

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

جامعة عمار ثلجي بالغواط

UNIVERSITE AMAR THELIDJI LAGHOAT

كلية العلوم والتكنولوجيا

FACULTES DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES

DE MECANIQUE قسم الميكانيك

DEPRTEMENT



**Mémoire** présenter pour l'obtention de diplôme de **Master**

**Spécialité : Génie des Matériaux**

**Par : FERROUDJ Riyadh Ismail**

**ZITOUNI Khedidja**

**Sujet :**

---

**Effet du traitement de température d'austénisation sur la  
précipitation et la taille des grains ferritique d'un acier X52**

---

Soutenu le : 10/06/2024, devant le jury de :

BENHORMA Hadj Aissa	Professeur	Président
ALLAOUI Omar	Professeur	Examineur
MANSOURI Tahar	MAB	Encadrant
ZIDELMEL Sami	Professeur	Co-Encadrant

**Année universitaire : 2023 / 2024**

# Remercîments

Je remercie en premier lieu **ALLAH** le tout puissant de nous avoir donné le courage et la volonté pour réaliser ce travail.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude aux membres de ma famille, grâce à leur aide, mon travail est terminé.

Je remercie profondément mon promoteur Monsieur **MANSOURI TAHAR** qui m'a orienté et donné des conseils pour ce travail.

Je remercie les membres du jury monsieur **BENHORMA HADJ AISSA** et monsieur **ALLAOUI OMAR** qui me font l'honneur d'examiner et de critiquer ce travail.

Je tiens à remercier mon Co-promoteur Monsieur **ZIDELMEL SAMI** pour sa patience ainsi que son aide et gentillesse.

Je remercie énormément tous mes enseignants.

Mes remercîments vont également à tous ceux et celles de, près ou de loin, m'ont porté aide et encouragements.

# *Dédicace*

*Je dédie ce travail*

*A ceux qui ont attendu avec patience les fruits  
de sa bonne éducation... ma Mère et mon  
Père*

*A mes chères sœurs*

*Mes chers frères : Mohammed & Ayoub*

*A tous ceux qui comptent pour moi.*

## **Résumé**

L'objectif de cette étude est d'examiner l'effet du traitement d'austénisation sur la précipitation et la taille des grains ferritiques dans un acier X52. Pour développer la taille des grains de ferrite, un traitement d'austénisation a été effectué à des températures comprises entre 900 °C et 1200 °C, suivi d'un refroidissement à l'air. Après les traitements d'austénisation suivi d'un refroidissement à l'eau, les échantillons ont subi un revenu d'une heure à des températures allant de 500 °C à 650 °C. Des essais de microdureté ont été réalisés sur les échantillons soumis aux traitements thermiques. Les résultats expérimentaux montrent qu'avec une augmentation de la température d'austénisation et quelle que soit type de refroidissement, la ferrite perd son caractère polygonal et présente une ferrite complètement aciculaire et la taille d'aiguille de martensite augmente, respectivement. Avec l'augmentation de la température de revenu à 550 °C, la dureté augmente en raison de la formation de carbures. Cependant, lorsque la température de revenu continue d'augmenter jusqu'à 650 °C, la dureté diminue. Cette diminution est attribuée à la croissance des carbures, qui deviennent plus gros.

Mots clés : X52, Austénisation, Revenu, dureté, Ferrite.

## **Abstract**

The objective of this study is to examine the effect of austenitization treatment on the precipitation and grain size of ferrite in X52 steel. To develop the ferrite grain size, an austenitization treatment was performed at temperatures ranging from 900 °C to 1200 °C, followed by air-cooling. After the austenitization treatments followed by water cooling, the samples underwent tempering for one hour at temperatures ranging from 500 °C to 650 °C. Microhardness tests were conducted on the samples subjected to the heat treatments. The experimental results show that with an increase in austenitization temperature and regardless of the type of cooling, the ferrite loses its polygonal character and presents completely acicular ferrite, and the needle size of martensite increases, respectively. With the increase in tempering temperature to 550 °C, the hardness increases due to the formation of carbides. However, when the tempering temperature continues to increase up to 650 °C, the hardness decreases. This decrease is attributed to the growth of carbides, which become larger.

Keywords: X52, Austenitization, Tempering, Hardness, Ferrite.

## ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى فحص تأثير معالجة الأوستنيت على الترسيب وحجم الحبيبات الفريتية في فولاذ X52 لتطوير حجم حبيبات الفريت، تم إجراء معالجة الأوستنيت عند درجات حرارة تتراوح بين 900 درجة مئوية و1200 درجة مئوية، تليها تبريد بالهواء. بعد معالجات الأوستنيت تليها تبريد بالماء، خضعت العينات لتبريد لمدة ساعة عند درجات حرارة تتراوح بين 500 درجة مئوية و650 درجة مئوية. تم إجراء اختبارات الصالبة الدقيقة على العينات التي خضعت للمعالجات الحرارية. أظهرت النتائج التجريبية أنه مع زيادة درجة حرارة الأوستنيت وبغض النظر عن نوع التبريد، يفقد الفريت طابعه متعدد ويظهر فريتاً إِبَراً بالكامل، ويزداد حجم إبرة المارتينسيت على التوالي. مع زيادة درجة حرارة التبريد إلى 550 تزداد الصالبة بسبب تشكيل الكرييدات. ومع ذلك، عندما تستمر درجة حرارة التبريد في الزيادة حتى تصل إلى الأضالع درجة مئوية،

650 درجة مئوية، تنخفض الصالبة. ويعزى هذا الانخفاض إلى نمو الكرييدات، التي تصبح أكبر.

كلمات مفتاحية: X52، أوستنيت، تلمين، صالبة، فريت.

**Table des Matières :**

**Listes des figures**

**Listes des tableaux**

**Listes des Abréviations**

**Introduction générale ----- 1**

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

**I.1. Introduction-----3**

**I.2. Les catégories des aciers HSLA -----4**

**I.2.1 Les aciers HSLA ferrito-perlitique -----4**

**I.2.2 Les aciers dual-phase-----5**

**I.2.3 Les aciers de ferrite aciculaire-----6**

**I.2.4 Les aciers HSLA résistants à la corrosion atmosphérique -----6**

**I.2.5 Les aciers perlitiques de construction laminés-----7**

**I.2.6 Les aciers de forme d'inclusion contrôlée -----8**

**I.3. Evolution des aciers HSLA -----9**

**I.3.1 L'affinement des grains-----9**

**I.3.2 Durcissement par précipitation -----9**

**I.3.3 Développement du laminage contrôlé-----9**

**I.3.4 Développement du refroidissement contrôlé-----9**

**I.4 Rôle des éléments d'additions ----- 10**

**I.4.1 Carbone ----- 10**

**I.4.2 Azote ----- 10**

**I.4.3 Manganèse ----- 10**

**I.4.4 Silicium ----- 11**

**I.4.5 Phosphore ----- 11**

**I.5 Rôle des éléments dispersives----- 11**

**I.5.1 Vanadium ----- 11**

**I.5.2 Titane ----- 12**

**I.5.3 Niobium ----- 12**

**I.6. Précipitation ----- 13**

**I.7 Avantage des aciers HSLA ----- 13**

**I.8 Applications----- 13**

**I.8.1 Fabrication des pipelines ----- 14**

**I.8.2 Applications Automobile ----- 14**

## **Chapitre II : Traitement thermique des aciers**

<b>II.1 Introduction</b> .....	<b>15</b>
<b>II.2 Traitements thermiques des aciers</b> .....	<b>15</b>
<b>II.3. Les type des traitements thermiques des aciers</b> .....	<b>16</b>
<b>II.3.1. Trempe</b> .....	<b>16</b>
<b>II. 3.1.1. Définition</b> .....	<b>16</b>
<b>II.3.1.3. Cycle de trempe</b> .....	<b>17</b>
<b>II.3.2. Le Revenu</b> .....	<b>17</b>
<b>II.3.2.1. Principe et But de Revenu</b> .....	<b>17</b>
<b>I.3.2.2. Différents types de revenu</b> .....	<b>18</b>
<b>II.3.3. Recuit</b> .....	<b>19</b>
<b>II.3.3.1. Le but de recuit</b> .....	<b>19</b>
<b>II.3.3.2. Les principes de recuit</b> .....	<b>20</b>
<b>II.3.3.3. Les types de recuit</b> .....	<b>20</b>
<b>II.4. Effet des traitements thermiques</b> .....	<b>22</b>
<b>II.5. Le but de traitement thermique</b> .....	<b>22</b>
<b>II.6. Cycle de traitement thermique</b> .....	<b>23</b>
<b>II.7. Austénisation des aciers</b> .....	<b>24</b>
<b>II.7.1. Vitesse de chauffage</b> .....	<b>24</b>
<b>II.7.2. Température d'Austénisation</b> .....	<b>25</b>

## **Chapitre III : Matériaux et Tech expérimentale**

<b>III.1 Introduction</b> .....	<b>26</b>
<b>III.2. Matériaux</b> .....	<b>26</b>
<b>III.3. Traitements thermiques</b> .....	<b>26</b>
<b>III.3.1 Effet de la température d'austénisation</b> .....	<b>27</b>
<b>III.4. Métallographie</b> .....	<b>28</b>
<b>III.4-1. Préparation des échantillons</b> .....	<b>29</b>
<b>III.4.1.1 Polissage</b> .....	<b>29</b>
<b>III.4.1.2 Attaque chimique</b> .....	<b>29</b>
<b>III.5. Les techniques d'analyse</b> .....	<b>30</b>
<b>III.5.1 Microscope optique</b> .....	<b>30</b>
<b>III.5.2 Microscope électronique à balayage</b> .....	<b>31</b>
<b>III.6 Caractérisation mécanique</b> .....	<b>32</b>
<b>III.6.1 Essai de Micro Dureté</b> .....	<b>32</b>

# Chapitre IV : Résultat et interprétation

IV.1 Introduction -----	34
IV.2 L'acier à l'état initial -----	34
IV.3. Effet de la température d'austénitisation -----	35
IV.3.1 Sur la microstructure -----	35
IV.3.2 Sur la dureté-----	41
IV.4. Effet de la température de revenu -----	42
IV.4.1 Sur la microstructure -----	42
IV.4.2 Sur la dureté-----	47
Conclusion-----	49
Références bibliographiques	

## Liste des Figures :

<b>Figure 2 : acier micro-alliés ferrito-perlitique [15-16] .....</b>	<b>4</b>
<b>Figure 3 : La microstructure de dual-phase [15].....</b>	<b>5</b>
<b>Figure 4 : Acier de ferrite aciculaire [15].....</b>	<b>6</b>
<b>Figure 5 : Durcissement de la solution-solide de la ferrite. [19].....</b>	<b>7</b>
<b>Figure 6 : Acier perlitique de construction laminés. [14] .....</b>	<b>8</b>
<b>Figure 7 : Le cycle de la trempe. [31].....</b>	<b>17</b>
<b>Figure 8 : Cycle complet (trempe, revenu). [32] .....</b>	<b>18</b>
<b>Figure 9 : Cycle thermique du recuit [33].....</b>	<b>19</b>
<b>Figure 10 : Cycles thermiques des différents recuits [33].....</b>	<b>22</b>
<b>Figure 11 : Cycle de traitement thermique [36].....</b>	<b>23</b>
<b>Figure 12 Four VECSTAR Ltd (LGM) .....</b>	<b>27</b>
<b>Figure 13 : Le cycle thermique appliqué à l'acier X52.....</b>	<b>27</b>
<b>Figure 14 : Le cycle thermique appliqué à l'acier X52 suivi d'un revenu .....</b>	<b>28</b>
<b>Figure 15 : polisseuse Sintco (LGM) .....</b>	<b>29</b>
<b>Figure 16 : échantillon après attaque chimique (Nital 4%) .....</b>	<b>30</b>
<b>Figure 17 : Microscope optique de type LIECA DMLM (LGP).....</b>	<b>31</b>
<b>Figure 18 : Microscope électronique à balayage (TESCANVEGA3) (LGP) .....</b>	<b>31</b>
<b>Figure 19 : Durometer Model MVK-H2 (Hardness Testing Machine) (LGP). .....</b>	<b>32</b>
<b>Figure 20 : Micrographie optique et MEB d'acier reçu .....</b>	<b>34</b>
<b>Figure 21 : Microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénisation après refroidissement à l'air .....</b>	<b>38</b>
<b>Figure 22 : Microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénisation après refroidissement à l'eau .....</b>	<b>40</b>
<b>Figure 23 : Evolution de la dureté en fonction de la température d'austénisation avec diffèrent refroidissement .....</b>	<b>41</b>
<b>Figure 24 : Microstructure Optique de l'acier X52 a une température d'austénisation 1000 °C, pour différentes températures de revenu.....</b>	<b>44</b>
<b>Figure 25 : Microstructure Optique de l'acier X52 a une température de revenu 600 °C, pour différentes températures d'austénisation .....</b>	<b>46</b>
<b>Figure 26 : Evolution de la dureté en fonction de la température de revenu avec différant température d'austénisation .....</b>	<b>48</b>
<b>Figure 27 : Evolution de la dureté en fonction de la température d'austénisation avec différant température de revenu.....</b>	<b>48</b>

## Liste des Tableaux :

<b>Tableau 1 : Rôle métallurgique des principaux éléments dispersives [23].....</b>	<b>12</b>
<b>Tableau 2 : Composition chimique de l'acier X52.....</b>	<b>26</b>
<b>Tableau 3 : Nombre total des enchaînements utilisés. ....</b>	<b>33</b>
<b>Tableau 4 : Caractéristiques mécaniques des aciers X52 à l'état reçu .....</b>	<b>35</b>
<b>Tableau 5 : La taille des grains de martensite formée pour les températures d'austénisation .....</b>	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>
<b>Tableau 6 : Evolution de la dureté en fonction de la température d'austénisation avec différent température de revenu.....</b>	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>

---

## Liste des Abréviations :

**AC** : austénisation classique

**CFC** : cubique à face centrée

**DP** : dual-phase

**HSLA** : acier à haute limite élastique

**HV** : micro-dureté Vickers

**mm** : millimètre

**MO** : microscope optique

**MEB** : microscope électronique à balayage

**Re** : limite élastique

**VC** : vitesse de chauffage

**µm** : micromètre

**LGP** : Labo de génie des procédés

**LGM** : Labo de génie mécanique

# **INTRODUCTION GENERALE**

### Introduction Générale

Les aciers HSLA ont été développés principalement pour l'industrie automobile afin de remplacer les aciers à faible teneur en carbone et ainsi améliorer le rapport (propriétés mécaniques/poids) et de répondre aux besoins en matériaux de meilleure résistance. Aujourd'hui, l'application de ces aciers s'est étendue à presque tous les domaines : Industrie automobile, construction navale, tuyauterie, récipients sous pression, construction de bâtiments, ponts et réservoirs de stockage. Grâce à sa grande résistance, sa ténacité et sa meilleure formabilité, la demande d'aciers HSLA a considérablement augmenté. Avec cette forte demande, un nombre considérable d'études sur les propriétés des aciers HSLA et de leurs soudabilités ont été effectuées au cours des 40 dernières années [1-2].

Au cours des trois dernières décennies, les aciers faiblement alliés à haute résistance (HSLA) ont été largement utilisés dans les exploitants de pipelines, les composants des centrales électriques à combustion fossile et à fission nucléaire, les structures navales, etc., en raison de la bonne combinaison de force et ténacité [3–6]. En outre, la faible teneur en carbone et les éléments d'alliage fréquemment ajoutés (comme Ti, Cu, V, Nb, etc.) confèrent une soudabilité favorable aux aciers HSLA [7,8]. Pour obtenir la microstructure de renforcement requise, un traitement thermique de refroidissement par air après austénitisation (à savoir normalisation) est généralement utilisé. Lors de la normalisation, la microstructure d'un mélange de ferrite polygonale, de perlite, de bainite et/ou de martensite est produite [9]. Le revenu est également une procédure nécessaire pour améliorer la ténacité et la ductilité des aciers HSLA [10].

La taille des grains et leur grossissement interviennent. Cela agit sur le résultat final de la structure et par ailleurs dépend également des conditions des traitements thermiques et éventuellement des éléments d'addition. L'austénitisation consiste à porter l'acier à une température du domaine de l'austénite, de manière que la structure devienne de l'austénite. Une austénitisation est dite convenable lorsque les conditions permettent d'homogénéiser la température dans toute la pièce et de mettre en solution solide tous les éléments d'alliages dans la structure CFC de l'austénite.

Dans ce travail, l'acier X52 avec différentes tailles de grains de ferrite ont été produits par différentes températures d'austénitisation allant de 900 à 1200 °C pendant trente minutes. L'acier X52 généré a subi un revenu à différentes températures allant de 500 à 650 °C pendant une heure. Par la suite, des examens de métallographie et des essais de micro dureté 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 trois chapitres :

**Le premier chapitre** est réservé à étude bibliographique sur les 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 réservé à étude bibliographique sur traitement thermique des aciers. Dans ce deuxième chapitre, nous allons présenter en détail les différents traitements thermiques notamment l'austénisation.

**Dans Le troisième chapitre**, nous allons présenter toutes les techniques et les procédures qui ont été utilisées durant la réalisation de ce travail, et qui incluent la préparation des échantillons avant traitements thermiques, la réalisation des traitements thermiques pour obtenir différentes tailles de grains de ferrite, la caractérisation des échantillons après traitement thermique, essais de microdureté sur les différents échantillons. Ce chapitre va comprendre aussi, la composition chimique de l'acier HSLA X52 utilisés.

**Le quatrième chapitre**, regroupe les résultats de caractérisation et microstructure, que nous avons obtenus dans l'acier X52 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.

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. [11]

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 [11,12]. Par exemple, l'énergie absorbée lors d'un essai de résilience est effectué à l'aire sous la courbe de traction contrainte-déformation.

## 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.

### Les aciers HSLA ferrito-perlitique

Les aciers HSLA ferrito-perlitiques sont généralement des aciers C-Mn qui contiennent de faibles additions d'éléments susceptibles de former des carbures et/ou des carbonitrides, tels le vanadium et le niobium. Ces aciers ont produit 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 dispersifs. [13-14]

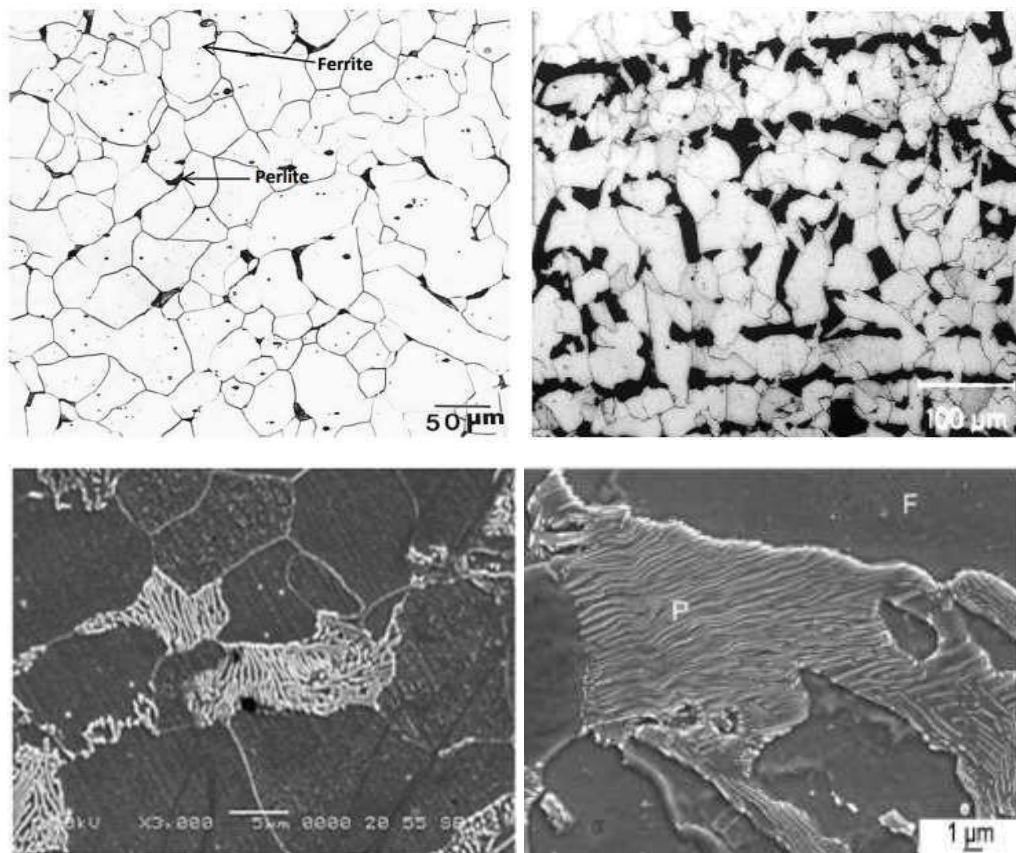


Figure 1 : acier micro-alliés ferrito-perlitique [15-16]

## Les aciers dual-phase

Si les aciers micro-alliés 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 micro-alliés (650 à 700 MPa) ; par ailleurs, leur allongement à la rupture demeure élevé (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 ferritique, et des îlots de martensite dont la proportion varie en fonction de la température inter-critique. Ils contiennent peu de carbone (0.08 à 0.15%) et entre 1 et 1.5 % de manganèse. [17, 18]

La microstructure des aciers dual-phase peut être développée soit par un chauffage à l'intérieur d'un intervalle de température inter-critiques ( $\alpha+\gamma$ ), ou par le contrôle du refroidissement à partir des conditions du laminage à chaud. [19]

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.

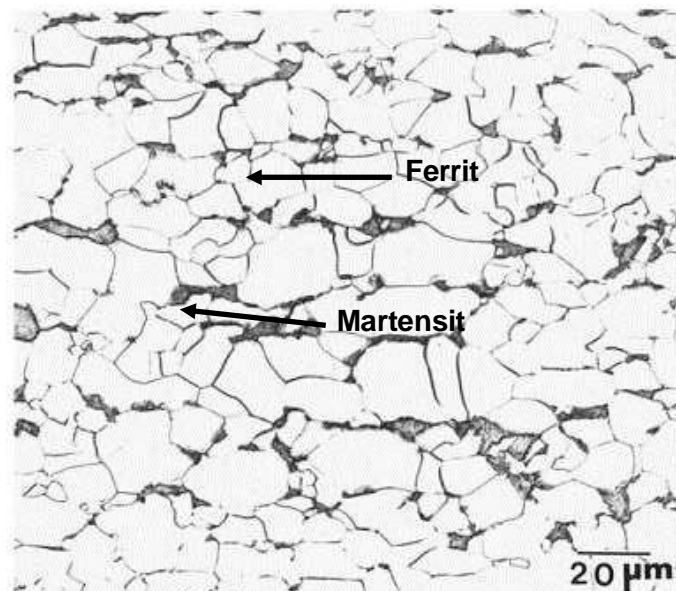


Figure 2 : La microstructure de dual-phase [15]

### 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.

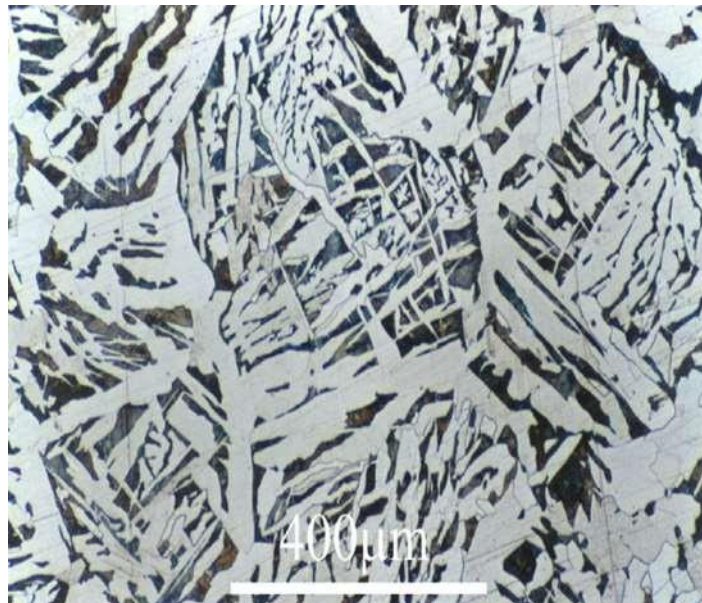


Figure 3 : Acier de ferrite aciculaire [15]

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.

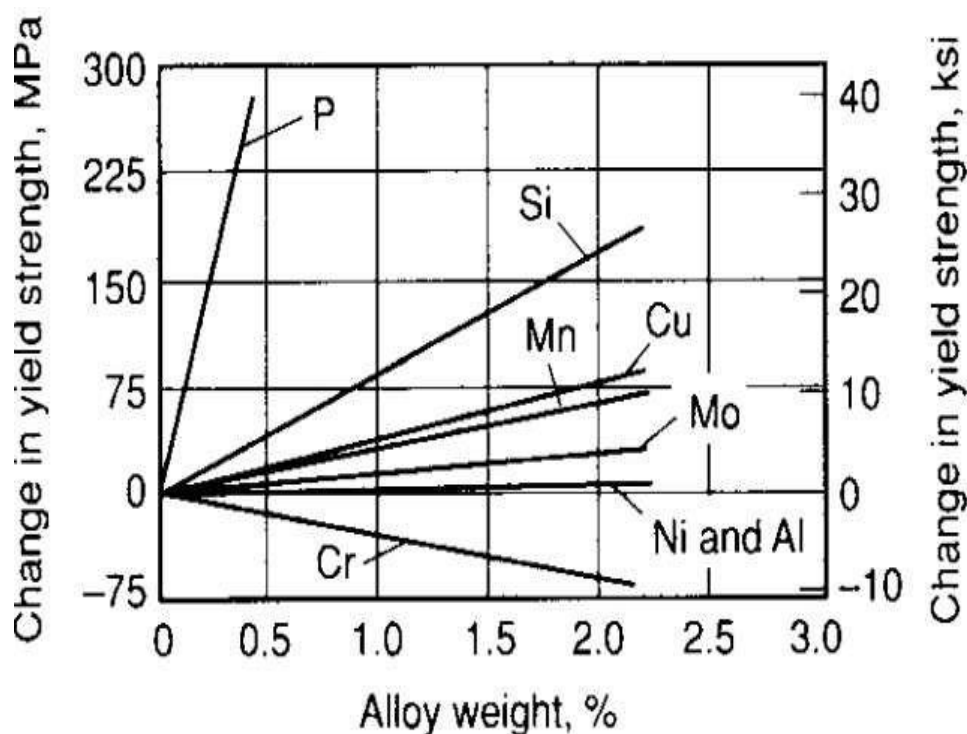
Quatre catégories pour le service arctique sont disponibles : X52, X65, X70, et X80.

### 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 5**.

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.



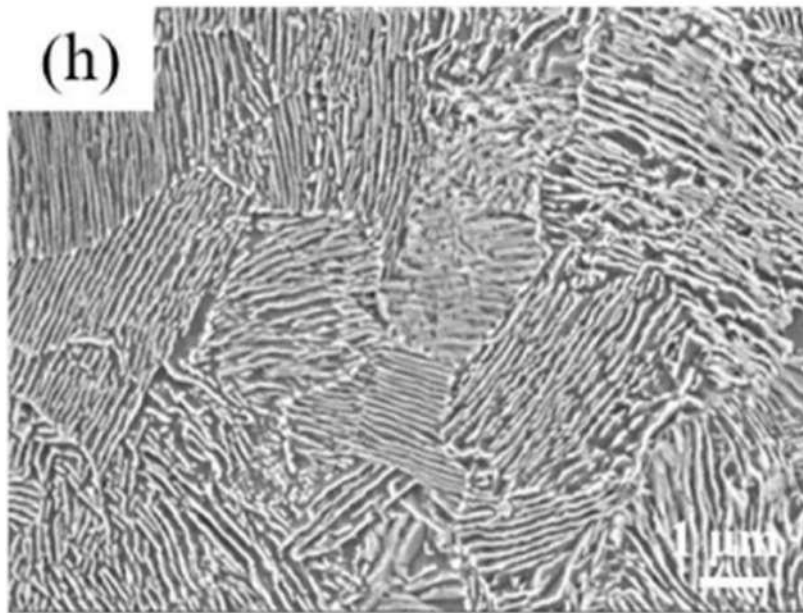
**Figure 4** : Durcissement de la solution-solide de la ferrite. [19]

### Les aciers perlitiques de construction laminés

Les aciers perlitiques de construction laminés sont un groupe spécifique d'aciers HSLA ayant des propriétés mécaniques augmentées (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 6**. 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 5** : Acier perlitique de construction laminés. [14]

### 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 [20].

#### **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  $Ac_3 + 30$  ° 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 [21].

#### **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. [22]

#### **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 d'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 martensite/bainite [21].

## **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. [15]

### **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 dispersives

Les éléments dispersifs 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 dispersifs 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 dispersifs. Ces trois éléments dispersifs 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 1** illustre le rôle de chaque élément.

### I.5.1 Vanadium

Le durcissement par précipitations est un des principaux responsables 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. [18-19]

### 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 1** : Rôle métallurgique des principaux éléments dispersives [23]

Eléments	Durcissement par précipitation	Affinement du grain ferritique	Fixation de l'azote	de	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 Avantage des aciers HSLA**

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

## **I.8 Applications**

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

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

Les pipelines sont les moyens les plus économiques pour le transport de grande quantité de gaz naturel et du pétrole. L'augmentation du besoin en énergie a intensifié le développement de la construction de toutes les sections de pipelines. La fabrication des pipelines est encouragée d'un côté par la découverte de grande réserve de pétrole dans les régions inaccessibles et par le progrès achevé dans le domaine du design de la fabrication des pipelines [26].

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.8.2 Applications Automobile**

L'expérience dans l'application du laminage à froid et du laminage à chaud des aciers HSLA dans les applications automobiles indique l'importance des exigences en matière de rigidité, le comportement aux chocs, la résistance à la fatigue, la résistance à la corrosion, et naturellement, la formabilité et la soudabilité. En plus l'amélioration de la consommation du carburant par kilométrage est grâce à la réduction du poids. [27]

# Chapitre II

## Traitement thermique des aciers

Dans ce deuxième chapitre, nous allons présenter une étude bibliographique relativement détaillée sur traitement thermique des aciers.

### II.1 Introduction

Un traitement thermique est une opération ou une succession d'opération pendant laquelle (les quelles) un alliage métallique, à l'état solide, est soumis à un ou plusieurs cycles thermiques.

Les traitements thermiques ont pour but de donner à la pièce traitée les propriétés les plus convenables pour sa mise en œuvre et son emploi. D'une manière générale les traitements thermiques ne modifient pas la composition chimique mais apporte des modifications du point de vue constitution (état du carbone, forme allotropique), structure (taille de grain, répartition des constituants) et état de contrainte.

Un traitement thermique comporte obligatoirement :

1. Un chauffage ;
2. Un maintien pendant un temps à la température de traitement ;
3. Un refroidissement (retour à la température ambiante) [28].

### II.2 Traitements thermiques des aciers

Le procédé de traitement thermique d'un acier consiste à lui faire subir une variation de la température en fonction du temps. Il se compose d'un certain nombre d'opération de chauffage et de refroidissement. Le but étant d'améliorer les caractéristiques des matériaux (résistance à la rupture, augmentation de la limite d'élasticité, dureté) pour une meilleure adaptation aux conditions en service. Cette amélioration vient des modifications structurales de la structure : meilleure homogénéisation, amélioration de la taille des grains (il permet de régénérer, par exemple, un métal ayant subi le forgeage et qui présente un grain trop grossier en affinant les grains). Il permet également de réduire les contraintes internes des matériaux, générées de par son histoire, qui peuvent être néfastes pour la pièce [29].

### **II.3. Les type des traitements thermiques des aciers**

Les traitements thermiques des aciers consistent à mettre en application les nombreux changements structuraux qui peuvent découler des transformations de phase ainsi que des phénomènes de recristallisation et de diffusion. On peut les subdiviser en trois groupes :

- 1) Les recuits ;
- 2) Les trempes ;
- 3) Les traitements d'amélioration (revenus) [30].

#### **II.3.1. Trempe**

##### **II. 3.1.1. Définition**

C'est un traitement thermique de durcissement consistant à chauffer la pièce à une température supérieure à la ligne de transformation fer  $\alpha \rightarrow$  fer  $\gamma$  (austénisation), puis on lui fait subir un refroidissement rapide pour obtenir une durée maximale [31].

##### **II.3.1.2. Les types de trempe**

###### **II.3.1.2.1. Trempe martensitique**

La trempe est un procédé de traitement d'un matériau. Il concerne surtout les métaux et le verre. Ce traitement peut être thermique (refroidissement rapide) ou chimique (immersion dans un bain de sel fondu), il peut aussi être dans la masse du matériau ou uniquement à sa surface [31].

###### **II.3.1.2.2. Trempe bainitique**

C'est une austénisation suivie d'un refroidissement rapide jusqu'à  $\theta_b$  (température de trempe bainitique), maintenue pendant le temps nécessaire à la transformation complète de l'austénite. On refroidit ensuite jusqu'à température ambiante [31].

###### **I.3.1.2.3. Trempe d'aciers austénitique ou hypertrempe**

Sur certains aciers austénitiques, cette trempe crée une structure d'austénite homogène à température ambiante. Elle provoque l'adoucissement du matériau (comme certains aciers inox). Elle se produit si la température de trempe est trop élevée [31].

### II.3.1.3. Cycle de trempe

On cherche à obtenir la transformation de l'austénite (stable à température élevée) en constituants métastables (pas stables mais la très faible vitesse de réaction donne une apparence de stabilité) : solution sursaturée de carbone dans le fer  $\alpha$ . Le cycle de trempe comprend 2 étapes : l'austénisation puis le refroidissement [31].

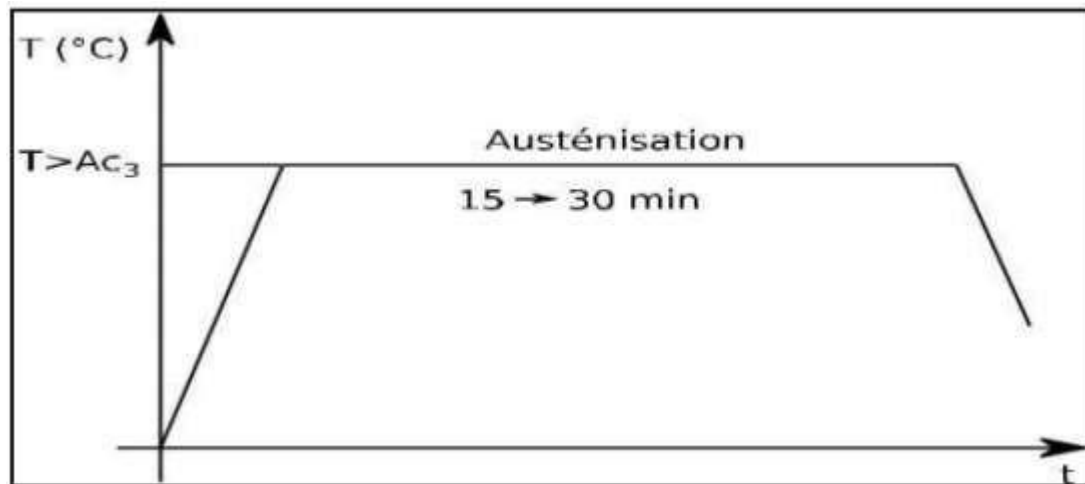


Figure 6 : Le cycle de la trempe. [31]

## II.3.2. Le Revenu

### II.3.2.1. Principe et But de Revenu

La trempe an isotherme est en général un traitement énergétique conduisant à un métal à  $R_m$ ,  $R_e$ ,  $H$  élevées du fait de la présence recherchée de martensite, mais dont la ductilité ( $A\%$ ) et la résilience ( $K$ ) sont très faibles pour la même raison. Si on tient compte également d'un niveau de contraintes propres souvent important, il est évident qu'un acier ne peut être utilisé en service directement à l'état trempé.

L'opération de revenu est destinée à corriger plus ou moins complètement ces inconvénients. Elle conduit à un métal de caractéristiques convenables présentant un compromis satisfaisant entre  $R_m$ ,  $R_e$ , d'une part et  $A\%$ ,  $K$  d'autre part. Contrairement à la trempe qui est une opération rapide et de contrôle difficile, le revenu permet un contrôle aisé des transformations et des propriétés du métal.

Le revenu est un traitement thermique effectué après trempe en continu, il consiste en : -Un réchauffage à une température  $T_R < A_{c1}$ , -Un maintien de durée  $t_R$  à  $T_R$ . -Un refroidissement

jusqu'à la température ambiante de préférence lentement.

Le revenu provoque une évolution du matériau vers un état plus proche de l'état physico-chimique d'équilibre sans toutefois rechercher à atteindre celui-ci. Le choix de TR et TR permet de contrôler ce retour plus ou moins complet vers l'état d'équilibre [32].

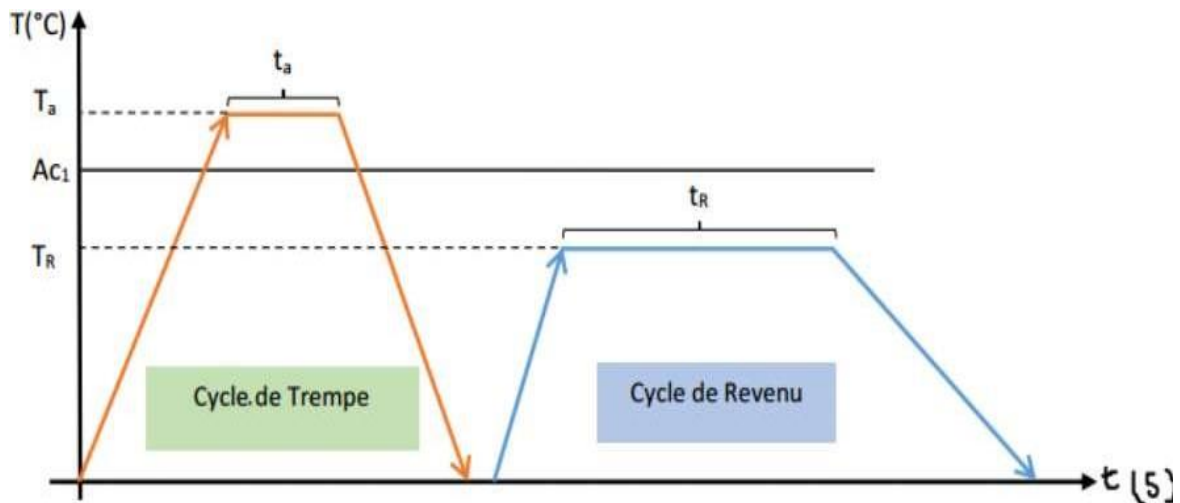


Figure 7 : Cycle complet (trempe, revenu). [32]

### I.3.2.2. Différents types de revenu

En fonction du résultat attendu, on distingue plusieurs types de revenu :

#### II.3.2.2.1. Revenu de relaxation ou de détente

Il s'effectue entre 180°C et 220°C -250°C. Il ne provoque aucune modification de structure mais une relaxation des contraintes multiples dues au refroidissement brusque de la trempe et au changement de structure austénite et martensite. Il provoque une légère diminution de la dureté et une légère remontée de la résilience. Il est fait sur des pièces soumises à des fortes sollicitations sans choc ou devant conserver une forte dureté superficielle [32].

#### II.3.2.2.2. Revenu de structure ou classique

Dans ce cas, le revenu s'effectue entre 500°C et AC1. On observe une augmentation des caractéristiques K, A et Z et une diminution plus importante de H, Rm et Re. Ce type de revenu permet d'établir un compromis entre les caractéristiques mécaniques suivant l'emploi des aciers [32].

### II.3.2.2.3. Revenu de durcissement

Des revenus effectués entre 450 et 600°C sur des aciers alliés peuvent provoquer des durcissements appelés durcissements secondaires (cas des aciers à outils au chrome ou des aciers rapides). Il y a d'abord précipitation des carbures complexes maintenu en solution dans un reste d'austénite résiduelle puis une déstabilisation de cette dernière qui se transforme en martensite au moment du refroidissement. Ces deux transformations successives vont donc nécessiter un second revenu pour éviter que la martensite secondaire ne provoque pas fragilité excessive. (Dans certains aciers rapides, trois revenus successifs peuvent être nécessaires) [32].

## II.3.3. Recuit

### II.3.3.1. Le but de recuit

Le recuit d'une pièce métallique ou d'un matériau est un procédé correspondant à un cycle de chauffage. Celui-ci consiste en une étape de montée graduelle en température suivie d'un refroidissement contrôlé. Cette procédure, courante en sciences des matériaux, permet de modifier les caractéristiques physiques du métal ou du matériau étudié. Cette action est particulièrement employée pour faciliter la relaxation des contraintes pouvant s'accumuler au cœur de la matière, sous l'effet de contraintes mécaniques ou thermiques, intervenant dans les étapes de synthèse et de mise en forme des matériaux. À l'occasion d'un recuit, les grains (monocristaux) de matière se reforment et retrouvent en quelque sorte, leur « état d'équilibre » [22].

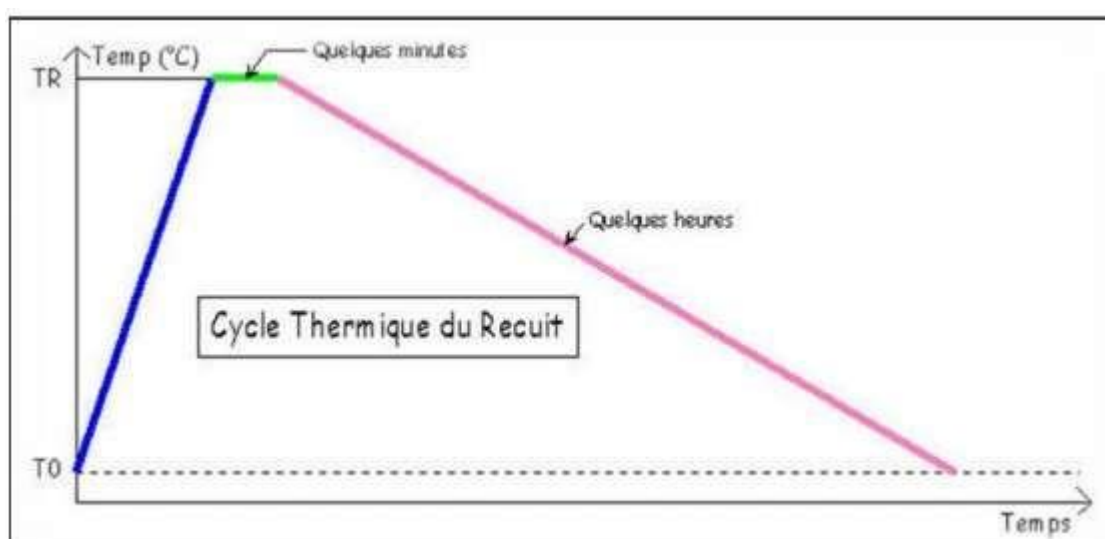


Figure 8 : Cycle thermique du recuit [33].

### II.3.3.2. Les principes de recuit

#### II.3.3.2.1. Chauffage

Le chauffage se fera à vitesse modérée. Certains aciers "difficiles" demanderont des paliers intermédiaires ou des vitesses de montée en température précises. La température de recuit (TR sur le graphe) est spécifique à chaque acier. Une fourchette est généralement donnée par le fournisseur d'acier. A défaut, il sera toujours possible d'utiliser les données techniques d'un acier proche ou similaire. En général, cette température est de l'ordre de : > Pour les aciers hypoeutectoides =  $AC3+50^{\circ}C$ . > Pour les aciers hypereutectoides =  $AC1+50^{\circ}C$  [6].

#### II.3.3.2.2. Maintenu

La température de recuit sera maintenue pendant un moment. Les ouvrages théoriques donnent en général des durées genre 1 minute par millimètre de la pièce. Si la montée en température n'a pas été trop rapide, la température est relativement homogène (surtout sur une pièce de 3 ou 4 millimètres d'épaisseur) et on peut diminuer le temps de maintien en température [33].

#### II.3.3.2.3. Refroidissement

Idéalement, le refroidissement devrait être le plus lent possible. Dans la pratique, il doit être adapté à l'acier. Certains aciers (particulièrement ceux avec du Chrome) exigent un refroidissement très lent. Le meilleur compromis, influant directement sur les moyens à mettre en œuvre, découle de l'expérience acquise avec un acier [33].

### II.3.3.3. Les types de recuit

#### II.3.3.3.1. Recuit complet

Couramment appelé recuit. Il est effectué sur des pièces ayant subi des traitements thermiques ou mécaniques dont on désire supprimer les effets (constituants durs) pour en faciliter l'usinage. La pièce est portée à  $AC3 + 50^{\circ}C$  environ 30mn puis refroidie lentement à l'air ou au four [33].

### II.3.3.3.2. Recuit d'adoucissement

Il est effectué sur des aciers auto - trempant. La pièce est chauffée à une température inférieure à AC1 pendant 6 à 8 heures puis refroidie à l'air libre. Cette basse température évite la réalisation d'une trempe [33].

### II.3.3.3.3. Recuit de coalescence

Il est effectué sur des pièces à fort pourcentage de carbone (exemple : Z200C13- 100C6), dans le but d'obtenir l'adoucissement maximal. La pièce est chauffée en dessous de AC1 pendant 30mn puis refroidie à l'air libre [33].

### II.3.3.3.4. Recuit d'homogénéisation

Aussi appelé recuit de diffusion il est surtout effectué sur des aciers bruts de coulée ou sur des aciers moulés aux dimensions importantes pour supprimer l'hétérogénéité chimique. La pièce est portée à une température aussi élevée que possible sans atteindre le solidus réel. Pratiquement, la température est de l'ordre de  $AC3 + 200^{\circ}C$  La durée de ce traitement est de plusieurs heures. Le métal qui a été surchauffé et suivi d'un recuit de régénération [33].

### II.3.3.3.5. Recuit de normalisation

C'est une variante du recuit de régénération qui s'applique aux pièces brutes de forgeage ou de laminage. Il s'effectue dans les mêmes conditions de chauffe ; la pièce est ensuite refroidie à l'air calme [33].

### II.3.3.3.6. Recuit de détente ou de stabilisation

Il est effectué sur des pièces après moulage ou soudage pour éliminer les tensions internes avant l'usinage. La pièce est chauffée vers  $600^{\circ}C$  pendant environ une heure puis refroidie à l'air libre [33].

### II.3.3.3.7. Recuit de recristallisation ou de restauration

Il est effectué sur des pièces écrouies à une température de l'ordre de  $600^{\circ}C$ . L'écrouissage provoque une grande augmentation de la fragilité et dans certains cas, il est impossible de continuer le travail de l'acier (tréfilage par exemple) [33].

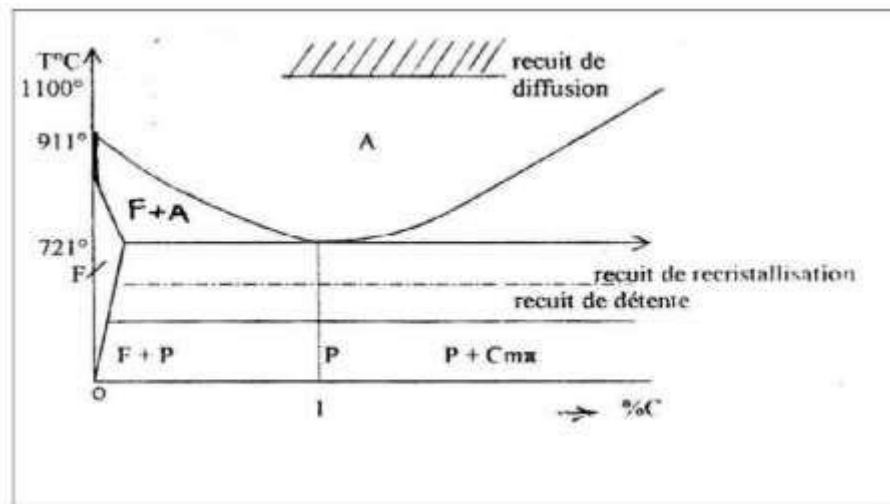


Figure 9 : Cycles thermiques des différents recuits [33].

#### II.4. Effet des traitements thermiques

Les effets de ces traitements thermiques dépendent pour un même métal : De la température T. De la durée de maintien de la pièce métallique à la température T. De la vitesse avec laquelle sont localisées les opérations de chauffage et de refroidissement [1].

#### II.5. Le but de traitement thermique

Les traitements thermiques sont constitués par un certain nombre d'opérations combinées de chauffage et de refroidissement ayant pour but. D'améliorer les caractéristiques des matériaux et rendre ceux-ci plus favorables à un emploi donné, à partir des modifications suivantes :

- Augmentation de la résistance à la rupture et de la limite élastique  $R_m$ ,  $R_e$ ,  $A\%$  en donnant une meilleure tenue de l'élément.
- Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs.
- De régénérer un métal qui présente un grain grossier (affiner les grains, homogénéiser la structure) cas des matériaux ayant subi le forgeage.
- De supprimer les tensions internes (écrouissage) des matériaux avant d'être subit une déformation plastique à froid (emboutissage, fluotournage).
- En dehors du recuit de recristallisation qui permet de supprimer l'écrouissage, les

traitements thermiques ne s'appliquent pas aux métaux purs, mais seulement à quelques alliages pour les quel son recherche principalement une augmentation de la limite élastique et une diminution de la fragilité. Les traitements thermiques sont appliqués surtout aux aciers XC et aciers alliés ZR alliages non ferreux.

En général les traitements thermiques ne changent pas la composition chimique de l'alliage [34].

## II.6. Cycle de traitement thermique

En général le traitement thermique comprend 3 étapes : Figure 11

- Un chauffage jusqu'à une température qui dépend du type de traitement voulu.
- Maintien isotherme à cette température de traitement.
- Un refroidissement dans un milieu préalablement défini. Toute fois le choix du traitement le plus approprié est en lui-même d'une grande difficulté plus particulièrement dans le choix de ces paramètres, et ce en fonction des structures et des propriétés physiques et mécaniques souhaitées [35].

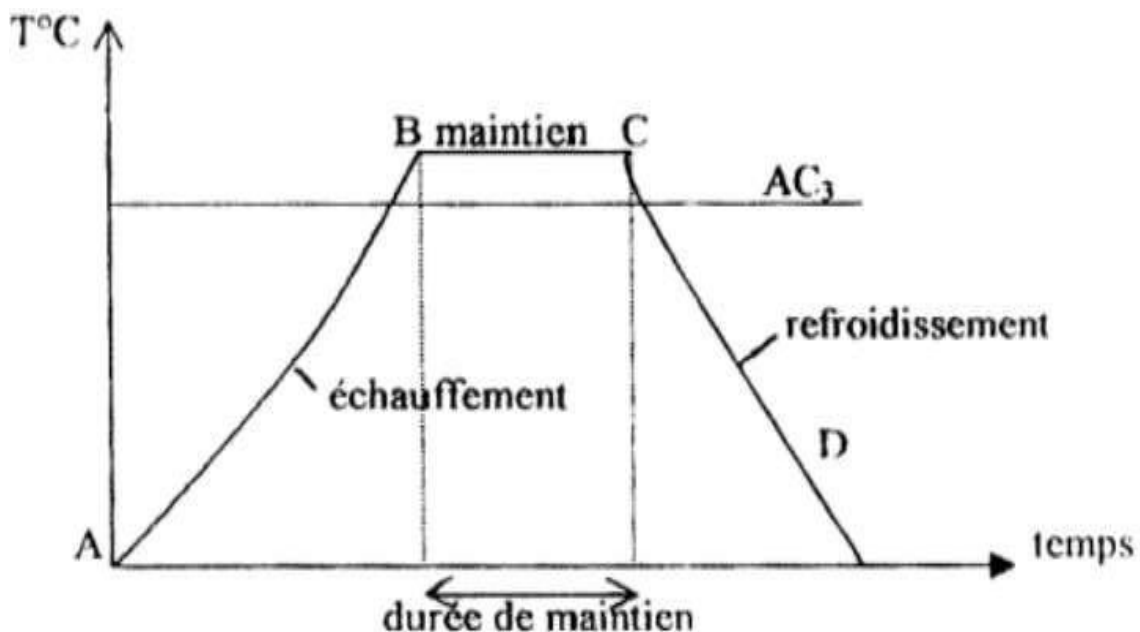


Figure 10 : Cycle de traitement thermique [36].

**AB** : L'échauffement à des températures supérieures aux températures de transformation (par exemple : AC3)

**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.7. Austénisation des aciers :

L'Austénisation consiste à porter l'acier à une température du domaine de l'austénite, de manière que la structure devienne de l'austénite. Une austénisation est dite convenable lorsque les conditions permettent d'homogénéiser la température dans toute la pièce et de mettre en solution solide tous les éléments d'alliage dans la structure CFC de l'austénite. L'austénisation précède l'opération de trempe. [6]

#### II.7.1. Vitesse de chauffage :

L'opération de chauffage d'un acier à sa température d'austénisation doit considérer en particulier sa composition chimique, sa structure cristalline et surtout la forme de la pièce et ses dimensions.

Le chauffage à une vitesse donnée **VC** entraîne automatiquement un gradient thermique entre la surface et la surface et le cœur de la pièce, et un décalage dans la température de transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$ . Ces deux facteurs sont d'autant plus importants que d'une part la vitesse de chauffage est plus grande et d'autre part la conductibilité thermique est faible. Ils entraînent par état de conséquence la naissance de contraintes internes d'autant plus importantes que l'acier est chargé en carbone et en éléments d'alliage.

Si le degré de formation des contraintes n'est pas important, les conditions de chauffage sont plus souples. La pièce peut être soumise à un chauffage à la limite à vitesse rapide.

Lorsque l'acier est confronté à la naissance d'une forte densité de contraintes, il doit être soumis à un chauffage à vitesse lente. Il s'agit donc de chauffage continue ou de chauffage par étape avec maintien isotherme à des températures intermédiaires.

### II.7.2. Température d'Austénisation :

Le choix de température d'austénisation dépend du meilleur rendement du traitement. Elle est fonction des propriétés du produit de transformation qui varient selon une austénisation complète ou partielle.

L'austénisation complète est souvent appliquée sur les aciers hypoeutectoides non alliés et les aciers faiblement alliés pas trop chargés en carbone. Il faut noter en outre que le niveau de température dans ce domaine influe sur la grosseur des grains austénitiques et donc sur la qualité des propriétés après traitement.

Quant à l'austénisation partielle, elle est appliquée les aciers hypereutectoides non alliés et plus particulièrement sur les aciers faiblement et fortement alliés assez chargés en carbone.

Chapitre III  
Matériaux et techniques  
expérimentales

### III.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous exposons l'étude sur l'acier étudié ainsi que les différentes techniques et procédures employées tout au long de cette recherche. Cela englobe la préparation des échantillons avant les traitements thermiques, la mise en œuvre des traitements thermiques, la caractérisation microstructurale et mécanique des échantillons post-traitement thermique, ainsi que les essais de traction et de micro-dureté réalisés sur les divers échantillons. Ce chapitre va comprendre aussi la composition chimique de l'acier X52.

### III.2. Matériaux :

Le matériau utilisé dans la présente étude est un acier à haute limite élastique de nuance X52 qui nous a été livré par la société, Alpha pipe Ghardaïa, en Algérie. Cet acier a été reçu sous forme de tôle de 14 mm d'épaisseur. La composition chimique de cet acier est donnée dans le tableau 2.

**Tableau 2 :** Composition chimique d'acier X52

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

### III.3. Traitements thermiques :

Les traitements thermiques que nous avons effectués à la cour de cette étude, ont été faits à l'aide d'un four électrique de type Vecstar Ltd, comme la montre la **Figure 12**. Il s'agit d'une chambre isolée de 300 x 300 x 450 mm, avec une capacité de chauffage maximale de 1200 °C. Le contrôle de la température dans les fours électriques de ce type est un processus crucial qui garantit la précision et l'efficacité du traitement thermique.



Figure 11 : Four VECSTAR Ltd (LGM)

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

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

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

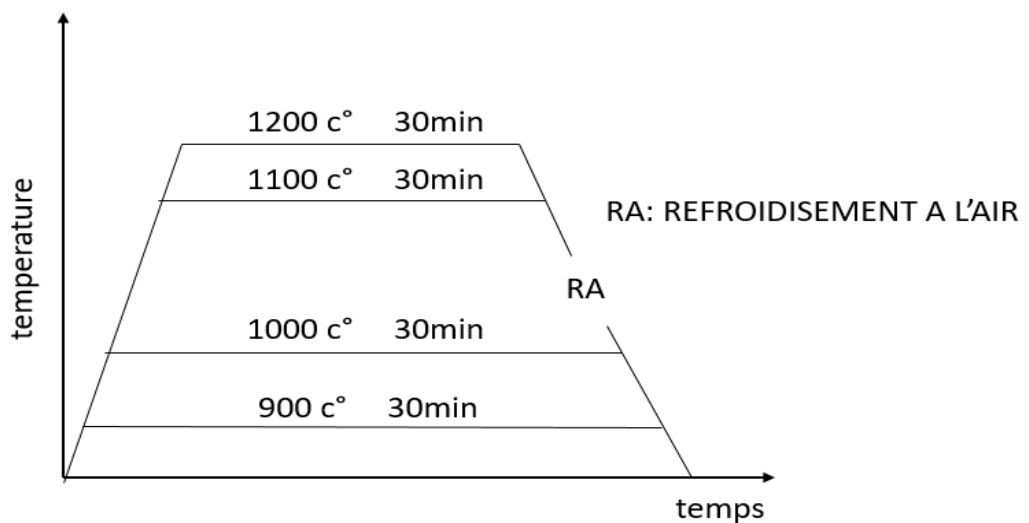


Figure 12 : Le cycle thermique appliqué à l'acier X52

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 : 500, 550, 600, 650°C

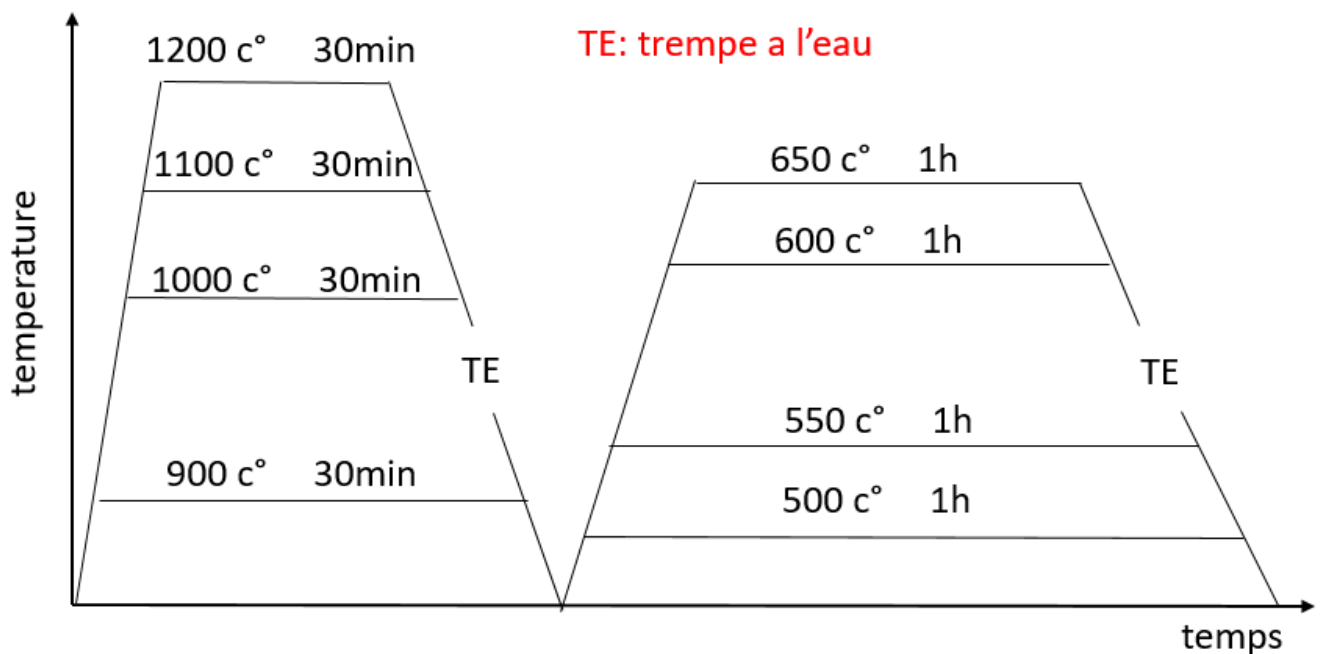


Figure 13 : Le cycle thermique appliqué à l'acier X52 suivi d'un revenu

### III.4. 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 bonne observation micrographiques.

**III.4-1. Préparation des échantillons :****III.4.1.1 Polissage :**

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



**Figure 14 :** polisseuse Sintco (LGM)

**III.4.1.2 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 15 : échantillon après attaque chimique (Nital 4%)

### III.5. Les techniques d'analyse

Les techniques d'analyse utilisées dans notre travail sont :

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

#### III.5.1 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 16 :** Microscope optique de type LIECA DMLM (LGP)

### III.5.2 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 17 :** Microscope électronique à balayage (TESCANVEGA3) (LGP)

## III.6 Caractérisation mécanique :

### III.6.1 Essai de Micro Dureté :

L'essai de dureté est largement utilisé sur les métaux. Il caractérise la résistance qu'oppose le matériau à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Ainsi, pour des conditions expérimentales données, la dureté du métal sera d'autant plus grande que la pénétration du corps sera faible. Il existe plusieurs type d'essais de dureté, qui diffèrent essentiellement par la forme du pénétrateur. Dans l'essai Vickers le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée dont l'angle au sommet est de  $136^\circ$ . 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 18 :** Duromètre Model MVK-H2 (Hardness Testing Machine) (LGP).

**Tableau 3** : Nombre total des enchaînement utilisées.

	<b>Nombre des enchaînement</b>	
	Traitement d'austénisation	Traitement de revenu
<b>Micrographie</b>	4	20
<b>Micro dureté</b>	4	20

# Chapitre IV

## Résultats et Interprétations

## IV1 Introduction

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

## IV2 L'acier à l'état initial

La **Figure 20** montre les micrographies optiques et au microscope électronique à balayage de l'acier X52 à l'état reçu dont la microstructure est constituée de ferrite (zones en blanc) et de perlite (zones en noir). Les propriétés mécaniques de cet acier, données par le laboratoire des essais mécaniques de la société pipe gaz Ghardaïa, sont groupées dans le **Tableau 4**. En utilisant le logiciel imagej pour calculer les proportions des phases présentes à l'état initial. 80.64% de ferrite et 19.36% de perlite.

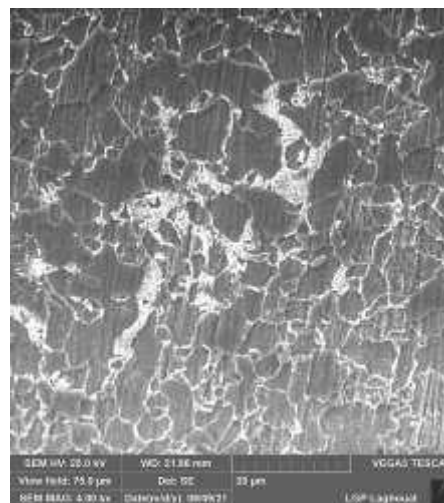
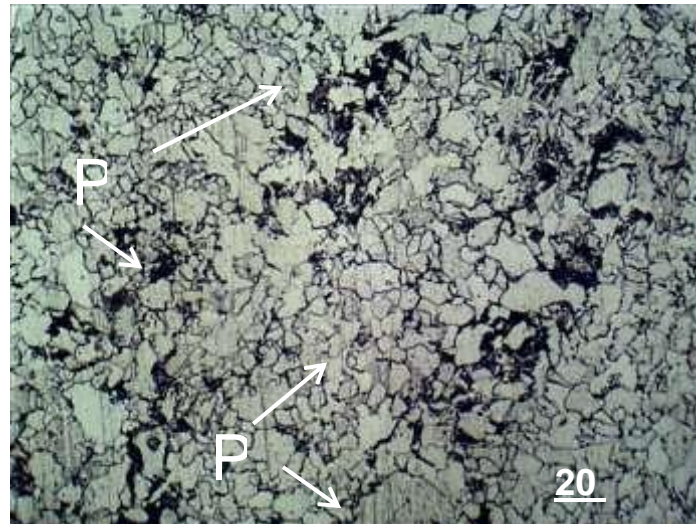


Figure 19 : Micrographie optique et MEB d'acier reçu

**Tableau 4 :** Caractéristiques mécaniques des aciers X52 à l'état reçu

Principales propriétés mécaniques				
	Re0.2 (MPa)	Rm (MPa)	HV	A (%)
X52	377	516	179	27

Avec :

- Re0.2 : La limite conventionnelle d'élasticité
- Rm : La résistance à la traction
- A : Le pourcentage d'allongement après rupture
- HV : Dureté de Vickers

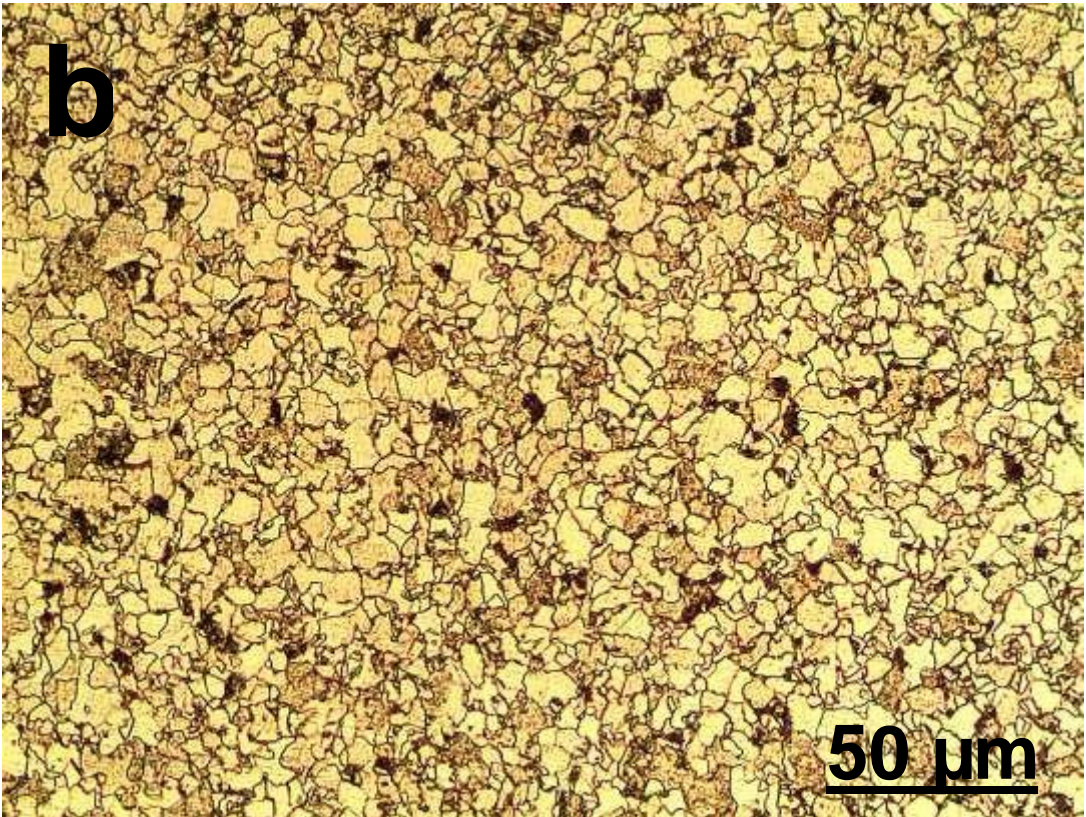
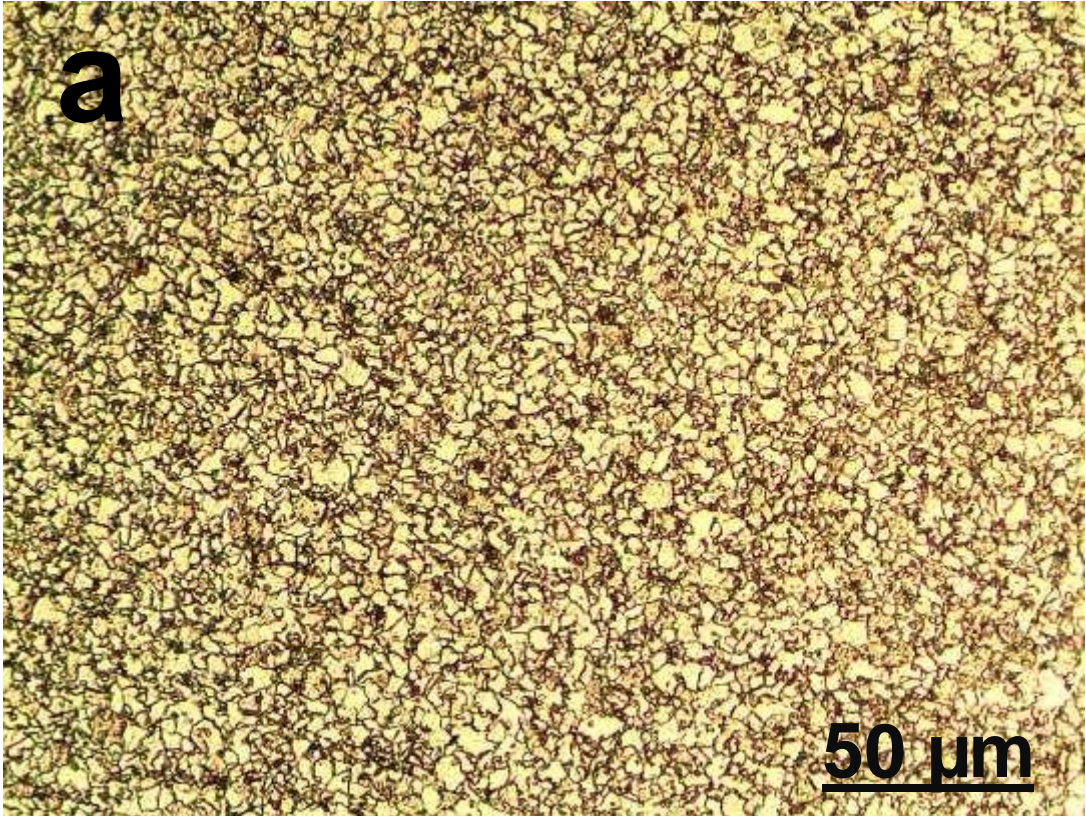
### IV.3. Effet de la température d'austénitisation

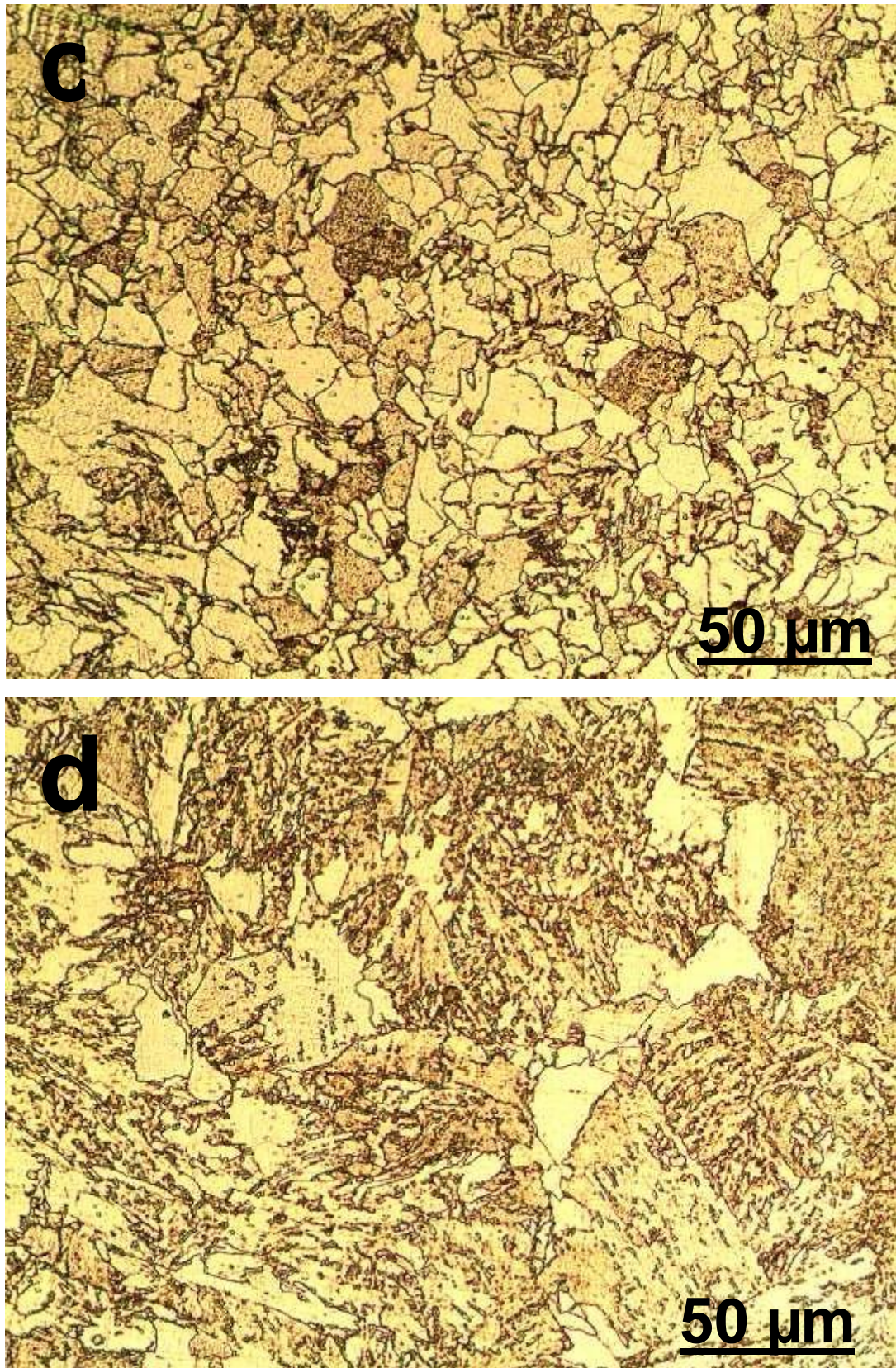
#### IV.3.1 Sur la microstructure

Les microstructures optiques en fonction des différentes températures d'austénitisation après refroidissement à l'air pour l'acier X52 sont respectivement montrées dans la figure 17. A basse température d'austénitisation (900 °C), la microstructure de l'acier est formée de ferrite polygonale et de perlite (figure 17.a). Après une austénitisation à 1000 °C, la microstructure garde toujours la forme polygonale de la ferrite, mais nous assistons au grossissement des grains ferritiques (figure 17.b). Après austénitisation à 1100 °C, la microstructure présente deux régions distinctes ferrite /perlite et perlite/ferrite aciculaire (figure 17.c). Cependant, après austénitisation à 1200 °C, la ferrite perd son caractère polygonal et présente une ferrite complètement aciculaire (figure 17.d). La ferrite aciculaire se présente sous forme d'aiguilles enchevêtrées adoptant différentes orientations cristallographiques à l'intérieur des grains austénitiques. Les aiguilles de la ferrite aciculaire se développent plutôt entièrement à l'intérieur des grains austénitiques, en prenant naissance sur des inclusions non métalliques [37-38]. Les aiguilles de ferrite aciculaire servent ensuite de sites de germination pour d'autres aiguilles. Il est bien établi que les conditions d'austénitisation (température, temps) ainsi que la composition chimique de l'acier influencent la taille des grains austénitiques [39]. La taille des grains austénitiques influence directement la formation de la ferrite aciculaire. Plus la taille des grains austénitiques est importante plus la densité de sites de germination intra-granulaires est élevée,

favorisant de ce fait la formation de la ferrite aciculaire [37-39]. La microstructure de cette ferrite aciculaire a suscité un grand intérêt car elle est à l'origine de propriétés exceptionnelles de résistance mécanique et de ténacité des tôles soudées en aciers micro-alliés [40].

**La figure 17** présent la microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénisation après refroidissement à l'eau. A basse température d'austénitisation (900 °C), la microstructure de l'acier est formée d'austénite résiduelle et de martensite (figure 18.a). Avec augmentation de la température d'austénisation à 1200 C° (figure 18.d), la taille d'aiguille de martensite augment.

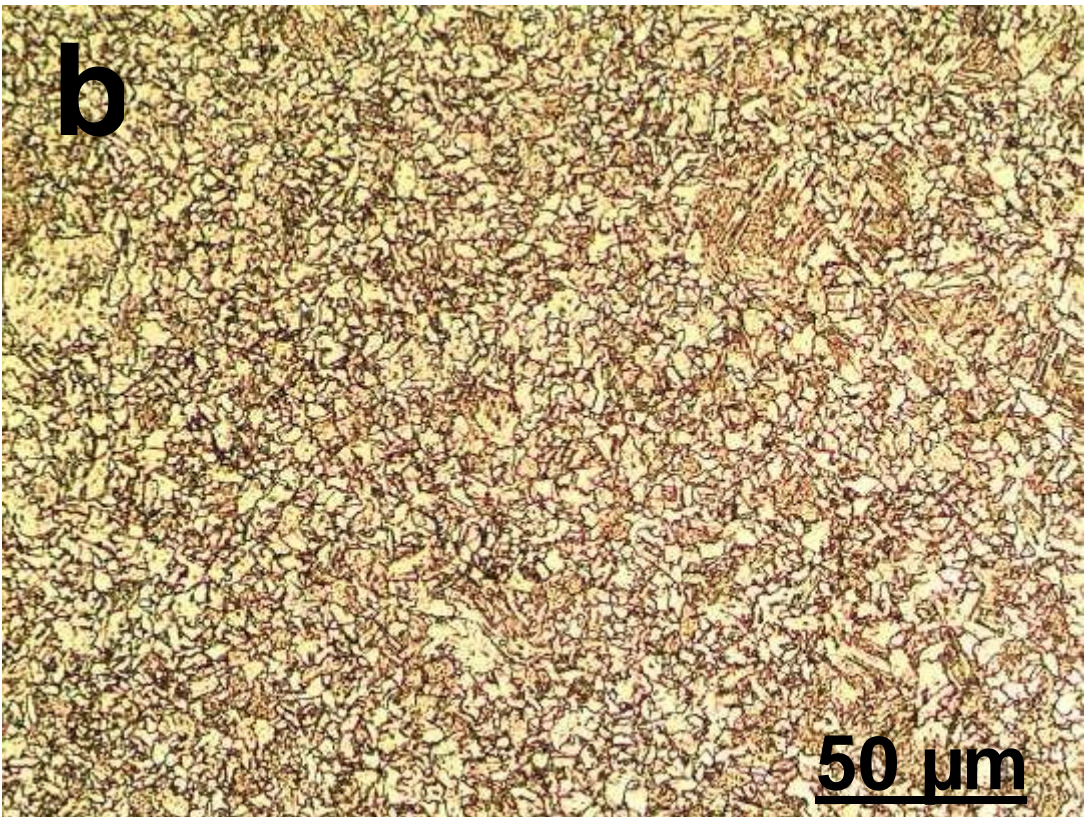


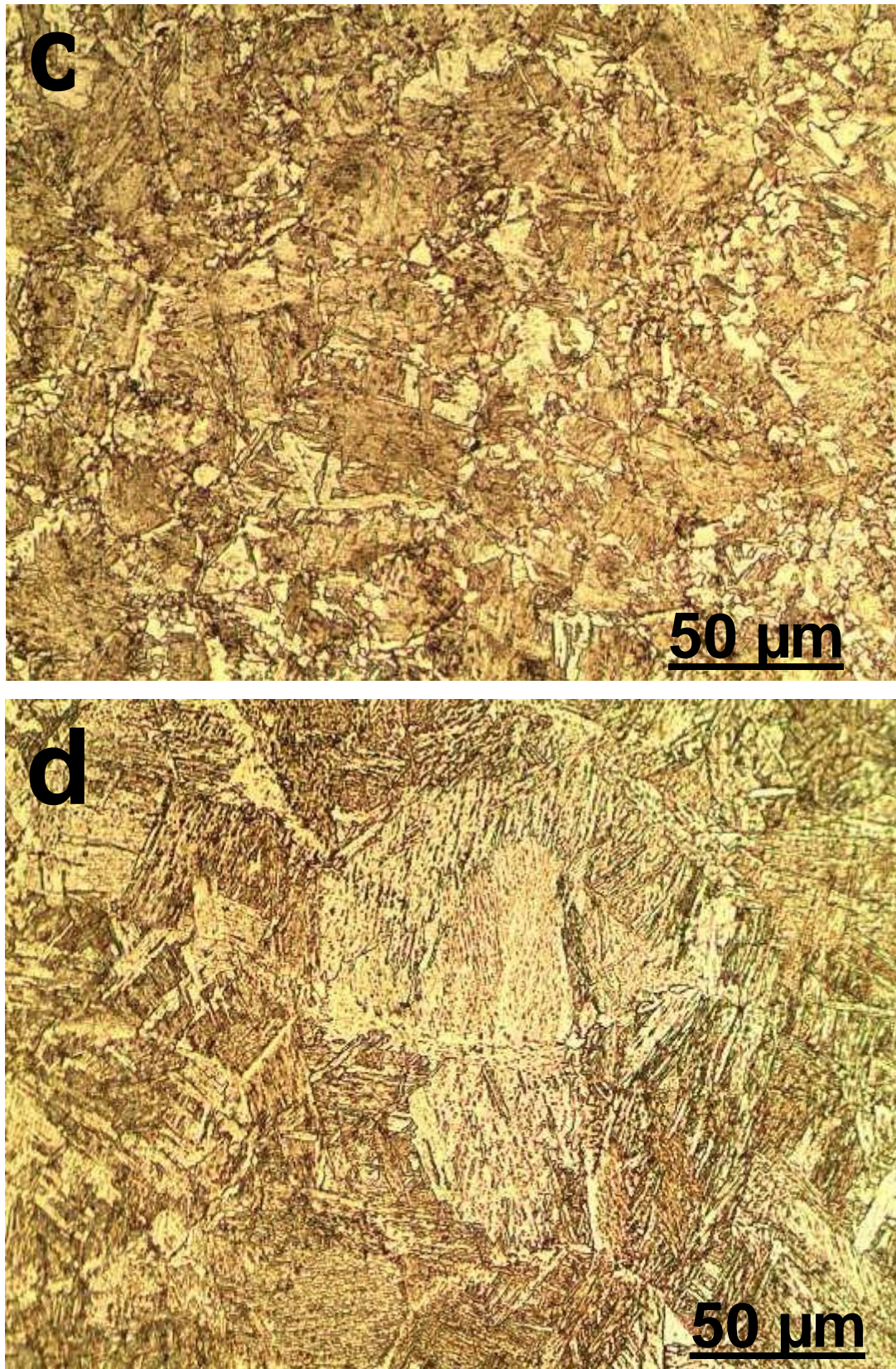


**Figure 20 :** Microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénisation après refroidissement à l'air

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

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





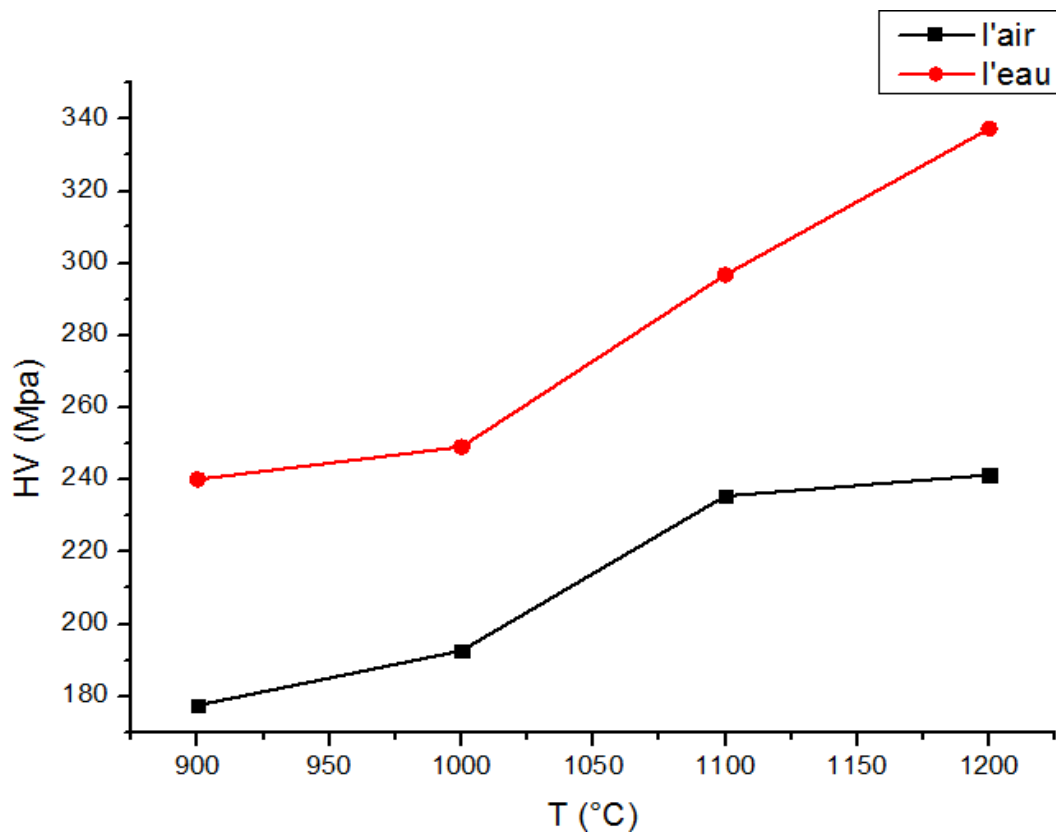
**Figure 21 :** Microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénisation après refroidissement à l'eau

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

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

## IV.3.2 Sur la dureté

La variation de la dureté de l'acier X52 en fonction de la température d'austénitisation après refroidissement à l'air et l'eau est donnée par les Figure 23. La tendance générale représentée sur la figure 23 est que la dureté d'acier X52 augmente avec l'augmentation de la température d'austénitisation quelle que soit type de refroidissement ; c'est-à-dire avec l'augmentation de la taille de grain de ferrite et la formation des carbures des éléments d'addition tels que le niobium (Nb), le vanadium (V), le Titane (Ti) pour refroidissement à l'air et à l'augmentation de la taille d'aiguille de martensite pour refroidissement à l'eau.

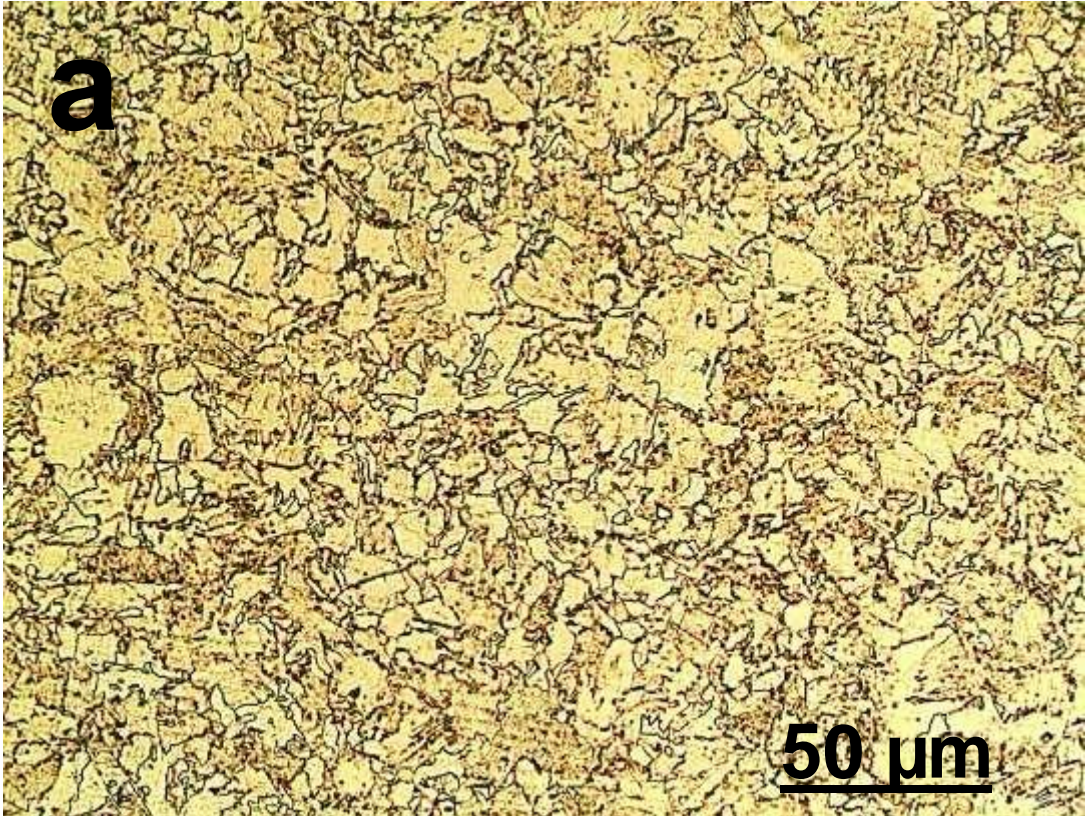


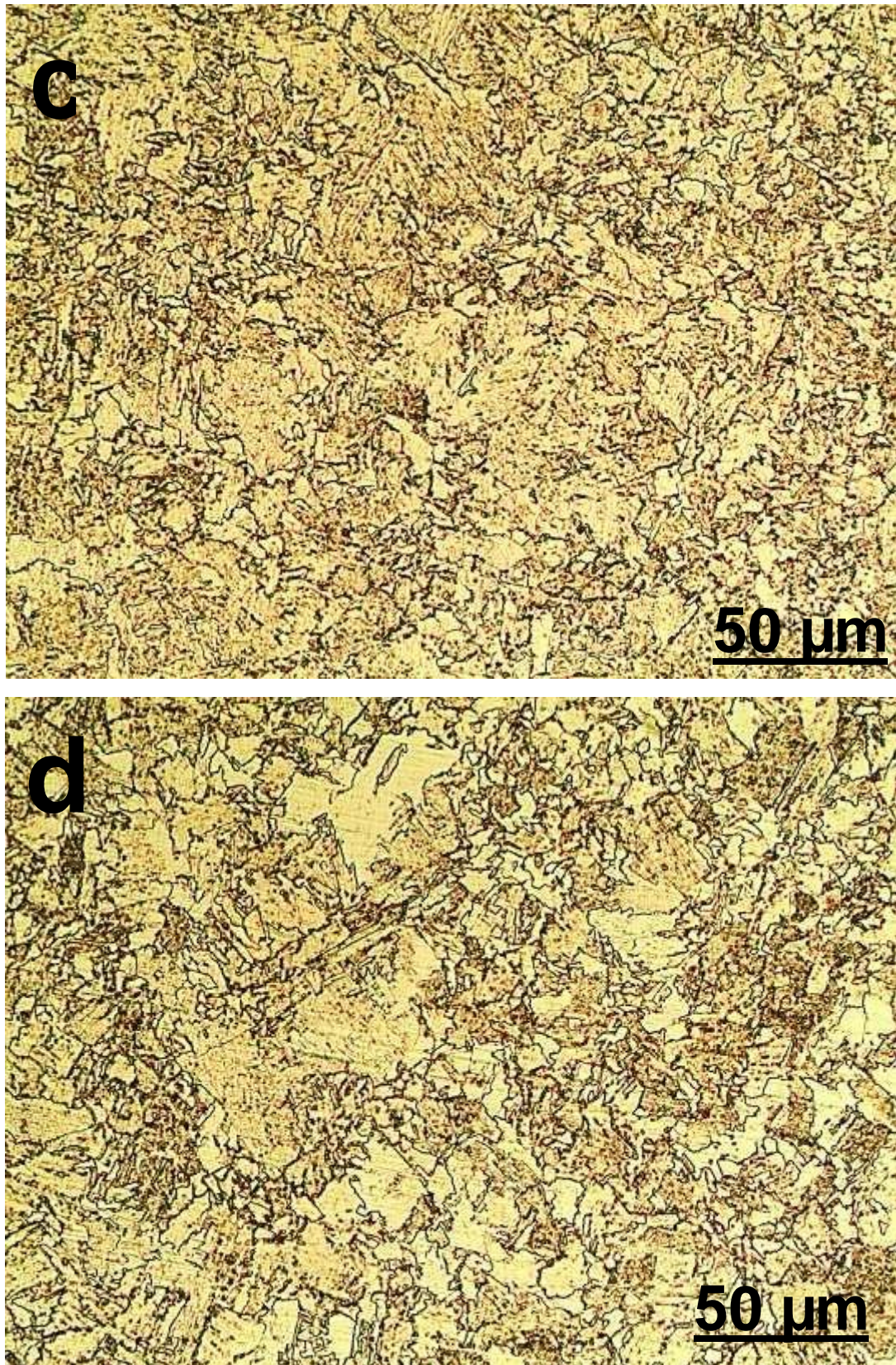
**Figure 22 :** Evolution de la dureté en fonction de la température d'austénitisation avec différents refroidissements

## IV.4 Effet de la température de revenu

### IV.4.1 Sur la microstructure

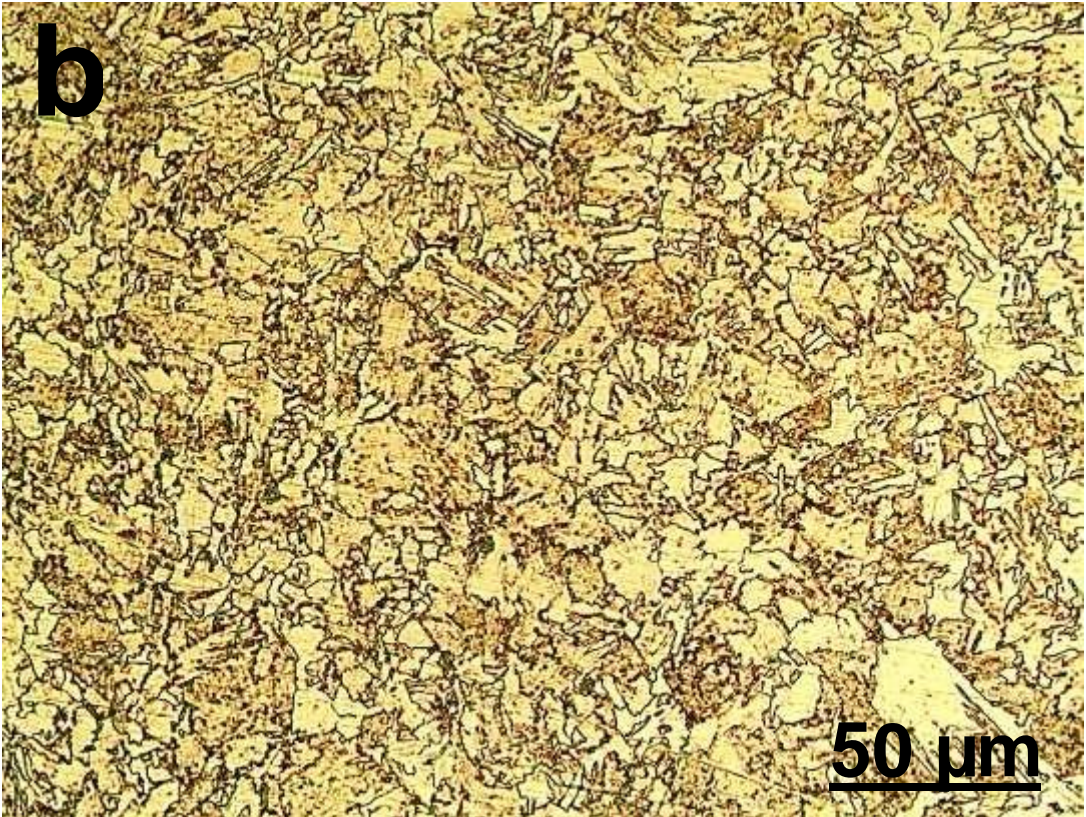
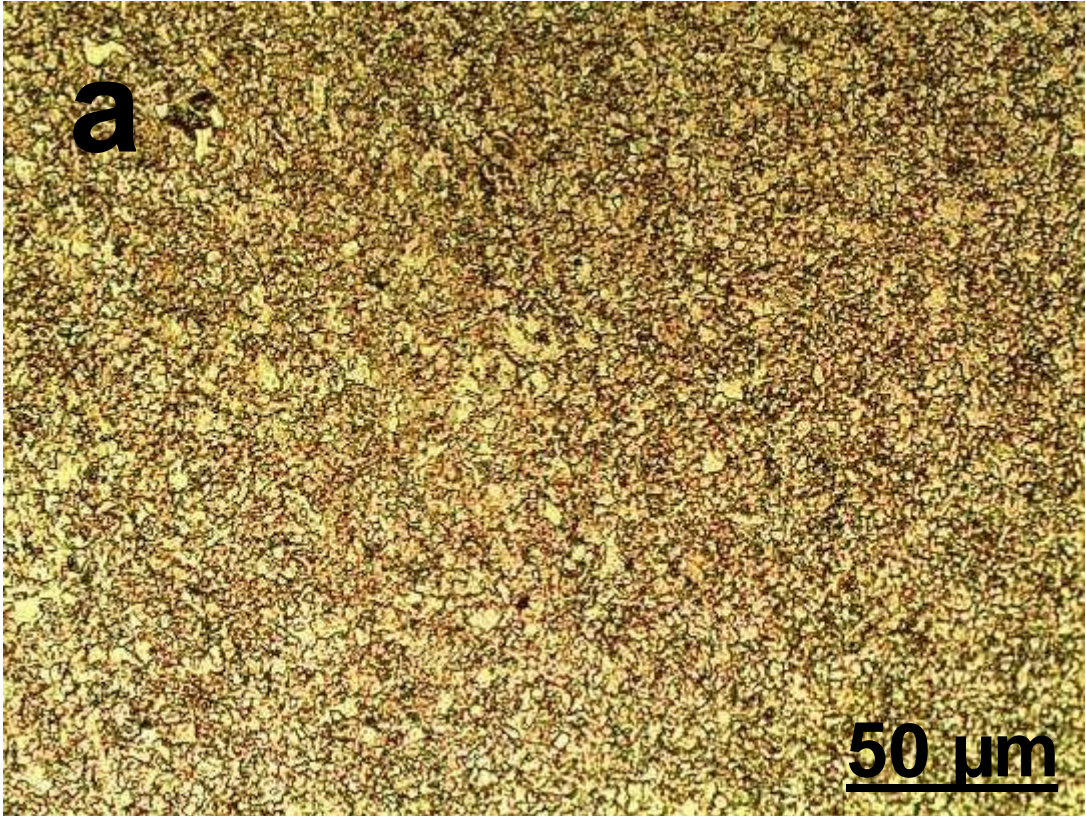
La quantité des atomes de soluté (carbone) à l'interface ferrite/martensite est insuffisante pour figer le grand nombre de dislocations. Donc, les atomes manquants doivent être fournis par diffusion des régions internes des grains ferritique. Ceci est possible par un traitement de revenu. Pour étudier l'influence du revenu sur la microstructure d'un acier X52, des échantillons ont subi un revenu de 1 heure aux températures allant de 500 °C à 650°C à partir de différentes températures des austénisation. L'évolution de la microstructure de l'acier X52 au cours du traitement de revenu après traitement thermique est donnée par les Figure 24 et la Figure 25. Aux températures de revenu de 500 °C, nous avons constaté que la taille de grain plus gros que celle de l'échantillon fraîchement trempé et la martensite perd sa tétragonalité [11,12], comme le montre les Figure 25a. Pendant ce temps, les contraintes résiduelles et la densité de dislocation diminue. Lorsque la température de revenu augmente à 550 °C, on assiste à une précipitation des carbures. Avec une augmentation de la température de revenu jusqu'à 650 °C, les carbures formes grossissent. À la même température de revenu, avec une augmentation de la température d'austénitisation, la taille des aiguilles de martensite et la précipitation augmentent, comme le montre la Figure 26.

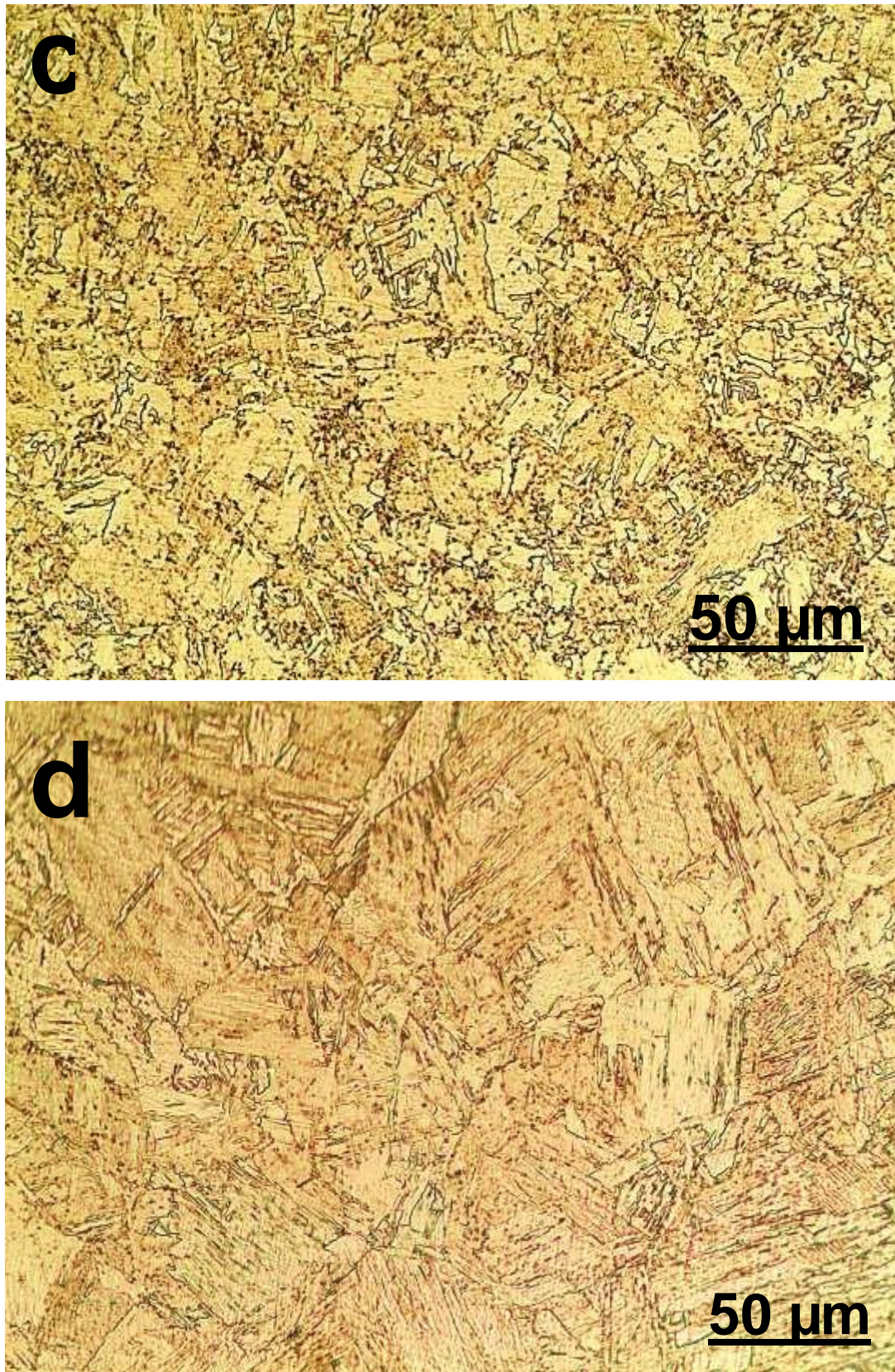




**Figure 23 :** Microstructure Optique de l'acier X52 a une température d'austénisation 1000 °C, pour différentes températures de revenu

a) 500 °C   b) 550 °C   c) 600 °C   d) 650 °C





**Figure 24 :** Microstructure Optique de l'acier X52 a une température de revenu 600 °C, pour différentes températures d'austénisation

a) 900 °C   b) 1000 °C   c) 1100 °C   d) 1200 °C

#### IV.4.2 Sur la dureté

D'après la Figure 26, on constate que les courbes de dureté en fonction des températures de revenu ont la même allure. Aux températures de revenu de 500 °C, et ce, quelle que soit la température d'austénitisation, nous avons observé que la dureté diminue. Cela est dû à diminution des contraintes résiduelles et la densité de dislocation. Avec l'augmentation de la température de revenu à 550 °C, la dureté augmente en raison de la formation des carbures. Cependant, lorsque la température de revenu continue d'augmenter jusqu'à 650 °C, la dureté diminue. Cette diminution est attribuée à la croissance des carbures, qui deviennent plus gros. Pour une température de revenu donnée et quel que soit la température d'austénitisation, la dureté la plus élevée est celle de l'échantillon à la température d'austénitisation 1200 °C, suivi respectivement par les échantillons à la température d'austénitisation 1100 °C, 1000 °C et 900 °C. Quelle que soit la température de revenu, la dureté des échantillons issus d'une température d'austénitisation 1200 °C est supérieure à celle des échantillons issus d'une température d'austénitisation 900 °C comme montre la figure 27. Cela est dû à la taille d'aiguille de martensite formée pour les températures d'austénitisation.

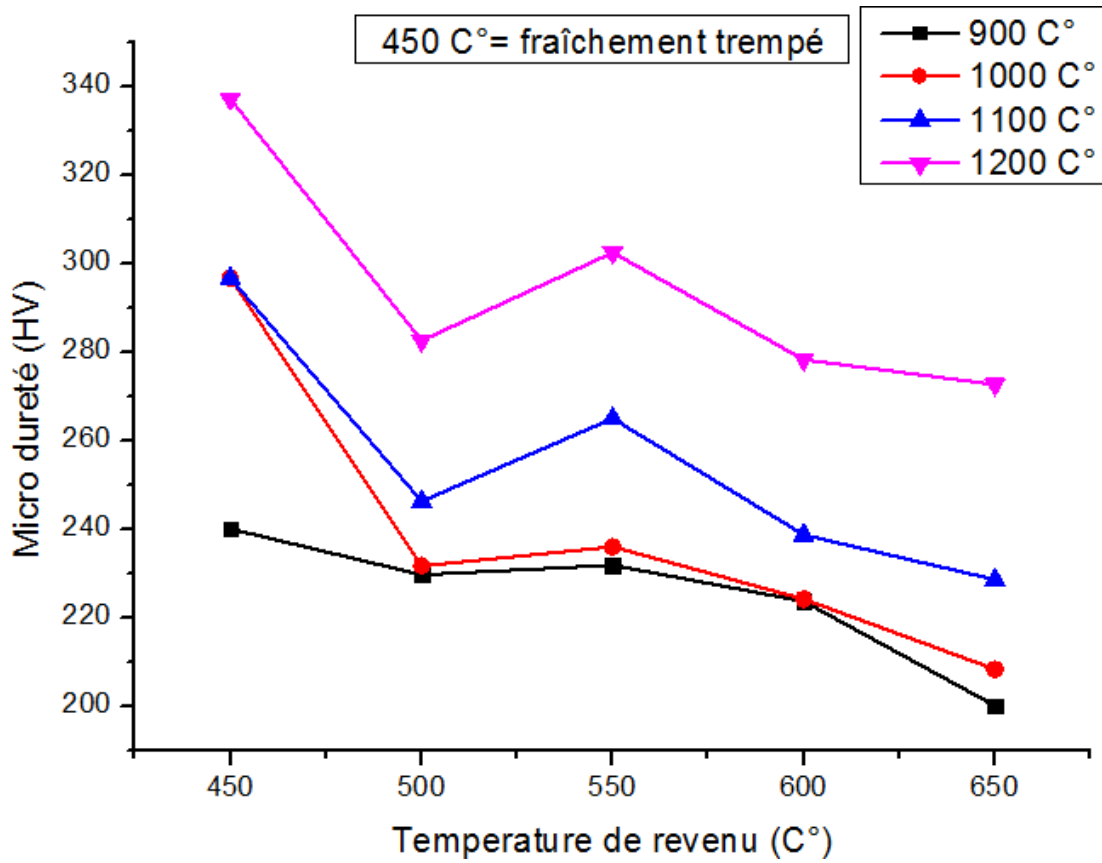


Figure 25 : Evolution de la durezza en fonction de la température de revenu avec différent température d'austénisation

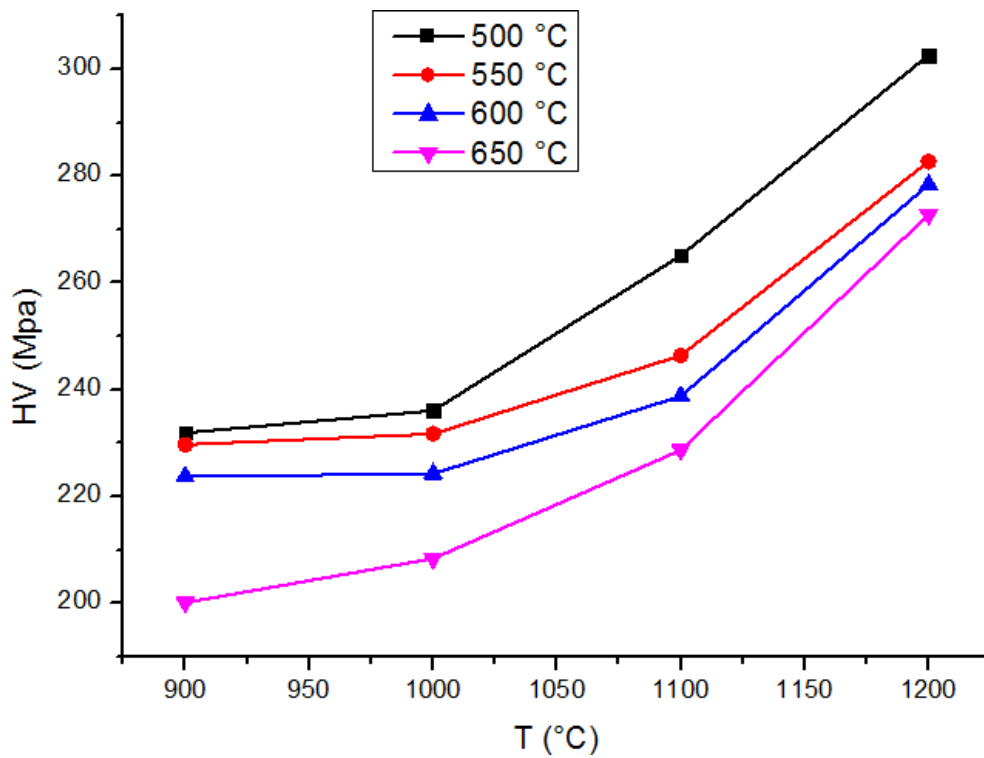


Figure 26 : Evolution de la durezza en fonction de la température d'austénisation avec différent température de revenu

# Conclusion

### Conclusion

Notre travail a été consacré à l'effet du traitement d'austénisation sur la précipitation Et la taille des grains ferritiques d'un acier X52 à partir de différentes températures d'austénisation. Après les traitements d'austénisation suivis d'un refroidissement à l'eau, les échantillons ont subi un revenu d'une heure à des températures allant de 500 °C à 650 °C.

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

1. A basse température d'austénitisation (900 °C) après refroidissement à l'air, la microstructure de l'acier est formée de ferrite polygonale et de perlite. Après austénitisation à 1200 °C, la ferrite perd son caractère polygonal et présente une ferrite complètement aciculaire.
2. A basse température d'austénitisation (900 °C) après refroidissement à l'eau, la microstructure de l'acier est formée d'austénite résiduelle et de martensite. Avec l'augmentation de la température d'austénitisation à 1200 °C, la taille d'aiguille de martensite augmente.
3. La dureté de l'acier X52 augmente avec l'augmentation de la température d'austénitisation après refroidissement à l'eau, cela est dû à l'augmentation de la taille d'aiguille de martensite.
4. Malgré l'augmentation de la taille des grains de ferrite avec l'augmentation de la température d'austénitisation, la dureté de l'acier X52 augmente. Cela est dû à la formation des carbures des éléments d'addition tels que le niobium (Nb), le vanadium (V), le Titane (Ti).
5. Aux températures de revenu de 500 °C, nous avons constaté que la taille de grain est plus grosse que celle de l'échantillon fraîchement trempé.
6. Avec l'augmentation de la température de revenu à 550 °C, la dureté augmente en raison de la formation de carbures. Cependant, lorsque la température de revenu continue d'augmenter jusqu'à 650 °C, la dureté diminue. Cette diminution est attribuée à la croissance des carbures, qui deviennent plus gros.

# Références

### References:

- [1] K. Park, M. Nishiyama, N. Nakada, T. Tsuchiyama, 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] E. Fereiduni, S.S.G. Banadkouki, 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] S. Vervynckt, K. Verbeken, B. Lopez, J.J. Jonas, Modern HSLA steels and role of non-recrystallisation temperature, *Int. Mater. Rev.* 57 (2012) 187–207.
- [4] S.K. Mishra, S. Das, S. Ranganathan, Precipitation in high strength low alloy (HSLA) steel: a TEM study, *Mater. Sci. Eng.: A* 323 (2002) 285–292.
- [5] N.J. Kim, The physical metallurgy of HSLA linepipe steels—a review, *JOM* 35 (1983) 21–27.
- [6] Y. Chen, D. Zhang, Y. Liu, H. Li, D. Xu, Effect of dissolution and precipitation of Nb on the formation of acicular ferrite/bainite ferrite in low-carbon HSLA steels, *Mater. Charact.* 84 (2013) 232–239.
- [7] R. Ricks, P. Howell, G. Barritte, The nature of acicular ferrite in HSLA steel weld metals, *J. Mater. Sci.* 17 (1982) 732–740.
- [8] B. Beidokhti, A. Koukabi, A. Dolati, Effect of titanium addition on the microstructure and inclusion formation in submerged arc welded HSLA pipeline steel, *J. Mater. Process. Technol.* 209 (2009) 4027–4035.
- [9] L. Shi, Z. Yan, Y. Liu, X. Yang, Z. Qiao, B. Ning, et al., Development of ferrite/ bainite bands and study of bainite transformation retardation in HSLA steel during continuous cooling, *Met. Mater. Int.* 20 (2014) 19–25.
- [10] L. Shi, Z. Yan, Y. Liu, C. Zhang, Z. Qiao, B. Ning, et al., Improved toughness and ductility in ferrite/acicular ferrite dual-phase steel through intercritical heat treatment, *Mater. Sci. Eng.: A* 590 (2014) 7–15.
- [11] K. Hulka, F. Heisterkamp., Development Trends in HSLA Steels for Welded Constructions. *Mater. Sci. Forum* 284/286 (1998) 343-350.
- [12] G.E. Hicho, S. Singhal, L.C. Smith, R.J. Fields, in: Proceedings of the International conference on Tech. and Appl. of HSLA Steels, American Society for Metals, Metals Park, OH, 1984, pp. 705/ 713.

- [24] Metals handbook Vol.1 «Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys», ASM International, USA, 2005.
- [25] J.M. Gregg, H.K.D.H. Bhadeshia, Acta materialia, Vol. 45, (1997), pp.739-748.
- [26] 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.
- [27] BATAILLE, C., LUC, E., BIGERELLE, M., DELTOMBE, R., DUBAR, M. Rolls wear characterization in hot rolling process. Tribology International, 2016, vol. 100, p. 328-337.
- [28] D. TOUALBIA ; « cours de sciences des matériaux » ; Univ Souk Ahras ;(fichier PDF) pp45.
- [29] N. GUELAI, F. BOUTERFIF ; « Comportements mécaniques Des aciers faiblement alliés avant et après cémentation » ; Mémoire de MASTER ; 2015/2016.
- [30] K. ZOUAOUID ; « Analyse avec Spectroscopie d'électron Auger de la réaction entre des couches minces en Chrome et des substrats en Acier » ; Mémoire de MASTER ACADEMIQUE ; Univ KASDI MERBAH OUARGLA ; 2011-2012.
- [31] [http : //ptetoile.free.fr/](http://ptetoile.free.fr/) Traitements thermiques des aciers.
- [32] A. ARFAOUI, A. CHAKER ; Matériaux métalliques isetkasserine ; Année 2009/2010.
- [33] D. TOUALBIA, Cours De Sciences Des Matériaux, Destiné Aux Étudiants De La Deuxième Année Licence Sciences Et Technique, Option Génie Mécanique, Univ Mohamed Cherif Massaada Souk Ahras.
- [34] « soudage des canalisation et installation conneses, segment canalisation Norme API 1104 », de uxième édition, septembre 1999.
- [35] Z. MOUSSA, « influence des traitements thermiques sur la rupture fragile des constructions soudures, cas des soudures épaisses », thèse de doctorat, univ mentouri, constantine, 2009.
- [36] I. LAKHTINE, « Métallographie et traitements thermiques des métaux » ; édition Mir Moscou, 1978.

- [37] 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.
- [38] 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.
- [39] K.A. Alograb, D.K. Matlock, *ISIJ International*, Vol.47 (2007), pp. 1034-1041
- [40] J.R. Yang, H.K.D.H. Bhadeshia, *Journal of Materials Science*, Vol. 26 (1991), pp. 839-845.