avec une réduction de laminage de 30 % sont plus élevées que celles d'un échantillon traité à la même température intercritique sans laminage. Nous pensons que cela est dû à la déformation plastique par laminage introduite lors du traitement intercritique, qui générera une structure fine, ce qui a contribué à l'augmentation de la résistance de l'acier [9,10]. Ces observations suggèrent que l'amélioration de la résistance avec réduction par laminage a été causée par la formation de martensite fibreuse augmentée de la zone de contact avec la matrice (ferrite) par rapport à la structure de grain équiaxe de la martensite non laminée. Pendant le laminage dans la région biphasée, les grains d'austénite et de ferrite sont déformés. Les grains d'austénite s'allongent et fournissent de plus grandes surfaces pour la germination et la transformation de phase. Dans les grains de ferrite, des cellules de dislocation se forment qui contribuent au raffinement des grains par la conversion des limites des grains. L'austénite déformée s'est transformée principalement en martensite de latte et en ferrite avec des densités de dislocation élevées. [8]

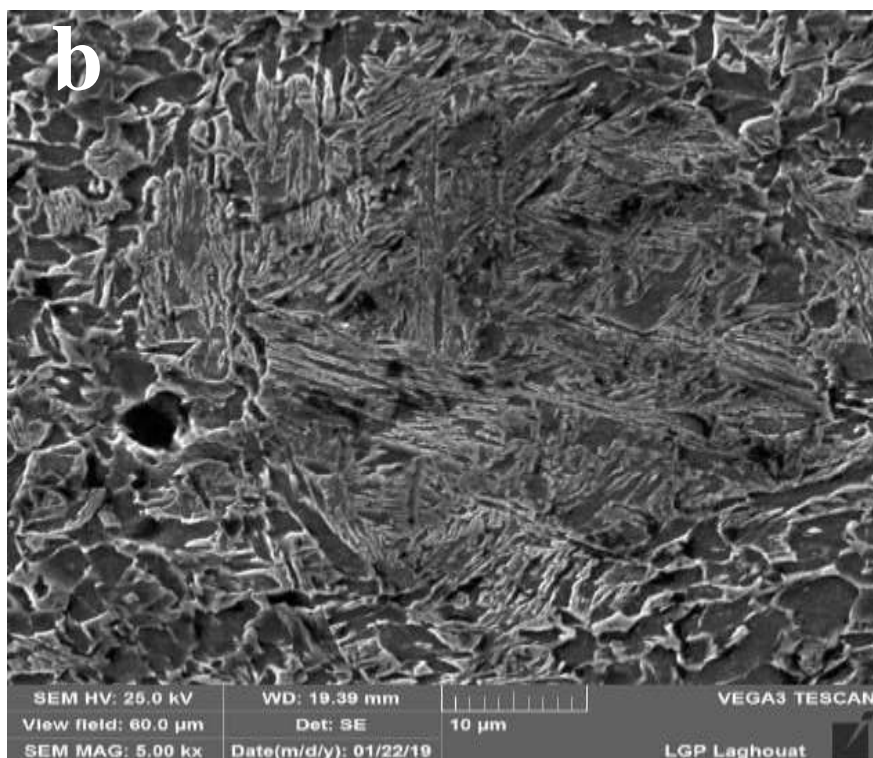
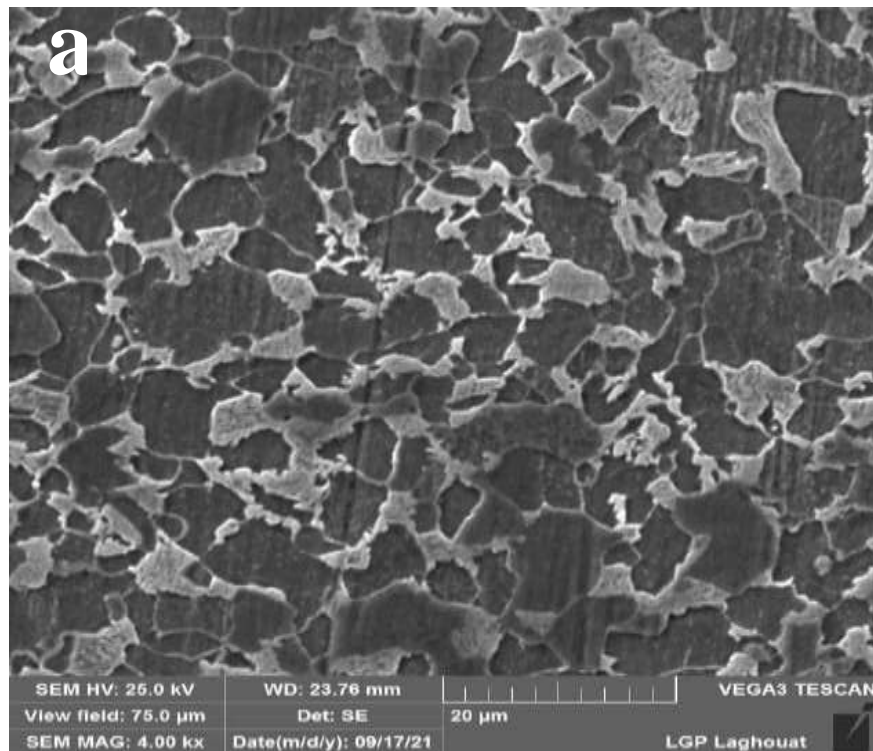


Figure IV.6 : Micrographie par MEB de l'acier DP X70, après le traitement DQ à la température 800 °C a) sans laminage b) avec laminage (30%)

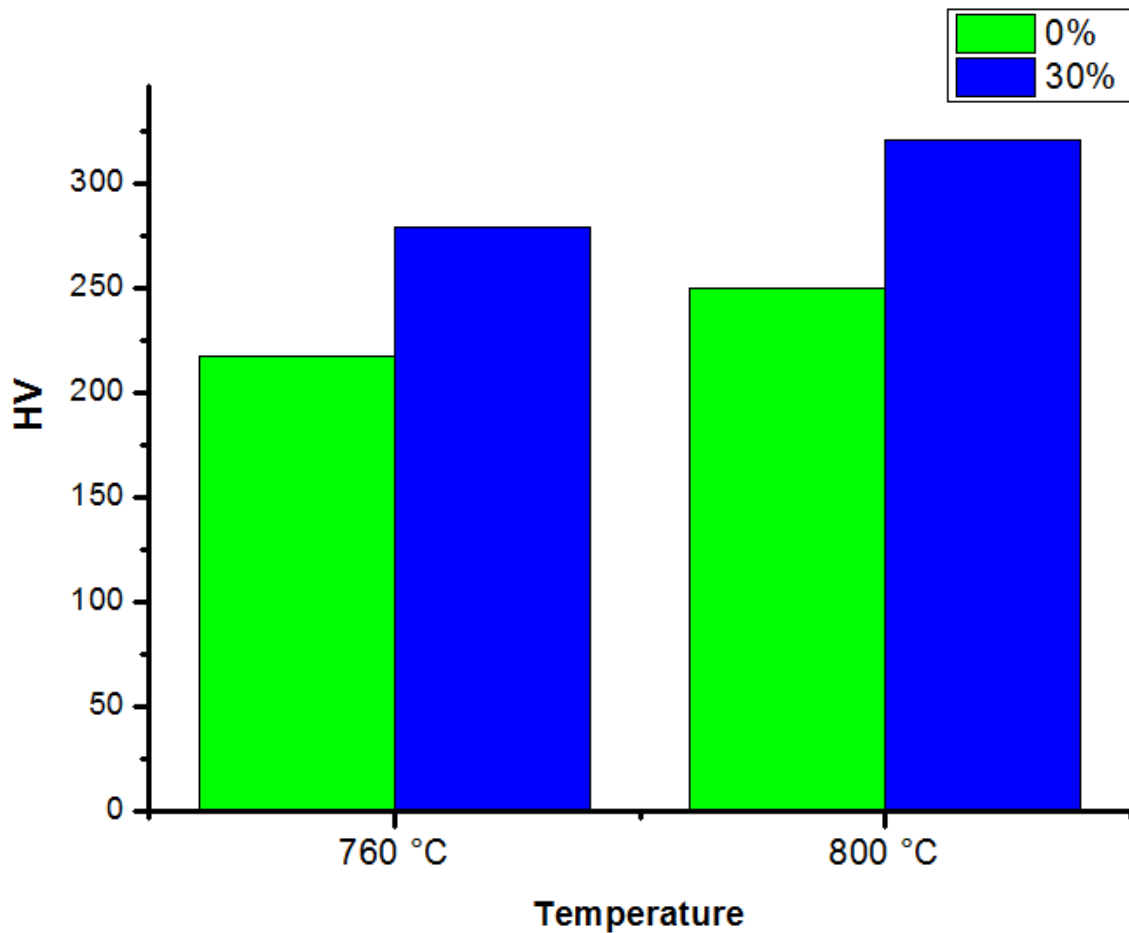


Figure IV.7 : Evolution de la dureté en fonction de la température intercritique pour l'acier X70 avec laminage et sans laminage.

IV.5 Evolution de la microstructure en fonction de la température de revenu

La quantité des atomes de soluté (carbon) à l'interface ferrite/martensite est insuffisante pour figer le grand nombre de dislocations. Donc, les atomes manquants doivent être fournis par diffusion des régions internes des grains ferritiques. Ceci est possible par un traitement de revenu. Pour étudier l'influence du revenu sur les caractéristiques mécaniques (dureté et traction et résilience) d'un acier X70 dual-phase, des échantillons ont subi un revenu de 1 heure aux températures allant de 200 °C à 500°C à partir de différentes températures intercritiques. L'évolution de la

microstructure de l'acier DP X70 au cours du traitement de revenu après traitement thermique IQ, SQ et DQ à 800 °C est donnée par les **Figure IV.8**, **Figure IV.9** et la **Figure IV.10**. Jusqu'à des températures de revenu de 200 °C, nous avons constaté qu'il n'y a pas de différence entre la microstructure de l'échantillon qu'a subi un revenu à 200 °C et celle de l'échantillon fraîchement trempé, comme le montre les **Figure IV.8a**, **Figure IV.9a** et **Figure IV.10a**. Cela est dû au réarrangement des dislocations par annulation de celle de signes opposés. Le carbone piégé dans la martensite lors de la trempe commence à diffuser qui permet la relaxation du réseau quadratique de la martensite et la diminution des contraintes internes. Avec l'augmentation de la température de revenu, selon Fang et al [11], on assiste à une précipitation de la cémentite sous deux formes distinctes Fe₂C et Fe₃C. Lorsque la température de revenu augmente à 300 °C, les carbures de fer ε commencent à précipiter et la martensite devient moins tétragonal, pendant ce temps, les contraintes résiduelles et la densité de dislocation diminue. À une température de revenu d'environ 400 °C, le carbure de fer ε est remplacé par la cémentite Fe₃C et la martensite perd sa tétragonalité. Lorsque la température de revenu est de 500 °C, la cémentite dans la martensite de revenu grossit et devient sphéroïdale [11,12]. Avec une augmentation de la température de revenu à 500 °C, la concentration du carbone dans la martensite de revenu diminue en raison de la diffusion des atomes de carbone vers la cémentite.

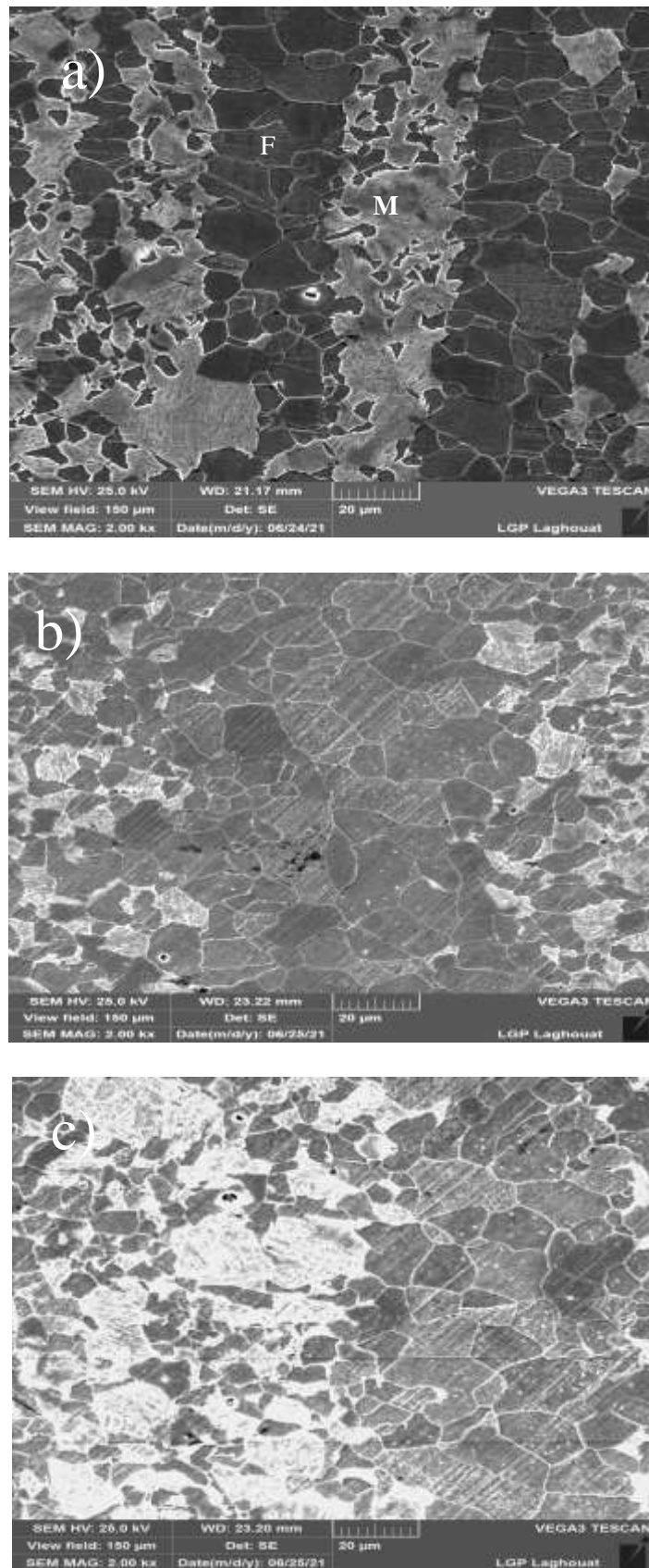


Figure IV.8 : Microstructure par MEB d'un acier DP X70 au cours du revenu après SQT à 800 °C pour différentes températures a) T= 200°C b) T= 300 °C c) T= 400 °C

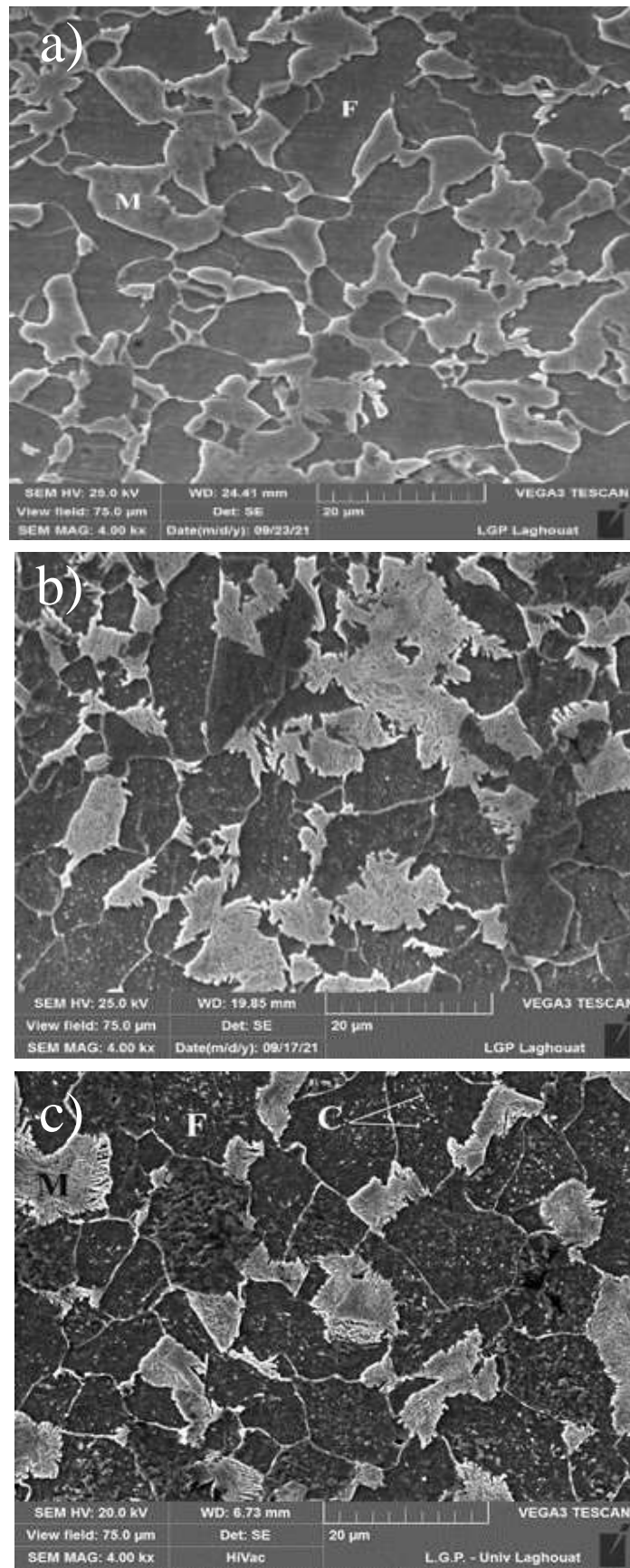


Figure IV.9 : Microstructure par MEB d'un acier DP X70 au cours du revenu après DQT à 800 °C pour différentes températures a) $T= 200^{\circ}\text{C}$ b) $T= 300^{\circ}\text{C}$ c) $T= 400^{\circ}\text{C}$

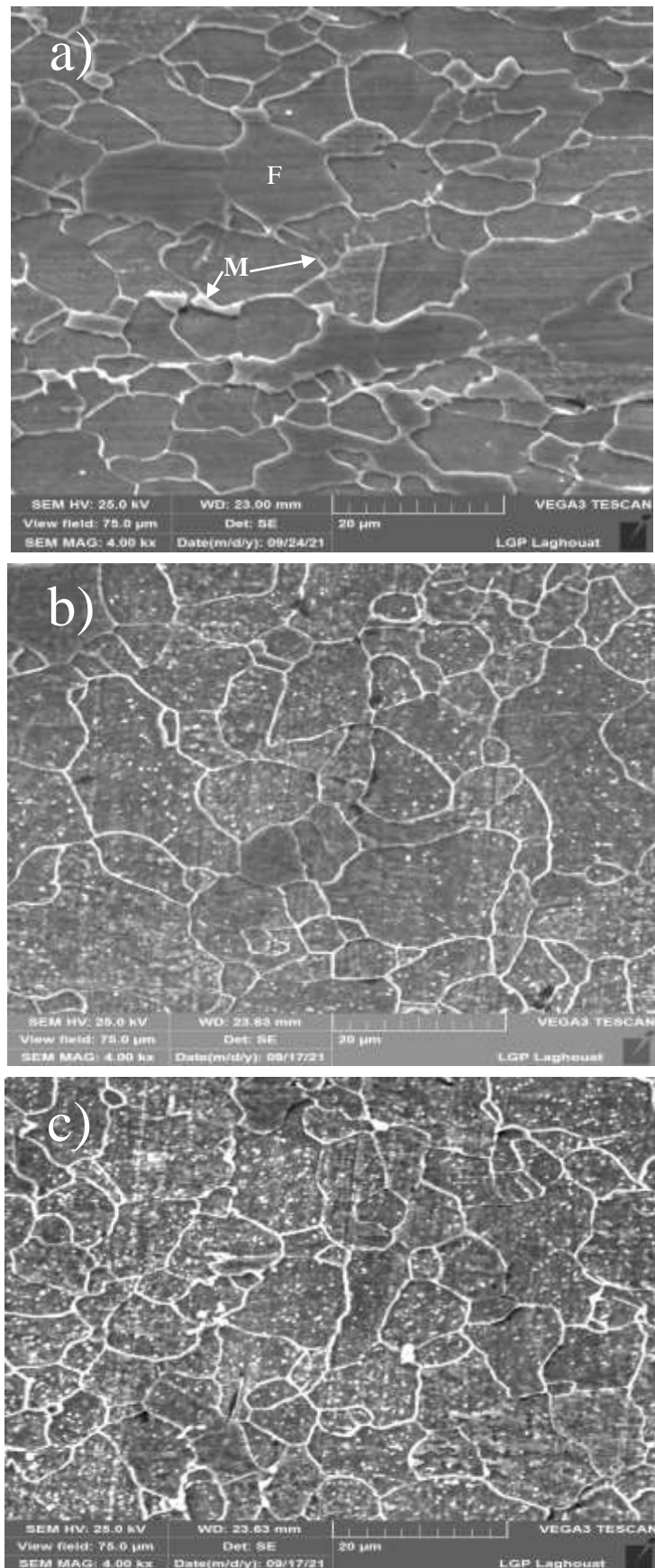


Figure IV.10 : Microstructure par MEB d'un acier DP X70 au cours du revenu après IQT à 800 °C pour différentes températures a) T= 200°C b) T= 300 °C c) T= 400 °C

IV.6 Evolution des propriétés mécaniques en fonction de la proportion et la morphologie 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.

IV.6.1 Evolution de la dureté

La variation de la dureté de l'acier dual-phase X70 en fonction de la proportion de la martensite liés aux différentes températures intercritiques est donnée par le Figure IV.11. La tendance générale représentée sur cette figure est que la dureté de acier dual- phase X70 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). Pour une température intercritique donnée, la dureté des échantillons qu'ont subis le traitement thermique (SQ) est la plus faible à cause de la microstructure ferrito martensitique grossière en bande.

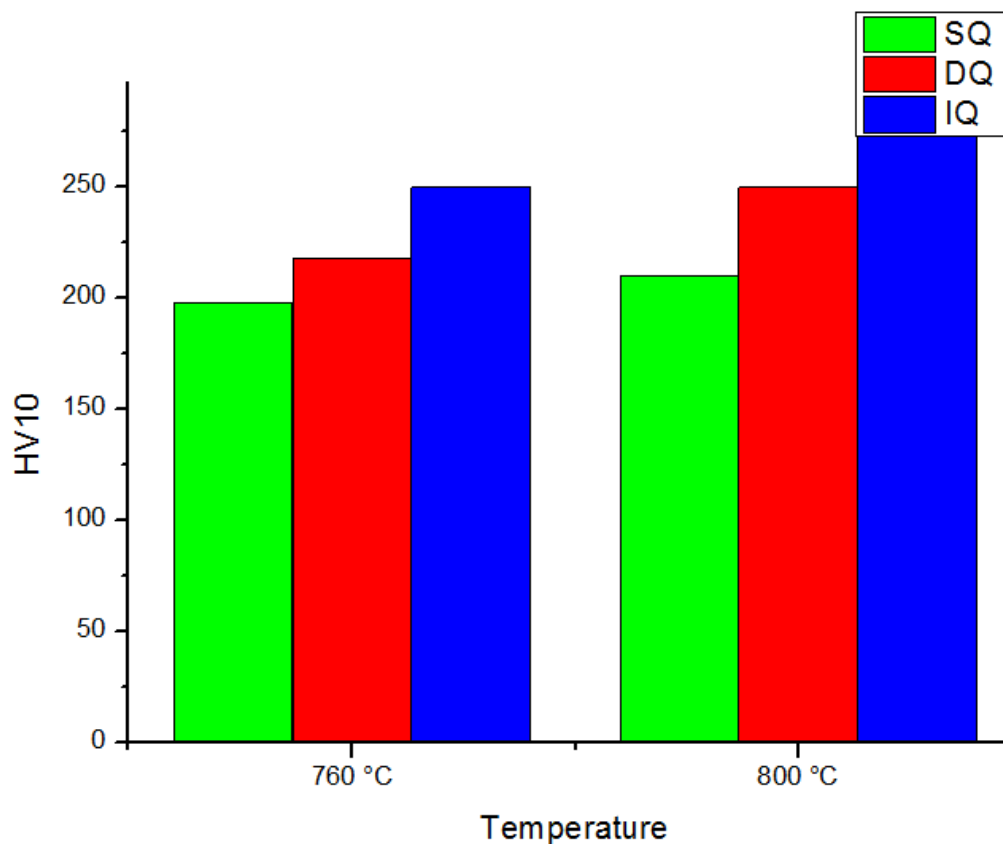


Figure IV.11 : Les duretés HV10 de l'acier X70 après traitement DQ, IQ et SQ.

IV.6.2 Evolution de la Résistance et l'allongement total

La figure IV.12 montre l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la fraction volumique de martensite Pour différents traitement thermique « IQ, DQ et SQ » à 760 et 800 °C, respectivement. La tendance générale représentée sur ces courbes est que, pour un traitement thermique donné, la résistance d'un acier dual-phase augmente avec l'augmentation de la température intercritique ; Cela est dû à l'augmentation de la fraction de volume de la martensite (phase très dure) [13], comme le montre la Figure IV.12a et la Figure IV.12b. Les dislocations générées à l'interface ferrite-martensite lors de la formation de la martensite sont considérées comme très mobiles et expliquent le comportement élastique continu des aciers DP. La présence des contraintes résiduelles contribue probablement à l'abaissement de la limite d'élasticité et à la vitesse d'écrouissage rapide des aciers contenant de la martensite [14].

L'allongement total a tendance à diminuer avec l'augmentation de la température intercritique ; c'est-à-dire avec l'augmentation de la fraction volumique de la martensite (phase très dure et fragile), comme le montre la Figure IV.12c. Ainsi, la ductilité est contrôlée par la fraction de martensite. L'augmentation de la résistance à la traction diminue l'allongement total [15].

Les propriétés mécaniques (La limite conventionnelle d'élasticité ($R_{e0.2}$), la résistance à la traction (R_m) et l'allongement (A)) des éprouvettes qu'ont subies les traitements IQ, DQ et SQ sont résumées dans le tableau IV.2. Une comparaison des propriétés mécaniques entre les échantillons IQ, DQ et SQ révèle que l'échantillon IQ montre la meilleure combinaison de résistance et de ductilité et d'allongement total par rapport aux l'échantillon SQ et DQ. Cela est dû à la morphologie de la martensite (très fines particules de martensite noyées dans une matrice de ferrite à grains fins). Ceci est en accord avec plusieurs auteurs [16-20]. Indiquant que les propriétés mécaniques dépendent fortement de la morphologie de la microstructure causée par la température intercritique [21-24].

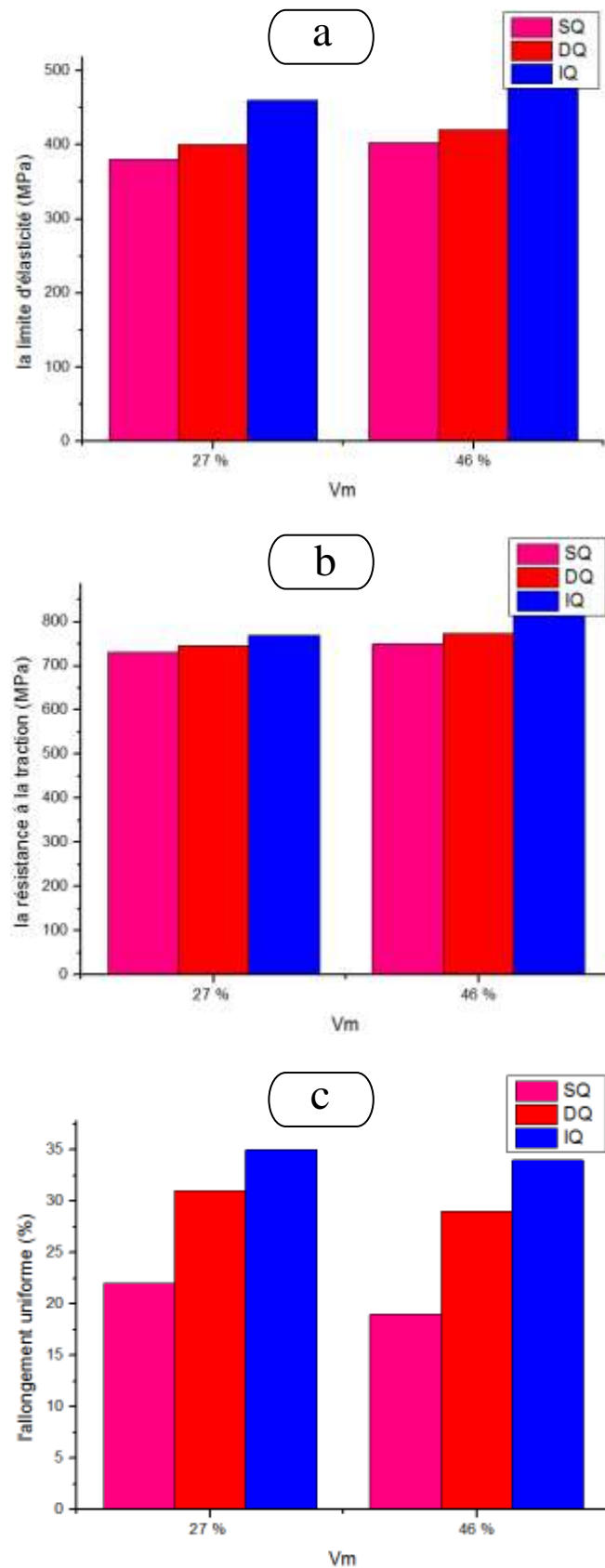


Figure IV.12 : Évolution de propriété mécanique en fonction de la fraction volumique de martensite Pour différents traitements thermique
 (a) la limite d'élasticité (b) la résistance à la traction (c) l'allongement uniforme.

Tableau IV.2 : Principales propriétés mécaniques obtenues sur les échantillons testés après l'application des traitements thermiques « IQ, SQ et DQ » à 760 et 800 °C.

	X70	Re0.2 (MPa)	Rm (MPa)	Re0.2/Rm	A (%)
IQ	760 °C	460	770	0.60	35
	800 °C	480	820	0.59	34
DQ	760 °C	400	745	0.54	31
	800 °C	420	773	0.55	29
SQ	760 °C	380	730	0.52	22
	800 °C	403	750	0.54	19

Les paramètres métallurgiques importants affectant les propriétés mécaniques de l'acier dual-phase sont : La morphologie, la distribution, la fraction volumique de la martensite dans la matrice ferritique, et la fraction volumique des précipités (la fraction volumique des carbures dans les aciers traités IQ, DQ et SQ est presque la même, car elle dépend de la température de recuit intercritique) [3].

IV.6.2.1- Fractographie

Dans le but d'expliquer l'effet de la morphologie et de la distribution de la martensite sur la ductilité, des faciès de rupture de traction ont été étudiés au MEB pour tous les échantillons traités thermiquement. La variation de modes de rupture en fonction de la température intercritique (ICT) est en général en accord avec la variation de la ductilité en fonction de (ICT). Les travaux de Bag et all. [1] sur des observations fractographiques d'aciers (DP) indiquent que, lors de la déformation par traction, la ferrite se déforme d'abord et facilite la germination des fissures soit au niveau des précipités présents, soit aux interfaces ferrite-martensite. Par la suite, ces fissures se propagent par clivage ou par cupules, en fonction de l'état des contraintes présent dans la microstructure. De nombreux chercheurs [25,26] ont observé que la formation de micro-cavités découle à la fois de la rupture des particules de martensite et de la décohésion de l'interface. Ils considèrent que la martensite peut être un site pour

l'initiation de micro-cavités. La fragilité de la phase martensitique dans la microstructure des aciers duals phase (DP) est susceptible à favoriser la rupture.

La figure IV.13 montre les faciès de rupture en traction des éprouvettes IQ rompue à la température ambiante pour l'acier X70, obtenus à différentes températures intercritiques.

Ces microfractographies révèlent la présence des cupules, un aspect typique d'une rupture ductile en raison de la ductilité élevée rapportée par ce type de traitement thermique. Une observation plus pointue des fractographies indique que l'augmentation de la température intercritique cause la formation des cupules de plus grandes tailles dues à la présence d'une martensite plus grossière dans la microstructure à haute température intercritique. Cependant, une microstructure fine issue du traitement IQ possède un plus faible espacement entre les particules de martensite. En conséquence, la densité des dislocations et les concentrations de contrainte à l'interface ferrite-martensite diminuent. Ainsi, la formation des cavités se produit au stade avancé de la déformation plastique. La rupture des aciers dual-phase donnée par le procédé IQ se produit par germination et coalescence des microcavités en raison de la déformation localisée dans la ferrite après une grande quantité de déformation plastique. La distribution aléatoire et fine de la martensite ayant une morphologie fine limite la croissance des micro-cavités et retarde la coalescence des cavités résultant en des valeurs élevées d'allongement à la rupture [27].

La figure IV.14 présente les fractographies des faciès de rupture de traction des éprouvettes SQ d'acier X70, obtenus à différentes températures intercritiques respectivement. Alors que le mode principal de rupture est ductile avec une grande taille de cupules a été observée pour l'échantillon SQ pour les basses températures intercritique (Figure IV.14 a). La rupture fragile est présente et dominante dans les échantillons SQ à 800 °C, indiquant une rupture prématurée au premier stade de la déformation, comme il est illustré dans les figures IV.14 b. La modification du mode de rupture en fonction de la (ICT) est en accord avec la diminution de la ductilité pour les échantillons SQ. Pour une microstructure en bande issue du traitement SQ, l'espacement moyen entre les particules de martensite est grand. Ainsi, pendant la déformation plastique, la densité de dislocations et les concentrations de contrainte dans la ferrite proche des particules de martensite augmentent rapidement, ce qui conduit à la formation de microcavités au début de la déformation plastique. Dans les aciers dual-

phase donnés par le traitement SQ, la propagation des fissures par clivage dans la ferrite, entraînant une rupture prématurée, avec de faibles quantités de la déformation plastique [6, 28, 29].

Dans le cas des échantillons DQ, comme l'indique la figure IV.15, les micro-cavités formées aux interfaces de martensite/ferrite peuvent facilement se développer le long de l'interface sans interruption étant donné que de telles interfaces ont une concentration de contrainte plus élevée et sont presque continues, en particulier pour des aciers de DP à haute température (ICT). Ces observations collaborent le fait que la ductilité pour la microstructure d'IQ est beaucoup plus importante que celle pour la microstructure DQ à la même température (ICT).

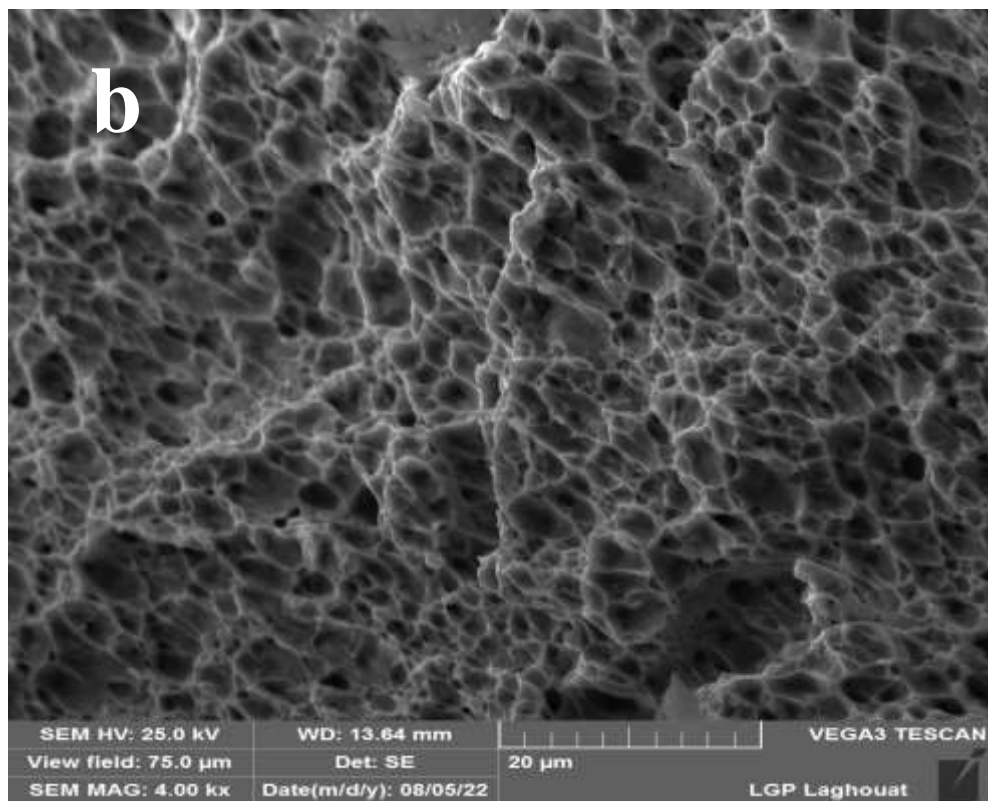
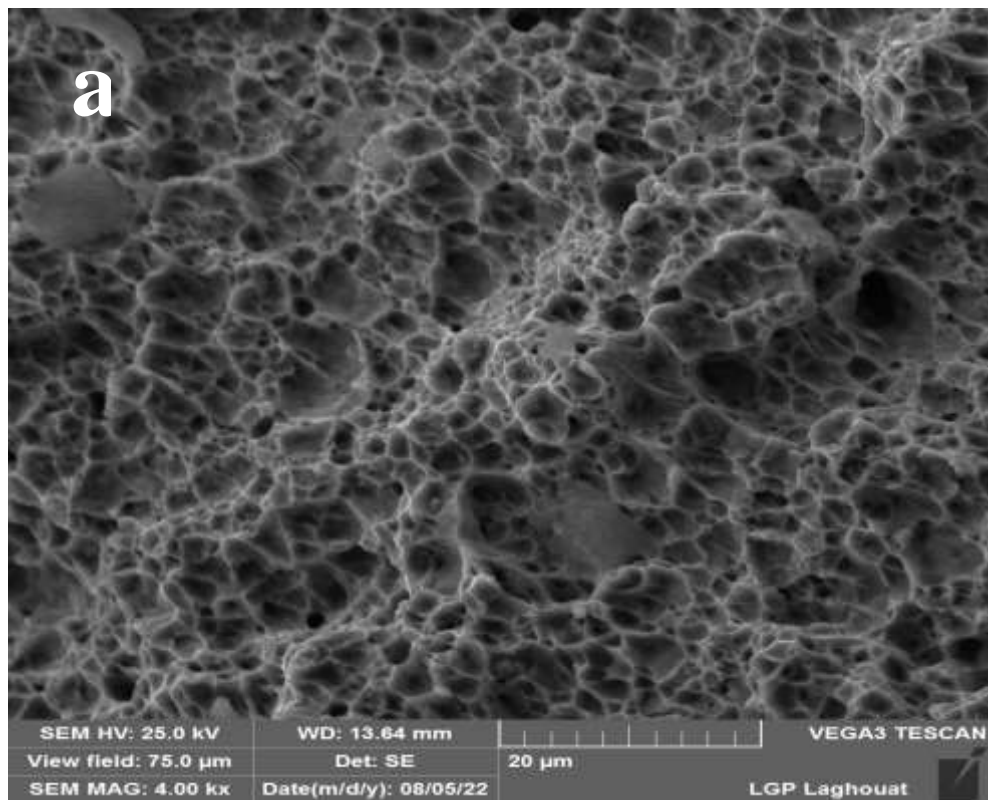


Figure IV.13 : Facies de rupture d'un acier X70 selon le traitement IQ

(a) $T = 760\text{ °C}$ (b) $T = 800\text{ °C}$

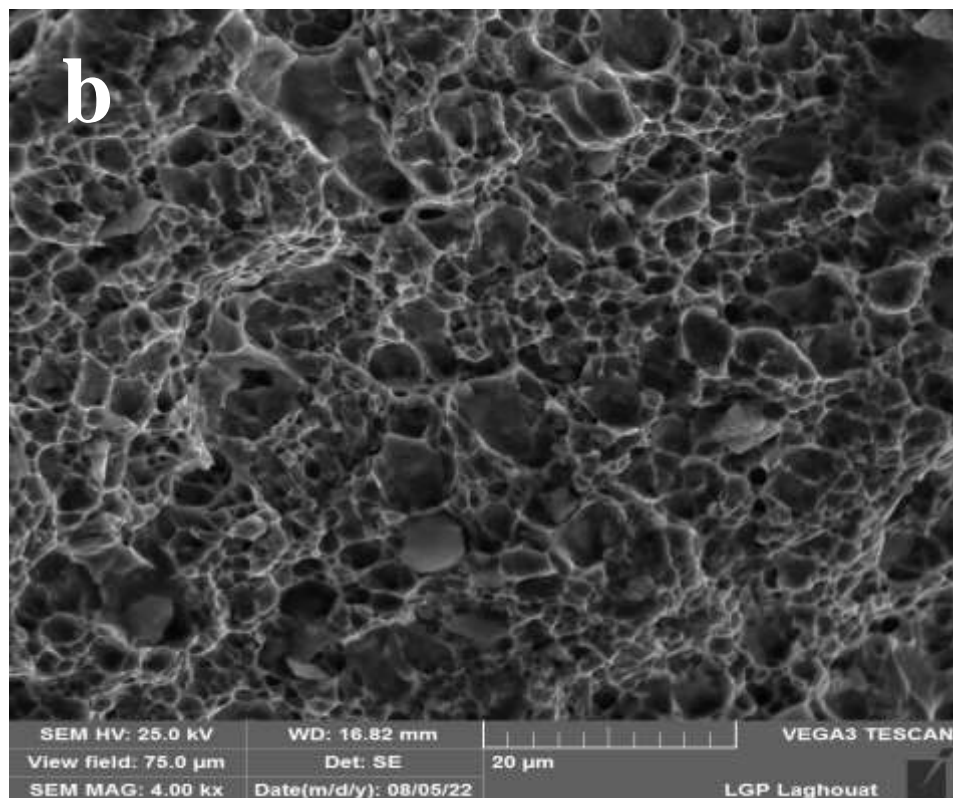
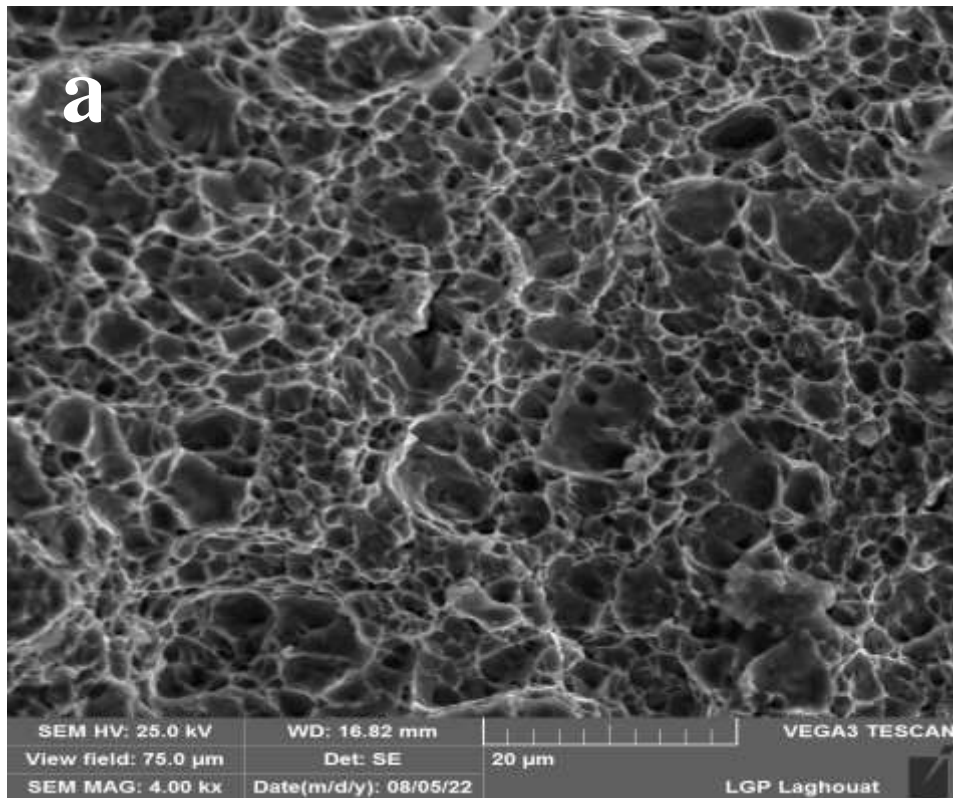


Figure IV.14 : Facies de rupture d'un acier X70 selon le traitement SQ

(a) $T = 760\text{ °C}$ (b) $T = 800\text{ °C}$

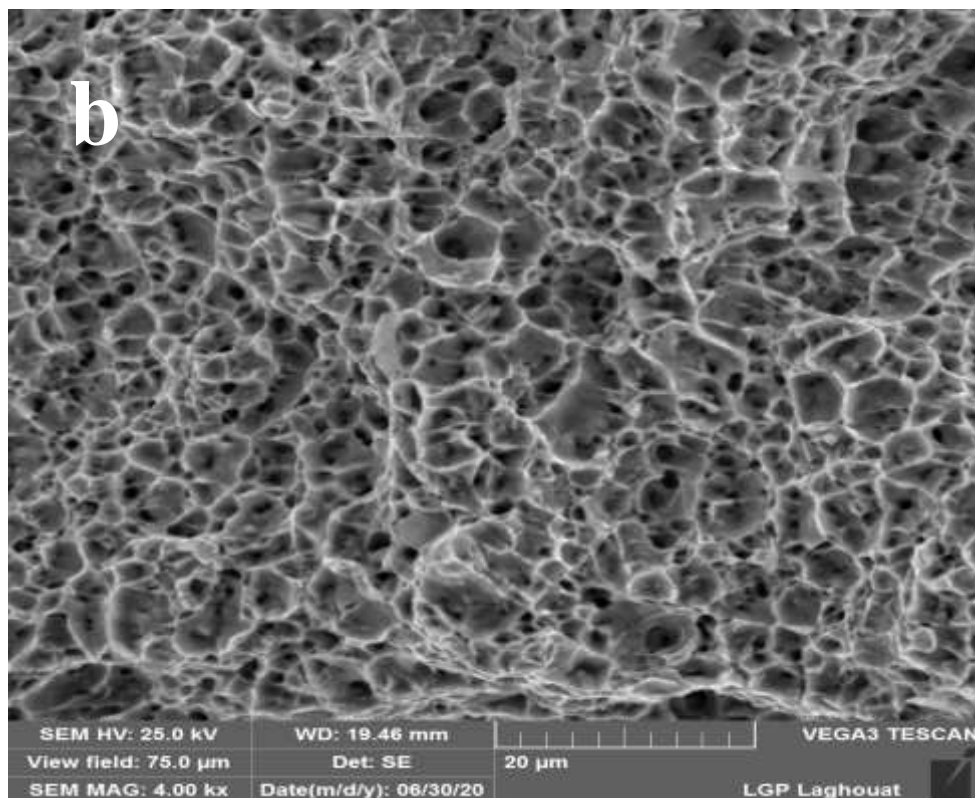
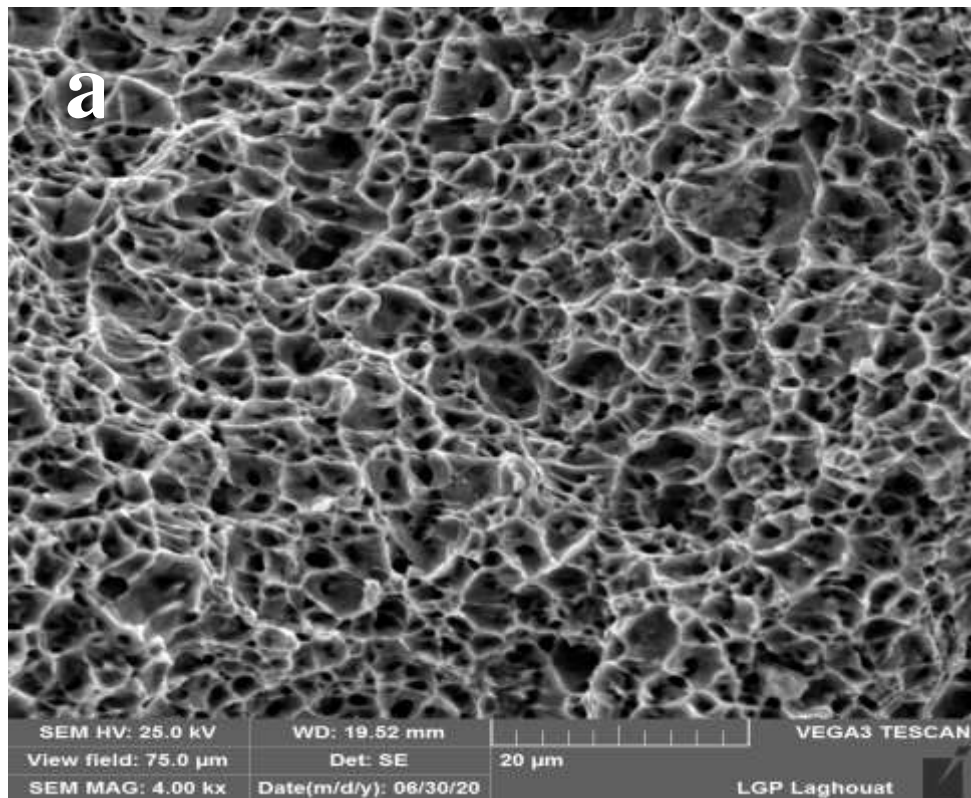


Figure IV.15 : Facies de rupture d'un acier X70 selon le traitement DQ

(a) $T = 760\text{ °C}$ (b) $T = 800\text{ °C}$

IV.6.3 Evolution de la Résilience

Dans les aciers à haute limite élastique (HSLA), la ténacité est largement représentée en termes de l'énergie absorbée à une température donnée ou l'énergie absorbée. Il est connu que l'énergie absorbée dépend de différents facteurs microstructuraux, tels que le type, la fraction volumique, et la morphologie des phases secondaires, et la taille de grain, qui joue le rôle d'une barrière contre la propagation des fissures par clivage [30] [31].

La figure IV.16 montre la variation de l'énergie absorbée au cours de l'essai Charpy à la température ambiante en fonction des températures intercritique d'un acier X70 soumis aux différents traitements thermiques (IQ), (DQ) et (SQ).

Les données montrées dans la figure IV.16 indiquent que pour une température de chauffage égale à 760 °C, l'échantillon IQ présente une énergie absorbée de 207 J à la température ambiante. L'énergie absorbée sur Les échantillons SQ et DQ sont de 154 J et 45 J, respectivement. Par contre pour une température de chauffage égale à 800 °C, l'échantillon IQ présente une énergie absorbée de 182 J à la température ambiante, tandis que celles des échantillons SQ et DQ sont respectivement 140 J et 37 J, respectivement.

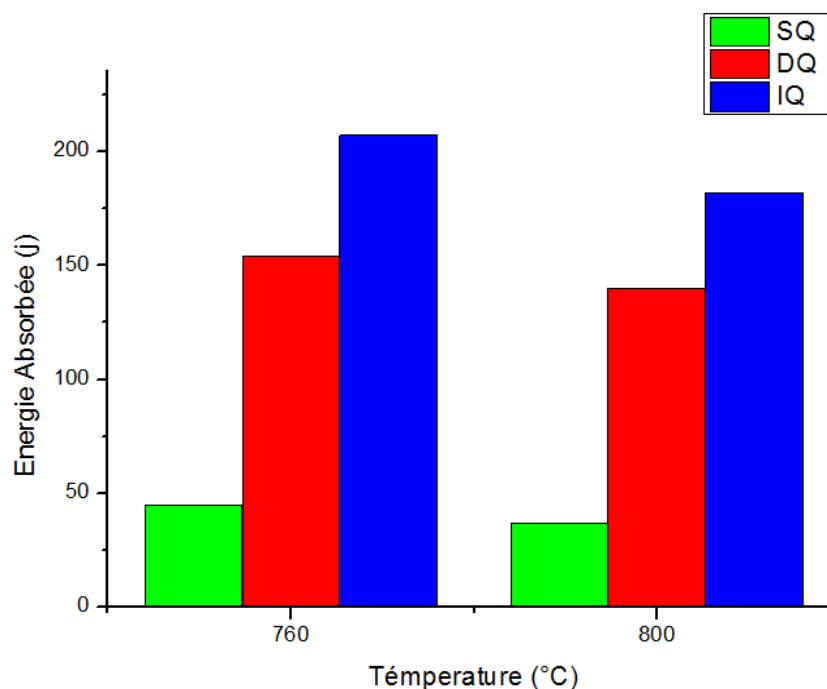


Figure IV.16 : Evolution de l'énergie absorbée lors d'un essai de Charpy à l'ambiante en fonction de la température intercritique pour différents traitements thermiques d'un acier X70

Les données de l'essai Charpy à la température ambiante de tous les traitements sont résumées dans le Tableau IV.3. Il est intéressant de noter que les propriétés de résilience à la température ambiante sont plus élevées pour les échantillons IQ que pour les échantillons DQ (structure en dispersion d'une martensite dans une matrice ferritique) et SQ (structure en bande).

Les résultats montrent que le traitement IQ possède de meilleures propriétés de résilience que les traitements DQ et SQ comme il est exprimé par les valeurs d'énergies absorbées plus élevées. Par conséquent, on peut conclure que les valeurs les plus élevées d'énergie absorbées lors de l'essai Charpy des échantillons IQ sont associées à la martensite fine. Les observations actuelles sont en accord avec les suggestions, données par Kang et Kwon [32], qu'une distribution fine de la martensite augmente l'énergie absorbée des aciers dual-phase.

Pour le même traitement thermique, l'énergie absorbée diminue avec l'augmentation de la température intercritique. Cela est dû à la déférence de la fraction volumique de la martensite. La faible énergie absorbée par essai Charpy à la température ambiante pour les échantillons SQ est due à la microstructure ferrito-martensitique grossière en bandes. A la température intercritique 760 °C, les valeurs les plus élevées de l'allongement (35%), énergie absorbée (207 J) ont été obtenus avec le traitement IQ (martensite fine). Cependant, le traitement SQ (martensite en bandes) donne un faible allongement, faible énergie absorbée. Le traitement DQ (dispersion d'une martensite dans une matrice ferritique) présente des valeurs intermédiaires de contrainte, énergie absorbée, et de l'allongement.

Il est intéressant de noter que la valeur de l'énergie (Charpy) testée à température ambiante est plus élevée pour le traitement IQ que pour les traitements SQ et DQ pour la même fraction volumique de martensite, c'est-à-dire la même température intercritique. Les résultats de l'énergie (Charpy) testée à la température ambiante de la présente recherche sont en bon accord avec les travaux rapportés par Shi et al. [33] ayant presque la même V_m et microstructure. En revanche, les propriétés de résilience testées à température ambiante des échantillons IQ obtenues dans la présente étude sont plus élevées que les résultats rapportés par Bag et al. [34].

Tableau IV.3 : Propriétés de résilience d'acier X70 à la température ambiante

Essai	Température		Traitements Thermiques		
			IQ	DQ	SQ
l'énergie absorbée (J)	760 °C	E1	210	155.5	42
		E2	204	152.5	48
		Emoy	207	154	45
	800 °C	E1	180	142	39
		E2	184	138	35
		Emoy	182	140	37

IV.7 Evolution des propriétés mécaniques en fonction de la température de revenu

IV.7.1 Evolution de la dureté

D'après la Figure IV.17, on constate que les courbes de dureté en fonction des températures de revenu ont la même allure. Plus la température de revenu augmente plus la dureté diminue, et cela quel que soit le type de traitement thermique effectué. Pour une température de revenu donnée et quel que soit la température de recuit intercritique, la dureté la plus élevée est celle de L'échantillon DQL, suivi respectivement par les échantillons IQ et DQ. Enfin la dureté la plus faible est celle de l'échantillon SQ. Quelle que soit le type de traitement thermique et la température de revenu, la dureté des échantillons issus d'une température intercritique de 800 °C est supérieure à celle des échantillons issus d'une température intercritique de 760 °C. Cela est dû à la différence de proportion de martensite formée pour les deux températures. Les aciers microalliés DP, avant tout revenu, présentent une élasticité continue qui a été généralement attribué aux dislocations mobiles introduites lors du refroidissement à partir de la température de recuit intercritique. Cependant, lorsque l'acier DP subi un revenu à 200, 300, 400 ou 500 ° C, il a montré un comportement de l'élasticité discontinu et les paliers élastique sont développés. Ceci est dû à la diffusion d'atomes

interstitiels de soluté à des dislocations libres générées lors du refroidissement à partir de la température de recuit intercritique [1].

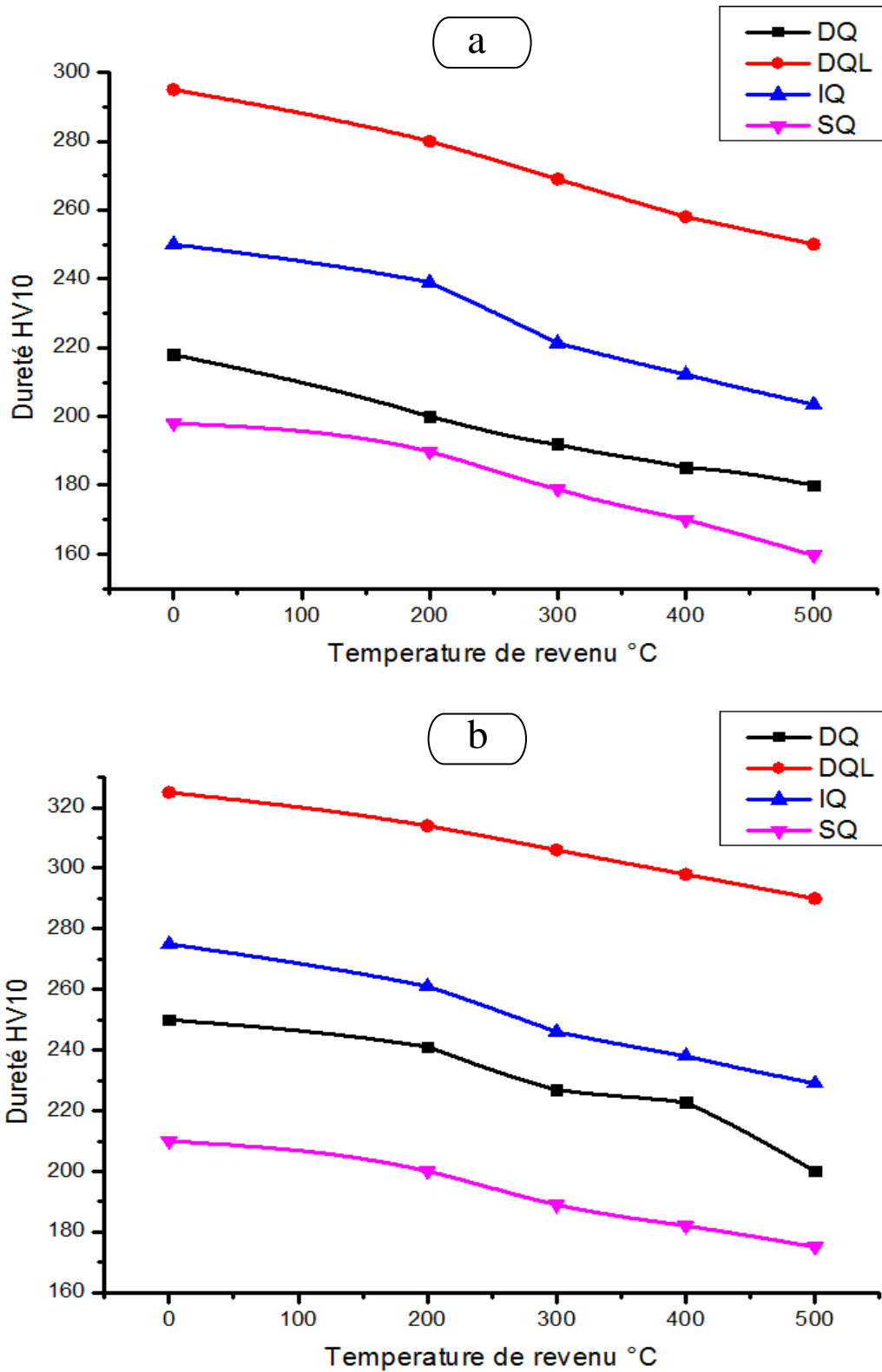


Figure IV.17 : Evolution de la dureté en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour différents traitements thermiques a) T=760 °C b) T=800 °C

IV.7.2 Evolution de la Résistance et l'allongement total

L'évolution des propriétés mécaniques (limite d'élasticité, résistance à la traction et de l'allongement total) en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour différents traitements thermiques (IQ, DQ et SQ) présents dans les Figure IV.18, IV.19 et IV.20, respectivement. Quel que soit le type de traitement thermique, nous pouvons remarquer que la limite d'élasticité ($R_{e0.2}$) et la résistance ultime à la traction (R_m) diminuent avec l'augmentation de la température de revenu en raison de la diffusion des atomes de carbone à partir de leurs sites interstitiels stressés pour assurer la formation de précipités de carbure de seconde phase. D'autre part, la diffusion des atomes de carbone augmente avec l'augmentation de la température de revenu. Pour une température de chauffage égale à 800 °C, à partir d'une température de revenu de 200 à 500 °C, on observe la diminution des deux contraintes de 730 à 640 MPa, 769 à 680 et 725 à 630 MPa pour (R_m), et de 550 à 480 MPa, 596 à 515 MPa et 526 à 436 MPa pour ($R_{e0.2}$) a déférant traitement DQ, IQ et SQ, respectivement. Tandis que l'allongement augmente de 24,5 % à 26,3 %, 25 % à 27,3 % et 17,2 % à 18,2 % comme le montre les figures IV.18, IV.19 et IV.20.

Lorsque la température de revenu atteint environ 300°C, la précipitation des carbures est amorcée et les contraintes résiduelles et la densité de dislocations diminuent davantage, ce qui a permis au réseau de la martensite d'être moins tétragonal. Par conséquent, les (R_m) et ($R_{e0.2}$) diminuent et l'allongement augmente. Selon Zamani et al. [35], il est prouvé que les carbures qui précipitent germinent aux niveaux des dislocations lors du traitement thermique des aciers DP. La température de revenu augmente continuellement jusqu'à 400 °C et 500 °C, la plupart des contraintes résiduelles se libèrent avec le réarrangement des dislocations dans la martensite et le carbure devient grossier et sphéroïdal en raison de la décomposition de la martensite. Cependant, le revenu permet de réduire les contraintes résiduelles et la densité des dislocations libres qui entourent les îlots martensitiques [11, 36].

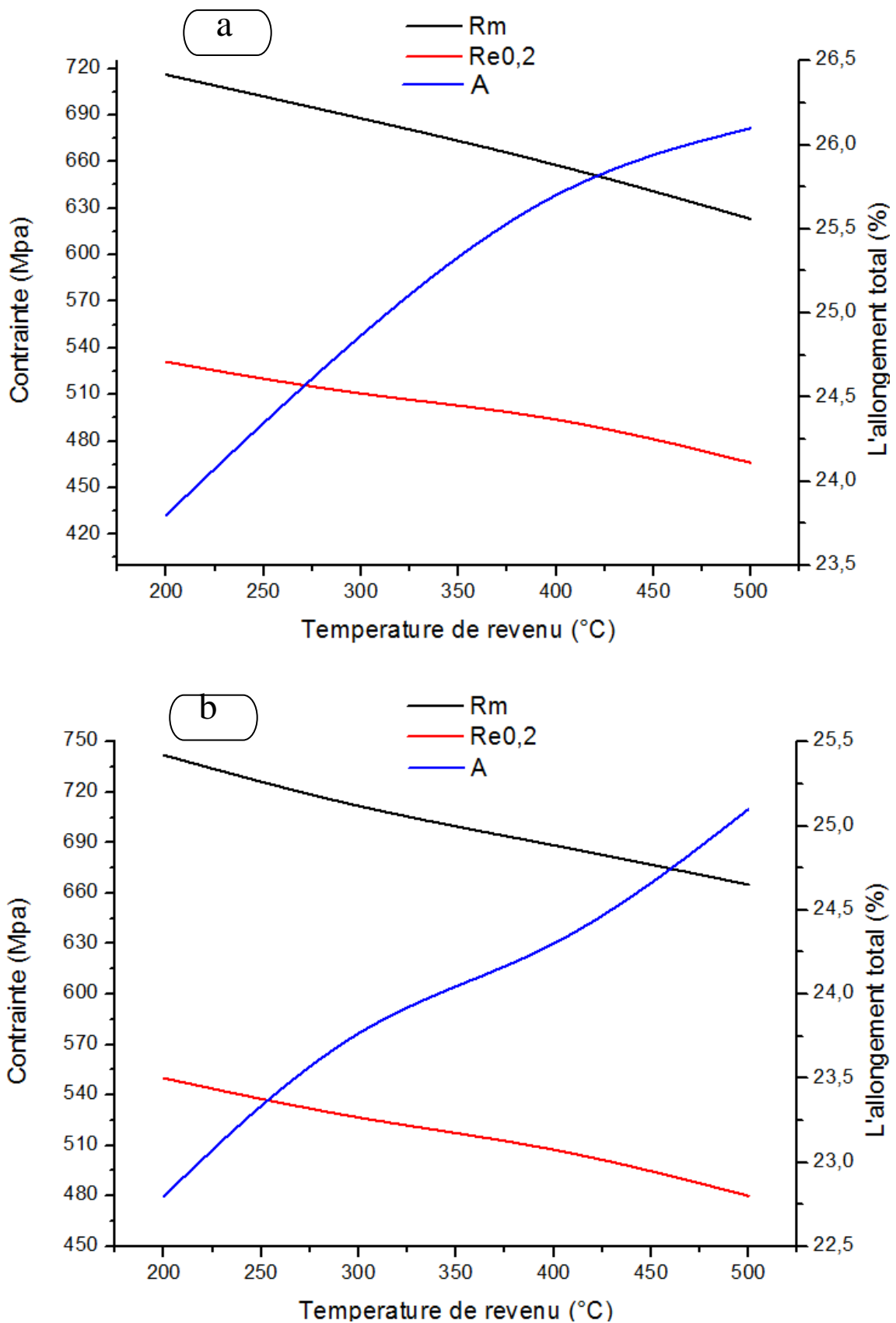


Figure IV.18 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour traitement thermique **DQ** à : a) 760°C a) 800°C

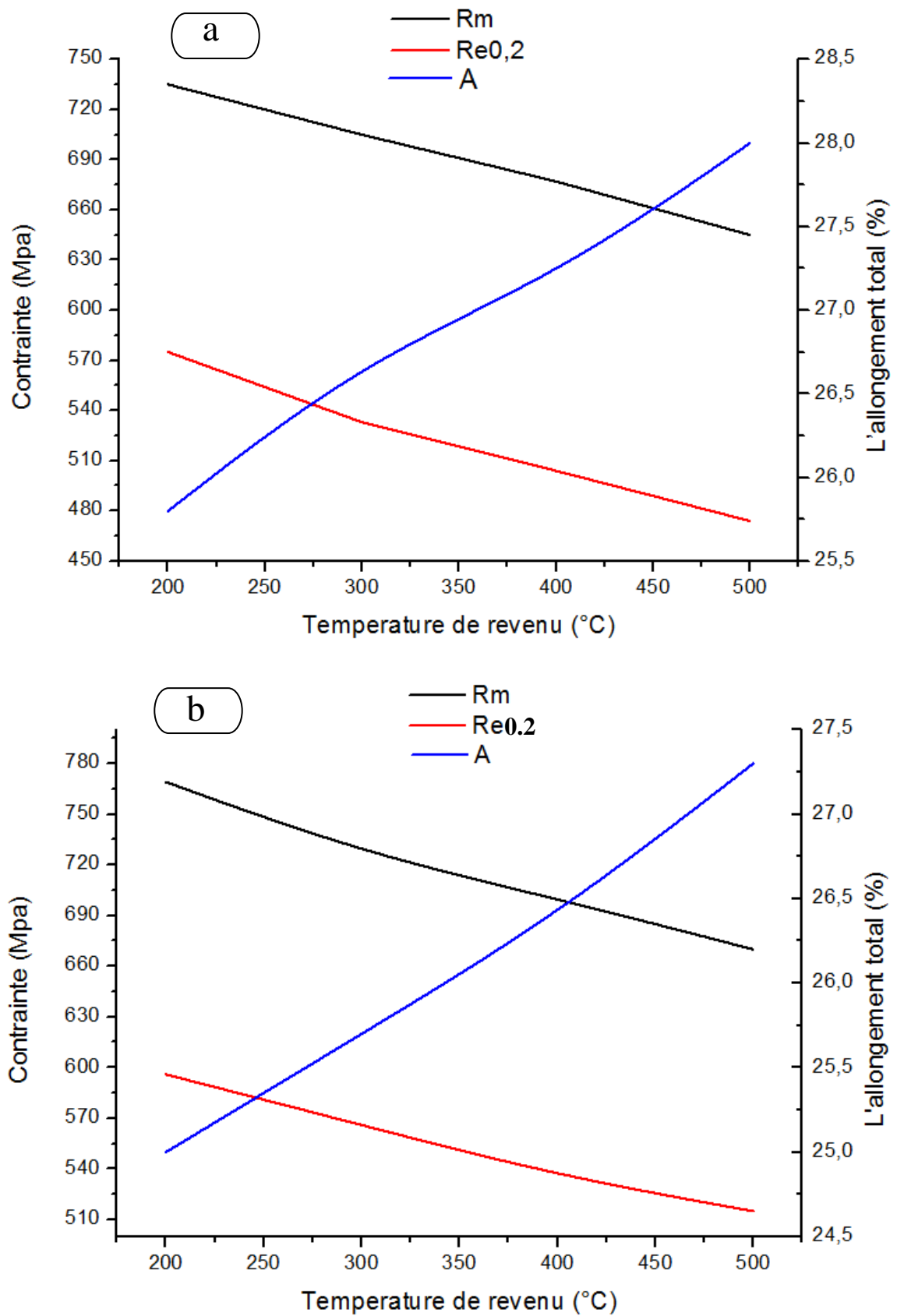


Figure IV.19 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour traitement thermique **IQ** à : a) 760°C a) 800°C

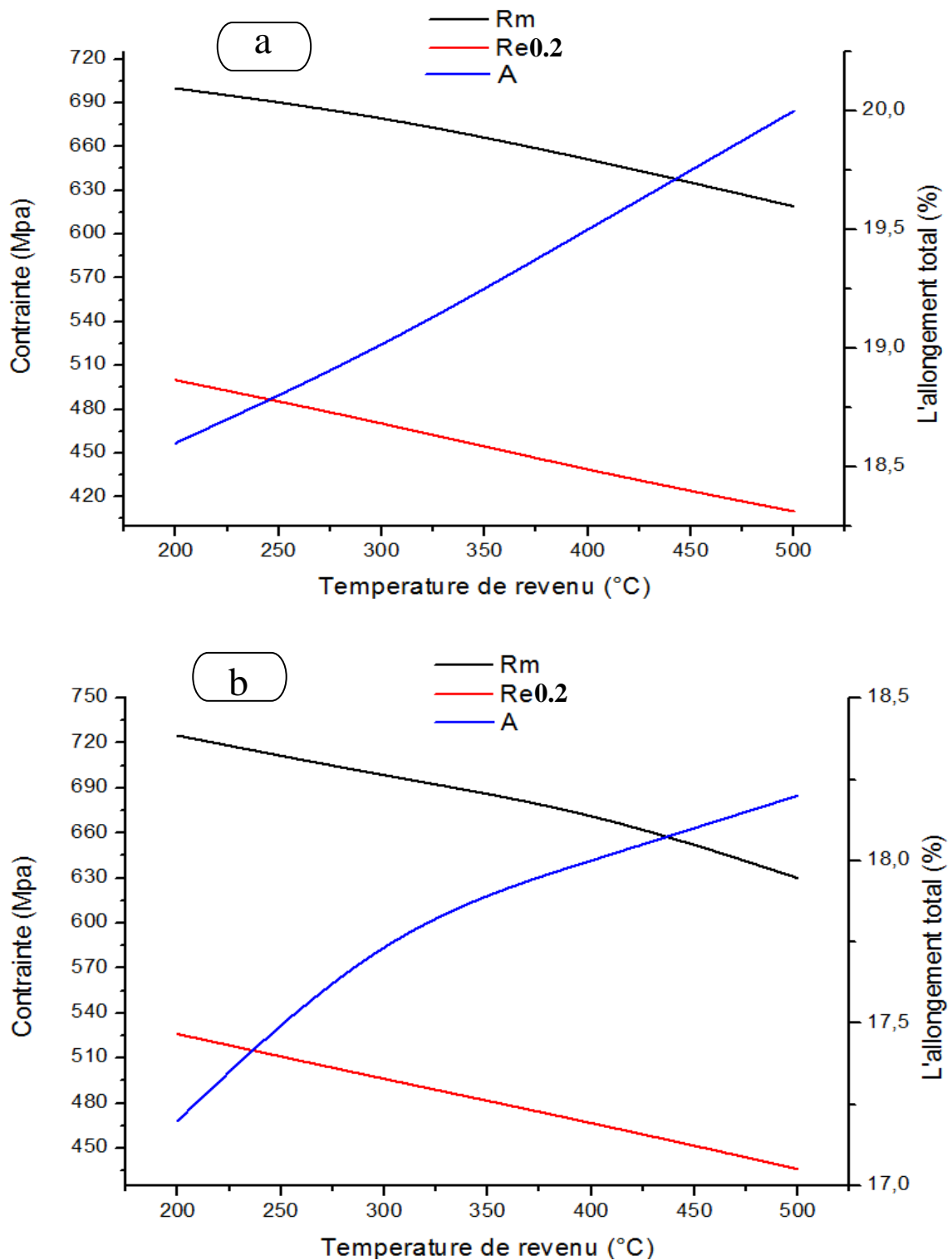


Figure IV.20 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour traitement thermique SQ à : a) 760°C a) 800°C

D'une manière générale, les propriétés mécaniques obtenues sur l'acier Dual-Phase après traitement thermique IQ revenu est meilleure que celles traitement DQ et SQ revenu (figure IV.21, IV.22). Cela est dû à la morphologie de la martensite.

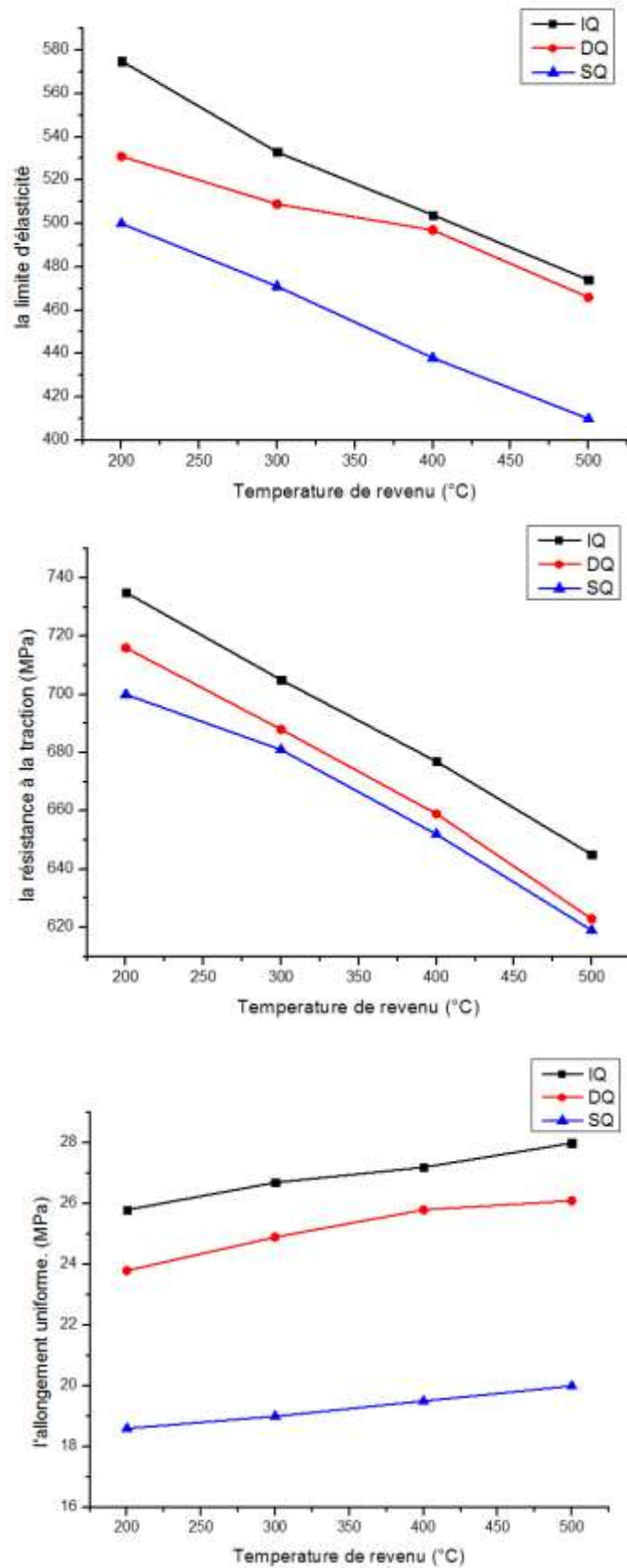


Figure IV.21 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour différents traitements thermique à 760 °C

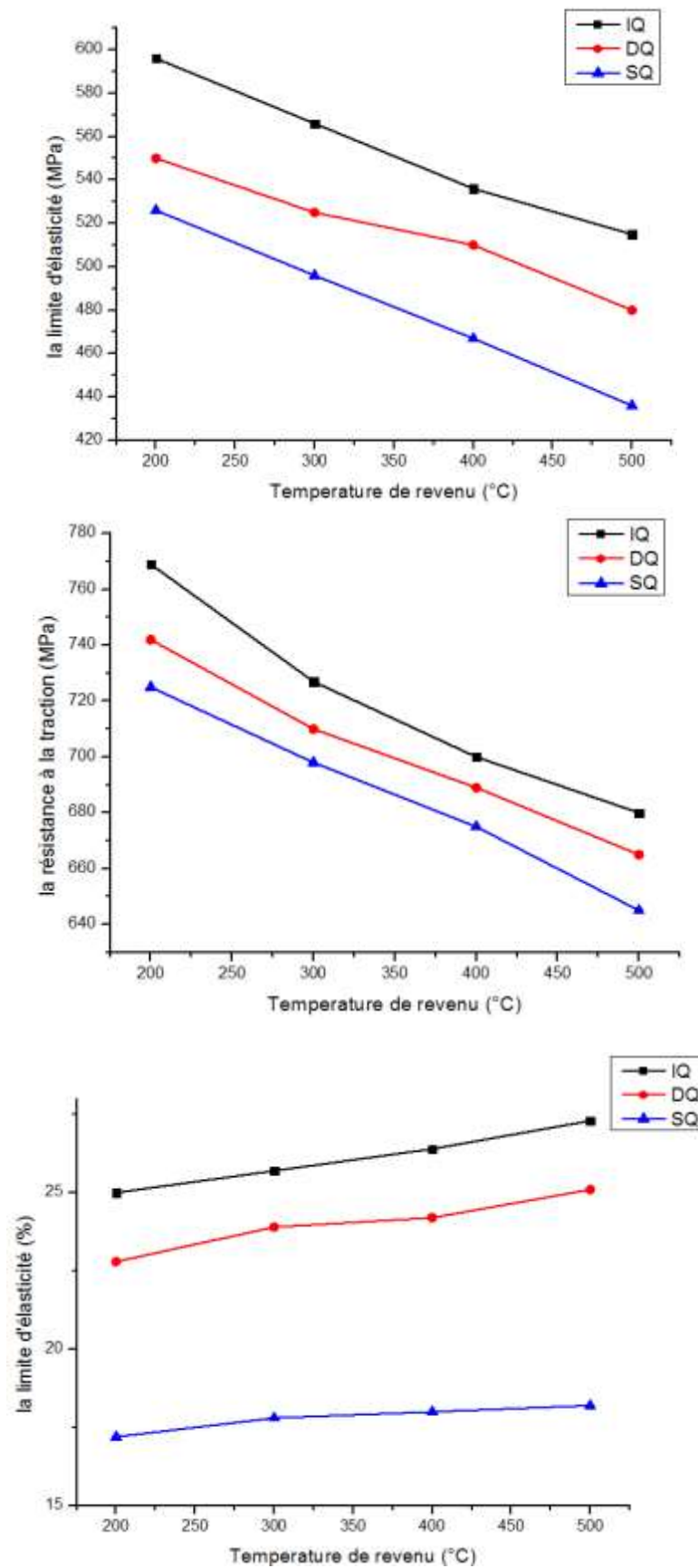


Figure IV.22 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction des températures de revenu d'acier X70 Pour différents traitements thermique à 800 °C

IV.9.2.1- Fractographie

Afin de clarifier l'effet de la température de revenu sur la ductilité, les ruptures de traction ont été étudiées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) pour tous les échantillons traités thermiquement IQ, DQ et SQ. Les éprouvettes de rupture en traction rompues à température ambiante pour l'acier X70, obtenues à différentes températures de revenu, différent traitement thermique, sont représentées sur les figures IV23, IV24 et IV25. La présence des fossettes dans les surfaces fracturées dans tous les traitements (DQ, SQ et IQ) révèle que la rupture est ductile, qui est gérée par la nucléation, la croissance et la coalescence des vides. Il s'agit d'une apparence typique de rupture ductile due à la ductilité élevée rapportée avec ces types des traitements thermiques. Une observation plus attentive des fractographies indique que l'augmentation de la température de revenu provoque la formation de fossettes de plus grande taille en raison de la présence de martensite plus grossière dans la microstructure à haute température de revenu.

Les modes de défaillance multiples (nucléation des vides, leur croissance ultérieure et la coalescence ultime de la plupart des vides à la rupture) fournissent une multitude de propriétés de rupture, telles que l'allongement total de cet acier DP, comme le montre la figure IV23b. Cela signifie que l'augmentation de la ductilité de l'acier entraîne une augmentation de la taille des empreintes formées lors de l'essai de traction. Les fossettes plus grossières dominantes dans l'acier DP vieilli à 400 °C peuvent être attribuées à la distribution des particules (carbures). A cette température, la taille des carbures était supérieure à celle de 300 °C, ce qui laissait à son tour plus d'espace pour la croissance des vides. Les travaux de Bag et al. [1] sur des observations fractographiques d'aciers (DP) indique que, lors de la déformation plastique, la ferrite se déforme avant la martensite et facilite la germination des fissures soit au niveau des précipités présents, soit aux interfaces ferrite-martensite. Par la suite, selon l'état des contraintes présentes dans la microstructure, les fissures se propagent soit par clivage, soit par capitons.

De nombreux chercheurs [37, 38] ont observé que la formation de micro-cavités résulte à la fois de la décomposition des particules de martensite et de la décohésion de l'interface. Ils considèrent que la martensite peut être un site d'initiation de micro-cavités. Ainsi, lors de la déformation plastique, les concentrations de contraintes dans la ferrite à proximité des particules de martensite augmentent rapidement, ce qui conduit à

la formation de microcavités au début de la déformation plastique.

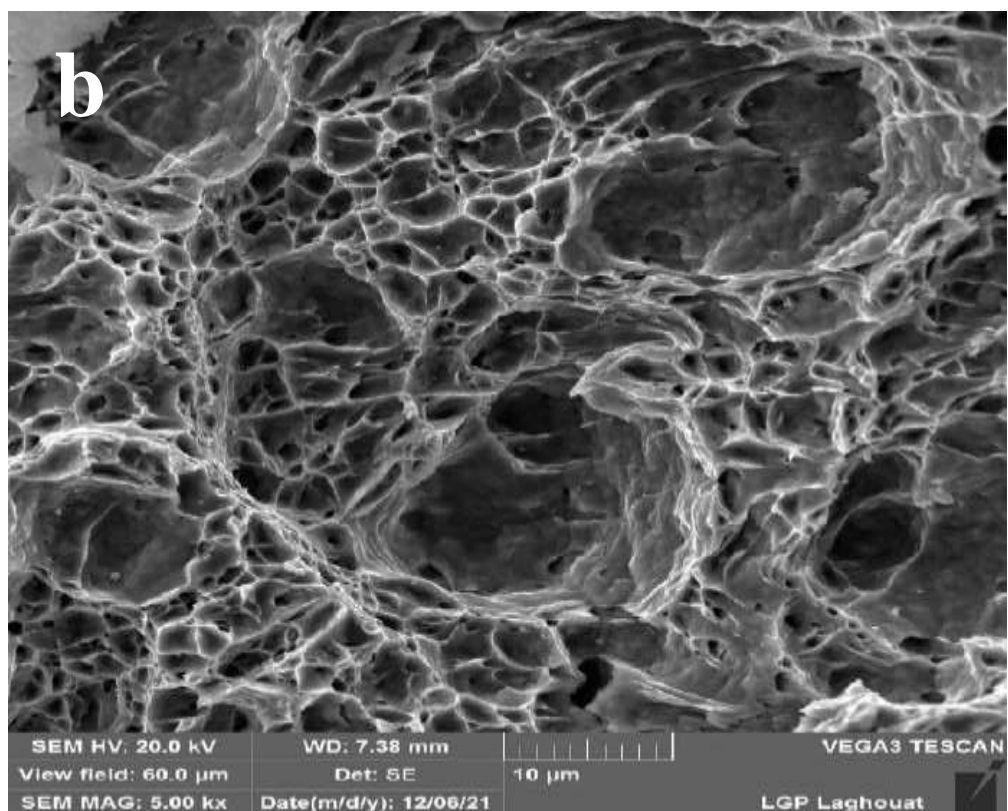
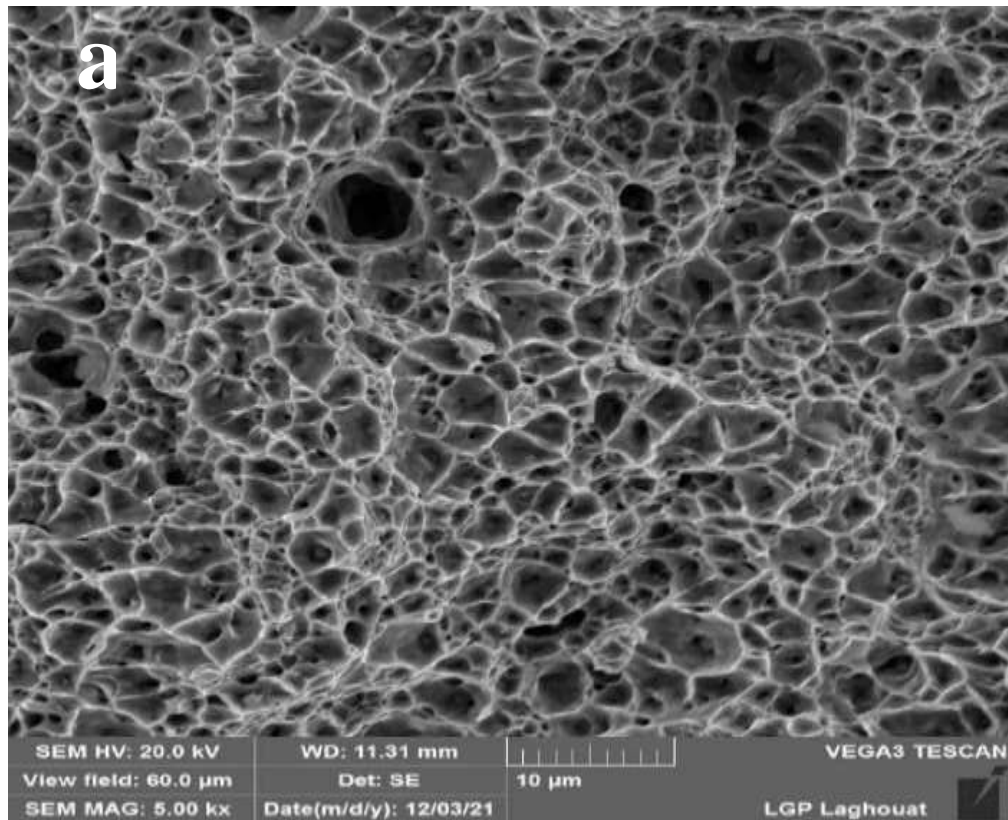


Figure IV.23 : Micrographies MEB de la surface de rupture pour différentes températures de revenu à 800 °C de DQT a) T= 300 °C b) T= 400 °C

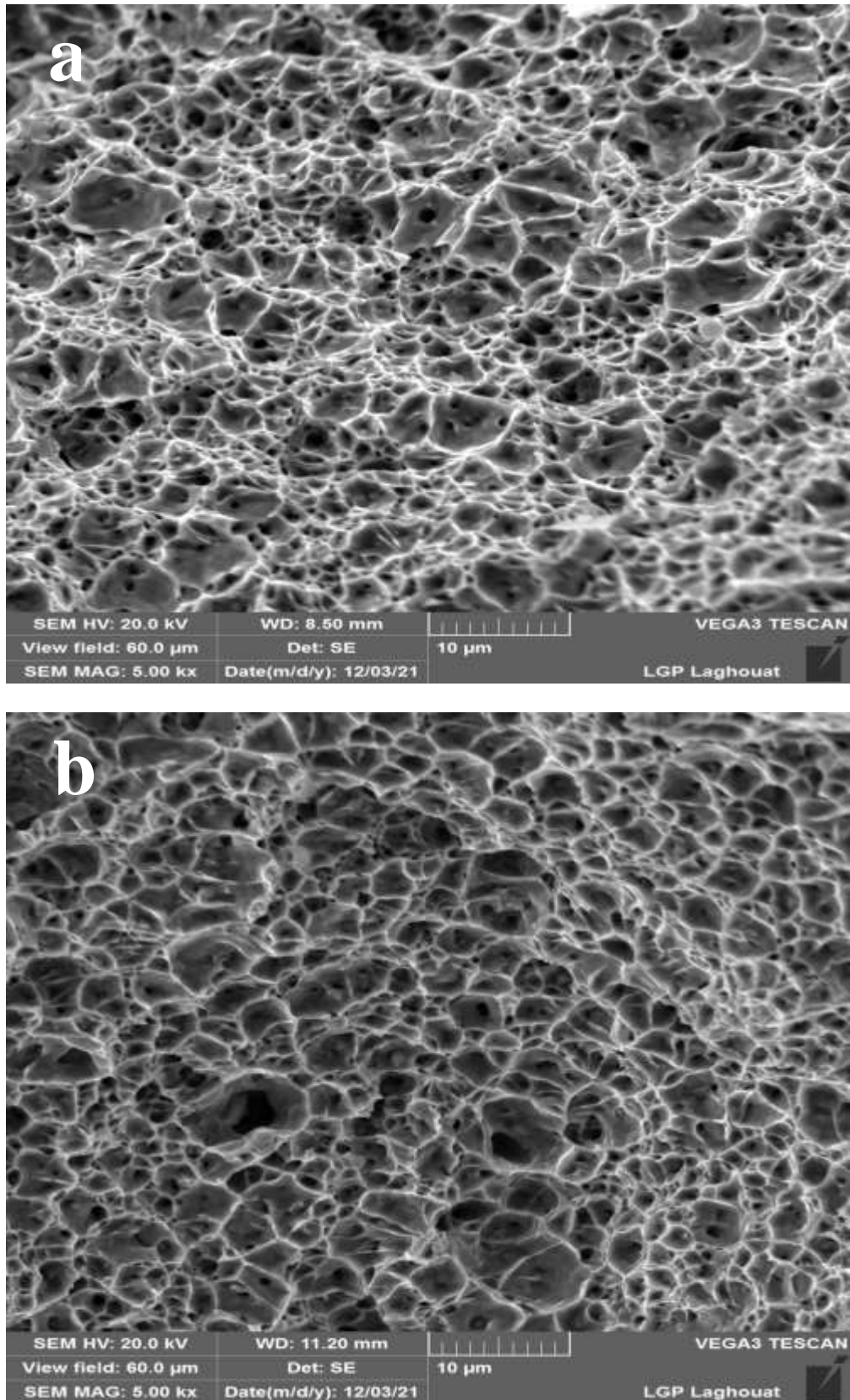


Figure IV.24 : Micrographies MEB de la surface de rupture pour différentes températures de revenu à 800 °C de IQT a) T= 300 °C b) T= 400 °C

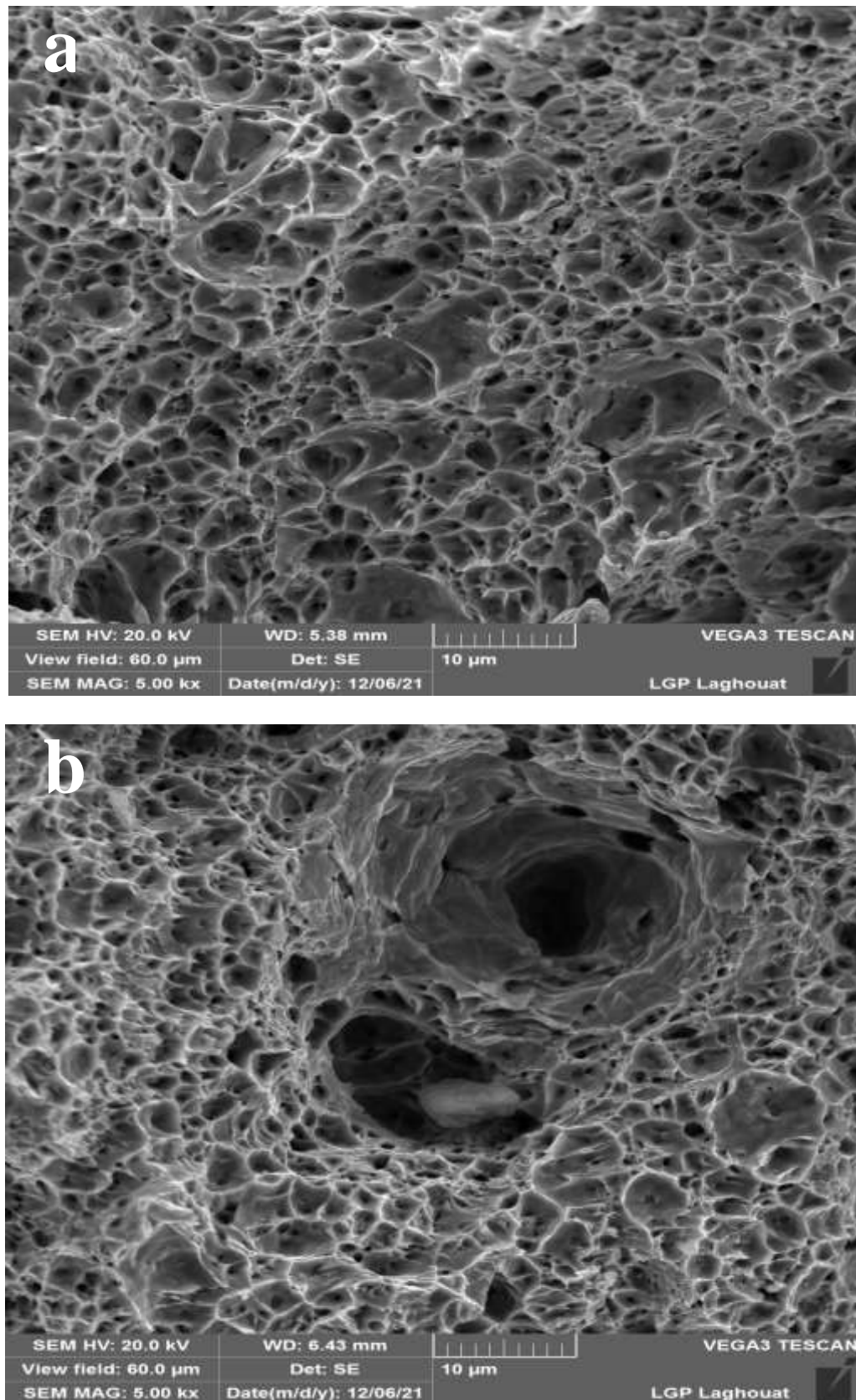


Figure IV.25 : Micrographies MEB de la surface de rupture pour différentes températures de revenu à 800 °C de SQT a) T= 300 °C b) T= 400 °C

IV.9.3 Evolution de la Résilience

La figure IV.28 montre l'évolution de l'énergie absorbée au cours de l'essai Charpy à la température ambiante en fonction des températures de revenu d'un acier X70 soumis aux différents traitements thermiques (IQ), (DQ) et (SQ). Quel que soit le type de traitement thermique, Avec l'augmentation de la température de revenu, l'énergie absorbée augmente. Respectivement. Cette variation est similaire à celle de la propriété d'allongement, c'est-à-dire que la proportion de la ferrite fait avancer la fragilisation de la martensite revenue à une température de revenu inférieure, ce qui est en accord avec les résultats de la littérature [39].

Les données montrées dans la figure IV.28a indiquent que pour une température de chauffage égale à 760 °C de l'échantillon IQ, l'énergie absorbée varie entre (277.8 J) pour la température de revenu 500 °C et (224 J) à la température de revenu 200 °C. L'énergie absorbée sur Les échantillons SQ et DQ sont 234.4 J et 262.6 J pour la température de revenu 500 °C et (187.85 J, 189 J) pour la température de revenu 200 °C. Par contre pour une température de chauffage égale à 800 °C voir la figure IV.28b, l'énergie absorbée est (288.15 J) pour la température de revenu 500 °C et (234 J) pour la température de revenu 200 °C. L'énergie absorbée sur Les échantillons SQ et DQ sont 254.4 J et 269.5 J pour la température de revenu 500 °C et (192.5 J, 197.5 J) pour la température de revenu 200 °C, respectivement. Les résultats montrent qu'il est intéressant de noter que lors du revenu, les propriétés de résilience à la température ambiante sont plus élevées pour les échantillons IQ par rapport aux échantillons DQ et SQ. Due à la morphologie fine, l'acier X70 qui a subi un revenu à 500 °C présente les meilleures propriétés de résilience.

Pour le même traitement thermique, la même température de revenu, l'énergie absorbée augmente avec l'augmentation de la température intercritique. Cela est dû à la déférence de la fraction volumique de la martensite et la présence de précipités le carbure de fer ϵ , qui est en accord avec les résultats de la littérature [40]. La faible énergie absorbée par essai Charpy à la température ambiante après revenu pour les échantillons SQ, est due à la microstructure ferrito-martensitique grossière en bandes. La valeur la plus élevée de l'énergie absorbée (288.15 J) a été obtenue avec le traitement IQ (martensite fine). Cependant, le traitement SQ (martensite en bandes)

donne une faible énergie absorbée. Le traitement DQ (dispersion d'une martensite dans une matrice ferritique) présente des valeurs intermédiaires de contrainte, énergie absorbée, allongement.

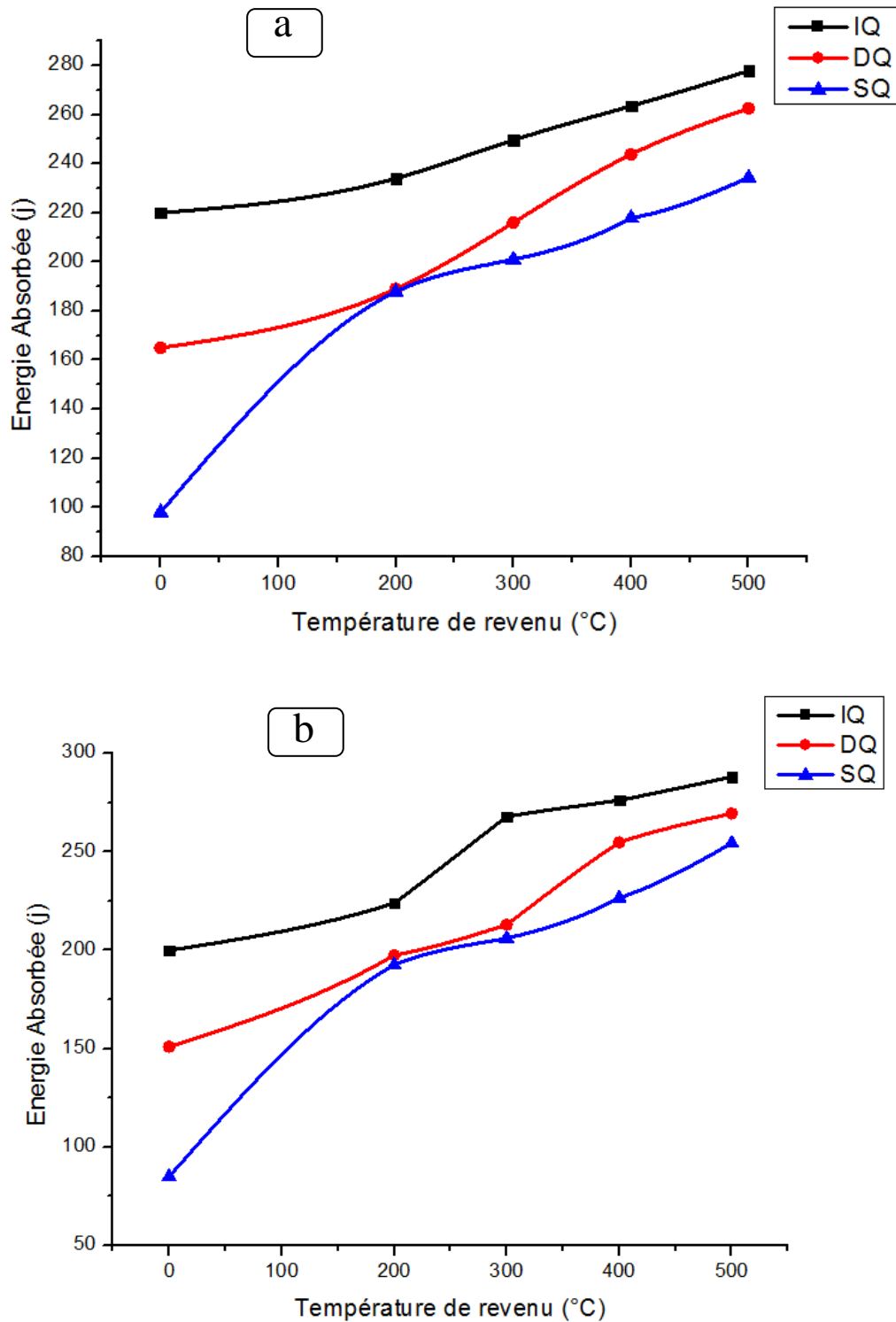


Figure IV.26 : l'évolution de l'énergie absorbée à la température ambiante en fonction des températures de revenu d'un acier X70 à a) T= 760 °C b) T= 800 °C

Références

- [1] BAG, A., RAY, K. K., DWARAKADASA, E. S. Influence of martensite content and morphology on tensile and impact properties of high-martensite dual-phase steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1999, vol. 30, no 5, p. 1193-1202.
- [2] NAVARA, E., BENGTTSSON, B. Austenite formation in manganese-partitioning dual-phase steel. *Materials science and technology*, 1986, vol. 2, no 12, p. 1196-1201.
- [3] ZIDELMEL, S. Effet de la teneur du niobium et les parametres thermomecaniques sur les proprietes mecaniques des aciers HSLA. 2015. Thèse de doctorat. Univ. Blida 1.
- [4] 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.
- [5] 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.
- [6] 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.
- [7] 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.
- [8] PANDA, A. K., RAY, P. K., GANGULY, R. I. Effect of thermomechanical treatment parameters on mechanical properties of duplex ferrite–martensite structure in dual phase steel. *Materials science and technology*, 2000, vol. 16, no 6, p. 648-656.
- [9] SARWAR, M. PRIESTNER, R. Influence of ferrite-martensite microstructural morphology on tensile properties of dual-phase steel. *Journal of materials science*, 1996, vol. 31, no 8, p. 2091-2095.
- [10] XIE, B. S., CAI, Q. W., YUN, Y., LI, G. S., NING, Z. Development of high strength ultra-heavy plate processed with gradient temperature rolling, intercritical quenching and tempering. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, vol. 680, p. 454-468.

- [11] FANG, X., FAN, Z., RALPH, B., *et al.* Effects of tempering temperature on tensile and hole expansion properties of a C–Mn steel. *Journal of materials processing technology*, 2003, vol. 132, no 1-3, p. 215-218.
- [12] HONEYCOMBE, R., BHADSHIA, H. Steels Microstructure and Properties. 2nd ed. London: Edward; 1995.
- [13] KUMAR, A., SINGH, S. B., RAY, K. K. Influence of bainite/martensite-content on the tensile properties of low carbon dual-phase steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 474, no 1-2, p. 270-282.
- [14] SPEICH, G. R. Physical metallurgy of dual-phase steels. Fundamentals of dual-phase steels, 1981, p. 3-45.
- [15] LAI, Q., BRASSART, L., BOUAZIZ, O., GOUNE, M., VERDIER, M., PARRY, G., PARDOEN, T. Influence of martensite volume fraction and hardness on the plastic behavior of dual-phase steels: Experiments and micromechanical modeling. *International Journal of Plasticity*, 2016, vol. 80, p. 187-203.
- [16] SODJIT, S., UTHAISANGSUK, V. Microstructure based prediction of strain hardening behavior of dual phase steels. *Materials & Design*, 2012, vol. 41, p. 370-379.
- [17] DULUCHEANU, C., SEVERIN, T., POTORAC, A., *et al.* Influence of intercritical quenching on the structure and mechanical properties of a dual-phase steel with low manganese content. *Materials Today: Proceedings*, 2019, vol. 19, p. 941-948.
- [18] BAYRAM, A., UĞUZ, A., ULA, M. Effects of microstructure and notches on the mechanical properties of dual-phase steels. *Materials characterization*, 1999, vol. 43, no 4, p. 259-269.
- [19] TOMITA, Y. Effect of morphology of second-phase martensite on tensile properties of Fe-0.1 C dual phase steels. *Journal of materials science*, 1990, vol. 25, no 12, p. 5179-5184.
- [20] ASHRAFI, H., SADEGHZADE, S., EMADI, R., *et al.* Influence of heat treatment schedule on the tensile properties and wear behavior of dual phase steels. *steel research international*, 2017, vol. 88, no 4, p. 1600213.
- [21] CHANDAN, A., BANSAL, G. K., KUNDU, J., CHAKRABORTY, J., CHOWDHURY, S. G. Effect of prior austenite grain size on the evolution of

microstructure and mechanical properties of an intercritically annealed medium manganese steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 768, p. 138458.

[22] SHEN, Y. F., QIU, L. N., SUN, X., et al. Effects of retained austenite volume fraction, morphology, and carbon content on strength and ductility of nanostructured TRIP-assisted steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, vol. 636, p. 551-564.

[23] HU, B., HE, B., CHENG, G., et al. Super-high-strength and formable medium Mn steel manufactured by warm rolling process. *Acta Materialia*, 2019, vol. 174, p. 131-141.

[24] KIM, D. H., KANG, J. H., RYU, J. H., et al. Effect of austenitization of cold-rolled 10-wt% Mn steel on microstructure and discontinuous yielding. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 774, p. 138930.

[25] KANG, J., OSOSKOV, Y., EMBURY, J. D., WILKINSON, D. S. Digital image correlation studies for microscopic strain distribution and damage in dual phase steels. *Scripta Materialia*, 2007, vol. 56, no 11, p. 999-1002.

[26] KADKHODAPOUR, J. SCHMAUDER, S. Experimental and numerical study on geometrically necessary dislocations and non-homogeneous mechanical properties of the ferrite phase in dual phase steels. *Acta Materialia*, 2011, vol. 59, no 11, p. 4387-4394.

[27] DEBDULAL, D., PARTHA, P. C. Influence of martensite morphology on the work-hardening behavior of high strength ferrite–martensite dual-phase steel. *Journal of materials science*, 2009, vol. 44, no 11, p. 2957-2965.

[28] DAS, P., CHATTOPADHYAY, P. P., BANDYOPADHYAY, N. R. On the Modification of Martensite Morphology in High Martensite Dual Phase Steels for the Improvement of Mechanical Properties. *Journal of the Institution of Engineers (India), Part MM, Metallurgy and Material Science Division*, 2003, vol. 84, no 2, p. 84-92.

[29] SARWAR, M., PRIESTNER, R. Influence of ferrite-martensite microstructural morphology on tensile properties of dual-phase steel. *Journal of materials science*, 1996, vol. 31, no 8, p. 2091-2095.

[30] KIM, Y. M., SHIN, S. Y., LEE, H., et al. Effects of molybdenum and vanadium addition on tensile and charpy impact properties of API X70 linepipe steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2007, vol. 38, no 8, p. 1731-1742.

- [31] SHIN, S. Y., HWANG, B., LEE, S., *et al.* Correlation of microstructure and charpy impact properties in API X70 and X80 line-pipe steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2007, vol. 458, no 1-2, p. 281-289.
- [32] KANG, S. M., KWON, H. Fracture behavior of intercritically treated complex structure in medium-Carbon 6Ni steel. *Metallurgical Transactions A*, 1987, vol. 18, no 9, p. 1587-1592.
- [33] GÜNDÜZ S. Static strain ageing behaviour of dual phase steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 486, no 1-2, p. 63-71.
- [34] SHI, L., YAN, Z., LIU, Y., *et al.* Improved toughness and ductility in ferrite/acicular ferrite dual-phase steel through intercritical heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 590, p. 7-15.
- [35] ZAMANI, M., MIRZADEH, H., MALEKI, M. Enhancement of mechanical properties of low carbon dual phase steel via natural aging. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, vol. 734, p. 178-183.
- [36] SAYED, A. A., KHEIRANDISH, S. Affect of the tempering temperature on the microstructure and mechanical properties of dual phase steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, vol. 532, p. 21-25.
- [37] KADKHODAPOUR, J., SCHMAUDER, S., RAABE, D., *et al.* Experimental and numerical study on geometrically necessary dislocations and non-homogeneous mechanical properties of the ferrite phase in dual phase steels. *Acta Materialia*, 2011, vol. 59, no 11, p. 4387-4394.
- [38] LI, H. F., WANG, S. G., ZHANG, P., *et al.* Crack propagation mechanisms of AISI 4340 steels with different strength and toughness. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, vol. 729, p. 130-140.
- [39] GREGOIRE, P., DAGBERT, C., PAHUTA, P., *et al.* Effect of Carbon Content on Ageing and Tempering Processes in Fe-Ni-C Virgin Martensite. In: *Materials Science Forum*. Trans Tech Publications Ltd, 1990. p. 213-218.
- [40] IWABUCHI, Y., SAWADA, S. Metallurgical characteristics of a large hydraulic runner casting of type 13Cr-Ni stainless steel. *Stainless Steel Castings*, 1982, pp. 332-354.

A 3D orange starburst graphic with a shadow, attached to a flagpole. The starburst is multi-pointed and has a metallic, embossed appearance. It is positioned in the center of the frame, with a soft shadow cast below it. A vertical orange line on the left represents the flagpole, and a horizontal orange line extends from it across the top of the starburst.

Conclusion

Conclusions

Vers la fin de cette recherche, nous pouvons dire que les traitements thermiques intercritiques « IQ », « SQ », « DQ » et traitement thermomécanique « DQL » effectués sur l'acier HSLA X70 permettent de transformer la microstructure initiale ferrito-perlitique en une nouvelle microstructure constituée de ferrite et de martensite avec différentes morphologies et la fraction volumique de martensite.

L'évaluation des nouvelles microstructures des aciers Dual-Phase nous a permis d'avancer les conclusions suivantes :

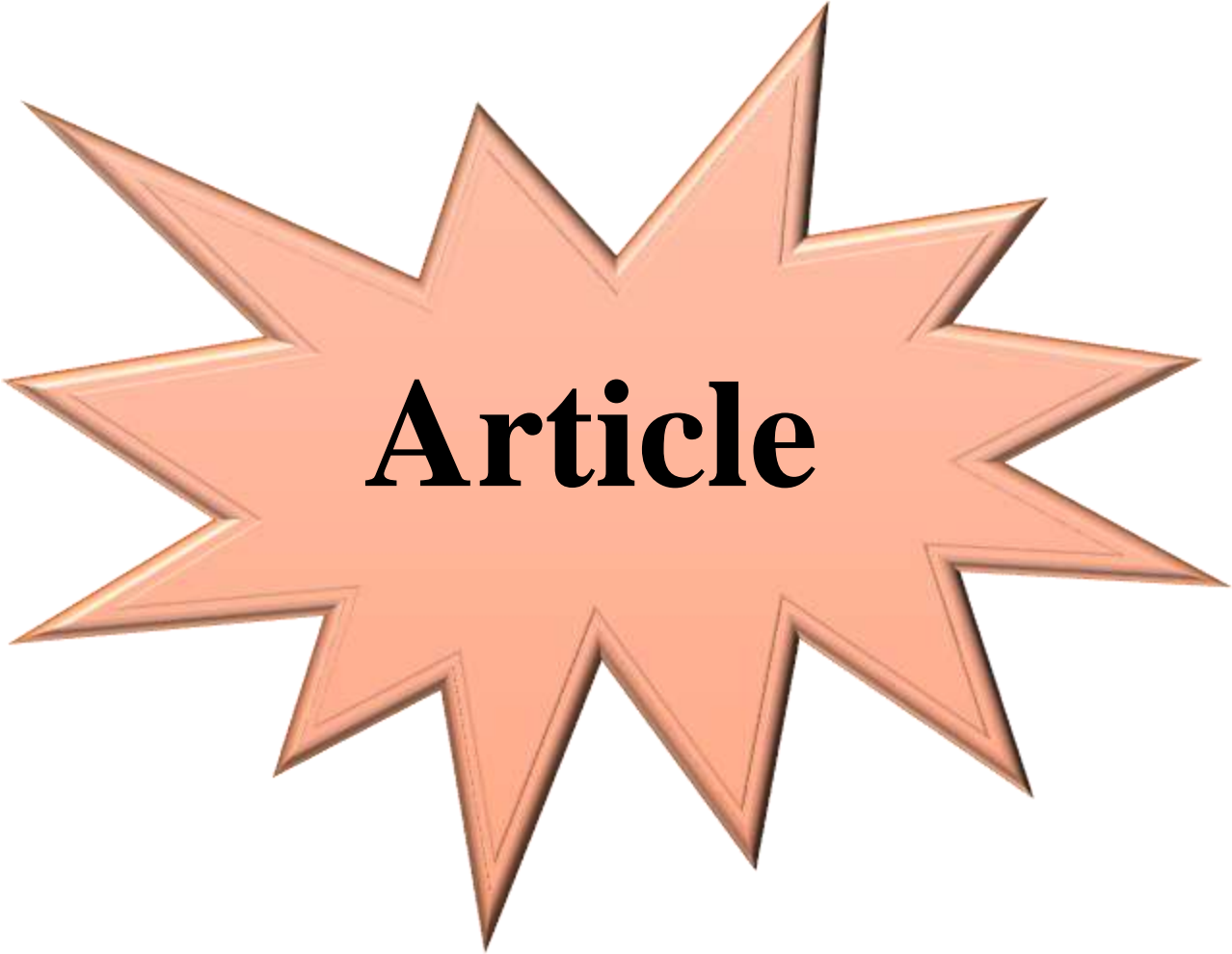
1. Le traitement IQ permet la formation d'une martensite fine et uniformément distribuée dans la matrice ferritique. En revanche, le traitement SQ donne une structure ferrito-martensitique en bande et le traitement DQ qui consiste en une dispersion d'une martensite dans une matrice ferritique. Quel que soit le type de traitement thermique, le volume fraction de martensite augment avec l'augmentation de la température intercritique (ICT).
2. Après revenu à basse température 200 °C, nous avons constaté qu'il n'y a pas de différence entre la microstructure de l'échantillon qu'a subi un revenu à 200 °C et celle de l'échantillon fraîchement trempé. Lors du traitement de revenu, on assiste à un phénomène de précipitation. Les précipités augment et devient grossisse avec l'augmentation de la température de revenu (300 °C à 500 °C).
3. La déformation par laminage (DQL) a permis de nous donner des microstructures plus fines et des duretés plus importantes pour la structure dual-phase. Le traitement DQL présente plus de dureté de celui du traitement IQ et DQ et SQ à cause de la morphologie de la martensite, due à la déformation plastique appliquée.
4. Quel que Soit le traitement thermique effectue, La dureté augmente avec l'augmentation de la température intercritique, due à l'augmentation de la proportion de la martensite (phase dure). Par contre la dureté diminue avec l'augmentation de la température de revenu.
5. Les traitements thermiques IQ, DQ et SQ réalisés sur le acier X70 à 760 et à 800 °C ont permis d'améliorer la dureté, la résistance à la traction et l'allongement.

6. Pratiquement, dans la quasi-totalité des cas les traitements intercritiques IQ, SQ et DQ et conduisent à des propriétés mécaniques meilleures que celles avant traitements.
7. Après revenu à basse température (200 °C) la limite d'élasticité augmente légèrement. Une augmentation supplémentaire de la température de revenu entraîne une diminution de la limite d'élasticité. Après revenu à 500 °C, l'excellente combinaison de résistance à la traction (680 MPa) et de l'énergie absorbe (288.15 J) a été obtenue. On lui attribuait une densité de dislocation élevée et de précipiter grossisse.

Perspectives

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

1. Utilisez le microscope électronique à transmission pour identifier le type de précipités qui figurent lors du revenu.
2. Faire une étude de l'influence de traitement de revenu sur le comportement en fatigue d'un acier X70.
3. Etude l'effet de la précipitation lors du revenu sur la boruration et la corrosion d'un acier API X70.



Article



EFFECTS OF THE TEMPERING TEMPERATURE ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF X70 DUAL PHASE STEEL

Mansouri Tahar, Zidelmel Sami, Allaoui Omar*

*Laboratory Process Engineering, University of Laghouat, B.P. 37G route de Ghardaia
03000 Laghouat, Algeria*

Received 24.10.2021

Accepted 25.04.2022

Abstract

This study uses direct quenching (DQ) heat treatment at an intercritical annealing temperature (IAT) of 800 °C to form a martensite-ferrite dual phase microstructure of X70 steel. The effects of tempering temperatures ranging from 200 to 500 °C on tensile properties in a dual-phase X70 steel are investigated. Carbon diffusion and redistribution in the microstructure are influenced by tempering. It was discovered that the amount of carbides increases with the tempered temperature, resulting in depleted carbon in martensite. Conversely, increasing the tempered temperature causes a decrease in ultimate tensile strength and yield strength while increasing elongation.

Keywords: dual phase steel; intercritical annealing; tempering; mechanical properties.

Introduction

Martensite-Ferrite Dual phase steel, which is interesting engineering steel due to their excellent mechanical properties is composed of a softer ferrite phase and the harder martensite phase [1–4]. Dual phase microstructures can be developed by heating in the austenite-ferrite region and by quick quenching to room temperature austenite changes to martensite. The formation of martensite leads to residual stresses and a high density of dislocations in ferrite which can be reduced by tempering treatment [5]. The martensitic transformation is the source of particular mechanical properties of dual phase (DP) steels, such as high tensile strength, continuous yielding behavior, low yield strength and high strain hardening rate [6-9]. The mechanical behavior of (DP) steel is affected by many factors, such as grain size [10, 11], dislocation density [12, 13], constituent phase properties [14], martensite volume fraction [15, 16], and martensite morphology [17]. To improve ductility and formability of high strength DP steels,

* Corresponding author: Zidelmel Sami, s.zidelmel@lagh-univ.dz

tempering process could be proposed. During tempering, the changes in microstructure that occur induce improvement of both martensitic and ferritic phases. Many authors reported, in the literature, that an increase of the tempering temperature causes a decrease in the yield strength and the tensile strength [18, 19]. *Anazadeh Sayed and Kheirandish* [20] found that the tempering treatment affects the martensite phase and also the dislocation density of the ferrite phase. *Baltazar Hernandez et al.* [21] discussed the microstructural evolutions during tempering treatment. *Li et al.* [22] observed carbide precipitation and coarsening of martensite structures during tempering process.

Precipitation during the tempering treatment of dual phase X70 steel with a (ferrite+martensile) microstructure has been rarely studied. However, there is little work on detailed tempering behavior, such as carbide precipitation and its influence on softening, of Dual Phase pipeline steel. Thereby, the purpose of this article was to confirm our recent study by exploring the evolution of the softening phenomenon as a function of tempering of martensite in X70 Dual Phase steel. Hence, to determine the ability of the tempering temperature to modify the microstructure and the mechanical properties of the two-phase X70 steel, we studied the tensile properties and the microstructures of certain samples quenched at several temperatures.

Experimental procedure

The steel that was the subject of this study is of grade X70 according to the API standard, the chemical composition of which is given by Table 1. The steel is provided by Alpha pipe gas society, Ghardaia, Algeria. The specimens were intercritically annealed at 800 °C followed by water quenching to obtain a martensite ferrite dual phase structure. They were then tempered at various temperatures ranging from 200 to 500 °C as illustrated in Figure 1. The microstructures of the specimens were identified using scanning electron microscopy (SEM). Before microstructure observations, specimens have undergone mechanical polishing using abrasive papers and etched in a 3% Nital solution. Tensile tests on flat specimens were carried out at room temperature using a computer-assisted Mohr Federhaff Lasenhausen System machine.

Table 1. Chemical composition of X70 steel (wt.%).

C	Mn	Si	S	P	Nb	V	Ti	Al
0.07	1.52	0.34	0.001	0.012	0.045	0.048	0.003	0.035

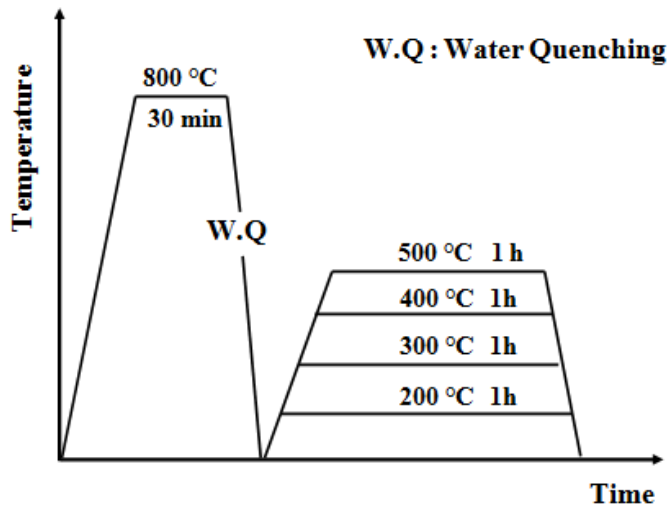


Fig. 1. Schematic illustration of the heat treatment routes.

Results and discussion

Microstructure

Figure 2. shows the microstructure by Scanning Electron Microscope (SEM) of API X70 steel after having undergone the direct quenching (DQ) heat treatment with an annealing temperature of 800 °C. It was observed that the microstructure is consisting of coaxial grains of ferrite (F) and martensite islands (M). It is noted that the volume fraction of martensite (VFM) of the specimen treated at 800 °C is 45%. During the quenching which follows an intercritical annealing, there is a change in volume which induces a plastic deformation. Consequently, this creates a high density of free dislocation in the ferritic grains in the vicinity of the martensite [13]. The increase in strength and reduction in ductility of steel is provided by the formation of martensite which generates a large amount of distortion and internal stresses. The large number of free dislocations cannot be obstructed by the few solute atoms at the ferrite / martensite interface. Therefore, the phenomenon of diffusion compensates the rest of the atoms coming from the interior of the ferritic grains. This can be achieved by tempering.

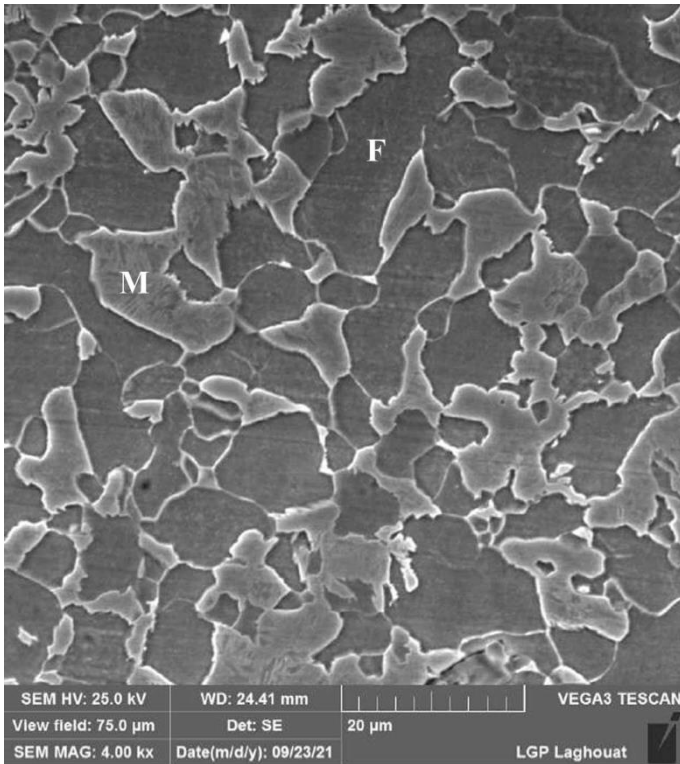


Fig. 2. SEM image showing Martensite-Ferrite dual phase microstructures of the specimen intercritically annealed at 800 °C.

Figure 3. shows an SEM microstructure of specimens that underwent intercritical annealing at 800 °C followed by tempering at 300 °C and 400 °C. The microstructure consists of a ferrite matrix (F) and islands of hard martensite (M). During the process, the carbides (C) can be observed in the microstructure. The increase of the tempering temperature induces carbide precipitation which leads to an increase of its size. The ferrite is covered with numerous carbide particles when the tempering temperature reaches 300 °C. This is in accordance with what is reported in the literature as several researches [19, 23], assert that the carbides start to precipitate inside the ferrite grain when the tempering temperature is increased to about 300 °C.

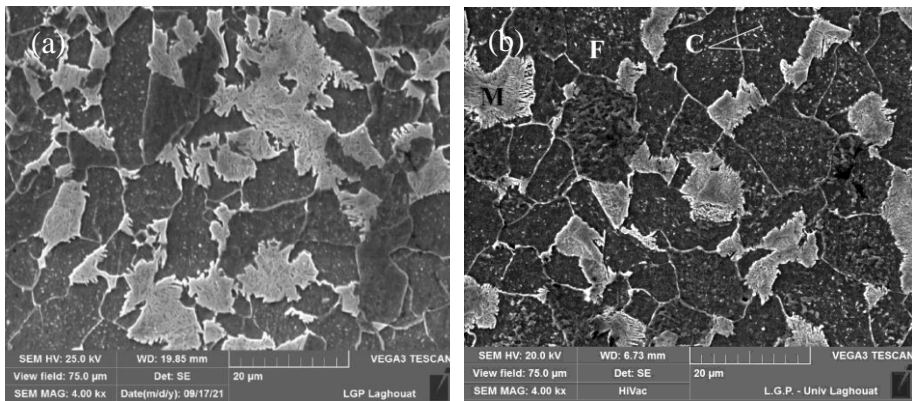


Fig. 3. Microstructures by SEM of the specimens annealed at 800 °C and followed by tempering for 1 h, and temperatures: a) 300 °C, and b) 400 °C.

Mechanical properties

Figure 4. shows the effect of tempering temperature on the evolution of strength (yield strength, ultimate tensile strength) and total elongation. We can notice that Yield stress (YS) and ultimate tensile strength (UTS) decrease with the increase of temperature due to the diffusion of carbon atoms from their stressed interstitial lattice sites to ensure the formation of second-phase carbide precipitates. On the other hand, the diffusion of carbon atoms increases with the increase of tempering temperature. From a temperature of 200 to 500 °C, we observe the reduction of both stresses from 730 to 640 MPa for (UTS), and from 550 to 480 MPa for (YS) as it is shown in the figure 4a, while the elongation rises sharply and continuously from 24.5% to 26.3% as it is shown in the figure 4b.

When the tempering temperature reaches about 300°C, the precipitation of carbides is started and the residual stresses and the dislocation density decrease further, which allowed the lattice of the martensite to be less tetragonal. Therefore, the (YS) and (UTS) decrease and the elongation increases. According to *Zamani et al.* [24], there is evidence that the precipitating carbides nucleate at dislocations during thermal processing of DP steels. However, the tempering allows the reduction of residual constraints and the density of the free dislocations that surround the martensite islands [18, 20].

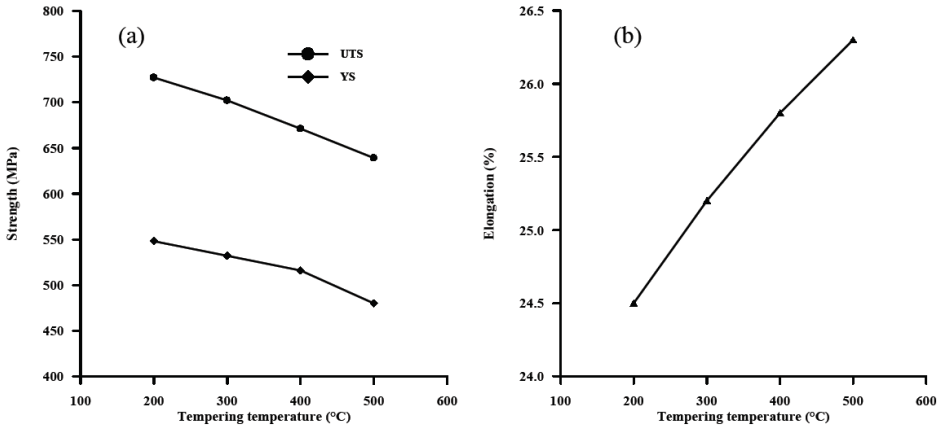


Fig. 4. Change in mechanical properties in the DP X70 steel as a function of tempering temperature.

(a) Yield Stress and Ultimate Tensile Strength (b) total elongation.

Failure mode during a tensile test

In order to clarify the effect of tempering temperature on ductility, tensile fractures were studied using a scanning electron microscope (SEM) for all the heat-treated samples. The tensile fracture specimens broken at room temperature for X70 steel, obtained at different tempering temperatures, are shown in Figure 5. The presence of the dimples in the fractured surfaces reveals that the rupture is ductile, which is managed by the nucleation, the growth and the coalescence of the voids. This is a typical appearance of ductile failure due to the high ductility reported with this type of heat treatment. A closer observation of the fractographs indicates that the increase in tempering temperature causes the formation of larger sized dimples due to the presence of coarser martensite in the microstructure at high tempering temperature.

Multiple failure modes (voids nucleation, their subsequent growth and the ultimate coalescence of the most voids at fracture) provides a multitude of fracture-property, such as the total elongation of this DP steel, as shown in the Figure 4b. This means that the increase in the ductility of the steel leads to an increase in the size of the dimples formed during the tensile test. The coarser dimples dominant in the DP steel aged at 400 °C, can be attributed to the particle (carbides) distribution. At this temperature, the size of the carbides was larger than that of 300 °C, which in turn left more space for the growth of voids. The work of Bag et al. [16] on fractographic observations of (DP) steels indicates that, during plastic deformation, ferrite deforms before martensite and makes cracks germination easy either at the level of the precipitates present, or at the ferrite-martensite interfaces. Subsequently, according to the state of the constraints present in the microstructure, the cracks propagate either by cleavage or by dimples.

Many researchers [14, 26] have observed that the formation of micro-cavities results both from the breakdown of martensite particles and from the decohesion of the interface. They consider that martensite can be a site for the initiation of micro-cavities. Thus, during plastic deformation, the stress concentrations in the ferrite near the

martensite particles increase rapidly, which leads to the formation of microcavities at the onset of plastic deformation.

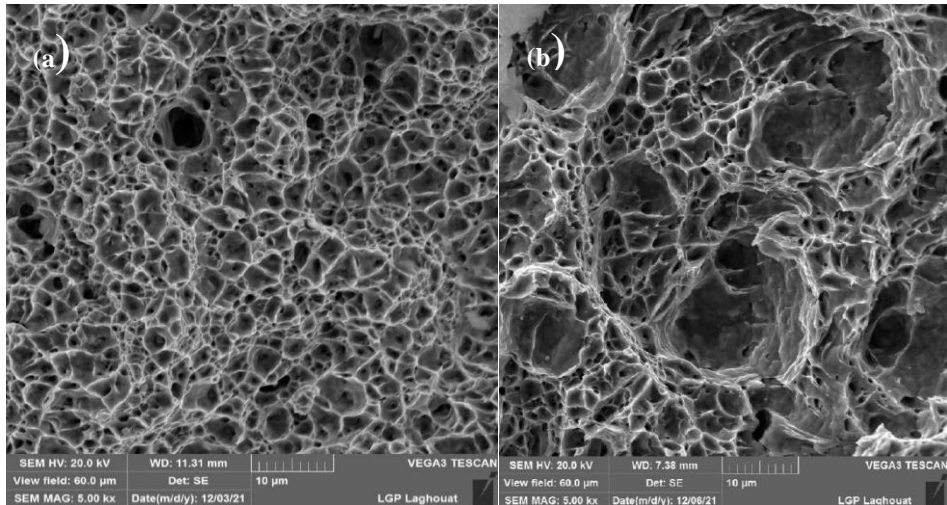


Fig. 5. SEM micrographs of fracture surface for different tempering temperatures: a) 300 °C, and b) 400 °C.

Conclusions

The evolution of microstructure and tensile properties as a function of tempering temperature of X70 Dual phase steel was investigated in this study. The obtained results lead to the following conclusions:

1. Inter-critical treatment at 800 °C leads to a structure (martensite-ferrite) whose martensitic phase is well distributed in the ferritic matrix.
2. An increase in the tempering temperature induces a decrease in yield strength (YS) and ultimate tensile strength (UTS) and a decrease in total elongation.
3. From the tempering temperature 300 °C, there is a precipitation in the ferrite because of the diffusion of carbon. Furthermore, the precipitation grows with the tempering temperature.

Acknowledgements

The facilities received by alpha pipe gas society and the financial support of the Directorate General for Scientific Research and Technological Development (DGRSDT) to carry out this work are gratefully acknowledged by authors.

References

- [1] M. Azuma, S. Goutianos, N. Hansen, G. Winther, X. Huang: Mater Sci Technol, 28 (2012) 1092-1100.
- [2] W. Wang, M. Li, C. He, X. Wei, D. Wang, H. Du: Mater Des, 47 (2013) 510-521.

Résumé

L'objectif de cette recherche est d'étudier l'influence du traitement de revenu sur les caractéristiques microstructurales et mécaniques d'un acier X70 à structure dual phase. La formation de la microstructure dual—phase (ferrite + Martensite) de l'acier X70 est obtenue dans cette étude par trois traitements thermiques distincts : trempe directe (DQ), trempe par étapes (SQ) et trempe intermédiaire (IQ), Le traitement thermique appliqué aux températures de recuit intercritique (ICT) de 760 °C et 800 °C. Nous étudions les effets des températures de revenu allant de 200 à 500 °C sur la microstructure et les propriétés de traction et de résilience de l'acier X70 dual phase. Le revenu amorce la diffusion du carbone et affecte sa redistribution dans la microstructure. Il a été constaté que la quantité de carbures augmente avec l'augmentation de la température de revenu et conduit à un appauvrissement en carbone de la martensite. D'autre part, l'augmentation de la température de revenu provoque une diminution de la résistance à la traction et de la limite d'élasticité tandis que l'allongement augmente. L'énergie absorbée augmente avec l'augmentation de la température de revenu.

Mots clés : API X70, Aciers biphasés, Revenu, Résilience, Traction.

Abstract

The objective of this research is to study the influence of tempering on the mechanical characteristics of an X70 steel with a dual phase structure. The formation of (Martensite + ferrite) dual phase microstructure of X70 steel is achieved in this study by three distinct heat treatments: direct quenching (DQ), step quenching (SQ) and Intermediate Quenching (IQ), the heat treatment applied at an intercritical annealing temperatures (IAT) of 760 °C and 800 °C. We investigate the effects of a tempering temperature in the range of 200 to 500 °C on microstructure and tensile and resilience properties in a dual-phase X70 steel. The tempering starts carbon diffusion and affects its redistribution in the microstructure. It was noticed that the amount of carbides increases with the increase of the tempered temperature and leads to depleted carbon in martensite. On the other hand, the increase of the tempered temperature induces a decrease of the ultimate tensile strength and the yield strength while the elongation increases. The energy absorbed increases with the increase of tempering temperature.

Keywords: API X70, Dual Phase steels, Tempering, resilience, Tensile.

ملخص

الهدف من هذا البحث هو دراسة تأثير معالجة الارجاع على الخصائص المجهريه والميكانيكية لفولاذ X70 بهيكل ثنائي الطور. تم الحصول على تشكيل البنية المجهريه ثنائية الطور (الفريت + مارتينيسيت) من الفولاذ X70 في هذه الدراسة من خلال ثلاثة معالجات حرارية متميزة: التبريد المباشر (DQ)، التبريد التدريجي (SQ) والتبريد المتوسط (IQ)، يتم تطبيق المعالجة الحرارية في درجات حرارة تصل إلى 760 درجة مئوية و 800 درجة مئوية. ندرس تأثيرات درجات الحرارة الارجاع التي تتراوح من 200 إلى 500 درجة مئوية على البنية المجهريه وخصائص الشد والمرونة لفولاذ X70 ثنائي الطور. يطلق ارجاع في انتشار الكربون وتؤثر على إعادة توزيعه في البنية المجهريه. وجد أن كمية الكريبيدات تزداد مع زيادة درجة حرارة ارجاع وتؤدي إلى افقار الكربون من مارتينيسيت. من ناحية أخرى، تؤدي زيادة درجة حرارة الارجاع إلى انخفاض مقاومة الشد وحد المرونة بينما تزداد الاستطالة. تزداد الطاقة الممتصة مع زيادة درجة حرارة التهدئة.

كلمات مفتاحية: API X70، فولاذ ثنائي طور، ارجاع، الصدمة، الشد.

- [3] S. Oliver, T.B. Jones, G. Fourlaris: *Mater Sci Technol*, 23 (2007) 423-431.
- [4] C. Tasan, M. Diehl, D. Yan, M. Bechtold, F. Roters, L. Schemann, C. Zhang, N. Peranio, D. Ponge, M. Koyama, K. Tsuzaki, D. Raabe: *Annu Rev Mater Res*, 45 (2015) 391-431.
- [5] M. Erdogan, R. Priestner: *Mater Sci Technol*, 18 (2002) 369-376.
- [6] M. Sarwar, R. Priestner: *J Mater Sci*, 31 (1996) 2091-2095.
- [7] H. Seyedrezai, A.K.Pilkey, J.D.Boyd: *Mater Sci Eng, A* 594 (2014) 178-188.
- [8] M. Asadi, B.C.Decooman, H.Palkowski: *Mater Sci Eng, A538* (2012) 42-52.
- [9] R.R. Queiroz, F.G.Cunha, B.M.Gonzalez: *Mater Sci Eng, A543* (2012) 84-87.
- [10] M. Calcagnotto, Y.Adachi, D.Ponge, D.Raabe: *Acta Mater*, 59 (2011) 658-670.
- [11] Y. Kang, Q. Han, X. Zhao, M. Cai: *Mater Des*, 44 (2013) 331-339.
- [12] Y.Bergström, Y.Granbom, D.Sterkenburg: *J Metall, Journal of Metallurgy* (2010) 1-16.
- [13] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, D. Raabe: *Mater Sci Eng, A527* (2010) 2738-2746.
- [14] J. Kadkhodapour, S. Schmauder, D. Raabe, S. Ziaei-Rad, U. Weber, M. Calcagnotto: *Acta Mater*, 59 (2011) 4387-4394.
- [15] M.R. Akbarpour, A. Ekrami: *Mater Sci Eng, A* 477 (2008) 306-310.
- [16] A. Bag, K.K. Ray, E.S. Dwarakadasa: *Metall Mater Trans, A* 30 (1999) 1193-1202.
- [17] Q.H. Han, Y.L. Kang, P.D. Hodgson, N. Stanford: *Scr Mater*, 69 (2013) 13-16.
- [18] X. Fang, Z. Fan, B. Ralpha, P. Evans, R. Underhill: *J Mater Process Technol*, 132 (2003) 215-218.
- [19] S. Gunduz: *Mater Lett*, 63 (2009) 2381-2383.
- [20] A. A. Sayed, Sh. Kheirandish: *Mater Sci Eng, A* 532 (2012) 21-25.
- [21] V.H. Baltazar Hernandez, S.S. Nayak, Y. Zhou: *Metall Mater Trans, A* 42 (2011) 3115-3129.
- [22] H. Li, S. Gao, Y. Tian, D. Terada, A. Shibata, N. Tsuji: *Mater Taday Proc*, 2 (2015) S667-S671.
- [23] A. Kamp, S. Celotto, D.N. Hanlon: *Mater Sci Eng, A* 538 (2012) 35-41.
- [24] M. Zamani, H. Mirzadeh, M. Maleki: *Mater Sci Eng, A* 734 (2018) 178-183.
- [25] J. Kang, Y. Ososkov, JD. Embury, DS. Wilkinson: *Scr Mater*, 56 (2007) 999-1002.



Creative Commons License

This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License.