



# *Remerciements*

---

---

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude au Monsieur **FARES Mohamed Lamine** professeur au département de métallurgie et génie des matériaux de l'université BADJI MOKHTAR ANNABA directeur de cette thèse, pour son encouragement, son encadrement dynamique et toute l'aide qu'il m'a apportée durant toute la durée de cette thèse. Je tenais à vous dire que vos conseils et vos recommandations ont largement contribué à ce succès dont je vous suis largement redevable. Je tiens à remercier Professeur **A. KHETTACHE** (université Badji Mokhtar Annaba) pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ma soutenance, ainsi que tous les membres de jury, dont les noms suivent, pour leurs participations effectives :

**Pr DARSOUNI** PROFESSEUR UNIVERSITE BADJI MOKHTAR ANNABA  
**Pr KHALFAOUI** PROFESSEUR UNIVERSITE DE BEJAIA  
**Dr A. BOUZAOUT** MC.A UNIVERSITE DE SKIKDA  
**Pr M. ALI-RACHEDI** PROFESSEUR ECOLE PREPARATOIRE AUX SCIENCES  
ET TECHNIQUES D'ANNABA

Je leur adresse mes plus sincères remerciements pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'accepter d'être examinateurs de cette thèse.

Mes remerciements les plus sincères s'adressent aussi :

Le Directeur DRA SIDER pour avoir donné son accord pour l'intégration et l'interaction de mon sujet de thèse avec le projet de recherche internes.

- Le Directeur de L'URASM pour son soutien moral et physique pour achever mes travaux de recherche.
- Les docteurs et chercheurs pour leur contribution et leurs orientations pour la prise en charge des projets de simulation et modélisation des procédés industriels dans le cadre de convention avec l'université de Freiberg.

Mes vives considérations sont adressées pour l'ensemble de l'équipe de chercheurs de l'école des mines de Saint-Etienne à leur tête **Pr F. MONTHEILLET** (Directeur de recherche CNRS), **Dr DESRAYOUD**, **Dr LECOZE** pour leur soutien et leur assistance.

Je tiens à saluer tous mes collègues de l'unité de recherche URASM CSC ANNABA (directeur, chercheurs, groupe de laminage et soutien), ainsi que tous les enseignants du département de métallurgie et génie des matériaux de l'université Badji Mokhtar de Annaba.

Enfin tous mes remerciements à ma femme Nassima qui a été toujours présente près de moi, mes deux enfants trésors Yasmine et Achraf, à ma grande famille, mes très chers parents (Tassadit et Bouzid), mes frères et sœurs, ainsi que tous mes amis.

# **TABLE DES MATIERES**

## **LISTE DES FIGURES**

## **LISTE DES TABLEAUX**

## **NOMENCLATURE**

## **INTRODUCTION GENERALE ..... 1**

## **CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE**

<b>I.1. Aciers microalliés et aspect métallurgique du laminage à chaud des aciers à haute limite d'élasticité. ....</b>	<b>5</b>
<b>I.1.1. Effet des éléments d'alliages et de la métallurgie de mise en forme.....</b>	<b>6</b>
<b>I.1.1.1. Influence des éléments formants des précipités.....</b>	<b>6</b>
<b>I. 1.2. Phénomènes métallurgiques se déroulant lors de la déformation à chaud...</b>	<b>7</b>
<b>I.1.2.1. Phénomènes de recristallisation.....</b>	<b>7</b>
<b>I.1.2.2. Taille du grain.....</b>	<b>12</b>
<b>I.1.2.3. Durcissement par précipitation.....</b>	<b>12</b>
<b>I.1.2.4. Durcissement par solution solide.....</b>	<b>12</b>
<b>I.1.2.5. Ecrouissage.....</b>	<b>14</b>
<b>I.2. Présentation des essais de simulation à chaud.....</b>	<b>15</b>
<b>I.2.1. Présentation des essais de simulation.....</b>	<b>15</b>
<b>I.2.1.1. Essais dynamiques.....</b>	<b>17</b>
<b>I.2.1.2. Essais multiaxiaux .....</b>	<b>17</b>
<b>I.2.1.3. Essais quasi-statiques.....</b>	<b>17</b>
<b>I.2.2. Essai de torsion.....</b>	<b>18</b>
<b>I.2.2.1. Principe de l'essai.....</b>	<b>18</b>
<b>I.2.2.2. Hypothèses formulées.....</b>	<b>20</b>
<b>I.2.3. Détermination pratique des paramètres rhéologiques.....</b>	<b>22</b>
<b>I.3. Lois de comportement viscoplastique des alliages métalliques .....</b>	<b>26</b>
<b>I.3.1. Etude du comportement rhéologique .....</b>	<b>26</b>
<b>I.3.1.1. Caractéristiques rhéologiques des métaux.....</b>	<b>26</b>
<b>I.3.1.2. Conséquence de l'idéalisation.....</b>	<b>27</b>
<b>I.3.1.3. Influence de l'écrouissage.....</b>	<b>28</b>
<b>I.3.1.4. Influence de la température.....</b>	<b>28</b>
<b>I.3.1.5. Les effets thermiques .....</b>	<b>29</b>
<b>I.3.1.6. Influence de la vitesse de déformation.....</b>	<b>29</b>

<b>I.4. Modélisation de la rhéologie</b> .....	30
<b>I.4.1. Modélisation du comportement viscoplastique</b> .....	31
<b>I.4.2. Types de modèles de comportement</b> .....	32
<b>I.4.3. Lois de comportement à chaud</b> .....	34
<b>I.4.4. Approches de comportement viscoplastique</b> .....	37
<b>I.4.4.1. Modèle de contrainte d'écoulement « Hansel et Spittel »</b> .....	37
<b>I.4.4.2. Contrainte moyenne d'écoulement</b> .....	38
<b>I.4.4.3. Autres lois rhéologiques viscoplastiques</b> .....	38
<b>I.4.5. Evolutions structurales après déformation à chaud</b> .....	40
<b>I.5. Présentation des modèles de prédiction</b> .....	41

## **CHAPITRE II : MATERIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

<b>II.1. Matériau de base</b> .....	46
<b>II.2. Essais rhéologiques</b> .....	46
<b>II.2.1. Dilatométrie</b> .....	46
<b>II.2.2. Essais de torsion à chaud</b> .....	47
<b>II.2.3. Essais de simulation sur laminoir pilote pour l'obtention d'un acier de grade X60 en en conformité avec la loi d'écoulement proposée par Hansel et Spittel</b> .....	50
<b>II.2.4. Essais expérimentaux sur laminoir pilote pour l'obtention d'un acier de grade supérieur à X60</b> .....	53

## **CHAPITRE III : TRANSFORMATIONS EN REFROIDISSEMENT**

### **CONTINU ET RHEOLOGIE A CHAUD**

<b>III.1. Dilatométrie</b> .....	57
<b>III.1.1. Détermination des points de transformation</b> .....	57
<b>III.1.2. Détermination des conditions d'austénitisation</b> .....	61
<b>III.1.3. Etude des transformations en refroidissement continu</b> .....	61
<b>III.2. Analyse des courbes contrainte-déformation en torsion à chaud</b> .....	66
<b>III.2.1. Campagne d'essais en torsion</b> .....	66
<b>III.2.2. Précautions au préalable avant essai de torsion</b> .....	67
<b>III.3. Interprétation du comportement général</b> .....	69
<b>III.4. Choix des lois d'écoulement</b> .....	78
<b>III.4.1. La loi générale</b> .....	78
<b>III.4.1.1. Détermination du coefficient d'écrouissage "n" (sensibilité à la déformation)</b> .....	81

<b>III.4.1.2.</b> Variation du coefficient d'érouissage en fonction de la température et la vitesse de déformation.....	81
<b>III.4.1.3.</b> Détermination du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation..	83
<b>III.4.1.4.</b> Variation du coefficient de sensibilité " <i>m</i> " avec la température.....	87
<b>III.5.</b> La loi de Sellars et Tegart .....	87
<b>III.5.1.</b> Détermination de l'énergie d'activation apparente .....	89
<b>III.5.2.</b> Influence de la température .....	90
<b>III.5.3.</b> Evolution de l'énergie d'activation dans le domaine austénitique.....	90
<b>III.6.</b> Loi d'écoulement viscoplastique selon le modèle de « Hansel- Spittel ».....	94
<b>III.6.1.</b> Identification des coefficients de régression de la loi de Hansel-pittel .....	96
<b>III.6.2.</b> Comparaison entre les courbes expérimentales et des courbes selon le modèle Hansel et Spittel dans le domaine austénitique.....	103
<b>III.6.3.</b> Simulation sur laminoir pilote de la loi d'écoulement de Hansel-Spittel...	103
<b>III.6.3.1.</b> Evolution mécanique et microstructurale pour l'obtention d'un acier de grade X60 .....	113

**CHAPITRE IV : MODELISATION DU COMPORTEMENT A CHAUD DE L'ACIER MICROALLIE AU Nb-Ti-V APRES SIMULATION PAR LAMINOIR PILOTE**

<b>IV.1.</b> Elargissement de la gamme des aciers HLE vers des grades supérieurs à X70, X80 ...	121
<b>IV.2.</b> Modélisation du comportement de l'acier microallié au Nb-Ti-V lors du procédé de transformation .....	142
<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES</b> .....	151
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b> .....	154
<b>RESUME</b> .....	166
<b>ABSTRACT</b> .....	167
<b>ANNEXE</b>	

## LISTE DES FIGURES

### CHAPITRE I

<b>Figure I.1:</b> Courbe contrainte-déformation et évolution microstructurale.....	8
<b>Figure I.2 :</b> Courbe d'écrouissage à chaud (déformation par torsion).....	9
<b>Figure I.3.a :</b> Recristallisation dynamique et statique.....	11
<b>Figure I.3.b:</b> Recristallisation statique.....	11
<b>Figure I.4 :</b> Evolution de la recristallisation en cours de laminage .....	11
<b>Figure I.5 :</b> Cinétique de la précipitation et de la recristallisation pendant la déformation d'acier au Nb.....	13
<b>Figure I.6 :</b> Influence des atomes de soluté sur la limite d'élasticité de la ferrite.....	13
<b>Figure I.7 :</b> Variation de la limite d'élasticité et de la température de transition en fonction de la grosseur de grains. Acier à 0.1% C, 0.5% Mn, 0.2% Si, 0.006% N.....	13
<b>Figure I.8 :</b> Quelques techniques utilisées en fonction de la vitesse de déformation.....	16
<b>Figure I.9 :</b> Gammes de déformations (et de vitesses de déformation imposées dans les procédés de mise en forme et gammes accessibles par les méthodes d'essais utilisés. au laboratoire.....	16
<b>Figure I.10 :</b> Représentation du champ de torsion.....	19
<b>Figure I.11 :</b> Allure de courbe de torsion.....	19
<b>Figure I.12 :</b> Schéma illustratif de l'essai de torsion.....	22
<b>Figure I.13 :</b> Schémas illustrant la méthode de détermination du paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation.....	23
<b>Figure I.14 :</b> Illustration de calcul des paramètres clés des essais de torsion et de traction.....	23
<b>Figure I.15 :</b> Schémas de la méthode de détermination de l'énergie d'activation apparente.....	25
<b>Figure I.16 :</b> Schéma illustrant la détermination des paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique dans le cas de la loi de Kocks-Mecking.....	25
<b>Figure I.17 :</b> Zones thermiques de la mise en forme.....	29
<b>Figure I.18 :</b> Effet de la vitesse de déformation.....	30
<b>Figure I.19 :</b> Présentation des comportements viscoplastiques des matériaux.....	32
<b>Figure I.20 (a):</b> Courbe contrainte-déformation des métaux ou alliages à forte énergie de défaut d'empilement dans le domaine de la mise en forme à chaud.....	33
<b>Fig. I.20 (b) :</b> Courbes contrainte-déformation des métaux ou alliages à faible énergie de défaut d'empilement dans le domaine de la mise en forme à chaud.....	33
<b>Figure I.21 :</b> Courbe d'écoulement au cours de formage à froid (a) et le formage à chaud (b) pour déterminer la contrainte d'écoulement moyenne $\sigma_{Fm}$ .....	39
<b>Figure I.22 :</b> Modèle viscoplastique tenant compte des phénomènes physiques lors de mise en forme des matériaux.....	39
<b>Figure I.23 :</b> Effet du paramètre Z dans une courbe d'écoulement.....	39
<b>Figure I.24 :</b> Modèles en ligne pour train à chaud pour bandes laminées.....	43
<b>CHAPITRE II</b>	
<b>Figure II.1 :</b> Techniques de simulation et d'investigations expérimentales.....	48
<b>Figure II.2 :</b> Forme et dimensions de l'éprouvette de torsion.....	49
<b>Figure II.3 :</b> Cycle de laminage à chaud industriel.....	51
<b>Figure II.4 :</b> Modes de prélèvements des éprouvettes de traction, de résilience et de microstructure.....	51
<b>Figure II.5 :</b> Dimensions de traction et de résilience.....	52

### CHAPITRE III

<b>Figure III.1:</b> Points de transformation en chauffage et en refroidissement.....	58
<b>Figure III.2:</b> Courbe TRC partielle de l'acier étudié avec et sans déformation.....	58
<b>Figure III.3:</b> Structures : (a) vitesse de refroidissement: 0,2°C/S, (b) taux de déformation: 20%, vitesse de refroidissement : 0,2°C/S, G=500x.....	59
<b>Figure III.4 :</b> Structures : (a) vitesse de refroidissement: 0,35°C/S, (b) taux de déformation : 20%, vitesse de refroidissement: 0,35°C/S, G=500x.....	59
<b>Figure III.5:</b> Structures : (a), vitesse de refroidissement: 0,5°C/S, (b) taux de déformation: 20%, vitesse de refroidissement: 0,5°C/S, G=500x.....	60
<b>Figure III.6 :</b> Structures : (a) vitesse de refroidissement 1°C/S, (b) taux de déformation: 20%, vitesse de refroidissement: 1°C/S.....	60
<b>Figure III.7 :</b> Structures après refroidissement à différentes vitesses avec et sans déformation.....	64
<b>Figure III.8 :</b> Evolution de la microdureté-vitesse de refroidissement avec et sans déformation.....	64
<b>Figure III.9 :</b> Courbes d'écoulement de l'acier au Nb-V-Ti à différents régimes de températures et vitesses de déformation.....	70
<b>Figure III.10 :</b> Courbes Contrainte déformation à des températures constantes 925 à 1150 °C (domaine austénitique) respectivement aux vitesses de déformation 0.2, 2 et 5 S <sup>-1</sup> .....	71
<b>Figure III.11 :</b> Courbes Contrainte déformation à des températures constantes 775°C à 825 °C (domaine austénitique) respectivement aux vitesses de déformation 0.2, 2 et 5 S <sup>-1</sup> .....	72
<b>Figure III.12:</b> Courbes Contrainte déformation à des températures constantes 725-750 °C (domaine biphasé austénitique-ferrite) et à 700°C (monophasé ferrite) aux vitesses de déformation 0.2, 2 et 5 S <sup>-1</sup> .....	73
<b>Figure III.13 :</b> Effet des températures de déformation et des vitesses de déformation sur la variation de la contrainte d'écoulement.....	76
<b>Figure III.14 :</b> Evolution de la contrainte maximale en fonction de la température pour chaque vitesse de déformation imposée.....	76
<b>Figure III.15 :</b> Evolution de la déformation sous l'effet de la température et de la vitesse de déformation.....	79
<b>Figure III.16 :</b> Relation contrainte d'écoulement max avec les vitesses de déformations imposées.....	79
<b>Figure III.17 :</b> Relation contrainte d'écoulement max avec les températures de déformations imposées.....	80
<b>Figure III.18 :</b> Evolution du coefficient d'écrouissage avec la température de déformation.....	84
<b>Figure III.19 :</b> Exemple de courbe logarithmique de la contrainte d'écoulement Maximale avec l'inverse de température de déformation et le logarithme de la vitesse de déformation (avec de bonnes corrélations).....	86
<b>Figure III.20 :</b> Evolution du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation avec la température de déformation.....	88
<b>Figure III.21 :</b> Base de données FPD.....	97
<b>Figure III.22 :</b> Prétraitement des courbes d'écoulement.....	97
<b>Figure III.23 :</b> Principe de régularisation.....	97
<b>Figure III.24:</b> Exemples de courbes d'écoulement par loi polynomial avec courbe de tendance avec régression R <sup>2</sup> ~1.....	99
<b>Figure III.25 :</b> Courbe d'écoulement issue du calcul selon l'équation 1.....	100

<b>Figure III.26</b> : Courbe d'écoulement issue du calcul de l'équation 2 (domaine monophasé austénite).....	101
<b>Figure III.27</b> : Courbe d'écoulement issue du calcul de l'équation 2 (domaines monophasé austénite et biphasé ferrite-austénite).....	102
<b>Figure III.28</b> : Courbes d'écoulement expérimentales de l'acier étudié à différentes températures à une vitesse de déformation $5 \text{ S}^{-1}$ .....	104
<b>Figure III.29</b> : Courbes d'écoulement expérimental de l'acier étudié à différentes températures à une vitesse de déformation $2 \text{ S}^{-1}$ .....	104
<b>Figure III.30</b> : Courbes d'écoulement expérimental de l'acier étudié à différentes températures à une vitesse de déformation $0,2 \text{ S}^{-1}$ .....	104
<b>Figure III.31</b> : Courbes prédites contrainte- déformation à la température constante $1150^{\circ}\text{C}$ respectivement aux vitesses de déformation 0,2, 2 et $5 \text{ S}^{-1}$ .....	105
<b>Figure III.32</b> : Courbes prédites contrainte déformation à la température constante $1000^{\circ}\text{C}$ respectivement aux vitesses de déformation 0,2, 2 et $5 \text{ S}^{-1}$ .....	106
<b>Figure III.33</b> : Courbes prédites contrainte déformation à la température constante $925^{\circ}\text{C}$ respectivement aux vitesses de déformation 0,2, 2 et $5 \text{ S}^{-1}$ .....	107
<b>Figure III.34</b> : Relation résistance à la déformation $\sigma_{\text{wm}} / \sigma_{\text{fm}}$ et le rapport des bras de levier m en fonction du rapport $l_d / h_m$ , et le rapport d'écart du cylindre $l_d / h_m$ .....	109
<b>Figure III.35</b> : Les facteurs technologiques obtenus (efforts de laminage, contrainte d'écoulement $\sigma_{\text{fm}}$ , couple de laminage et quotient de bras de levier.....	110
<b>Figure III.36</b> : Evolution de la contrainte d'écoulement en fonction du taux de déformation imposé le train finisseur.....	111
<b>Figure III.37</b> : Comparaison entre les efforts et couples de laminage (mesurés et calculés) en fonction des températures de laminage.....	112
<b>Figure III.38</b> : Influence des températures de fin laminage et de bobinage sur les propriétés de résistance.....	114
<b>Figure III.39</b> : Influence des températures de fin laminage et de bobinage sur les propriétés de ductilité et de ténacité.....	115
<b>Figure III.40</b> : Effet de la température d'essai sur la résilience en fonction des températures de bobinage.....	117
<b>Figure III.41</b> : Microstructures sélectionnées pour l'obtention d'acier microallié de grade X60.....	118

## CHAPITRE IV

<b>Figure IV.1</b> : Variation de teneurs en éléments d'additions dans la population étudiée.....	123
<b>Figure IV.2</b> : Variation des propriétés mécaniques de résistance sur les bobines étudiées.....	123
<b>Figure IV.3</b> : Variation des propriétés mécaniques de ténacité sur les bobines étudiées....	123
<b>Figure IV.4</b> : Evolution des propriétés de résistance en fonction de la température sortie finisseuses.....	125
<b>Figure IV.5</b> : Evolution des propriétés de résistance en fonction de la température de bobinage.....	125
<b>Figure IV.6</b> : Evolution de Kcv en fonction de la température sortie finisseuses.....	125
<b>Figure IV.7</b> : Répartition des grades d'aciers en aciers HLE sur les programmes de laminage de l'acier X60.....	125
<b>Figure IV.8</b> : Résultats des propriétés de résilience à différentes températures de la série (1).....	130

<b>Figure IV.9</b> : Evolution des propriétés mécaniques de la série (1).....	132
<b>Figure IV.10</b> : Effet du régime de refroidissement sur les propriétés de résistance.....	134
<b>Figure IV.11</b> : Effet du régime de refroidissement sur les propriétés de résilience.....	134
<b>Figure IV.12</b> : Microstructures dans les bandes laminées sous refroidissement air comprimé.....	136
<b>Figure IV.13</b> : Microstructures dans les bandes laminées sous refroidissement jet d'eau....	137
<b>Figure IV.14</b> : Microstructures dans les bandes laminées sous refroidissement laminaire...	138
<b>Figure IV.15</b> : Modélisation de l'évolution de la taille de grain en fonction des régimes de refroidissements imposés à différentes séquences de températures de laminage avec température de bobinage 600 °C.....	145
<b>Figure IV.16</b> : Modélisation de l'évolution de la taille de grain en fonction des régimes de refroidissements imposés à différentes séquences de températures de laminage avec température de bobinage 550 °C.....	146
<b>Figure IV.17</b> : Modélisation de l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la taille de grain à différents régimes de refroidissement et de laminage.....	147
<b>Figure IV.18</b> : Modélisation de l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la taille de grain à différents séquences de laminage à un refroidissement par l'eau pulvérisée.....	148
<b>Figure IV.19</b> : Modélisation de l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la taille de grain à différents séquences de laminage à un refroidissement laminaire.....	149

## **LISTE DES TABLEAUX**

### **CHAPITRE I**

<b>Tableau I.1</b> : Energies d'activation apparentes relatives à la mise en forme au fluage et à l'autodiffusion de trois métaux usuels.....	36
<b>Tableau I.2</b> : Modèles mathématiques en process de déformation à chaud.....	43

### **CHAPITRE II**

<b>Tableau II.1</b> : Composition chimique de l'acier étudié.....	46
<b>Tableau II.2</b> : Essai de dilatométrie sans déformation.....	48
<b>Tableau II.3</b> : Essai de dilatométrie avec déformation.....	48
<b>Tableau II.4</b> : Caractéristiques techniques de torsion plastomètre.....	49
<b>Tableau II.5</b> : Conditions de réduction sur laminoir dégrossisseur.....	51
<b>Tableau II.6</b> : Séquence de réduction dans le train finisseur.....	52
<b>Tableau II.7</b> : Séquences de température en deux régimes I et II.....	53
<b>Tableau II.8</b> : Conditions de réduction direct sur laminoir dégrossisseur pour grades supérieurs.....	54
<b>Tableau II.9</b> : Conditions de simulation de bobinage pour grades supérieurs.....	54
<b>Tableau II.10</b> : Conditions de réduction et de température sur laminoir dégrossisseur...	54
<b>Tableau II.11</b> : Conditions de réduction et de température sur laminoir finisseur .....	55
<b>Tableau II.12</b> : Conditions de refroidissement et de température .....	55
<b>Tableau II.13</b> : Caractéristiques techniques du laminoir de simulation.....	55

### CHAPITRE III

<b>Tableau III.1</b> : Points de transformation de l'acier étudié.....	57
<b>Tableau III.2</b> : Résultats de dilatométrie sans déformation (P: Perlite, F : Ferrite, B : Bainite)...	58
<b>Tableau III.3</b> : Résultats de dilatométrie avec déformation.....	58
<b>Tableau III.4</b> : Valeurs du coefficient de sensibilité à la déformation.....	82
<b>Tableau III.5</b> : Valeurs calculées du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation moyenne .....	83
<b>Tableau III.6</b> : Valeurs calculées du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation...	85
<b>Tableau III.7</b> : Valeurs estimées de l'énergie d'activation $Q$ pour d'autres matériaux.....	90
<b>Tableau III.8</b> : Energies d'activation apparentes relatives à la mise en forme de trois métaux usuels.....	91
<b>Tableau III.9</b> : Valeurs de l'énergie d'activation apparente calculées par la loi puissance et la loi de Sellars et Tagart (domaine austénitique).....	91
<b>Tableau III.10</b> : Valeurs de l'énergie d'activation apparente calculées par la loi puissance et la loi de Sellars et Tagart (domaine biphasé).....	92
<b>Tableau III.11</b> : Valeurs de l'énergie d'activation apparente moyenne calculée par la loi puissance (domaine biphasé austénite-ferrite et monophasé de ferrite).....	92
<b>Tableau III.12</b> : Equations de comportement à chaud selon la loi empirique selon le modèle de « Hansel et Spittel ».....	98
<b>Tableau III.13</b> : Loi de comportement mathématique 1.....	98
<b>Tableau III.14</b> : Loi de comportement mathématique 2.....	98
<b>Tableau III.15</b> : Schémas de laminage proposés pour l'acier X60.....	119

### CHAPITRE IV

<b>Tableau IV.1</b> : Composition chimique des nuances d'aciers élaborées en industrie.....	121
<b>Tableau IV.2</b> : Exigences de la norme API en composition chimiques et propriétés mécaniques.....	122
<b>Tableau IV.3</b> : Analyse chimique sur bandes à chaud en X60 industriel.....	122
<b>Tableau IV.4</b> : Propriétés mécaniques de résistance après séquence de laminage de la série 1.....	127
<b>Tableau IV.5</b> : Propriétés mécaniques après séquence de laminage de la série 2.....	128
<b>Tableau IV.6</b> : Propriétés mécaniques de ténacité après séquence de laminage de la série 2.....	129
<b>Tableau IV.7</b> : Propriétés mécaniques exigées sur pipelines selon la norme API 5L...	130
<b>Tableau IV.8</b> : Comparaison entre valeurs moyennes normalisées API 5L, en industrie et celles de simulation.....	140
<b>Tableau IV.15</b> : Propositions technologiques pour l'obtention de grade HLE > à X60...	141

## NOMENCLATURE

Nb : niobium

Ti : titane

V : vanadium

Al : aluminium

Cr, Mn, Si, Mn, P, S, Mo : chrome, manganèse, silicium, phosphore, soufre, molybdène

HLE X52, X65, X70 et X80 : Acier à haute limite d'élasticité de grade X (en psi)

HSLA : High strength low alloy steel (acier à bas éléments d'alliages à haute résistance)

F : ferrite

P : perlite

B : bainite

H<sub>v</sub> : dureté vickers

N : nombre de tours effectués

N' : vitesse de rotation (tr/s)

C : couple

Alpha : ferrite

Gamma : austénite

L et R : longueur et rayon d'éprouvette de torsion

$\tau$  (R) : la cission à la périphérie

$\sigma_0$  : contrainte d'écoulement

$\varepsilon, \sigma$  : contrainte et déformation

Q : énergie d'activation apparente

$\theta = d\sigma_0 / d\varepsilon$  : taux de consolidation

$\varepsilon_{reg}$  : terme de régulation

$\sigma_{eq}$  : contrainte d'écoulement équivalente

$\varepsilon$  : déformation plastique équivalente

$\dot{\varepsilon}$  : vitesse de déformation équivalente

n : coefficient d'écrouissage (sensibilité à la déformation)

m : coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation

K : constante du matériau

T : température °C

(RDC) : recristallisation dynamique continue

(RDG) : recristallisation dynamique géométrique

(RDD) : recristallisation dynamique discontinue

(EBSD) : diffraction des électrons rétrodiffusés

p (sans dimension) constante > 1,

Q (J · mol<sup>-1</sup>) : énergie d'activation apparente de la déformation,

Q<sub>f</sub> : l'énergie de fluage

Q<sub>a</sub> : l'énergie d'autodiffusion

R (8,32 J · mol<sup>-1</sup> · K<sup>-1</sup>) constante molaire des gaz.

Z : paramètre de Zener-Hollomon

$\alpha$  : constante comprise entre 0,7 et 1

$\mu$  : module e cisaillement élastique (Pa)

b : module du vecteur de Burgers (m)

$\sigma_{F0}$  : facteur spécifique au matériau selon le modèle d'écoulement « Hansel et Spittel »

K1 : facteur de température selon le modèle d'écoulement « Hansel et Spittel »

K2 : facteur de contrainte selon le modèle d'écoulement « Hansel et Spittel »

K3 : facteur vitesse de déformation selon le modèle d'écoulement « Hansel et Spittel »

$\sigma_{Fm}$  : contrainte moyenne d'écoulement selon le modèle d'écoulement « Hansel et Spittel »  
 $\sigma_f$  : contrainte d'écoulement du matériau selon le modèle d'écoulement « Hansel et Spittel »  
 $\varphi$  : déformation équivalente selon le modèle d'écoulement « Hansel et Spittel »  
 $\dot{\varphi}$  : vitesse de déformation équivalente [ $s^{-1}$ ] selon le modèle de « Hansel et Spittel »  
 $\vartheta$  : Température donnée ( $^{\circ}C$ ) selon le modèle d'écoulement « Hansel et Spittel »  
 $m_1$  et  $m_9$  termes définissent la sensibilité du matériau à la température.  
 $m_5$  terme couplé température et déformation  
 $m_8$  terme couplé température et vitesse de déformation  
 $m_2, m_4$  et  $m_7$  termes définissent la sensibilité du matériau à la déformation.  
 $X_i$  : fraction transformée  
 $X_r, X_R$  et  $X_M$  : fraction théorique respectivement à la restauration statique et aux recristallisations statiques et métadynamique  
T.R.C : transformation en refroidissement continu  
 $Ac_1, Ac_3, Ar_1, Ar_3$  : les points de transformation de l'acier ( $^{\circ}C$ )  
DRV : restauration dynamique en déformation à chaud  
DRX : recristallisation dynamique  
RDD et RDC : recristallisation dynamique discontinue et continue  
FPD base : Forming Properties Database (base de données des propriétés de déformation)  
(Fw) : La force de laminage  
(M<sub>d</sub>) : Le couple de laminage  
 $h_0$  : épaisseur initiale du matériau laminé  
 $h_1$  : épaisseur finale du matériau laminé  
 $v_w$  : la vitesse de laminage  
 $l_d$  : la longueur de la zone de contact  
R : le rayon du cylindre de laminoir  
 $\Delta h$  : la variation de l'épaisseur du matériau laminé donnée  
 $A_d$  : la surface de contact cylindre / matériau laminé (foyer de déformation)  
 $m_{bl}$  Le quotient de bras de levier  
 $K_{cv}$  : la résilience en  $j/cm^2$ )  
E : limite d'élasticité MPA (notation industrielle)  
 $R_e$  : limite d'élasticité en traction normalisée MPa  
 $R_m$  : résistance à la traction MPa  
A : allongement en %  
Z : striction en %  
 $T_f$  : température de fin de laminage  $^{\circ}C$   
 $T_b$  : température de bobinage en  $^{\circ}C$   
F1-F6 : Nombre de cage de laminoir industriel  
d : taille de grain ferritique ( $\mu m$ )  
 $V_r$  : vitesse de refroidissement en  $^{\circ}C/S$ .

# **INTRODUCTION GENERALE**

Depuis des décennies, les aciers microalliés (HSLA) présentent une large gamme d'utilisation dans les secteurs d'hydrocarbures, d'automobile et de constructions navales. Actuellement, il existe un intérêt consistant dans le développement et l'application de ces aciers dans d'autres différents domaines. Ces aciers sont caractérisés par une haute limite d'élasticité, une excellente propriété de résilience ainsi qu'une bonne aptitude à la soudabilité et à la mise en forme.

L'amélioration des caractéristiques mécaniques de ces aciers peut être effectuée à travers différents mécanismes qui peuvent avoir lieu au cours de la déformation et/ou après traitement de normalisation (durcissement structural, affinement des grains, et/ou fines précipitations). Il en suit que le contrôle de la microstructure des matériaux et la compréhension du comportement métallurgique et mécanique (rhéologie) qui lui est associés est un des facteurs importants et nécessaires à la réalisation de ces caractéristiques. Il est bien connu que toute étude métallurgique et rhéologique des ces alliages est étroitement liée à l'évolution des propriétés mécaniques en fonction des paramètres de déformation qui sont le taux d'érouissage, les contraintes appliquées, la déformation imposée, la vitesse de déformation et la température (chauffage et refroidissement). En outre, la composition chimique joue également un rôle crucial dans la réalisation des propriétés finales des matériaux. Ceci est tout particulièrement vrai pour ce type d'acier dont les éléments de microalliage V, Nb et Ti sont les plus prometteurs en raison de leur caractère exceptionnel d'agir comme affineurs de grains, soit directement en tant que soluté (drag effect) soit en tant que précipités (pinning effect) en formant une distribution homogène de nitrures et carbonitrures complexes dans la matrice.

L'étude du comportement mécanique des matériaux passe par les essais mécaniques qui fournissent des données nécessaires et essentielles pour la mise au point des procédés de mise en forme. Parmi ces essais mécaniques, un grand nombre de méthodes permettent la caractérisation à chaud qui peut être menée de manière plus ou moins spécifique. On distingue généralement trois principaux types d'essais : la compression, la traction et la torsion à chaud. L'essai de torsion est un essai dédié spécifiquement pour la caractérisation des matériaux soumis à de grandes déformations et permet d'étudier la rhéologie du matériau alors que la traction est, en général, réservée aux aspects liés plutôt à l'endommagement.

Afin de pouvoir prédire les propriétés mécaniques des produits finis, il en ressort de développer des approches incluant à la fois des considérations physico-métallurgique, analytiques et statistiques.

La présente étude se rapporte à des aciers destinés pour la production de pipelines soudés. L'objectif principal est de déterminer le comportement rhéologique d'aciers à bas carbone microalliés au Nb-V-Ti moyennant une résolution analytique afin d'aboutir à une loi de comportement incluant l'évolution structurale et mécanique lors des procédés industriels. Une simulation à chaud menée par exemple par le biais de tests de dilatométrie avec et sans déformation et l'utilisation d'un laminoir pilote permet ainsi de mieux prédire le comportement mécanique à l'échelle industrielle. Les résultats déduits de cette modélisation seront alors une base de données pour l'étude de l'influence des paramètres de déformation sur le comportement mécanique d'aciers industriels microalliés au Nb-Ti-V. En outre, les prévisions émanant de cette approche pourraient permettre également d'interpréter certains aspects de l'écoulement plastique des matériaux métalliques à partir de l'évolution de la microstructure et de contribuer à la proposition d'une méthodologie appropriée pour la prédiction de la réponse thermomécanique de ces types d'aciers.

Cette thèse est organisée et répartie selon les chapitres suivants :

- **Chapitre I** - Synthèse bibliographique comportant une revue systématique de l'état de l'art des aciers microalliés, de l'utilisation des essais mécaniques qui leur sont associés (plus particulièrement la torsion à chaud) et des méthodes d'approche pour la détermination de leurs lois de comportement.
- **Chapitre II** – Protocoles expérimentaux couvrant l'ensemble des techniques et méthodes expérimentales utilisées à savoir la simulation par dilatométrie (avec et sans déformation), la torsion à chaud et enfin la simulation sur laminoir pilote (séquences de laminage et modélisation).
- **Chapitre III** – Consacré à l'étude de transformation en refroidissement continu (avec et sans déformation), à la détermination des paramètres rhéologiques et à la résolution du comportement viscoplastique des aciers microalliés.
- **Chapitre IV** – Permettant la modélisation du comportement à chaud des aciers microalliés au Nb-Ti-V lors de la simulation par torsion à chaud et au laminoir pilote (modèle microstructural de déformation prédictif du comportement lors de la transformation à chaud pour l'obtention d'acier de grades supérieurs à l'X60).
- Enfin, en conclusion, nous rappellerons les principaux résultats de ce travail et les perspectives éventuelles à donner à cette étude.

# **CHAPITRE I**

## **SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE**

## **I.1. Aciers microalliés et aspect métallurgique du laminage à chaud des aciers à haute limite d'élasticité (HLE).**

Les aciers microalliés conservent une particulière renommée acquise au cours des dernières décennies. Sur la base des progrès réalisés, il y a conjointement [1-4] :

- une amélioration continue de procédés d'élaboration de mise en forme
- une connaissance accrue du rôle de la composition chimique, notamment celui des différents éléments d'alliage sur les caractéristiques mécaniques.
- une mise en place d'un contrôle rigoureux visant à obtenir la plus haute qualité.

Les aciers à haute limite d'élasticité (HLE) sont des aciers microalliés au niobium, vanadium et titane. Les autres éléments principaux entrant dans la composition chimique de ces aciers sont : le carbone, le manganèse, l'aluminium, le silicium et le molybdène. Ils sont communément connus aussi sous l'appellation d'aciers à dispersoïdes en relation avec aux éléments formant des phases d'insertion stables (Nb, V, Ti) [5-7]. Les principaux constituants structuraux de ces aciers à l'état d'emploi sont la ferrite, la perlite et les phases secondaires qui sont les carbures, les nitrures et les carbonitrures [8,9]. Les HLE sont généralement laminés à chaud et s'emploient à l'état brut de laminage ou à l'état amélioré notamment pour les constructions soudées et les pipelines. Selon la norme américaine API, ils sont classés selon plusieurs grades : X52, X60, X70, X80...etc [1-4]. Ces types d'aciers sont apparus et développés pour la première fois dans le domaine de la construction des édifices soudables à teneur en carbone inférieure ou égale à 0,2% environ [4-6]. Ce sont des aciers au carbone, manganèse, silicium (respectivement 0,20%, 1,6% et 0,50%) auxquels sont ajoutés des éléments d'addition en faible teneur tels que le niobium, le vanadium ou le titane. Ces éléments, en raison de leur grande affinité pour le carbone et pour l'azote, peuvent précipiter pour former des nitrures et carbonitrures très finement dispersés dans la matrice ferritique [7]. Ces aciers sont généralement utilisés à l'état brut de laminage ou après un traitement de normalisation (c'est-à-dire une austénitisation suivie d'un refroidissement à l'air). En raison de leur composition chimique, la trempabilité est relativement faible ce qui amène que la transformation au refroidissement (depuis la température de fin de laminage ou depuis la température d'austénitisation dans le cas de la normalisation) se produit entièrement dans le domaine ferrito-perlitique [8,9].

Ces aciers sont caractérisés particulièrement par une haute limite d'élasticité, une excellente propriété de résilience à basse température et une bonne aptitude à la soudabilité et à la mise en forme [10].

De nombreuses études ont montré que l'amélioration de ces caractéristiques mécaniques peut être obtenue par différents mécanismes microstructuraux à savoir durcissement par transformation martensitique, par affinement des grains et par précipitation des précipités fins de types NbC, NbN, TiC et VC [11-14]. La mise en œuvre de ces aciers exige donc une connaissance approfondie des conditions de mise en solution et de précipitation des éléments d'addition au cours des différentes étapes de la fabrication : chauffage avant laminage (austénitisation), laminage, refroidissement après laminage) ou traitement thermique postérieur éventuel.

## **I.1.1. Effet des éléments d'alliages et de la métallurgie de mise en forme**

### **I.1.1.1. Influence des éléments formants des précipités**

**Le vanadium** : en faible proportion, cet élément ayant l'aptitude majeure d'augmenter la dureté des aciers sans diminuer pour autant l'allongement et la résilience, est un désoxydant énergétique qui améliore la qualité de l'acier. Une teneur en vanadium de 0,5 à 0,7% suffit pour transformer les propriétés d'un acier en augmentant sensiblement la résistance à la traction et à la fatigue tout en diminuant la formation de tapures de trempe. Il a également le pouvoir d'élever la température d'austénitisation en diminuant la susceptibilité à la surchauffe de l'acier. Il contribue aussi fortement à l'affinement des grains et sa tendance à former des carbures/carbonitrides nécessite des températures élevées de trempe pour éviter des plages douces après traitement. Les carbonitrides du vanadium sont mis en solution à une température proche de 1000 °C et leur précipitation a lieu en partie dans l'austénite et en partie en ferrite [5,6,15].

**Le niobium** : Cet élément est ajouté sous forme d'alliages ferreux appelés ferro-niobium qui sont plus faciles à introduire à la fusion. Il a été établi qu'en ajoutant dans des aciers à bas carbone une faible proportion (0,10%) de niobium, la limite d'élasticité est avantageusement élevée, amélioration due au fait que le métal présente un grain plus fin que celui de l'acier de carbone de même nuance. La résistance de ces produits permet une réduction du poids et une économie de 20 à 30%. Ils sont livrés sous forme de tôles, barres et peuvent être améliorés davantage par traitement thermique et ils présentent une bonne soudabilité [5,16]. Il est utilisé pour freiner la recristallisation de l'austénite en solution solide et former des précipités lors de la transformation austénite-ferrite. Cette précipitation a un effet durcissant mais également fragilisant. La présence des carbonitrides (carbures) du niobium non dissout freinent le grossissement du grain austénitique avant écrouissage.

**Le titane** : Il forme des carbonitrides (carbures) et permet de fixer l'azote. Il se combine avec le soufre en donnant naissance des sulfures non déformés. L'emploi de cet élément demande certaines précautions car il a tendance à former de gros précipités complexes de nitrides/carbonitrides difficilement dissolvables qui peuvent provoquer la fragilisation. Il a un effet durcissant à l'état brut de laminage et il freine la recristallisation; il sert à affiner les grains lors d'une normalisation [5,16].

**L'aluminium** : employé surtout comme désoxydant, il forme aussi des nitrides d'aluminium qui ont le pouvoir d'inhiber le grossissement du grain austénitique. Comme le chrome, il augmente la résistance à l'oxydation des aciers et peut intervenir dans certains processus de durcissement (effet durcissant) [5,16].

## **I.1.2. Phénomènes métallurgiques se déroulant lors de la déformation à chaud**

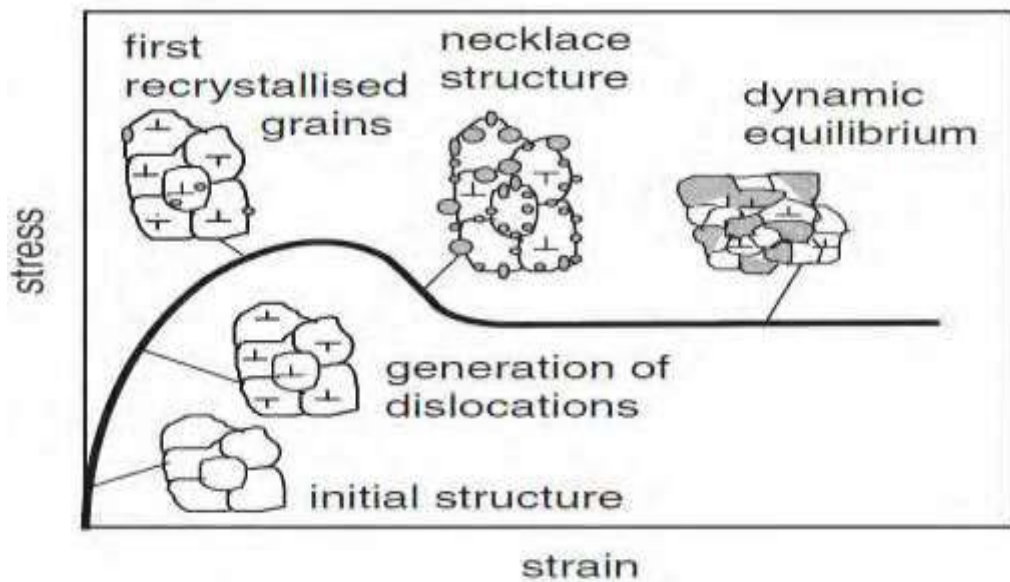
Au début du siècle, il était reconnu que les caractéristiques mécaniques des aciers de construction étaient conditionnées particulièrement par la composition chimique, tandis que le rôle du «déformateur» ne consistait essentiellement qu'à conférer à la tôle une géométrie correcte. En finalité, la structure métallographique étant grossière et ne conduisant pas à de bonnes propriétés, les produits laminés sont soumis postérieurement à des traitements de normalisation qui ont pour but d'éliminer les anomalies de structures. Puis on s'est rendu compte que les paramètres de laminage influent beaucoup sur les propriétés du produit fini, aussi les traitements thermomécaniques, et en particulier le laminage contrôlé, ont été mis au point vers les années cinquantes, permettant, en plus de la mise à dimensions, l'obtention des caractéristiques mécaniques meilleures (à l'état brut de laminage) [15,17].

### **I.1.2.1. Phénomènes de recristallisation.**

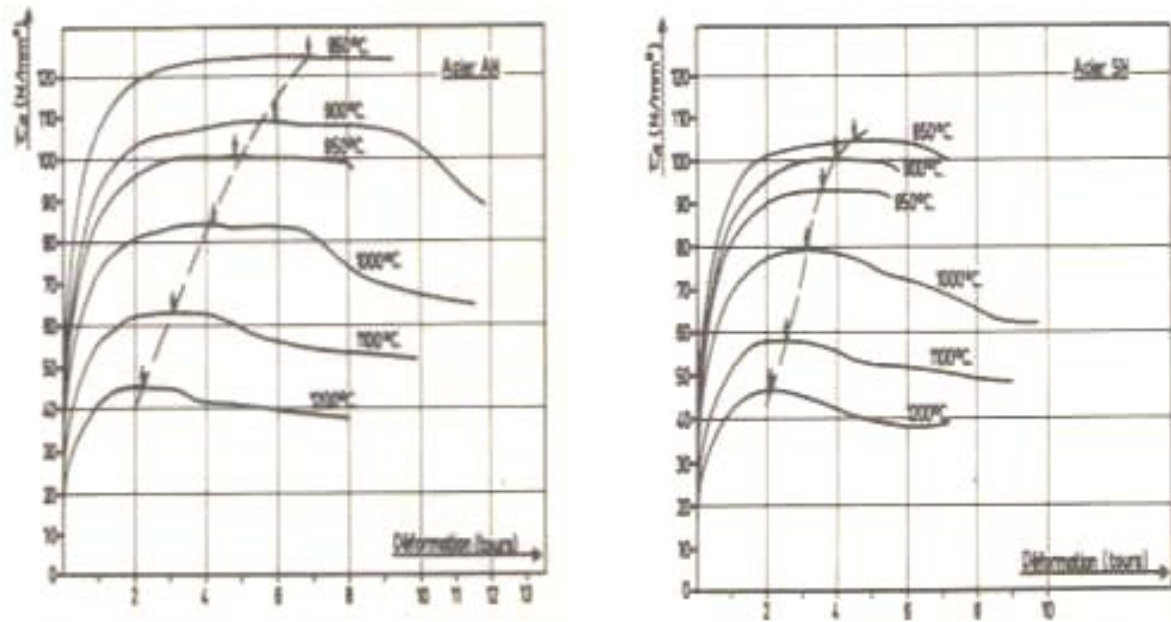
#### **I.1.2.1.1. Courbes contrainte-déformation**

Il est bien connu que les aciers déformés à chaud sont le siège d'un adoucissement qui se manifeste pendant ou après la déformation. En absence d'un tel phénomène, on devrait s'attendre à ce que les défauts cristallins introduits par les sollicitations extérieures conduisent à un durcissement progressif et continu jusqu'à la rupture (écrouissage). Or, les essais mécaniques conduits aux hautes températures (traction, compression ou torsion), conduisent à obtenir des courbes d'écrouissage (Fig.I.1), indiquant, qu'en fonction de la déformation, la contrainte d'écoulement commence par augmenter, passe par un maximum avant de se stabiliser à une valeur de régime maintenue jusqu'à la rupture.

L'énergie accumulée au cours de la déformation tend à se dissiper par les phénomènes d'adoucissement dynamique et statique. Il existe ainsi une dualité entre la courbe contrainte-déformation et l'évolution métallurgique de la phase stable. C'est pour cette raison que pratiquement tous les essais de simulation visent à obtenir des courbes contraintes-déformations qui sont caractérisées par une partie croissante (zone de consolidation), un maximum plus ou moins marqué (écrouissage prédominant), une partie décroissante (compromis entre l'écrouissage et l'effet de recristallisation) et enfin un palier constant (recristallisation dynamique) [18-20]. Une telle courbe représente une caractéristique intrinsèque du métal (pas d'interaction outil-métal) dépend étroitement des conditions de l'essai (composition, vitesse de déformation, température, et état métallurgique initial). A titre d'exemple la [Figure I.2](#) représente les résultats expérimentaux d'un essai de torsion pour deux aciers avec Nb (0,020%) et sans Nb. Le déplacement constaté à droite du maximum vers des taux de déformations plus élevés, est dû au retard de la recristallisation provoqué par la présence de Nb [7]. Il y est aussi remarqué que l'effet du Nb diminue le taux d'écrouissage ainsi que le niveau de l'effort.



**Figure I.1** : Courbe contrainte-déformation et évolution microstructurale [7].



**Figure I.2** : Courbe d'écrouissage à chaud (déformation par torsion) [7].

#### I.1.2.1.2. Adoucissement dynamique

L'adoucissement dynamique apparaît pendant la déformation (Fig. I.3 a). Le métal consolidé initialement par l'effet de la déformation cherche un retour à l'équilibre par recristallisation. En effet, la restauration et la recristallisation sont deux mécanismes de déconsolidation au sens où ils permettent au métal de perdre une plus ou moins grande quantité de l'énergie fournie [11].

- Restauration dynamique : pendant la déformation, la multiplication des défauts cristallins (défauts d'empilement, dislocations...etc.), provoque un durcissement, qui est rapidement mis en concurrence avec un premier mécanisme d'adoucissement qui est la restauration dynamique, se manifestant par un réarrangement des dislocations en formant des sous-joints qui délimitent les nouveaux grains équiaxes à partir d'un grain allongé dans le sens de la déformation (polygonisation).

- Recristallisation dynamique : ce phénomène apparaît lorsque la déformation se poursuit, et correspond à la germination de nouveaux grains à basse densité de dislocation. Une diminution de la contrainte d'écoulement est alors observée jusqu'à ce qu'un équilibre s'établisse entre le processus d'écrouissage et de recristallisation correspondant à un palier jusqu'à la rupture.

- Recristallisation post-dynamique : elle prolonge la recristallisation dynamique sans temps d'incubation, juste après l'élimination de l'effort, et correspond à un grossissement rapide du grain dès les premières secondes du maintien de la température de déformation [21].

### I.1.2.1.3. Adoucissement statique

Après la déformation, les phénomènes suivants apparaissent :

- Restauration statique : elle se déroule selon deux stades (Fig. I.3 b) :
  - Stade de détente: pendant lequel on a une redistribution des dislocations par annihilations des paires de dislocations de signes contraires, et une diminution des défauts ponctuels tels que lacunes et les atomes interstitiels s'annulent ou sont absorbés par les dislocations.
  - Stade de polygonisation : qui correspond à la fragmentation des grains en blocs plus petits à l'intérieur desquels les dislocations se réarrangent sur leur ligne de glissement (sous l'effet de la température par autodiffusion); celles de mêmes signes forment dans le grain déformé des parois séparant des blocs légèrement désorientés.
- Recristallisation statique : à partir de l'état restauré et après un temps d'incubation dépendant de la composition chimique et des conditions d'essai, on a formation et croissance de nouveaux grains équiaxes. Il faut signaler que dans la pratique, au cours du laminage, le taux de déformation permettant le déclenchement de l'adoucissement dynamique est rarement atteint.

La recristallisation est d'autant plus facile que la température est élevée, la vitesse de déformation et la déformation préalable importante [8,9]. En effet d'après Le Bon [10], la recristallisation dynamique totale n'est atteinte que pour des déformations importantes. A titre d'exemple signalons qu'un acier qui recristallise bien en phase austénitique est l'acier extra doux calmé à l'aluminium déformé à plus de 32% (déformation = 0,4) à 1200 °C pour obtenir une recristallisation dynamique partielle [22]. Certains éléments tels que le Nb et le V jouent un rôle très important dans le sens qu'ils retardent la recristallisation. L'évolution de la recristallisation lors d'un processus de laminage à chaud est montrée en Fig. I.4.

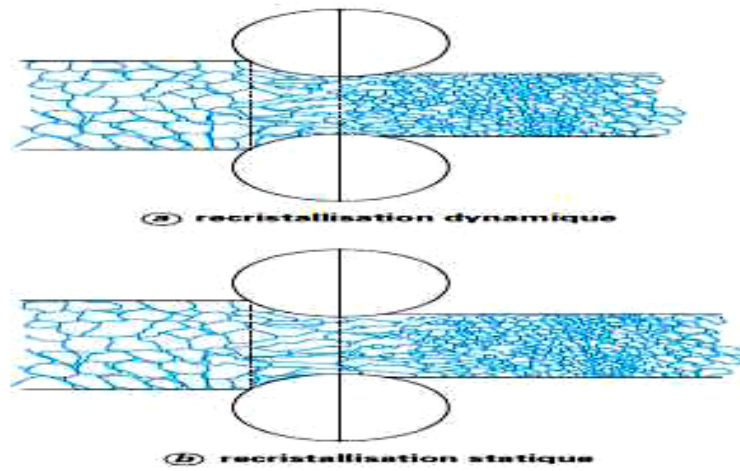


Figure I.3.a : Recristallisation dynamique et statique [10]

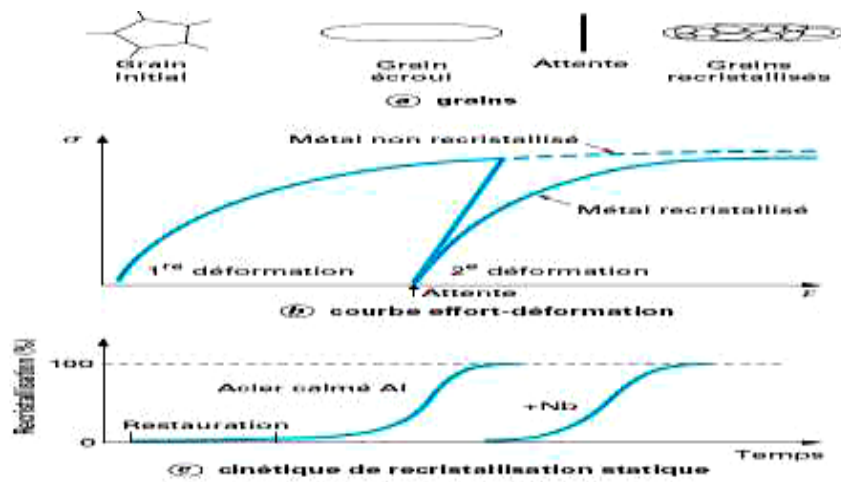


Figure I.3.b : Recristallisation statique [10]

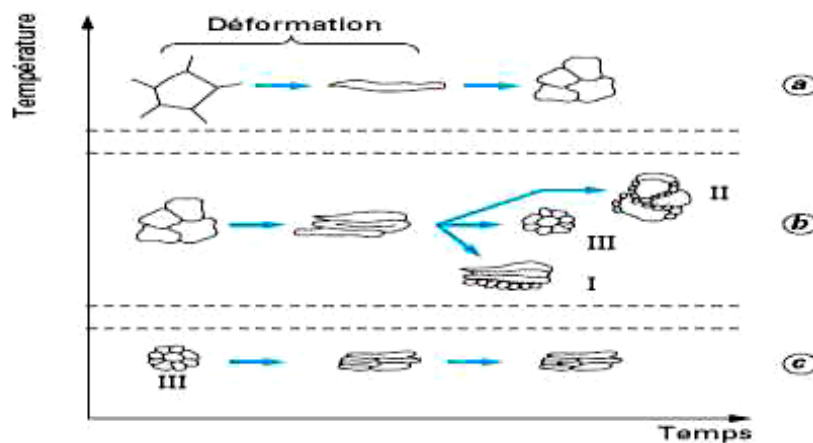


Figure I.4 : Evolution de la recristallisation en cours de laminage [23]

### **I.1.2.2. Taille de du grain.**

Pendant le chauffage, des éléments tels que les carbures et nitrures empêchent le grossissement des grains ce qui amène à une structure à grain fin offrant beaucoup plus d'obstacles au mouvement des dislocations, au vu d'une énergie plus grande nécessaire pour le franchissement d'un joint de grain que celle nécessaire pour franchir un précipité.

### **I.1.2.3. Durcissement par précipitation.**

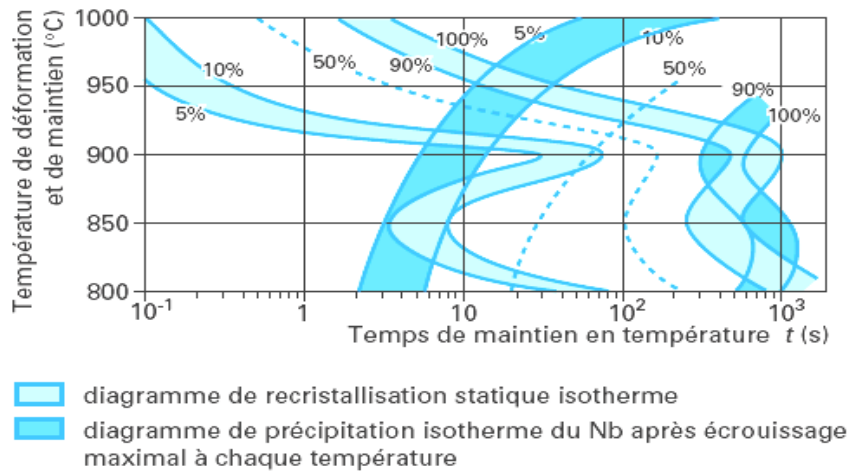
Il y a durcissement par précipitation lorsque les éléments d'alliages réagissent avec le carbone ou l'azote en formant des précipités qui s'opposent au mouvement des dislocations ou tout au moins au ralentissement de ces mouvements. Le plus grand gain en propriétés mécaniques (ductilité et résistance) est obtenu par affinement de la taille du grain qui concerne, dans la plupart des cas, la taille du grain austénitique car les phases finales (la ferrite) héritent de la taille de la phase mère. Ceci peut être obtenu en retardant la recristallisation de l'austénite par des précipités de niobium, de titane ou de leur combinaison. Les éléments Nb et Al se trouvent en sursaturation totale ou partielle pour certaines températures de déformation. La déformation peut initier une précipitation dynamique ou statique induite par un l'écroutissage plus rapide que la précipitation normale [11]. La Fig. I.5 montre l'influence de la température et le temps de déformation sur les cinétiques de précipitation du niobium où il est montré également que la recristallisation est considérablement retardée par le début de la précipitation [12].

### **I.1.2.4. Durcissement par solution solide**

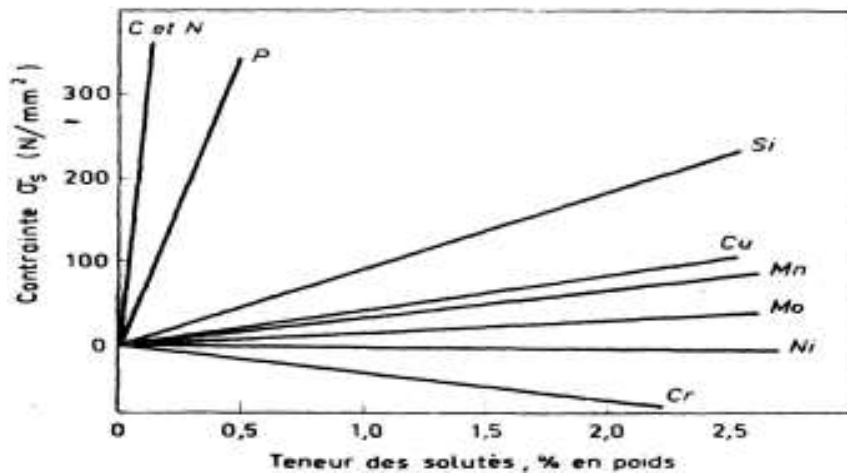
En l'absence de réaction avec le métal de base, les atomes des éléments d'alliage peuvent soit occuper des sites naturels dans le réseau de la matrice (en formant des solutions solides de substitution), soit s'insérer entre ces sites (en formant une solution solide d'insertion) ce qui provoque une distorsion du réseau qui rend le matériau plus dur (Fig. I.6). Le durcissement peut aussi être dû au fait que ces atomes de soluté se logent de préférence au voisinage de défauts réticulaires (lacunes et dislocations), dont le mouvement est ainsi ralenti. Il semble qu'une solution solide d'insertion peut provoquer un durcissement plus important que celui d'une solution solide de substitution, car elle entraîne des distorsions du réseau plus importantes [24].

#### **I.1.2.4.1. Affinement du grain**

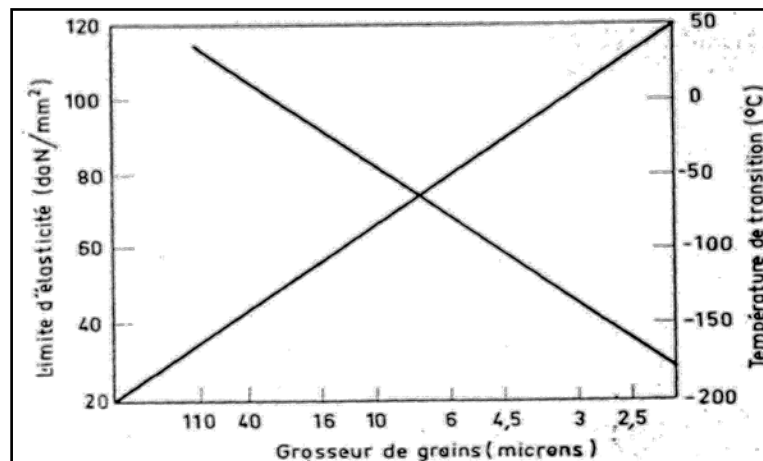
L'affinement du grain est un des mécanismes qui a le plus d'influence sur les caractéristiques mécaniques telles que la limite d'élasticité et la résilience (Fig. I.7).



**Figure I.5 :** Cinétique de la précipitation et de la recristallisation pendant la déformation à chaud d'un acier microallié au Nb [18].



**Figure I.6 :** Influence des atomes de soluté sur la limite d'élasticité [7].



**Figure I.7 :** Variation de la limite d'élasticité et de la température de transition en fonction de la grosseur de grains pour un acier à 0.1% C, 0.5%Mn, 0.2%Si et 0.006%N [7].

PETCH et COTTREL [17] ont étudié l'influence de l'affinement du grain sur la limite d'élasticité et la température de transition. Ils ont établi une équation reliant la première caractéristique à la grosseur du grain [26-28].

$$\sigma_e = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \quad (I.1)$$

Où  $\sigma_e$  est la limite d'élasticité,  $\sigma_0$  et  $K$  sont des constantes et  $d$  le diamètre moyen du grain.

Dans le second cas, c'est la relation de Cottrel-Petch :

$$\beta T_c = Ln\beta - LnC - Lnd^{-1/2} \quad (I.2)$$

Où  $T_c$  est la température de transition,  $\beta$  et  $C$  sont des constantes et  $d$  le diamètre moyen du grain.

### **I.1.2.5. Ecroissage**

Lorsqu'un métal subit une déformation suffisante (d'au moins quelques pour cents), la densité de dislocations s'accroît considérablement [25]. En fait, la contrainte externe appliquée active les sources de dislocations existantes et en crée de nouvelles (Phénomène de Frank et Read). Les dislocations ainsi créées réagissent entre elles en constituant des obstacles les unes pour les autres. Le mouvement d'une dislocation supplémentaire exige un certain apport pour franchir la forêt des dislocations existantes : en conséquence, le métal est consolidé. La contrainte de cisaillement est proportionnelle à la racine carrée de la densité de dislocations. Ce durcissement dépend évidemment de la nature du métal [7,28].

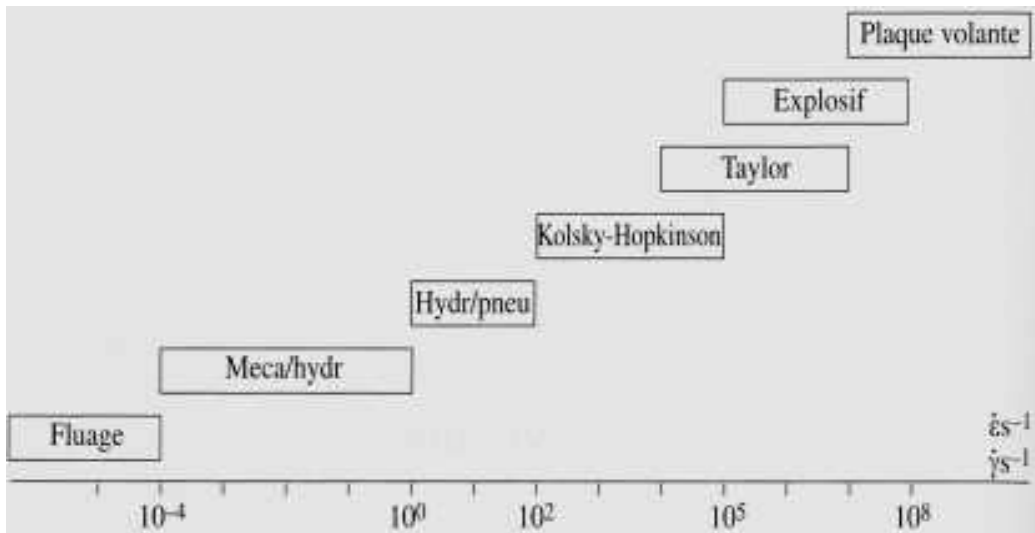
Les aciers microalliés par les éléments niobium, titane et vanadium permettent de bâtir une sorte d'ingénierie métallurgique par un nombre élevé de combinaisons d'éléments conjugués, le plus souvent, avec des cycles thermomécaniques [28,29]. Les avantages qu'ils procurent, pour des nuances à haute limite d'élasticité soudables, les ont imposés dans de nombreuses applications [30]. En ce qui concerne les tôles minces, il existe une grande variété de nuances si l'on distingue les tôles laminées à chaud, les tôles laminées à froid à haute limite d'élasticité et les aciers sans élément interstitiel.

## **I.2. Présentation des essais de simulation à chaud**

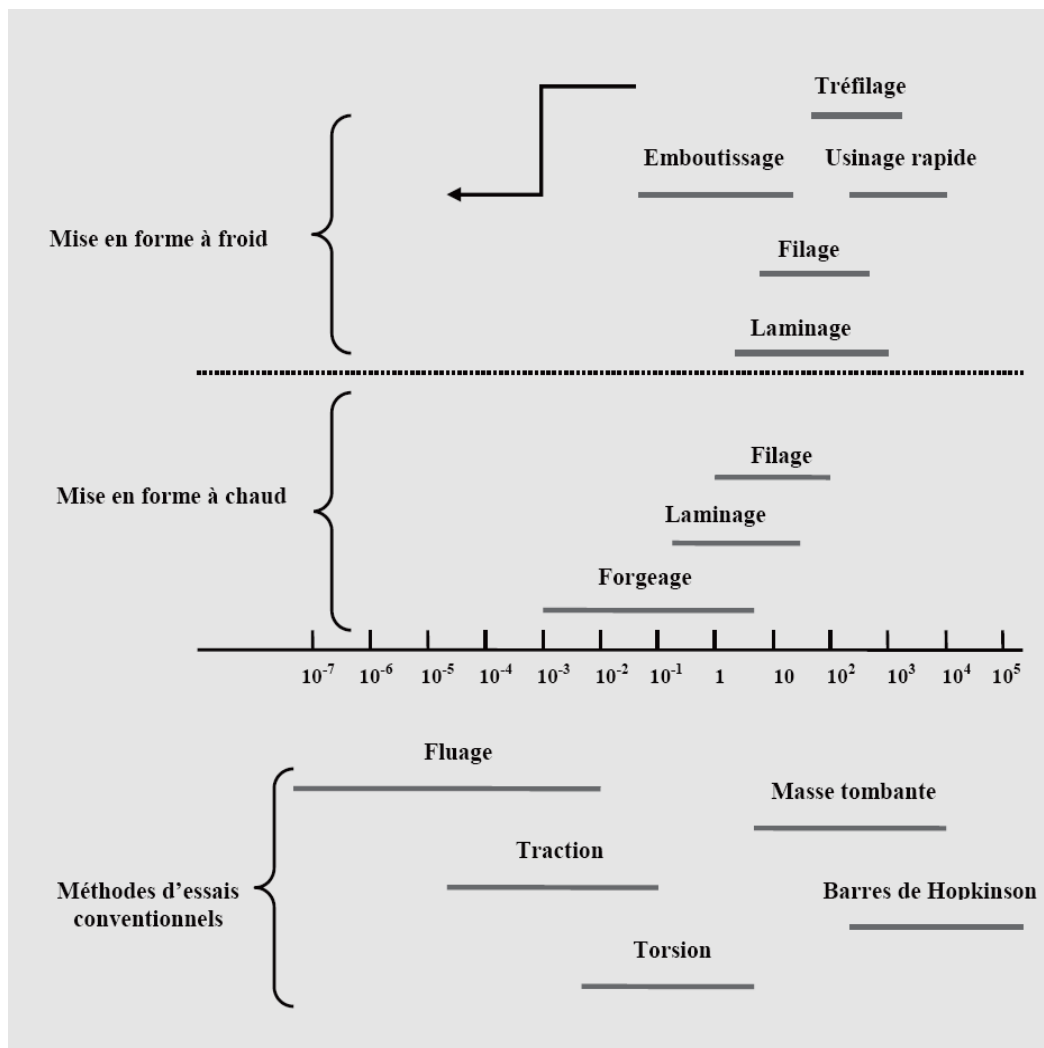
Le développement des grands oléoducs et gazoducs a connu un grand développement des aciers avec les éléments d'addition en de microalliage. Ceci se justifie par, d'une part, les tonnages de production importants, et d'autre part, par le besoin de l'obtention de caractéristiques élevées qui ne peuvent être réalisées que grâce aux traitements thermomécaniques. Les nuances les plus utilisées sont le X52, X65, X70 et X80, X100 et jusqu'à X120 et sont désignées par les normes pétrolières API 5L (américaine) dont les grades correspondent à des unités exprimées en kpsi (1 kpsi = 6,89 N/mm<sup>2</sup>). Ces valeurs correspondent à des limites d'élasticité sur tubes de 355 N/mm<sup>2</sup> à 560 N/mm<sup>2</sup> et 690 N/mm<sup>2</sup>. Selon les épaisseurs (10 à 40 mm) et les valeurs de la limite d'élasticité désirées, on passe de l'ajout de niobium faible à forte teneur, puis de type Nb-V ou Ti-Nb à Nb-Ti-V et Mo-Nb-V [31]. Afin de pouvoir réaliser ces caractéristiques, on a toujours besoin de connaître le comportement mécanique et métallurgique des matériaux (rhéologie) utilisés pour la fabrication des diverses structures. C'est ainsi qu'on a recours aux essais mécaniques qui peuvent fournir les données indispensables à la maîtrise le comportement de matériaux. A ce juste titre, toute analyse et calcul, se rapportant à la prédiction d'une loi de comportement, nécessite une évaluation correcte des conditions aux limites (champs de contraintes et de déformations). C'est ainsi qu'il devient important de déterminer les limites évitant tout endommagement : limite d'élasticité, charge à la rupture, limite d'endurance, etc., et ce dans des conditions variables, par exemple de température ou de vitesse de sollicitation.

### **I.2.1. Présentation des essais de simulation**

La caractérisation des lois de comportement des matériaux sur une plage de vitesses importante requiert l'utilisation de techniques variées, avec des précautions propres à chacune d'entre elles. A titre d'exemple, les résultats issus d'essais quasi-statiques des essais dynamiques seront plus ou moins faciles à exploiter; les premiers permettent, par leur caractère uniaxial, une exploitation relativement directe des résultats, alors que les seconds, qui impliquent des vitesses de déformation élevées, imposeront une modélisation qui prend en compte la propagation des ondes élastiques dans les matériaux. Les Figures I.8 et I.9 présentent les techniques à utiliser en fonction de la vitesse de déformation pour laquelle la loi de comportement du matériau doit être évaluée [32].



**Figure I.8 :** Quelques techniques utilisées en fonction de la vitesse de déformation [32]



**Figure I.9 :** Gammes de déformations et de vitesses de déformation imposées dans les procédés de mise en forme et gammes accessibles par les méthodes d'essai utilisées au laboratoire [32]

### **I.2.1.1. Essais dynamiques**

Les essais dynamiques sont les techniques expérimentales qui permettent de solliciter un matériau à des vitesses de déformation élevées. Ils intéressent des applications diverses comme la protection sismique, les calculs de déformation lors de crash test dans l'automobile, les procédés de mise en forme de métaux, notamment par usinage, ou encore les problèmes liés à la perforation des blindages, qui impliquent des vitesses de déformation pouvant atteindre, respectivement, 1 à  $10^2 \text{ s}^{-1}$ ,  $10^3 \text{ s}^{-1}$ ,  $10^4 \text{ s}^{-1}$  et plus de  $10^7 \text{ s}^{-1}$ . Pour les essais de traction uniaxiale classique, les vitesses de déformation atteintes varient de  $10^{-4}$  à  $0,1 \text{ s}^{-1}$ , environ, ce qui n'est de toute évidence le cas des vitesses de déformation rencontrées dans certaines conditions réelles. Il est donc nécessaire de disposer de techniques expérimentales qui permettent de caractériser le comportement mécanique des matériaux dans des conditions contrôlées tels que les essais de traction à grande vitesse, qui permettent de faire varier la vitesse de déformation de 1 à  $400 \text{ s}^{-1}$ , et les essais Hopkinson dont la plage de vitesse de déformation est de  $10^2$  à  $10^5 \text{ s}^{-1}$  [32-35].

### **I.2.1.2. Essais multiaxiaux**

Les essais multiaxiaux apportent une information précieuse pour tester les modèles de déformation, mais ils sont malheureusement peu pratiqués en raison des difficultés expérimentales. Communément, les essais possibles les plus utilisés sont les essais compression-torsion, traction biaxiale et compression triaxiale. En particulier, l'essai de traction-cisaillement est le plus intéressant pour tester les aspects relatant l'anisotropie. Dans ce contexte, les déplacements et les forces appliquées peuvent être enregistrées de manière analogue que le cas des essais de traction uniaxiale. Ces essais sont utilisés soit dans des conditions quasi statiques soit dans le cadre d'essais de fatigue multiaxiale [34,36].

### **I.2.1.3. Essais quasistatiques**

Ce sont généralement les essais uniaxiaux classiques assez répandus tels la traction, compression, torsion. Nous nous intéressons dans notre cas à présenter l'essai de torsion objet de notre étude. [37,38].

## I.2.2. Essai de torsion

L'essai de torsion permet de caractériser l'aptitude à la mise en forme par déformation plastique d'un matériau, en donnant rapidement l'information sur sa résistance à la déformation et sa capacité de déformation en fonction de température et de la vitesse de déformation.

L'éprouvette employée pour ce cas est généralement cylindrique et la déformation résultante est un cisaillement (Fig. I.10. et Fig. I.11). En outre, la déformation de l'éprouvette ayant lieu sans frottement, elle permet l'étude directe de la ductilité du métal et le calcul de la contrainte d'écoulement est assez simple [33, 39].

### I.2.2.1. Principe de l'essai

L'éprouvette cylindrique portée à une température choisie est amarrée par des mors à deux arbres dont l'un est fixé tandis que l'autre est entraîné par un moteur avec une vitesse de rotation donnée constante. On mesure le nombre de tours effectués ( $N$ ), la vitesse de rotation ( $\omega$  :  $tr/s$ ) et le couple nécessaire à la déformation ( $\Gamma$ ). Plus le couple est élevé, plus le matériau est résistant ; plus le nombre de tours à la rupture est grand, plus la "forgeabilité" ou la possibilité pour le matériau de subir sans dommage de fortes déformations, est importante. Il suffit de réaliser des essais de torsion à des températures et des vitesses différentes et de relever pour chaque essai la valeur du couple maximal et du nombre de tours à la rupture, et de les reporter pour chaque vitesse en fonction de la température.

L'essai de torsion ne fait pas intervenir le frottement et la déformation est homogène dans le sens long mais varie du cœur à la périphérie de l'éprouvette. L'échantillon cylindrique (plein) d'une longueur utile  $L$  et de rayon  $R$  est fixé à l'une de ses extrémités et est entraîné à l'extrémité opposée à une vitesse de rotation imposée. Comme on le verra ensuite, le champ de vitesse en tout point est un cisaillement simple dans le repère cylindrique local ( $rqz$ ). Dans l'essai de torsion usuel, la longueur de l'échantillon est maintenue constante, de telle sorte que la forme globale de celui-ci demeure inchangée (conservation du volume en plasticité). Cette particularité permet d'imposer de très grandes déformations à chaud au matériau, à condition toutefois que l'on puisse assurer l'uniformité et la constance de la température tout au long de l'essai.

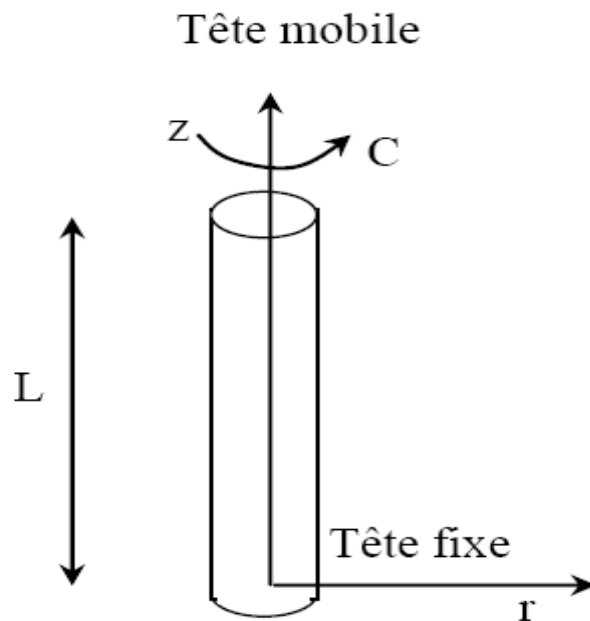


Figure I.10 : Représentation du champ de torsion [33]

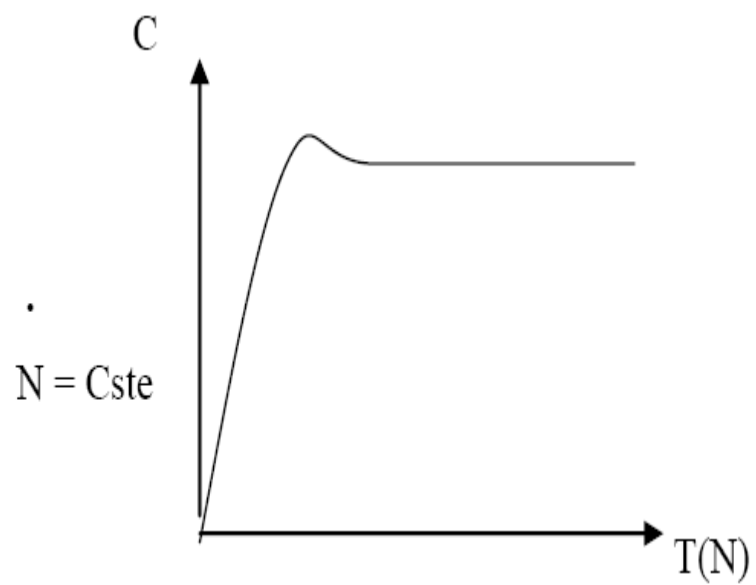


Figure I.11 : Allure de courbe de torsion [39]

Ainsi, l'essai de torsion est bien approprié à l'étude des états stationnaires typiques des grandes déformations à chaud [34]. Par ailleurs, contrairement aux divers essais de compression, il présente l'avantage considérable de ne pas impliquer de phénomènes de frottement.

En revanche, le caractère non uniforme du tenseur des vitesses de déformation implique un traitement informatique et mathématique des données expérimentales pour en extraire les courbes contrainte déformation, ce qui rend son utilisation plus lourde. L'éprouvette cylindrique est tordue en appliquant un couple agissant autour de son axe afin de calculer la contrainte à partir du couple mesuré, et la déformation à partir de l'angle de torsion. Sachant que la géométrie de l'éprouvette demeure presque inchangée pendant la déformation, en maintenant simplement constant le nombre de révolutions, il est plus facile de maintenir constante la vitesse de déformation avec cet essai qu'avec les essais de traction ou d'écrasement. C'est pourquoi l'essai de torsion est particulièrement utile pour étudier la déformation à des températures élevées.

### I.2.2.2. Hypothèses formulées

- la déformation le long de la partie utile de l'éprouvette est homogène. Elle est uniforme.

- Une section droite reste droite et tout diamètre de cette section reste rectiligne

$$\varepsilon_{rr} = \varepsilon_{\theta\theta} = \varepsilon_{\theta r} = 0 \text{ (les sections transversales restent droites } U_z = 0).$$

- l'ensemble de l'éprouvette est plastifiée et pas de variation de longueur  $\varepsilon_{zz} = 0$ .

Sur le plan des déformations, elles se traduisent par le fait que le tenseur des vitesses de déformations n'a que deux composantes non nulles :

$$\dot{\gamma}_{\theta z} = \dot{\gamma}_{z\theta} = \dot{\gamma} \quad (\text{I.3})$$

Par définition, la vitesse de déformation et la déformation totale sont données par les relations :

$$\dot{\gamma} = \pi \dot{N} / Lr \quad (\text{I.4})$$

$$\dot{\varepsilon} = 2/3 \dot{\gamma} = 2/\sqrt{3} \pi (N/L)r \quad (\text{I.5})$$

A un instant donné de la torsion, ces deux dernières grandeurs croissent linéairement du centre de l'éprouvette jusqu'à la périphérie. L'analyse des contraintes est formulée comme suit :

Posons  $\sigma_{\theta} = \tau(r)$ , avec  $\tau_R = \tau(R)$  cission à la périphérie

Le couple résistant s'exprime en fonction de la cission à la périphérie  $\tau$  et le bras de levier  $r$  :

$$C = \int_0^R \tau 2\pi r dr \quad (\text{I.6})$$

Pour un échantillon porté à une température donnée, on peut supposer que  $\tau(r)$  ne dépend que de la déformation et la vitesse de déformation :

$$C = 2\pi/3R^3\tau(R) - N/3\partial C/\partial N - \dot{N}/3\partial C/\partial \dot{N} \quad (\text{I.7})$$

La cission s'écrit :

$$\tau(R) = C/2\pi R^3(3 + N/C\partial C/\partial N + \dot{N}/C\partial C/\partial \dot{N}) \quad (\text{I.8})$$

L'expression finale de la cission à la périphérie :

$$\tau(R) = C/2\pi R^3(3 + n + m) \quad (\text{I.9})$$

Le critère de Von Mises en cission pure s'écrit :  $\sigma_0 = \sqrt{3}/2 \cdot \tau_R$  avec  $\tau_R$  : cission à la périphérie.

La contrainte d'écoulement s'exprime en fonction des quantités mesurées expérimentalement :

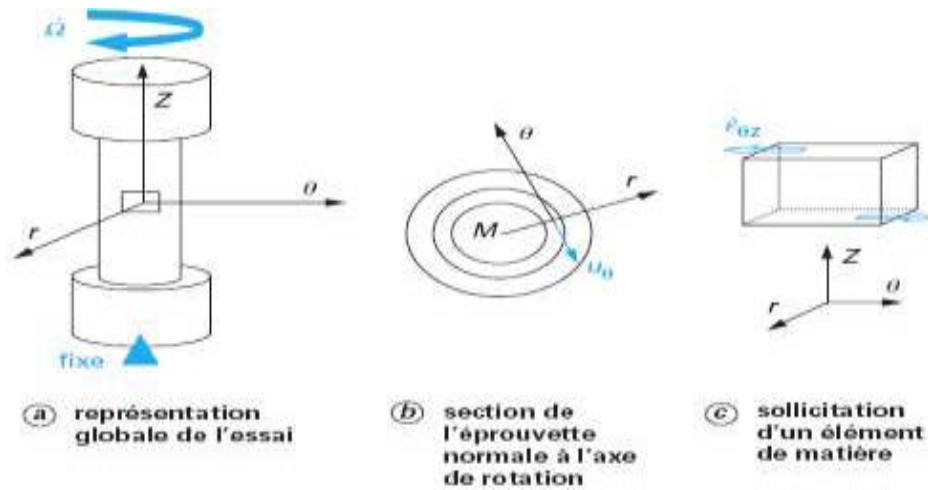
$$\sigma_0 = \sqrt{2}/2\pi R^3 \cdot C(3 + n + m) \quad (\text{I.10})$$

$m$  et  $n$  sont généralement de l'ordre de 0,1 – 0,2 donc faibles devant 3.

A section constante l'essai de torsion présente un certain nombre d'avantages (Fig. I.12) :

- il n'y a pas d'instabilité mécanique et l'on peut donc imposer de très grandes déformations ;
- en un point donné, la vitesse de déformation est constante au cours de l'essai (si la vitesse de rotation est constante). Par contre la déformation est homogène (puisqu'elle est proportionnelle au rayon).

Par contre, le calcul de  $\sigma_0$  nécessite la connaissance des coefficients d'écrouissage  $n$  et de viscoplasticité  $m$  (effet de la vitesse de déformation à chaud).



**Figure I.12** : Schématisation de l'essai de torsion [34]

### I.2.3. Détermination pratique des paramètres rhéologiques

Les coefficients caractérisant la sensibilité d'un matériau à la vitesse de déformation ou à la température, de même que les paramètres permettant de quantifier l'érouissage et la restauration dynamique peuvent tous être déterminés à partir de courbes contrainte/déformation obtenues au moyen d'essais effectués à différentes vitesses de déformation et températures [32,34].

#### I.2.3.1. Sensibilité à la vitesse de déformation (m)

Ce paramètre est défini par la dérivée partielle :

$$m = \partial \ln \sigma_0 / \partial \ln \dot{\varepsilon} (T, \varepsilon = \text{constantes}) \quad (\text{I.11})$$

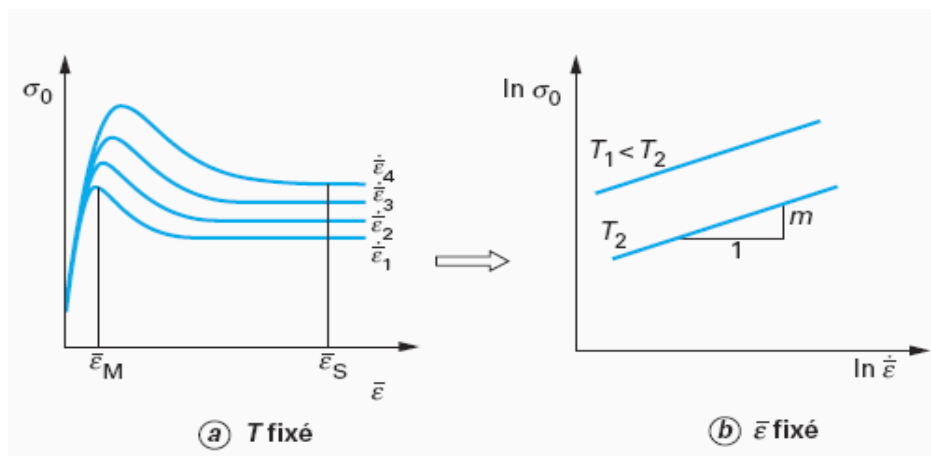
Avec  $\sigma_0$  contrainte d'écoulement,

$\dot{\varepsilon}$  : la vitesse de déformation équivalente (s-1) calculée dans les conditions où la température et la déformation sont considérées constantes.

A partir d'un ensemble de courbes contrainte/déformation obtenues à différentes vitesses de déformation et à une même température, on mesure les contraintes d'écoulement associées à une déformation déterminée (Fig. I.13 a). Celle-ci peut être quelconque ou bien correspondre au cas où le régime stationnaire est atteint pour toutes les courbes. Cependant, il est également usuel d'utiliser les contraintes maximales relevées à chaque vitesse.

Dans ce cas, la déformation correspondante dépendra en général de la vitesse de déformation, ce qui ne correspond pas en toute rigueur à la définition du paramètre  $m$ . Alors, les valeurs de contrainte relevées sont alors portées en fonction de la déformation dans un diagramme bi-logarithmique (dans ce cas, la nature du logarithme, décimal ou népérien, est indifférente), et ceci peut être répété pour diverses températures d'essai (Fig. I.13 b). Le paramètre  $m$  recherché est la pente des courbes obtenues.

Ces courbes sont, en général, proches de droites dans un vaste domaine de vitesses de déformation, ce qui signifie que le matériau obéit à une loi puissance. Toutefois, aux vitesses de déformation élevées ( $> 1 \text{ s}^{-1}$ ), la pente diminue fréquemment, ce qui peut être une conséquence de l'auto-échauffement, celui-ci provoquant une décroissance de la contrainte d'écoulement est d'autant plus élevée que la vitesse de déformation est plus grande. La Figure I.14 présente une illustration comparative de calcul des paramètres clés des essais de torsion et de traction.



**Figure I.13** : Méthode de détermination du paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation [32]

<i>Tension test</i>	<i>Torsion test</i>
$\sigma_1 = \sigma_{\max}; \sigma_2 = \sigma_3 = 0$	$\sigma_1 = -\sigma_3; \sigma_2 = 0$
$\tau_{\max} = \frac{\sigma_1}{2} = \frac{\sigma_{\max}}{2}$	$\tau_{\max} = \frac{2\sigma_1}{2} = \sigma_{\max}$
$\epsilon_{\max} = \epsilon_1; \epsilon_2 = \epsilon_3 = -\frac{\epsilon_1}{2}$	$\epsilon_{\max} = \epsilon_1 - -\epsilon_3; \epsilon_2 = 0$
$\gamma_{\max} = \frac{3\epsilon_1}{2}$	$\gamma_{\max} = \epsilon_1 - \epsilon_3 = 2\epsilon_1$
$\bar{\sigma} = \frac{\sqrt{2}}{2} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2]^{1/2}$	
$\bar{\epsilon} = \frac{\sqrt{2}}{3} [(\epsilon_1 - \epsilon_2)^2 + (\epsilon_2 - \epsilon_3)^2 + (\epsilon_3 - \epsilon_1)^2]^{1/2}$	
$\bar{\sigma} = \sigma_1$	$\bar{\sigma} = \sqrt{3} \sigma_1$
$\bar{\epsilon} = \epsilon_1$	$\bar{\epsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \epsilon_1 = \frac{\gamma}{\sqrt{3}}$

**Figure I.14** : Illustration de calcul des paramètres clés des essais de torsion et de traction [34]

### I.2.3.2. Energie d'activation apparente

Ce paramètre est défini par la dérivée partielle :

$$Q = R / m \partial \ln \sigma_0 / m \partial \ln(1/T) \text{ pour } (\dot{\epsilon}, \epsilon = \text{constantes}) \quad (\text{I.12})$$

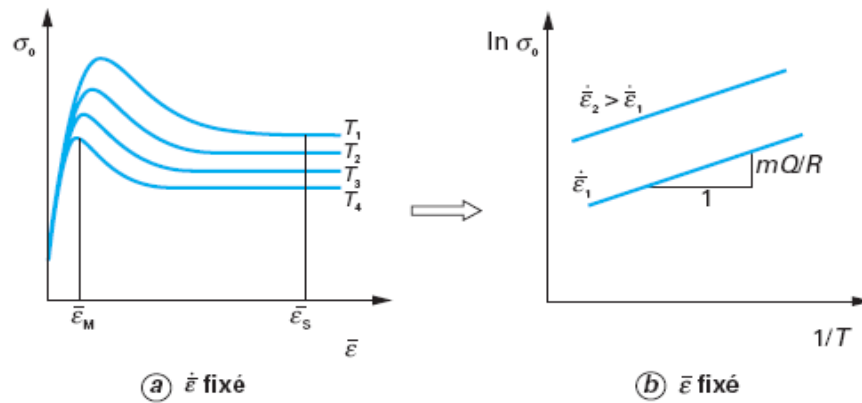
avec  $T$  température absolue de déformation (K),  $R$  (8,32 J.mol<sup>-1</sup> .K<sup>-1</sup>) constante molaire des gaz calculée à vitesse de déformation et déformation constantes.

A partir d'un ensemble de courbes contrainte/déformation obtenues cette fois à différentes températures et à une même vitesse de déformation, on mesure comme précédemment les contraintes d'écoulement associées à une déformation déterminée. Puis celles-ci sont portées dans un diagramme  $\ln \sigma - (1/T)$  (il faut utiliser ici le logarithme népérien) pour différentes vitesses de déformation (Fig. I.15). La pente locale des courbes obtenues donne  $mQ/R$ , d'où l'on déduit  $Q$  en utilisant la valeur de  $m$  obtenue ci-dessus pour la température (et éventuellement la vitesse de déformation) correspondante. L'expérience montre que le produit  $mQ$  est très souvent indépendant de la température. Sachant que  $m$  augmente, en général, avec celle-ci, il en résulte que  $Q$  décroît quand la température augmente [40-42,44].

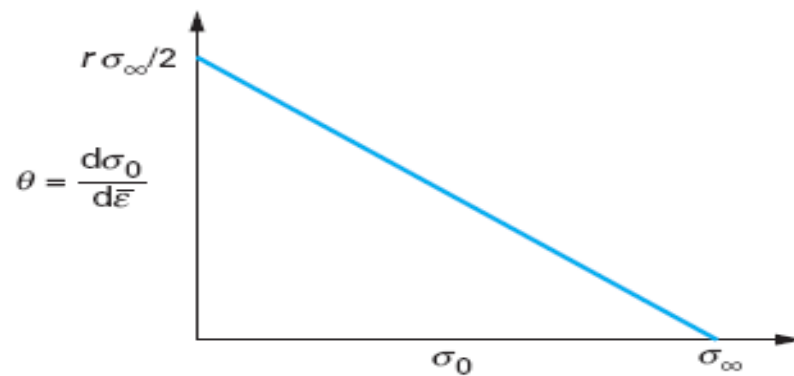
### I.2.3.3. Paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique

Ces paramètres, habituellement notés  $h$  (pour hardening = écrouissage) et  $r$  (pour recovery = restauration) doivent être déterminés dans le domaine des déformations modérées, avant que les effets de la recristallisation dynamique interviennent [34]. Ainsi, dans le cas d'un matériau subissant une recristallisation dynamique discontinue (DDRX), qui s'initie avant la déformation correspondante au maximum de la contrainte, on se limitera au domaine  $\epsilon < 5/6 \epsilon_m$ . On notera que, non seulement, les valeurs numériques, mais aussi la dimension des paramètres  $h$  et  $r$ , dépendent de la loi choisie pour décrire le comportement du matériau. Les relations couramment utilisées, telles que les lois de Kocks-Mecking ou de Laasraoui-Jonas, conduisent à une expression simple de la contrainte d'écoulement stationnaire  $\sigma_\infty$  en fonction de  $h$  et  $r$ . Toutefois cette contrainte n'est pas connue. Elle ne serait observée effectivement qu'en l'absence de recristallisation dynamique et ne s'identifie pas à la contrainte d'écoulement stationnaire réelle. Les paramètres  $h$  et  $r$  doivent donc être déterminés par ajustement numérique direct sur les courbes expérimentales. Une alternative consiste à effectuer une extrapolation des données expérimentales obtenues aux déformations modérées.

A titre d'exemple, dans le cas de la loi de Kocks-Mecking, on peut porter la dérivée  $\theta = d\sigma_0 / d\bar{\epsilon}$  en fonction de la contrainte d'écoulement  $\sigma_0$  (Fig. I.16). L'extrapolation de la droite obtenue en  $\theta=0$  donne la contrainte, tandis que l'extrapolation en  $\sigma_0 = 0$  permet de déterminer le paramètre  $r$ . On tiendra compte éventuellement du fait que le module de cisaillement élastique  $\mu$  est fonction de la température. Des méthodes analogues peuvent être aussi utilisées pour les autres lois décrivant l'écrouissage et la restauration dynamique [45].



**Figure I.15** : Méthode de détermination de l'énergie d'activation apparente [42]



**Figure I.16** : Schématisation de la détermination des paramètres d'écrouissage  $h$  et de restauration dynamique  $r$  dans le cas de la loi de Kocks-Mecking [42].

#### **I.2.3.4. Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte d'écoulement**

L'expression relatant la vitesse de déformation et la contrainte d'écoulement qui s'écrit :

$$\dot{\varepsilon}_p = \varepsilon_{p0} \exp[-(Q - V\sigma)/KT] \quad (\text{I.13})$$

montre que la contrainte d'écoulement est une fonction décroissante de la température avec une pente d'autant plus faible que la vitesse est grande. A haute température, l'agitation thermique est assez suffisante pour que les dislocations puissent franchir les obstacles les plus faibles et au delà d'une certaine température, il existe un pallier athermique correspondant à la contrainte interne de franchissement des obstacles plus importants [46,47].

#### **Critique du test :**

Du fait qu'on travaille à section constante, l'essai de torsion présente certains avantages :

- il n'y a pas d'instabilité mécanique et l'on peut donc imposer de très grandes déformations ;
- en un point donné la vitesse de déformation est constante au cours de l'essai (si la vitesse de rotation est constante). Par contre, le calcul de  $\sigma_0$  nécessite la connaissance des coefficients d'écrouissage  $n$  et de viscoplasticité  $m$  (effet de la vitesse de déformation à chaud). Il faut donc au moins deux tests de torsion pour déterminer  $\sigma_0$  [39,42-44,47].

### **I.3. Lois de comportement viscoplastique des alliages métalliques**

#### **I.3.1. Etude du comportement rhéologique**

Toute analyse mécanique comporte deux grandeurs : la limite d'écoulement et le coefficient de frottement. L'objectif des tests mécaniques consiste à fournir leur valeur dans des conditions réelles ou voisines à celle de l'opération de mise en forme. Inversement, si on veut connaître l'état d'un matériau spécifique pendant et après l'opération, on peut simuler ces dernières sur des éprouvettes par traitement thermomécanique.

##### **I.3.1.1. Caractéristiques rhéologiques des métaux**

On essaye de présenter les hypothèses et les simplifications classiques qui permettent de schématiser un comportement. A froid, la déformation d'un métal s'effectue avec écrouissage (augmentation de la valeur de la limite d'écoulement). A chaud (Température  $T > 0,5T_{\text{fusion}}$ ), le phénomène d'écrouissage va se trouver en compétition avec la restauration (adoucissement).

On peut dire que la structure et la contrainte d'écoulement sont très sensibles à la vitesse de déformation. Une augmentation de la température équivaut à une diminution de la contrainte. En termes d'idéalisation, on émet une hypothèse qui est la base de la théorie de plasticité : quelque soit le chemin suivi, la matière reste isotrope et la limite d'écoulement ne sera fonction que de la quantité invariante de la déformation et de la vitesse de déformation généralisées [48]. Trois types de lois de comportement sont généralement utilisés :

**a) Ecroutissage pur (à froid) :**

$$\sigma_0 = f(T, \varepsilon)$$

Pour ce cas, il existe deux lois :

$$\sigma_0 = \sigma_1 \varepsilon^n \quad (\text{I.14})$$

$$\sigma_0 = \sigma_1 \varepsilon^n + \sigma_2 \quad (\text{I.15})$$

**b) Comportement visqueux pur (à chaud) :**

$$\sigma_0 = g(T, \dot{\varepsilon})$$

La relation expérimentale donne (relation puissance) :

$$\sigma_0 = \sigma_1 \dot{\varepsilon}^m \quad (\text{I.16})$$

**c) Comportement visco-plastique :**

$$\sigma_0 = j(T, \varepsilon, \dot{\varepsilon})$$

Dans la zone intermédiaire, on utilise la loi suivante :

$$\sigma_0 = \sigma_1 \varepsilon^n \dot{\varepsilon}^m \quad (\text{I.17})$$

Avec  $\sigma_p, n, m = f(T)$

### **I.3.1.2. Conséquence de l'idéalisation**

L'analyse mécanique des tests permet de relier les grandeurs mesurées (force, couple, dimension, vitesse) aux grandeurs significatives (limite d'écoulement, déformation, vitesse de déformation) qui définissent le comportement. L'hypothèse de l'écroutissage isotrope implique qu'une rhéologie obtenue ne dépend pas des tests utilisés, il reste que l'équivalence test-procédé est limitée par la limite de validité de l'hypothèse de l'écroutissage isotrope (viscoplastique) et par la limite technologique et mécanique des tests (conditions de travail et fréquence des tests).

Si l'objectif principal de la rhéologie est l'étude générale des milieux continus entre les liquides visqueux et les solides indéformables, on se limitera dans notre cas principalement à l'étude de la rhéologie des métaux et les différents critères de classement. Ceci requiert de présenter les caractéristiques rhéologiques des métaux et leur influence dans la mise en forme. Si dans de nombreuses études, le comportement des matériaux a été considéré parfaitement plastique, il convient d'examiner alors les différents cas présentant des écarts par rapport à celui-ci modèle [48].

### **I.3.1.3. Influence de l'érouissage**

Le terme d'érouissage représente l'ensemble des modifications des propriétés mécaniques suite à la déformation plastique du matériau le rendant ainsi anisotrope. En effet, les grandes déformations engendrent un effet d'orientation préférentielle des grains. Un polycristal dont les grains étaient initialement orientés au hasard (isotropie), voit ceux-ci s'orienter suivant les efforts imposés dans la direction de la déformation. L'exemple le plus concret est le laminage des tôles dans lequel la contrainte d'écoulement d'une éprouvette testée en traction est fonction de la direction de son prélèvement. C'est pourquoi les essais normalisés lors de la réception d'une tôle imposent d'effectuer des prélèvements aussi bien dans le sens long que dans le sens transverse.

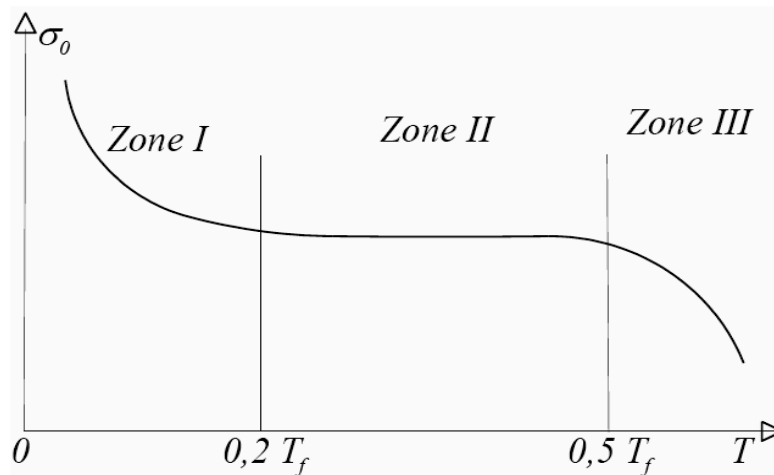
Le phénomène d'érouissage comporte aussi une certaine dissymétrie constatée dans des essais de traction et de compression. Si en général le comportement en compression est voisin du comportement en traction (la fonte par exemple), la limite d'élasticité peut présenter des valeurs différentes; on parle alors d'érouissage cinématique [48,49].

### **I.3.1.4. Influence de la température**

Le second principe de la thermodynamique montre que l'irréversibilité du processus de plastification se traduit par un transfert thermique. On est capable de "réchauffer" une pièce sous l'action répétée de l'outil de travail. Du fait qu'un bon nombre de processus de mise en forme se font à température élevée, il devient donc important de ne pas négliger les effets thermiques. Si on considère la variation de la contrainte d'écoulement en fonction de la température, on obtient un diagramme ayant une allure présentée en Fig. I.17. Dans ce diagramme  $T_f$  représente la température de fusion du métal, exprimée en Kelvin. On constate alors trois zones d'évolution [50].

- Les zones I et III sont définies par :  $T < 0,2T_f$  et  $T > 0,5T_f$ . C'est le domaine de déformation thermiquement activé où la contrainte d'écoulement est fonction de la déformation et de la température, et qui décroît quand la température augmente.

- La zone centrale II est définies par :  $0,2T_f < T < 0,5T_f$ . C'est le domaine de déformation athermique dans lequel la contrainte d'écoulement décroît très légèrement en fonction de la température.



**Figure I.17** : Zones thermiques de la mise en forme [50]

### I.3.1.5. Les effets thermiques

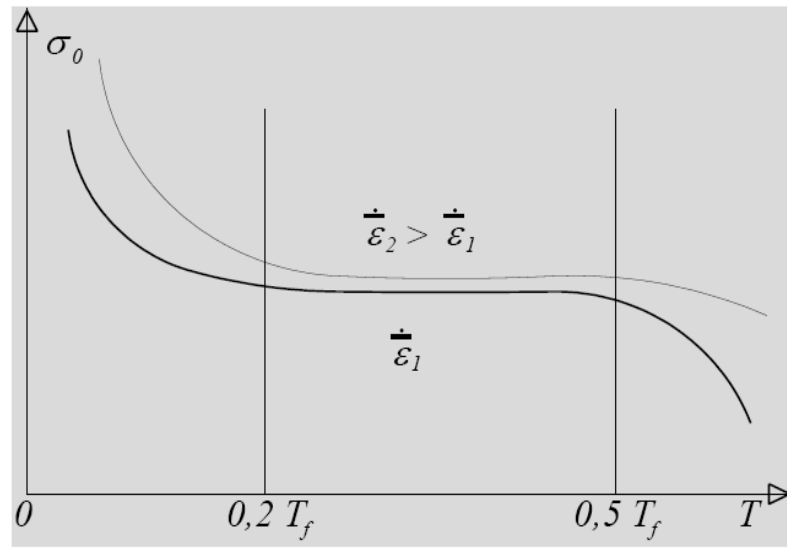
L'échauffement par déformation plastique se traduit par un adoucissement du matériau quoique ce dernier demeure assez faible.

### I.3.1.6. Influence de la vitesse de déformation

Il est à noter qu'une augmentation de la vitesse de déformation se traduit toujours par une augmentation de la contrainte d'écoulement (Fig. I.18). En fait, à froid, l'influence est très peu sensible et la contrainte d'écoulement est simplement fixée par le processus d'écrouissage. Toutefois ce résultat doit être modulé aux grandes vitesses de déformation ( $\dot{\epsilon} > 10s^{-1}$ ), car dans ce cas on constate une dépendance de  $\sigma_0$  vis à vis de  $\dot{\epsilon}$ . A chaud, la vitesse de déformation joue un rôle important. Cela se traduit par l'introduction d'un coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation dans la loi de comportement. On obtient ainsi de loi de type viscoplastique (par exemple Norton Hoff) [50,51]. Ainsi que nous venons de le voir, il y a de nombreux paramètres qui peuvent avoir une incidence plus ou moins grande sur le comportement du matériau.

Dans la pratique, on utilise soit un procédé de mise en forme à froid (température ambiante), soit un procédé à chaud (élévation de la température de la pièce).

Il suffit donc de superposer ces propriétés au modèle de plasticité fondamental afin de décrire la rhéologie du matériau. Ainsi en mise en forme à froid, nous prendrons une loi de comportement élastoplastique écrouissable, alors qu'en mise en forme à chaud, nous utiliserons plutôt des lois viscoplastiques et parfois élasto-viscoplastique.



**Figure I.18** : Effet de la vitesse de déformation [50]

#### I.4. Modélisation de la rhéologie

Il nous reste maintenant à traduire mathématiquement ces différentes lois afin de bien prendre en compte les aspects phénoménologiques. A priori, ces équations rhéologiques peuvent être très complexes, mais nous utiliserons au mieux les résultats précédents pour simplifier les approches. D'une façon générale, l'écrouissage est introduit directement dans le critère de plasticité sous forme d'un ensemble de paramètres internes  $t$  repérant les états successifs du matériau. Le critère s'écrit alors [51,52]:

$$f(\bar{\sigma}, t) = 0 \quad (\text{I.18})$$

Le choix des paramètres est fonction du type d'écrouissage.

Ecrouissage isotrope : L'écrouissage isotrope doit être regardé comme une évolution du critère de plasticité provoquée par la déformation plastique qui tend à augmenter le domaine des contraintes tel que le critère soit toujours respecté.

Afin de respecter l'isotropie, le paramètre d'érouissage est un scalaire. Dans la pratique, on prend souvent la déformation généralisée plastique définie à partir du taux de déformation équivalent. La notion d'érouissage isotrope modifie donc la surface de charge d'un matériau d'une façon isotrope. Ainsi dans le cas du cylindre à base circulaire du critère de Von Mises, l'érouissage isotrope va simplement changer le rayon du cylindre.

Érouissage anisotrope et érouissage cinématique : Dans le cas de l'érouissage anisotrope, le critère se déforme plus dans la direction de sollicitation. Pour l'érouissage cinématique, l'effet Bauschinger se traduit par un durcissement dans la direction de déformation et un adoucissement dans la direction opposée. La courbe d'érouissage (courbe  $\sigma_0$  en fonction de  $\bar{\varepsilon}^{pl}$ ) est définie en général par des essais à froid. Il est de plus très sensible aux vitesses de déformation faibles ou moyenne  $< 10 \text{ s}^{-1}$ . Pour caractériser l'érouissage, on utilise  $n$  le coefficient d'érouissage déterminé par la formule suivante :

$$n = \frac{\partial \text{Log}(\sigma_0)}{\partial \text{Log}(\bar{\varepsilon}^{pl})} \quad (\text{I.19})$$

#### I.4.1. Modélisation du comportement viscoplastique

A chaud, la vitesse de déformation joue un rôle prépondérant. Il est donc naturel de postuler une loi de déformation dépendant de ce paramètre. La loi la plus utilisée est celle de Norton-Hoff introduite par Norton sur une approche unidimensionnelle pour le cas du fluage. Elle s'exprime par la relation  $\sigma_0 = \sigma_1 \dot{\varepsilon}^m$  (Fig. I.19) où  $m$  est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation [52]. Les cas particuliers de comportement sont les suivants :

- \*  $m = 0$       plasticité
- \*  $m = 1$       fluide newtonien
- \*  $0 < m < 1$    viscoplastique

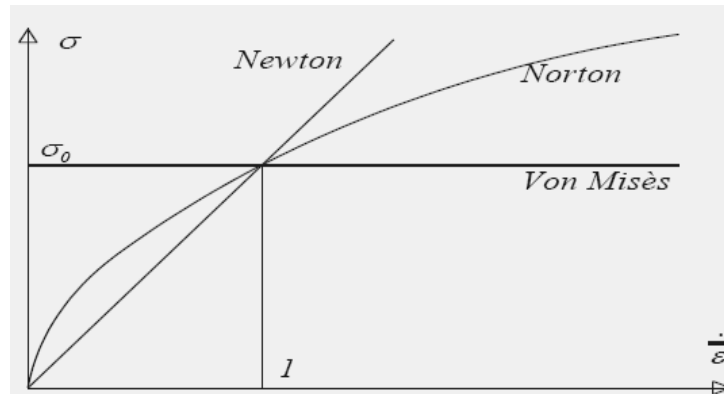
La généralisation au cas tridimensionnel a été introduite par Hoff selon la forme

$$S = 2K[\sqrt{3}\varepsilon\dot{\varepsilon}^{m-1}] \quad (\text{I.20})$$

La contrainte d'écoulement équivalente  $\sigma_0$  est donnée par la relation

$$\sigma_0 = 3K\dot{\varepsilon}^m \quad (\text{I.21})$$

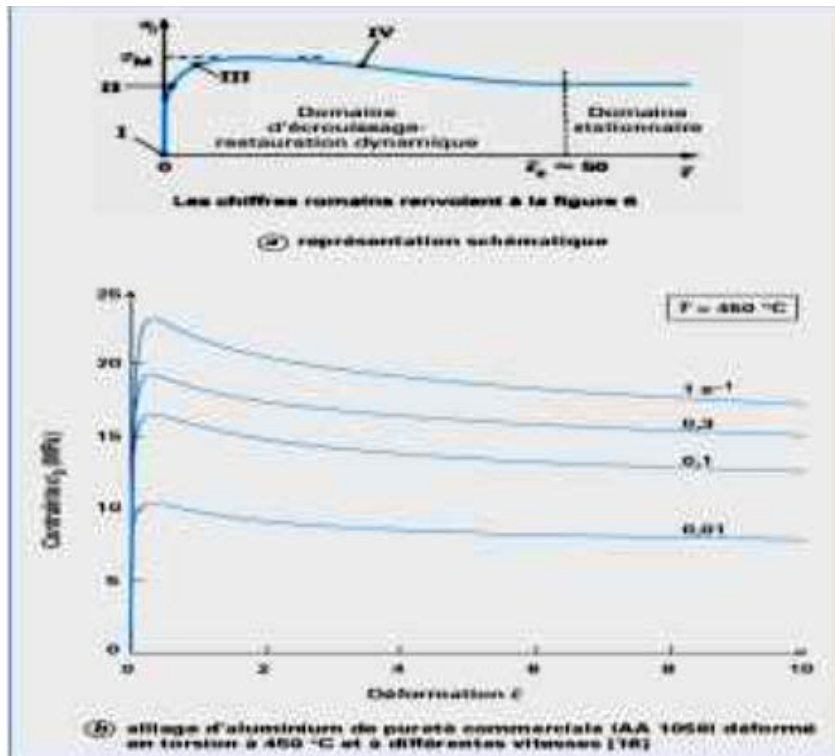
Le paramètre  $K$  indique la consistance et est fonction de  $\bar{\varepsilon}$  et de la température  $T$ . Il est généralement déterminé par des essais unidirectionnels (traction, torsion).



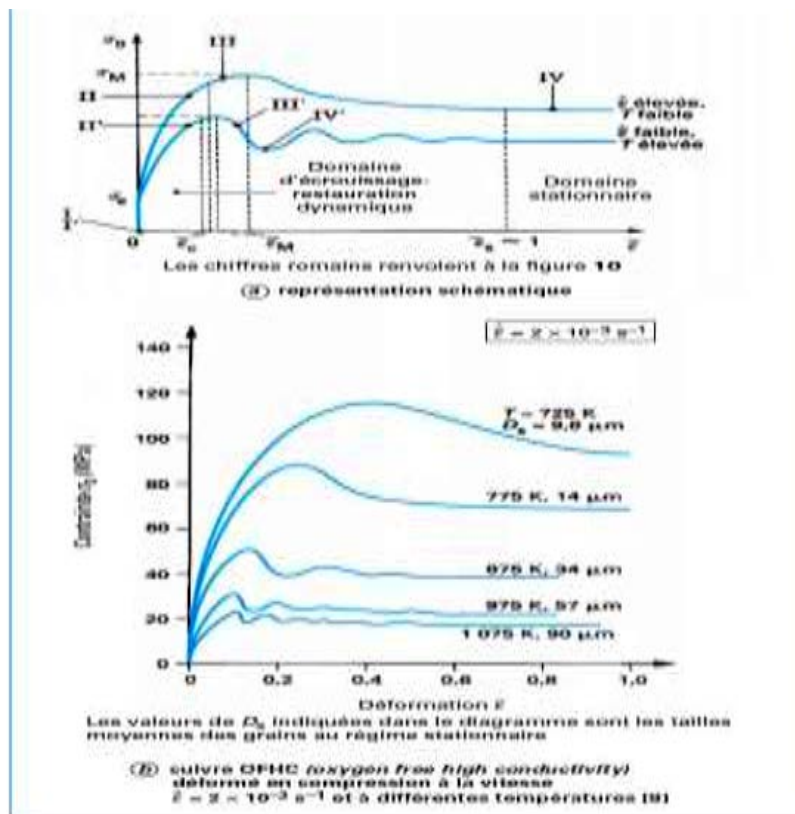
**Figure I.19** : Présentation des comportements viscoplastiques des matériaux [52].

#### I.4.2. Types de modèles de comportement

L'examen des relations entre contrainte d'écoulement et déformation équivalente (lois de comportement unidimensionnelles) obtenues à vitesse de déformation et température constantes, permet de distinguer deux types de métaux ou alliages métalliques. Dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement, (aluminium, fer, titane bêta, aciers ferritiques), la courbe présente d'abord un domaine d'écrouissage, puis un maximum relativement peu accentué, suivi d'un lent adoucissement conduisant à un domaine stationnaire, dans lequel la contrainte d'écoulement reste constante (Fig. I.20 a). Celui-ci n'est parfois atteint qu'après une déformation très élevée, qui ne peut être obtenue qu'au moyen d'essais de torsion [48]. Un tel comportement est associé aux processus de recristallisation dynamique continue (RDC) et de recristallisation dynamique géométrique (RDG). Dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement (cuivre, laitons, fer gamma, aciers austénitiques), la phase d'écrouissage est généralement suivie d'un maximum unique, plus prononcé que dans le cas précédent (Fig. I.20 b). Le régime stationnaire est atteint pour des déformations beaucoup plus faibles ( $< 1$ ). De plus, aux faibles vitesses de déformation et aux températures élevées, le palier stationnaire n'est atteint qu'après une série d'oscillations d'amplitude décroissante. Ce comportement est lié au processus de recristallisation dynamique discontinue (RDD). Contrairement au cas de la déformation à froid, la contrainte d'écoulement dépend aussi de la vitesse de déformation et de la température. Dans tous les cas, elle augmente lorsque la vitesse de déformation augmente ou lorsque  $T$  diminue. Il est intéressant de noter que l'existence de mécanismes de recristallisation se produisant pendant la déformation plastique n'a pas été unanimement reconnue de prime abord.



**Figure I.20 (a) :** Courbe contrainte-déformation des métaux ou alliages à forte énergie de défaut d'empilement lors de la mise en forme à chaud [53].



**Figure I.20 (b) :** Courbe contrainte-déformation des métaux ou alliages à faible énergie de défaut d'empilement lors de la mise en forme à chaud [53].

Il était en effet difficile de prouver que les « nouveaux » grains observés dans les échantillons déformés ne s'étaient pas formés statiquement, c'est-à-dire pendant la phase de refroidissement (trempe) de l'échantillon. Cependant, les nombreuses données expérimentales et les modélisations accumulées depuis les dernières décennies ne laissent maintenant aucune place au doute. Initialement considérée comme une curiosité scientifique, la recristallisation dynamique est devenue un outil industriel, d'une importance capitale dans l'élaboration des traitements thermomécaniques [49]. Par ailleurs, on a longtemps considéré que la recristallisation dynamique ne se produisait que dans les métaux à faible énergie de défaut d'empilement (cas de la RDD), le comportement de l'autre catégorie de matériaux étant régi par la restauration dynamique. Toutefois, celle-ci ne concerne que les dislocations et n'explique pas la présence de « nouveaux » grains équiaxes aux grandes déformations, encore moins l'établissement d'un régime stationnaire.

C'est l'étude de microstructures très fortement déformées en torsion, faisant appel notamment à la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), qui a permis de mettre en évidence les processus de RDC et RDG qui peuvent désormais être considérés, tout autant que la RDD, comme des mécanismes de recristallisation dynamique [50,53].

### **I.4.3. Lois de comportement à chaud**

#### **I.4.3.1. Lois de comportement empiriques**

Nous traiterons d'abord le cas du régime stationnaire, où la contrainte d'écoulement ne dépend que de la vitesse de déformation et de la température. Les lois de comportement empiriques correspondantes ont souvent été élaborées initialement sous la forme, car elles ont été obtenues à partir d'expériences de fluage, dans lesquelles la contrainte et la température sont imposées, et la vitesse de déformation mesurée.

La loi de Sellars et Tegart, très fréquemment utilisée, s'écrit ainsi [54] :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_1 [\sinh(\sigma_0 / \sigma_1)]^p \exp(-Q / RT) \quad (\text{I.22})$$

$p$  (sans dimension) constante  $> 1$ ,

$$\sigma_0 = \sigma_1 \sinh^{-1}[(\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_1)^m \exp(mQ / RT)] \quad (\text{I.23})$$

Où :  $m = 1/p$ .

Dans le domaine d'écrouissage, la contrainte d'écoulement dépend à la fois de la déformation, de la vitesse de déformation et de la température. Aux faibles déformations, la relation empirique suivante est souvent utilisée :

$$\sigma_0 = k\varepsilon^n (\dot{\varepsilon} / \dot{\varepsilon}_1)^m \exp(mQ/RT) \quad (\text{I.24})$$

qui combine la loi d'écrouissage de Hollomon et la loi pseudoplastique. Dans cette formulation, la contrainte d'écoulement tend vers l'infini avec la déformation, de telle sorte que le régime stationnaire n'est pas représenté [55].

#### I.4.3.1.1. Paramètres rhéologiques

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation (sans dimension) est défini par la dérivée doublement logarithmique :

$$m = \partial \ln \sigma_0 / m \partial \ln \dot{\varepsilon} \quad (\text{I.25})$$

En général, il décroît lorsque la vitesse de déformation augmente, ce qui est bien traduit par la loi de Sellars et Tegart. En revanche, il est constant pour un matériau pseudoplastique [54]. Sa valeur est généralement comprise entre 0,1 et 0,3. Dans le cas des matériaux superplastiques, caractérisés par leur très grande ductilité en traction uniaxiale,  $m$  est supérieur à 0,5 et peut même prendre des valeurs voisines de l'unité [56]. L'énergie d'activation apparente  $Q$  est définie par la dérivée partielle :

$$Q = -R \partial \ln \dot{\varepsilon} / \partial \ln(1/T) \quad (\text{I.26})$$

Ou, de manière équivalente :

$$Q = R / m \partial \ln \sigma_0 / m \partial \ln(1/T) \quad (\text{I.27})$$

Dans la loi de Sellars et Tegart,  $Q$  est une constante (exprimée en J/mol). Ce paramètre caractérise la dépendance de la contrainte d'écoulement vis-à-vis de la température sous la forme d'une loi d'Arrhenius. On notera que cette représentation n'est qu'empirique à l'échelle macroscopique, alors qu'une telle dépendance en température s'inscrit dans le cadre de la théorie de l'activation thermique à l'échelle des mécanismes élémentaires de la déformation plastique.

Le [Tableau I.1](#) compare les énergies d'activation  $Q$  observées en mise en forme (c'est-à-dire à des vitesses de déformation relativement élevées) pour l'aluminium, le cuivre, le fer alpha et gamma. Les énergies d'activation relatives au fluage  $Q_f$  (c'est dire à des vitesses de déformation et des déformations très faibles, domaine où seule intervient la restauration dynamique) et à l'autodiffusion  $Q_a$  sont également portées dans le [Tableau I.1](#).

Pour les métaux à forte énergie de défaut d'empilement (Al et Fe), qui ne subissent pas de recristallisation dynamique discontinue,  $Q \approx Q_f \approx Q_a$ , ce qui traduit le fait que les mécanismes élémentaires de la restauration dynamique et de la recristallisation dynamique continue (mouvements des dislocations) sont essentiellement contrôlés par l'autodiffusion. En revanche, pour les métaux à énergie de défaut d'empilement moyenne ou faible, qui donnent lieu à la recristallisation dynamique discontinue,  $Q$  est généralement supérieure à  $Q_f$  et  $Q_a$ , comme dans le cas du cuivre, le fer gamma faisant exception à cette règle. Il semble que ces valeurs élevées de  $Q$  traduisent le fait que la recristallisation dynamique discontinue fait intervenir d'autres mécanismes élémentaires, tels que la migration des joints de grains et la germination de nouveaux grains. Enfin, le paramètre de Zener-Hollomon est défini par la relation [56,57] :

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) \quad (I.28)$$

Il s'agit d'une fonction permettant de quantifier l'équivalence entre une augmentation de la vitesse de déformation et une diminution de la température. Elle permet d'exprimer la loi de comportement de Sellars-Tegart et ses dérivées [54,55], ainsi que toute loi dans laquelle la dépendance en température est du type Arrhenius.

**Tableau I.1** : Energies d'activation apparentes relatives à la mise en forme, au fluage et à l'autodiffusion de trois métaux usuels [55]

Métal	Energie d'autodiffusion (KJ/mole)	Energie de fluage (KJ/mole)	Energie de mise en forme (KJ/mole)
Al (RDC)	138	138-150	155
Fe $\alpha$ (RDC)	238-280	284	276
Cu (RDD)	184-234	196-234	301
Fe $\gamma$ (RDD)	272-309	255	280

#### I.4.3.2. Lois de comportement physique

De nombreuses lois de comportement ont été élaborées à partir d'hypothèses concernant l'évolution de la densité de dislocations au cours de la déformation. Elles prennent en compte l'écroutissage et la restauration dynamique, mais ne font généralement pas intervenir la recristallisation dynamique (continue ou discontinue). La contrainte d'écoulement est toujours déduite par la relation classique [56]:

$$\sigma_0 = \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (\text{I.29})$$

$\alpha$  Constante comprise entre 0,7 et 1

$\mu$  Module e cisaillement élastique,

$b$  module du vecteur de Burgers.

#### I.4.4. Approches de comportement viscoplastique

La loi viscoplastique modèle bien le comportement d'un métal à chaud. En effet à chaud, la vitesse de déformation joue un rôle prédominant. Il est donc important de postuler vers des lois dépendant de cette vitesse. En plus de la loi de Norton-Hoff déjà citée auparavant, nous citerons quelques lois analytiques représentant la contrainte équivalente avec la vitesse de déformation généralisée :

- loi de Norton avec seuil (avec un seuil  $y$ ) :  $\sigma = Y(1 + \mu \dot{\epsilon})^m$
- Loi de Bigham avec un seuil mais loi linéaire :  $\sigma = Y(1 + \mu \dot{\epsilon})$
- loi de Norton-Hoff sans seuil mais loi non linéaire :  $\sigma = Y \dot{\epsilon}^m$
- loi de Von Mises rigide plastique :  $\sigma = Y$  (constante)

En viscoplasticité, lorsqu'on déforme le métal à chaud, la composante élastique est négligeable devant la composante visqueuse vu que le métal subit des déformations assez consistantes d'où l'utilisation de ce modèle pour les procédés de mise en forme à chaud. Parmi les lois d'écoulement viscoplastique, nous illustrerons un exemple des modèles assez répandus pour les applications industrielles et en simulation, il s'agit du modèle de contrainte d'écoulement « modèle de Hansel et Spittel ».

##### I.4.4.1. Modèle de contrainte d'écoulement « Hansel et Spittel »

Diverses études ont été faites pour modéliser la contrainte d'écoulement au cours des procédés de formage à chaud et à froid. D'une manière simple l'influence d'un matériau, la température, des déformations et la vitesse de déformation peuvent être considérés comme [56,57].

$$\sigma_F = \sigma_{F0} A_1 e^{-m1g} A_2 \varphi^{m2} e^{m4/\varphi} A_3 \dot{\varphi}^{m3} \quad (\text{I.30})$$

Avec  $\sigma_F = \sigma_{F0} K_g K_\varphi K_{\dot{\varphi}}$ ,  $\sigma_{F0}$  facteur spécifique au matériau.

L'influence la taille des grains est comprise dans ce facteur.  $K_1$  est le facteur de température, dans laquelle  $A_1$  et  $m_1$  sont des constantes avec  $K_1 = A_1 e^{-m_1 \theta}$ .  $K_2$  est le facteur de contrainte, dans laquelle  $A_2$ ,  $m_2$  et  $m_4$  sont des constantes avec  $K_2 = A_2 \phi^{m_2} e^{m_4 / \phi}$  qui est un facteur est particulièrement conçu pour le processus de formage à chaud, où l'effet adoucissant joue également un rôle important.  $K_3$  est le facteur vitesse de déformation sous la forme  $K_3 = A_3 \dot{\phi}^{m_3}$  où  $A_3$ ,  $m_3$  sont des constantes. La plage valide pour la vitesse de déformation est de 0,05 à 100 S<sup>-1</sup> pour la plupart des aciers.

#### I.4.4.2. Contrainte moyenne d'écoulement

La déformation du métal se réalise entre la limite inférieure  $\phi = 0$  et la limite supérieure  $\phi = \phi_{max}$  de sorte qu'il est nécessaire d'utiliser la contrainte moyenne d'écoulement  $\sigma_{Fm}$  pour calculer et déterminer le couple moteur, la puissance et l'énergie de déformation.

$$\sigma_{Fm} = 1/\phi \int_0^\phi \sigma_F(\phi) d\phi \quad (I.31)$$

La signification physique de la contrainte moyenne est démontrée dans la [Figure I.21](#). Pour le formage à chaud (à savoir la température de formage au dessus de la température de recristallisation), en raison de l'effet d'adoucissement, l'équation suivante est proposée pour déterminer la contrainte d'écoulement moyenne [\[57,58\]](#):

$$\sigma_{FM} = 1/3(\sigma_{FA} + 2\sigma_{FV}) \quad (I.32)$$

Ce modèle viscoplastique est la loi thermo-dépendante la plus fiable car elle tient compte des phénomènes complexes d'écrouissage, d'adoucissement et de l'effet de la vitesse de déformation du matériau par rapport aux autres lois employées que nous présenterons ci-dessous ([Fig. I.22](#)).

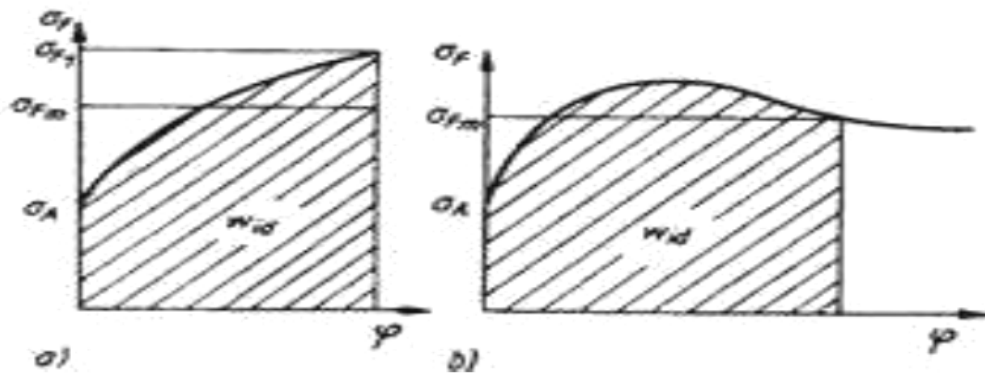
#### I.4.4.3. Autres lois rhéologiques viscoplastiques

##### Loi de Zener Holloman :

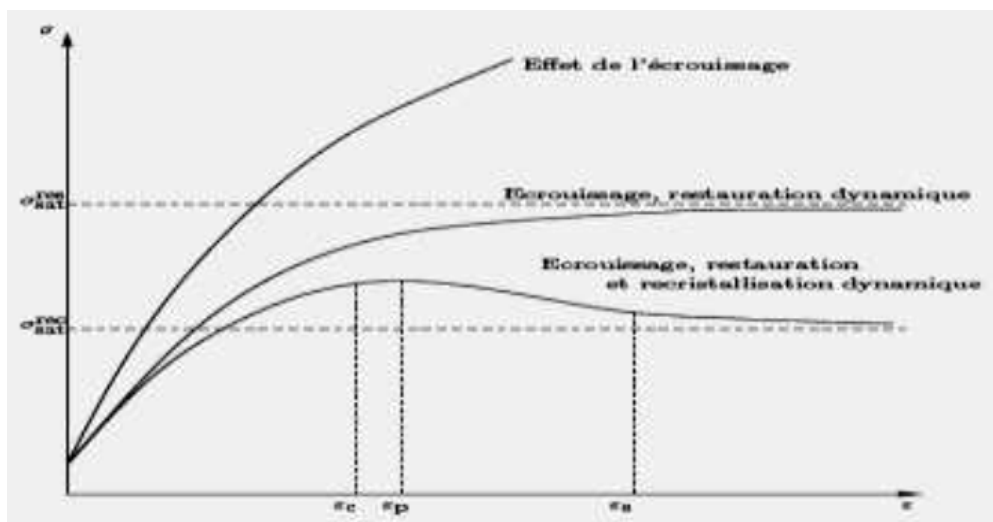
Elle est exprimée comme suit en fonction de la limite d'écoulement :

$$\sigma_0 = 1/\alpha \sinh^{-1}(Z/A)^{1/n} \quad (I.33)$$

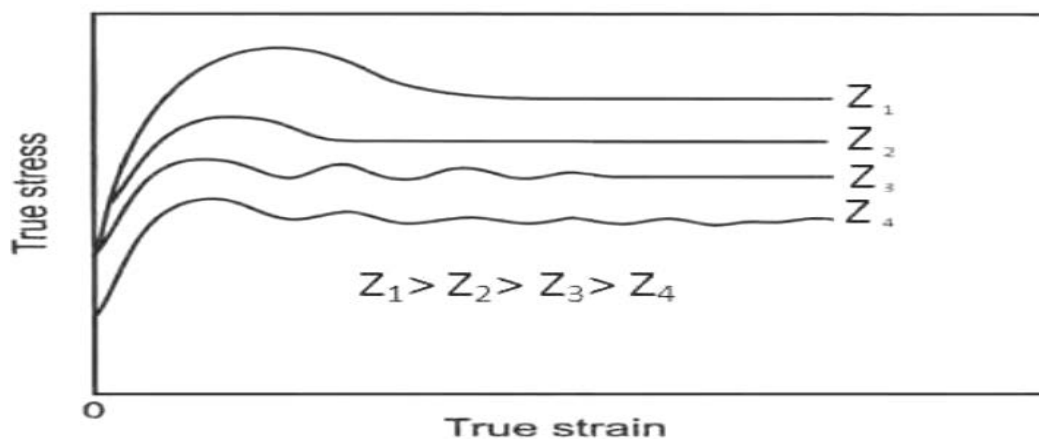
$A$ ,  $\alpha$  des constantes,  $Z$  vitesse de déformation compensée par la température appelé communément paramètre de Zener-Hollmon. L'effet de  $Z$  est illustré dans la [Figure I.23](#) [\[59,60\]](#).



**Figure I.21** : Courbe d'écoulement pour déterminer la contrainte d'écoulement moyenne  $\sigma_{Fm}$ , (a) au cours de formage à froid ; (b) au cours du formage à chaud [59]



**Figure I.22** : Modèle viscoplastique tenant compte des phénomènes physiques lors de mise en forme des matériaux [57]



**Figure I.23** : Effet du paramètre Z dans une courbe d'écoulement [58]

Nous pouvons distinguer les lois suivantes :

Loi puissance : 
$$\sigma = \sqrt[m+1]{3} K e^{(\beta/T)} \dot{\epsilon}^m (\epsilon + \epsilon_{reg})^m \quad (I.34)$$

Loi exponentielle Béta : 
$$\sigma = \sqrt[m+1]{3} K e^{(-\beta/T)} \dot{\epsilon}^m (\epsilon + \epsilon_{reg})^n \quad (I.35)$$

$K$  la consistance,  $\beta$  le terme de thermo-dépendance,  $T$  ( $K$ ) température,  $m$  le terme de sensibilité à la vitesse de déformation,  $n$  terme d'écrouissage,  $\epsilon$  la déformation plastique,  $\dot{\epsilon}$  la vitesse de déformation,  $\epsilon_{reg}$  terme de régularisation (déformation de régulation) [61].

#### I.4.5. Evolutions structurales après déformation à chaud

Les structures résultant des processus de restauration dynamique et de recristallisation dynamique continue ou discontinue ne sont généralement pas stables. Durant le refroidissement final, ou bien entre les passes dans les procédés multi passes, elles se transforment donc de manière statique, c'est-à-dire en l'absence de vitesse de déformation imposée. En fait, ce sont les caractéristiques de ces transformations statiques qui déterminent véritablement la structure et les propriétés des produits formés à chaud. Alors qu'il existe seulement deux mécanismes d'adoucissement dans le cas du recuit effectué sur un métal après déformation à froid, la restauration et la recristallisation statiques, trois processus distincts ont été identifiés après déformation à haute température [62-64] :

- la restauration statique ;
- la recristallisation statique conventionnelle ;
- la recristallisation métadynamique (ou post-dynamique).

Les aspects microstructuraux des deux premiers mécanismes sont exactement les mêmes que leurs équivalents après déformation à froid. En revanche, la recristallisation métadynamique ne peut intervenir que si la déformation à chaud antérieure a donné lieu à une recristallisation dynamique discontinue. Contrairement à la recristallisation statique, elle n'est précédée d'aucune période d'incubation, car elle consiste en la croissance de germes formés avant l'arrêt de la déformation. En outre, elle est beaucoup plus rapide que la recristallisation statique. Les trois mécanismes sont régis par une cinétique du type Avrami, qui se traduit par la relation [65,66]:

$$X_j = X_j^\infty [1 - \exp(-kt^{n_i})] \quad (I.36)$$

Avec  $X_i$  fraction transformée par le mécanisme  $i$  ( $i = r, R$  ou  $M$ ) (sans dimension),  $t$  temps (s), paramètres dépendant du matériau, des conditions de température et de déformation antérieure [67,68].

## I.5. Présentation des modèles de prédiction

Lors de la déformation à chaud des aciers, tous les facteurs internes et externes (composition chimique, état de la structure initiale du matériau, température, taux et vitesse de déformation) influent sur la structure finale du matériau laminé et par conséquent sur les caractéristiques mécaniques. Pour bien comprendre l'effet combiné de tout ces paramètres, différents modèles de prédiction des propriétés mécaniques en fonction des paramètres internes et externes basés sur les statistiques (modèle statistique) et sur les observations microstructurales (modèle microstructural) ont été réalisés.

Parmi les méthodes connues pour la description des relations entre composition chimique, conditions de déformation et les caractéristiques mécaniques, on peut citer [62, 63]:

1. Approches de modélisation physique et empirique.
2. les méthodes statistiques.

Les modèles appliqués à l'échelle industrielle sont illustrés dans la [Figure I.24](#). Dans notre cas, la construction se limitera au développement de modèle microstructural de déformation se basant sur les sous modèles suivants [63-65] :

- Modèle de déformation en écoulement à chaud et phénomènes physiques d'adoucissement.
- Modèle de refroidissement.
- Modèle des propriétés mécaniques.

Le choix de cette construction est motivé par le fait que l'acier étudié est destiné pour l'obtention des aciers à haute limite d'élasticité sous forme de bandes laminées à chaud. Les différentes étapes de ce procédé se composent des parties essentielles suivantes:

- Fours pour le réchauffage des brames.
- Train réversible ou bien train dégrossisseur.
- Train finisseur composé de six (06) cages.
- Table de refroidissement.

### I.5.1. Modélisation microstructurale en déformation à chaud

Le modèle métallurgique est constitué comme suit [65, 66]:

- Modèle de l'évolution de l'état de l'austénite (restauration, recristallisation dynamique et statique)
- Modèle de précipitation (n'est pas considéré dans notre cas).
- Modèle de transformation de phases  $\gamma \rightarrow \alpha$
- Modèle de prédiction des propriétés mécaniques.

Ces modèles contiennent plusieurs relations métallurgiques qui clarifient l'évolution microstructurale et la relation structure-propriété. Pour cela, les grandeurs et le développement des paramètres microstructuraux décisifs sont illustrés dans le [Tableau I.2](#).

On peut identifier les modèles microstructuraux à appliquer selon la conduite suivante :

#### a) Modèle microstructural de recristallisation dynamique en écoulement à chaud par torsion

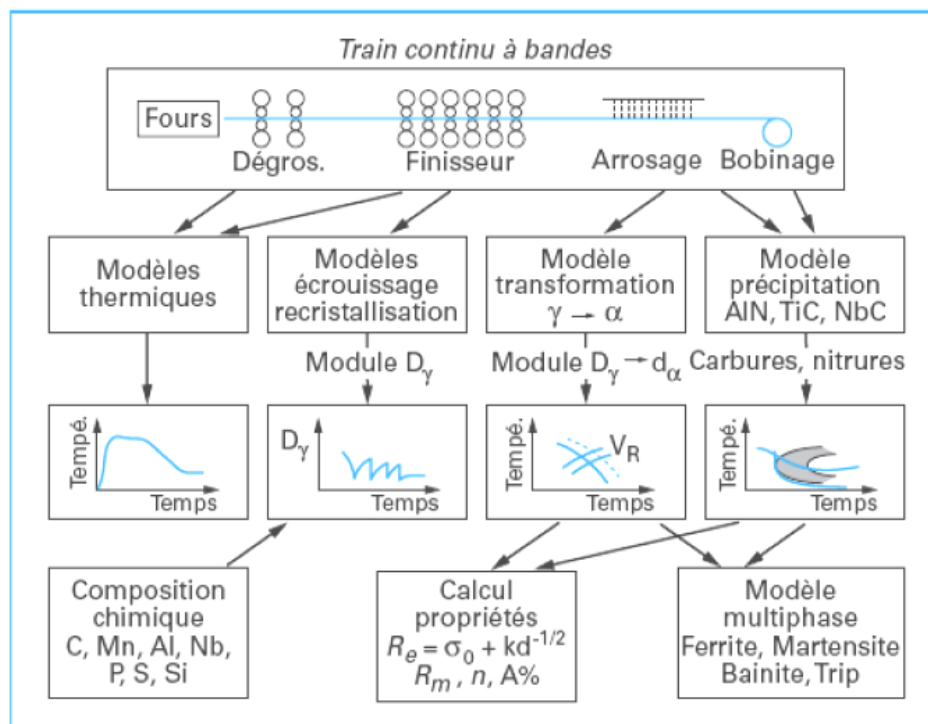
\* Paramètre de Zener-Hollomon :

D'après Le matériau de base et son état microstructural, la contrainte d'écoulement dépend de la déformation, de la vitesse de déformation et de la température. La création du modèle mathématique décrivant la déformation à chaud est basée sur la prédiction des phénomènes se produisant pendant et après déformation et qui sont gouvernés par les paramètres temps et température.

L'effet commun entre la vitesse de déformation et de l'énergie d'activation sur le procédé de déformation peut être décrit par la loi d'Arrhenius, qui est connue comme paramètre de ZENER-HOLLOMON « Z » [67, 68].

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q_w/RT) \quad (I.37)$$

$Q_w$  est l'énergie d'activation en déformation à chaud,  $R$  est la constante de gaz et  $T$  la température absolue. Physiquement  $Z$  représente la vitesse de déformation, qui a été corrigée par la température. L'énergie d'activation en déformation à chaud est déterminée à partir des courbes d'écoulement. Les paramètres  $A$ ,  $\alpha$  et  $n$  sont des constantes du matériau indépendantes de processus. La détermination de l'énergie d'activation peut être faite, si le maximum de contrainte d'écoulement est lié à la température et à la vitesse de déformation par l'équation ci-dessus [59, 64, 67].



**Figure I.24** : Modèles en ligne pour train à chaud pour bandes laminées.

**Tableau I.2** : Modèles mathématiques en process de déformation à chaud

Modèles process	Grandeur	
	Process technologique	Phénomènes métallurgiques des matériaux
Chauffage	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Température T</li> <li>- Vitesse de chauffage</li> <li style="text-align: center;"><math>dT/dt = f(t)</math></li> <li>- Temps de maintien</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Oxydation,</li> <li>- Carburation/décarburation,</li> <li>- Mise en solution des précipités,</li> <li>- Croissance de grain <math>D = f(T, t)</math></li> </ul>
Déformation	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Température déformation</li> <li>- Déformation</li> <li>- Vitesse de déformation</li> <li>- Energie de déformation</li> <li>- Forces et couples,</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Courbes d'écoulement.</li> <li>- Durcissement, Adoucissement, Recristallisation dynamique et statique,</li> <li>- Croissance de grain,</li> </ul>
Refroidissement	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Température</li> <li>- Vitesse de refroidissement</li> <li>- Temps de maintien</li> <li>- Durée de refroidissement</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Précipitation</li> <li>- Croissance de grain</li> <li>- Transformation de phase</li> <li>- Taille du grain</li> <li>- Propriétés mécaniques</li> </ul>

**b) Modèle microstructural pendant le passage de la bande sur la table de refroidissement jusqu'au (modèle de la transformation de la phase  $\gamma \rightarrow \alpha$ ):**

Les bases mathématiques sont la relation de Jonson-Mehl-Avrami-Kolmogorov. Dépendant de la vitesse de refroidissement ( $V_{ref}$ ), la taille du grain de la structure est met sous la forme :

$$D_{\alpha} = h_1 + h_2 D_{\gamma} + h_3 V_{ref}^{h_4} \quad (I.38)$$

$V_f$  : Vitesse de refroidissement

$D_{\gamma}$  : Taille de grain austénitique

**c) Modèle de prévision des propriétés mécaniques en fonction de la taille du grain ferritique**

Pour décrire les relations entre la microstructure et les propriétés mécaniques, un modèle de prévision est conseillé pour suivre l'évolution réelle des différents facteurs pouvant intervenir lors des transformations de phases. Des fonctions mathématiques ont été introduites. Ces fonctions sont les résultats des essais expérimentaux qui se diffèrent selon le type, le nombre et la quantité des conditions microstructurales [67,68]. La forme de la relation propriétés mécaniques/structure ferritique est la suivante :

$$Re = a + b D_{\alpha}^c \quad (I.39)$$

$D_{\alpha}$  : taille de grain ferritique

$a, b, c$  : Coefficients de régression

L'évolution des caractéristiques de résistance doit être inversement proportionnelle avec la taille de grain ferritique (avec la diminution de la taille ferritique, ces propriétés sont nettement améliorées). L'estimation des écarts entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées à partir du modèle permet de valider le modèle lui-même et les ajustements nécessaires des paramètres pour une éventuelle application [68].

**CHAPITRE II**

**MATERIAU**

**ET**

**TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

## Introduction

Des essais de simulation à chaud (dilatométrie, torsion à chaud, laminoir pilote) sont réalisés afin de déterminer le comportement mécanique de l'acier microallié au Nb-Ti-V. Les résultats obtenus peuvent être utilisés dans les pratiques industrielles pour établir des paramètres technologiques standard en laminage à chaud des aciers à haute limite d'élasticité et de minimiser les dispersions des propriétés mécaniques.

### II.1. Matériau de base

L'acier d'étude fourni par le complexe siderurgique d'el hadjar Annaba est du type microallié au Nb-Ti-V à bas carbone. La composition chimique déterminée à partir de différentes techniques (fluorescence RX et spectrométrie à émissions spectral analysis Siemens SRS 3000, LECO C-S) est présentée dans le [Tableau II.1](#).

**Tableau II.1** : Compositions chimiques de l'acier étudié

<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>Ni</b>
0,130	0,130	1,47	0,018	0,004	-	-	-
0,139	0,130	1,51	0,011	0,004	0,01	0,01	0,01
<b>Al</b>	<b>Co</b>	<b>Cu</b>	<b>Nb</b>	<b>Ti</b>	<b>V</b>	<b>W</b>	<b>Pb</b>
0,026	-	-	0,073	0,027	0,04	-	-
0,0243	0,003	0,026	0,075	0,024	0,041	<0,01	<0,005
<b>Sn</b>	<b>Zr</b>	<b>Ca</b>	<b>Ce</b>	<b>Sb</b>	<b>Zn</b>	<b>N</b>	
0,003	0,0023	0,0003	<0,005	0,004	<0,0050	≈0,0211	

### II.2. Essais rheologiques

Les équipements utilisés dans les différentes investigations sont reportés en [Figure.II.1](#).

#### II.2.1. Dilatométrie

Les essais de dilatométrie permettent de donner des informations sur la relation entre la température et la dilatation du matériau étudié et ce à partir des, relations qui indiquent le début et la fin des transformations ayant lieu. Ce test consiste à préparer des éprouvettes réduites, à les chauffer à une température de mise en solution suivi d'un refroidissement à la température de déformation Les premières exigences sont un matériau avec des dimensions précises, exempt de toute ségrégation, dont la température doit être homogène sur tout le volume de l'échantillon.

En outre, les essais doivent être réalisés sous vide ou sous gaz inerte pour éviter l'oxydation. Les conditions de refroidissement, le degré de réduction et la vitesse de déformation doivent être le plus possible similaires à celles réalisées en pratique industrielle. Les échantillons sont de forme cylindrique, de 3 mm de diamètre et 7 mm de longueur. Le programme d'essai (température d'austénitisation, vitesse de refroidissement, temps, etc. ...) est traité par ordinateur de dilatomètre horizontal linseis). Les conditions de la dilatométrie sans déformation et par déformations sont représentées respectivement sur les [Tableaux II.2](#) et [II.3](#).

- Essai de dilatométrie avant déformation : Tracé de la courbe T.R.C avec chauffage à 1150 °C avec maintien de 5 min suivi d'un refroidissement à différentes vitesses entre 0,2 et 1 °C/s.
- Essai de dilatométrie avec déformation : chauffage à 1150 °C avec maintien de 5 min suivi d'un refroidissement à une vitesse de 0,35 °C/s jusqu'à la température de déformation (950 °C,  $\epsilon = 20\%$ ) puis refroidissement à l'ambiante à différentes vitesses (0,2 à 1 °C/s).

La caractérisation mécanique par dureté vickers et microscopique a été réalisée sur un duromètre type B 321 2003 et microscope optique TU Freiberg par image programme C.

### **II.2.2. Essais de torsion à chaud**

Les échantillons soumis à la torsion ont été préparés par la technique standard de métallographie afin d'observer la microstructure des grains austénitiques. Ces derniers ont été révélés par attaque à l'acide Picrique.

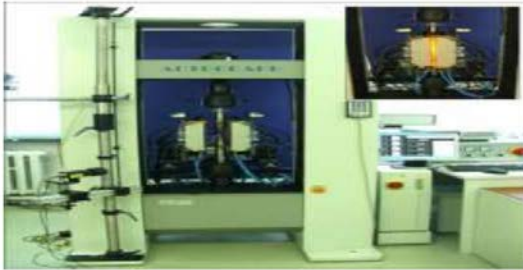
L'essai de torsion a été effectué sur un banc d'essai de plastomètre dont les caractéristiques techniques sont portées dans le [Tableau II.4](#). Les dimensions de l'éprouvette sont indiquées en [Figure II.2](#).



Dilatometre- plastometre



Torsionsplastometre a chaud



Universalprufmaschine AG 100



Microscope optique



Laminaires pilotes de simulation

**Figure II.1** : Techniques de simulation et investigations experimentales

**Tableau II.2** : Essai de dilatometrie sans deformation

Vitesse de chauffage (°C/s)	Temperature d'austénitisation (°C)	Temps de maintien (min)	Vitesse de refroidissement (°C/s)
0,5	1150	5	0,2 - 0,35 - 0,5 - 1

**Tableau II.3** : Essai de dilatometrie avec deformation

Vitesse de chauffage (°C/s)	Temperature d'austénitisation (°C)	Temps de maintien (min)	Temperature de deformation (°C)	Taux de deformation (%)	Vitesse de refroidissement (°C/s)
0,5	1150	5	950	20	0,2-0,35-0,5-1

### Déroulement des essais :

- Enregistrement des courbes d'écoulement  $\sigma=f(\varepsilon)$  et détermination des lois d'écoulement correspondantes.
- Calcul des efforts et des couples à partir d'un modèle
- La détermination de ces lois d'écoulement a requis à diviser les conditions expérimentales en deux séries :

Cette série est destinée à l'étude du comportement à chaud de l'acier d'étude selon les conditions d'essais suivants :

- Chauffage à 1150 °C avec maintien de 10 min,
- Refroidissement jusqu'aux températures de déformation (1150 °C, 1000 °C, 925 °C, 850 °C, 825 °C, 800 °C, 775 °C, 750 °C, 725 °C et 700 °C) et à différentes vitesses de déformation 0.2 s<sup>-1</sup>, 2 s<sup>-1</sup> et 5 s<sup>-1</sup>.
- Enregistrement des courbes d'écoulement  $\sigma = f(\varepsilon)$  et détermination des lois d'écoulement correspondantes.

### II.2.3. Essais de simulation sur laminoir pilote pour l'obtention d'un acier de grade X60 en conformité avec la loi d'écoulement proposée par Hansel et Spittel

Les essais de simulation ont été réalisés au laboratoire de Freiberg (Allemagne) sur un laminoir pilote duo reversible comportant des cylindres de diamètre 330 mm sur des échantillons de dimensions (100x100x55mm) dont le nombre d'ébauches pris est 36 (02 par essai). Pour cela, deux séries de schémas de laminage ont été entrepris avec une vitesse de laminage de 1m/s simulant le processus industriel pour l'obtention de l'acier HLE de grade X60 et de grades supérieurs tels que le X70 et le X80. Le cycle de laminage à chaud industriel simulé est présenté en [Figure II.3](#).

Les essais de simulation du laminage sont suivis par la caractérisation mécanique (traction, résilience à froid et à l'ambiante) et métallographique. Les modes de prélèvements et dimensions des éprouvettes de traction et de résilience sont mentionnés dans les [Figures II.4](#) et [II.5](#).

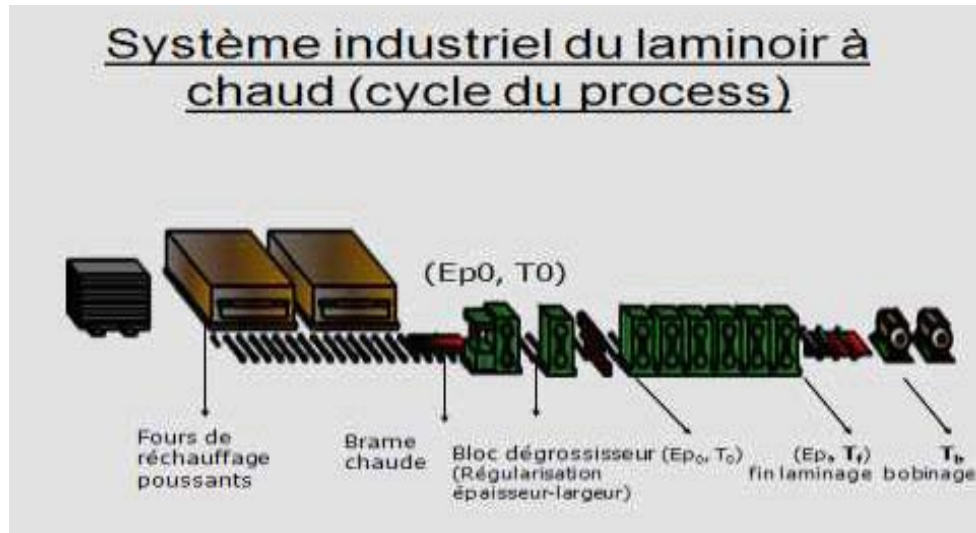
#### II.2.3.1. Conditions de laminage

Le chauffage préliminaire a été effectué à une température de 1250 °C avec un temps de maintien de 30-40 min.

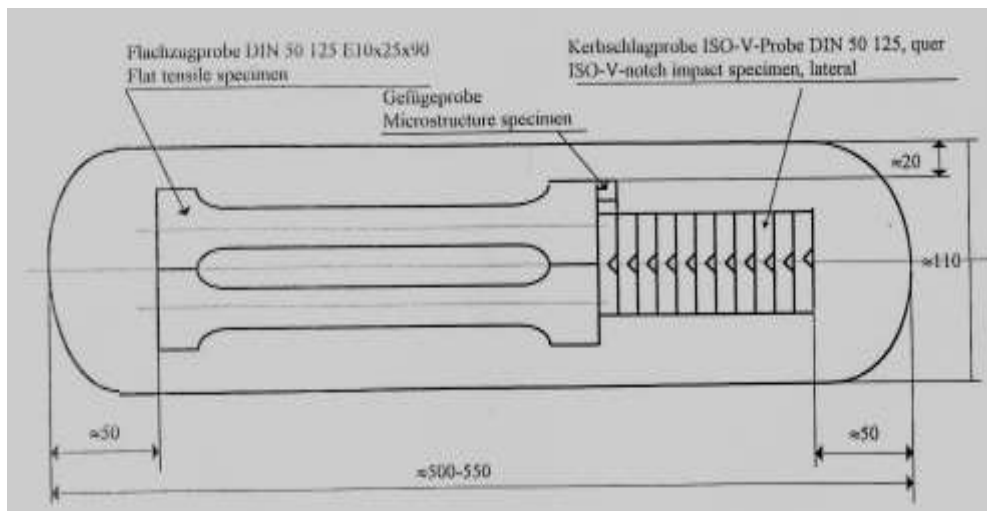
- Simulation du laminoir dégrossisseur : les conditions de laminage réalisées à une vitesse de laminage 1m/s sont indiquées dans le [Tableau II.5](#).

**Tableau II.5 :** Conditions de réduction sur laminoir dégrossisseur

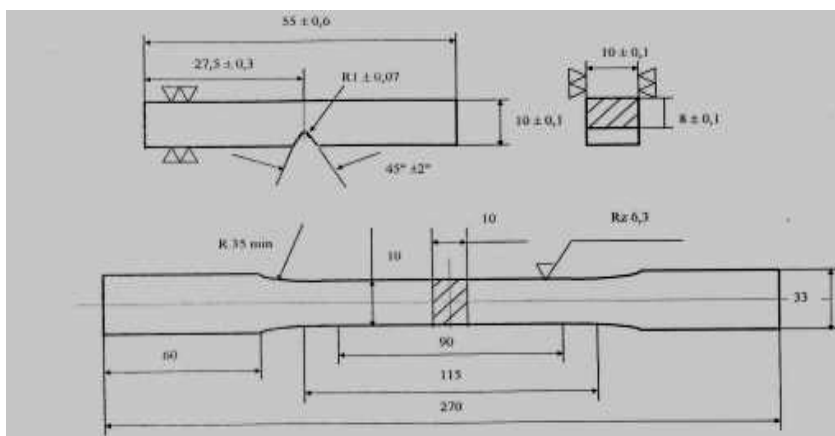
N° Passe	Temp. (°C)	$h_0$ (mm)	$h_1$ (mm)	$b_1$ (mm)	$\epsilon$ (%)
1	1150	55,0	42,5	102,5	22,7
2	1120	42,5	30,0	105,0	29,4



**Figure II.3 :** Cycle de laminage à chaud industriel.



**Figure II.4 :** Modes de prélèvements des éprouvettes de traction, de résilience et des microstructures sur ébauche laminée de l'acier microallié au Nb-Ti-V



**Figure II.5** : Dimensions des éprouvettes de traction et de résilience de l'acier microallié au Nb-Ti-V

- Simulation des finisseuses : les programmes de laminage pour la séquence de réduction et de température sont présentés respectivement dans les [Tableaux II.6](#) et [II.7](#).
- Simulation du bobinage : le bobinage est effectué par un refroidissement accéléré jusqu'aux températures choisies 555, 600 et 630 °C (avec un maintien de deux heures suivi d'un refroidissement à l'air ambiant).

A la fin de l'opération de laminage à chaud et bobinage, on mesure des efforts et couples de laminage ( $Fw$ ) et ( $Md$ ).

**Tableau II.6** : Séquence de réduction dans le train finisseur

N° Passe	$h_0$ (mm)	$h_1$ (mm)	$b_1$ (mm)	$\varepsilon$ (%)
3	30,0	24,0	107,3	20,0
4	24,0	20,0	108,1	16,7
5	20,0	17,0	108,8	15,0
6	17,0	14,8	109,4	12,9
7	14,8	13,2	109,8	10,8
8	13,2	12,0	110,1	9,1

**Tableau II.7** : Séquence de température en deux régimes I et II

N° Passe	Régime de température I. (°C)	Régime de température II. (°C)
3	950	950
4	930	920
5	910	890
6	890	860
7	870	830
8	850	800

#### **II.2.4. Essais expérimentaux sur laminoir pilote pour l'obtention d'un acier de grade supérieur à X60**

Les conditions de simulations sur laminoir pilote pour l'obtention d'un acier de grades supérieurs au grade X60 sont les suivantes :

▪ Première série de schémas de laminage (Série 1) :

- Conditions de simulation du four de réchauffage : Température = 1200 °C.
- Conditions de simulation simultanée aux cages dégraisseur et finisseur : Température à l'entrée = 950 °C, épaisseur à l'entrée = 55 mm, vitesse de laminage (vitesse de passage de l'ébauche inter passes): 1 m/s.
- Régimes de réduction et températures : les condition de laminage sont mentionnées dans le [Tableau II.8.](#)

**Tableau II.8** : Conditions de réduction directe sur laminoir dégrossisseur pour grades supérieurs

N° passe	$h_0$ (mm)	$h_1$ (mm)	$\varepsilon$ (%)	Série I Température (°C)	Série II Température (°C)	Série III Température (°C)
01	55,0	50	9	950	950	950
02	50	37	26	930	930	930
03	37	28	24,3	910	900	890
04	28	21,5	23,2	880	850	820
05	21,5	17	20,9	840	800	760
06	17	14,5	14,7	800	750	700

- Conditions de simulation du refroidissement : Refroidissement est effectué jusqu'aux températures de 500, 575 et 650°C pour la simulation du bobinage (Tableau II.9).
- Conditions de simulation du bobinage : Maintien pendant deux heures (02 heures) dans le four, ensuite refroidissement à l'air ambiant jusqu'à la température ambiante (~20°C).

**Tableau II.9** : Conditions de simulation de bobinage pour grades supérieurs

Type de séquence	I, II et III	I, II et III	I, II et III	I	I
Régime de refroidissement	Eau pulvérisée	Eau pulvérisée	Eau pulvérisée	Air comprimé	Air ambiant
Température de bobinage	500 °C	575 °C	650 °C	575 °C	575 °C

▪ Deuxième série de schémas de laminage (Série 2) :

- Conditions de simulation du laminoir dégrossisseur : les conditions de laminage sont représentées dans le Tableau II.10 après simulation au four de réchauffage à 1250 °C.

**Tableau II.10** : Conditions de réduction et de température sur laminoir dégrossisseur

N° passe	$h_0$ (mm)	$h_1$ (mm)	$\varepsilon$ (%)	T (°C)
01	55,0	50	9,1	1200
02	50	42	16,0	1180
03	42	34	19,1	1120
04	34	29	14,7	1080
05	29	25,5	12,1	1050

- Conditions de simulation du laminoir finisseur : les conditions de laminage sont données dans le [Tableau II.11](#) et la vitesse de laminage est de 1m/s pour les deux types de séquences de températures (I et II).

**Tableau II.11** : Conditions de réduction et de température sur laminoir finisseur

N° Passe	$h_0$ (mm)	$h_1$ (mm)	$\varepsilon$ (%)	Température (°C)	Température (°C)
06	25,5	21	17,6	950	950
07	21	17,5	16,7	920	900
08	17,5	15	14,3	900	850
09	15	13,5	10,0	850	800
10	13,5	12,5	7,4	800	750

- Conditions de simulation du refroidissement : la simulation de bobinage est effectuée à des températures de 550 et 600 °C ([Tableau II.12](#)) avec maintien pendant deux heures dans le four suivi d'un refroidissement à l'air.

**Tableau II.12** : Conditions de refroidissement et de température

Séquences	I et II	I et II	I et II	I et II
Type de refroidissement	Eau	Eau	Air comprimé	Air comprimé
Température (°C)	550 °C	600 °C	550 °C	600 °C

Les essais de simulation de laminage à chaud sur des ébauches en acier microallié au Nb-Ti-V ont été réalisés sur un laminoir pilote duo dont les caractéristiques techniques sont illustrées dans le [Tableau II.13](#).

**Tableau II.13** : Caractéristiques techniques du laminoir de simulation

Diamètres des cylindres (mm)	300...478 (Duo)
Longueur des cylindres (mm)	500...800
Force Max de laminage (kN)	2400
Puissance (kW)	160
Vitesse de laminage (m/s)	0,1...2,0
Type de refroidissement	Eau et air

**CHAPITRE III**

**TRANSFORMATIONS**

**EN REFROIDISSEMENT CONTINU**

**ET RHEOLOGIE A CHAUD**

### III.1. Dilatométrie

#### III.1.1. Détermination des points de transformation

Après avoir défini conditions d'essai de dilatomètre (vitesse de chauffage à la température 1150 °C et de refroidissement à l'air libre), les points de transformation de notre acier relatifs à la [Figure III.1](#) sont indiqués dans le [Tableau III.1](#). Il est à noter que les transformations de phases au cours du test dilatométrique s'accompagnent généralement d'une variation de volume [69-71].

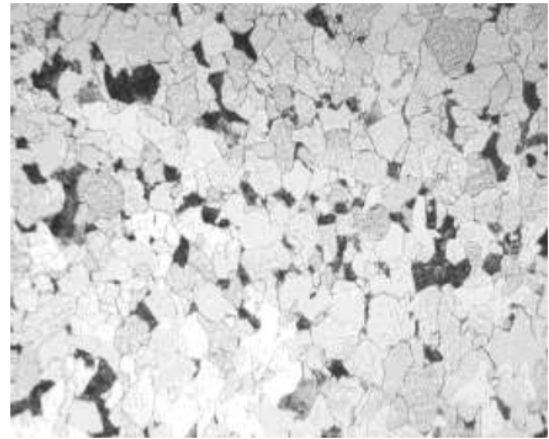
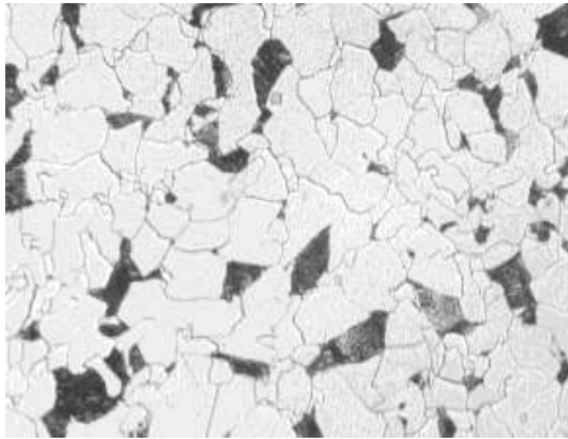
**Tableau III.1** : Points de transformation de l'acier étudié

Points de transformations, (°C)	Ac1	Ac3	Ar1	Ar3
	715	770	720	745

Les courbes obtenues par dilatométrie nous ont permis aussi de déterminer le tracé d'une partie de la courbe TRC (transformation en refroidissement continu) du produit étudié. La [Figure III.2](#) indique la variation de la structure correspondant aux différentes vitesses de refroidissement.

Afin d'obtenir les indications relatives à l'influence de la déformation de l'austénite sur la transformation ultérieure, les diagrammes de transformation ont été établis en utilisant des éprouvettes ayant subies une austénitisation pendant 5 min à 1150 °C puis déformées à un taux de déformation de 20% à la température de 950 °C. La déformation avant transformation a une influence sur les transformations de phases ultérieures. En effet, lors de la déformation, il y a formation d'un grand nombre de défauts tels que les dislocations, les sous joints, les interstitiels qui auront pour effet un accroissement des sites de germination qui à leur tour accélèrent la transformation ferritique tout en retardant les transformations perlitiques et bainitiques ([Tableau III.3](#)) [72,73]. Un refroidissement lent de l'acier étudié a mené à une transformation de l'austénite en ferrite, qui est appelée communément transformation perlitique ([Fig.III.3 \(a, b\)](#), [Fig. III.4 b](#)). Toutefois, des refroidissements moyens et plus rapides ont donné lieu à des transformations selon deux phases : perlite et bainite ([Fig. III.4 \(a\)](#), [Fig. III.5](#) et [Fig. III.6](#)) [73,74].

Les observations métallographiques en microscopie optique effectuées sur les échantillons à l'état de réception ont révélé une structure ferrito-perlitique. Les taux de transformation de chaque phase en fonction de la vitesse de refroidissement sont illustrés dans la [Figure III.7](#) et les [Tableaux III. 2](#) et [3](#) [74,75].



(a) 0,2°C/S sans déformation

(b) 0,2°C/S avec déformation

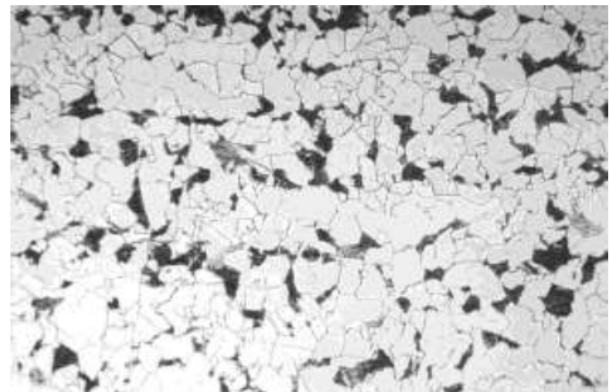
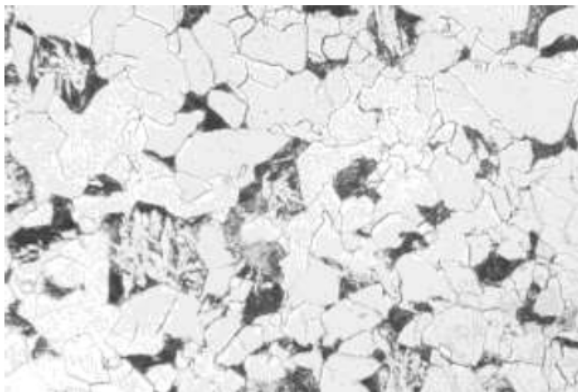
(a) Structure 77,89% de ferrite, 22,02% Perlite, vitesse de refroidissement: 0,2°C/S. G = 500

(b) Structure: 85,15% Ferrite, 14,85% Perlite, vitesse de refroidissement après déformation: 0,2°C/S.

**Figure III.3** : Microstructures obtenues après transformation sous différentes conditions

- (a) vitesse de refroidissement : 0,2°C/S,

- (b) taux de déformation : 20%, vitesse de refroidissement : 0,2°C/S, G=500x.



(a) 0,35°C/S sans déformation

(b) 0,35°C/S avec déformation

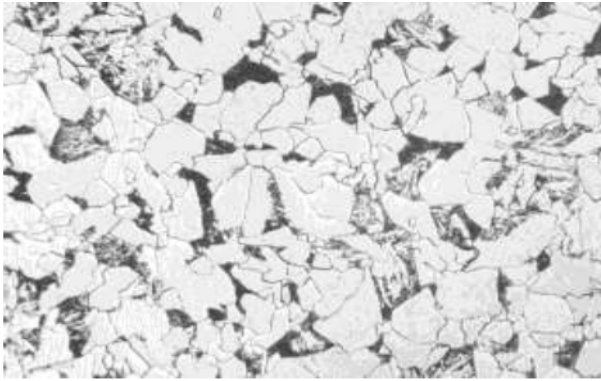
(a) Structure 67,15% ferrite, 20,3%, 12,55% bainite, vitesse de refroidissement: 0,35°C/S.

(b) Structure: 83,36% ferrite, 16,64% perlite, vitesse de refroidissement après déformation: 0,35°C/S.

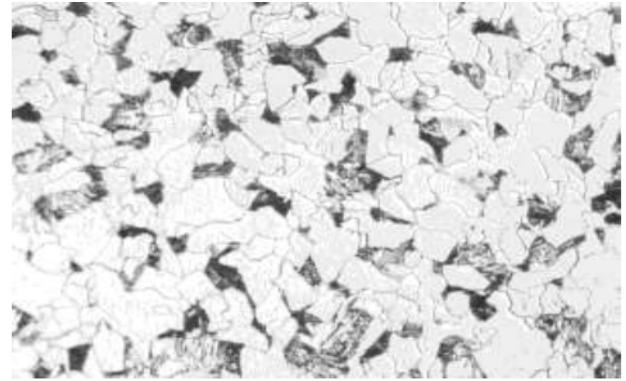
**Figure III.4** : Microstructures obtenues après transformation sous différentes conditions de l'acier étudié :

- (a) vitesse de refroidissement : 0,35°C/S,

- (b) taux de déformation : 20%, vitesse de refroidissement: 0,35°C/S, G=500x.



(a) 0,5°C/S sans déformation



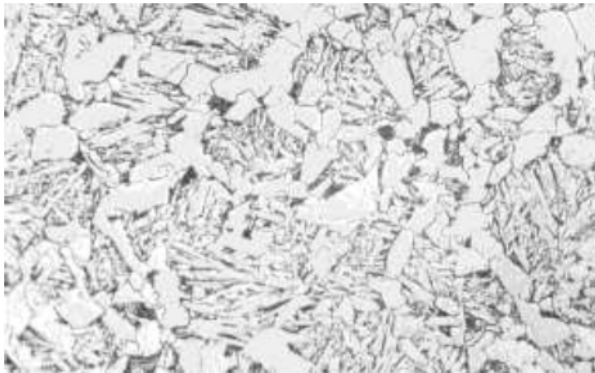
(b) 0,5°C/S avec déformation

(a) Structure 77,71% ferrite, 19,09% perlite, 3,2% bainite, vitesse de refroidissement: 0,5°C/S.

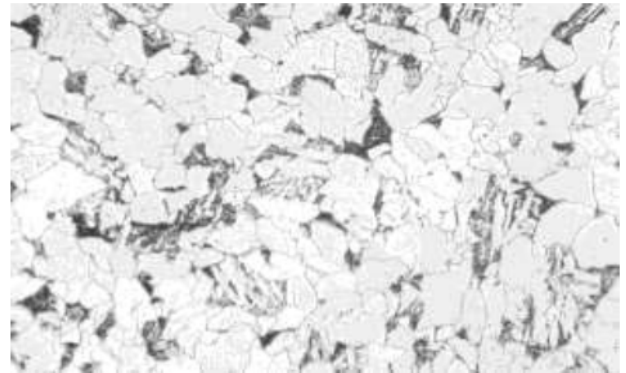
(b) Structure: 77,73% Ferrite, 20,92% Perlite, 1,35% Bainite, vitesse de refroidissement après déformation: 0,5°C/S.

**Figure III.5** : Microstructures obtenues après transformation sous différentes conditions :

- (a) vitesse de refroidissement : 0,5°C/S,
- (b) taux de déformation : 20%,



(a) 1°C/S sans déformation



(b) 1°C/S avec déformation

(a) Structure 57,77% ferrite, 8,74% perlite, 33,49% bainite, vitesse de refroidissement 1°C/S.

(b) Structure: 72,55% Ferrite 9,11% Bainite, 18,34% Perlite, vitesse de refroidissement après déformation: 1°C/S.

**Figure III.6** : Microstructures obtenues après transformation sous différentes conditions de l'acier étudié:

- (a) vitesse de refroidissement 1°C/S,
- (b) taux de déformation : 20%, vitesse de refroidissement : 1°C/S,

### **III.1.2. Détermination des conditions d'austénitisation**

L'étude des transformations structurales au cours de refroidissement continu nécessite la connaissance préalable des paramètres des traitements d'austénitisation. La détermination des températures de début et de fin de transformation  $A_{c1}$  et  $A_{c3}$  a été effectuée par dilatométrie. Le choix de la vitesse de chauffe de  $0,5^\circ\text{C/s}$  permet d'avoir une variation assez lente de la température de manière à ce que l'éprouvette et le témoin soient à tout instant à la même température. La température  $A_{c1}$  correspond au début de la réaction eutectoïde au cours de laquelle la perlite se décompose pour donner de l'austénite caractérisée par une contraction. La transformation de la ferrite proeutectoïde en austénite est traduite par le point  $A_{c3}$  à partir de laquelle la structure sera entièrement austénitique.

### **III.1.3. Etude des transformations en refroidissement continu**

Dans la pratique industrielle, les traitements thermiques et thermomécaniques comportent en général un refroidissement continu, d'où la nécessité d'établir des diagrammes de transformation en continu. Nous présenterons l'analyse de tels diagrammes et l'évolution des microstructures obtenues dans les deux cas d'étude, à savoir austénitisation pendant 5 min à  $1150^\circ\text{C}$  et austénitisation pendant 5 min à  $1150^\circ\text{C}$ , puis déformées de 20% à  $950^\circ\text{C}$ ). Il est à noter que le choix de la température d'austénitisation est motivé par la simulation du préchauffage dans les fours poussants du laminoir à chaud industriel (température d'homogénéisation de l'ordre  $1100\text{-}1200^\circ\text{C}$ ). Les aciers microalliés normalisés et élaborés industriellement par laminage à chaud destinés à la construction des pipelines de transport hydrocarbures présentent une structure de base ferrito-perlitique. Ce qui explique le choix de vitesses de refroidissement lentes [76].

#### **III.1.3.1. Austénitisation à $1150^\circ\text{C}$ sans déformation**

Pour des vitesses lentes (entre  $0,2$  et  $0,35^\circ\text{C/s}$ ), une première transformation s'est développée vers la température de  $745^\circ\text{C}$  qui correspond à la formation de la ferrite proeutectoïde. Le carbone rejeté va enrichir l'austénite non encore transformée. Quand la température devient inférieure à la limite de stabilité de l'austénite, la transformation se poursuit pour former la ferrite qui s'initie par la germination de lamelles de cémentite dont la croissance entraîne un appauvrissement en carbone de l'austénite voisine donnant lieu ainsi à l'apparition de la ferrite. Les proportions des phases montrent que la ferrite présente en moyenne 70 à 80% de la structure. L'examen métallographique révèle des microstructures constituées majoritairement de ferrite et de perlite. Les mesures de dureté Vickers après refroidissement confirment l'évolution microstructurale de notre acier. La dureté augmente avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement correspondant à une augmentation du taux de la perlite et une diminution de celui de la ferrite.

Dans un domaine étroit de vitesses de refroidissement (entre 0,5 et 1°C/s, (moyennement lentes), la transformation en ferrite proeutectoïde a lieu à une température quelque peu inférieure à celle du domaine précédent. Cette transformation est suivie par la formation de perlite à des proportions plus faibles. L'austénite résiduelle s'enrichit en carbone et se transforme à des températures plus basses pour donner une structure dans laquelle les carbures sont finement dispersés. Cette dernière correspond à la transformation bainitique qui débute à des températures voisines de 600 °C et s'achève à des températures proches de 460 °C. Ainsi, l'examen métallographique révélant les trois phases en présence qui sont la ferrite qui constitue la matrice prédominante, la perlite en proportion plus faible inférieure à 20%, et une bainite en quantité plus significatives (10-30%) est en étroite concordance avec l'évolution mécanique faite par les mesures de dureté après différents régimes de température. Il y est clairement remarqué que la dureté est nettement améliorée avec l'augmentation du taux de bainite, la diminution de proportion en perlite et l'élévation de la vitesse de refroidissement [77,78].

Lors de l'évolution de la dureté avec la vitesse de refroidissement, on distingue deux domaines (Fig. III.8) :

- Domaine des vitesses très lentes (entre 0,2 et 0,35°C/s) : les seuls constituants sont la ferrite et la perlite ayant des teneurs qui diffèrent peu avec la vitesse. La dureté enregistrée est de l'ordre de 170 HV [79,80].
- Domaine des vitesses (entre 0,5 et 1°C/s) : les constituants sont la ferrite et la perlite avec des pourcentages en bainite plus appréciables. Dans ce domaine, on peut penser que le durcissement constaté qui est de l'ordre de 190 HV est principalement dû à la présence de ce dernier constituant [81,82].

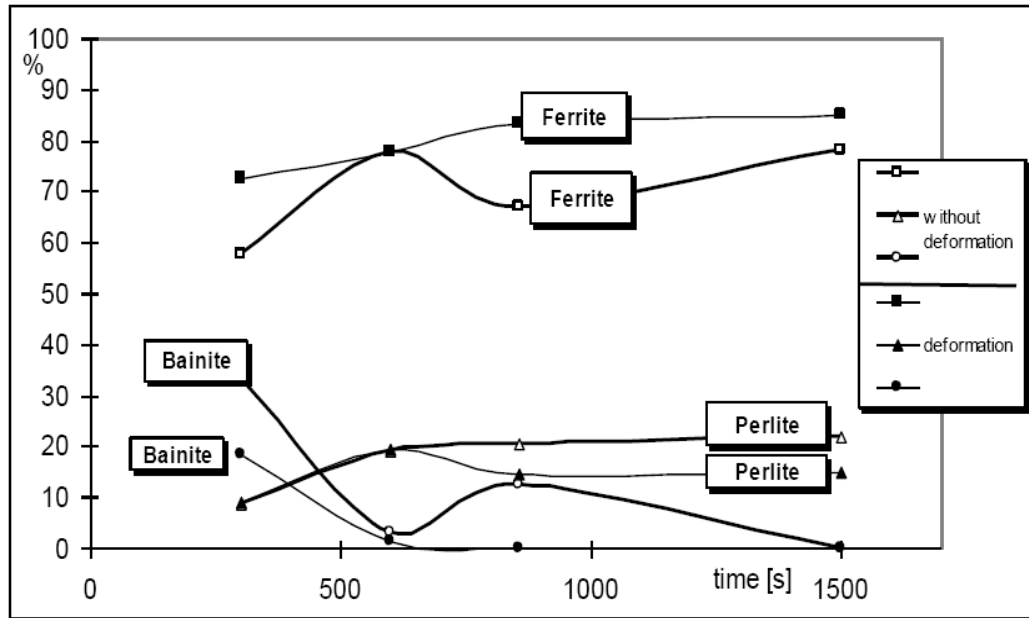
Il est à noter que les caractéristiques essentielles de la phase austénitique telles que le degré de mise en solution des précipités et la grosseur du grain sont fonction de la température d'austénitisation. Ces deux facteurs exercent une influence particulière sur la transformation de phase et par la suite sur le diagramme TRC. La température de 1150 °C est choisie pour deux raisons. La première, elle est suffisante pour la mise en solution des carbures existants (carbures de niobium, titane et vanadium, nitrures d'aluminium...). La deuxième raison, est de simuler les conditions industrielles établies au niveau du laminoir à chaud lors des préchauffages des brames en acier microalliés. Au fur et à mesure que les quantités des précipités dissous augmentent avec la température, le grain austénitique grossit. En effet, la taille de grain dans notre cas est de l'ordre de d'indice de grain de 6-7 ASTM.

### III.1.3.2. Influence de la déformation de l'austénite sur les transformations

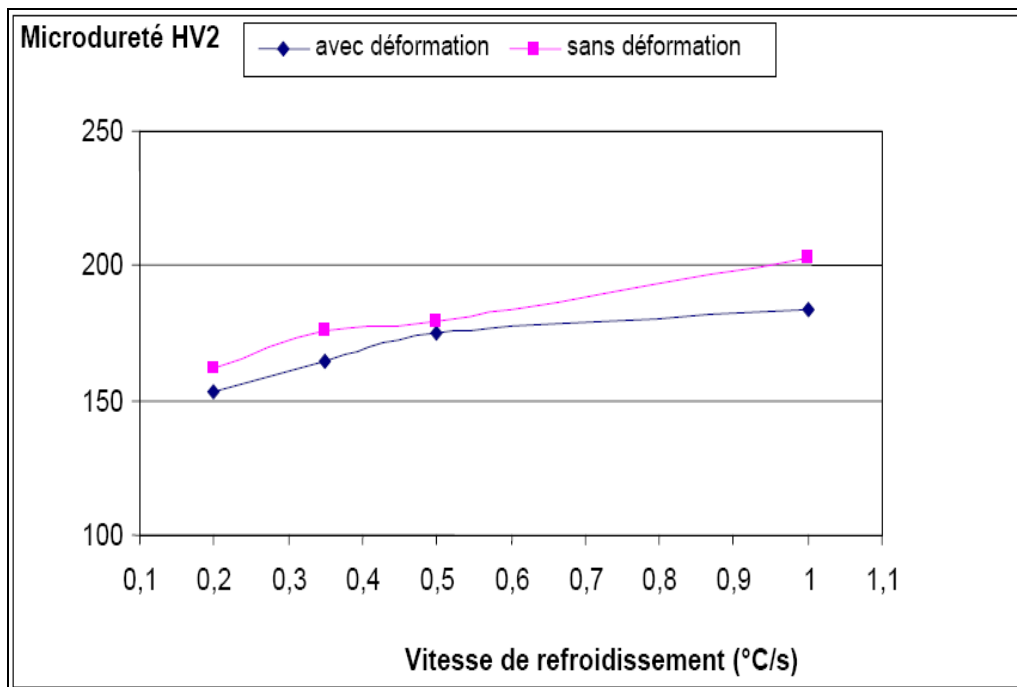
En combinant les traitements thermiques et la déformation, nous avons tenté de simuler le cycle de laminage à chaud auquel sont soumis les aciers à dispersoïdes. Nous rappelons que le traitement par austénitisation à 1150 °C permet une dissolution presque complète des carbures et nitrures existants à base de niobium, vanadium, titane et aluminium. Le temps de maintien est de l'ordre de 5 minutes pour tenir compte de la dimension des éprouvettes de diamètre 3 mm. Après austénitisation, les éprouvettes sont refroidis jusqu'à la température de 950 °C simulant la chute de température subies par les brames lors du laminage dans le train dégrossisseurs et la première cage de train finisseur (qui sont fonction des épaisseurs des ébauches données). Ensuite elles sont soumises à une déformation par compression de 20% qui peut simuler la première cage finisseuse (nous avons aimé faire des déformations plus importantes à cause pour de difficultés de programmation du protocole expérimental).

A cette température assez élevée, la recristallisation dynamique de l'austénite bien que ralentit par les éléments dispersoïdes, va s'amorcer ; un maintien de quelques secondes, qui fait intervenir la recristallisation statique. Ce qui conduit à une recristallisation plus ou moins complète. L'effet de l'écrouissage de l'austénite sur les conditions de transformation est illustré sur les courbes obtenues en dilatométrie-plastométrie. Ce diagramme traduit la cinétique de décomposition de l'austénite après austénitisation à 1150 °C suivie d'une déformation de 20% à la température de 950 °C. La transformation de l'austénite au cours du refroidissement à une vitesse de 0,2 °C/s commence vers 658 °C par la formation du mélange ferrite-perlite par contre celle de la vitesse de 0,35 °C/s est de l'ordre de 639 °C.

Les transformations de l'austénite au cours des vitesses de 0,5 et 1 °C/s commencent presque aux mêmes températures respectivement 620-625 °C par la formation du mélange ferrite-bainite [70,71,74,75]. La cinétique de la formation de la ferrite est accélérée par écrouissage. Les structures issues de la déformation plus riche en ferrite, sont sensiblement moins dures que les structures obtenues sans déformation. Cet adoucissement est lié à l'augmentation de la fraction volumique de la ferrite. Une partie de la ferrite dans les structures non déformées sont remplacées par la perlite. Les duretés obtenues après déformation sont assez proches de celles à l'échelle industrielle. Le maintien à la température de déformation entraîne par ailleurs une atténuation des différences de dureté liées à la déformation par relaxation de contraintes [83,84]. Les points ressortis de cette étude sont les suivants :



**Figure III.7** : Microstructure après refroidissement à différentes vitesses avec et sans déformation de l'acier étudié.



**Figure III.8** : Evolution de la microdureté-vitesse de refroidissement avec et sans déformation de l'acier étudié.

- Un refroidissement lent de notre acier microallié au Nb-Ti-V a conduit à la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ . Il s'agit de la transformation perlitique.
- Un refroidissement plus rapide a provoqué un dédoublement du point de transformation (perlite+bainite).
- Les courbes de dilatométrie et dilatométrie-plastométrie nous ont permis de déterminer les points de transformation et le tracé d'une partie de la courbe transformation en refroidissement continu TRC de notre acier étudié.
- L'effet de la vitesse de refroidissement et la déformation sur la structure finale.
- Le domaine d'existence des phases à différentes vitesses de refroidissement sans effet de déformation est situé dans l'intervalle de température entre 460 et 580 °C dans la zone ferritique, et dans l'intervalle de 720 à 745 °C dans la zone austénitique.
- Le domaine d'existence des phases à différentes vitesses de refroidissement sous l'effet de déformation est situé dans l'intervalle de température entre 620 et 648 °C dans la zone ferritique, et dans l'intervalle de 740 à 745 °C dans la zone austénitique.

L'écrouissage avant transformation a une influence sur les transformations de phases. Lors de la déformation, il y a introduction d'un grand nombre de défauts tels que dislocations, sous joints, interstitiels. Ce qui a provoqué donc une multiplication des sites de germination qui à leur tour accélèrent la transformation ferritique et retardent les transformations perlitique et bainitique. L'affinement du grain d'une part et l'accroissement de la ferrite au détriment des autres phases d'autre part semblent les résultats les plus nets. Ce double effet s'accompagne d'une perte de dureté. Cette étude qui comprend l'analyse du diagramme TRC, l'évolution des proportions de phases, la variation de dureté en refroidissement, constitue une bonne approche pour suivre les traitements thermomécaniques des aciers à dispersoïdes [85-87].

Dans cette partie, nous avons pu soulever l'importance du tracé systématique des diagrammes TRC nécessitant la mise œuvre d'une gamme étendue de modes de refroidissement associés à des mesures de propriétés mécaniques et à l'identification des microstructures et des phases constituantes. L'étude de la décomposition de l'austénite en refroidissement, l'enregistrement des courbes de transformation et la déformation préalable de l'austénite permettent en effet non seulement de comprendre les phénomènes physiques et métallurgiques, mais de simuler les différentes étapes de traitements thermiques et thermomécaniques lors du laminage à chaud des aciers à haute limite d'élasticité microalliés [88,89].

La connaissance de comportement du matériau de base en acier microallié au Nb-Ti-V destiné pour atteindre des grades avec haute limite d'élasticité élevée (transformation pendant le chauffage et le refroidissement) a été réalisée. La simulation réalisée sur un dilatomètre-plastomètre a permis de choisir un grand intervalle de conditions de déformation et de refroidissement permettant de simuler le laminoir à chaud industriel [83]. Les expériences ont été accompagnées par chauffage et de refroidissement avec et sans déformation. Les tests de chauffage et refroidissement nous ont apportés les premières indications sur les points de transformation. Les prospections faites sur dilatomètre avec déformation ont permis, de suivre l'évolution microstructurale et mécanique lors de la transformation de l'austénite. Cette étude a permis de tracer une partie de la courbe TRC de l'acier Nb-Ti-V sous l'effet simultané de la vitesse de refroidissement et la déformation imposée. Sur la base de ces investigations menées, nous pouvons souligner les aspects suivants [70,71,74,75]:

- Connaissance approfondie du matériau de base du point de vue comportement de la microstructure et mécanique [83,84].
- La simulation expérimentale est un moyen important de surveiller les transformations mécaniques et microstructurales subies par l'acier étudié.
- Mener des approches analytiques pour l'industrie de la simulation du précédé par laminage à chaud [85].
- Une bonne adaptation de ces conditions avec la performance du matériau permet pour un produit fini de qualité élevée de l'acier [86].

La portée de ce travail était de déterminer les microstructures et la dureté de l'acier dans des conditions de transformations, qui simulent la déformation à chaud et refroidissement contrôlé [87,88]. L'effet du profil de refroidissement est important sur les propriétés mécaniques finales et est directement influencé par l'état de l'austénite à la température de début de refroidissement [90,91].

## **III.2. Analyse des courbes contrainte-déformation en torsion à chaud**

### **III.2.1. Campagne d'essais en torsion**

La machine de torsion utilisée possède un système de chauffage de l'échantillon par rayonnement. L'échantillon est fixé à deux mors permettant le maintien des têtes quel que soit le sens de rotation. Un gaz inerte circule dans l'enceinte d'essai afin d'atténuer les phénomènes d'oxydation à haute température. Le réglage de la température est effectué par un thermocouple situé au niveau des têtes de l'échantillon. Tout l'essai est commandé par un ordinateur qui régit tous les paramètres soit du moteur principal pour la torsion soit du moteur auxiliaire pour la forme et le réglage de la température. Avant la déformation à une température donnée, un palier de stabilisation de quelques minutes est imposé afin de s'assurer de l'homogénéité de la température au niveau de la zone utile de l'éprouvette. Les essais ont été réalisés en imposant une vitesse de rotation constante.

Il est important de prévoir la dilatation longitudinale des échantillons au cours du chauffage et de laisser du jeu pour éviter la compression du matériau avant l'essai. Dans ce but, le moteur auxiliaire dans la direction axiale permet d'accommoder la variation de la longueur de l'éprouvette pendant le chauffage et ainsi de minimiser les éventuels problèmes d'origine métallurgique d'allongement ou de contraction. A la fin de l'étape de chauffage, la distance entre les têtes est fixée (torsion à longueur fixe). A la fin de la déformation, une trempe à l'argon est effectuée (0.5-1 seconde après l'arrêt du moteur) et la fixation supérieure est desserrée immédiatement pour éviter la déformation due à sa contraction. Le gaz arrive au milieu de la zone utile. Tous les résultats sont enregistrés par l'ordinateur de commande sous la forme de fichiers comprenant le couple mesuré, le nombre de tours, le temps, la température et l'effort.

### **III.2.2. Précautions au préalable avant essai de torsion**

#### **III.2.2.1. Dimensionnement de l'éprouvette**

Pour chaque éprouvette, la longueur et le diamètre de la zone utile ont été mesurés soigneusement. Ces mesures permettent de prévenir un éventuel accident lors des essais de torsion comme une compression ou une traction de l'éprouvette lors du chauffage ou de refroidissement ou une striction. Lors de la déformation par torsion, pour chaque éprouvette de torsion, le diamètre de l'éprouvette dans la zone utile a été mesuré en plusieurs zones réparties de façon homogène. Ainsi, ces examens métrologiques nous ont évité toute anomalie lors du déroulement des essais de torsion.

#### **III.2.2.2. Contrôle de la température**

La température pendant la déformation par torsion a été enregistrée et aucune élévation de la température n'a été détectée quelle que soit la vitesse de déformation. Ainsi les essais de torsion ont tous été réalisés de façon isotherme, même ceux présentant une vitesse de déformation élevées de 5 à 10 s<sup>-1</sup>, pour lesquels nous avons mesuré une élévation de température négligeable (inférieure à 3 °C). L'essai est donc réalisé sous une atmosphère contrôlée pour limiter l'oxydation.

#### **III.2.2.3. Méthode d'obtention des courbes contrainte-déformation**

Les données portant sur le couple et le nombre de tours permettent de déterminer la rhéologie des phases étudiées. Une méthode a été appliquée afin d'obtenir les courbes de contrainte en fonction de la déformation à partir du couple et du nombre de tours mesurés lors de l'essai de torsion. Cette méthode utilise la formule de Fields et Backofen [92]. Après récupération du couple en Nm et de l'angle en fraction de tour, le signal est filtré pour permettre le calcul de la dérivée logarithmique utilisée dans la formule de Fields et Backofen. Pour cela la courbe du couple en fonction du nombre de tours est lissée avec la méthode d'itération.

### III.2.2.3.1. Reproductibilité

Pour l'acier étudié au Nb-Ti-V, nous avons réalisé deux essais de torsion dans les mêmes conditions de déformation pour évaluer l'ordre de grandeur de la dispersion expérimentale. Les résultats ainsi obtenus ont fait apparaître une excellente reproductibilité puisque la dispersion constatée est de 3-7 MPa, dans les conditions d'essai retenues.

### III.2.2.3.2. Dépouillement des essais de torsion

Si l'on suppose connue la forme de la loi de comportement de notre matériau, le plus classique des dépouillements de l'essai de torsion est la méthode de Fields et Backofen [92]. Après en avoir étudié le principe, nous analyserons les résultats qu'elle a permis d'extraire (moyennant l'adjonction d'un logiciel d'optimisation au sens des moindres carrés).

### III.2.2.3.3. Principe du dépouillement classique par la méthode de Fields et Backofen

Avant toute analyse mécanique d'un essai, il convient de poser un certain nombre d'hypothèses. On suppose notamment que :

- les matériaux sont homogènes et isotropes, et qu'ils suivent une loi d'érouissage isotrope. Cela sous-entend que la symétrie cylindrique de l'éprouvette se conserve durant la déformation ;
- toute l'éprouvette est plastifiée de manière homogène ;
- la déformation est uniforme le long de l'éprouvette (pas de localisation de l'écoulement) les sections transversales restent droites et tournent dans un mouvement de corps rigide à la vitesse.

Les problèmes liés au dépouillement des essais en torsion ont été minimisés au maximum en tenant compte des dimensions des éprouvettes, des effets de dilatation, d'oxydation, l'incertitude de mesure ainsi que la rigidité de la machine elle-même. Pendant l'essai de torsion on enregistre le couple qu'il faut appliquer à l'éprouvette pour la déformer à vitesse de rotation constante. Simultanément on enregistre le nombre de tours  $N$  imposé à l'éprouvette. La déformation généralisée  $\varepsilon$  et la vitesse de déformation généralisée  $\dot{\varepsilon}$  s'expriment par les relations suivantes :

$$\varepsilon = 2\pi N \left( \frac{R}{\sqrt{3}L} \right) \quad (\text{III.1})$$

$$\dot{\varepsilon} = 2\pi \dot{N} \left( \frac{R}{\sqrt{3}L} \right) \quad (\text{III.2})$$

Où  $L$  désigne la longueur utile de l'éprouvette.

La contrainte d'écoulement pour les conditions de déformation à la surface de l'éprouvette est reliée au couple de torsion par la relation :

$$\sigma_0 = \sqrt{2} / 2\pi R^3 . C(3 + n + m) \quad (\text{III.3})$$

Où les coefficients  $n$  et  $m$  sont respectivement définis par les relations :

$$m = \frac{N}{C} \frac{\partial C}{\partial \dot{N}} = \frac{\partial \text{Log } C}{\partial \text{Log } \dot{N}} \quad (\text{III.4})$$

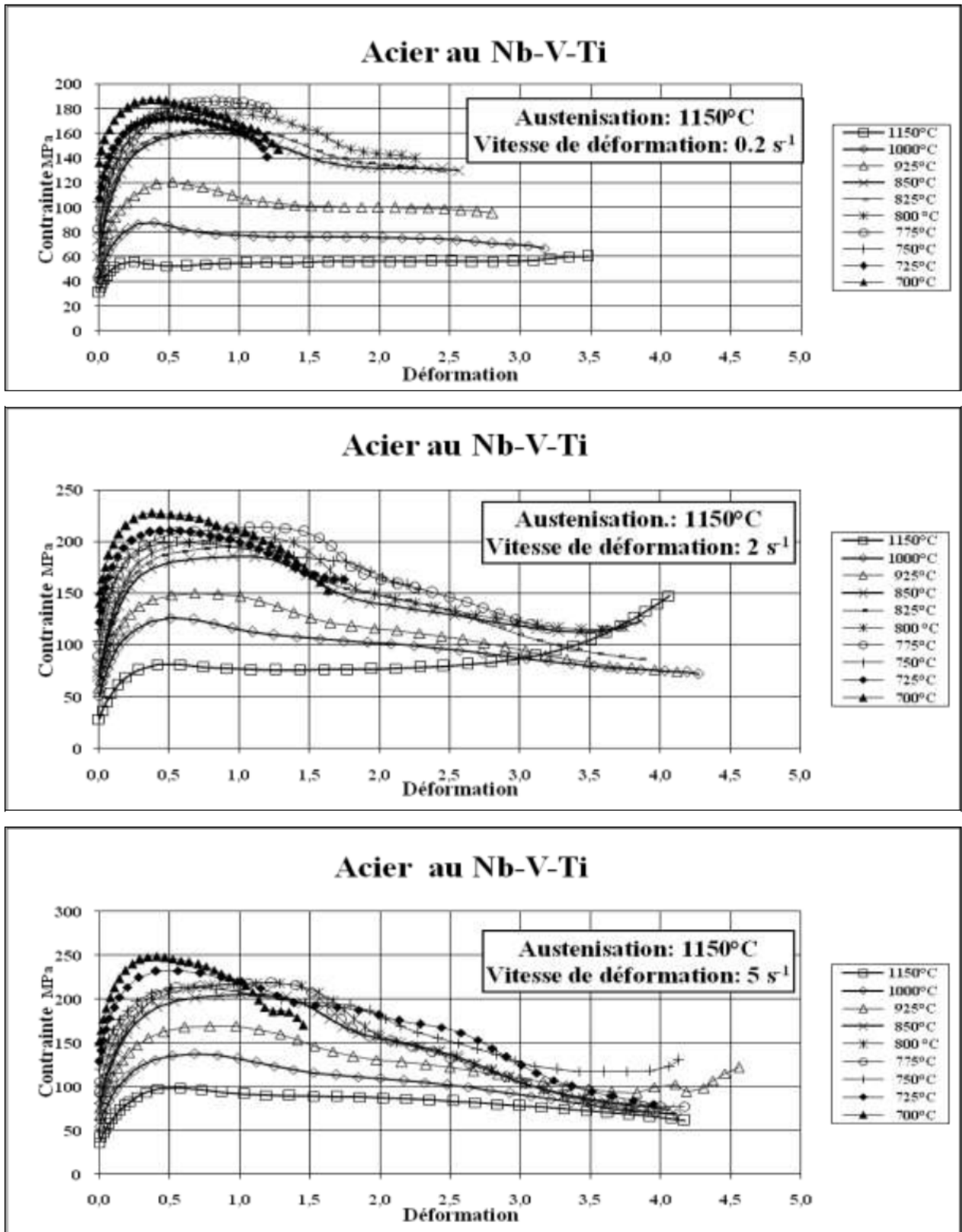
$$n = \frac{N}{C} \frac{\partial C}{\partial N} = \frac{\partial \text{Log } C}{\partial \text{Log } N} \quad (\text{III.5})$$

Pendant l'essai de torsion, le nombre de tours et le couple sont acquis automatiquement à la cadence d'un point par pour cent de déformation. Ces données brutes sont ensuite traitées numériquement pour obtenir les courbes contraintes déformation.

L'évolution du coefficient  $n$  avec le nombre de tours varie beaucoup avec la déformation. Le coefficient de sensibilité du couple à la vitesse de rotation  $m$  est en toute rigueur dépendant de la vitesse de déformation [92].

### III.3. Interprétation du comportement général

Le résultat de test de torsion est l'obtention des courbes d'écoulement qui montrent les relations entre la contrainte d'écoulement et le taux de déformation. Autres facteurs d'influence sont la température et la vitesse de déformation. Pour un nombre de tours bien déterminés en torsion, on peut avoir une idée sur le comportement du matériau vis à vis différentes conditions de déformation. Des paramètres  $\sigma_{fm}$ ,  $\sigma_{f0}$ ,  $\sigma_0$ ,  $\sigma_\phi$ ,  $\sigma_\phi$  doivent être calculés pour notre acier déformé par torsion. Les tests de torsion ont donné les courbes d'écoulement pour l'acier microallié à des températures de déformation comprise entre 1150 °C et 700 °C à différentes vitesses de déformation entre 0,2 et 5 s<sup>-1</sup>. La Figure III.9 montre les résultats des tests de torsion (courbes d'écoulement de l'acier microallié au Nb-V-Ti) où on observe une dépendance remarquable de la limite d'écoulement maximale avec la température. Mais avec une augmentation du degré de déformation, la contrainte diminue, jusqu'à la rupture. Comme le montre en détails les Figures III.10, III.11, III.12, l'allure des courbes contrainte-déformation obtenues par torsion à chaud de l'acier étudié, pour la gamme de température et de vitesse de déformation choisie, montre nettement que les phénomènes d'adoucissement qui s'opposent à l'effet d'écrouissage lors de la déformation à chaud sont la restauration et la recristallisation dynamiques [93].



**Figure III.9 :** Courbes d'écoulement de l'acier d'étude déformé à différents régimes de températures et de vitesses de déformation

L'écoulement plastique de l'acier en torsion à chaud est allé à des déformations assez prononcées de l'ordre de 4. Il est à noter que les courbes d'écoulement de l'acier étudié microallié au Nb-V-Ti sont de nature sans seuil c'est-à-dire que la déformation (de même pour la contrainte) n'est pas réellement constante (en saturation). A des températures 725 °C et 800 °C (domaine biphasé) et pour les trois vitesses de déformation, les courbes dévoilent que le processus d'adoucissement présent est la restauration dynamique [93,94], ceci est montré par la décroissance des courbes après le passage par un pic qui n'est pas bien marqué. Par ailleurs, dans le domaine austénitique, au vu, des courbes contrainte-déformation correspondante aux températures 825 et 850 °C, on peut considérer que l'allure de ces courbes correspond à la présence prédominante de l'adoucissement par restauration dynamique [95]. En augmentant la température, favorisant ainsi la mise en solution des précipités, la recristallisation dynamique s'active et devient prépondérante [96]. En effet après un premier stade d'écrouissage, le matériau présente un écoulement quasi-stationnaire qui correspond à un rapprochement de l'état d'équilibre entre écrouissage et adoucissement.

Le processus de recristallisation dynamique présent aux températures élevées est dit à simple pic, à la température 1000 °C (pic bien clair), on remarque l'influence de la vitesse de déformation sur l'apparition de la recristallisation, en effet, plus la vitesse est petite plus le pic apparaît à une déformation faible. Le pic d'écoulement représentant l'effet de la recristallisation dynamique est assez représentatif pour des vitesses de déformation faibles à des hautes températures de déformations [97]. Par contre ce processus sans pic marqué est montré dans le cas des températures plus basses à des vitesses de déformations plus élevées. On peut noter aussi que la dépendance de la contrainte d'écoulement vis à vis de la vitesse de déformation et de la température est de type classique ; lorsque la température augmente ou la vitesse de déformation diminue, la contrainte décroît (domaine austénitique) [98]. Pour le domaine biphasé on remarque que la décroissance de la contrainte avec l'augmentation de la température de 775 à 825 °C n'est pas importante pour les trois vitesses de déformations imposées. En finalité, nous pourrions décrire les étapes conduisant à ce type de comportement comme suit selon la gamme de températures et de vitesses de déformation imposées :

**Etape I** - Ecrouissage : sous l'effet de la déformation, la densité de dislocations augmente rapidement provoquant une élévation de la contrainte (écrouissage). La pente est positive mais décroît tandis que la restauration dynamique (DRV, réarrangement menant à une annihilation de dislocations) se met en place. Ceci est constaté dans toutes les courbes réalisées.

**Etape II** - Transition : à partir d'une déformation "critique", l'écrouissage entre en compétition avec un mécanisme d'adoucissement supplémentaire : la recristallisation dynamique (DRX). Celle-ci vient renforcer les effets de la restauration et ralentit le durcissement du matériau jusqu'à atteindre un maximum de contrainte [99].

**Etape III** - Adoucissement : ce pic est suivi d'une baisse soudaine de contrainte montrant la prépondérance des phénomènes d'annihilation des dislocations (DRV+DRX). Ils génèrent progressivement une nouvelle structure de grains à l'intérieur desquels ces processus s'appliquent à nouveau. Cette constatation est à relever surtout pour dans le cas des déformations plus importantes.

**Etape IV** - Stabilisation : la chute se stabilise vers une contrainte seuil caractéristique de la DRX qui n'est pas assez apparente comme seuil de stabilisation [100,101].

Pour des vitesses de déformation relativement élevées et/ou des températures relativement modérées, la contrainte continue à décroître pour finalement se stabiliser à la valeur qui caractérise le régime d'écoulement stationnaire (ce stade n'est pas assez remarqué dans nos courbes). Dans ce cas, on dit que le matériau a subi une recristallisation dynamique du type simple pic [102].

### III.3.1. Effet simultané de la vitesse de déformation et de la température

Les Figures III.13 et III.14 montrent l'influence de la vitesse de déformation et de la température sur l'évolution de la contrainte d'écoulement. On observe une dépendance remarquable de la limite d'écoulement avec la température et la vitesse de déformation. Cette contrainte est proportionnelle avec la vitesse de déformation et inversement proportionnelle avec la température [100,103].

Ces figures représentant l'évolution de la valeur maximale de la contrainte en fonction de la température de déformation montrent qu'en partant des températures de déformation les plus élevées, la contrainte maximale d'écoulement croît à mesure que la température de déformation diminue. Pour des températures de déformation comprises entre 725 et 775 °C, on constate une diminution de la contrainte max puis une augmentation pour des températures inférieures à 800°C. Ces deux zones, linéaires en première approximation, correspondent à l'évolution de la contrainte d'écoulement dans les domaines austénitique et ferritique [104]. Dans la partie supérieure du domaine intercritique, la ferrite (qui apparaît généralement aux joints des grains austénitiques) est un constituant aisément déformable que l'austénite. On peut concevoir que cela explique l'inversion observée dans l'évolution de la contrainte d'écoulement. On constate que l'évolution dans l'austénite de la forme des courbes d'écoulement (augmentation du niveau des contraintes, de la déformation à écrouissage maximum, à mesure que la température diminue : 1050 à 825 °C), est totalement différente lorsqu'on passe dans le domaine (< 800 °C).

### III.3.2. Effet de la relation température-déformation

La [Figure III.15](#) présente cette relation d'évolution thermique de la déformation lors de l'écoulement à chaud sous l'effet de la vitesse de déformation. Une augmentation du degré de déformation qui est étroitement lié avec l'augmentation de la température jusqu'à la rupture. Dans la phase austénitique, la variation de la déformation est presque proportionnelle avec la vitesse de déformation [105,106].

### III.3.3. Effet de la vitesse de déformation et de la température sur la contrainte d'écoulement

La [Figure III.16](#) représentant l'effet de la vitesse de déformation sur la contrainte d'écoulement maximale (pic de contrainte dans la courbe d'écoulement). Dans les trois domaines considérés en phases, la contrainte maximale augmente avec la vitesse de déformation et diminue avec la température [107-109].

D'après ces courbes de la [Figure III.17](#), on constate que le niveau de contrainte augmente lorsque la vitesse de déformation augmente ou lorsque la température diminue. Il est par contre important d'observer que la déformation nécessaire pour atteindre le maximum de contrainte (début de recristallisation dynamique) est très sensible à la température et la vitesse de déformation. Pour la température  $T = 950 \text{ }^\circ\text{C}$ , cette déformation se déplace de 0,5 pour une vitesse de  $0,2 \text{ s}^{-1}$  à 0,80 pour une vitesse de  $5 \text{ s}^{-1}$ . Cette remarque est importante au point de vue pratique, car elle montre que dans les conditions de déformation des bandes laminées à chaud (vitesse de déformation élevée), les réductions imposées à chaque passe ne seront en général pas assez importantes pour atteindre le début de recristallisation dynamique. Le début de recristallisation dynamique peut avoir lieu lorsque les réductions successives s'accumulent en absence de recristallisation statique entre passes [110]. Sur la base des résultats des courbes d'écoulement expérimentales et corrigées, nous pouvons classer le comportement de l'acier étudié de point de vue phénomènes physiques prédominants comme suit :

- Le comportement de recristallisation dynamique a été constaté pour les basses températures de déformation dans le domaine monophasée ferrite
- Le comportement de restauration dynamique est totalement prédominant dans le domaine biphasé ferrite et austénite.
- Dans le domaine austénitique, nous pouvons ressortir que pour les vitesses de déformation modérées et élevées et la recristallisation dynamique est prédominante.
- Il est à signaler dans certains cas, nous avons trouvé des difficultés de se prononcer sur les phénomènes physiques intervenant dans la déformation à chaud de d'acier étudié parce que les pics d'écoulement ne sont pas assez plausibles.

Les courbes d'écoulement sont des éléments de base pour le calcul des efforts et des moments au cours du processus de déformation à chaud. Les courbes d'écoulement de l'acier étudié présentant une allure correspond à la présence de phénomènes d'adoucissement dynamique : La partie croissante est une zone de consolidation, la courbe passe par un maximum représenté par un pic de coordonnées contrainte-déformation puis elle décroît pour de valeurs seuils d'une façon soit monotone soit avec certaines oscillations suivant les conditions de l'essai (vitesse de déformation généralisée, température de déformation), et enfin un palier (qui n'est pas assez distingué) qui se poursuit jusqu'à la rupture correspondant à une contrainte bien déterminée [111].

Pendant la déformation, la restauration dynamique se manifeste par un réarrangement des dislocations pour former les sous joints délimitant les nouveaux grains équiaxes dans un grain allongé dans le sens de l'écrouissage.

Lorsque la déformation se poursuit à haute température et à une déformation, le phénomène de recristallisation dynamique apparaît, il correspond à la germination de nouveaux grains à faibles densités de dislocations et s'accompagne d'une diminution de contrainte d'écoulement jusqu'à ce qu'un équilibre qui s'établisse entre le processus d'écrouissage et de recristallisation représentée par un palier jusqu'à la rupture. La recristallisation dynamique et la restauration sont deux phénomènes de déconsolidation car ils permettent au métal de perdre une quantité d'énergie fournie. Après la déformation et après un temps d'incubation dépendant des conditions de l'essai, la recristallisation statique apparaît avec la formation et la croissance de nouveaux grains équiaxes.

### III.4. Choix des lois d'écoulement

#### III.4.1. La loi générale : $\sigma_0 = f(T, \varepsilon, \dot{\varepsilon})$

Cette Loi empirique vise à relier l'écoulement d'un métal aux coefficients de sa loi de comportement. Cette loi est supposée être de la forme générale [112,113] :

$$\sigma_{eq} = K \varepsilon^n \dot{\varepsilon}^m \quad (III.6)$$

$\sigma_{eq}$  : contrainte d'écoulement

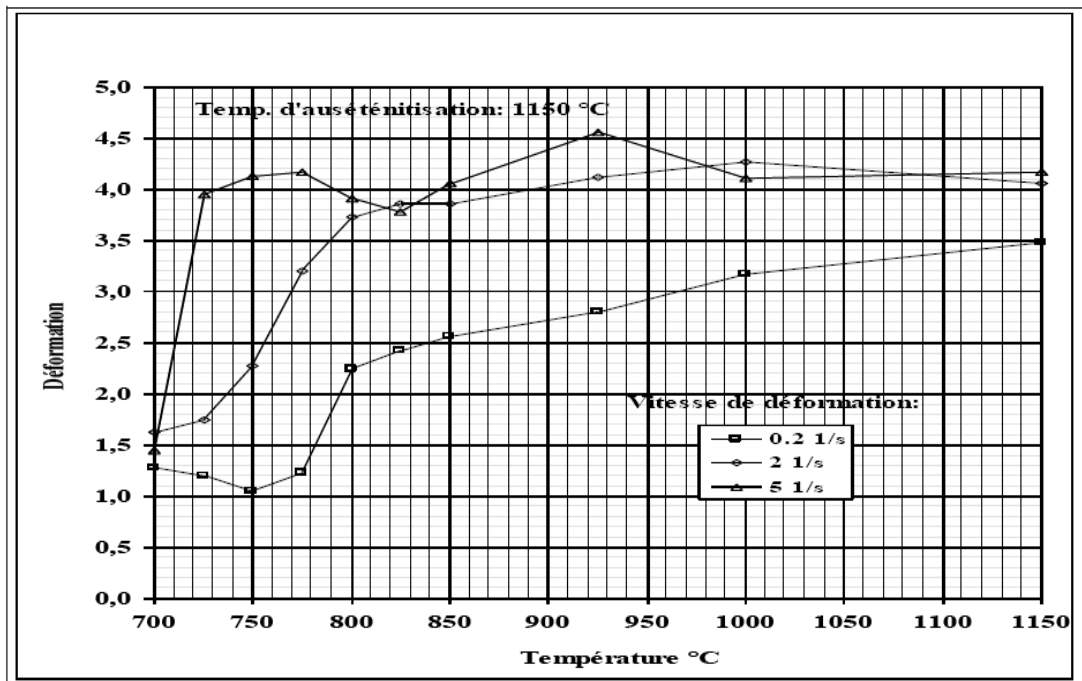
$\varepsilon$  : déformation plastique équivalente

$\dot{\varepsilon}$  : vitesse de déformation équivalente

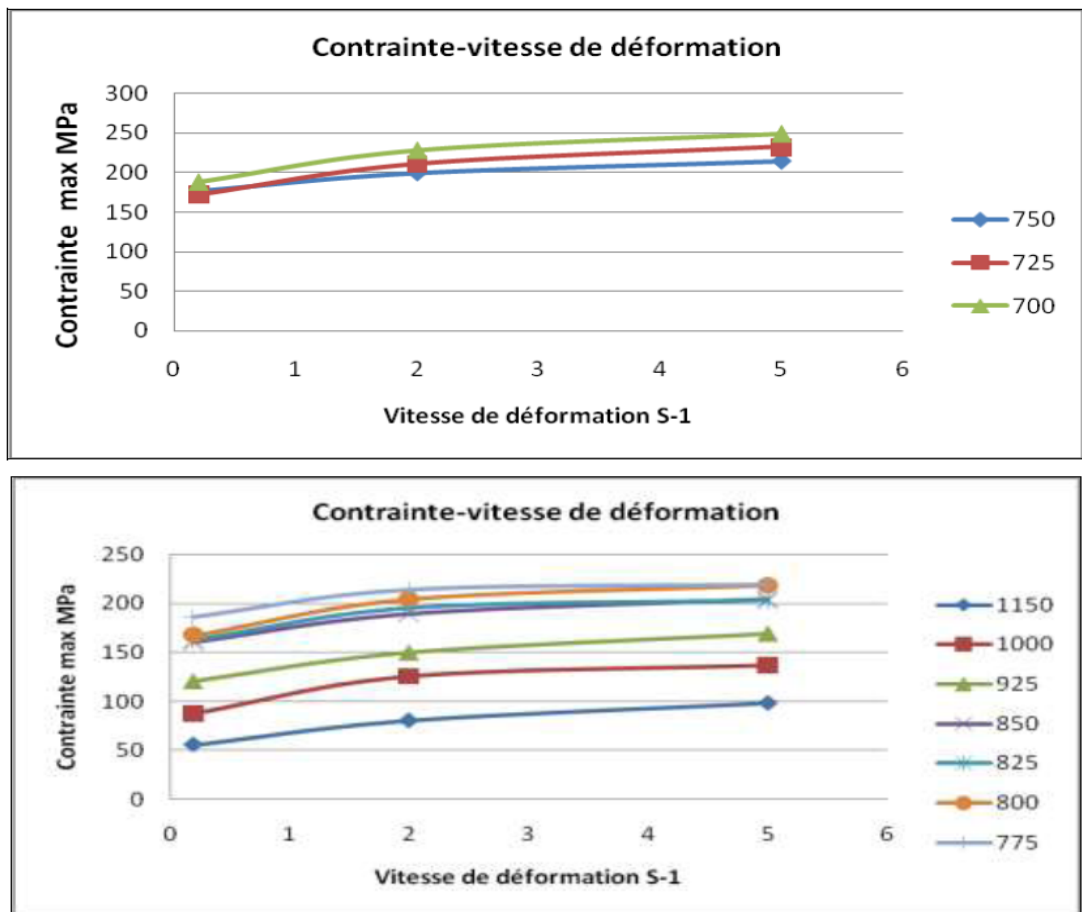
$n$  : coefficient d'écrouissage

$m$  : coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation

$K$  : constante du matériau



**Figure III.15 :** Evolution de la déformation sous l'effet de la température et de la vitesse de déformation de l'acier étudié



**Figure III.16 :** Relation conainte d'écoulement max avec les vitesses de déformation imposées de l'acier étudié

### III.4.1.1. Détermination du coefficient d'écrouissage "n" (sensibilité à la déformation).

La sensibilité à la déformation est caractérisée par le coefficient «  $n$  » dit de sensibilité à la déformation ou coefficient d'écrouissage. Le coefficient  $n$  est déterminé par régression linéaire en utilisant la méthode des moindres carrés ( $n$  est la pente de la droite  $Log\sigma = nLog\epsilon$  [114]). Les valeurs de  $n$  mesurées sont regroupées dans le [Tableau III.4](#). Le calcul d'incertitude a révélé une erreur de l'ordre de 0,63-2,9%.

### III.4.1.2. Variation du coefficient d'écrouissage en fonction de la température et la vitesse de déformation

#### III.4.1.2.1. Variation du coefficient d'écrouissage en fonction de la température

Les essais de torsion à chaud dont les courbes contrainte-déformation ont été utilisées pour la détermination du paramètre  $n$ , ont été fait à différentes températures (700 à 1150 °C) ; pour voir comment varie le coefficient de sensibilité à la déformation en fonction de la température. On a tracé des courbes  $n = f(T)$  représentées sur la [Figure III.18](#). La variation de  $n$  en fonction de la température exprime le comportement du matériau face à une sollicitation à une vitesse de déformation donnée. D'une manière générale on remarque que la température influe sur le coefficient de sensibilité à la déformation, ce dernier diminue avec l'augmentation de la température dans le domaine biphasé. Dans le domaine monophasé (austénitique)  $n$  diminue jusqu'à atteindre une valeur presque constante pour les trois vitesses. Ce qui veut dire qu'on est proche d'un équilibre entre les phénomènes écrouissage et recristallisation dynamique. En résumé  $n$  varie, en fonction de la température de la même manière pour les trois vitesses de déformation utilisées. La diminution de la valeur de  $n$  indique que le matériau devient moins sensible à la déformation. Ceci peut résulter des phénomènes de restauration et de recristallisation dynamiques, honnis ces processus susceptibles d'expliquer cet adoucissement, il faut ajouter l'effet du réchauffement adiabatique qui peut contribuer à modifier la cinétique d'adoucissement du matériau.

L'augmentation de la valeur de  $n$  à des températures modérées indique que le matériau devient assez sensible à la déformation. On ne peut expliquer cette croissance que par l'effet de transformation de phases et le durcissement de notre acier par précipitations (éléments d'alliage et à dispersoïdes) [115,116].

### III.4.1.2.2. Variation du coefficient d'écroutissage avec la vitesse de déformation.

Dans les domaines biphasé et monophasé, le coefficient  $n$  augmente depuis la vitesse de déformation la plus petite jusqu'à la vitesse la plus grande.

**Tableau III.4** : Valeurs du coefficient de sensibilité à la déformation de l'acier étudié.

Vitesse $\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	Température $T$ (°C)	Coefficient $n$	Domaine
0,2	700		monophasé alpha
	725		biphasé alpha+ gamma
	750		
	775		
	800		monophasé gamma
	825		
	850		
	925		
	1000		
	1150		
2	700		monophasé alpha
	725		biphasé alpha+ gamma
	750		
	775		
	800		monophasé gamma
	825		
	850		
	925		
	1000		
	1150		
5	700		monophasé alpha
	725		biphasé alpha+ gamma
	750		
	775		
	800		monophasé gamma
	825		
	850		
	925		
	1000		
	1150		

### III.4.1.3. Détermination du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation

Globalement l'allure des courbes contrainte-déformation correspond à la présence d'adoucissement par restauration et recristallisation dynamiques. On peut noter que la diminution de la vitesse de déformation accélère la recristallisation dynamique.

La sensibilité du matériau à la vitesse de déformation peut être caractérisée par le paramètre  $m$  qui représente la pente instantanée de la courbe  $\text{Log } \sigma = f(\text{Log } \dot{\epsilon})$ , pour une température et une vitesse de déformation données à différents taux de déformation variant entre 0,1-3 (avec une régression de l'ordre de 0,98 à 0,99). Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation a été calculé (et mesuré) tout d'abord en traçant l'évolution du logarithme de la contrainte en fonction du logarithme de la vitesse de déformation pour des températures et des déformations données. Comme le montre la [Figure III.19](#), on constate que qu'il existe une certaine allure que prend la variation du paramètre  $m$  avec la vitesse de déformation dans les différentes phases existantes. Les valeurs de  $m$  obtenues pour différents taux de déformation et pour chaque température, ainsi que ses valeurs moyennes obtenues pour chaque température sont regroupées dans les [Tableaux III.5](#) et [III.6](#). Ces valeurs sont assez proches de celles de la littérature [\[115,116\]](#).

**Tableau III.5 :** Valeurs calculées du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation moyenne de l'acier étudié.

Coefficient $m$ moyen calculé.	Température (°C)	Domaine
	700	monophasé alpha
0,084	725	biphasé alpha+ gamma
	750	
0,06	775	
	800	monophasé gamma
	825	
0,085	850	
	925	
	1000	
0,183	1150	

Ces figures sont les outils de bases pour le calcul de coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation et pour la détermination de l'énergie d'activation apparente.

**Tableau III.6 :** Valeurs calculées du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation mesurée de l'acier étudié.

Vitesse $\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	Température (°C)	Coefficient $m$	Domaine
0,2	700		monophasé alpha
	725		biphasé alpha+ gamma
	750		
	775		
	800		monophasé gamma
	825		
	850		
	925		
	1000		
	1150		
2	700		monophasé alpha
	725		biphasé alpha+ gamma
	750		
	775		
	800		monophasé gamma
	825		
	850		
	925		
	1000		
	1150		
5	700		monophasé alpha
	725		biphasé alpha+ gamma
	750		
	775		
	800		monophasé gamma
	825		
	850		
	925		
	1000		
	1150		

#### III.4.1.4. Variation du coefficient de sensibilité "m" avec la température

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  a été déterminé pour différents taux de déformation et à des températures différentes, pour examiner sa variation avec la température on a tracé les courbes  $m = f(T)$ ; alors on remarque que  $m$  varie de la même manière pour les différents taux de déformation:  $m$  diminue dans le domaine biphasé 750-800 °C en fonction de l'augmentation de la température jusqu'à 800 °C. Aux températures élevées (supérieures à 825 °C), il croît rapidement jusqu'à atteindre des valeurs maximales à la température 1150 °C, ceci signifie que le matériau étudié est plus sensible à la vitesse de déformation aux températures élevées (domaine austénitique). Il est à noter que le coefficient  $m$  présente une valeur maximale à la température 700 °C puisqu'on est situé dans le domaine ferritique [116-118]. On remarque que lorsque le processus d'adoucissement par restauration dynamique est prépondérant les valeurs de  $m$  sont plus petites par rapport à celles où la recristallisation dynamique est présente [119,120]. Pour chaque température une valeur moyenne de  $m$  a été déterminée et sa variation avec la température est illustrée sur la [Figure III.20](#).

#### III.5. La loi de Sellars et Tegart

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_1 \left( \sinh \frac{\sigma_0}{\sigma_1} \right)^p \exp \left( -\frac{Q}{RT} \right) \quad (\text{III.7})$$

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp(Q_{def} / RT) = A (\sinh \alpha \sigma)^n \quad (\text{III.8})$$

$p$  (sans dimension) constante  $> 1$ ,

$Q$  (J · mol<sup>-1</sup>) énergie d'activation apparente de la déformation,

$R$  (8,32 J · mol<sup>-1</sup> · K<sup>-1</sup>) constante molaire des gaz.

Cette loi de comportement est empirique en ce qui concerne la relation entre la vitesse de déformation et la contrainte d'écoulement (sauf dans le cas où  $p = 1$ ). En revanche, la dépendance en température sous la forme d'une loi d'Arrhenius est justifiée par la théorie de l'activation thermique. Cette relation est dénommée loi puissance (à ne pas confondre avec la loi d'écrouissage du même nom) ou loi pseudo-plastique. Le paramètre sans dimension  $m = 1/p$  ( $m < 1$ ) est appelé sensibilité à la vitesse de déformation.

### III.5.1. Détermination de l'énergie d'activation apparente.

Une des caractéristiques les plus évidentes de la déformation à chaud est que la vitesse de déformation est thermiquement activée, c'est à dire qu'elle suit une loi d'Arrhenius :

$$\dot{\epsilon} = A \exp(-Q/RT) \quad (\text{III.9})$$

$T$  est la température exprimée en Kelvin et  $R$  est la constante des gaz parfaits

$Q$  est l'énergie d'activation apparente :

$$Q = -R \partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln(1/T) \quad (\text{III.10})$$

La loi d'Arrhenius suppose que  $Q$  ne dépend pas de  $T$ . Dans ce cas, on considère que la déformation est contrôlée par un seul processus, si  $Q$  dépend de  $T$ , ce qui veut probablement dire que plusieurs processus activés contrôlent la déformation.

En général, on admet que si  $Q \sim Q_a$  ( $Q_a$  est l'énergie d'autodiffusion), la déformation à chaud pourrait être contrôlée par la restauration dynamique. Si  $Q > Q_a$ , la recristallisation dynamique peut probablement contrôler la déformation à chaud. Le fait que la déformation à chaud soit contrôlée par des processus d'adoucissement dynamiques et thermiquement activés, conduit à une interdépendance de la contrainte, de la température et de la vitesse de déformation. Pour exprimer cette interdépendance des trois paramètres physiques précédents, la relation suivante de SELLARS et TEGART établie initialement pour les régimes stationnaires, est souvent utilisée [120]:

$$\dot{\epsilon} = A_1 [\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp(-Q/RT) \quad (\text{III.11})$$

Avec  $A$ ,  $\alpha$ , et  $n$  des constantes indépendantes de la température,

Ces constantes sont déterminées à partir de données expérimentales. Quant à l'énergie d'activation apparente  $Q$ , celle ci doit être la pente commune des droites obtenues en portant  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ , pour des vitesses de déformation constantes, en fonction de l'inverse de la température  $1/T$ . Pour les faibles contraintes, la relation précédente tend vers une loi puissance et pour les fortes contraintes, elle prend la forme d'une loi exponentielle. Etant donnée que le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  dépend de la température, dans le calcul de  $Q$  on peut prendre une valeur moyenne de  $m$  :  $m(T)$ . Cependant on peut exprimer pour chaque valeur extrême du paramètre  $m$  une énergie d'activation  $Q(m)$ .

### III.5.2. Influence de la température.

Sur la [Figure III.20](#), pour chaque vitesse de déformation on a représenté en fonction de la température de déformation, l'évolution de la contrainte d'écoulement ; les courbes obtenues montrent que pour toute la gamme des vitesses de déformation étudiée, la contrainte diminue si la température augmente ou la vitesse de déformation diminue.

### III.5.3. Evolution de l'énergie d'activation dans le domaine austénitique.

Dans un premier temps on a utilisé la loi puissance pour déterminer l'énergie d'activation apparente de l'acier étudié à partir de l'évolution de la contrainte ( $Ln\sigma$ ) en fonction de l'inverse de la température ( $1/T$ ). Ces courbes ne sont pas des droites (sur tout le domaine de température), ceci nous a poussé à penser qu'on peut diviser l'intervalle de température en deux domaines. Chaque domaine correspond au mécanisme le plus important qui intervient pendant la déformation à chaud. De cette façon, le premier domaine est limité aux températures inférieures ou égales à 800 °C où le mécanisme prépondérant est la restauration dynamique. Quant au deuxième domaine celui ci est défini par les températures supérieures à 825 °C et pour lesquelles la recristallisation dynamique est le mécanisme d'adoucissement le plus important. Les valeurs de l'énergie d'activation sont regroupées dans les [Tableaux III.7](#) et [III.8](#). L'énergie d'activation diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation pour les températures dans le domaine austénitiques, par contre il n'y a pas une variation sensible dans les deux autres domaines considérés biphasés [[113,121,122](#)]. Pour obtenir une meilleure précision sur la valeur de l'énergie d'activation apparente la relation de Sellars et Tegart a été utilisée.

**Tableau III. 7** : Valeurs estimées de l'énergie d'activation pour d'autres matériaux [[32, 22](#)]

Type d'acier	$Q$ (KJ/mole)
Fer doux	280
Acier (0,02%C)	276
Acier (0,09%C)	312-382
Acier (0,19%C)	248
Fer pur	415-566

**Tableau III.8** : Energies d'activation apparentes relatives à la mise en forme de trois métaux usuels [32,121,122]

Métal	Energie d'activation en mise en forme (KJ/mole)
Al (RDC)	155
Ferrite (RDC)	276
Cu (RDD)	301
Austénite (RDD)	280

Les courbes dévolution des logarithmes des vitesses de déformation et des contraintes en fonction de  $(1/T)$  (loi puissance) ont permis de déterminer une énergie d'activation moyenne de l'ordre 301-339 KJ/mole correspondant au domaine de températures comprises entre 825- 850 °C et de 316-346 KJ/mole pour les températures comprises entre 925 et 1150 °C. La loi en sinus hyperbolique nous a permis d'évaluer les valeurs suivantes: Pour  $825 < T < 850$  °C,  $Q_{app} = 299-335$  KJ/mole, Pour  $925 < T < 1150$  °C,  $Q_{app} = 306-319$  KJ/mole.

On peut signaler que les deux méthodes précédentes de calcul de l'énergie d'activation apparente ne donnent pas des valeurs identiques mais assez proche: les valeurs données par la loi puissance sont plus élevées que celles données par la loi en sinus hyperbolique (Tableaux III.9, III.10 et III. 11).

**Tableau III.9** : Valeurs de l'énergie d'activation apparente calculées par la loi puissance et la loi de Sellars et Tagart (domaine austénitique) de l'acier étudié.

$925 < T < 1150$ °C	Loi puissance	Loi sinus hyperbolique
Vitesse ( $s^{-1}$ )	$Q$ (KJ/mole)	$Q$ (KJ/mole)
0,2	346	319
2	325	309
5	316	306

**Tableau III.10** : Valeurs de l'énergie d'activation apparente calculées par la loi puissance et la loi de Sellars et Tagart (domaine biphasé) de l'acier étudié .

800 < T < 850 °C	Loi puissance	Loi sinus hyperbolique
Vitesse (s <sup>-1</sup> )	Q (KJ/mole)	Q (KJ/mole)
0,2	339	335
2	324	312
5	301	299

**Tableau III.11** : Valeurs de l'énergie d'activation apparente moyenne calculée par la loi puissance (domaine biphasé austénite ferrite et domaine de ferrite) de l'acier étudié

Vitesse (s <sup>-1</sup> )	Q (KJ/mole) biphasé	Q (KJ/mole) monophasé ferrite
0,2	290	281
2	282	278
5	279	275

## Conclusion

Des essais de torsion ont été effectués à des températures comprises entre 700 et 1150 °C, et aux vitesses de déformation 0.2, 2 et 5 s-1 sur un acier micro-allié étudié. L'influence des paramètres clés de déformation, vitesse de déformation et température sur le comportement viscoplastique de cet acier a été mise en évidence à travers respectivement le coefficient de sensibilité à la déformation (d'écrouissage), le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation et l'énergie d'activation apparente.

Les résultats de cette étude du comportement rhéologique sont les suivants:

\* Le comportement viscoplastique à chaud caractérisé par les courbes contrainte-déformation de cet acier, indique la présence du phénomène d'adoucissement par restauration dynamique dans le domaine biphasé (décroissance continue des courbes due à la présence simultanée et de la ferrite et de l'austénite dont les caractéristiques sont différentes). Le phénomène de restauration dynamique est présent aussi dans le domaine austénitique aux températures inférieures à 825 °C. Aux températures supérieures l'adoucissement par recristallisation dynamique est prédominant pendant la déformation à chaud.

\* La sensibilité de la contrainte à la déformation a été caractérisée par le coefficient  $n$ . L'étendue des valeurs moyennes de  $n$  sont comprises entre :

**Pour 0,2 S<sup>-1</sup> :**

- domaine ferritique :  $n = 0,17$
- domaine biphasé :  $n = 0,11-0,15$ .
- domaine austénitique :  $n = 0,072-0,1$

**Pour 2 S<sup>-1</sup> :**

- domaine ferritique :  $n = 0,21$
- domaine biphasé :  $n = 0,12-0,17$ .
- domaine austénitique :  $n = 0,085-0,11$

**Pour 5 S<sup>-1</sup> :**

- domaine ferritique :  $n = 0,23$
- domaine biphasé :  $n = 0,16-0,19$ .
- domaine austénitique :  $n = 0,092-0,14$

En général le coefficient  $n$  est assez proche de zéro ceci donne l'impression qu'il y a un quasi-équilibre entre adoucissement et durcissement.

La sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation a été caractérisée par le coefficient  $m$ . Les valeurs de ce paramètre sont comprises entre:

**Pour 0,2 S<sup>-1</sup> :**

- domaine ferritique :  $m = 0,172$
- domaine biphasé :  $m = 0,043-0,079$
- domaine austénitique :  $m = 0,057-0,162$

**Pour 2 S<sup>-1</sup> :**

- domaine ferritique :  $m = 0,183$
- domaine biphasé :  $m = 0,057-0,086$
- domaine austénitique :  $m = 0,069-0,185$

**Pour 5 S<sup>-1</sup> :**

- domaine ferritique :  $m = 0,201$
- domaine biphasé :  $m = 0,063-0,081$ .
- domaine austénitique :  $m = 0,081-0,198$

Une augmentation de la vitesse de déformation entraîne une augmentation de la contrainte.

La température influe sur le coefficient de sensibilité à la déformation, ce dernier diminue avec l'augmentation de la température dans le domaine biphasé. Dans le domaine monophasé (austénitique)  $n$  diminue jusqu'à atteindre une valeur presque constante pour les trois vitesses (assez proche d'un équilibre entre les phénomènes écrouissage et recristallisation). Cette diminution de la valeur de  $n$  indique que le matériau devient moins sensible à la déformation résultant aux phénomènes de restauration et de recristallisation dynamiques (théoriquement et empiriquement  $-1 < n < 1$ , à chaud  $n \text{ proche } 0$  domaine gamma). Par contre, dans les courbes  $m = f(T)$ ,  $m$  varie avec la température de la même manière pour les différents vitesses de déformation :  $m$  diminue dans le domaine biphasé en fonction de l'augmentation de la température jusqu'à 800 °C. Aux températures élevées ( $> 825$  °C), il croît rapidement jusqu'à atteindre des valeurs maximales à la température 1150°C. Ceci signifie que le matériau étudié est plus sensible à la vitesse de déformation aux températures élevées (domaine austénitique). Il est à noter que le coefficient  $m$  présente une valeur maximale à la température 700 °C puisqu'on est situé dans le domaine ferritique. Lorsque le processus d'adoucissement par restauration dynamique est prépondérant, les valeurs de  $m$  sont plus petites par rapport à celles où la recristallisation dynamique est présente (théoriquement  $0 < m < 1$ , à chaud  $0,1 < m < 0,25$ ).

\* L'étude de la sensibilité de la contrainte à la température a été effectuée par l'intermédiaire des mesures de l'énergie d'activation apparente. Celle ci a été calculée :

- Par la loi puissance dans le domaine biphasé, les résultats trouvés sont les suivantes:

- pour  $0,2 \text{ s}^{-1}$  :  $Q = 290 \text{ KJ/mole}$  ;
- pour  $2 \text{ s}^{-1}$  :  $Q = 282 \text{ KJ/mole}$ ;
- pour  $5 \text{ s}^{-1}$  :  $Q = 279 \text{ KJ/mole}$ .

- Par la loi puissance et celle en sinus hyperbolique (loi de Sellars et Tegart) dans le domaine austénitique, après avoir divisé ce dernier domaine en deux intervalles de températures correspondant chacun au processus d'adoucissement le plus important. Ainsi on a trouvé :

Pour les températures inférieures ou égales à 850 °C où le processus d'adoucissement par restauration dynamique est le plus important, les valeurs suivantes:

- pour la loi puissance :  $Q = 321 \text{ KJ/mole}$
- pour la loi de Sellars et Tegart :  $Q = 315 \text{ KJ/mole}$ .

Par ailleurs, aux températures supérieures à 850 °C où la recristallisation dynamique constitue le processus d'adoucissement prépondérant, les valeurs moyennes de l'énergie d'activation sont:

- pour la loi puissance :  $Q = 329 \text{ KJ/mole}$ ; - pour la loi de Sellars et Tegart :  $Q = 311 \text{ KJ/mole}$ .

La comparaison de l'énergie d'activation apparente trouvée à celle de l'autodiffusion du fer gamma (estimée dans le domaine austénitique à  $Q_{ad} = 280$  KJ/mole et  $Q_{mise\ en\ forme} = 272-309$  KJ/mole) ; indique que la déformation à chaud est bien contrôlée par le processus de recristallisation dynamique aux températures supérieures à 850 °C et par le processus de restauration dynamique aux températures inférieures à 850 °C.

### III.6. Loi d'écoulement viscoplastique selon le modèle de « Hansel- Spittel »

Après détermination des courbes d'écoulement empiriques, une correction mathématique de toutes les valeurs mesurées nous a permis d'avoir les lois d'écoulement correspondantes au nombre de deux donnant des bons coefficients de corrélation. Ces équations doivent être utilisées pour la prévision et le calcul des efforts et couples de laminage et l'élaboration des schémas de laminage. Cette loi dite de Spittel et Hansel [123,124] s'applique au comportement viscoplastique, elle est thermodépendante et tient compte des phénomènes d'écrouissage et d'adoucissement. Elle prend en compte l'effet de la vitesse de déformation. Elle se présente de la forme générale :

$$\sigma_f = A * e^{m_1} * \vartheta^{m_9} * \varphi^{m_2} * e^{m_4/\varphi} * (1+\varphi)^{m_5\vartheta} e^{m_7\varphi} * \dot{\varphi}^{m_8\vartheta} \quad (III.12)$$

Avec :

$\sigma_f$  : Contrainte d'écoulement du matériau [MPa]

$\varphi$  : Déformation équivalente

$\dot{\varphi}$  : Vitesse de déformation équivalente [s-1]

$A$  : Consistance du matériau [MPa.s-m<sup>3</sup>]

$\vartheta$  est la température donnée en Celsius.

$m_1$  et  $m_9$  définissent la sensibilité du matériau à la température.

$m_5$  terme couplé température et déformation

$m_8$  terme couplé température et vitesse de déformation

$m_2, m_4$  et  $m_7$  définissent la sensibilité du matériau à la déformation.

$$\sigma_f = K_1 K_2 K_3$$

$K_\vartheta = f(\vartheta)$  est le facteur de température, défini comme ci-dessous, dans laquelle  $m_1$  et  $m_9$  sont des constantes définissant la sensibilité à la température.

$K_\varphi = f(\varphi)$  est le facteur de déformation, montré ci-dessous, dans laquelle  $m_2, m_4$  sont des constantes définissant la sensibilité à la déformation.

$K_{\dot{\varphi}} = f(\dot{\varphi})$  est le facteur de vitesse de déformation,

$m_5$  terme couplé à la déformation et la température.

Les coefficients  $m_3$ ,  $m_7$  et  $m_8$  sont des constants définissant la sensibilité à la vitesse de déformation. Cette loi est décrite dans la base de données FPD base données rhéologiques ITA Ltd et TU Bergakademie Freiberg TU Freiberg avec interaction avec FORGE et FORMFEM. Après application de cette loi, nous avons pu déterminer les équations de comportement à chaud exactes de l'acier microallié étudié avec des bonnes corrélations. Ces équations sont illustrées dans le [Tableau III.12](#). Des mesures ont été entreprises pour le bon traitement et exploitations des données dans la base de données FPD ([Fig. III.21](#)).

De manière à définir un critère de plasticité du matériau utilisable dans un logiciel, on fait l'hypothèse, tout d'abord, que la partie élastique des déformations est négligeable. De plus, on fera intervenir l'écrouissage. La courbe d'écoulement d'un matériau modélisé de la manière suivante (rhéologie plastique). La loi de "Hansel et Spittel" s'applique au comportement viscoplastique. Elle est thermodépendante et, tient compte des phénomènes d'écrouissage ou d'adoucissement. Elle prend en compte la vitesse de déformation du matériau. Le principe de prétraitement et de régulation est indiqué dans les [Figures III.22](#) et [III.23](#). Ces deux chercheurs de (TU Freiberg) ont utilisé une composition de façon à extrapoler les lois rhéologiques pour les matériaux ayant des caractéristiques et des compositions chimiques proches. Pour une bonne cohérence du modèle d'Hansel-Spittel, On calcule un coefficient  $E_{b0}$  dit coefficient de régularisation. Celui ci permet de faire ignorer au logiciel la partie de la courbe qui est inférieure au seuil  $E_{b0}$ . Par exemple sur la [Figure III.22](#), on supprimera la partie des courbes à gauche de  $E_{b0}$ .

### **III.6.1. Identification des coefficients de régression de la loi de Hansel-Spittel**

La base de données collectée des courbes d'écoulement à chaud en torsion nous a permis de ressortir un modèle mathématique qui relie les sorties en l'occurrence la contrainte d'écoulement en fonction des données d'entrée à savoir la température, le taux de déformation et la vitesse de déformation. C'est une loi non linéaire à différentes variables. Ces équations présentent une corrélation complétée entre les inputs et les outputs ([Tableaux III.13 et 14](#)). Ces équations nous ont facilité l'étude du comportement viscoplastique sous l'effet conjugué des différentes variables en même temps à la place de l'étude des modèles simples qui relie uniquement la contrainte d'écoulement soit à la déformation sinon à la vitesse de déformation sous forme d'équations polynomiales ([Fig. III.24](#)) [125-127]. Les courbes d'écoulement issues de la loi de Hansel et Spittel après identifications des coefficients de corrélation sont illustrées dans les [Figures III. 25, III.26](#) et [III.27](#).

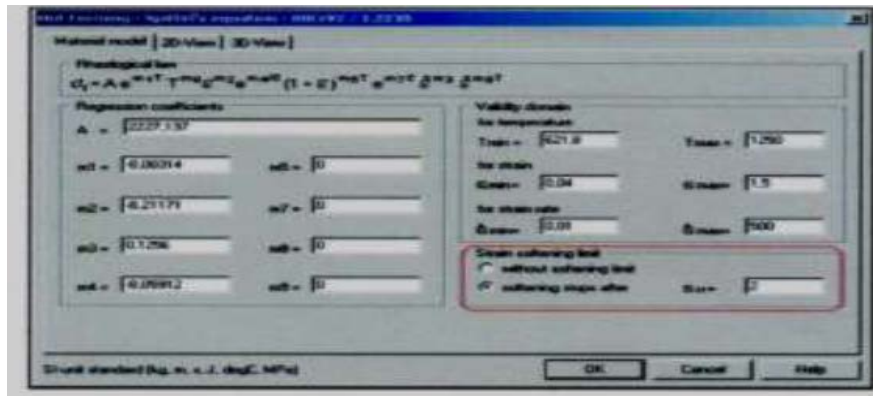


Figure III.21: Base de données FPD [125-127]

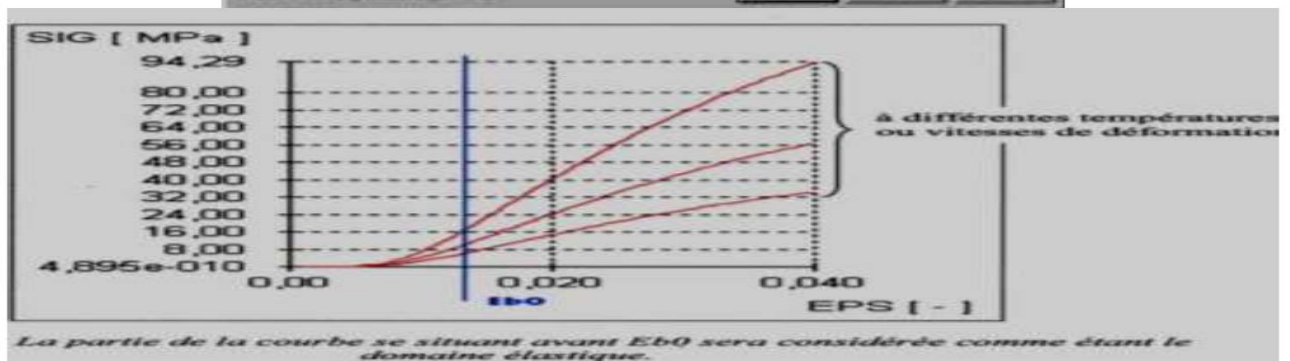


Figure III.22 : Prétraitement des courbes d'écoulement [125-127]

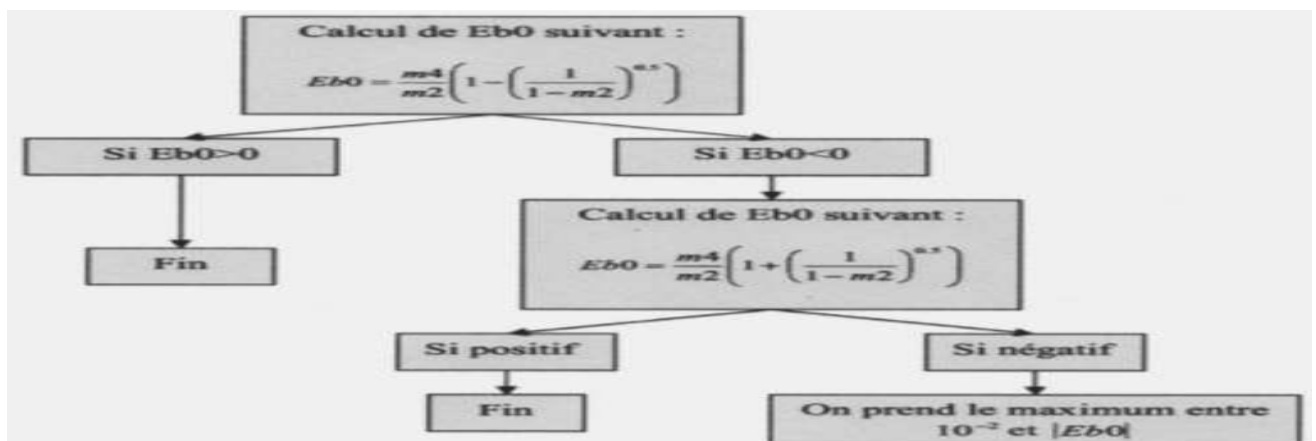


Figure III.23 : Principe de régularisation [125-127]

**Tableau III.12** : Equations de comportement à chaud selon la loi empirique « Hansel et Spittel »  
[125-127]

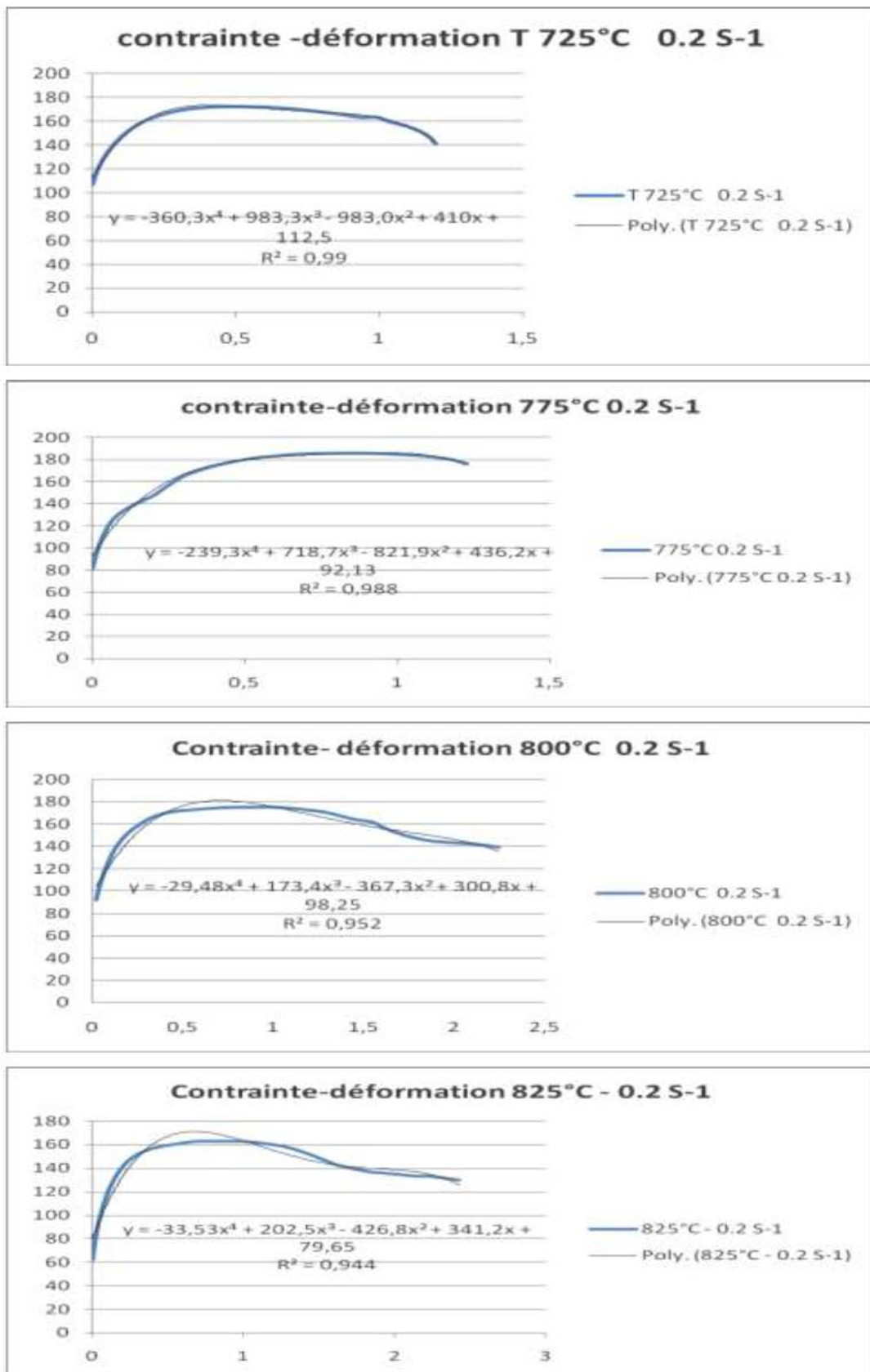
Equations	K $\vartheta$	K $\varphi$	K $\dot{\varphi}$
	$\vartheta$ (température)	$\varphi$ (déformation)	$\dot{\varphi}$ (vitesse de déformation)
1	$A * e^{m_1 * \vartheta}$	$\varphi^{m_2} * e^{m_4/\varphi}$	$* \dot{\varphi}^{m_3}$
2	$A * e^{m_1 * \vartheta}$	$\varphi^{m_2} * e^{m_4/\varphi} * (1+\varphi)^{m_5\vartheta} e^{m_7\varphi}$	$* \dot{\varphi}^{m_8\vartheta}$

**Tableau III.13** : Loi de comportement mathématique 1

Etendue de température	700...800°C	850...1150°C
corrélation	0,95449	0,976490
A	546,22	1889,17
m <sub>1</sub>	-0,00132777	-0,00280331
m <sub>2</sub>	0,0786518	0,103186
m <sub>3</sub>	0,0656821	0,111445,
m <sub>4</sub>	-0,0045273	-0,00530518

**Tableau III.14** : Loi de comportement mathématique 2

Etendue de température	700...800°C	850...1150°C
corrélation	0,958413	0,9991648
A	1202,03	2484,23
m <sub>1</sub>	-0,00269376	-0,00254211
m <sub>2</sub>	0,0269792	0,366252
m <sub>4</sub>	-0,00319792	0,00497196
m <sub>5</sub>	0,00322546	-0,000583653
m <sub>7</sub>	-1,45013	-0,143322
m <sub>8</sub>	8,68201e-0,005	0,000111269



**Figure III.24:** Exemples de courbes d'écoulement de l'acier étudié par loi polynomial avec courbe de tendance avec régression  $R^2 \sim 1$ .

### **III.6.2. Comparaison entre les courbes expérimentales et des courbes selon le modèle Hansel et Spittel dans le domaine austénitique**

Les comparaisons entre les écoulements à chaud courbes d'écoulement de l'acier étudié à différentes températures et à des différentes vitesses de déformation dans le domaine monophasé austénitique sont illustrées dans les [Figures III.28, III.29, III.30](#) pour les courbes expérimentales et les [Figures III.31 à III.33](#) pour les courbes prédites selon la loi de Hansel Spittel.

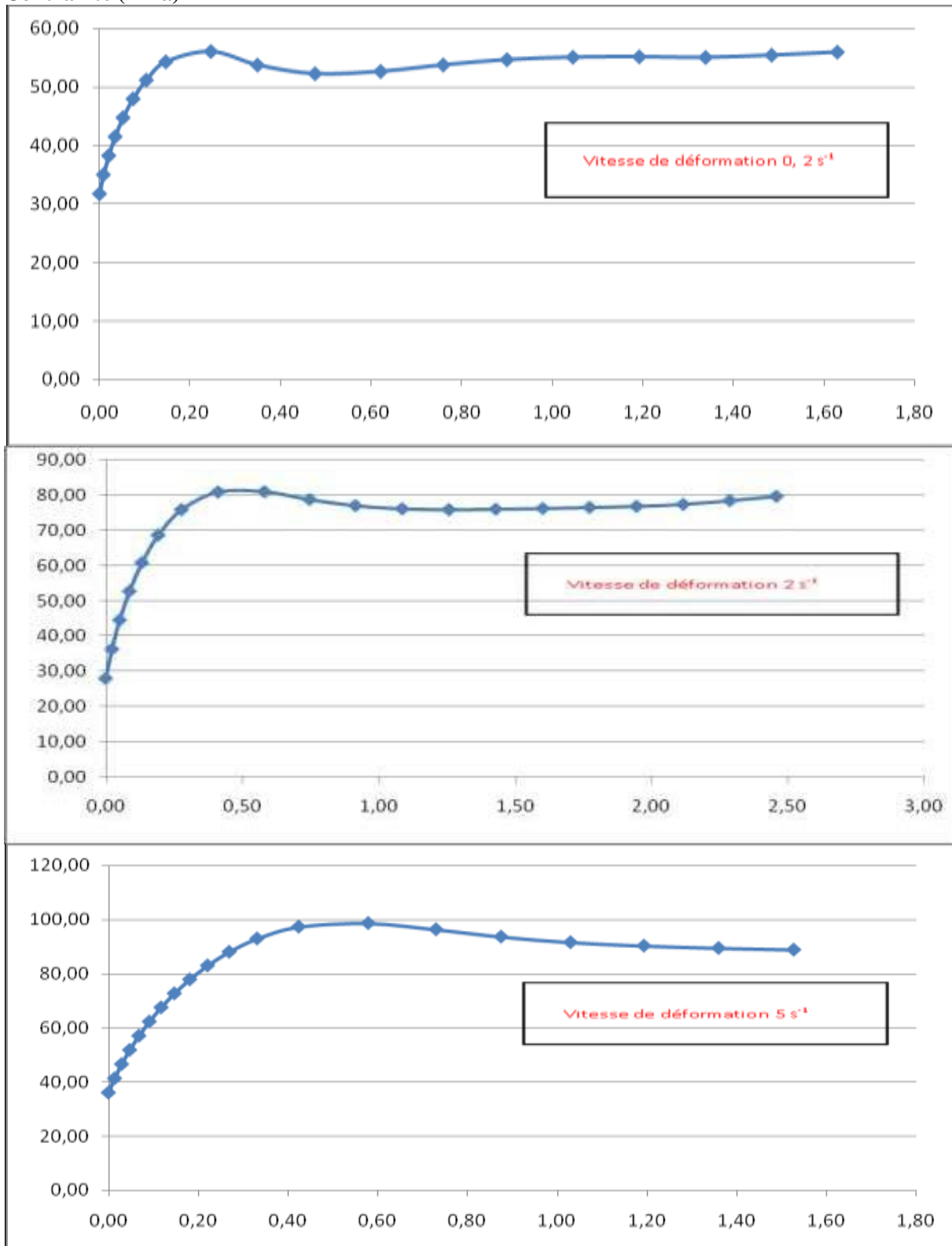
L'étude comparative entre les courbes expérimentales et celles imposées par la loi de Hansel-Spittel a donné des erreurs ne dépassant l'ordre de 5% sur tout dans les trois zones citées auparavant (écrouissage et adoucissement) avec des très bonnes corrélations avec un certain décalage par rapport au stade stationnaire. Cette simulation sur la base de données FPD permet d'une part de suivre l'évolution viscoplastique de l'acier microallié sous l'effet simultané des paramètres clés de déformation (vitesse de déformation, température) et d'autre part au calcul des facteurs technologiques lors des procédés de déformation à chaud.

L'équation 2 présente le comportement le plus proche par rapport aux courbes expérimentales puisqu'il identifie bien les différents stades du comportement à chaud des aciers microalliés en simulation par torsion. Ceci a été confirmé par des travaux de simulation par essais de compression et en torsion sur des aciers microalliés de compositions chimiques analogiques à celles de l'acier étudié au Nb-Ti-V [\[128-129\]](#).

### **III.6.3. Simulation sur laminoir pilote de la loi d'écoulement de Hansel-Spittel**

Dans ce modèle d'écoulement, il existe dix (10) états mathématiques différents pour le calcul de  $\sigma_{fo}$  qui ont été développés à Freiberg. La déclaration avec la meilleure corrélation entre les valeurs de la courbe mesurée et leur description mathématique doit être trouvée pour chaque nouveau matériau lors du test de torsion. Comme illustré, l'équation 2 aboutit à des courbes d'écoulement à chaud dans le domaine austénitique les plus proches des essais de simulation expérimentale. L'évolution des facteurs de déformation (seuil de contrainte, déformations, coefficient de sensibilité à la déformation et la vitesse de déformation) est en harmonie avec les différents résultats des travaux de simulation réalisés sur des aciers analogiques [\[130,131\]](#).

### Contrainte (MPa)



### Déformation

**Figure III.31 :** Courbes contrainte-déformation prédites de l'acier étudié à la température constante  $1150 \text{ °C}$  aux vitesses de déformation  $0,2$ ,  $2$  et  $5 \text{ s}^{-1}$

Dans ce qui suit, nous donnerons une description des méthodes de calcul de la force de laminage et de couple (Modèle TU BA Freiberg) [132-134]. Les facteurs  $(\sigma_{wm}/\sigma_{fm})$  et  $m$  (rapport du bras de levier) dépendent essentiellement de facteurs géométriques comme  $(l_d/h_m)$  ou  $(R/h_l)$  et sont présentés dans la Figure III.34. La force de laminage ( $F_w$ ) est donnée par :

$$F_w = \sigma_{wm} * A_d \quad (IV.12)$$

Où

$\sigma_{wm}$  est la résistance à la déformation

$A_d$  est la surface de contact cylindre / matériau laminé

Ce qui donne la force ( $F_w$ ):

$$F_w = \sigma_{fm} * (\sigma_{wm} / \sigma_{fm}) * A_d \quad (IV.13)$$

$\sigma_{fm}$  est la résistance à la déformation moyenne qui est donnée par la relation

$$\sigma_{fm} = \sigma_{fo} * \sigma_g * \sigma_\varphi * \sigma_\varphi \quad (IV.14)$$

où :  $\sigma_g$  et  $\sigma_\varphi$  sont respectivement la résistance à la déformation sous l'effet de la température et du taux de la déformation.

Le taux de déformation est donné comme suit ( $\varphi$ ) :  $\varphi = \ln(h_0/h_1)$

avec  $h_0$  et  $h_1$  es épaisseurs initiale et finale du matériau laminé

La vitesse de déformation ( $\varphi'$ ) est donnée par :

$$\varphi' = (v_w * \varphi) / l_d \quad (IV.15)$$

Avec  $v_w$  la vitesse de laminage et  $l_d$  la longueur de la zone de contact.

La longueur de la zone de contact ( $l_d$ ) est donnée par :

$$l_d = (R * \Delta h)^{1/2} \quad (IV.16)$$

Où :  $R$  est le rayon du cylindre de laminoir et  $\Delta h$  la variation de l'épaisseur du matériau laminé

donnée par :  $\Delta h = h_o - h_l$

La zone de contact cylindre / matériau laminé ( $A_d$ ) est donnée par :  $A_d = l_d * b_m$

Où  $b_m$  est la largeur du matériau laminé donné par :  $b_m = (b_0 + 2b_1)/3$

Avec  $b_0$  et  $b_1$  les largeurs initiale et finale du matériau laminé.

Les facteurs  $(\sigma_{wm} / \sigma_{fm})$  et  $m$  dépendent essentiellement de facteurs géométriques ( $l_d / h_m$ ).

Le rapport  $(\sigma_{wm} / \sigma_{fm})$  est une fonction de la longueur de la zone de contact et l'épaisseur moyenne,

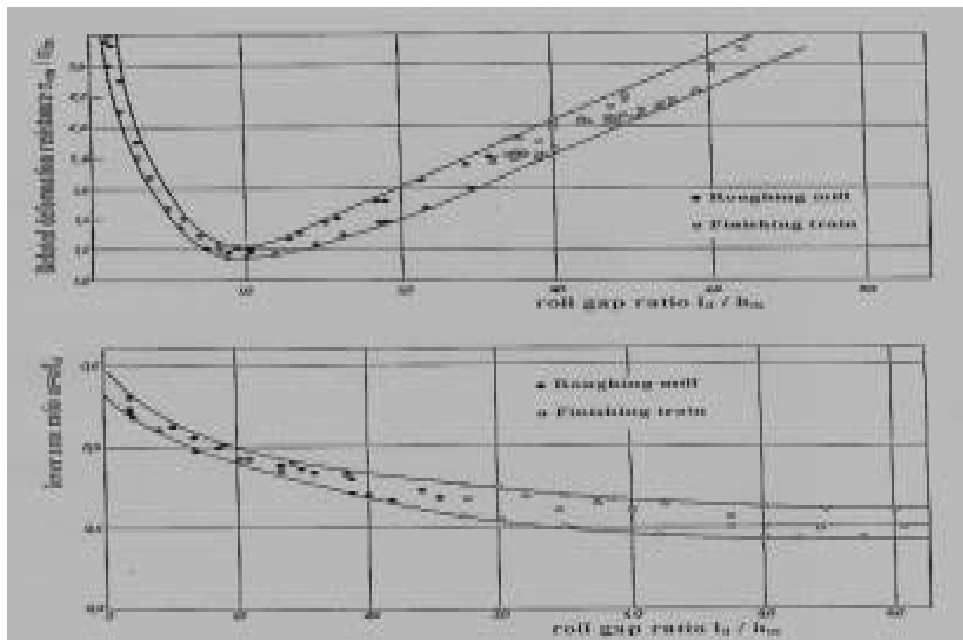
D'où :  $(\sigma_{wm} / \sigma_{fm}) = f(l_d / h_m)$ .

L'épaisseur moyenne ( $h_m$ ) est donnée par :

$$h_m = 0,5 * (h_0 + h_1)$$

Le couple de laminage ( $M_d$ ) est :  $M_d = 2 F_w * a$

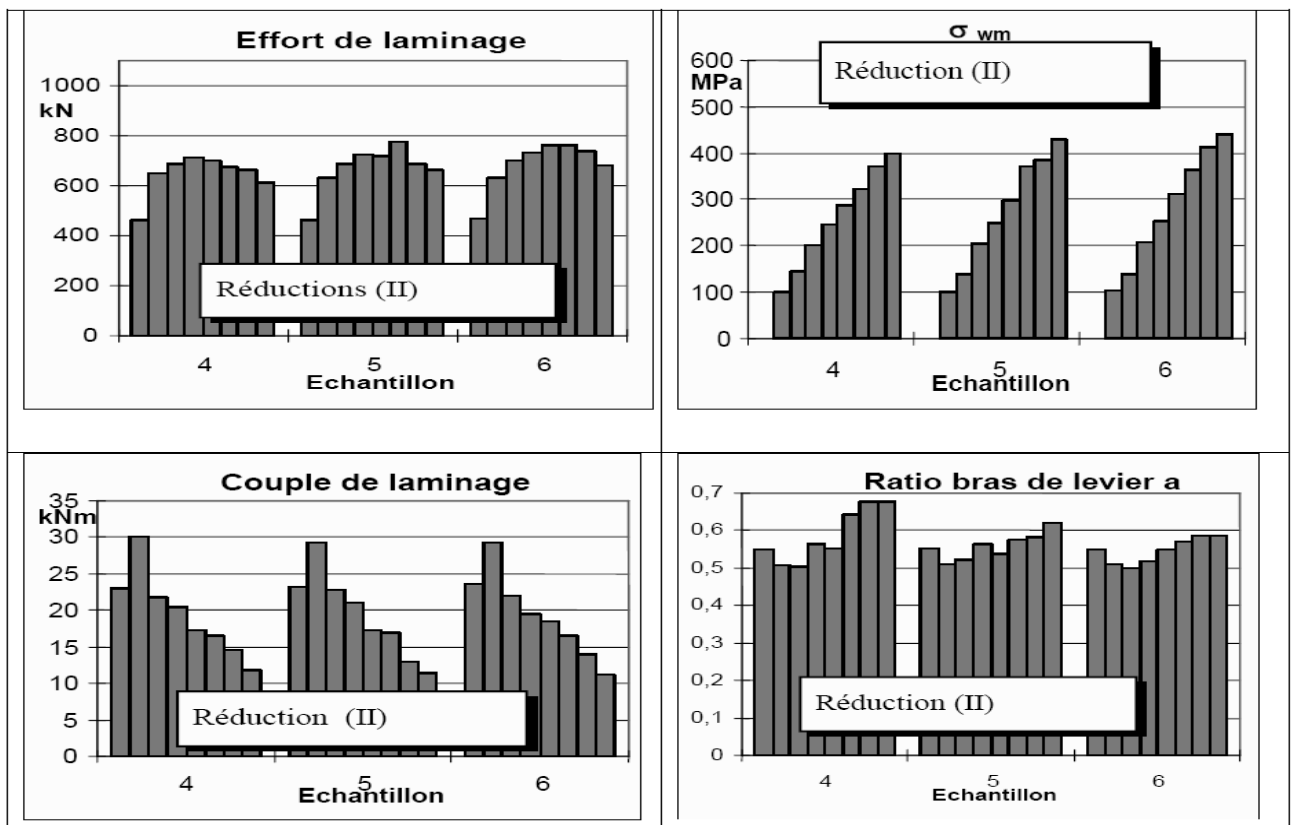
A est le bras de levier donné par :  $a = m * l_d$



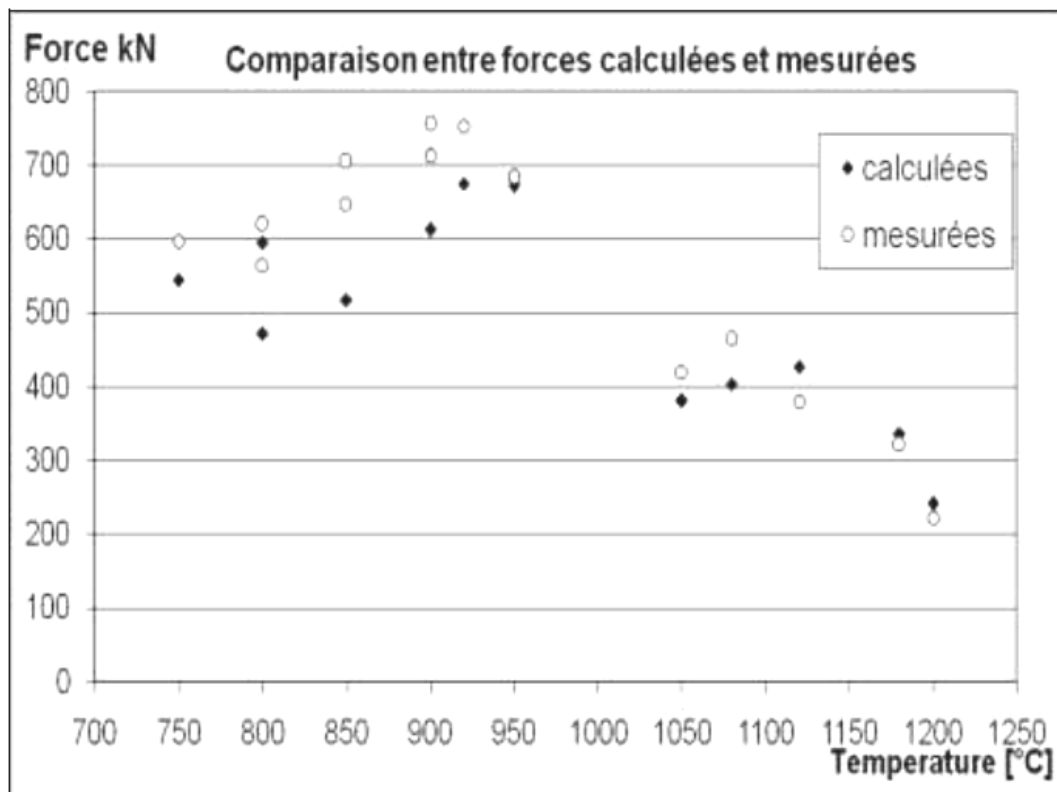
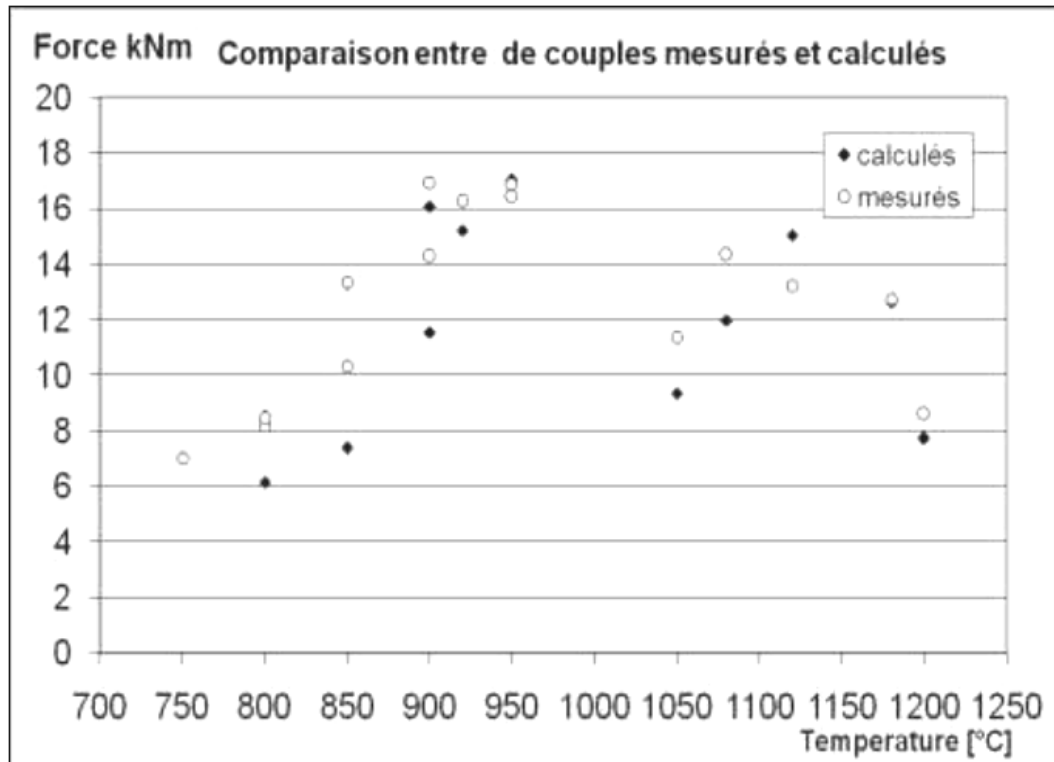
**Figure III.34** : Relation résistance à la déformation  $\sigma_{wm} / \sigma_{fm}$  et le rapport des bras de levier  $m$  en fonction du rapport  $l_d / h_m$ , et le rapport d'écart du cylindre  $l_d / h_m$  [134-136].

Cette simulation illustre le régime de température et de réduction tout au long du cycle de laminage pour les deux séquences de températures prises (chauffage, dégrossisseur, finisseuses et bobinage). Après la réalisation des essais de laminage de simulation, on passe à la caractérisation mécanique et microstructurale (traction, résilience). La Figure III.35 est un exemple des facteurs technologiques appliqués pour les régimes de température en laminage avec la température entrée dégrossisseur de 1150 °C et entrée finisseuse de 950 °C pour l'ensemble des régimes considérés.

Les températures de fin laminage sont respectivement pour le régime I et II sont 850 °C et 800 °C, Le choix de ce régime est conditionné par la capacité de l’outil de production à savoir le laminoir à chaud industriel [137,138]. Alors on peut voir sur cette Figure III.35 du schéma de réduction II qu’il y a une distribution régulière des efforts de laminage inter-passes ainsi que la résistance à la déformation. Ce schéma de laminage est le plus conseillé dans les conditions pratiques de laminoir industriel. Cette figure nous donne un comportement différent entre efforts et couples de laminage, ceci est le résultat du changement du quotient de bras de leviers. Les producteurs d’aciers, pour des considérations purement pratiques et économiques, conseillent des schémas de réduction II. Nous constatons dans la Figure III.36 une dispersion très significative et régulière de la contrainte d’écoulement en fonction des températures de laminage et des taux de déformation imposés. Cette contrainte tend vers la l’augmentation à des températures de bobines inférieures. La comparaison entre les efforts et couples de laminage par les deux méthodes classiques de laminage et celles de la loi de Hansell et Spittel montre qu’il n’y a une grande dispersion entre les valeurs mesurées et calculées de l’ordre de 2 à 4%, ce qui n’est pas significatif dans des applications de laminage semi industriel (Fig. III.37).



**Figure III.35 :** Les facteurs technologiques obtenus de l’acier étudié (efforts de laminage, contrainte d’écoulement  $\sigma_m$ , couple de laminage et quotient de bras de levier.



**Figure III.37:** Comparaison entre les efforts et couples de laminage (mesurés et calculés) en fonction des températures de laminage de l'acier étudié.

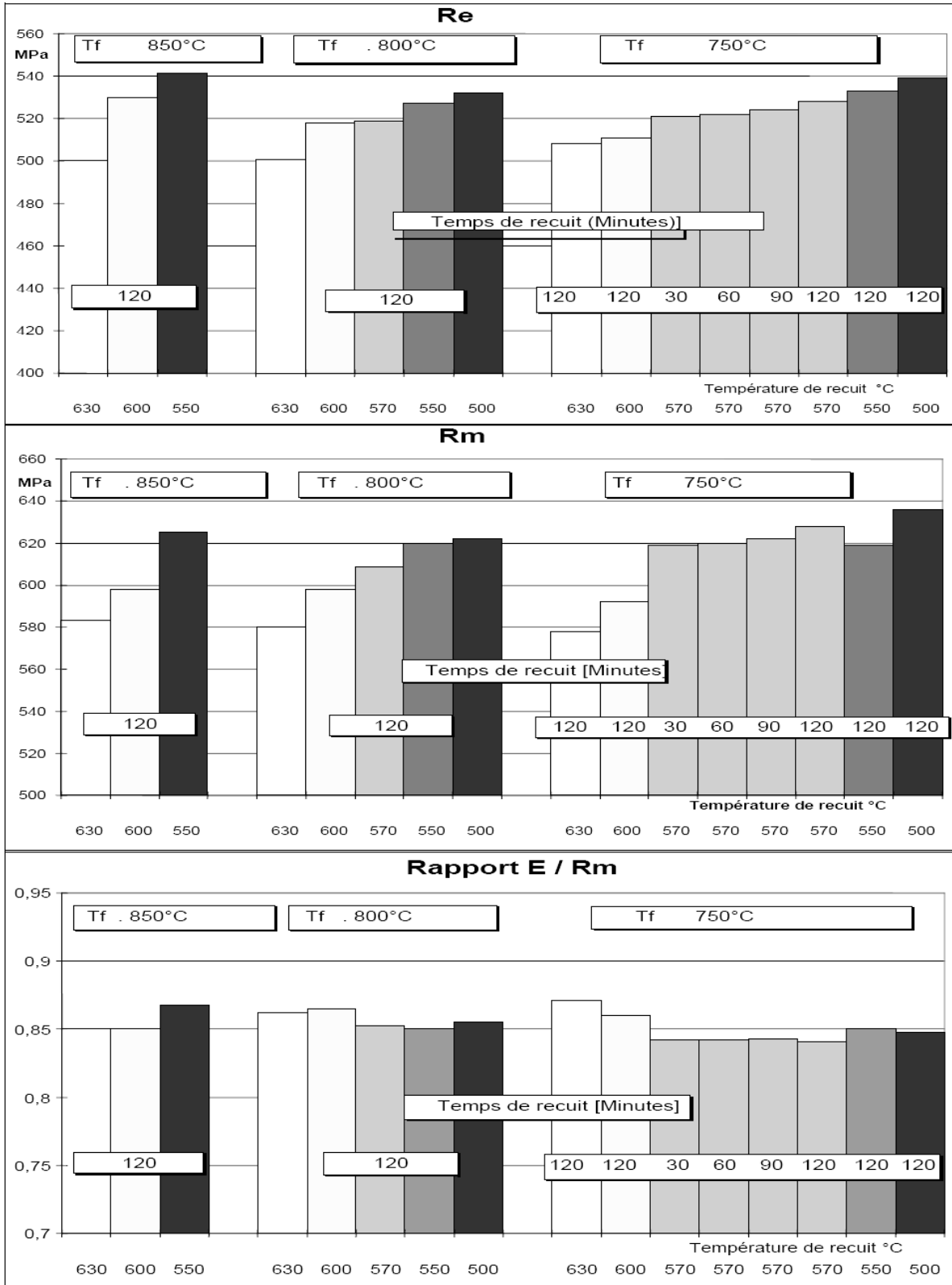
### III.6.3.1. Evolution mécanique et microstructurale pour l'obtention d'un acier de grade X60

Les résultats des essais de simulations de sur bandes ont confirmé les conclusions qui ont été trouvées après enquête préliminaire et collecte d'une base de données sur bobines laminées à l'échelle industrielle [139]. La réduction des températures de laminage tend à améliorer les propriétés mécaniques de la bande comme produit fini surtout les propriétés de résistance tels la limite d'élasticité et la résistance à la traction. La température de bobinage est le facteur le plus déterminant qui peut jouer sur la qualité des bandes obtenues à chaud. Une réduction de cette température améliore à la fois la limite d'élasticité, résistance à la traction et donne un bon compromis avec les propriétés de ductilité. La relation entre la limite d'élasticité et résistance à la traction n'a pas été effectuée essentiellement.

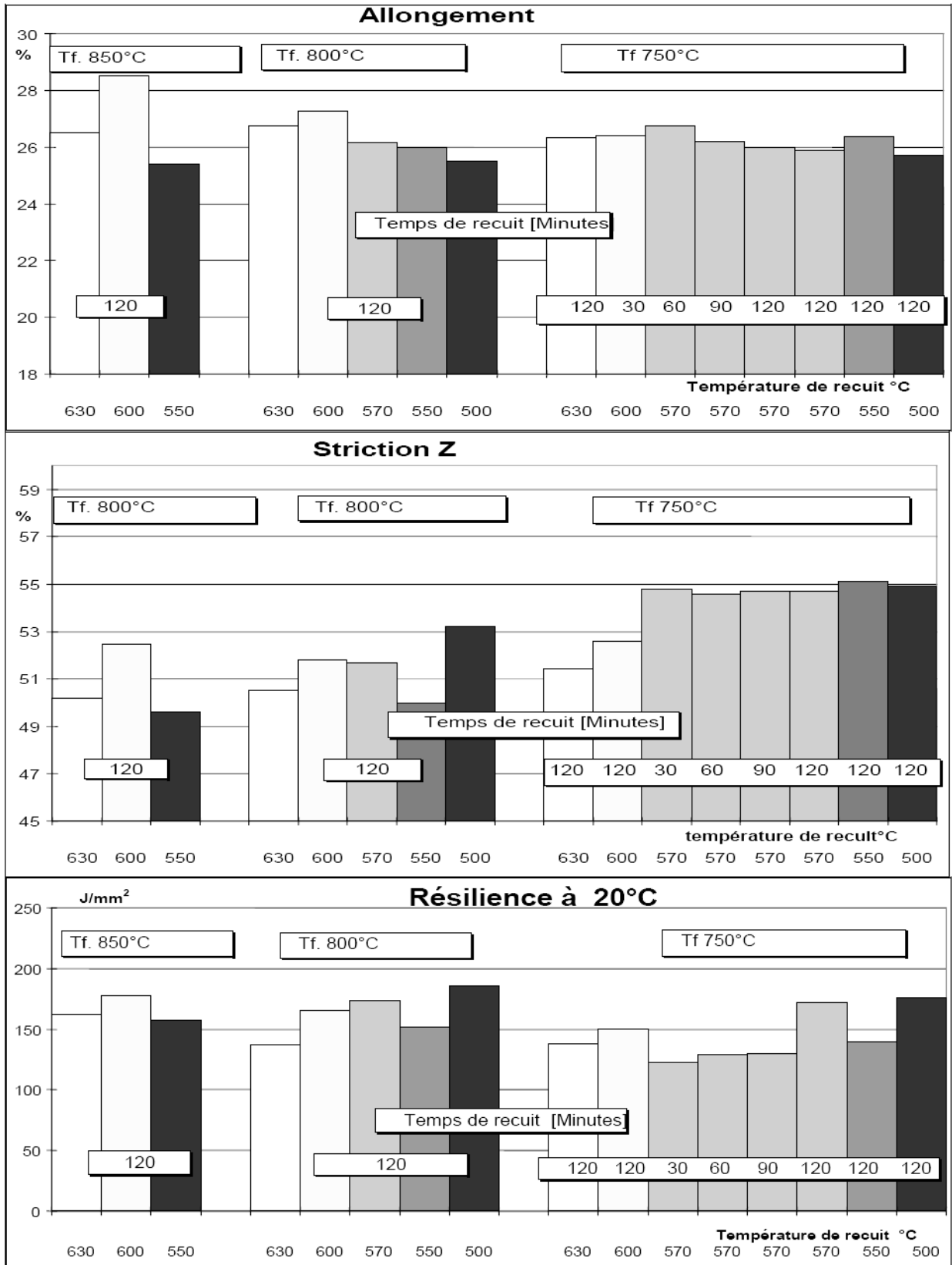
Il est à signaler que certaines bandes, à une température de bobinage de 550 °C, présentent une diminution de l'allongement et la ténacité. Donc la température bobine à 550 °C ou moins ne sera pas recommandable sur à des températures de fin laminage 750 °C [140].

Nous allons montrer l'effet direct des conditions de laminage sur les résultats des essais de traction sur toutes les bandes étudiées. Ces bandes sont arrangées suivant les températures de bobinage. Nous observons une relation directe entre cette température  $T_b$  et les propriétés mécaniques. Alors une décroissance de  $T_b$  de 630 à 550 °C améliore les propriétés de résistance, par contre l'allongement se voit diminuer à des températures inférieures à 600 °C. On a essayé de déceler l'influence des conditions de laminage sur les résultats des tests mécaniques d'une façon plus précise où on voit l'effet des plans de réduction,  $T_f$  et  $T_b$  sur ces derniers [140,141].

Il apparaît qu'il n'existe pas de relation perceptible entre  $T_f$  et les propriétés mécaniques par contre l'effet de  $T_b$  est plus significatif. Une diminution de la température de revenu (simulation de température de bobinage) de 630 à 550 °C donne une amélioration des propriétés de résistance pour l'ensemble des conditions de laminage réalisé. L'estimation de l'amélioration de ces valeurs est de 7 à 8%. Le rapport  $E/R_m$  n'est pas affecté par cette variation des schémas de laminage. L'allongement est légèrement réduit en fonction de la réduction de la température de bobinage (Fig. III.38, III.39) [142].



**Figure III.38:** Influence des températures de fin laminage et de bobinage sur les propriétés de résistance de l'acier étudié .



**Figure III.39** : Influence des températures de fin laminage et de bobinage sur les propriétés de ductilité et de ténacité de l'acier étudié.

Les meilleurs résultats des essais de traction confirment les conclusions de l'analyse statistique sur les bandes en acier X60 élaboré à l'échelle industrielle dans lesquelles une réduction de la température de bobinage, les propriétés mécaniques peuvent s'améliorer [138]. Les essais de résilience sont réalisés dans les sens longitudinaux et transversaux. Des éprouvettes de résilience ont été préparées sur chaque bande étudiée dans différentes températures (0, 20 et -30 °C).

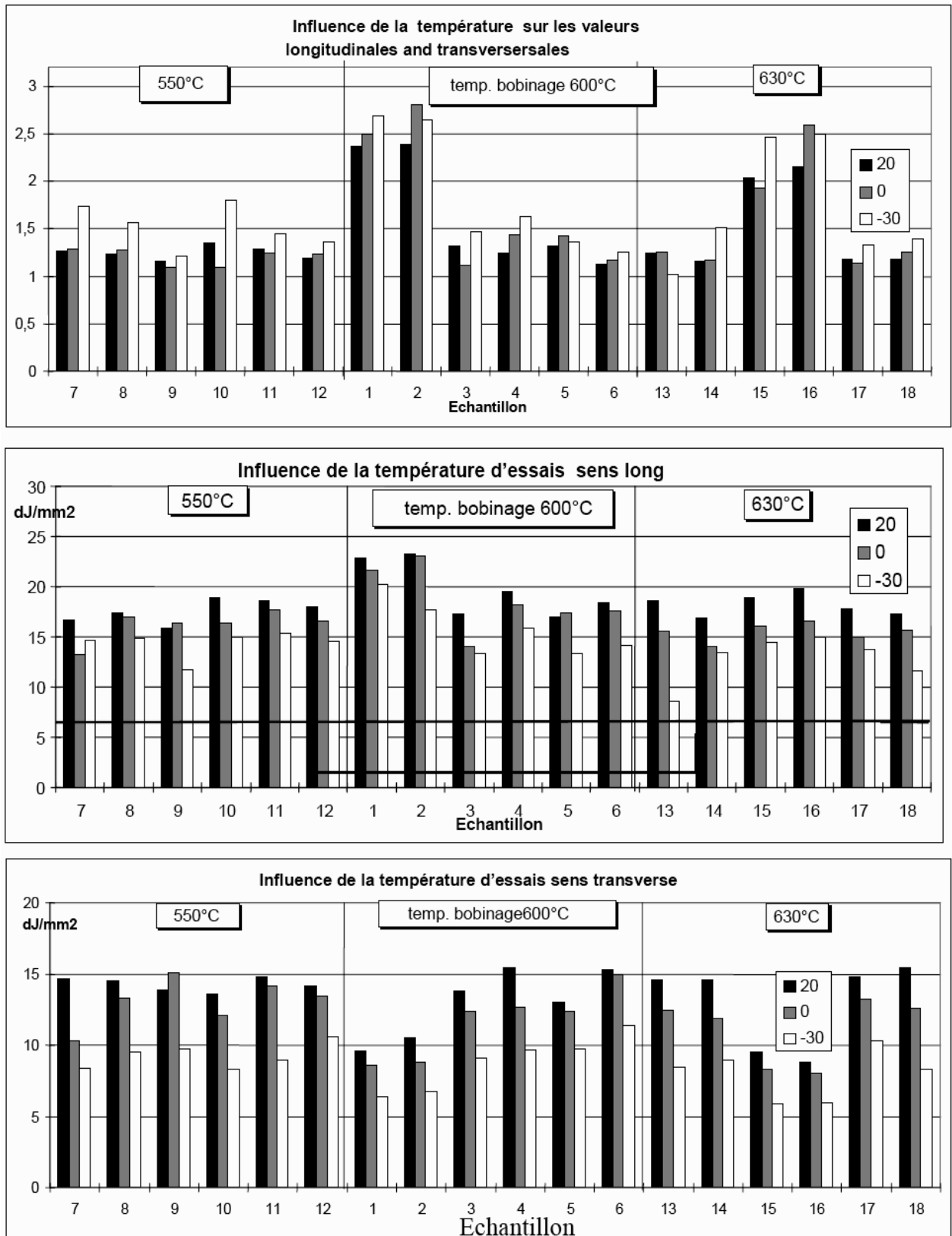
Les différents schémas de laminage montrent que les valeurs moyennes de résilience dans les deux sens selon les différentes conditions de laminage sont assez bonnes et répondent aux spécifications techniques exigées (Fig. III.40) [143,144].

L'effet des températures de fin laminage  $T_f$  et de bobinage  $T_b$  sur les valeurs de la résilience Kcv à 20 °C ne sont pas significatifs. Sauf dans le cas de températures de fin laminage qui présentent une certaine réduction par rapport aux autres températures sortie finisseuses.

Les structures obtenues après laminage de simulation sont constituées des phases de ferrite-perlite. La microstructure n'a pas été affectée essentiellement par le régime de laminage et de refroidissement. La taille moyenne des grains de ferrite est de l'ordre de 6 qui est une caractéristique d'un affinement du grain suffisant pour atteindre la qualité d'un acier HLE de grade X60 (Fig. III.41) [140,145].

L'abaissement de la température de fin de laminage de 850 à 750 °C (laminage au dessus de  $A_{r3}$ ) a conduit à un affinement des grains dont la taille moyenne. Ceci peut être expliqué par l'augmentation du taux d'écroutissage dans le train finisseur à faible température. Cette influence est beaucoup plus remarquée lorsque le temps entre passes est assez court, ce qui est du probablement à la diminution du taux de niobium précipité dans l'austénite écrouie. L'abaissement de la température de bobinage contribue aussi à cet affinement, ce qui amène à une amélioration de la limite d'élasticité [146].

Il pourrait y avoir lorsqu'on travaille en bobinage à haute température, on peut constater une dégradation des propriétés de ductilité. Cela est due à la coalescence des carbonitrides de niobium. Ce qui a été trouvé par plusieurs auteurs [147,148].



**Figure III.40** : Effet de la température d'essai sur la résilience en fonction des températures de bobinage de l'acier étudié

## Conclusion

Pour la production des bandes laminées à chaud des aciers microalliés au Nb-Ti-V soudables de grade X60, ces produits doivent être laminés par un processus thermiquement contrôlé [149,150]. L'évolution mécanique et microstructurale lors du laminage à chaud sont des facteurs prédominant pour atteindre les propriétés optimales. La composition chimique peut prédire les limites des propriétés désirées mais ces limites dépendent sensiblement des conditions thermomécaniques imposées. Une bonne adaptation de ces conditions avec la performance du matériau permet d'avoir un produit fini de haute qualité. Les conditions de déformation en laminage des bandes doivent être simulées par des investigations expérimentales afin de trouver une microstructure favorable tout en choisissant les paramètres technologiques adéquats. Les essais de simulation pour l'obtention de l'acier X60 qui ont donné une entière satisfaction peuvent être exploités au niveau de laminoir industriel sous conditions [151,152]:

- Maîtrise des paramètres technologiques (régime de température, réduction...);
- Calcul des efforts et couples de laminage admissibles (dégrossisseur, finisseuses);
- Connaissance de l'étendue de vitesses de refroidissement au niveau de la table de refroidissement.

Les schémas de laminage proposés au niveau du train finisseur jusqu'aux bobineuses ayant donné des propriétés mécaniques optimales en tenant compte des conditions réelles du laminoir industriel et des pratiques industrielles internationales sont indiqués dans le [Tableau III.15](#) (épaisseur entrée = 28-30 mm) [152,153].

**Tableau III.15** : Schémas de laminage proposés pour le laminage à chaud de l'acier X60.

Epaisseur (mm)	T <sub>entrée</sub> (°C)	ε (%) <b>F1</b>	ε (%) <b>F2</b>	ε (%) <b>F3</b>	ε (%) <b>F4</b>	ε (%) <b>F5</b>	ε (%) <b>F6</b>	T <sub>f</sub> (°C)	T <sub>b</sub> (°C)
12 mm (Série 1)	950-1000	20	16,7	15	12,9	10,8	9,1	800-850	600-630
12 mm (Série 2)	950-1000	20	18,8	15,4	15,2	14,3	-	800-850	570-630

## **CHAPITRE IV**

### **MODELISATION DU COMPORTEMENT A CHAUD DE L'ACIER MICROALLIE AU Nb-Ti-V APRES SIMULATION PAR LAMINOIR PILOTE**

## IV.1. Elargissement de la gamme des aciers HLE vers des grades supérieurs X70, X80

L'objectif de ce travail de simulation est de déterminer les conditions d'obtention des grades supérieurs des aciers à haute limite d'élasticité (X70 et X80) en utilisant un acier de même composition chimique qui a permis d'optimiser les propriétés mécaniques de l'acier de grade X60 et en faire des propositions technologiques au laminoir industriel. Le plan de travail est divisé sur les étapes suivantes :

- Etude statistique sur les conditions de laminage et l'évolution des propriétés mécaniques de l'acier HLE de grade X60 obtenu à l'échelle industrielle.
- Simulation de laminage sur laminoir pilote.
- Simulation de la table de refroidissement à des vitesses de refroidissement différentes:
- Simulation de bobinage par chauffage dans un four.
- Caractérisation mécanique et métallographique des produits laminés de simulation (traction, résilience).
- Détermination des paramètres technologiques prédominant du laminage à chaud de l'acier X70 et propositions technologiques pour le laminoir à chaud industriel.

### IV.1.1. Etude statistique sur les conditions de laminage et l'évolution des propriétés mécaniques des aciers microalliés de grade X60 obtenu à l'échelle industrielle

#### IV.1.1.1 Présentation de la gamme en compositions chimiques élaborées aux aciéries à oxygène

Les nuances d'acier élaborées à l'échelle industrielle destinée pour X60 dont la composition chimique est indiquée dans le [Tableau IV.1](#).

**Tableau IV.1** : Composition chimique des nuances d'aciers élaborées en industrie

Nuance	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Al	%Nb	%V	%Ti
NV10	0,08-0,14	0,1-0,25	1,4-1,55	0,02	0,02	0,02-0,08	0,08-0,1	0,04-0,07	0,03-0,06
NV12	0,1-0,17	0,25-0,4	1,35-1,5	0,02	0,02	0,02-0,06	0,03-0,06	0,03-0,06	-

Les tolérances en composition chimique et propriétés mécaniques des aciers X60 exigées par la norme API 5L ([Tableau IV.2](#)).

**Tableau IV.2 :** Exigences de la norme API en composition chimiques et propriétés mécaniques

Grade	%C <sub>max</sub>	%Mn <sub>max</sub>	%P <sub>max</sub>	%S <sub>max</sub>	Re <sub>min</sub> (MPa)	R <sub>min</sub> (MPa)	Re/R
X60	0,26 ±0,04	1,35 ±0,1	0,04 ±0,01	0,05 ±0,01	413	517	0,85

N.B : La teneur en éléments dispersoïdes est laissée à l'accord entre client-fournisseur ne dépassant pas 0.1%

#### IV.1.1.2. Etude statistique sur des bandes laminées à chaud en acier X60

L'étude statistique est réalisée sur une population de bobines laminées à chaud en acier de grade X60 de l'ordre de 1600 bobines.

##### IV.1.1.2.1. Composition chimique

Les valeurs limites des éléments chimiques sur les bobines sont indiquées sur le [Tableau IV.3](#) et la [Figure IV.1](#).

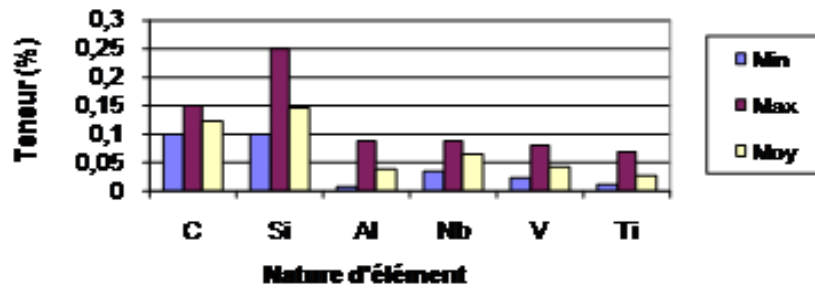
**Tableau IV.3 :** Analyse chimique sur bandes à chaud en acier X60 industriel

	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Al	%Nb	%V	%Ti
Min	0,10	0,10	1,17	0,006	0,004	0,008	0,033	0,025	0,01
Max	0,15	0,25	1,55	0,022	0,019	0,09	0,087	0,081	0,07
Moy	0,124	0,145	1,406	0,012	0,01	0,037	0,066	0,043	0,027

##### IV.1.1.2.2. Paramètres technologiques et propriétés mécaniques des bandes laminées à chaud

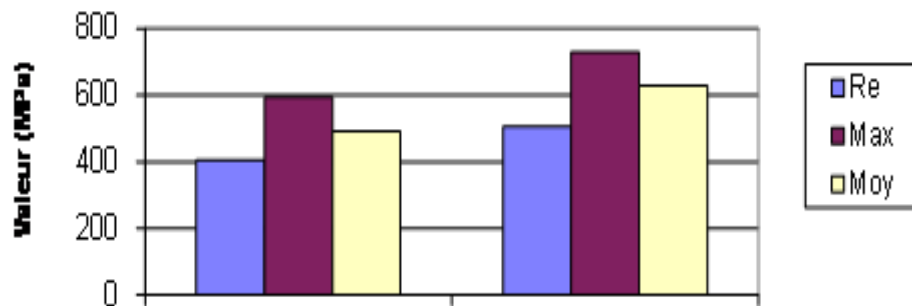
Les valeurs limites et la moyenne des propriétés mécaniques de résistance et de ductilité sont illustrées dans les [Figures IV.2](#) et [IV.3](#).

**Valeurs limites en éléments chimiques issues de la population des bobines laminées à chaud**



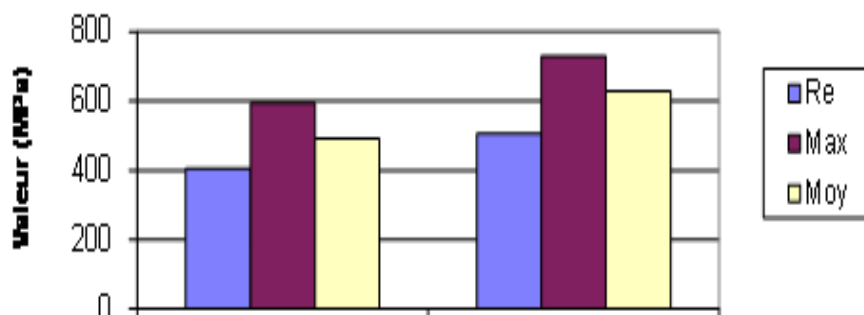
**Figure IV.1 :** Variation de teneurs en éléments d'additions dans la population étudiée

**Valeurs limites en caractéristiques de résistance (MPa)**



**Figure IV.2 :** Variation des propriétés mécaniques de résistance sur les bobines étudiées

**Valeurs limites en caractéristiques de résistance (MPa)**



**Figure IV.3 :** Variation des propriétés mécaniques de ténacité sur les bobines étudiées

#### **IV.1.1.2.3. Calcul de capabilité des conditions thermiques (températures sortie finisseuses et de bobinage)**

Pour estimer les performances de l'outil de production pour atteindre les seuils admissibles des températures exigées, il est indispensable de calculer la capabilité du process facteur très lié au rapport intervalle de tolérance écart type des données considérées, Il est donné par la relation  $C_p = IT / 6\sigma$  ( $C_p \geq 1.33$ ). Notre étude se résume au calcul de ce facteur pour les températures de fin laminage et de bobinage qui ont une influence dans les phénomènes se produisant lors du laminage à chaud des produits en acier *HLE*, les calculs ont donné les résultats suivants :

##### **Calcul de capabilité de la température de fin laminage dite $T_f$ :**

Ecart type  $\sigma = 16,104$

Max = 920, Min = 780,  $C_p = 1.45$

##### **Calcul de capabilité de la température de bobinage dite $T_b$ :**

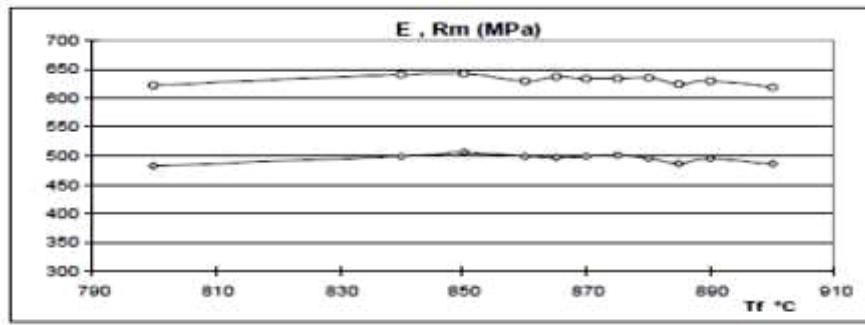
Ecart type  $\sigma = 23.485$

Max = 730, Min = 500,  $C_p = 1.63$

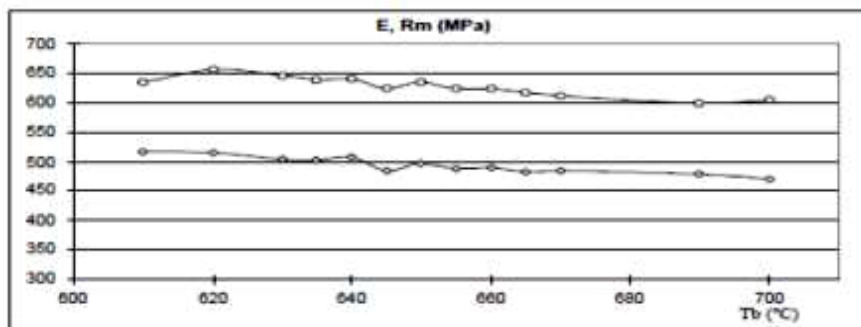
Sur l'ensemble des données, l'indice de capabilité concernant les températures de fin laminage et de bobinage est bon vu qu'il est inclut dans les tolérances exigées avec  $C_p \geq 1.33$ , ceci nous permet de dire qu'on a l'aptitude à atteindre les valeurs limites en températures du process sans difficultés apparentes sous condition préalable d'avoir des mesures fiables et précises.

#### **IV.1.1.2.4. Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction des températures du procédé de laminage**

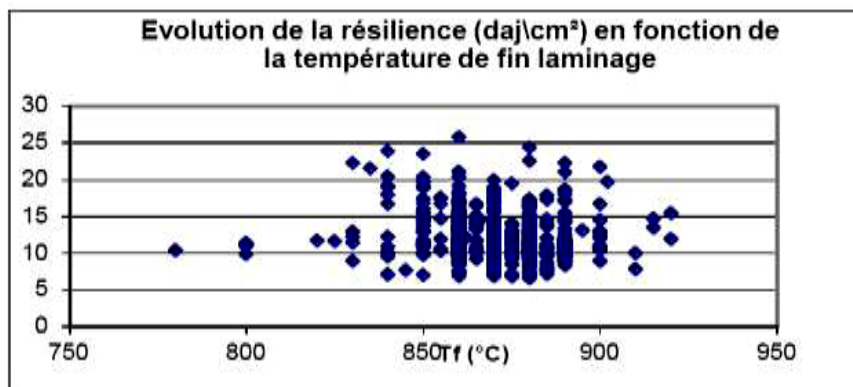
Les [Figures IV.4, IV.5, IV.6](#) illustrent la variation des propriétés mécaniques en fonction des températures de laminage. On remarque que sur l'évolution des caractéristiques mécaniques en fonction des températures de fin laminage et de bobinage qu'on ne peut pas avoir une relation de corrélation bien définie entre ces différents facteurs (distribution aléatoire). Par exemple pour une même température de bobinage imposée de l'ordre de 650 °C, on a une résilience variant de 5 à 20 daj/cm<sup>2</sup>. Ceci ne peut être expliqué que par le fait qu'on n'a pas imposé les mêmes conditions thermomécaniques pour l'ensemble du programme de laminage (interaction entre les différentes variables indépendantes non mesurables on line). La non maîtrise du procédé de laminage à chaud pour l'obtention d'un acier de grade X60 est caractérisée par la dispersion des propriétés mécaniques qui peuvent atteindre dans un étendue de grades supérieurs X65 et X70 sans prescription au préalable sur le schéma de laminage programmé. Cette répartition aléatoire est présentée dans la [Figure IV.7](#).



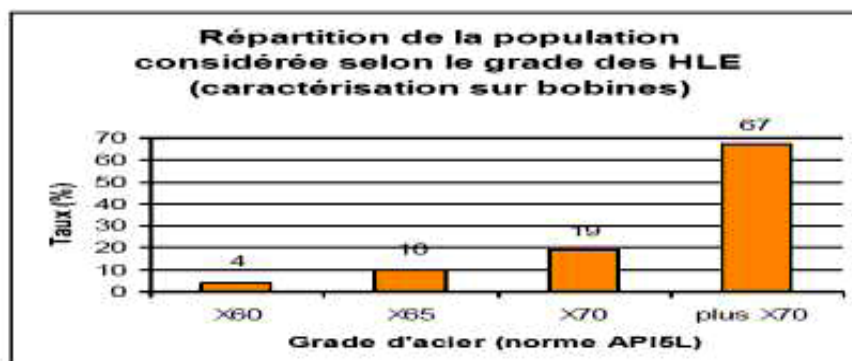
**Figure IV.4 :** Evolution des propriétés de résistance en fonction de la température sortie finisseuses de la population étudiée.



**Figure IV.5 :** Evolution des propriétés de résistance en fonction de la température de bobinage de la population étudiée.



**Figure IV.6 :** Evolution de  $K_{cv}$  en fonction de la température sortie finisseuses de la population étudiée



**Figure. 7 :** Répartition des grades d'aciers en aciers HLE sur les programmes de laminage de la population étudié

## Conclusion

Sur la base de cette analyse statistique de la banque de données collectée, les conclusions ressorties sont :

- Conformité de l'ensemble des analyses chimiques prises selon la norme API5L
- Valeurs en éléments dispersoïdes (niobium, titane et vanadium) assez élevées comparées avec les nuances élaborées ailleurs.
- Variation très large des conditions technologiques des valeurs des températures de fin laminage et de bobinage.
- L'intervalle des températures des températures de fin laminage et de bobinage  $T_f$  et  $T_b$  est respectivement autour de 850-880 °C, 630-670 °C
- Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction de la  $T_f$  et  $T_b$  est très perturbée vu les variations très importantes des paramètres de laminage d'une bande à une autre (difficultés de trouver des relations de corrélation significatives).
- Le taux de production constaté en aciers pour pipe line est assez important en grade supérieur à X60.

### IV.1.2. Simulation sur laminoir pilote pour l'obtention des propriétés mécaniques de l'acier microallié au Nb-Ti-V de grade supérieur à X60

Sur la base des travaux réalisés pour l'optimisation de la qualité des aciers microalliés à haute limite d'élasticité de grade X60 et la maîtrise des paramètres technologiques et des propriétés mécaniques de ce grade à l'échelle expérimentale et industrielle, un autre challenge en objectif est la simulation sur laminoir pilote pour l'obtention de grades supérieurs (Acier API X65, X70, X80) à partir de la même composition chimique utilisée lors de l'obtention de l'acier de grade X60, ensuite recommander des propositions technologiques pour le laminoir à chaud industriel. Les détails de la simulation expérimentale ont été déjà revus dans le chapitre II [223]. Pour les investigations expérimentales sur laminoir pilote duo, deux séries de simulation à partir du four jusqu'au bobinage ont été appliquées [224-226]. Les essais de laminage de la première série (I) et (II) ont été réalisés sur un laminoir Duo réversible.

#### IV.1.2.1. Résultats obtenus après simulation

Les résultats de simulation des essais expérimentaux réalisés pour l'obtention de l'acier de grade supérieur à X60 (X70 et X80) sont mentionnés dans les [Tableaux IV.4, IV.5, IV.6](#) respectivement pour les séries 1 et 2. Les résultats de caractérisation mécanique de cette première série ont donné des valeurs de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction beaucoup plus supérieure aux valeurs minimales exigées par la norme API 5L (2008-2013) pour l'acier de grade supérieur sous les conditions suivantes:

- Température fin laminage entre 700 °C et 800 °C.
- Température de bobinage entre 550 °C et 650 °C.
- Différentes méthodes de refroidissement (air, air comprimé et eau pulvérisée).

**Tableau IV.4** : Propriétés mécaniques de résistance après séquence de laminage de la série 1.

Température fin laminage (°C)	Température bobinage (°C)	Régime de refroidissement	Re (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A (%)	Z (%)
800	600	Air	488	572	25,75	40,1
800	600	Air comprimé	518	610	25,5	41,9
800	650	Eau pulvérisée	517	605,5	18,75	42,2
800	600	Eau pulvérisée	515	614	16,0	42,7
800	550	Eau pulvérisée	519	622	17,0	44,7
750	650	Eau pulvérisée	509	612	18,5	43,8
750	600	Eau pulvérisée	520	620	18,25	42,5
750	550	Eau pulvérisée	522	626	19,25	44,4
700	650	Eau pulvérisée	516	626	18,0	47,8
700	600	Eau pulvérisée	520	628	19,0	44,1
700	550	Eau pulvérisée	524	638	17,5	42,9
X60			413	517	20	-
X70			482	565	21	-

**Tableau IV.5** : Propriétés mécaniques après séquence de laminage de la série 2.

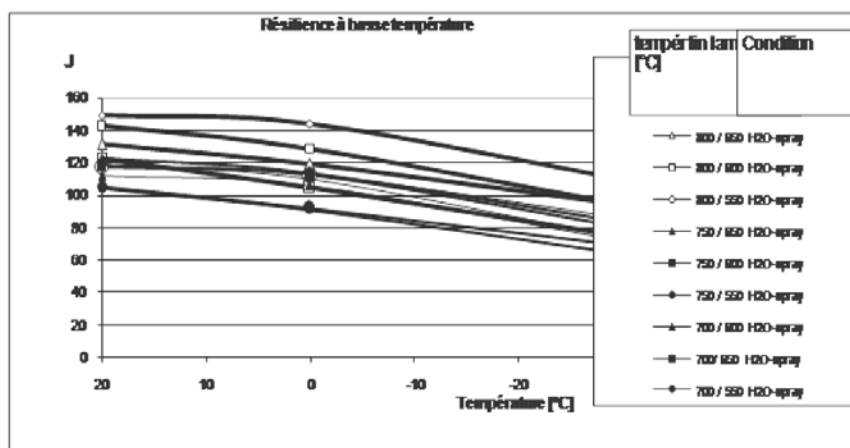
Température fin laminage (°C)	Température bobinage (°C)	Régime de refroidissement	R <sub>e</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A (%)
800	611	laminaire	554,2	652	25
800	570	laminaire	554,2	691,7	24,5
750	606	laminaire	563,5	676	26,5
750	564	laminaire	562,5	685,4	25
800	606	laminaire	550	689,6	28
800	540	laminaire	-----	767,7	27,5
750	620	laminaire	556,2	660,4	25
750	545	laminaire	-----	752,1	23
800	600	Air comprimé	541,7	641,7	26
800	550	Air comprimé	560,4	687,5	26
750	600	Air comprimé	543,7	646,7	26,5
750	550	Air comprimé	564,6	669,8	28
800	600	Air comprimé	538,5	649	26
800	550	Air comprimé	541,7	653,1	24,5
750	600	Air comprimé	543,8	649	27
750	550	Air comprimé	545,8	645,8	25
X60			413	517	20
X70			482	565	21

**Tableau IV.6** : Propriétés mécaniques de ténacité après séquence de laminage de la série 2.

Température fin laminage (°C)	Température bobinage (°C)	Régime de refroidissement	Résilience long 20°C (J)	Résilience long 0°C (J)	Résilience long -30°C (J)
800	611	laminaire	143,9	121	93,4
800	570	laminaire	139	125,6	84,6
750	606	laminaire	140,5	116,8	75,6
750	564	laminaire	145	115	78
800	606	laminaire	135,7	124,3	78,2
800	540	laminaire	106,9	72,2	47,3
750	620	laminaire	144,6	127,8	69,2
750	545	laminaire	85,1	64,8	54,7
800	600	Air comprimé	125,3	106,8	92,3
800	550	Air comprimé	129,5	120	78
750	600	Air comprimé	131,2	114,5	75,6
750	550	Air comprimé	137,4	105,8	74,8
800	600	Air comprimé	141,4	121,4	67,6
800	550	Air comprimé	145,2	140,2	94,1
750	600	Air comprimé	144,2	129,6	94
750	550	Air comprimé	96,6	88,8	56,2
Norme API 5L	X60 et X70		65 (min)		

### Première Série

A une température de fin laminage 800 °C et de bobinage de 600 °C, les refroidissements par air comprimé et eau pulvérisée ont donné des caractéristiques mécaniques meilleures que celle par refroidissement à l'air ambiant (d'un taux de 7%). A l'utilisation d'un système de refroidissement bien défini (eau pulvérisée) les propriétés mécaniques sont meilleures à une température de fin laminage de 700 °C et de bobinage de 550 °C. Les résultats des essais de résilience ont donné des valeurs très élevées à une température d'essai de 20 °C. Avec la diminution de la température d'essai, les valeurs de la résilience diminuent. A une température de fin laminage de 800 °C et de bobinage de 600 °C, la valeur de la résilience est plus élevée en utilisant le refroidissement à l'air ambiant. Dans les mêmes conditions de refroidissement la valeur de la résilience est plus élevée à une température de fin laminage de 800 °C et de bobinage de 650 °C (Fig. IV.8) [227-229].



**Figure IV.8 :** Résultats des propriétés de résilience à différentes températures de la série (1) de l’acier étudié.

### Deuxième série

Les résultats de caractérisation mécanique de cette deuxième série ont donné des valeurs de la limite d’élasticité et de la résistance à la traction beaucoup plus supérieure aux valeurs minimales exigées par la norme API 5L (2008-2013) pour l’acier de grade X70, sous les conditions suivantes:

- Température fin laminage 750 °C et 800 °C.
- Température de bobinage entre 550 °C et 600 °C.
- Différentes méthodes de refroidissement (eau par système laminaire et air comprimé).

D’autre part les valeurs des propriétés mécaniques de cette deuxième série sont nettement supérieures à celles de la première série cela implique que les conditions de laminage ainsi que le système de refroidissement choisie (système de refroidissement laminaire) nous a permis d’obtenir un acier de grade supérieure (X70 et X80). Par contre, les résultats des essais de résilience à basse température ont donné des valeurs beaucoup plus supérieures aux valeurs minimales exigées par API 5L qui est de 68 (J) pour l’acier de grade X80 (Tableau IV.7).

**Tableau IV.7 :** Propriétés mécaniques normalisées exigées sur pipelines selon API 5L.

Grade	Limite d’élasticité $R_e$ (MPa)	Résistance $R_m$ (MPa)	A (%)
API X65	448	530	24
API-X70	483	566	23
API-X80	551	620	22

#### IV.1.2.2. Evolution mécanique et microstructurale

##### Première série:

Selon cette série de simulation. On peut constater que la limite d'élasticité des bandes laminées satisfait les exigences de la norme API 5L pour l'acier étudié et que les conditions de ce schéma de laminage n'ont pas affecté les propriétés mécaniques intrinsèques du matériau. La résistance à la traction est également bien respectée dans la gamme normalisée. Les conditions de laminage n'ont pas influencées la résistance à la traction, mais à des températures de fin de laminage et de bobinage relativement basses, Les valeurs sont plus élevées. Par les températures réduites de bobinage les propriétés mécaniques s'améliorent. Les meilleures valeurs de  $R_e$  et de  $R_m$  ont été trouvées à une température de fin de laminage 700 °C et à une température de bobine 550 °C. Le rapport  $R_e/R_m$  semble être réduit à plus basses températures ce qui signifie, que l'effet de cette température est plus sur  $R_m$  que  $R_e$ . Pour la ténacité, comme prévu, elle présente des valeurs plus élevées à 20 °C, et une certaine diminution aux basses températures (Fig.IV.9). Le refroidissement avec de l'air comprimé ou ambiant a apporté les meilleurs résultats par contre celui par pulvérisation de l'eau a montré des valeurs moindres. L'influence des températures de fin de laminage et de bobinage sur la ténacité à 20, 0 et -30 °C est caractérisée par des variations légères (Fig. IV.10) [231-234].

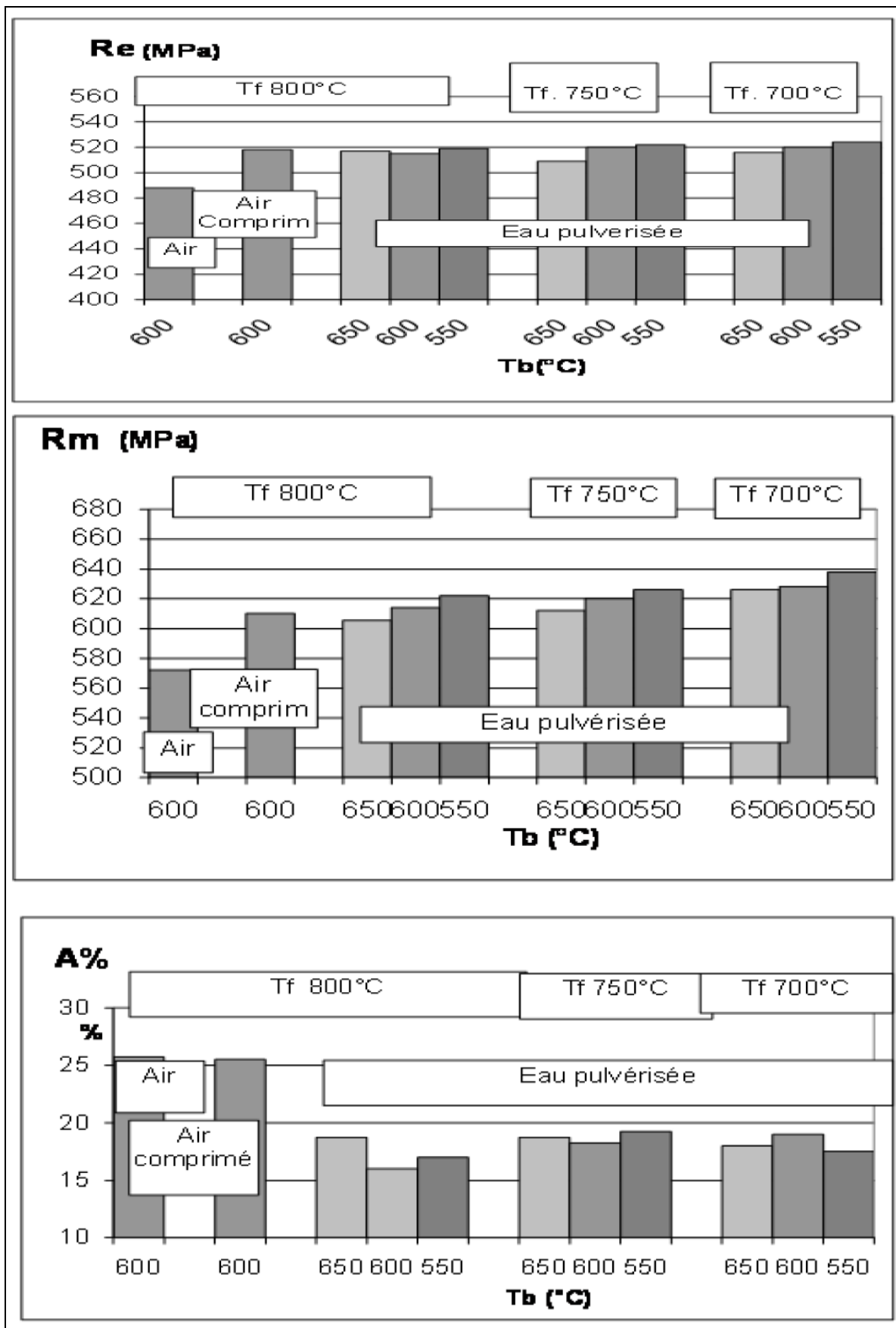


Figure IV.9 : Evolution des propriétés mécaniques de la série (1) de l'acier étudié

## **Deuxième série:**

Cette série de laminage a été exécutée à des températures de fin laminage de 800 °C et 750 °C, en utilisant deux systèmes de refroidissement : par l'eau laminaire et par l'air comprimé, pour avoir des températures de bobinage de 600 °C et de 550 °C. Le régime de refroidissement par eau laminaire a été employé pour simuler les conditions réelles de laminage industriel dans les conditions les plus proches. En dehors des conditions de laminage, de refroidissement réalisées, les propriétés mécaniques trouvées présentent une certaine variation plus particulièrement pour la résistance à la traction après refroidissement par l'eau laminaire, qui présente des valeurs plus élevées de l'ordre presque 10% par rapport au refroidissement avec de l'air comprimé. La même évolution a été constatée pour la limite d'élasticité. Cela est expliqué par la vitesse de refroidissement imposée qui est plus grande. Le système de refroidissement la plus efficace est le refroidissement par de l'eau laminaire, qui donne les meilleurs des propriétés mécaniques de résistance et de ténacité, La ténacité semble être affectée à la température de fin laminage de 750°C et une température de bobine de 550 °C pour les deux systèmes de refroidissement employés [235-237].

### **IV.1.2.3 Effet de la vitesse de refroidissement**

Différents régimes de refroidissement ont été simulés, pour étudier l'influence de la vitesse de refroidissement sur les propriétés mécaniques de l'acier étudié afin de simuler les conditions de refroidissement et de bobinage industrielles (l'air ambiant, l'air comprimé sur les deux cotés de la bande, eau pulvérisée). Pour simuler les conditions pratiques proches du laminoir industriel, un refroidissement par l'eau à écoulement laminaire a été exécuté. Les résultats des propriétés mécaniques des bandes après l'utilisation des différentes vitesses de refroidissement, qui sont en fonction de la température de fin de laminage et de bobinage ne semblent pas être trop influencés par le régime de refroidissement, mais le refroidissement par l'eau laminaire a donné les meilleurs résultats (Fig. IV.10). Les propriétés de résistance des bandes laminées et refroidies en simulation, s'améliorent en passant du refroidissement à l'air ambiant, à l'eau pulvérisée, puis à l'air comprimé et en terminant par le refroidissement laminaire. Les limites après refroidissement en air ambiant et le refroidissement laminaire ne diffèrent pas beaucoup [238-240]. L'allongement présente des valeurs élevées après refroidissement à l'air ambiant par contre la pulvérisation de l'eau a apporté les valeurs les plus basses, comparées à l'air comprimé ou au refroidissement laminaire. Pour la résilience, le refroidissement avec le jet d'eau produit les caractéristiques les plus faibles par rapport aux autres systèmes (Fig. IV.11).

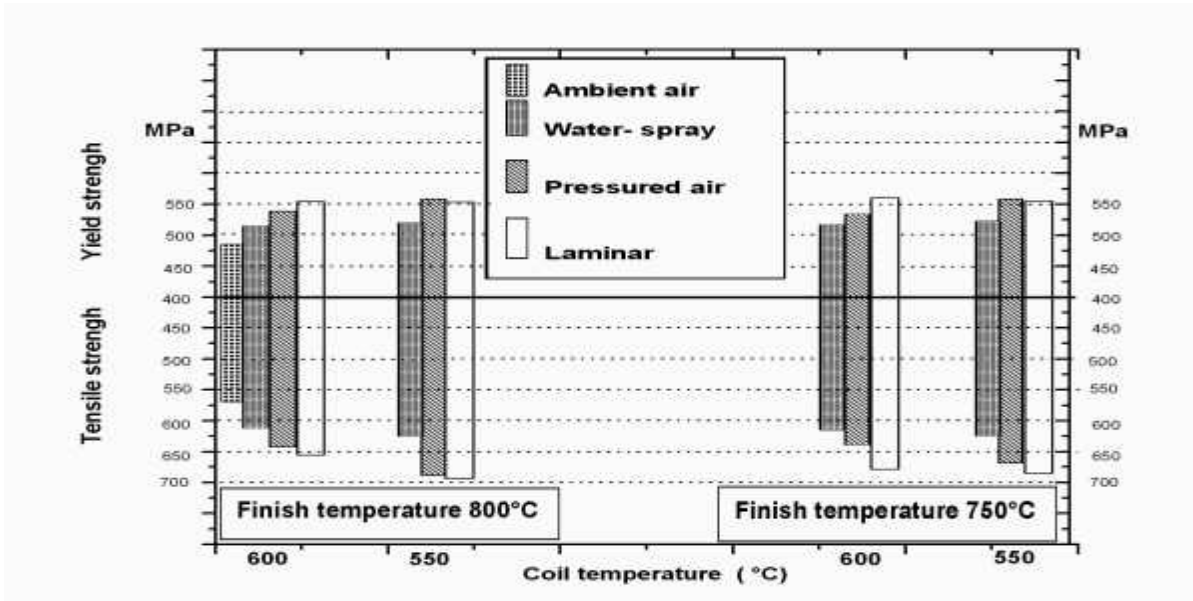


Figure IV.10 : Effet du régime de refroidissement sur les propriétés de résistance de l'acier étudié

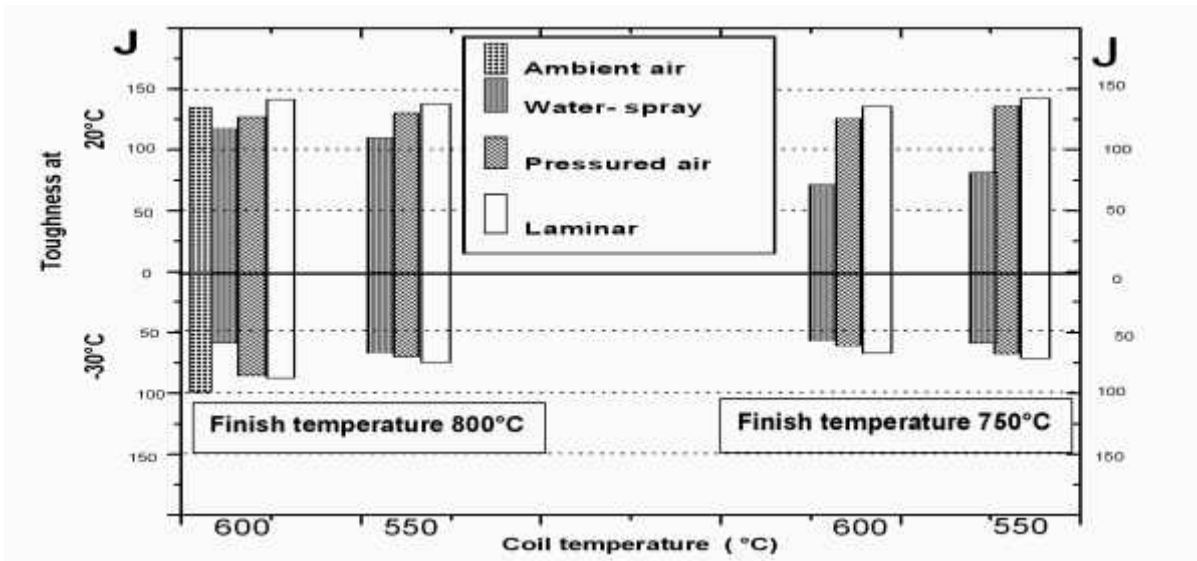


Figure IV.11 : Effet du régime de refroidissement sur les propriétés de résilience de l'acier étudié

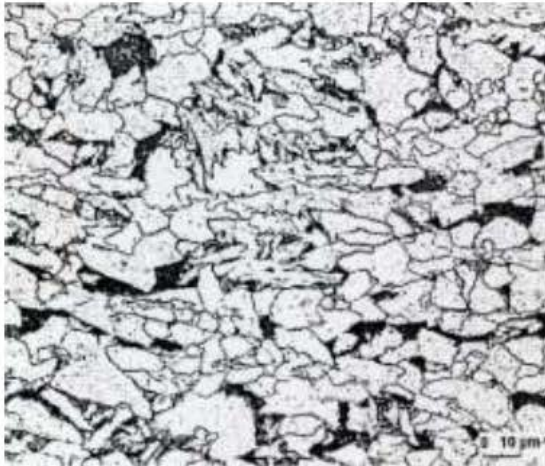
#### IV.1.2.4 Evolution de la structure

Les tailles de grain de l'ensemble des bandes laminées ne présentent pas des variations importantes sauf dans le cas des refroidissements plus rapides. Il y a une nette amélioration de la taille de grain de ferrite qui est due aux phénomènes de la déformation de l'austénite au-dessous de la température de recristallisation et le refroidissement accéléré après déformation; ces deux procédés augmentent la nucléation de la phase de ferrite.

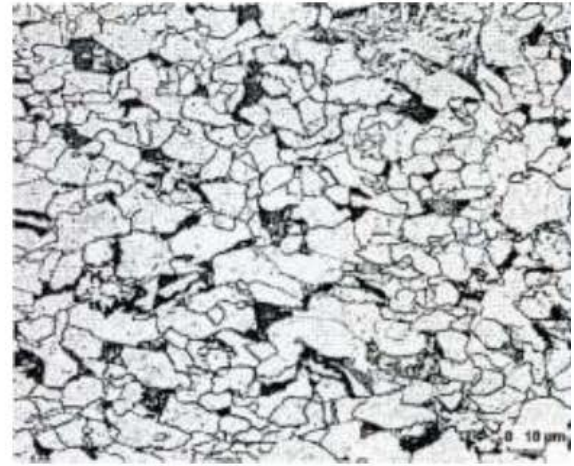
Plusieurs mécanismes augmentent le taux de nucléation de la ferrite par déformation ont été ressortis et qui incluent une interdépendance entre le plus grand taux de nucléation de la ferrite avec la formation des sous grains près des joints de grain déformés de l'austénite, et l'énergie de déformation des dislocations emmagasinée dans l'austénite déformé.

Cette amélioration est obtenue par le contrôle des conditions de laminage : temps, température et déformations pendant le procédé de laminage et de refroidissement et en combinaison avec l'effet des éléments d'addition à dispersoïdes. Le mécanisme mis en jeu pour l'affinement de grain au cours et après laminage est la recristallisation de l'austénite pendant la déformation à chaud. Les additions des éléments d'alliage même en quantités faibles Nb, V et Ti forment des carbures et des carbonitrides dans la matrice de base. Ces précipités très fins sont efficaces pour le blocage de l'accroissement des tailles de grain.

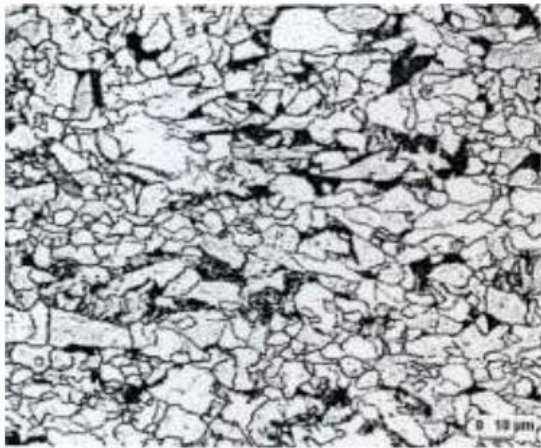
La recristallisation est retardée pendant les derniers passages. Les tailles de grain moyennes après laminage selon ce programme simulé ont été trouvées entre 4 et 7  $\mu\text{m}$  (Fig. IV.12 à Fig. IV.14). Les différentes températures de fin de laminage n'ont pas affecté beaucoup la taille de grain vu que la répartition des phases recristallisées existantes [238,243,244].



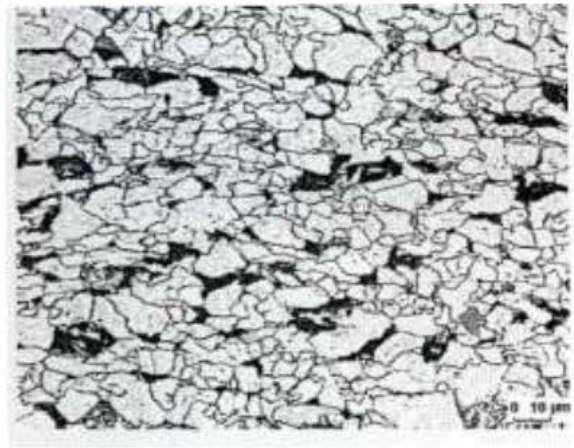
Taille de grain ferrite : 6,9 µm  
Tf : 800°C  
Tb : 600°C  
Air comprimé



Taille de grain ferrite : 6,5 µm  
Tf : 800°C  
Tb : 550°C  
Air comprimé



Taille de grain ferrite : 6,6 µm  
Tf : 750°C  
Tb : 600°C  
Air comprimé



Taille de grain ferrite : 6,1 µm  
Tf : 750°C  
Tb : 550°C  
Air comprimé

**Figure IV.12** : Microstructures dans les bandes laminées de l'acier étudié sous refroidissement air comprimé

#### **IV.1.2.5. Propositions technologiques et optimisation du laminage de l'acier microallié au Nb-Ti-V:**

Afin d'optimiser les schémas de laminage pour l'obtention d'un acier à haute limite d'élasticité de grade X70 et X80, nous avons mis en évidence l'influence de la température de bobinage sur la qualité des tôles laminées à chaud après simulation sur laminoir pilote. Or, dans le cas d'une température de bobinage légèrement élevée, la température du produit va baisser très lentement dans la zone de précipitation, ce qui va permettre une certaine précipitation (partielle ou complète des éléments). Par contre, dans le cas d'une température de bobinage basse, vu le temps écoulé entre la dernière cage assez court et la bobineuse, cela implique une vitesse de refroidissement en sortie du train finisseur très rapide. En conséquence, la loi de refroidissement (temps-température) de la bande ne se situe jamais dans une zone potentielle de précipitation. Une fois bobinée, la température de la bande est alors bien trop basse pour que la précipitation intervienne.

En abaissant la température de laminage, on limite la remise en solution des précipités Nb, Ti, V(C, N) et, par conséquent, le durcissement 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 1150-1200 °C est le résultat d'un compromis [178,179].

La compréhension des mécanismes métallurgiques intervenant au cours du laminage à chaud a permis d'optimiser cette étape de la fabrication des produits plats ou de justifier a posteriori des choix et pratiques appliqués au le laminage à chaud en tant que procédé de traitement thermomécanique.

Après comparaison avec les tolérances normalisées et les références industrielles, les paramètres les plus prédominants proposés au laminoir à chaud industriel pour l'obtention de l'acier de grade X70 et X80 sont illustrés dans les tableaux suivants (Tableaux IV.8, IV.9)

- Epaisseur entrée train finisseur: 25,5 mm
- Température entrée train finisseur: 950 °C
- Les valeurs calculées des efforts et moments de laminage selon les paramètres du deuxième schéma de laminage pour l'obtention de l'acier de grade X70 et/ou X80 sont dans la fourchette admise vu que l'effort maximal admissible pour chaque passe finisseuse est de 1750 tonnes.

**Tableau IV. 8:** Comparaison entre valeurs moyennes normalisées API5L, en industrie et celles de simulation [245]

	T <sub>f</sub>	T <sub>b</sub>				
		630°C	600°C	570°C	550°C	500°C
Re (MPa)		630°C	600°C	570°C	550°C	500°C
	850°C	500	510	-	520	-
	800°C	501	515	519	520	522
	750°C	508	515	528	530	539
		Norme API 5L: 552 MPa				
	Réf : X56: 455-500MPa, X60: 353-490MPa, X65: 475-520MPa, X70: 442-524MPa, X70: 500-560MPa (thermomécanique), X80 : 500560MPa					
Rm (MPa)	850°C	583	594	-	620	-
	800°C	587	595	609	620	622
	750°C	588	595	628	625	636
		Norme API 5L: 621MPa				
	Réf.: X56:550-610MPa, X60: 526-633MPa, X65: 535-712MPa, X70: 592-688MPa, X70: 580-650MPa (thermomécanique), X80 : 580-650 MPa					
A (%)	850°C	27,0	28,5	-	25,3	-
	800°C	27,0	27,3	26,2	26,0	26,0
	750°C	26,7	26,7	25,9	25,8	25,0
		Norme API 5L: > 20%				
Z (%)	850°C	50,2	52,5	-	49,6	-
	800°C	50,5	52,8	51,7	49,9	53,2
	750°C	49,2	52,7	53,0	50,2	54,9
Resilience longitudinal(20°C)						
	T <sub>f</sub>	T <sub>b</sub>				
		630°C	600°C	570°C	550°C	500°C
	850°C	163	178	-	158	-
	800°C	137	165	174	152	186
	750°C	138	150	172	140	176
	Norme API 5L: 65 J					

**Tableau IV.9** : Propositions technologiques pour l'obtention de grade HLE > à X60

N° Cage		I	II	III	IV	V
Epaisseur sortie (mm)	série (I)	21	17,5	15	13,5	12,5
Température de déformation (°C)		950	920	900	850	800
Force de laminage (t)		910,29	1081,68	1088,67	1022,81	746,06
Couple de laminage (kg.m)		115400,67	130784,88	113054,16	73749,62	39885,24
Température de déformation (°C)	série (II)	950	900	850	800	750
Force de laminage (t)		910,29	1144,06	1252,48	923,19	797,27
Couple de laminage (kg.m)		115400,7	138326,9	130064,7	66567	42623,4
Température fin laminage $T_f$ (°C)	800-750					
Temperature de bobinage $T_b$ (°C)	600-550					

## Conclusion

L'objectif principal de ces investigations était de créer des microstructures favorables, pour trouver les propriétés mécaniques optimales de l'acier microallié et, en particulier, pour optimiser le procédé de laminage et la technologie de refroidissement des l'acier de qualité X70 et X80. Ces résultats préliminaires seront une base de données pour élaborer des traitements thermomécaniques pour élargir la gamme des aciers HLE vers des grades très élevés à savoir X70 et de l'acier X80. Ceci est conditionné par les conditions réelles des installations industrielles existantes. Ce programme de laminage de simulation sur laminoir pilote a respecté le cycle de fabrication à l'échelle industrielle national et a permis d'obtenir aisément des aciers HLE de grades supérieurs qui respectent les exigences de la norme américaines API 5L relative aux spécifications des pipes line (éditions 2008-2013).

Sur la bases des résultats des simulations de laminage à chaud effectuées sur laminoir pilote pour la maîtrise de l'acier de grade X70, l'extension des simulations vers de grades supérieurs en tenant compte des conditions réelles du laminoir industriel national et les études de diagnostic et état de lieux sur le site, nous pouvons recommander des nouvelles procédures techniques-technologiques pour optimiser la technologie de laminage et de refroidissement, afin d'optimiser les propriétés mécaniques des aciers HLE des produits finis locaux et en même temps de réduire leurs variations. Cette technologie de laminage et de refroidissement sera opérationnels ultérieurement, ce qui va permettre non seulement à produire de l'acier X60 mais aussi acier de qualité X70 et X80 [230,246,247].

- Les résultats de simulation des essais expérimentaux de la deuxième série de laminage ont donné des caractéristiques mécaniques beaucoup plus élevées comparant aux valeurs minimales exigées par API 5L 2008-2013. Avec une même composition chimique, on a pu obtenir l'acier de grade X70 et même de grade X80.
- Les forces de laminage calculés à partir des contraintes d'écoulement qui décrivent le comportement à chaud de l'acier industriel sont inférieures au seuil admissible qui est de l'ordre de 1750 tonne pour les cages finisseuses.
- Les paramètres de laminage ayant donné des caractéristiques mécaniques d'un acier de grade X70 et même de X80, ont été proposés pour le laminoir à chaud (épaisseur entrée finisseuse = 25 mm).

#### **IV.2. Modélisation du comportement de l'acier microallié au Nb-Ti-V lors du procédé de transformation**

La connaissance de modèles de prédiction des propriétés mécaniques des aciers à haute limite d'élasticité est utile dans de nombreuses applications. Ces applications sont celles de l'analyse de l'influence des paramètres des produits d'entrée tels la composition chimique et les paramètres clés de déformation à chaud sur les caractéristiques finales des aciers à haute limite d'élasticité HLE obtenus. En pratique, les modèles de prédiction des propriétés mécaniques ne sont pas a priori connus et leur établissement nécessite un effort plus ou moins considérable notamment à cause de la de la grande variabilité des paramètres dimensionnelles et chimiques des brames, de la complexité des systèmes de laminage à chaud, et de l'interaction, souvent non linéaire, produits-systèmes.

En particulier, la complexité du système de laminage à chaud industriel a fait en sorte qu'au cours de la fabrication des bandes laminées à chaud en acier microallié, on constate qu'en visant l'élaboration des bandes en aciers de grade X60 on peut obtenir non seulement des bandes de grade X60 mais aussi, des bande de grades supérieures tel que X70 et X80 [248,249]. Pour résoudre ce problème de dispersion, nous avons choisie d'expérimenter la régression linéaire, c'est à dire en considérant le modèle linéaire avec ou sans contraintes métallurgiques [250].

#### **IV.2.1 Prédiction de la relation taille de grain des bandes laminées à chaud en acier HLE de grade X70 et X80 sur laminoir pilote en fonction des températures de laminage et vitesse de refroidissement**

L'effet de la température de bobinage et de la vitesse de refroidissement sur la taille du grain ferritique final a pu être évalué de façon quantitative pour plusieurs vitesses de refroidissement. Cette température a une certaine influence sur la taille du grain ferritique ; par contre celle-ci peut dépendre, dans une certaine mesure, de la valeur des réductions à chaque passe dans le train finisseur. Les propriétés mécaniques des bandes ont pu être déterminées en fonction des paramètres du laminage grâce à des simulations sur laminoir expérimental. En particulier, nous avons observé l'effet de la vitesse de refroidissement et de la température de laminage qui peut être interprété par l'intermédiaire de la taille du grain ferritique. Les méthodes expérimentales utilisées ont permis de faire varier les paramètres de façon indépendante, ce qui n'est pas possible sur un train à bandes réel [251,252].

On connaît dans une certaine mesure et au moins de façon qualitative l'influence de ces différents paramètres sur les propriétés mécaniques des bandes. Des températures de fin de laminage basses sont favorables à la formation de grains fins et, éventuellement écrouis après la dernière passe de laminage. Lors de la transformation austénite-ferrite, ces structures favorisent la formation de grains ferritiques fins. La vitesse de refroidissement de la bande après la dernière passe finisseuse a aussi une influence sur la structure du produit ; les vitesses de refroidissement les plus élevées étant les plus favorables à l'obtention d'un grain ferritique fin. Le rôle de la température de bobinage sur les propriétés mécaniques a aussi été étudié dans quelques cas particuliers. L'influence de la température de bobinage sur les propriétés des bandes d'aciers de construction est moins bien connue et n'est rapportée que dans quelques cas particuliers sans que soit clairement établie la relation entre cette température et la précipitation des divers éléments d'addition (Nb, Ti, V) [253-255].

L'effet favorable d'un affinement du grain ferritique sur les propriétés mécaniques et le rôle des différents éléments d'addition sur celles-ci sont par contre assez bien connus [256-258]. Le but de cette étude est donc d'obtenir des données quantitatives précises sur l'influence des différents paramètres lors du laminage au train à bandes : influence de températures, des réductions, de la vitesse de refroidissement et de la température de bobinage sur la taille du grain ferritique et les propriétés mécaniques. Les essais sur l'influence du cycle de refroidissement après laminage sont plus orientés vers les caractéristiques mécaniques visées. Nous avons simulé les différentes variantes de laminage et on remarquera que ces schémas ne diffèrent que par les températures à chaque passe. Nous les avons fait suivre par des refroidissements plus ou moins rapides de 1,1 à 50 °C/s jusqu'aux températures de 550 à 600 °C. L'examen micrographique des échantillons traités permet de mesurer la taille du grain ferritique obtenue. La taille du grain ferritique est en ordonnée sous la forme de  $d^{-1/2}$  (en mm) pour pouvoir passer plus facilement à la limite d'élasticité par l'intermédiaire de la loi de Hall Petch [259,260,261]. La vitesse de refroidissement est indiquée en abscisse sous forme logarithmique et la température de fin de laminage est indiquée en indice de chaque point. On voit clairement que la taille du grain ferritique diminue quand la température de laminage diminue et que la vitesse de refroidissement augmente. Une modélisation de l'évolution de la taille de grain ferritique en fonction de la vitesse de refroidissement a donné la forme générale suivante :

$$d^{-1/2} = f(V_r) \quad (IV.1)$$

$d$  est la taille du grain ferritique (en mm)

$V_r$  est la vitesse de refroidissement (en °C/s)

Les Figures IV.15, IV.16 montrent clairement que la taille de grain ferritique diminue quand la vitesse de refroidissement augmente. Pour un bon accord avec la forme la loi de Hall Petch, l'évolution de la taille de grain ferritique est prise en notation  $d^{-1/2}$ . Pour évaluer l'ordre de cette augmentation en fonction des régimes de refroidissements, on peut ressortir les modèles empiriques suivants :

- Pour des températures de fin laminage (750 et 800 °C) à une température de bobinage de 600°C, la taille de grain suit l'équation à tendance linéaire :

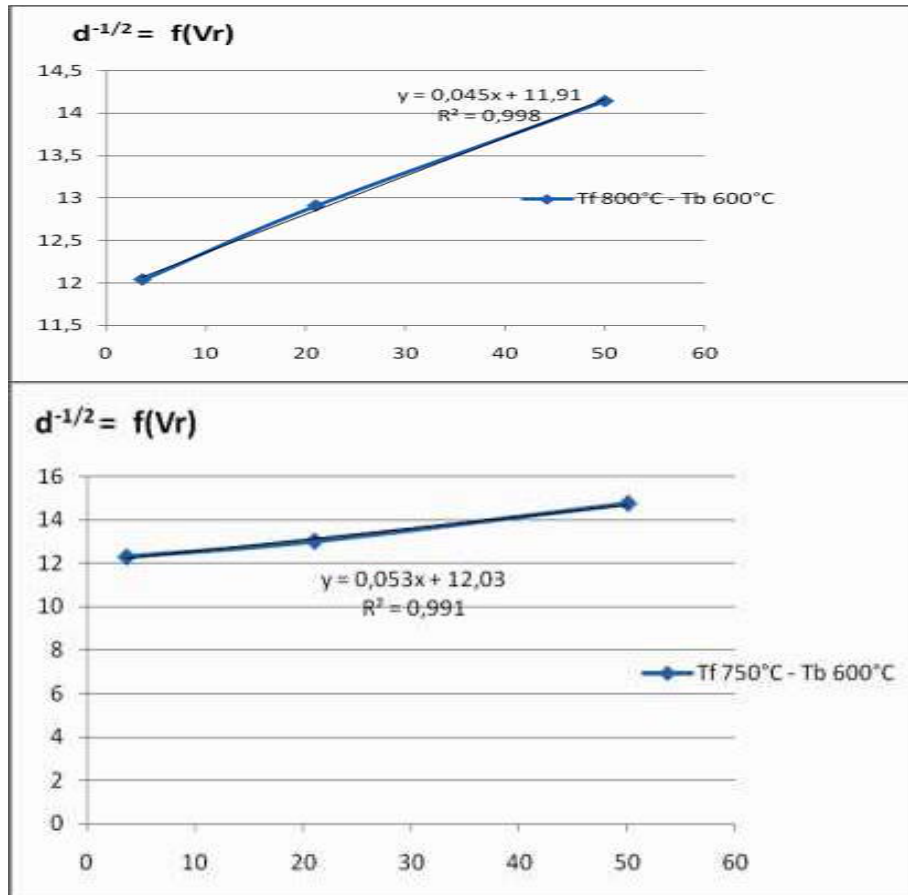
$$d^{-1/2} = a + bV_r \quad (IV.2)$$

Avec les coefficients de régression  $a = 11,9-12$  et  $b = 0,045-0,05$ .

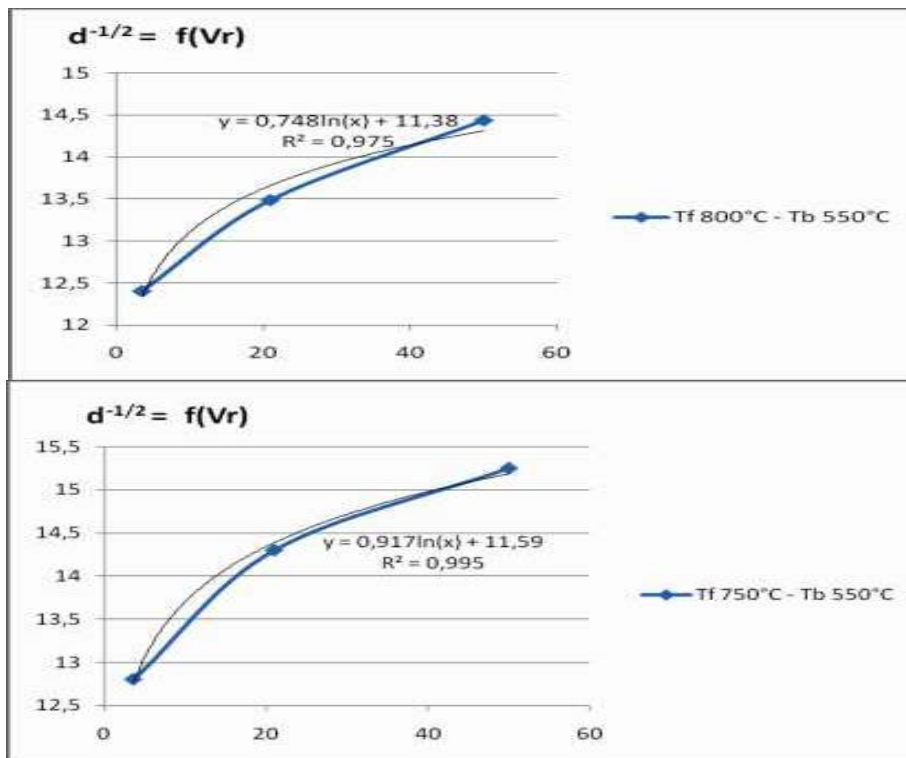
- Pour des températures de fin laminage (750 et 800 °C) à une température de bobinage de 550°C, la taille de grain suit l'équation à tendance logarithmique :

$$d^{-1/2} = c + d \ln V_r \quad (\text{IV.3})$$

Avec les coefficients de régression  $c = 11,3-11,5$  et  $d = 0,75-0,9$ .



**Figure IV.15** : Modélisation de l'évolution de la taille de grain en fonction des régimes de refroidissement imposés à différentes séquences de températures de laminage avec température de bobinage 600 °C de l'acier étudié



**Figure IV.16 :** Modélisation de l'évolution de la taille de grain en fonction des régimes de refroidissement imposés à différentes séquences de températures de laminage avec température de bobinage 550 °C de l'acier étudié

#### IV.2.2. Influence de la répartition des déformations sur la taille du grain ferritique final.

Les résultats obtenus ont montré l'effet d'un abaissement de la température de laminage amène un affinement du grain et augmente la consolidation de l'acier de base. Une vitesse de refroidissement élevée limite le grossissement des grains de ferrite au cours de la transformation et favorise l'obtention de grains ferritiques fins dans le produit final. Sur les trains à bandes, les différents facteurs que nous venons d'examiner ne peuvent être modifiés que dans des domaines assez étroits. De plus ces paramètres ne sont pas indépendants. Les résultats obtenus permettent cependant d'évaluer les variations que l'on peut espérer obtenir en modifiant ces paramètres du laminage au train à bandes. Une modélisation de l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la taille de grain ferritique a été établie en se basant sur la loi de Hall Petch (Fig. IV.17, IV.18, IV.19). Pour évaluer l'ordre de grandeur de la limite d'élasticité en fonction de l'ensemble des régimes de refroidissements, on peut ressortir le modèle empirique optimisé suivant [259] :

$$R_e = 15,5 + 329 d^{-1/2} \quad (\text{IV.4})$$

Pour une modélisation proche des conditions de refroidissement industrielles, nous nous limiterons à établir des équations pour le cas de l'eau pulvérisée et régime laminaire.

La forme de la loi de hall Petch se résume comme suit :

- Refroidissement à l'eau pulvérisée (avec un coefficient de détermination = 0,987) : Les coefficients de régression  $R_0 = 3393-441$  et  $K = 9,293-12,59$ .
- Refroidissement laminaire (avec un coefficient de détermination = 0,991) : Les coefficients de régression  $R_0 = 322,7-242$  et  $K = 12,7-15,5$ .

## Conclusion

Les essais de simulation que nous avons réalisés nous ont permis de préciser l'interprétation métallurgique du laminage au train à bandes des aciers microalliés au Nb-Ti-V. Nous avons pu évaluer de façon quantitative l'influence de la vitesse de refroidissement et de la température de bobinage sur les propriétés mécaniques finales. Cet effet systématique peut être attribué en une certaine partie à une réduction de la taille du grain ferritique dans les dernières passes. Les variations de la limite d'élasticité en fonction de la température de bobinage dans le domaine 550 à 600 °C sont presque du même ordre de grandeur pour l'ensemble des vitesses de refroidissement. On observe une certaine diminution de la limite d'élasticité quand la température de bobinage augmente. Dans tous les cas étudiés, nous avons pu observer que la taille du grain ferritique dépend de deux facteurs apparents à savoir la vitesse de refroidissement et la température de bobinage [262].

Par contre la ténacité est toujours améliorée par un affinement du grain provoqué par une réduction de la température de fin de laminage et/ou une augmentation de la vitesse de refroidissement [263-265].

Il est satisfaisant de constater que toutes ces observations obtenues par des moyens simulatifs s'avèrent en bon accord avec les observations industrielles. Ceci permettra, grâce à la meilleure compréhension des phénomènes métallurgiques ainsi acquise d'agir au niveau du processus industriel pour améliorer la qualité des produits. La proposition de modèles mathématiques va donner une bonne interaction entre les différents paramètres clés de laminage (déformation, température, refroidissement). L'établissement de modèles de refroidissement et de transformation permet d'optimiser la relation propriétés mécaniques/taille de grain ferritique du produit fini et la maîtrise du procédé de laminage à chaud des aciers microalliés au Nb-Ti-V.

# **CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES**

Cette étude a été une contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique à chaud des aciers à bas carbone microalliés au Nb-Ti-V. Par des essais expérimentaux de simulation incluant la dilatométrie-plastométrie, la torsion à chaud sous une gamme de vitesses de déformation et de températures et l'utilisation d'un laminoir pilote, le comportement rhéologique, et microstructural de ces aciers a été revu. Les résultats de ces investigations expérimentales ont fait ressortir l'influence notable des paramètres de déformation (vitesse de déformation, température) sur l'évolution de la structure et l'écoulement plastique associé qui sont indispensables pour simuler les séquences de laminage au niveau du procédé industriel. Le comportement de l'acier a été ainsi « modélisé » par une loi de comportement viscoplastique déduite d'essais de torsion tenant compte des effets du couplage thermique et mécanique sur l'évolution de la contrainte de déformation.

Les objectifs ont pu être atteints en résolvant les problématiques suivantes :

- Etude de la transformation de phases sans et avec déformation de l'austénite et établissement d'une partie du diagramme de transformation en refroidissement continu.
- Identification du comportement viscoplastique à chaud par des essais de simulation de torsion à chaud et ce par le suivi de l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction des paramètres déformation à savoir la température, la vitesse de déformation et l'énergie d'activation en passant par l'effet conjugué des coefficients d'écrouissage et de sensibilité à la vitesse de déformation selon les deux lois puissance et sinus hyperbolique.
- Détermination de la loi d'écoulement viscoplastique selon le modèle de «Hansel-Spittel», identification des coefficients de régression et simulation sur laminoir pilote de la loi d'écoulement proposée.
- Elaboration d'un modèle mathématique de prévision des propriétés intrinsèques à chaud en fonction des facteurs métallurgiques les plus influents.
- Essais sur laminoir pilote de laminage à chaud pour l'obtention des aciers HLE de grade supérieur à X60 tout en modélisant l'évolution microstructurale du grain ferritique tenant compte de l'effet de la vitesse de refroidissement et de la température de bobinage.

L'interaction des différents facteurs intervenant lors de la déformation à chaud ne pouvant se faire d'une manière dialectique, nous étions amenés à considérer des approches empiriques et analytiques pour le développement des modèles se basant sur des sous modèles postérieurs.

- Modèle de déformation en écoulement à chaud associé aux phénomènes physiques d'adoucissement,
- Modèle de refroidissement,
- Modèle des propriétés mécaniques.

Ainsi, sur la base des résultats globaux, il en ressort que nous avons contribué à instaurer une certaine méthodologie scientifique et technologique permettant le développement de nouveaux grades d'aciers HLE

Dans le même contexte et comme perspectives, les actions suivantes peuvent être menées :

- Réalisation des essais de simulation en compression à chaud sur la même nuance d'acier microallié au Nb-Ti-V.
- Proposition d'approches analytiques associées à la rhéologie en compression et en torsion à chaud (recristallisation dynamique et statique) sous l'effet simultané de la déformation et des vitesses de refroidissement rapides.
- Comparaison de ces résultats de simulation à chaud.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Anne Marie HABRAKEN, Modélisation du comportement, travail des matériaux Technique d'ingénieur 01/2012.
- [2] G. Murry, transformations dans les aciers, Matériau et technique Décembre 1977.
- [3] E. Desforges : Matériau et technique 12/77 p 43.
- [4] F. Le maître, Etude des transformations en refroidissement continu de l'alliage de titane TA6V, Mémoires et Etudes scientifiques, Revue de Métallurgie LXVII n°9, pp.563 -574, 1970.
- [5] J. Barralis, G. Maeder, Précis de métallurgie — Elaboration, structures-propriétés et normalisation, Nathan/Afnor, 1991 (ISBN 2-09-194017-8), p. 70-104, 125-127)
- [6] A. Coolen, M. Jeanneau (USINOR). " Le laminage contrôlé des tôles fortes" CIT- Revue de métallurgie (août/septembre 1980).
- [7] R. Lombry, C. Rossard, B.J. Thomas, Rapport IRSID, RE693 (1980), " Existence d'une température de transition ductile-fragile" 1980 Département de Métallurgie
- [8] J.M. Rodriguez-ibaha, I. Gutierrez, B. Lopez – Microalloying in Steels: Proceedings of International conference. San Sebastian Espagne (1998); Trans Tech Publications Ltd (1998).
- [9] H. De leiris. Ouvrage" Métaux et alliages". Tome I, édition Masson et Cie. 1971.
- [10] A. Le bon. " Aspects métallurgique du laminage à chaud". Mise en forme des métaux et alliage, chapitre XVII. Edition CNRS, 1976
- [11] A. Massip, L. Meyer (Thyssen stahl). " Influence de la composition chimique et des paramètres thermomécaniques sur les propriétés des bandes laminées à chaud en acier bainitique". CIT-revue de métallurgie (Avril 1987).
- [12] D. Adenis. "Précipitation et vieillissement". Techniques de l'ingénieur (M240-14, 1968).
- [13] M. Nabarro. "Dislocation theory and transient creep". Conférence sur la résistance des solides. (London, 1948).
- [14] T. Greday, M. Lamberigts. " Simulation du laminage contrôlé des aciers au carbone". CIT (Février 1972).
- [15] S. Ansell, F.V. Lenel " Critères de déformation des alliages à durcissement structurale". Acta Metallurgica (Septembre 1960).
- [16] L.Habraken, D. Coutsouradis. "L'amélioration de la résistance des matériaux : le durcissement par dispersion ". Publication ABEM (24 Mars 1966)
- [17] F.W.Christ. " Comparaison des paramètres dans la relation de HALL-PECH obtenus par différentes méthodes pour du fer de refusion de zone". Acta Metallurgica (Mai 1963)
- [18] W.E. Dukworth." Traitement thermomécanique des métaux". Journal of metals, août 1966
- [19] M. Civallero, C. Parrini. (Communication au congrès international scientifique et technologique sur la fonte et l'acier). " Laminage contrôlé d'aciers à dispersoïdes pour production de tôles moyennes et fortes à résistances et à ténacité élevées". CIT (Sept 1971).
- [20] A. Coolen, M. Jeanneau, J. liegeois, M. Poupon (USINOR). Fabrication de tôles à tubes jusqu'au grade 80 par laminage contrôlé terminé dans le domaine biphasé". Revue de métallurgie- CIT (juin 1982).
- [21] Texte USINOR-IRSID-Dilling, 4èmes journées internationales de sidérurgie, Octobre 1974, paru dans revue de métallurgie (AVRIL 1975).

- [22] A. Le bon. " Le laminage contrôlé des produits plats" Rapport IRSID RE 689 (Nov 1978).
- [23] W. Leslie, C.S. Walton, solution and precipitation of the structure of low carbon steel. Trans. ASM (1954) p1470
- [24] K.J. Irvine, F.B. Pikerling, T. Gladman. «Structure properties relationships in high strength micro-alloyed steels". Symposium micro-alloying 75, Washington.D.C Octobre 1975.
- [25] M. Poupon, C. Perdrix, D. Bridoux (USINOR), Y. Provou, (Vallourec). " Le laminage contrôlé des tubes à paroi épaisse". Revue de métallurgie-CIT (Octobre 1985).
- [26] R. Blondeau, G. Pont, B. Viellard-baron (Creusot-Loire), CIT (Septembre 1979).
- [27] G. Bernard, R. Bruyère, M. Grumbach : Évaluation des aciers à haute limite d'élasticité pour utilisation en chaudronnerie.Rev. de Métallurgie CIT, avril 1980.
- [28] Microalloyed HSLA Steels. Proceedings of Microalloying '88. World Materials congress. Chicago Published: ASM (1988).
- [29] E. Amoris, V. Debaillon-vesque : Fabrication et propriétés des produits en aciers : thermomécaniques. Soudage et techniques connexes, vol. 49 no 1/2, janv./fév. 1995.
- [30] R. Hubo, H. kügler, J. Madert : Les aciers thermomécaniques en construction navale. Soudage et techniques connexes, vol. 49, no 1/2, janv/fév. 1995.
- [31] ISO 3183:2007, Petroleum and natural gas industries—Steel pipe for pipeline transportation systems
- [32] A. Cornet, F. Hlawka : Ouvrage « Propriétés et comportement des matériaux. » Ellipses, 2006.
- [33] F. Dominique : Ouvrage « Essais mécaniques et lois de comportement ». Hermès science, 2001.
- [34] D. Francois, A. Pineau: Ouvrage Comportement Mécanique des Matériaux, Hermès, 1995.
- [35] G. Gary : Comportement des métaux à grande vitesse de déformation. Modélisation. Techniques de l'Ingénieur, traité Génie Mécanique version 2005.
- [36] ASM Handbook. Mechanical testing and evaluation, volume 10. 1990
- [37] E. Heripre : Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques des polycristallins et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement des matériaux métalliques. Thèse PhD Ecole Polytechnique, 2006.
- [38] J. Lemaitre, J.L Chaboche: Mécanique des matériaux solides - 2ème édition. Science Sup. Dunod 2000.
- [39] F. Montheillet, CH. Desrayaud, Essais rhéologiques à chaud. Technique de l'ingénieur [M 3 2009]
- [40] N. Vanderesse, C. Desrayaud, Mater. Science. Eng. A 476, pp. 322-332 (2008).
- [41] C. Rossard, B. Fazan : Comportement mécanique et métallurgique des aciers et de certains métaux en cours de déformation à chaud. Traitements thermomécaniques des aciers, Centre d'actualisation scientifique et technique, INSA, Lyon, p. 103-146 (97).
- [42] F. Moussy, P. Francios : Physique et mécanique de la mise en forme des métaux. Presses du CNRS (1990).
- [43] B. Baudelet: Mise en forme des métaux et alliages. Presses du CNRS (1976).
- [44] B. Dumanowski : Simulation de traitements thermomécaniques de l'alliage de titane Ti-6 % Al-4 % V dans le domaine biphasé. Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne 2001
- [45] L. Gavard : Recristallisation dynamique des aciers inoxydables austénitiques de haute pureté. Thèse, Ecole des Mines de Saint- Etienne (2001).
- [46] M. Poursinah, H. Ebrahimi, J. Parvizian: Flow stress behaviour of two stainless steels: An experimental-numerical investigation. Jour. of Mater. Proc. Techno.199, p 287 (2008).

- [47] D.S. Fields, W. Backofen: Determination of strain hardening characteristics by torsion testing. Proc. ASTM 57, p. 1259- 1272 (1957).
- [48] P. Baque, E. Felder : Mise en forme des métaux - Calcul par la plasticité, tome 2. 1990
- [49] C. Rossard : Méthodes expérimentales d'essais des matériaux à chaud, Technique de l'ingénieur janvier 2012.
- [50] P. Avenas, B. Baudalet, P. Parniere, A. Zaoui. ; Mise en forme des métaux et alliages, édition CNRS Paris septembre 1975. Métallurgie physique suisse ISBN 2-222-01917-6.
- [51] C. Rossard, Fazan : Comportement mécanique et métallurgique des aciers et certains métaux au cours de la déformation à chaud, Cahier CESSID, Edition 1968.
- [52] Le Maître : Modèles rhéologiques et lois d'écoulement, mise en forme des métaux et alliages. CNRS (1985).
- [53] Ouvrage, recueil d'articles CNRS 1976 : Mise en forme des métaux et alliages édition 1976.
- [54] F. Montheillet : Métallurgie en mise en forme à chaud Technique de l'ingénieur [M 3 030] (2008).
- [55] M. Sellars, W.J Mc G. Tegart, La relation entre la résistance et la structure dans la déformation à chaud. Mém. Sci. Rev. Métall., 68, p. 731-746 (1966).
- [56] E. Felder : Plasticité en mise en forme. Comportement rigide plastique Technique de l'ingénieur [M 3 003] (2007).
- [57] F. Montheillet : Essais rhéologiques à chaud Technique de l'ingénieur [M 3 009] 2006
- [58] S. Berveiller, A. Zaoui : Modélisation de la déformation plastique des polycristaux. Technique de l'ingénieur [M 48] (1997).
- [59] A. Hensel, T. Spittel: Kraft-und Arbeitsbedarf bildsamer Formgebungsverfahren. VEB Deutscher Verlag furrure Grundstoffindustrie Leipzig, 1978.
- [60] A. Hensel: Technologie der Metallformung-Eisen-und Nichteisenwerkstoffe. Dt. Verl. Grundstoffind furrure, 1990. ISBN 3-342-00311-1.
- [61] J. Jonas, Dynamic recrystallization scientific curiosity or industrial tool Mat. Sci. Eng., A184, p. 155-165 (1994).
- [62] H.McQueen, J. Jonas, Recovery and recrystallization during high temperature deformation, Treatise on Materials Science and Technology, Plastic Deformation of Materials, Academic Press, vol. 6, p. 393-493 (1975).
- [63] A. Laasraoui, Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates. Metall. Trans., A22, p. 1545-1558 (1991).
- [64] D. François, A. Pineau, Comportement mécanique des matériaux. Hermes, Paris, vol. 1, 508 p. (1991).
- [66] F. Montheillet, J. Jonas, Recrystallization, Dynamic. : Encyclopedia of Applied Physics, VCH Publishers, Brooklyn, USA, vol. 16, p. 205-225 (1996).
- [67] R. Petkovic, Can Met Quant 14, 1975 p 137.
- [68] M.J. Witton, Act Metall 28- 1980 p 729.
- [69] D. Berdjane, S. Tlili, R. Benchouieb, G. Goldhahn : Rapports techniques des travaux expérimentaux pour l'optimisation des propriétés mécaniques Sider lors du laminage à chaud des aciers microalliés, DRA Algérie/Freiberg Allemagne, 1998-2000.
- [70] Dossier technique des pratiques standards de l'acier de grade X60, LAC/Sider 2000.
- [71] R. Quatremer, J. P. Trotignon : Précis de métallurgie, élaboration et normalisation, 5ème édition, 1997.

- [72] J. Defourney, A. Bragard : Influence des facteurs métallurgiques sur la ténacité des aciers pour tubes, Centre de recherche métallurgique, 1985.
- [73] C. M.Sellars, Modelling of Structural Evolution During Hot Working Processes, Proc. 7<sup>th</sup> Ris. Int. Symp. on Metallurgy and Materials Science, Roskilde Denmark (1986).
- [74] C.M.Sellars, J.J Jonas,. 1992, Physical and Computer Modelling of the Thermomechanical Processing of Steels. Proc. 10th PTD Conf., 447-451.
- [75] J.J Jonas, T. Sakai., 1984, A New Approach to Dynamic Recrystallization in Deformation. Processing and Structure, Ed. G.Krauss. American Society for Metals Metals Park, OH, 185-230.
- [76] A.J. DeArdo, 1990, Modelling of Deformation Processing: Wonderful Tool or Wishful Thinking, Proc Int Symp. Mathematical Modelling of Hot Rolling of Steel, Hamilton, Canada, Ed S Yue, CIMM, 220- 238.
- [77] J.G. Lenard, Mathematical and physical simulation of hot rolled products, Elsevier 1999.
- [78] C.P. Reip a. and al, High strength microalloyed C-Mn(V-Nb-Ti) and C-Mn(V-Nb) pipeline steels processed through CSP thinslab technology: Microstructure, precipitation and mechanical properties. Materials Science and Engineering A 424 (2006)307–317.
- [79] Ad. Bakkaloglu, Effect of processing parameters on the microstructure and properties of an Nb microalloyed steel, Materials Letters 56 (2002) 263– 272.
- [80] BL. Bramfitt, AO Benschoter, Metallographer's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels, ASM Intl., 2002, P233-236.
- [81] Kawalla, R.; Kl.-P. Erkel; G. Goldhahn; High Strength Stainless Steels manufactured by Temperature Controlled Rolling in Vortrag THERMEC 2003; Madrid, Spanien; 2003.
- [82] D. Siodlak, U. Lotter, R. Kawalla, G. Paul; determination and modelling of the influence of cooling in the coil on the mechanical properties of hot strip steels with bainite, steel research international 76; 11; S. 815 – 821; 2005.
- [83] S.K. Maity, N.B. Ballal, G. Goldhahn, R. Kawalla; Development of low alloy ultra high strength steel, Ironmaking and Steelmaking; 2008. P100
- [84] Dissolution and Precipitation Kinetics of Nb(C,N) in Austenite of a Low-Carbon Nb-Microalloyed Steel, The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International 2009
- [85] M. Shaban, B. Eghbali, Determination of critical conditions for dynamic recrystallization of microalloyed steel: Materials Science and Engineering A 527 (2010) 4320–4325.
- [86] L. Liang-yun and all: Dynamic and Static Recrystallization Behavior of Low Carbon High Niobium Microalloyed Steel, journal of iron and steel research international 2011, 18(1): 55-60, ScienceDirect.
- [87] H. Mirzadeh, J.e Maria Cabrera, A.S Najafizadeh: Constitutive relationships for hot deformation of austenite, Acta Materialia 59 (2011) 6441–6448.
- [88] S. Chekroud : Thèse de magister Département de physique, université Mentouri Constantine Algérie 1983
- [89] D. Berger : Dilatométrie appliquée l'étude des aciers Edition DUNOD 1999.
- [90] A. Constant, G. Henry: Principes de base des traitements thermiques thermomécaniques et thermochimiques des aciers - - PYC Edition, Revue de traitement thermique 1980 p102
- [91] Y. Desalos: Deuxième colloque de la métallurgie spéciale 137, 1981 France.
- [92] D.S. Fields, W. Backofen: Determination of strain hardening characteristics by torsion testing. Amer. Soc. Test. Met., 57, 1270, 1957.
- [93] Mc Queen H.J., J.J. Jonas Plastic déformation of materials.Academic Press, INC PP 399-493 (1975).

- [94] G. Glover, C.M. Sellars, Recovery and recrystallization during high temperature deformation of  $\alpha$ -iron Metal Trans 4 p 765 1973-7
- [95] F. Montheillet, Comportement mécanique et structural des matériaux à forte énergie de défaut d'empilement sous grande déformation à chaud", Les traitements thermomécaniques, 24<sup>me</sup> colloque de métallurgie de l'INSTN, Saclay, juin 1981, (éd. P. Costa et al.), 57-70.
- [96] W. Roberts, B. Ahlblom: Deformation, Processing and Structure Acta Metall 26 p 801 1978
- [97] H. Boden, B. Ahlblom, Dynamic recrystallization kinetics, Metal sci 13, 195, 1979 DOI: 10.1179/msc.1979.13.3-4.195
- [98] J.K.Solberg, H.J. McQueen, E. Ryumn, Influence of ultra heigh strains at elevated temperatures on the microstructures of Aluminium. Part I. Phil. Mag., A60 447 (1989).
- [99] G.J. Richardson, M. Sellars: Acta metallurgica, 14, Oct 1969.
- [100] D. Dajno, Rhéologie globale et structurale des alliages de titane TA6V et BETACEZ dans les domaines [alpha] + [beta] et [beta], Thèse de doctorat Ecole nationale de Saint Etienne juillet (1991).
- [101] S.F Médina, C.A Hernandez, Modélisation mathématique des courbes contrainte-déformation des aciers. Application au calcul des forces de laminage à chaud. MES.Rev; MET p. 217 Avril (1992).
- [102] Anthony and al, Basic Metals Processing Research Institute, Department of Materials Science and Engineering, University of Pittsburgh, Pittsburgh, PA 15261, USA, 2001).
- [103] M.J. Lutton, C.M. Sellars, Acta Metallurgica 1033/1969.
- [104] B. Bouzaabata, A. Darsouni. F. Montheillet, Deformation behaviour of microalloyed steel, Anal Chim 1994.
- [105] J.P. Poirier, Plasticité à haute température des solides cristallins, Edition Eyrolles 1976.
- [106] C.C Chêne, J.E. Coyne, Metal Transaction, p 1951, 1976
- [107] Mc Queen, J.J Jonas.: Mise en forme des métaux et alliages; B Baudelet, Edition CNRS.PIOOO, (1976).
- [108] R. Ebrahimi, SH. Zahiri, A. Najafizadeh (2006), J. Mat. Pro. Technol., p 301-305.
- [109] S. Hong Min, J. Ho Moon, Hot Workability of High Strength Low Alloy Steels, World Academy of Science, Engineering and Technology 73-2013.
- [110] C. Rossard et P. Blain, Rev. Met.3 p 285 1995.
- [111] L.W.Meyer, A.Weise, F.Hahn: Comparison of constitutive flow curve relations in cold and hot forming. J. Physique IV 7 (C3), 13–20 (1997).
- [112] J. Matja, A. Bator : Mechanical behaviour of hot and warm formed microalloyed steels. .Journal of Materials Processing Technology, Vol. 125-126, pp. 77-83, 2002.
- [113] A. Laasraoui, J.J. Jonas, Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates. Metallurgical Transactions A, Vol. 22A, pp. 1545-1558, 1991.
- [114] P. Thibaux, Comportement mécanique des aciers mis en forma à chaud et à mi-chaud, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2001.
- [115] A. Adine, les outils de simulation par torsion à chaud Rapport CESSID IRSID 1989.
- [116] A. Le Bon, the hot torsion testing, application to the simulation and modelisation, Congrès thermec japan 1989.
- [117] A. Belkebir, Rhéologie des alliages de fer pur. Lois de comportement à chaud avec recristallisation dynamique Thèse de doctorat ENSME juillet 1994
- [118] J.G. Malcor, F. Montheillet, Behavior of the titanium alloy Ti6%, Al4% under Hot forging Conditions, Mémoires et études scientifiques de la revue de métallurgie, vol.80, pp.89-101, 1983.

- [119] M.Y. Perrin, Y Combres., C. Levailant et .F. Montheillet : Metall and Mater. Sci 1981, Mem Sci Rev Metall, 78 (1981) 309 (in French) [120] M. Sellars, W.J McG. Tegart Revue de métallurgie 9, p731 1966
- [121] J.J Jonas, M .Sellars, W.J. McG. Tegart Metall Reviews p1 1969
- [122] A. Al Omar, J.M. Cabrera, J.M Prado, Comportement d'un acier microallié à teneur moyenne en carbone lors d'un processus de mise en forme à chaud, Revue de Métallurgie. Cahiers d'informations techniques, Vol. 95, n. 5, pp. 589-597, 1998.
- [123] A. Hensel et T. Spittel: Kraft-und Arbeitsbedarf bildsamer Formgebungsverfahren. VEB Deutscher Verlag fourrure Grundstoffindustrie Leipzig, 1978.
- [124] A. Hansel, Technologie der Metallformung-Eisen-und Nichteisenwerkstoffe. Dt. Verl. Grundstoffind fourrure, 1990. ISBN 3-342-00311-1.
- [125] A. Hansel, P. Poluchin, Technologie der Metallformung Eisen und Nichteisenwerkstoffe. Deutscher , Leipzig, 1990.
- [126] T. Spittel; METAL 2000, 9th Int. Metal. Conf., (2000) Ostrava.
- [127] J.H. Schmitt, P. Fabregue, B.J. Thomas, Recristallisation Dynamique dans les aciers journal de physique IV Colloque C3, supplément au Journal de Physique III, Volume 5, avril 1995
- [128] L.W. Meyer, A. Weise, F. Hahn, Comparison of Constitutive Flow Curve Relations in Cold and Hot Forming, J, PHYS IV FRANCE 7 (1997)
- [129] J., Wang' , J.Chen, Z.Zhao, X.Y.Ruan, 2006, "Modeling of Microstructural Evolution in Microalloyed Steel During Hot Forging Process", Acts Metall. , Vol. 19 No.4, pp. 279-286.
- [130] M. Liqiang, L.Zhenyu, J.Sihai, W.Xiangqian, 2008, "Dynamic Recrystallization Behaviour of Nb-TiMicroalloyed Steels", Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed., Vol. 23, pp. 551-557.
- [131] O. Lurdos, Lois de comportement et recristallisation dynamique: approches empiriques et physiques; Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne-INPG, Saint-Etienne, France (2008).
- [132] M.Spittel, Computerintegrierter Torsionsversuch, Wiss. Jahresbericht Institut fur Metallformung TU Bergakademie Freiberg 1994.
- [133] A. Hensel, T. Spittel, Kraft- und Arbeitsbedarf bildsamer Formgebungsverfahren, VEB Deutscher Verlag Grundstoffindustrie Leipzig:, 1978.
- [134] T. Spittel, S M. Spittel, Moglichkeiten und Grenzen der Kennwertbestimmung und -modellierung bei Warm und Kaltumformung, Proceed. MEFORM 1998, paper 4, p. 1–20.
- [135] T. Spittel, M. Spittel, Neue Hutte 36 (1991)9, S. 329–335.
- [136] M. Spittel, T: Spittel: Fließspannung und Umformvermogen einiger Stahl Unpublished report Institut fur Metallformung TU Bergakademie Freiberg, Marz 1992.
- [137] D. Berdjane, S. Tlili, R. Benchouieb, G. Goldhahn, Rapports techniques des travaux expérimentaux pour l'optimisation des propriétés mécaniques Sider lors du laminage à chaud des aciers microalliés, DRA Algérie/Freiberg Allemagne, 1998-2000.
- [138] D. Berdjane, Diagnostic, état des lieux et pratique standard de laminage de l'acier de grade X60, Laminoir à chaud LAC/Sider 1999-2000.
- [139] A. Bakkaloglu, Effect of processing parameters on the microstructure and properties of an Nb microalloyed steel, Materials Letters 56 (2002) 263– 272.

- [140] C.P. Reip and al, High strength microalloyed C-Mn(V-Nb-Ti) and CMn(V-Nb) pipeline steels processed through CSP thinslab technology: Microstructure, precipitation and mechanical properties. *Materials Science and Engineering A* 424 (2006) 307–317.
- [141] R.Kawalla, P. Erkel; G. Goldhahn; High Strength Steels manufactured by Temperature Controlled Rolling in Vortrag THERMEC 2003; Madrid, Spanien; 2003.
- [142] A.K. Sinha, Physical metallurgy of microalloyed high strength low alloy steels, Proceedings of the Emerging Technologies for New Materials and Product-Mix of the Steel Industry, Cincinnati, OH, 1991, pp. 195.
- [143] J. Defourney, A. Bragard : Influence des facteurs métallurgiques sur la ténacité des aciers pour tubes, Centre de recherche métallurgique, 1985 p50.
- [144] R. Quatremer, J. P. Trotignon : Précis de métallurgie, élaboration et normalisation, 5ème édition, 1997.
- [145] R. Petrov, L. Kestens, Y. Houbaert. Characterization of the microstructure and transformation behaviour of strained and non strained austenite in Nb-V-alloyed C-Mn steel. *Materials Characterization* 53 (2004) 51– 61
- [146] D. Siodlak, U. Lotter, R. Kawalla, G. Paul; determination and modelling of the influence of cooling in the coil on the mechanical properties of hot strip steels, *steel research international* 76; 11; S. 815 – 821; 2005.
- [147] Metals & Materials Society and ASM International 2009, Dissolution and Precipitation Kinetics of Nb(C,N) in Austenite of a Low-Carbon Nb-Microalloyed Steel, the Minerals,
- [148] Y. Shunfa, C. Gouping, C. Meifang, HSLA steel metallurgy and applications, Int. Conf. on HSLA Steels, ASM, Metals Park, OH, 1986, p 213.
- [149] Standart API 5L, Specification for Line Pipe, ANSI/API specification 51 forty-fourth edition, october 1, 2007effective date: october 1, 2008 errata, january 2009, addendum, february 2009
- [150] J.G. Lenard, Mathematical and physical simulation of hot rolled products, Elsevier 1999.
- [151] S.K. Maity, N.B. Ballal, G. Goldhahn, R. Kawalla; Development of low alloy ultra high strength steel, *Ironmaking and Steelmaking*; 2008.
- [152] M. Cöl, Ö.Baydar, S. Karagöz, F. Ala: Recent Developments in the Production of the microalloyed Steels Turkey, *International Symposium Modern LC Vol 2*. 2002.
- [153] Hulka K, Heisterkamp F. Development trends in HSLA steels for welded constructions. *Mater Sci Forum* 1998; 284:343–50.
- [154] W. Lehnert et all, *ISIJ International* 1995 Vol 35 N°9 p1100.
- [155] O. Kwon, *ISIJ International* 1992 Vol 32 N°3.
- [156] J. Andorfer, *Revue métallurgique CIT* 7-8/1998 p 883.
- [157] Grain Monitor, *Technical Innovation, MPT International* 2/2000.
- [158] C. Zener, J.H. Hollomon, *Journal Appli ; phys* 1944, 15, p22
- [159] J. Jonas, C.M Sellars *Rev Met* 14 1969, 1
- [160]C.M.Sellars, Proc. 7th Riso Internat.Conf.on "Annealing.Processes-Recovery, Recrystallisation, and Grain Growth", ed.N.Hansen et al., Riso National Lab., Roskilde, Denmark, 1986, P.167.
- [161] M. Avrami, *J. Chem. Phys.* 7, (1939) 1103, Kinetics of Phase Change. General Theory <http://dx.doi.org/10.1063/1.1750380>
- [162] W. A Johnson, R. F. Mehl, *Trans. Metall. Soc. AIME* 135, (1939) 416
- [163] A. Kolmogorov., *Izv. Akad, Nauk. USSR Ser. Mat.* 1, (1937) 355
- [164] P. A., Beck, P. R. Sperry, *Trans. AIME* 180, (1949) 240

- [165] J.G. Lenard, Mathematical and physical simulation of hot rolled products, Elsevier 1999. Release Date: 05 Jul 1999, Imprint: Elsevier Science, Print Book ISBN : 9780080427010 , eBook ISBN : 9780080525686, Pages: 376
- [166] U. Kocks, H. Mecking, strength of metals, pergamon press oxford 1979.
- [167] H Mecking. U Kocks, Kinetics of flow and strain hardening Acta Metall. 29(11), 1865, (1981)
- [168] H.J. McQUEEN, Metal forming: industrial, mechanical, computational and microstructural (Keynote, Asia Pacific Conf. Mat. Proc.), J. Mat. Proc. Tech., 37,(1993), 3-36.
- [169] E. I Poliak, J. Jonas, "Initiation of Dynamic Recrystallization in Constant Strain Rate Hot Deformation", ISIJ International, Vol. 43. pp. 684-691 2003.
- [170] M.J afari and A.Najazadeh, comparison between the Methods of Determining the Critical Stress for Initiation of Dynamic Recrystallization in 316 Stainless Steel, J. Mater. Sci. Technol., Vol.24 No.6, 2008.
- [171] H. Mirzadeh, A. Najafzadeh, Flow stress prediction at hot working conditions, Materials Science and Engineering A 527 (2010) 1160–1164
- [172] C. M., Sellars, Modelling of Structural Evolution during Hot Working Processes, Proc. 7<sup>th</sup> Ris. Int. Symp. On Metallurgy and Materials Science, Roskilde Denmark (1986).
- [173] C. M. Sellars, J.A. Whiteman, "Recrystallization and Grain Growth in Hot Rolling" in
- [174] C.M. Sellars, Proc.7th Riso Internat.Conf.on''Annealing Processes-Recovery, Recrystallisation, and Grain Growth'', ed.N.Hansen et al., Riso National Lab., Roskilde, Denmark, 1986, P.170.
- [175] A Laasraoui, J.J. Jonas, computer modelling of temperature, flow stress and microstructure during the hot rolling of steels, ISIJ 13, 1995
- [176] H. Yada and T. Senuma: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, 1986, vol. 27, p. 34.
- [177] J. Kuziak R., Matematyczne modelowanie zmian mikrostrukturalnych podczas nagrzewania, przeróbki cieplno-plastycznej i chłodzenia stali perlitycznych, Prace IMŻ, 2, 1997, 3-54
- [178] Hodgson, P. D., Gibbs, R. K., A Mathematical model to Predict the Mechanical Properties, ISIJ International, 32. (1992) 12, 1329-1338.
- [179] P.D, Hodgson, Models of recrystallisation behaviour C-Mn and Nb microalloyed steels, Mat. Forum 17, 403, 1993
- [180] J Kusiak, R Kawalla, M Pietrzyk, H Pircher, Inverse analysis applied to the evaluation of material parameters in the history dependent flow stress equation in hot forming of metals Journal of materials processing technology 60 (1), 455-461
- [181] C.M. Sellars, J.J.Jonas, 1992, Physical and Computer Modelling of the Thermomechanical Processing of Steels. Proc. 10th PTD Conf., 447-451.
- [182] J. E., Bailey, Phil. Mag. 5, (1960) 833-842
- [183] J. E Bailey., P. B. Hirsch, Proc. Roy. Soc. A 267, (1962) 11-30
- [184] G. J. Richardson, C. M. Sellars, W. J. McG. Tegart, Acta metall. 14, (1966) 1255-1236
- [185] T. Sakai J.J. Jonas, 1984, A New Approach to Dynamic Recrystallization in Deformation. Processing and Structure, Ed. G.Krauss. American Society for Metals Metals Park, OH, 185-230.
- [186] S. Nanda, M. Kitamura, Prediction of Microstructure Distribution in the Through-thickness Direction during and after Hot Rolling in Carbon Steels , ISIJ Inter 377, 1992 DOI:10.2355/isij international.32.377

- [187] J.E Burke, Progress in Metal Physics, 1952 3: p. 220-292. [3] Cotterill, P. and P.R. Mould, Recrystallization and Grain Growth in Metals. 1976, London: Surrey University. [188] M.J. Lutton, C.M Sellars, "Dynamic Recrystallization in Ni and Ni-Fe Alloys. During High Temperature Deformation", *Acta Metall.*, 17 (1969).
- [189] W. Lehnert, N. D. Cuong, Integrated Model for Calculating Microstructural and Forming Parameters of Steel during Rolling in Continuous Mills, ISIJ Int. Vol. 35, pp. 1100-1108 (1995).
- [190] H. Mecking, G. Gottstein, Recrystallisation of Metals, Editeur f. Haessner, 1978, 195.A.
- [191] F. Hensel, P. Poluchin, Technologie der Metallformung Eisen und Nichteisenwerkstoffe. Deutscher, Leipzig, 1990.
- [192] S-H.Cho, J. J Jonas, "Mathematical Modeling of the Recrystallization Kinetics of Nb Microalloyed Steels" ISIJ International, Vol. 41, pp. 766-773. 2001.
- [193] S. F. Medina, C. A. Hernandez' modelling of the dynamic recrystallization of austenite in low alloy and microalloyed steels, Acta Mater. Vol. 44, No. 1, pp. 165-171, 1996 Elsevier Science.
- [194] R. Ebrahimi and al, Mathematical modelling of the stress-strain curves of Ti-IF steel at high temperature, Journal of Materials Processing Technology 171 (2006) 301-305.
- [195] P. Opěla, I. Schindlerl, hot flow stress models of the steel C45, issn 0543-5846, metabk 54(3) 469-472 (2015)
- [196] I. Mejía, G. Altamirano and al, Modeling of the Hot Flow Behavior of Advanced Ultra-High Strength Steels microalloyed with boron, Materials Science & Engineering A, 610 (2014).
- [197] M. Shaban, B. Eghbali, Determination of critical conditions for dynamic recrystallization of a microalloyed steel, Materials Science and Engineering A 527 (2010) 4320-4325.
- [198] M. Opiela, W. Ozgowicz, Effects of Nb, Ti and V on recrystallization kinetics of austenite in microalloyed steels, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering Vol 55 Issue 2 December 2012.
- [199] P M. Shaban and B. Eghbaliy, Characterization of Austenite Dynamic Recrystallization under Different Z Parameters in a Microalloyed Steel, J. Mater. Sci. Technol., 2011, 27(4).
- [200] G. Chun, critical strain for dynamic recrystallization during the constant strain rate hot deformation of Nb steels, Department of Mining, Metals and Materials Engineering McGill University, Montreal, Canada, August 2004.
- [201] G. R. Ebrahimi, H. Arabshahi, Hot deformation behavior of Nb-V microalloyed steel, Journal of Mechanical Engineering Research Vol. 2(5), pp. 92-96, October 2010.
- [202] C.M.Sellars, Proc.7th Riso Internat.Conf.on "Annealing Processes-Recovery, Recrystallisation, and Grain Growth", ed.N.Hansen et al., Denmark, 1986, P.167.
- [203] C. Y. Liu, R. J. Zhang and Y. N. Yan, Hot deformation behaviour and constitutive modelling of P92 heat resistant steel, Materials Science and Technology 2011 VOL 27/8.
- [203] X. He, Z. Yu and X. Lai, A method to predict flow stress considering dynamic recrystallization during hot deformation', Comput. Mater. Sci., 2008, 44, 760-764.
- [204] R. Barbosa, D.B. Santos, Precipitation Phenomena; Deformation and Aging (Conf. Proc.) Chicago Illinois USA 24-30, sept 1988, P.19-24.
- [205] S. Akta, Ph.D Thesis, Univ.of Sheffield, 1989.
- [206] G.Glover, C.M.Sellars, Metall.Trans. 1972, 3, P.2271.
- [207] R. Barbosa, C.M.Sellars, Materials Science, Forum, 1993, 113-115, P.461.

- [208] R. Ebrahimi ; E. Shafiei, Mathematical Modeling of Single Peak Dynamic Recrystallization Flow Stress Curves in Metallic Alloys, Recrystallization, Prof. Krzysztof Szwertnia (Ed.), ISBN: 978-953-51-0122-2 (2012).
- [209] A. Perlade, R. Jacolot, A new flow behaviour model for the austenite at high temperature, *Revue de Métallurgie* 110, 429–431 (2013) EDP Sciences, 2014
- [210] Davenport, S.B., Silk, N.J., Sparks, C.N. and Sellars, C.M., “Development of constitutive equations for modelling of hot rolling”, *Materials Science and Technology*, Vol16, p.539. 2000,
- [211] R. E. Lino and al, constitutive modeling of stress-strain curves of hot deformed if austenite, *Proceedings of COBEM 2005 18th International Congress of Mechanical Engineering* Copyright © 2005 by ABCM November 6-11, 2005, Ouro Preto, MG
- [212] Elieta Kalinowska-Ozgowicz, Wojciech Wajda, Wojciech Ozgowicz, mathematical modelling and physical simulation of the hot plastic deformation and recrystallization of steel with micro-additives, *Materiali in tehnologije / Materials and technology* 49 (2015) 1, 69–74.
- [213] F. William Hosford, *Mechanical Behavior of Materials*, University of Michigan, Cambridge University Press 2005.
- [214] R.A. Grange, Microstructural alterations in Iron and Steel During Hot Working, paper presented to Ninth Ordnance Corps Sagamore Research Conference, Raquette Lake, N.Y., August 28-31, 1962.
- [215] D.G. Towel, T. Gladman, static recrystallisation of steel, 1979, *Met.Sci.*, 13, 246.
- [216] S. Akta, Steel recrystallisation Ph.D Thesis, Univ.of Sheffield, 1989.
- [217] C. Roucoules, Dynamic and metadynamic recrystallization in HSLA steels, department of mining and metallurgical engineering mcgill university montreal, canada, august 1992.
- [218] S. L. Semiatin, measurement and interpretation of flow stress data for the simulation of metalforming processes, processing section metals branch T. Altan the ohio state university january 2010.
- [219] Q. Guo-Zheng, Characterization for Dynamic Recrystallization Kinetics Based on Stress-Strain Curves, Additional information is available at the end of the chapter [dx.doi.org](#), 2013.
- [220] S. Gourdet, F. Montheillet, "a model of continuous dynamic recrystallization"; *Acta Mater.* .51, pp. 2685 (2003).
- [221] J. Ignacio Verdeja, M. J Quintana et all, microstructural changes of a construction steel caused by hot deformation, *Materials Science and Technology (MS&T) 2013*, October 27-31, 2013, Montreal, Quebec, Canada.
- [222] R. Kawalla, G., Bubeck, Integrated continuous computer simulation of materials processing in the course of hot and cold strip production *Technische Universität Bergakademie Freiberg, Institute of Metal Forming 09596 Freiberg*, 2001.
- [223] Spécifications techniques des aciers destinés pour pipeline, 2013, Norme API 5L et ISO 3183.
- [224] A. Hensel, A., Lehnert, W., Spittel, T. und Spittel, *Technologie der Metallformung – Eisen- und Nichteisenwerkstoffe*, *Deutscher Verlag für grundstoffindustrie*, Leipzig, deutschland S.19-64. (1990)
- [225] W. Rohde, H. Wladika, Entwicklung der Anlagentechnik für die Warmbreitbanderzeugung der Zukunft, *Stahl und Eisen* 111 (1991) 49 Nr. 1, S. 47/61.
- [226] H. De Boer, Th. Heller, B. Müsgen, Erfahrungen mit dem normalisierenden Walzen von Warmbreitband. *Stahl und Eisen*. 111, 1991, N° 5, s. 45-50

- [227] M. Koschlig, R. Kaspar, C. Lang, Einfluß der Warmumform- und Abkühlbedingungen von Warmband auf das Umwandlungsverhalten perlitischer Stähle zum Kaltumformen; Wissenschaft, Forschung und Entwicklung; Kommission der Europäischen Gemeinschaften [Technische Forschung Stahl] D E 1991 DE : 91, 1, 111
- [228] R. Kaspar, C. Lang, Stahl und Eisen 5 (1991) 75; Schnabel, Chwaab, Arch. Eisenhüttenwesen, (1976) 9
- [229] C. Brock, E. Hornbogen, and P. Stratmann. Arch eisenhüttenw 47, 513 (1976).
- [230] M. Cöl, Ö.Baydar, S. Karagöz, F. Ala, Recent developments in the production of the microalloyed Steels, Turkey, Int. Sympos. Modern LC 2 (2002)
- [231] R. Kaspar, Advanced Metallic Structural Material, Steel Reseach. 74 N°5 (2003) 318-326
- [232] A. Bakkaloglu, Effect of processing parameters on the microstructure and properties of an Nb microalloyed steel. Materials Letters 56 (2002) 263– 272 Mater. Lett. 56 (2002) 263-272
- [233] G.R. Speich, in: A.R. Marder, J.I. Goldstein (eds.), Proc. Int. Conf. on Phase Transformation in Ferrous Alloys TMS-AIME, Warrendale, PA, 1984, pp341-389
- [234] A. Sandberg, W. Roberts, in: A.J. De Ardo, G.A. Ratz, P.J.Wray (Eds.), Conf. Proc. TMSAIME, Warrendale, USA, 1982, pp. 405-431
- [235] A.K. Sinha, Physical metallurgy of microalloyed high strength low alloy steels, Proceedings of the Emerging Technologies for New Materials and Product-Mix of the Steel Industry, Cincinnati, OH, 1991, pp. 195
- [236] Y. Shunfa, C. Gouping, C. Meifang, HSLA steel metallurgy and applications, Int. Conf. on HSLA Steels, ASM, Metals Park, OH, 1986, pp. 213-218
- [237] M. Olasolo, P. Uranga, J.M. Rodriguez-Ibabe, B. López, Effect of austenite microstructure and cooling rate on transformation characteristics in a low carbon Nb–V microalloyed steel Materials Science and Engineering A 528 (2011) 2559–2569
- [238] P. Fabrègue, Technique de l'ingénieur Métallurgie du laminage à chaud, Direction Développement Produit Usinor Packagin 2006
- [239] J. Calvo et al., Classical controlled rolling of low C steels microalloyed with Ti and Mo, IJMR, MK111062 – 26.2.14/stm media köthen 2014
- [240] A. Ghosh, S. Das, S. Chatterjee, B. Mishra, P. Ramachandra, Influence of thermo-mechanical processing and different post-cooling techniques on structure and properties of an ultra low carbon Cu bearing HSLA forging, Materials Science and Engineering A348 (2003) 299-308.
- [241] D.K. Matlock, G. Krauss, J.G. Speer, Microstructures and properties of direct-cooled microalloy forging steels, Journal of Materials Processing and Technology 117 (2001) 324-328. [242] P. Skubisz, H. Adrian, Controlled cooling of drop forged microalloyed-steel automotive crankshaft, Archives of Metallurgy and Materials 56/1 (2011) 93-107.
- [243] R. Petrov, L Kestens, Y. Houbaert, Characterization of the microstructure and transformation behaviour of strained and non strained austenite in Nb–V-alloyed C–Mn steel. Materials Characterization 53 (2004) 51– 61
- [244] K. Hulka, F.Heisterkamp Development trends in HSLA steels for welded constructions. Mater Sci Forum 1998; 284:343–50.
- [245] D. Vito. , F. Heisterkamp, K.Hulka, N.Pagnone, L. Rizzi (1995). From standard production X70 towards the development of X80. In : Second International Conference on Pipeline Technology, vol. 2, pp 565-579, Ostend.

- [246] D. P. Fairchild, M. L. Macia, S. D. Papka, C. W. Petersen, J. H. Stevens, S. T. Barbas, High Strength Steels - Beyond X80, Proceedings of the international Pipe Dreamer's Conference, Yokohama, Japan, ed. M. Toyoda et R. Denys, 307-322, 2002
- [247] I. S. Bott, High Grade Steel Development, Materials Science Forum Vol. 426, 1468, 2003
- [248] D. Berdjane et groupe Laminage DRA, "Diagnostic et étude statistique sur les bandes laminées à chaud en aciers X60 Sider ", Rapport interne, DRA, 2000-2001.
- [249] A. Gourdin, "Méthodes numériques appliquées", OPU, 1991.
- [250] P. Pelletier, "Techniques numériques appliquées au calcul scientifique", Masson, 1971.
- [251] A. Benzekri, "Analyse de données", Dunod, 1979.
- [252] H. Bouadila, "Proposition d'une méthode statistique reliant Composition chimique-caractéristiques mécaniques en tenant compte des paramètres de laminage", Mémoire de fin étude, 89-90, Université de Annaba.
- [253] K.J. Irvine, T. Gladman, B. Pickering, ISIJ Int, August 20, P. 717-726, 1975
- [254] B. Karlsson, Grain refinement in Fe C alloys by thermal cycling, Materials Science and Engineering DOI: 10.1016/0025-5416(73)90077-3 ... Materials Science and Engineering, 11 (1973) 185-193, American Society.
- [255] D.M. Fegredo, Effect of rolling at different temperatures on fracture toughness of a C-Mn steel, Canadian Metallurgical Quarterly, Vol 15, Nr 1, 1976 pp.741-744. 15.
- [256] K.J. Irvine, The Physical Metallurgy of Steel; J. Iron and Steel Inst., June 1969, 207, p. 837, JISI, June 1969, P. 837 – 853
- [257] W.E. Duckworth, J.D. Baird, Mild Steels, Journal of the Iron and Steel Institute JISI, June 1969, pp. 854-871
- [258] F.B. Pickering, Microalloying 75, Oct 1 - 3 rd edition 1975, Washington, DC
- [259] N.J. H. Petch, "Theory of the yield point and strain-ageing in steel", Phil. Mag, 1, p 186, 1956
- [260] R.R. Preston, "HSLA Metallurgy in Europe," Journal of Metals, Vol. 29, No. 1, Jan. 1977, pp. 9-16.
- [261] H. Masin, H. Takeuchi, Rolling simulation, Tetsu to hagane, 58, 1972, p 1107
- [262] W.B. Morrison, R.C. Cochrane, BSC controlled processing of HSLA steels. York university 28th - 30th September 1976.
- [263] M. Militzer, W.P. Sun, E.B. Hawbolt, T.R. Meadowcroft, Modelling the microstructure of microalloyed low-carbon steels", IPMM '97, Australasia-Pacific Forum on Intelligent Processing & Manufacturing of Materials, Volume 2: Modelling, Processing and Manufacturing, (1997).
- [264] Z.D. Liu, D.Q. Jin, J.K. Brimacombe, I.V. Samarasekera. "The role of downcoiler in hot strip rolling of steel", presented at the 39th Mechanical Working and Steel Processing Conference Proceedings, Indianapolis, IN (1997).
- [265] S. Datta, M.K. Banerjee : Mapping the input-output relationship in HSLA steels through expert neural network, Materials Science and Engineering A 420 (2006) 254-264.

**Résumé :** L'objectif de cette thèse est de fournir des données sur les propriétés mécaniques d'aciers microalliés Nb-Ti-V (HLE) à bas carbone destinés à la fabrication de tubes pour le transport de gaz et de pétrole, obtenus dans le processus industriel et de développer par la même une compréhension globale sur l'évolution microstructurale en termes de paramètres de déformation. Plus précisément, l'objectif principal est de développer un matériau avec un meilleur équilibre des propriétés à partir d'acier microallié existant X60 afin élargir la production vers des grades supérieurs type X80 et cela à partir de la même composition chimique. A cet effet, des essais expérimentaux incluant la dilatométrie, un laminoir pilote et la torsion à chaud (selon une gamme de vitesses de déformation entre 0,1 et 10 s<sup>-1</sup>) ont été réalisés pour simuler les séquences de laminage du procédé industriel. Les résultats de ces protocoles expérimentaux ont permis de mettre en évidence l'effet significatif de paramètres de déformation sur l'évolution de la microstructure finale, donc sur les propriétés mécaniques de l'acier étudié, et de faire des propositions technologiques pour obtenir des grades élevés pour ce type d'acier laminé. Un modèle de prédiction de l'évolution de la microstructure de l'austénite lors de la déformation à chaud qui est une étape clé dans la modélisation des transformations de phase a été également développé pour prévenir plus précisément la taille des grains, les fractions recristallisées ainsi que les déformations et les contraintes critiques qui leur sont associées. Ces différentes approches de prédiction des propriétés d'écoulement basées sur les aspects analytiques et sur les observations microstructurales ont permis de déterminer des relations quantitatives des lois de comportement macroscopique tout en décrivant les phénomènes physiques qui sous-tendent les comportements rhéologiques.

**Mots clés:** Traitements thermomécaniques, aciers HLE, Laminage à chaud, torsion à chaud, comportement viscoplastique, modèle microstructural.

**Abstract:** The objective of this thesis is to provide data on the mechanical properties of microalloyed (Nb-Ti-V) low-carbon steels (HSLA) intended for the manufacture of pipelines for the transport of gas and oil that can be obtained in the industrial process and to develop by the same a global understanding of the evolved microstructure in terms of process parameters. More specifically, the main goal is to develop a material with a superior balance between properties over existing microalloyed X60 steel in order to obtain those relevant to X80 grade and this starting from the same chemical composition.

For this purpose, experimental testing including dilatometry, pilot-mill and torsion (for a range of strain rates between 0.1 and 10 s<sup>-1</sup>) were carried out to simulate the rolling sequence of the industrial process. The results from these experimental protocols have enabled to bring out the significant effect of deformation parameters on the evolution of the final structure and mechanical properties of the studied steel, and to make technological proposals to obtain higher grades for this type of rolled steels. A model for predicting the microstructural evolution of the austenite in the hot deformation which is key issue in phase transformations modelling was developed to specifically predict the grain size, the recrystallized fractions, and deformation and associated critical stresses. These different approaches to predicting the flow properties based on the analytical aspects and microstructural observations were determined quantitative relationship of macroscopic behavior laws while describing the physical phenomena underlying the rheological behavior.

**Keywords:** Thermomechanical treatments, HSLA steel, hot rolling, hot torsion, viscoplastic behaviour, microstructural model.

**ملخص:** ان الهدف من هذه الأطروحة هو تقديم البيانات و المعطيات الخاصة بالخصائص الميكانيكية للفولاذ الميكرو سبائكي منخفض الكربون الموجه لصناعة انابيب نقل الغاز و السوائل الهيدروكربونية التي يتم الحصول عليها في عملية التحويل الصناعية و الذي يمكن من تطوير مفهوم شامل على التطور المجهرى من حيث عوامل التشوه. و بالتحديد الهدف الرئيسي هو استحداث مواد مع توازن افضل لخصائص الفولاذ صف 60x و الحصول على الصف 80x انطلاقا من نفس التركيب الكيميائي.

تحقيقا لهذه الغاية تم القيام باختبارات تجريبية منها بمقياس التمدد المذرفل على الساخن النموذجي و عملية الالتواء على الساخن (اعتمادا على مجموعة من سرعات التشوه بين 0,1 و 10 S<sup>-1</sup>) لمحاكاة مراحل الدرفلة على الساخن اثناء عملية التحويل الصناعية و قد ساعدت نتائج هذه البروتوكولات التجريبية لتسليط الضوء على التأثير المحسوس لعوامل التشوه على التطور المجهرى النهائي لهذا الفولاذ اذ على الخصائص الميكانيكية للفولاذ محل الدراسة و تقديم للصفوف العالية لهذا النوع من الفولاذ المذرفل .

نموذج تم اقتراحه للتنبؤ بتطور مجهرية لوستينيت اثناء التشوه على الساخن (مرحلة اساسية في نموذجية تحولات الاجزاء المجهرية) يمكننا من وضع تنبؤ دقيق لحجم الحبيبات و القطع المبلورة و التشوهات و الجهود الذروة المرافقة لها.

تم تحديد هذه الطرق المختلفة للتنبؤ بخصائص التدفق على أساس الجوانب التحليلية و الملاحظات المجهرية بالعلاقة الكمية من قوانين السلوك مع وصف الظواهر الفيزيائية الكامنة وراء السلوك الانسيابية.

**كلمات البحث:** العلاج الميكانيكية الحرارية، الفولاذ HSLA، الدرفلة على الساخن، تطور الساخن، السلوك اللزجة، نموذج المجهرى

## **ANNEXE : VALORISATION DES RESULTATS DE RECHERCHE DE THESE DE DOCTORAT :**

### **PUBLICATIONS**

1. DJAMEL. BERDJANE, M.L. FARES, M. BACCOUCHE, A.N. LEMMOUI, “DEFORMATION BEHAVIOR OF A Nb-TI-V MICROALLOYED STEEL TO ACHIEVE THE HSLA X80 GRADE BY SIMULATION”, REVUE DE MÉTALLURGIE 109, 465–475 (EDP SCIENCES, 2013, DOI: 10.1051/METAL/2012042 (SCOPUS, WEB OF SCIENCE, THOMSON).
2. DJAMEL. BERDJANE, M.L. FARES, G. GOLDHAHN : EFFECT OF THE AUSTENITE HOT DEFORMATION ON THE TRANSFORMATION MICROSTRUCTURAL MECHANICS PARAMETERS OF MICROALLOYED STEEL WITH Nb-TI-V, physical and chemical NEWS PCN international journal ISSN 1114- 3800 MAROC vol 63/ 2012 (SCOPUS)

### **COMMUNICATIONS**

1. DJAMEL. BERDJANE, Modeling of the mechanical properties scratting of the industrial high strenght steel rolling process, International conference on modelling and simulation MS’07 Algiers July 02/04 2007 AMSE-USTHB Algeria
2. DJAMEL. BERDJANE, Technological and metallurgical behaviour to achieve the mechanical properties of the high steel, International conference on modelling and simulation MS’07 Algiers July 02/04 2007 AMSE-USTHB Algeria
3. DJAMEL BERDJANE, Approche de modélisation par représentation du comportement mécanique des aciers à haute résistance, séminaire international de physique JIPMA/07 Universté Badji Mokhtar Annaba 25-27/11/2007 Algérie
4. DJAMEL BERDJANE, M L. FARES, A, HAFS, Etude de l’influence de la déformation de l'austénite sur la transformation microstructurale d'un acier microallié par simulation sur un dilatomètre-plastomètre, Sixième Conférence Internationale sur la Science des Matériaux (CSM6), Beyrouth –, 15-17 Mai 2008 Liban
5. DJAMEL BERDJANE, M L. FARES, Optimising the metallurgical conditions to attain the mechanical properties during the hot rolling, journées de mécanique école polytechnique militaire EMP (JM’EMP06) Avril 2008 Alger Algérie
6. DJAMEL. BERDJANE, F. LEMBOUB, ML FARES, M. BACCOUCHE : Prediction of 20MCD5 Steel flow stress at high temperature and strain rate, Conférence internationale sur la métallurgie et des mines, 10-12 Mai 2010 Annaba Algérie
7. DJAMEL. BERDJANE, M.L. FARES, M. BACCOUCHE, A.N. LEMMOUI, Deformation behavior of a Nb-Ti-V microalloyed steel to achieve the HSLA X80 grade by simulation with torsion test and pilot hot rolling mill, Conférence internationale sur la métallurgie et des mines, 10-12 Mai 2010 Annaba Algérie
8. DJAMEL. BERDJANE, F. LEMBOUB, M.L FARES : A dynamic recrystallization behaviour of microalloyed steels Ti-Nb-V during hot rolling deformation, 1ere conférence internationale sur la mécanique avancée, 23-25 Mai 2010 Annaba Algérie
9. DJAMEL BERDJANE, M L. FARES, F. LEMBOUB, Hot Plastic flow simulation of low carbon steel microlloyed Nb-Ti-V by torsion tests, Eighth International Conference on Material Sciences (CSM8-ISM5), UNESCO Palace, Beirut–Lebanon, May 28-30, 2012
10. DJAMEL BERDJANE, M L. FARES, S. ACHOURI, F. LEMBOUB, Hot Plastic flow simulation of low carbon steel microlloyed Nb-Ti-V by torsion tests, 15th International Conference on Experimental Mechanics ICEM15, Porto jully 2012 Portugal
11. DJAMEL BERDJANE, M L. FARES, F. LEMBOUB, S. ACHOURI, Hot flow simulation of low carbon steel microlloyed Nb-Ti-V by torsion test, CIMSI’13 Conférence internationale sur la maintenance et sécurité industrielle, université de Skikda 2013 Algérie.
12. DJAMEL BERDJANE, M L. FARES, F. LEMBOUB, S. ACHOURI, Thermomechanical flow simulation in dispersoides low carbon steel, MSM2014, 1<sup>ière</sup> conférence internationale sur la mécanique de matériaux et structures, Marrekech Novembre 2014 Maroc.