



**Université Mohamed Khider - Biskra**  
**Faculté des Sciences et de la Technologie**  
**Département de Génie Mécanique**



# *Mémoire*

**Présenté en vue de l'obtention du diplôme de Magistère**

**Spécialité : Métallurgie**

**Option : Matériaux et Matériaux Métalliques**

Présenté par:

**Ridha AZZOUZ**

## **Thème**

**Affinement des grains dans les aciers  
hypoeutectoides**

Soutenu le: 10/07/2010

Devant le jury:

Dr. Abdelouahad CHALA	Professeur	Université de Biskra	Président
Dr. Zakaria BOUMERZOUG	Professeur	Université de Biskra	Rapporteur
Dr. Djamel BARKAT	Professeur	Université de Biskra	Examineur
Dr. Adel BENCHABANE	MC-A	Université de Biskra	Examineur



## Introduction générale

Les matériaux en général et les métaux en particulier constituent un rôle important pour tout développement industriel ou progrès technologique. Une grande partie de l'activité économique des pays industrialisés est rattachée aux matériaux. Vu les exigences de l'industrie moderne, de nombreux programmes de recherche sont en route pour le développement d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites, les céramiques, les polymères etc...., mais les alliages métalliques occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce aux recherches.

Les propriétés d'emploi des métaux et alliages sont déterminées en grande partie par la morphologie et le degré de dispersion des phases qui les constituent, c'est-à-dire par la microstructure. Aujourd'hui maîtriser les microstructures en vue d'optimiser telle ou telle propriété est réalisable par des traitements thermiques ou thermomécaniques appropriés, qui sont fondés sur les possibilités de transformations structurales. A cet égard les métallurgistes se sont posés deux questions importantes:

- Pourquoi une transformation se produit-elle?
- Comment se produit une telle transformation?

L'acier, alliage de fer et de carbone contenant au maximum 2.14% de ce dernier. Contrairement à la fonte, l'acier est ductile. L'aptitude des aciers à se déformer plastiquement dépende de plusieurs facteurs qu'il est nécessaire de connaître, en vue de maîtriser les procédés de mise en forme, soit à chaud, soit à froid (laminage, emboutissage, etc....).

Les modifications structurales obtenues par traitement thermomécanique permettent de conférer à un matériau des propriétés particulières adaptées à sa meilleure utilisation sous forme des pièces finies. La déformation produit également un effet durcissant, éliminé partiellement par la recristallisation, ce dernier joue un rôle très important dans l'affinement des grains.

Le but de notre travail est l'étude de l'affinement des grains dans une tôle d'acier hypoeutectoïde et la compréhension des différents phénomènes liés à la recristallisation, et ce ci à l'aide des traitements thermomécaniques.

A cet égard différentes techniques d analyses ont été utilisées notamment :

- la diffraction de rayon X.
- la microscopie optique.
- Microscope électronique à balayage (M.E.B).
- La microdureté.

La thèse se compose d'une introduction où on présente le travail, d'une conclusion où on résume l'essentiel des résultats obtenus et de quatre chapitres repartis comme suit :

- Le premier chapitre traite les différents traitements thermomécaniques.
- Le deuxième chapitre est consacré à l'affinement des grains dans les aciers.
- Le troisième chapitre est consacré au matériau étudié et aux méthodes expérimentales utilisées.
- Le quatrième chapitre rassemble les résultats obtenus et leur interprétation.

## I.1 Mise en forme des métaux et alliages

### I.1.1 Introduction

Les lingots métalliques obtenus par coulée du métal liquide peuvent être déformé directement sans enlèvement de matière sous forme de produits dont les cotes sont bien définies. Les opérations de mise en forme se font par déformation plastique.

Les principales opérations sont le forgeage, le laminage, le filage, le tréfilage, l'emboutissage. Elles peuvent être faites à froid ou à chaud, suivant la nature du matériau utilisé. Elles ont pour effet de provoquer dans le métal la formation d'une texture dont les caractéristiques dépendent de la température de l'opération et qui peut s'accompagner de phénomènes de recristallisation quand la déformation a été conduite à une température suffisamment élevée.[1]

### I.1.2 Essais de forgeage

C'est l'opération qui consiste à déformer un lingot en exerçant sur le métal chaud des efforts de pression et de percussion. Le métal est dit corroyer. On utilise à cet effet des outils qui peuvent être le marteau, pour les pièces de petites dimensions, le marteau-pilon de plusieurs dizaines de tonnes, ou la presse de plusieurs milliers de tonnes pour les lingots pesant quelques tonnes ou dizaines de tonnes.

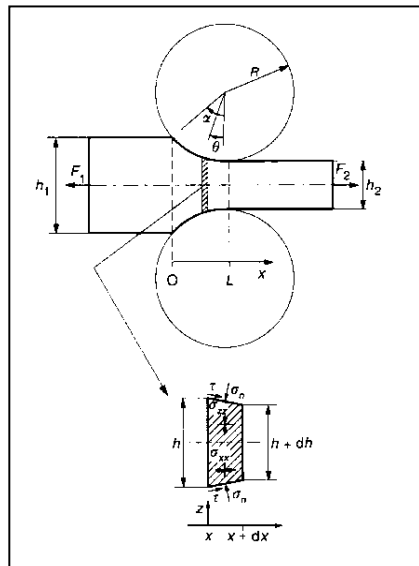
Les pièces mises en forme par forgeage présentent une texture bien définie, donc des caractéristiques mécaniques précises. Le forgeage des lingots provoque une homogénéisation par effet mécanique (écrasement de la structure dendritique) et par effet thermique (diffusion) [1]

### I.1.3 Le Laminage

C'est l'opération qui consiste à déformer un métal en le faisant passer entre deux cylindres dont l'écartement est inférieur à l'épaisseur initiale. Elle peut être exécutée à froid ou à chaud. Les deux cylindres du laminoir tournent dans des sens opposés. Les frottements qui prennent naissance entre le lingot et les cylindres forcent celui-là à avancer (figure 1). Pour préparer des produits plats, on utilise des cylindres à génératrice rectiligne. Pour obtenir des produits présentant des formes particulières, on emploie des cylindres à cannelures.

La réduction d'épaisseur du lingot s'obtient de façon discontinue par passes successives dans le même laminoir dont l'écartement des cylindres est progressivement diminué, en continu en utilisant des laminoirs placés en série. Le taux de réduction que l'on peut obtenir à chaque passe dépend de la nature du métal et de la température à laquelle l'opération est effectuée.

Le laminage à froid a pour effet d'augmenter la limite élastique, la résistance à la rupture et la dureté, et diminuer l'allongement du métal. Lorsque l'on veut rendre au métal ses caractéristiques mécaniques, on le soumet à un recuit à une température qui dépend de la valeur des caractéristiques désirées. Au cours du laminage, la déformation du métal se fait essentiellement dans le sens du déplacement du lingot dont la longueur augmente à chaque passe. Cependant, il se produit également un léger élargissement du lingot. Cet élargissement dépend d'un certain nombre de facteurs comme l'épaisseur initiale du lingot, de la réduction d'épaisseur provoquée par chaque passe, du diamètre des cylindres, de la température et aussi de la nature du métal. [1]



**Figure 1** : principe de laminage [2]

### I.1.4 Emboutissage

C'est l'opération qui consiste à transformer une tôle plane en une surface non développable. Dans la pratique, l'emboutissage d'un flan se fait à l'aide d'un poinçon, d'une matrice et d'un serre-flan.

Le métal présente deux zones de déformation :

- Une expansion dans la zone de contact avec le poinçon
- Un rétreint dans la zone située sous le serre-flan.

L'emboutissage peut être effectué à froid ou à chaud. Cette technique permet d'obtenir des pièces de forme très variées et une production importante en peu de temps. Pour certaines opérations, l'emboutissage s'accompagne d'un tréfilage, par exemple pour la préparation de douilles d'obus. Il ne permet pas d'obtenir des angles vifs ni des pièces peu déformées. En effet, la déformation élastique est alors très grande par rapport à la déformation totale.

Par emboutissage à chaud, à une température supérieure à la température de recristallisation, la pièce obtenue n'est pas écrouie. Par contre, lorsque l'emboutissage est effectué à froid, le métal est écroui, donc sa limite élastique et sa résistance à la rupture augmente alors que sa capacité à l'allongement diminue.

Les contraintes qui prennent naissance sont complexes et le métal déformé peut être très anisotrope. De nombreux métaux et alliages peuvent être déformés par emboutissage. Il est quelquefois indispensable de procéder à un recuit entre chaque passe pour obtenir une déformation suffisante. Une partie de l'énergie dépensée est absorbée par le frottement de la tôle sur l'appareil. L'utilisation d'un lubrifiant permet de diminuer cette perte d'énergie.

Le coefficient d'anisotropie d'un métal  $r = \epsilon_1/\epsilon_2$  où  $\epsilon_1$  et  $\epsilon_2$  sont respectivement les déformations rationnelles principales en largeur et en épaisseur obtenues par les essais de traction, caractérise l'aptitude du métal à se déformer en rétreint. Le coefficient d'écrouissage  $\eta$  caractérise

L'aptitude du métal à se déformer en expansion. Il est obtenu à partir de la courbe rationnelle de traction :  $\sigma = k \epsilon^n$ . [1]

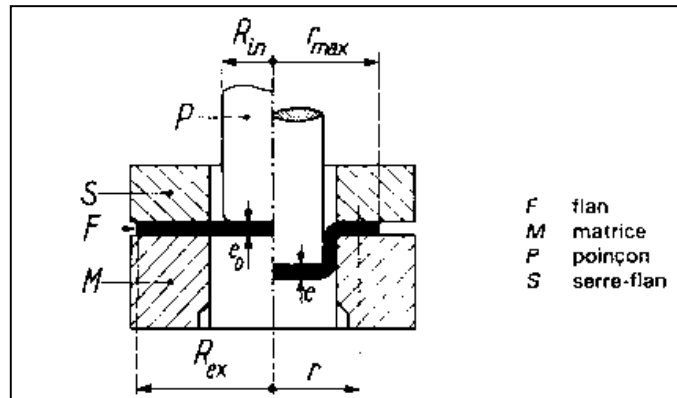


Figure 2 : principe d'emboutissage [2]

### I.1.5 Le tréfilage

Depuis quelques années déjà du modèle simple faisant intervenir les théories de la plasticité ont permis de choisir, pour un matériau donné, la meilleure compromise usure/débit d'une filière. Les notions de seuil de déformabilité sont rapidement apparues delà desquels la rupture semble inéluctable et figeant ainsi les paramètres de tréfilage [3] [4].

Le tréfilage permet d'obtenir une pièce cylindrique en forçant son passage dans une filière (figure3). Le métal s'allonge et sa section se réduit : on dit qu'il file. La filière forme un cône de demi angle au sommet appelé angle de filière. Du fait de la symétrie axiale du procédé, la déformation est dite axisymétrique.

Le taux de déformation par tréfilage est défini par la relation suivante :

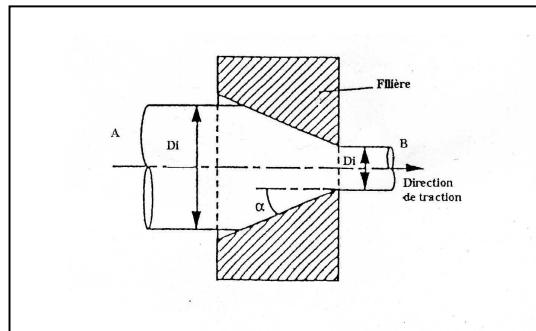
$$\varepsilon \% = (S_i - S_f / S_i) \times 100$$

Ou  $S_i$  et  $S_f$  sont respectivement les valeurs des sections initiales et finales du fil.

Le tréfilage en tant que procédé de mise en forme d'un matériau donné, est caractérisé par différents paramètres : le choix des paramètres de tréfilage garantissant un minimum d'énergie de déformation, c'est-à-dire quel angle de filière, taux de réduction, vitesse de tréfilage et lubrifiant



choisir pour minimiser l'effort de traction et l'usure de la filière, et également par la structure et les propriétés du matériau qui déterminent sa capacité à subir une déformation élevée en tréfilage [5].



**Figure 3** : principe de tréfilage

## I.2 Les traitements thermomécaniques (TTM) :

### I.2.1 Définition

On peut définir simplement ces traitements comme des procédés permettant de rechercher la meilleure combinaison des mécanismes structuraux mis en jeu par la déformation à chaud (consolidation, restauration, recristallisation, précipitation) et la transformation allotropique, afin d'obtenir des propriétés mécaniques améliorées pour un acier donné, comparativement aux caractéristiques obtenues sur la même nuance par les méthodes classiques de laminage et de traitements thermiques postérieurs au laminage [6] [9].

D'une manière générale, tout traitement thermomécanique peut être décomposé en 4 ou 5 grandes étapes (figure 4). La matière à mettre en forme (billettes, tôles...) est tout d'abord réchauffée à une température fixée pendant un temps imposé par les impératifs de la production ou les buts métallurgiques visés. Elle est ensuite transférée du four de réchauffage à l'outil de mise en forme : laminoir, pilon de forge... Pendant ce transfert, le refroidissement peut être naturel ou accéléré, selon la microstructure sur laquelle la déformation doit être imposée pour conduire aux résultats escomptés. Les opérations de mise en forme sont alors réalisées dans des conditions de température, de vitesse et de sévérité de taux de déformation déterminées par les buts poursuivis. Après mise en forme, la pièce finie est soumise à un refroidissement apte à lui conférer la microstructure souhaitée, éventuellement suivi d'un traitement thermique ou mécanique final.

À titre d'exemples, et en se reportant à l'organigramme de la figure 4, les quelques traitements thermomécaniques (TTM) suivants peuvent être décrits succinctement :

- **Le laminage contrôlé**: qui comporte une déformation de l'austénite stable suivie d'un refroidissement naturel à l'air ; il correspond donc à la trajectoire (1)-(3) (figure 4).

- **Le traitement thermomécanique à haute température (TTMHT)** : qui se distingue du laminage contrôlé par le refroidissement final accéléré, permettant de conférer à l'acier une structure martensitique ou bainitique, auquel on ajoute un traitement de revenu à basse température ; il correspond ainsi à la trajectoire (1)-(4) .

- **Le traitement d'austénitiformage**: qui est constitué d'une déformation de l'austénite métastable, avec transformation partielle éventuelle, suivie d'une trempe avant toute recristallisation ; il est généralement complété d'un revenu, et correspond donc à la trajectoire (2)-(4), également applicable au traitement thermomécanique des aciers TRIP (*transformation induced by plasticity*), dont la déformation finale à froid induit une transformation martensitique conférant au matériau une très bonne ductilité lors de son utilisation.

- **Les traitements d'isoformage ou de perlitoformage** : qui consistent à déformer une structure ferrite-perlite formée par trempe isotherme (ou refroidissement continu) et à imposer un revenu au produit fini ; ils correspondent donc à la trajectoire (2)-(3) à laquelle s'ajoute le revenu final.

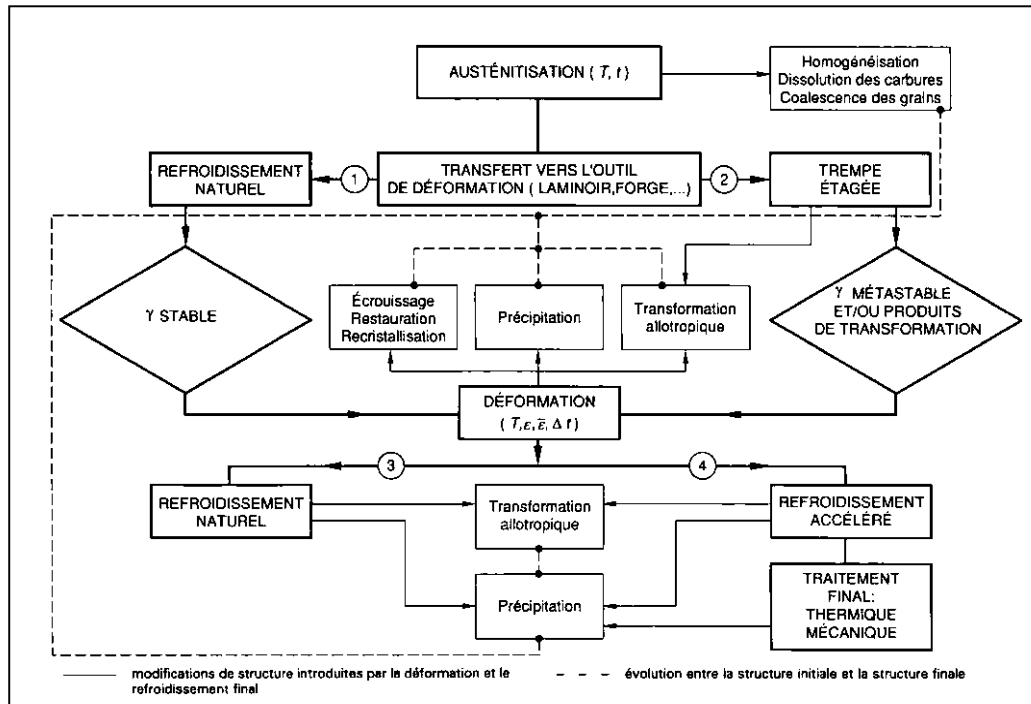


Figure 4 : Différentes étapes du traitement thermomécanique [6]

### I.2.2 Classification :

Les nombreux TTM existants peuvent être classés en trois grands groupes selon que la déformation qu'ils font intervenir est imposée au métal avant la transformation allotropique, pendant celle-ci ou aux produits de transformation. Les trois grandes classes ainsi définies peuvent encore être subdivisées pour tenir compte de l'état structural de la phase métallique subissant la déformation. Le tableau 1 illustre cette classification en rappelant le schéma de principe des principaux traitements thermomécaniques ainsi que les nuances d'aciers auxquelles ils peuvent être appliqués. Les commentaires suivants peuvent être formulés pour chacune des classes de TTM précédemment définies.

#### I.2.2.1 Traitements thermomécaniques avant un changement de phase

Ceux qui ont fait l'objet d'études détaillées peuvent être classés en distinguant successivement les traitements à hautes et à basses températures. Dans les traitements thermomécaniques à haute température (TTMHT) (température comprise entre 800 et 1200°C), conduisant après transformation et écrouissage à une phase austénitique stable, les phénomènes de restauration ou de recristallisation

sont importants. On distingue souvent le laminage contrôlé du laminage à tiède ou *hot-cold rolling*. Dans ce dernier, la déformation est effectuée à haute température (au-dessus de  $A_3$ ) et on cherche à « bloquer » la structure introduite au cours de la déformation par une trempe rapide. Dans le laminage contrôlé, on impose un cycle précis de températures de déformation et d'écrouissage lors des dernières passes, la dernière passe de laminage étant toujours effectuée au voisinage du point de transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  (au-dessus ou au-dessous).

Dans les traitements thermomécaniques à basse température (TTMBT) (température inférieure à  $A_{c3}$ ), conduisant après transformation et écrouissage à une phase austénitique métastable, le TTM qui a été le plus étudié est certainement l'**austénitoformage**, appelé encore *ausforming* dans la littérature anglo-saxonne, pour lequel la déformation est effectuée dans le domaine de l'austénite métastable.

#### ***1.2.2.2 Traitements thermomécaniques en cours de changement de phase:***

En se référant aux phases qui apparaissent au cours d'un maintien isotherme ou d'une trempe, on peut distinguer deux types de traitement.

##### Isoformage

Ce traitement qui consiste à effectuer la déformation dans le domaine des températures où s'effectue la transformation austénite-ferrite proeutectoïde et perlite est encore appelé dans la littérature anglo-saxonne *isoforming*. Il permet d'obtenir une répartition fine de carbures de fer  $Fe_3C$  dans une matrice ferritique finement polygonisée, conduisant à d'excellentes propriétés de traction et de résistance aux chocs pour des aciers se transformant normalement en ferrite et perlite.

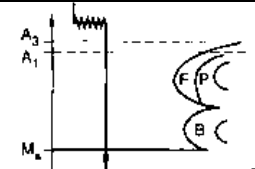
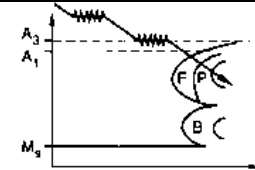
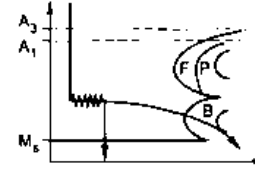
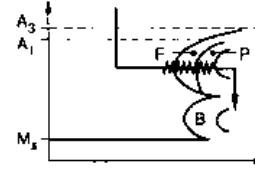
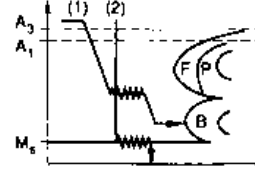
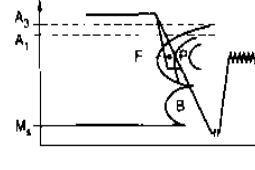
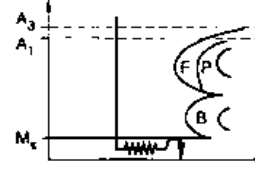
##### Le marformage

Ce traitement, correspondant à une déformation à basse température, voisine de  $M_s$ , est bien connu dans l'utilisation des aciers inoxydables austénitiques. En effet, il est possible de relever le point  $M_s$  correspondant à la transformation austénite-martensite en appliquant une contrainte. La transformation martensitique ainsi induite par déformation permet d'obtenir des limites d'élasticité importantes tout en conservant une ductilité appréciable. Diverses dénominations sont utilisées dans la littérature anglosaxonne pour ce traitement comme *zerolling* ou *marworking*.

***1.2.2.3 Traitements thermomécaniques après un changement de phase :***

Le traitement de perlitoformage consiste à déformer une structure ferrite-perlite à une température correspondant au domaine de formation de cette structure, avec ou sans refroidissement intermédiaire. La déformation est suivie d'un recuit au-dessous de Ac1.

La déformation permet d'accélérer la vitesse de globularisation de la cémentite et d'obtenir des structures adoucies et malléables plus rapidement que par traitement thermique de recuit. Son champ d'application est celui des aciers destinés à la frappe à froid. Le traitement qui consiste à déformer la martensite avant revenu, que l'on appelle *marstraining*, permet également d'atteindre des durcissements importants.

Moment de la déformation par rapport à la transformation de l'austénite	Type	Température de déformation	Produit sur lequel s'effectue la déformation	Dénomination	Schéma du traitement	Aciers concernés	
Avant	I	Ia	au-dessus de A <sub>3</sub>	Austénite stable	TTMHT		Tous
					Laminage contrôlé		Aciers de construction métallique
		Ib	au-dessous de A <sub>3</sub>	Austénite métastable	TTMBT Austénitoformage		Aciers faiblement ou fortement alliés
pendant	II	IIa	entre A <sub>1</sub> et Ms	Austénite et ferrite-perlite ou perlite	Isoformage		Aciers à transformation perlitique
		IIb	proche de Ms	Austénite et martensite	Marformage : — traitement des aciers TRIP (1) — zerolling (2)		Aciers austénitiques et semi-austénitiques
Après	III	IIIa	au-dessus de Ms	Ferrite-perlite	Perlitoformage		Aciers à transformation perlitique
		IIIb	au-dessous de Ms	Martensite	Marstraining		Aciers à structure martensitique

**Tableau 1** : Différentes classes de traitements thermomécaniques [6]

(1) TRIP: transformation induced plasticity. (2) Marformage

### I.2.3 Commentaires bibliographiques

Tous les auteurs s'accordent pour dire que les TTMHT donnent un gain appréciable des propriétés lorsque la température de la (ou des) déformation(s) est basse (voisine de  $A_{c3}$ ), lorsque le maintien entre la fin de la dernière déformation et le début du refroidissement est court, et que la vitesse de refroidissement est rapide. On peut ajouter qu'une grande vitesse de déformation est favorable. Ces conditions rappellent les problèmes d'écroissage et de recristallisation après déformation à haute température.

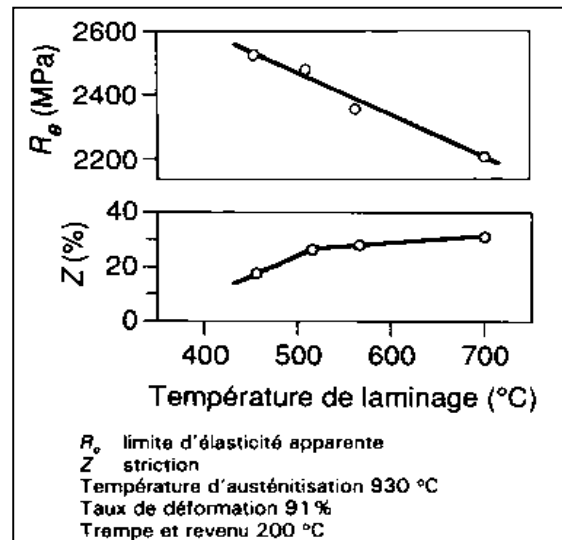
L'état structural de l'austénite est très important puisque l'on assiste à une compétition entre l'écroissage et la recristallisation. Tous les artifices préconisés visent à obtenir un état structural de l'austénite qui est le plus à même de fournir de bonnes propriétés après une transformation sans diffusion (martensite) ou après une transformation avec diffusion (ferrite-cémentite). Pour cette raison, il n'y a pas unanimité sur l'importance de la déformation idéale. En effet, ce paramètre est lié à tous les autres par le biais des recristallisations statique et dynamique.

En général, tous les facteurs qui conduisent à une structure austénitique modifiée par écroissage sont favorables, pour peu que cet état reste suffisamment stable dans le temps vis-à-vis des cinétiques de recristallisation, pour que la transformation ait lieu sur cette austénite différente de celle que l'on obtiendrait dans le traitement thermique de référence. C'est pourquoi, dans le cas du laminage contrôlé (ferrite-cémentite), on peut compenser la faible vitesse de refroidissement en écroissant un peu avant  $A_{r3}$  (température à laquelle l'austénite commence à se transformer en ferrite au refroidissement).

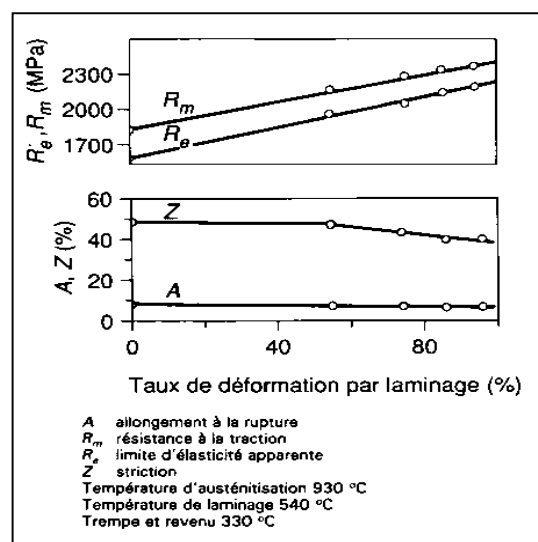
Enfin, concernant la relation entre les TTM des types Ia et Ib, l'accroissement de résistance mécanique obtenu par les TTMHT n'est pas aussi important que celui obtenu avec un procédé comme l'austénitoformage.

Les figures 5 et 6 montrent qu'un traitement thermomécanique de type austénitoformage (*ausforming*) permet d'obtenir, par l'intermédiaire d'une diminution de la température de laminage et d'une augmentation du taux de déformation, un accroissement simultané de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique à la rupture d'aciers, sans détérioration importante de leur ductilité.

Les développements suivants sont axés sur le traitement thermomécanique dans le domaine de l'austénite métastable, type austénitiformage, avec étude de l'influence des paramètres de ce TTM et des facteurs à l'origine du durcissement par austénitiformage.



**Figure 5** : Effet de la température de laminage sur la limite d'élasticité et la striction d'un acier à 0,44 % C - 3,0 % Cr - 1,5 % Ni [9]



**Figure 6** : Effet du taux de déformation par laminage sur les propriétés mécaniques de traction d'un acier à 0,31 % C - 3,0 % Cr - 1,5 % Ni [9]



### I.3 Exemples d'études :

#### I.3.1 Traitement thermomécanique du laminage à température contrôlée

##### I.3.1.1 Optimisation du laminage des aciers de construction C-Mn-Nb

L'acier C-Mn-Nb utilisé a la composition chimique dans le tableau suivante:

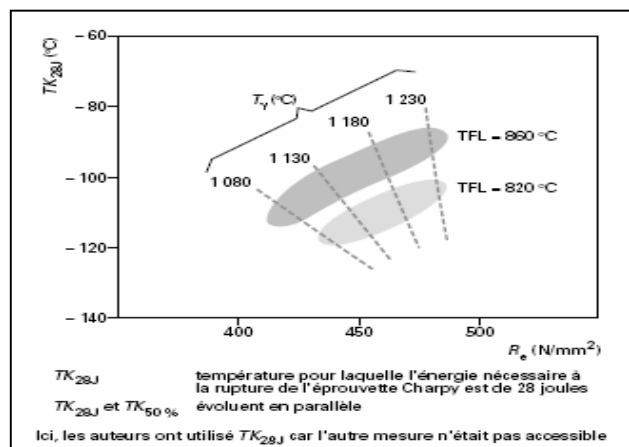
C	MN	SI	AL	N	NB
0.1	1.250	0.2	0.03	0.0106	0.027

Suivant les conditions de laminage, la limite d'élasticité varie de 380 à 500 MPa et TK50 % de 75°C à 125°C.

La figure 7 montre de façon synthétique le résultat de cette optimisation :

- température de réchauffage :  $T_\gamma = 1\ 150^\circ\text{C}$ .
- température de fin de laminage :  $\text{TFL} = 820^\circ\text{C}$ .
- vitesse de refroidissement :  $V_R = 10^\circ\text{C/s}$ .
- température de bobinage :  $T_B = 550^\circ\text{C}$ .
- limite d'élasticité :  $R_e = 490\ \text{MPa}$  ;  $\text{TK}_{50\ \%} = -120^\circ\text{C}$ .

Par rapport au cas de l'acier C-Mn, il faut prendre en compte la précipitation des carbonitrides de niobium qui accroît la limite d'élasticité mais dégrade la résilience, en particulier lorsque les précipités sont très fins.



**Figure 7 :** Compromis résistance-résilience de l'acier C-Mn-Nb

### I.3.1.1.1 Température de réchauffage

En abaissant la température de laminage, on limite la remise en solution des précipités Nb(C, N) et, par conséquent, le durcissement par le niobium à l'état final. Cette perte de durcissement n'est pas compensée par l'affinement du grain austénitique. En revanche, cela permet d'accroître les caractéristiques de résilience. Le choix de 1 150°C est le résultat d'un compromis.

### I.3.1.1.2 Température de laminage

L'optimisation correspond à la limite du point de transformation Ar<sub>3</sub> car, si la limite d'élasticité continue d'augmenter quand on termine le laminage dans le domaine intercritique, la résilience est, quant à elle, fortement dégradée.

### I.3.1.1.3 Vitesse de refroidissement et température de bobinage

Au-delà de 5°C/s, l'augmentation de la vitesse de refroidissement ne modifie plus les caractéristiques mécaniques de l'acier considéré. Il en est de même en ce qui concerne la température de bobinage dont l'effet en deçà de 600°C est très limité. Nous venons de voir l'importance relative des principaux paramètres thermomécaniques en fonction de la nature de l'acier, microallié ou non. Le fait remarquable est que, pour une même analyse chimique, les caractéristiques de résistance et de résilience obtenues varient dans des plages considérables. Cela démontre l'intérêt des traitements thermomécaniques au train à bandes [15].

## **I.3.2 Traitement thermomécanique d'austinoformage**

### ***I.3.2.1 Préambule***

En 1954 est publiée la description d'un nouveau procédé de durcissement par traitement thermomécanique [10] au cours duquel la déformation se réalise au-dessous de la température de recristallisation, et cela d'autant plus que le domaine d'existence de l'austénite métastable est important et que la température de déformation peut être atteinte sans formation appréciable de ferrite.

Pour un acier type nickel-chrome (4,5 % Ni, 1,5 % Cr, 0,35 % C) qui présente ordinairement, par traitement conventionnel, les propriétés mécaniques suivantes :

✓ dureté Rockwell C .....	56,5
✓ limite d'élasticité .....	2 032 MPa
✓ allongement .....	2 %
✓ striction .....	5 %

L'application du TTM précédemment défini conduit à leur amélioration comme suit :

✓ dureté Rockwell C .....	58
✓ limite d'élasticité .....	2 756 MPa
✓ allongement .....	12 %
✓ striction .....	42 %

### ***1.3.2.2 Amélioration des propriétés mécaniques par austénitiformage***

Les résultats de la littérature sont très nombreux. Ce traitement thermomécanique a été appliqué à une gamme très large d'aciers, et son influence a été mesurée sur l'ensemble des propriétés mécaniques [8].

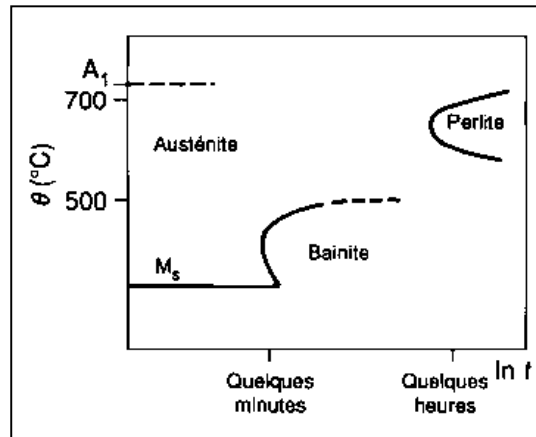
Les aciers à hautes caractéristiques ont la meilleure réponse au traitement. Le gain sur la limite d'élasticité et sur la résistance à la traction est de 30 % environ. La ductilité est conservée le plus souvent. Les propriétés de résilience et de résistance à la propagation de fissures sont largement améliorées. Les conditions de traitement varient d'un auteur à l'autre, mais les résultats sont néanmoins directement comparables.

### ***1.3.3 influence des paramètres du traitement d'austinoformage***

#### ***1.3.3.1 l'influence de la composition chimique d'austinoformage***

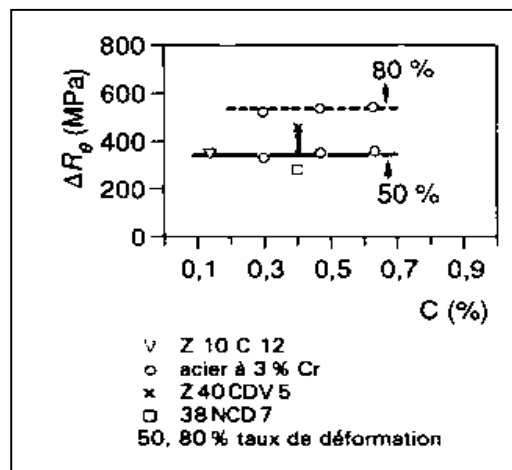
L'austénitiformage n'est applicable qu'aux aciers dont le diagramme TTT (figure 8) répond aux conditions suivantes. la courbe de début de transformation perlitique est repoussée à droite du diagramme la courbe représentant la loi de refroidissement du métal, de la température d'austénitisation à la température de déformation, ne doit pas traverser le domaine perlitique afin d'éviter la transformation d'une partie de l'austénite en perlite. La courbe de début de transformation bainitique doit également être repoussée à droite du diagramme.

Le domaine d'austénite métastable doit être assez large pour que les variations de température au cours de la déformation (de l'ordre de 50°C en laminage) ne provoquent pas un changement de phase. Le domaine d'austénite métastable doit s'étendre vers des temps assez longs pour permettre la mise en température et la déformation du métal. Ce traitement est, par conséquent, limité aux aciers suffisamment alliés. Cependant, tous les aciers qui possèdent un diagramme TTT répondant aux conditions précédentes ne durcissent pas par austénitiformage. La présence de certains éléments d'alliage est nécessaire.



**Figure 8** : Diagramme schématique de transformation isotherme montrant une transformation perlitique avec longue durée d'incubation [7]

La figure 9 montre que le durcissement obtenu par austénitiformage est sensiblement indépendant de la teneur en carbone [11]. Aucune étude systématique n'a été entreprise pour déterminer le rôle des divers éléments d'addition, les aciers étudiés étant pour la plupart des aciers connus pour les hautes caractéristiques qu'ils permettent d'obtenir par un traitement conventionnel consistant en une trempe martensitique suivie d'un revenu. Cependant, le durcissement obtenu est d'autant plus important que la contrainte d'écoulement de l'austénite est élevée, celle-ci étant contrôlée par la teneur en éléments d'addition.

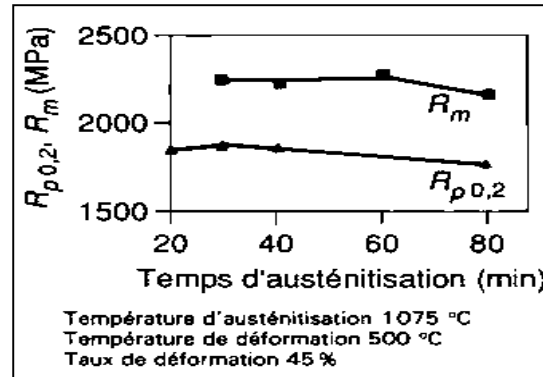


**Figure 9** : Influence de la teneur en carbone sur l'augmentation de la limite d'élasticité de différents aciers par austénitiformage[11]

### I.3.3.2 Influence des conditions de déformation sur le durcissement

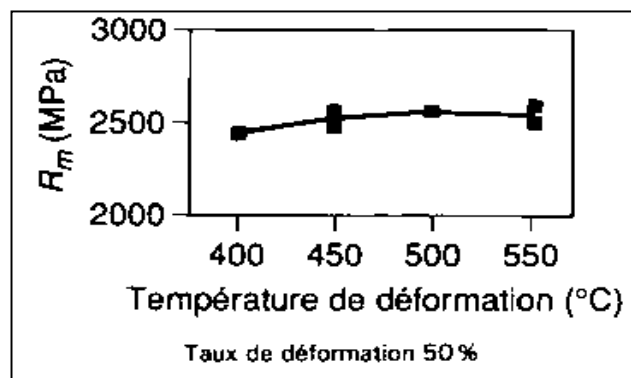
L'étude de l'influence des différents paramètres du traitement d'austénitiformage des aciers sur leurs caractéristiques mécaniques permet de formuler les conclusions suivantes [7] [13] :

- La température et la durée d'austénitisation contrôlent la grosseur du grain austénitique et la remise en solution des carbures dans les aciers alliés ; l'influence sur le durcissement est très faible (figure 10) :



**Figure 10:** Influence du temps d'austénitisation sur la résistance à la traction et sur la limite d'élasticité de l'acier Z 30 C 13 [13]

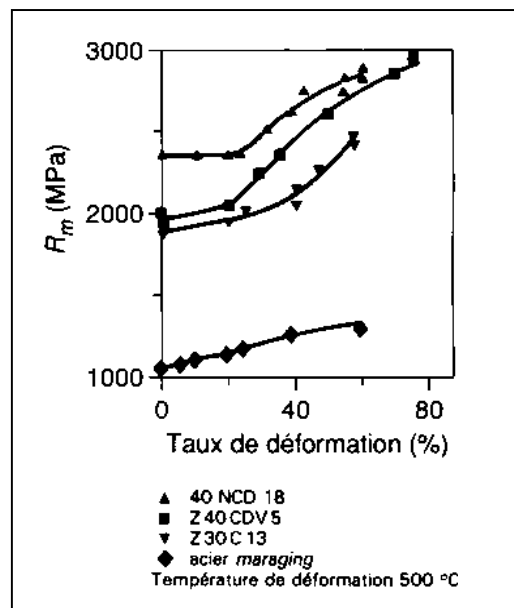
- les résultats concernant la température de déformation sont contradictoires, mais, dans la mesure où la déformation a lieu sans changement de phase, on constate que la température n'a pas d'influence sensible dans le domaine compris entre 400 et 550°C (figure 11)



**Figure 11 :** Influence de la température de déformation par traction sur la résistance à la traction de l'acier Z 40 CDV 5 [13]

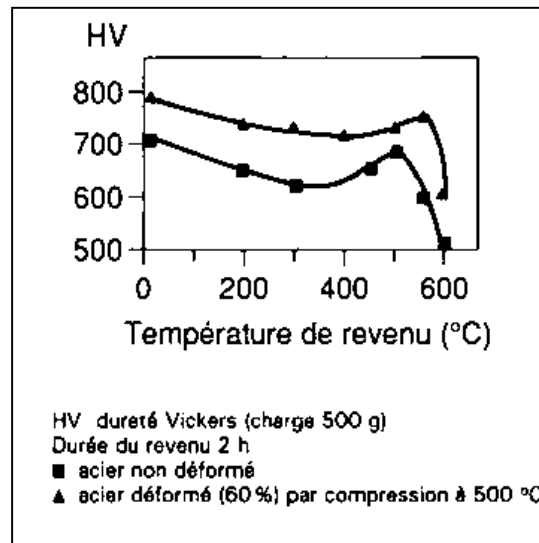
• Le taux de déformation est la seule variable qui contrôle essentiellement la valeur du durcissement supplémentaire apporté par la déformation en phase austénitique métastable (figure 12)

- La dureté, la limite d'élasticité, la résistance à la traction augmentent avec le taux de déformation,
- La forme de la courbe de durcissement n'est pas générale et varie avec chaque acier,
- on observe très souvent une limite du durcissement à partir de 70 % de déformation et une déformation préalable de 20 % environ est nécessaire pour enregistrer un durcissement appréciable ;



**Figure 12** : Influence du taux de déformation par traction sur la résistance à la traction de différents aciers après austénitiformage [13]

• Le durcissement produit par la déformation de l'austénite est conservé pour toutes les températures de revenu et à des températures de revenu supérieures comparativement à un état non déformé ; le pic de durcissement secondaire dans les aciers correspondants est souvent plus faible et décalé vers les températures supérieures (figure 13).



**Figure 13** : Comparaison de l'évolution de la dureté d'un acier Z 40 CDV 5 traité ou non par austénitiformage en fonction de la température de revenu [13]

#### *1.3.3.4 Applications industrielles du traitement d'austénitiformage*

Le traitement thermomécanique d'austénitiformage nécessite le contrôle de la température du produit en cours de formage et une puissance mécanique disponible suffisante fournie par les outillages pour réaliser des taux de déformation voisins de 80 %, ces deux contraintes étant liées à la forme du diagramme TTT de l'acier utilisé [13].

En effet, d'après la forme de celui-ci et en conservant le traitement d'austénitiformage proprement dit, c'est-à-dire une déformation uniquement dans le domaine de l'austénite métastable, on constate que, par exemple pour l'acier Z 30 C 13, l'opération n'est envisageable que dans le domaine de température de 350 à 550°C environ.

La déformation effectuée à ces températures relativement faibles et sur des aciers riches en éléments durcissants nécessite des contraintes importantes. Ainsi, pour produire à 500°C une déformation de 70 % pour l'acier Z 40 CDV 5, la contrainte d'écoulement mesurée en traction est voisine de 1 500 MPa. Par contre, pour l'acier 40 NCD 18, dont la teneur en éléments carburigènes

est plus faible et qui permet de réaliser la déformation à de plus hautes températures, les niveaux de contrainte pour produire la déformation est nettement plus faible.

Ainsi à 500°C, la contrainte d'écoulement conduisant à une déformation de 70 % est voisine de 1 000 MPa ; pour des essais à 600°C, elle est réduite à 750 MPa pour le même taux de déformation. Les applications industrielles de l'austénitiformage, pour obtenir des produits finis à hautes caractéristiques mécaniques, demandent donc la mise en oeuvre de moyens de déformation puissants, selon la nuance choisie, la température et le taux de déformation requis.

Les caractéristiques de résistance mécanique, de ductilité et de résistance à la rupture fragile des aciers « ausformés » permettent l'emploi de ces matériaux pour des applications dans la construction métallique (boulons à haute résistance, câbles) ou mécanique dans les industries aéronautique (ailettes de turbine, enveloppes de moteurs de fusée) et automobile (axes de piston, engrenages) [7] [12] [14].



## II.1. Affinement des grains

En cas général l'affinement des grains peut se faire par deux mécanismes; traitement thermomécanique (la recristallisation), traitement thermique.

### II.1.1 Affinement des grains par traitement thermique :

Une technologie a été conçue pour affiner les grains des aciers inoxydables duplex en utilisant la transformation sigma ( $\sigma$ ) ( $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ ) et sa transformation inverse) ( $\gamma + \sigma \rightarrow \delta$ ).

Les résultats expérimentaux ont indiqué que la phase  $\sigma$  germe et se développent à l'interface  $\delta/\gamma$  et à l'intérieur de la phase  $\delta$  où la température était plus haute. La décomposition des grains de la phase  $\delta$  en fins grains de  $\sigma$  et  $\gamma$  dans la plage des températures suivantes 650°C-1000°C et l'obtention des fins grains de  $\delta$  (ferrite delta) après transformation inverse ( $\gamma + \sigma \rightarrow \delta$ ) améliore la ténacité [16].

Cette technique consiste à régénérer complètement les grains ferritiques en passant par la transformation sigma et ensuite la dissoudre pour avoir des nouveaux grains fins sous l'influence du temps de chauffage et la température. L'avantage de cette technique est qu'elle ne produise pas des défauts ponctuels et des dislocations le contraire du traitement thermomécanique (laminage à froid) ; le métal déformé est caractérisé par une haute densité de dislocations, ainsi que par une concentration notable de lacunes. Par cette méthode on peut contrôler la taille des grains.

### II.1.2 Affinement des grains par traitement thermomécanique :

Lorsque le métal a subi une déformation plastique, il est dit écroui. Sa structure a été altérée ; ses propriétés physiques et mécaniques ont été modifiées; il n'est plus dans un état d'équilibre. L'écrouissage se fait généralement à froid (au dessous de la température de recristallisation du duplex).

La recristallisation est caractérisée par le développement de nouveaux grains aux dépens d'une matrice qui est dans un état structural moins parfait [17]. Au cours du recuit des germes apparaissent; ce sont de nouveaux cristaux d'orientation différente de la matrice ou ils sont nés. Ces germes ne sont visibles au microscope optique qu'à un stade assez avancé de leur développement [18]. Ils croissent en mangeant la matrice écrouie qui les entoure et, ce faisant,

affectent des formes plus ou moins régulières dues à des anisotropies de leur vitesse de croissance, jusqu'à ce qu'ils arrivent au contact les uns des autres; à ce moment, le stade dit de recristallisation primaire est achevé et l'on entre dans le stade appelé croissance des grains (recristallisation secondaire). La recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale; dite écrouissage critique.

On décompose habituellement la recristallisation en deux stades: germination et croissance, et la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) s'écrit:  $v = N \cdot G$  Où N est le nombre de germes nouveaux par unité de temps et G leur vitesse de croissance. Comme ces deux quantités dépendant du temps, la cinétique de recristallisation n'est pas une fonction simple du temps. Pour exprimer la fraction de volume recristallisé; on utilise souvent l'équation:

$$V = 1 - \exp. (-bt^n)$$

Où n ~1 à 2. Le problème expérimental est la mesure séparée de N et G.

## II.2 Description de la déformation plastique

### II.2.1 Introduction :

L'une des raisons principales de l'emploi très généralisé des métaux est leur propriété d'être malléable, c'est-à-dire déformation sans rupture sous l'effet de sollicitations mécanique plus ou moins élevées. L'aptitude des métaux à se déformer plastiquement dépend de beaucoup de facteurs qu'il est nécessaire de connaître en vue, d'une part, des opérations de mise en forme (travail à chaud ou à froid du métal) et, d'autre part, du calcul des pièces et des constructions, dans lesquelles on cherche au contraire à éviter toute déformation plastique dans les constructions de service.

### II.2.2 Mécanisme de la déformation plastique :

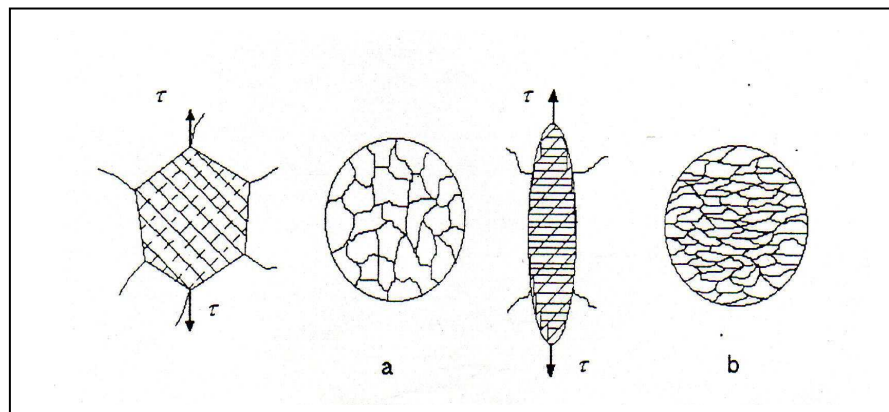
La déformation plastique des métaux et des alliages introduits dans les réseaux des défauts supplémentaires, des dislocations, des lacunes et éventuellement des macles. Le matériau écroui est caractérisé par une densité très élevée de dislocation [19]. Les déplacements relatifs des atomes sous l'effet des contraintes externe se font les principalement par glissement ou par maillage selon le matériau et les conditions expérimentales de la déformation [20] [21].

### II.2.2.1 Déformations par glissement :

La possibilité de la déformation plastique par glissement le long des plans et des directions privilégiées est liée ; d'une part à une forte densité atomique le long des plans et de ces directions (tableau 2) et d'autre part à la présence des défauts dans le réseau. (fig 14).

structure	Direction de glissement	Plan de glissement	Nombre de système de glissement
c.f.c	$\langle 110 \rangle$	(111)	12
c.c	$\langle 111 \rangle$	(110)	12
		(112)	12
		(123)	14
h.c dépend du rapport c/a	$\langle 001 \rangle$	(1120)	3
		(1123)	6

**Tableau 2** : le système de glissement des différentes structures [22]



**Figure 14** : modification de la forme d'un grain sous l'effet du glissement  
a) avant déformation ; b) après déformation [23]

### II.2.2.2 Déformation par maclage :

Le maclage est un mode de déformation beaucoup plus compliqué que le glissement. Dans ce cas, les atomes des matériaux se déplacent de telle manière que le réseau non transformé et le réseau maclé deviennent symétriques par rapport à un plan de macle. Les macles apparaissent

comme un mode de déformation complémentaire de glissement et ce mode existe fréquemment dans les métaux c.c ( $Fe_{\alpha}$ ) à température inférieure à la température ordinaire (tableau3).

structure	Direction de macle	Plan de macle
c.f.c	$\langle 112 \rangle$	(111)
c.c	$\langle 111 \rangle$	(112)
h.c	$\langle 101 \rangle$	(1012)

**Tableau 3** : les systèmes de maclage pour différentes structures [24]

### II.2.3 Déformation a chaud

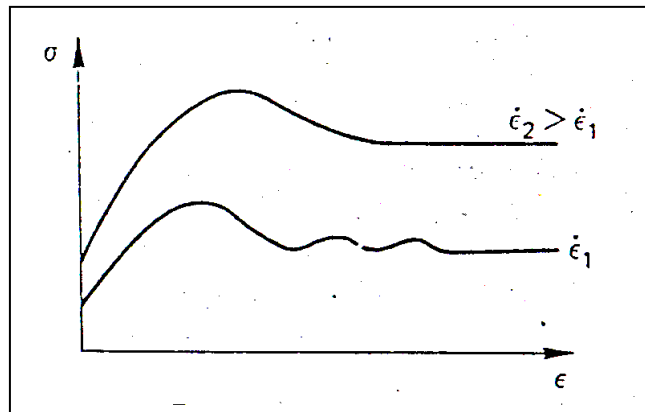
#### II.2.3.1 Introduction :

On parle de déformation à chaud, lorsque se produit une restauration de la structure, ou une recristallisation, qui s'oppose à l'effet de l'érouissage. Sa limite inférieure dépend de la vitesse de déformation ; on peut la situer vers  $0.4T_f$  ( $T_f$ , température de fusion en kelvins). La température ordinaire peut être pour certains métaux une température à chaud. La déformation à chaud est mise en jeu dans la pratique dans deux types de conditions très différentes :

- Fortes déformations sous vitesses élevées au cours de la mise en forme (laminage à chaud, forgeage, filage....).
- Conditions statiques (ou cycliques) de faible contrainte, ou ce qui compte d'abord est la résistance mécanique et la durée de vie des pièces (chaudières, moteurs,...).

#### II.2.3.2 Déformation à vitesse élevée :

L'aptitude à la déformation à chaud se mesure par la torsion au cours d'un essai de traction à chaud, ou par le nombre de tours à rupture au cours d'un essai de torsion à chaud. Ce dernier essai permet des déformations et des vitesses très élevées ( $\dot{\epsilon} \sim 0.01$  à  $100 \text{ s}^{-1}$ ) ; il peut constituer un essai de simulation des procédés industriels de formage. Les courbes contraintes- déformation ont une forme caractéristique (fig 15) ; avec un maximum suivi d'un palier, c'est-à-dire d'un état de régime stationnaire.



**Figure 15** : type de courbe de déformation à chaud [1]

( $\sigma = \text{cte}$  à  $\dot{\epsilon}$  et  $T$  cstes), typique d'un processus de déformation à chaud. Le maximum de la courbe se situe à une déformation d'autant plus grande que la vitesse est plus élevée et la température plus basse. Après le stade d'écrouissage préliminaire, deux processus peuvent se manifester :

➤ Formation de sous-grains, constituant une sous-structure équiaxe, dans le palier : c'est une restauration (ou polygonisation) dynamique, les sous-grains étant continuellement détruits et reformés. Ceci s'observe dans les métaux où la montée permet la formation de parois de dislocation (métaux à forte énergie de défaut d'empilement : aluminium et ses alliages, fer  $\alpha$  et aciers ferritiques, zinc....).

➤ Recristallisation dynamique, c'est-à-dire formation de nouveaux grains dont la taille dépend de la contrainte ; le palier correspond à un état de régime à contrainte et taille de grain constant. Ce processus est observé dans le nickel et ses alliages, les aciers austénitiques, le cuivre et ses alliages et d'une manière générale aux très fortes vitesses de déformation.

### ***II.2.3.3 Loi de comportement à chaud :***

Ce comportement peut être décrit par une relation entre les variables mécanique ( $\dot{\epsilon}$ ,  $\sigma$ ), une variable physique la température  $T$  et une variable microstructurale difficile à définir car la déformation n'est pas une variable d'état.

#### *Effet de la température :*

Dans un certains domaines de température et de contrainte, il est bien décrit par une loi d'Arrhenius :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp. (- Q / RT)$$

On peut déterminer l'énergie d'activation en comparant les vitesses  $\dot{\epsilon}$  à l'état stationnaire pour diverses température. Cette méthode n'assure pas que la microstructure est bien la même dans tous les essais. [1]

Effet de la contrainte :

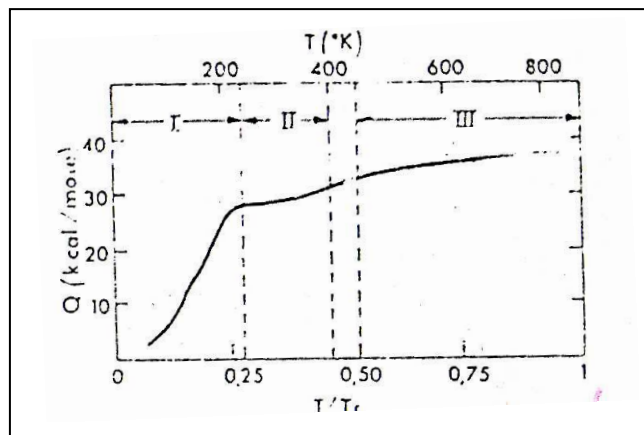
On peut chercher la loi reliant  $Z = \dot{\epsilon} \exp. (Q / RT)$  à la contrainte. Là encore il est préférable pour rester à structure constant d'effectuer des sauts de contrainte.

Effet de la microstructure :

La figure 16 montre des cellules ou sous-grains formés au cours du fluage stationnaire. En général, la taille des sous-grains  $d$  (ou la taille de grain dans le cas de recristallisation dynamique) est reliée à la contrainte par :

$$d = d_0 + k\mu b / \sigma^n$$

Avec  $n \approx 1$ .



**Figure 16** : variation de l'énergie d'activation du fluage avec la température [1]

## II.2.4 La superplasticité

### II.2.4.1 Introduction :

Il est délicat de vouloir donner une définition exhaustive et acceptée par tous de la superplasticité. On considère néanmoins généralement qu'elle peut se définir par la possibilité d'obtenir avec un matériau polycristallin déformé à haute température ( $T \geq 0,5 T_f$  où  $T_f$  est la température de fusion du matériau exprimée en Kelvins) des déformations particulièrement

importantes avant rupture. Ces déformations à rupture dépendent des matériaux testés pour fixer les idées, elles peuvent excéder 1000% dans le cas d'alliages métalliques et 100% dans le cas de céramiques.

#### ***II.2.4.2 La superplasticité et la taille des grains :***

On considère généralement que la présence de « petits grain » est une condition nécessaire pour l'apparition de propriété de superplasticité dans des gammes de vitesse compatible avec un procédé industriel. Dans l'alliage métallique, on situe la taille critique aux alentours de 10-20  $\mu m$  alors que pour les céramiques, cette taille est plutôt de l'ordre du micromètre. Cette relation étroite entre taille de grain et « potentiel superplastique » d'un polycristal provient du mécanisme de déformation prédominant en condition de superplasticité, à savoir le mouvement des grains les uns par rapport aux autres.

A basse température (c'est-à-dire, pour un matériau donné, à une température pour laquelle les processus thermiquement activés jouent un rôle mineure), on relie la limite élastique d'un polycristallin à la taille des grains par la loi de Hall-Petch. Lorsque la température de mise en forme est augmentée, la contribution des mécanismes thermiquement activés, telle que la restauration dynamique, devient importante.

Dans ces conditions, la sensibilité du comportement à la taille de grain généralement s'estompe. Dans de telle condition de déformation on génère souvent une sous-structure et une relation peut alors être identifiée entre la contrainte et la taille de sous-grains. On considère souvent que c'est lorsque la taille des grains devient plus petite que la taille de sous-grains susceptibles d'être générée (pour des conditions expérimentales), que l'on va obtenir des propriétés superplastique, le mécanisme dominant devenant alors le mouvement des grains.

Du fait de ce mécanisme dominant, la déformation superplastique va présenter quelques spécificités qui vont la distinguer des mécanismes traditionnels de la plasticité à chaud :

- ☛ Les grains vont pouvoir changer de voisins durant la déformation.
- ☛ Les grains ne vont pas changer de forme.
- ☛ La déformation ne va pas générer de texture marquée et va même pouvoir, dans le cas d'une microstructure présentant avant déformation une texture forte la réduire de manière très importante pour tendre vers une texture aléatoire.

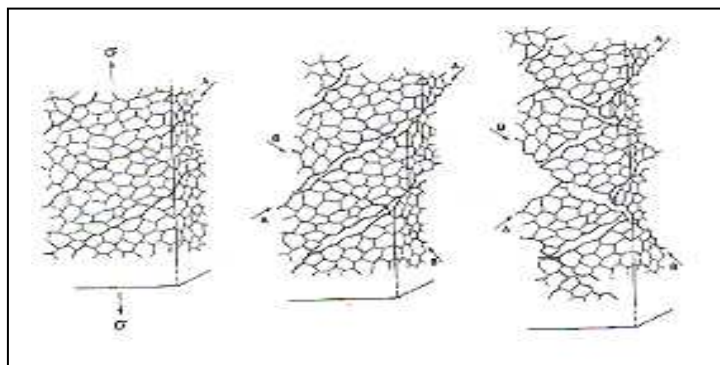
Les lois de comportement en superplasticité ont généralement la même forme que celles

fréquemment utilisées pour une déformation conventionnelle à haute température d'un polycristal, à savoir : [25]

$$\dot{\epsilon} = (A\Delta Gb/kT) (b/d)^3 (\sigma/G)^n$$

On voit ainsi que pour une contrainte donnée, on va promouvoir les propriétés superplastiques en réduisant la taille des grains mais également que pour une taille de grain donnée, on va pouvoir obtenir des propriétés superplastiques en diminuant la contrainte (ou la vitesse de déformation). De plus, la contrainte critique dépend elle-même de la taille de grains : plus cette dernière sera faible et plus la contrainte critique sera importante. En d'autres termes, à température constante, une réduction sensible de la taille des grains peut permettre l'obtention de propriétés superplastiques à de fortes vitesses de déformation. On peut de même montrer qu'une réduction de la taille de grains peut également permettre une diminution des températures d'obtention des propriétés superplastiques.

La figure 17 présente une déformation localisée dans certaines zones au sien de la microstructure et dans ces zones, des cisaillements à grande distance se développent [26]. La distance moyenne entre ces zones et les vitesses de cisaillement obtenues (pour une contrainte macroscopique donnée) vont alors contrôler le degré de localisation de la déformation superplastique de la microstructure.



**Figure 17** : illustration du développement de glissement à long distance durant la déformation superplastique d'un polycristal [26]



### ***II.2.4.3 Préserver la finesse des grains :***

Eviter le grossissement des grains est un souci constant en superplasticité. Cela provient du fait que la déformation superplastique s'effectue à haute température pour laquelle un grossissement des grains en statique peut déjà être attendu. De plus et en général, les conditions dynamiques accélèrent les cinétiques de grossissement des grains. En conséquences, différents leviers sont utilisés pour tenter de limiter un tel grossissement qui est bien sur préjudiciable au maintien des propriétés superplastiques. [27]

## **II.3 Recristallisation**

### **II.3.1 Introduction :**

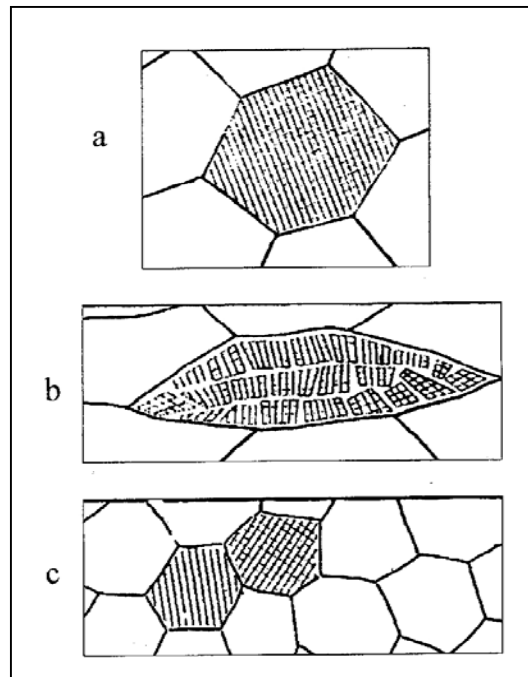
On dit qu'un métal est écroui, lorsqu'il a subi une déformation plastique à froid ; sa microstructure à été modifiée, ses propriétés physiques et mécaniques ont été altérées, une certaine quantité de l'énergie à été emmagasinée, car la plus grande partie du travail absorbé par la déformation du métal se transforme en chaleur [28] alors la partie restante s'accumule sous forme d'énergie potentielle est conduit à l'augmentation des défauts structuraux tels que:

- Défaut ponctuels : lacunes et interstitielles
- Défauts linéaires : dislocations
- Défauts de surface : défauts d'empilement, macles et sous grains.

Les défauts de structure formés lors de la déformation ne se trouvent pas généralement en équilibre thermodynamique [29] ; ceci fait que l'état d'un métal écroui est thermo dynamiquement instable. Mais pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant la déformation, un apport d'énergie est nécessaire, c'est -à -dire il faut le réchauffer, sauf, bien sur si la déformation à été appliquée à température assez élevée, par exemple le cas du fluage. Le réchauffage d'un tel métal provoque différents processus tels que la restauration et la recristallisation, qui ont pour but de détruire totalement l'écrouissage et de recréer une structure adaptée à un usage industriel quelconque.

Donc une structure écrouie est caractérisée par une forte déformation orientée des grains et même disparition des joints de grains, d'après la figure 18 les grains b ont un volume équivalant à celui des grains a. Les espaces clairs schématisent la fragmentation du réseau initial et les formes en trapèze symbolisent les déformations élastiques accompagnées de tensions. Au point de vue macroscopique, l'écrouissage d'un métal

conduit à une augmentation de la dureté (HV), de la résistance à la rupture (R) et de la limite élastique ( $R_{0,002}$ ), mais en contre partie conduit à la diminution de l'allongement à la rupture (A%) et de l'aptitude à la déformation (K) [30]



**Figure 18** : Déformation orientée du grain (a) Grain avant écrouissage (b), Grain après écrouissage et (c) Grain recristallisé [28].

L'écrouissage peut constituer un moyen et parfois le seul, d'élever la limite élastique et la dureté d'un métal, mais quand il dépasse un certain taux d'écrouissage, il peut présenter des inconvénients et peut être dangereux lorsqu'il devient une cause de fragilité. Comme il a été déjà mentionné le recuit provoque un retour plus ou moins important aux propriétés mécaniques et structurales et comprend deux grandes étapes :

- la restauration
- et la recristallisation

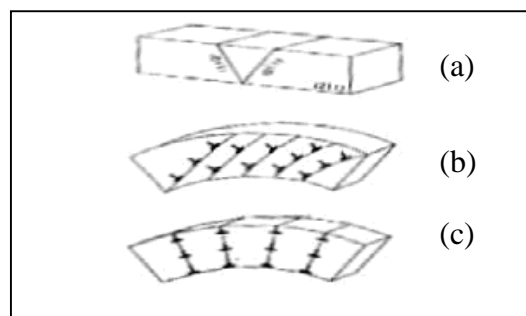
### II.3.2 Restauration :

C'est un traitement qui est effectué à une température inférieure à celle de la recristallisation (inférieure à  $0,2-0,3T_f$ ). La restauration est définie comme le rétablissement plus ou moins partiel des propriétés physiques ou mécaniques d'un métal écroui sans modification apparente de sa structure.

Les grains initiaux demeurent la base de la microstructure, mais il se produit une diminution du nombre des défauts ponctuels ainsi qu'une diminution de la densité des dislocations, accompagnée de réarrangement de celle-ci en configuration de plus basse énergie, sans toute fois que leur densité diminue de façon notable.

La mise en mouvement des seules dislocations implique un faible relâchement des liaisons atomiques. Le traitement de restauration est rarement appliqué aux aciers, il est par contre couramment appliqué aux alliages légers. Après écrouissage, les enchevêtrements des dislocations forment des parois relativement planes. Dans un premier temps, les dislocations se regroupent et se condensent dans les parois, l'intérieur de la cellule se trouve ainsi libre de dislocations, les parois se précisent et s'affinent. Dans un second temps ou durant la deuxième étape de restauration, appelée aussi polygonisation, est une fragmentation des grains en blocs plus petits légèrement désorientés les uns par rapport aux autres c'est-à-dire les cellules constituent alors des cristallites faiblement désorientés entre eux, aux formes polygonales caractéristiques.

La déformation d'un cristal, sous l'effet de flexion, produit des dislocations à distribution chaotique dans les plans de glissement (fig.19). Le chauffage qui rend possible l'autodiffusion formée à partir des dislocations en excès de même signe une paroi, ce qui aboutit à la constitution dans un monocristal ou dans les grains d'un polycristal de blocs (polygones) sans dislocations et séparés entre eux par des joints légèrement désorientés souvent de forme incurvée. Ce type de polygonisation se manifeste généralement après faible déformation accompagnée de chauffage à la température  $T = (0,25 \div 0,3 T_f)$ .



**Figure 19** : Evolution de la microstructure au cours de la restauration. Polygonisation après flexion d'un monocristal.(a) Orientation de l'éprouvette, (b) glissement au cours de la flexion, (c) polygonisation [30].

Dans les cas courants, la restauration ne modifie pas l'ensemble des propriétés mécaniques, cependant, sous l'effet de la restauration, la résistance de certains métaux (Al, Ti, Mo etc....) diminue sensiblement, alors que leur plasticité et leur résistance à chaud augmentent. A un moment défini de polygonisation, la dureté, la limite élastique conventionnelle, la limite de fatigue du cuivre, du nickel et de leurs alliages, ainsi que leurs plasticités s'améliorent et en même temps les effets non élastiques diminuent.

La consolidation résulte de la fixation des dislocations mobiles par les atomes des inclusions et dans les parois de dislocations apparues pendant la polygonisation du métal déformé. Donc au cours de la polygonisation on peut constater, dans certains métaux, la modification des propriétés physiques et mécaniques, de ce fait on distingue deux catégories de métaux [31] :

a) Les métaux à faible ou moyenne énergie de défauts d'empilement, dont les dislocations ne montent pas facilement et les propriétés mécaniques n'évoluent qu'au cours de la recristallisation, c'est le cas de nombreux métaux, notamment le cuivre.

b) Les métaux à forte énergie de défauts, dont le réarrangement des dislocations est facile, d'où la modification des propriétés mécaniques est notable avant la recristallisation ; C'est le cas de l'aluminium.

La cinétique de la restauration est très caractéristique et bien différentes de celle de la recristallisation; la vitesse de restauration est d'autant plus importante que la température est élevée, mais elle varie dans le sens inverse avec le temps de recuit.

### **II.3.3 Recristallisation primaire et secondaire :**

La recristallisation est caractérisée par le développement de nouveaux grains au dépend d'une matrice se trouvant dans un état structural moins parfait. Les conditions de chauffage et de maintien en température sont déterminées en fonction de la composition de l'alliage et du taux d'écroutissage. Les impuretés et les éléments d'addition ont pour effet d'augmenter la température de recristallisation tout en diminuant la mobilité des nouveaux joints de grains. Pour un même taux de déformation, la température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est long [32]. Cette transformation est accompagnée d'une diminution importante de  $R_m$ ,  $R_e$ , HV et d'une augmentation de A% et K. La recristallisation est précédée par la formation de nouveaux grains par germination et croissance dans un métal écroui.

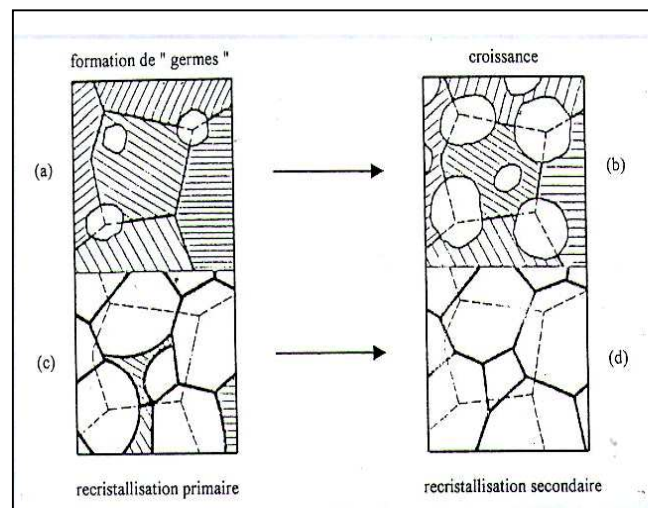
Ces germes sont d'autant plus nombreux que le taux d'écroutissage est plus élevé, et sont y fait des cristaux à l'état embryonnaire autour desquels les atomes viennent se rassembler. En conséquence, plus le taux d'écroutissage est important, plus la dimension des cristaux formés à la suite du recuit est faible.

La recristallisation s'effectue en 3 étapes :

- Germination
- Croissance
- et Coalescence.

### ***II.3.3.1. Recristallisation primaire (germination et croissance normale) :***

La recristallisation primaire résulte de la formation et de la croissance des germes en de nouveaux cristaux aux dépend d'une matrice qui dans un état structural moins parfait. Les germes apparaissent avec une orientation différente de celle de la matrice (fig.20) où ils sont nés ils croissent progressivement aux dépend des anciens grains déformés jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres et à ce stade, la recristallisation primaire proprement dite est achevée et on entre dans le stade appelé croissance des grains.

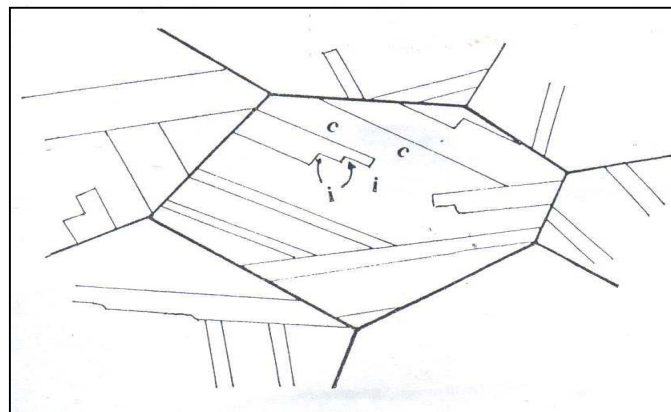


**Figure 20.** Schéma de la recristallisation [32]

La croissance de nouveaux grains est conditionnée par l'énergie de distorsion emmagasinée, c'est-à-dire pour diminuer l'énergie interfaciale totale, il peut y avoir un grossissement du grain de recristallisation primaire par migration des joints de grains, les gros

grains absorbent en général les petits. La force motrice de recristallisation primaire n'existe plus, cependant le métal recristallisé possède donc un excès d'énergie sous forme de joints de grains, la force motrice est alors l'énergie interfaciale des joints.

La croissance des grains se fait dans la direction où la désorientation est plus faible. Pour qu'un germe consume la structure qui l'entoure, il doit avoir une dimension suffisante et une certaine différence d'orientation par rapport au voisinage. Dans les métaux CFC de faible énergie de défauts d'empilement (cuivre et ses alliages, aciers inoxydables austénitiques), il apparaît de nombreuses macles, dites macles de recuit. Sur une coupe métallurgique, elles apparaissent sous la forme de lamelles, qui peuvent traverser tout le grain (fig.21) et elles sont limitées par des joints cohérents qui coïncident avec le plan de macles. Leur origine s'explique par la faible mobilité des joints de macles [32].



**Figure 21** : Macles de recuit (c) interfaces cohérentes et (i) incohérentes [32]

### ***II.3.3.2. Recristallisation secondaire (croissance anormale) :***

Lorsqu'on poursuit le recuit après recristallisation totale, cette dernière est suivie d'un remaniement de la structure, au cours duquel, certains grains grossissent aux dépens d'autres, qui disparaissent (fig.22) simplement certains grains de petite taille, issus de la recristallisation primaire sont caractérisés par un certaine orientation cristallographique, se mettent soudainement à croître, d'où le nom souvent utilisé de recristallisation secondaire [33].



**Figure 22** : Evolution de grain lors de la recristallisation secondaire [33].

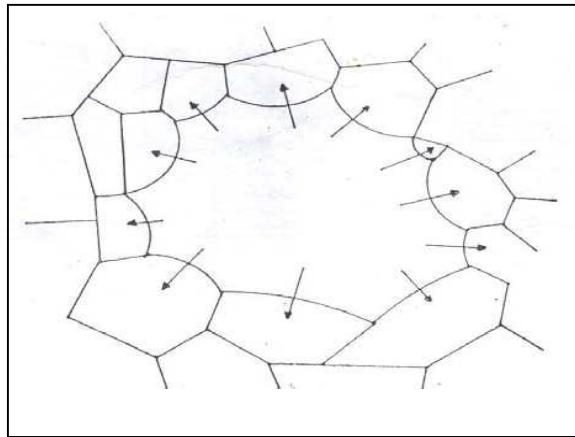
Le métal recristallisé possède donc un excès d'énergie sous forme de joints de grains, et la force motrice est alors l'énergie interfaciale des joints.

Au cours de la recristallisation secondaire, la structure est momentanément constituée de deux familles de grains de grosseurs différentes, jusqu'à ce que les nouveaux cristaux aient envahi toute la masse, alors les joints de grains en croissance migrent dans la direction de leur centre de courbure (fig.23) [34].

Ceux-ci atteignent alors une taille moyenne d'équilibre, qui est fonction de plusieurs paramètres, tels que les inclusions finement disséminées, conduisent à la modification de la cinétique de grossissement du grain. Si leur répartition n'est pas uniforme, la taille finale du grain peut-être hétérogène.

La température du recuit est le facteur le plus important pour un métal, dans des conditions d'érouissage déterminés, le grain grossit d'autant plus vite que la température est élevée. Le taux d'érouissage intervient indirectement, en affinant d'abord le grain de recristallisation de manière qu'après grossissement dans des conditions déterminées (température et temps de recuit déterminé), le grain est encore d'autant plus fin que l'érouissage est plus fort en affinant d'abord le grain de recristallisation de manière qu'après grossissement dans des conditions déterminées (température et temps de recuit déterminé), le grain est encore d'autant plus fin que l'érouissage est plus fort.

La majeure partie du grossissement du grain s'effectue assez rapidement (durant les premières minutes), et le phénomène n'évolue ensuite que très lentement. Les longues durées de maintien donnent néanmoins des grains sensiblement plus gros.



**Figure 23** : Croissance anormale du grain [34]

La taille des grains obtenus après recuit de recristallisation, qui ne peut se produire qu'à partir d'un certain taux critique de déformation [35], influence beaucoup sur les propriétés des alliages, car une structure à grains fins est plus résiliente qu'une structure à gros grains, qui n'est pas favorable pour des sollicitations mécaniques [33]. Le choix de la température de recristallisation est fonction du taux d'écroutissage et de la durée de recuit.

Pour que les grains restent fins il faut choisir des températures de recuit non élevées et des durées de maintien courtes, car les températures élevées conduisent parfois au lieu d'une croissance normale des grains à une croissance anormale. Une morphologie de croissance anormale pour certains grains est néfaste pour un matériau destiné à la mise en forme car elle peut conduire à sa fragilisation [36]. Le nombre de sites favorables à la germination est influencé principalement par le taux d'écroutissage. Cependant pour des taux d'écroutissage faibles il a été observé une germination avec distorsion des joints de grains et pour des taux d'écroutissage élevés, les limites à grands angles produites par les bandes de cisaillement dans les grains initiaux, agissent comme lieu de germination.

L'effet des particules de la seconde phase est très complexe dans la recristallisation des alliages métalliques, car l'interaction résultant de l'association du joint de grain et une particule de seconde phase résulte de la réduction de l'énergie totale de joint et a comme conséquence une cessation de la croissance [37]. Gladman [38] [39] a considéré le rôle des particules de deuxième phase en relation avec la croissance du grain individuel dans une structure polycristalline bidimensionnelle ou le nombre de grain qui peut se développer est restreint de



sorte qu'à mesure que la taille des grains augmente, peu de grains possèdent la possibilité d'immigrer jusqu'à ce que la croissance soit libre. Généralement la cessation de croissance ne correspond pas toujours à un état d'équilibre et d'autre part il y'a trois raisons qui nous oblige à connaître l'effet des particules de la seconde phase sur la recristallisation:

- La plupart des alliages industriels contiennent des particules de la seconde phase qui peuvent modifier la taille des grains lorsque la température change [40].
- Ces particules ont une grande influence sur la cinétique, et la texture de recristallisation. Drolet [41] a démontré que le cycle thermique peut avoir comme conséquence le développement d'une sous structure de dislocations empêchant la croissance du grain.
- La possibilité de contrôler la dimension du grain et la texture durant le processus thermodynamique [42].

### ***II.3.3.3 Mouvement du joint de grain :***

La recristallisation et la croissance sont basées sur le mouvement du joint de grain, dont la force motrice de migration est dans la réduction de son énergie totale. Il existe deux probabilités pouvant provoquer la migration du joint. La première probabilité conditionne le mouvement du joint de grain, par l'existence d'une différence dans l'énergie libre par unité de volume entre les deux grains adjacents, dans ce cas il y aura une pression sur le joint, alors ce dernier migre d'une région à basse énergie vers une région à haute énergie, c'est le cas de la recristallisation.

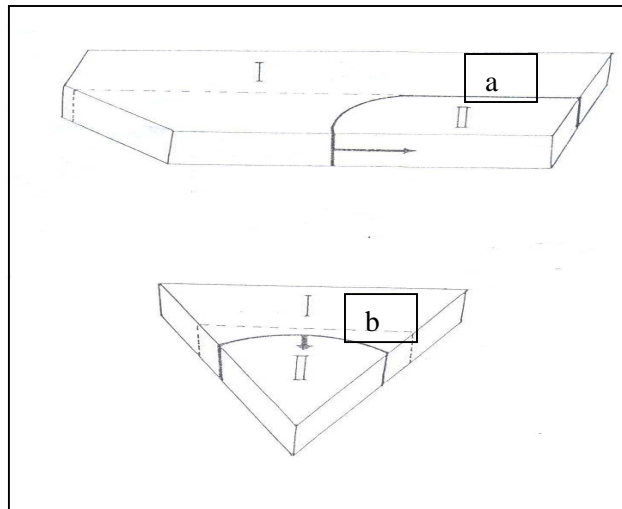
La deuxième probabilité est basée sur la réduction de l'énergie totale du joint de grain, qui représente la force motrice de sa migration, c'est le cas de la croissance du grain [43], dont il existe différents modèles géométriques du mouvement du joint de grains et en particulier dans un bicristal, où le calcul de la force motrice de déplacement du joint de grain est basé sur la réduction de l'aire du joint de grain.

Schwindermann et al[44][45] ont développé un modèle géométrique lors d'une étude faite sur un bicristal d'aluminium (fig.24a), où le joint migre avec une force motrice constante du grain I vers le grain II. De même Roth et al [46][47] adoptèrent la technique du coin pour étudier la migration du joint de grain dans un bicristal (fig.24b) pour l'initiation du mouvement du joint, du grain I au grain II. Ce dernier se transforme de la forme plane à la forme cylindrique

de rayon  $x$ , si  $\gamma$  est l'énergie de surface du joint, l'expression de la pression du joint sera :

$$P = \gamma / x,$$

Donc la force motrice augmente avec le rapprochement du joint à la pointe du bicristal, ce qui donnera à la fin un monocristal



**Figure 24** : Schéma d'un bicristal (a) géométrie à force constante [45] [46] et (b) géométrie du coin [46] [47]

## II.4 Le laminage à chaud :

### II.4.1 Différentes phases du laminage à chaud :

Dans ce paragraphe, nous allons décrire les différentes phases du laminage à chaud et les mécanismes physiques mis en jeu, après avoir présenté les caractéristiques du produit initial qu'il s'agisse d'une brame ou d'une billette

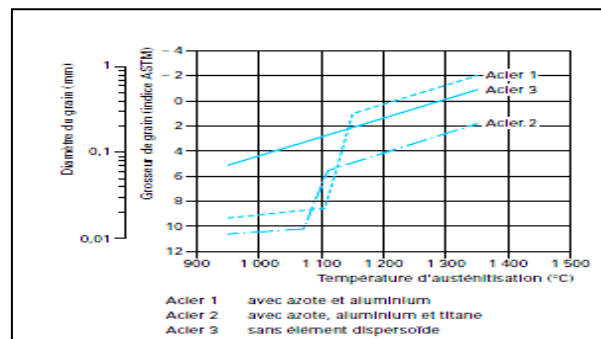
#### II.4.1.1 Réchauffage :

Le réchauffage des aciers au carbone et des aciers microalliés a trois objectifs principaux. Le premier, d'ordre mécanique, est simplement de porter le métal à une température suffisante pour diminuer les efforts de formage, accroître la ductilité de l'acier de façon à pouvoir lui appliquer des déformations importantes, et de terminer le laminage dans le domaine austénitique. Le second objectif, qui est plutôt une conséquence favorable du premier, est de se placer dans le

domaine austénitique avec, pour conséquences, d'effacer partiellement la structure très grossière issue de la solidification et de réduire les gradients de composition dus au phénomène de ségrégation. Enfin, l'objectif essentiel de cette phase de réchauffage est la remise en solution des précipités apparus au cours de la solidification, en premier lieu parce qu'ils sont trop gros, et donc pas assez nombreux pour contribuer au durcissement de l'acier à température ambiante, et parce que les éléments tels que le niobium, le titane ou le vanadium jouent un rôle très important sur l'évolution de la structure au cours du laminage et de la transformation allotropique lorsqu'ils sont en solution solide.

#### II.4.1.2 Croissance des grains au réchauffage :

Une des conséquences métallurgiques de la dissolution des précipités est la croissance du grain de réchauffage. En effet, lors de l'austénitisation ( $T > A_{c3}$ ), les grains austénitiques apparus aux anciens joints de grains ferritiques ont tendance à croître sous l'effet de la température. Néanmoins, l'énergie motrice de cette croissance étant relativement faible, les précipités issus de la solidification, même grossiers et donc peu nombreux, bloquent les mouvements des nouveaux joints de grains. Au fur et à mesure de la dissolution des précipités, les joints retrouvent leur mobilité et les grains peuvent croître. Ces phénomènes sont visibles sur la (fig.25) pour les aciers 1 et 2 contenant des éléments dispersoïdes; les zones de croissance rapide de la taille des grains se situent dans les domaines de température correspondant à une remise en solution partielle des précipités où coexistent des grains fins encore bloqués par des précipités et des grains plus gros ayant crû librement. Il est souhaitable de se placer hors de ces domaines de température caractérisés par des structures hétérogènes, tout en restant à des températures modérées de façon à limiter l'explosion des grains.



**Figure 25 :** Évolution de la taille de grain austénitique en fonction de la température de réchauffage [48]

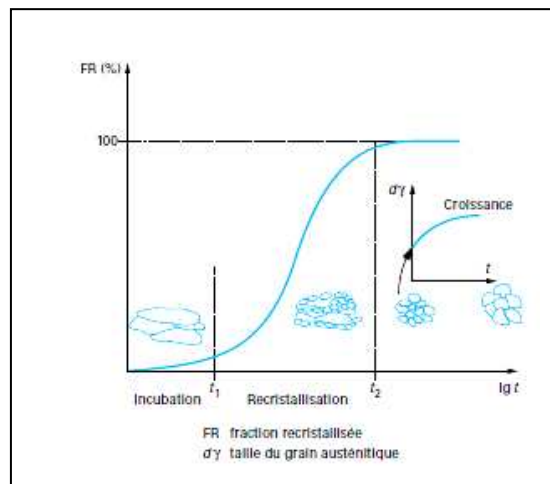
### ***II.4.1.3 Recristallisation statique :***

La recristallisation statique est le mode privilégié d'évolution structurale des aciers lors de leur mise en forme à haute température. Elle a donc été étudiée de façon assez complète en termes de mécanismes, cinétiques et conséquences sur la structure [49] [50] [51] [52]. L'effet des paramètres thermomécaniques et de la composition chimique de l'acier est décrit dans les paragraphes suivants.

#### **II.4.1.3.1 Spécificités du phénomène de recristallisation statique :**

Comme indiqué précédemment, la recristallisation procède par germination et croissance de nouveaux grains. La recristallisation complète est atteinte lorsque les grains écrouis ont été intégralement éliminés et remplacés par des grains équiaxes. Sauf cas exceptionnels, la taille des grains en fin de recristallisation est plus fine que la taille de grain initiale. La recristallisation statique se produisant après l'arrêt de la déformation, sa cinétique est de ce fait exprimée en fonction du temps ; elle présente une allure spécifique (fig.26) qui est bien traduite par une loi de type Avrami:

$$FR(t) = 1 - \exp(-kt^n)$$



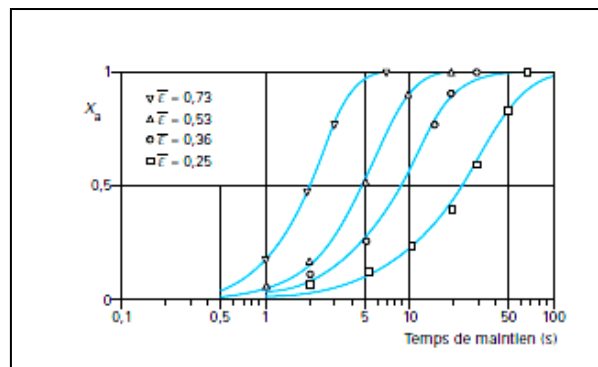
**Figure 26 :** Cinétique de recristallisation statique [56]

II.4.1.3.2 Effet des paramètres thermomécaniques sur les cinétiques de recristallisation statique et sur la structure en fin de recristallisation :

Les deux paramètres thermomécaniques prépondérants en termes de recristallisation statique sont le taux de déformation et la température. Nous évoquerons également l'effet de la vitesse de déformation.

► Effet du taux de déformation :

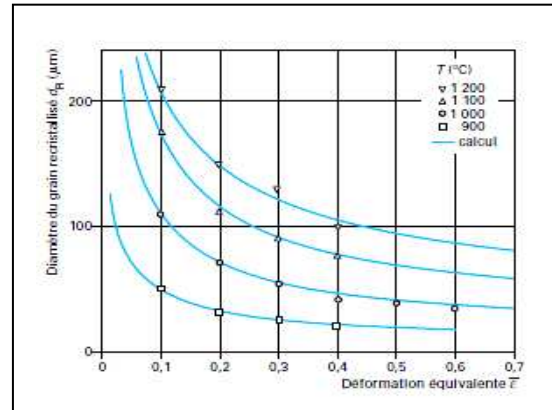
Plus la déformation appliquée est forte, plus l'énergie emmagasinée dans la structure est importante et plus la force motrice de la recristallisation est élevée. Cela se traduit par une accélération des cinétiques (fig. 27) en termes de germination (temps d'incubation plus court) et en termes de croissance des grains (pente de la courbe plus forte).



**Figure 27** : effet de la déformation sur les cinétiques de recristallisation statique [56]

Il faut néanmoins indiquer l'existence d'un taux de déformation critique en deçà duquel il n'y a pas de recristallisation ; les études publiées par différentes équipes situent cette déformation critique autour de 5 à 7 %.

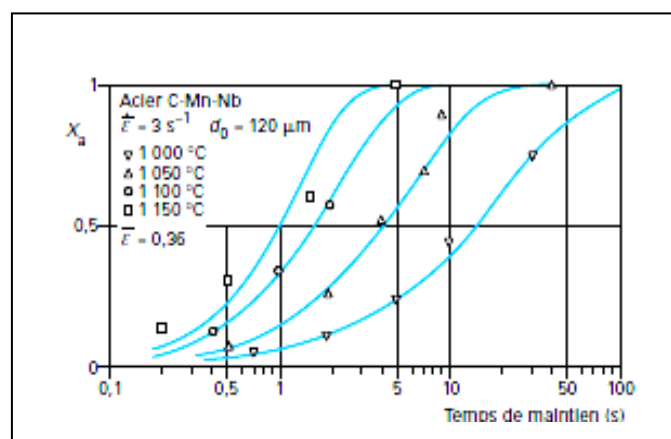
En ce qui concerne la taille de grain en fin de recristallisation, plus le taux de déformation appliqué sera élevé, plus les sites de germination seront nombreux : en conséquence, la taille de grain recristallisé diminue lorsque la déformation augmente (fig. 28).



**Figure 28 :** Effet de la déformation et de la température sur la taille du grain recristallisé [56]

► Effets de la température :

Deux phénomènes antagonistes sont associés à l'effet de température. D'un côté, à taux de déformation constant, plus la température est élevée, plus l'écrouissage de la structure à l'arrêt de la déformation est faible en raison d'une plus importante restauration dynamique (niveau de contrainte plus bas quand la température augmente) avec, pour conséquence, une force motrice a priori plus faible (cf. paragraphe précédent). En revanche, l'effet considérable de la température sur les phénomènes de diffusion accélère la croissance des nouveaux grains recristallisés et, donc, la cinétique. La figure 29 démontre que le second effet est largement prépondérant.



**Figure 29 :** effet de la température sur les cinétiques [56] de recristallisation statique.

Plus la température est élevée, plus le grain recristallisé est gros (cfc.fig28). Cela est la conséquence des deux phénomènes décrits ci-dessus : plus la température est élevée, plus l'écroissage en fin de déformation est faible et donc moins nombreux sont les germes des nouveaux grains. En outre, plus la température est élevée, plus la croissance des nouveaux grains sera rapide.

#### II.4.1.3.3 Croissance du grain recristallisé :

Lorsque la recristallisation complète a été atteinte, les grains recristallisés continuent à croître sous l'effet de la température. Le résultat principal des études conduites sur ce thème montre que plus la recristallisation est rapide, plus la croissance des grains après recristallisation complète est importante. C'est le cas à haute température ou pour de forts taux de déformation.

#### ***II.4.1.4 Recristallisation dynamique***

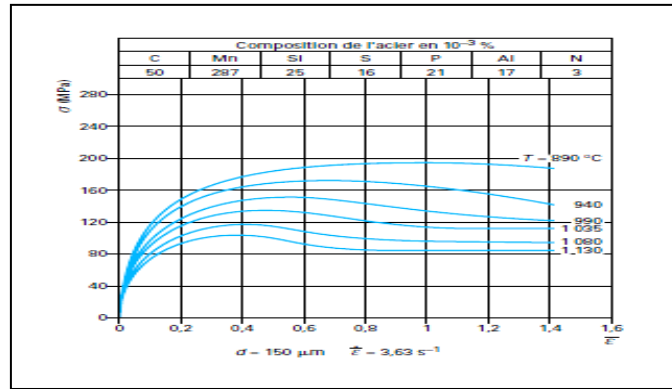
Ce mécanisme a été étudié de façon plus limitée [53] [54] [55]. Dans le cas du laminage des aciers, son implication n'a été envisagée que fort récemment [55]. Nous allons, dans un premier temps, décrire brièvement le phénomène et ses conséquences sur l'évolution de la structure de l'acier au cours du laminage, puis nous présenterons les effets des paramètres thermomécaniques et analytiques sur les cinétiques et sur les structures obtenues.

#### II.4.1.4.1 Effet des paramètres thermomécaniques sur les cinétiques de recristallisation dynamique et sur la structure

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

##### ► Effet de la température :

Plus la température est élevée, plus la recristallisation dynamique apparaît pour de faibles déformations et plus la cinétique est rapide (fig30) ; cet effet s'explique par une augmentation de la vitesse de germination avec la température et, simultanément, par la plus grande mobilité des joints de grains. Les grains en cours de recristallisation envahissent donc plus rapidement la structure qui, à l'arrêt de la déformation, sera plus grossière.



**Figure 30** : effet de la température sur la cinétique de recristallisation dynamique [56]

► Effet de la vitesse de déformation :

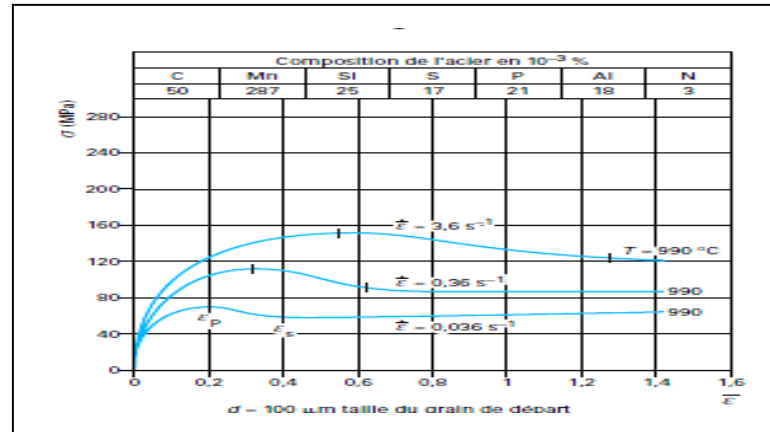
L'effet de la vitesse de déformation sur la déformation critique d'apparition de la recristallisation dynamique  $\epsilon_c$  est, en revanche, controversé. Si on relie ce paramètre à la déformation au pic de contrainte  $\epsilon_p$  par une relation de proportionnalité du type  $\epsilon_c = a \epsilon_p$  (avec  $a < 1$ , typiquement compris entre 0,7 et 0,8, hypothèse admise par un certain nombre d'auteurs), on déduit de la figure 31, que plus la vitesse de déformation est élevée, plus le déclenchement de la recristallisation dynamique est retardé. Néanmoins, des études métallographiques fines ont récemment montré que la déformation critique  $\epsilon_c$  est indépendante de la vitesse de déformation. Le débat reste ouvert.

En revanche, plus la vitesse de déformation est élevée, plus la cinétique sera lente. Cela est directement visible sur les courbes de la figure 31, où l'on observe nettement l'augmentation du paramètre  $\epsilon_s$  que nous avons associé, dans un but de simplification, à la recristallisation dynamique complète.

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

Nous venons de passer en revue l'effet des paramètres thermomécaniques sur la recristallisation dynamique. En revanche, nous n'avons pas décrit l'influence de la taille de grain initiale sur ce phénomène, sachant qu'elle est très faible en termes de cinétique et nulle en termes de structure lorsque l'on a atteint la recristallisation dynamique complète.





**Figure 31** : effet de vitesse de déformation sur la cinétique de recristallisation dynamique [56]

$\epsilon_p$  : déformation au pic de contrainte

$\epsilon_s$  : déformation d'entrée dans le régime stationnaire

#### II.4.1.4.2 Croissance des grains recristallisés dynamiquement :

Nous nous plaçons volontairement dans le cas où la recristallisation dynamique a été complète, c'est-à-dire lorsque la déformation appliquée excède  $\epsilon_s$ . La structure obtenue est très fine mais les grains vont rapidement croître sous l'effet de la température, en particulier parce que leur croissance a été inhibée au cours de la déformation par l'écroutissage permanent des grains environnants. Il faut simplement retenir que les cinétiques de croissance sont extrêmement rapides et que, pour exploiter pleinement l'affinement du grain austénitique obtenu par recristallisation dynamique, il est indispensable de refroidir très rapidement le produit dès l'arrêt de la déformation.

## II.5 Transformation de ferrite et amélioration de grain induit par déformation en acier à faible teneur en carbone

### II.5.1 Introduction :

La microstructure granuleuse Ultrafine est l'un des dispositifs les plus importants pour de futurs aciers. On le montre que la transformation de ferrite induite par déformation (DIFT) est une méthode très efficace pour produire la ferrite granuleuse ultra-fine. Cette méthode peut plus facilement être commercialement réalisée que d'autres méthodes d'ultra-amélioration de grain en partie en raison de sa similitude à TMCP qui est employé couramment dans la ligne de

production en série. L'amélioration de grain est considérée comme la seule méthode pour améliorer la force et la dureté des aciers simultanément.

D'abord, la transformation de  $\gamma \rightarrow \alpha$  se produit pendant la déformation plutôt que pendant le refroidissement après déformation. En second lieu, des grains ultrafins de ferrite ont pu être obtenus par la transformation. Le travail à nous prouve que la transformation est induite par l'augmentation de l'énergie libre d'austénite et de la densité d'emplacement de nucléation provoquées par la déformation appliquée, ainsi chacune de variables de déformation, aussi bien que la contrainte, la vitesse de déformation, la température ou la façon de déformation pourraient exercer un effet sur la transformation. Ainsi, nous a nommé ce genre de transformation en tant que « transformation de ferrite induite par déformation » (abrégée comme DIFT) [57, 58]. DIFT a été appliqué par les auteurs pour raffiner des grains de ferrite 3 au  $\mu\text{m}$  dans à faible teneur en carbone plat aciers et 1  $\mu\text{m}$  en aciers microalliés, avec la limite conventionnelle d'élasticité à grimper jusqu'au niveau de 400MPa et de 800MPa respectivement [57-59].

L'avantage de DIFT au-dessus d'autres méthodes d'ultra-amélioration de grain est que DIFT pourrait être réalisé aux installations productives industrielles existantes ou dans modifiées. Par conséquent, on s'attend à ce que le traitement de DIFT ait un futur attrayant pour l'application. Quelques résultats de la recherche à nous seront présentés en ce document, et trois matières seront abordées : thermodynamique de DIFT, évolution microstructurale pendant le DIFT et amélioration de grain de acier microallié par le roulement de DIFT.

### II.5.2 Thermodynamique de DIFT :

Le changement d'énergie libre de la transformation de  $\gamma \rightarrow \alpha$  sans déformation est exprimé par :

$$\Delta G = -V\Delta G_{\text{chem}} + A\sigma_{\gamma/\alpha} + \Delta G_s$$

Si l'austénite est déformée, l'énergie de déformation cumulée devrait être prise en compte. L'équation (9) est écrite commela relation suivant :

$$\Delta G = -V\Delta G_{\text{chem}} + A\sigma_{\gamma/\alpha} + \Delta G_s - \Delta G_D = -V(\Delta G_{\text{chem}} + \Delta G_D - \Delta G_s) + A\sigma_{\gamma/\alpha}$$

$\Delta G_{\text{chem}}$  : est la force d'entraînement chimique,

$\Delta G_D$  : est l'énergie de déformation cumulée

$\Delta G_s$  : est énergie de tension,

$\sigma_{\gamma/\alpha}$  : est l'énergie de frontière de  $\gamma/\alpha$ .

Il peut voir que la force d'entraînement pour DIFT se compose de deux parts : un est la force d'entraînement chimique  $\Delta G_{\text{chem}}$ , l'autre est le cumulé d'énergie de déformation  $\Delta G_D$ . Par conséquent, il est important d'obtenir la valeur de la déformation cumulée énergie quantitativement et pour étudier son influence sur DIFT. Les auteurs ont essayé d'étudier cette énergie de déformation cumulée [58].

### ***II.5.2.1. Énergie de déformation cumulée :***

On pense l'énergie de déformation cumulée de l'austénite pour se composer principalement de deux parts : énergie de joint de grain et énergie de dislocation. L'augmentation de l'énergie de joint de grain pendant la déformation dépend de deux facteurs. D'abord, la déformation prolonge des grains d'austénite et augmente les secteurs de joint de grain. En second lieu, la déformation augmente le désordre de la structure de joint de grain, qui mène à une augmentation de l'énergie de joint de grain par unité de superficie  $\sigma_{\gamma/\gamma}$  (accru par approximativement 10%). Assumer le grain initial d'austénite est cubique avec la taille de  $D_0$  et le mode de déformation est compression de contrainte plate, l'énergie de joint de grain par taupe d'unité,  $\Delta G_{gb}$  comme en fonction de la contrainte peut être exprimé par :

$$\Delta G_{gb} = [\exp(\epsilon) + \exp(-\epsilon)] \cdot \sigma_{\gamma/\gamma} \cdot V_{\gamma} / D_0$$

$$\sigma_{\gamma/\gamma} = 0.8 \text{ J/m}$$

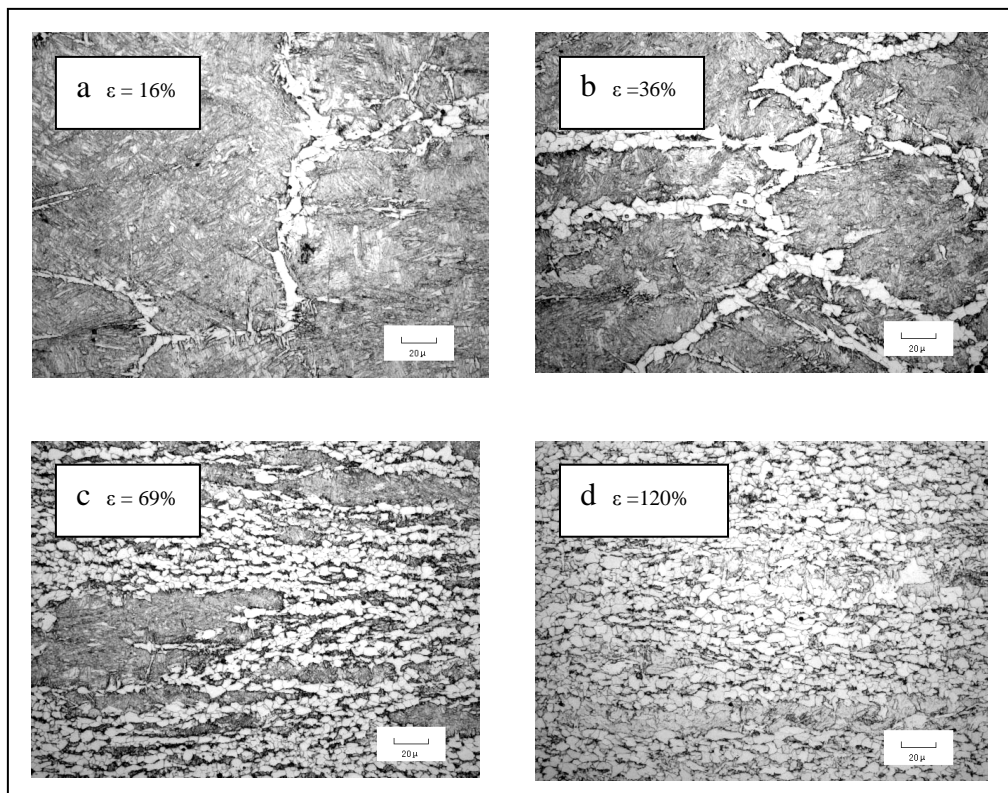
$V_{\gamma}$  : est le volume moléculaire d'austénite

$\epsilon$ : est contrainte.

### **II.5.3 évolution microstructurale pendant le DIFT :**

Comme mentionné ci-dessus, DIFT est une méthode plus efficace pour l'amélioration de grain que TMCP conventionnel. Mais la raison n'a pas été faite clairement encore. Afin de la clarifier, il est nécessaire d'étudier l'évolution microstructurale pendant le DIFT et pendant

TMCP conventionnel. Fig.32 montre les microstructures de l'acier A obtenu par déformation à 1053K et une vitesse de déformation de  $15s^{-1}$  à de diverses contraintes. Il peut être vu que les ferrites induits par déformation (DIF) sont premièrement nucléés aux joints de grain d'antérieur-austénite (Fig.32 (a)), et puis occuper tous les joints de grain d'antérieur-austénite, formant une structure réticulaire continue (Fig.32 (b)). Avec l'augmentation de la contrainte, les emplacements de nucléation de la ferrite sont changés en intérieur des grains d'antérieur-austénite, qui mène à une augmentation violée de la quantité de ferrite (Fig.32 (c)). [60]

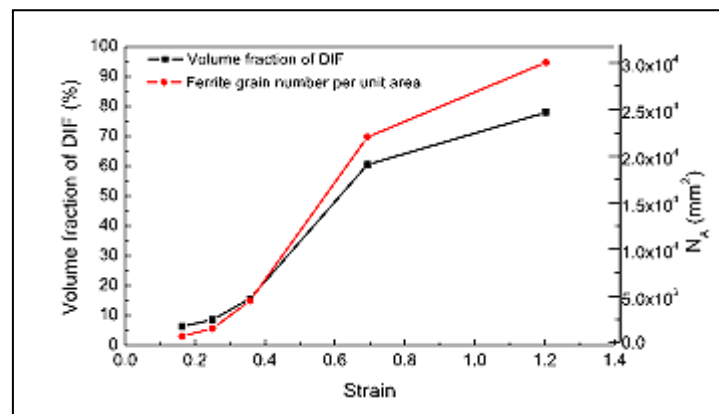


**Figure 32** : microstructures obtenues par déformation à 1053 et vitesse de déformation de 15s à de diverses contraintes pour l'acier 0.087%C [60]

La fraction de volume de DIFT en fonction de contrainte est montrée dans Fig.33. Il peut voir que la courbe de quantité contrainte de transformation montre une forme sigmoïde, ainsi il signifie que la transformation procède relativement lentement à des niveaux plus bas et plus élevés de contrainte et procède le plus rapidement au niveau moyen de contrainte. Fig.33 montre également le rapport entre le nombre de grain de DIF par unité de superficie et la contrainte, qui montre également une forme sigmoïde.

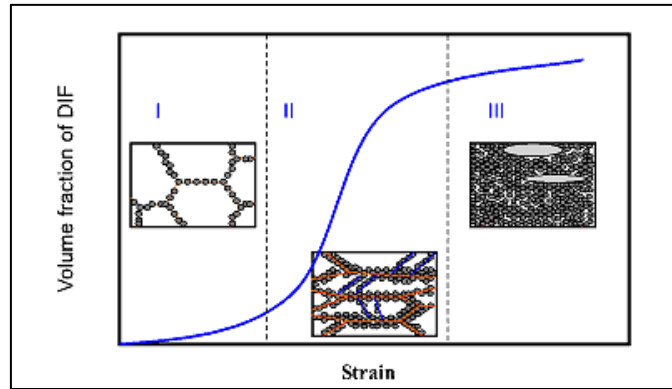
Ainsi, il y a trois étapes pour DIFT : la première phase avec le taux de nucléation inférieur, la seconde étape avec un taux de nucléation plus élevé et la troisième étape avec le taux de nucléation inférieur. Comme mentionné ci-dessus, les joints de grain d'antérieur austénite sont la force Emplacements de nucléation à l'étape initiale. Apparemment, le taux de nucléation est relativement bas puisque les emplacements de nucléation fournis par les joints de grain d'austénite sont très limités.

À l'étape intermédiaire, cependant, les bandes de déformation sont formées dans les grains d'austénite, qui fournissent les emplacements abondants de nucléation, et le furthermore, les interfaces de  $\gamma/\alpha$  deviennent également les emplacements potentiels de nucléation. Ceux-ci mènent au taux de nucléation élevé et au taux de transformation à ce stade. À la phase finale de transformation, la fraction de volume de DIFT approche l'état d'équilibre, menant au la diminution du taux de nucléation et la transformation évaluent. [60]



**Figure33** : la fraction de volume de DIF et de grain de ferrite numérote par unité de surface en fonction de la contrainte. [60]

Fig.10 illustre schématiquement l'évolution à trois étapes de microstructure pendant le DIFT.



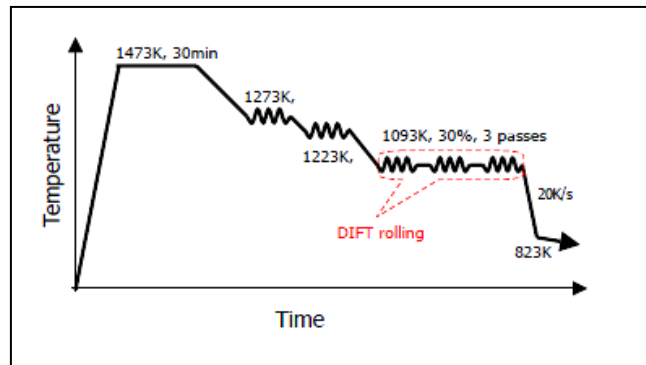
**Figure 34** : illustration schématique de l'évolution microstructurale à trois étages pour DIFT

#### **II.5.4 Amélioration de grain d'acier microallié par le roulement de DIFT :**

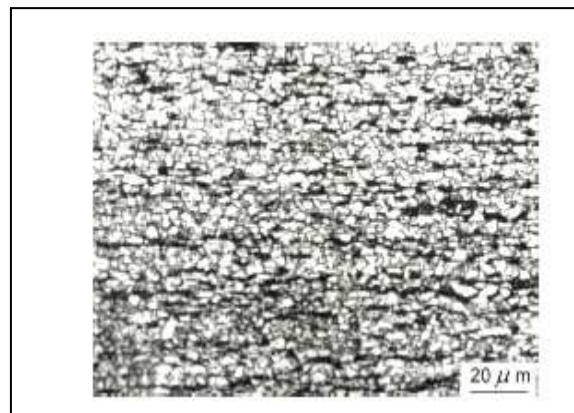
Beaucoup d'essais de roulement ont été effectués dans un laminoir de laboratoire pour étudier l'efficacité de l'amélioration de grain par DIFT. Un exemple est montré comme suit. Le matériel expérimental était un acier NOTA:-V-n microallié commercial avec les compositions 0.094%C- 0.47%Si- 1.38%Mn- 0.1%V- 0.04%Nb- 0.02%Al -0.018%N.

Le plat en acier avec l'épaisseur 30mm a été premièrement imbibé à 1200°C pour 30min, suivi du passage cinq roulant à une épaisseur finale 3mm, s'est alors refroidi à 20K/s à 550°C et finalement s'est refroidi lentement dans un four à la température ambiante. Le programme de roulement est montré dans Figure35. Le rôle du premier roulement de passe à 1000°C est de raffiner des grains d'austénite par la recristallisation considérant que les grains fins d'austénite seront salutaires à DIFT. Le rôle du deuxième roulement de passe à 950°C est de favoriser la précipitation de (NOTA, V) (C, N), qui s'est avéré pour aider à accélérer la Cinétique de DIFT [58].

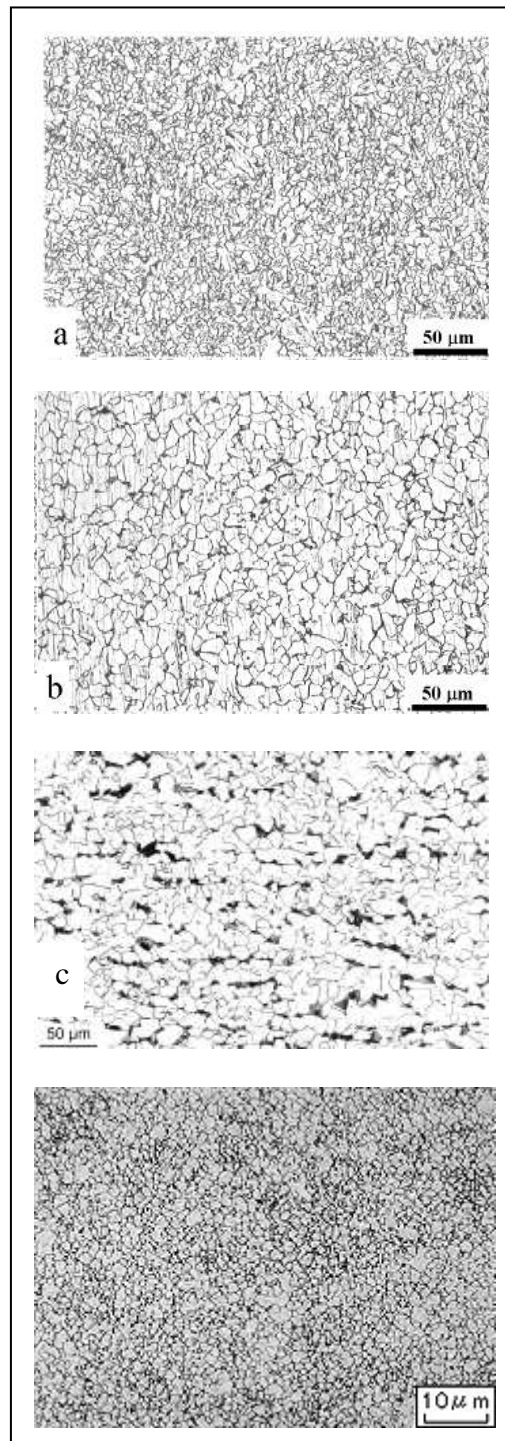
Le roulement final de trois passages à 820°C est considéré s'accorder de roulement de DIFT à l'observation microstructurale de l'eau a éteint des échantillons [56]. La microstructure finale de l'acier expérimental est montré dans Fig36. Il peut voir que des grains ultrafins de ferrite avec 1,5  $\mu$  m dans la taille est obtenus. La taille du grain est beaucoup plus petite que cela produit par TMCP conventionnel (4-5  $\mu$  m).



**Figure 35** : programme de déformation pour le roulement de laboratoire [60]



**Figure 36** : microstructure d'acier microallié avec un grain ultrafin [60]

**II.5.5.Exemple microstructurale sur l'affinement du grain d'acier :****Figure37** : quelque microstructure d'acier avec des grains fins

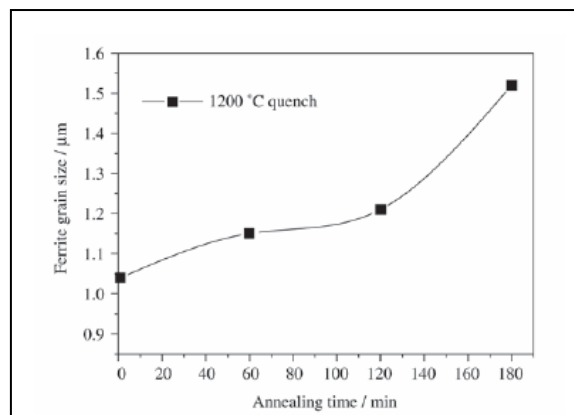
(a) : C% = 0.064,  $T_{\epsilon} = 718^{\circ}\text{C}$  [61]    (b) : C% = 0.054,  $T_{\epsilon} = 850^{\circ}\text{C}$ , [61]

(c) : C% = 0.13,  $T_{\epsilon} = 860^{\circ}\text{C}$  [62]



### II.5.6 L'influence de temps de recuit sur la taille des grains :

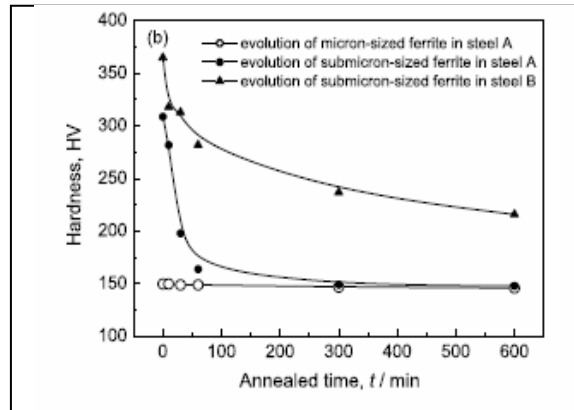
Le schéma 38 montre l'effet fort du temps de recuit des échantillons de traitement soumis à un traitement thermique sur le grosseur du grain de ferrite final. L'amélioration de grain de ferrite était meilleure quand l'échantillon avait soumis au recuit pendant une heure parce qu'une grande amélioration avec une structure plus uniforme a été atteinte. En attendant, les temps de recuit courts favorisent un grain plus fin mais avec la microstructure non homogène. De fig. 38 peuvent être montrés que la grosseur du grain de ferrite presque accru 50% quand le changement de temps de recuit de 1 minute ( $1,04\mu\text{m}$ ) à la 180minute ( $1,52\mu\text{m}$ ) pour l'état  $1200^\circ\text{C}$  de extinction initial. Néanmoins, pour plus le temps de recuit long la microstructure a été très raffiné comme peut être vue dans fig.38. [63]



**Figure 38** : Effet de temps de recuit de  $800^\circ\text{C}$  sur la grosseur du grain de ferrite après les échantillons chauds de roulement pour l'état de extinction initial de  $1200^\circ\text{C}$ . [63]

### II.5.7 L'influence le temps de recuit sur HV

Fig.39 montre la dépendance de la moyenne la dureté de Vickers (HV) et le temps de recuit (t) ou La dureté est diminué avec l'augmentation du temps de recuit (Fig.39). La taille du grain moyen de ferrite et la dureté sont beaucoup moins susceptible avec l'augmentation du temps de recuit, montrant peu de changements. [64]



**Figure 39** : la dureté de Vickers en fonction du temps de recuit [64]

## II.6 L'influence de la taille du grain sur les propriétés mécaniques de l'acier

### II.6.1 Introduction :

L'influence de la taille du grain sur les propriétés mécaniques de l'acier le plus généralement est exprimée dans une série d'équations constitutives qui ont la forme de Hall-Petch. Sur la gamme des grosseurs du grain conventionnels, les valeurs des propriétés mécaniques typiques augmentent avec la racine réciproque de la taille du grain. L'équation de Hall-Petch de classique rapporte la limite conventionnelle d'élasticité au la taille du grain :

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y d^{-1/2}$$

$K_y$  : la pente de Hall-Petch

$d$  : la taille du grain moyen

L'applicabilité large de la relation générique de Hall Petch rend lui un des relations constitutives les plus importantes en science des matériaux, et certainement le plus commun dans mécanique métallurgie.

### II.6.2 L'influence une taille du grain sur la force

Il y a au moins quatre modèles conceptuellement différents qui mènent à une relation de Hall-Petch pour la limite conventionnelle d'élasticité. (1) le premier, et le plus généralement cité, est le modèle de collision de dislocation [65]. Laissez un choix de dislocations identiques empiler

vers le haut contre un joint de grain sous l'effort de cisaillement efficace,  $\tau_e = (\tau - \tau_i)$ , où  $\tau$  est l'effort appliqué et le  $\tau_i$  est une correction locale due au frottement et aux efforts arrières. Il peut facilement montrer que l'effort à la tête de la collision est :

$$\tau_p = n\tau_e$$

### II.6.3 Application de la relation de Hall-Petch pour la force

Les issues qui doivent être abordées dans l'application de la relation classique de Hall Petch incluent la mesure de la taille du grain, l'utilisation de la taille du grain moyen, et la panne possible de l'équation quand la taille du grain est raffinée au nanoscale.

#### II.6.3.1 Sélection de la taille du grain :

Tandis que les divers modèles décrits surtout mènent à une relation de Hall Petch de la forme classique, ils diffèrent dans la mesure appropriée de la taille du grain, en particulier quand les grains sont irréguliers dans la forme (comme en aciers martensitiques). La collision de dislocation et les modèles de glissade sont basés sur la longueur de l'avion de glissade actif, et par conséquent emploieraient la mesure de la taille du grain qui détermine le libre parcours moyen pour la glissade. Dans le cas des formes irrégulières de grain ceci devrait être la longueur moyenne de l'avion de glissade dominant ( $\{110\}$  en Fe) dans la longue dimension du grain. Le modèle de densité de dislocation rapporte la force au secteur de joint de grain par volume unitaire, et semblerait employer une mesure moins cristallographique du diamètre de grain efficace. Le modèle statistique mesurerait la taille du grain comme perpendiculaire de largeur à la direction du glissement.

Dans le cas de l'acier martensitique la mesure admise de la taille du grain est la taille du bloc cristallographique logique, qui peut être la longueur de paquet ou longueur de bloc, si le paquet est subdivisé. Il est difficile mesurer ce grosseur du grain avec des techniques optiques, ainsi la taille du grain antérieur d'austénite est employé souvent à la place [66], sur la prétention habituellement fiable que la longueur de concordance cristallographique est déterminée par la taille du grain antérieur d'austénite, si elle n'est pas égale à elle. Le retour rapide [67] et les traitements rapides de solidification [68] ont été employés pour casser vers le haut l'alignement des lattes en paquets et pour créer les martensites ultrafines granuleuses. Dans notre expérience, le retour rapide n'exerce pas un effet dramatique sur la force, probablement parce que les lattes tendent à maintenir des formes avec  $\{110\}$  avions alignés le long du d'axe long. Cependant, on a

rapporté que la solidification rapide mène à la dureté exceptionnelle [68], avec un taille du grain de Hall-Petch correspondant rudement à la largeur de latte. Il n'est pas clair pourquoi ceci devrait être le cas.

### *II.6.3.2 La taille du grain moyen*

Puisqu'un matériel rapporte inévitablement à son élément plus faible, il peut sembler inadéquat d'employer la taille du grain moyen comme variable constitutive dans la relation de Hall-Petch. Une certaine mesure la taille du grain maximum, ou le faisceau le moins susceptible des grains, discutablement, serait plus approprié.

Si, cependant, l'ensemble d'échantillons qui sont employés pour examiner la relation de Hall-Petch ont des microstructures qui sont géométriquement semblables, dans le sens qu'elles ont les distributions normales semblables des tailles du grain et des formes, alors la taille du grain moyen est une mesure appropriée. Quelque taille du grain ou distribution de grain commande réellement le mécanisme de rendement, parce que les microstructures géométriquement semblables qu'il mesure avec la taille du grain moyen.

Si la taille du grain moyen est un paramètre de graduation plutôt que direct, variable mécaniste alors que la valeur précise de la pente de Hall-Petch changera avec les caractéristiques morphologiques de la microstructure. Les matériaux avec des distributions très différentes de grosseur du grain obéiront légèrement des formes de la relation de Hall-Petch. Cette issue a été étudiée par Kurzydowski et Bucki [69], qui a employé la métallurgie des poudres pour faire les échantillons en aluminium avec de diverses distributions de grosseur du grain, et près Weertman et collègues [70], qui ont étudié le comportement des échantillons granuleux ultrafine de Cu et de palladium en fonction du traitement. Les deux ensembles d'investigateurs ont constaté que les échantillons avec des microstructures géométriquement différentes ont des réponses sensiblement différentes aux changements de la grosseur du grain moyen.

En tant que prévu [69], pour des valeurs données du grosseur du grain moyen, des échantillons avec des distributions de grandeurs relativement larges, et, par conséquent, des populations relativement grandes des grains grand que moyens, étaient plus doux que ceux avec des distributions étroites de grosseur du grain au même grosseur du grain.

### ***II.6.3.3 Déviations de Hall-Petch à la taille du grain fin :***

Celui que le mécanisme qui conduit la relation de Hall Petch là devrait être une grosseur du grain si petit qu'il cesse de s'appliquer. La recherche sur une série de matériaux [71], y compris les aciers [72], suggère que cette limite tombe à environ grosseur du grain moyen de 20 nanomètre. Raffiner le grosseur du grain au delà de ce point ne produit pas d'habitude plus de haute résistance, et peut même mener « à Hall-Petch inverse » un comportement dans lequel la dureté diminue avec une taille du grain plus fin.

Au moins trois hypothèses plausibles ont été avancées pour expliquer la limite de petite taille-grain de la relation de Hall-Petch.

D'abord, on l'accepte généralement que quand la grosseur du grain devient suffisamment petite le mécanisme dominant de déformation change de la glissade transgranulaire en le joint de grain glissant, ainsi la relation de Hall-Petch ne s'applique plus. Tandis que nous savons sans évidence expérimentale directe, cette hypothèse est soutenue par des simulations sur ordinateur récentes de déformation en matériel ultrafin grain [71,73]. Cependant, il n'est pas clair de ces simulations ce joint de grain le glissement a pu devenir dominant aux grosseurs du grain aussi grands que 20 nanomètre ; une simulation récente pour le Cu suggère une transition à 6-7 le nanomètre [73].

En second lieu, les grains très petits ne peuvent pas soutenir des distributions des dislocations, ainsi les mécanismes de densité de collision et de dislocation pour le comportement de Hall-Petch cessent de s'appliquer. Le travail expérimental convenable a été récemment édité par Misra, et autres [74], qui a étudié la dureté de mince, les films stratifiés, utilisant la microscopie électronique de transmission pour surveiller des distributions de dislocation. Ils ont trouvé le comportement de Hall-Petch dans plusieurs systèmes aux grosseurs du grain plus grands qu'environ 20 nanomètres, mais dans déviations significatives à de plus petites tailles. Le changement du comportement est venu approximativement à la grosseur du grain auquel le contenu maximum de dislocation dans les grains a chuté à 2 ou à moins. Il devrait noter, cependant, que la géométrie de leurs échantillons ne favorisait pas le glissement de joint de grain.

Troisièmement, il n'est pas facile de fabriquer les spécimens ultrafins granuleux, et il y a un risque particulier que les échantillons qui sont comparés pour examiner la relation de Hall-Petch peuvent différer qualitativement dans les dispositifs géométriques importants de leurs

microstructures. Si la pente de Hall-Petch est microstructure sensible, car elle semble être dans au moins quelques systèmes, alors les différences microstructurales peuvent produire des déviations à partir de la loi de Hall-Petch. Weert Man et évidence actuelle des collègues [70] que c'est une source de déviation de la relation de Hall-Petch en Cu et palladium ultrafine granuleux.

#### **II.6.4 L'influence une taille du grain sur la rupture**

Il y a au moins trois modes distincts de rupture qui sont importants pour le comportement mécanique de l'acier : rupture ductile par la nucléation et la croissance des vides, et rupture fragile par l'intermédiaire du fendage transgranulaire ou de la séparation intergranulaire. Il n'est pas clair qu'il y ait un effet direct de grosseur du grain sur la rupture ductile, bien qu'il y ait certainement un effet indirect par l'effet de la grosseur du grain sur la force. L'amélioration de grain améliore la dureté de rupture en mode intergranulaire fragile.

## Etude expérimentale et méthodes d'analyses utilisées

### III.1. Introduction :

L'étude expérimentale constitue la base de l'émission des hypothèses concernant les mécanismes de recristallisation. Dans notre matériau, elle permet de confirmer certaines des théories mises en avant lors de l'étude bibliographique ou nouvellement émises à la suite de ce travail. Après une présentation générale du matériau étudié, des traitements thermique et thermomécaniques imposent à ce dernier, les principales techniques expérimentales utilisées sont présentées. Les principaux résultats concernant cette étude appliquée à notre matériau acier BS2(P245NB) (0.19% C) sont présentés aux chapitres suivants.

### III.2. Matériaux étudié (tôle d'acier) :

Pour notre étude on a utilisée une tôle d'acier de type hypoeutectoïde (0.19% C) avec une épaisseur initiale « $e_0 = 2.65\text{mm}$  ». ce matériau est utilisé pour la fabrication des bouteilles de gaz de nomenclature BS2(P245NB) conforme à la norme 10120 et dont la composition chimique est montrée au tableau 4 :

Eléments	C	Si	Mn	P	S	AL	Nn	Nb	Ti
La quantité massique (%)	0.19	0.25	0.4	0.025	0.015	0.09	0.009	0.05	0.03

**Tableau 4** : la composition chimique de l'acier BS2 (P245NB)

#### III.2.1. Traitement thermomécanique :

Pour mettre évidence les différentes transformations microstructurales et l'influence du taux de déformation, le temps de maintien et la température sur la taille des grains et le mécanisme de recristallisation, on a choisi des traitements thermomécaniques avec une température d'austénitisation  $T = 1150^\circ\text{C}$  et des taux de déformation qui varient de 45 à 80%.

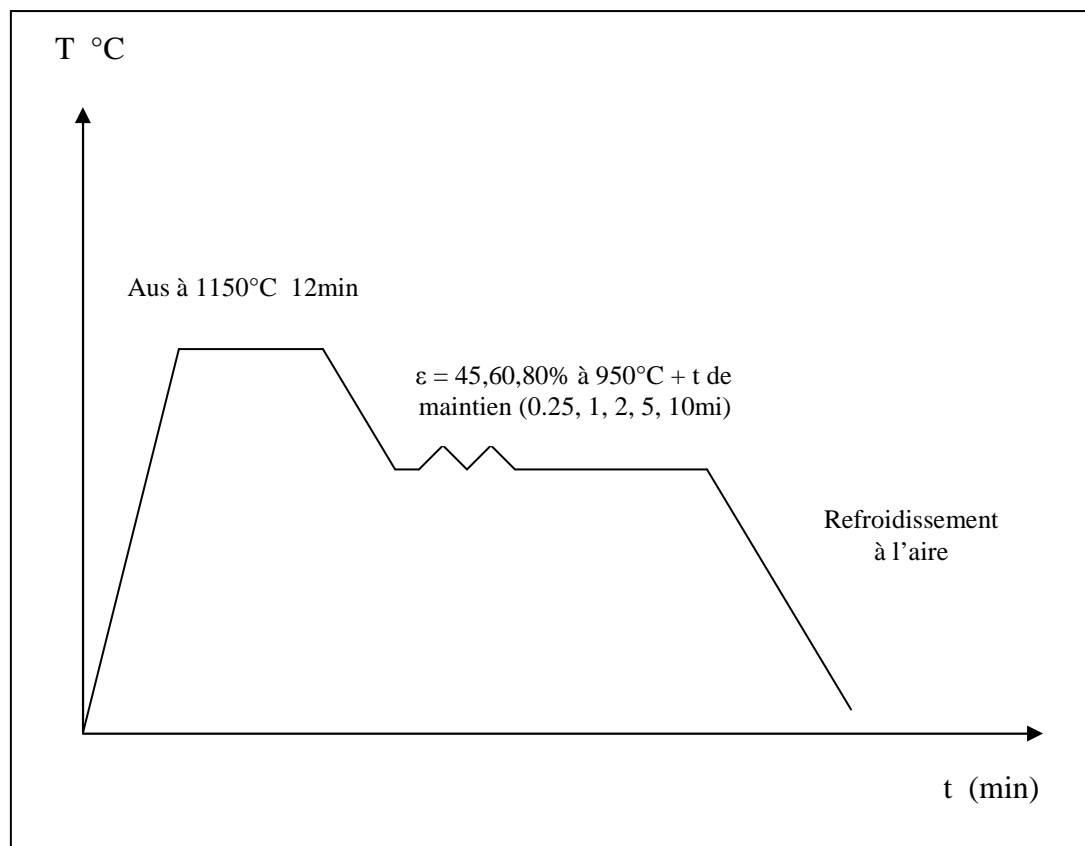
Les conditions des traitements thermomécaniques utilisés dans l'expérimentation sont indiquées dans le tableau suivant

	T d'austénitisation (°C)	T de déformation (°C)	$\epsilon$ (%)	Temps de maintien (min)	Mode de refroidissement
Cycle	1150	950	45 -60 -80	0.25 - 1 -2 -5 - 10	A l'aire

**Tableau 5** : le traitement thermomécanique appliqué

### III.2.2. Le cycle de traitement thermomécanique :

La figure suivante montre le premier cycle de traitement thermomécanique qui a pour but de provoquer l'affinement des grains dans notre acier.



**Figure 40** : Cycle de traitement thermomécanique appliqué à l'acier 0.19% C



Pour ces traitement thermomécanique, on a utilisé un four électrique programmable de température maximale  $T_{max} = 1220^{\circ}\text{C}$  (Fig 41), et un laminoir qui permet de réduire l'épaisseur de la tôle.



**Figure 41 :** Four électrique programmable

### **III.3 Préparation métallographique des échantillons :**

Les échantillons sont découpés sous forme parallélépipédique de 2 cm de longueur, et 1 cm de largeur. L'étude de la microstructure nécessite des surfaces bien polies, de façon à ce qu'elles ne présentent aucune rayure susceptible de gêner l'examen micrographique.

Pour cela, les échantillons sont polis mécaniquement sur papiers abrasifs (du numéro 120 au numéro 2000), puis à la pâte diamantée de granulométrie  $0.5\mu\text{m}$ .

Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et ensuite séchés. Les surfaces sont ensuite attaquées chimiquement par un réactif très utilisé pour les acier : c'est le nital 4% (une solution alcoolique nitrique) de composition 96% d'éthanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) et 4% d'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ).

### III.4 Les techniques d'analyse :

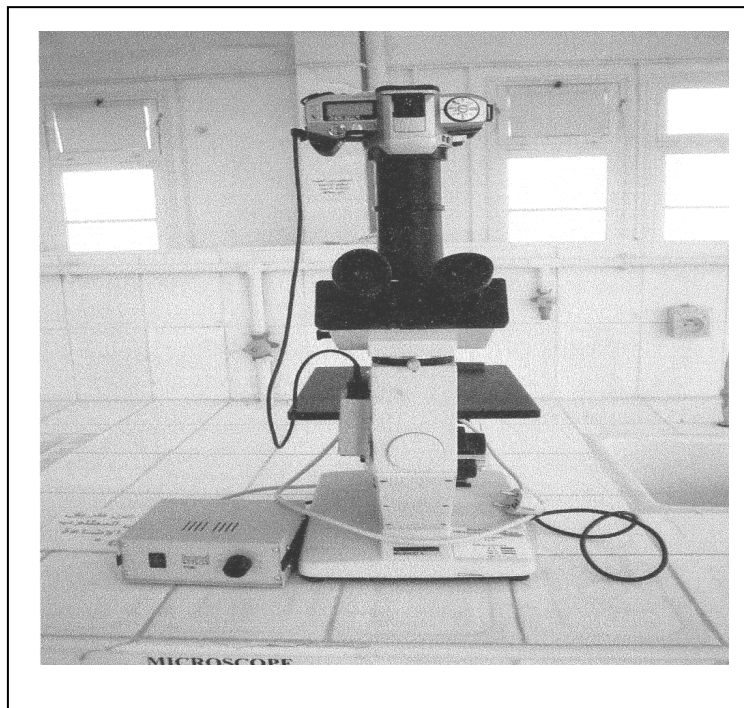
Les techniques d'analyse utilisées dans ce travail sont :

- la microscopie optique (M.O)
- Microscope électronique à balayage (M.E.B)
- la diffraction des rayons X (DRX)
- la microdureté Vickers (HV)

#### III.4.1 Microscopie optique :

La première approche pour une compréhension des différents traitements thermique et thermomécanique que subit l'échantillon est sa microstructure, car on peut observer, pour une matrice déterminée, l'évolution des grains (la taille, la forme...), la répartition des précipités, mouvement du joint de grain, les lignes de glissement, et bien d'autres caractéristiques structurales.

Pour cela, on a utilisé un microscope métallographique de type Hund équipé d'un appareil photo numérique (Fig42) qui nous a permis de prendre des micrographies de la structure des échantillons étudiés pour des grossissements allant jusqu'à 800 fois.



**Figure 42** : Microscope métallographique.

### III.4.2 Microscope électronique à balayage (M.E.B) :

Pour une bonne résolution et des grossissements plus importants qu'en microscope optique, on a eu recours au microscope électronique à balayage de marque Jeol.

### III.4.3 Microdureté :

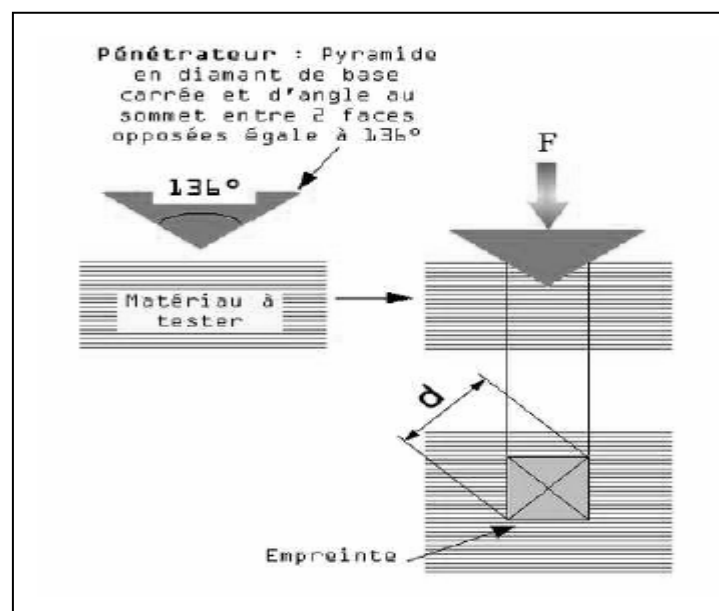
La dureté de Vickers est le rapport entre la charge appliquée et la surface projetée de l'empreinte rémanente (Fig.43) :

$$HV = F/S$$

Où F est la charge appliquée en kgf, et S la surface de l'empreinte en mm<sup>2</sup>. La valeur S s'obtient à partir de la mesure de diagonale d en mm.

$$\text{Soit : } S = d^2 / 2 \cos 22^\circ$$

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



**Figure 43** : la méthode Vickers de mesure de dureté

Pour suivre la dureté de notre acier on a utilisé un appareil de mesure de dureté de marque Affri à affichage numérique (Fig.44).

Nous avons opté pour des mesures de dureté Vickers avec une charge de 100g. De cinq à sept mesures sont effectuées sur chaque échantillon et une moyenne est prise avec élimination des valeurs non conformes.



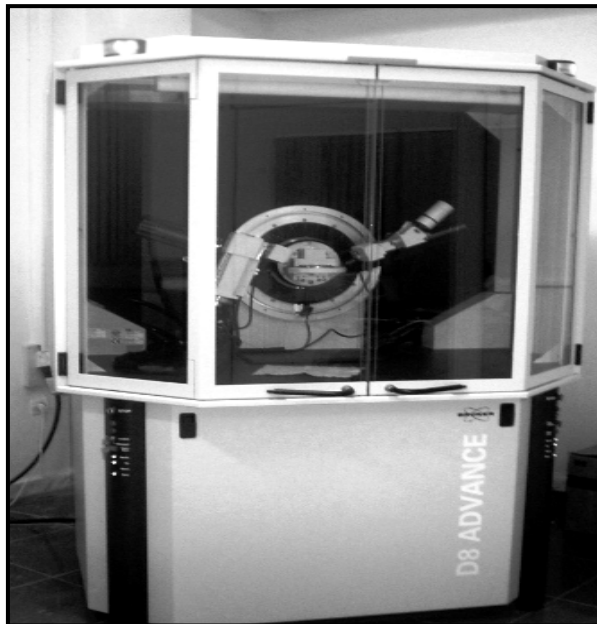
**Figure 44** : Microduromètre

#### ***III.4.4 Diffraction des rayons x :***

La diffraction se produit quand une radiation électromagnétique interagit avec les atomes d'un réseau cristallographique et quand la longueur de l'onde diffractée équivaut à l'espace interréticulaire. A partir des relations basées sur les découvertes de Laue et Bragg, la diffraction des rayons X peut être interprétée comme une réflexion sur une famille de plans  $\{hkl\}$ . Pour une famille donnée de plans cristallographiques  $\{hkl\}$ , de distance interréticulaire  $d$ , la relation de Bragg donne la relation entre l'angle d'incidence  $\theta$  (angle de Bragg) du faisceau par rapport aux plans considérés  $\{hkl\}$ , sa longueur d'onde  $\lambda$  et  $d$ .

$$\lambda = 2d \sin\theta$$

L'analyse par la technique de diffraction des rayons X a été réalisée avec un appareil Bruker Analytical X-ray Systems du Laboratoire des RX à l'université de Biskra (Fig.45)



**Figure 45** : diffractomètre

## Conclusion générale

Le présent travail avait pour objectif la compréhension de l'évolution de la microstructure (la taille des grains) lors de la mise en forme par laminage à chaud une tôle d'acier destinée à des applications industrielles. Nous avons essayé d'appliquer des traitements thermomécaniques afin de voir l'évolution de la taille des grains et surtout de trouver q'elles sont les conditions de traitements thermomécaniques qui permettent de donner la taille des grains la plus fine.

Pour aboutir à notre objectif, on a utilisé la microscopie optique pour suivre l'évolution microstructurale et la micro dureté pour connaître l'évolution des propriétés mécaniques et la diffraction des rayons X.

Nous allons résumer les résultats acquis lors de cette étude et dégager les questions qui suscitent encore des réflexions.

► L'affinement des grains liés par l'augmentation de l'énergie stockée avec le taux de déformation par laminage à chaud, c'est-à-dire plus le taux de déformation augmente plus l'énergie stockée augmente et plus la taille des grains est réduit. Pour notre étude la taille des grains la plus petite est obtenue pour un échantillon fortement déformé à chaud (80%)

► Plus le temps de maintien de recuit est court plus la taille des grains de l'acier diminue la taille des grains la plus petite est obtenue pour un échantillon déformé à chaud puis recuit à 950°C pendant 0.25min.

► Plus la vitesse de refroidissement est élevée plus les grains d'acier sont fins.

► La dureté de Vickers est augmentée avec l'augmentation de taux de déformation et la diminution de temps de maintien de recuit.

### **Perspectives :**

Essayer de changer la température de recuit.

## Chapitre IV Résultats et interprétations

### IV.1 Introduction :

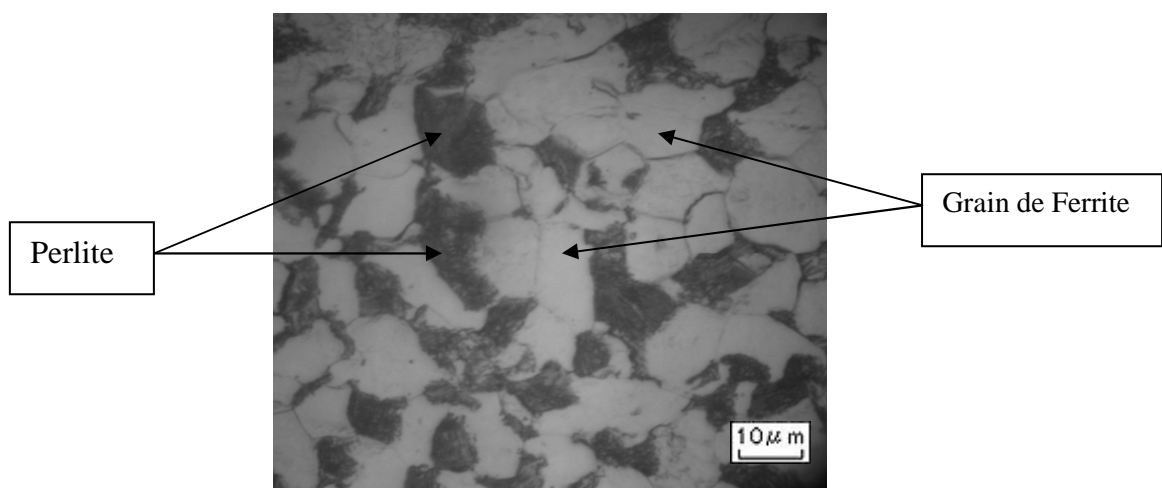
Il est connu que les aciers à basse teneur en carbone possèdent une bonne aptitude à la mise en forme (bonne ductilité). Le laminage est un procédé de mise en forme qui est utilisé comme un procédé de fabrication des tôles minces, où le durcissement des tôles d'acier augmente avec le taux de déformation. Les échantillons d'acier ont été laminés à chaud jusqu'à un taux de déformation de 80% dans un temps de maintien variantes jusqu'à 10 min (chap. III, tableau5). Cette déformation entraîne d'importantes modifications de la microstructure.

Dans ce chapitre, on présente les résultats des traitements thermomécaniques appliqués à notre acier et ce-ci à partir de l'état de réception (non déformé).

### IV.2 Traitements thermomécaniques de l'acier 0.19%C :

#### IV.2.1 Microstructure initiale de l'acier 0.19%C (état non déformé) :

Le produit de départ est un tôle d'acier de 2.65 mm d'épaisseur (chap. III, paragraphe II) et est un acier hypoeutectoïde ( $C \leq 0.8\%$ ) de structure ferréto-perlitique avec des grains ferritiques gros de taille moyenne de  $22\mu\text{m}$  (Fig.46). La ferrite, constituant majeur est une solution solide de carbone dans le fer  $\alpha$ , cristallisant dans le système cubique centré. La cémentite est un composé défini  $\text{Fe}_3\text{C}$  (carbure de fer) qui cristallise dans le système orthorhombique. La perlite constituant de notre acier est sous forme lamellaire (Fig.46).



**Figure 46** : Microstructure de l'acier 0.19%C non déformé (état initial).

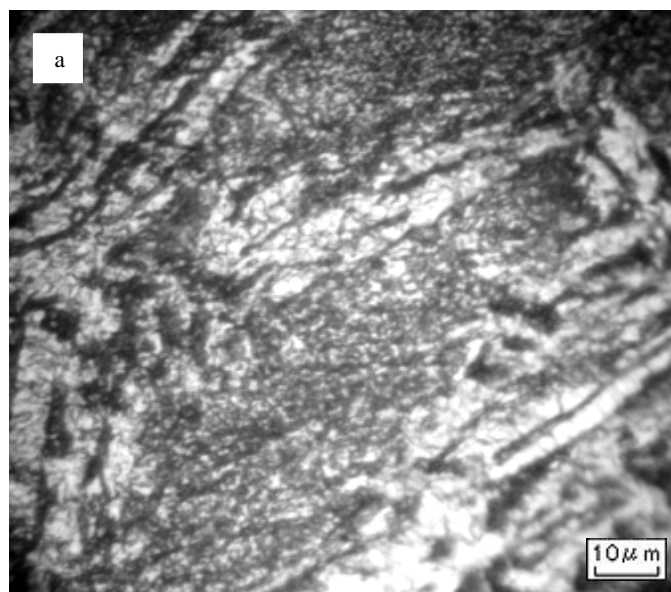
## IV.2.2 Evolution de la microstructure de l'acier 0.19%C au cours de la déformation à chaud

### IV.2.2.1 L'effet de temps de maintien sur la taille des grains de l'acier 0.19%C :

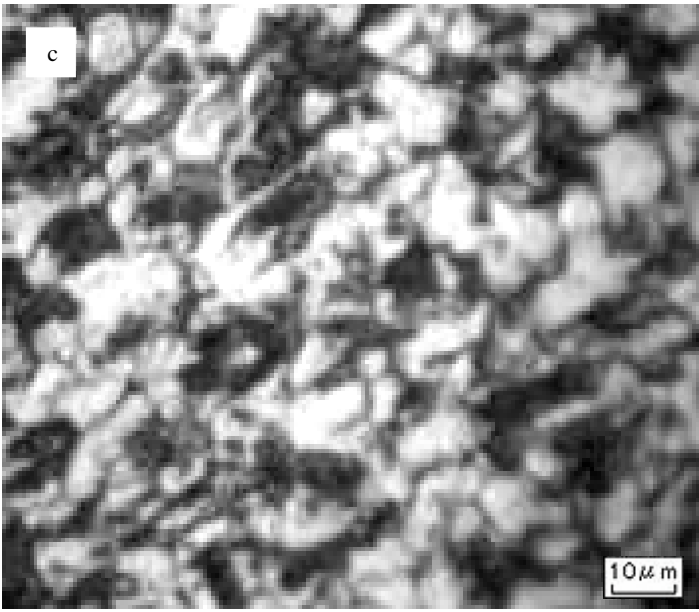
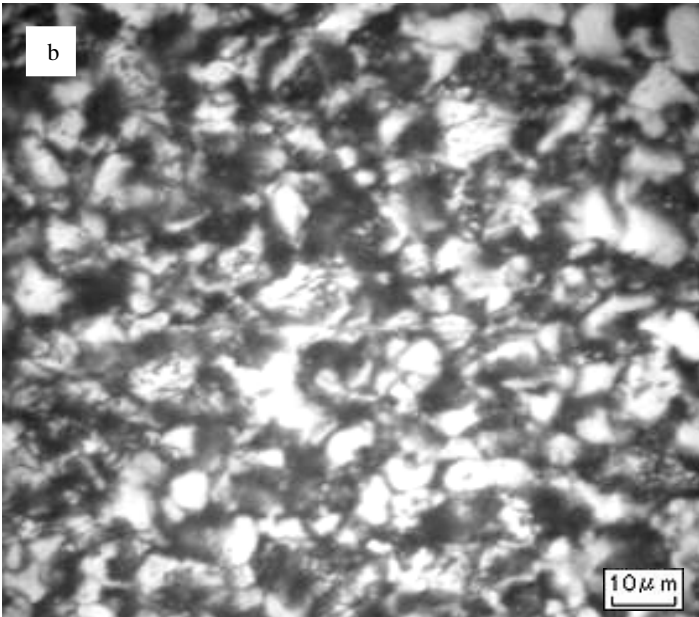
Dans cette partie de notre travail, on a suivi l'évolution de la taille des grains sur la tôle d'acier hypoeutectoïde (0.19%C) au cours d'un temps de maintien à 950°C après une homogénéisation à 1150°C pendant 12 min puis une déformation à 950°C avec  $\varepsilon = 45\%$ .

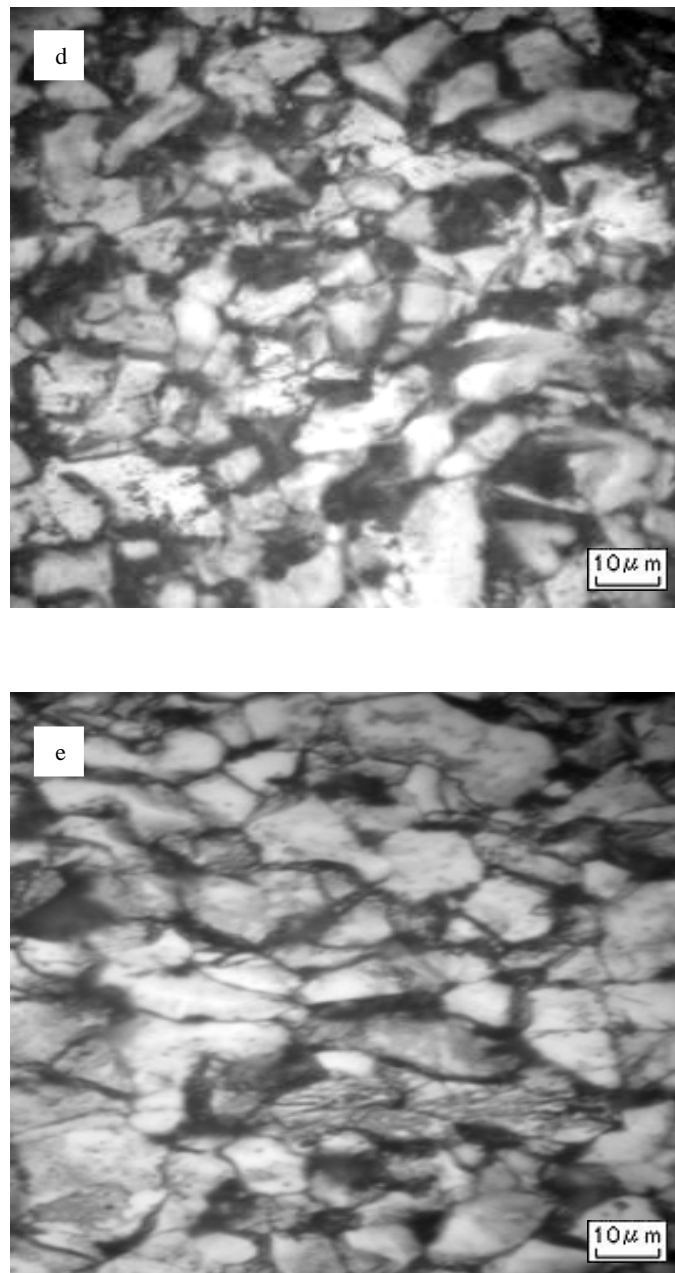
Les résultats obtenus montrent d'une part que le temps de maintien a une influence notable sur la taille des grains obtenus dans notre acier où est le prolongement de la durée de recuit à 950°C a conduit à une croissance anormale des grains par migration des joints de grains (recristallisation secondaire) car à haute température les longs durées de maintien donnent néanmoins des grains sensiblement plus gros [36], par contre pour les courts temps de maintien, les grains sont plus petits (recristallisation primaire).

La figure 47 montre l'évolution microstructurale de l'acier 0.19%C au cours de ce dernier traitement. On observe que la taille des grains est plus petite et leur nombre est plus important pour les courts temps de maintien 0.25, 1 et 2min (recristallisation primaire) (Fig47 a-b-c.). Par contre le maintien pour un temps de 5 et 10min, on remarque un phénomène de croissance progressive des grains déjà recristallisés au premier stade de recuit (recristallisation secondaire) (Fig47 d-e.) car les température élevées conduisent à une croissance relativement rapide des grains recristallisés.



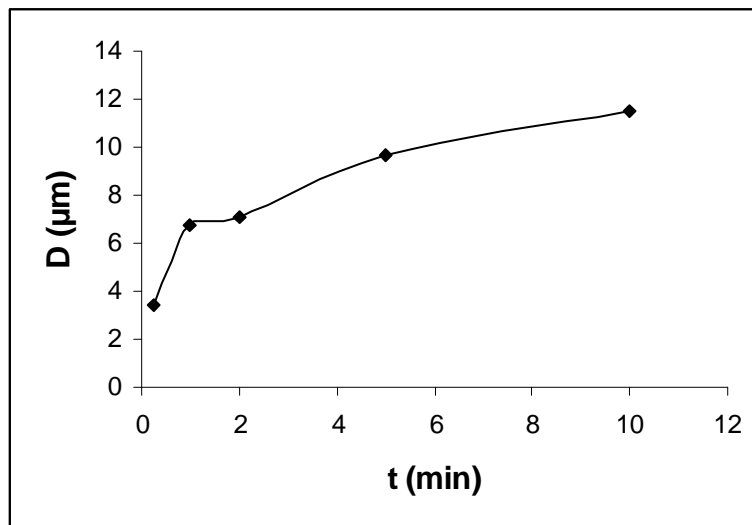






**Figure 47** : Microstructures de l'acier 0.19% après homogénéisation de 12 min à 1150°C suivie d'une déformation  $\epsilon = 45\%$  à 950°C maintenu à cette même température pendant (a) : 0.25min, (b) : 1min, (c) : 2min, (d) : 5min, (e) : 10min et enfin refroidi à l'air.

La figure 48 illustre l'évolution de la taille des grains en fonction du temps de maintien a 950°C pour l'acier déformé de 45%, on remarque que la taille des grains est augmente avec l'augmentation de temps de maintient parce que on a un phénomène de croissance progressive des grains recristallisés.



**Figure 48 :** La taille moyenne des grains en fonction du temps de maintien a 950°C pour l'acier 0.19%C déformé de 45% à cette même température

#### ***IV.2.2.2 L'effet de taux de déformation sur la taille des grains recristallisés de l'acier 0.19%C :***

Dans cette partie d'étude, on a essayé de voir l'effet de taux de déformation à chaud appliqué sur la taille des grains de notre acier (0.19%C). Pour ce la nous avons procédé à un traitement d'homogénéisation à 1150°C pendant 12 min suivie par une déformation à 950°C avec des taux différents (45, 60 et 80%) au cours de temps de maintien variant (0.25, 1, 2, 5, 10min) de même température suivi d'un refroidissement à l'air.

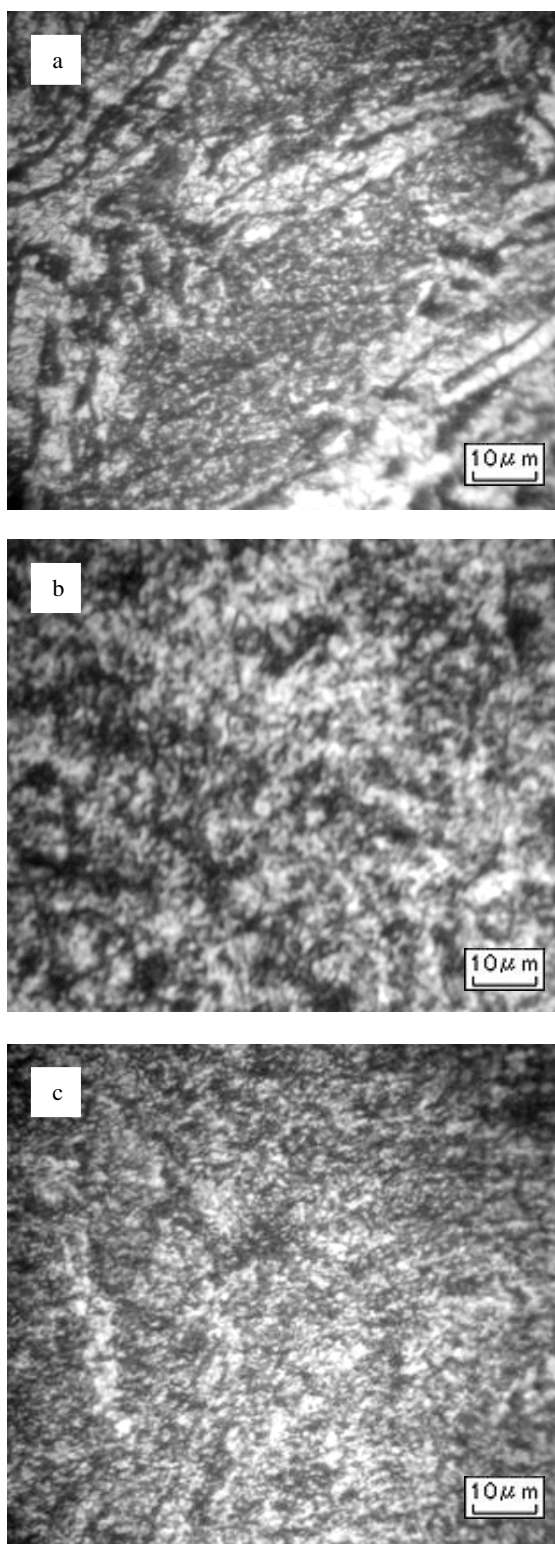
L'observation au microscope optique métallographique montre que le taux de déformation a une grande influence remarquable sur la taille des grains obtenus au cours du maintien à 950°C (Fig49, 50, 51, 52,53.).

Le suivi de l'évolution structurale a montré d'une part que le déformation à chaud à 950°C et suivi d'un maintien à cette même température provoque la formation de nouveau petits grains ferritiques avec des distributions de tailles hétérogènes surtout pour le maintien à 0.25min et ceci pour toutes les taux de déformation (45, 60 et 80%) (Fig49 a – 50b.).

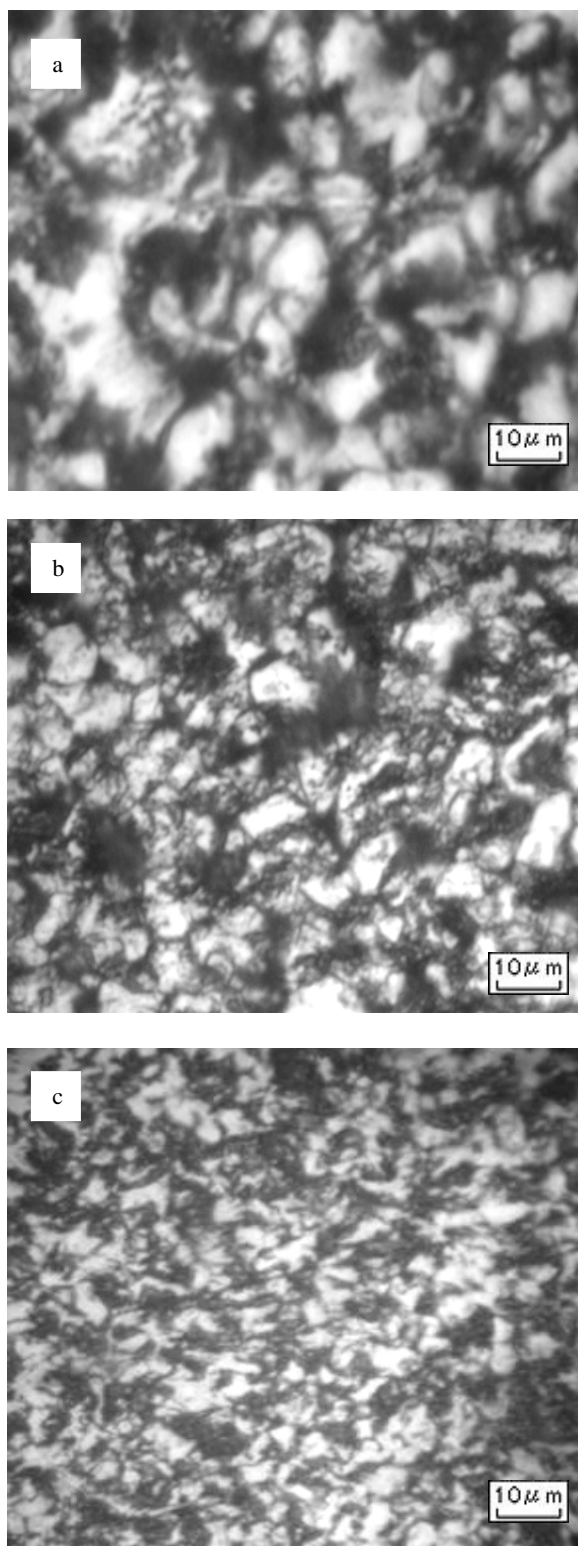
Ce résultat est en raccord avec les différents travaux et théories sur la recristallisation, car une forte déformation plastique conduit à une grande énergie stockée dans les échantillons d'acier par intermédiaire d'un nombre important de dislocation.

Ces dernières structures se développent d'une manière homogène avec le prolongement du temps de maintien (Fig49, 50, 51, 52,53 a).

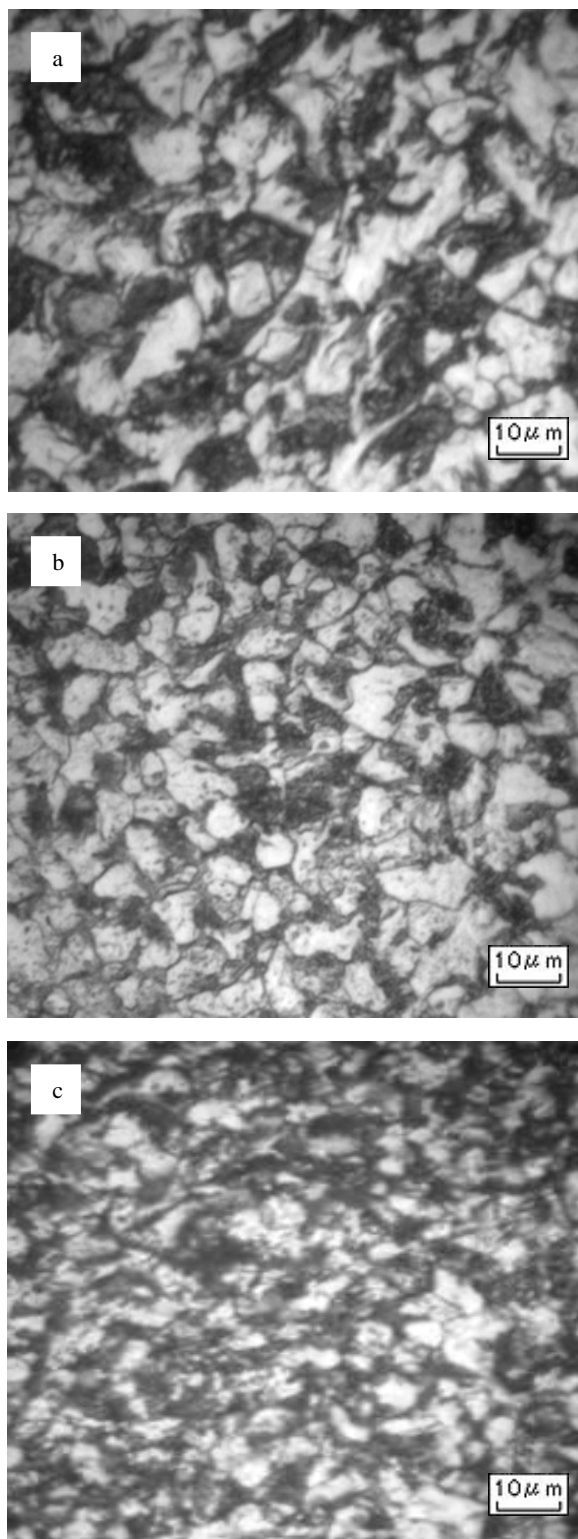
On a constaté aussi que la taille des grains recristallisés d'échantillon d'acier fortement déformé (80%) est plus fine par rapport à l'autre moyenne déformé (60%), et cette dernière est plus fine par rapport au échantillon faiblement déformé (45%) dans tous les temps de maintien par ce que le nombre de site favorable à la germination des nouveaux grains augmente avec l'augmentation de taux de déformation[38](Fig.49, 50, 51, 52, 53.), c'est-à-dire plus le taux de déformation augmente plus la taille des grains est petite.



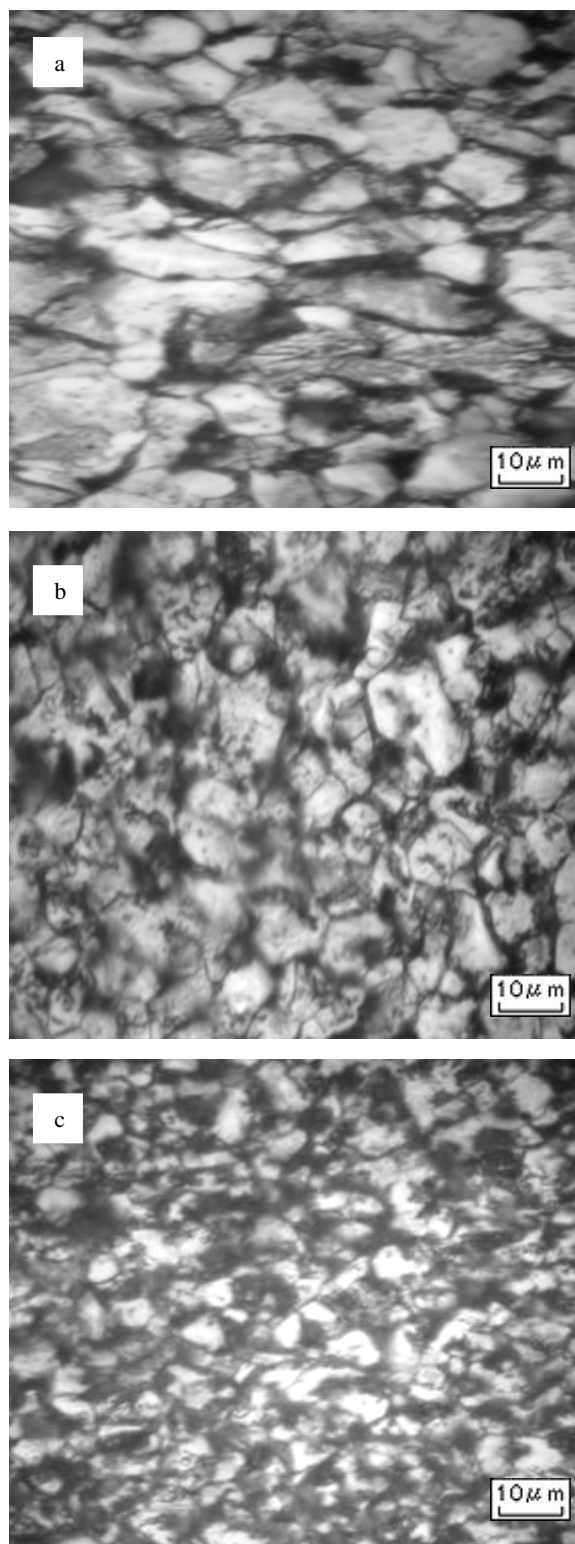
**Figure 49** : Microstructures de l'acier 0.19% après homogénéisation de 12 min à 1150°C suivie d'une déformation  $\epsilon$  à 950°C maintenu à cette même température pendant 0.25min, et enfin refroidi à l'air. (a) : 45%, (b) : 60%, (c) : 80%



**Figure 50** : Microstructures de l'acier 0.19% homogénéisé à 1150°C pendant 12 min puis réduit par déformation plastique : (a) : 45%, (b) : 60%, (c) : 80% à 950°C et maintenu à cette même température pendant 1min et enfin refroidissement à l'air.

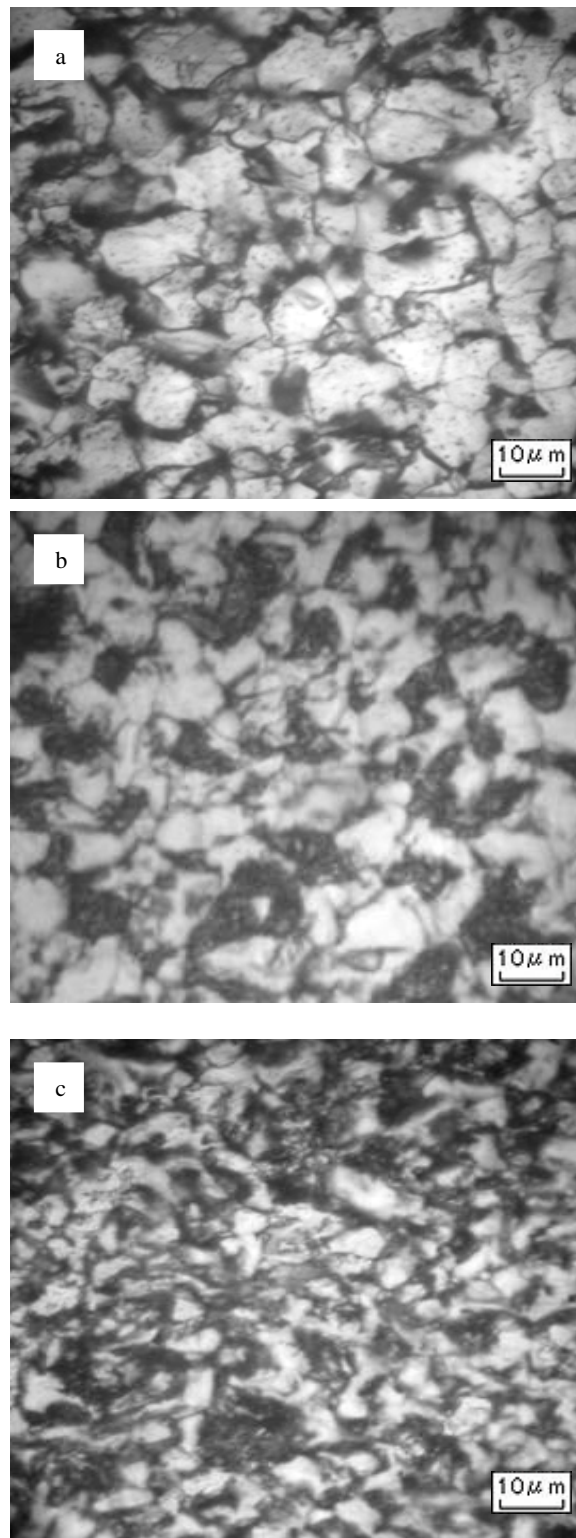


**Figure 51** : Microstructures de l'acier 0.19% après homogénéisation de 12 min à 1150°C suivie d'une déformation  $\epsilon$  à 950°C maintenu à cette même température pendant 2min, et enfin refroidi à l'air. (a) : 45%, (b) : 60%, (c) : 80%



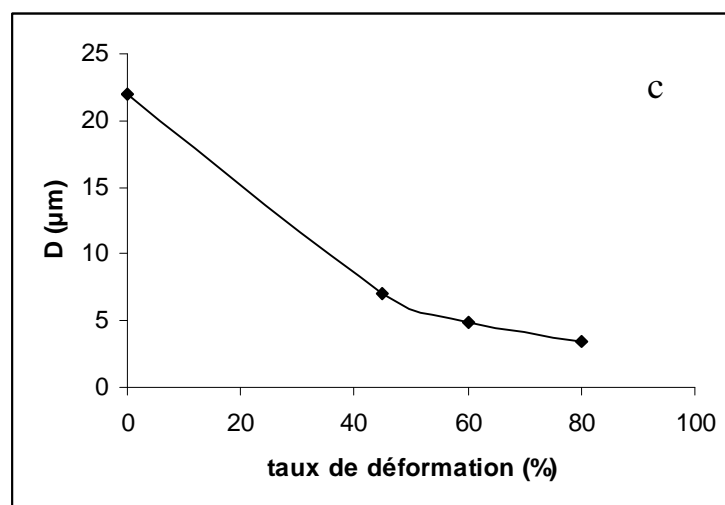
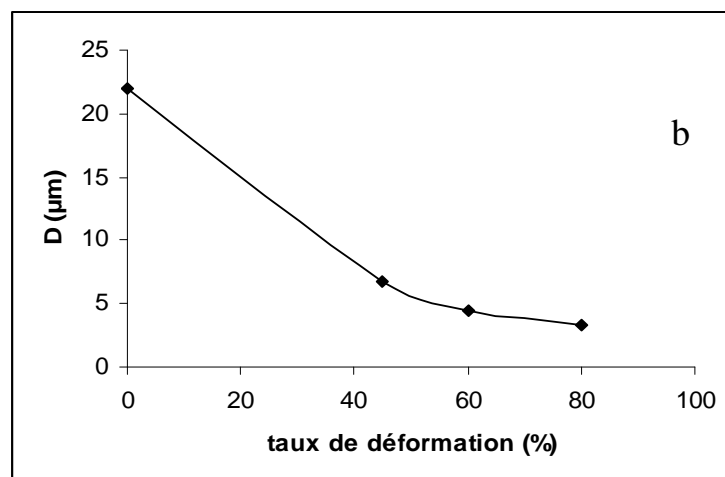
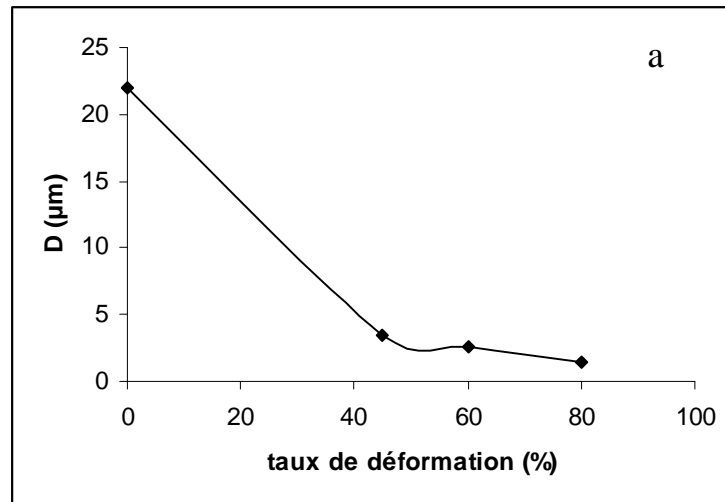
**Figure 52** : Microstructures de l'acier 0.19% après homogénéisation de 12 min à 1150°C suivie d'une déformation  $\varepsilon$  à 950°C maintenu à cette même température pendant 5min, et enfin refroidi à l'air. (a) : 45%, (b) : 60%, (c) : 80%

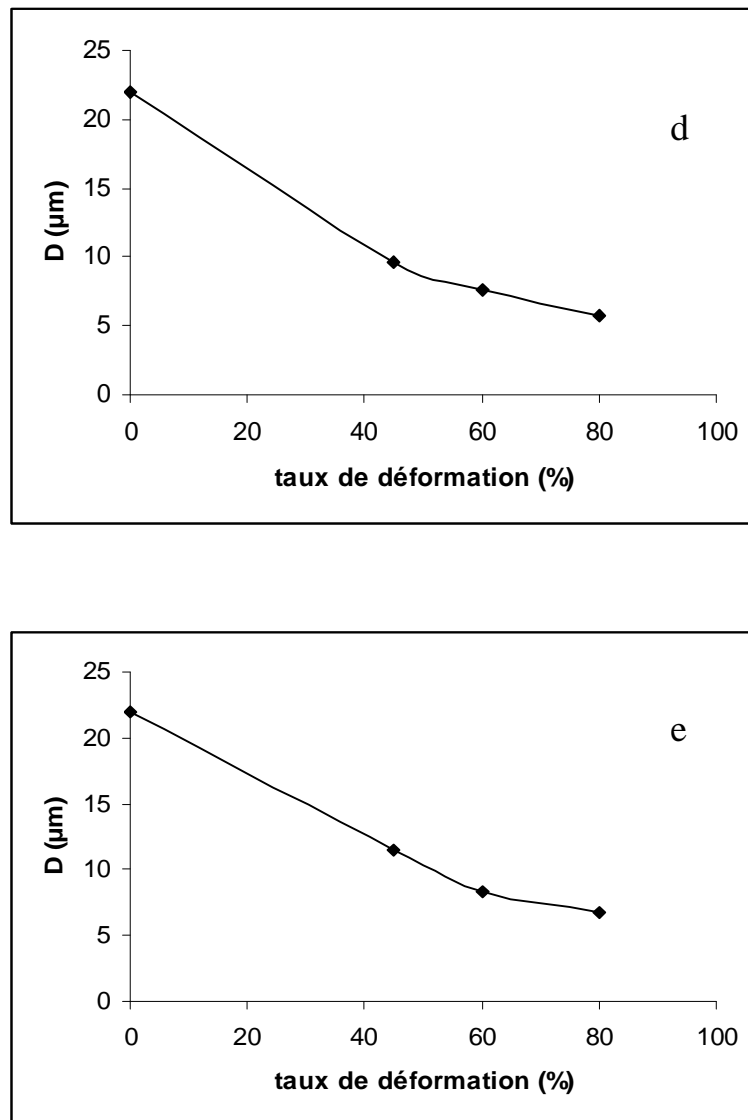




**Figure 53** : Microstructures de l'acier 0.19% après homogénéisation de 12 min à 1150°C suivie d'une déformation  $\epsilon$  à 950°C maintenu à cette même température pendant 10min, et enfin refroidi à l'air. (a) : 45%, (b) : 60%, (c) : 80%

L'évolution de la taille de grains lors de maintien à 950°C en fonction du taux de réduction par laminage est illustrée dans les figures 54, on observe que la taille des grains diminue avec l'augmentation de taux de déformation car le nombre de site favorable à la germination des nouveaux grains augmente avec l'augmentation de taux de déformation.





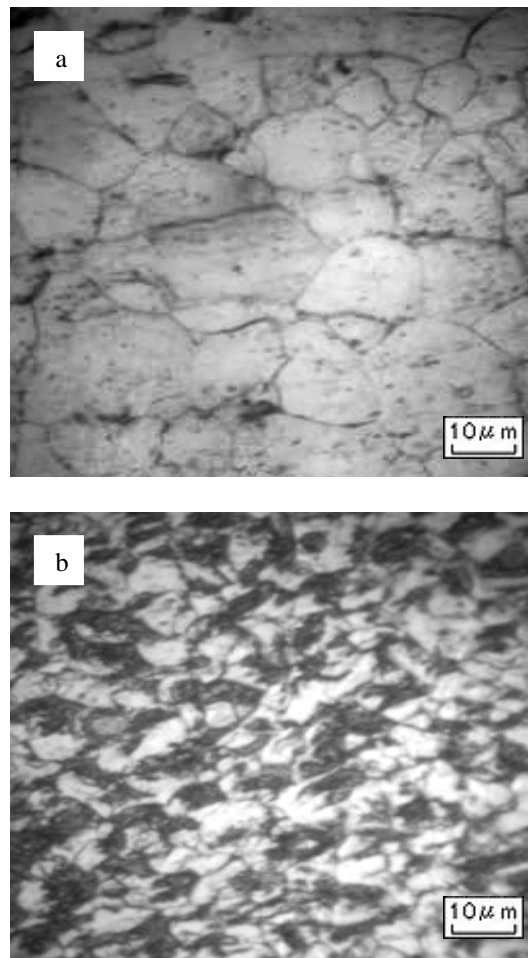
**Figure 54 :** L'évolution de la taille des grains en fonction du taux de déformation de l'acier 0.19%C lors des maintiens variés à 950°C

(a) : 0.25min, (b) : 1min, (c) : 2min, (d) : 5min et (e) : 10min

### ***IV.2.2.3 L'effet de vitesse de refroidissement sur la taille des grains de l'acier 0.19%C :***

Le refroidissement constitue l'étape du laminage la plus importante du point de vue des traitements thermomécaniques. Le refroidissement s'accompagne d'une transformation allotropique dont le résultat, en termes de nature, de proportion et de taille des phases finales, est fortement influencé par de nombreux paramètres qu'ils soient thermiques, structuraux ou analytiques. C'est au niveau du refroidissement que la souplesse des outils est la plus grande, au moins dans le cas des produits plats.

Pour notre acier, nous allons d'écrire l'évolution de la structure au cours de refroidissement de notre échantillon. La figure 55 montre que plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus les grains ferritiques sont fins.



**Figure 55 :** Microstructure de l'acier 0.19%C après homogénéisation à 1150°C pendant 12min puis  $\epsilon = 45\%$  à 950°C suivi d'un temps de maintien de 2min et enfin refroidi lent : (a) : lentement dans le four (avec  $V_{ref} = 10^\circ\text{C}/\text{min}$ ) et (b) : à l'air

### IV.3 Etude comparative

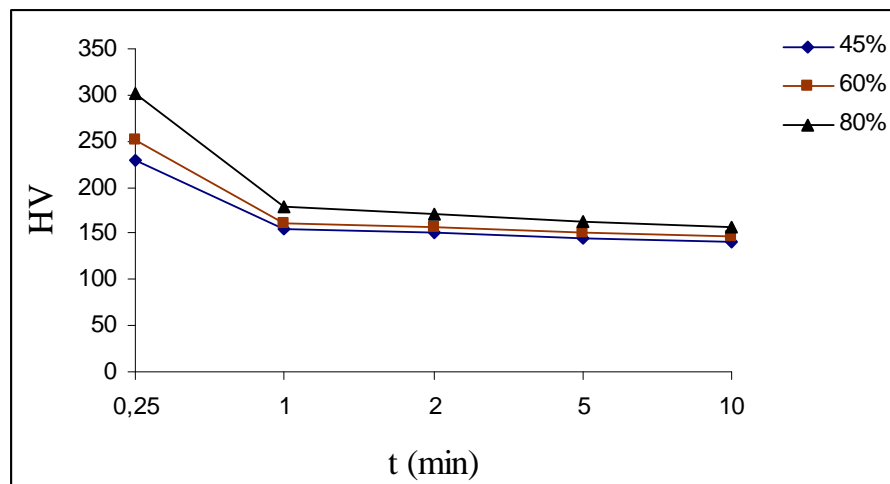
#### IV.3.1 La microdureté

##### IV.3.1.1 Variation de la dureté de Vickers en fonction de temps de maintien :

Pour déterminer les cinétiques de recristallisation, des échantillons de notre acier, déformés et recuits à 950°C pendant des temps de maintiens compris entre 0.25min et 10min, ont été caractérisés par microdureté Vickers. Nous rappelons que les mesures ont été réalisées, pour les différents temps de maintien, pour chaque échantillon, où 6 empreintes espacées ont été relevées.

La figure 56 montre la dépendance de la moyenne la dureté de Vickers (HV) et le temps de recuit (t). On Remarque que La dureté chute après les premiers temps de recuit [0.25 – 1min] pour tout les taux de déformation, cette dureté diminue progressivement avec l'augmentation du temps de recuit (Fig.56). Il est connu que le fer  $\alpha$  est caractérisé par un réarrangement facile des dislocation lors de la restauration, c'est pourquoi, nous constatons dans notre échantillon déformé une chute de dureté lors des premières minutes des recuits [0.25 – 1min] .

La courbe d'évolution de la dureté lors de temps de recuit confirment bien le retour à l'état ductile après 1 minute de recuit du notre échantillon cette évolution est en raccord avec le changement structural (stade de restauration), c'est-à-dire avec la variation de la taille des grains (augmentation de la taille des grains).

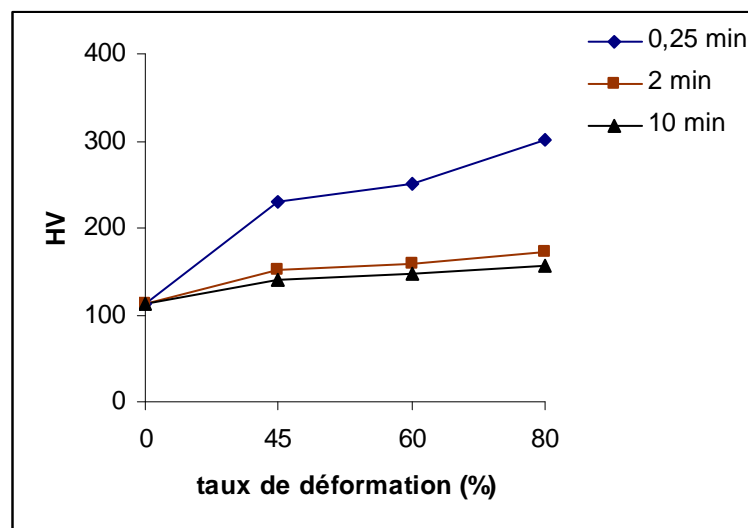


**Figure 56** : Courbe de variation de la dureté Vickers en fonction de temps de maintien de l'acier 0.19% homogénéisé à 1150°C pendant 12min puis réduit par déformation plastique à 950°C suivi par un temps de maintien variant, et enfin refroidissement à l'air.

#### IV.3.1.2 Variation de la dureté en fonction de taux de déformation :

L'évolution de la dureté d'un échantillon d'acier 0.19%C en fonction de taux de déformation par laminage à chaud puis maintien de 0.25min, 2min et 10min à 950°C représentée sur la figure 57. On remarque que la dureté augmente avec la déformation ( $\epsilon$  %). Ce phénomène est appelé durcissement par écrouissage durant lequel des dislocations sont introduites lors de la déformation plastique par laminage. De même, on peut attribuer ce phénomène à la réduction de la taille des grains.

Dans les aciers à bas pourcentage de carbone, le durcissement des tôles d'acier avec le taux de déformation par laminage est lié d'une part à la diminution de la taille de grains ferritiques et la distance interlamellaire des lamelles perlitiques et d'autre part, à l'interaction des dislocation avec la structure.



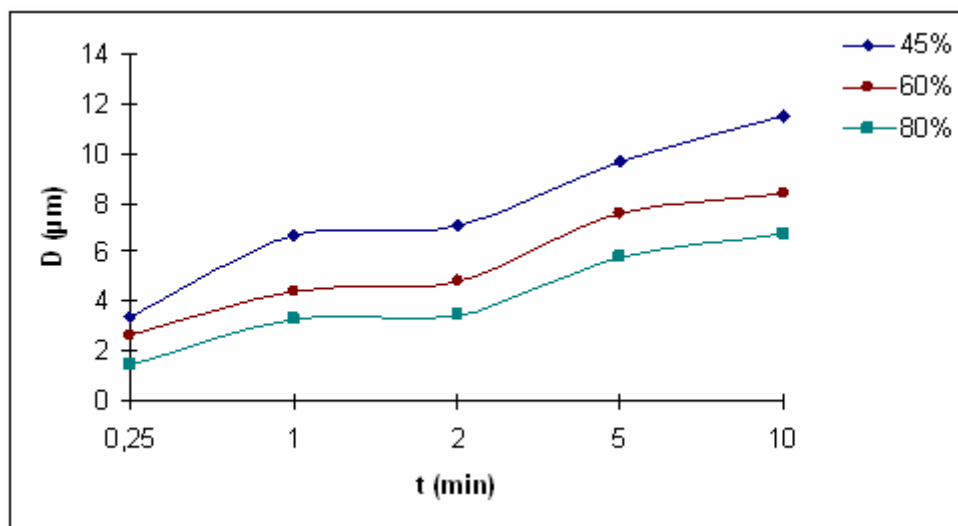
**Figure 57** : Courbe de variation de dureté de Vickers en fonction de taux de déformation de l'acier 0.19%C homogénéisé à 1150°C 12min puis réduit par déformation plastique à 950°C suivi d'un temps de maintien de 0.25, 2 et 10min et enfin refroidissement à l'air.

### IV.3.2 L'évolution de la taille des grains

#### IV.3.2.1 La taille des grains en fonction de temps de maintien :

Les courbes d'évolution de la taille des grains pour les trois échantillons prédéformés (45, 60 et 80%) montrent l'effet du temps de recuit sur la grosseur des grains de ferrite.

Pour que les grains restent fins il faut choisir des durées de maintien court, car le prolongement de temps de maintien est donné une croissance anormale au grains d'acier 0.19%C (Fig. 58). Le meilleur affinement des grains est obtenu pour un taux de déformation de 80% et un temps de maintien de 0.25min



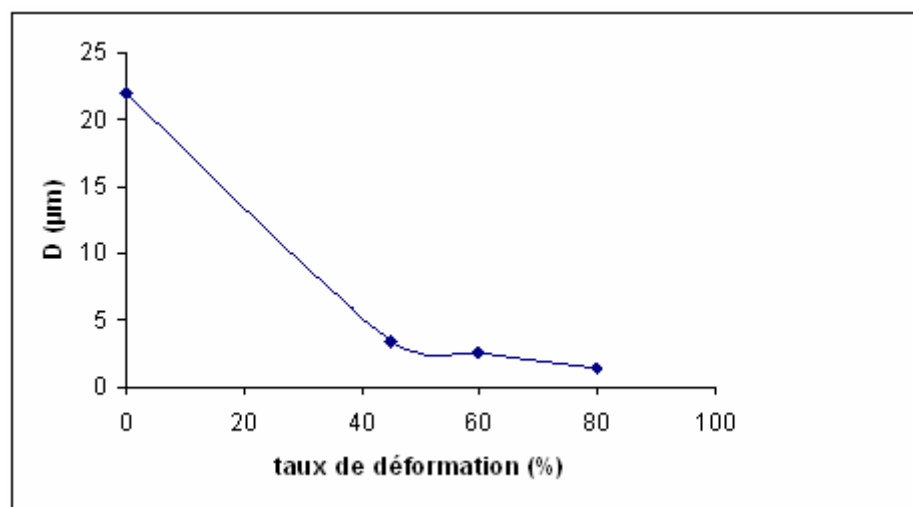
**Figure 58** : Courbes  $D = f(t)$  de l'acier 0.19% homogénéisé à 1150°C 12min puis une déformation à 950°C suivi par un temps de maintien et enfin refroidissement à l'air.

#### IV.3.2.2. La taille des grains en fonction de taux de déformation

Le calcul de la taille moyenne des grains nous permet de mettre en évidence l'influence du taux de déformation par laminage à chaud sur la cinétique de recristallisation où la taille des grains sont diminuée avec l'augmentation de taux de déformation (Fig.59).Autrement dit, Plus la déformation appliquée est forte, plus l'énergie emmagasinée dans la structure est importante et plus la force motrice de la recristallisation est élevée.

Cela se traduit par une accélération des cinétiques (Fig.59) en termes de germination (temps d'incubation plus court) et en termes de nombre des sites de germination de nouveaux petits grains.

En ce qui concerne la taille de grain à la fin de la recristallisation, on peut dire que plus le taux de déformation appliqué sera élevé, plus les sites de germination seront nombreux : en conséquence, la taille des grains recristallisés diminue lorsque la déformation augmente (Fig. 59).

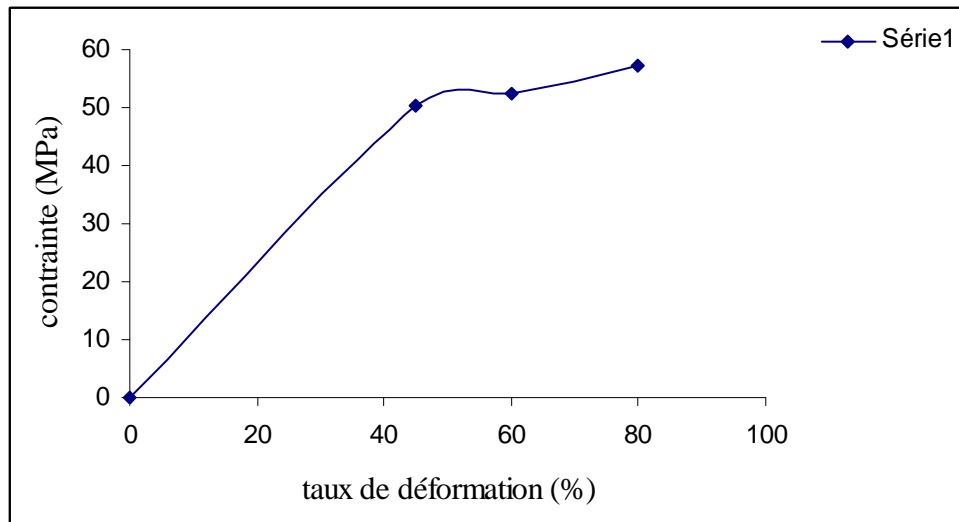


**Figure 59** : Variation de la taille des grains d'acier 0.19%C en fonction de taux de déformation après homogénéisation de 12 min à 1150°C suivi d'une déformation plastique  $\epsilon = 80\%$  à 950°C puis un temps de maintien 0.25min et enfin refroidissement à l'air.

### IV.3.3 Comportement du matériau (acier 0.19%C) :

Le comportement du notre matériau (acier 0.19%C) a été déterminé par des essais de compression à 950°C, la figure 60 représente les courbe contrainte déformation de l'acier 0.19%C.

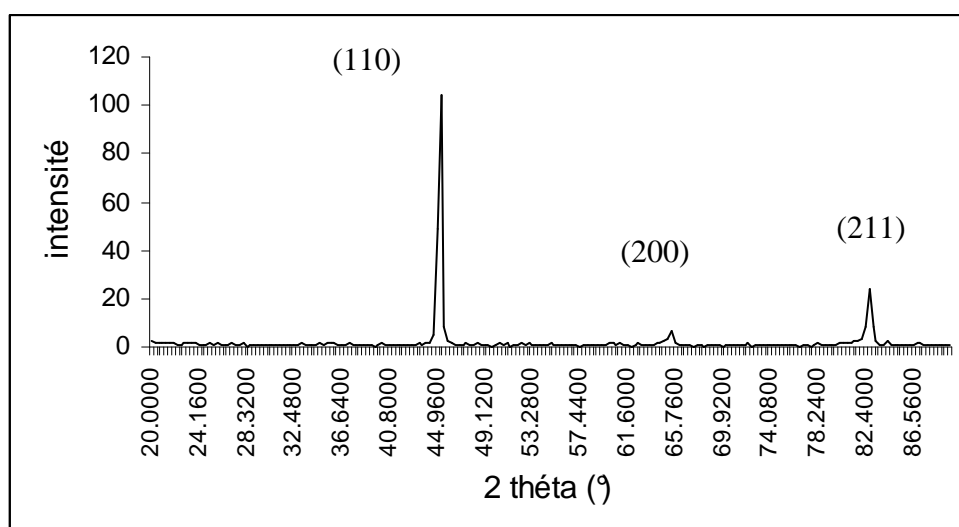




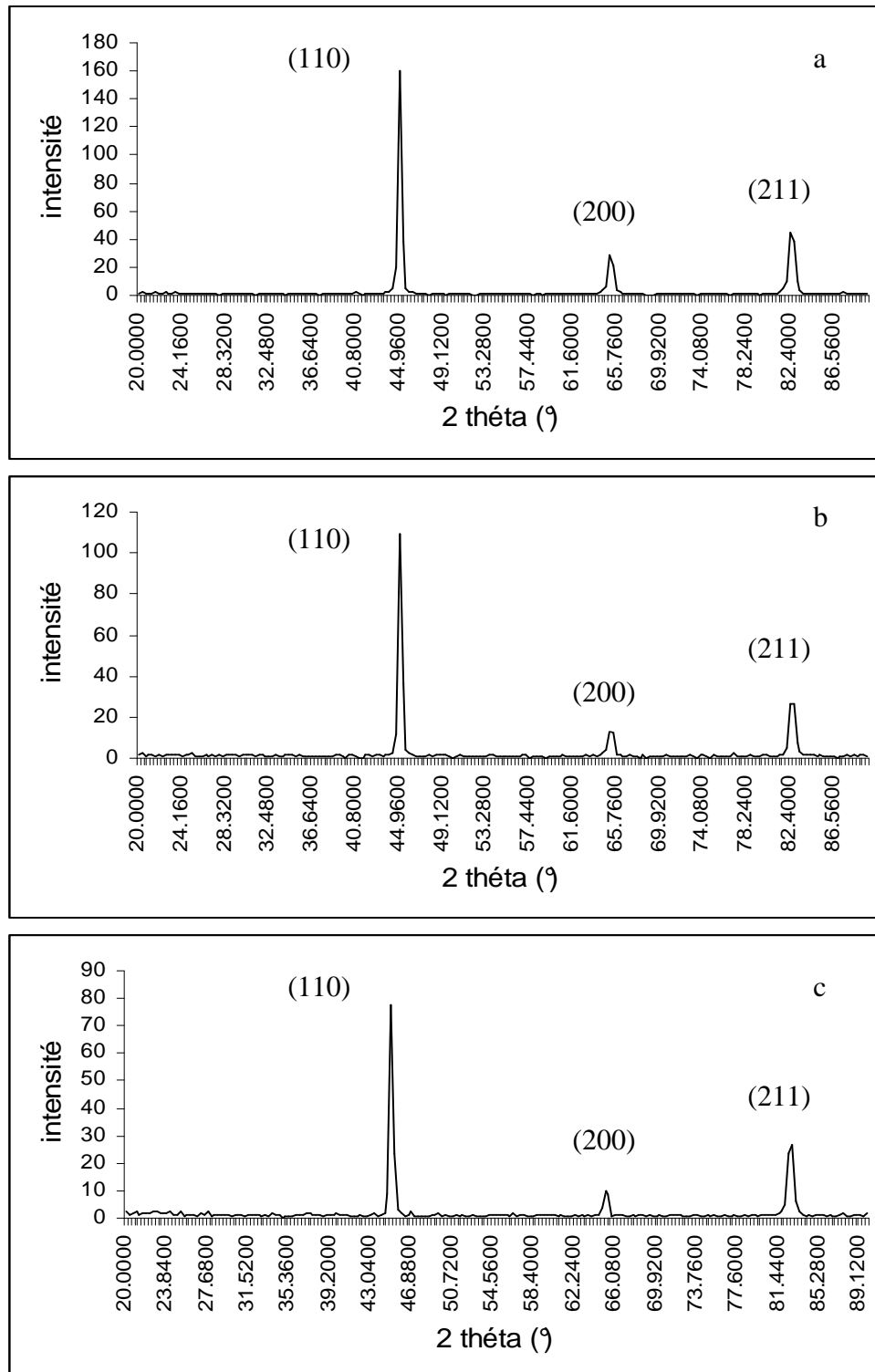
**Figure 60** : Comportement du matériau (acier 0.19%C)

#### IV.3.4 Etude par diffraction des rayons X de l'acier 0.19%C déformé à chaud $\epsilon = 80\%$ :

Cette étude par diffraction des rayons X nous a confirmé nos résultats obtenus par microscopie optique et aussi par les mesures de dureté. Par exemple, le spectre de l'échantillon maintenu à 950°C pendant un temps très court (Fig.62a) a des pics de grande intensité par rapport aux spectres des échantillons qui ont subi un recuit prolongé (Fig.62 b et c).

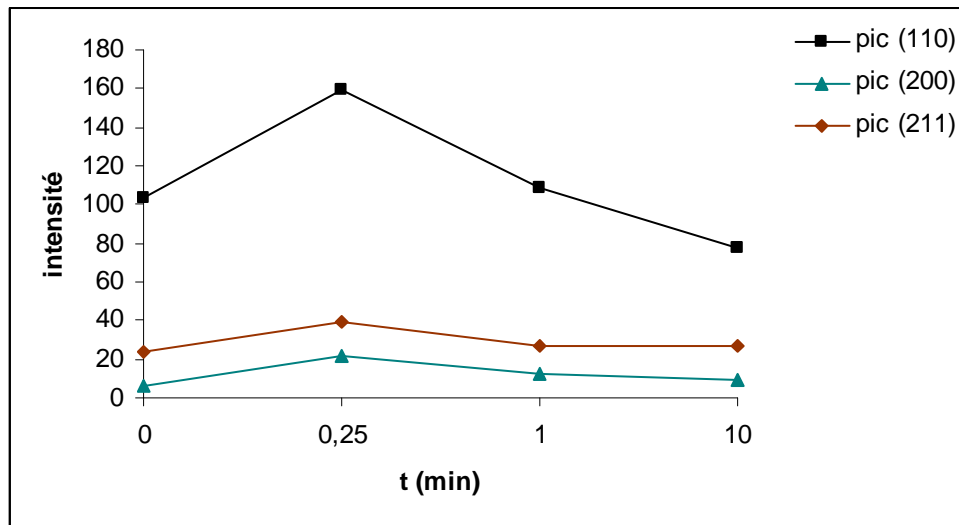


**Figure 61** : Spectre de rayon X de l'acier 0.19 %C à l'état non déformé



**Figure 62** : Spectres de rayons X de l'acier 0.19% après homogénéisation de 12 min à 1150°C suivie d'une déformation  $\epsilon = 80\%$  à 950°C puis d'un temps de maintien et enfin refroidissement à l'air (a) : 0.25min, (b) : 1min, (c) : 10min,

Cette grande intensité des pics est peut illustré dans la figure 63



**Figure 63** : La variation de l'intensité en fonction de temps de maintien de l'acier 0.19%C homogénéisé à 1150°C 12min puis un déformation à 950°C  $\epsilon = 80\%$  suivi par un temps de maintien et enfin refroidi à l'air.

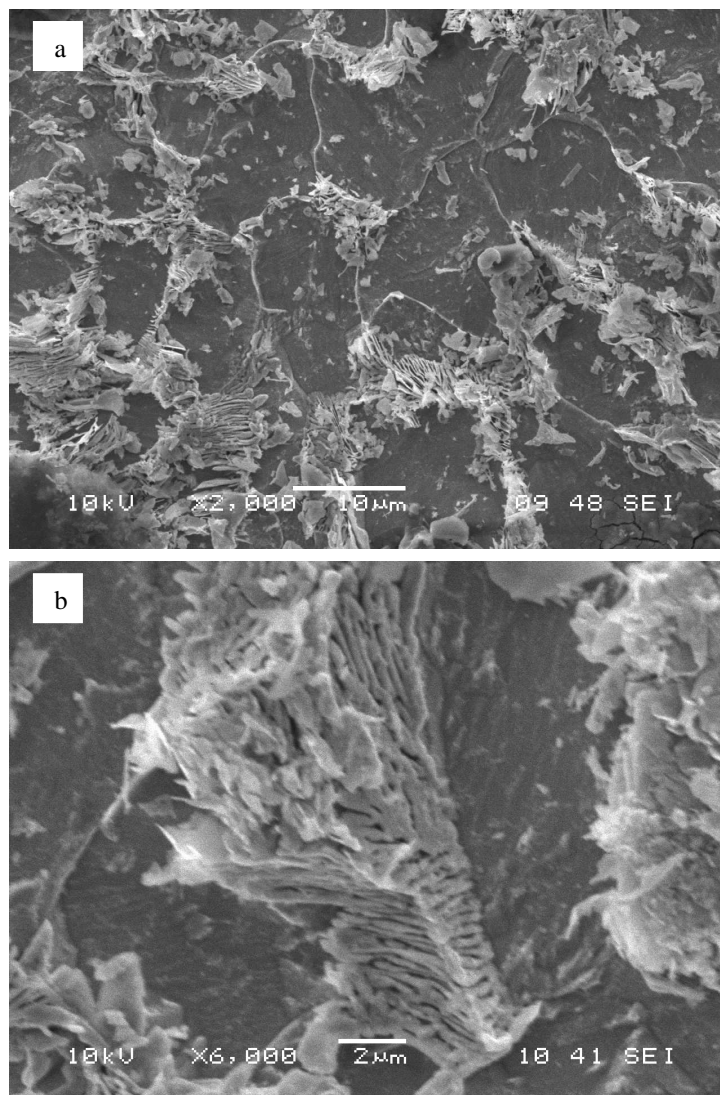
h	k	l	d (Å)	2 $\theta$ (°)	I (%)
1	1	0	2.02	44.96	100
2	0	0	1.424	65.44	40.79
2	1	1	1.16	82.72	51.82

Paramètre cristallin

a = 2.85 Å

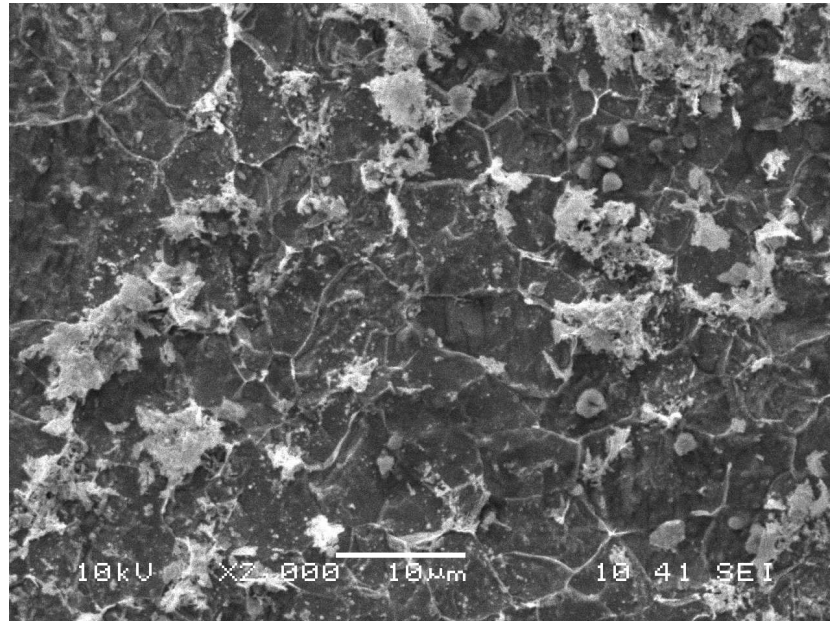
### IV.3.5 Etude par microscopie électronique à balayage :

Dans le but de mettre en évidence la microstructure de l'acier 0.19%C au cours de ce traitement thermomécanique, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage. Les figures 64 montrent clairement les grains ferritiques et les colonies perlitiques. La figure 64a montre l'état initial de l'acier avant les traitements thermo-mécaniques. On constate que la matrice est ferritique avec des grains de taille moyenne (environ : 15 à 20  $\mu\text{m}$ ). La figure 64b montre l'agrandissement d'une colonne perlitique. Cette perlite est de structure lamellaire très fine, car la distance interlamellaire ne dépasse pas le 1/10 de  $\mu\text{m}$ .



**Figure 64** : Microstructure au MEB de l'acier 0.19%C à l'état initiale  
(b) : l'agrandissement d'une colonie perlitique.

D'autre part, la figure 65 montre la microstructure après le traitement thermomécanique, On constate une structure constituée de grains très fins de taille environ inférieure à 5  $\mu\text{m}$ .



**Figure 65** : Microstructure au MEB de l'acier 0.19%C après homogénéisation à 1150°C pendant 12 min suivi d'une déformation plastique  $\varepsilon = 80\%$  à 950°C puis un temps de maintien 1 min et enfin refroidissement à l'air.

---

## *Résumé*

---

Dans ce mémoire, nous avons étudié l'affinement des grains dans un acier hypoeutectoïde (0.19%C). Nous avons essayé d'appliquer plusieurs traitements thermomécaniques à nos échantillons afin de voir l'évolution de la taille des grains.

Le microscope optique, la microdureté Vickers, le microscope électronique à balayage et la diffraction des rayons X étaient nos moyens d'analyse. A travers cette étude, plusieurs microstructures et courbes de dureté ont été présentées, où nous avons montré les conditions des traitements thermomécaniques qui permettent de donner la taille des grains la plus fine.

Nous avons trouvé que plus le taux de déformation à chaud est grand et plus le temps de maintien de recuit est court plus la taille des grains est fine.

---

## *Abstract*

---

In this memory, we studied the refinement of the grains in a steel hypoeutectoïde (0.19%C). We tried to apply several thermomechanical treatments to our samples in order to see the evolution of the size of the grains.

The optical microscope, the Vickers microhardness, the electron microscope with sweeping and the diffraction of the X-rays were our means of analysis. Through this study, several microstructures and curves of hardness were presented, where we showed the conditions of the thermomechanical treatments which make it possible to give the finest size of the grains.

We found that the larger the rate of hot deformation is and the shorter time of maintenance of annealing is plus the size of the grains is fine.

---

## *ملخص*

---

في هذه المذكرة تم دراسة موضوع تصغير حجم الحبيبات في فولاذ يحتوي على نسبة قليلة من الكربون. أجرينا عدة معالجات حرارية و ميكانيكية على العينات و هذا لمتابعة تطور حجم الحبيبات. استعملنا المجهر الضوئي, جهاز قياس الصلادة, المجهر الالكتروني الماسح و جهاز الأشعة السينية كوسائل للتحليل والدراسة. تمكنا من عرض صور مجهرية و منحنيات الصلادة لتبيين شروط المعالجة للحصول على أقل حجم ممكن للحبيبات. توصلنا إلى انه كلما زاد تشوه العينة و نقص وقت الحفظ أثناء التسخين نقص حجم الحبيبات.