

ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE LORS DU
TRAITEMENT THERMIQUE DE L'ACIER INOXYDABLE
AISI 410

PAR

Mathieu DEVAR

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION
DE LA MAÎTRISE EN GÉNIE MÉCANIQUE
M. Sc. A.

MONTRÉAL, 29 Mars 2021

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Mathieu Devar, 2021



Cette licence Creative Commons permet aux lecteurs de télécharger ce travail et de le partager avec d'autres tant que l'auteur est crédité. Le contenu de ce travail ne peut en aucun cas être modifié ni utilisé commercialement.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉE

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

Prof. Mohammad Jahazi, Co-directeur de mémoire
Département de Genie Mécanique à École de technologie supérieure

Prof. Henri Champliaud, Co-directeur de mémoire
Département de Genie Mécanique à École de technologie supérieure

Prof. Victor Songmene, Président du jury
Département de Genie Mécanique à École de technologie supérieure

Prof. Ricardo Zednik, Membre du jury
Département de Genie Mécanique à École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 4 MARS 2021

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier le Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG), l’Institut de recherche d’Hydro-Québec (IREQ), Finkl Steel, le CRITM et l’École de technologie supérieure (ÉTS) pour leur soutien technique et financier. Je remercie l’ÉTS et la chaire de recherche CM2P pour leur aide continue et leurs commentaires constructifs qui m’ont aidé énormément tout au long de mon mémoire. Un remerciement plus formel à Abdelhalim Loucif pour son aide omniprésente au début de mes recherches, à Yassine Bouissa pour son aide pour la simulation par éléments finis d’une trempe, à Nima Bohlooli Arkhazloo pour la simulation par éléments finis d’un four pendant le processus de traitement thermique de revenu par modélisation CFD et non le moindre, Mohammad Saadati pour son aide omniprésente et extraordinaire tout au long de mes recherches. J’aimerais souligner l’aide incroyable de mes deux professeurs de recherche, Mohammad Jahazi et Henri Champliaud de m’avoir donné la chance d’effectuer une maîtrise au sein d’une équipe de renommée et exemplaire.

Je vous remercie.

Étude sur l'Évolution de la Microstructure lors du Traitement Thermique de l'Acier Inoxydable AISI 410

Mathieu DEVAR

RÉSUMÉ

Dans ce travail de recherche, l'influence des différents paramètres sur les phénomènes qui se produisent durant l'austénitisation et le revenu de l'acier inoxydable AISI 410, ont été investigués. Grâce à un dilatomètre à haute résolution, les échantillons ont subi trois cycles de traitement thermique d'austénitisation à différente température afin d'observer l'influence de la température d'austénitisation avec et sans revenu sur la microstructure, la taille de grains et la dureté.

Les résultats ont indiqué d'importantes influences sur la microstructure, la taille de grains et la dureté aux différentes températures d'austénitisation même avec et sans le revenu. Les résultats ont aussi montré que la quantité de dissolution des carbures est influencer par la température d'austénitisation.

Par la suite, des cycles de revenus non-isothermes à 677 °C ont été réalisés avec différents temps de maintien pour étudier l'évolution de la microstructure lors du traitement thermique de revenu. Le cycle complet étudié dans cette étude est le cycle de revenu du partenaire industriel Finkl Steel où il était question d'avoir une meilleure compréhension de l'évolution de la microstructure lors du cycle de revenu complet industriel.

Les résultats obtenus ont démontré une évolution progressive des différents paramètres étudiés jusqu'à la fin du premier revenu. Après le premier revenu, plusieurs exigences industrielles étaient déjà obtenues. Comme le cycle de revenu industriel habituel d'un acier inoxydable AISI 410 est un double revenu, les résultats ont indiqué que l'évolution de la microstructure lors du deuxième revenu ralentit considérablement et qu'il serait possible qu'un deuxième revenu ne soit pas nécessaire.

Mots clés: Revenu, Austénitisation, Dureté, Transformation de phase, Dilatométrie, Taille de grains, Carbures.

Study on the Evolution of the Microstructure during the Heat Treatment of AISI 410

Mathieu DEVAR

ABSTRACT

In this research work, the influence of the various parameters on the phenomena which occur during the austenitization and the tempering of AISI 410 stainless steel, were investigated. Using a high-resolution dilatometer, the samples underwent three cycles of austenitization heat treatment at different temperatures in order to observe the influence of the austenitization temperature with and without tempering on the microstructure, grain size and hardness.

The results indicated important influences on the microstructure, grain size and hardness at different austenitization temperatures even with and without tempering. The results also showed that the amount of dissolution of the carbides at the three austenitizing temperatures was directly related to the influences noted discussed earlier.

Subsequently, non-isothermal tempering cycles at 677 ° C were performed with different holding times to study the evolution of the microstructure during the tempering heat treatment. The complete cycle considered in this study is the tempering cycle of the industrial partner Finkl Steel where the aim was to gain a better understanding of the evolution of the microstructure during the complete industrial tempering cycle.

The results obtained demonstrated a progressive evolution of the various parameters studied until the end of the first tempering. After the first tempering, several industrial requirements were already obtained. As the typical industrial tempering cycle of AISI 410 stainless steel is a double tempering, the results indicated that the evolution of the microstructure on second tempering slows down considerably and that it is possible that a second tempering is not necessary.

Keywords: Tempering, Austenitization, Hardness, Phase transformation, Dilatometry, Grain size, Carbides.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE	5
1.1 Métallurgie de l'acier inoxydable AISI 410	5
1.1.1 Général	5
1.1.2 Les effets des éléments d'alliage sur la microstructure.....	8
1.1.3 Transformation durant le refroidissement du AISI 410	12
1.1.4 Caractéristiques de la martensite du AISI 410	13
1.2 Traitement thermique	15
1.2.1 Austénitisation.....	16
1.2.2 Trempe	20
1.2.3 Revenu.....	21
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE	25
2.1 Dilatométrie	25
2.1.1 Échantillons.....	26
2.1.2 Cycle de traitement thermique	27
2.2 Révélation de la microstructure.....	27
2.3 Analyse de carbures.....	27
2.4 Analyse de dureté	29
CHAPITRE 3 L'EFFET DE LA TEMPÉRATURE D'AUSTÉNITISATION SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ACIER INOXYDABLE AISI 410.....	33
3.1 Plan d'expérience	33
3.2 Analyses et résultats	35
3.2.1 Microscopie optique.....	36
3.2.2 Dilatométrie.....	38
3.2.3 Dureté	47
3.2.4 Analyse des carbures	50
3.3 Conclusion.....	56
CHAPITRE 4 L'ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE LORS DU REVENU	57
4.1 Plan d'expérience	57

4.2	Analyse et résultats	59
4.2.1	Dilatométrie	59
4.2.2	Dureté	68
4.2.3	Analyse des carbures	69
	CONCLUSION	75
	RECOMMANDATIONS	77
	ANNEXE	77
	RÉFÉRENCES	81

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1 La composition chimique et l'application des grades martensitiques	6
Tableau 1.2 Composition chimique de l'AISI 410 (wt%).....	7
Tableau 1.3: L'influence des températures d'austénitisation et des vitesses de refroidissement sur la température du début de la transformation martensitique d'un AISI 410	21
Tableau 3.1 Transformation survenant lors du revenu de la martensite ferreuse	44
Tableau 4.1 Séquence de précipitation des carbures pour certains types	63

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1 Cycle de traitement thermique schématisé d'une cavité trapézoïdale faite sur une aube de turbine	1
Figure 1.2 Cycle de deux revenus sur une barre cylindrique d'acier inoxydable AISI 410 en l'industrie	2
Figure 1.1 Développement du grade 410	6
Figure 1.2 L'influence des traitements thermiques sur la dureté	7
Figure 1.3 Diagramme de phase fer-chrome suivant BAIN and ABORN –	9
Figure 1.4 Diagramme sur l'influence du Nickel sur la phase gamma	10
Figure 1.5 a) Diagramme sur l'influence du carbone sur la phase gamma b) Diagramme de Ms en fonction de la température et du pourcentage de carbone	11
Figure 1.6 Diagramme de Schaeffler	12
Figure 1.7 Coupe binaire Fe-C du diagramme ternaire Fe-Cr-C avec Cr=13%; C1 carbure de type M23C6; C2 carbure de type M7C3	13
Figure 1.8 Température Ms et morphologie de la martensite en fonction	14
Figure 1.9 Micrographie optique montrant des paquets et des blocs dans un grain d'austénite parent.	15
Figure 1.10 Influence de la vitesse de réchauffement sur la taille des grains et la fraction de phase de la seconde phase.....	17
Figure 1.11 Influence de la température d'austénitisation d'un AISI 304SS sur le grossissement des grains d'austénites	18
Figure 1.12 Influence de la température et du temps de maintien sur la taille moyenne de grains d'un AISI304.....	18
Figure 1.13 Influence de la température et du temps de maintien en fonction de la dureté du AISI304.....	19
Figure 1.14 Influence de la vitesse de refroidissement sur le	20
Figure 1.15 Influence de la température de revenu sur la quantité	22

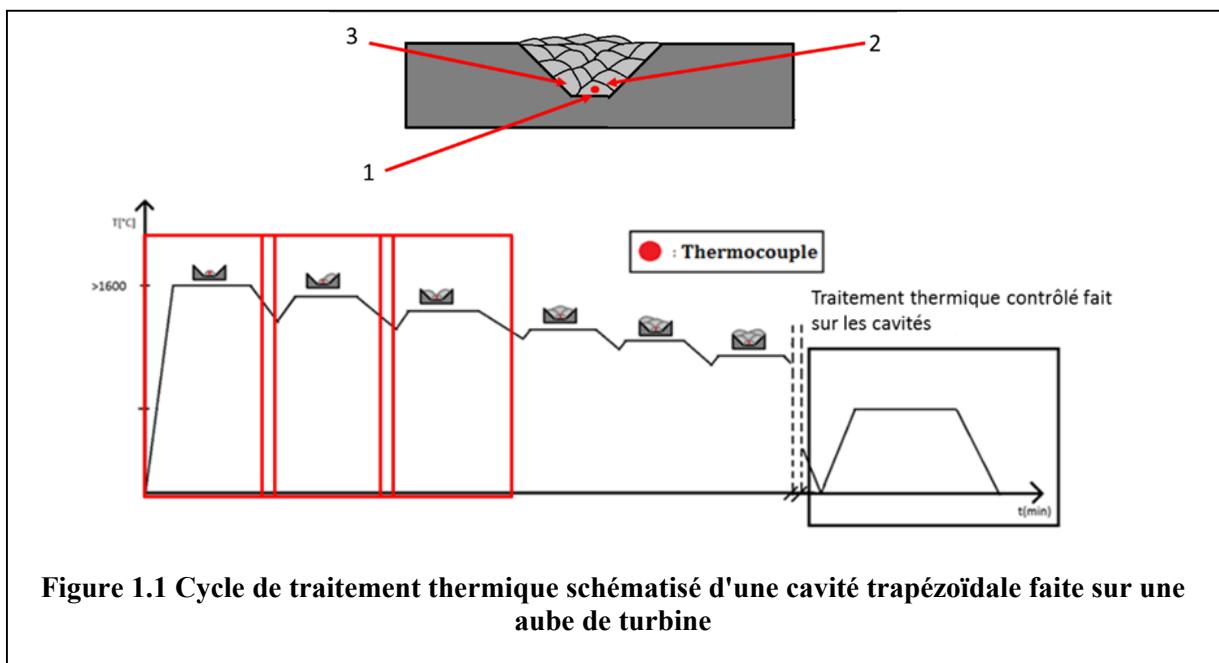
Figure 1.16 La dureté en fonction de la fraction de phase de	23
Figure 1.17 Dureté de la martensite après revenu en fonction	24
Figure 2.1 Dilatomètre DIL 805A/D/T.....	25
Figure 2.2 Échantillon de dilatométrie coupé pour l'analyse de microstructure.....	26
Figure 2.3 Étapes d'analyse de carbures	28
Figure 2.4: Empreinte de l'indenteur pour la mesure de dureté Vickers.....	29
Figure 2.5 Profil de profondeur d'une indentation à partir de l'outil de mesure du LEXT4100	30
Figure 3.1 Simulation FactSage de l'acier inoxydable AISI 410.....	34
Figure 3.2 Plan d'expérience 1.....	35
Figure 3.3 Appellation utilisée pour les échantillons	35
Figure 3.4 Microscopie optique des échantillons après la trempe	37
Figure 3.5 Microscopie optique après un revenu à 677C pendant 28h.....	38
Figure 3.6 L'élongation en fonction de la température des différentes températures d'austénisations; cycle de trempe complet.....	39
Figure 3.7 Élongation en fonction de la température des différentes températures d'austénitisation; zone de maintien.....	41
Figure 3.8 A) Élongation en fonction de la température des différentes températures d'austénitisation; zone de transformation martensitique. B) Élongation relative des élongations initiales au début du maintien en fonction du temps des températures d'austénitisation; zone de maintien	42
Figure 3.9 Élongation en fonction de la température des différentes températures d'austénitisation; zone de transformation martensitique. Graphique démontrant les différences de température de début de la transformation martensitique en fonction des différentes températures d'austénitisation des cycles	43
Figure 3.10 Vitesse d'élongation en fonction de la température; zone de réchauffement.....	45
Figure 3.11 Élongation normalisée des élongations maximales au début du maintien en fonction du temps; zone de maintien	46
Figure 3.12 Vitesse d'élongation en fonction de la température; zone de refroidissement.....	46

Figure 3.13 Représentation graphique de la dureté en fonction du cycle de traitement thermique	49
Figure 3.14 Évolution des propriétés mécaniques d'un acier en fonction des différentes étapes du grossissement des grains	49
Figure 3.15 A) Dureté en fonction du taux de carbone et de la quantité de martensite dans la microstructure B) Dureté en fonction du taux de carbone et du traitement thermique subit par l'acier	50
Figure 3.16 Images des échantillons A) A955, B) A983, C) A1010, D) A955T677-28h, E) A983T677-28h et F) A1010T677-28h prisent par un microscope électronique à balayage, MEB TM3000.....	53
Figure 3.17 Analyse des carbures des différents cycles de traitements thermiques	54
Figure 3.18 Distribution de la taille de carbures en fonction de leur cycle de traitement thermique : A955, A983, A1010.....	54
Figure 4.1 Plan d'expériences 2	58
Figure 4.2 Identification utilisée pour les échantillons	59
Figure 4.3 Cycle complet de trempe pour chaque échantillon.....	60
Figure 4.4 Graphique de la vitesse de l'élongation du premier revenu en fonction de la température; zone de réchauffement	61
Figure 4.5 Résultat du premier revenu de l'élongation en fonction du temps; zone de maintien	62
Figure 4.6 Vitesse d'élongation du double revenu en fonction de la température; zone de réchauffement	63
Figure 4.7 Analyse de l'élongation du double revenu en fonction du temps	66
Figure 4.8 Analyse de l'élongation du double revenu en fonction du temps; zone de maintien	67
Figure 4.9 Graphique de l'élongation relative du double revenu en fonction du temps; zone de maintien	67
Figure 4.10 Dureté Vickers en fonction des cycles de traitements thermiques	69
Figure 4.11 Images des échantillons A955, A955T677-14h, A955T677-28h et A955T677-28hT621-28h prisent par un microscope électronique à balayage, MEB TM3000	70
Figure 4.12 Caractéristiques des carbures en fonction des cycles de traitements thermiques	72

Figure 4.13 Distribution des tailles de carbures en fonction des cycles de traitement thermique	73
Figure 4.14 Analyse XRD d'une trempe de l'acier inoxydable AISI 410.....	77
Figure 4.15 Vitesse d'élongation en fonction de la température lors du refroidissement du revenu	77
Figure 4.16 Vitesse d'élongation en fonction de la température lors du refroidissement de la trempe.	78
Figure 4.17 Vitesse d'élongation en fonction de la température lors du refroidissement du revenu	78
Figure 4.18 Image des échantillons A955, A983, A1010, A955T677-28h, A955T677-28h et A955T677-28hT621-28h par microscopie optique LEXT	79

INTRODUCTION

L'énergie hydroélectrique, également appelée hydroélectricité, est une forme d'énergie qui exploite la puissance de l'eau en mouvement pour produire de l'électricité. Cette forme d'énergie est exploitée sous diverses formes depuis des millénaires. Cette production d'énergie se distingue par un impact limité sur l'environnement. Même si ce procédé existe depuis très longtemps, les coûts importants engendrés par sa production demandent ainsi une amélioration en continu de sa conception afin d'augmenter son efficacité et sa durée de vie. Compte tenu de la sollicitation cyclique des charges hydrauliques, les roues de turbines Francis en acier inoxydable sont sujettes à la fissuration en service et nécessitent des réparations périodiques au cours de leur vie utile. Afin de réparer ces aubes de turbines, une cavité trapézoïdale est formée pour ensuite être remplie à l'aide de plusieurs passes de soudure. Ces passes successives de soudure transfèrent une grande quantité de chaleur au métal d'apport préalablement déposé et ainsi force le métal d'apport à subir plusieurs cycles de traitement thermique. En utilisant quelques dizaines de passes de soudure, il a été établi que le métal d'apport lors de la réparation d'une aube de turbine pouvait subir un cycle de traitement thermique similaire à un revenu. La turbine étudiée ici est une roue de turbine Francis dont le métal de base est l'acier inoxydable AISI415 avec un métal d'apport qui est l'acier inoxydable AISI 410. Voici un schéma représentatif d'un cycle de traitement thermique tel que vu par un cordon de soudure dans une cavité trapézoïdale en cours de remplissage.



L'acier inoxydable AISI 410 est grandement utilisé dans l'industrie de l'hydroélectricité autant comme fil d'apport pour le soudage des roues de turbines hydrauliques que pour la production d'arbres de turbines. Le cycle de production de cet acier consiste en une étape de forgeage et de plusieurs étapes de traitements thermiques. Le cycle complet de traitements thermiques comporte deux processus de revenu à la toute fin de la production. Le revenu est une étape qui influence énormément les caractéristiques d'un alliage d'acier et encore plus si cet alliage est de type martensitique comme celui-ci. Voici un exemple de cycle de double revenu sur une barre cylindrique d'acier inoxydable AISI 410 dans l'industrie :

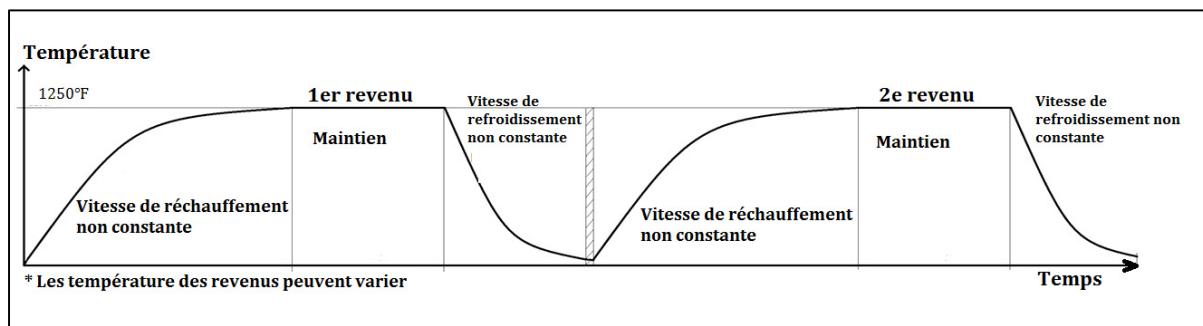


Figure 1.2 Cycle de deux revenus sur une barre cylindrique d'acier inoxydable AISI 410 en l'industrie

Ainsi, le cycle de traitements thermiques que subissent une aube de turbine remise à neuf et une barre cylindrique d'acier inoxydable AISI 410 dans l'industrie est extrêmement complexe et modifie fortement leur microstructure. Cette modification microstructurale affecte les propriétés mécaniques du matériau mais n'a jamais fait l'objet d'observations et analyses détaillées. Ainsi, la présente étude découle de la nécessité de comprendre la relation entre la microstructure et les paramètres du traitement thermique de revenu et ainsi documenter l'influence du temps et de la température d'un revenu sur différentes caractéristiques de l'acier inoxydable AISI 410.

L'objectif principal de cette étude est d'avoir une meilleure compréhension de l'évolution de la microstructure d'un acier inoxydable AISI 410 lors du processus de revenu.

Le chapitre 1 de ce mémoire commence par une revue de la littérature sur la métallurgie et le traitement thermique de revenu de l'acier inoxydable AISI 410.

Dans le chapitre 2, une explication de la méthodologie et des différents outils utilisés durant les expériences seront présentés.

Dans le chapitre 3, trois températures de cycles d'austénitisation ont été appliqués expérimentalement sur des échantillons, puis un revenu non isotherme a été effectué pour chaque cycle d'austénitisation pour déterminer l'effet de la température du cycle d'austénitisation et l'effet du revenu non isotherme sur l'évolution de la microstructure.

Au chapitre 4, un cycle de traitement thermique de revenu industriel a été pratiqué expérimentalement afin de déterminer l'effet de ce cycle sur l'évolution de la microstructure.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

La revue de littérature présentée dans ce chapitre commence par un aperçu général des caractéristiques de l'acier inoxydable martensitique désigné par l'American Iron and Steel Institute(AISI) 410. La métallurgie du AISI 410 sera ensuite discutée, suivie d'une revue sur le traitement thermique de revenu et son influence sur l'acier inoxydable AISI 410. Dans la section finale du chapitre, certaines techniques de révélations de la martensite utilisées dans cette étude afin de mieux analyser la microstructure sont introduites.

1.1 Métallurgie de l'acier inoxydable AISI 410

Dans cette section, une vue générale sur la métallurgie de l'acier AISI 410 et de ses caractéristiques microstructurales est présentée.

1.1.1 Général

L'acier inoxydable est l'une des grandes découvertes faites au début des années 1900, il a été utilisé dans plusieurs domaines. La version de base, le grade 410, a été inventée par Harry Brearley en 1913, nommée le premier acier sans rouille jamais produit, commercialisé et normalisé dans les années 1930 et 1940 (Garrison & Amuda, 2017). Depuis, la progression de nuance de l'acier inoxydable 410 martensitique a grandement évolué dans l'industrie. Il est le prédecesseur de plusieurs aciers inoxydables bien connus dans l'industrie. La figure 1.1 présente ces différentes nuances lors du développement de cet acier soit par l'ajout de différents éléments d'alliages. Le tableau 1.1 représente l'utilité et les différentes compositions chimiques des grades martensitiques, ces compositions chimiques montrent l'influence des différents éléments d'alliages. Il est possible de voir sur la figure 1.2 les différentes duretés des grades martensitiques selon leurs différents traitements thermiques. Une explication de l'utilité et du changement des propriétés mécaniques selon les éléments d'alliages est faite dans la prochaine section (Garrison & Amuda, 2017).

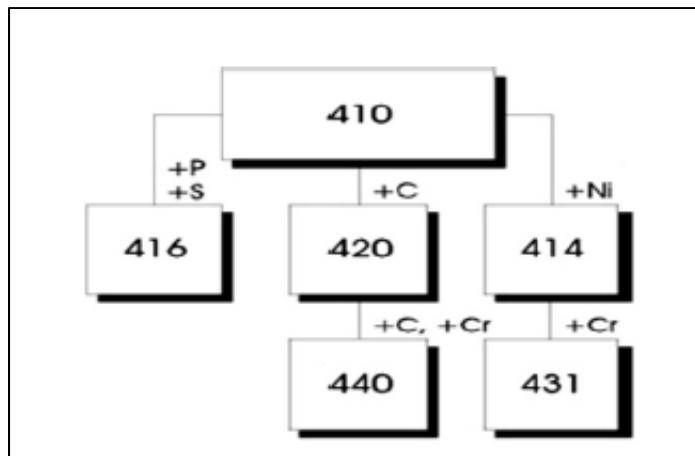


Figure 1.1 Développement du grade 410
[\(<http://www.spiusa.com>, 2018\)](http://www.spiusa.com)

Tableau 1.1 La composition chimique et l'application des grades martensitiques
[\(<http://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&NM=199,2018>\)](http://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&NM=199,2018)

AISI Grade	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	P	S	Comments/Applications
410	0.15	1	0.5	11.5–13.0	–	–	0.04	0.03	The basic composition. Used for cutlery, steam, and gas turbine blades and buckets, bushings
416	0.15	1.25	1	12.0–14.0	–	0.6	0.04	0.15	Addition of sulfur for machinability, used for screws, gears etc. 416 Se replaces sulfur by selenium
420	0.15–0.40	1	1	12.0–14.0	–	–	0.04	0.03	Dental and surgical instruments, cutlery
431	0.2	1	1	15.0–17.0	–	1.25–2.00	0.04	0.03	Enhanced corrosion resistance, high strength
440A	0.60–0.75	1	1	16.0–18.0	–	0.75	0.04	0.03	Ball bearings and races, gage blocks, molds and dies, cutlery
440B	0.75–0.95	1	1	16.0–18.0	–	0.75	0.04	0.03	As 440A, higher hardness
440C	0.95–1.20	1	1	16.0–18.0	–	0.75	0.04	0.03	As 440B, higher hardness

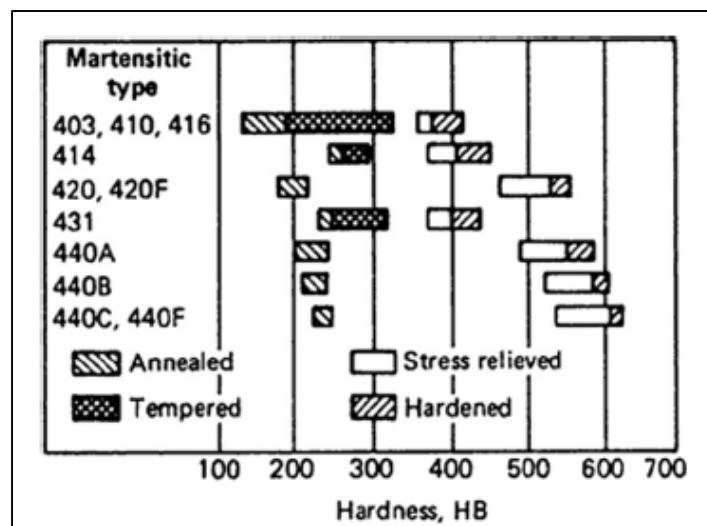


Figure 1.2 L'influence des traitements thermiques sur la dureté des différents grades d'acier martensitique
[\(<http://www.kvastainless.com/stainless-steel.html>, 2018\)](http://www.kvastainless.com/stainless-steel.html)

L'acier AISI 410 plus précisément a grandement été utilisé dans les turbines hydroélectriques dues à sa résistance à la corrosion en combinaison avec sa forte résistance aux contraintes à température ambiante et au fluage à haute température.

Bien que l'on sache que l'acier AISI 410 possède une microstructure entièrement martensitique, le processus de fabrication de l'acier peut créer une microstructure complexe composée de martensite, de ferrite delta, de carbures Cr₂₃C₆ et d'austénite résiduelle. Des recherches antérieures ont montré que la composition de la microstructure finale est liée à l'historique de la composition, de la solidification et du traitement thermique de l'acier (E. Mabruri et al., 2017)(E. Mabruri et al., 2016). Le tableau 2 indique la composition chimique du AISI 410 dans la présente recherche, un acier inoxydable martensitique à basse teneur en carbone.

Tableau 1.2 Composition chimique de l'AISI 410 (wt%)
[\(<https://www.upmet.com/products/stainless-steel/410>, 2018\)](https://www.upmet.com/products/stainless-steel/410)

		C	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	P
AISI 410	Min	0.13	11.5	-	0.85	-	0.35	-
	Max	0.15	13.5	0.45	0.95	0.2	0.45	0.01

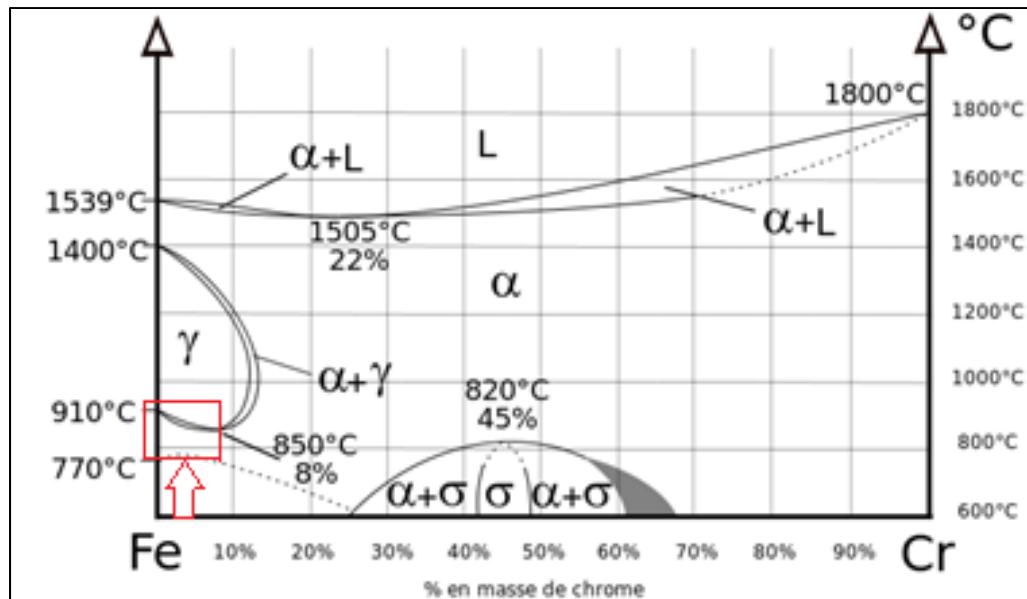
Une des propriétés importantes des aciers martensitiques est qu'ils ont une très bonne trempabilité. Ils peuvent former de la martensite avec un refroidissement à l'air ambiant, contrairement à d'autres types d'acier. Le AISI 410 brut de trempe présente dans sa microstructure de la martensite fraîche qui est très rigide et fragile ce qui oblige à pratiquer un cycle de double revenu afin de le rendre plus tenace (Porter et al., 2009a).

1.1.2 Les effets des éléments d'alliage sur la microstructure

Les éléments d'alliage sont généralement de deux types : Alphagène et Gammagène. Ils sont classés en fonction de leurs effets sur la stabilité de phase qu'ils fournissent. L'ajout d'éléments alphagènes comme le chrome, le molybdène, le silicium et le soufre dans l'acier étudié, favorise la formation et la stabilité de la phase ferrite (α , alpha). D'autres éléments, notamment le carbone, le manganèse et le nickel, sont des gammagènes et favorisent la stabilité de la phase d'austénite (γ , gamma) (Philibert & Vignes, 2013) (Porter et al., 2009b). Dans les aciers martensitiques, il est important de contrôler la quantité d'éléments gammagènes afin de ne pas trop stabiliser la phase austénitique et ainsi éviter la retenue d'austénite résiduelle. Pour un AISI 410, cette phase est généralement non désirée, parce que ces aciers sont reconnus pour leur bonne rigidité et leur grande résistance, une phase très ductile comme l'austénite est donc à éviter(Garrison & Amuda, 2017). Une description des principaux éléments d'alliage et de leurs fonctionnalités est présentée ci-dessous.

1.1.2.1 L'effet du chrome sur la microstructure

Le chrome est un élément d'alliage avec quelques particularités. Pour les aciers inoxydables, le chrome est un alphagène et il favorise donc la formation et la stabilité de la ferrite. L'effet le plus intéressant et le plus célèbre de cet élément sur l'acier est probablement l'amélioration de sa capacité à résister à la corrosion. De plus, le chrome améliore la résistance en fatigue et la ténacité des aciers. Pour obtenir un acier inoxydable, le pourcentage de chrome ne doit pas être inférieur à 10,5% afin que les oxydes de chrome restent stables à la surface de l'acier et ainsi de conserver les propriétés de l'acier inoxydable(Philibert & Vignes, 2013) (Porter et al., 2009b).



**Figure 1.3 Diagramme de phase fer-chrome suivant BAIN and ABORN –
Metals handbook, American Society for Metals, 1948, p.1194**

1.1.2.2 L'effet du nickel sur la microstructure

Le nickel est un élément gammagène et il est important dans le développement des aciers martensitiques. La figure 1.4 présente schématiquement son influence sur l'austénite, il aide donc à la stabilité de l'austénite et réduit, dans le même temps, la température de la transformation martensitique (Ms) (Bonardi & Casaroli, 2014). De plus, le nickel est un élément qui ralentit la formation de carbure, parce que celui-ci se dissout normalement dans la ferrite et la cémentite Fe_3C . Il affecte indirectement les mécanismes thermodynamiques des autres éléments en réduisant leur mobilité. (Totten, 2006).

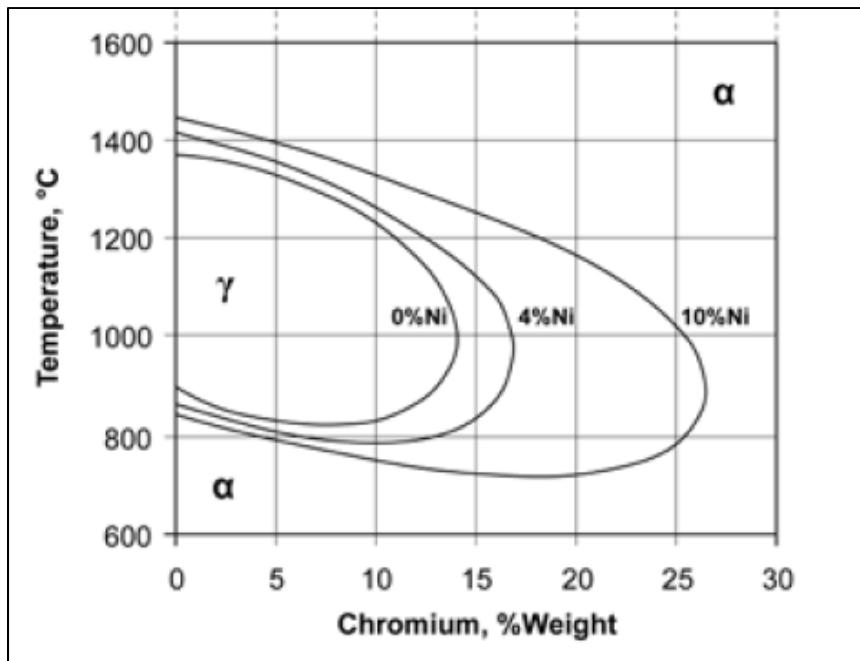


Figure 1.4 Diagramme sur l'influence du Nickel sur la phase gamma
(Bonardi & Casaroli, 2014, p.12)

1.1.2.3 L'effet du carbone sur la microstructure

Le carbone est un élément gammagène. L'effet principal de l'ajout de carbone à l'acier inoxydable est donc similaire à l'effet obtenu par l'ajout de nickel: augmentation de la stabilité de l'austénite (figure 1.5a)) et diminution de la température de Ms (figure 1.5b)). Cependant, la dureté de la martensite est directement liée à la concentration de carbone qu'elle contient. Ainsi, il est important de contrôler la teneur en carbone en fonction de la quantité de carbures de chrome voulu, parce que celui-ci est directement lié à la précipitation des carbures qui sont uniquement des Cr₂₃C₆ dans cet alliage. De plus, le carbone a une grande influence sur la soudabilité et la ténacité d'un acier, garder une basse teneur en carbone est essentiel s'il est question de soudage (Bonardi & Casaroli, 2014; Totten, 2006).

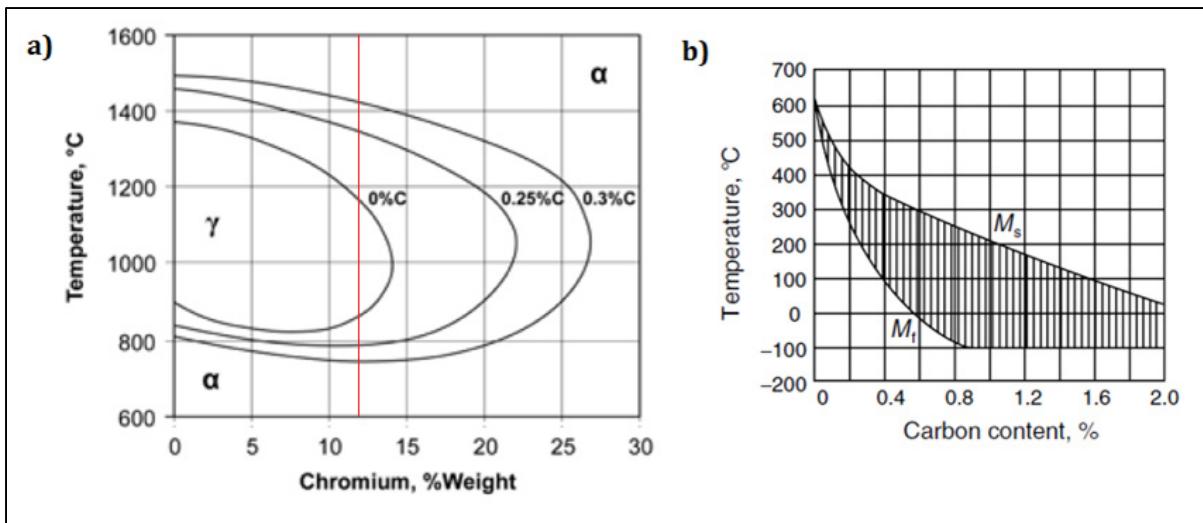


Figure 1.5 a) Diagramme sur l'influence du carbone sur la phase gamma(Boniardi & Casaroli, 2014, p.12) **b)** Diagramme de Ms en fonction de la température et du pourcentage de carbone(Totten, 2006;p.192)

1.1.2.4 Diagramme de Schaeffler

Pour les effets sur le AISI 410, le diagramme de Schaeffler est utile afin d'avoir une idée générale de l'influence des éléments d'alliages. Cependant, ce diagramme a été caractérisé et conçu pour voir la composition grossière d'un acier à la fin du refroidissement d'un cordon de soudure, il est donc souvent utilisé à type indicatif. De plus, ce diagramme permet aussi d'identifier la famille d'un acier en fonction de leur nickel équivalent et de leur chrome équivalent.

Le diagramme comporte deux axes, chaque valeur sur les axes est trouvée à l'aide d'une formule d'équivalence de composition chimique. L'axe horizontal est nommé l'équivalent chrome et l'axe vertical est nommée l'équivalent nickel, chaque valeur d'axe est calculée en fonction de leur formule respective qu'on peut voir sur la figure 1.6. Pour le AISI 410, chaque valeur d'axe a été calculée et l'intersection de ces données est montrée sur la figure avec un point noir. Ainsi, il est possible de voir que le AISI 410, avec la composition chimique montrée plus tôt, est un acier martensitique. De plus, il est aussi possible de voir une fraction de phase de ferrite delta qui tend vers 0%. La fraction de phase de la ferrite delta peut être plus importante due à la possibilité de microségrégation et macroségrégation durant le refroidissement et la non-homogénéité de l'acier (Boniardi & Casaroli, 2014).

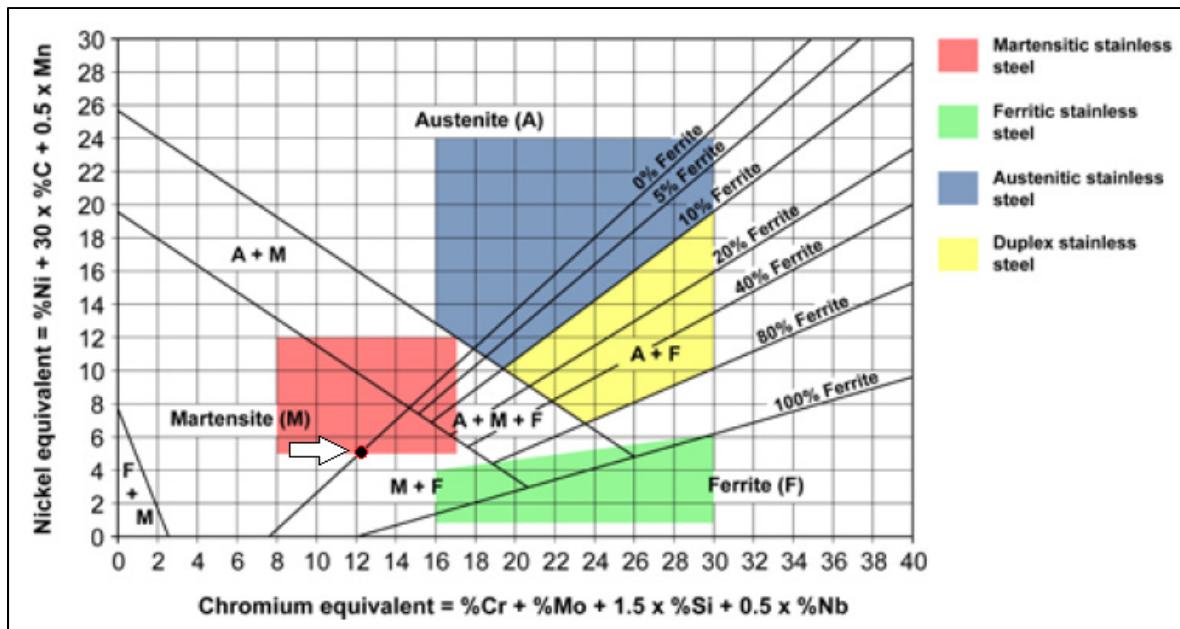


Figure 1.6 Diagramme de Schaeffler (Bonardi & Casaroli, 2014, p.19)

1.1.3 Transformation durant le refroidissement du AISI 410

La teneur choisie en carbone et en chrome pour le AISI 410 étudié dans cette recherche sont 0.15wt% et 13wt% respectivement. Ainsi, il est possible de voir sur la figure 1.7 que cet acier inoxydable passe par deux phases thermodynamiquement stables lors de son refroidissement à partir de son état liquide : la ferrite delta et l'austénite. Pour un acier inoxydable de type martensitique, l'austénite ne se transformera pas en ferrite alpha, mais en martensite.

La phase ferrite delta commence à se solidifier à environ 1550 °C et a une structure cristalline cubique centrée (cc) qui croît dans la direction du flux de chaleur le long du front de solidification (Porter et al., 2009b). Celle-ci commence à se transformer en austénite vers 1470 °C comme il est possible de le voir sur la figure 1.7. La transformation de cette phase en austénite se termine vers 1210°C, mais cette température varie selon la composition de l'acier. En dessous de cette température, la transformation austénitique devrait être terminée.

La transformation de l'austénite vers la ferrite alpha débute à environ 900°C comme la figure 1.7 l'illustre. Par contre, cette transformation est très lente et varie selon la composition des aciers (Porter et al., 2009a). Si le refroidissement est trop rapide, la structure cristalline de l'austénite n'a pas le temps

de se transformer et d'effectuer le changement de phase causé par le refroidissement de celui-ci (fcf) vers la ferrite (cc). Ainsi, pour les aciers avec un taux de carbone de moins de 0.4%, la structure cristalline se transformera de cubique à face centrée (fcf) à une structure quadratique modifiée avec des relations d'orientations $(111)_\gamma // (011)_\alpha$, (Lippold, 2015) (Porter et al., 2009a). C'est ainsi que la transformation de la martensite α' se fait. Cependant, la morphologie de cette phase change selon la composition de l'acier. La martensite dans le AISI 410 est en forme de lattes avec une haute densité de dislocation (Porter et al., 2009a).

De plus, un seul type de carbure peut être vu dans cet acier et c'est les carbures Cr₂₃C₆, la teneur en carbone n'est pas assez importante dans cet acier afin de que d'autres types de carbures se forment.

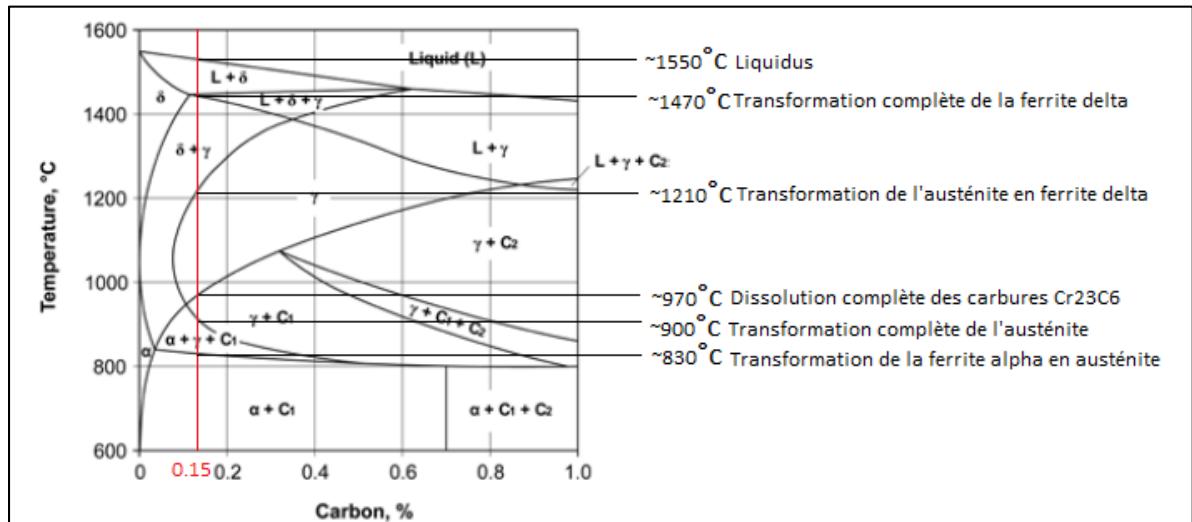


Figure 1.7 Coupe binaire Fe-C du diagramme ternaire Fe-Cr-C avec Cr=13%; C1 carbure de type M₂₃C₆; C2 carbure de type M₇C₃ (Bonardi & Casaroli, 2014, p.26)

1.1.4 Caractéristiques de la martensite du AISI 410

Les caractéristiques cristallographiques du AISI 410 sont un produit de la nature de sa transformation martensitique. Cette transformation produit des imperfections dans le réseau et des reliefs en surface. Dans ce sens, il a été vu que le mécanisme de nucléation de la transformation martensitique influençait la morphologie finale. La transformation martensitique commence aux frontières d'un grain primaire d'austénite et croît partout dans le volume du grain d'austénite (Porter et al., 2009b). Cela conduit à

une matrice relativement uniforme caractérisée principalement par la nature de la transformation plutôt que de l'ancienne microstructure. En conséquence, les propriétés mécaniques du AISI 410 sont fortement liées à ses caractéristiques de transformation.

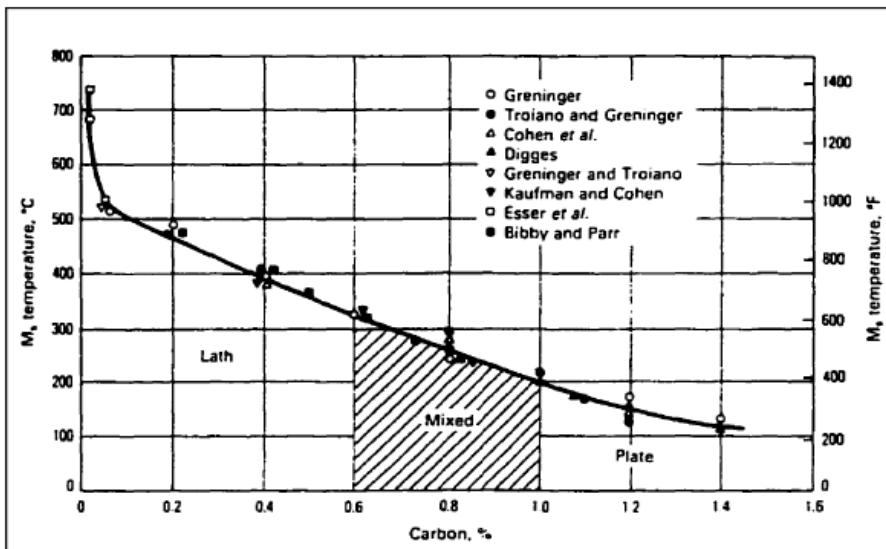


Figure 1.8 Température Ms et morphologie de la martensite en fonction de la teneur en carbone (%) de l'acier (Krauss, 1980)

L'acier inoxydable AISI 410 a une microstructure martensitique en forme de latte, qui est la caractéristique d'une martensite à faible teneur en carbone. Ce type de microstructure est l'une des deux formes de base d'une microstructure martensitique: en forme de latte ou en forme de plaque. La teneur en carbone de l'acier détermine quelle forme sera prédominante (figure 1.8). La teneur en carbone du AISI 410 est égale ou inférieure à 0,15%; par conséquent, sa microstructure est en forme de latte (Porter et al., 2009b).

La martensite en forme de latte est formée de paquets, de blocs, de sous-blocs et de lattes. Le début de la transformation martensitique du grain d'austénite, également connu sous le nom de « grain d'austénite primaire », se divise en paquets (Figure 1.9). Chaque paquet de martensite est ensuite divisé en blocs sur le même plan. Les blocs ont généralement des tailles de l'ordre de 50 microns et se composent de lattes avec des orientations cristallines similaires (Morito et al., 2006). De nouvelles recherches ont identifié des « sous-blocs » qui ont habituellement une taille de l'ordre de 10 microns, ils se situent au sein des blocs de la martensite. De plus, des études ont montré que les frontières des

sous-blocs font obstacle aux dislocations, et du même coup, augmentent la résistance de l'acier (Morito et al., 2006).

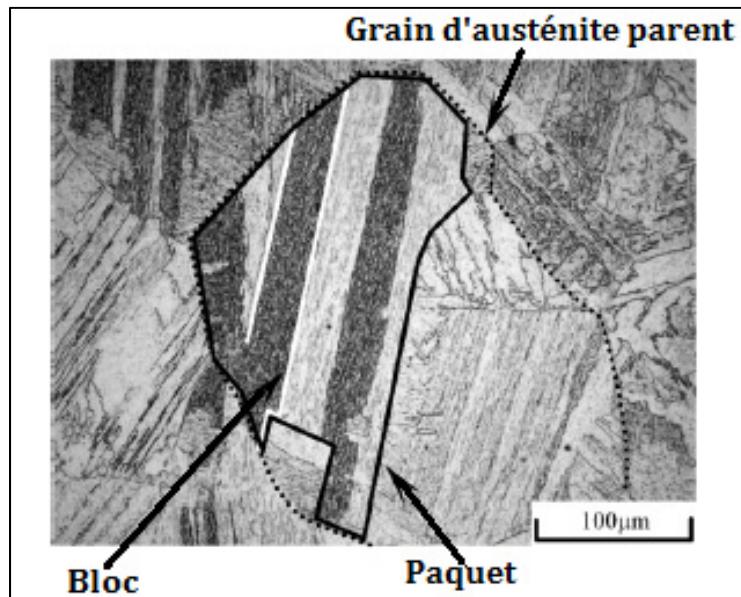


Figure 1.9 Micrographie optique montrant des paquets et des blocs dans un grain d'austénite parent.
 (Adapté à partir de (Morito et al., 2006))

1.2 Traitement thermique

La séquence de traitement thermique typique pour les aciers inoxydables martensitiques comprend le recuit pour adoucir l'acier en vue d'un travail à froid ou d'un usinage ultérieur, l'austénisation pour former une structure austénitique et dissoudre totalement ou partiellement les carbures, la trempe afin de refroidir l'acier à température ambiante et un double revenu pour améliorer la ténacité et la ductilité de la martensite. Comme cet acier est autotrempeant, la transformation martensitique s'effectue peu importe la vitesse de refroidissement de la trempe. La microstructure finale de l'AISI 410 est très dépendante du traitement thermique préalable que l'acier reçoit, et se compose généralement de martensite, de carbures non dissous et/ou précipités et d'austénite résiduelle. La fraction volumique et la taille des particules de carbure présentes dans l'acier et la quantité d'austénite résiduelle jouent un rôle majeur dans la détermination de la dureté, de la résistance, de la ténacité, de la résistance à la corrosion et de la résistance à l'usure de l'acier (Barlow & Du Toit, 2012).

Cette section sera subdivisée afin de mieux comprendre les étapes qu'un acier peut subir durant ses traitements thermiques. Tout d'abord, il sera question de l'influence des différents paramètres de l'austénitisation, ensuite la trempe où il sera question de la transformation martensitique et pour finir, le revenu.

1.2.1 Austénitisation

L'austénitisation est une étape cruciale lors du traitement thermique. Elle diminue les contraintes internes que le matériau aurait gardées pendant les étapes antérieures de sa fabrication. De plus, la température d'austénitisation indique que celle-ci amène le matériau en phase austénitique complète, soit monphasique. Le traitement thermique d'austénitisation réchauffe un acier au-dessus de sa température critique, en le maintenant pendant une période suffisamment longue pour que la transformation complète se produise. Les différents paramètres de l'austénitisation seront abordés au cours de cette section.

1.2.1.1 Effet sur la vitesse de réchauffement

La vitesse de réchauffement est un paramètre important pendant l'austénitisation, celle-ci peut influencer la microstructure et les températures de transformation d'un acier. Lors du réchauffement de l'austénitisation, la phase martensitique α' se transforme en phase austénitique γ . Idéalement, l'acier doit être chauffé lentement afin que les mécanismes de transformation de phases s'effectuent correctement. Dans un cas industriel, même si les fours sont bien contrôlés, plusieurs recherches démontrent des variations de température durant le chauffage. Il est démontré que la vitesse de réchauffement influence le grossissement des grains et la fraction de phase de l'austénite aux températures d'austénitisation (Arlazarov et al., 2014; Coovattanachai et al., 2010). Comme il est possible de voir à la figure 1.10, une vitesse de réchauffement de $300^{\circ}\text{C}/\text{s}$ peut influencer ces paramètres d'un facteur de 50% pour la seconde phase et d'un facteur de 200% pour la taille des grains.

Cependant, la vitesse de réchauffement ici n'est pas étudiée, mais elle est tout de même prise en compte, parce qu'elle influence la taille des grains et les températures de début et de fin de la transformation austénitique (Arlazarov et al., 2014).

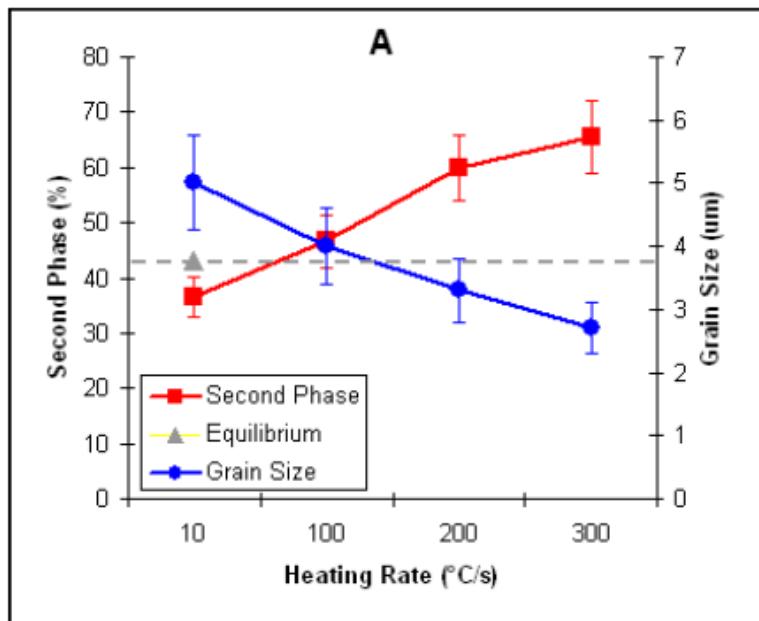


Figure 1.10 Influence de la vitesse de réchauffement sur la taille des grains et la fraction de phase de la seconde phase.
(Arlazarov et al., 2014)

1.2.1.2 Maintien de la température d'austénitisation

Le maintien de la température d'austénitisation est un paramètre important parce qu'il permet une meilleure homogénéisation de l'austénite et influence la dissolution complète des carbures. Il est important d'avoir un temps de maintien optimal afin que la microstructure soit en mesure d'être à l'équilibre. Cependant, lorsque la microstructure est à l'équilibre à cette température, la vitesse du grossissement des grains est plus rapide comme il est possible de le voir à la figure 1.11 (Schino, 2002b). L'influence du maintien de la température d'austénitisation est très importante, toutefois la cinétique du grossissement des grains évolue selon une courbe logarithmique (figure 1.12) (Naghizadeh & Mirzadeh, 2019). Ainsi, la vitesse du grossissement des grains est à son plus rapide lorsque la microstructure se stabilise et après quelques minutes, celle-ci tend vers une variation linéaire, comme il est possible de voir à la figure 1.12 (Naghizadeh & Mirzadeh, 2019; Schino, 2003a). Dans ce sens, le temps de maintien a une moins grande influence sur le grossissement des grains que la température d'austénitisation utilisée (Naghizadeh & Mirzadeh, 2019).

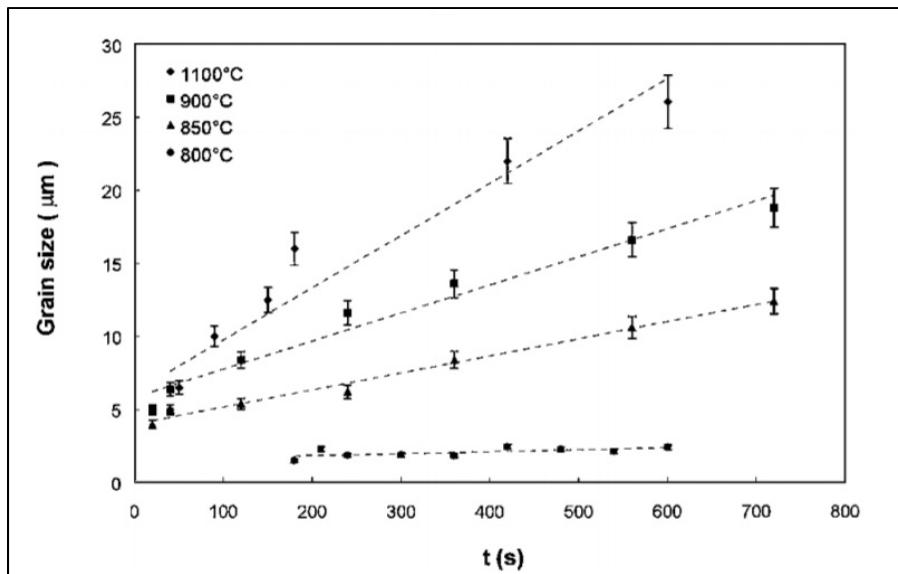


Figure 1.11 Influence de la température d'austénitisation et du temps de maintien d'un AISI 304SS sur le grossissement des grains d'austénites (Schino, 2002b)

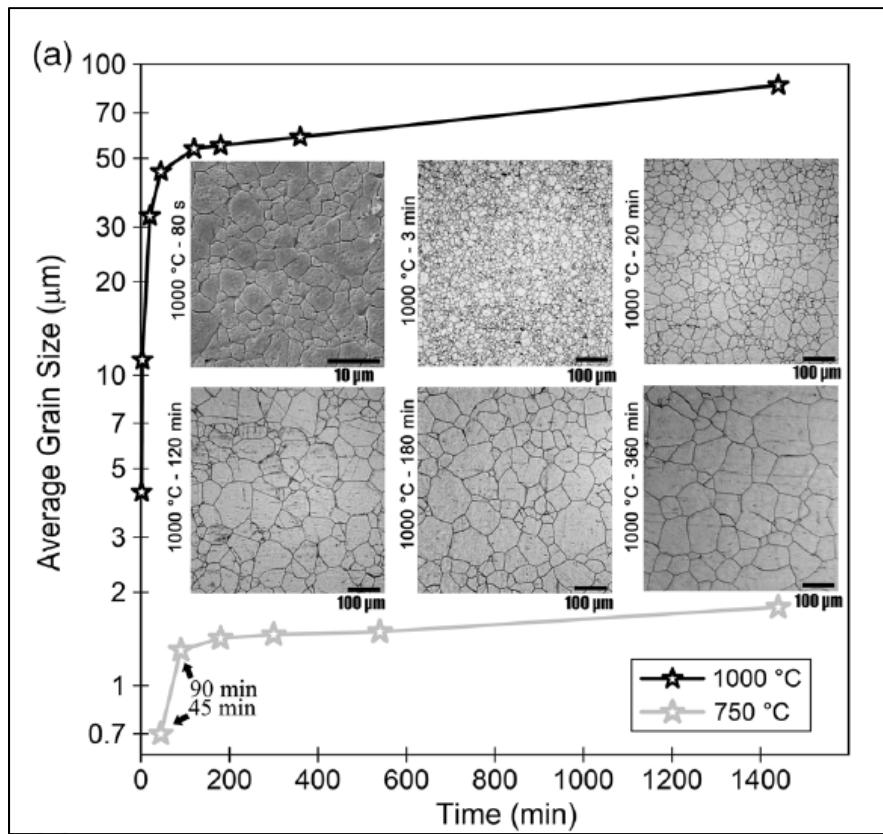


Figure 1.12 Influence de la température et du temps de maintien sur la taille moyenne de grains d'un AISI304. (Naghizadeh & Mirzadeh, 2019)

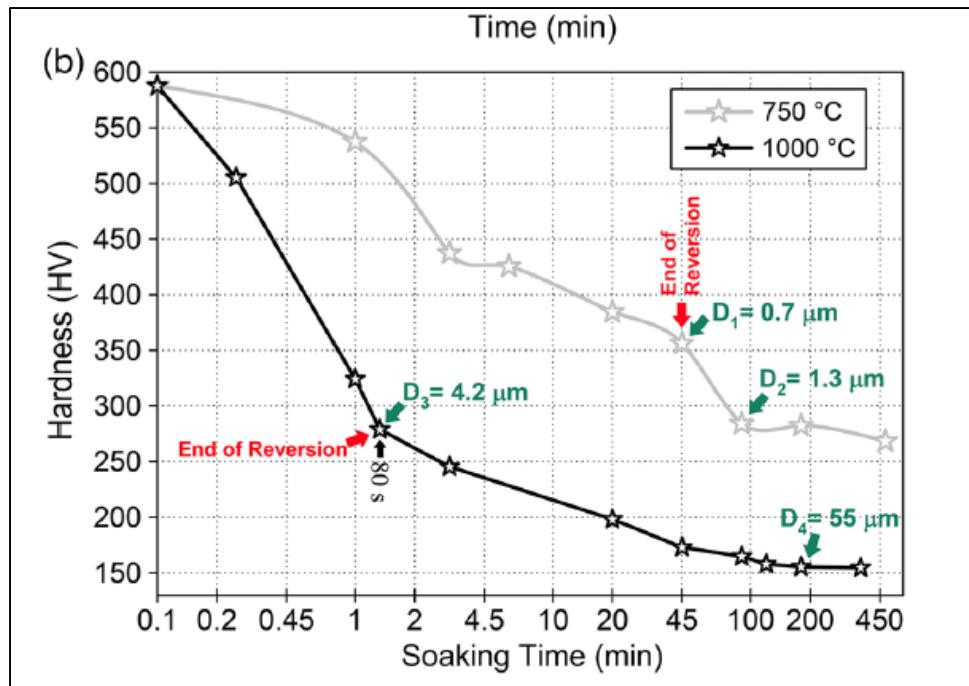


Figure 1.13 Influence de la température et du temps de maintien en fonction de la dureté du AISI304. (Naghizadeh & Mirzadeh, 2019)

1.2.1.3 Rôle de la taille des grains

La taille des grains est importante parce qu'elle influence la transformation martensitique et du même coup la microstructure de la martensite discutée plus haut (Coovattanachai et al., 2010). Une autre caractéristique importante de la taille des grains est son effet sur les contraintes résiduelles après la transformation martensitique. Dans un matériau à gros grains, la contrainte de dilatation associée à la transformation martensitique provoque une accumulation de contraintes résiduelles importantes entre les grains adjacents, ce qui peut même entraîner une fissuration des joints de grains (fissuration par trempe) et augmenter considérablement la densité de dislocation dans la martensite. Les métaux à grains fins ont tendance à être plus auto adaptatifs, ce qui, associé à la plus petite taille de lattes de martensite, permet d'obtenir un matériau plus solide et plus résistant (Porter et al., 2009b, p.415).

La figure 1.13 présente l'influence de la taille des grains en fonction de la dureté finale de l'acier; or même si la teneur en carbone augmente considérablement la dureté d'un acier discuté plus tôt, le grossissement des grains de celui-ci est aussi à considérer afin de mieux contrôler et prédire cette propriété mécanique.

1.2.2 Trempe

La trempe est le traitement thermique où l'on vient refroidir rapidement l'acier. Différentes méthodes de refroidissement sont utilisées afin de contrôler la vitesse de refroidissement. La trempe peut s'effectuer dans un bassin d'eau, d'huile, de polymères ou juste à l'air. La vitesse de refroidissement durant ce traitement thermique influence directement la microstructure finale du matériau. Dans le cas des aciers inoxydables martensitiques, la transformation martensitique s'effectuera, peu importe la méthode utilisée. Cependant, si la vitesse de refroidissement influence les caractéristiques de la martensite et si elle est trop rapide, une fissuration par trempe peut se produire.

1.2.2.1 Transformation martensitique

Durant le refroidissement d'un acier inoxydable martensitique, la phase austénitique se transforme en martensite au-dessous de sa température M_S . Cette transformation est dite displacive, parce que les atomes de carbone ne peuvent pas diffuser durant cette transformation. Ainsi, la phase obtenue possède théoriquement la même composition que la phase austénitique dont elle est issue, soit son grain d'austénite primaire (Porter et al., 2009b).

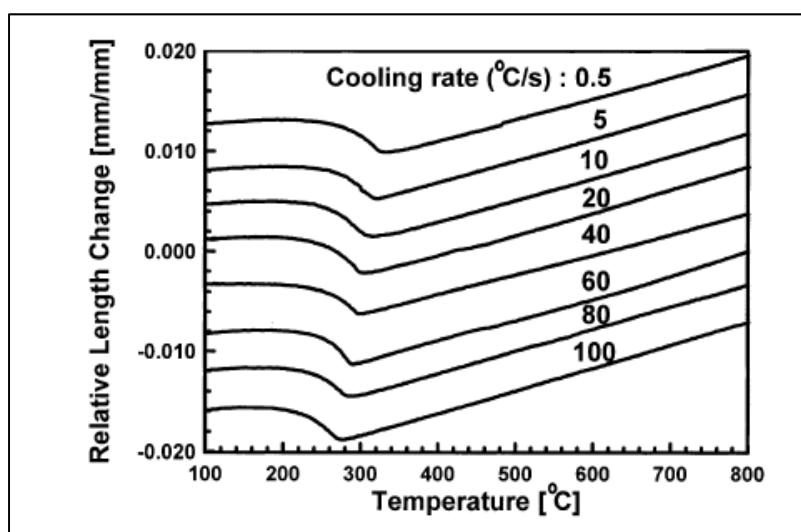


Figure 1.14 Influence de la vitesse de refroidissement sur le début de la transformation martensitique. (Tsai et al., 2002)

La transformation martensitique est une caractéristique unique à chaque acier. Le début de cette transformation est influencé par plusieurs paramètres comme la vitesse de refroidissement (figure 1.14), la température d'austénisation et le taux de carbone dans l'acier (Tableau 3) (Tsai et al., 2002). L'influence de ces paramètres sur la température de la transformation martensitique est expliquée par la concentration de lacunes dans les matrices d'austénite et le manque de précipitation de carbures de chrome aux interfaces de la matrice ce qui diminue les contraintes aux interfaces des matrices. Ainsi, la précipitation des carbures ou la dissolution non complète de ceux-ci durant l'austénisation a une grande influence sur cette température, Ms.

Tableau 1.3: L'influence des températures d'austénisation et des vitesses de refroidissement sur la température du début de la transformation martensitique d'un AISI 410. (Tsai et al., 2002)

Cooling rate ($^{\circ}\text{C s}^{-1}$)	Austenitization temperature			
	900 $^{\circ}\text{C}$	1000 $^{\circ}\text{C}$	1100 $^{\circ}\text{C}$	1200 $^{\circ}\text{C}$
0.5	375	360	355	340
5	360	340	340	335
10	350	335	335	330
20	345	320	320	315
40	340	300	300	290
60	335	295	290	270
80	330	290	285	250
100	320	285	280	245

1.2.3 Revenu

1.2.3.1 Effet de la température du revenu

Beaucoup de recherches ont déjà été faites sur l'effet de la température de revenu, ces recherches visent surtout à mieux comprendre l'effet de cette température sur la formation de l'austénite résiduelle et la dureté de la martensite revenue. Par contre, les études sur la formation et les mécanismes de l'austénite résiduelle restent un débat dans le monde de la recherche compte tenu de la complexité de sa nature. La composition chimique de l'acier, la microstructure, les traitements

thermiques antécédents, etc., font parties des variables qui peuvent influencer ce mécanisme. La figure 1.15 résume schématiquement le pourcentage d'austénite résiduelle formé à différentes températures de revenu. Pour la famille d'acier inoxydable 13Cr4Ni, un sous-grade du AISI 410, il a été constaté que le premier signe de formation d'austénite résiduelle peut être détecté à des températures d'environ 100°C en dessous de son AC1, malgré la non-homogénéité de la microstructure. La formation d'austénite est attribuée au regroupement d'éléments d'alliages tels que le nickel, le chrome et le manganèse au niveau des imperfections du réseau, des interfaces des lattes, et joints de grains (Y. Y. Song, Ping, et al., 2010). Le pic d'austénite résiduelle lors du revenu se situerait autour de AC1, cependant celui-ci reste toujours très dépendant des caractéristiques de la microstructure de l'acier (Y. Song et al., 2011; Zou et al., 2010).

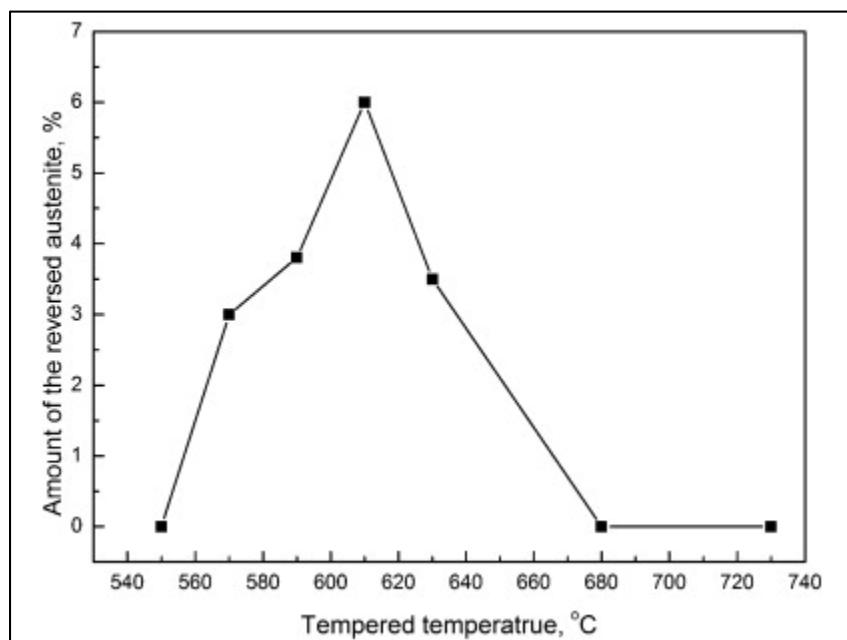


Figure 1.15 Influence de la température de revenu sur la quantité d'austénite résiduelle d'un 13Cr4N. (Y. Song et al., 2011)

1.2.3.2 Précipitation des carbures

Dans la littérature, il a été montré que le carbure $Cr_{23}C_6$ se forme aux interfaces des paquets de martensite de l'acier inoxydable martensitique AISI 410 et aux frontières des lattes de martensite (Lippold, 2005). Bien que la précipitation des carbures diminue la dureté et la fragilité de la

microstructure, leur formation entraîne une diminution de la teneur en carbone en solution solide dans les matrices d'austénite, augmentant ainsi la température de transformation martensitique MS et aboutissant à la production d'une matrice martensitique moins rigide (Lippold, 2005). Ces rôles opposés des carbures montrent l'importance des études de la formation du carbure sur les propriétés mécaniques de l'acier inoxydable.

1.2.3.3 L'effet du revenu sur la dureté

Les propriétés des aciers sont déterminées par leurs microstructures et diverses équations sont utilisées pour cartographier les propriétés de ceux-ci en fonction de leurs microstructures. Puisque la dureté est reliée directement à la martensite ainsi qu'à sa teneur en carbone, il est possible de trouver cette relation dans la littérature où elle montre schématiquement la relation entre ces deux caractéristiques (figure 1.16) (L. Zhang et al., 2007).

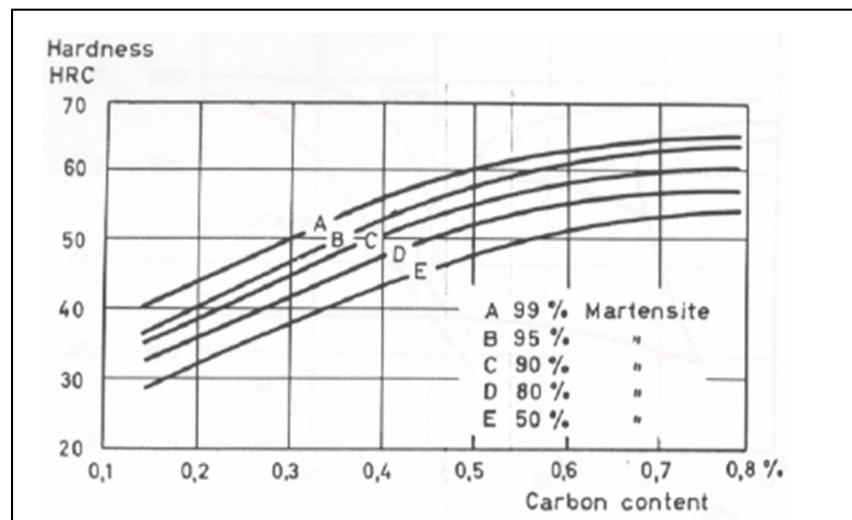
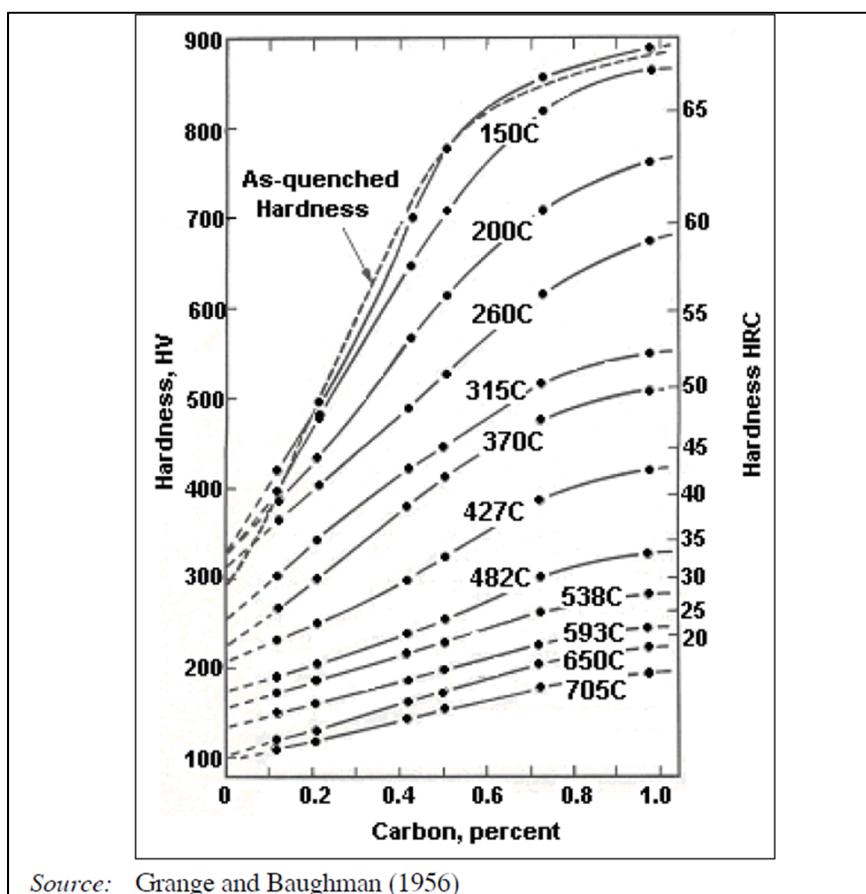


Figure 1.16 La dureté en fonction de la fraction de phase de martensite et la teneur en carbone. (L. Zhang et al., 2007)

Le processus de revenu dépend à la fois de la température de revenu et du temps de maintien à cette température. Une sélection incorrecte de ces paramètres lors de ce processus peut potentiellement affecter plusieurs propriétés et mécanismes comme la fragilisation, les contraintes résiduelles, la résistance de la fissuration par corrosion sous contrainte, la dureté, la ténacité et la transformation de

l'austénite résiduelle (Canale et al., 2008). De plus, la sélection appropriée de la température et du temps de revenu dépend de la teneur en carbone et de la composition chimique de l'acier étudié. La figure 1.17 illustre l'interdépendance de la température de revenu en fonction de la teneur en carbone d'un acier (Canale et al., 2008). Ainsi, les paramètres du revenu sont importants afin de bien prédire et obtenir les différentes propriétés mécaniques voulues.



Source: Grange and Baughman (1956)

Figure 1.17 Dureté de la martensite après revenu en fonction de la température de revenu et de la teneur en carbone. (Canale et al., 2008)

Récemment, diverses études ont été menées afin d'identifier les relations température-temps lors du revenu afin d'accompagner les procédés industriels de revenu et leur impact potentiel sur l'effet métallurgique recherché par l'industrie (Canale et al., 2008). La présente recherche s'inscrit dans ce contexte et a pour objectif de mieux comprendre les interactions entre les paramètres du traitement thermique sur la microstructure d'un acier inoxydable martensitique 410 dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques de l'acier considéré.

CHAPITRE 2

MÉTHODOLOGIE

Dans cette section il sera question d'expliquer les différentes étapes effectuées durant les expériences faites pour les deux plans d'expérience qui seront présentés plus tard dans ce document.

2.1 Dilatométrie

L'instrument de mesure utilisé pour les tests de dilatométrie est le dilatomètre DIL 805A/D/T présenté à la figure 2.1. Cet instrument permet d'effectuer des cycles de traitement thermique sur des échantillons cylindriques. Le dilatomètre a deux modules possibles : un module où il est possible d'effectuer un cycle de traitement thermique sous contrainte mécanique et un module où il est possible d'effectuer un cycle de traitement thermique sans contrainte mécanique. Dans cette étude aucune contrainte mécanique n'est appliquée, le deuxième module seulement a été utilisé.



Figure 2.1 Dilatomètre DIL 805A/D/T
<https://www.tainstruments.com/dil-805adt-quenching-dilatomers>, 2018)

Les résultats obtenus à partir de ces tests sont sous forme de tableau avec l'élargissement de l'échantillon en fonction de la température et du temps durant son cycle de traitement thermique. Ces résultats seront présentés graphiquement et analysés par la suite. Il sera donc possible de voir les différentes transformations de phases durant le cycle de traitement thermique désiré. Les différentes fonctions pour la présentation des résultats sont mises en annexe.

2.1.1 Échantillons

Les échantillons utilisés pour ce type d'instrument sont en forme de cylindre d'une longueur de 10mm avec un diamètre est de 4mm. Ces échantillons sont usinés à partir d'un brut donné par le partenaire industriel avec une CNC avec le même patron d'usinage pour chaque échantillon et coupés avec une découpe de précision utilisant une lame d'oxyde d'aluminium de 0.5mm de largeur. Tous les échantillons sont par la suite vérifiés pour leur planéité sur les deux côtés. Chaque échantillon a une incertitude sur sa longueur et est mesuré avec un micromètre. La différence de longueur est inscrite dans le dilatomètre afin d'avoir des résultats normalisés en fonction de leur longueur initiale. Il est possible de voir à la figure 2.2 un exemple d'échantillon de dilatométrie.

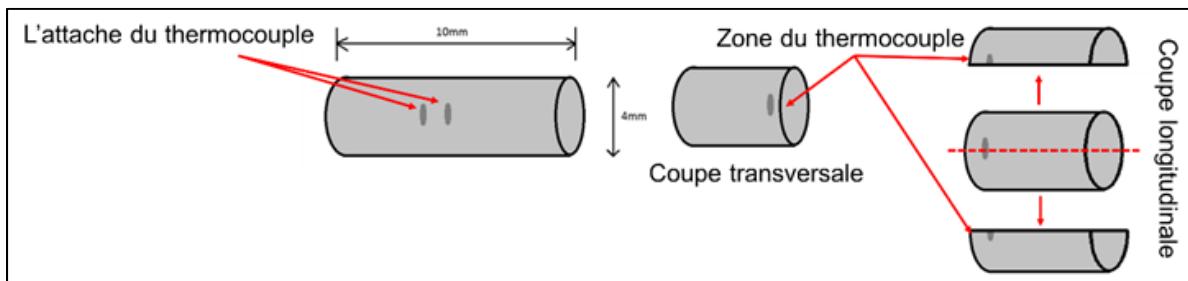


Figure 2.2 Échantillon de dilatométrie coupé pour l'analyse de microstructure.

Pour chaque test, un thermocouple de type K est soudé proche de la mi-longueur sur l'échantillon. Après le test sur le dilatomètre, l'échantillon est coupé au centre des deux soudures du thermocouple, cette zone est la seule zone sur l'échantillon où le cycle de traitement thermique a bien été contrôlé par le dilatomètre via le thermocouple de type K. Le dilatomètre réchauffe les échantillons avec une conduction thermique et est contrôlé par le thermocouple. Le compartiment du dilatomètre où l'échantillon se trouve est sous vide durant tout le cycle de traitement thermique et est refroidi avec un gaz neutre qui est l'argon dans cette étude.

2.1.2 Cycle de traitement thermique

Pour chaque test effectué, un cycle de traitement thermique doit être mis en place et pour ce faire plusieurs variables du cycle doivent être intégrées dans le programme : température de départ, vitesse de réchauffement, température du traitement thermique, temps de maintien, vitesse de refroidissement, température finale. Avec ces variables, il est possible de faire un cycle avec plusieurs traitements thermiques pour chaque échantillon.

2.2 Révélation de la microstructure

La révélation de la microstructure sur les échantillons a été faite avec une série de polissage jusqu'à 1 micron avec du papier sablé d'oxyde de silicium et des solutions diamantées. Plusieurs attaques chimiques ont été utilisées dans cette étude, les figures de microstructure utilisées dans ce document ont été faites à partir d'une attaque chimique d'une solution de Villela : 45ml de glycérol, 15ml d'acide nitrique, 30ml d'acide hydrochlorique. Les échantillons sont exposés à l'attaque chimique pendant 1-2 minute avec une vérification au microscope optique après 1 minute.

2.3 Analyse de carbures

Pour cette analyse, un outil de mesure d'image est utilisé. Cet outil de mesure permet d'analyser les images avec des fonctions déjà intégrées dans le programme. Pour l'analyse de carbures, les images ont été prises à partir du MEB Hitachi TM3000 mis à niveau avec la monture de photographie et le mode 15kV. Un seuil de couleur a été appliqué sur chaque image afin de faire ressortir les carbures $M_{23}C_6$ qui sont ici des $Cr_{23}C_6$ précipités à partir du chrome de l'acier inoxydable AISI 410. Ensuite, chaque carbure a été isolé à la main avec un outil de contour afin d'avoir des résultats plus rigoureux. Pour chaque analyse, deux images ont été utilisées à une magnification de 7000x afin d'avoir une meilleure vue d'ensemble pour la fraction de phase et l'analyse des carbures. Il sera possible de voir dans les deux prochains chapitres que chaque cycle de traitement thermique influence énormément les résultats de l'analyse de carbures. Ainsi, ces résultats ne suivent pas de norme ISO sur la quantité d'objets analysés. Cependant, ces résultats seront pris en compte de façon qualitative et permettront de voir l'évolution et la tendance de l'analyse de carbures en fonction du cycle de traitement thermique.

Pour chaque traitement d'image, une mise à l'échelle est faite avec l'échelle donnée par le MEB selon la magnification utilisée. L'image est ensuite coupée, subséquemment un seuil de couleur décisif rend l'image en noir et blanc comme il est possible de voir sur la figure 2.3. Les résultats de l'analyse de particule présentent l'aire des zones de contour, le nombre de zones de contour et les statistiques de ces zones. Un tableau de données est le résultat de cette analyse. Les différents résultats sont ensuite présentés graphiquement (avec tous les détails en annexe).

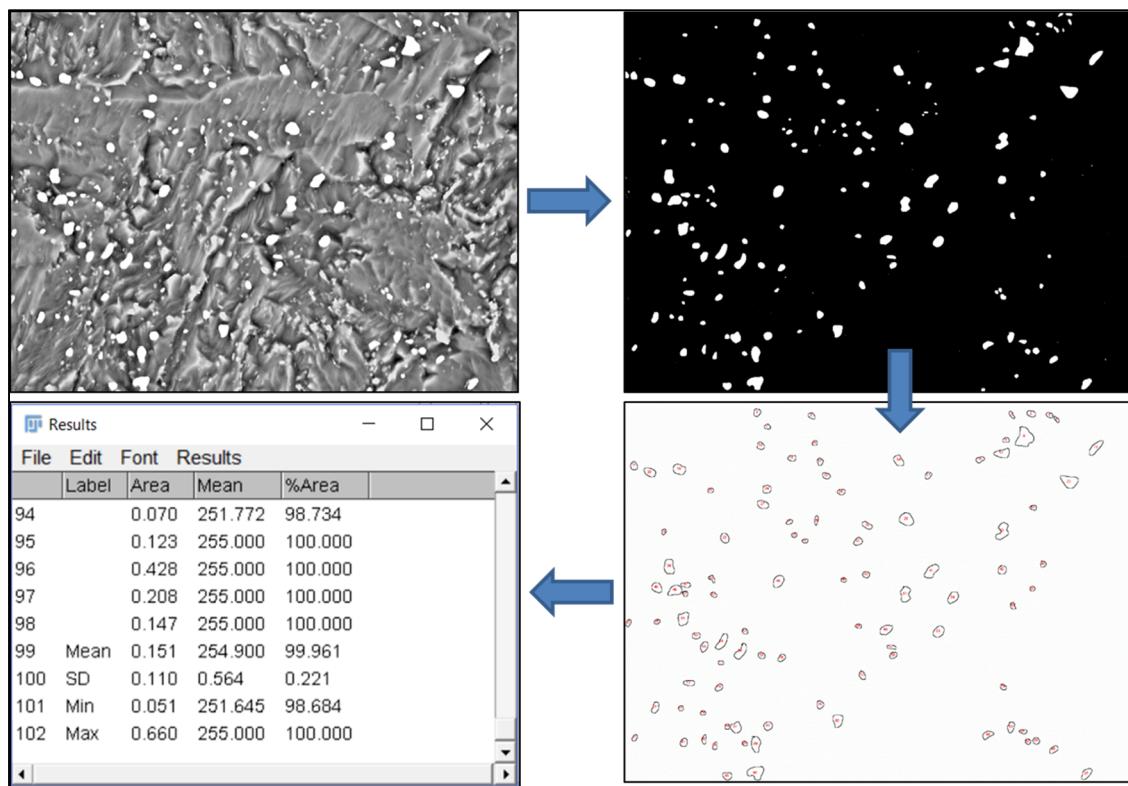


Figure 2.3 Étapes d'analyse de carbures

Les résultats de fraction de phase sont calculés à partir de l'aire totale des carbures sur l'aire de l'image (pixels). Ces résultats sont extraits qu'à des fins qualitatives pour une meilleure compréhension de la tendance de cette fraction de phase en fonction du cycle de traitement thermique.

2.4 Analyse de dureté

L'analyse de dureté s'est faite à partir d'une série de tests sur un microscope de microdureté. Chaque microdureté a été faite avec un poids de 200g et un maintien de 15 secondes avec un indenteur en diamant de forme pyramidale de 136°. Ensuite, la mesure de dureté Vickers s'est faite à partir de l'empreinte de forme carrée du test, voir figure 2.4, avec la formule suivante :

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136}{2}\right)}{9.801665 \cdot d^2} \cong 0.01891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (1)$$

Où F la force [N], d la diagonal [m].

Il est donc possible de mesurer les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un microscope. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. F est calculé à partir de $F = m \cdot g$ où m la masse de 200g utilisée et g la force gravitationnelle 9.801665 m/s^2 .

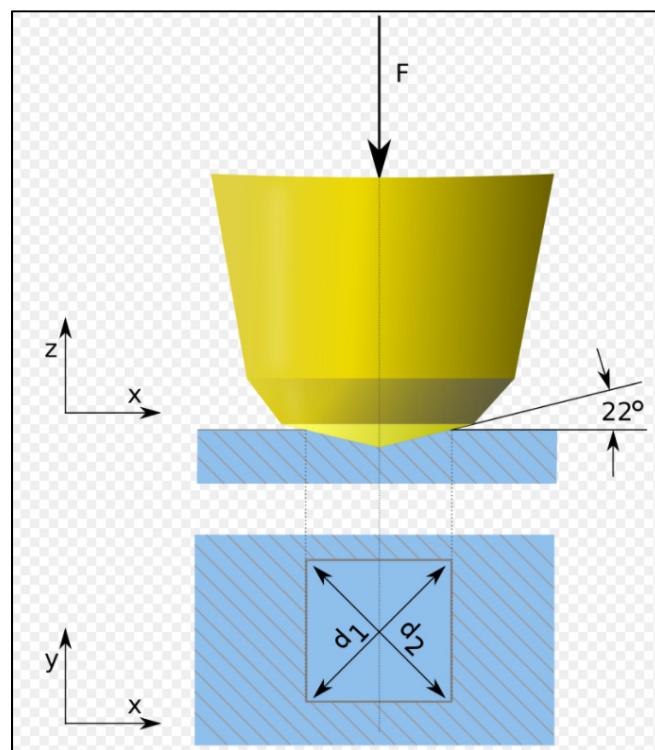


Figure 2.4: Empreinte de l'indenteur pour la mesure de dureté Vickers.(Source : Dureté Vickers; Wikipédia)

Les diagonales ont été mesurées à l'aide des profils de profondeur de chaque indentation prises et analysées par un microscope à laser confocal LEXT4100 (figure 2.5).

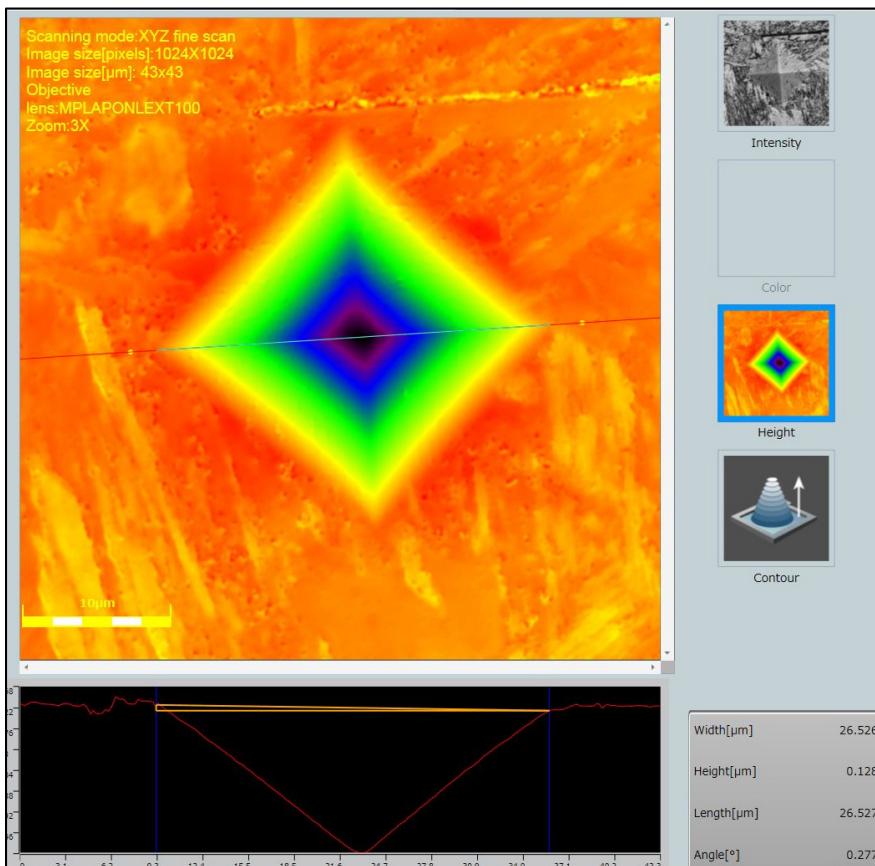


Figure 2.5 Profil de profondeur d'une indentation à partir de l'outil de mesure du LEXT4100

Tous les calculs pour la dureté ont été programmés dans Excel. Chaque échantillon a eu 15 indentations sur trois paliers de cinq indentations afin d'englober le centre de l'échantillon et avoir une mesure du cœur de la microstructure de l'échantillon. Sur les 15 indentations, chaque mesure extrême a été enlevée du calcul final afin de réduire et d'éliminer les données qui seraient aberrantes. Ainsi, 13 mesures sont utilisées pour les calculs de dureté Vickers.

CHAPITRE 3

L'EFFET DE LA TEMPÉRATURE D'AUSTÉNITISATION SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ACIER INOXYDABLE AISI 410.

Ce chapitre abordera tout d'abord le plan d'expérience de l'étude, ensuite l'analyse et les résultats et pour finir une conclusion détaillée.

3.1 Plan d'expérience

Tout d'abord, le plan d'expérience a été fait à partir d'études préliminaires basées sur la littérature et sur l'expérience du partenaire industriel (Finkl Steel-Sorel). Les différentes températures d'austénitisation pour cette étude ont été choisies par le biais du logiciel de simulation thermodynamique: FactSage. Ce programme permet d'énumérer la composition chimique exacte de l'acier étudié afin d'avoir une simulation précise de l'évolution des différentes phases existantes à partir de la température ambiante jusqu'au liquidus de celui-ci. Ainsi, il est possible d'avoir une approximation des fractions de phases aux différentes températures désirées.

Pour l'acier inoxydable AISI 410, la température de fusion se trouve aux alentours de 1400°C. Comme la composition chimique de chaque acier influence beaucoup la température de fusion, la simulation a donc été faite à partir de la température ambiante jusqu'à 1550°C afin de s'assurer de passer par la fusion. La figure 3.1 représente graphiquement la simulation faite de l'acier inoxydable AISI 410 le graphique a été raccourci à partir de 400°C.

La température initiale utilisée est 955°C ou $Ac_3 - 28^\circ\text{C}$, soit la température utilisée dans l'industrie pour cet acier inoxydable. La simulation permet de voir qu'à 955°C, la dissolution des carbures n'est pas complète. L'acier inoxydable AISI 410 a environ ~3-3.5% de carbures $Cr_{23}C_6$ à température ambiante, à 955°C le tiers de ces carbures devrait toujours être présent dans la microstructure. Toutefois, la température d'austénitisation utilisé en industrie n'est jamais très élevée afin d'éviter le grossissement des grains, ce qui est une problématique dans l'industrie où l'on forge des gros blocs d'acier. La deuxième température visée est 983°C, cette température est la température limite de la dissolution complète des carbures et donc la transformation complète de la microstructure en austénite, soit Ac_3 . Subséquemment, la troisième température d'austénitisation utilisée est 1010°C ou $Ac_3 + 27^\circ\text{C}$ afin de

s'assurer d'avoir une dissolution complète des carbures. Les trois températures choisies ont des hausses similaires pour chaque température afin de distinguer plus facilement l'évolution de la microstructure en fonction de ces températures d'austénitisation.

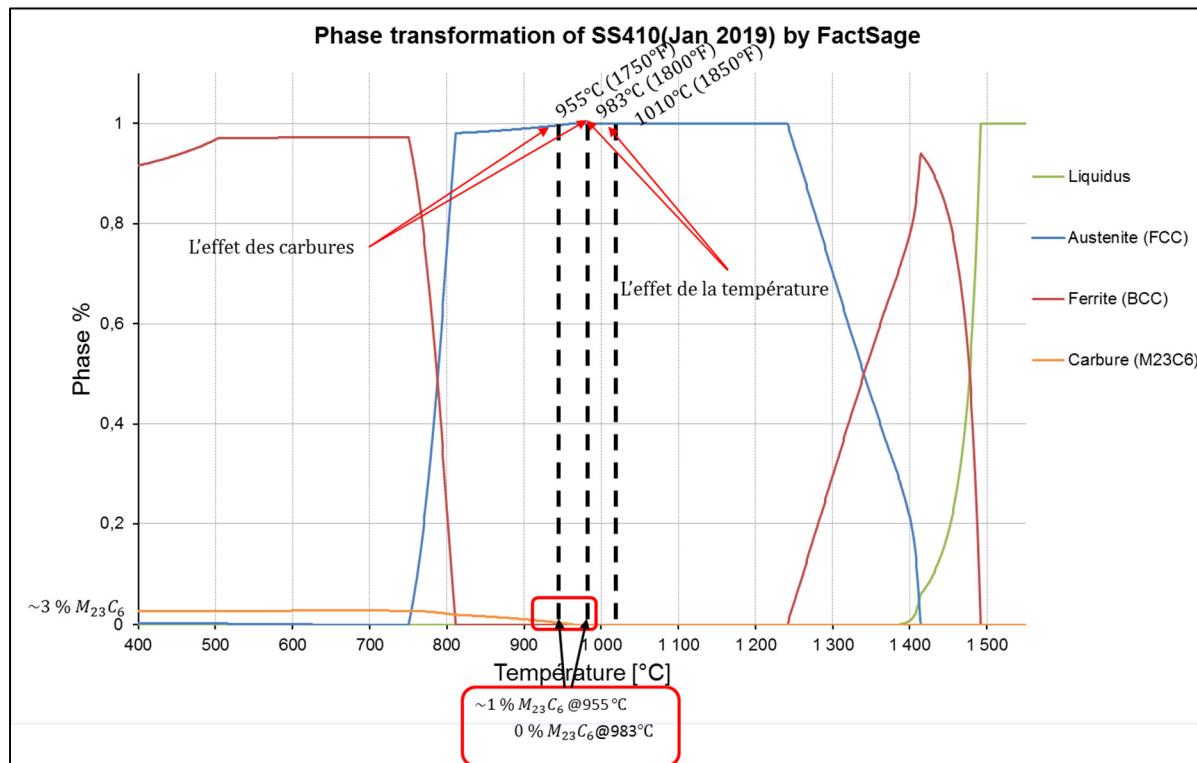


Figure 3.1 Simulation FactSage de l'acier inoxydable AISI 410

Le plan d'expérience complet comporte six (6) échantillons avec des cycles de traitement thermique différents. Trois (3) échantillons seront analysés après la trempe et trois (3) échantillons seront analysés après un revenu de 28 heures à 677°C. La température et le temps de revenu sont choisis selon les mêmes standards utilisés par le partenaire industriel. La vitesse de réchauffement choisi est de 10°C/s pour éliminer les effets pouvant être non désirés durant le réchauffement. La vitesse de refroidissement choisie pour chaque traitement thermique est de 1°C/s. La vitesse de refroidissement utilisée est le résultat obtenu d'une simulation d'éléments finis d'une trempe dans une solution de polymères d'un bloc d'acier inoxydable AISI 410 (Yassine Bouissa, 2018, Équipe CM2P). Cette vitesse représente le refroidissement du bloc à un pouce de sa surface. La représentation graphique de ce plan d'expérience peut être vue à la figure 3.2.

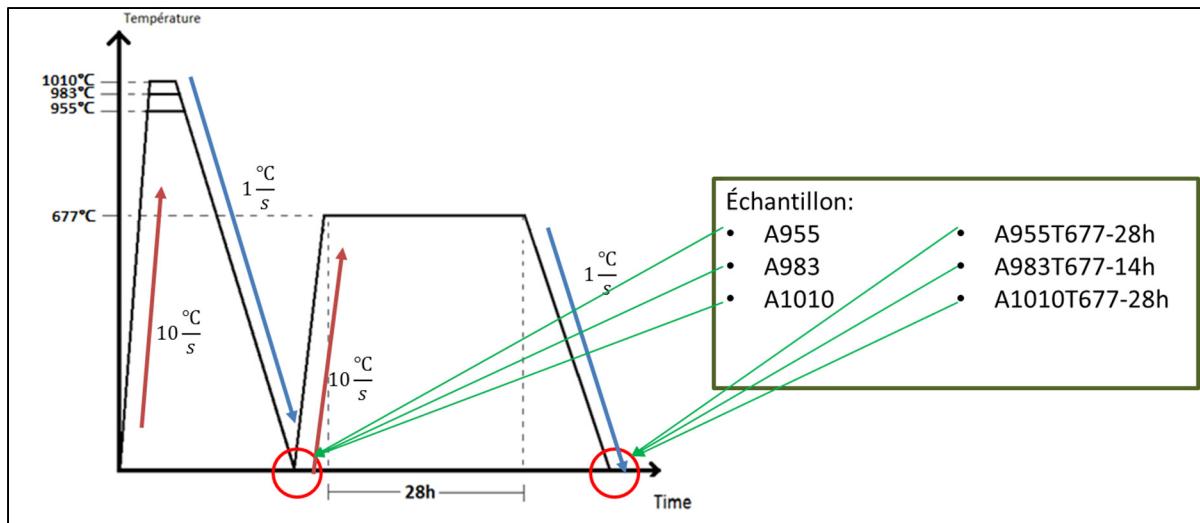


Figure 3.2 Plan d'expérience 1

L’identification utilisée pour les échantillons correspond au cycle de traitement thermique de ceux-ci. La figure 3.3 sert de référence pour l’identification. La figure 3.2 sert de référence pour les noms des échantillons.

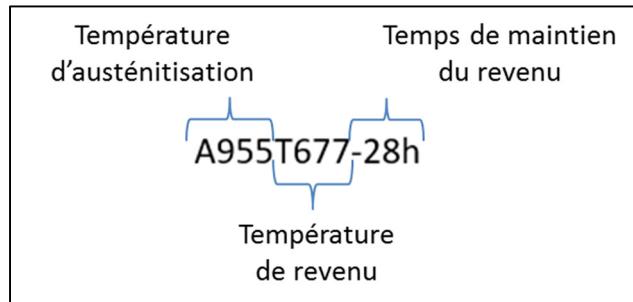


Figure 3.3 Appellation utilisée pour les échantillons

3.2 Analyses et résultats

Cette section présentera l’analyse et les résultats obtenus à partir des différents cycles de traitement thermique du plan d’expériences. L’analyse et les résultats se diviseront en plusieurs sous-sections représentant les différents tests faits sur les échantillons, soit la microscopie optique, la dilatométrie, la dureté et la microscopie électronique à balayage.

3.2.1 Microscopie optique

La figure 3.4 présente la microstructure par microscopie optique des six différents cycles de traitements thermiques présentés dans le plan d'expérience. Les figures 3.4 A), B) et C) sont les échantillons analysés après la trempe des trois températures d'austénitisation à une magnification de 200x. Un grossissement significatif des grains est remarqué lorsque la température d'austénitisation atteint Ac_3 et dépasse cette température (983°C, 1010°C). Les figures 3.4 D), E) et F) sont les échantillons analysés après le revenu à 677°C pendant 28h aux trois températures d'austénitisation à une magnification de 500x. La martensite revenue rend la microstructure plus homogène et rend l'interface des grains d'austénite primaire plus difficile à discerner même à plus grande échelle.

Lors d'une austénitisation où la martensite et les carbures ne sont plus présents, la microstructure peut être dite sans contrainte et est considérée comme une étape de croissance des grains (Naghizadeh, 2016). Par conséquent, on peut conclure que la cinétique de croissance des grains à 955°C et 983°C est plus lente. Il est possible d'affirmer que la cinétique du grossissement des grains à 1010°C est rapide pour être en mesure de voir un grossissement important des grains après un temps de maintien de seulement 30 minutes.

La figure 3.5 présente un agrandissement des images à la figure 3.4, afin de mieux analyser la morphologie de la martensite. Les figures 3.5 A) et B) présentent une martensite similaire avec des lattes de martensites plutôt grossières à l'inverse de la figure 3.5 C), où celle-ci présente une microstructure martensitique différente avec des lattes de martensite plus fines. Par conséquent, il semblerait que le grossissement des grains et une teneur en carbone plus élevée dans la microstructure raffineraient les lattes de martensites après un traitement de revenu.

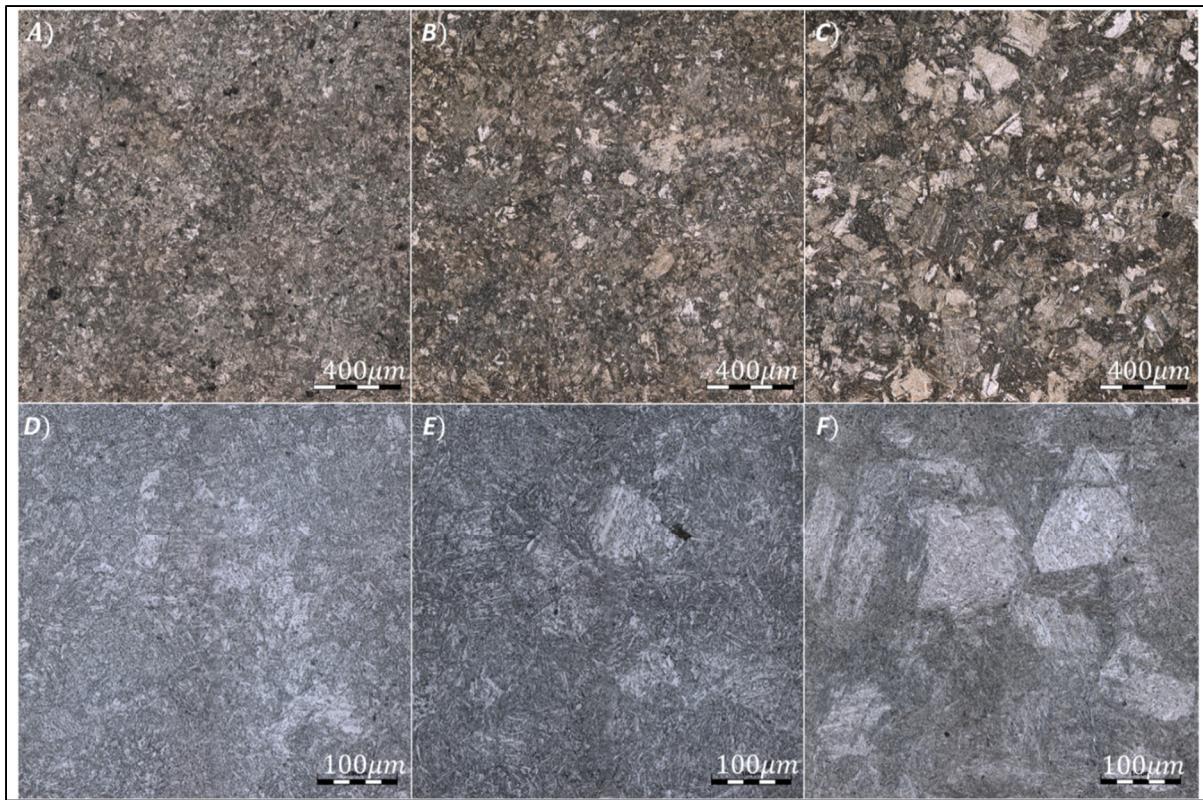


Figure 3.4 Microscopie optique des échantillons après la trempe A) A955, B) A983, C) A1010 (magnification 200x) et après un revenu à 677°C pendant 28h D) A955T677-28h, E) A983T677-28h, F) A1010T677-28h (magnification 500x et une luminosité différente dû au microscope)

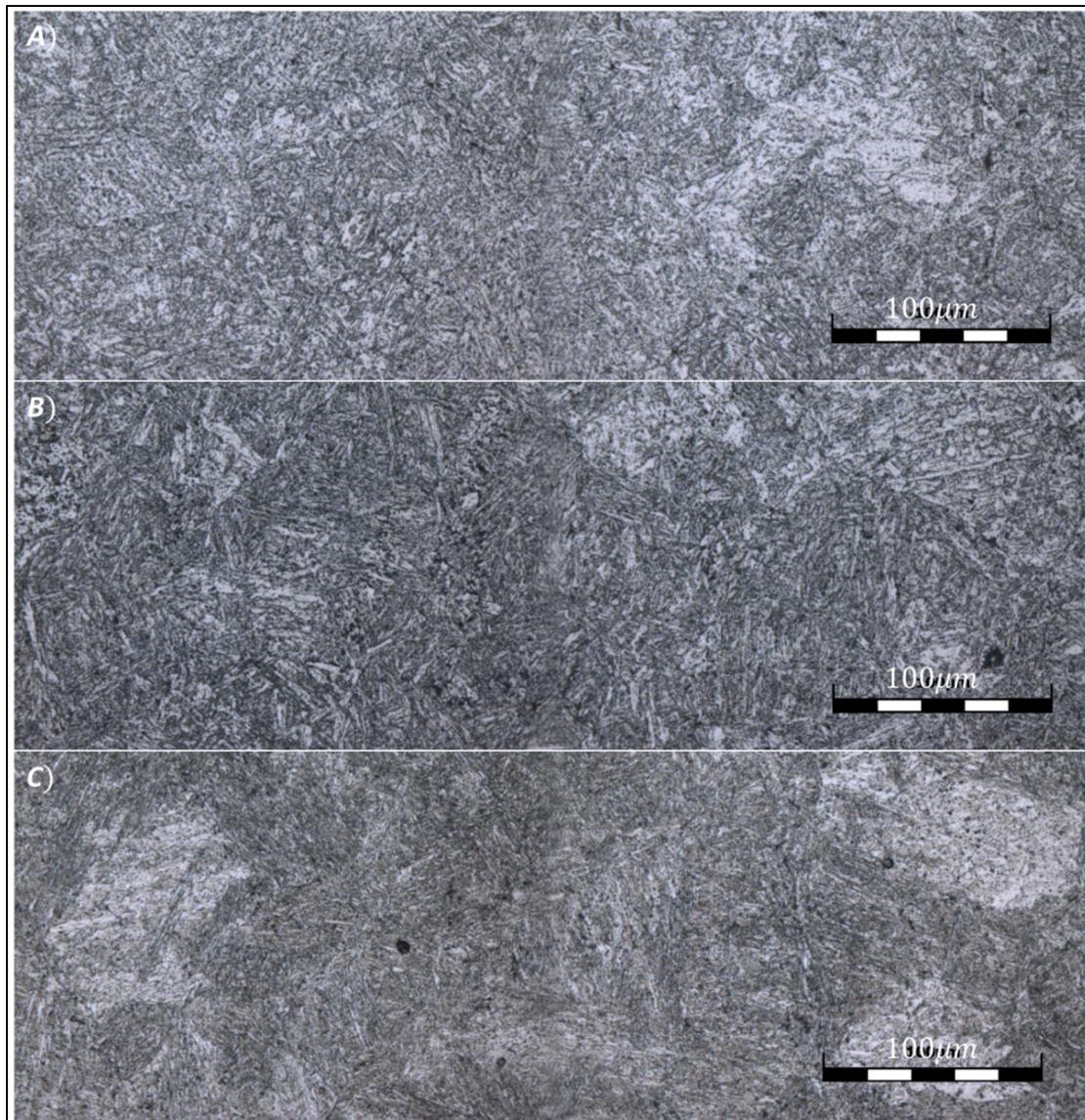


Figure 3.5 Microscopie optique après un revenu à 677C pendant 28h A)A955T677-28h, B) A983T677-28h, C)A1010T677-28h

3.2.2 Dilatométrie

Les données obtenues par le dilatomètre sont sous forme de tableaux et sont ensuite traitées par des fonctions sur python.

Tout d'abord, les cycles de trempe des trois premiers échantillons présentent des résultats très intéressants. Il est possible de voir sur la figure 3.6 que plusieurs éléments de la courbe dilatométrique

sont influencés par chaque température d'austénitisation. La zone de maintien du cycle de trempe sera la première partie analysée.

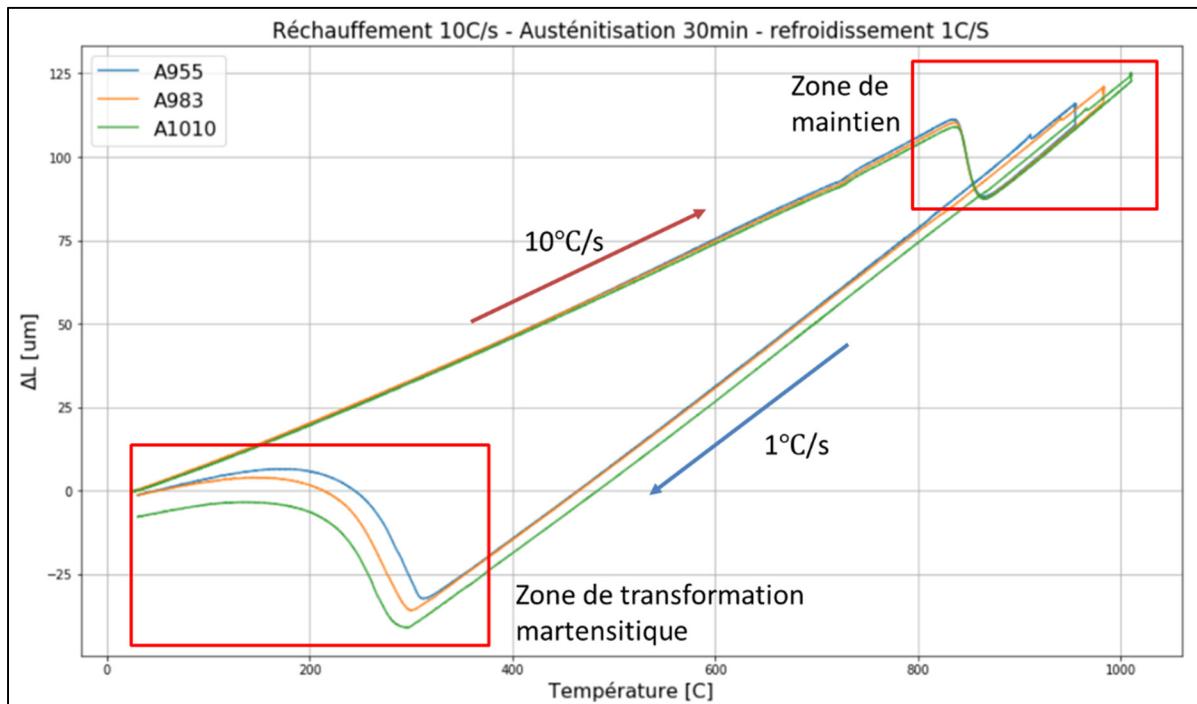


Figure 3.6 L'élongation en fonction de la température des différentes températures d'austénitisations; cycle de trempe complet

Les maintiens à différentes températures sont présentés à la figure 3.7. Il est possible de voir une dilatation pour chaque maintien, néanmoins l'échantillon A1010 semble avoir une contraction lors du maintien. L'expansion durant le maintien peut être expliquée par la dilatation thermique des échantillons à ces températures d'austénitisation. Cependant, la vitesse de réchauffement étant très rapide, il est probable que cette expansion n'ait pas eu le temps de se compléter durant le réchauffement et se stabilise pendant le maintien. Une représentation graphique de l'élongation en fonction du temps se trouve sur la figure 3.8 B) afin de mieux visualiser les variations durant le maintien. Une dilatation devrait être remarquée sur chaque échantillon dû à l'expansion thermique, toutefois il est intéressant de voir un ralentissement et même une diminution de l'élongation pour les températures de 983°C et 1010°C. Ce ralentissement peut être dû à un grossissement des grains d'austénites lors du maintien à ces températures. La recherche a montré que le taux de glissement des grains diminuait beaucoup avec l'augmentation de la déformation superplastique causée par la croissance des grains (Li et al., 1997). De ce fait, il est plausible d'attribuer la contraction de ces échantillons à ce mécanisme sachant

qu'aucune littérature n'aborde précisément le sujet. Le grossissement de grain s'effectue généralement durant l'austénisation et le taux de grossissement augmente en fonction de l'énergie qu'on lui attribue (Munir, 2019).

Lors du refroidissement du cycle de trempe présenté à la figure 3.6, il est possible de voir une différence sur la contraction finale des échantillons dans la zone de la transformation martensitique. Cette différence est mieux présentée à la figure 3.8 A), qui présente une contraction plus élevée de l'échantillon A1010. La microstructure joue un rôle important sur l'expansion et la contraction de l'échantillon, la figure 3.6 montre bien cette influence des transformations de phases sur l'elongation de l'échantillon. C'est pourquoi une différence dans l'elongation est généralement expliquée par une différence dans les phases présentes dans la microstructure. Cependant, l'acier inoxydable AISI 410 est un acier de type martensitique; or la martensite est la phase dominante dans la microstructure à température ambiante. Toutefois, il est possible qu'avec une plus haute température d'austénisation, la contraction remarquée soit due à une transformation displacive incomplète. Dans le cas où la transformation displacive soit incomplète, une part d'austénite reste dans la structure : cette phase est appelée l'*austénite résiduelle* (Hantcherli, 2010). Cependant, cette phase n'est presque pas présente dans l'acier inoxydable AISI 410 après la trempe. Une analyse par diffraction des poudres sur un échantillon d'acier inoxydable AISI 410 après un cycle de trempe a été faite afin de vérifier la présence de l'austénite résiduelle. L'analyse dévoile moins de 3% de cette phase d'austénite résiduelle dans l'échantillon. Ainsi, le cas d'une transformation displacive incomplète est peu probable, ce qui appuie le fait que la contraction est probablement causée par le grossissement des grains.

Subséquemment, la figure 3.9 présente l'influence des cycles de trempe sur la température de la transformation martensitique, M_S . Cette température indique le début de la transformation de l'austénite vers la martensite. Le carbone est l'un des premiers éléments à influencer la température de la transformation martensitique M_S . L'atome de carbone a le plus puissant effet de renforcement en solution solide sur l'austénite que les autres atomes d'alliage (tels que le chrome, le nickel ou le silicium), il est l'un des éléments principaux dans les aciers qui influencent directement la température M_S (Tsai et al., 2002).

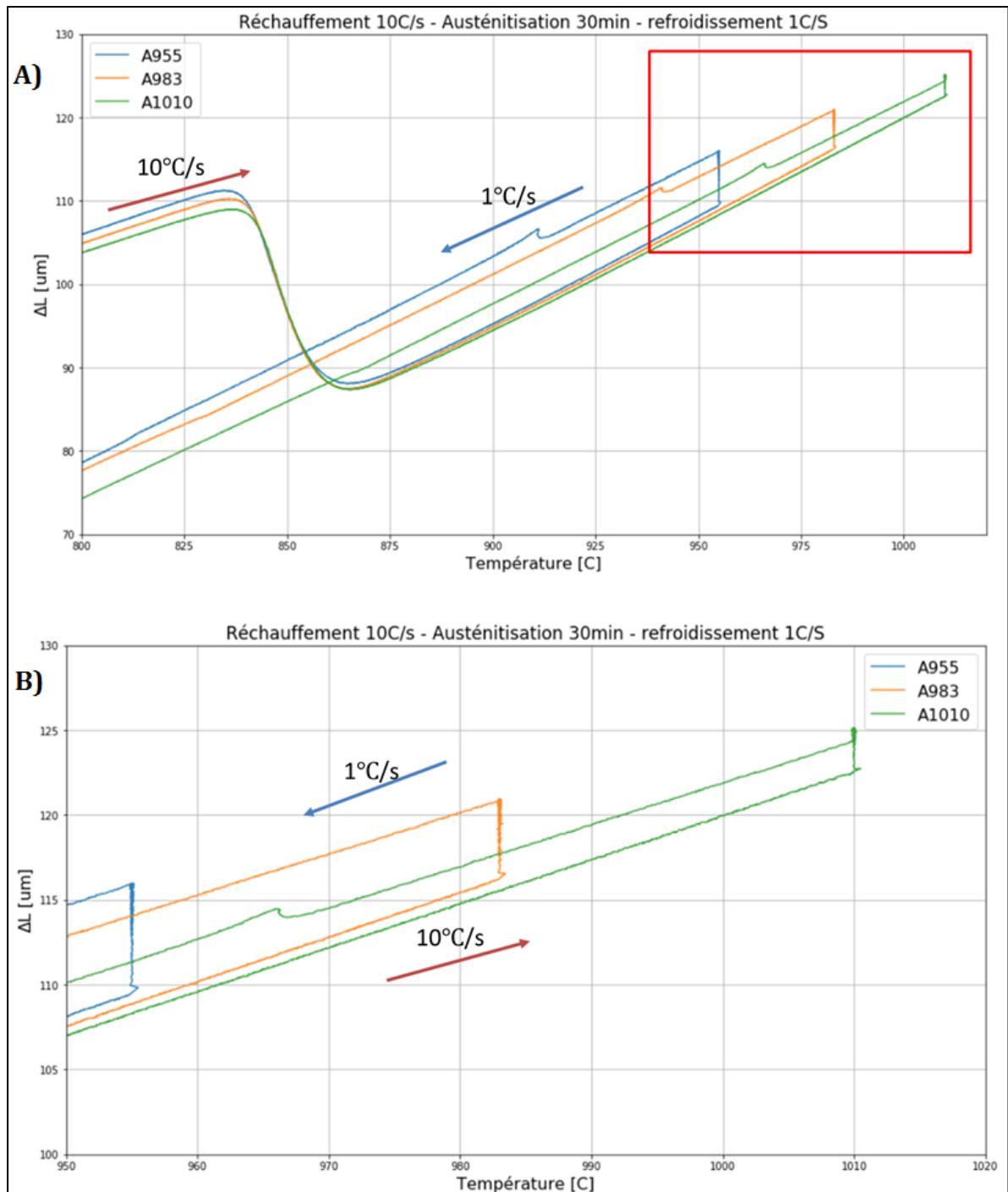


Figure 3.7 Élongation en fonction de la température des différentes températures d'austénitisation; zone de maintien

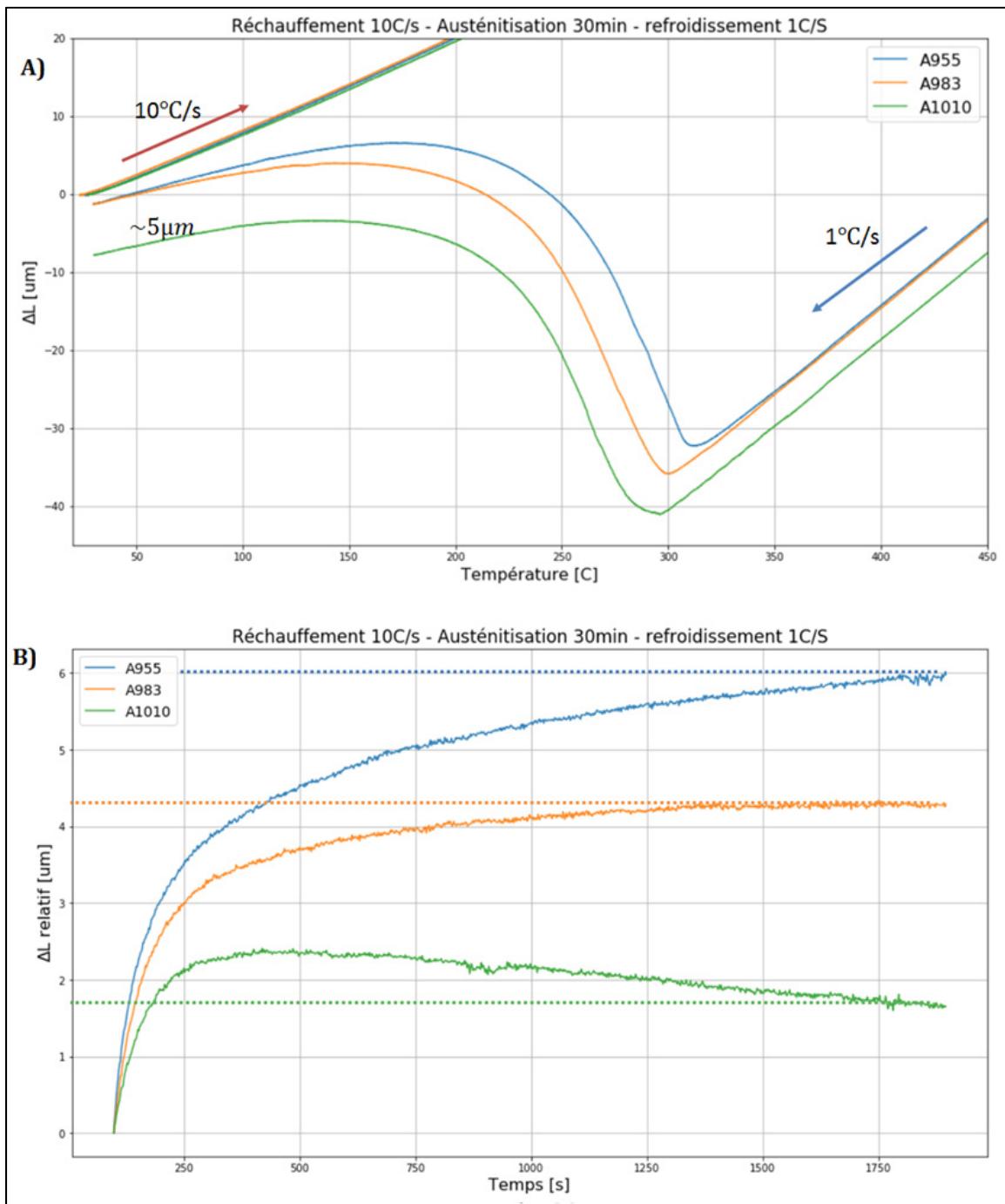


Figure 3.8 A) Élongation en fonction de la température des différentes températures d'austénitisation; zone de transformation martensitique. **B)** Élongation relative des élongations initiales au début du maintien en fonction du temps des températures d'austénitisation; zone de maintien

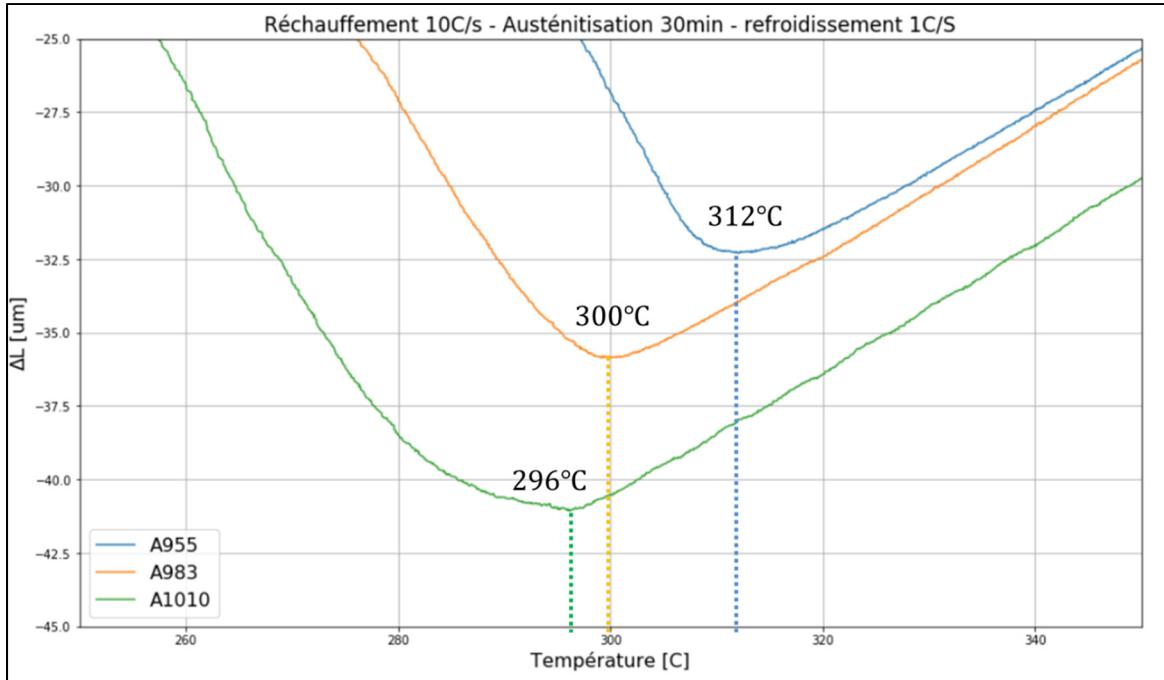


Figure 3.9 Élongation en fonction de la température des différentes températures d'austénitisation; zone de transformation martensitique. Graphique démontrant les différences de température de début de la transformation martensitique en fonction des différentes températures d'austénitisation des cycles

Ainsi, lorsque les carbures $Cr_{23}C_6$ précipitent, la teneur en carbone diminue dans l'austénite ce qui entraîne une température M_s plus élevée (Tsai et al., 2002). C'est ce que la figure 3.9 illustre, avec une température d'austénitisation de 1010°C , les carbures $Cr_{23}C_6$ sont complètement dissous et indiquent une teneur en carbone plus élevée dans la matrice d'austénite, ce qui engendre une température M_s plus basse. Le phénomène se voit aussi avec les températures d'austénitisation de 983°C et 955°C où les carbures ne sont pas complètement dissous et ainsi ont une teneur plus faible en carbone dans la microstructure.

L'analyse par dilatométrie des cycles de revenu est faite en trois parties, soit durant le réchauffement, le maintien et le refroidissement. La figure 3.10 présente graphiquement le taux d'allongement en fonction de la température pendant le réchauffement du revenu. Il est possible d'observer un phénomène durant le réchauffement entre les températures de 320°C et 430°C. Dans la littérature, il a été possible de cibler certains mécanismes aux températures où ce phénomène se produit. Le tableau 3.1 montre les différents mécanismes de transformation se produisant pendant le revenu de la martensite (Porter et al., 2009b). De ce fait, le ralentissement du taux d'allongement montré dans la figure 3.10 peut notamment être expliqué par la précipitation du Fe_3C . Le second mécanisme qui se présente à

partir de 350°C est la ségrégation des impuretés et des éléments d'alliages. Cependant, il n'y a aucune évidence dans la littérature que ce mécanisme peut influencer le taux d'allongement. Ainsi, il est plausible qu'à la fin de la précipitation, le taux d'allongement n'est plus affecté par celle-ci et ainsi il retrouve sa stabilité. Il est possible d'observer que chaque température d'austénitisation influence davantage ce phénomène, plus la température augmente, plus l'écart augmente. Ce phénomène est expliqué par la quantité de carbures dissous à chaque température d'austénitisation, or le taux de carbone en solution solide dans les matrices de martensite est plus élevé dans l'échantillon A1010T677-28h. Dans ce sens, le mécanisme de précipitation influence davantage le taux d'allongement.

**Tableau 3.1 Transformation survenant lors du revenu de la martensite ferreuse
(Porter et al., 2009b)**

Transformations Occurring During Tempering of Ferrous Martensites		
Temperature/°C	Transformation	Remarks
25–100	Carbon segregation to dislocations and boundaries; pre-precipitation clustering and ordering	Clustering predominant in high-carbon steels
100–200	Transition-carbide precipitation, diam. 2 nm (first stage of tempering)	Carbides may be η (Fe_2C) or ϵ ($Fe_{2.4}C$)
200–350	Retained austenite transforms to ferrite and cementite (second stage)	Associated with tempered martensite embrittlement
250–350	Lath-like Fe_3C precipitation (third stage)	
350–550	Segregation of impurity and alloying elements	Responsible for temper embrittlement
400–600	Recovery of dislocation substructure. Lath-like Fe_3C agglomerates to form spheroidal Fe_3C	Lath structure maintained
500–700	Formation of alloy carbides, (secondary hardening or fourth stage)	Occurs only in steels containing Ti, Cr, Mo, V, Nb, or W; Fe_3C may dissolve
600–700	Recrystallization and grain growth; coarsening of spheroidal Fe_3C	Recrystallization inhibited in medium-carbon and high-carbon steels; equiaxed ferrite formed

Pour la zone de maintien présentée à la figure 3.11, celle-ci montre une tendance très similaire pour les trois échantillons : une diminution rapide de l'élongation pendant les 40 000 premières secondes pour ensuite voir un ralentissement de cette diminution pour le reste du cycle de revenu. Il est possible de voir deux zones de fluctuations sur chaque échantillon, pour l'instant ces zones semblent être des

phénomènes machines. Ces zones se reproduisent méthodiquement sur plusieurs autres tests dilatométriques d'acier différents. Il n'a pas été possible de bien expliquer ces phénomènes. La littérature n'illustre pas de résultats similaires lors du maintien d'un revenu d'acier. Il serait possible de refaire ces tests plusieurs fois afin de voir la répétabilité de ces phénomènes afin de mieux les comprendre. Puisque ces résultats ont des variations de l'ordre du micron, il est aussi plausible que ces variations sont dues aux manipulations.

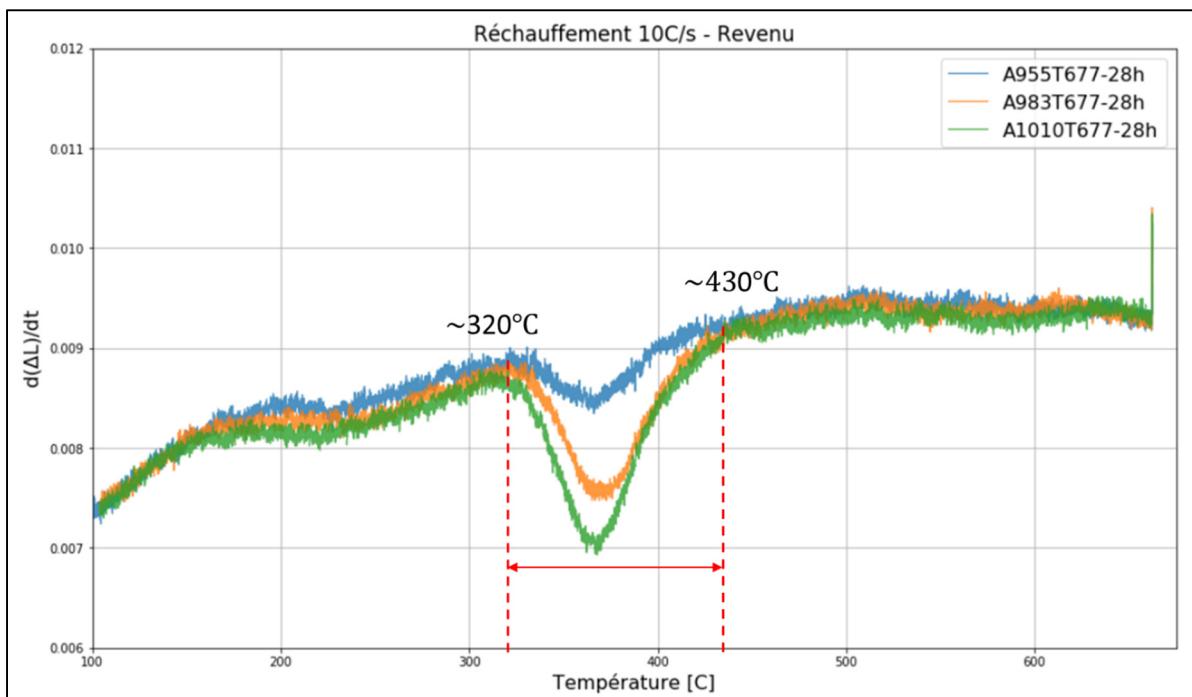


Figure 3.10 Vitesse d'élongation en fonction de la température; zone de réchauffement

Pour la zone de refroidissement présentée à la figure 3.12, celle-ci présente aussi plusieurs tendances similaires pour les trois échantillons. Cependant, ces phénomènes ont également été vus sur plusieurs autres tests à différentes températures lors du refroidissement et à plusieurs vitesses de refroidissement aussi. Ces phénomènes se produisent également lors du refroidissement du cycle de trempe. Il semblerait que ces phénomènes soient des variations lors de la stabilisation du refroidissement lorsque le dilatomètre injecte le gaz neutre. Comme la chambre du test est initialement sous vide pendant le réchauffement et le maintien, il est plausible que ces variations viennent du système de stabilisation du dilatomètre. En conséquence, ces variations ne sont pas considérées dans l'analyse.

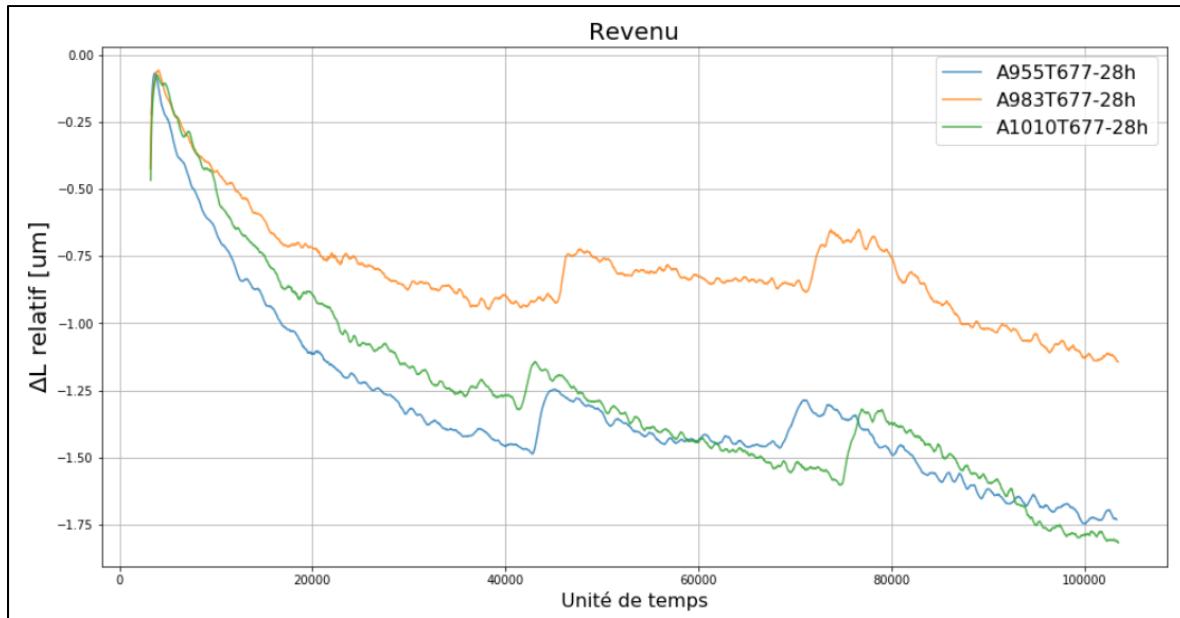


Figure 3.11 Élongation normalisée des élongations maximales au début du maintien en fonction du temps; zone de maintien

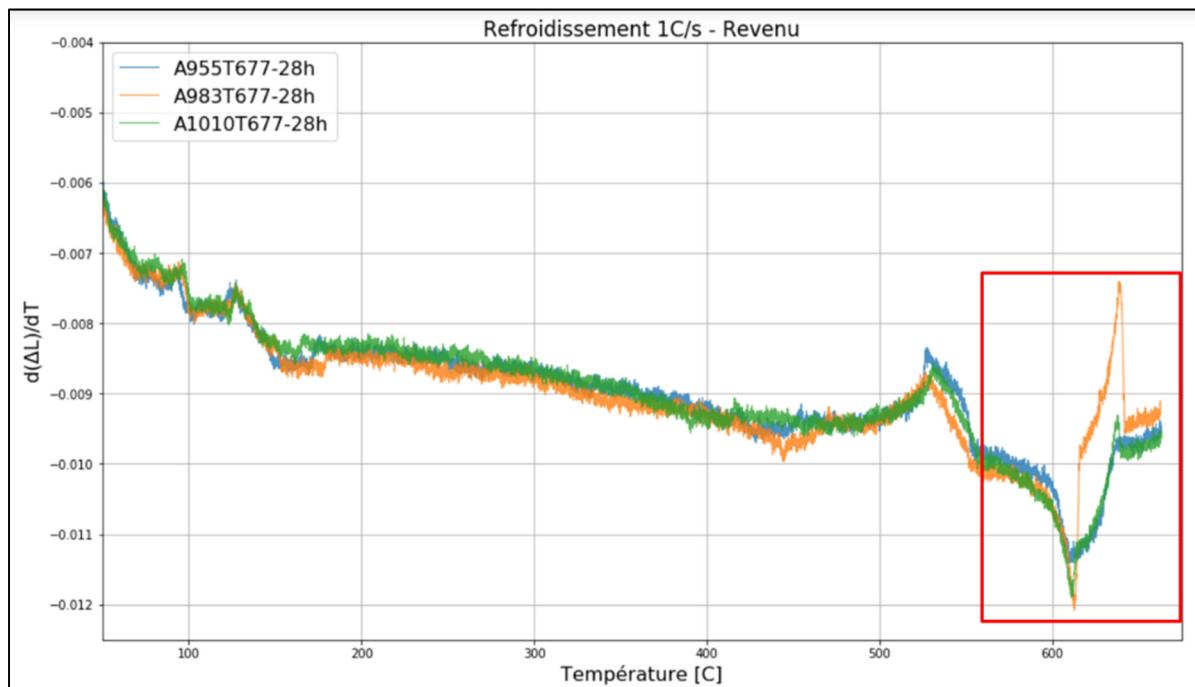


Figure 3.12 Vitesse d'élongation en fonction de la température; zone de refroidissement

Enfin, plusieurs phénomènes ont été remarqués avec les résultats dilatométriques et plusieurs ont été expliqués par le biais de la littérature malgré que ces phénomènes n'aient jamais été observés sur un acier inoxydable AISI 410. Il a été possible de voir l'influence des températures d'austénitisation pendant le cycle de trempe et le cycle de revenu. Voici un sommaire des phénomènes expliqués durant cette section :

- Les zones de maintien lors des cycles de trempe montrent que les températures d'austénitisation jouent un rôle dans la cinétique du grossissement des grains.
- Les températures d'austénitisation influencent la température de la transformation martensitique MS.
- L'échantillon A1010 montre une contraction à la fin de son cycle de trempe contrairement aux deux autres échantillons. Cette contraction a été expliquée par le grossissement des grains, mais pourrait aussi être influencée par la présence d'austénite résiduelle dans la microstructure après la trempe.

3.2.3 Dureté

L'analyse de dureté s'est faite à partir des résultats obtenus à l'aide du microscope de microdureté et de l'analyse des indentations sur le microscope à laser confocal LEXT4100 comme mentionné dans la méthodologie. Les calculs de dureté Vickers ont été faits à partir d'Excel avec la formule présentée plus tôt. Ainsi, avec les résultats des duretés Vickers, il a été possible de représenter graphiquement la tendance de ceux-ci présentée à la figure 3.13. Chaque cycle de traitement thermique est indiqué au-dessus du graphique en fonction de chaque échantillon. Les différents cycles de traitements thermiques sont représentés en arrière-plan en gris pâle et les résultats de dureté Vickers en barres d'erreurs vertes avec les moyennes et leur écart-type. Les deux traits rouges représentent les exigences industrielles pour la dureté de l'acier inoxydable AISI 410. De la sorte, il est pratique de voir les différentes duretés des échantillons en fonction de leur cycle de traitement thermique et pouvoir observer leur évolution selon les exigences industrielles. En sachant qu'un grossissement des grains se produit à la température d'austénitisation de 1010°C, il est surprenant de voir qu'elle est la dureté la plus élevée. Pourtant, dans la revue de littérature, il est montré que le grossissement des grains réduit de beaucoup la dureté jusqu'à plus de 200Hv et qu'il augmente considérablement la ductilité du même coup (figure 3.14). De ce fait, il est questionnable de savoir pourquoi la dureté de l'échantillon A1010 est la plus élevée. Néanmoins, il a été remarqué que selon les températures d'austénitisation, le taux de carbone en solution solide dans

la microstructure augmente largement. Dans la littérature, il est aussi mentionné que le taux de carbones dans la microstructure influence positivement la dureté de la martensite (L. Zhang et al., 2007). Avec les deux graphiques présentés à la figure 3.15, il est possible de voir que la dureté est influencée par plusieurs facteurs comme le traitement thermique utilisé et le taux de carbone de celui-ci (Canale et al., 2008; L. Zhang et al., 2007). Cependant, même si le grossissement des grains ramolli la microstructure, l'influence du taux de carbone et du traitement thermique est plus importante et fait en sorte qu'il est concevable de voir une plus grande dureté pour la température de 983°C et 1010°C.

De plus, il est possible de voir une plus petite variation de la dureté après le revenu de l'échantillon A1010 contrairement aux échantillons A955 et A983, cette diminution d'écart est expliquée par les dislocations des grains. À 1010°C, tous les carbures sont dissous, ainsi lorsque le grossissement des grains s'effectue, il est possible de voir une diminution de la dureté due aux diminutions des dislocations possibles lors du grossissement des grains ce qui rend la microstructure plus ductile. Cependant, lorsque vient le revenu, la précipitation interstitielle des carbures $Cr_{23}C_6$ diminue considérablement le mouvement et constraint les dislocations aux interfaces des grains ce qui rend la microstructure moins ductile (Granberg et al., 2015). Ainsi, la diminution de la dureté due au grossissement des grains est moins importante lorsque la précipitation se fait aux interfaces des grains, le site le plus favorable pour la précipitation tel qu'expliqué au premier chapitre. De ce fait, cette précipitation de nouveaux carbures pourrait expliquer la diminution de la variation de la dureté de plus de 100Hv après le revenu de l'échantillon A1010. Les variations des autres échantillons sont respectivement de 240Hv et 256Hv contrairement à une variation de 129Hv après le revenu pour l'échantillon A1010.

Somme toute, il est très intéressant de voir que l'échantillon A955T677-28h, sa dureté finale soit dans les exigences industrielles après un simple revenu de 28h à 677°C. Il est possible de voir que les températures d'austénitisation influencent considérablement l'analyse de dureté. L'influence de ces duretés est principalement dédiée aux différentes teneurs en carbone dans la microstructure.

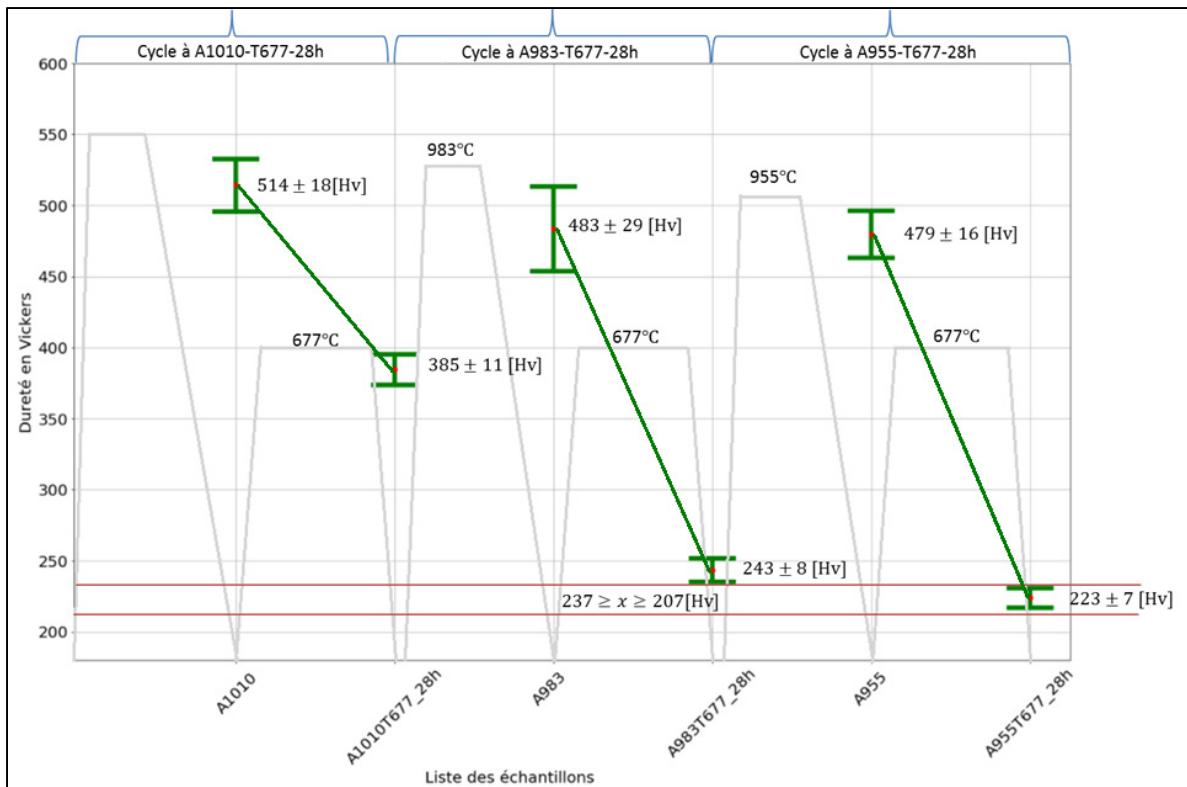


Figure 3.13 Représentation graphique de la dureté en fonction du cycle de traitement thermique.

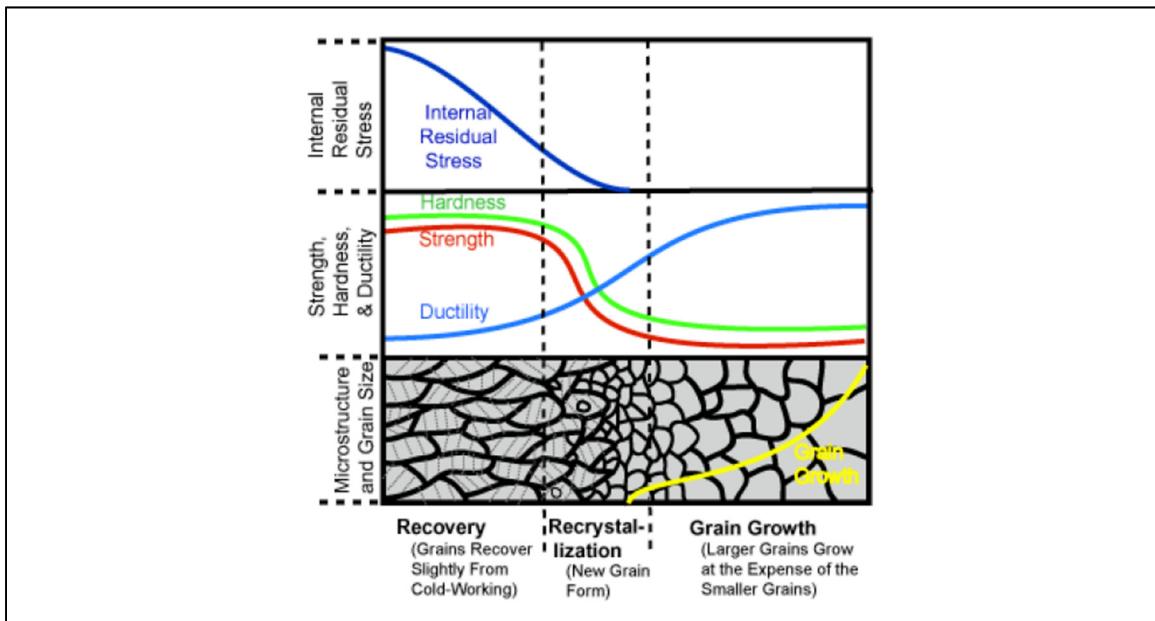


Figure 3.14 Évolution des propriétés mécaniques d'un acier en fonction des différentes étapes du grossissement des grains (Source : Grain size control for successfully fabricating stainless and INCONEL alloy tubing; TheFabricator.com)

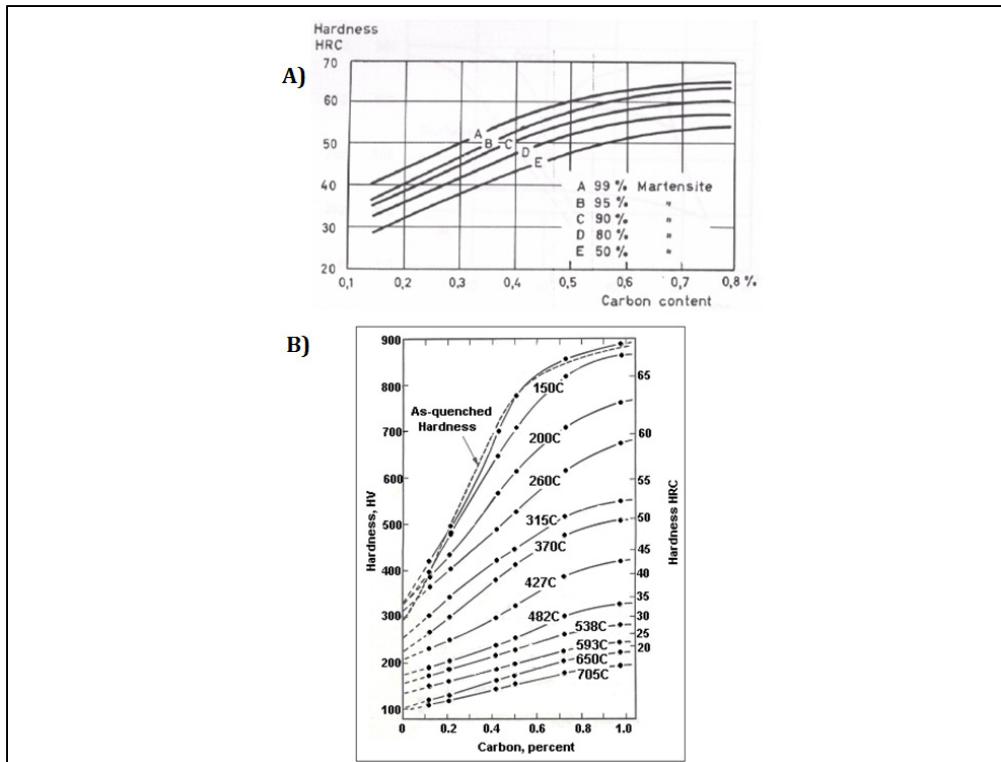


Figure 3.15 A) Dureté en fonction du taux de carbone et de la quantité de martensite dans la microstructure (L. Zhang et al., 2007) **B)** Dureté en fonction du taux de carbone et du traitement thermique subit par l'acier (Canale et al., 2008)

3.2.4 Analyse des carbures

L'analyse des carbures a été faite à partir des images obtenues par le microscope électronique à balayage TM3000. Ces images ont ensuite été analysées par le biais d'un outil de mesure graphique. Les résultats obtenus de ces analyses ont été présentés sous forme graphique à la figure 3.17. Chaque cycle de traitements thermiques est indiqué au-dessus du graphique en fonction de la taille moyenne des carbures en vert et de la fraction de phase des carbures en mauve. Chaque cycle est représenté en arrière-plan en gris pâle. Les échelles pour la taille moyenne et la fraction de phase se trouvent à la droite du graphique.

La figure 3.16 présente les images prises par microscopie électronique à balayage des six différents cycles de traitements thermiques présentés dans le plan d'expériences. Les figures 3.16 A), B) et C) sont les microstructures des échantillons analysés après la trempe selon les trois températures d'austénitisation. Une diminution importante de la quantité de carbures est observée à l'échantillon

A1010 (figure 3.16 C)). Il aurait été cohérent d'observer une quantité de carbures nulle pour l'échantillon A1010, mais il se peut que le temps de maintien de 30 minutes durant l'austénitisation ne soit pas assez long afin que la dissolution soit complétée. Par contre, l'échantillon A983 ne présente pas une diminution de la quantité de carbures, mais un grossissement considérable de ceux-ci même à la température critique Ac_3 où la dissolution des carbures devrait être complète. Il est certain que l'homogénéité d'un gros bloc d'acier n'est pas parfaite; or c'est pourquoi il est plausible que la non-homogénéité de l'échantillon puisse changer la température critique Ac_3 et qu'il est possible d'observer autant de carbures sur l'échantillon A983.

Néanmoins, il est intéressant d'observer une morphologie plus sphérique pour les carbures de l'échantillon A983 ce qui est très différent des autres échantillons même après le revenu. Les figures 3.16 D), E) et F) sont les microstructures des échantillons analysés après le revenu à 677°C pendant 28h selon les trois températures d'austénitisation. L'échantillon A955 présente une distribution et une taille de carbures beaucoup plus homogène que les deux autres échantillons (figure 3.16A)). Il est possible d'observer les plus gros carbures sur l'échantillon A1010T677-28h, ce qui est surprenant étant donné que la microstructure avant le revenu ne contenait presque aucun carbure visible. De plus, l'échantillon A983T677-28h montre un grossissement des carbures de formes plus lamellaires que sphériques ce qui est encore une morphologie qui est différente des autres échantillons (figure 3.16 E)). Une des observations les plus remarquées sur les échantillons après la trempe sont les microcavités apparentes sur chaque échantillon. Ces microcavités sont présentes dans la littérature et elles sont expliquées par la décarburation de la microstructure.

La décarburation est expliquée par un phénomène de dégradation de surface soit lors du forgeage ou du traitement thermique des aciers. La décarburation peut être décrite comme un processus métallurgique dans lequel la surface de l'acier est appauvrie en carbone, par chauffage au-dessus de la température critique A1 ou par action chimique. Ce processus peut se produire comme un effet secondaire pendant un processus, ou peut être effectué intentionnellement. La recherche démontre que la décarburation est un processus important lors du traitement thermique des aciers. Il peut être divisé en deux événements séparés: la dissolution des carbures et la diffusion du carbone à travers la matrice de fer (Ronneberg et al., 2020). Cependant, comme les échantillons ont subi leur cycle dans une atmosphère contrôlée d'argon, la décarburation ne peut se produire.

Somme toute, il est intéressant de voir que sur les échantillons A955, A983 et A1010 plusieurs microcavités sont visibles et que sur les échantillons après le revenu, ces microcavités ne sont plus visibles. Par contre, il est remarqué que sur l'échantillon A1010T677-28h même après le revenu, ces

microcavités sont toujours présentes, mais moins nombreuses. Il est possible que ces microcavités soient dues à l'attaque chimique faite sur ceux-ci. Toutefois, davantage de tests pourraient être faits afin de mieux comprendre d'où viennent ces microcavités.

La figure 3.17 présente les courbes de la taille moyenne en vert et de la fraction de phase en mauve des carbures en fonction des différents cycles de traitements thermiques. L'échantillon A1010 présente une fraction de phase presque nulle ce qui appuie les observations faites à la figure 3.16 C). Il est possible de voir une augmentation considérable de la taille moyenne des carbures avec la température d'austénitisation de 983°C, un phénomène qui mérite une explication se produit à la température critique Ac_3 . De plus, l'augmentation de la fraction de phase jusqu'à 3.35% de l'échantillon A955 après le revenu montre que la précipitation des carbures termine bientôt sachant que la fraction de phase théorique de l'acier AISI 410 est de 3-3.5%. Pour la fraction de phase, comme mentionné dans la méthodologie, ce résultat est seulement à but qualitatif afin de voir la tendance de cette métrique en fonction du cycle de traitement thermique. Néanmoins, le revenu favorise la précipitation des éléments d'alliage comme le chrome, le carbone, le silicium et plusieurs autres, il est donc normal de voir une tendance d'augmentation de la fraction de phase des carbures aux différentes températures d'austénitisation à la figure 3.17. Toutefois, il est intéressant de voir qu'après un revenu de 28 heures à 677°C de l'échantillon A955, la fraction de phase des carbures obtenue est proche de la valeur maximale de cette métrique pour l'acier inoxydable AISI 410.

Afin d'avoir une meilleure représentation de la taille moyenne des carbures, une distribution de la quantité de carbures en fonction de leur taille est présentée à la figure 3.18. Cette distribution montre bien la répartition de la taille des gros carbures. Bien qu'il semble, à la température d'austénitisation de 983°C, y avoir plus de carbures de grosse taille, la distribution selon les différents cycles de traitements thermiques montre le contraire. L'échantillon A1010T677-28h présente une grande quantité de gros carbures. Par contre, la fraction de la quantité de gros carbures en fonction de la quantité totale de carbures est plus importante pour les échantillons A983 et A983T677-28h. Il est possible d'observer qu'à une température d'austénitisation de 955°C, la quantité de carbures après le revenu est au moins deux fois plus grande que sur les deux autres échantillons.

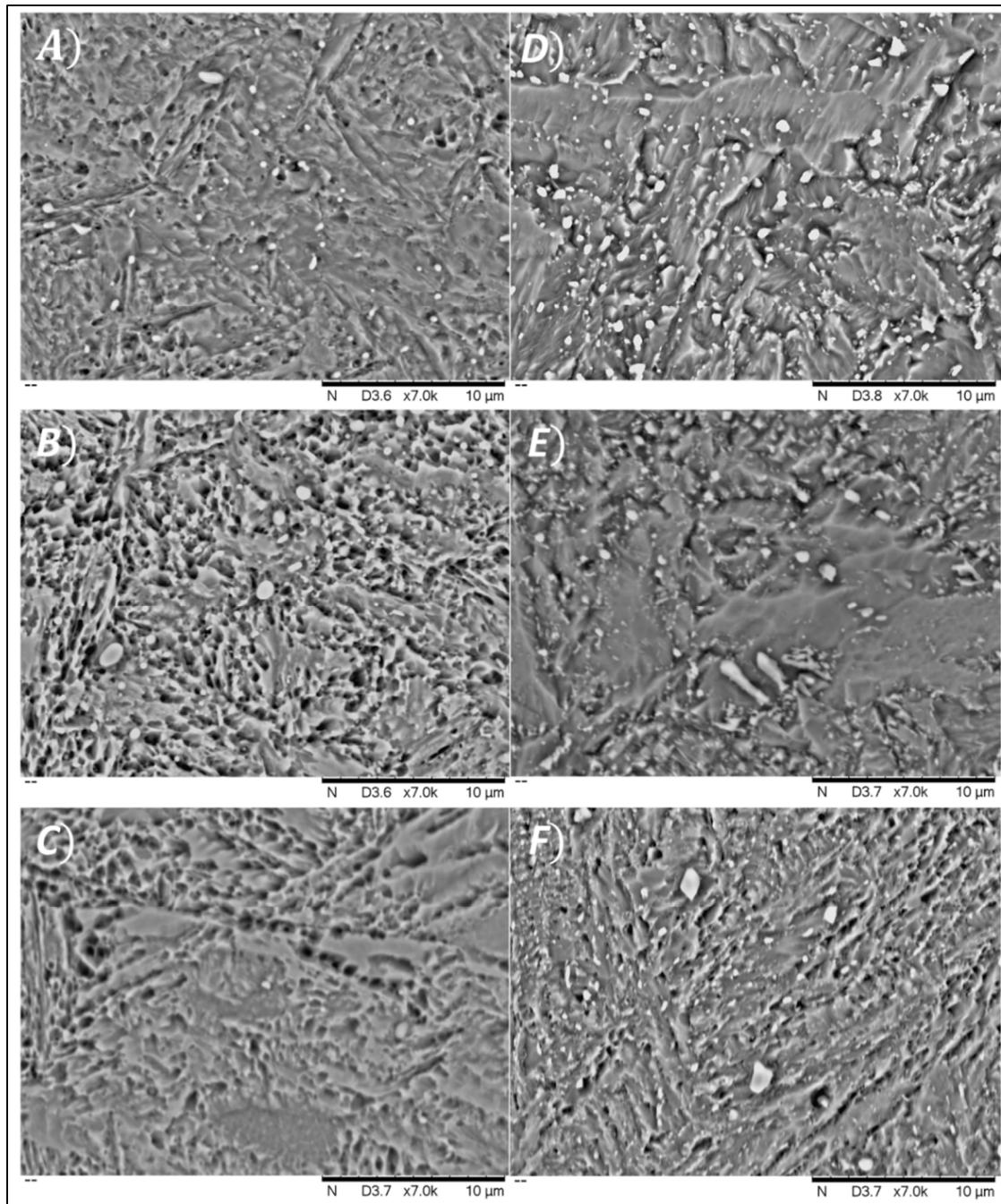


Figure 3.16 Images des échantillons A) A955, B) A983, C) A1010, D) A955T677-28h, E) A983T677-28h et F) A1010T677-28h prisent par un microscope électronique à balayage, MEB TM3000

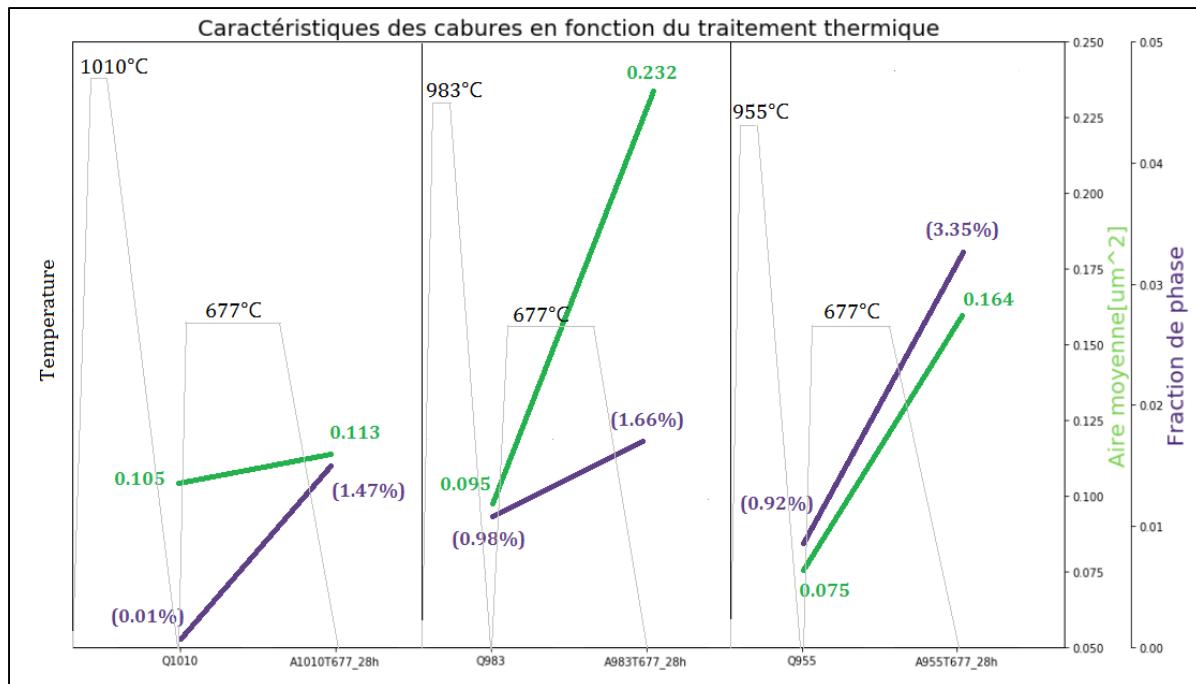


Figure 3.17 Analyse des carbures des différents cycles de traitements thermiques

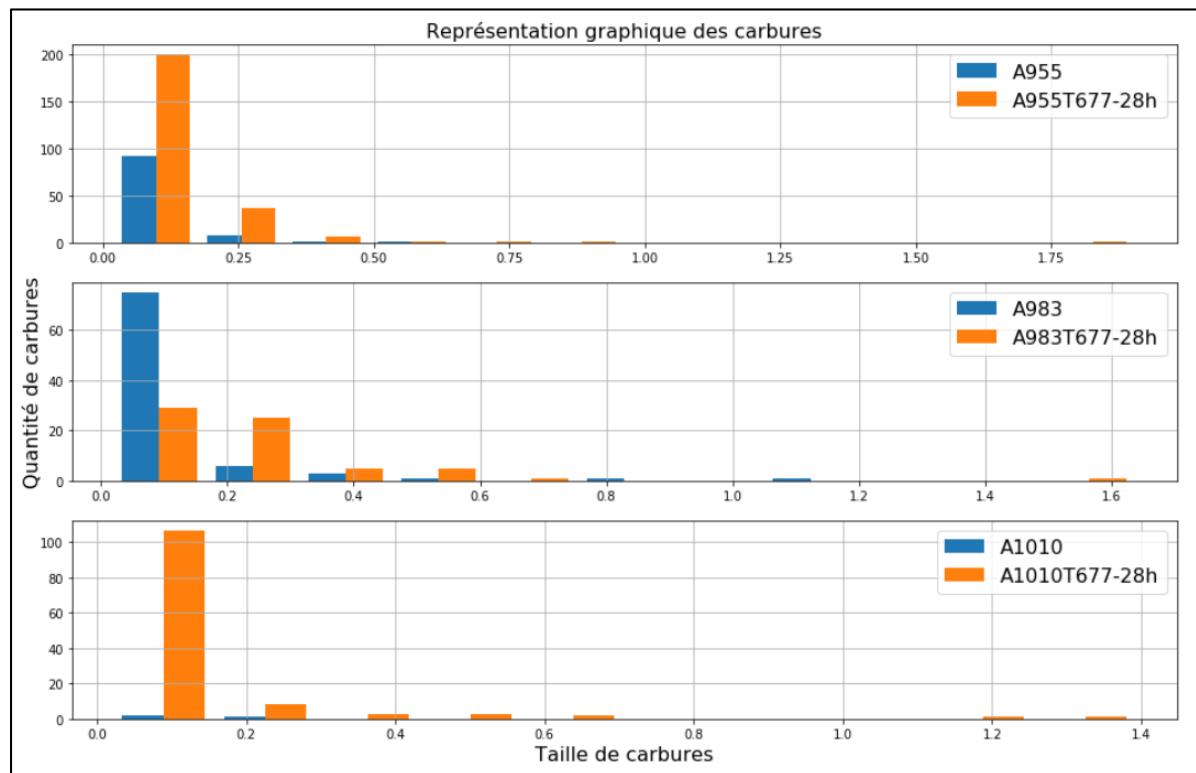


Figure 3.18 Distribution de la taille de carbures en fonction de leur cycle de traitement thermique : A955, A983, A1010.

Enfin, les températures d'austénitisation montrent une influence importante sur l'analyse des carbures :

- Les températures d'austénitisation influencent la quantité de carbures dans la microstructure avant le revenu et après le revenu. Une évolution considérable des carbures est remarquée après chaque revenu.
- Il semblerait qu'avec un simple revenu de 28 heures à 677°C pour une température d'austénitisation à 955°C, la fraction de phase des carbures de 3.35% montre que la précipitation arrive à sa fin.
- Une agrégation des carbures se produit avec les échantillons A983 et A983T677-28h.

3.3 Conclusion

Pour conclure, plusieurs phénomènes ont été remarqués par le biais des différentes analyses, soit par dilatométrie, soit par microscopie optique, soit par microscopie à balayage électronique ou par microdureté. Chaque analyse avait pour but d'amener un ou plusieurs éléments de réponse au questionnement mentionné au début de ce chapitre :

Quelle est l'influence de la température d'austénitisation sur la microstructure de l'acier inoxydable AISI 410, sa dureté et la morphologie de ses carbures?

Il a été possible de voir quelle était l'influence de la température d'austénitisation sur la microstructure de l'acier inoxydable AISI 410, sa dureté et la morphologie de ses carbures:

- La température d'austénitisation n'influence pas directement la dureté, elle influence la teneur en carbone en solution solide dans les matrices de martensite. Ainsi, la teneur en carbone en solution solide dans les matrices de martensite influence directement la dureté et la morphologie des carbures avant le revenu.
- Il a été remarqué que la différence de carbone dans les matrices de martensite dû aux différentes températures d'austénitisation influençait directement la température de la transformation martensitique Ms.
- La température d'austénitisation influence la cinétique du grossissement des grains.
- Le grossissement des grains montre un effet significatif sur la dureté de l'échantillon A1010 après la trempe.

CHAPITRE 4

L'ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE LORS DU REVENU.

Dans l'industrie de l'acier, les traitements thermiques sont une étape primordiale afin d'obtenir les propriétés mécaniques voulues sur tous les types d'aciers. De la sorte, avoir une meilleure compréhension de ces traitements thermiques est une expertise désirée. Toutefois, la recherche sur les traitements thermiques n'est généralement pas la première étape qu'une industrie vise à optimiser dû à ses coûts. Pour l'acier inoxydable AISI 410, aucune étude n'a été abordée sur l'évolution de la microstructure lors du traitement thermique de revenu. C'est pourquoi avoir une meilleure compréhension de l'influence du revenu sur la microstructure de l'acier inoxydable AISI 410 est une expertise que l'industrie devrait avoir et qui est le sujet de l'étude dans ce chapitre. Les cycles de traitement thermique pour cet acier inoxydable peuvent varier d'une compagnie à une autre. Le cycle de traitement thermique étudié ici est le cycle d'un des partenaires industriels de ce projet. Subséquemment, les variables utilisées dans ce chapitre ont été recueillies à partir des procédés du partenaire industriel et à partir de simulation par éléments finis afin de représenter le mieux possible le cycle de traitement thermique fait dans l'industrie.

Ce chapitre abordera tout d'abord le plan d'expérience de l'étude, ensuite l'analyse et les résultats et pour finir une conclusion détaillée des phénomènes observés.

4.1 Plan d'expérience

Tout d'abord, le plan d'expériences a été monté à partir de paramètres utilisés par le partenaire industriel, de simulations par éléments finis, d'études préliminaires basées sur l'industrie de l'acier d'aujourd'hui et sur la littérature. Toutefois, comme les échantillons ont déjà subi un cycle de traitements thermiques lorsque reçus, l'étape de recuit ne sera pas appliquée dans le cycle de traitement thermique de cette étude en raison que ce traitement thermique est généralement utilisé afin de réduire les contraintes résiduelles de l'acier après l'étape de la forge. Comme les échantillons ne subiront pas une déformation mécanique comme à l'étape de forge, le recuit est donc négligé. Ainsi, les étapes utilisées pour cette étude sont l'austénitisation, la trempe et le double revenu.

Les températures d'austénitisation, de premier revenu et du second revenu utilisées dans cette étude sont 955°C, 677°C et 621°C, soit les mêmes températures exigées par les clients industriels et présentées à la figure 4.1. La vitesse de réchauffement pour chaque étape est de 10°C/s afin d'éliminer certains

phénomènes non désirés qui pourraient apparaître durant le réchauffement. La vitesse de refroidissement pour chaque étape est de $1^{\circ}\text{C}/\text{s}$, cette vitesse de refroidissement est le résultat d'une simulation par éléments finis d'une trempe dans une solution de polymères d'un bloc d'acier inoxydable AISI 410. Celle-ci représente le refroidissement d'un bloc d'acier à un pouce de sa surface. Le maintien en température durant l'austénitisation est de 30 minutes afin d'assurer une uniformité de la température dans l'échantillon. Le maintien durant les deux revenus est de 28 heures, soit le même temps qu'utilisé dans l'industrie pour chaque revenu.

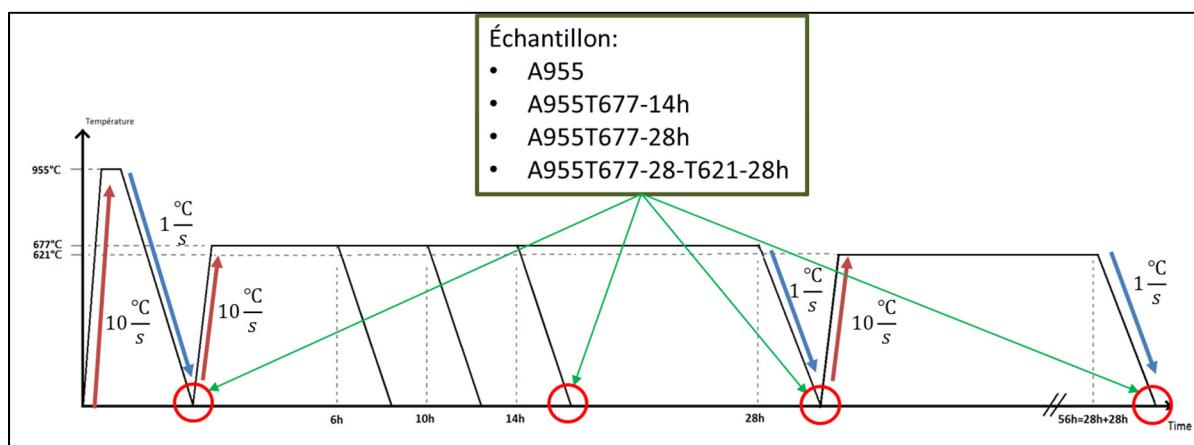


Figure 4.1 Plan d'expériences 2

Ce chapitre a pour but de répondre à des questionnements où les réponses ne se trouvent pas dans la littérature. Les deux questionnements pour ce chapitre sont :

1. Comment l'évolution de la microstructure lors du cycle de traitement thermique se comporte-t-elle en fonction du temps?
2. Est-ce que la microstructure arrive à se stabiliser après plus de 58 heures de traitement thermique?

L'identification utilisée pour les échantillons correspond au cycle de traitement thermique de ceux-ci. La figure 4.2 sert de référence pour l'identification et la figure 4.1 pour les noms des échantillons.

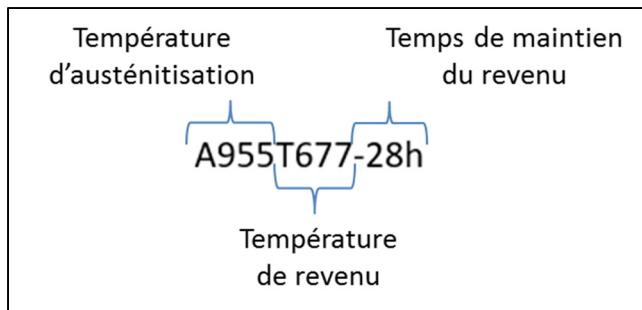


Figure 4.2 Identification utilisée pour les échantillons

4.2 Analyse et résultats

Cette section présentera l’analyse et les résultats obtenus à partir du cycle de traitement thermique du plan d’expériences du chapitre 4. L’analyse et les résultats se diviseront en plusieurs sous-sections représentant les différents tests faits sur les échantillons, soit la dilatométrie, la dureté et la microscopie électronique à balayage.

4.2.1 Dilatométrie

Les données obtenues par le dilatomètre sont sous forme de tableau et sont ensuite traitées par des fonctions sur python.

Tout d’abord, le cycle de trempe pour chaque échantillon est présenté à la figure 4.3, le même cycle a été utilisé pour tous les échantillons. Ce cycle est abordé afin de montrer la répétabilité du test et de s’assurer que la microstructure des échantillons après ce cycle est similaire pour tous les échantillons. Cette étape est primordiale afin de pouvoir observer une évolution de la microstructure concrète tout au long du cycle de traitement thermique de revenu des échantillons. Cette étape aurait pu présenter une non-homogénéité des échantillons et exposer plusieurs variations significatives, ce qui aurait mené à une analyse biaisée lors du revenu. Toutefois, il est possible de voir sur la figure 4.3 que l’évolution de l’elongation en fonction de la température durant le cycle complet de trempe est comparable pour chaque échantillon et montre de petites variations qui sont négligeables pour cette étude. De ce fait, la microstructure à la fin du cycle de trempe est considérée comme identique tout au long de ce chapitre.

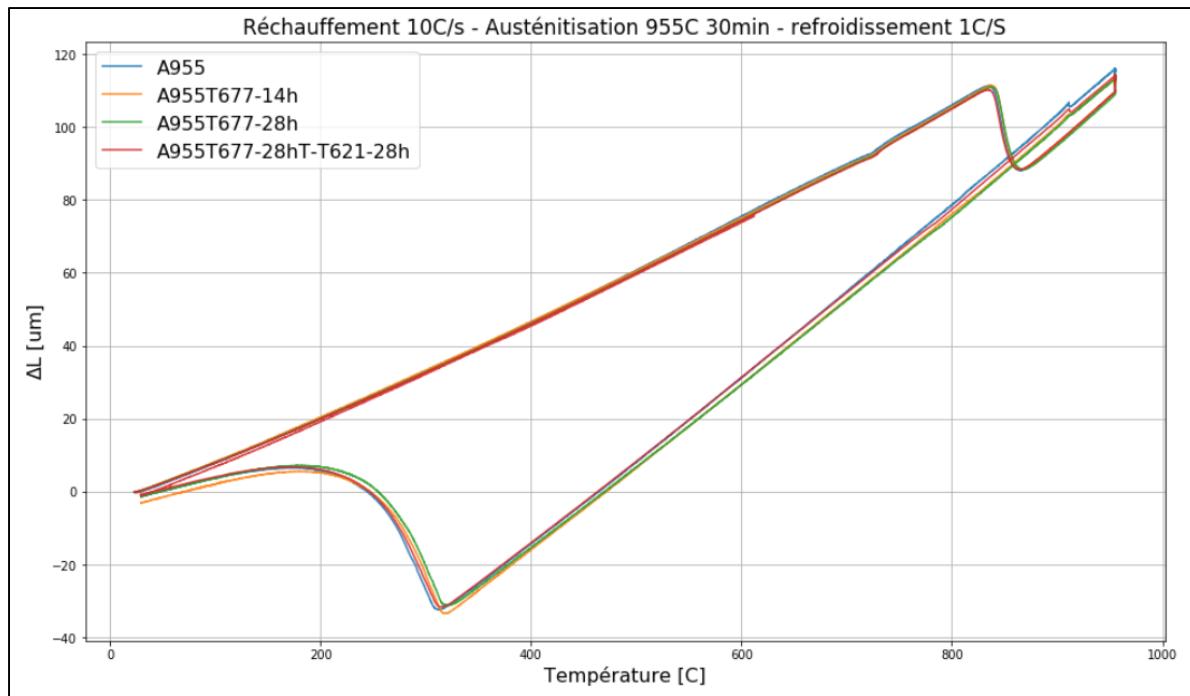


Figure 4.3 Cycle complet de trempe pour chaque échantillon

Les résultats obtenus par dilatométrie sont divisés en trois étapes, soit le réchauffement, le maintien et le refroidissement. Chacune de ces étapes est examinée par une analyse comparative du double revenu. L’analyse du premier revenu ne sera pas présentée au complet pour ce plan d’expériences et les résultats supplémentaires sont mis en annexe afin d’enlever la redondance des analyses. Toutefois, ces résultats montrent la répétabilité des tests et renforcent les résultats des analyses faites au chapitre précédent.

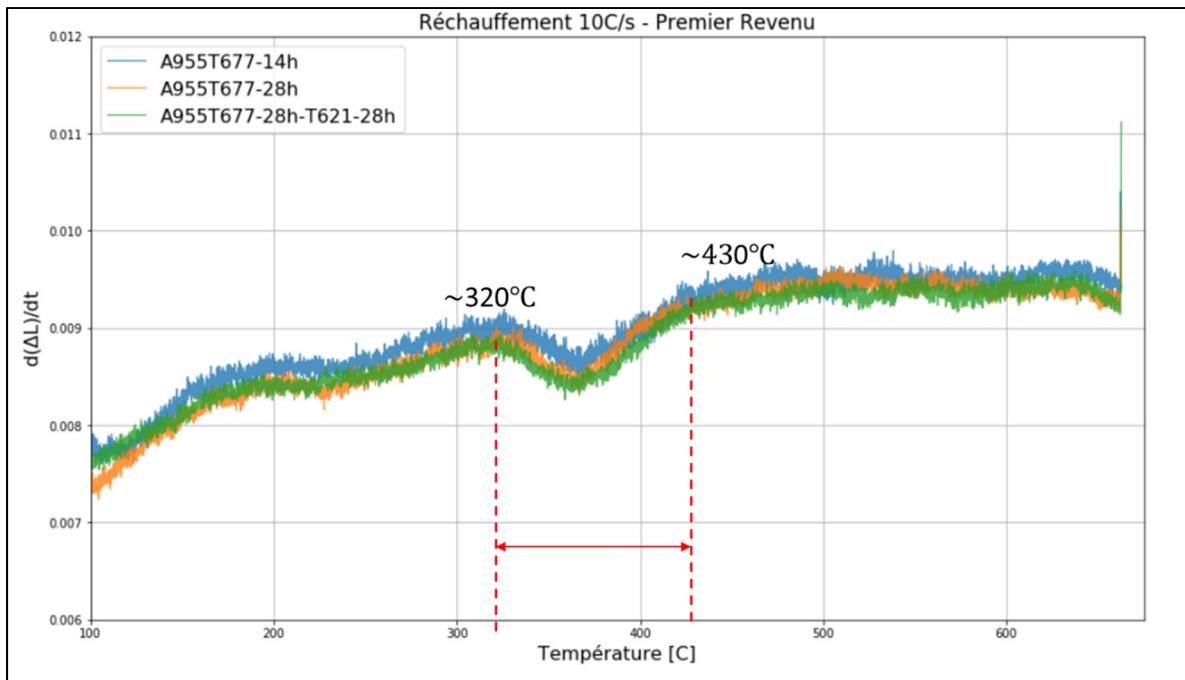


Figure 4.4 Graphique de la vitesse de l'élongation du premier revenu en fonction de la température; zone de réchauffement

Le réchauffement du premier revenu est présenté à la figure 4.4, il est possible de voir que la vitesse de l'élongation en fonction de la température de tous les échantillons est similaire. Toutefois, le même phénomène, remarqué au chapitre précédent, est également visible dans ce cas, ce qui démontre que ce phénomène est bien présent. De ce fait, le ralentissement de la vitesse de l'élongation peut notamment être expliqué par la précipitation du Fe_3C comme mentionné plus tôt (Porter et al., 2009b). Il est intéressant de voir une grande ressemblance sur ces courbes de la vitesse de l'élongation en fonction de la température, parce que l'hypothèse suggérée d'une microstructure identique à la fin de la trempe semble cohérente avec ces résultats.

Pour l'étape de maintien, plusieurs tests ont été faits en dehors du plan d'expériences afin de vérifier certains phénomènes observés. Cependant, ces phénomènes ont montré plusieurs invariabilités sur la plupart des tests. Il semblerait que les variations de l'élongation soient différentes durant le maintien, comme il est possible de le voir à la figure 4.5. Pourtant, il aurait été cohérent de voir une variation de l'élongation semblable pour chaque échantillon sachant qu'ils ont subi le même cycle de traitement jusqu'à présent. Toutefois, une des caractéristiques reliées à l'utilisation du revenu est la diminution des contraintes résiduelles dans la microstructure. Ainsi, il est possible que lors de l'usinage des échantillons, les contraintes résiduelles engendrées ne soient pas équivalentes pour tous les échantillons. Si c'est le cas, il serait normal de voir des variations différentes de l'élongation durant

l'analyse du maintien lors du revenu des différents tests. Cette hypothèse est plausible, la variation de l'élongation observée durant cette analyse est de l'ordre du micron, un ordre de mesure minime lorsqu'elle est comparée au réchauffement et au refroidissement du revenu.

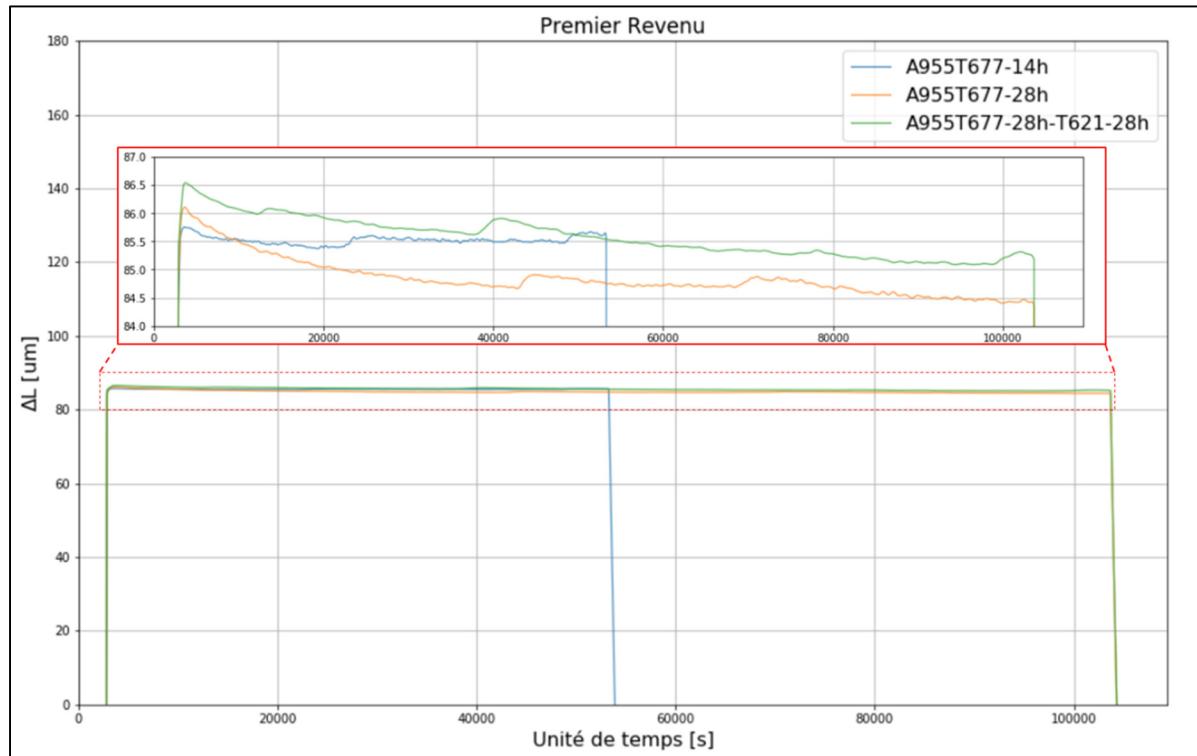


Figure 4.5 Résultat du premier revenu de l'élongation en fonction du temps; zone de maintien

Il est intéressant de voir sur le graphique comparatif de la vitesse de l'élongation du double revenu en fonction de la température lors du réchauffement présenté à la figure 4.6, que le phénomène expliqué plus tôt n'est plus observé durant le deuxième revenu. Le mécanisme identifié pour cette variation de la vitesse de l'élongation était la précipitation du Fe_3C . Il est cohérent que ce mécanisme ne se reproduise pas durant le réchauffement du deuxième revenu, parce que la séquence de précipitation présentée au tableau 5 de l'acier inoxydable (Fe-12Cr-0.2C) est amorcée durant le premier revenu lorsque la teneur en carbone en solution solide était plus élevée et favorable à la précipitation. De ce fait, le deuxième revenu contribue à l'achèvement de la séquence de précipitation si celle-ci n'est pas déjà terminée. Ainsi la précipitation du Fe_3C n'est pas observée durant le réchauffement du deuxième revenu (Porter et al., 2009a).

Voici les mécanismes de formation des carbures qui devrait être observés lors de la précipitation:

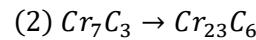
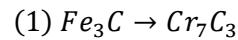


Tableau 4.1 Séquence de précipitation des carbures pour certains types d'acier (Porter et al., 2009a)

Carbide Precipitation Sequences	
Alloy (wt%)	Precipitation Sequence
Fe-C	ϵ -carbide* \rightarrow Fe ₃ C (\rightarrow graphite)
Fe-2 V-0.2 C	Fe ₃ C \rightarrow VC or V ₄ C ₃
Fe-4 Mo-0.2 C	FeC \rightarrow Mo ₂ C \rightarrow M ₆ C [†]
Fe-6 W-0.2 C	Fe ₃ C \rightarrow W ₂ C \rightarrow M ₂₃ C ₆ \rightarrow M ₆ C
Fe-12 Cr-0.2 C	Fe ₃ C \rightarrow Cr ₇ C ₃ \rightarrow Cr ₂₃ C ₆

* Does not form when C < 0.2%.
† M stands for a mixture of the substitutional alloying elements, in this case Fe and Mo.

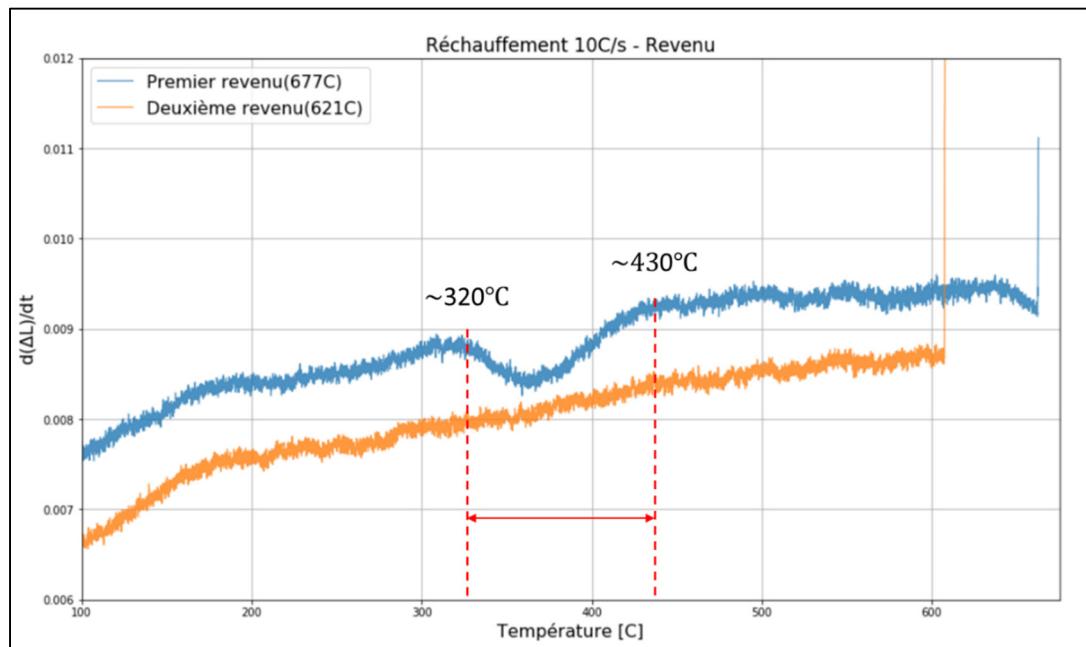


Figure 4.6 Vitesse d'élongation du double revenu en fonction de la température; zone de réchauffement

Cependant, il est possible de voir que les deux courbes ne se superposent pas comme le réchauffement du premier revenu présenté plus tôt à la figure 4.4. Le taux d'allongement présenté à la figure 4.6 est en fonction de plusieurs variables, soit l'expansion thermique, les mécanismes de transformation microstructurale et plusieurs autres. De ce fait, l'elongation initiale de chaque revenu n'est pas identique, comme il présenté à la figure 4.7. Au début du deuxième revenu, la contraction de l'échantillon est plus grande qu'au premier revenu, ainsi avec un taux de réchauffement identique lors des deux revenus, la variation de l'elongation sera différente due au fait que la dilatation thermique mesurée est fonction de la longueur initiale :

$$\Delta L = L_0 \cdot \alpha(\Delta T) \quad (2)$$

Où ΔL est la variation de l'elongation, L_0 sa longueur initiale, α le coefficient de dilatation thermique et ΔT la variation de température.

De plus, la quantité de données saisie lors des deux réchauffements est identique (10 000). Or, il est possible que durant l'acquisition de données de l'ordre 10^{-7} pour une moins grande plage de température, l'erreur de la machine ($\pm 10^{-8}$) influence la dérivée par rapport au temps de celui-ci.

Pour l'analyse du double revenu, l'hypothèse de la variation de l'elongation due aux différentes contraintes résiduelles lors de l'usinage mentionné plus tôt ne s'applique pas, parce que l'analyse des deux revenus s'est faite sur le même échantillon. Ainsi, la figure 4.8 présente la différence d'elongation entre les deux revenus, cette différence a été calculée avec les données du dilatomètre afin de mieux représenter les variations lors des deux revenus présentés à la figure 4.9. Un agrandissement de l'elongation relative en fonction du temps lors du maintien du double revenu est présenté à la figure 4.9.

Une courbe dilatométrique de l'elongation relative en fonction du temps de l'acier étudié soumis à un revenu à 677 °C pendant 28h et un deuxième revenu à 621°C pendant 28h est représentée sur la figure 4.9. La longueur de l'échantillon diminue considérablement pendant le maintien isotherme du premier revenu. Ensuite, la diminution de la vitesse de l'elongation de l'échantillon ralentit lors du deuxième revenu, et enfin, la longueur de l'échantillon reste presque constante au-delà de 51 heures. Ce phénomène signifie que la précipitation des carbures, la sphéroïdisation de l'austénite, le ramollissement de la matrice martensitique peuvent ne pas être terminés après le premier revenu (S. Zhang et al., 2015). Par contre, ceux-ci semblent se terminer après 51 heures à la fin du deuxième revenu. Les résultats montrent aussi une vitesse d'elongation plus importante au début du premier revenu. Celle-ci est causée par la quantité de martensite se transformant en austénite pendant le

processus de réchauffement et de maintien (c'est-à-dire la quantité d'austénite inversée) et de sa composition chimique (Kapoor & Batra, 2004; Y. Y. Song, Li, et al., 2010). De plus, il est admis que dans l'acier inoxydable similaire au AISI 410 (AISI415), la transformation de la martensite vers l'austénite se produisant pendant les étapes de réchauffement et de maintien du revenu est une transformation displacive (Kapoor & Batra, 2004; Nakada et al., 2011; Y. Y. Song, Li, et al., 2010). Par conséquent, en raison de la transformation de phase de la martensite vers l'austénite en fonction du temps parallèlement à un long temps de maintien, cette transformation atteint progressivement un équilibre thermodynamique. De ce fait, la variation la plus importante de l'élongation se trouve avant les 6.9 premières heures présentées à la figure 4.9. Cette variation est apparemment causée par cette transformation $\alpha' \rightarrow \gamma$ durant la fin du réchauffement et le maintien. Il est aussi possible de voir qu'après les 6.9 premières heures du premier revenu, la vitesse de l'élongation ralentit jusqu'à la fin du premier revenu. Subséquemment, il est possible d'observer que le taux d'allongement à partir de 26 heures du premier revenu est similaire au taux d'allongement du second revenu sans prendre en compte les pics qui ont été identifiés par des effets machines au chapitre précédent.

Enfin, plusieurs phénomènes ont été remarqués avec les résultats dilatométriques du deuxième plan d'expériences. Plusieurs résultats démontrent et soutiennent les analyses du premier chapitre. Il a été possible de voir l'influence des différents cycles de revenu. Voici un sommaire des phénomènes expliqués durant cette section :

- Les cycles de trempe et de réchauffement du premier revenu montrent la répétabilité des tests sur les échantillons.
- La séquence de précipitation des carbures commence lors du premier revenu. Celle-ci n'est pas visible lors du deuxième revenu, ce qui pourrait signaler que cette séquence de précipitation est complétée ou presque complétée après les revenus.
- Un phénomène particulier observé dans la littérature d'acier inoxydable sur la transformation $\alpha' \rightarrow \gamma_{inversé}$ est aussi observé pour l'acier inoxydable AISI 410.
- Un ralentissement considérable du taux d'allongement à la fin du premier revenu et durant le deuxième est observé jusqu'à une vitesse d'élongation presque nulle à la fin du deuxième revenu.

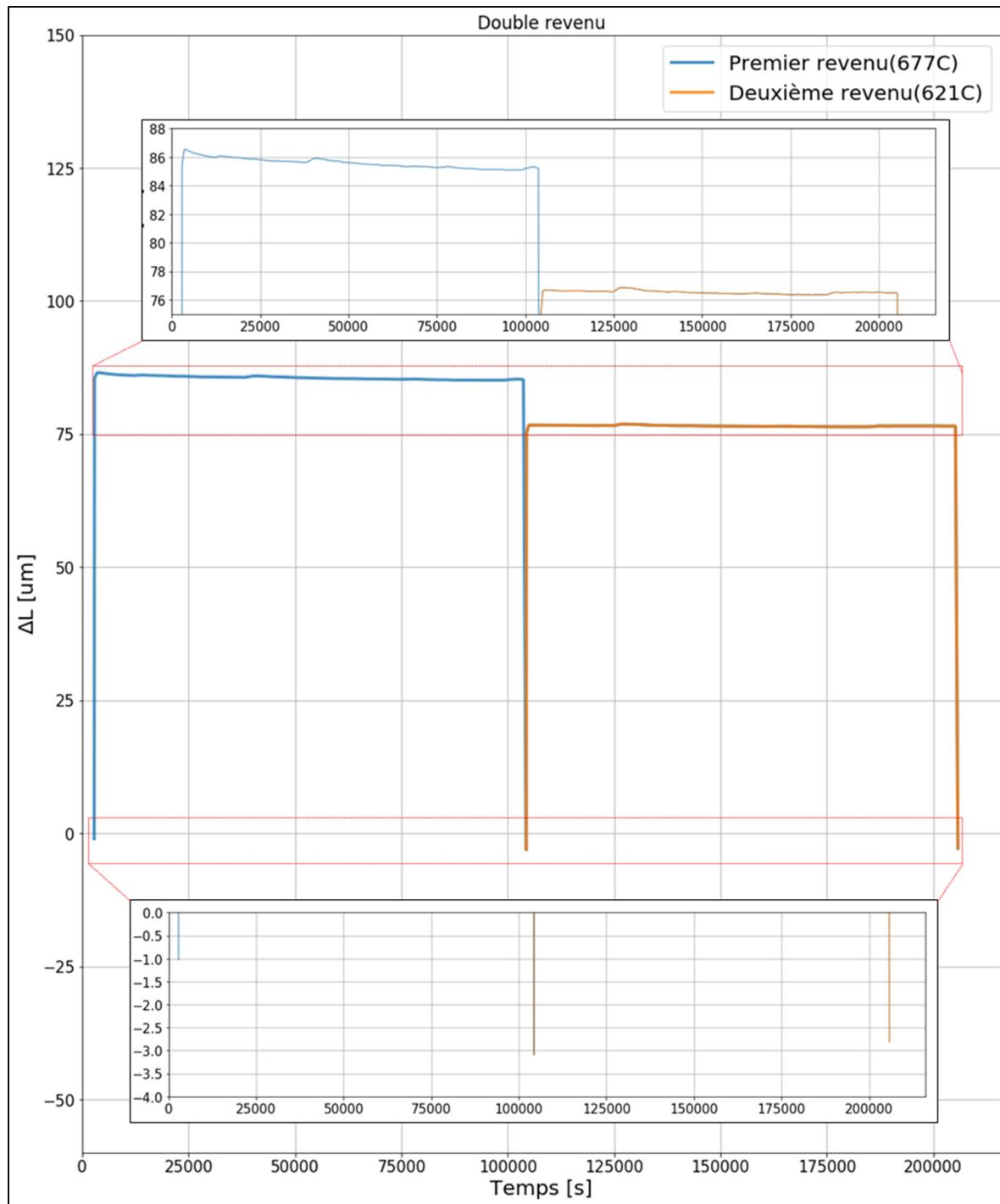


Figure 4.7 Analyse de l'elongation du double revenu en fonction du temps

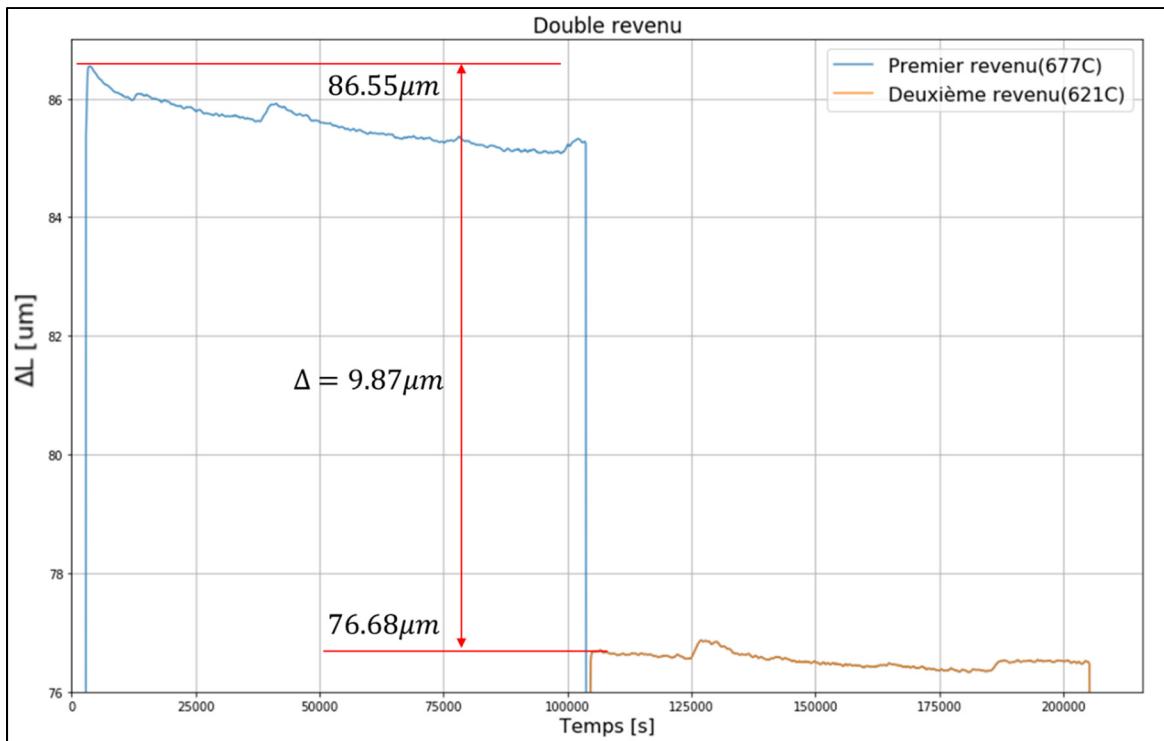


Figure 4.8 Analyse de l'élargissement du double revenu en fonction du temps; zone de maintien

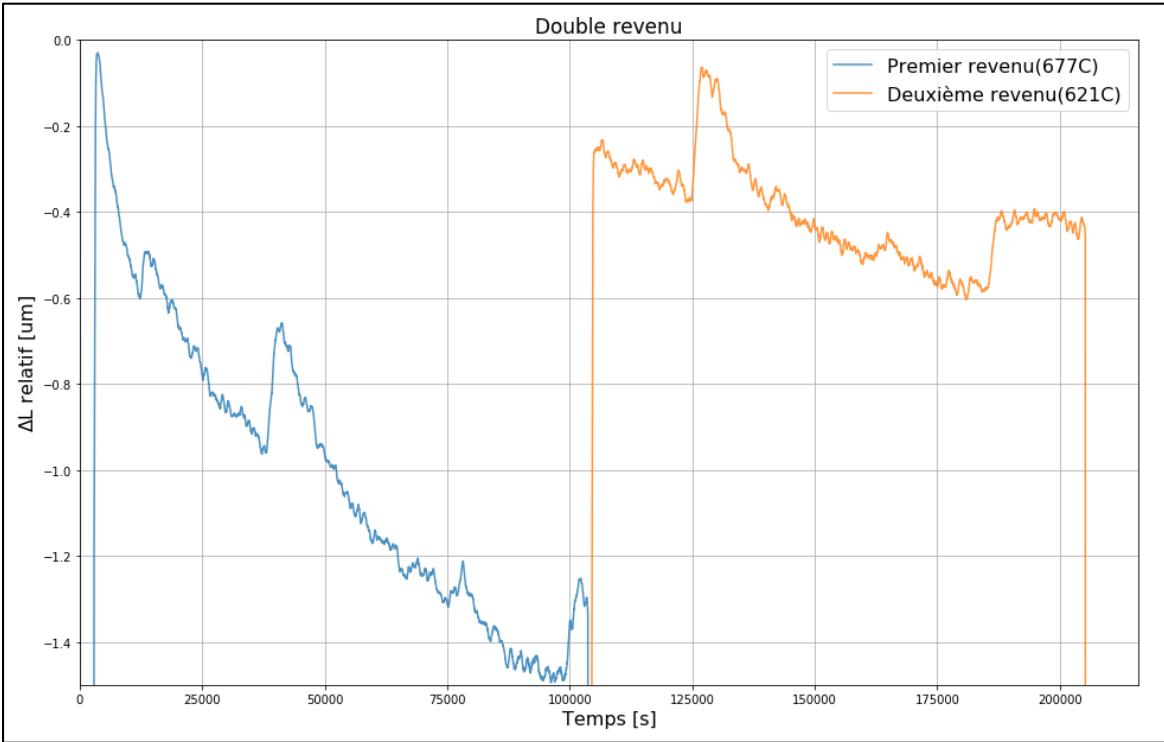


Figure 4.9 Graphique de l'élargissement relatif du double revenu en fonction du temps; zone de maintien

4.2.2 Dureté

L'analyse de dureté s'est faite à partir des résultats obtenus à l'aide du microscope de microdureté et de l'analyse des indentations sur le microscope à laser confocal LEXT4100 comme mentionné dans la méthodologie et au chapitre précédent.

Une courbe de dureté Vickers en fonction des cycles de traitement thermique est présentée à la figure 4.10. Les différents cycles de traitement sont représentés en arrière-plan en gris pâle et les résultats de dureté Vickers en barres d'erreurs vertes avec les moyennes et leur écart-type. Les deux traits rouges représentent les exigences industrielles pour la dureté de l'acier inoxydable AISI 410. La dureté des échantillons diminue en fonction des revenus et du temps de maintien, le plus grand changement de dureté est observé après 14h du premier revenu, ensuite un ralentissement considérable de la diminution de la dureté est remarqué à la fin du premier revenu de 28h. De plus, la dureté n'a aucune variation considérable entre le premier et le deuxième revenu en regardant les résultats obtenus et leur écart-type. Néanmoins, ces résultats de dureté avec leur écart-type sont dans les exigences industrielles. Il est possible de voir que plus la microstructure est dure, plus l'écart-type est grand, toutefois tous les écarts-types sont en dessous de 4% d'erreur.

Pendant le revenu, le carbone en solution solide dans la structure martensitique à l'état sursaturé précipite en carbures. Même à basse température, le carbone a suffisamment de mobilité pour se diffuser et précipiter sous forme de carbure. Dû au fait que le carbone diffuse plusieurs dizaines de fois plus vite que le fer, le chrome ou d'autres éléments d'alliage pour la formation de carbure, le carbone a tendance à précipiter avec les atomes de fer abondants en premier, soit le Fe_3C (Dossett & Totten, 2014; Porter et al., 2009a). Cependant, à des températures plus élevées et des maintiens plus longs, la formation de carbures plus stables thermodynamiquement, tels que Cr_7C_3 et $Cr_{23}C_6$, se produit (Dossett & Totten, 2014). La formation de carbures est une fonction complexe de la température, du temps et de la composition chimique de l'acier. La croissance de ces carbures réduit la déformation et la dureté des aciers comme il peut être remarqué à la figure 4.10. Il y a bien sûr des exceptions, comme la précipitation du Mo_2C présente dans le AISI 410, dont la morphologie produit un durcissement par précipitation, ou un durcissement secondaire (Dossett & Totten, 2014). Le vanadium qui est aussi présent en petite quantité dans l'acier étudié forme également des carbures impliquant une dureté plus élevée à toutes les températures de revenu. Dans tous les autres cas, des températures de revenu plus élevées influencent la cinétique de précipitation et se traduisent en une dureté généralement inférieure de l'acier.

Somme toute, il est très intéressant de voir qu'avec un simple revenu à 677°C pendant 28h, la dureté de l'échantillon est dans les exigences industrielles.

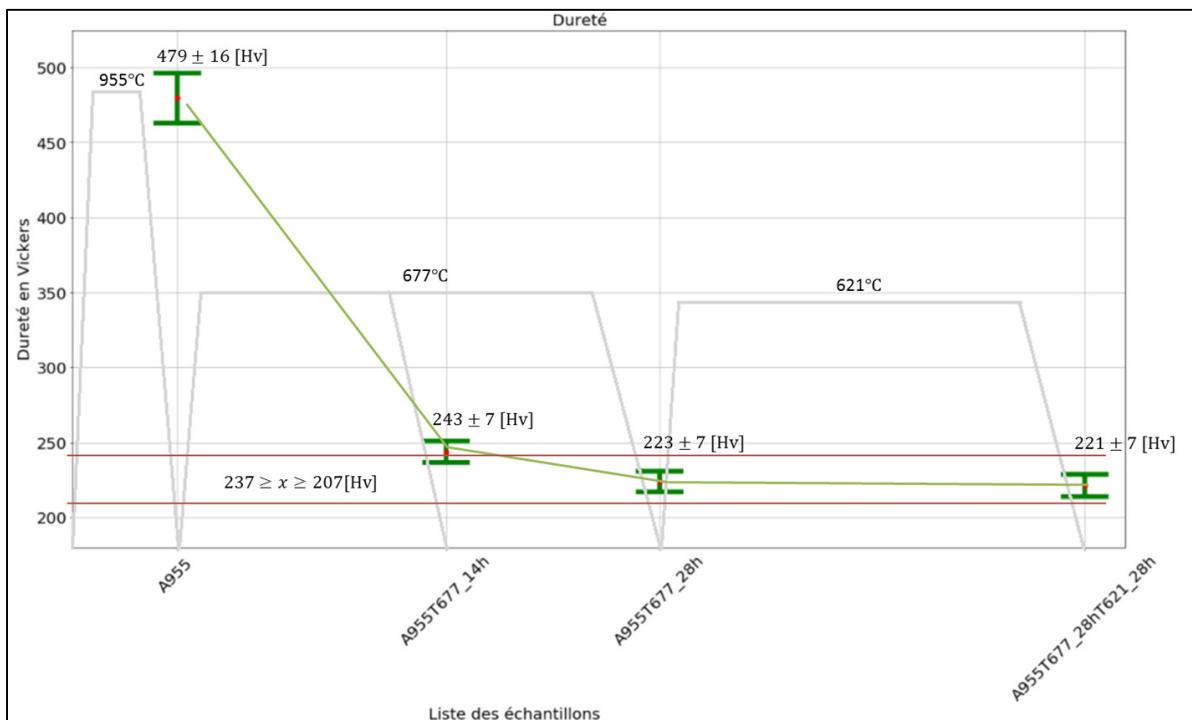


Figure 4.10 Dureté Vickers en fonction des cycles de traitements thermiques

4.2.3 Analyse des carbures

L'analyse des carbures s'est faite à partir des images obtenues par le microscope électronique à balayage, TM3000. Ces images ont ensuite été analysées par le biais d'un outil de mesure graphique. Les résultats obtenus de ces analyses sont présentés sous forme graphique aux figures 4.11, 4.12 et 4.13. Chaque cycle de traitement thermique est indiqué sur l'axe x du graphique en fonction de leur taille moyenne en vert et de leur fraction de phase en mauve. Le cycle de traitements thermiques est représenté en arrière-plans en gris pâle. Les échelles pour l'aire moyenne et la fraction de phase se trouvent à la droite du graphique.

La figure 4.11 illustre l'évolution des carbures $Cr_{23}C_6$ et la microstructure martensitique de l'acier inoxydable AISI 410 durant différents cycles de traitements thermiques. L'échantillon A955 présente

des carbures qui n'ont pas été dissous durant l'austénitisation à une température $Ac_3 - 28^\circ\text{C}$, ensuite l'échantillon A955T677-14h présente une quantité plus importante de carbures après le revenu à 677°C pendant 14h, enfin les deux derniers échantillons, A955T677-28h et A955T677-28hT621-28h, démontrent une quantité similaire de carbures comparés à l'échantillon A955T677-14h tandis qu'il est possible de voir un grossissement des carbures à la fin du premier revenu et un grossissement plus important à la fin du deuxième revenu. Toutefois, la figure 4.11 illustre bien la différence de microstructure entre les échantillons avec et sans revenu, l'échantillon A955 à l'état trempé montre de petites porosités contrairement aux trois autres échantillons. Ces microporosités ont aussi été remarquées et analysées au chapitre précédent.

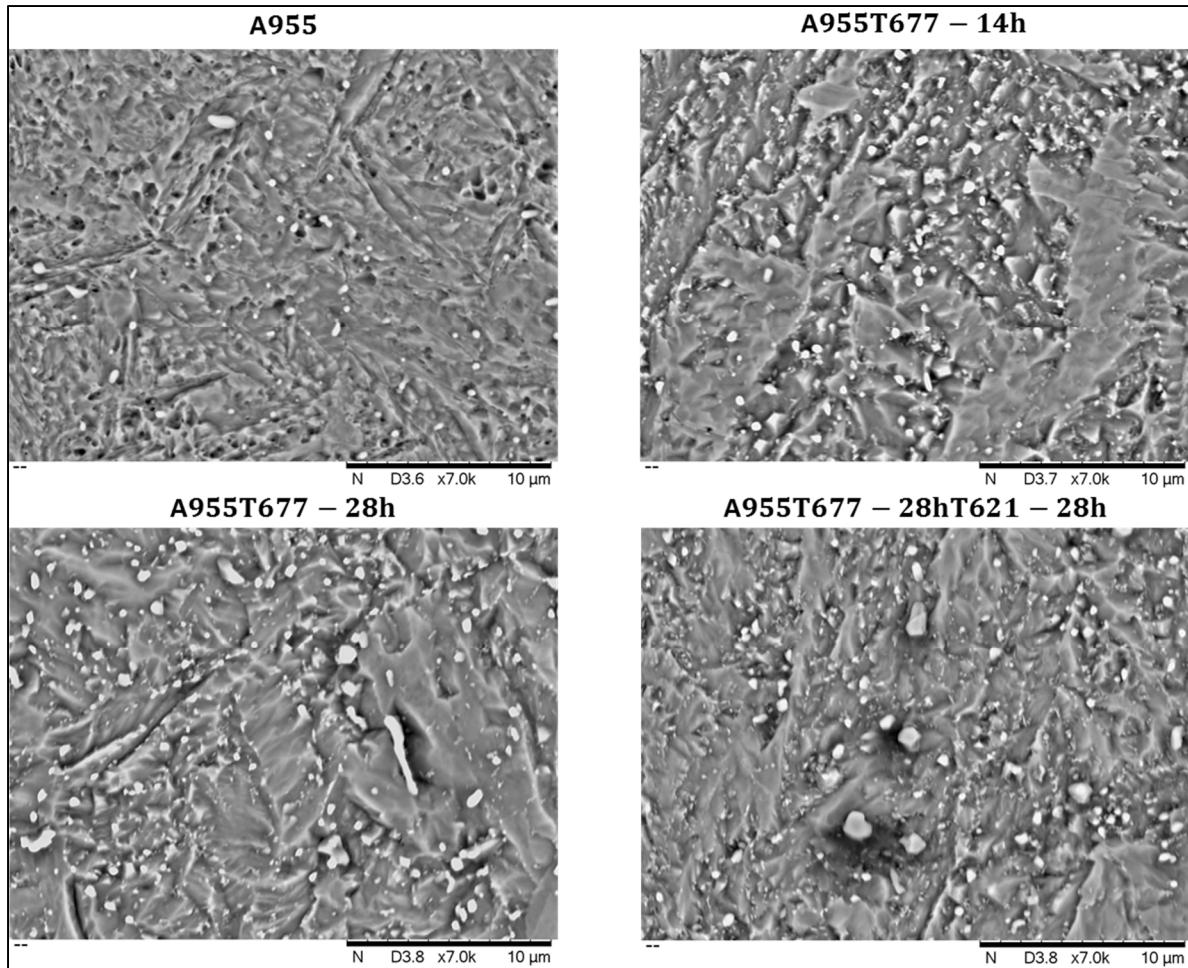


Figure 4.11 Images des échantillons A955, A955T677-14h, A955T677-28h et A955T677-28hT621-28h prisent par un microscope électronique à balayage, MEB TM3000

Les courbes de la taille moyenne et de la fraction de phase des carbures en fonction des différents cycles de traitement thermique sont présentées à la figure 4.12. L'échantillon A955 présente la plus faible fraction de phase et la plus petite taille moyenne de carbures. Toutefois, une évolution significative de ces deux métriques est remarquée avec les échantillons qui ont subi un traitement thermique de revenu. Il est intéressant de voir que la variation de ceux-ci est moins importante entre 0h-14h de revenu et 14h-28h de revenu. La variation la plus importante de la taille moyenne et la fraction de phase des carbures s'effectue après le premier revenu pour ensuite présenter un ralentissement considérable lors du deuxième revenu.

Ce délai observé de la formation des carbures est généralement dû aux atomes de chrome. La formation de carbures de chrome $Cr_{23}C_6$ utilise des quantités significatives de chrome à l'interface et près des joints de grains, rendant ainsi la matrice pauvre en chrome (Andresen, 2010). De plus, les atomes de carbone (C) diffusent beaucoup plus rapidement que les atomes de chrome, et la croissance des carbures produit aussi un profil d'appauvrissement en chrome près de l'interface des grains (Andresen, 2010). Puisque la diffusion à l'interface des grains est plus rapide que dans la matrice, l'interface des grains s'appauvrit plus rapidement ce qui peut engendrer un ralentissement de la précipitation et du grossissement des carbures.

Par contre, la vitesse de nucléation est la plus rapide à une température plus haute et maximale à environ 750 ° C (selon la composition de l'acier) où la dissolution des carbures commence. L'interface des grains est le site préférable pour la nucléation. De ce fait, une fois les carbures nucléés, ils peuvent croître sur une large plage de températures. Deux facteurs clés sont l'activité du Cr à l'interface des carbures et la cinétique de diffusion du Cr. Au-dessus de 750°C, l'activité du Cr à l'interface du carbure est plus élevée que l'activité du Cr dans la matrice et les carbures se dissolvent (Andresen, 2010). Ainsi, il est cohérent de voir un ralentissement de la précipitation et du grossissement des carbures durant le deuxième revenu à une plus basse température (621°C) même s'il est possible que la quantité de carbone soit rendue limitée ou même discontinue durant ce revenu.

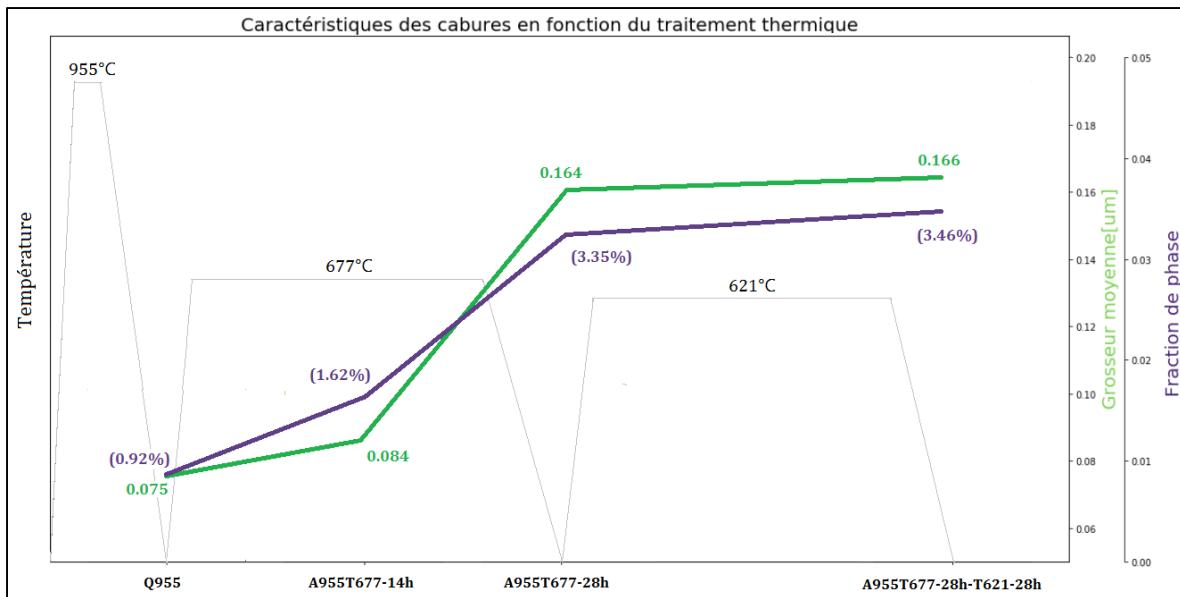


Figure 4.12 Caractéristiques des carbures en fonction des cycles de traitements thermiques

Malgré que la taille moyenne des carbures est une information concrète sur la morphologie des carbures, ce résultat présente seulement une vue d'ensemble des carbures. Une distribution des tailles des carbures en fonction des cycles de traitements thermiques présentée à la figure 4.13 illustre une meilleure représentation de la morphologie des carbures. Le début de la distribution présente bien l'évolution des carbures entre les cycles en illustrant une quantité de petite taille des carbures vers la hausse. L'agrandissement de la distribution démontre une quantité comparable de gros carbures pour le simple revenu et le double revenu. Par contre, il est remarqué que le double revenu génère une quantité supérieure de gros carbures, la différence entre les deux échantillons est minime même si l'un des échantillons à un simple revenu et l'autre un double revenu, soit un revenu supplémentaire à 621°C pendant 28h. Il est plausible que la température de revenu de 621°C ralentit considérablement la cinétique du grossissement des carbures, ce qui peut remettre en question cette température utilisée dans l'industrie. Il serait bon de faire une étude sur la cinétique de la précipitation et du grossissement des carbures en fonction des températures de revenu pour l'acier inoxydable AISI 410 afin d'avoir une meilleure compréhension de celle-ci.

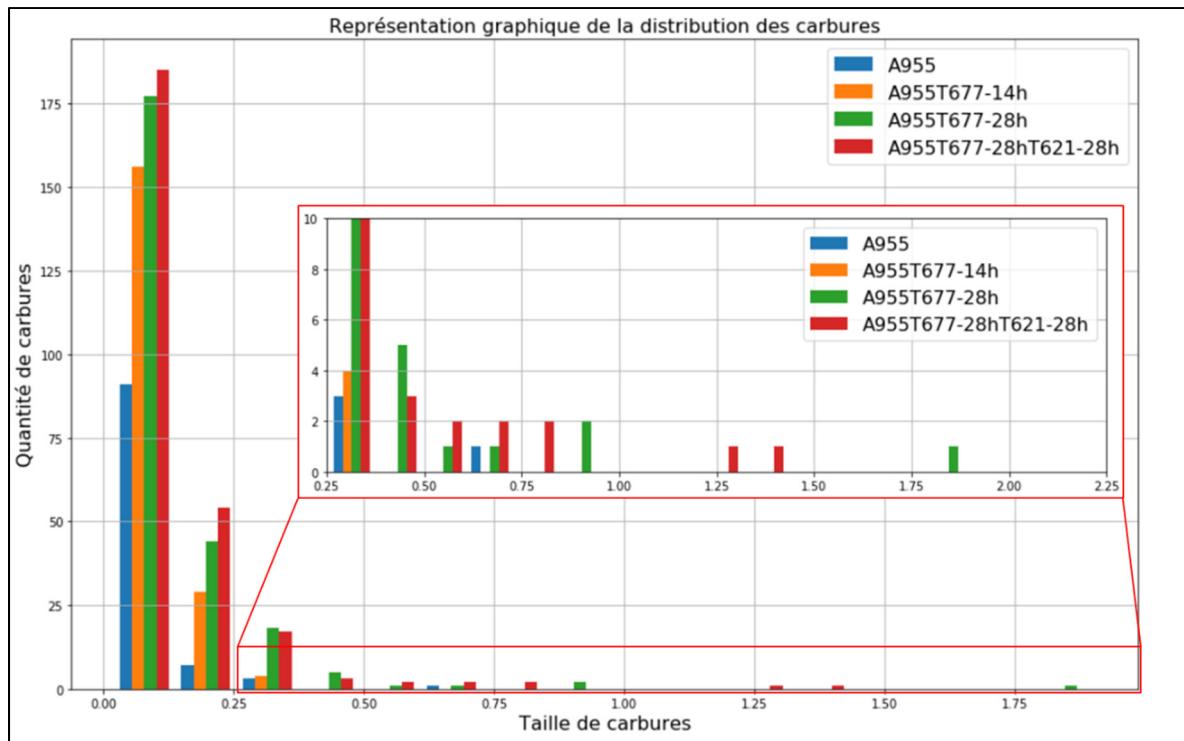


Figure 4.13 Distribution des tailles de carbures en fonction des cycles de traitement thermique

Somme toute, plusieurs phénomènes ont été distingués par le biais des différentes analyses, soit par dilatométrie, par microscopie à balayage électronique et par microdureté. Chaque analyse avait pour but d'amener un ou plusieurs éléments de réponse aux questionnements mentionnés au début de ce chapitre :

1. Comment l'évolution de la microstructure lors du cycle de traitement thermique se comporte-t-elle en fonction du temps?
2. Est-ce que la microstructure arrive à se stabiliser après plus de 58 heures de traitement thermique?

Il a été possible de voir quelle était l'influence du cycle de traitement thermique en fonction du temps de la microstructure de l'acier inoxydable AISI 410, sa dureté et la morphologie de ses carbures:

- Un ralentissement significatif de l'évolution de la microstructure lors du deuxième revenu a été remarqué par dilatométrie, microdureté et microscopie électronique à balayage.
- L'analyse de dureté démontre qu'après le premier revenu, les exigences industrielles sont atteintes.
- L'analyse de carbures montre un ralentissement significatif de la morphologie des carbures après le premier revenu.
- L'analyse de la distribution de la taille des carbures montre que la taille des carbures entre le premier et le deuxième revenu est similaire.

CONCLUSION

Différentes étapes et transformations de phase durant le revenu d'un acier inoxydable AISI 410 ont été étudiées dans cette recherche en simulant expérimentalement les conditions de revenu industriel.

Dans le chapitre 3, trois températures de cycles d'austénitisation ont été appliqués expérimentalement sur des échantillons, puis un revenu non isotherme a été effectué pour chaque cycle d'austénitisation pour déterminer l'effet de la température du cycle d'austénitisation et l'effet du revenu non isotherme sur l'évolution de la microstructure.

Ensuite, au chapitre 4, un cycle de traitement thermique de revenu industriel a été pratiqué expérimentalement afin de déterminer l'effet de ce cycle sur l'évolution de la microstructure.

L'étude actuelle a mené une recherche approfondie sur les effets de différents traitements thermiques d'austénitisation et de revenu sur l'acier inoxydable AISI 410. Les principales contributions de cette recherche sont:

- La température d'austénitisation influence la dureté finale, la température de la transformation martensitique MS et la cinétique du grossissement des grains.
- Le grossissement des grains montre une influence significative sur la dureté de l'échantillon après la trempe.
- Un ralentissement considérable de l'évolution de la microstructure lors du deuxième revenu est remarqué dans toutes les analyses, et il a été remarqué qu'avec un simple revenu les exigences industrielles de dureté sont atteintes.
- L'analyse de carbures montre un ralentissement considérable de l'évolution de la morphologie des carbures après le premier revenu et montre que la morphologie de ceux-ci entre le premier et le deuxième revenu est similaire.

RECOMMANDATIONS

Cette recherche s'est principalement concentrée sur les cycles de traitement thermique d'austénitisation et de revenu de l'acier inoxydable AISI 410. Les recherches suivantes sont recommandées pour améliorer les connaissances sur les phénomènes remarqués en dehors du plan de travail de l'étude.

- Vérifier l'influence de la température d'austénitisation au-dessus de la température critique $Ac_3+28^{\circ}C$ sur la microstructure de l'acier inoxydable AISI 410, sa dureté et la morphologie de ses carbures.
- Effectuer des tests sur les propriétés mécaniques de l'acier AISI 410 avec le plan d'expérience du chapitre 4, soit le cycle de traitement thermique industriel afin de vérifier si l'influence du double revenu est significative sur ses propriétés et vérifier si le double revenu est nécessaire.
- Il serait bon de faire une étude sur la cinétique de la précipitation et du grossissement des carbures en fonction des températures de revenu pour l'acier inoxydable AISI 410 afin d'avoir une meilleure compréhension de celle-ci.

ANNEXE

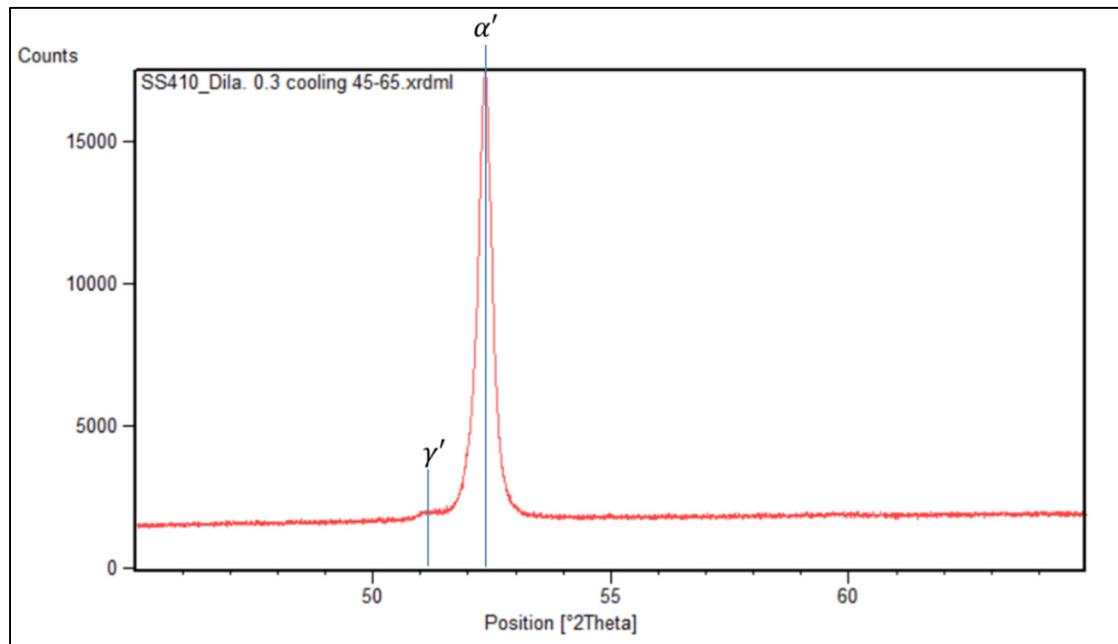


Figure 4.14 Analyse XRD d'une trempe de l'acier inoxydable AISI 410

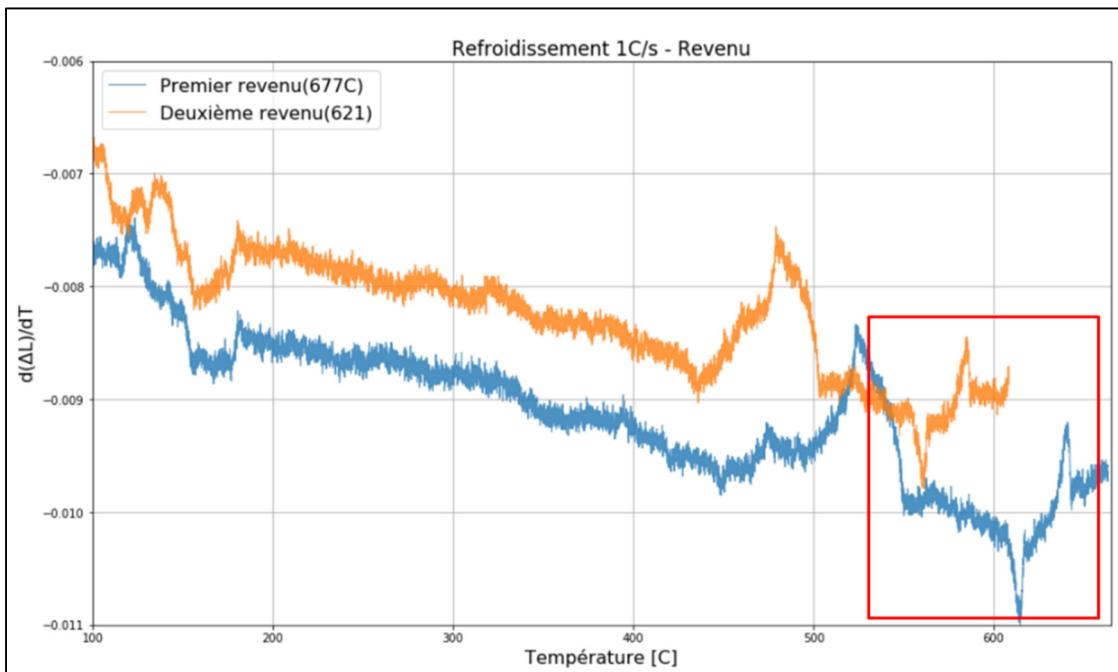


Figure 4.15 Vitesse d'élargissement en fonction de la température lors du refroidissement du revenu

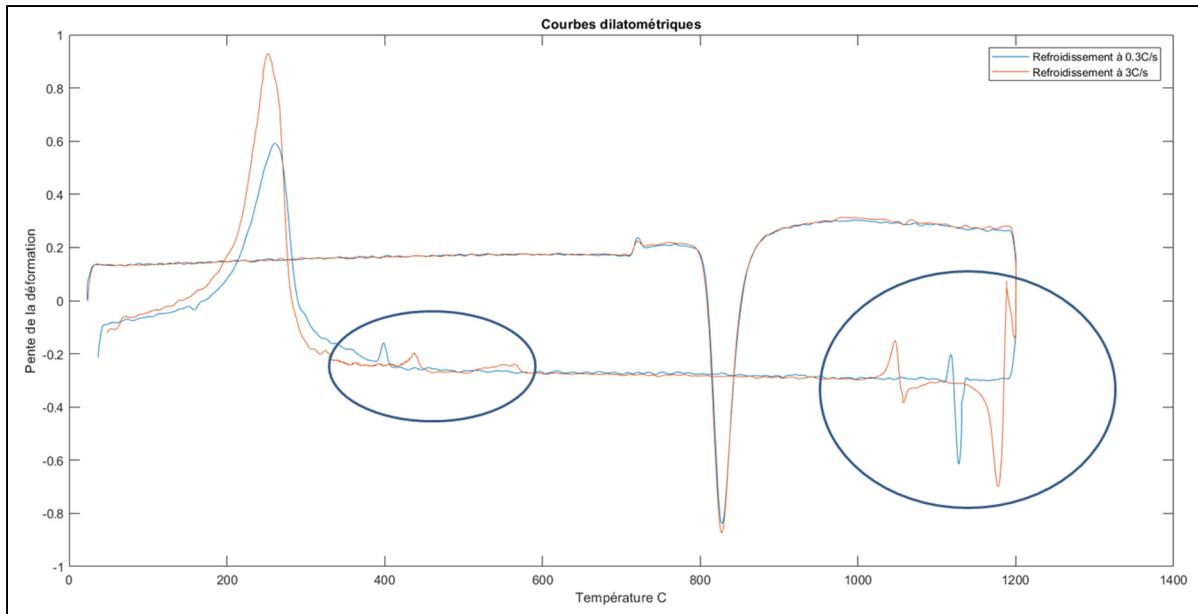


Figure 4.16 Vitesse d'élongation en fonction de la température lors du refroidissement de la trempe

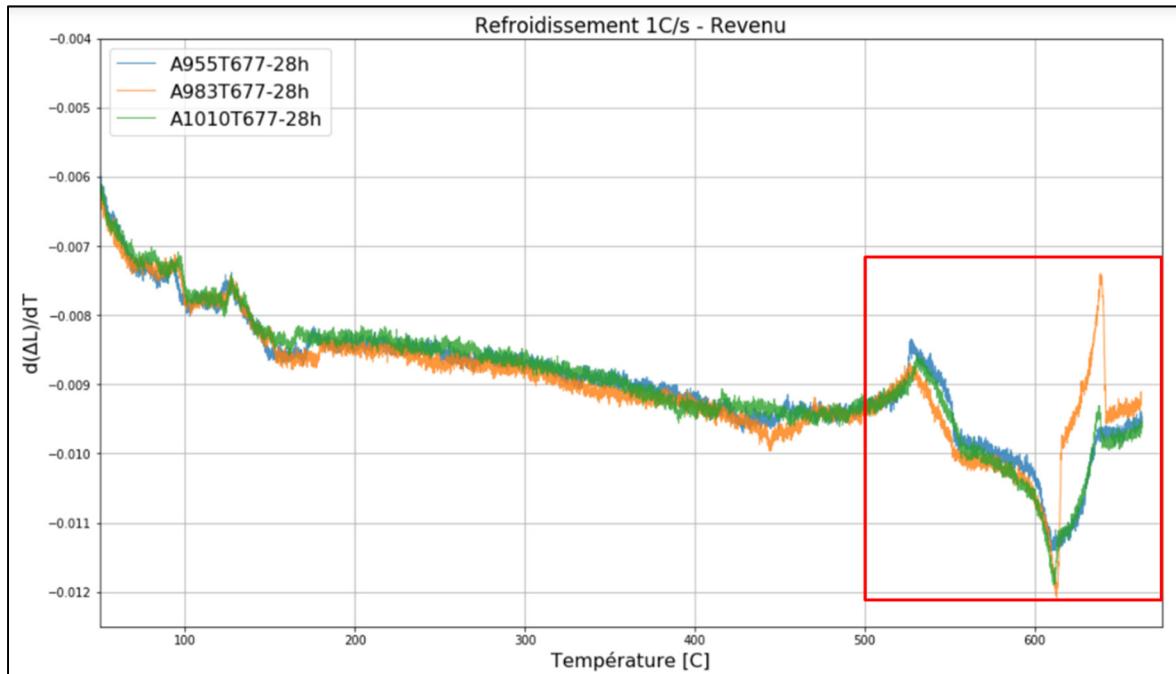


Figure 4.17 Vitesse d'élongation en fonction de la température lors du refroidissement du revenu

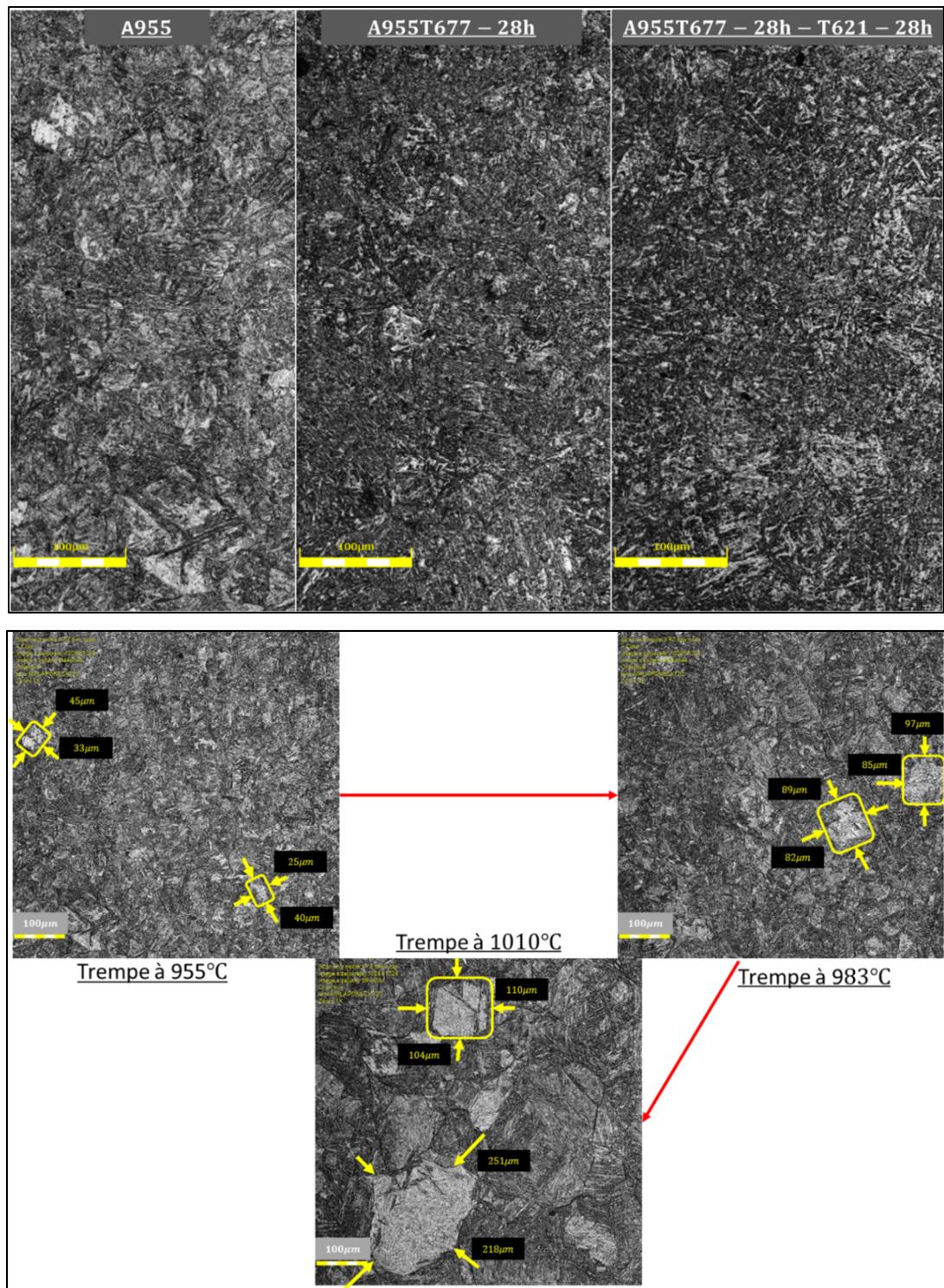


Figure 4.18 Image des échantillons A955, A983, A1010, A955T677-28h, A955T677-28h et A955T677-28hT621-28h par microscopie optique LEXT

RÉFÉRENCES

- Alvarenga, H. D., De Putte, T. V., Van Steenberge, N., Sietsma, J., & Terryn, H. (2015). Influence of Carbide Morphology and Microstructure on the Kinetics of Superficial Decarburization of C-Mn Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 46(1), 123–133. <https://doi.org/10.1007/s11661-014-2600-y>
- Andresen, P. L. (2010). Stress corrosion cracking (SCC) of austenitic stainless steels in high temperature light water reactor (LWR) environments. In *Understanding and Mitigating Ageing in Nuclear Power Plants* (pp. 236–307). Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9781845699956.2.236>
- Arlazarov, A., Brollo, G. L., & Magar, C. (2014). *INFLUENCE OF HEATING RATE ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ANNEALED LOW CARBON STEELS*. 7.
- Barlow, L. D., & Du Toit, M. (2012). Effect of Austenitizing Heat Treatment on the Microstructure and Hardness of Martensitic Stainless Steel AISI 420. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 21(7), 1327–1336. <https://doi.org/10.1007/s11665-011-0043-9>
- Boniardi, M., & Casaroli, A. (2014). *Stainless steels* (Reseach&Development). Gruppo Lucefin.
- Canale, L. C. F., Yao, X., Gu, J., & Totten, G. E. (2008). A historical overview of steel tempering parameters. *International Journal of Microstructure and Materials Properties*, 3(4/5), 474. <https://doi.org/10.1504/IJMMP.2008.022033>
- Coovattanachai, O., Tosangthum, N., Morakotjinda, M., Yotkaew, T., Krataitong, R., Vetayanugul, B., & Tongsri, R. (2010). *Effect of heating rate on sintered series 300 stainless steel*. 6.
- Dossett, J. L., & Totten, G. E. (Eds.). (2014). Heat Treating of Martensitic Stainless Steels[1]. In *Heat Treating of Irons and Steels* (pp. 382–396). ASM International. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v04d.a0005985>
- Garrison, W. M., & Amuda, M. O. H. (2017). Stainless Steels: Martensitic. In *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering* (p. B9780128035818025000). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.02527-3>
- Granberg, F., Terentyev, D., & Nordlund, K. (2015). Molecular dynamics investigation of the interaction of dislocations with carbides in BCC Fe. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 352, 77–80. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2015.01.007>
- Hantcherli, M. (2010). *Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés*. 163.

- Kapoor, R., & Batra, I. S. (2004). On the α' to γ transformation in maraging (grade 350), PH 13-8 Mo and 17-4 PH steels. *Materials Science and Engineering: A*, 371(1–2), 324–334. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.12.023>
- Li, F., Bae, D. H., & Ghosh, A. K. (1997). Grain elongation and anisotropic grain growth during superplastic deformation in an Al–Mg–Mn–Cu alloy. *Acta Materialia*, 45(9), 3887–3895. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00032-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00032-3)
- Lippold, J. C. (2005). *Welding Metallurgy and Weldability of stainless steel*. 421.
- Lippold, J. C. (2015). *Welding Metallurgy and Weldability*. 421.
- Mabruri, E, Syahlan, Z. A., Sahlan, Prifiharni, S., Anwar, M. S., Chandra, S. A., Romijarso, T. B., & Adjiantoro, B. (2017). Influence of Austenitizing Heat Treatment on the Properties of the Tempered Type 410-1Mo Stainless Steel. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 202, 012085. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/202/1/012085>
- Mabruri, Efendi, Syahlan, Z. A., . S., Anwar, Moch. S., Romijarso, T. B., & Adjiantoro, B. (2016). Effect of Tempering Temperature on Hardness and Impact Resistance of the 410- 1Mo Martensitic Stainless Steels for Steam Turbine Blades. *International Journal of Engineering and Technology*, 8(6), 2547–2551. <https://doi.org/10.21817/ijet/2016/v8i6/160806208>
- Morito, S., Huang, X., Furuhashi, T., Maki, T., & Hansen, N. (2006). The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels. *Acta Materialia*, 54(19), 5323–5331. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.009>
- Munir, Z. A. (2019). Observations on the role of electric fields in the synthesis and processing of materials. In *Spark Plasma Sintering* (pp. 1–48). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817744-0.00001-5>
- Naghizadeh, M. (2016). Microstructural Evolutions During Annealing of Plastically Deformed AISI 304 Austenitic Stainless Steel: Martensite Reversion, Grain Refinement, Recrystallization, and Grain Growth. *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A*, 7.
- Naghizadeh, M., & Mirzadeh, H. (2019). Effects of Grain Size on Mechanical Properties and Work-Hardening Behavior of AISI 304 Austenitic Stainless Steel. *Steel Research International*, 90(10), 1900153. <https://doi.org/10.1002/srin.201900153>
- Nakada, N., Tsuchiyama, T., Takaki, S., & Miyano, N. (2011). Temperature Dependence of Austenite Nucleation Behavior from Lath Martensite. *ISIJ International*, 51(2), 299–304. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.51.299>
- Philibert, J., & Vignes, A. (2013). Métallurgie. Du minéral au matériau. *Technique et Ingénierie / Mécanique et Matériaux*, 2e, 621.
- Porter, D. A., Easterling, K. E., & Sherif, M. Y. (2009a). *Phase Transformations in Metals and Alloys* (3 ed.). CRC Press.
- Porter, D. A., Easterling, K. E., & Sherif, M. Y. (2009b). *Phase Transformations in Metals and Alloys* (3 ed.). CRC Press.

- Ronneberg, T., Davies, C. M., & Hooper, P. A. (2020). Revealing relationships between porosity, microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion 316L stainless steel through heat treatment. *Materials & Design*, 189, 108481. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108481>
- Schino, A. D. (2002b). Effects of martensite formation and austenite reversion on grain refining of AISI 304 stainless steel. *2002*, 5.
- Schino, A. D. (2003a). *Effects of grain size on the properties of a low nickel austenitic stainless steel*. 9.
- Song, Y., Li, X., Rong, L., & Li, Y. (2011). The influence of tempering temperature on the reversed austenite formation and tensile properties in Fe–13%Cr–4%Ni–Mo low carbon martensite stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*, 528(12), 4075–4079. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.078>
- Song, Y. Y., Li, X. Y., Rong, L. J., Ping, D. H., Yin, F. X., & Li, Y. Y. (2010). Formation of the reversed austenite during intercritical tempering in a Fe–13%Cr–4%Ni–Mo martensitic stainless steel. *Materials Letters*, 64(13), 1411–1414. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2010.03.021>
- Song, Y. Y., Ping, D. H., Yin, F. X., Li, X. Y., & Li, Y. Y. (2010). Microstructural evolution and low temperature impact toughness of a Fe–13%Cr–4%Ni–Mo martensitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 527(3), 614–618. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.08.022>
- Totten, G. E. (2006). *Steel heat treatment* (Totten Ed.). Taylor & Francis.
- Tsai, M. C., Chiou, C. S., Du, J. S., & Yang, J. R. (2002). Phase transformation in AISI 410 stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 332(1–2), 1–10. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01710-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01710-5)
- Zhang, L., Rong, Y. M., Purushothaman, R., & Kang, J. W. (2007). *Microstructure and Property Predictions by Using a Heat-Treatment Planning System, CHT-q/t*. 9.
- Zhang, S., Wang, P., Li, D., & Li, Y. (2015). Investigation of the evolution of retained austenite in Fe–13%Cr–4%Ni martensitic stainless steel during intercritical tempering. *Materials & Design*, 84, 385–394. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.06.143>
- Zou, D., Han, Y., Zhang, W., & Fang, X. (2010). Influence of Tempering Process on Mechanical Properties of 00Cr13Ni4Mo Supermartensitic Stainless Steel. *Journal of Iron and Steel Research International*, 17(8), 50–54. [https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(10\)60128-8](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(10)60128-8)