

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



MEMOIRE

Présentée pour l'obtention du **grade de MASTER 2^{ème} Cycle**

En : Maintenance Industrielle

Spécialité : Génie Mécanique

Par : BOUFATEH Khadidja

Sujet

Effet de traitements thermiques (recuite et trempe) sur la dureté et la résilience d'un acier X52

Devant le jury composé de :

Mr. ALLAQUI Omar	Professeur	Univ. Laghouat	Président
Mr. MANSOURI Tahar	MCB	Univ. Laghouat	Encadreur
Mr. BELAID Salim	MCA	Univ. Laghouat	Examineur

2024/2025

REMERCEMENT

On remercie dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu avoir le jour sans l'aide et l'encadrement de Mr MANSOURI TAHAR, on le remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa patience, sa rigueur et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.

Nos remerciement s'adresse également à tout nos professeurs pour leurs générosités et la grande patience dont ils ont su faire preuve malgré leurs charges académiques et professionnelles.

DEDICACE

À mes parents, piliers de mon existence, dont l'amour et le soutien m'ont porté jusqu'ici. À mes frères et sœurs, pour leur présence rassurante et leurs encouragements. Ce mémoire est aussi le fruit de votre bienveillance.

ملخص

تهدف هذه الدراسة تأثير درجة حرارة التخمير (الأوستنيت) على سلوك الترسيب، وشكل الفريت، والخصائص الميكانيكية لفولاذ خطوط الأنابيب X52. تم إجراء المعالجات الحرارية عند درجات حرارة تتراوح بين 900 °C و 1200 °C، تلتها عملية تبريد بالهواء أو تقسية بالماء. كشفت التحاليل المجهرية أن درجات الحرارة المرتفعة للتخمير تؤدي إلى تحول الفريت متعدد الأضلاع إلى فريت إبري الشكل، كما تزيد من طول إبر المارتنيسيت. أظهرت اختبارات الصدم (شاربي) أن الطاقة الممتصة تزداد مع ارتفاع درجة حرارة التخمير في العينات المبردة بالهواء، حيث بلغت 269 جول عند 1200 °C، وذلك نتيجة لتشكل فريت إبري وترسيب ناعم للكربيدات. في المقابل، أظهرت العينات المقساء بالماء انخفاضاً في المتانة عند درجات الحرارة العالية، بسبب زيادة نسبة المارتنيسيت وتضخم الحبيبات. أكدت قياسات الصلادة هذا الاتجاه؛ حيث ازدادت الصلادة مع زيادة محتوى المارتنيسيت الناتج عن التقسية وارتفاع درجات حرارة التخمير، بينما أدى التبريد البطيء إلى صلادة أقل ولكن بمتانة أفضل. تسلط هذه النتائج الضوء على المفاضلة بين الصلادة والليونة، والتي تعتمد بشكل كبير على ظروف المعالجة الحرارية المطبقة على فولاذ X52.

الكلمات المفتاحية: فولاذ X52، المعالجة الحرارية، الخصائص الميكانيكية، الصلادة الدقيقة، التحول الطوري

RESUME

Cette étude examine l'effet de la température d'austénitisation sur le comportement de précipitation, la morphologie ferritique et les propriétés mécaniques de l'acier pour pipelines X52. Des traitements thermiques ont été réalisés à des températures comprises entre 900 °C et 1 200 °C, suivis d'un refroidissement à l'air ou par trempe à l'eau. L'analyse microstructurale révèle qu'une austénitisation à haute température transforme la ferrite polygonale en ferrite aciculaire et allonge les aiguilles martensitiques. Les essais de résilience montrent que l'énergie absorbée augmente avec la température d'austénitisation pour les échantillons refroidis à l'air, atteignant 269 J à 1 200 °C, en lien avec la formation de ferrite aciculaire et une précipitation plus fine. En revanche, les échantillons trempés à l'eau présentent une diminution de la ténacité à haute température en raison d'une fraction plus importante de martensite et d'un grossissement des grains. Les mesures de dureté confirment cette évolution : la dureté augmente avec la teneur en martensite induite par la trempe et les hautes températures d'austénitisation, tandis qu'un refroidissement lent favorise une dureté plus faible mais une meilleure ténacité. Ces résultats mettent en évidence le compromis entre dureté et ductilité, dépendant fortement des conditions de traitement thermique appliquées à l'acier X52.

Mots-clés : acier X52, traitement thermique, propriétés mécaniques, microdureté, transformation de phase.

Abstract

This study investigates the effect of austenitizing temperature on the precipitation behavior, ferrite morphology, and mechanical properties of X52 pipeline steel. Heat treatments were carried out at temperatures ranging from 900 °C to 1,200 °C, followed by either air cooling or water quenching. Microstructural analysis revealed that higher austenitizing temperatures transform polygonal ferrite into acicular ferrite and elongate martensitic needles. Charpy impact tests showed that the absorbed energy increases with the austenitizing temperature for air-cooled samples, reaching up to 269 J at 1,200 °C, due to the formation of acicular ferrite and finer carbide precipitation. In contrast, water-quenched samples exhibited reduced toughness at higher temperatures, attributed to a higher martensite content and grain coarsening. Hardness measurements confirmed this trend: hardness increased with the martensite fraction induced by quenching and high austenitizing temperatures, whereas slower cooling resulted in lower hardness but improved toughness. These results highlight the trade-off between hardness and ductility, which is strongly influenced by the thermal treatment conditions applied to X52 steel.

Keywords: X52 steel, heat treatment, mechanical properties, microhardness, phase transformation

Table des Matières :

Listes des figures

Listes des tableaux

Listes des Abréviations

Introduction générale1

Chapitre I : Spécifications des aciers HSLA

I.1. Introduction.....3

I.2. Les catégories des aciers HLE.....3

I.2.1 Les aciers HLE ferrito-perlitique 4

I.2.2 Les aciers dual-phASE.....4

I.2.3 Les aciers de ferrite aciculaire.....5

I.2.4 Les aciers HLE résistants à la corrosion atmosphérique6

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

I.2.6 Les aciers de forme d'inclusion contrôlée8

I.3. Evolution des aciers HLE.....8

I.3.1 L'affinement des grains.....8

I.3.2 Durcissement par précipitation9

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 Azote10

I.4.3 Manganèse.....10

I.4.4 Silicium 10

I.4.5 Phosphore11

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

I.5.1 Vanadium.....11

I.5.2 Titane	11
I.5.3 Niobium	12
I.6. Précipitation	12
I.7 Avantage des aciers HLE.....	13
I.8 Applications.....	13
I.8.1 Fabrication des pipelines.....	14
I.8.2 Applications Automobile.....	14

Chapitre II : Traitement thermique des aciers

II.1 Introduction	15
II.2 Traitements thermiques des aciers.....	15
II.3. Les type des traitements thermiques des aciers.....	16
II.3.1. Trempe	16
II. 3.1.1. Définition	16
II.3.1.2. Les types de trempe.....	16
II.3.1.2.1. Trempe martensitique	16
II.3.1.2.2. Trempe bainitique.....	16
II.3.1.2.3. Trempe d'aciers austénitique ou hypertrempe.....	17
II.3.1.3. Cycle de trempe.....	17
II.3.2. Le Revenu	17
II.3.2.1. Principe et But de Revenu.....	17
II.3.2.2. Différents types de revenu.....	18
II.3.2. Recuit	17
II.3.2.1. Le but de recuit.....	17
II.3.2.2. Les principes de recuit.....	18
II.3.2.3. Les types de recuit	19
II.4. Effet des traitements thermiques.....	22

II.5. Le but de traitement thermique.....	23
II.6. Cycle de traitement thermique	23
II.7. Austénisation des aciers	24
II.7.1. Vitesse de chauffage	25
II.7.2. Température d'Austénisation.....	25

Chapitre III : Traitement thermique des aciers

III.1. Introduction	26
III.2. Caractérisation du X52.....	26
III.3. Matériaux	26
III.4. Traitements thermiques.....	26
III.4.1 Effet de la température d'austénisation	27
III.5. Métallographie	29
III.5-1. Préparation des échantillons	29
III.5.1.1 Polissage.....	29
III.5.1.2 Attaque chimique.....	29
III.6. Les techniques d'analyse	30
III.6.1 Microscope optique.....	30
III.6.2 Microscope électronique à balayage.....	31
III.7 Caractérisation mécanique.....	31
III.7.1 Essai de Micro Dureté	31
III.7.2 Essai de résilience.....	32
III.8.Fractographie	34

Chapitre IV : Résultat et interprétation

IV.1 Introduction	35
IV.2 L'acier à l'état initial	35

IV.3. Effet de la température d'austénitisation.....	36
IV.3.1 Sur la microstructure	36
IV.3.2 Sur la dureté.....	41
IV.3.3 Sur La résilience	42
Conclusion.....	44
Références bibliographiques	

Liste des figures :

Figure 1 : acier micro-alliés ferrito-perlitique [15-16]	4
Figure 2 : La microstructure de dual-phase [15].....	5
Figure 3 : Acier de ferrite aciculaire [15].....	6
Figure 4 : Durcissement de la solution-solide de la ferrite. [19].....	7
Figure 5 : Acier perlitique de construction laminés. [14].....	8
Figure 6 : Le cycle de la trempe. [31].....	17
Figure 7 : Cycle complet (trempe, revenu). [32].....	18
Figure 8 : Cycle thermique du recuit [33].....	20
Figure 9 : Cycles thermiques des différents recuits [33].....	22
Figure 10 : Cycle de traitement thermique [36].....	24
Figure 11 : Four Nabertherm labo mécanique.....	27
Figure 12 : Le cycle thermique appliqué à l'acier X52 refroidissement a l'air	28
Figure 13: Le cycle thermique appliqué à l'acier X52 refroidissement à l'eau.....	28
Figure 14 : polisseuse Sintco (LGM).....	29
Figure 15 : échantillon après attaque chimique (Nital 4%)	30
Figure 16 : Microscope optique de type LIECA DMLM (LGP).....	31
Figure17 : Durometer Model MVK-H2 (Hardness Testing Machine) (LGP).	32
Figure 18 : Dimension et forme de l'éprouvette charpy en V.....	33
Figure 19 : Epreuve de résilience	33
Figure 20 : Machine essai de résilience.....	34
Figure 21 : Schéma montrant l'analyse fractographique des test de résilience	34
Figure 22 : Micrographie Optique et MEB d'acier recu	35
Figure 23 : Microstructure de acier X52 à différentes temperature austinisation après refroidissement à l'air	39

Figure 24 : : Microstructure de acier X52 à différentes temperature austinisation après refroidissement à l'eau	41
Figure 25 : Evolution de la dureté en fonction de la temperature d'austénisation	42
Figure 26 : Evolution de l'énergie absorbée lors d'un essai de charpy à l'ambiante en fonction de la temperature d'austénisation	43

Liste des Tableaux :

Tableau 1 : Rôle métallurgique des principaux éléments dispersives [23].....12

Tableau 2 : Composition chimique de l'acier X52.....26

Tableau 3 : Caractéristiques mécaniques des aciers X52 à l'état reçu36

Liste des Abriviation :

AC : austénisation classique

CFC : cubique à face centré

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

LGM : Labo de génie mécanique

Introduction générale

Introduction Générale

Les aciers HLE, ou aciers faiblement alliés à haute résistance, ont été initialement développés pour l'industrie automobile dans le but de remplacer les aciers doux à faible teneur en carbone. Cette substitution visait à améliorer le rapport propriétés mécaniques/poids et à répondre aux exigences croissantes en matériaux plus performants. Aujourd'hui, l'utilisation des aciers HLE s'est largement étendue à d'autres domaines tels que la construction navale, les pipelines, les récipients sous pression, les bâtiments, les ponts et les réservoirs de stockage. Leur succès repose sur leur excellente combinaison de résistance mécanique, de ténacité et de bonne formabilité, ce qui a entraîné une augmentation significative de la demande mondiale. En réponse à cette demande, de nombreuses études ont été menées au cours des 40 dernières années sur leurs propriétés et leur soudabilité [1–2].

Durant les trois dernières décennies, les aciers HLE ont trouvé des applications importantes dans les pipelines, les composants de centrales thermiques et nucléaires, ainsi que dans les structures navales [3–6]. Grâce à leur faible teneur en carbone et à l'ajout contrôlé d'éléments d'alliage (tels que Ti, Cu, V, Nb, etc.), ces aciers offrent une soudabilité améliorée [7–8]. Afin d'obtenir la microstructure souhaitée, un traitement thermique de normalisation (refroidissement à l'air après austénitisation) est couramment utilisé. Ce procédé permet de générer une microstructure composée de ferrite polygonale, de perlite, de bainite et parfois de martensite [9]. La taille des grains, influencée par les conditions de traitement thermique et la nature des éléments d'alliage, joue un rôle déterminant dans les propriétés finales de l'acier.

L'austénitisation consiste à chauffer l'acier dans le domaine austénitique afin de transformer complètement la structure existante en austénite. Elle est dite optimale lorsque la température est suffisamment homogène dans toute la pièce et que les éléments d'alliage sont dissous en solution solide dans la phase CFC de l'austénite.

Dans le cadre de ce travail, l'acier HLE X52 a été soumis à des températures d'austénitisation allant de 900 °C à 1200 °C pendant 30 minutes, suivies de différents modes de refroidissement (à l'air ou par trempe à l'eau) dans le but d'obtenir différentes tailles de grains de ferrite et de martensite. Par la suite, des analyses microstructurales ont été menées, accompagnées d'essais de micro dureté et résilience afin d'évaluer l'effet des conditions de traitement thermique sur les propriétés de l'acier.

Le premier chapitre est réservé à une étude bibliographique consacrée aux aciers HLE, présentant en détail leurs caractéristiques, leurs propriétés et leurs applications industrielles.

Le deuxième chapitre, est réservé à une revue sur les traitements thermiques des aciers, avec un accent particulier sur l'austénitisation et ses effets sur la microstructure.

Dans Le troisième chapitre, La partie expérimentale, détaillant la préparation des échantillons, les conditions des traitements thermiques appliqués, les techniques de caractérisation, les essais de micro dureté et résilience et la composition chimique de l'acier X52.

Le quatrième chapitre, Présentation et analyse des résultats microstructuraux et mécaniques obtenus, suivies d'une discussion approfondie sur l'influence des paramètres de traitement.

Enfin, une **conclusion générale** résumera les principaux résultats obtenus et les perspectives de ce travail.

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. [10]

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 [10,11].

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.

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°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. [12-13]

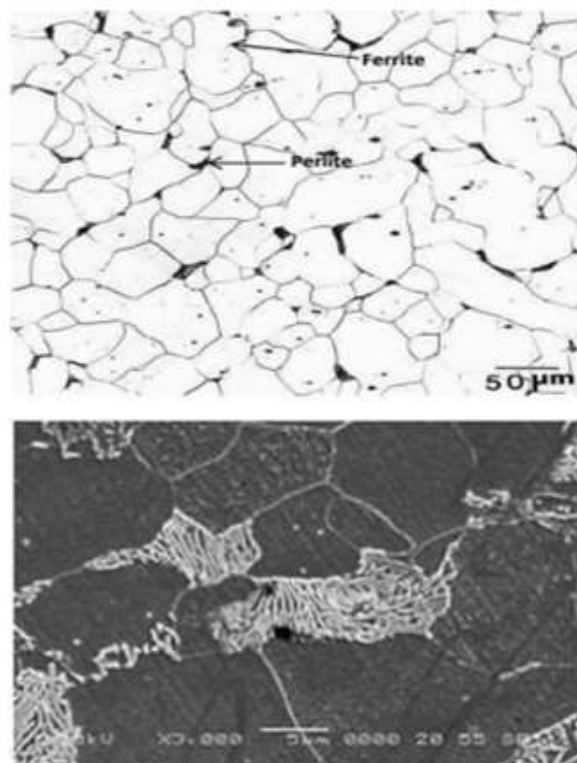


Figure 1: acier micro-allié ferrito-perlitique [14-15]

I.2.2. 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 grain 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. [16, 17]

La microstructure des aciers dual-phase peut être développée soit par un chauffage à l'intérieur d'un intervalle de température inter-critique ($\alpha+\beta$), ou par le contrôle du refroidissement à partir des conditions du laminage à chaud. [18]

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.

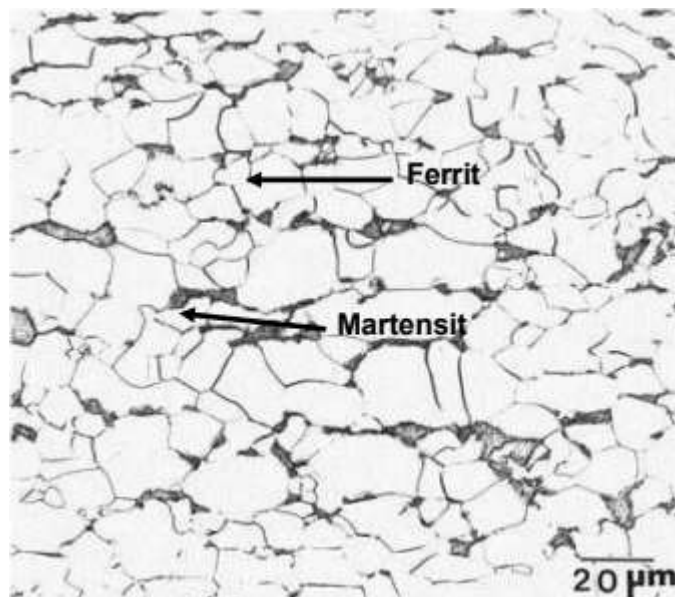


Figure 2 : la microstructure de dual-phase [14]

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 3 : Acier de ferrite aciculaire [14]

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 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.

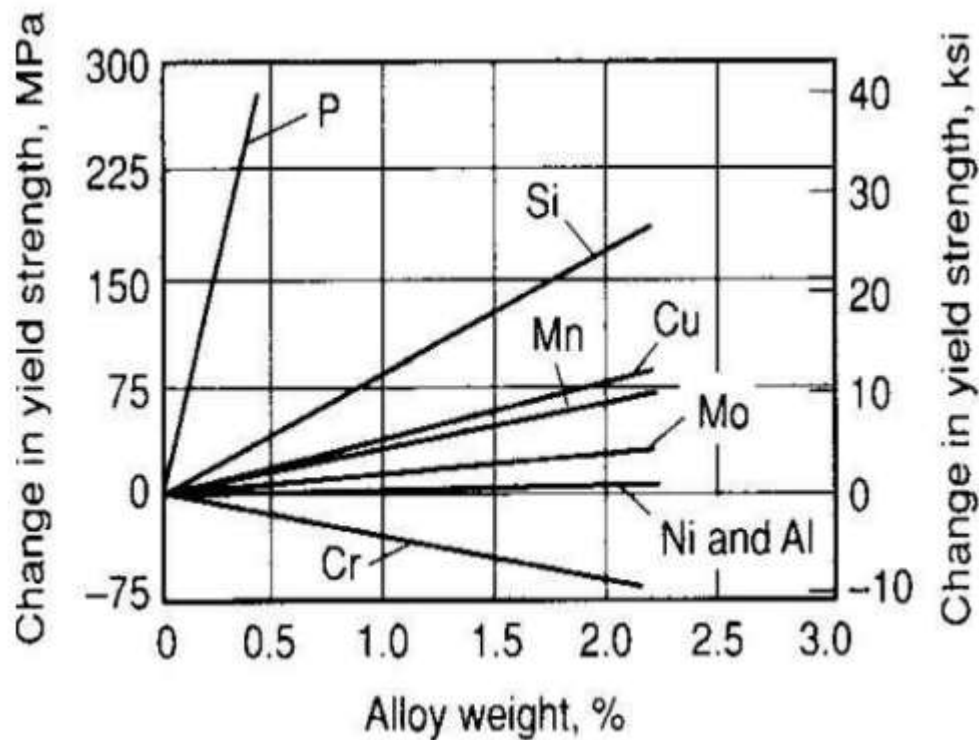


Figure 4 : Durcissement de la solution-solide de la ferrite. [18]

I.2.5. Les aciers perlitique 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 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.

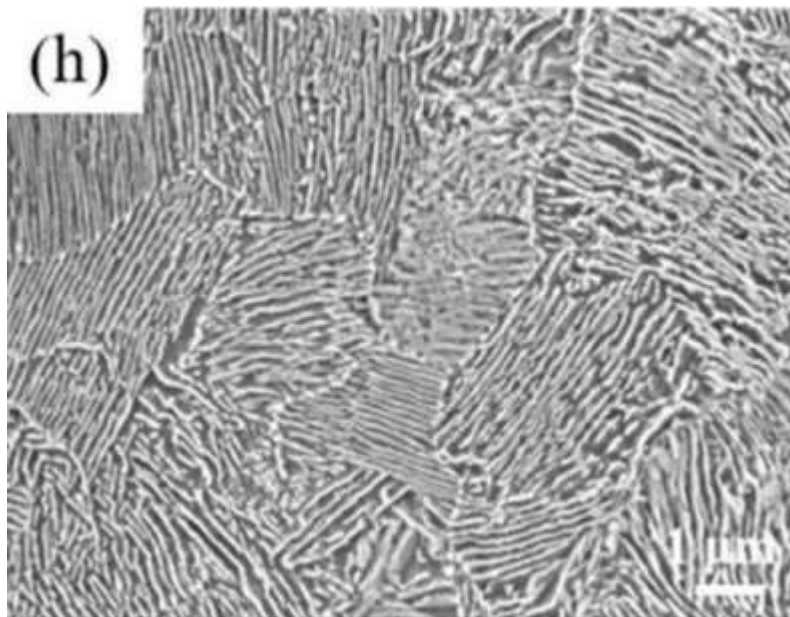


Figure 5 : Acier perlitique de construction laminée. [13]

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

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

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

I.3. Evolution des aciers HSLA

I.3.1 L'affinement des grains

Au début des années 1950 l'effet bénéfique de l'affinement du grain Ferritique sur la limite d'élasticité et sur la température de transition ductile-fragile a été démontré. Dans un premier temps, l'affinement du grain utilisait l'addition de Al-N. Plus tard d'autres additifs de l'affinement de grains comme le niobium, le titane ou le vanadium se sont avérés importants pour contribuer au durcissement par précipitation et aux limites conventionnelles d'élasticité plus élevées [19].

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 $Ac_3 + 30^\circ C$. 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 [20].

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 $-80^\circ C$. [21]

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 [20].

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. [14]

I.4.2 Azote

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

I.4.3 Manganèse

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

I.4.4 Silicium

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

I.4.5 Phosphore

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

I.5 Rôle des éléments dispersifs

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 **tableau1** 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. [17-18]

I.5.2 Titane

Le titane peut participer à la fois à l'affinement des grains et au durcissement par précipitation, selon sa teneur. A des compositions supérieures à 0.050 % en poids, les

carbures de titane TiC commencent à exercer un effet de durcissement. Cependant, actuellement, le titane est employé commercialement pour retarder la croissance des grains d'austénite. Pour contrôler la coalescence du grain austénitique, l'emploi du titane est plus délicat car la possibilité de précipiter des carbures de cet élément nécessite au préalable la fixation de l'azote toujours présent dans l'acier (Les nitrures de titane TiN sont en général de taille trop importante pour jouer un rôle dans la résistance au grossissement du grain). [22]

I.5.3 Niobium

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

Les principales contributions du Niobium sont de former des précipités au-dessous de la température de transformation et de retarder la recristallisation de l'austénite. Les additions de 0.010- 0.053% Nb augmente la limite élastique par la combinaison entre le durcissement par précipitation et le durcissement par raffinement des grains. Le niobium est un élément plus efficace dans le raffinement du grain que le vanadium, parce que le carbure de niobium est plus stable dans l'austénite que celui du vanadium à des températures de laminage identiques. La faible solubilité du carbure de niobium dans l'austénite fournit des précipités plus stables, qui retardent la croissance des grains austénitiques. [24].

Tableau 1 : Rôle métallurgique des principaux éléments dispersifs [22]

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

I.6. Précipitation

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

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

2. Dans le domaine ferritique ou ferrito-perlitique au moment de la transformation de phase ;

3. Après un refroidissement suffisamment rapide, en évitant le domaine de précipitation, refroidissement suivi d'un revenu que la phase transformée soit de la ferrite, de la bainite ou de la martensite ;

4. Au cours d'un recuit de recristallisation de produits écrouis à froid, en général au moment du chauffage et à condition qu'une certaine proportion de l'élément soit restée en solution.

I.7 Avantage des aciers HSLA

* Ils combinent soudabilité améliorée due au très faible niveau de carbone et bonne formabilité, leurs caractéristiques mécaniques facilitent le formage sur presses et sur lignes automatisées.

* Ils se caractérisent de plus par une bonne tenue à la fatigue et à la résistance au choc.

* Grâce à leur limite élastique élevée (R_e), ils sont particulièrement adaptés lorsqu'une réduction de poids est recherchée, c'est pourquoi ces aciers s'utilisent fréquemment en remplacement des aciers de construction.

I.8 Applications

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

I.8.1 Fabrication des pipelines

Les pipelines sont les moyens les plus économiques pour le transport de grande quantité de gaz naturel et du pétrole. L'augmentation du besoin en énergie a intensifié le développement de la construction de toutes les sections de pipelines. La fabrication des pipelines est encouragée d'un côté par la découverte de grande réserve de pétrole dans les régions inaccessibles et par le progrès achevé dans le domaine du design de la fabrication des pipelines [25].

Bien que la résistance à la traction soit une exigence clé dans les pipelines, d'autres propriétés ne sont pas moins critiques pour la fabrication et le fonctionnement d'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. [26]

Chapter II

Traitement thermique des acier

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 apportent 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'opérations 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 γ (austénisation), puis on lui fait subir un refroidissement rapide pour obtenir une dureté maximale [31].

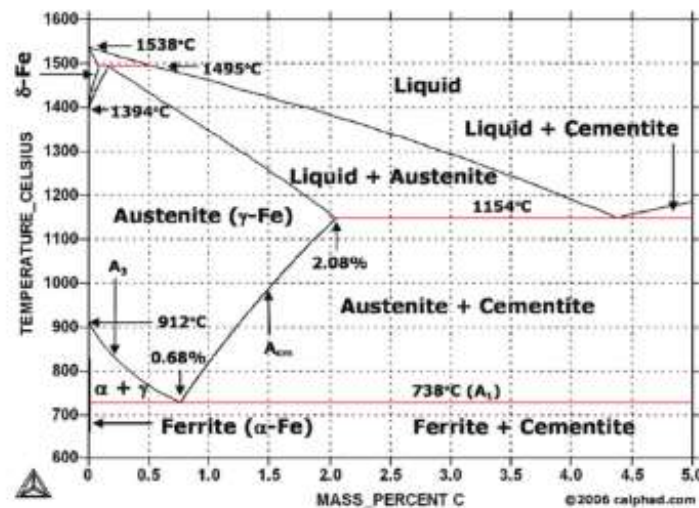


Fig6 : diagramme fer carbone

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 θ_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 α . Le cycle de trempe comprend 2 étapes : l'austénisation puis le refroidissement [31]

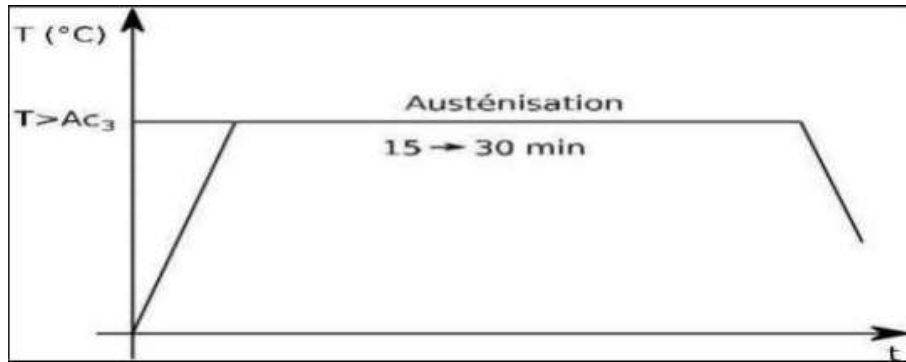


Figure 7 : Le cycle de la trempe. [31]

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 physicochimique d'équilibre sans toutefois rechercher à atteindre celui-ci. Le choix de T_R et t_R permet de contrôler ce retour plus ou moins complet vers l'état d'équilibre [32].

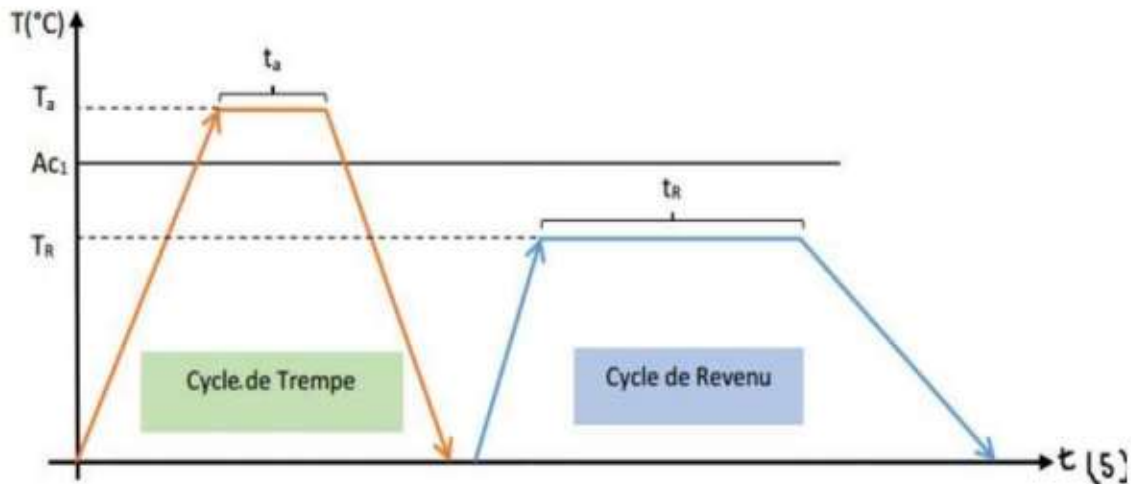


Figure 8 : Cycle complet (trempe, revenu). [32]

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 Ac_1 . 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].

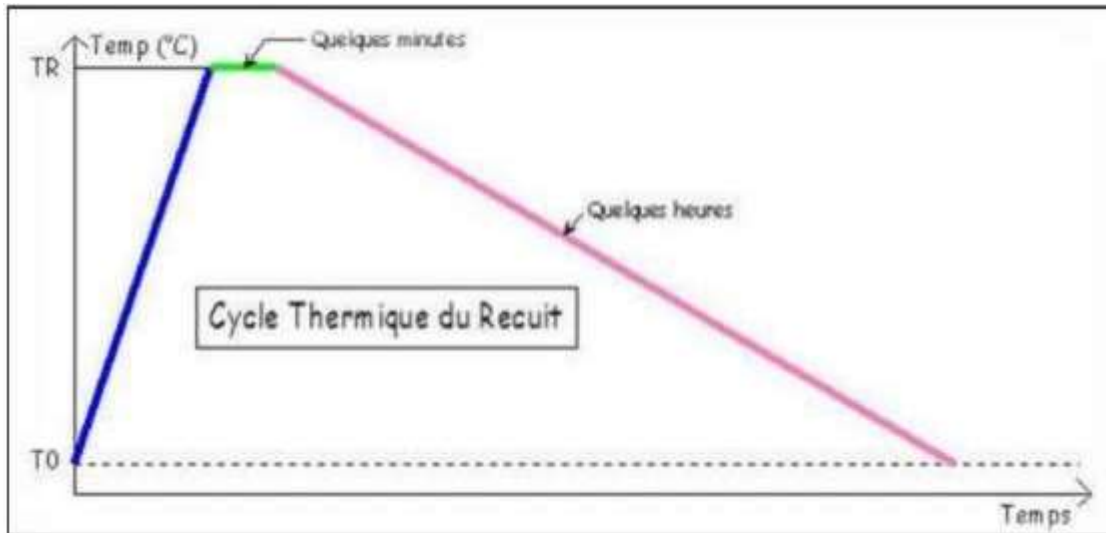


Figure 9: Cycle thermique du recuit [33].

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°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°C. L'écroutissage 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].

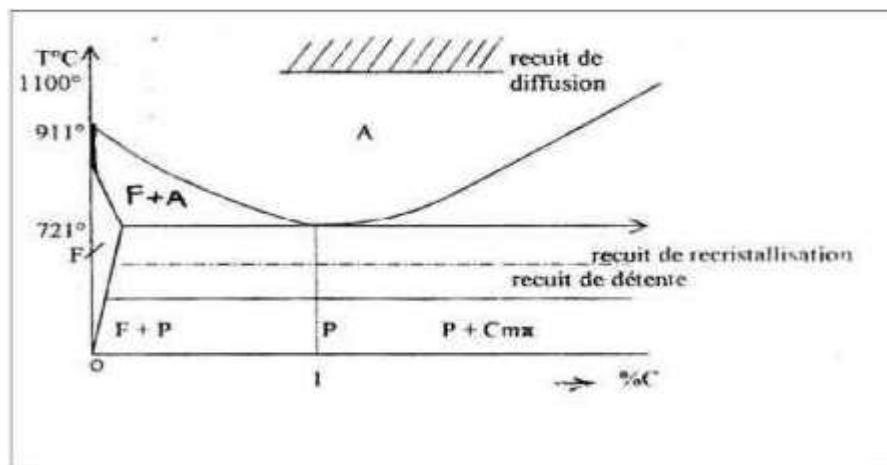


Figure 10 : Cycles thermiques des différents recuits [33].

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 suivant :

- * 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 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].

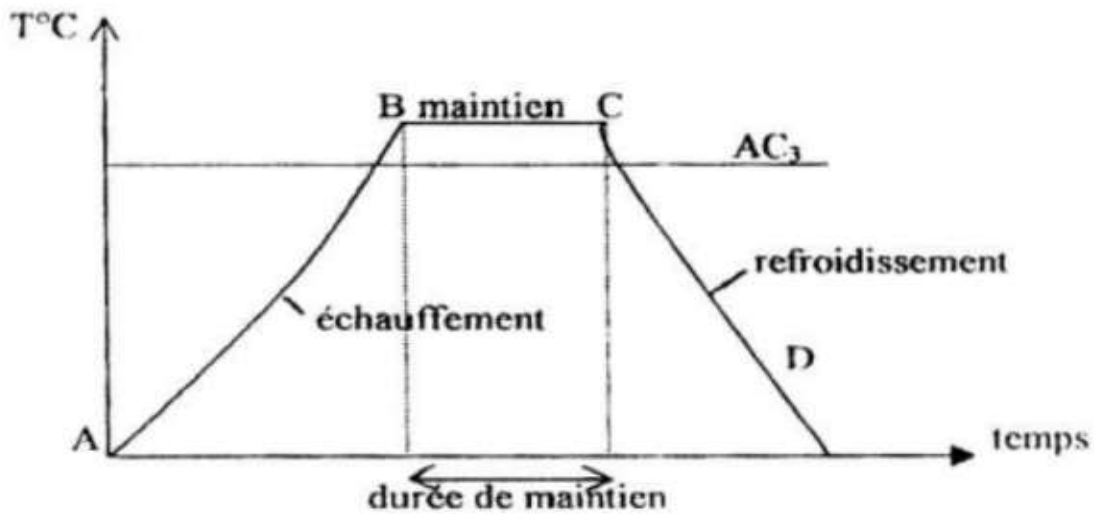


Figure 11: Cycle de traitement thermique [36].

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 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 entraînant 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 continu 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 technique expérimentale

III.1.Introduction :

Dans ce chapitre, nous présentons l'étude réalisée sur l'acier analysé, ainsi que les diverses techniques et méthodologies employées tout au long de cette étude. Cela inclut la préparation des échantillons avant les traitements thermiques, l'application des traitements thermiques, la caractérisation microstructurale et mécanique des échantillons après traitement thermique, ainsi que les tests de résilience et de micro-dureté effectués sur les différents échantillons. Ce chapitre abordera également la composition chimique de l'acier X52.

III.2.Caractéristiques du X52

L'acier X52 offre une excellente résistance et une excellente ténacité, ce qui le rend idéal pour les applications hautes pression. Il présente une bonne soudabilité et une bonne résistance à la corrosion, essentielles à l'intégrité des pipelines. Cet acier est économique et fiable pour le transport du pétrole et du gaz. Ces alternatives offrent des propriétés améliorées pour répondre aux conditions plus exigeantes. L'acier X52 est couramment utilisé dans les oléoducs et gazoducs, les conduites d'eau et autres projets d'infrastructures critiques où la fiabilité et la durabilité sont primordiales.

III.3. 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. La composition chimique de l'acier X52 est donnée dans les tableaux 2

Tableau 2 : Composition chimiques d'acier X52

Elément	Fe	C	Mn	Si	S	P	Nb	V	Ti	Al
X52	Balance	0.12	1.22	0.16	0.001	0.011	0.0.03	0.03	0.002	0.034

III.4. Traitements thermiques :

Les traitements thermiques que nous avons effectués à la cour de cette étude, ont été faits à l'aide d'un four électrique de type Nabertherm, comme la montre la Figure 12. 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 Nabertherm (labo mécanique)

III.4.1 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 30min
- Refroidissement à l'air et l'eau

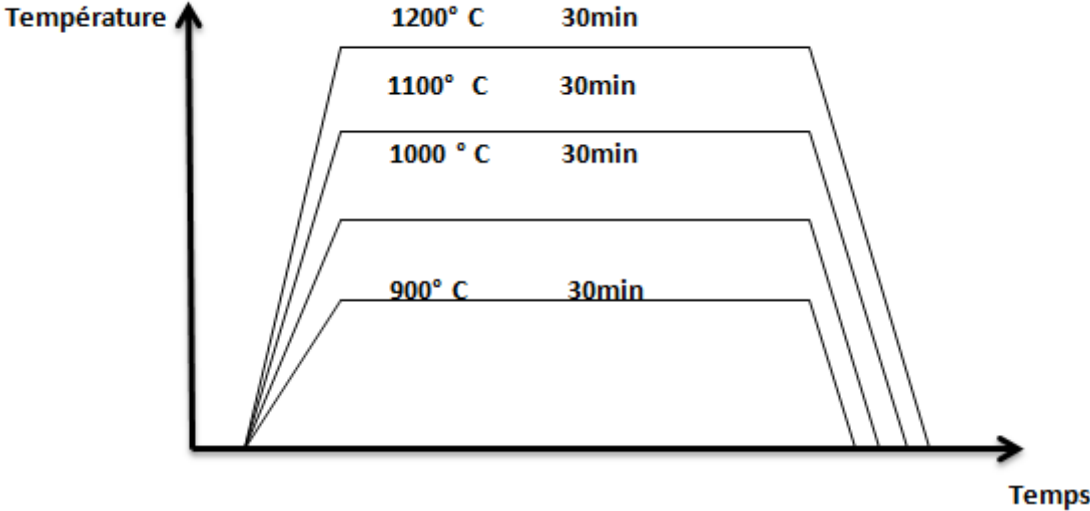


Figure 12 : Le cycle thermique appliqué à l'acier X52 refroidissement a l'air

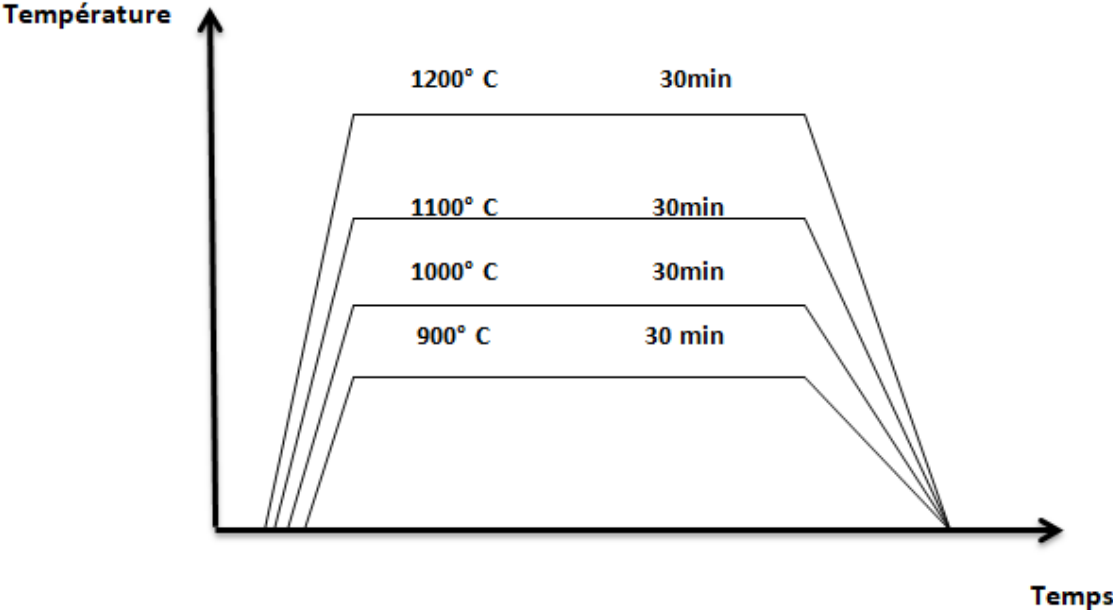


Figure 13 : Le cycle thermique appliqué à l'acier X52 refroidissement a l'eau

III.5.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.5-1. Préparation des échantillons :

III.5.1.1 Polissage :

Pour mettre en évidence la microstructure des échantillons après traitement thermique, les échantillons sont polis mécaniquement aux papiers abrasifs de carbure de silicium de différents grades, 80, 400, 600, 800 et 1200. La préparation se poursuit par polissage de finition avec la pâte diamantée de granulométrie 1 et 0,25 μm , 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.5.1.2 Attaque chimique :

Les échantillons sont ensuite attaqués avec une solution de Nital (solution composée de 4% d'acide nitrique et 96% d'éthanol) pendant environ 20 à 40 secondes, de manière à révéler la

microstructure et cela se manifeste par la disparition de l'état miroir, ensuite il faut rincer l'échantillon avec l'eau pour arrêter l'effet de l'attaque.

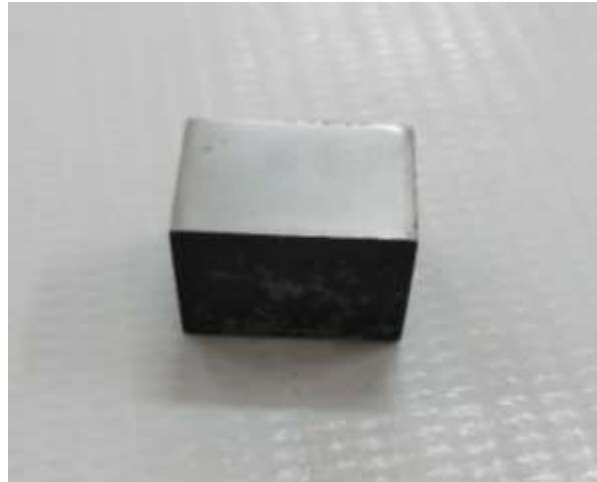


Figure 15 : échantillon après attaque chimique (Nital 4%)

III.6. Les techniques d'analyse

Les techniques d'analyse utilisées dans notre travail sont :

- Le microscope optique (MO).
- Le microscope électronique à balayage (MEB)
- La micro-dureté Vickers (HV).
- Energie absorbée lors d'un essai de résilience

III.6.1 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.6.2 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.

III.7. Caractérisation mécanique :

III.7.1 Essai de Micro Dureté :

L'essai de dureté est largement utilisé sur les métaux. Il caractérise la résistance qu'oppose le matériau à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Ainsi, pour des conditions expérimentales données, la dureté du métal sera d'autant plus grande que la pénétration du corps sera faible. Il existe plusieurs type d'essais de dureté, qui diffèrent essentiellement par

la forme du pénétrateur. Dans l'essai Vickers le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée dont l'angle au sommet est de 136° . L'empreinte formée est donc pyramidale. Si (d) diamètre de l'empreinte et (F) la force appliquée, alors la dureté est :

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

(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 17: Durometer Model MVK-H2 (Hardness Testing Machine) (LGP).

III.7.2 Essai de résilience :

Ces essais ont été effectués sur un mouton pendule Charpy V (Figure.20). Nous avons effectué des essais à la température ambiante au laboratoire de mécanique. 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. 18). Pour réaliser l'essai, il est nécessaire de faire une entaille normalisée sur entailles en V.

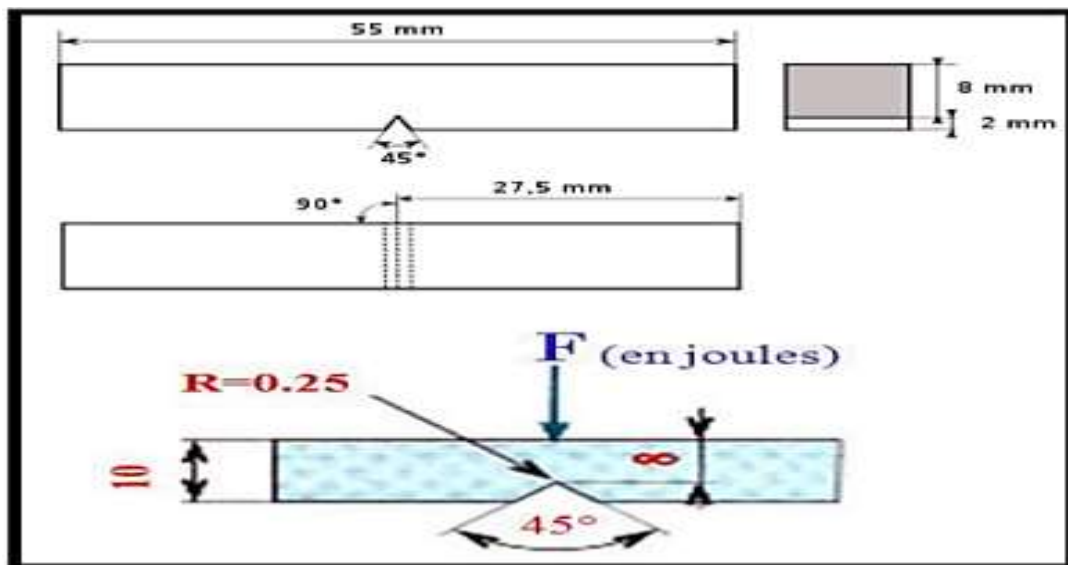


Figure. 18 : Dimensions et forme de l'éprouvette Charpy en V.



L'état reçu



après traitement thermique



Après essai de résilience



Figure.19: Éprouvette de résilience



Figure. 20 : Machine essai de résilience

III. Fractographie

Après le test de résilience, les surfaces de fracture des échantillons cassés ont été analysées au MEB comme illustré à la Figure 21.

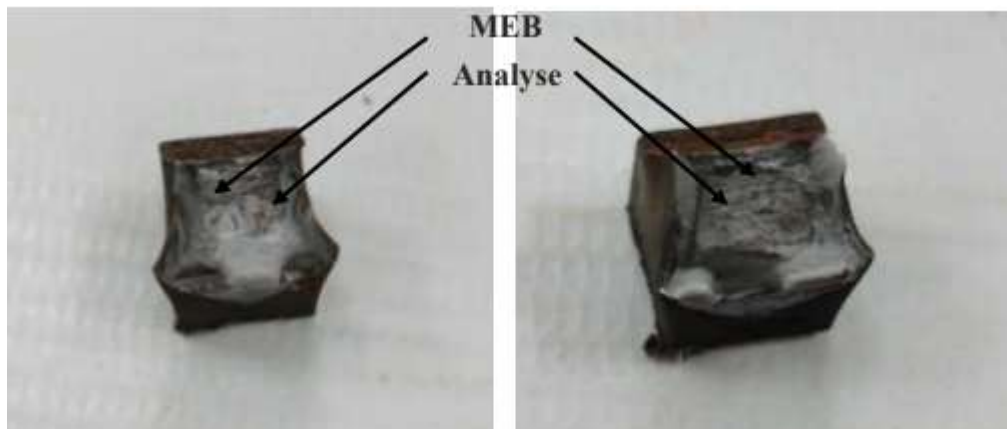


Figure 21. Schéma montrant l'analyse fractographique des échantillons de test de résilience.

Chapitre IV

Résultats et interprétation

IV.1 Introduction

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

IV.2 L'acier à l'état initial

La **Figure 22** montre les micrographies optiques de l'acier X52 à l'état reçu dont la microstructure est constituée de ferrite (zones en blanc) et de perlite (zones en noir), Les propriétés mécaniques de cet acier, données par le laboratoire des essais mécaniques de la société pipe gaz Ghardaïa, sont groupées dans le Tableau IV.1. En utilisant le logiciel imagej pour calculer les proportions des phases présentes à l'état initial. 80.64% de ferrite et 19.36% de perlite.

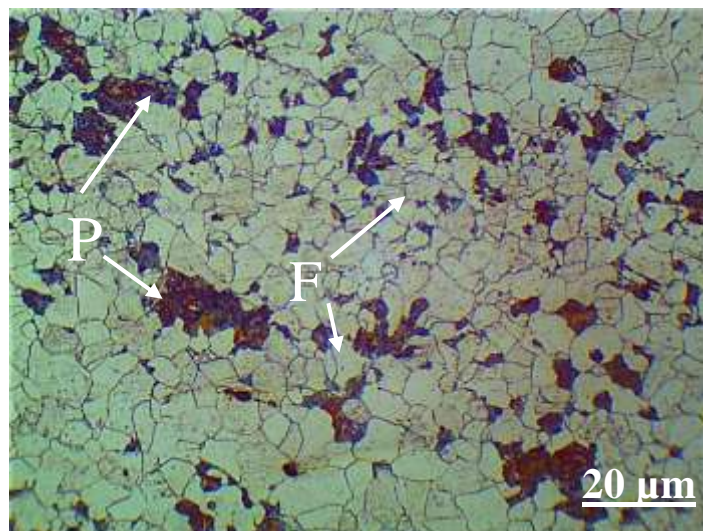


Figure 22 : Micrographie optique d'acier reçu

Tableau 3 : Caractéristiques mécaniques des aciers X52 à l'état reçu

Principales propriétés mécaniques					
	Re0.2 (MPa)	Rm (MPa)	HV	A (%)	Résilience (J/cm ²)
X52	377	516	179	27	227.2

Avec :

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

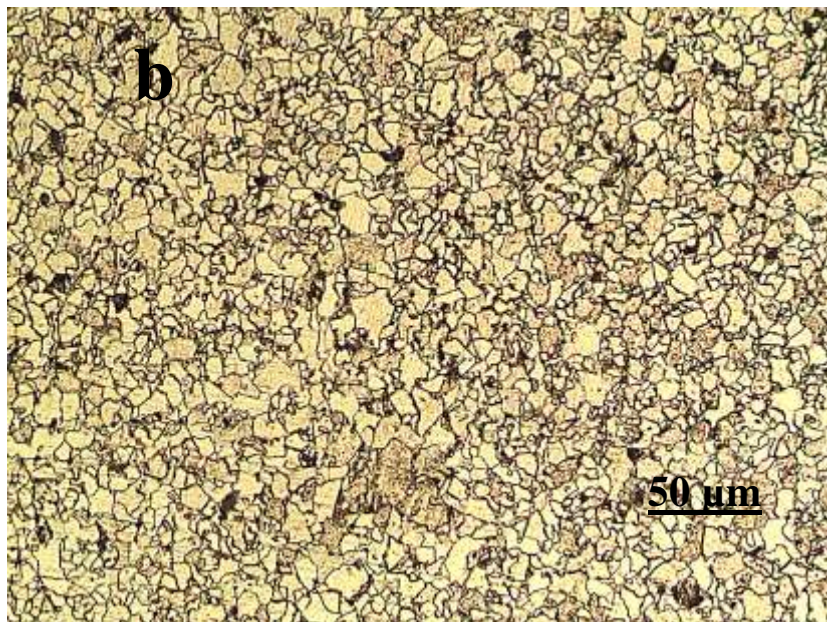
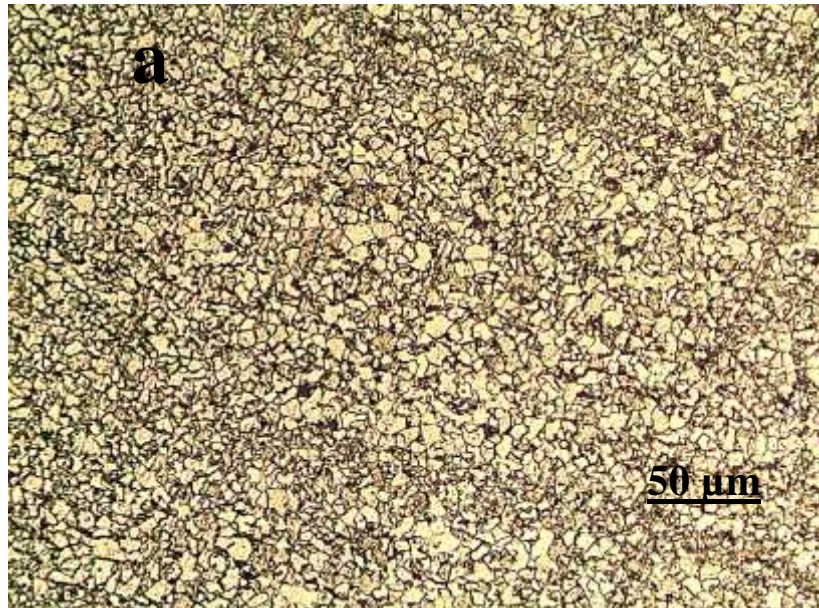
IV.3 Effet de la température d'austénitisation

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 23. A basse température d'austénitisation (900 °C), la microstructure de l'acier est formée de ferrite polygonale et de perlite (figure 23.a). Après une austénitisation à 1000 °C, la microstructure garde toujours la forme polygonale de la ferrite, mais nous assistons au grossissement des grains ferritique (figure 23.b). Après austénitisation à 1100 °C, la microstructure présente deux régions distinctes ferrite /perlite et perlite/ferrite aciculaire (figure 23.c). Cependant, après austénitisation à 1200 °C, la ferrite perd son caractère polygonal et présente une ferrite complètement aciculaire (figure 23.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 24 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 24.a). Avec augmentation de la température d'austénitisation à 1200 C° (figure 18.d), la taille d'aiguille de martensite augment.



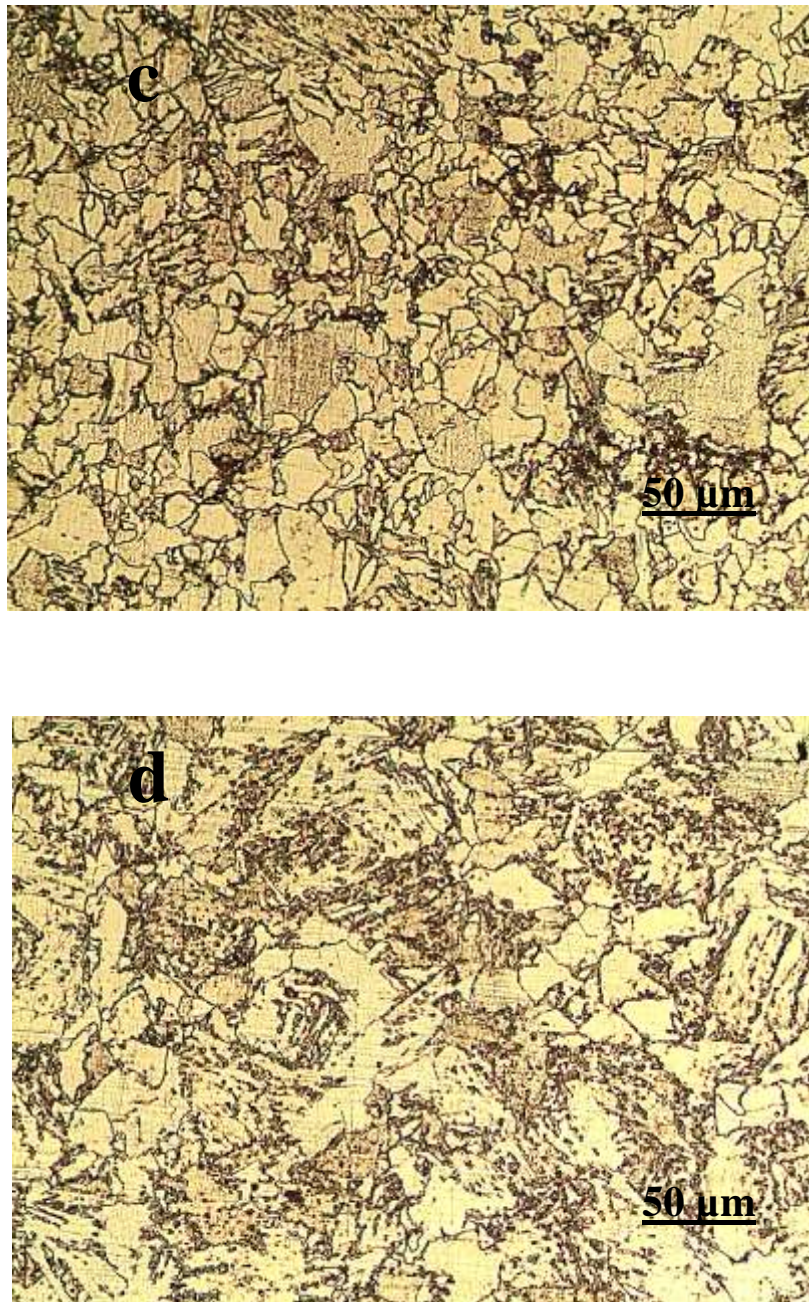
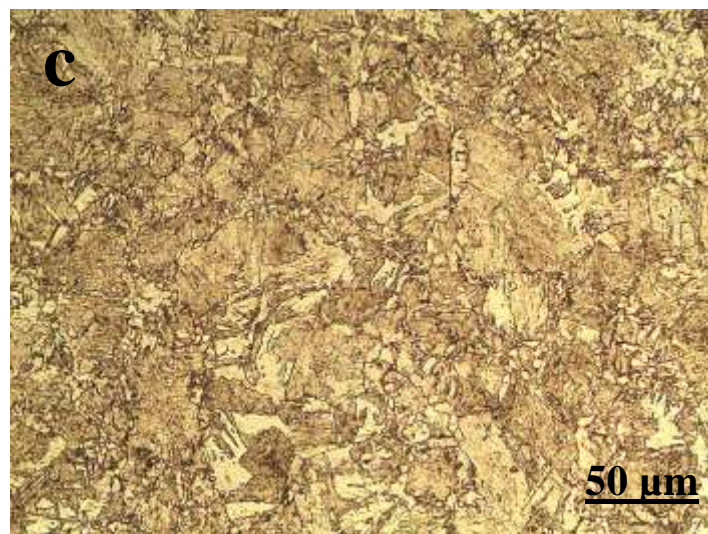
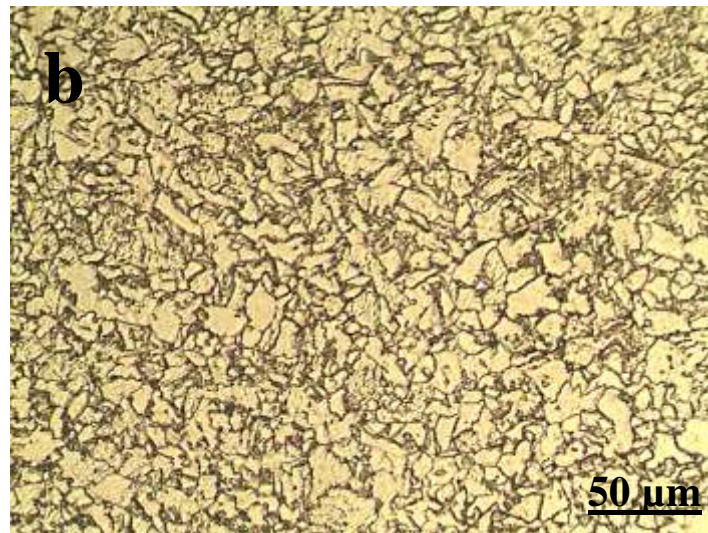


Figure 23: Microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénisation après refroidissement à l'air

- | | |
|-----------------|----------------|
| (a) T= 900 °C | (b) T= 1000 °C |
| (c) T = 1100 °C | (d) T= 1200 °C |



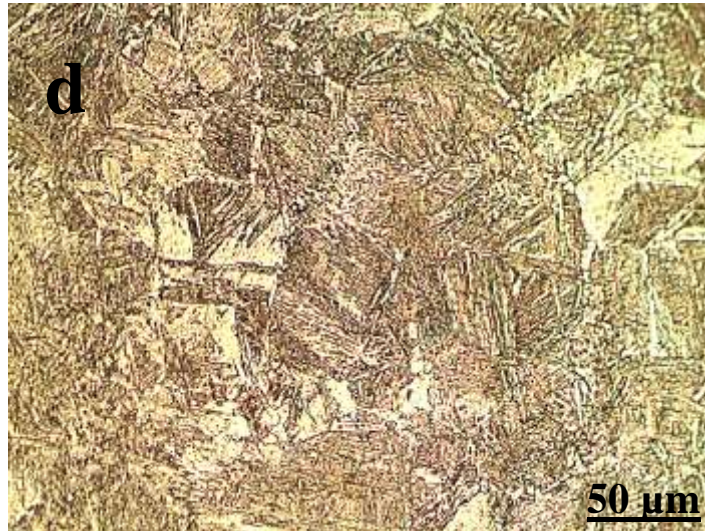


Figure 24 : Microstructure de l'acier X52 à différentes températures d'austénitisation après refroidissement à l'eau

- | | |
|-----------------|----------------|
| (a) T= 900 °C | (b) T= 1000 °C |
| (c) T = 1100 °C | (d) T= 1200 °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 25 est que la dureté d'acier X52 augmente avec l'augmentation de la température d'austénitisation quelle que soit le 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.

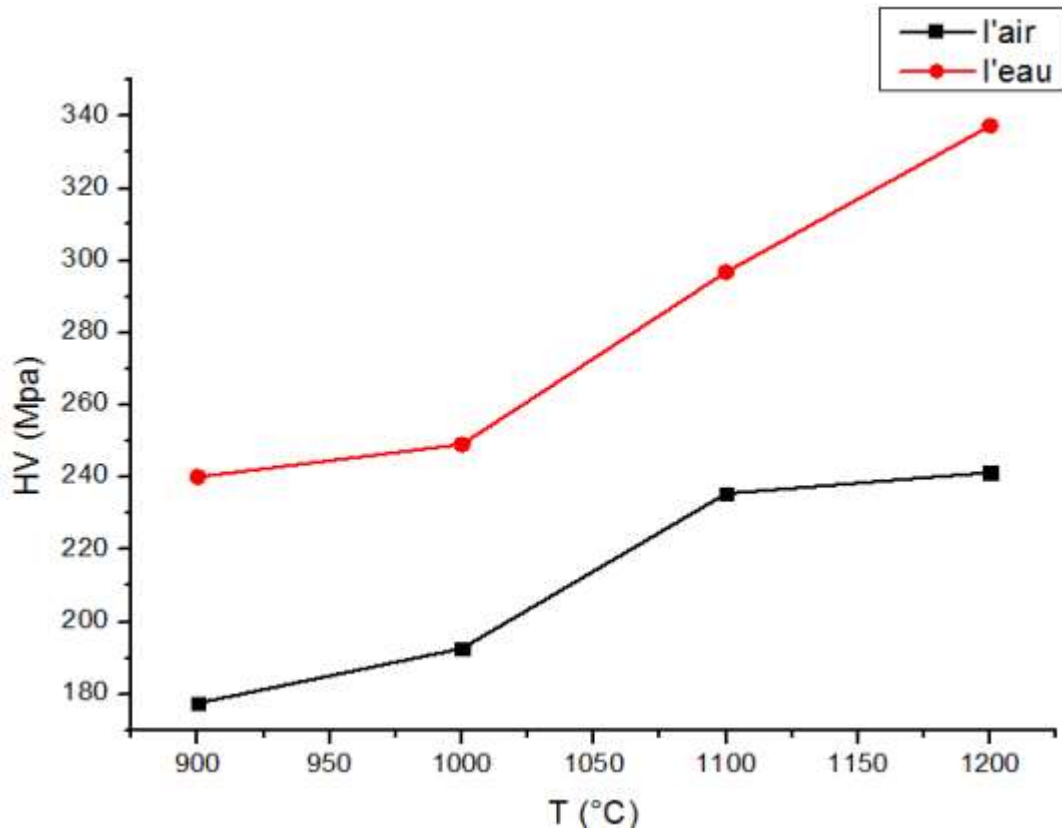


Figure 25 : Evolution de la dureté en fonction de la température d'austénitisation

IV.3.3 Sur La résilience

La figure 26 montre l'évolution de l'énergie absorbée en fonction de la température d'austénitisation dans un acier X52. Lorsque l'acier X52 est refroidi à l'air, l'énergie absorbée augmente progressivement avec la température d'austénitisation, passant de 213 J à 900 °C pour atteindre 269,2 J à 1200 °C. Cette amélioration de la résilience est attribuée à l'évolution favorable de la microstructure, marquée notamment par l'apparition de ferrite aciculaire, dont la morphologie en aiguilles entrelacées permet une meilleure dissipation de l'énergie lors des sollicitations dynamiques. En parallèle, la présence de ferrite polygonale et une répartition homogène des phases assurent une bonne ductilité. De plus, la précipitation de carbures fins d'éléments micro-alliés tels que le niobium (Nb), le vanadium (V) et le titane (Ti), qui intervient durant le refroidissement, joue un rôle important dans le renforcement de la matrice. Ces précipités freinent le mouvement des dislocations et stabilisent la microstructure, contribuant ainsi à une meilleure résistance à la propagation des fissures et à une

absorption d'énergie accrue [41]. Ainsi, le refroidissement à l'air favorise non seulement une microstructure équilibrée mais aussi un durcissement par précipitation qui améliore la ténacité, en particulier à haute température d'austénitisation. En revanche, lors du refroidissement à l'eau, l'énergie absorbée diminue globalement avec l'augmentation de la température d'austénitisation, atteignant une valeur minimale de 204,9 J à 1200 °C. Cette diminution de la résilience est principalement liée à la formation progressive d'une microstructure martensitique, connue pour sa grande dureté mais aussi pour sa fragilité intrinsèque. À des températures d'austénitisation élevées, la croissance des grains austénitiques avant transformation accentue encore cette fragilité, en réduisant la densité des joints de grains, qui jouent normalement un rôle d'obstacle à la propagation des fissures [42]. De plus, le refroidissement rapide empêche la précipitation efficace des carbures de niobium, vanadium et titane, limitant ainsi les mécanismes de durcissement par précipitation qui pourraient améliorer la ténacité. Le contraste entre les deux modes de refroidissement met ainsi en évidence que, bien que la trempe à l'eau permette d'atteindre des niveaux de dureté élevés, elle se fait au détriment de la capacité d'absorption d'énergie. À l'inverse, le refroidissement à l'air offre un meilleur compromis entre résistance mécanique et ténacité, ce qui le rend plus favorable pour des applications où la résilience est cruciale.

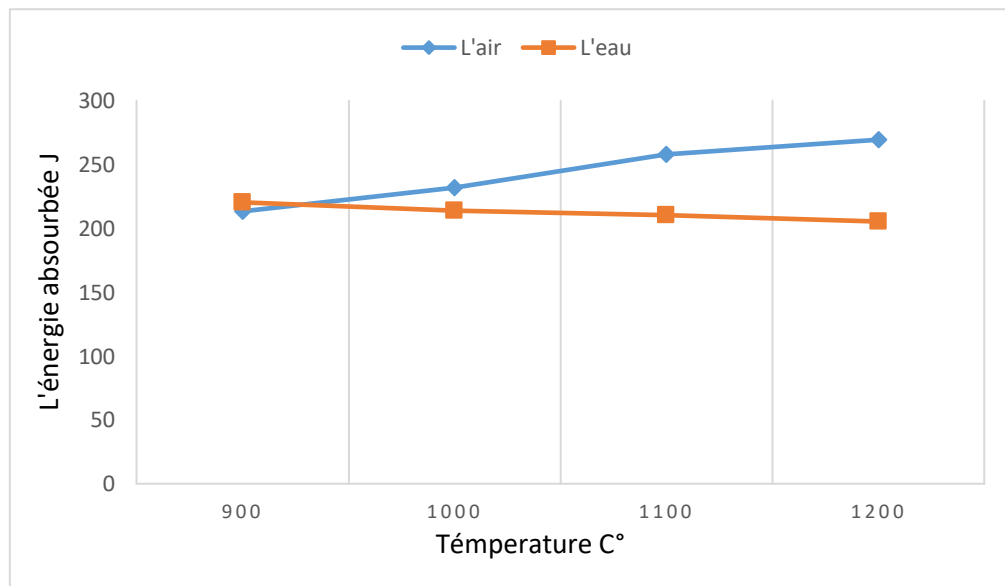


Figure 26 : Evolution de l'énergie absorbée lors d'un essai de Charpy à l'ambiante en fonction de la température d'austénitisation

Conclusion

Conclusion

Ce travail a porté sur l'étude de l'effet de la température d'austénitisation sur la précipitation, la taille des grains ferritiques et les propriétés mécaniques (dureté et résilience) de l'acier HLE X52. Des traitements thermiques ont été réalisés à des températures allant de 900 °C à 1 200 °C, suivis d'un refroidissement à l'air ou par trempe à l'eau. Les principales conclusions de cette étude sont :

1. À 900 °C, la microstructure est principalement constituée de ferrite polygonale et de perlite. Lorsque la température d'austénitisation augmente jusqu'à 1 200 °C, la ferrite évolue vers une morphologie entièrement aciculaire.
2. À basse température (900 °C), la structure est composée de martensite et d'austénite résiduelle. L'augmentation de la température d'austénitisation jusqu'à 1 200 °C entraîne une croissance notable des aiguilles martensitiques, avec une augmentation de leur taille et de leur fraction volumique.
3. La dureté de l'acier X52 augmente avec la température d'austénitisation après trempe à l'eau. Cela est principalement dû à la formation de martensite plus abondante et à l'allongement des aiguilles martensitiques. Par ailleurs, malgré l'augmentation de la taille des grains de ferrite, la dureté reste élevée grâce à la formation de carbures fins liés aux éléments d'alliage (Nb, V, Ti).
4. Les essais de résilience montrent une amélioration notable de la ténacité pour les échantillons refroidis à l'air avec l'augmentation de la température d'austénitisation, atteignant jusqu'à 269 J à 1 200 °C. Cela s'explique par la formation de ferrite aciculaire et la présence de précipités fins. En revanche, les échantillons trempés présentent une ténacité plus faible à haute température, liée à la structure martensitique dominante et au grossissement des grains.

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.
- [13] 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.
- [14] BRAMFITT, B. L., BENSCOTER, A. O. *Metallographer's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels* ASM International. Metals Park, OH, 2002, p. 252.
- [15] 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.
- [16] ZUIDEMA, B. K., DENNER, S. G., ENGL, B., et al. New high strength steels applied to the body structure of ULSAB-AVC. 2001.
- [17] 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.
- [18] *Metals handbook Vol.1 «Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys»*, ASM International, USA, 2005.
- [19] 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.
- [20] 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.

- [21] 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.
- [22] GRUMBACH, M. Aciers microalliés, Technique de l'ingénieur, M4525 v1, 10 déc. 2000.
- [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 canalisations et installation connexes, segment canalisations Norme API 1104», de dixième édition, septembre 1999.

- [35] Z. MOUSSA, « influence des traitements thermiques sur la rupture fragile des constructions soudées, 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.
- [41] Zhang, Q., Yuan, Q., Qiao, W., Chen, G., & Xu, G. (2020). Comparison of the strengthening effects of Nb, V, and Ti on the mechanical properties of 20MnSi low-alloy steel. International Journal of Materials Research, 111(6), 504–510
- [42] Muckelroy, N.C., Findley, K.O., & Bodnar, R.L. (2012). Microstructure and Mechanical Properties of Direct Quenched Versus Conventional Reaustenitized and Quenched Plate.