

Optimisation du traitement thermique d'un acier à haute résistance mécanique : étude expérimentale et simulation

par

Valentin HUREL

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

MONTREAL, LE 11 JANVIER 2022

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Valentin Hurel, 2021



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Mohammad Jahazi, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Pierre Bélanger, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Vincent Demers, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

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

LE 17/12/2021

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Le mémoire est un travail de longue haleine rendu possible par un encadrement personnel, académique et professionnel. Il me tient donc à cœur d'adresser des remerciements aux personnes qui ont participé de près ou de loin à l'accomplissement de cette étude.

La pierre angulaire de cette maîtrise est mon directeur de recherche Mohammad Jahazi à qui j'adresse mes plus sincères remerciements. Ces qualités en tant que professeur, directeur de recherche et d'être humain m'ont permises de m'épanouir dans l'ingénierie et dans ce projet. Son écoute et sa pédagogie sont fondatrices dans l'acquisition de mes connaissances dans un domaine complexe comme la métallurgie.

Toute ma gratitude à l'entreprise Finkl Steel Sorel et Léa Ebacher pour la matière sur laquelle j'ai eu l'honneur de travailler.

Je remercie également l'ensemble des élèves de la chaire de recherche CM2P, un groupe exceptionnel toujours disponible et désireux d'aider. Une mention spéciale à Jia Hong Liu, Yassine Bouissa, Nima Bohlooli et Muftah Zorgani qui m'ont permis d'avancer et d'aboutir aux résultats escomptés.

Une pensée particulière à Mohammad Saadati une personne unique qui a embelli mon travail, dont les discussions passionnantes étaient essentielles dans ma méthode de réflexion et dans la résolution de problématiques.

Ma recherche n'aurait pas été possible sans l'accompagnement de Radu Romanica, merci pour votre disponibilité et votre formation qui ont été essentiels dans la mise en place de mes expériences.

Bien évidemment, je remercie ma famille et ma copine qui font mon bonheur et m'ont permis d'arriver à un tel niveau d'étude.

Optimisation du traitement thermique d'un acier à haute résistance mécanique : étude expérimentale et simulation

Valentin HUREL

RÉSUMÉ

Ce mémoire établit l'impact des paramètres de traitement thermique sur les phénomènes métallurgiques. Il détaille les caractéristiques microstructurales d'un acier faiblement allié utilisé pour la confection de moules produisant des composants automobile. L'investigation se porte sur l'austénitisation, la trempe, mais surtout le revenu qui vont déterminer la microstructure et son évolution en termes de phases ainsi que de précipités.

Les traitements thermiques ont été générés à l'aide d'un dilatomètre pour assurer la détection de la moindre transformation. L'analyse débute par la détermination des phases formées lors du refroidissement à plusieurs vitesses depuis la température d'austénitisation de 900°C. Les refroidissements au-dessus de 0.7°C/s aboutissent à de la martensite et ceux en dessous donnent de la bainite.

Une fois le diagramme TRC obtenu, l'impact du revenu, à travers la vitesse de chauffe et la température, est observé sur la bainite et la martensite. La chauffe est comparée pour une vitesse lente de 0.2°C/s et une vitesse rapide de 5°C/s afin de visualiser les dissimilitudes dans la précipitation. Il y a plus de précipités dans une microstructure chauffée à faible vitesse pour la martensite et pas ou peu pour la bainite.

Ensuite, les revenus à 550°C et 620°C sont étudiés afin de statuer sur le comportement des carbures, de la décomposition des blocs de martensite-austénite résiduelle (M/A) et de la progression de la matrice (bainite ou martensite). La décomposition des blocs de M/A est incomplète pour les deux températures, mais elle est plus avancée à 620°C. La partie transformée devient des carbures de chrome et pendant le refroidissement, à la fin du cycle du revenu, le reste se transforme en martensite. Une température plus haute équiaxialise les lattes et change les caractéristiques des carbures aux joints de grains.

Un cycle de revenu simulant le processus industriel a été testé avec une austénitisation à 900°C pendant 24h et un revenu à 550°C pendant 44h. L'objectif étant de le comparer à la microstructure jugée optimale afin de statuer sur les paramètres à modifier pour réduire le temps total de traitement thermique.

Mots clés : Revenu, Bainite, Martensite, Transformation de phases, Carbure, M/A, Dilatométrie

Optimization of the heat treatment cycle of a high strength steel: experimental and simulation study

Valentin HUREL

ABSTRACT

This thesis establishes the impact of heat treatment parameters on metallurgical phenomena. It describes the microstructural characteristics of a low alloy steel used for making molds dedicated to automotive components. This investigation is focused on the austenitization, the quenching but above all the tempering which will determine the microstructure and its evolution in terms of phases as well as precipitates.

The heat treatments were produced using a dilatometer to ensure detection of even the slightest transformation. The analysis begins with the determination of the phases formed during cooling at several rates from the austenitization temperature of 900°. Cooling above 0.7°C/s results in martensite and those below give bainite.

Once the CCT diagram is obtained, the impact of tempering, through the heating rate and the temperature, is observed on bainite and martensite. The heating is compared for a slow rate of 0.2°C/s and a fast rate of 5°C/s to visualize the dissimilarities in the precipitation. There are more precipitates in a low-speed heated microstructure for martensite and little or none for bainite.

Then the results obtained at 550°C and 620°C are studied to see the behaviour of the carbides, the decomposition of martensite-retained austenite (M/A) blocks and the evolution of the matrix (bainite or martensite). The decomposition of the M/A blocks is incomplete for both temperatures but is more advanced at 620°C. The transformed part of the M/A becomes chromium carbides and during the cooling of the tempering the remainder turns into martensite. A higher temperature makes the lath more equiaxial and changes the carbides characteristics at the grain boundaries.

X

An industrial cycle was tested with austenitization at 900°C for 24 hours and tempering at 550°C for 44 hours. The objective is to compare it with the microstructure deemed optimal to decide on the parameters to be modified in order to reduce the total heat treatment time.

Keywords: Tempering, Bainite, Martensite, Phase transformation, Carbide, M/A, Dilatometry

TABLE DES MATIERES

	Page
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE	3
1.1 Phases dans un acier	3
1.1.1 Microstructure bainitique.....	3
1.1.2 Microstructure martensitique.....	5
1.2 Influence des éléments d'alliage.....	6
1.2.3 Carbone	6
1.2.4 Chrome	6
1.2.5 Molybdène	7
1.2.6 Vanadium.....	7
1.2.7 Manganèse	7
1.2.8 Silicium.....	8
1.2.9 Nickel	8
1.2.10 Aluminium	8
1.3 Influence de l'austénitisation sur la microstructure	9
1.3.1 Effet de la température	9
1.3.2 Effet du temps.....	11
1.4 Influence de la trempe sur la microstructure.....	12
1.4.3 Effet de la vitesse de refroidissement.....	12
1.4.4 Évolution des carbures	15
1.5 Influence du revenu sur la microstructure.....	16
1.5.5 Effet de la température	16
1.5.6 Effet du temps de maintien	17

1.5.7	Effet de la vitesse de chauffage	19
1.5.8	Effet de la microstructure initiale.....	21
1.5.9	Évolution des carbures	24
1.6	Simulation des phénomènes métallurgiques avec Thermo-Calc.....	26
1.6.1	Module DICTRA	27
1.6.2	La théorie de la diffusion.....	28
1.7	Modélisation des transformations pendant le traitement thermique	33
1.7.1	Prédiction des transformations de phase	33
1.7.2	Prédiction de la dureté.....	35
1.8	Conclusion.....	36
CHAPITRE 2 DÉFINITION DU SUJET ÉTUDIÉ.....		37
2.1	Problématiques.....	37
2.2	Objectifs	37
2.3	Techniques expérimentales.....	38
2.3.3	Attaque chimique.....	38
2.3.4	Mesure de dureté	39
2.3.5	Microscope LEXT4100	39
2.3.6	Microscope électronique à balayage : TM3000 et SU8230 Hitachi	40
2.3.7	Dilatométrie	41
2.3.8	Diffraction des rayons X.....	41
2.4	Matériau étudié.....	42
CHAPITRE 3 CINÉTIQUE DES TRANSFORMATIONS DE PHASES APRÈS AUSTÉNITISATION.....		45
3.1	Introduction.....	45

3.2	Méthodes expérimentales	45
3.3	Résultats et discussions	46
3.3.1	Formation de l'austénite	46
3.3.2	Transformation de l'austénite en martensite	48
3.3.3	Transformation de l'austénite en bainite	52
3.3.4	Modélisation des transformations	57
3.3.5	Détermination du diagramme TRC	59
3.4	Conclusion	61
CHAPITRE 4 INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE REVENU SUR LA MICROSTRUCTURE		63
4.1	Introduction	63
4.2	Méthodes expérimentales	63
4.3	Résultats et discussions	65
4.3.1	Définition des mécanismes métallurgiques avec la dilatométrie	65
4.3.2	Évolution de la microstructure	69
4.3.3	Évolution de la dureté	81
4.4	Conclusion	83
CHAPITRE 5 INFLUENCE DE LA VITESSE DE CHAUFFE PENDANT LE REVENU SUR LA MICROSTRUCTURE		85
5.1	Introduction	85
5.2	Méthodes expérimentales	85
5.3	Résultats et discussions	86
5.3.1	Définition des mécanismes métallurgiques avec la dilatométrie	86
5.3.2	Évolution de la microstructure	88
5.3.3	Évolution de la Dureté	91

5.4 Conclusion	92
----------------------	----

CHAPITRE 6 PROPOSITION D'UN TRAITEMENT THERMIQUE POUR L'ALLIAGE ÉTUDIÉ.....	95
--	----

6.1 Introduction.....	95
-----------------------	----

6.2 Méthodes expérimentales	95
-----------------------------------	----

6.3 Modification du temps d'austénitisation	96
---	----

6.4 Modification du revenu	99
----------------------------------	----

6.4.1 Dilatométrie du nouveau revenu.....	99
---	----

6.4.2 Observation microstructurale du nouveau revenu	102
--	-----

6.4.3 Dureté du nouveau revenu	106
--------------------------------------	-----

6.5 Traitement thermique proposé	107
--	-----

CONCLUSION	113
------------------	-----

RECOMMANDATIONS.....	115
----------------------	-----

BIBLIOGRAPHIE	117
---------------------	-----

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1 Variation de la fraction volumique en fonction de la température d'austénitisation tiré de Suski et. Oliveira (2013)	10
Tableau 1.2 Variation des températures de transformation en fonction de la température d'austénitisation tiré de Gao et al (2012)	10
Tableau 1.3 Évolution de la dureté en fonction de la température de revenu de la bainite tiré de Gagandeep Singh (2015)	16
Tableau 1.4 Évolution de la dureté en fonction du temps de revenu de la bainite tiré de Gagandeep Singh (2015)	18
Tableau 2.1 Composition de l'alliage étudié.....	42
Tableau 3.1 Comparaison des températures de transformation de phases calculées et expérimentales	58
Tableau 4.1 Composition des phases présentent pendant le revenu à 550°C simuler avec DICTRA.....	72
Tableau 6.1 Mesure des phases à travers les différents revenu à 620°C.....	106
Tableau 6.2 Comparaison des duretés pour l'échantillon revenu à 620°C pendant 30 min et l'échantillon revenu à 550°C pendant 44h.....	107

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Représentation schématique de la formation de la bainite inférieure et supérieure tiré de Bhadeshia, Harshad Honeycombe, Robert (2017).....4
Figure 1.2	a) Taille des grains d'austénite en fonction des éléments d'alliage tiré de Lee et Lee (2008) b) Taille moyenne des grains en fonction de la température et le temps d'austénitisation tiré de Dong, Chen et Cui (2015)9
Figure 1.3	Fraction volumique de carbure en fonction du temps d'austénitisation tiré de Luo et al (2017) 11
Figure 1.4	a) Courbe dilatométrique du refroidissement d'un acier et dérivée de la courbe dilatométrique b) pour la bainite c) pour la martensite + bainite d) pour la martensite tiré de Talebi (2018)..... 13
Figure 1.5	Microstructure bainitique observée a) au MEB avec GS = Granular Structure et GB = Granular Bainite b) au MET avec C et D des blocs M/A tiré de Xiong et al (2019)..... 14
Figure 1.6	Microstructure bainitique et martensitique observée a) au MEB b) au MET avec de l'austénite résiduelle entre les lattes de bainite tiré de Xiong et al (2019) 14
Figure 1.7	Microstructure martensitique observée a) au MEB b) au MET tiré de Xiong et al (2019) 15
Figure 1.8	Microscopie optique des échantillons revenus avec un temps de maintien de a) 1h, b) 2h, c), 4h, d) 8h, e) 12h et f) 20h tiré de Luo et al (2018) 18
Figure 1.9	a) Fraction volumique et taille moyenne des carbures en fonction du temps de maintien pendant le revenu b) Taille moyenne des grains et austénite résiduelle en fonction du temps de maintien tiré de Luo et al (2018) 19
Figure 1.10	Effet de la vitesse de chauffe sur la taille de carbure pour un temps de maintien de 2s a) joints à faible angle b) joints à fort angle tiré de Revilla, López,et Rodriguez-Ibabe (2014).....20
Figure 1.11	a) Densité de dislocation moyenne en fonction des conditions de revenu et b) Dureté en fonction de la taille moyenne des carbures pendant le revenu tiré de Revilla, López et Rodriguez-Ibabe (2014).....21

Figure 1.12	a) Courbes dilatométriques du changement de longueur relatif et b) la dérivée des courbes du revenu de trois microstructures : bainitique, bainitique + martensitique et martensitique tiré de Talebi (2018).....	22
Figure 1.13	Observation microscopique à l'aide du MEB de la a) martensite après trempe b) martensite après revenu tiré de Talebi (2018).....	22
Figure 1.14	Observation microscopique à l'aide du MEB de la a) bainite après trempe b) bainite après revenu tiré de Talebi (2018).....	23
Figure 1.15	Observation microscopique à l'aide du MEB de la a) bainite + martensite après trempe b) bainite + martensite après revenu tiré de Talebi (2018).....	24
Figure 1.16	Observation microscopique à l'aide du TEM d'un acier revenu présentant a) une agglomération de carbure M ₃ C et de son motif de diffraction, b) des carbures M ₇ C ₃ , M ₂₃ C ₆ et VC tiré de Jiang et al (2017) c) Nucléation de M ₂₃ C ₆ au niveau de Al ₂ O ₃ tiré de Li et al (2018).....	25
Figure 1.17	Modélisation d'un système dans DICTRA tiré de Liu (s.d.).....	27
Figure 1.18	a) Méthode de modélisation de la diffusion dans DICTRA b) Calcul de la diffusion à partir de la mobilité dans DICTRA tiré de Zi-Kui Liu (s.d).....	29
Figure 2.1	Microstructure de l'échantillon reçu.....	43
Figure 3.1	Courbe dilatométrique de la chauffe à 5°C/s jusqu'à la température d'austénitisation de 900°C a) Changement de longueur en fonction de la température b) Méthode des tangentes c) Méthode de la dérivée seconde.....	47
Figure 3.2	Simulation avec Thermo-Calc du diagramme des phases à l'équilibre	48
Figure 3.3	Dureté de l'alliage après l'austénitisation à 900°C et le refroidissement à différentes vitesses.....	49
Figure 3.4	a) et b) Courbes dilatométriques du refroidissement après austénitisation à 900°C pour obtenir de la martensite. Courbe dilatométrique pour le refroidissement à 5°C/s après austénitisation à 900°C : c) Méthode des tangentes d) Méthode de dérivée seconde.....	50
Figure 3.5	Comparaison des données expérimentales et calculées de la fraction de martensite formée pendant le refroidissement à 5°C/s	51

Figure 3.6	Observation au microscope électronique à balayage (MEB) des grains d'austénite primaire (GAP) et des lattes des microstructures martensitiques pour les refroidissements à a) 10°C/s b) 5°C/s c) 1°C/s et d) 0.7°C/s 1°C/s et 0.7°C/s52
Figure 3.7	a) et b) Courbes dilatométriques du refroidissement à différentes vitesses après austénitisation à 900°C pour obtenir de la bainite. c) Courbe dilatométrique du refroidissement à 0.01°C/s avec le changement de longueur et la dérivée seconde du changement relatif de longueur54
Figure 3.8	Comparaison des données expérimentales et calculées de la fraction de bainite formée pendant le refroidissement à 0.05°C/s55
Figure 3.9	Observation au microscope électronique à balayage (MEB) des grains d'austénite primaire (GAP) et des blocs de martensite/austénite (M/A) des microstructures bainitiques pour les refroidissements à a) 0.3°C/s (bainite inférieure) b) 0.1°C/s (bainite granulaire) c) 0.05°C/s (bainite granulaire) et d) 0.01 °C/s (bainite granulaire)56
Figure 3.10	a) Analyse DRE de l'échantillon refroidi à 0.05°C/s b) Analyses de diffractométrie de rayons X (DRX) de l'échantillon refroidis à 0.01°C/s.....57
Figure 3.11	a) Comparaison des duretés expérimentales et calculées en fonction de la vitesse de refroidissement b) Dureté calculée brute et corrigée, écart entre les duretés.....59
Figure 3.12	Diagramme TRC expérimentale de l'alliage étudié60
Figure 3.13	Diagramme TRC simulé par JmatPro.....61
Figure 4.1	Diagramme de phase à l'équilibre pour l'intervalle de température de revenu simulé avec Thermo-Calc66
Figure 4.2	Courbes dilatométriques de la chauffe à 0.2°C/s du revenu à 550°C et 620°C de a) la martensite et b) la bainite après austénitisation à 900°C68
Figure 4.3	Courbe dilatométrique du refroidissement à 1°C/s de la bainite après un revenu à 550°C et 620°C a) Changement de longueur en fonction de la température b) Dérivé du changement de longueur relatif en fonction de la température.....69
Figure 4.4	Observation au MEB de la microstructure martensitique avant le revenu obtenue après une austénitisation à 900°C et un refroidissement à 5°C/s70

Figure 4.5	Observation au MEB de la microstructure martensitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 0.2°C/s et un refroidissement à 1°C/s a) - c) en mode imagerie et d) en mode EDX avec la répartition du carbone de c)	71
Figure 4.6	Observation au MEB de la microstructure martensitique après le revenu à 620°C avec une chauffe à 0.2°C/s et un refroidissement à 1°C/s a) - c) en mode imagerie et d) en mode EDX avec la répartition du carbone de c)	73
Figure 4.7	Schématisation du mécanisme d'évolution des carbures M ₃ C, M ₇ C ₃ et M ₂₃ C ₆ a) avant revenu b) revenu à 550°C c) revenu à 620°C	73
Figure 4.8	Observation au MEB de la microstructure bainitique avant le revenu obtenue après une austénitisation à 900°C et un refroidissement à 0.05°C/s	74
Figure 4.9	Observation au MEB de la microstructure bainitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 0.2°C/s et un refroidissement à 1°C/s a) - d) en mode imagerie avec α la martensite et e) - f) en mode EDX avec la répartition du carbone et du chrome de d).....	75
Figure 4.10	Simulation avec DICTRA du revenu à 550°C pendant 30 minutes d'une microstructure bainitique (20 μ m) avec un carbure de M ₇ C ₃ (100 nm) a) Taille de M ₇ C ₃ et b) Taille de la bainite en fonction du temps	76
Figure 4.11	Observation au MEB de la microstructure bainitique après le revenu à 620°C avec une chauffe à 0.2°C/s et un refroidissement à 1°C/s	77
Figure 4.12	Analyse DRE et EDX de la microstructure revenu à 620°C pendant 30min a) Image DRE b) Observation au MEB de la microstructure de a), c) - f) Microstructure correspondant aux différentes zones de a) et b), g) et h) concentration en carbone et en chrome f).....	78
Figure 4.13	Schématisation du mécanisme de décomposition/transformation des blocs de M/A a) avant revenu b) revenu à 550°C et c) revenu à 620°C	79
Figure 4.14	Évolution de la fraction volumique de l'austénite résiduelle durant le revenu à 620°C simuler avec DICTRA.....	80
Figure 4.15	Simulation avec DICTRA du revenu à 620°C pendant 10h d'une microstructure bainitique (20 μ m) avec un carbure de M ₇ C ₃ (100 nm) a) Taille de M ₇ C ₃ et b) Taille de la bainite en fonction du temps	81
Figure 4.16	Évolution de la dureté de la martensite et de la bainite après un revenu à 550°C et 620°C avec une chauffe à 0.2°C/s et un refroidissement à 1°C/s.....	83

Figure 5.1	Courbes dilatométriques de les chauffes à 0.2°C/s et 5°C/s pour le revenu à 550°C a) la martensite et b) la bainite après austénitisation à 900°C87
Figure 5.2	Courbe dilatométrique du refroidissement à 1°C/s de la bainite après un revenu à 550°C pour les chauffes de 0.2°C/s et 5°C/s a) Changement de longueur en fonction de la température b) Dérivée du changement de longueur relatif en fonction de la température88
Figure 5.3	Observation au MEB de la microstructure martensitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 0.2°C/s89
Figure 5.4	Observation au MEB de la microstructure martensitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 5°C/s90
Figure 5.5	Observation au MEB de la microstructure bainitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 0.2°C/s90
Figure 5.6	Observation au MEB de la microstructure bainitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 5°C/s a) - d) en mode imagerie, e) et f) en mode EDX avec la concentration en carbone et en chrome de d)91
Figure 5.7	Dureté de la martensite et de la bainite pour les vitesses de chauffe de 0.2°C/s et 5°C/s pour un revenu à 550°C ainsi qu'un refroidissement à 1°C/s92
Figure 6.1	Prédiction de la taille de grain d'austénite en fonction du temps de maintien à 900°C97
Figure 6.2	Fraction de bainite transformée durant le refroidissement à 0.05°C/s après une austénitisation à 900°C pendant 24h98
Figure 6.3	Courbes dilatométriques de l'austénitisation à 900°C pendant 15 minutes et 24h avec un refroidissement à 0.05°C/s98
Figure 6.4	Courbes dilatométriques a) de la chauffe à 0.2°C/s jusqu'à 550°C et 620°C b) du maintien pendant 24h c) du refroidissement à 1°C/s pour les deux revenus de la bainite 101
Figure 6.5	Courbe dilatométrique du revenu à 620°C a) Maintien pendant 14h b) refroidissement à 1°C/s 102
Figure 6.6	Observation au MEB de la bainite après austénitisation à 900°C pendant 24h et revenu à 550°C pendant 44h a) - d) mode observation avec a) bainite inférieure et c) bainite granulaire, e) et f) mode EDX avec la concentration en carbone et en chrome de d) 103

Figure 6.7	Observation au MEB de la bainite après austénitisation à 900°C pendant 30 min et revenu à 620°C pendant 14h a) et b) Analyse DRE c) Microstructure correspondant à a) et b), d) zone 1, e) zone 2, f) zone 3.	104
Figure 6.8	Évolution de la microstructure au cours du traitement thermique à 620°C a) Graphique du traitement thermique b) Schématisation de la microstructure aux étapes 1, 2, 3 et 4.....	105
Figure 6.9	Traitement thermique industriel de l'alliage.....	107
Figure 6.10	Phase de chauffe de l'austénitisation enregistrée par des thermocouples au centre et à la surface d'un bloc tiré de Bohlooli Arkhazloo, Bazdidi-Tehrani, Morin, & Jahazi (2021).....	109
Figure 6.11	Phase de chauffe du revenu enregistrée par des thermocouples au centre et à la surface d'un bloc tiré de Bohlooli Arkhazloo et al (2021).....	110
Figure 6.12	Traitement thermique proposé	111

LISTE DES ABREVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

A_{c1}	Température de début de transformation de l'austénite
A_{c3}	Température de fin de transformation l'austénite
FA	Ferrite Aciculaire
B	Bainite
CC	Cubique Centré
BF	Bainite Ferrite
Bf	Température de fin de transformation de la bainite
Bs	Température de début de transformation de la bainite
DRX	Diffraction des Rayons X
DRE	Diffraction par Rétrodiffusion Electronique
EDX	Analyse de l'Energie de Dispersion des rayons X
CFC	Cubique Faces Centrées
GAP	Grain d'Austénite Primaire
GB	Granular Bainite
GS	Granular Structure
JG	Joint de Grain
JMAK	Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov
K-M	Koistinen et Marburger
M	Martensite
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MET	Microscope Electronique à Transmission
Mf	Température de fin de transformation de la martensite
Ms	Température de début de transformation de la martensite

M/A	Martensite/Austénite
P	Perlite
FP	Ferrite polygonale
FQP	Ferrite Quasi-Polygonale
AR	Austénite Résiduelle
TTT	Transformation Temps Température
TRC	Transformation en Refroidissement Continu

LISTE DES SYMBOLES ET UNITES DE MESURE

°C	Degré Celsius
K	Kelvin
°	Degré
Mm	Millimètre
µm	Micromètre
nm	Nanomètre
s	Seconde
h	Heure
min	Minutes
HV	Dureté Vickers
%m	Pourcentage massique
ml	Millilitre
g	gramme
gf	gramme force
kgf	kilogramme force

Introduction

Le monde de la recherche est indispensable à l'évolution de notre société, encore plus dans l'ingénierie, où des domaines, comme la métallurgie, sont extrêmement complexes à comprendre et à faire avancer. Depuis peu l'industrie métallurgique laisse une place plus importante à la compréhension des phénomènes intervenant durant les multiples traitements thermiques mise en place. Ce changement de paradigme va leur permettre, à long terme, de maîtriser complètement leurs procédés et les moduler en fonction des cas rencontrés. Ce projet s'inscrit dans cette démarche, en traitant de l'optimisation du traitement thermique d'un acier à haute résistance mécanique à travers l'expérimentation et la simulation.

L'acier à haute résistance mécanique étudié dans ce mémoire est un nouvel acier faiblement allié. Il est utilisé pour la fabrication de moules en plastique, d'outils de moulage sous pression et de pièces forgées à moule ouvert à partir de blocs de plus de 34 pouces et de plusieurs tonnes.

Le manque de connaissance dans son comportement au cours du traitement thermique représente des barrières quant à l'optimisation du procédé au niveau industriel afin de garder une certaine compétitivité. Du fait de son application, ses propriétés mécaniques doivent rencontrer les attentes des clients en termes de polissabilité, dureté, conductivité thermique, homogénéité, résistance à l'usure et soudabilité.

La taille des blocs d'acier étudiés infère une fluctuation de la microstructure à travers l'épaisseur, allant de la martensite à la bainite. Par conséquent, les cinétiques de transformation changent en fonction de la localisation, rendant plus difficile le respect des propriétés mécaniques. Le principal défi est de répondre à l'aspect de polissabilité, ce qui signifie qu'il faut aboutir à une microstructure homogène. Afin d'y parvenir, l'entreprise a besoin de connaître le comportement du matériau, ce qui induit la détermination des transformations de phases au cours de chaque étape du traitement thermique : Austénitisation, trempe et revenu.

Ce mémoire s'articule en plusieurs parties en commençant par une revue de littérature concernant les évolutions des microstructures à travers le traitement thermique. Ensuite le

sujet est défini en détaillant les problématiques ainsi que les objectifs associés à la fois au domaine industriel et au domaine de la recherche. Cela est accompagné de la présentation des techniques expérimentales et du matériau étudié. L'étude débute par la détermination des transformations de phases intervenant lors de la trempe après l'austénitisation. Puis la recherche se tourne vers l'influence de la température de revenu sur la microstructure, suivi par l'influence de la vitesse de chauffe sur les mécanismes métallurgiques mis en jeu. Finalement, l'étude se termine par la proposition d'un nouveau traitement thermique en montrant l'impact du temps de maintien à la température de revenu.

CHAPITRE 1 REVUE DE LITTERATURE

La revue de littérature construit les bases de ce projet donnant les outils et les connaissances pour aboutir à un résultat. Dans un premier temps l'influence de chacun des éléments d'alliage sera exposée pour aborder ensuite l'évolution de la microstructure pendant l'austénitisation, la trempe et le revenu en fonction des paramètres dont ils dépendent. Et enfin terminer sur la présentation du module de simulation de la diffusion DICTRA du logiciel Thermo-Calc ainsi que les différentes méthodes de prédiction des phénomènes métallurgiques.

1.1 Phases dans un acier

1.1.1 Microstructure bainitique

La bainite est une phase aciculaire riche en dislocation qui est obtenue par un refroidissement d'une rapidité inférieure à celle de la martensite. Elle se forme à partir de l'austénite en un agrégat de ferrite et de cémentite. Pendant cette transformation, l'austénite se sépare en deux régions à cause de la redistribution du carbone. Une première région est enrichie en carbone, pour se transformer en cémentite ou d'autres carbures et la seconde est appauvri en carbone pour devenir la ferrite bainitique.

Il y a plusieurs types de bainite et il peut être difficile de les différencier, mais trois types sont souvent rencontrés : la bainite inférieure, la bainite supérieure et la bainite granulaire. L'inférieure et la supérieure se différencient par leur morphologie en lattes et par la localisation des carbures, comme schématiser dans la figure ci-dessous (Bhadeshia and Christian, 1990). La bainite supérieure contient des carbures aux joints de grains tandis que la bainite inférieure en contient également à l'intérieur des grains.

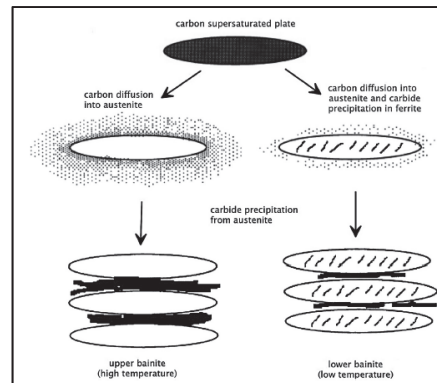


Figure 1.1 Représentation schématique de la formation de la bainite inférieure et supérieure
Tiré de Bhadeshia, Harshad Honeycombe, Robert (2017)

Celle se formant à des températures hautes avec un faible %C, est la bainite supérieure avec une morphologie en paquets de lattes. La nucléation de ces paquets intervient au niveau des joints de grains (JG) et s'apparente à des plaquettes. Les lattes de bainite supérieure ne comportent aucune précipitation cependant la diffusion amène le carbone à s'accumuler entre ces lattes. Ainsi la formation de la cémentite s'effectue entre les lattes. Avec un haut pourcentage en carbone, la cémentite sépare les plaquettes par une couche continue. Pour une faible concentration, la cémentite est sous forme de particules discrètes. L'observation de la microstructure montre que plus le refroidissement est rapide plus les lattes de bainite vont être rapprochées, c'est le résultat d'une faible diffusion du carbone entre les lattes.

En revanche pour des températures de transformation basses avec un %C élevé, la bainite est dite inférieure, avec une morphologie en plaquettes individuelles, c'est-à-dire, des blocs de lattes distincts séparés par de l'austénite résiduelle. À l'intérieur des lattes se trouve de la cémentite sous forme de bâtonnets fins. Ces particules sont plus fines que pour la bainite supérieure, car ils précipitent dans le grain, où la concentration de carbone est plus faible. Cette morphologie a pour conséquence de produire un alliage plus dur.

Le troisième type est la bainite granulaire. Il est difficile de la distinguer des bainites précédentes, car son mécanisme de formation est identique. Elle provient d'une transformation progressive débutant à des températures plus élevées, où les gerbes de

bainite évoluent plus grossièrement. Par rapport aux autres bainite, celle-ci présente un manque de carbures provoqué par une vitesse de transformation de la ferrite plus faible occasionnant moins de contraintes internes. De ce fait, l'austénite est moins bloquée par les défauts issus des contraintes et peut croître, justifiant la morphologie plus grossière. Les défauts étant des sites de nucléations des carbures, il est donc logique d'obtenir une microstructure plus faible en carbures. Le carbone est séparé entre la ferrite bainitique et l'austénite.

Les plaques initiales de bainite ont une croissance limitée à la taille du grain d'austénite dont elles proviennent. La cémentite provenant de la transformation bainite est différente de celle associée à la perlite. Elle a les mêmes concentrations en éléments d'alliage substitutionnels que la phase dont elle est issue (Bhadeshia and Christian, 1990). De manière générale la dureté de la bainite balaye un intervalle important à cause de sa variation en densité de dislocation, de 300 à 500 HV. L'évolution de cette microstructure reste encore une source de débat sur le mécanisme régissant la transformation, il existe donc deux écoles de pensées défendant les phénomènes : displacif et diffusif. D'un côté, les éléments d'alliage en substitution ne subissent pas de redistribution par diffusion et se déplacent à l'aide d'un cisaillement, c'est le phénomène displacif. Dans ce cas, la bainite hérite de concentration au carbone de l'austénite mère. D'un autre côté, les vitesses de germination et de croissance dépendent de la diffusion du carbone à travers l'interface austénite/ferrite (Durand-Charre, 2012). Il pourrait être judicieux de considérer que la formation de la bainite est contrôlée par ces deux mécanismes, mais à des zones et des moments différents. Grâce aux études de Bhadeshia (2001) il est prouvé que la ferrite bainitique a une cinétique de nucléation similaire à la martensite. Cependant, il existe une répartition du carbone aux joints de grains de l'austénite participant à la germination (Hell, 2011).

1.1.2 Microstructure martensitique

La martensite est la phase obtenue lors d'une trempe, soit une vitesse de refroidissement élevée. Cette transformation repose sur la déformation du réseau de l'austénite où aucun phénomène de diffusion n'intervient. La déformation de ce réseau provoque un cisaillement en plus d'une expansion, la résultante est une microstructure sous forme de plaques minces ou lattes. Cette transformation, causée par une vitesse de refroidissement rapide, provoque

une importante densité de dislocation. C'est le déplacement de ces dislocations qui est responsable du cisaillement et donc de la déformation du réseau. Le réseau de cette phase est cubique centré, mais si la concentration en carbone est élevée le réseau est tétragonal centré. Le début de la formation, M_s , intervient à des températures basses et sa composition est identique à celle des grains d'austénite dont elle est issue. Lorsque la transformation martensitique n'est pas complète, de l'austénite résiduelle subsiste. L'interface entre ces deux phases étant cohérentes ou semi-cohérentes, elle est considérée comme plate (Bhadeshia & Honeycombe, 2017).

1.2 Influence des éléments d'alliage

Les éléments d'alliage doivent être pris en compte dans la cinétique de chacune des étapes du traitement thermique, car chaque élément a un impact particulier. Une légère variation dans la teneur d'un élément peut modifier les phénomènes de précipitation, ségrégation et diffusion qui sont, dans ce projet, des paramètres primordiaux pour l'obtention d'une bonne polissabilité. L'effet des éléments principaux de l'alliage étudié sera traité dans cette partie.

1.2.1 Carbone

Le carbone est bien évidemment le plus important, il conditionne les propriétés mécaniques. Plus son pourcentage est élevé plus la résistance à la traction, à l'usure, à l'abrasion et la dureté vont augmenter, mais la formabilité, usinabilité, ténacité et la ductilité sont réduites. Avec la teneur en carbone élevée, l'alliage a des performances impactées à basse température à cause de ses hautes températures de transition.

1.2.2 Chrome

Le chrome est un élément carburigène, c'est-à-dire, qu'il a une capacité à former des carbures plus facilement durant le traitement thermique. Lorsqu'il a une teneur inférieure à 2%, comme dans cette thèse, il se diffuse progressivement dans la cémentite pour ensuite former des carbures. Grâce à ce phénomène, la décarburation est diminuée. Au niveau de son impact sur les propriétés de l'alliage, il va fortement augmenter la résistance à la corrosion. Mais elle peut être diminuée par la formation des carbures évoqués précédemment. Il va également

améliorer la résistance mécanique, la dureté ainsi que la trempabilité sans diminuer grandement la ductilité.

1.2.3 Molybdène

Le molybdène est aussi carburigène et il apporte beaucoup d'un point de vue mécanique. Il améliore la résistance aux chocs, l'usinabilité, la ténacité, la trempabilité et la résistance à l'usure. Concernant le traitement thermique, il élimine la fragilité au revenu et abaisse les températures de transformations des phases. C'est un élément qui favorise la formation des carbures de chrome. Il protège de la corrosion et des risques de piqûres.

1.2.4 Vanadium

Le vanadium est un élément qui a une affinité avec le carbone supérieure à celle du chrome et du molybdène. Il est souvent en proportion très faible cependant son impact est très important. Il augmente la ductilité, la dureté, sa résistance en traction et aux chocs. Les carbures formés sont très fins, quelques nanomètres, donc il peut être difficile à observer au MET mais plus facile grâce aux rayons X. La localisation du vanadium dans une microstructure change la morphologie de celle-ci. Si le vanadium est sous forme de carbure avec une présence dans la matrice faible, la microstructure est fine. En revanche, s'il n'y a pas de carbures et la matrice est riche en vanadium, la microstructure va être grossière.

1.2.5 Manganèse

Le manganèse est utilisé pour obtenir de bonnes propriétés de traitement thermique, il facilite le travail à haute température et la trempe, en réduisant le risque d'apparition de défauts ainsi que les températures de transitions. L'association avec le carbone augmente ses propriétés, mais diminue la ductilité et la résistance aux chocs. Il stabilise l'austénite, freine la sphéroïdisation de la cémentite et aide la formation de perlite lamellaire. Cependant, c'est un élément qui a un effet négatif lors du revenu en fragilisant certaine phase comme la bainite supérieure.

1.2.6 Silicium

Le silicium a souvent une teneur faible, car il altère énormément les performances mécaniques par exemple la résistance à la corrosion et l'usinabilité, à travers sa tendance à former des inclusions de SiO_2 . C'est principalement grâce à ces oxydes qu'il est utilisé, pour participer à la désoxydation et empêcher les soufflures. Les carbures de silicium vont aboutir à une microstructure plus grossière lorsqu'ils sont en solution solide et ils vont ralentir la croissance des grains lorsqu'ils sont sous forme d'inclusion. Il retarde le mécanisme de coalescence ce qui a pour effet de retarder la baisse de dureté et l'apparition de la cémentite pendant le revenu, en s'insérant dans son réseau pour réduire sa stabilité. De ce fait, un alliage contenant du Si a plus tendance à avoir des précipités plus fins en créant des barrières de diffusion autour des carbures.

1.2.7 Nickel

Le nickel diminue les températures de transformation de phase et la vitesse de diffusion, ce qui retarde le grossissement des grains. Il favorise la formation d'un acier austénitique. L'influence de son effet sur les propriétés est intimement liée à la teneur en carbone, plus il y a de C plus l'impact est important. Il participe au mécanisme de durcissement et renforce la ténacité à basse température. A haute température il apporte une bonne résistance à la corrosion.

1.2.8 Aluminium

L'aluminium augmente la résilience, il évite la formation de piqûres et la ségrégation. Sa capacité à former des alumines gêne le grossissement des grains. Les AlN ont aussi cette propriété, ils se forment pendant le processus de laminage ou forge. À terme cela provoque un raffinement de la microstructure et leur dissolution se fait à une température bien supérieure à celle de l'austénitisation donc ils sont toujours présents dans une microstructure (Saroj Kumar, Fathy, & Megahed, 2009).

1.3 Influence de l'austénitisation sur la microstructure

L'austénitisation intervient au début du traitement thermique afin d'homogénéiser l'acier en favorisant la mise en solution du carbone et des éléments d'alliage. Cette étape permet de passer à une microstructure 100% austénitique et de réduire tout ou partie des contraintes résiduelles, créées pendant la forge. Elle se résume à une première partie de chauffage à une certaine vitesse, jusqu'à atteindre la température d'austénitisation dans l'ensemble du bloc et une seconde partie de maintien.

1.3.1 Effet de la température

La température a un rôle important à jouer dans la détermination de la microstructure. En plus de favoriser l'homogénéisation de l'alliage, elle influence la croissance des grains d'austénite (Figure 1.2 a)). Cela se justifie par la Figure 1.2 b)) avec l'évolution de la cinétique de dissolution des éléments carburigènes en fonction de la température (Lee & Lee, 2008). Plus la température est haute plus les précipités initialement présents vont être dissout, étant donné qu'ils représentent un frein à la croissance des grains, leur dissolution favorise la mobilité des interfaces, donc la croissance. Lors du refroidissement, la sursaturation en éléments d'alliage est responsable de l'augmentation de la précipitation pendant la trempe. L'emprise de la température sur la morphologie des grains se traduit par une équiaxialisation. Par exemple à 900°C la taille est d'environ 30 μm alors qu'à 1050°C les grains sont plus grossiers, environ 120 μm (Lee & Lee, 2008).

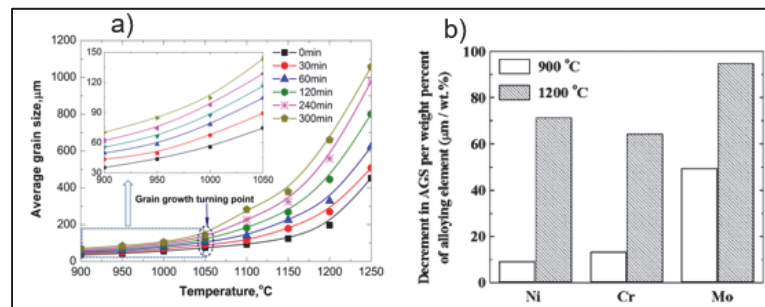


Figure 1.2 a) Taille des grains d'austénite en fonction des éléments d'alliage b) Taille moyenne des grains en fonction de la température et le temps d'austénitisation
Tiré de Lee et Lee (2008) et de Dong, Chen et Cui (2015)

La température influence aussi le pourcentage de phase qui va être transformé pendant la trempe. Suski et Oliveira (2013), dans le Tableau 1.1, ont mis en évidence cet effet avec une augmentation de la martensite jusqu'à 1050°C puis une baisse et la bainite subit l'effet inverse.

Tableau 1.1 Variation de la fraction volumique en fonction de la température d'austénitisation
Tiré de Suski et Oliveira (2013)

	870°C	1050°C	1200°C
Martensite (%)	86	94	74
Bainite (%)	14	6	26

Lorsque la température de début de transformation de la martensite augmente, celle de la fin de la transformation augmente également. Le delta entre ces deux températures diminue avec l'augmentation de la température d'austénitisation, ce qui justifie la baisse de fraction de martensite formée. (Gao et al, 2012)

Tableau 1.2 Variation des températures de en fonction de la température d'austénitisation
Tiré de Gao et al (2012)

Température d'austénitisation	800°C	900°C	1000°C	1100°C
Ms (°C)	371	393	413	422
Mf (°C)	219	316	334	345
Intervalle de la transformation	152	77	79	77

La fluctuation de la fraction de bainite se justifie de la même manière que celle de la martensite. Les précipités étant des sites de nucléation de la bainite, leur diminution avant 1050°C diminue la formation de bainite et la ségrégation après 1050°C augmente la transformation de cette phase.

1.3.2 Effet du temps

La littérature étudiant le temps de maintien est plus rare, car son impact est moindre par rapport à la température. Et en industrie, le temps d'austénitisation représente uniquement le temps à partir duquel la microstructure est considérée homogène. Mais il est possible de ressortir les effets les plus importants. Des études sur de courtes périodes, 15, 30 et 45 minutes, ont été réalisées avec un même refroidissement. La dureté est le premier élément touché avec une diminution importante à partir de 45 minutes. Une augmentation du maintien a deux effets sur les carbures, d'un côté il augmente la taille moyenne et de l'autre, il diminue leur quantité. Comme il pouvait être prévu, le temps va aussi promouvoir la dissolution des précipités dans l'austénite ce qui lui donne plus de stabilité. La courbe rouge de la Figure 1.3, permet d'observer l'évolution de la fraction de carbure en fonction du temps de maintien à une température identique et la bleue correspond à plusieurs températures pour un même maintien (Luo et al, 2017).

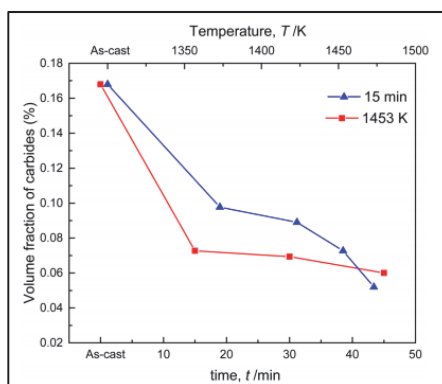


Figure 1.3 Fraction volumique de carbure en fonction du temps d'austénitisation
Tiré de Luo et al (2017)

Les grains d'austénite primaire croissent avec le temps, mais son impact est moins important que la température. Les carbures agissant comme un frein au mouvement des interfaces entre les grains c'est lorsque la microstructure est homogène que les grains d'austénite vont subir leur plus grosse croissance (Wilcox et Bryan, 1984).

1.4 Influence de la trempe sur la microstructure

La trempe est le procédé intervenant après l'austénitisation visant un refroidissement de l'alliage, par immersion dans un liquide, jusqu'à la température ambiante. Cette étape conditionne une grande majorité des propriétés mécaniques. Les paramètres qui vont jouer sur ce traitement sont : la composition, l'austénitisation et la vitesse de refroidissement.

1.4.1 Effet de la vitesse de refroidissement

La vitesse de refroidissement détermine plus de la majorité de la microstructure à la fin du traitement thermique. Il y a généralement trois types de trempe réalisés en industrie : huile, eau et air. Plus la vitesse est importante plus la microstructure est martensitique avec résistance mécanique et une dureté élevée.

Seyyed Talebi (2018) utilise l'analyse de courbe dilatométrique avec différents refroidissements pour obtenir trois microstructures différentes : martensite, martensite + bainite et bainite. Les graphiques présentés dans la Figure 1.4, montrent l'évolution de la longueur en fonction de la température pour différentes vitesses de refroidissement avec $C \leq 0.40$, $Mn \leq 1$, $Si \leq 0.80$, $Cr \leq 2$, $Mo \leq 0.55$, $P \leq 0.030$ et $S \leq 0.030$.

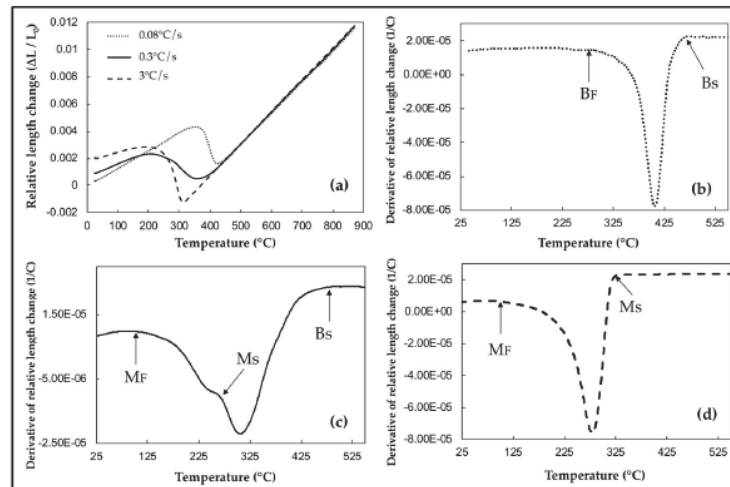


Figure 1.4 a) Courbe dilatométrique du refroidissement d'un acier et dérivée de la courbe dilatométrique b) pour la bainite c) pour la martensite + bainite d) pour la martensite
Tiré de Talebi (2018)

Après une austénitisation à 870°C maintenue pendant 10 minutes, l'échantillon est refroidi à 0.08°C/s, 0.3°C/s et 3°C/s pour obtenir de la bainite + austénite résiduelle, bainite + martensite + austénite résiduelle et de la martensite, respectivement (Talebi, 2018). Dans une autre étude, Yan Tang Chen obtient les mêmes phases à des vitesses de refroidissement plus importantes pour une austénitisation de 15 minutes à 900°C et avec un alliage composé de $C \leq 0.13$, $0.20Si$, $1.60Mn$, $P \leq 0.02$, $S \leq 0.01$, $Cr \leq 0.30$, $Mo \leq 0.30$, $Al \leq 0.050$, $Nb \leq 0.060$, $Ti \leq 0.050$. A 1°C/s et 5°C/s, la microstructure présente de la bainite mais sont pourcentage augmente avec la vitesse. Finalement, c'est à partir de 30°C/s que la martensite est observée accompagnée une microstructure plus fine. Mais il y a toujours une majorité de bainite ainsi que de l'austénite résiduelle (Chen, Zhang, & Cheng, 2012). En considérant ces deux études, l'influence de la composition et encore plus de l'austénitisation sont indéniable sur la microstructure que confère une vitesse. Il semblerait qu'une augmentation du temps et de la température d'austénitisation oblige une augmentation de la vitesse de refroidissement pour aboutir à une même microstructure. Pour les premières microstructures bainitiques, Figure 1.5, la morphologie des grains est plutôt granulaire avec des blocs de martensite/austénite (M/A) (Xiong et al., 2019).

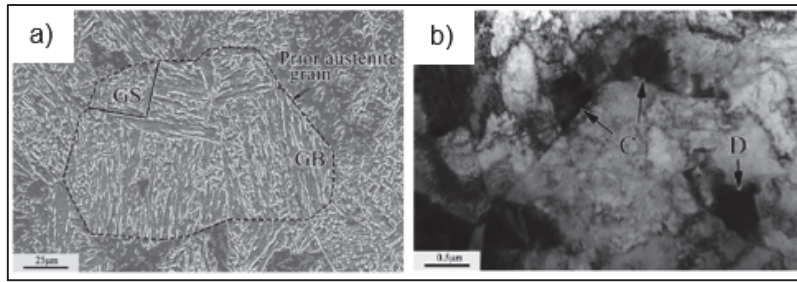


Figure 1.5 Microstructure bainitique observée a) au MEB avec GS = Granular Structure et GB = Granular Bainite
b) au MET avec C et D des blocs M/A
Tiré de Xiong et al (2019)

Lorsque le refroidissement est plus rapide la structure granulaire laisse place aux lattes de bainite accompagnées d'une augmentation de la quantité de martensite, qui reste minoritaire (Figure 1.6). Dans ce cas de figure l'austénite résiduelle est localisée entre les lattes de bainite.

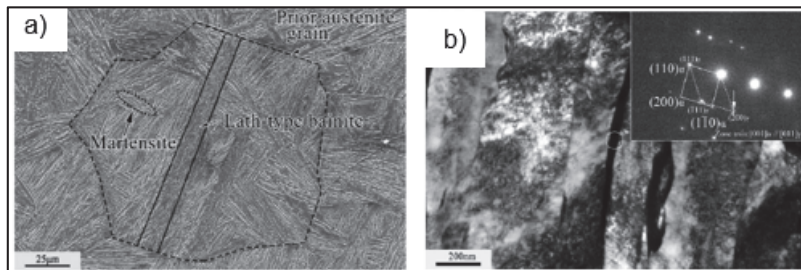


Figure 1.6 Microstructure bainitique et martensitique observée a) au MEB b) au MET avec de l'austénite résiduelle entre les lattes de bainite
Tiré de Xiong et al (2019)

Pour un refroidissement très rapide, la microstructure est constituée de bainite inférieur et de martensite. La martensite est sous forme petites lattes (environ 260 nm) avec une haute densité de dislocation, il subsiste encore des lamelles de M/A, comme dans la Figure 1.7. La bainite inférieure est aussi en lattes, mais a une densité de dislocation faible et une taille d'environ 1,5 µm. Elle contient des carbures en aiguilles, pouvant être de la cémentite. De plus, les grains d'austénite primaire sont plus petits que ceux à plus basse vitesse.

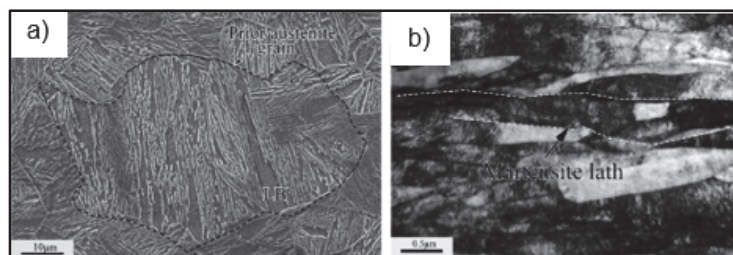


Figure 1.7 Microstructure martensitique observée a) au MEB b) au MET
Tiré de Xiong et al (2019)

1.4.2 Évolution des carbures

La trempe d'un alliage entraîne de multiples changements dans la microstructure, notamment la formation de carbure. Dans une étude, Gündüz et Cochrane (2005) observent une précipitation pour leurs deux vitesses de refroidissement. A 0.56°C/s les précipités vont être plus larges, environ 9 nm, et en quantité plus importante que ceux à 1.39°C/s après une austénitisation d'une heure à 900°C . Après une austénitisation de 26h à 900°C , les particules sont plus grosses à 0.56°C/s , environ 264 nm. Il peut être constaté qu'une vitesse de refroidissement importante mène à des précipités plus fins avec une dispersion plus fine, par conséquent les dislocations vont avoir plus de difficultés à se déplacer ce qui explique en partie l'augmentation de la dureté évoquée précédemment. Même si une faible vitesse permet d'obtenir des particules plus grosses et plus regroupées, elles vont être présentes en moins grand nombre, mais avec une fraction volumique plus importante et donc un contenu interstitiel plus faible (Gündüz & Cochrane, 2005). La faible teneur de carbone de la bainite après trempe provient de la transformation de celui-ci en cémentite et une faible quantité reste en solution solide (Talebi, 2018). Lors d'une trempe, pour obtenir de la bainite, la précipitation des carbures, le regroupement et la redistribution du carbone grâce à la diffusion prennent place, c'est ce qu'on appelle l'auto-revenu. La martensite par sa vitesse de refroidissement ne permet pas certains phénomènes comme la diffusion, c'est la raison pour laquelle une microstructure 100% martensitique ne présente pas de carbure, ce qui peut justifier un pourcentage élevé de carbone dans cette phase (Speich & Leslie, 1972).

1.5 Influence du revenu sur la microstructure

Un des objectifs principaux de ce projet de recherche, est de comprendre l'ensemble des phénomènes métallurgiques intervenant lors du revenu. Cette maîtrise du fonctionnement de l'acier permet d'optimiser le temps de traitement thermique, tout en atteignant la même microstructure. Il est possible d'effectuer plusieurs revenus, en général, il y en a un ou deux en fonction des propriétés mécaniques et l'état de surface de l'acier. L'acier étant trop fragile après une trempe, le revenu a pour but d'adoucir l'alliage en augmentant sa ductilité par une combinaison de paramètres bien précis : température, temps de maintien, vitesse de chauffage, vitesse de refroidissement, microstructure initiale.

1.5.1 Effet de la température

La température est un paramètre important, car elle influence le pourcentage de carbone dans la microstructure via les mécanismes de précipitation, regroupement et diffusion. C'est pour cela que La dureté est souvent utilisée pour visualiser l'évolution du carbone, donc indirectement de la microstructure. Le traitement peut être isotherme ou non à des températures toujours situées en dessous de la température d'austénitisation (A_{c1}). Dans une étude de l'influence de la température de revenu sur la dureté et la microstructure, il est constaté, à travers le Tableau 1.3, que plus la température est élevée plus la dureté diminue (Singh et al, 2015).

Tableau 1.3 Évolution de la dureté en fonction de la température de revenu de la bainite
Tiré de Gagandeep Singh (2015)

Traitement appliqué	Dureté (HRC)
Trempe	56
Revenu à 350°C	50.33
Revenu à 500°C	49.33
Revenu à 600°C	47.33

L'augmentation de la température apporte plus d'énergie ce qui favorise l'ensemble des mécanismes d'adoucissement comme la dissolution des carbures et la suppression des dislocations ce qui provoque cette baisse de la dureté.

Par l'intermédiaire de l'étude des courbes dilatométriques de son alliage, Seyeed Talebi (2018) met en évidence l'évolution de la microstructure en fonction de la température de revenu. En testant à 350°C, 550°C et 600°C, il déduit de ses résultats que la décomposition de l'austénite résiduelle est partielle pour 350°C et 550°C, mais complète pour 600°C. Cependant, à 550°C l'austénite restante se transforme en martensite pendant le refroidissement, mais pas à 350°C. En addition, l'augmentation de la température accélère la précipitation, car à 550°C elle a lieu les onze premières heures de traitement et à 600°C elle dure pendant 4h. La morphologie des carbures est également impactée pour une faible température, les carbures vont être fins et l'augmentation les rend plus sphériques.

Une transformation de phase durant la trempe induit des contraintes résiduelles et par conséquent des dislocations. Durant le revenu la densité des dislocations et les contraintes internes vont diminuer, c'est l'effet de la restauration et la recristallisation. L'impact de l'augmentation de la température sur la taille de grain est lié à ces deux mécanismes. Lorsque la température est plus haute, la taille de grain diminue légèrement. L'apport d'énergie pour le réarrangement des dislocations est plus important donc les sous-grains vont être plus nombreux et plus petits, l'affinement de la taille de grain est plus accentué. Pour un acier avec une taille de grain avant revenu de 55 μm , elle passe à 51 μm à une température de 555°C et 49 μm à 570°C (Barbadikar et al., 2015). En revanche, les lattes de martensites ont tendance à voir leur largeur augmenter, entre 50 et 100 nm, avec la température, car leur morphologie est modifiée par le mouvement des interfaces.

1.5.2 Effet du temps de maintien

Le temps de maintien a moins d'impact sur la microstructure que la température. Gagandeep Singh (2015) met en place une étude de l'évolution de la dureté en fonction du temps de maintien du revenu qui montre un changement.

Tableau 1.4 Évolution de la dureté en fonction du temps de revenu de la bainite
Tiré de Gagandeep Singh (2015)

Traitement appliqué	Dureté (HRC)
Trempe	56
Revenu à 600°C pendant 1h	47.33
Revenu à 600°C pendant 4h	43.66
Revenu à 600°C pendant 7h	38.33

L'augmentation du maintien fait diminuer la dureté (Tableau 1.5), car avec le temps la microstructure devient plus équiaxe et les grains vont croître légèrement. Le temps amène une modification du type de carbure dans l'alliage, car il affecte la quantité de carbone. La décomposition de l'austénite favorise l'évolution du carbone qui augmente avec le temps, jusqu'à 4h, ce qui provoque la précipitation des carbures. Une fois ce temps dépassé les carbures vont entrer dans une phase de croissance, en même temps que les grains, mais la fraction volumique de carbure diminue dû au regroupement et à la coalescence (Figure 1.8 et Figure 1.9).

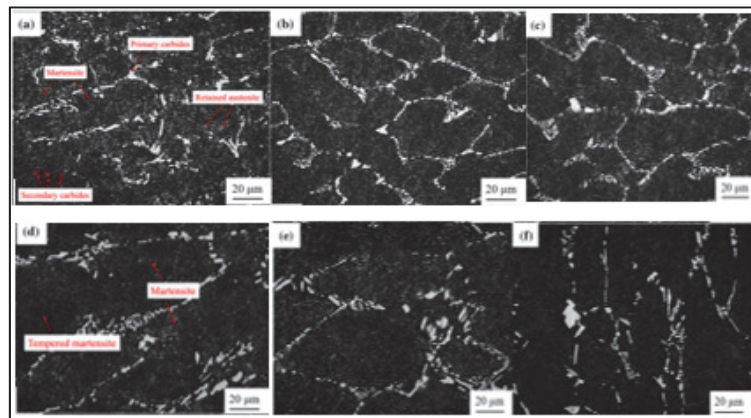


Figure 1.8 Microscopie optique des échantillons revenus avec un temps de maintien de a) 1h, b) 2h, c) 4h, d) 8h, e) 12h et f) 20h
Tiré de Luo et al (2018)

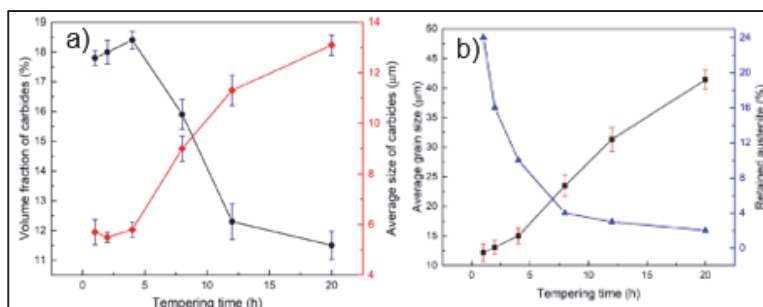


Figure 1.9 a) Fraction volumique et taille moyenne des carbures en fonction du temps de maintien pendant le revenu b) Taille moyenne des grains et austénite résiduelle en fonction du temps de maintien
Tiré de Luo et al (2018)

Pour une microstructure martensitique qui comporte un pourcentage important de dislocation, le temps amène la suppression progressive de celle-ci. Lorsque le maintien passe de 40 min à 60 min la microstructure est plus fine. Tel est l'effet de restauration suivie de la recristallisation. La restauration réarrange les dislocations pour former des cellules de dislocations, c'est la polygonisation. Ensuite, la recristallisation permet à ces cellules de devenir des sous-joints, ce qui justifie la suppression des dislocations, puis ils vont croître pour finir en grains. La croissance de ces sous-joints divise les grains initiaux, c'est donc ce mécanisme qui est responsable de l'affinement. L'austénite se transforme en martensite aciculaire causé par le haut taux de carbone. En passant à 80 min, la microstructure contient également de la bainite inférieure dans la matrice qui est probablement issue de la décomposition de l'austénite. Si le temps est augmenté à 100 min il y a une augmentation de la martensite aciculaire et de la bainite inférieure au détriment des plaques de martensite. Une augmentation du temps réduit la dureté et la microstructure devient plus équiaxiale avec une potentielle apparition de bainite pour une microstructure initialement martensitique (Yi & Yin, 2011).

1.5.3 Effet de la vitesse de chauffage

La vitesse de chauffe pour un revenu a un effet positif sur la dureté, mais qui n'induit pas des augmentations majeures. Revilla et al (2014) ont mis en évidence l'évolution de la dureté en fonction de cette vitesse et du temps de maintien, c'est avec une vitesse élevée et un temps de maintien court que la plus haute dureté est atteinte.

Avec l'augmentation de la vitesse de chauffe, dans la Figure 1.12, il y a une première phase où la dureté augmente graduellement jusqu'à 100°C/s ensuite la dureté est constante. Plus le taux de chauffage est faible moins les phénomènes de diffusion, par exemple la redistribution du carbone ou la dissolution des carbures, ont le temps d'agir. Le palier peut correspondre à la vitesse à partir de laquelle aucun mouvement dans la microstructure n'est possible, à l'image de la formation de la martensite pendant le refroidissement. Il est donc logique que les carbures soient plus fins pour de hautes vitesses de chauffe et il est plus difficile de les identifier, car ils sont moins grossiers (Revilla, López, et Rodriguez-Ibabe, 2014). Ce constat est confirmé par les graphiques suivants :

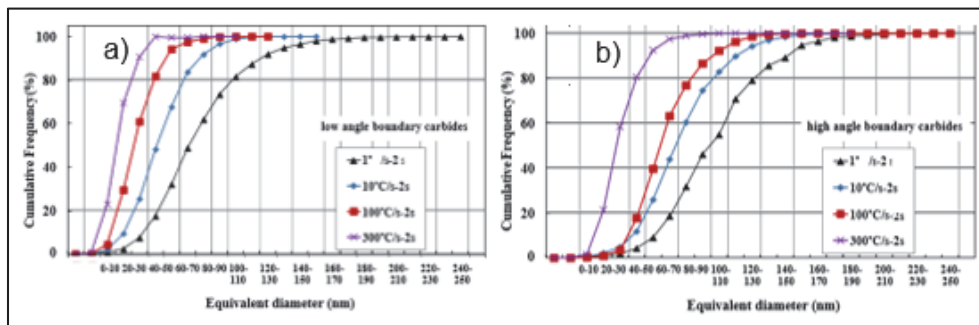


Figure 1.10 Effet de la vitesse de chauffe sur la taille de carbure pour un temps de maintien de 2s a) joints à faible angle b) joints à fort angle
Tiré de Revilla, López, et Rodriguez-Ibabe (2014)

L'explication de ce phénomène est aussi qu'une haute vitesse affecte la suppression des dislocations donc leur densité reste importante (Figure 1.11 a)). Les dislocations étant des sites de nucléations des précipités, la nucléation est moins inhibée. Les précipités sont donc plus nombreux, mais ils sont plus fins.

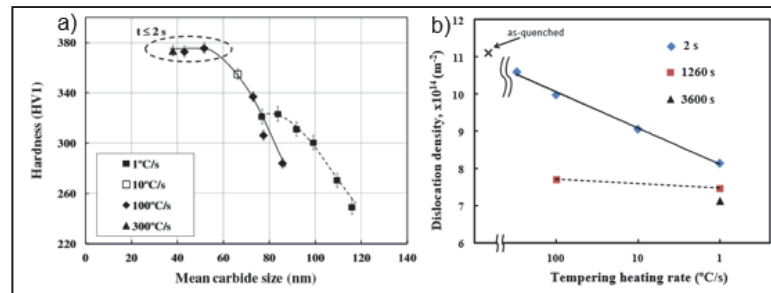


Figure 1.11 a) Densité de dislocation moyenne en fonction des conditions de revenu et b) Dureté en fonction de la taille moyenne des carbures pendant le revenu

Tiré de Revilla, López et Rodriguez-Ibabe (2014)

Plus la taille des carbures est petite plus la dureté augmente, ce qui permet de lier ces deux paramètres à la vitesse. Si l'objectif est d'avoir une dureté importante, il faut une vitesse de chauffe importante, car il y a formation d'une quantité non négligeable de petits carbures selon le graphique de la Figure 1.11 b).

1.5.4 Effet de la microstructure initiale

Comme il a été mentionné en introduction, les microstructures observées dans le bloc après trempe sont : martensitique, martensitique + bainitique et bainitique. En outre, l'effet de ces microstructures sur le revenu doit être pris en compte, car elles contribuent aux mécanismes de transformation de différentes manières. Seyyed Talebi (2018) étudie cette évolution grâce à l'analyse des courbes dilatométriques.

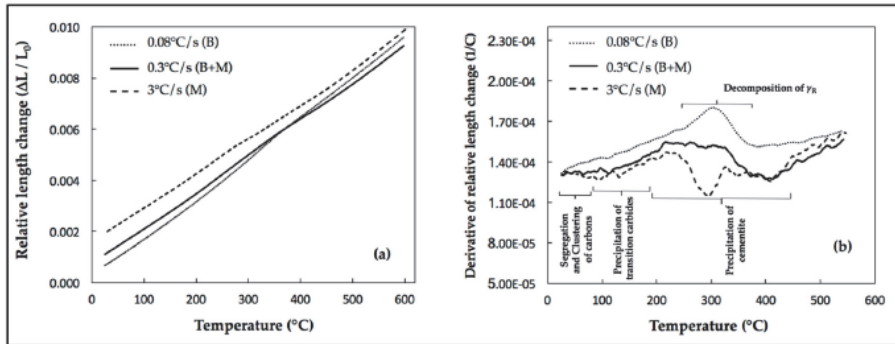


Figure 1.12 a) Courbes dilatométriques du changement de longueur relatif et b) la dérivée des courbes du revenu de trois microstructures : bainitique, bainitique + martensitique et martensitique
Tiré de Talebi (2018)

La structure martensitique, Figure 1.13, subit une première contraction causée par la ségrégation des carbones. La seconde est la précipitation des carbures de transition. Lorsque la précipitation de la cémentite intervient, l'alliage subit sa plus grosse contraction. Et finalement, la décomposition de l'austénite résiduelle provoque une légère dilatation. En plus de l'apparition des carbures, le revenu permet de les faire grossir comme pour les lattes de martensite. Avant le revenu, la martensite a des angles de grains faibles, le revenu augmente ses angles et participe à l'obtention d'une microstructure plus grossière. La décomposition de l'austénite résiduelle est souvent associée à la formation des carbures M_3C et l'ensemble des carbures sont généralement sous forme d'aiguille.

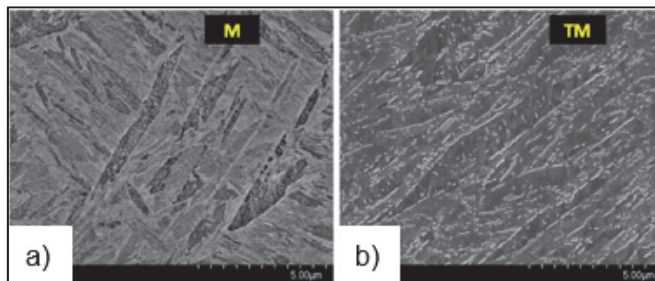


Figure 1.13 Observation microscopique à l'aide du MEB de la a) martensite après trempe b) martensite après revenu
Tiré de Talebi (2018)

La microstructure bainitique, Figure 1.14, ne voit pas autant de modifications. La faible teneur en carbone n'active pas les mécanismes cités pour la martensite. En revanche, le pic est très important pour la décomposition de l'austénite, indiquant une forte dilatation. Avant revenu l'austénite résiduelle se situe aux joints de grain de la bainite et après elle se transforme en bainite ou en martensite. Des carbures sphériques sont présents malgré qu'ils ne soient pas détectés en dilatométrie.

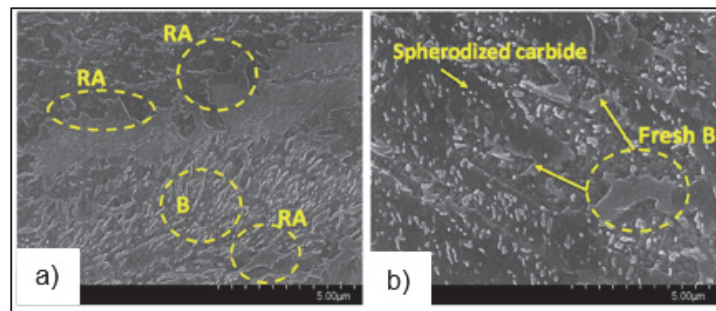


Figure 1.14 Observation microscopique à l'aide du MEB de la a) bainite après trempe b) bainite après revenu
Tiré de Talebi (2018)

Pour le mixte entre les deux microstructures, Figure 1.15, il y a une variation plus linéaire de la longueur. En vue des constats pour les autres microstructures, il est évident que la précipitation de la cémentite et la décomposition de l'austénite se compensent. Après le revenu les carbures se situent dans les plaques de martensite et la microstructure est plus grossière.

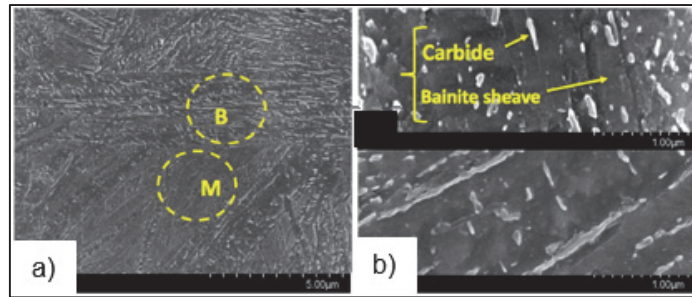


Figure 1.15 Observation microscopique à l'aide du MEB de la a) bainite + martensite après trempe
b) bainite + martensite après revenu
Tiré de Talebi (2018)

1.5.5 Évolution des carbures

La précipitation joue un rôle important dans la transformation des phases, car elle conditionne la teneur en carbone après revenu. L'analyse de cette étape, faite par Seyyed Talebi rapporte l'évolution du carbone en fonction des microstructures grâce aux paramètres de maille. L'acier bainitique contient 0.19% m C et le revenu augmente le carbone à 0.23% m . Contrairement à la martensite qui débute à 0.29% m C et passe à 0.19% m avec le revenu. La précipitation des carbures dans la bainite est rare, mais elle dépend de la teneur initiale en carbone, mais également de celle en Si. La formation de carbures complexes de Cr, V et Mo dans la bainite favorise le durcissement, car ils vont être fins et évoluer au détriment de la cémentite. Le revenu a moins d'impact sur la bainite que sur la martensite du fait de la faible dissolution des carbures. Les particules de cémentite vont croître et les dislocations sont supprimées (Bhadeshia & Honeycombe, 2017). Bien évidemment, la formation des carbures dépend de la totalité de la composition, mais majoritairement des éléments carburigènes qui sont le Cr, Mo et V. Avec le Fe, ils vont être responsable de la cinétique de précipitation de l'ensemble des types de carbures et la teneur de ces éléments change avec le temps. Lors du revenu, la même cinétique de précipitation prend place. Le premier type de carbure est le M_7C_3 qui laisse place ensuite à l'apparition du $M_{23}C_6$ (Li, 2018). Avant la formation des M_7C_3 , il peut y avoir les M_3C (Figure 1.16) souvent de la cémentite ou parfois Cr et Mo, causée par la décomposition de l'austénite résiduelle (Talebi, 2017). Par exemple, Jiang et al (2017) montrent une apparition des dans la matrice durant la première heure d'un revenu à 700°C.

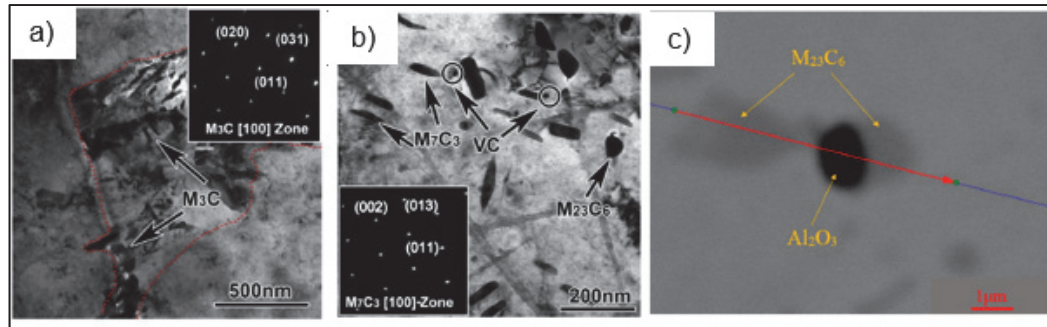


Figure 1.16 Observation microscopique à l'aide du TEM d'un acier revenu présentant a) une agglomération de carbure M_3C et de son motif de diffraction, b) des carbures M_7C_3 , $M_{23}C_6$ et VC c) Nucléation de $M_{23}C_6$ au niveau de Al_2O_3
 Tiré de Jiang et al (2017) et Li et al (2018)

Ensuite, M_7C_3 en barre et $M_{23}C_6$ sphérique se forment au bout de 32h. $M_{23}C_6$ se précipite aux JG et M_7C_3 dans la matrice (Jiang, Wang, Li, & Li, 2017). Des analyses plus approfondies indiquent que ce type de carbures sont régulièrement des carbures de chrome, ils débutent leur nucléation au niveau des oxydes, par exemple Al_2O_3 dans la Figure 1.16. Les oxydes interviennent pendant la phase liquide, bien avant le revenu. Ils se résument à la liste suivante : Cr_2O_3 , Al_2O_3 , MnO , SiO_2 , V_2O_5 et MoO_3 (Li et al., 2018). La faible quantité de vanadium n'empêche pas la formation de ces carbures. En effet, il apparaît sous la forme de particules en aiguille de VC difficilement identifiable par leur taille. Le revenu d'une microstructure martensitique présente des VC, en moins d'une heure, plus large et sphériques que ceux de la bainite, trop petits pour être observés. Dans les lattes bainites les précipités de VC sont incohérent tandis que dans la bainite granulaire, ils sont cohérents (Jiang et al., 2017). Le passage d'un type de carbure à un autre fluctue en fonction de la température et du temps de maintien. Plus ils vont être importants plus l'énergie apportée au mécanisme est conséquente et permet de faire évoluer un précipité. Au niveau de leur morphologie, l'augmentation de ces deux mêmes paramètres les font progresser de la manière suivante : aiguille, barre, losange, lenticulaire et globulaire/sphérique. Par exemple Seyyed Talebi (2018) reporte que les carbures en aiguilles se forment aux alentours des 350°C ensuite les carbures en barre apparaissent à 550°C (Fe_3C) et finalement se sont les carbures globulaires/sphériques à 600°C (Cr_7C_3 et $Cr_{23}C_6$).

1.6 Simulation des phénomènes métallurgiques avec Thermo-Calc

Les simulations représentent un avantage majeur, pour les entreprises, en vue des économies de temps et d'argent par l'absence de la répétition d'expérience. Ces techniques peuvent avoir deux utilités : soit elles permettent de déterminer le paramétrage optimal d'un procédé, soit elles viennent soutenir les résultats d'expérimentaux. De plus, le chercheur comprend plus facilement les mécanismes régissant un phénomène avec les simulations et ainsi maîtriser plus amplement son sujet. C'est pour ces raisons que Thermo-Calc est l'outil choisi pour modéliser les cinétiques de précipitation, diffusion et croissance afin d'appuyer les expériences. Le logiciel est conçu pour les calculs de thermodynamique tels que l'équilibre de phases homogènes ou hétérogènes, tracer des diagrammes de propriétés et des diagrammes de phases. Les modèles et les bases de données développés donnent accès à une grande variété de matériaux tels que les aciers, alliages, céramiques, polymères et bien d'autres. Les calculs thermodynamiques reposent principalement sur la somme de l'énergie libre de Gibbs de chaque phase en prenant en compte la température, la composition et la pression afin de trouver l'équilibre du système. À travers les années, des modules supplémentaires ont été ajouté au logiciel pour modéliser des phénomènes thermodynamiques précis. Actuellement, il y a trois modules additionnels :

- Le module de diffusion (DICTRA), il simule les transformations contrôlées par la diffusion des systèmes à multiples composantes.
- Le module de précipitation (TC-PRISMA), il simule la précipitation de multiples particules dans les alliages à multiples composantes et phases.
- Le module de procédé métallurgique, il simule les réactions intervenants pendant les procédés métallurgiques.

La problématique rencontrée dans ce mémoire nécessite les outils de base du logiciel accompagnés du module DICTRA pour comprendre l'évolution des carbures, des grains, des phases et des éléments lors du cycle thermique.

1.6.1 Module DICTRA

DICTRA (Diffusion Controlled TRAnsformation) est un module du logiciel Thermo-Calc servant à simuler les phénomènes régis par la diffusion pendant un traitement thermique. La simulation s'effectue grâce à des bases de données et des modèles développés à partir d'expérimentation depuis plus de 20 ans. L'évolution de ces bases de données permet à l'utilisateur d'entrer toutes les informations concernant son alliage comme la composition, le temps et la température du traitement thermique réalisé pour en connaître le comportement. Les équations de diffusion sont résolues par l'hypothèse de l'équilibre thermodynamique local au niveau des interfaces des phases. Les systèmes étudiés sont segmentés en plusieurs parties. Chaque système a normalement une cellule, sauf exception, qui est divisée en région contenant une ou plusieurs phases en considérant leurs interfaces à l'équilibre local (Thermo-Calc, 2017).

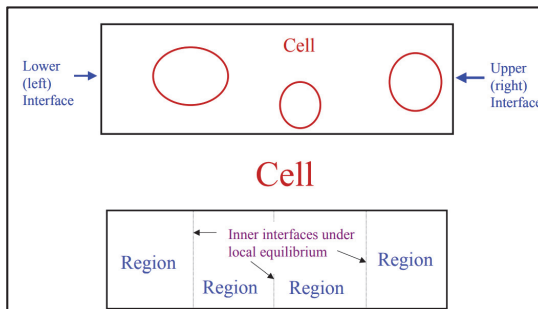


Figure 1.17 Modélisation d'un système dans DICTRA
Tiré de Liu (s.d.)

Pour une région contenant plus d'une phase, il faut définir la phase considérée comme la matrice et les autres seront des sphéroïdes dispersés dans la matrice. Le système est par défaut, un système fermé, c'est-à-dire que la matière ne peut pas se déplacer au-delà des limites. Cependant, un paramétrage spécifique donne la possibilité d'avoir un système ouvert avec des conditions aux limites. Le logiciel est capable de travailler sur des problèmes à une dimension en fonction de trois géométries de région différentes :

- Planaire, une plaque infiniment longue avec une certaine épaisseur

- Cylindrique, un cylindre infiniment long avec un certain rayon
- Sphérique, une sphère avec un certain rayon

Si le système a une géométrie plane alors la limite, appelée inférieure, est à gauche et la limite supérieure est à droite (Figure 1.17). Si le système est cylindrique ou sphérique, la limite inférieure est au centre du cylindre/sphère et la limite supérieure est la surface. Grâce à sa capacité de calcul, il est possible de modéliser différents types de phénomènes (Drápala et al, 2015) : Problème de phase, déplacement des interfaces, diffusions sur de longue distance dans un système multiphasé, croissance coopérative, déviation de l'équilibre local. La configuration d'une simulation peut se faire par deux modes : mode console ou graphique. Ils existent, car certaines opérations ne peuvent être exécutées que dans la console, Thermo-Calc liste ces différences dans son manuel d'utilisateur. Le mode console repose sur l'exécution de commandes, à la manière d'un script, dans des modules représentant les bases de données ou les types d'opérations. Une fois la commande rentrée la définition du système, les calculs et l'obtention des résultats, se font par une série de questions. Le mode graphique est une interface permettant d'apprendre plus facilement à paramétrer une simulation. Cette méthode débute par la mise en place d'un projet qui est constitué d'étapes, appelées activités, chacune d'elles représente un type de paramètre (définition du système, calculateur de diffusion, courbe et tableau) (Thermo-Calc Software, 2020).

1.6.2 La théorie de la diffusion

Les simulations reposent sur des données thermodynamiques et cinétiques. D'un côté la thermodynamique dépend de la dérivée seconde de l'énergie molaire de Gibbs et de l'autre la cinétique dépend de la mobilité des atomes. L'approche théorique des problèmes simulés s'initie généralement avec les coefficients de diffusions des mesures expérimentales, mais pour les simulations effectuées sur DICTRA, les systèmes sont trop complexes pour suivre cette méthode. En outre, la résolution passe la prise en compte des mobilités atomiques.

Zi-Kui Liu décrit la procédure de calcul de DICTRA par le schéma, Figure 1.18.

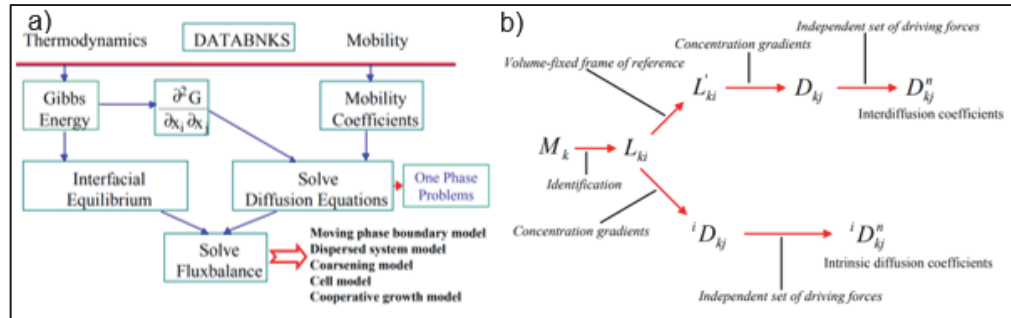


Figure 1.18 a) Méthode de modélisation de la diffusion dans DICTRA
b) Calcul de la diffusion à partir de la mobilité dans DICTRA
Tiré de Zi-Kui Liu (s.d)

Globalement, le logiciel part des données sur la mobilité et à l'aide de la thermodynamique il aboutit aux informations sur la diffusion par les étapes de calculs suivantes (Liu, s.d.). À ce jour, aucune documentation ne permet de connaître l'ensemble des détails des calculs réalisés par le logiciel. En revanche, les principales étapes du calcul de la diffusion est présenté par Thermo-Calc dans l'ensemble des guides d'utilisateur de DICTRA, à l'image de Diffusion Module (DITRA) Documentation Set, Thermo-Calc Version 2021a (2021). Ils permettent de savoir comment la mobilité atomique dépend de la concentration, la température et la pression. La relation entre les différents coefficients de diffusion et la mobilité atomique y est aussi discutée. D'après le document, Diffusion Module (DICTRA) Documentation Set, le coefficient de mobilité d'un élément B est noté M_B et peut être divisé en un facteur de fréquence M_B^0 et une enthalpie d'activation Q_B par l'équation suivante, d'après la théorie de la vitesse absolue :

$$M_B = \exp\left(\frac{RT \ln(M_B^0)}{RT}\right) \exp\left(-\frac{Q_B}{RT}\right) \frac{1}{RT} \Gamma^{mg} \quad (1.1)$$

Γ^{mg} est le facteur prenant en compte l'effet de la transition ferromagnétique et est fonction de la composition. $RT \ln(M_B^0)$ et Q_B dépendent de la composition, de la température et de la pression. Leur dépendance à la composition s'exprime à l'aide d'une combinaison linéaire des valeurs à chaque extrémités du système :

$$\Phi_B = \sum_i x_i \Phi_B^i + \sum_i \sum_{j>i} x_i x_j \left[\sum_{r=0}^m r \Phi_B^{i,j} (x_i - x_j)^r \right] \quad (1.2)$$

Φ_B représente $RT \ln(M_B^0)$ ou $-Q_B$. ${}^r\Phi_B^{i,j}$ sont les paramètres d'interaction binaire. x_i et x_j sont les fractions molaires des éléments i et j . L'effet de la transition magnétique est calculé par :

$$\Gamma^{mg} = \exp(6\alpha\xi) \exp\left(\frac{-\alpha\xi Q_B}{RT}\right) \quad (1.3)$$

Avec :

ξ l'état de l'ordre magnétique, compris entre 0 et 1, en fonction de la température. α est une constante égal à 0.3 dans les alliages cubiques centrés et 0 pour les cubiques faces centrées car l'effet ferromagnétique sur la diffusion est généralement négligée. Pour les phases cristallines, la diffusion se produit par le déplacement, de proches en proches, des atomes au niveau des sites vacants présents dans la totalité de la structure. Toujours par la théorie de la vitesse absolue et de l'équilibre thermodynamique, le flux de diffusion d'un composant k s'exprime par :

$$\bar{J}_k = -c_k y_{Va} \Omega_{kVa} \frac{\partial \mu_k}{\partial z} \quad (1.4)$$

Avec :

c_k la teneur en k par unité de volume.

y_{Va} la fraction des sites vacants dans le sous réseau où k est dissout.

Ω_{kVa} le paramètre cinétique donnant la possibilité de passage d'un site vacant à un autre.

μ_k le potentiel chimique de k .

Si k est en substitution alors sa mobilité est :

$$M_k = y_{Va} \Omega_{kVa} \quad (1.5)$$

Si k est en insertion alors sa mobilité est :

$$M_k = \Omega_{kVa} \quad (1.6)$$

Les paramètres phénoménologiques qui relient le flux de k aux forces motrices sont définies comme suit :

- k est substitutionnel

$$L_{kk} = c_k M_k \quad (1.7)$$

- k est interstitiel

$$L_{kk} = y_{Va} c_k M_k \quad (1.8)$$

- $L_{ki} = 0$ quand $i \neq k$

En prenant en compte ces relations l'expression devient :

$$\bar{J}_k = -\sum_{i=1}^n L_{ki} \frac{\partial \mu_i}{\partial z} = -L_{kk} \frac{\partial \mu_k}{\partial z} \quad (1.9)$$

n est le nombre de gradient de concentration.

De plus, le volume molaire partiel est considéré indépendant de la concentration et le volume molaire partiel des sites interstitiels est négligé :

$$J_k = -\sum_{i=1}^n L'_{ki} \frac{\partial \mu_i}{\partial z} \quad (1.10)$$

Avec :

$$L'_{ki} = \sum_{j=1}^n (\delta_{jk} - c_k V_j) L_{ji} \quad (1.11)$$

Où :

δ_{jk} est le delta Kronecker. $\delta_{kk} = 1$ sinon $\delta_{jk} = 0$.

V_j est le volume molaire partiel de j.

Cependant il est plus facile d'exprimer le flux en fonction de la concentration plutôt que des gradients de potentiel chimique donc :

$$J_k = -\sum_{i=1}^n L'_{ki} \sum_{j=1}^n \frac{\partial \mu_i}{\partial c_j} \frac{\partial c_j}{\partial z} \quad (1.12)$$

Où :

$$J_k = - \sum_{j=1}^n D_{kj} \frac{\partial c_j}{\partial z} \quad (1.13)$$

Avec :

D_{kj} est la diffusivité.

$\frac{\partial c_j}{\partial z}$ est thermodynamique et souvent considéré comme un facteur.

Afin de simplifier le calcul la diffusivité est réduite à un volume fixe. Dans ce cas, l'ensemble des éléments de substitutions ont les mêmes volumes molaires et ils sont les seuls à contribuer au volume. Cela se traduit mathématiquement par :

$$D_{kj}^n = D_{kj} - D_{km} \text{ si } j \text{ est substitutionnel}$$

$$D_{kj}^n = D_{kj} \text{ si } j \text{ est interstitiel}$$

En prenant en compte cette expression de la diffusivité, l'expression de J_k devient :

$$J_k = - \sum_{j=1}^n D_{kj}^n \frac{\partial c_j}{\partial z} \quad (1.14)$$

Par conséquent, le coefficient diffusion intrinsèque se définit comme :

$$\tilde{J}_k = - \sum_{j=1}^{n-1} {}^i D_{kj}^n \frac{\partial c_j}{\partial z} \quad (1.15)$$

Il s'exprime également à l'aide de la mobilité par la règle de la dérivation en chaîne :

$$\tilde{J}_k = - \sum_{j=1}^n L_{kk} \frac{\partial \mu_k}{\partial c_j} \frac{\partial c_j}{\partial z} \quad (1.16)$$

Par identification :

$${}^i D_{kj} = L_{kk} \frac{\partial \mu_k}{\partial c_j} \quad (1.17)$$

Or si j est substitutionnel alors :

$${}^i D_{kj}^n = {}^i D_{kj} - {}^i D_{kn} \quad (1.18)$$

Et si j est interstitiel alors :

$${}^i D_{kj}^n = {}^i D_{kj} \quad (1.19)$$

1.7 Modélisation des transformations pendant le traitement thermique

En métallurgie la recherche se divise en quatre parties : acquisition de données, traitement de données, justification scientifique des phénomènes rencontrés et modélisation de ces phénomènes. La modélisation passe par la mise en place d'une équation se rapprochant le plus de la réalité donc des valeurs expérimentales. Par conséquent, il est important de connaître les équations de la littérature en lien avec l'objectif de ce mémoire.

1.7.1 Prédiction des transformations de phase

Les températures de formation de l'austénite doivent être connues afin de s'assurer l'homogénéisation complète lors de l'austénitisation. Il est possible de les déterminer par des tests dilatométriques mais la prédiction à l'aide des formules empiriques de Andrews est une bonne estimation (Dobrzański & Trzaska, 2004):

$$A_{c1} = 723 - 10.7Mn - 16.9Ni + 29.1Si + 16.9Cr + 290As + 638W \quad (1.20)$$

$$A_{c3} = 910 - 203\sqrt{C} - 15.2Ni + 44.7Si + 104V + 31.5Mo + 13.1W \quad (1.21)$$

Avec les concentrations de chaque élément en %m.

L'austénitisation est décisive pour la taille de grain, c'est un paramètre jouant sur la cinétique de transformation des phases et sur les propriétés finales du matériau. L'anticipation de la croissance est décrite par différentes équations par (Lee & Lee, 2008) dont la relation suivante :

$$d = 1.324 \times 10^5 \exp\left(-\frac{94000}{RT}\right) t^{0.194} \quad (1.22)$$

Avec R la constante des gaz égale à 8.314 J/mol/K, T la température en Kelvin et t le temps d'austénitisation en seconde.

Les modélisations des transformations durant le refroidissement après austénitisation se séparent en deux catégories : transformation displacive ou transformation diffusive.

La première correspond uniquement à la martensite qui est décrite par l'équation de Koistinen et Marburger (K-M) :

$$f_m = 1 - e^{-\Omega(M_s - T)} \quad (1.23)$$

Où f_m est la fraction volumique de martensite, Ω est le coefficient de K-M dépendant de la composition, M_s est la température de début de transformation martensitique et T la température à laquelle la fraction de martensite veut être calculée.

La température de début de transformation martensitique se calcul à l'aide d'équation empirique, comme celle d'Andrews corrigée (Sourmail & Smanio, 2013) :

$$M_s (^{\circ}C) = 500 - 300C - 33Mn - 17Ni - 22Cr - 11Si - 11Mo \quad (1.24)$$

Avec les concentrations de chaque élément en %m.

La seconde catégorie correspond aux transformations austénitiques, bainitique et ferritique/perlitique. Cette modélisation est représentée par l'équation de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) :

$$f = 1 - e^{-kt^n} \quad (1.25)$$

Où f est la fraction volumique et t est le temps écoulé après le début de la transformation. k et n sont des paramètres liés à la nucléation et à la croissance de grain (Bouissa et al., 2021). Une des équations permettant de calculer la température de début de formation de bainite est l'équation Steven-Haynes (Lee, 2002) :

$$B_s (^{\circ}C) = 830 - 270C - 90Mn - 37Ni - 70Cr - 83Mo \quad (1.26)$$

Avec les concentrations de chaque élément en %m.

1.7.2 Prédiction de la dureté

La dureté étant un bon indicateur de la microstructure d'un alliage il est intéressant de pouvoir modéliser cette propriété pour anticiper les transformations pendant le traitement thermique. Multiples sont les modèles donnant une prédiction de la dureté. L'équation de Hollomon-Jaffe est fonction de la température (T) et du temps (t) du revenu permet de déterminer le paramètre PT (Nazemi, 2019) :

$$PT = T(C + \log(t)) \quad (1.27)$$

Ce paramètre relie la dureté par une fonction de la forme :

$$HV = a + bPT \quad (1.28)$$

Où C est une constante liée au %C et de l'historique de traitement du matériau. a et b sont des constantes à déterminer expérimentalement.

L'équation de Maynier permet de calculer la dureté en fonction de la composition :

$$HV_M = 127 + 949C + 27Si + 8Ni + 16Cr + 21\log(V_r) \quad (1.29)$$

$$HV_B = -323 + 185C + 330Si + 135Mn + 65Ni + 144Cr + 191Mo + (89 + 53C - 55Si + 22Mn - 10Ni - 20Cr - 33Mo)\log(V_r) \quad (1.30)$$

$$HV_{F/P} = 42 + 223C + 533Si + 30Mn + 12.6Ni + (10 - 19Si + 4Ni + 8Cr + 130V)\log(V_r) \quad (1.31)$$

Où HV_M , HV_B et $HV_{F/P}$ sont les duretés de la martensite, bainite et ferrite/perlite respectivement. V_r est la vitesse de refroidissement en $^{\circ}C/h$.

La dureté totale d'un alliage comportant toutes ces phases serait calculée de la manière suivante (Bouissa et al., 2021) :

$$HV_{Tot} = (f_F + f_P) HV_{F/P} + f_B HV_B + f_M HV_M \quad (1.31)$$

1.8 Conclusion

Cette revue de littérature a permis d'analyser l'impact sur la microstructure des paramètres les plus importants au cours d'un traitement thermique. Les étapes d'austénitisation, de trempe et de revenu ont été mises en avant, car leurs rôles sont primordiaux dans les différentes cinétiques de transformations de la microstructure. L'austénitisation apporte une homogénéisation et une croissance des grains d'austénite. Ces deux effets vont jouer sur les phases formées et la précipitation lors de la trempe ou du refroidissement. Le revenu est l'étape de finalisation de la microstructure, il permet l'évolution des précipités et l'adoucissement des phases grâce à la diffusion, mais il n'a pas d'influence réelle sur la croissance des grains.

Il a été constaté que les résultats expérimentaux peuvent être juxtaposés à des simulations de logiciel comme Thermo-Calc ainsi que des équations de modélisation des phénomènes métallurgiques. Cependant, la littérature actuelle ne fait pas état de beaucoup d'article utilisant le module DICTRA pour comprendre les mécanismes de dissolution et de croissance des carbures ou des phases. De plus, il est rare d'évoquer l'évolution de la polissabilité d'un alliage à travers des méthodes à la fois expérimentales et de simulation. Le domaine de la transformation bainitique est si complexe que certains détails manquent d'explications métallurgiques d'où la nécessité de générer des données.

Les points cités ci-dessus ainsi que les évolutions microstructurales usuelles sont étudiées et analysées pour l'alliage sélectionné dans les chapitres suivants pour répondre à d'éventuelles problématiques industrielles contemporaines.

CHAPITRE 2 DEFINITION DU SUJET ETUDIE

2.1 Problématiques

D'un point de vue globale, le procédé de traitement thermique est une méthode coûteuse économiquement et temporellement. De ce fait, de multiples questions sont soulevées afin d'optimiser un tel procédé. La revue littérature et l'expérience de l'industriel ont permis de mettre en évidence les problématiques reliées au sujet étudié dans ce mémoire.

L'industriel n'a pas la possibilité de prédire la microstructure formée en fonction de la localisation dans les blocs produits. De plus, les transformations lors de la trempe après austénitisation sont encore incomprises pour certaines microstructures complexes pouvant contenir différentes phases secondaires.

Le degré de polissabilité est une caractéristique très peu étudiée donc l'optimisation du traitement thermiques via ses différents paramètres est difficile.

La bainite reste une phase constituée de mécanisme inexploré tout au long du processus, de sa formation à son évolution. La transformation et/ou la décomposition de certaines phases secondaires au cours du revenu, à l'image des blocs de M/A et des carbures, sont méconnues et les techniques expérimentales d'observation manquent.

2.2 Objectifs

Les problématiques soulevées mettent en évidence la nécessité d'enrichir les connaissances en matière de comportement microstructuraux, que ce soit pendant l'austénitisation, la trempe ou le revenu.

Dans le but de connaître les transformations de phases lors du refroidissement rapide après austénitisation, il faut déterminer le diagramme TRC du nouvel alliage créé par l'industriel.

L'étude de cet acier doit mener à une microstructure la plus homogène possible afin de favoriser le degré de polissabilité. L'objectif est d'obtenir une microstructure avec une seule

matrice, une fraction volumique ainsi qu'une taille de carbures faible, l'absence d'austénite résiduelle, une dureté la plus haute et constante à travers la microstructure.

La connaissance de l'alliage passe également par la détermination des phases secondaires qu'il est possible de former et établir leur comportement lors du revenu. Il faut évaluer les transformations et les décompositions qu'ils subissent pour parvenir à les supprimer à la fin du traitement thermique.

Grâce à cette compréhension de la microstructure, les paramètres pourront être modifiés afin de proposer un nouveau traitement thermique plus court, en réduisant le temps du premier revenu et en supprimant le deuxième.

2.3 Techniques expérimentales

Les objectifs de cette recherche permettent d'identifier aisément les techniques expérimentales nécessaires à la caractérisation d'un alliage. La première étape est de comprendre le mode de fonctionnement d'un équipement pour ensuite adapter son utilisation au cas de figure rencontré. La recherche a pour but d'établir le comportement de l'alliage à travers les traitements thermiques que subit une coulée. La microstructure est la clé des caractéristiques d'un alliage, ce qui justifie la mise en place de techniques aussi bien qualitative que quantitative, comme les observations microstructurales et les mesures de transformations de phases.

2.3.1 Attaque chimique

L'attaque chimique est une méthode qui révèle la microstructure d'un acier après son traitement thermique. Le choix se base sur le type de microstructure et la composition de l'alliage étudié. La microstructure dépend des zones dans le lingot, comme il a été présenté en introduction : bainitique, bainitique + martensitique et martensitique. Le mode opératoire se résume à une immersion de l'échantillon dans l'attaquant pendant un temps propre à chaque produit. Généralement, la détermination de ce temps se fait par une observation de l'évolution de l'attaque, jusqu'à atteindre une surface où les grains sont bien révélés, sans présenter de brûlure causée par une immersion trop longue. L'alliage a de meilleures

réponses au vilella et au nital. Le vilella est un produit utilisé pour les microstructures martensitiques, à l'état revenu, ayant subi un durcissement par précipitation et souvent choisi pour les aciers inoxydables ainsi que les aciers à outils. Il noircit la martensite, révèle la ferrite δ en l'éclaircissant et peut aider à voir les carbures dans l'austénite. Il est composé de 100ml d'éthanol, 5ml d'acide chlorhydrique et 1g d'acide picrique. Le nital est un attaquant également dédié à la martensite et permet de mettre en avant les joints de grains de ferrite sous forme de zone blanche. Il est appliqué pour des aciers doux et des aciers faiblement alliés. Ce produit contient 5ml d'acide nitrique et 100ml d'éthanol (Brewer, Erven, & Krauss 1991 ; Vander Voort & Manilova 2005 ; Voort 2001).

2.3.2 Mesure de dureté

La dureté est un très bon indicateur de la microstructure d'un acier, plus l'échantillon sera dure plus il est possible d'avoir de la martensite. C'est une technique essentielle pour la caractérisation venant compléter les observations microstructurales et les courbes dilatométriques. La dureté mesurée est la Vickers à l'aide de micro-indentation, une méthode d'essai polyvalente couvrant une large gamme de charges et de matériaux. Le procédé demande la sélection de deux paramètres : la charge appliquée (10gf à 100kgf) et le temps de maintien de la charge (10 à 15 s). Une fois la surface polie, l'échantillon est placé dans le support de la machine et le pénétrateur vient apposer son empreinte. Après l'indentation il suffit de mesurer la valeur des diagonales de l'empreinte et les convertir en HV grâce à une table prévue à cet effet. Selon les normes ASTM l'échantillon doit faire au moins 10 fois la profondeur de pénétration et l'espacement des empreintes doit être d'au moins 3 fois les diagonales. Pour chaque échantillon (ex : 4mm de diamètre) il est préférable d'exécuter dix tests afin de statuer sur sa dureté nominale.

2.3.3 Microscope LEXT4100

L'observation microscopique après attaque chimique est effectuée à l'aide du LEXT4100 qui est un microscope confocal laser. Cette technologie donne accès à une observation microscopique de qualité en analysant les images par le biais d'outils de mesure géométrique. Le LEXT mesure l'ensemble des caractéristiques géométriques d'un échantillon, comme les surfaces, les volumes et toutes autres formes dont les dimensions veulent être connues. Il a

également la capacité de faire des mesures de microrugosité précise, jusqu'à 10 nm de différence de hauteurs, afin de caractériser l'état de surface. Ces résultats sont visualisables par une modélisation 3D de l'échantillon. Accompagné de son système de cartographie, il est possible de travailler sur d'importantes surfaces en réalisant des captures d'images successives sur la zone sélectionnée. Les mesures sont non destructives et l'échantillon ne demande aucune préparation préalable ce qui facilite le travail sur des matériaux qui sont doux. De plus, il élimine les interférences extérieures par l'intermédiaire de son mécanisme hybride d'amortissement à ressorts hélicoïdaux et à caoutchouc. (OLYMPUS, s.d.)

2.3.4 Microscope électronique à balayage : TM3000 et SU8230 Hitachi

Le microscope électronique à balayage (MEB) est une technique d'imagerie comportant deux fonctions principales pour définir un échantillon. Tout d'abord, il caractérise la microstructure et la surface par une observation à l'échelle nanométrique (0.4 à 10 nm) d'une image topographique. Ensuite, le faisceau d'électrons projeté sur la surface, une fois traitée, donne accès à la composition l'échantillon. Ces performances autorisent la création d'une localisation des éléments sur la zone de travail. Le MEB a été créé, car l'observation des microreliefs est impossible pour un microscope optique qui a un pouvoir grossissant insuffisant (RUSTE, 2013). La qualité des résultats est principalement due à l'intervalle de grossissement de x15 à x30 000 et du polissage avant l'opération. Sur cette machine, une pièce de 70 mm de diamètre et 50 mm d'épaisseur maximum peut être étudiée. L'ensemble des échantillons sont analysés sous vide et la totalité du dispositif doit être conducteur afin d'obtenir des résultats interprétables. De ce fait, cette méthode est destructive pour les matériaux non conducteurs, car il est nécessaire de recouvrir l'échantillon d'un élément conducteur (Hitachi High-Technologies Corporation, 2011). La source est un canon à électron qui précède des lentilles électromagnétiques destinées à diriger et focaliser le faisceau dans l'enceinte sous vide. Une fois que le faisceau d'électrons touche la surface de l'échantillon, des électrons secondaires sont enregistrés par des détecteurs (Brouri, 2011). En plus de l'observation de la microstructure, ces microscopes ont la capacité de réaliser des analyses chimiques grâce à leur système EDX. Le SU8230 fournit également la possibilité d'effectuer des analyses DRE donnant des informations sur l'orientation des grains ainsi que les phases présentes dans la microstructure.

2.3.5 Dilatométrie

Dans le cadre de cette étude, le dilatomètre permet de reproduire les traitements thermiques industriels et modifier les paramètres afin d'aboutir à une microstructure précise. La dilatométrie est réalisée avec le DIL 805A/D spécialement destiné à la détermination des paramètres de variations dimensionnels et l'obtention des diagrammes TRC et TTT avec ou sans déformation. Ce dilatomètre absolu sert à appliquer un traitement thermique via un système de chauffage par induction tout en détectant les déformations (dilatation ou contraction) d'un échantillon cylindrique de 4mm de diamètre et 10mm de longueur. Le suivi de la température de l'échantillon se fait par le biais d'un thermocouple soudé sur celui-ci. Le traitement thermique se fait sous vide à l'exception du refroidissement qui s'effectue par l'apport d'un gaz, choisit en fonction de la vitesse de refroidissement. Dans le cadre des expériences de ce projet, pour les vitesses rapides (trempe) l'hélium est le plus adapté et pour le reste des refroidissements l'argon convient. Le choix d'un gaz pour le refroidissement repose sur sa conductivité thermique. La température est générée par un four sous une atmosphère contrôlée pour éviter toutes interventions de facteurs indésirables. Le principal but de cette technologie est de connaître les changements de phase pour un alliage particulier ainsi que l'ensemble de ces cinétiques de précipitations et dissolutions de particules. Après chaque test l'utilisateur a la liberté de choisir les paramètres affichés par la courbe parmi une liste précise (changement de longueur, changement de longueur relative, temps, température, dérivée première, dérivée seconde, etc...). Les courbes de changement de longueur en fonction de la température obtenues comportent des singularités correspondant aux points de transformations de la cémentite, perlite, ferrite, bainite et martensite. Ces points sont identifiés à l'aide, par exemple, du traçage des tangentes aux parties linéaires de la courbe et des connaissances des intervalles de température des transformations de phase. D'autres techniques de détermination des températures de transformation existent, il est surtout important d'utiliser la même méthode pour l'ensemble des refroidissements (Pokorny & Pokorny, 1994).

2.3.6 Diffraction des rayons X

Le diffractomètre utilisé est le X'Pert3 XRD PANalytical avec le tube de cuivre, 45kV et 40mA afin de produire les rayons X. Le diffractomètre de rayons X recueille des informations sur la

structure, les phases, les orientations cristallines, la taille des grains et les défauts. L'obtention de ces caractéristiques est rendue possible par la projection d'un faisceau monochromatique de rayons X sur l'échantillon pour ensuite détecter les rayons diffractés avec des capteurs et traiter le signal reçu. La diffraction des rayons X se base sur la loi de Bragg qui associe la distance entre les plans atomiques et l'angle de diffraction :

$$2d\sin(\theta) = n\lambda \quad (2.1)$$

Avec :

n l'ordre de diffraction

λ la longueur d'onde du rayon

Le résultat se présente sous la forme d'un diffractogramme (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) avec des pics de différentes intensités en fonction de l'angle de diffraction. Il est ensuite comparé à ceux des bases de données pour procéder à une identification des phases et des paramètres de maille (Broll, 1996). Dans certaines situations il est difficile de différencier les phases, car elles ont la même structure cristallographique et leurs diffractogrammes contiennent des pics identiques.

2.4 Matériau étudié

L'alliage étudié est un acier faiblement allié avec d'excellentes caractéristiques, à l'image de sa résistance aux chocs, sa soudabilité, sa dureté, sa résistance à l'usure et sa conductivité thermique. Cet acier hypoeutectoïde (%C < 0,77%) détient ses performances de sa composition présentée ci-dessous :

Tableau 2.1 Composition de l'alliage étudié

	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	V	Fe
Teneur (%m)	0.26	1.15	0.35	0.70	1.50	0.55	0.12	Balance

Cet acier peut atteindre des duretés allant de 302 à 423 HV en fonction du traitement thermique que le bloc a subi. Ce traitement dure généralement entre 130 et 200h selon la

taille du bloc. Après l'austénitisation, la trempe et deux revenus plusieurs microstructures sont observées, allant de la martensite en périphérie, à la bainite au cœur, en passant par un mixte des deux phases. La microstructure des échantillons reçu est celle de la Figure 2.1, elle est composée de bainite sous forme de lattes avec des carbures entre et dans les grains.

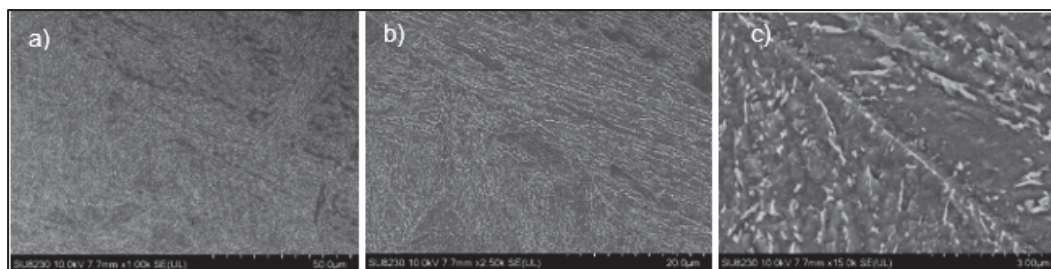


Figure 2.1 Microstructure de l'échantillon reçu

CHAPITRE 3 CINETIQUE DES TRANSFORMATIONS DE PHASES APRES AUSTENITISATION

3.1 Introduction

Le processus de transformation d'un acier dépend de son traitement thermique. D'une coulée à l'autre, il est possible que les paramètres fluctuent en raison de l'importance des volumes de production et des blocs traités. Dans la globalité de ce traitement thermique, la première étape décisive pour la microstructure est le refroidissement après austénitisation. Il a été constaté dans la littérature que la vitesse de refroidissement permet de connaître le type de microstructure obtenue avant revenu. Pour des raisons de flux thermiques, un traitement a un impact différent à travers l'épaisseur du bloc. De ce fait, le refroidissement est rapide en surface et ralenti en s'approchant du cœur. Il est donc intéressant pour une entreprise d'avoir le diagramme TRC de son acier afin d'anticiper la variation de microstructure en fonction d'une localisation donnée. Cette problématique étant prise en compte, ce chapitre traitera des mécanismes de transformation de phases en fonction de différentes vitesses de refroidissement de la température d'austénitisation à la température ambiante.

3.2 Méthodes expérimentales

L'obtention du diagramme TRC s'opère par des tests d'austénitisation avec dilatomètre TA DIL 805 A/D et des échantillons cylindriques de 4*10mm extraits de large bloc de 35 pouces. L'échantillon est chauffé à 5°C/s jusqu'à 900°C, puis il est maintenu 15 minutes et refroidi à des vitesses allant de 10°C/s à 0,01°C/s. Pour des questions de facilitation de l'analyse des données, le changement de longueur relatif est dérivé deux fois par rapport à la température pour distinguer plus facilement les changements de pente dans les courbes. Une fois le traitement terminé, l'échantillon est coupé dans le sens transversal, placé dans une résine conductrice et poli conformément à la procédure usuelle en finissant par une solution diamantée de 1µm. Par la suite, deux attaques ont été testées sur la surface miroir : nital 5% et vilella avec des temps de maintien en solution d'environ 15 secondes.

Les échantillons sont observés au microscope optique LEXT 4100 Olympus et au microscope électronique à balayage TM3000 Hitachi afin de caractériser la microstructure. L'analyse DRE

est effectuée à l'aide du MEB SU8230 Hitachi, après avoir appliqué un bombardement ionique sur l'échantillon, pour identifier la présence ou non d'austénite dans la microstructure avant revenu.

Pour finir, une mesure de dureté Vickers est effectuée sur la surface miroir avec une charge de 300g, un maintien de 15 secondes et 10 indentations par échantillon.

Les simulations avec Thermo-Calc sont effectuées avec les bases de données TCFE10 (Thermodynamique) et MOBFE5 (Mobilité). L'évolution des phases en fonction de la température est paramétrée dans le module « Phase diagram » avec la composition (Tableau 2.1) à une pression de 1 Bar et un système d'une mole.

3.3 Résultats et discussions

3.3.1 Formation de l'austénite

La première des transformations intervient lors de la chauffe, c'est la formation de l'austénite qui remplace la microstructure initiale, ici la bainite. Cette transformation a lieu à haute température $A_{c1} = 775^{\circ}\text{C}$ et $A_{c3} = 840^{\circ}\text{C}$, Figure 3.1, ce qui permet d'homogénéiser la microstructure pour avoir 100% d'austénite avec une dissolution totale des carbures. Pour la détermination des températures de transformations des courbes dilatométriques, deux techniques ont été associées afin d'augmenter la précision. Dans un premier temps, les températures sont estimées avec la méthode des tangentes (Figure 3.1 b)) : les parties linéaires avant et après transformation se voient attribuer une courbe de tendance, le point de décrochage entre la courbe dilatométrique et la droite est la température de début ou de fin de transformation. Dans un second temps, la dérivée seconde de la courbe dilatométrique est tracée (Figure 3.1c)). Chaque zone où la courbe présente une fluctuation, c'est-à-dire, un éloignement significatif de l'axe des abscisses correspond à une transformation. Les points de départ et de fin de la fluctuation sont les températures recherchées. Dans la courbe Figure 3.1c), deux phénomènes sont observés, le premier entre 730°C et 760°C puis le second entre 775°C et 840°C . Comme il a été mentionné précédemment à partir de 775°C il y a l'austénitisation. Cependant, le premier phénomène est lié à cette transformation, car en formant de l'austénite à la place de la bainite, l'échantillon subit une perte d'aimantation

permanente. Il y a un passage d'un caractère ferromagnétique (ferrite) à paramagnétique (austénite). Une étude propose une équation pour le calcul de cette température de transition nommée la température de Curie (Kop & Sietsma, 2001):

$$T_C = 1042 \text{ K} - x_{\text{Mn}} \times 1500 \text{ K} \quad (3.1)$$

Si l'équation est appliquée à l'acier étudié, contenant 1.15% Mn, la température $T_C = 751^\circ\text{C}$, ce qui correspond approximativement à la température sur la courbe Figure 3.1 c).

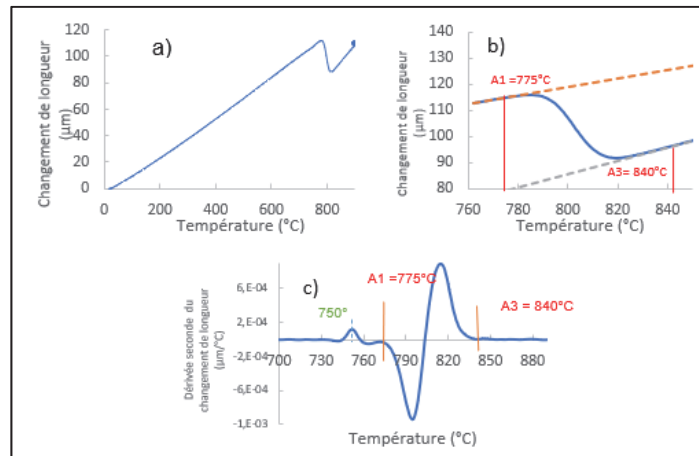


Figure 3.1 Courbe dilatométrique de la chauffe à 5°C/s jusqu'à la température d'austénitisation de 900°C a) Changement de longueur en fonction de la température b) Méthode des tangentes c) Méthode de la dérivée seconde

En vue des résultats précédents, le choix de la température d'austénitisation à 900°C pourrait être rediscuté et baissé entre 840°C et 860°C . Cependant, la simulation de la Figure 3.2 prouve que la microstructure n'est pas 100% austénitique à cette température. La zone plus adaptée se trouve après 880°C donc par mesure de sécurité et afin d'assurer l'homogénéité il est préférable de choisir 900°C .

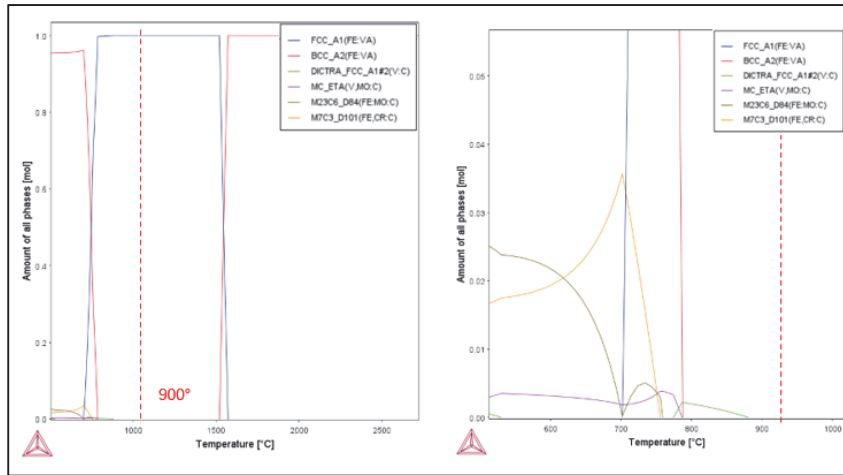


Figure 3.2 Simulation avec Thermo-Calc du diagramme des phases à l'équilibre

3.3.2 Transformation de l'austénite en martensite

L'évolution de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement (Figure 3.3) est un bon indicateur du type de microstructure qu'il est possible d'avoir. Dans cette courbe il y a une première phase d'augmentation rapide de la dureté puis une phase de stabilisation. Une étude sur un acier similaire révèle une évolution proche de celle-ci avec des duretés légèrement supérieures, mais ayant la même tendance (Chen, Wang, Li, & Zhang, 2020). Elle associe la première phase à la bainite et la seconde phase à la martensite. En vue de cette courbe, il est cohérent de conclure que le début de la zone martensitique se situe à entre 0,5°C/s et 0.7°C/s, car la dureté fait un bon de plus de 20 HV pour un changement de vitesse de 0.2°C/s. De plus, la dureté varie également de 20 HV pour un passage de 0.7°C/s à 10°C/s, soit 9.3°C/s de différence. L'écart type pour chacune des duretés est un autre élément significatif, car lors d'un refroidissement rapide peu de place est laissée au mécanisme de précipitation ou de diffusion des éléments d'alliage. Si l'homogénéisation durant l'austénitisation est correctement réalisée, la martensite résultant du refroidissement est fortement concentrée en carbone, mais elle est plus ou moins homogène. En revanche, plus la vitesse de refroidissement diminue plus les précipitations et la diffusion est permise, ce qui provoque une hétérogénéité dans le matériau. Par conséquent, la martensite doit avoir des écarts types plus petits que la bainite, ce qui est le cas à partir de 0.7°C/s dans le graphique de la Figure 3.3.

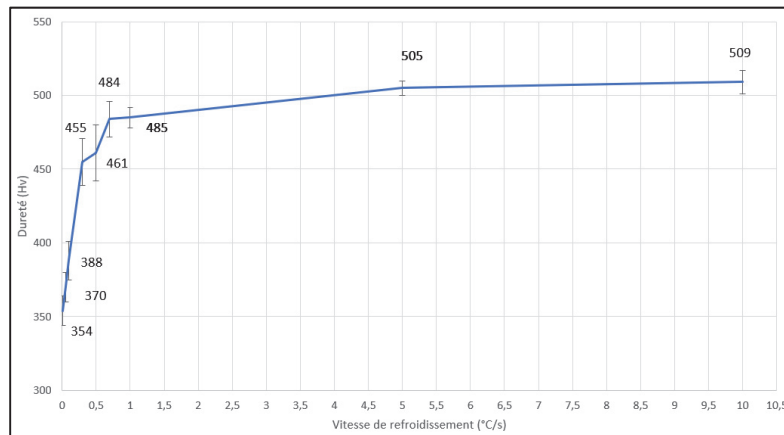


Figure 3.3 Dureté de l'alliage après l'austénitisation à 900°C et le refroidissement à différentes vitesses

Le domaine martensitique débute donc entre 0,5 et 0,7°C/s. Les courbes dilatométriques, Figure 3.4, supportent cette théorie par leur faible variation, les unes par rapport aux autres, dans la zone de transformation. En d'autres termes, les températures de début et de fin de formation de la martensite ne changent pas significativement avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. La température de début se situe entre 370°C et 360°C, tandis que la température de fin est entre 200°C et 160°C. Cependant, la courbe pour 10°C/s démontre un changement de pente durant la transformation qui serait due à un mécanisme différent des autres transformations martensitiques. Bien que les vitesses de transformations de la martensite soient élevées, il est possible d'avoir la formation de précipité durant le refroidissement. Il sera évoqué dans la suite du mémoire (4.3.2.1) qu'à 5°C/s l'alliage étudié contient des précipités dans les lattes de martensite. Comme il est observé sur la Figure 3.4, les courbes pour 10°C/s et 5°C/s sont très proches, donc la seconde pente de la courbe jaune peut être liée à l'absence de précipitation. Le passage de 5 à 10°C/s ne laisserait pas le temps aux éléments d'alliage carburigènes, spécifiquement le Cr, de diffuser afin de former des carbures. En parallèle, si la dureté est considérée comme un indicateur de l'évolution du carbone dans la martensite, le maximum en %C est atteint pour 10°C/s. Or un pourcentage plus faible en C à 5°C/s signifie qu'il y a eu diffusion du carbone à travers la microstructure ce qui participe à la formation de précipités. Dans ses publications de 1983 et 1995, Hsu souligne l'intervention d'une diffusion lors de la formation de la martensite. Elle est rendue possible car la vitesse de diffusion du carbone peut être supérieure à la vitesse de formation des lattes de

martensite. Hsu mentionne que ce phénomène concerne spécifiquement les aciers à faible carbone car pour un acier à haut les températures de transformation sont trop basses.

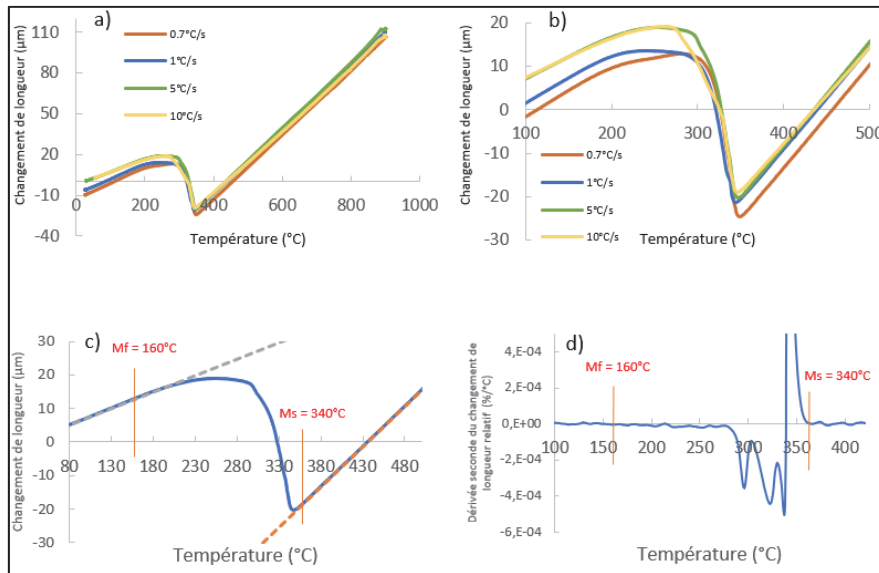


Figure 3.4 a) et b) Courbes dilatométriques du refroidissement après austénitisation à 900°C pour obtenir de la martensite. Courbe dilatométrique pour le refroidissement à 5°C/s après austénitisation à 900°C : c) Méthode des tangentes d) Méthode de dérivée seconde

En considérant $M_s = 360^\circ\text{C}$, l'équation de Koistinen et Marburger (1.7.1) calcule la fraction de martensite formée pour constater son évolution en fonction de la température. Cette courbe est mise en opposition avec les données expérimentales qui sont obtenues à l'aide de la règle du levier appliquée aux courbes dilatométriques. Finalement les deux courbes sont très proches (Figure 3.5), elles décrivent l'augmentation de la fraction, à partir de 360°C , avec la diminution de la température jusqu'à atteindre 100% de martensite aux alentours de 160°C .

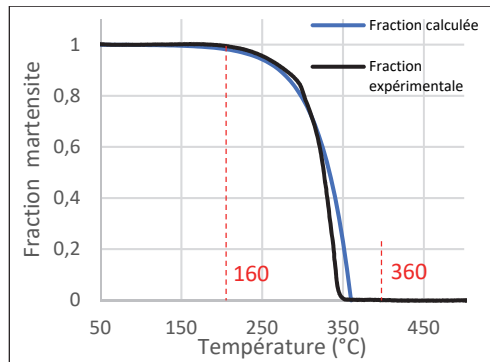


Figure 3.5 Comparaison des données expérimentales et calculées de la fraction de martensite formée pendant le refroidissement à 5°C/s

Les microstructures de la Figure 3.6, confirment les courbes dilatométriques, du fait de leurs nombreuses similitudes. Les lattes de martensite ont une orientation identique lorsqu'elles sont issues du même grain d'austénite primaire. La diminution de la vitesse de refroidissement produit des lattes plus grossières, c'est-à-dire que la largeur des lattes augmente, surtout lorsque la microstructure à 10°C/s est comparée aux autres. Les observations au TM3000 n'indiquent pas de seconde phase pour ces vitesses de refroidissement et les courbes dilatométriques n'affichent pas de fluctuation reliée à la formation d'une seconde phase. L'hypothèse de l'effet de la diffusion et de la précipitation provoquant un changement de pente lors de la transformation est plus viable.

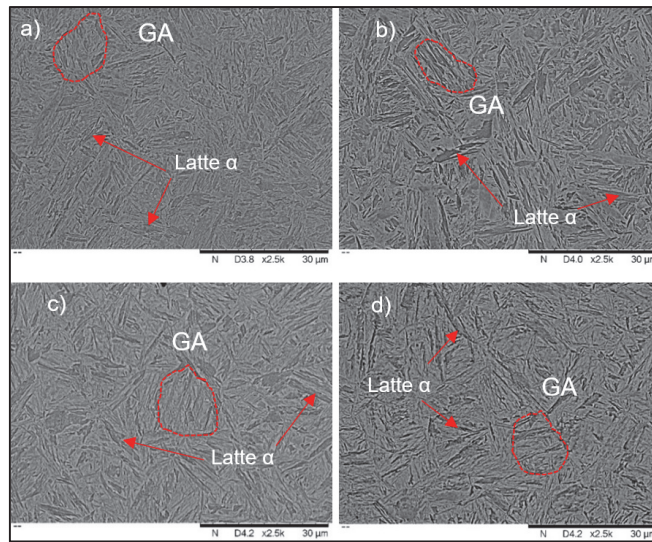


Figure 3.6 Observation au microscope électronique à balayage (MEB) des grains d'austénite primaire (GAP) et des lattes des microstructures martensitiques pour les refroidissements à a) 10°C/s b) 5°C/s c) 1°C/s et d) 0.7°C/s 1°C/s et 0.7°C/s

3.3.3 Transformation de l'austénite en bainite

La partie précédente a permis de délimiter la zone martensitique donc pour des vitesses de refroidissement en dessous de 0.5°C/s la microstructure est soit bainitique soit ferritique. D'un point de vue dureté, la ferrite ne dépasse pas 300 HV pour un acier avec 0.26%C la première supposition est de dire que la microstructure est bainitique d'après la Figure 3.3. Dans le cas des courbes dilatométriques, il est important de se concentrer sur les intervalles de transformation. Les techniques de détermination des températures caractéristiques sur les courbes dilatométriques sont identiques. Comme il a été vu auparavant, la martensite se transforme pour des températures basses avec une initiation en dessous de 400°C. La ferrite apparait pour des températures élevées entre 850°C et 600°C (Chen, Zheng, Li, Li, & Feng, 2018). Étant donné que dans la littérature la bainite se forme pour des vitesses légèrement plus lentes que la martensite, la logique veut que ses températures de transformation se rapprochent de celles de la martensite. D'après les courbes Figure 3.7, la phase est obtenue entre 500°C et 250°C. Donc les courbes dilatométriques penchent plus vers une transformation bainitique. A 0.3°C/s la transformation débute à 435°C et se finit à 270°C. Pour

0.1°C/s, la transformation intervient plus tôt, $B_s = 455^\circ\text{C}$ et se termine à $B_f = 315^\circ\text{C}$. A 0.05°C/s, la bainite se forme entre 455°C et 205°C . Finalement, pour 0.01°C/s $B_s = 460^\circ\text{C}$ et $B_f = 290^\circ\text{C}$. Contrairement aux courbes martensitiques, il n'y a pas une zone de transformation identique pour toutes les vitesses de refroidissement. L'hypothèse serait que leur cinétique est distincte, en découle plusieurs types de bainite qui se confirmera par les analyses microstructurales. La courbe pour 0.01°C/s a plus d'irrégularité, surtout dans la partie supposée linéaire, avant 500°C . Kop & Sietsma (2001) ont constaté qu'il est possible d'avoir des transformations ferritiques avec des variations discrètes dans la courbe. Finalement, à une vitesse de refroidissement de 0.01°C/s il y a petite quantité d'austénite qui se transforme en ferrite ou perlite, mais le pourcentage n'est pas assez important pour déceler cette phase sur les images au MEB. À cause de ces arguments la ferrite ou perlite ne sera pas représentée dans le diagramme TRC. La seconde transformation correspond à la formation de la bainite. Cependant, les deux pentes induisent deux phénomènes métallurgiques. Quelques études traitent cette cinétique et deux explications peuvent être retenues :

- Une formation de deux bainites différentes, où le point d'inflexion sur la courbe correspond à la transition entre la bainite supérieure et inférieure. Un mécanisme grandement dépendant de la température d'austénitisation et/ou de la taille des grains d'austénite. Il est contrôlé par la diffusion du carbone de la bainite dans l'austénite résiduelle en compétition avec la précipitation de la cémentite (Lee, Park, & Lee, 2008).
- Une précipitation entre les grains résultant également d'un phénomène de diffusion du carbone et des éléments d'alliage. Un passage de 0.05°C/s à 0.01°C/s permettrait à un type de précipités de se former et/ou d'évoluer grâce à un temps passer dans un intervalle de température plus long. Chaque type de précipité à une énergie d'activation spécifique justifiant un changement de microstructure en fonction de la vitesse de refroidissement (Gupta, Dey, Chakravarty, Srivastav, & Banerjee, 2005).

Le choix de l'une de ces deux explications se fait à partir des observations microstructurales de la Figure 3.9.

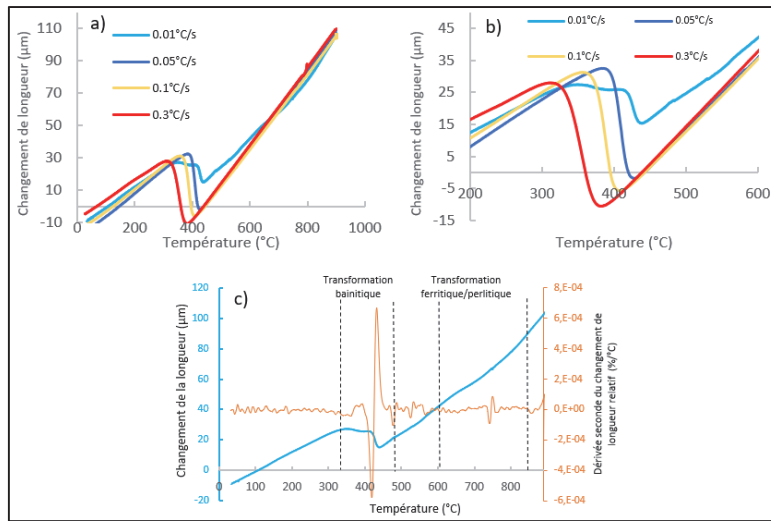


Figure 3.7 a) et b) Courbes dilatométriques du refroidissement à différentes vitesses après austénitisation à 900°C pour obtenir de la bainite.
c) Courbe dilatométrique du refroidissement à 0.01°C/s avec le changement de longueur et la dérivée seconde du changement relatif de longueur

L'évolution de la fraction de bainite formée est symbolisée par le graphique Figure 3.8. Comme pour la martensite la fraction calculée et la fraction expérimentale sont comparées afin d'apporter un esprit critique aux résultats. La fraction calculée découle de la l'équation de JMAK (1.7.1). La détermination des coefficients k et n se fait par l'analyse des données expérimentales. Dans un premier temps il faut déterminer la fraction de bainite formée à l'aide de la règle du levier pour une des courbes dilatométriques (ici 0,05°C/s). Ensuite il faut tracer le graphique de $\ln(-\ln(1-))$ en fonction de $\ln(t)$ avec la fraction de bainite et t le temps écoulé depuis le début de la transformation bainitique. Le résultat est une courbe linéaire dont la pente donne la valeur de n et l'exponentiel de l'ordonnée à l'origine donne k .

La Figure 3.8 affiche un écart relatif entre les deux courbes, mais les températures de début ainsi que de fin transformation sont similaires. La différence provient de la détermination des valeurs n et k parce que la droite de $\ln(-\ln(1-))$ en fonction de $\ln(t)$ provient d'une courbe de tendance avec un $R^2 = 0,9417$.

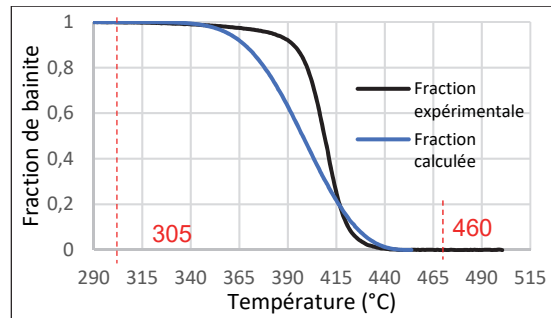


Figure 3.8 Comparaison des données expérimentales et calculées de la fraction de bainite formée pendant le refroidissement à 0.05°C/s

Les microstructures ci-dessous (Figure 3.9), sont celles des courbes dilatométriques discutées. Elles sont toutes bainitiques mais chacune possède ses propres caractéristiques. La première est à 0.3°C/s , puisque cette vitesse est proche du nez bainitique et que les températures de transformation sont plus basses, la principale morphologie est une forme de latte. En considérant la revue de littérature ainsi que les arguments évoqués plus haut, cette bainite est une bainite inférieure avec des lattes plus larges que pour la martensite. La dureté (455Hv) et les températures de transformation ($B_s = 435^{\circ}\text{C}$ et $B_f = 270^{\circ}\text{C}$) sont des informations supplémentaires qui permettent de distinguer la bainite inférieure à la martensite. De plus, comme pour la vitesse de 0.1°C/s , les grains austénite primaires, d'une vingtaine de microns, sont identifiables par le biais d'une précipitation aux joints de grains sous forme de film. Du fait de leurs mécanismes de formation, les lattes de ferrite sont composées de précipités. Lorsque la vitesse diminue à 0.1°C/s , la morphologie évolue en grain plus équiaxial, la bainite est une bainite granulaire avec une précipitation aux joints de grain et à l'intérieure des grains. À partir de cette vitesse, des blocs aux joints de grain apparaissent, ils seront discutés ci-dessous. À 0.05°C/s , la microstructure est toujours bainitique mais les grains d'austénite primaire sont moins visibles à cause d'une précipitation aux joints de grains plus faible et une mise en avant des blocs. Finalement, le refroidissement à 0.01°C/s s'inscrit dans le prolongement des autres microstructures. La précipitation sous forme de film est presque inexistante, la fraction et la taille des blocs augmentent.

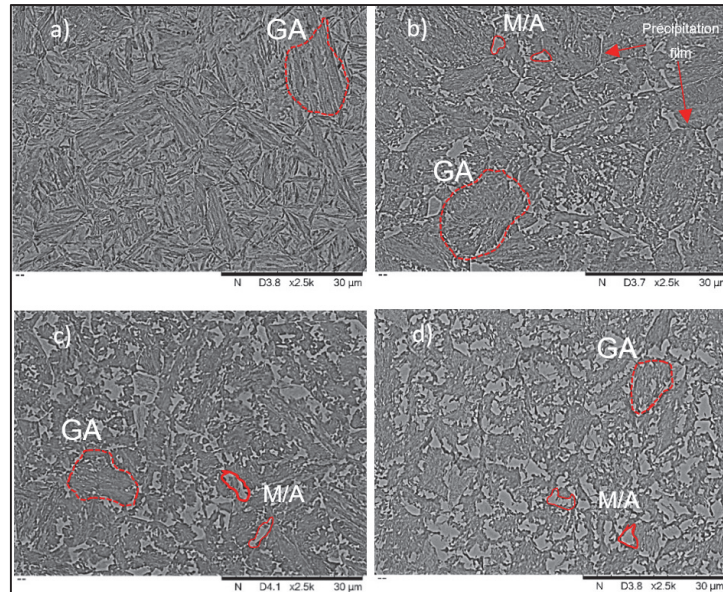


Figure 3.9 Observation au microscope électronique à balayage (MEB) des grains d'austénite primaire (GA) et des blocs de martensite/austénite (M/A) des microstructures bainitiques pour les refroidissements à a) 0.3°C/s (bainite inférieure) b) 0.1°C/s (bainite granulaire) c) 0.05°C/s (bainite granulaire) et d) 0.01°C/s (bainite granulaire)

D'après l'analyse DRE de la Figure 3.10 a), moins de 4% d'austénite résiduelle reste dans la microstructure. De plus, l'analyse DRX révèle le pourcentage d'austénite résiduelle dans l'échantillon à 0.01°C/s avec environ 1.4%. Même si en dessous de 5% la quantification d'une phase avec l'analyse DRX n'est pas fiable, cela permet d'avoir une approximation. Or la quantité d'austénite résiduelle est maximale pour les vitesses de refroidissement les plus lentes. Et s'il n'y a pas ou peu d'austénite résiduelle à ces vitesses, alors pour l'ensemble des vitesses de refroidissement supérieures, le pourcentage ne peut que diminuer. Donc lors du refroidissement après austénitisation la microstructure de l'alliage contient une faible quantité d'austénite résiduelle.

Dans plusieurs études, les blocs noirs sur la carte des phases DRE (Figure 3.10 a)) sont identifiés comme des blocs appelés Martensite/Austénite (M/A) qui se forment aux joints de grains. Deux explications s'appliquent pour la formation de ces blocs. Dans le cas d'une microstructure comportant des carbures avant austénitisation, la dissolution de ces précipités durant l'homogénéisation favorise l'enrichissement de certain grain d'austénite. C'est lors du

refroidissement que les blocs d'austénite enrichis vont se transformer en M/A alors que le reste se transforme en bainite. La seconde hypothèse se base sur l'effet de la diffusion pendant refroidissement, qui augmente la concentration en carbone dans l'austénite, la rendant plus stable. Ces blocs d'austénite peuvent être conservés à température ambiante ou se transformer partiellement aux températures d'obtention de la martensite donnant ces blocs de M/A (Huda, 2018). En prenant en compte le traitement thermique appliqué, il est possible que le maintien de 15 minutes à 900°C permette de dissoudre les carbures, mais le carbone qui en est issu ne diffuse pas de manière homogène, en résulte l'enrichissement d'une partie de l'austénite. Il a été remarqué que la fraction de ces blocs augmente lorsque les températures de transformation de bainite augmente (Liang, Hua, & De Ardo, 2014) (Chen et al., 2020). Ce phénomène est présent dans les microstructures de la Figure 3.9. Au final, les blocs aux joints de grains, de quelques microns, pour les microstructures à 0.1°C/s, 0.05°C/s et 0.01°C/s sont des blocs de M/A, dont la fraction est maximale pour 0.01°C/s.

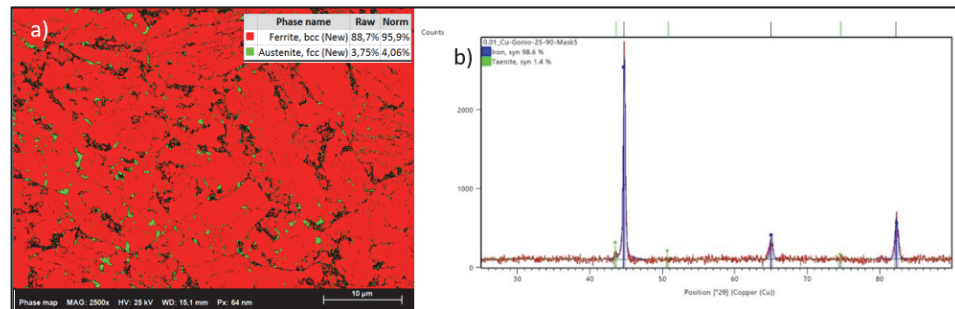


Figure 3.10 a) Analyse DRE de l'échantillon refroidi à 0.05°C/s
b) Analyses de diffractométrie de rayons X (DRX) de l'échantillon refroidi à 0.01°C/s

3.3.4 Modélisation des transformations

3.3.4.1 Prédiction des températures de transformation

Les équations mentionnées dans la revue de littérature ont été appliquées à l'acier étudié (Tableau 3.1) afin d'avoir un point de comparaison avec les données expérimentales. Les résultats prouvent que les équations sont un bon moyen d'estimation, néanmoins, l'écart pour la température de début d'austénite et de bainite sont plus important que pour la martensite. Ces équations sont obtenues de manière empirique donc pour d'autres alliages, leur précision

n'est pas assurée à 100%. De plus, les données expérimentales ont toujours une marge d'erreur due à la technique de détermination de la température utilisée.

Tableau 3.1 Comparaison des températures de transformation de phases calculées et expérimentales

	A_{c1} (°C)	A_{c3} (°C)	B_s (°C)	M_s (°C)
Expérimentale	775	840	460	360
Calculé	734	841	480	364
Ecart	39	-1	-20	-4

3.3.4.2 Prédiction de la dureté

La littérature a mis en avant l'existence de nombreuses modélisations pour prédire les microstructures et spécifiquement la dureté. Les équations de Maynier (1.7.2) sont appliquées au cas étudié afin de confirmer les données expérimentales. La prédiction a été effectuée avec l'équation de la bainite pour les vitesses de refroidissement de 0.01°C/s à 0.5°C/s et de la martensite de 0.7°C/s à 10°C/s. Les duretés expérimentale et calculée de la martensite sont très proches, ce qui confirme une microstructure 100% martensitique. Du côté de la bainite les valeurs calculées sont très éloignées des expérimentales. Ceci est la conséquence d'une microstructure qui n'est pas 100% bainitique, avec une seconde phase qui se forme durant la transformation pendant le refroidissement. L'analyse des microstructures ci-dessus a souligné que des blocs de M/A se forment aux joints de grain de l'austénite primaire. Le rapport de ces deux duretés pourrait indiquer le pourcentage de bainite formée durant le refroidissement, soit environ 81%. La Figure 3.10 a) fourni un pourcentage potentiel de phases secondaires de 11,3% (M/A + austénite résiduelle) dans une microstructure bainitique. Donc en estimant que le pourcentage de bainite réellement transformée pendant le refroidissement est de 88,7%, les duretés diminuent. Une fois que la correction de la dureté est appliquée, un écart persiste avec les données expérimentales qui découlerait du type de bainite, des carbures transformés et de la dureté des blocs de M/A. De 0.01°C/s à 0.1°C/s l'écart important, car la bainite est granulaire, une microstructure moins dure que les autres bainites et elle contient des blocs de M/A aux joints de grain. 0.3°C/s et 0.5°C/s forment une bainite inférieure plus dure grâce à son pourcentage de carbone plus élevé et sa morphologie en lattes. La vitesse de refroidissement jouant sur le temps laissé aux éléments pour diffuser, la précipitation est différente. Plus la vitesse sera lente plus la précipitation sera favorisée

amenant une variation positive ou négative de la dureté dans la microstructure. Les équations ne prenant pas en compte ce mécanisme, l'écart entre les deux duretés (Figure 3.11 b)) est plus conséquent pour les vitesses plus faible. D'autre part, les blocs de M/A sont complexes et la présence d'un certain pourcentage de martensite, donc d'une transformation displacive, débouche sur une augmentation du carbone par conséquent de la dureté. Bien évidemment, il ne faut pas oublier que les équations utilisées sont des équations empiriques déterminées pour une composition précise, donc les écarts de la Figure 3.11 b) sont aussi liés à la monovalence de l'équation.

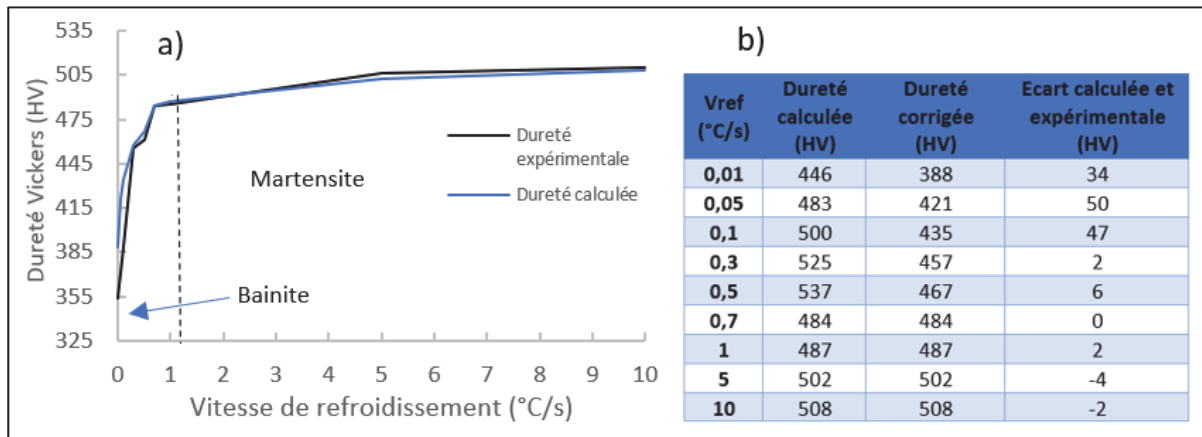


Figure 3.11 a) Comparaison des duretés expérimentales et calculées en fonction de la vitesse de refroidissement b) Dureté calculée brute et corrigée, écart entre les duretés expérimentales et calculées

3.3.5 Détermination du diagramme TRC

La compilation des analyses faites ci-dessus aide au traçage du diagramme TRC Figure 3.12. Dans ce graphique sont rapportées les températures de transformation pour chacune des vitesses de refroidissement et la phase formée. A_{c1} et A_{c3} sont les températures de début et de fin de formation de l'austénite, respectivement. M_s et M_f sont les températures de formation de la martensite. Le diagramme présente uniquement deux domaines : la bainite (B) et la martensite (M). Il a été considéré que la quantité de ferrite ou perlite obtenue à 0.01°C/s n'est pas assez importante pour être affichée sur le diagramme.

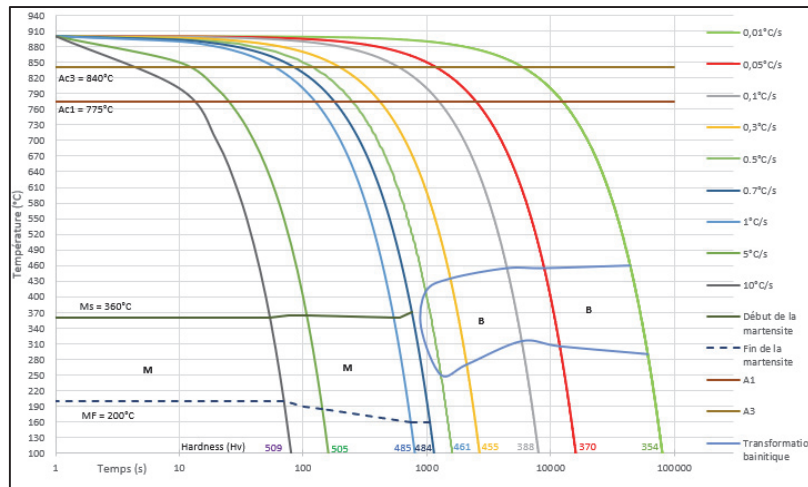


Figure 3.12 Diagramme TRC expérimentale de l'alliage étudié

En complément du diagramme TRC expérimental, une simulation à l'aide de JmatPro a été effectuée (Figure 3.13). Les paramètres utilisés sont : la composition (Tableau 2.1), la taille de grain ($200\ \mu m$) et la température d'austénitisation ($900^\circ C$). Ces paramètres ont été sélectionnés en accord avec les chartes de traitement thermique industriels.

Comme pour la partie expérimentale, la martensite et la bainite sont les phases dominantes avec un faible pourcentage de perlite formée à $0.01^\circ C/s$ comme supposé dans les analyses dilatométriques. Les températures de transformation ne sont pas identiques à celles du diagramme expérimental, mais l'ordre de grandeur est respecté. De plus, une hypothèse d'une taille de grain de $200\ \mu m$ est faite, ce qui modifie la cinétique de formation de chacune des phases. Dans le cas d'une simulation à $100\ \mu m$, les différences sont encore plus grandes et les températures transformations sont déplacées vers des valeurs plus élevées et aucune perlite n'est obtenue. Cette analyse démontre aussi les limites d'applicabilité des logiciels de prédictions et les précautions qu'il faut prendre quand on les utilise.

L'évolution de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement donne un matériau plus dur. Cependant, le logiciel ne prend pas en compte tous les mécanismes, à l'exemple des précipitations et de la potentielle diffusion du carbone même à des vitesses très rapide, ce qui justifie une diminution de la dureté dans les données expérimentales. Globalement, les écarts sont d'une quarantaine de HV, ce qui permet d'avoir une bonne première estimation de

l'intervalle dans lequel se situe notre acier. La simulation à 100 μm n'affiche pas de changement de dureté par rapport à la Figure 3.13, cela supporte l'hypothèse de l'absence de considération de certains phénomènes métallurgiques dans les calculs. La taille induit une variation des joints de grain, ayant pour conséquence de modifier le type et la fraction des précipités, car les joints de grains sont des sites préférentiels de nucléation des précipités.

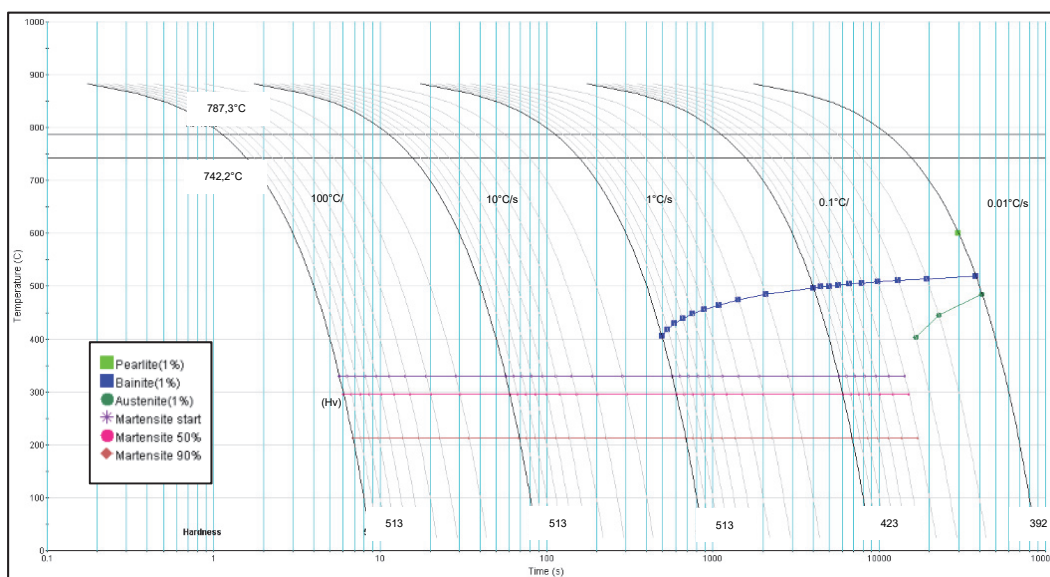


Figure 3.13 Diagramme TRC simulé par JmatPro

3.4 Conclusion

L'austénitisation et le refroidissement sont les traitements dédiés à l'obtention d'une microstructure. L'alliage démarre sa formation d'austénite à $A_{c1} = 775^{\circ}\text{C}$ et la termine à $A_{c3} = 840^{\circ}\text{C}$. Après le maintien à 900°C , le refroidissement peut amener à deux types de microstructures : martensitique et bainitique.

La martensite est générée à partir d'un refroidissement de 0.7°C/s jusqu'à 10°C/s pour un domaine allant de 370°C à 160°C . Sa dureté a une faible variation, elle va de 484 HV à 509 HV. Cette phase est sous forme de lattes avec une orientation identique dans chacun des grains d'austénite primaire. Elles contiennent un haut pourcentage de carbone et une faible précipitation, ce qui témoigne de l'existence d'une diffusion durant le refroidissement, aussi

petite soit-elle. L'augmentation de la vitesse de refroidissement affine la microstructure, les lattes deviennent plus fines.

La bainite se forme en dessous de 0.7°C/s pour un domaine qui s'étend de 250°C à 460°C . La dureté couvre un large intervalle, 354 HV et 461 HV, témoignant de la variation de la microstructure ainsi que son hétérogénéité due à une favorisation de la diffusion. De 0.7°C/s à 0.3°C/s , il y a une bainite inférieure avec des lattes et une précipitation plus importante que pour la martensite. Ces précipités se retrouvent majoritairement à l'intérieur des lattes qui s'apparentent à des lamelles de cémentite, une plus faible quantité se situe aux joints de grains. A partir 0.1°C/s la bainite devient granulaire, une microstructure plus grossière, avec une augmentation de précipitation aux joints de grain et accompagnée de l'apparition des blocs de M/A. La diminution de la vitesse à 0.05°C/s et 0.01°C/s va augmenter la quantité de M/A formé et l'équiaxialité de la microstructure.

Ce chapitre a donc déterminé les microstructures après l'austénitisation et le refroidissement, par la suite il sera intéressant d'observer l'évolution des précipités pour les deux phases, la morphologie des grains et le comportement des blocs de M/A pendant le revenu.

CHAPITRE 4 INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DE REVENU SUR LA MICROSTRUCTURE

4.1 Introduction

Le revenu est essentiel pour les mécanismes de précipitations et le paramètre jouant le plus sur l'évolution de la microstructure est la température. Il faut donc connaître l'impact qu'a chaque température sur la microstructure afin d'optimiser un traitement thermique. L'objectif étant d'obtenir un acier le plus homogène, tout en gardant de bonnes propriétés mécaniques, pour avoir des états de surface de qualités à la fin du processus. La revue de littérature a permis de mettre en avant la division en plusieurs étapes du revenu en fonction de la phase initiale et de la température. La décomposition d'une seconde phase comme l'austénite résiduelle ou les blocs de M/A est un point important qui dépend de la température. Elle modifie également les types et la fraction de carbures formés au cours du temps. Par conséquent, ce chapitre se concentrera sur l'évolution de la microstructure à deux températures de revenu différentes, en utilisant les méthodes expérimentales et les simulations via DICTRA afin de statuer sur le comportement de l'alliage.

4.2 Méthodes expérimentales

L'influence de la température de revenu est d'abord étudiée à travers les courbes dilatométriques et les microstructures. Les échantillons des tests dilatométriques (TA DIL 805 A/D) sont des cylindres de 4*10mm. Le changement de longueur relatif pendant la chauffe et le maintien est dérivé par rapport à la température. La fréquence d'acquisition des données durant le test étant élevé il est nécessaire de lisser les courbes brutes à l'aide d'une moyenne mobile sur 50 points. La courbe résultante permet d'identifier aisément les étapes du revenu. Le traitement thermique pour la martensite et la bainite sont les mêmes. L'échantillon est chauffé à 5°C/s jusqu'à la température d'austénitisation puis maintenu pendant 15min afin d'homogénéiser la microstructure 100% austénitique. Le refroidissement qui suit l'austénitisation dépend de la microstructure désirée, la microstructure 100% martensitique correspond à une vitesse de 5°C/s et la bainite est choisie pour la vitesse de 0.05°C/s. Ces vitesses ont été choisies en accord avec des données enregistrées lors du refroidissement d'un bloc : 0.05°C/s représente le cœur du bloc et 5°C/s représente la surface. Après le

refroidissement, l'échantillon débute son revenu avec une chauffe à 0.2°C/s jusqu'à 550°C ou 620°C pour être maintenu pendant 30min. La vitesse de chauffe lente a pour but d'autoriser les phénomènes de précipitation, décomposition et transformation (Talebi, 2018). L'influence de ce paramètre sera détaillée dans le chapitre suivant afin d'estimer son importance au sein du revenu. La température de revenu de 550°C est sélectionnée en accord avec les chartes de traitement thermique des coulées précédemment mentionnées. À partir de 600°C , la totalité de l'austénite résiduelle est censée être décomposée, la croissance et la sphéroïdisation des carbures débutent. En revanche, 620°C pourrait être une température de transition entre les types de carbures, certainement M_7C_3 et M_{23}C_6 . Une fois le traitement terminé, l'échantillon est coupé dans le sens transversal, placé dans une résine conductrice et poli conformément à la procédure usuelle en finissant par une solution diamantée de $1\mu\text{m}$. Par la suite, deux attaques ont été testées sur la surface miroir : nital 5% et vilella avec des temps de maintien en solution d'environ 15 secondes.

Les observations microstructurales sont réalisées avec le LEXT 4100 Olympus et le MEB SU8230 (imagerie + EDX). L'analyse DRE est effectuée à l'aide du MEB SU8230 Hitachi, après avoir appliqué un bombardement ionique sur l'échantillon, pour identifier la présence ou non d'austénite dans la microstructure avant revenu.

Les mesures de dureté Vickers sont effectuées sur la surface miroir avec une charge de 300g, un maintien de 15 secondes et 10 indentations par échantillon.

À l'aide de Thermo-Calc et de son module DICTRA le revenu est simulé en utilisant les bases de données TCFE10 (Thermodynamique) et MOBFE5 (Mobilité). Les phases utilisées pour le revenu sont la bainite ou la martensite (CC), le carbure M_7C_3 et l'austénite (CFC). Une première simulation est destinée à l'évolution du M_7C_3 (100 nm) dans une bainite ($20\mu\text{m}$) au cours des revenus à 550°C et 620°C . La seconde simulation consiste à visualiser la décomposition de l'austénite résiduelle ou les blocs de M/A lors de ces mêmes revenus. La composition de chacune de ces phases est déterminée à partir de Thermo-Calc aux températures visées.

4.3 Résultats et discussions

4.3.1 Définition des mécanismes métallurgiques avec la dilatométrie

Les courbes dilatométriques une fois dérivées donnent de nombreuses informations sur les mécanismes intervenant pendant la chauffe et le maintien. Les courbes ci-dessous correspondent à l'évolution de la martensite (Figure 4.2 a)) et de la bainite (Figure 4.2 b)) pour des températures de revenu de 550°C (bleue) et 620°C (noir).

A l'image de l'étude de Seyyed Talebi (2018), le revenu de la martensite se fait en plusieurs étapes. Avant 220°C, la ségrégation et le regroupement du carbone interviennent au niveau des dislocations et des joints de grain. Étant donné que l'échantillon envoyé par Sorel a déjà subi un double revenu, il est fort probable que la densité de dislocation soit très faible, voire nulle, se traduisant par une ségrégation et un regroupement uniquement aux joints de grains. Ensuite, les carbures de transition ($\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ et Fe_2C) précipitent de 220°C à 280°C. Entre 280°C et 350°C, l'austénite résiduelle est censée se décomposer. L'analyse DRE de la Figure 3.10 a), atteste d'un faible pourcentage dans la bainite (environ 3%) donc dans la martensite le taux doit être inférieur, cependant le pic de décomposition à 300°C est présent. Par conséquent, soit il y a de l'austénite résiduelle qui se décompose, soit ce pic correspond à un autre phénomène comme l'adoucissement de la martensite provoqué par la diffusion du carbone. La quatrième partie est associée à la précipitation de la cémentite de 350°C à 410°C. Par la suite, la cémentite se transforme en carbures avec les éléments d'alliage carburigènes qui vont se sphéroïdiser et s'agglomérer. Ces carbures sont responsables du durcissement secondaire. Selon la Figure 4.1, ces carbures sont MC, M_7C_3 et M_{23}C_6 . Généralement, la cémentite se transforme en carbure de chrome et d'après la description de la composition des carbures de la légende (Figure 4.1), seul M_7C_3 contient du chrome néanmoins le M_{23}C_6 est souvent un carbure de chrome et sa quantité est non négligeable donc il sera aussi pris en compte dans les analyses. Le diagramme fournit les phases à une température spécifique et leur fraction molaire, mais la composante temps n'est pas négligeable. Lorsque le revenu passe de 550°C à 620°C la fraction de M_7C_3 est supérieure à celle de M_{23}C_6 . Cependant lors du maintien à ces températures il est envisageable que la fraction de M_7C_3 diminue et que celle du M_{23}C_6 augmente ou se stabilise. C'est ce que le cycle naturel de transformation des carbures est censé faire, car le M_{23}C_6 se forme principalement à partir des M_7C_3 .

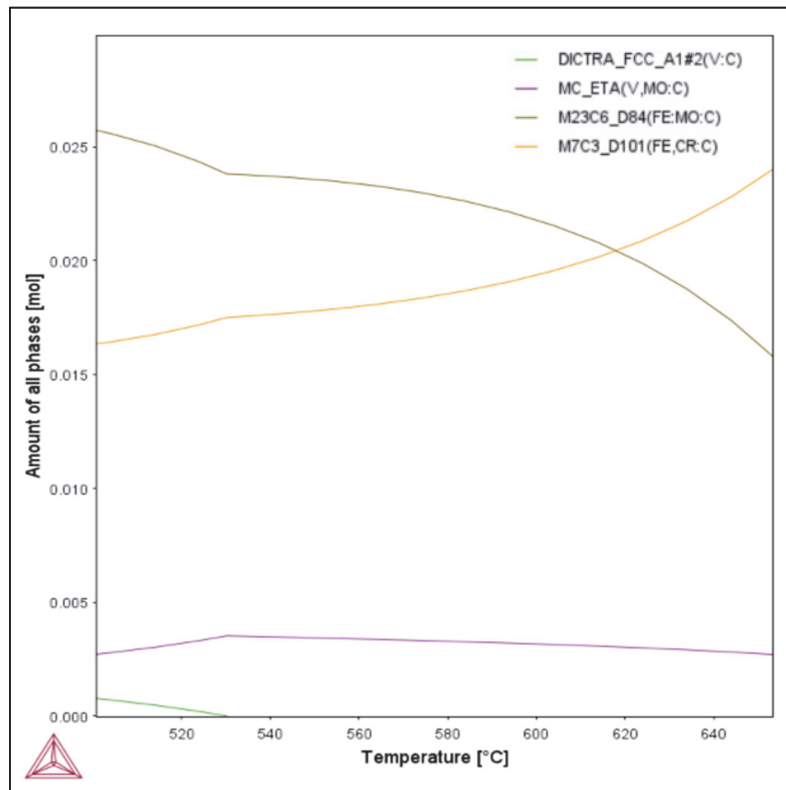


Figure 4.1 Diagramme de phase à l'équilibre pour l'intervalle de température de revenu simuler avec Thermo-Calc

Après 550°C, la courbe noire de la Figure 4.2 a) continue sa croissance ce qui indique que le regroupement et la sphéroïdisation des carbures se poursuivent. Durant le revenu, il est possible d'observer une recristallisation et une croissance des grains à haute température, mais dans le cas du revenu à 620°C il n'y a pas ces phénomènes. La température est encore trop basse pour les activer, il faudrait se rapprocher des 700°C. Cette température est souvent associée à la formation de l'austénite de réversion.

L'impact de la température de revenu sur la martensite ne réside pas dans les mécanismes de précipitation, car le graphique montre que les courbes sont très proches l'une de l'autre durant l'ensemble de la chauffe. La différence entre 550°C et 620°C, se trouve dans l'évolution de la décomposition d'austénite, l'adoucissement de la martensite et le type de carbure. La poursuite de la tendance pour la courbe à 620°C laisse penser qu'à 550°C une transformation

n'est pas complète. Le revenu à 620°C favorise plus une transformation des carbures, potentiellement une mise en avant des $M_{23}C_6$ aux profits des M_7C_3 . De plus l'ensemble des carbures seront plus sphériques et agglomérés.

Le second graphique (Figure 4.2 b)), représente la période de chauffe de la bainite. La littérature met en avant la différence entre les courbes de revenu de la martensite et de bainite. Ici, les courbes bainitiques renforcent les analyses de la microstructure à l'état refroidi après austénitisation du chapitre précédent. Bien que la chauffe de la bainite est censée être exempt de toutes transformations, plusieurs dynamiques sont observables dans ces courbes. La ségrégation et le regroupement du carbone n'interviennent pas, car la bainite ne contient pas un haut pourcentage de carbone contrairement à la martensite. La décomposition de l'austénite prend place en se modélisant par le pics à 325°C (étape 1). La microstructure bainitique après un refroidissement à 0.05°C/s ne contient que 3% d'austénite résiduelle et l'DRE a révélé que des blocs de M/A sont aux joints de grain donc ces blocs subissent le même type de décomposition que l'austénite. Quiao et al (2019) rapportent que les M/A se transforment en carbure au cours du revenu, comme l'austénite. Après le pic, une petite contraction survient vers 385°C. Théoriquement il ne devrait pas y avoir de précipitation durant le revenu, mais il reste possible que dans certaines zones bainitiques le %C soit plus élevé et amène une précipitation d'un faible taux de cémentite. Cette précipitation doit être rendue possible à cause du temps d'austénitisation de 15 minutes trop court pour une distribution homogène du carbone. La microstructure avant revenu comportait déjà des carbures, mais l'intervalle où survient cette contraction est identique à celui de la martensite. Ensuite la dynamique est la même que pour la martensite, durant la troisième étape la cémentite évolue en carbures M_7C_3 et $M_{23}C_6$, et ils vont s'agglomérer et se sphéroïdiser.

Sur les deux graphiques, une courbe présente une variation inattendue entre 25°C et 100°C. Ceci ne s'explique pas par un phénomène métallurgique, mais par l'acquisition des valeurs du dilatomètre. Lors du traitement thermique le passage d'un refroidissement à une chauffe induit un passage de l'injection d'He ou Ar à l'initiation de la mise sous vide. Une partie de la chauffe se fait donc pendant que le dilatomètre augmente le niveau de vide, ce qui peut occasionner du « bruit » dans les valeurs.

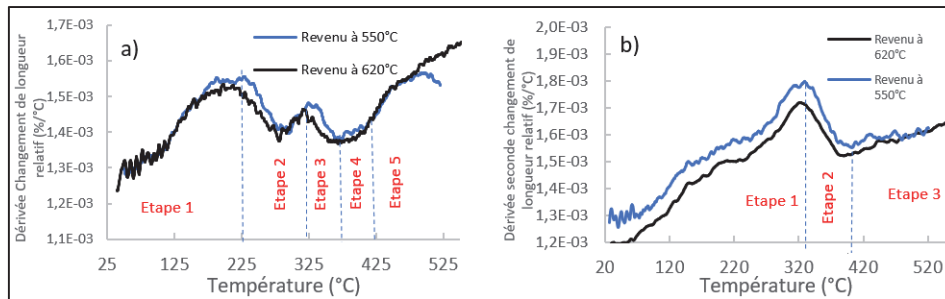


Figure 4.2 Courbes dilatométriques de la chauffe à 0.2°C/s du revenu à 550°C et 620°C de a) la martensite et b) la bainite après austénitisation à 900°C

La dernière partie du revenu, le refroidissement à 1°C/s, peut donner des indications sur les transformations de la microstructure pendant la chauffe et le maintien. Les courbes de la martensite ne présentent pas de différences pendant le refroidissement, car la microstructure initiale est composée de martensite et de carbures sans aucune ou peu d'austénite résiduelle. Par déduction la microstructure, à la fin du maintien à la température, ne présente aucune phase susceptible de se transformer pendant le refroidissement, à l'image de l'austénite. Les refroidissements après le revenu de la bainite affichent les mêmes transformations, mais à 550°C les contractions interviennent plus tard qu'à 620°C. Les contractions à 300°C pour la courbe bleue et 425°C pour la courbe noire seraient une précipitation de carbure ou un effet machine. Les courbes du changement de longueur (Figure 4.3 a)) fournissent des informations sur la pertinence de transformation. Si la déviation de la courbe Figure 4.3 a), n'est pas visible alors la variation sur la courbe dérivée, Figure 4.3 b) est possiblement une conséquence d'un phénomène machine. La plus importante des variations correspond à une transformation martensitique, en vue des températures de transformation. Pour le revenu à 550°C il est normal que cette contraction entre 200°C et 50°C soit plus importante que pour le revenu à 620°C, car la décomposition des blocs de M/A est plus avancée à haute température. L'hypothèse ici serait que les blocs de M/A avant le revenu se transforment en martensite durant le refroidissement lorsque leur décomposition en carbure est incomplète pendant la chauffe et le maintien. Étant donné que les deux courbes ont cette transformation, la décomposition est aussi incomplète à 620°C. Ces courbes révèlent les phénomènes de décomposition direct et indirect mise en avant par Sourmail et al (2021). La décomposition directe est celle intervenant pendant la chauffe et le maintien à l'image de la transformation d'une austénite résiduelle en carbure. La décomposition indirecte est celle qui prend place

lorsque la décomposition directe est incomplète, le plus souvent il y a formation d'une nouvelle martensite.

Le décalage dans les deux graphiques entre les courbes à 550°C et 620°C sont la conséquence de l'augmentation de la température de revenu. Lorsque les carbures de chrome précipitent, il y a un appauvrissement en carbone de la matrice et des autres phases composant la microstructure. Certaines de ces phases peuvent devenir instable et se transformer durant le refroidissement. L'augmentation de la température vient accentuer la diffusion et donc cet appauvrissement, le mécanisme s'accélère et la transformation intervient plus tôt.

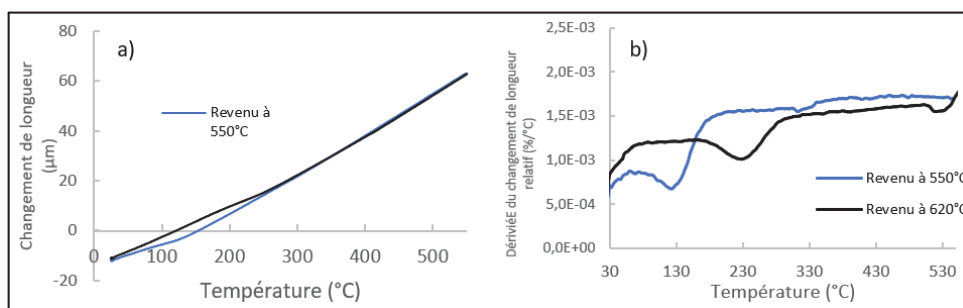


Figure 4.3 Courbe dilatométrique du refroidissement à 1°C/s de la bainite après un revenu à 550°C et 620°C a) Changement de longueur en fonction de la température b) Dérivé du changement de longueur relatif en fonction de la température

4.3.2 Évolution de la microstructure

4.3.2.1 Microstructure initiale : martensite

Les microstructures de la martensite avant et après revenu à 550°C ainsi que 620°C sont comparés dans cette partie afin de conclure sur l'influence de la température. A l'état refroidi après austénitisation (Figure 4.4 a)) il est facile d'identifier les lattes de martensites et l'austénite primaire dont elles sont issues. Au sein d'un même grain, les lattes ont la même orientation, ce qui est caractéristique de la martensite. Les lattes sont composées de précipités en lamelles orientés dans deux directions (Figure 4.4 b) et c)) : dans le sens de la latte et d'un angle allant de 30° à 50° avec le sens de la latte. Ces précipités sont

probablement de la cémentite formée à cause de l'auto-revenu pendant le refroidissement depuis la température d'austénitisation. Seyyed Talebi (2018) indique observer des précipités identiques à l'intérieur des lattes de bainite inférieure accompagnée d'une analyse DRX identifiant la cémentite qui se transformera durant le revenu en M_7C_3 . En revanche, les joints de grain ne contiennent pas de précipités.

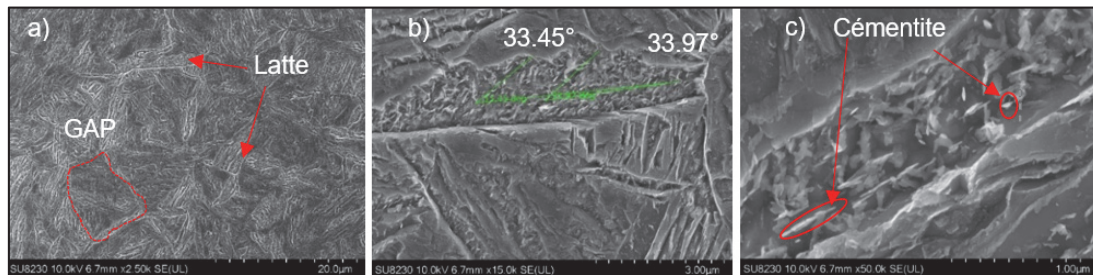


Figure 4.4 Observation au MEB de la microstructure martensitique avant le revenu obtenue après une austénitisation à 900°C et un refroidissement à 5°C/s

En faisant le revenu à 550°C (Figure 4.5 a)), les lattes de martensites deviennent plus hexagonales grâce à une croissance multidirectionnelle, mais la taille moyenne des grains reste proche des 20 µm. En plus des carbures présents avant le revenu, ce traitement apporte une précipitation aux joints de grains et entre les lattes sous forme de lamelles allongées (Figure 4.5 b)). À l'intérieur des grains et des lattes deux types de carbures coexistent, les carbures issus de la transformation de la cémentite de l'état initial, globulaire, et les carbures de la précipitation durant le revenu, sous forme de lamelle. La Figure 4.5 d) souligne une concentration en carbone élevée entre ces grains, ce qui témoigne d'une formation de carbure durant le revenu.

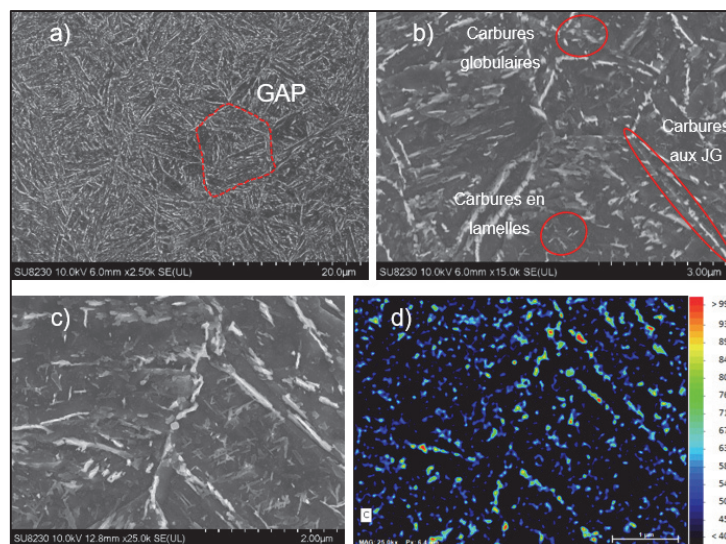


Figure 4.5 Observation au MEB de la microstructure martensitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 0.2°C/s et un refroidissement à 1°C/s a) - c) en mode imagerie et d) en mode EDX avec la répartition du carbone de c)

Ce traitement amène une évolution de la cémentite en M_7C_3 à l'intérieur des grains et une précipitation aux joints de grains de $M_{23}C_6$ avec une plus grande fraction. La taille de grain étant petite, il y a une surface importante de joints qui sont des sites préférentiels de nucléation des carbures. Ainsi la température de 550°C n'apporte pas l'énergie suffisante pour déplacer ces éléments dans le grain. La diffusion pendant le revenu déclenche le mouvement du carbone et des éléments d'alliage de la cémentite vers les interfaces, c'est-à-dire, les joints de grain. En plus d'être un site de nucléation ils ont aussi une barrière à la diffusion intra et inter grain, donc les éléments vont s'accumuler dans cette zone favorisant la formation de carbure. Le chrome et le carbone étant les éléments les plus rapides à diffuser, les précipités qui s'y forment sont le plus souvent des carbures de chrome. La simulation à l'aide de Thermo-Calc confirme cette hypothèse, Tableau 4.1, elles donnent la composition des phases formées à 550°C et les carbures en question contiennent une quantité importante de Cr.

Tableau 4.1 Composition des phases présentent pendant le revenu à 550°C simuler avec DICTRA

BCC_A2#1	%m _e	M23C6_D84#1	%m _e	M7C3_D101#1	%m _e	MC_ET#1	%m _e
Component		Component		Component		Component	
Fe	97,351	Fe	51,949	Cr	37,093	Cr	37,093
Mn	0,987	Cr	25,220	Fe	36,458	Fe	36,458
Ni	0,718	Mo	14,985	Mn	9,835	Mn	9,835
Cr	0,477	C	5,080	C	8,490	C	8,490
Si	0,363	Mn	2,388	Mo	6,007	Mo	6,007
Mo	0,081	Ni	0,368	V	2,069	V	2,069
Al	0,016	V	0,010	Ni	0,048	Ni	0,048
V	0,005	Al	0,000	Si	0,000	Si	0,000
C	0,002	Si	0,000	Al	0,000	Al	0,000
Volume Fraction	96,245	Volume Fraction	1,776	Volume Fraction	1,681	Volume Fraction	0,298

Lorsque la température passe à 620°C, les lattes de martensite sont beaucoup plus difficiles à distinguer (Figure 4.6a)). La microstructure est plus homogène, les précipités aux joints de grain moins présent et la précipitation à l'intérieur des grains est plus importants. Là où à 550°C il y a avait une précipitation sous forme de film, à 620°C la morphologie évolue en particules plus globulaires (Figure 4.6 b)). Comme à 550°C, la concentration en carbone dans ces zones est plus élevée, un indicateur compris entre 69 et 100 selon l'échelle de la Figure 4.6 d), correspondant à la zone du carbure. La matrice a elle des couleurs plus froides illustrant un indicateur inférieur à 50, donc une concentration en carbone moindre. D'un point de vue mécanisme, la formation des carbures suit la même logique, la cémentite se transforme en M_7C_3 qui ensuite se transforme en $M_{23}C_6$. Les M_7C_3 ont tendance à se former dans le grain et les $M_{23}C_6$ nucléés aux joints de grain sous forme de petites particules d'une centaine de nm maximum. Le passage à 620°C favorise l'agglomération et la sphéroïdisation des carbures M_7C_3 et $M_{23}C_6$ avec probablement une diminution de la fraction volumique des $M_{23}C_6$, Figure 4.1. L'évolution de ces carbures est très rapide, car ils sont souvent des carbures de chrome et c'est un élément d'alliage avec un bon coefficient de diffusion. Les carbures MC qui sont généralement plus petits, quelques nm, doivent être présents dans la microstructure, mais vont être plus difficiles à détecter. Ils se trouvent dans le grain et y reste après le revenu, car ils se composent de vanadium un élément coefficient de diffusion très bas.

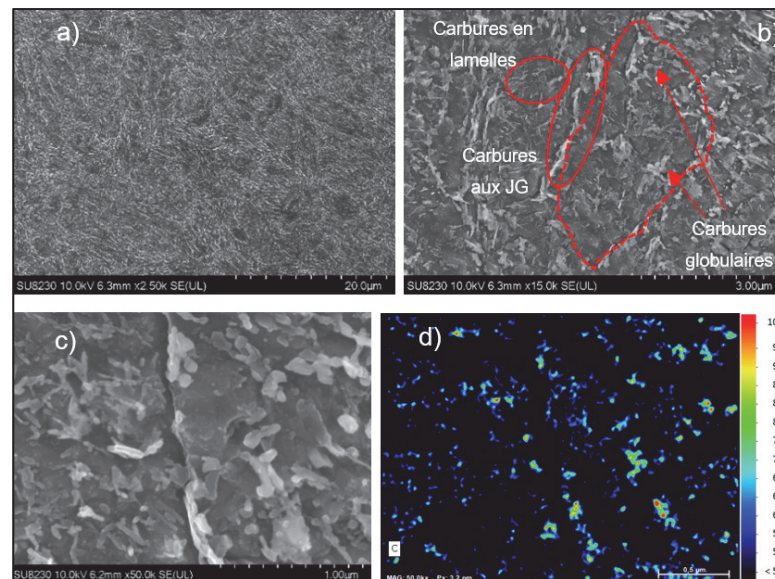


Figure 4.6 Observation au MEB de la microstructure martensitique après le revenu à 620°C avec une chauffe à 0.2°C/s et un refroidissement à 1°C/s a) - c) en mode imagerie et d) en mode EDX avec la répartition du carbone de c)

La Figure 4.7 illustre le mécanisme d'évolution des carbures à travers les différents revenus. Cette schématisation s'appuie sur les analyses précédentes et les informations issues de la revue de littérature. Avant revenu, la martensite est en latte avec les carbures M_3C puis avec le revenu à 550°C une précipitation se forme aux JG ($M_{23}C_6$) et dans les grains (M_7C_3) accompagnée d'une transformation des carbures existant. L'augmentation à 620°C apporte une réduction des carbures aux JG ainsi qu'une agglomération et une sphéroïdisation de l'ensemble des carbures. De plus, le revenu apporte un élargissement des lattes dans le sens transversal.

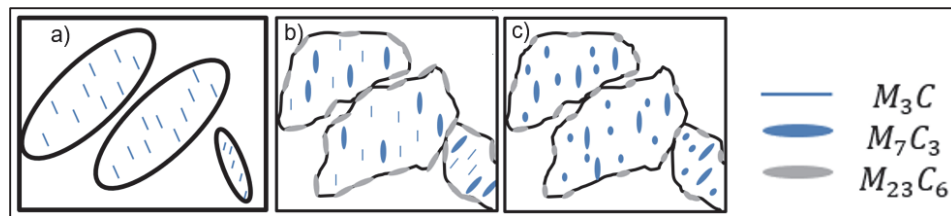


Figure 4.7 Schématisation du mécanisme d'évolution des carbures M_3C , M_7C_3 et $M_{23}C_6$ a) avant revenu b) revenu à 550°C c) revenu à 620°C

4.3.2.2 Microstructure initiale : bainite

La bainite après le refroidissement de l'austénitisation a une microstructure granulaire avec une taille de grains de 20 à 35 μm (Figure 4.8 a)). Grâce au SU8230 il est possible de distinguer que les blocs, situés aux joints de grain de la Figure 4.8 c), contiennent des particules et une texture clairement opposée aux caractéristiques de l'austénite résiduelle d'une microstructure bainitique, telle qu'évoqué dans la revue de littérature. Le recoupement de ces microstructures avec les analyses DRE supporte la piste des îlots de M/A mesurant quelques microns. La bainite contient des précipités en fines lamelles pouvant être de la cémentite formée pendant le refroidissement.

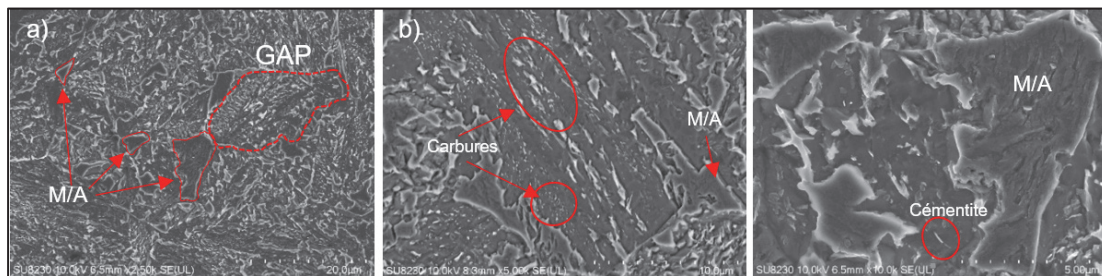


Figure 4.8 Observation au MEB de la microstructure bainitique avant le revenu obtenue après une austénitisation à 900°C et un refroidissement à 0.05°C/s

Aucune croissance de grain notable n'est attendue pour les deux températures de revenu étudiées. Cela est rendu impossible car les précipités vont agir comme des freins au déplacement de ces joints et qu'il n'y a pas de complète dissolution des carbures pendant le revenu. La présence de blocs de M/A aux joints de grain doit jouer le même rôle que ces précipités. Les grains d'austénite primaire après le revenu sont toujours identifiables grâce à la précipitation et la décomposition des blocs aux JG. Cependant cette décomposition est incomplète, à l'image des Figure 4.9 c) et d). Ils se transforment en carbure de chrome, selon les Figure 4.9 e) et f), les concentrations en C et Cr sont plus importantes. La partie non transformée de ces îlots (M/A) comporte une plus faible concentration pour ces éléments ce qui pourrait justifier leur absence de transformation. Ceci s'expliquerait par une diffusion non uniforme des éléments d'alliage laissant une stabilité à certains blocs empêchant leur transformation. C'est pendant le refroidissement après le maintien de 30 minutes que les parties non transformées deviennent complètement martensitique.

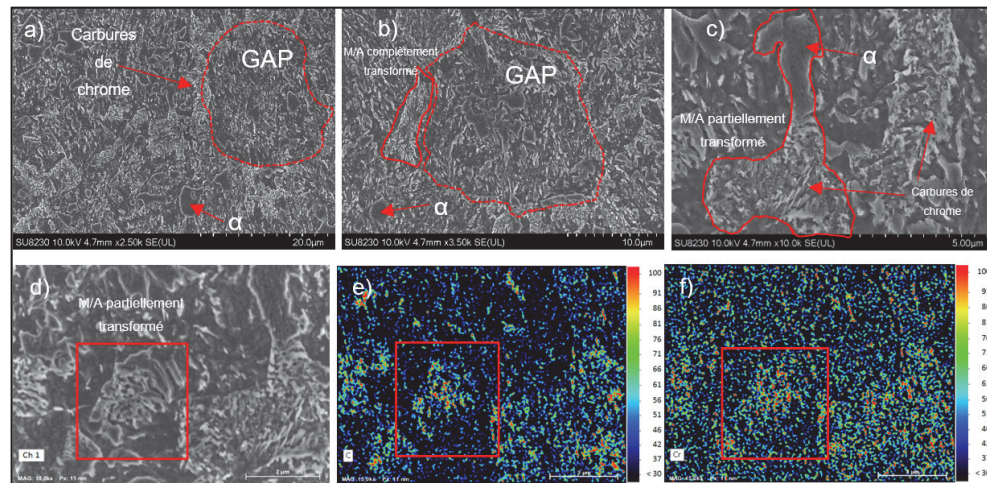


Figure 4.9 Observation au MEB de la microstructure bainitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 0.2°C/s et un refroidissement à 1°C/s
a) - d) en mode imagerie avec α la martensite et e) - f) en mode EDX avec la répartition du carbone et du chrome de d)

La simulation du revenu à 550°C de la Figure 4.10, témoigne de l'évolution d'un carbure M_7C_3 de 100 nm dans la bainite de 20 μm . Dans la première minute du revenu, le carbure atteint sa taille maximale donc il sera stabilisé et n'évoluera plus dans ce système fermé. La bainite suit l'évolution inverse et voit sa taille réduite d'environ 0,7 nm. Cette courbe génère une idée de la croissance du carbure lorsqu'il est seul, mais les microstructures, ci-dessus, comportent plusieurs carbures qui se forment dans une même bainite. L'impact des carbures les uns par rapport aux autres est capital, car lors du maintien les plus gros carbures vont croître aux dépens des plus petits. Dans la situation réelle, le carbure aurait une croissance tout au long du maintien à 550°C.

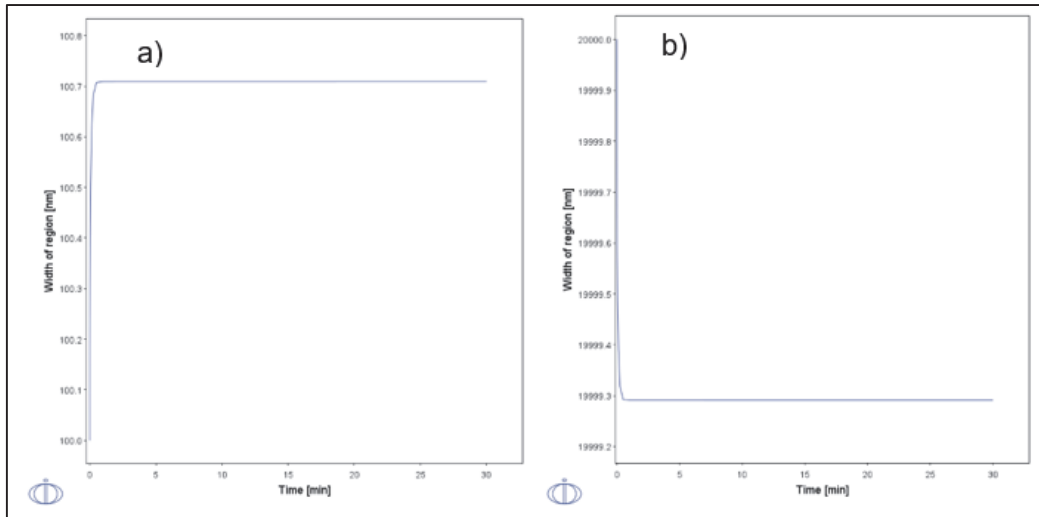


Figure 4.10 Simulation avec DICTRA du revenu à 550°C pendant 30 minutes d'une microstructure bainitique (20 μm) avec un carbure de M_7C_3 (100 nm) a) Taille de M_7C_3 et b) Taille de la bainite en fonction du temps

Le passage à 620°C cause des changements de microstructure légèrement différents de l'autre revenu. Les grains d'austénite primaire sont toujours identifiables, mais la morphologie de la précipitation est modifiée. La décomposition des blocs de M/A se fait également à cette température, mais la quantité transformée est plus importante. Cette décomposition est toujours incomplète et les parties restantes deviennent de la martensite pendant le refroidissement comme sur la Figure 4.11 c). La comparaison entre les deux microstructures Figure 4.10 b) et Figure 4.9 b) met en évidence que les blocs non transformés ont une taille inférieure à 620°C. En somme la fraction globale des blocs de M/A diminuent pour une température plus haute ainsi limite les hétérogénéités. Pour les deux revenus, la transformation martensitique rejoint les interprétations des courbes dilatométriques des refroidissements (Figure 4.3).

L'observation des joints de grains dans ces deux microstructures révèle un autre phénomène de diffusion. A 550°C, les M/A vont se décomposer en carbure qui restent dans la même zone après leur formation. Toutefois, à 620°C une fois que le bloc de M/A est décomposé les carbures vont se transformer au niveau des joints de grain. Là où il y avait une zone large de 1 μm à 550°C (Figure 4.9 b)), il y a maintenant zone plus fine à 620°C (Figure 4.11 a)). En plus, de favoriser le déplacement aux joints de grain, une température plus haute favorise de

déplacement dans les grains, car il y a plus de carbures à l'intérieur des grains à 620°C. Par rapport à l'état initial, ces carbures sont plus globulaires à cause de la dernière étape de la chauffe et le maintien du revenu qui aide la sphéroïdisation. Le mécanisme d'évolution des carbures pour la bainite est similaire à celui avancé à la Figure 4.7, mais la précipitation durant le revenu étant moins marquée, la variation de carbures d'un revenu à l'autre est plus discrète.

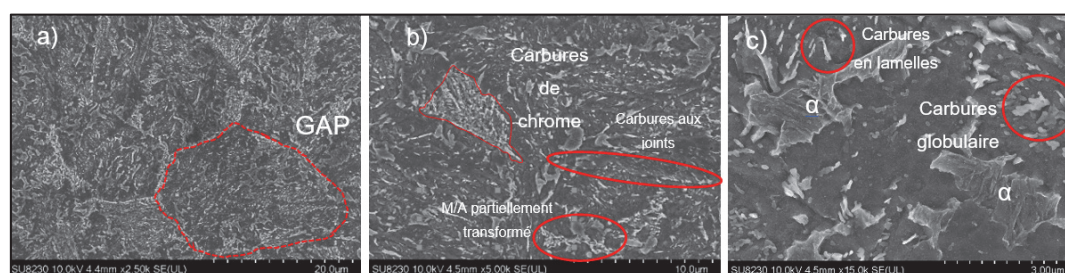


Figure 4.11 Observation au MEB de la microstructure bainitique après le revenu à 620°C avec une chauffe à 0.2°C/s et un refroidissement à 1°C/s

Une étude DRE sur l'échantillon revenu à 620°C facilite la compréhension du comportement des M/A et confirme les analyses précédentes. Cet échantillon a subi le processus de préparation pour l'analyse DRE (SU8230) avant de capturer l'image Figure 4.12 a). Ensuite un polissage léger à l'aide du disque de 1 µm est effectué sans la solution diamantée afin d'enlever la couche protectrice créée par le bombardement ionique. Puis l'attaque au nital de 15 secondes est appliquée afin de pouvoir visualiser la microstructure Figure 4.12 b). Les Figure 4.12 a) et b) sont réalisées à la même localisation pour l'identification des zones caractéristiques de la microstructure. Les zones noires dans la Figure 4.12 a) sont composées de deux phases différentes. Il y a l'ancien bloc de M/A qui se transforme en carbures de chromes pendant la chauffe et le maintien à 620°C, Figure 4.12 f), g) et h). Ensuite, il y a la seconde partie qui se transforme en martensite pendant le refroidissement du revenu. La différenciation de ces deux parties se fait avec l'observation au MEB de la Figure 4.12 b). Les données de l'DRE révèlent donc 96.7% de CC et 1.36% de CFC donc les 1,94% restant correspondent aux carbures. Comparément à l'DRE avant revenu Figure 3.10, si on considère que le pourcentage de bainite est toujours à 88,7%, la mesure des zones martensitiques à l'aide de MIP4 permet d'évaluer à 5,71% de transformation pendant le revenu. Dans la Figure 4.12 a), la martensite est associée aux zones les plus noires et les zones noires présentant des nuances évidentes de gris sont les carbures de chromes. Par la suite, la décomposition

de l'austénite est évaluée à 2,39% (3,75% - 1,36%) donc le pourcentage de carbures transformés s'élève à 2,96% pour ce traitement. La Figure 4.12 c) montre la bainite avec des particules en lamelles ainsi que de la martensite aux interfaces transformée pendant le refroidissement. Sur la Figure 4.12 a) cette martensite apparaît bien en noire dans la zone 1. La Figure 4.12 d) est un élément trop gros pour être un seul bloc de M/A décomposé. Il est possible que cette zone soit une bainite qui était entourée de plusieurs blocs de M/A, avant le revenu, et qui se sont décomposés par la suite. Dans la zone 2 de la Figure 4.12 a) ce bloc n'apparaît pas en noir. En définitive, les carbures de chrome issus de cette transformation se sont déplacés à l'intérieur de la bainite. La Figure 4.12 e) affiche deux blocs de martensite avec des carbures en lamelles aux alentours, elles sont également en noires dans la zone 3 de la Figure 4.12 a). La Figure 4.12 f) affiche deux blocs de martensite avec des carbures en lamelles aux alentours, elles sont également en noires dans la zone 3 de la Figure 4.12 a).

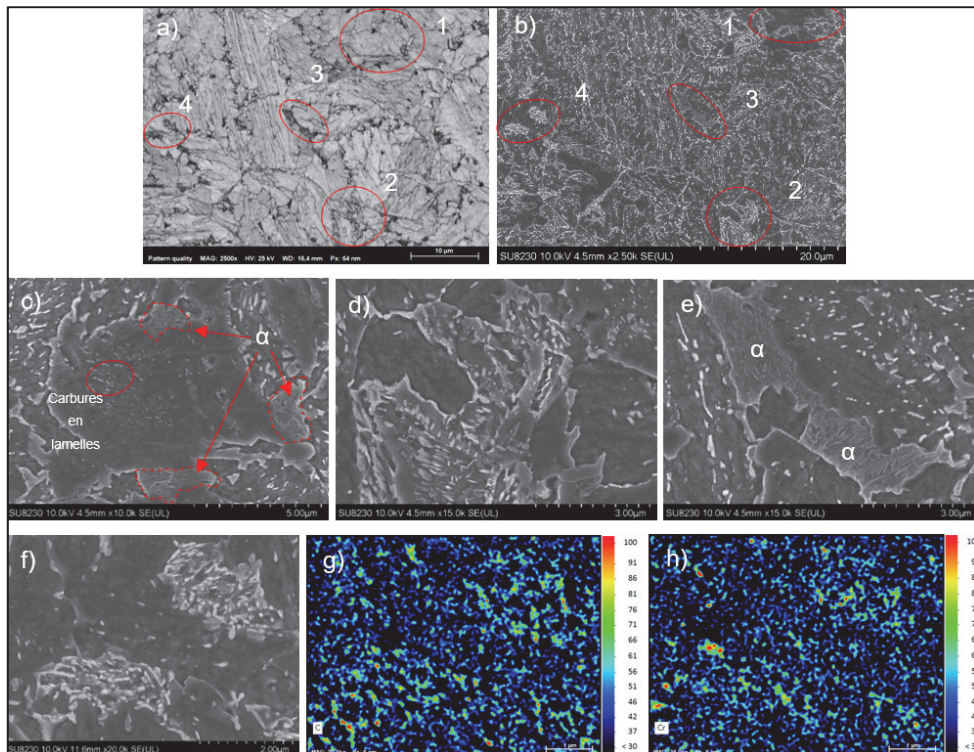


Figure 4.12 Analyse DRE et EDX de la microstructure revenu à 620°C pendant 30min a) Image DRE b) Observation au MEB de la microstructure de a), c) - f) Microstructures correspondant aux différentes zones de a) et b), g) et h) concentration en carbone et en chrome f)

La Figure 4.13 résume l'évolution des blocs de M/A dans la microstructure bainitique au cours du revenu. Avant revenu la bainite comporte de l'austénite résiduelle et des blocs de M/A aux

JG. Le revenu permet de décomposer ces deux phases secondaires en carbures. Lorsque la décomposition des M/A est incomplète il y a une transformation du reste en martensite fraîche. L'augmentation de la température pousse à une décomposition plus avancée donc un pourcentage plus faible martensite et plus fort en carbures à la fin du traitement thermique.

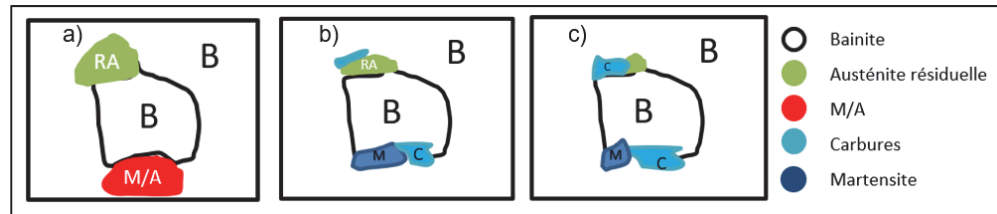


Figure 4.13 Schématisation du mécanisme de décomposition/transformation des blocs de M/A a) avant revenu b) revenu à 550°C et c) revenu à 620°C

Si le temps à 620°C est augmenté alors la décomposition de ces blocs pourrait être totale ainsi aucune transformation n'aurait lieu pendant le refroidissement. De manière à démontrer cela le revenu à 620°C est simulé avec un système contenant de la bainite et de l'austénite d'une taille de 20 μm et 3 μm respectivement. La Figure 4.14 soutient cette conjecture, car avec le temps la phase CFC se décompose continuellement jusqu'à diminuer en dessous de 5%. Étant donné que les blocs de M/A ont la même dynamique de transformation pendant le revenu que l'austénite il est probable d'atteindre un pourcentage similaire. En revanche, la décomposition semble toujours incomplète au bout de 44h donc une température supérieure à 620°C est nécessaire pour décomposer à 100% dans un temps acceptable.

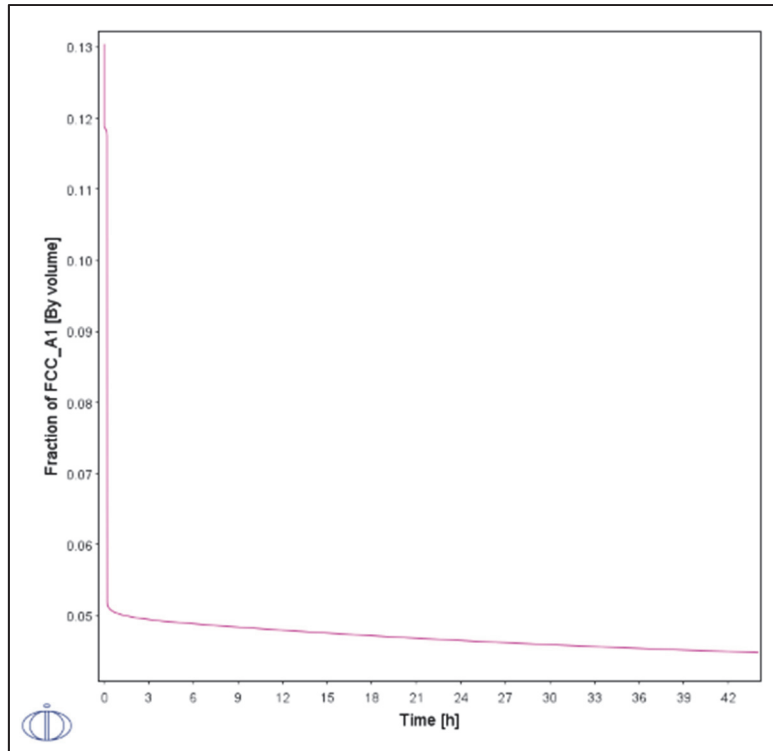


Figure 4.14 Évolution de la fraction volumique de l'austénite résiduelle durant le revenu à 620°C simulé avec DICTRA

Une seconde simulation du revenu à 620°C a été effectuée dans le but de connaître l'évolution du carbure M_7C_3 et de le comparer au revenu à 550°C. Dans la Figure 4.15, il y a une diminution de la taille du carbure avec le temps. Durant la première minute il y a une petite diminution de 0,008nm et ensuite la décroissance est moins rapide les 10h suivantes. Comme pour la simulation à 550°C la bainite suit l'évolution inverse du carbure. Cette courbe indique que l'augmentation de la température à 620°C pousse le carbure à se dissoudre contrairement à la croissance qui se manifeste à 550°C. Au final, les carbures présents à l'intérieur des grains à 620°C sur la Figure 4.11, seraient issus de la cémentite présente avant le revenu, mais également de la décomposition des blocs de M/A. Une nouvelle fois l'augmentation de la température permet aux éléments des joints de se déplacer dans le grain.

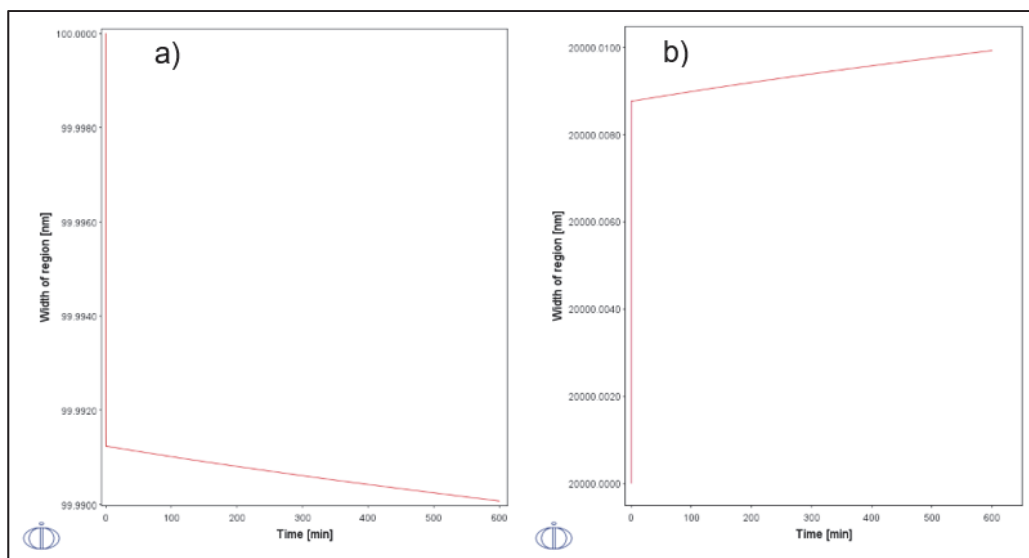


Figure 4.15 Simulation avec DICTRA du revenu à 620°C pendant 10h d'une microstructure bainitique (20 μm) avec un carbure de M_7C_3 (100 nm) a) Taille de M_7C_3 et b) Taille de la bainite en fonction du temps

4.3.3 Évolution de la dureté

Le graphique de la Figure 4.16 affiche la dureté des échantillons dilatométriques après leur traitement en fonction de la température de revenu. La martensite avant le revenu est censée être à son maximum de dureté, car cette transformation displacive provoque une déformation par cisaillement du réseau et contient un pourcentage élevé de carbone. L'alliage étudié ne fait pas d'exception à cette règle, car après l'austénitisation, avec un refroidissement à 5°C/s, la dureté est à 505 HV (valeurs à 0°C sur la Figure 4.16). Le revenu de la martensite diminue la dureté avec 413 et 381 HV, à 550°C et 620°C respectivement. C'est le phénomène d'adoucissement, résultat de la diffusion du carbone et des éléments d'alliage des lattes. La réduction de la dureté s'explique également avec l'équiaxialisation des grains, la sphéroïdisation et la dissolution de certains carbures. La dureté globale d'un acier dépend bien évidemment des précipités obtenus lors du traitement, mais le facteur principal jouant sur cette dureté est la matrice. Si la matrice est martensitique l'adoucissement des lattes engendrera une diminution de la dureté moyenne de la microstructure. D'après Berns (1998) et Buytoz (2006), la dureté du M_7C_3 est comprise entre 1050 et 1500 HV alors que le M_{23}C_6 semble avoir une dureté plus basse entre 900 et 1400 HV. Cet aspect peut accentuer la

différence entre les deux températures de revenu. D'un côté à 550°C il y a la promotion des carbures $M_{23}C_6$ au profit des M_7C_3 avec en parallèle la diffusion du carbone amenant la diminution de la dureté. D'un autre côté à 620°C, la transformation entre les carbures se poursuit et la sphéroïdisation est plus active ce qui diminue beaucoup plus la dureté.

Habituellement le revenu de la martensite voit sa dureté dans un premier temps diminuer à cause de la précipitation de la cémentite puis augmenter avec le durcissement secondaire. Ce durcissement est dû à la transformation de la cémentite en carbure composé de Mo, V et/ou Cr. La courbe Figure 4.16 ne présente pas d'augmentation, car le durcissement secondaire doit avoir lieu avant 550°C. Il faudrait faire des tests dilatométriques supplémentaires pour confirmer cette théorie. La dynamique de la dureté pour la bainite est différente. Avant le revenu la bainite affiche une dureté de 370 HV. Dans un premier temps, le revenu à 550°C augmente la dureté à 389 HV, traduisant le durcissement secondaire. Il peut aussi prendre place dans la bainite car elle peut contenir avant revenu de la cémentite. La littérature a montré que la température avait plus d'influence sur l'accélération de la diffusion pendant le revenu donc au lieu d'avoir un durcissement secondaire qui arrive plus tard dans le temps, il arrive plus tôt à cause d'une plus haute température. Par la suite, la courbe diminue à 373 HV lorsque le revenu est à 620°C, car les carbures M_7C_3 et $M_{23}C_6$ vont soit en partie se dissoudre soit s'agglomérer et se sphéroïdiser. Kleem-Toole (2019) constate également cette seconde phase de diminution de la dureté de la bainite pour un revenu à 650°C. Il attribue cela principalement à l'augmentation de la fraction de précipité et une mobilité plus importante des dislocations. Il mentionne que les éléments responsables de la précipitation ont une mobilité accrue à plus haute température. Son pic de dureté se trouve à 600°C car c'est à cette température que l'équilibre entre la précipitation et le déplacement des dislocation se fait, favorisant le durcissement secondaire.

L'écart de dureté entre ces deux microstructures rejoint également l'évolution des blocs de M/A. Si à 550°C la décomposition des blocs est moins importante qu'à 620°C, alors le pourcentage de martensite formée pendant le refroidissement est plus grand, donc la dureté augmente, car la martensite est la phase la plus dure. Seulement d'un point de vue polissabilité, le pourcentage plus élevé de martensite dans la microstructure finale est nuisible, car il y aura une hétérogénéité de la dureté diminuant l'état de surface.

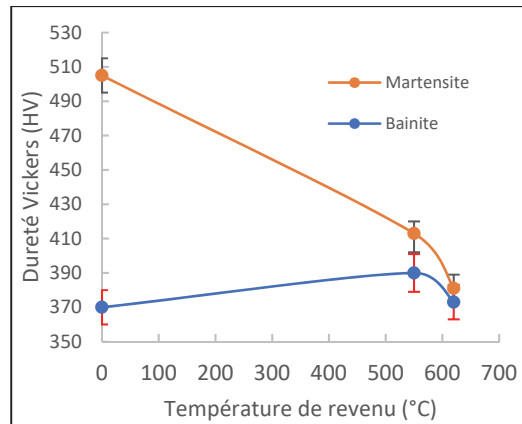


Figure 4.16 Évolution de la dureté de la martensite et de la bainite après un revenu à 550°C et 620°C avec une chauffe à 0.2°C/s et un refroidissement à 1°C/s

4.4 Conclusion

À travers ce chapitre l'influence de la température a été mise en avant en évoquant son effet sur les précipités, la décomposition et la morphologie de la bainite et de la martensite.

La phase de chauffe de la martensite se divise en plusieurs étapes. Premièrement, il y a la ségrégation et regroupement du carbone à 220°C qui est suivi par la précipitation des carbures de transition entre 220°C et 280°C. Ensuite la décomposition de l'austénite résiduelle et/ou adoucissement de la martensite se fait de 280°C et 350°C. La précipitation de la cémentite débute 350°C et se termine 410°C, pour se transformer en carbure avec éléments d'alliage au-dessus de 410°C accompagnés d'une sphéroïdisation et d'une agglomération une fois formée.

La dureté pour la martensite est à 413 HV après le revenu 550°C et à 381 HV pour 620°C. Le revenu de la martensite provoque une diffusion du carbone hors des lattes ce qui diminue la dureté. Une augmentation de la température ne fait qu'accentuer la diffusion. Il y a une équiaxialisation des lattes de martensite pour les deux températures. Lorsqu'il est à 550°C, il favorise la formation de carbures aux joints de grain ($M_{23}C_6$) sous forme de film avec également de carbure à l'intérieur des grains sous forme lamellaire et globulaire (MC et M_7C_3). Le carbure MC est généralement un carbure de vanadium et M_7C_3 , $M_{23}C_6$ souvent des

carbures de chrome, ce qui a été confirmé par la simulation Thermo-Calc. La température de revenu impact principalement l'évolution des précipités formés pendant la chauffe. Le maintien à une température de 620°C favorise la dissolution des M_7C_3 et le déplacement des $M_{23}C_6$ à travers le grain. Contrairement à 550°C qui fait croître les M_7C_3 . La concentration en carbure à l'intérieur des grains est augmentée à plus haute température. La morphologie des carbures est plus globulaire à cause de leur agglomération et sphéroïdisation plus accentuée.

La bainite se divise également en plusieurs étapes. La décomposition des blocs de M/A aux joints de grain intervient jusqu'à 325°C. Ensuite, une précipitation de cémentite se produit vers 385°C, car certaines zones de la bainite doivent contenir un pourcentage de carbone assez élevé pour déclencher ce mécanisme. Puis cette cémentite se transforme en carbures qui vont par la suite s'agglomérer et se sphéroïdiser.

La dureté de la bainite est à 389 HV pour 550°C et 373 HV pour 620°C. L'augmentation de la dureté avec le revenu provient du durcissement secondaire et l'augmentation de la température amène plus de diffusion donc une réduction de l'effet de ce durcissement.

Le revenu à 550°C permet aux blocs de M/A de se décomposer en carbures de chrome, mais ils restent dans la zone du bloc dont ils sont issus. Contrairement à 620°C, où ils vont se répartir aux joints de grains et dans le grain. Pour la plus haute température de revenu la microstructure finale est composée de 88.7% de bainite, 2.94% de martensite, 1.36% d'austénite résiduelle et 7% de carbure.

Le refroidissement de la bainite après le revenu pour 550°C et 620°C démontre une transformation martensitique. A 550°C, la transformation débute à 200°C et finit à 50°C alors qu'à 620°C elle a lieu entre 280°C et 180°C. Ceci découle de la décomposition plus avancée à 620°C des blocs de M/A diminuant la partie non décomposée et donc la transformation martensitique. Mais cela indique aussi que la décomposition est incomplète à 620°C et 550°C. L'augmentation de la température favorise la diffusion, d'où l'appauvrissement en carbone et en éléments d'alliage au niveau des blocs de M/A. Cet appauvrissement réduit leur stabilité et leur température de transformation en martensite pendant le refroidissement est augmentée. La martensite transformée a une taille plus importante à 550°C qu'à 620°C.

CHAPITRE 5 INFLUENCE DE LA VITESSE DE CHAUFFE PENDANT LE REVENU SUR LA MICROSTRUCTURE

5.1 Introduction

Le chapitre précédent traitait de l'impact de la température sur la microstructure, mais il a été constaté que la température n'est pas le paramètre modifiant les différentes étapes du revenu, plus particulièrement les précipitations et les transformations de carbures. Le paramètre jouant sur ces étapes est la vitesse de chauffe, car en chauffant, les phénomènes métallurgiques entre la température ambiante et celle de revenu auront plus ou moins le temps de se développer. Une comparaison entre les vitesses de chauffe permet aussi de venir confirmer les hypothèses sur l'évolution de la microstructure au cours du revenu. La compréhension de la dépendance entre la microstructure et la vitesse permet, du point de vue industriel, d'ajuster la chauffe pour gagner du temps au cours de l'ensemble du procédé thermique. Si une augmentation ne change pas drastiquement la microstructure ou si une diminution de la vitesse permet de diminuer le temps de maintien, il est préférable d'optimiser le revenu afin réduire les coûts de production. Lors de l'analyse des résultats, il faut garder en tête l'objectif d'application du matériau : un acier à moule demandant un excellent état de surface soit une bonne polissabilité. Il faudra donc aboutir à une microstructure la plus homogène possible avec une dureté maximale.

5.2 Méthodes expérimentales

Une fois de plus le dilatomètre TA DIL 805 A/D est l'outil choisi pour émettre les premières hypothèses sur les disparités de mécanismes en fonction de la vitesse de chauffe. Les échantillons de 4*10mm sont chauffés à 5°C/s jusqu'à température d'austénitisation 900°C puis maintenu pendant 15 min et refroidis en fonction de la microstructure souhaitée : 5°C/s pour la martensite et 0.05°C/s pour la bainite. À partir de la température ambiante l'échantillon est chauffé soit à 0.2°C/s soit à 5°C/s. La première vitesse est choisie par rapport à la littérature, aux chartes de traitement et les précédents chercheurs travaillant avec Finkl Steel. Dans la littérature (Talebi, 2018), cette vitesse est assez lente pour que chaque étape du revenu se développe pleinement. La seconde vitesse, d'après le Chapitre 4, donne lieu à la formation de martensite pendant le refroidissement, donc une transformation rapide ne

laissant pas ou peu de place à la diffusion, ce qui s'oppose en tous point à la première. La chauffe se fait jusqu'à 550°C et le maintien est de 30 min pour ensuite refroidir à 1°C/s. Une fois le traitement terminé, l'échantillon est coupé dans le sens transversal, placé dans une résine conductrice et poli conformément à la procédure usuelle en finissant par une solution diamantée de 1 µm. Par la suite, deux attaques ont été testées sur la surface miroir : nital 5% et vilella avec des temps de maintien en solution d'environ 15 secondes.

Les observations microstructurales sont réalisées avec le LEXT 4100 Olympus et le MEB SU8230 (imagerie + EDS).

Les mesures de dureté Vickers sont effectuées sur la surface miroir avec une charge de 300 g, un maintien de 15 secondes et 10 indentations par échantillon.

5.3 Résultats et discussions

5.3.1 Définition des mécanismes métallurgiques avec la dilatométrie

Le premier graphique est celui de la martensite avec les mêmes paternes de transformation que précédemment, mais l'intensité et l'apparition des pics sont différentes en fonction de la vitesse de refroidissement (Figure 5.1 a)). La courbe à 5°C/s est décalée vers la droite par rapport à la courbe à 0.2°C/s. Métallurgiquement parlant, l'énergie nécessaire au déplacement d'éléments d'alliage pour la courbe bleue n'est pas la même que pour la courbe noire. Ce qui signifie que la diffusion n'a pas le temps de prendre place et que les précipitations sont retardées. Premièrement, la zone de ségrégation et de regroupement du carbone est différente, car la pente change à partir 170°C. Dans cette situation la chauffe plus rapide empêche une quantité plus importante de carbone de ségréguer et se regrouper. C'est pour cette raison que le phénomène va se poursuivre avec l'augmentation de température jusqu'à 260°C. Afin d'initier la précipitation des carbures de transition, la microstructure a besoin de diffuser une quantité suffisante de carbone pour devenir plus instable et provoquer une transformation. L'étape de précipitation des carbures de transition est similaire pour les deux vitesses hormis le décalage en température. L'augmentation à 390°C est moins intense à 5°C/s qu'à 0.2°C/s, car la quantité transformée à cette température est moins importante. Les éléments d'alliage sont plus difficiles à diffuser que le carbone donc ils ont besoin de plus

de temps pour se déplacer dans les zones de nucléation des carbures et/ou cémentite. Hypothétiquement, si la martensite contient des films très fins d'austénite résiduelle entre ses lattes, cette austénite est censée se transformer en cémentite durant le revenu. La quatrième étape de ce revenu qui est la précipitation de la cémentite est également moins prononcée. La courbe de la chauffe à 0.2°C/s voit une diminution de 7% là où celle à 5°C/s diminue de 2%, c'est la principale conséquence de l'augmentation de la vitesse de chauffe. Par la suite, cette distinction dans précipitation de la cémentite devrait se répercuter sur les carbures MC, M_7C_3 et $M_{23}C_6$ mais la sphéroïdisation et l'agglomération s'actionnent toujours, c'est la fraction de ces carbures qui est diminuée.

Le graphique (Figure 5.1 b)) pour la bainite démontre également des modifications dans la dynamique de transformation. Les courbes ne changent pas jusqu'à 300°C, puis le pic de décomposition apparaît pour 0.2°C et pour 5°C/s la croissance reste linéaire jusqu'à 325°C, où a lieu la décomposition. De plus, à 0.2°C/s l'hypothèse d'une précipitation vers 400°C a été avancée dans le chapitre précédent à cause d'une contraction de l'échantillon. Dans cette zone à 5°C/s, aucune diminution n'est observée ainsi la précipitation n'a pas lieu. Si la martensite et la bainite sont analysées en parallèle, la disparition ou la diminution de la précipitation à 400°C pour la chauffe à 5°C/s est similaire dans les deux cas montrant l'influence négative qu'a une chauffe rapide sur la précipitation.

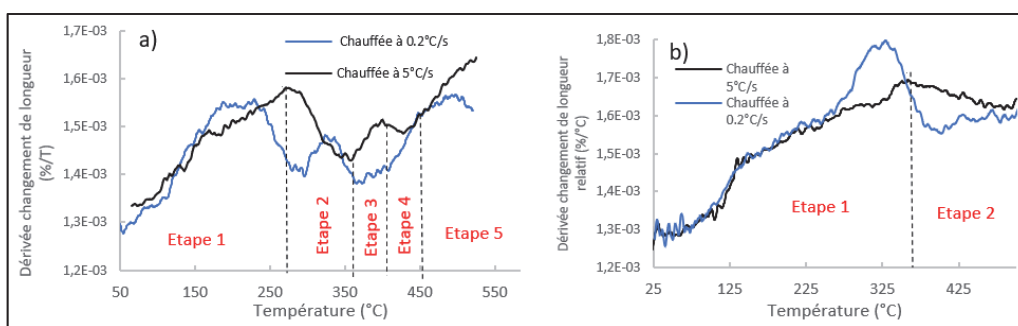


Figure 5.1 Courbes dilatométriques de les chauffes à 0.2°C/s et 5°C/s pour le revenu à 550°C a) la martensite et b) la bainite après austénitisation à 900°C

Comme pour l'effet de la température, la martensite ne présente aucun changement pendant le refroidissement en fonction des deux vitesses de chauffe.

La bainite n'a aucune modification de cinétique à 0.2°C/s et 5°C/s pour le revenu à 550°C (Figure 5.2). La similitude des courbes de la bainite montre que la vitesse de chauffe n'a pas d'influence sur la cinétique pendant le refroidissement. Pour rappel, à 5°C/s il y a une précipitation moins importante qu'à 2°C/s. Si ce n'est pas cet élément qui influence la transformation pendant le refroidissement, c'est bien la température avec la décomposition des blocs de M/A qui conduit à l'apparition anticipée de la transformation martensitique. De plus, seul le degré de décomposition joue un rôle dans cette transformation, les fluctuations avant 225°C Figure 5.2 b), ne sont pas due à une précipitation, mais doivent résulter d'un effet machine mentionnée auparavant. Ces nouvelles zones de martensite sont traitées lors du second revenu où elles vont subir des transformations similaires à celle discutée plus haut. Ces courbes indiquent que la majorité de la décomposition intervient pendant le maintien en température et pendant la chauffe seul une petite quantité de l'austénite et des blocs de M/A se décomposent.

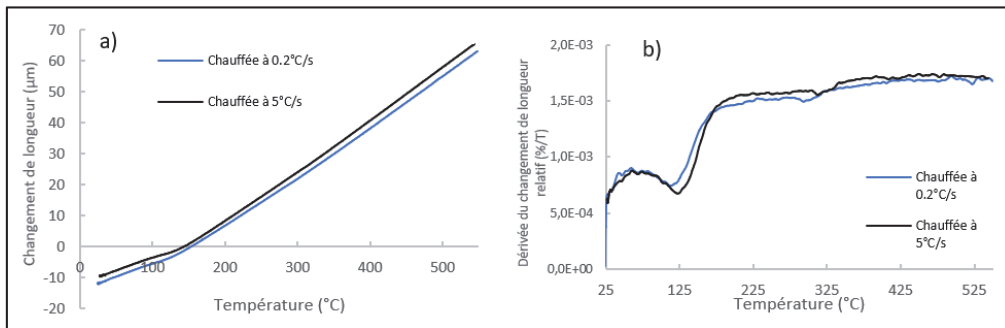


Figure 5.2 Courbe dilatométrique du refroidissement à 1°C/s de la bainite après un revenu à 550°C pour les chauffes de 0.2°C/s et 5°C/s a) Changement de longueur en fonction de la température b) Dérivée du changement de longueur relatif en fonction de la température

5.3.2 Évolution de la microstructure

5.3.2.1 Microstructure initiale : martensite

Les microstructures de la martensite et de la bainite pour la chauffe à 0.2°C/s sont celles décrites dans la partie précédente. La martensite (Figure 5.3) a des lattes plus équiaxiales avec des précipités aux joints de grains et entre les lattes sous forme de films, à l'intérieur des lattes ils sont sous forme de lamelles. En vue des simulations et des cinétiques de

précipitations de l'alliage les joints de grains contiennent les carbures $M_{23}C_6$ et à l'intérieur des grains il y a les carbures M_7C_3 . La différence entre les carbures à l'intérieure des grains est associée à leur provenance, les globulaires sont formées à partir de la cémentite à l'état initial alors que les lamellaires sont obtenus pendant le revenu.

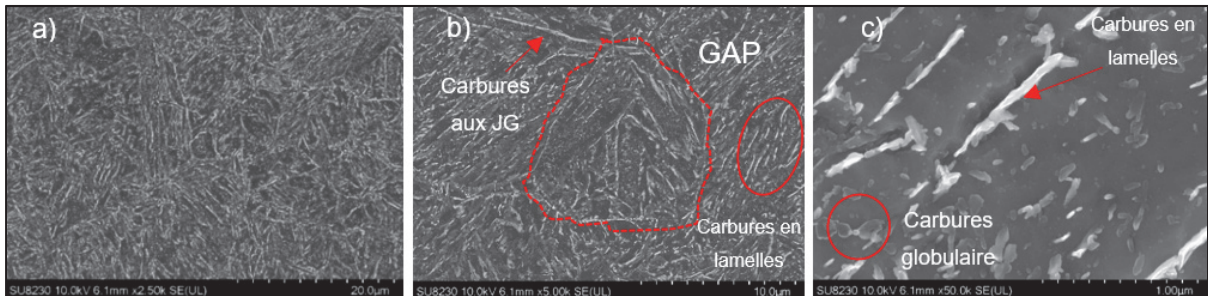


Figure 5.3 Observation au MEB de la microstructure martensitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 0.2°C/s

De nouveau, la chauffe à 5°C/s n'apporte pas de croissance de la taille de grain en revanche les précipités sont moins visibles (Figure 5.4 a)). Les joints de grain ne présentent plus de carbures sous forme de film, et ceux en lamelles sont en moins grandes quantités à l'intérieur du grain (Figure 5.4 b) et c)). Cette observation corrobore les hypothèses faites par le biais des courbes dilatométriques, sur la diminution de la précipitation avec l'augmentation de la vitesse de chauffe. Les carbures globulaires sont issus de ceux existant à l'état initial qui se sont sphéroïdisés et agglomérés au cours de la chauffe et du maintien. L'homogénéité de la microstructure est supérieure pour une vitesse de chauffe élevée, car elle contient moins d'obstacle à ce phénomène. Une quantité plus importante de précipités dans une phase vient la déstabiliser, car lors du revenu ils vont venir l'enrichir ou l'appauvrir, ce qui force la transformation et favorise l'hétérogénéité. Cependant le contraste est flagrant spécifiquement pour la martensite, car la microstructure initiale est fortement concentrée en carbone, ce qui conduit inévitablement à des changements dans la microstructure.

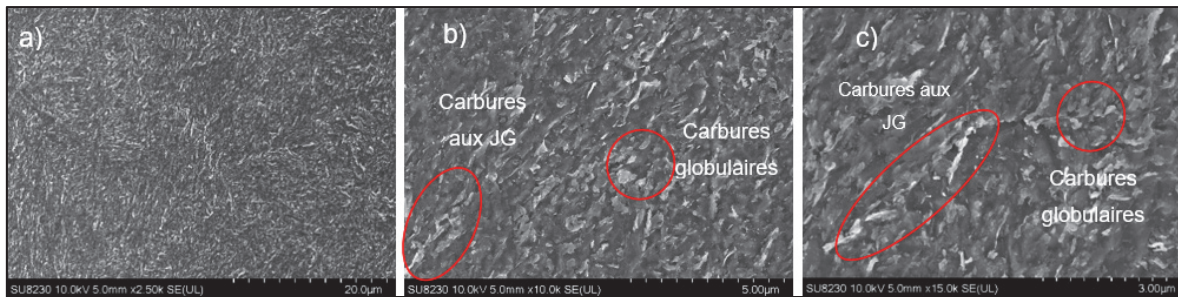


Figure 5.4 Observation au MEB de la microstructure martensitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 5°C/s

5.3.2.2 Microstructure initiale : bainite

Les microstructures bainitiques forment moins de précipités que la martensite comme l'indiquent les courbes dilatométriques et cela se confirme avec les Figure 5.5 et Figure 5.6. Aucune de ces deux vitesses de chauffe ne débouche sur une recrudescence de carbure. Le revenu va principalement faire évoluer les précipités existants. La Figure 5.5 témoigne de la microstructure après le revenu avec une chauffe de 0.2°C/s. Les principaux carbures semblent se former de la décomposition des blocs de M/A, mais aussi dans les grains d'austénite primaire. La précipitation sous forme de film discuté pour la martensite à 0.2°C/s n'existe pas pour la bainite. Toutefois, la bainite avant se revenu comportait cette précipitation aux joints de grain, ce qui témoigne de l'effet de la diffusion sur les carbures lorsque la vitesse est assez lente pour l'autoriser.

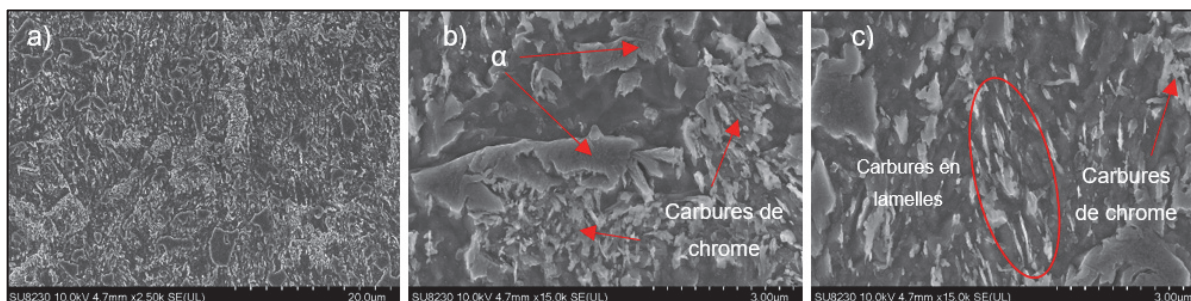


Figure 5.5 Observation au MEB de la microstructure bainitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 0.2°C/s

Lorsque la vitesse de chauffe est augmentée la bainite résultante a plus de similitudes avec la microstructure initiale. À l'inverse de la chauffe à 0.2°C/s, les joints de grain à 5°C/s ont des

précipités sous forme de films, mais en moins grande quantité qu'avant le revenu (Figure 5.6 a)). Il y a également des précipités à l'intérieur des grains issus de la microstructure initiale (Figure 5.6 c)). La bainite est granulaire avec des blocs de M/A transformés en carbures de chrome ; d'après les analyses EDX de la Figure 5.6 e) et f). Dans certaines zones, ces blocs semblent s'être partiellement transformés à l'image de la Figure 5.6 b). Donc pour une chauffe à 5°C/s et une température de revenu à 550°C la décomposition est incomplète. Par rapport à microstructure avant revenu les carbures ont une morphologie plus grossière et sphérique. L'homogénéité reste un aspect primordial pour l'application et la bainite constitue une grande partie des coulées produites. Or ici, à l'inverse de la martensite, il est préférable de viser une vitesse de chauffe la plus lente possible pour la bainite car l'homogénéisation est accentuée.

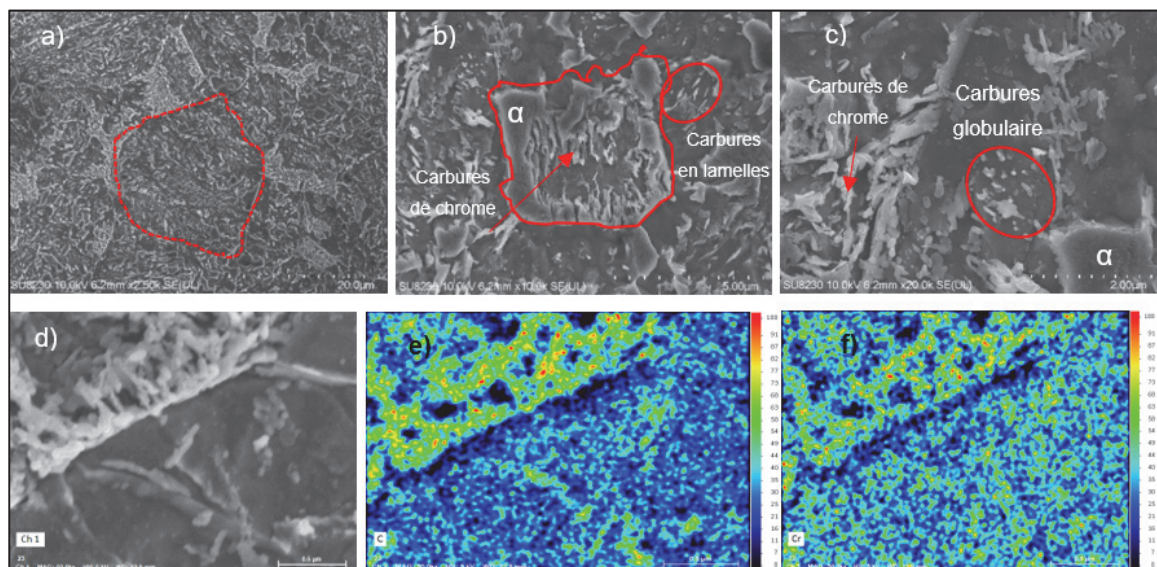


Figure 5.6 Observation au MEB de la microstructure bainitique après le revenu à 550°C avec une chauffe à 5°C/s a) - d) en mode imagerie, e) et f) en mode EDX avec la concentration en carbone et en chrome de d)

5.3.3 Évolution de la Dureté

L'évolution des microstructures en fonction de la vitesse de chauffe s'observe aussi à travers la dureté. Du côté de la martensite, la dureté diminue avec le revenu à cause de la diffusion du carbone, mais les deux vitesses n'aboutissent pas à la même valeur (Figure 5.7). A 0.2°C/s, la dureté passe de 505 HV (avant revenu) à 413 HV alors qu'à 5°C/s elle est de 398 HV. Ces écarts illustrent l'effet de la diffusion responsable du durcissement secondaire. Il a

été constaté dans les courbes dilatométriques que plus de temps est accordé aux carbones et aux éléments d'alliage, tels que le Cr, de se déplacer dans la microstructure ce qui est retranscrit ici par la dureté. Lorsque la vitesse est plus lente le carbone diffuse hors des lattes de martensite d'où la chute de dureté. En revanche, les éléments d'alliage vont avoir plus de difficultés à se déplacer, empêchant ou diminuant le durcissement secondaire. Les écarts types indiquent que la microstructure à 0.2°C/s ($\sigma = \pm 10$ HV) serait moins homogène que celle à 5°C/s ($\sigma = \pm 7$ HV), un argument soutenant la dissimilitude dans la précipitation.

La bainite voit sa dureté augmenter dans les deux cas avec une dureté initiale de 370 HV, elle passe à 389 HV et 387 HV après le revenu à 550°C pour 0.2°C/s et 5°C/s respectivement (Figure 5.7). Contrairement à la martensite, la bainite ne possède pas un haut pourcentage de carbone après trempe, donc la dureté initiale est plus basse et la diffusion du carbone a moins d'impact, d'où l'absence de diminution de la dureté après revenu. Cependant le phénomène de durcissement secondaire est aussi présent dans la bainite.

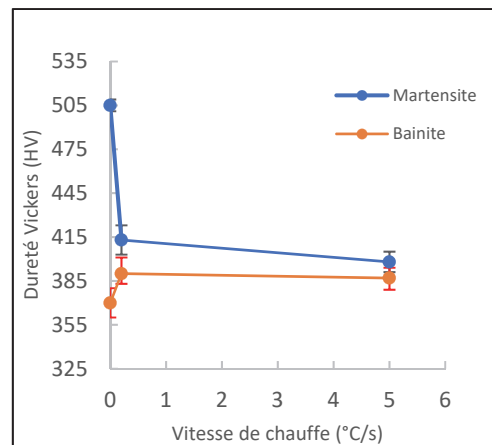


Figure 5.7 Dureté de la martensite et de la bainite pour les vitesses de chauffe de 0.2°C/s et 5°C/s pour un revenu à 550°C ainsi qu'un refroidissement à 1°C/s

5.4 Conclusion

La dureté de la martensite pour les deux vitesses de chauffe diminue après le revenu. A 0.2°C/s elle est à 413 HV alors qu'à 5°C/s elle est à 398 HV. L'augmentation de la vitesse

réduit plus la dureté, car la précipitation est moins importante donc le durcissement secondaire a moins d'impact.

La vitesse de 5°C/s pour la martensite décale les transformations lors de la chauffe vers des températures plus élevées. La précipitation des carbures de transition se fait de la même manière pour les deux vitesses, c'est la précipitation de la cémentite qui diffère. Lorsque la chauffe est plus rapide, la précipitation en cémentite est moins importante et par la suite moins de carbure MC, M_7C_3 et $M_{23}C_6$ vont se former. La vitesse étant plus élevée, la diffusion est plus compliquée. Le carbone et les éléments d'alliage ont moins de temps pour se déplacer à travers la microstructure.

La chauffe à 0.2°C/s produit une martensite avec des carbures en films aux joints de grain ($M_{23}C_6$) et des carbures lamellaires et globulaires à l'intérieur des grains. La chauffe à 5°C/s réduit la précipitation aux joints de grain et les carbures en lamelle sont moins présents à l'intérieur des grains. Les carbures lamellaires sont ceux ayant nucléé pendant la chauffe alors que les globulaires sont ceux présents avant le revenu.

La dureté de la bainite augmente avec le revenu, pour la chauffe à 0.2°C/s elle est à 389 HV alors que à 5°C/s elle est à 387 HV. Le petit écart entre ces valeurs est la conséquence d'une faible précipitation lors de la chauffe de la bainite et l'augmentation s'explique par le durcissement secondaire.

La chauffe de la bainite à une vitesse plus élevée diminue le pic de décomposition et supprime la zone de précipitation identifiée à 0.2°C/s. Le refroidissement de la bainite génère toujours de la martensite et la vitesse de chauffe n'a pas d'influence sur cette transformation, seule la température de revenu joue sur ce phénomène par le biais de la décomposition des M/A.

Étant donné que la précipitation n'est pas très importante lors de la chauffe de la bainite, les microstructures à 0.2°C/s et 5°C/s ne présente pas beaucoup de carbures sous forme de films aux joints de grain et en lamelles à l'intérieur des grains. Une majorité des carbures observés dans la microstructure sont soit issus de la cémentite présente avant le revenu soit de la décomposition des blocs de M/A. La précipitation aux joints de grain constatée avant le revenu

est moins visible après une chauffe à 0.2°C/s plutôt qu'à 5°C/s car la diffusion reste favorisée pour une vitesse lente permettant une dissolution ou une transformation de ces précipités.

Les carbures formés pour la bainite et la martensite aux deux vitesses de chauffe sont principalement des carbures de chrome.

CHAPITRE 6 PROPOSITION D'UN TRAITEMENT THERMIQUE POUR L'ALLIAGE ETUDIE

6.1 Introduction

Les chapitres précédents ont permis de comprendre le comportement de l'alliage durant la totalité du traitement thermique : austénitisation, trempe et revenu. Le bloc de l'acier étudié étant majoritairement bainitique à la fin de la chaîne de production, l'optimisation du traitement thermique est étudiée du point de vue de la bainite. L'objectif est de mettre en avant les aspects de la microstructure qui vont changer en fonction de l'équilibre entre le temps et la température : viser une réduction du temps en compensant par une augmentation de la température.

6.2 Méthodes expérimentales

Le traitement thermique des échantillons de 4*10mm est assuré par le dilatomètre TA DIL 805 A/D. Le premier échantillon est chauffé à 5°C/s jusqu'à 900°C, le maintien à cette température est de 15 minutes pour ensuite le refroidir à 0.05°C/s afin de produire de la bainite granulaire. Le revenu à 620°C pendant 30 minutes est atteint à une vitesse de chauffe de 0.2°C/s et le refroidissement se fait à 1°C/s. Le second échantillon subit le même traitement thermique avec un temps de maintien de 14h. Le troisième a une austénitisation à 900°C pendant 24h. Une fois la bainite granulaire obtenue grâce au refroidissement à 0.05°C/s, la chauffe se fait toujours à 0.2°C/s, mais la température est à 550°C pendant 44h après quoi le refroidissement se fait à 1°C/s. Les courbes sont générées de la même manière que dans les autres chapitres. Une fois le traitement terminé, l'échantillon est coupé dans le sens transversal, placé dans une résine conductrice et poli conformément à la procédure usuelle en finissant par une solution diamantée de 1 µm. Par la suite, deux attaques ont été testées sur la surface miroir : nital 5% et vilella avec des temps de maintien en solution d'environ 15 secondes.

Les observations microstructurales sont réalisées avec le LEXT 4100 Olympus et le MEB SU8230 (imagerie + EDX). L'analyse DRE est effectuée à l'aide du MEB SU8230 Hitachi,

après avoir appliqué un bombardement ionique sur l'échantillon, pour identifier la présence ou non d'austénite dans la microstructure avant revenu.

Les mesures de dureté Vickers sont effectuées sur la surface miroir avec une charge de 300g, un maintien de 15 secondes et 10 indentations par échantillon.

6.3 Modification du temps d'austénitisation

L'analyse de chaque séquence du traitement thermique de manière individuelle et collective est importante afin d'ajuster les paramètres. La Figure 6.3 correspond à l'austénitisation avec des temps de maintien différent, 15 minutes et 24 h. Dans ces courbes deux aspects sont importants à relever : la dilatation pendant le maintien et la transformation de l'austénite en bainite. La courbe bleue au niveau du maintien à 900°C superpose sa partie chauffe et refroidissement de 800°C à 900°C. La courbe noire affiche un écart d'environ 10 μm entre la chauffe et le refroidissement. En prenant en compte le temps de maintien des deux traitements, cette dilatation est reliée à la croissance des grains d'austénite. Théoriquement, à 900°C la microstructure est complètement homogène avec la dissolution de tous les carbures, agissant comme des freins à la croissance des grains. Les 15 premières minutes autorisent l'homogénéisation de l'austénite, d'où la superposition des deux parties de la courbe, en revanche le maintien ne laisse pas le temps aux grains de croître. C'est lorsque le temps est augmenté, ici 24h, qu'il y a une croissance des grains, car aucun obstacle ne va s'y opposer. La taille de grain est supposée être comprise entre 100 et 200 μm pour cet échantillon. Les revenus n'ayant pas d'impact majeur sur cette taille de grain, ce sont les traitements à plus hautes températures qui font croître les grains donc ici l'austénitisation. En utilisant l'équation de prédiction de la taille de grain en fonction de la température et du temps d'austénitisation (1.7.1) la courbe de la Figure 6.1 permet de visualiser la taille de grain pendant une austénitisation de 44h. Le grain atteint 32 μm au bout de 15 minutes puis 64 μm après 9h et finit à 88 μm . Dans cette équation l'historique de l'acier n'est pas pris en compte au moment de l'austénitisation. Or une normalisation de 20h à environ 950°C a pu être faite ce qui selon l'équation amènerait à une taille de grain de 115 μm avant l'austénitisation. Par conséquent si la normalisation influence la taille de début d'austénitisation il serait possible d'atteindre les 194 μm après 24h (temps réel d'austénitisation) en cumulant les deux croissances.

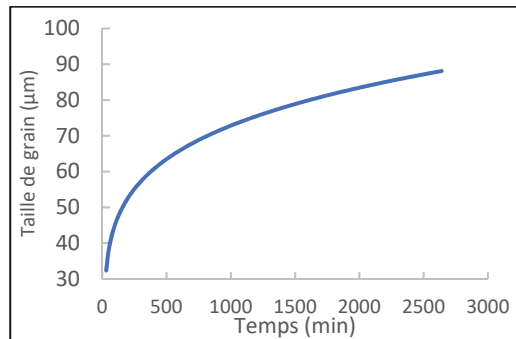


Figure 6.1 Prédiction de la taille de grain d'austénite en fonction du temps de maintien à 900°C

Une taille de grain plus grande diminue la précipitation, car la longueur des joints de grain sont diminués et l'homogénéisation de la microstructure sera facilitée. En revanche, la conséquence de cette croissance est la dureté qui baisse, aboutissant à un matériau plus ductile et cette caractéristique est à éviter en termes de polissabilité. Dans cette situation, au lieu d'enlever de la matière lors du polissage, le matériau pourrait juste se déformer.

Le second aspect de ces courbes est la transformation de l'austénite à la bainite. La transformation globale des deux courbes intervient dans le même intervalle de température (Figure 6.3). Conséquemment, le pourcentage de bainite devrait être identique à la fin du refroidissement. Cependant, le maintien pendant 15 minutes provoque une seule transformation alors que le maintien de 24h affiche un changement de pente vers 450°C. Ce changement pourrait s'expliquer par la formation de deux bainites. Les informations recueillies dans le diagramme TRC indiquent qu'à 0.3°C/s, la bainite inférieure commence à se former à partir de 435°C, une valeur proche du changement de pente sur la courbe noire. La bainite qui commence à se former vers 500°C est la bainite granulaire et vers 450°C l'austénite commence à se transformer en bainite inférieure. L'application de la règle du levier sur la courbe avec l'austénitisation de 24h, Figure 6.2, met en avant la fraction des deux bainites formées durant le refroidissement. La première transformation est la bainite granulaire avec une fraction de 0,6 ensuite débute la formation de la bainite inférieure avec une fraction finale de 0,4. La bainite inférieure est donc minoritaire, elle devrait avoir moins d'influence sur les caractéristiques et les transformations microstructurales durant le revenu. Par déduction, la

dureté après le revenu devrait être plus proche de la dureté de la bainite granulaire que de la bainite inférieure.

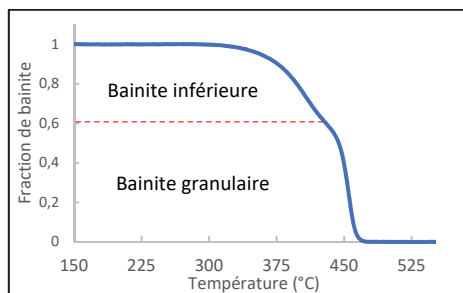


Figure 6.2 Fraction de bainite transformée durant le refroidissement à 0.05°C/s après une austénitisation à 900°C pendant 24h

Idéalement il est préférable d'avoir la formation d'un seul type de bainite. Par leur mode de formation la bainite inférieure et la granulaire n'auront pas les mêmes caractéristiques lors du polissage, ce qui amène un changement de dureté entre les deux phases. Ce changement de dureté cause un état de surface fluctuant qui provoque des défauts de relief comme le « orange peel » et le « comet tail » (Klocke, Dambon, & Behrens, 2011).

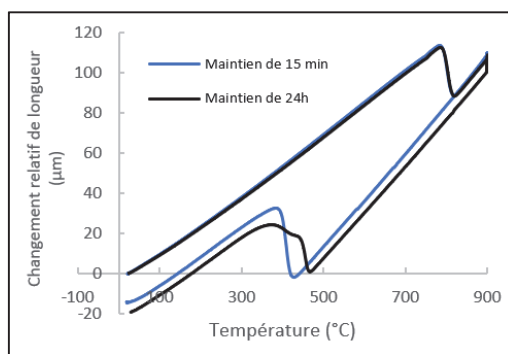


Figure 6.3 Courbes dilatométriques de l'austénitisation à 900°C pendant 15 minutes et 24h avec un refroidissement à 0.05°C/s

6.4 Modification du revenu

6.4.1 Dilatométrie du nouveau revenu

Les courbes de la chauffe jusqu'à la température de revenu, Figure 6.4 a), ont la même cinétique hormis la poursuite de la croissance de la courbe bleue après 550°C. Les similitudes invoquent une même transformation, donc les deux microstructures pourraient être proches avant le revenu. Si la décomposition est toujours présente après 24h de maintien c'est que la microstructure contient encore de l'austénite résiduelle avant la chauffe. D'après les précédentes discussions, les blocs de M/A s'apparentent à cette austénite résiduelle donc ils seraient également présents pour l'échantillon avec une longue austénitisation. Pour rappel, il y a deux méthodes de formation de ces ilots : la dissolution des carbures durant l'austénitisation engendrant un enrichissement en carbone de l'austénite ou la diffusion du carbone durant le refroidissement aboutissant au même enrichissement. Ici, le temps de maintien à 900°C passe à 24h, laissant le temps au carbone de diffuser de manière homogène à travers l'austénite. Donc la formation des M/A reposerait sur la diffusion du carbone facilitée par une vitesse de refroidissement lente. Le seul moyen d'éviter la formation de ces blocs est d'augmenter la vitesse de refroidissement après l'austénitisation au-dessus de 0.1°C/s afin d'atteindre la zone de bainite inférieure. La courbe, Figure 6.4 b), correspond au maintien à 550°C pendant 44h. Au cours de cette étape la longueur de l'échantillon ne varie que de 1.2 μm , mais il y a trois zones de fluctuation dans cette courbe au bout de 12h, 27h et 36h. À l'échelle de la courbe, ces trois variations représentent des changements de 29% à 12h, 11% à 27h et 23% à 36h, avec un comportement similaire à 12h et 36h. La faible teneur en austénite résiduelle avant le revenu ne peut pas être à l'origine de ces changements. En revanche, le temps de maintien joue sur la diffusion et la mise en solution des éléments d'alliage, car, à l'image du vanadium, leur coefficient de diffusion est très faible. Cela signifie qu'ils ont besoin de plus de temps pour parcourir la même distance que le carbone et le chrome.

Finalement, il peut y avoir plusieurs explications pour cette courbe :

- Phénomène métallurgique : les deux dilatations (12h et 36h) sont dues à une décomposition des blocs de M/A et/ou de l'austénite résiduelle ensuite la contraction (27h) est due à une précipitation de carbure.

- Phénomène machine : la variation provient du support de l'échantillon ou d'une erreur machine liée à l'essai.

Dans son étude Sourmail et al (2021) associe une contraction à l'adoucissement de la martensite et la dilatation à la décomposition de l'austénite résiduelle. Talebi (2018) a rapporté une précipitation durant des revenus à 550°C et 600°C au bout de 11.4h et 4.7h, respectivement. De plus il est intéressant de noter que pour son revenu à 550°C la décomposition de l'austénite résiduelle était incomplète, à l'image des blocs de M/A pour le revenu à 620°C. Comme pour la chauffe, le refroidissement des deux échantillons montré sur la Figure 6.4 c), est semblable malgré le maintien de 44h. La similitude des courbes pourrait indiquer que le pourcentage de M/A décomposé est identique au traitement à 620°C. Contrairement au maintien de 30 minutes à 550°C où la courbe de refroidissement était différente dans la zone de transformation martensitique. Donc l'augmentation du temps de maintien à 550°C apporte la même décomposition qu'à 620°C sur une plus courte période. Cette décomposition se traduirait donc par les dilatations observées dans la courbe du maintien Figure 6.4 b).

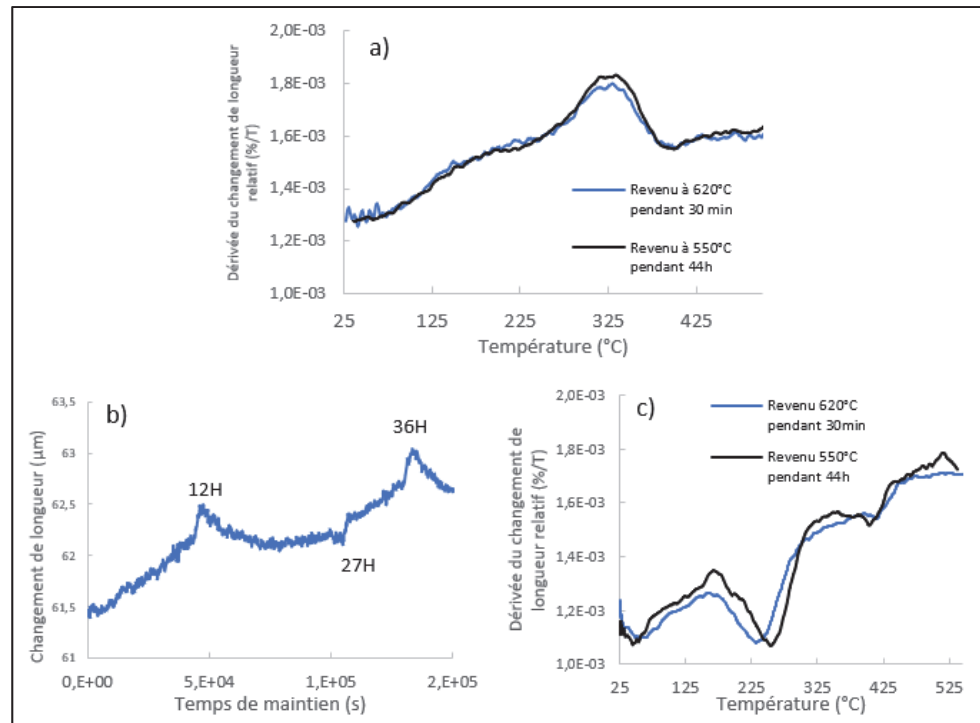


Figure 6.4 Courbes dilatométriques a) de la chauffe à 0.2°C/s jusqu'à 550°C et 620°C a) du maintien pendant 24h c) du refroidissement à 1°C/s pour les deux revenus de la bainite

Le revenu à 620°C pendant 14h apporte des informations supplémentaires sur les décompositions et les transformations pendant le traitement. Premièrement, lors du maintien en température, Figure 6.5 a), il y a une augmentation du changement de longueur les onze premières heures puis il y a une diminution jusqu'à la fin du traitement. Selon Talebi (2018) l'atteinte d'un maximum atteste de la fin de la décomposition pour un revenu. De ce fait, pour une température de 620°C la décomposition est maximale au bout de 11h. Les 3h qui suivent favorise l'adoucissement de la microstructure à l'image du revenu d'une microstructure martensitique. Ce constat est en adéquation avec la courbe de la Figure 6.5 b) car elle n'affiche pas de transformation comparable à celle du revenu à 550°C. La seule fluctuation pouvant être associée à la martensite interviendrait en dessous de 150°C, une température très basse qui ne permettrait pas de transformer une grande quantité. S'il n'y a pas de transformation durant le refroidissement cela signifie que la décomposition est complète à la fin du maintien. Au final, un revenu à 620°C pendant 14h éviterait d'avoir des phases secondaires comme l'austénite résiduelle et les blocs de M/A.

Si les deux courbes de maintien à 550°C et 620°C (Figure 6.4 b) et Figure 6.5) sont comparées durant 14 premières heures, la même variation intervient à 12h et 11h, respectivement. Comme il a été indiqué ci-dessus cette croissance soudaine correspond à une décomposition. Par conséquent, il y aurait une décomposition en deux étapes pour revenu à 550°C et l'augmentation de la température permet d'activer ce phénomène une heure plus tôt. L'intérêt d'une hausse de la température de revenu est démontré ici car elle permet de réduire le temps de maintien.

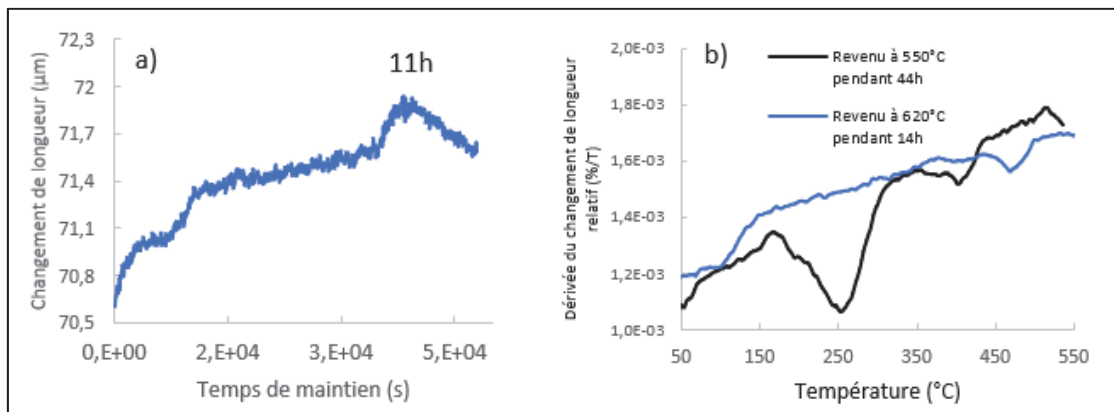


Figure 6.5 Courbe dilatométrique du revenu à 620°C a) Maintien pendant 14h
b) refroidissement à 1°C/s

6.4.2 Observation microstructurale du nouveau revenu

La microstructure de l'échantillon revenu 44h est celle sur la Figure 6.6. Les courbes dilatométriques ont relevées une double de transformation de bainite qui se confirme avec la Figure 6.6 a) et c), où une première bainite est allongée avec une morphologie en lattes, bainite inférieure, et la seconde reste la bainite granulaire. Les zones de bainite inférieure ne comprennent pas de bloc de M/A ce qui permet de les différencier de la granulaire au sein de la microstructure. A travers ces images et celles Figure 2.1, il est cohérent de supposer qu'une augmentation du temps d'austénitisation déboucherait sur une microstructure sous forme de lattes, soit une bainite inférieure.

La décomposition des blocs de M/A s'effectue comme pour les autres revenus, une décomposition qui semble partielle avec une partie qui se transforme en carbures de chrome, Figure 6.6 e) et f), ainsi qu'une seconde qui se transforme en martensite pendant le

refroidissement. Cette microstructure se rapproche plus du revenu à 620°C pendant 30 minutes. Hormis les carbures issus de la décomposition des blocs de M/A, la fraction des carbures à l'intérieure des grains a diminué. Les prédictions avec DICTRA (Figure 4.10) annonçant une croissance des M_7C_3 à 550°C ne sont pas constatées ici. La composante temps joue un rôle plus important, car les microstructures ci-dessous témoignent donc d'une baisse des M_7C_3 . La corrélation entre le temps et la température se renforce, car la diminution des M_7C_3 attendue à 620°C après 30 min est constaté aussi à 550°C après 44h. Donc lorsque la température est augmentée le temps d'intervention des phénomènes métallurgique est plus court d'où la réduction du temps de maintien et inversement.

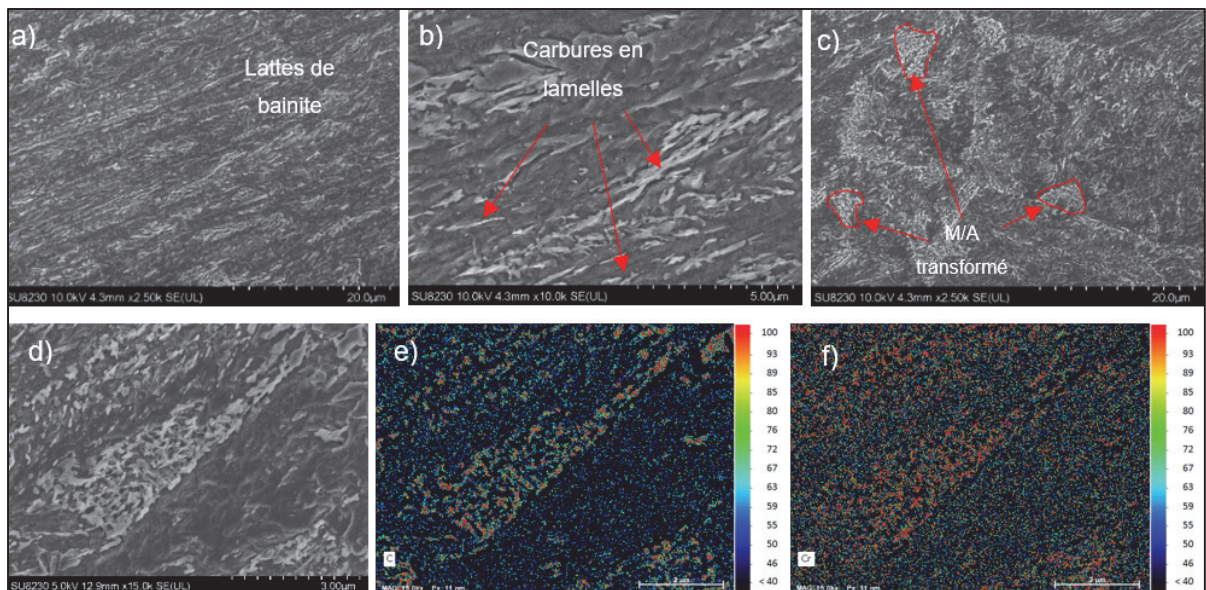


Figure 6.6 Observation au MEB de la bainite après austénitisation à 900°C pendant 24h et revenu à 550°C pendant 44h a) - d) mode observation avec a) bainite inférieure et c) bainite granulaire, e) et f) mode EDX avec la concentration en carbone et en chrome de d)

La Figure 6.7 présente la microstructure du revenu à 620°C pendant 14h et l'analyse DRE associée. La Figure 6.7 a) et b) se compose de très peu de zones noires, soit la martensite. Chaque partie non indexée apparaît comme un bloc avec des alternances de noires et de gris, soit les carbures. Les zones 2 et 3 soutiennent cette observation car l'imagerie révèle un bloc de carbures comme sur les microstructures précédentes. L'observation au MEB n'a pas permis de mettre en évidence des zones martensitiques pour ce traitement. L'interprétation de ces données avec celle des courbes dilatométriques confirme l'idée d'une

décomposition complète pour un maintien plus long à 620°C. Toutefois, l'analyse indique un certain pourcentage d'austénite résiduelle qui semble être, majoritairement, sous forme de film entre les grains. Si cette quantité se révèle au-dessus des critères d'acceptabilité de l'entreprise, il est nécessaire d'appliquer un second revenu afin de finaliser la décomposition. Ici, 1.46% étant relativement bas, le second revenu est évitable.

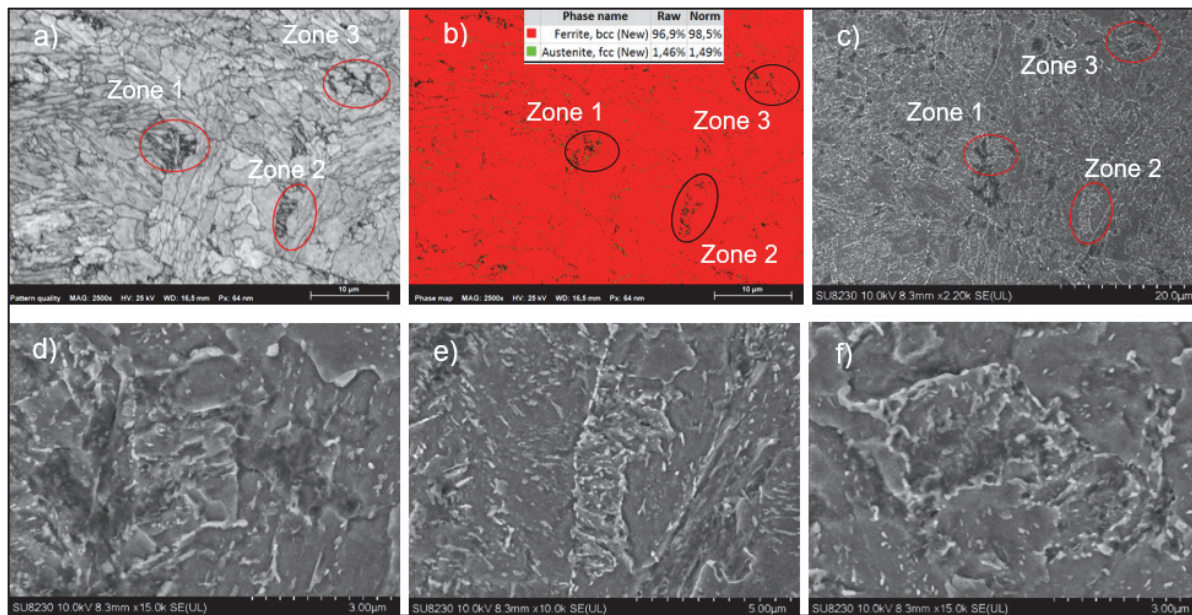


Figure 6.7 Observation au MEB de la bainite après austénitisation à 900°C pendant 30 min et revenu à 620°C pendant 14h a) et b) Analyse DRE c) Microstructure correspondant à a) et b), d) zone 1, e) zone 2, f) zone 3.

Avec l'ensemble des données générées pour le traitement thermique à 620°C, il est possible de retracer l'évolution de la microstructure à travers le revenu. La Figure 6.8 expose le traitement thermique à 620°C pour différents temps de maintien avec les microstructures avant revenu, après revenu sans maintien, après revenu avec maintien de 30 minutes et 14h. Avant le revenu, la microstructure est bainitique avec de l'austénite résiduelle et des blocs de M/A aux joints de grains. Pendant la chauffe, en plus des phénomènes mentionnés précédemment, il y a un début de décomposition des blocs de M/A. Cela a été mise en avant avec un revenu sans maintien à 620°C et un refroidissement de 1°C/s, Figure 6.8 étape 2. Avec ce test la microstructure affiche une majorité de martensite aux JG de la bainite avec de l'austénite résiduelle et une faible quantité de carbures, ce qui prouve que la décomposition est moindre durant la chauffe. Lorsque le maintien est de 30 minutes la décomposition est

plus avancée mais toujours incomplète car il reste de la martensite fraîche après le refroidissement. Finalement, le passage à 14h amène une décomposition considérée complète des blocs de M/A mais une petite quantité d'austénite est toujours présente.

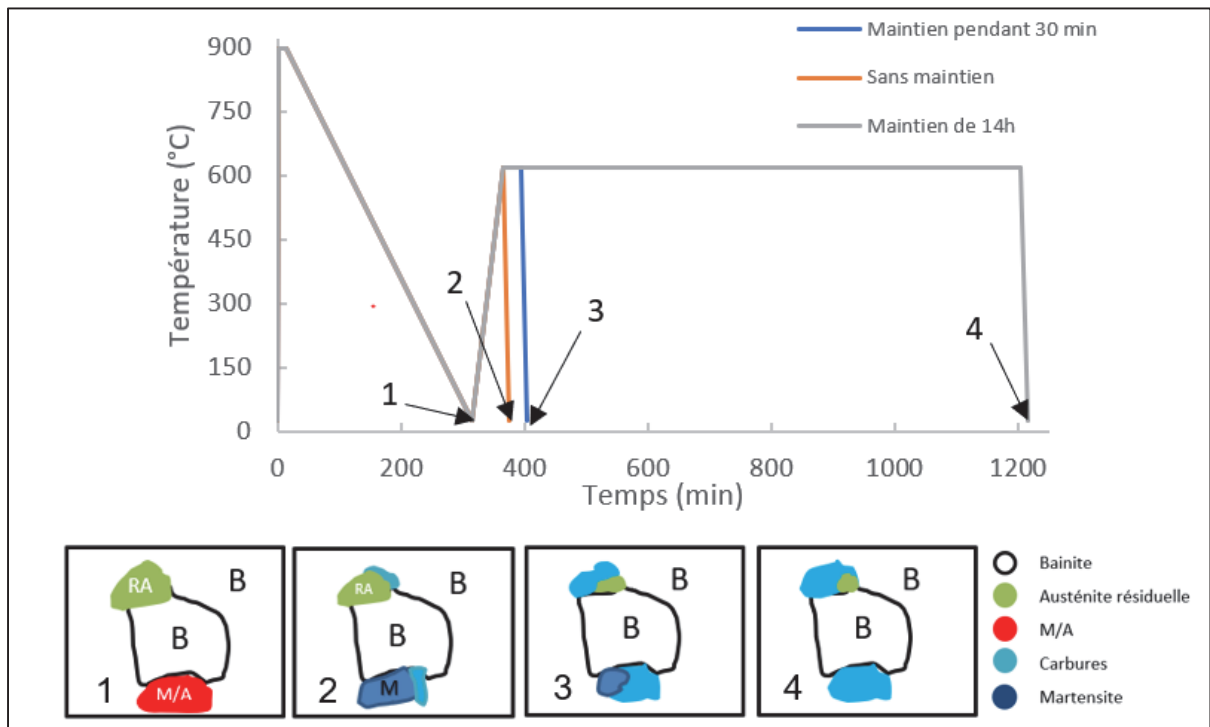


Figure 6.8 Évolution de la microstructure au cours du traitement thermique à 620°C a) Graphique du traitement thermique b) Schématisation de la microstructure aux étapes 1, 2, 3 et 4

A l'aide du logiciel de traitement d'image MIP4, des microstructures observées au MEB SU8230 ainsi que des analyses DRE, une estimation des phases en présence est établie Tableau 6.1. Le DRE de l'échantillon avant revenu permet de poser l'hypothèse du pourcentage de bainite (87,7%) car le revenu n'est pas supposé provoquer une transformation de nouvelle bainite. La quantité d'austénite résiduelle est tirée de le DRE, la martensite est mesurée avec MIP4, elle correspond aux zones non indexés 100% noires et les carbures correspond au complément de la sommes de ces phases. Le Tableau 6.1 vient confirmer les hypothèses ci-dessus car avec le revenu et l'augmentation du temps de maintien il y a une diminution du pourcentage d'austénite résiduelle (de 3,75% à 1,46%) et de martensite (de 5,71% à 0%), témoignant de la hausse du taux de décomposition. Etant donné que les phases

se décompose en carbures, il est normal que le pourcentage de carbures voie une évolution inverse (de 2,96 à 9,84%).

Tableau 6.1 Mesure des phases à travers les différents revenu à 620°C

		Revenu à 620°C		
	Avant revenu	Sans maintien	Maintien 30min	Maintien 14h
Phase	Quantité (%)	Quantité (%)		
Bainite	88,7	88,7	88,7	88,7
Austénite résiduelle	3,75	2,63	1,36	1,46
M/A	7,55	0	0	0
Martensite	/	5,71	2,94	0
Carbure	/	2,96	7	9,84

6.4.3 Dureté du nouveau revenu

La dureté illustre les constats des courbes dilatométrique et des microstructures, car les deux valeurs sont très proches. L'évolution de la bainite, menant à cette dureté, est identique à celle discutée précédemment dans la partie sur l'influence de la température de revenu. Cependant, l'écart type pour ces deux traitements n'est pas le même, il est beaucoup plus conséquent pour le revenu de 44h ce qui indique que la microstructure est moins homogène que pour le revenu de 30 minutes. Cet écart type est la conséquence d'une microstructure avec deux bainites. La bainite inférieure étant plus dure l'écart type augmente, mais si la valeur de la dureté nominale est proche de l'autre revenu c'est parce que cette bainite est minoritaire dans la microstructure (Figure 6.2).

La dureté de 301 HV du revenu à 620°C pendant 14h coïncide avec les observations microstructurales car il y a moins ou aucune martensite. De plus, l'échantillon subit un long maintien à une haute température donc les effets d'adoucissement de l'alliage sont plus accentués que pour les autres traitements. Le revenu à 620°C est constitué d'une première phase de durcissement secondaire dans la première heure et ensuite la dureté diminue à cause de la sphéroidisation, de equiaxialisation, de la décomposition de l'austénite résiduelle et des blocs de M/A.

Tableau 6.2 Comparaison des duretés pour l'échantillon revenu à 620°C pendant 30 min et l'échantillon revenu à 550°C pendant 44h

	Revenu à 620°C pendant 30min	Revenu à 550°C pendant 44H	Revenu à 620°C pendant 14h
Dureté Vickers (HV)	374	376	301
Ecart Type (HV)	11	20	5

6.5 Traitement thermique proposé

Le traitement thermique typique de l'alliage étudié est celui de la Figure 6.9 pour l'austénitisation et le premier revenu. La phase de chauffe de l'austénitisation se fait en deux étapes : une préchauffe pendant 6h jusqu'à 620°C puis un maintien de 6h et une seconde chauffe jusqu'à 900°C durant 12h. Dans le cadre de l'étude, cette chauffe est considérée comme une seule étape de 24h de la température ambiante à la température d'austénitisation. Toutes les étapes de chauffe et de refroidissement sont en réalité non isothermes (Figure 6.10), c'est-à-dire, qu'elles ne vont pas suivre une croissance linéaire. Pour des raisons d'analyses expérimentales, ces deux étapes sont considérées comme linéaires et l'optimisation sera faite ainsi.

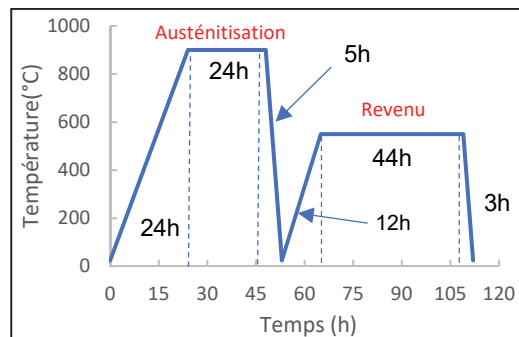


Figure 6.9 Traitement thermique Industriel de l'alliage

L'intérêt principal de ce mémoire est d'apporter un regard métallurgique sur le traitement thermique appliqué à l'acier, spécifiquement sur le revenu. Néanmoins au cours de cet étude

il a été constaté que l'étape d'austénitisation mérite également une investigation. Afin de s'assurer d'optimiser au maximum l'austénitisation, il faudrait y consacrer une étude spécifique, mais quelques points sont pertinents à aborder.

La chauffe industrielle est extrêmement lente, environ 24h pour passer de 25°C à 900°C et l'étude démontre qu'une vitesse lente favorise la précipitation de carbure. Plus la précipitation est importante plus la dissolution est difficile et les chances de présence de particules après austénitisation sont accrues. De plus, ces carbures peuvent être la source de l'enrichissement de certain grain d'austénite provoquant la transformation de deux types de bainite lors du refroidissement. De ce fait, pour éviter tout problème d'hétérogénéité il est préférable d'adopter une vitesse de chauffe plus rapide, celle pour laquelle uniquement les transformations displacives sont normalement observées, soit une vitesse au-dessus de 1°C/s. En vue des résultats, 5°C/s est une vitesse de chauffe idéale pour atteindre la température d'austénitisation.

La réduction du temps de maintien à 900°C éviterait une double transformation bainitique pendant le refroidissement ainsi améliorerait la polissabilité du produit selon les Figure 6.3 et Figure 6.6. La diminution du temps d'austénitisation empêche la diffusion du carbone responsable de l'enrichissement des grains d'austénite qui se transforment en bainite inférieure pendant le refroidissement. Néanmoins il faut être attentif à l'effet de l'épaisseur d'un bloc qui cause une différence de température entre le centre et la surface à un temps t (Figure 6.10). Les données expérimentales recueillies en 2021 dans l'entreprise indiquent que le centre atteint les 900°C environ 5h après que la surface. Par conséquent, un maintien obligatoire d'au moins 5h à la température d'austénitisation est imposé. Par la suite, il faut s'assurer que la microstructure est homogène dans l'ensemble du bloc. La taille de grain jouant sur la précipitation, sa maximisation limite les carbures aux joints de grain ce qui évite des problèmes de polissage. La courbe Figure 6.1 est une exponentielle donc la croissance est très importante dans les premières heures. Au bout de 10h de maintien la taille de grain est assurément supérieure à 100 μm donc cela pourrait être un choix optimal.

Le refroidissement après austénitisation en industrie est effectué par une trempe dans de l'eau ou de l'huile donc elle ne va pas constituer un paramètre modifiable.

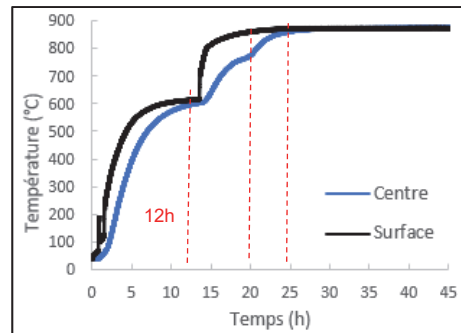


Figure 6.10 Phase de chauffe de l'austénitisation enregistrée par des thermocouples au centre et à la surface d'un bloc
Tiré de Bohlooli Arkhazloo, Bazdidi-Tehrani, Morin, & Jahazi (2021)

L'optimisation du revenu passe par la vitesse de chauffe, la température et le temps de maintien ainsi que la vitesse de refroidissement. L'objectif est d'obtenir une microstructure dure (300-420HV) et homogène avec une réduction du temps totale du traitement thermique.

La vitesse de chauffe conditionne la précipitation des carbures, plus la vitesse est faible plus il y a formation de ces particules dans la microstructure. Toutefois, la précipitation peut induire une meilleure répartition des éléments de la composition grâce à une meilleure diffusion. De plus, les phases comme l'austénite résiduelle et le M/A seront moins stable à cause d'un pourcentage de carbone plus faible ainsi leur décomposition sera facilitée. En prenant en compte les analyses faites dans les précédents chapitres, une vitesse de chauffe plus lente est préférable afin d'atteindre une bainite plus homogène donc 0.2°C/s serait préférable par rapport à des vitesses supérieures à 1°C/s .

La température de revenu est initialement à 550°C , mais il a été prouvé que la décomposition des M/A et la précipitation n'étaient pas optimales pour l'application de cet acier. L'augmentation à 620°C apporte une décomposition plus avancée des blocs de M/A et une diminution des précipités. La bainite est donc homogène à une température plus haute, car moins de martensite sera produite lors du refroidissement après le revenu.

Comme pour l'austénitisation la température visée n'est pas atteinte au même moment au centre et à la surface (Figure 6.11). Une fois que la surface est à 620°C il faut maintenir 13h pour s'assurer le centre soit à la même température. La dureté entre un maintien de 30 minutes et 44h à 550°C varie de 389 HV à 375HV ce qui n'est pas un écart conséquent en vue des écarts types de ces mesures (11 et 20 HV). De ce fait, un long maintien à 550°C ne change pas drastiquement la microstructure. Il diminue le pourcentage de la martensite fraîche formée et l'effet durcissement secondaire survenant au début du revenu. Cependant, à 620°C la dureté diminue plus, selon le Tableau 6.2, à cause de la présence de moins de martensite à l'état final et de l'évolution des carbures. Cette dureté demeure dans l'intervalle acceptable des caractéristiques de l'alliage étudié. Dans le cas où le temps d'austénitisation est augmenté la bainite serait plus une bainite inférieure, donc la dureté à la fin du revenu à 620°C devrait être plus élevée que 301 HV.

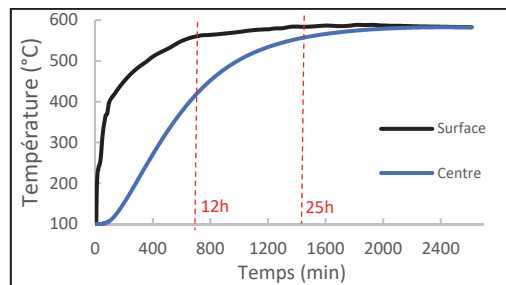


Figure 6.11 Phase de chauffe du revenu enregistrée par des thermocouples au centre et à la surface d'un bloc
Tiré de Bohlooli Arkhazloo et al. (2021)

La vitesse de refroidissement après le revenu n'est pas le paramètre le plus important. Toutefois, elle permet de transformer la partie des blocs de M/A non transformés en martensite donc une vitesse de refroidissement supérieure ou égale à 1°C/s est préférable. La vitesse de refroidissement en industrie est un critère non modifiable, car après revenu le refroidissement est fait à l'air, il est tout de même intéressant d'en connaître l'impact.

La martensite formée sera ensuite traitée par le second revenu afin d'arriver à la dureté visée et une fois encore réduire l'hétérogénéité. La situation idéale serait de décomposer entièrement les blocs de M/A avec le premier revenu, évitant par la suite la transformation martensitique lors du refroidissement. Si tel est le cas et que la dureté atteinte est acceptable,

le second revenu ne sera plus nécessaire. En théorie, si la fraction de martensite transformée est diminuée pour 620°C alors le temps du second revenu pourra être revu à la baisse. Habituellement, le second revenu est effectué à 537°C pendant 44h. Le manque de donnée ne permet pas de confirmer ces hypothèses, mais le second revenu se verrait diminuer de la même manière que le premier.

L'ensemble de ces arguments amène au cycle de traitement thermique suivant pour l'acier étudié :

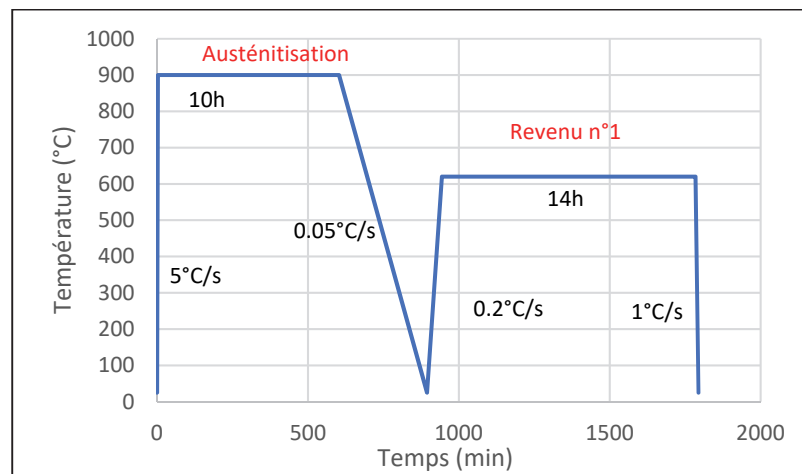


Figure 6.12 Traitement thermique proposé

Conclusion

Lors de cette étude, différentes étapes du traitement thermique d'un acier faiblement allié ont été analysés dans le but de comprendre les phénomènes métallurgiques en jeu et améliorer ce traitement. Une attention particulière a été prêté au revenu et à ses différents paramètres, car il est déterminant pour les propriétés mécaniques par l'évolution des précipités ainsi que des phases.

La phase austénitisation et de trempe produisent une microstructure soit martensitique soit bainitique. La martensite est obtenue pour des refroidissements rapides, ce qui lui confère une dureté élevée et une morphologie en lattes avec, pour certains refroidissements, de la cémentite. La bainite se forme pour des vitesses plus lentes. Elle peut avoir une morphologie en lattes ou granulaire avec des précipités à l'intérieure et entre les grains. Pour les plus faibles vitesses de refroidissement elle présente des blocs de M/A aux joints de grain.

La température de revenu influence les précipités et la décomposition des blocs de M/A. La martensite a une dureté qui diminue avec l'augmentation de la température alors que pour la bainite la dureté augmente. Les précipités pour ces deux microstructures ont tendance à s'agglomérer, se sphéroidiser et pour certains se dissoudre avec l'augmentation de la température. La précipitation aux joints de grain diminue avec la température alors que celle à l'intérieur des grains augmente. Contrairement au revenu à 550°C, les blocs de M/A de la bainite se décomposent entièrement après un revenu à 620°C pendant 14h. La partie décomposée se transforme en carbures de chrome et le reste se transforme en martensite durant le refroidissement.

La vitesse de chauffe jusqu'à la température de revenu conditionne la précipitation, plus la vitesse est lente plus la précipitation est favorisée. Généralement, aux joints de grain se forment les $M_{23}C_6$ alors que dans les grains se sont les MC et M_7C_3 . Le MC est un carbure de vanadium et $M_{23}C_6$ ainsi que M_7C_3 sont des carbures de chrome. Pour la martensite la précipitation pendant le revenu est importante alors que pour la bainite elle est discrète, voir absente lorsque la vitesse de chauffe augmente. Les précipités présents avant le revenu deviennent plus globulaires alors que ceux former durant la chauffe sont plus lamellaires.

Avec l'augmentation de la vitesse, la précipitation est également retardée et elle diminue aux joints de grain pour se faire principalement à l'intérieur des grains.

Le traitement thermique optimale de l'acier en question est destiné à obtenir une microstructure la plus homogène possible afin de favoriser au maximum la polissabilité. L'austénitisation démarre par une chauffe rapide jusqu'à 900°C. La température est maintenue pendant 10h et le refroidissement s'effectue par une trempe à l'eau avec des vitesses d'environ 5°C/s à la surface et 0.05°C/s au centre de la coulée. Par la suite le premier revenu se fait à une chauffe de 0.2°C/s jusqu'à 620°C pendant 14h pour ensuite refroidir à l'air.

Recommandations

Cette recherche c'est concentré sur la caractérisation d'un alliage faiblement allié en fonction des différents paramètres de traitement thermique. L'interprétation des résultats à ouvert un panel d'interrogation sur ce type d'acier qui nécessiterait d'autres investigations.

- L'analyse des échantillons au MET afin de caractériser plus en détail l'évolution des carbures au cours du revenu.
- Étudier l'impact du second revenu sur la martensite et la bainite pour connaître leur comportement. Évaluer la nécessité d'un second revenu pour une microstructure 100% martensitique.
- Évaluer l'effet du temps de maintien à la température d'austénitisation sur le type de bainite obtenu lors du refroidissement.
- Appliquer le traitement thermique optimisé sur une coulée afin de visualiser son efficacité et l'ajuster en conséquence.
- Établir une étude métrologique de l'impact des paramètres de revenu sur la polissabilité.
- Déterminer l'influence du vanadium durant le revenu, spécifiquement sur les précipités et la dureté.
- Caractériser les différentes séquences de précipitations pour les chauffes isothermes et non-isothermes.
- Étudier l'effet de la déformation sur les transformations de phase après austénitisation afin d'obtenir le diagramme TRC en fonction de la déformation appliquée.
- Modéliser l'ensemble du comportement des blocs de M/A.

BIBLIOGRAPHIE

- Barbadikar, D. R., Deshmukh, G. S., Maddi, L., Laha, K., Parameswaran, P., Ballal, A. R., ... Mathew, M. D. (2015). Effect of normalizing and tempering temperatures on microstructure and mechanical properties of P92 steel. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 132-133, 97-105. <<https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2015.07.001>>
- Berns, H. (1998). *Hartlegierungen und Hartverbundwerkstoffe: Gefüge, Eigenschaften, Bearbeitung, Anwendung*. (S.I.) : (s.n.). Repéré à <<http://link.springer.com/openurl?genre=book&isbn=978-3-642-51506-4>>
- Bialobrzeska, B., Dziurka, R., Żak, A., & Bała, P. (2018). The influence of austenitization temperature on phase transformations of supercooled austenite in low-alloy steels with high resistance to abrasion wear. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 18(2), 413-429. <<https://doi.org/10.1016/j.acme.2017.09.004>>
- Bohlooli Arkhazloo, N., Bazdidi-Tehrani, F., Morin, J.-B., & Jahazi, M. (2021). Optimization of furnace residence time and loading pattern during heat treatment of large size forgings. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 113(9-10), 2447-2460. <<https://doi.org/10.1007/s00170-021-06807-y>>
- Borgenstam, A., Höglund, L., Ågren, J., & Engström, A. (2000). DICTRA, a tool for simulation of diffusional transformations in alloys. *Journal of Phase Equilibria*, 21(3), 269-280. <<https://doi.org/10.1361/105497100770340057>>
- Bouissa, Y., Zorgani, M., Shahriari, D., Champliand, H., Morin, J.-B., & Jahazi, M. (2021). Microstructure-Based FEM Modeling of Phase Transformation During Quenching of Large-Size Steel Forgings. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 52(5), 1883-1900. <<https://doi.org/10.1007/s11661-021-06199-4>>
- Brewer, A. W., Erven, K. A., & Krauss, G. (1991). Etching and image analysis of prior austenite grain boundaries in hardened steels. *Materials Characterization*, 27(1), 53-56. <[https://doi.org/10.1016/1044-5803\(91\)90079-J](https://doi.org/10.1016/1044-5803(91)90079-J)>
- Broll, N. (1996). Principe de la diffraction des poudres. *Techniques de l'Ingénieur*. Repéré à <<https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-th1/etudes-de-structure-et-caracterisation-42386210/caracterisation-de-solides-cristallises-par-diffraction-x-p1080/principe-de-la-diffraction-des-poudres-p1080niv10001.html>>
- Brouri, T. (2011). Élaboration et étude des propriétés électriques des couches minces et des nanofils de ZnO, 156.
- Buytoz, S. (2006). Microstructural properties of M7C3 eutectic carbides in a Fe–Cr–C alloy. *Materials Letters*, 60(5), 605-608. <<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.09.046>>
- C. Garcia de Andres, Capdevila, G. Caballero, & San Martin. (2001). Effect of molybdenum on continuous cooling transformations in two medium carbon forging steels, 7.

- Chen, R., Zheng, Z., Li, N., Li, J., & Feng, F. (2018). In-situ investigation of phase transformation behaviors of 300M steel in continuous cooling process. *Materials Characterization*, 144, 400-410. <<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.07.034>>
- Chen, X., Wang, F., Li, C., & Zhang, J. (2020). Dynamic continuous cooling transformation, microstructure and mechanical properties of medium-carbon carbide-free bainitic steel. *High Temperature Materials and Processes*, 39(1), 304-316. <<https://doi.org/10.1515/htmp-2020-0051>>
- Chen, Y. T., Zhang, K. G., & Cheng, J. H. (2012). Microstructure Evolution of a HSLA Offshore Steel with Cooling Rates. *Advanced Materials Research*, 583, 306-309. <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.583.306>>
- Deng, X., & Ju, D. (2013). Modeling and Simulation of Quenching and Tempering Process in steels. *Physics Procedia*, 50, 368-374. <<https://doi.org/10.1016/j.phpro.2013.11.057>>
- Dobrzański, L. A., & Trzaska, J. (2004). Application of neural networks for prediction of critical values of temperatures and time of the supercooled austenite transformations. *Journal of Materials Processing Technology*, 155-156, 1950-1955. <<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.04.056>>
- Dong, D., Chen, F., & Cui, Z. (2016). Modeling of Austenite Grain Growth During Austenitization in a Low Alloy Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 25(1), 152-164. <<https://doi.org/10.1007/s11665-015-1810-9>>
- Drápala, Vodárek, & Vá, (s.d.). Computer simulation and modelling in materials engineering, 74.
- Durand-Charre, M. (2012). *La microstructure des aciers et des fontes*. (S.l.) : (s.n.).
- ECAM Lyon. (s.d.). Principe du microscope. *Pôle Matériaux et Structures (MAS)*. Repéré à <<https://www.ecam.fr/materiaux-structures/microscope-electronique-a-balayage/le-microscope/>>
- ECMO-TEST. (2021). Déroulement de la méthode d'essai Vickers. Repéré à <<https://www.emcotest.com/fr/lunivers-des-essais-de-durete/connaissances-de-la-durete/theorie-des-essais-de-durete/vickers/deroulement-de-la-methode-d-aposessai-vickers/>>
- Effects of Common Alloying Elements. (2015, 4 avril). *Specialty Metal Distributors*. Repéré à <<http://www.diehlsteel.com/technical-information/effects-of-common-alloying-elements-in-steel>>
- Ensuring Mold Steel Polishability. (s.d.). Repéré à <<https://www.moldmakingtechnology.com/articles/ensuring-mold-steel-polishability>>
- G. F. Vander Voort, & E. P. Manilova. (2005). Imaging phases in steels.

- Gao, Liu, Di, Yu, Yan, & Qiao, (2013). Influence of austenitization temperature on phase transformation features of modified high Cr ferritic heat-resistant steel. *Nuclear Engineering and Design*, 256, 148-152. <<https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2012.12.009>>
- Gao, Liu, Di & Yu (2012). Effect of Austenitization Temperature on Phase Transition Features of High Cr Ferritic Heat-Resistant Steel. *Advanced Materials Research*, 557-559, 175-181. <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.557-559.175>>
- Garcia-Mateo, C., Morales-Rivas, L., Caballero, F., Milbourn, D., & Sourmail, T. (2016). Vanadium Effect on a Medium Carbon Forging Steel. *Metals*, 6(6), 130. <<https://doi.org/10.3390/met6060130>>
- Grajcar, A., Zalecki, W., Skrzypczyk, P., Kilarski, A., Kowalski, A., & Kołodziej, S. (2014). Dilatometric study of phase transformations in advanced high-strength bainitic steel. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 118(2), 739-748. <<https://doi.org/10.1007/s10973-014-4054-2>>
- Gündüz, S., & Cochrane, R. C. (2005). Influence of cooling rate and tempering on precipitation and hardness of vanadium microalloyed steel. *Materials & Design*, 26(6), 486-492. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2004.07.022>>
- Gupta, C., Dey, G. K., Chakravartty, J. K., Srivastav, D., & Banerjee, S. (2005). A study of bainite transformation in a new CrMoV steel under continuous cooling conditions. *Scripta Materialia*, 6.
- Han, F., Hwang, B., Suh, D.-W., Wang, Z., Lee, D. L., & Kim, S.-J. (2008). Effect of molybdenum and chromium on hardenability of low-carbon boron-added steels. *Metals and Materials International*, 14(6), 667-672. <<https://doi.org/10.3365/met.mat.2008.12.667>>
- Hantcherli, M. (2010). Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés, 163.
- Hell, J.-C. (2011). Aciers bainitiques sans carbure: caractérisations microstructurale multi-échelle et in situ de la transformation austénite-bainite et relations entre microstructure et comportement mécanique, 185.
- Hitachi High-Technologies Corporation. (2011). Hitachi Tabletop Microscope TM3000.
- H.K.D.H. BHADESHIA and J.W. CHRISTIAN. (1990). Bainite in steels. *Metallurgical Transactions A*, 31.
- Hsu, T. Y., Zuyao, X., & Xuemin, L. (1983). Diffusion of carbon during the formation of low-carbon martensite. *Scripta Metallurgica*, 17(11), 1285-1288. <[https://doi.org/10.1016/0036-9748\(83\)90217-X](https://doi.org/10.1016/0036-9748(83)90217-X)>

- Hsu (Xu Zuyao), T. Y. (1995). Carbon Diffusion and Kinetics During the Lath Martensite Formation. *Le Journal de Physique IV*, 05(C8), C8-351-C8-354. <<https://doi.org/10.1051/jp4:1995851>>
- Huda, N. (2018). Effect of Martensite-Austenite (MA) on Mechanical Properties of X80 Linepipe Steel, 234.
- Hui, W., Xiao, N., Zhao, X., Zhang, Y., & Wu, Y. (2017). Effect of vanadium on dynamic continuous cooling transformation behavior of medium-carbon forging steels. *Journal of Iron and Steel Research International*, 24(6), 641-648. <[https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(17\)30096-1](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(17)30096-1)>
- Hwang, B., Suh, D.-W., & Kim, S.-J. (2011). Austenitizing temperature and hardenability of low-carbon boron steels. *Scripta Materialia*, 64(12), 1118-1120. <<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.03.003>>
- Identification of Phases in Stainless Steels by Etching. (s.d.). Repéré à <<https://vacaero.com/information-resources/metallography-with-george-vander-voort/1061-identification-of-phases-in-stainless-steels-by-etching.html>>
- Jang, J. H., Kim, I. G., & Bhadeshia, H. K. D. H. (2010). ϵ -Carbide in alloy steels: First-principles assessment. *Scripta Materialia*, 63(1), 121-123. <<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.03.026>>
- JEOL. (s.d.). JEM-2100F Field Emission Electron Microscope.
- Jiang, Z., Wang, P., Li, D., & Li, Y. (2017a). The evolutions of microstructure and mechanical properties of 2.25Cr-1Mo-0.25V steel with different initial microstructures during tempering. *Materials Science and Engineering: A*, 699, 165-175. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.05.095>>
- Jiang, Z., Wang, P., Li, D., & Li, Y. (2017c). The evolutions of microstructure and mechanical properties of 2.25Cr-1Mo-0.25V steel with different initial microstructures during tempering. *Materials Science and Engineering: A*, 699, 165-175. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.05.095>>
- Kah, P., Layus, P., & Martikainen, J. (2015). Influence of alloying elements on the low-temperature properties of steel, 9.
- Kaiser, D., de Graaff, B., Dietrich, S., & Schulze, V. (2018). Investigation of the precipitation kinetics and microstructure evolution of martensitic AISI 4140 steel during tempering with high heating rates. *Metallurgical Research & Technology*, 115(4), 404. <<https://doi.org/10.1051/metal/2018026>>

- Karlík, M., & Jouffrey, B. (2008, 10 juin). Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) - Microscope, échantillons et diffraction. *Ref: TIP551WEB* - « *Étude et propriétés des métaux* ». Editions T.I. | Techniques de l'Ingénieur. Repéré à <<https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/essais-metallographiques-des-metiaux-et-alliages-42343210/etude-des-metiaux-par-microscopie-electronique-en-transmission-met-m4134/>>
- Kawulok, P., Podolinský, P., Kajzar, P., Schindler, I., Kawulok, R., Šev, V., & Op, P. (s.d.). The influence of deformation and austenitization temperature on the kinetics of phase transformations during cooling of high-carbon steel, 6.
- Kiefer, A. (s.d.). Effect of Chemical Elements in Steel, 2.
- Kim, K.-S., Du, L.-X., & Gao, C.-R. (2015). Influence of Vanadium Content on Bainitic Transformation of a Low-Carbon Boron Steel During Continuous Cooling. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 28(6), 692-698. <<https://doi.org/10.1007/s40195-015-0249-1>>
- Klocke, F., Dambon, O., & Behrens, B. (2011). Analysis of defect mechanisms in polishing of tool steels. *Production Engineering*, 5(5), 475-483. <<https://doi.org/10.1007/s11740-011-0301-6>>
- Kong, J., & Xie, C. (2006). Effect of molybdenum on continuous cooling bainite transformation of low-carbon microalloyed steel. *Materials & Design*, 27(10), 1169-1173. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2005.02.006>>
- Kop, T. A., & Sietsma, J. (2001). Dilatometric analysis of phase transformations in hypoeutectoid steels, 8.
- La colonne du microscope électronique à transmission. (s.d.). Repéré à <<https://www.stem.lps.u-psud.fr/la-microscopie-electronique/chapitre-iii-les-principaux-%C3%A9lements-du-microscope-%C3%A9lectronique/iii5-la->>
- Lee, S.-J., & Lee, Y.-K. (2008). Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels. *Materials & Design*, 29(9), 1840-1844. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2008.03.009>>
- Lee, S.-J., Park, J.-S., & Lee, Y.-K. (2008). Effect of austenite grain size on the transformation kinetics of upper and lower bainite in a low-alloy steel. *Scripta Materialia*, 59(1), 87-90. <<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.02.036>>
- Lee, Y.-K. (2002). Empirical formula of isothermal bainite start temperature of steels, 3.
- Li, S., Xi, X., Luo, Y., Mao, M., Shi, X., Guo, J., & Guo, H. (2018a). Carbide Precipitation during Tempering and Its Effect on the Wear Loss of a High-Carbon 8 Mass% Cr Tool Steel. *Materials*, 11(12), 2491. <<https://doi.org/10.3390/ma11122491>>

- Liang, X. J., Hua, M. J., & DeArdo, A. J. (2014). The Mechanism of Martensite-Austenite Microconstituents Formation during Thermomechanical Controlling Processing in Low Carbon Bainitic Steel. *Materials Science Forum*, 783-786, 704-712. <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.783-786.704>>
- L'influence des alliages (s.d.). Repéré à <https://www.fabory.com/fr/knowledge_center/technical/steel/influence_of_alloying_elements>
- Luo, Y., Guo, H., Sun, X., Mao, M., & Guo, J. (2017). Effects of Austenitizing Conditions on the Microstructure of AISI M42 High-Speed Steel. *Metals*, 7(1), 27. <<https://doi.org/10.3390/met7010027>>
- Luo, Y.-W., Guo, H.-J., Sun, X.-L., Guo, J., & Wang, F. (2018). Influence of Tempering Time on the Microstructure and Mechanical Properties of AISI M42 High-Speed Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49(12), 5976-5986. <<https://doi.org/10.1007/s11661-018-4924-5>>
- Maalekian, M. (2007). The Effects of Alloying Elements on Steels, 36.
- Maalekian, M., Lendinez, M. L., Kozeschnik, E., Brantner, H. P., & Cerjak, H. (2006). The Influence of Peak Temperature and Deformation on Welding CCT Diagram of Eutectoid Carbon Steel. *Advanced Materials Research*, 15-17, 1008-1013. <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.15-17.1008>>
- Media, R. (2017, 9 août). 5 Common Alloying Elements. *Metal Supermarkets - Steel, Aluminum, Stainless, Hot-Rolled, Cold-Rolled, Alloy, Carbon, Galvanized, Brass, Bronze, Copper*. Repéré à <<https://www.metalsupermarkets.com/5-common-alloying-elements/>>
- Nazemi, F. (2019). Identify and quantify the thermodynamics and kinetics aspects of fast tempering in martensite low-alloy medium carbon steel used for aerospace application, 205.
- OLYMPUS. (s.d.). LEXT OLS4100.
- Opiela, M., Zalecki, W., & Grajcar, A. (2012). Influence of plastic deformation on CCT-diagrams of new-developed microalloyed steel. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 51(2), 12.
- Paul Saroj Kumar, Fathy, A., & Megahed, G. (2009). Effect of AlN precipitatio and hot rolling process on the microstructure.
- Pilling, J., & Ridley, N. (1982). Tempering of 2.25 Pct Cr-1 Pct Mo Low Carbon Steels. *Metallurgical Transactions A*, 13(4), 557-563. <<https://doi.org/10.1007/BF02644419>>

- Pokorny, J., & Pokorny, A. (1994). Analyse des points de transformation. *Techniques de l'Ingénieur*. Repéré à <<https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/essais-metallographiques-des-metaux-et-alliages-42343210/metallographie-m90/analyse-des-points-de-transformation-m90niv10001.html>>
- Principe. (s.d.). *Techniques de l'Ingénieur*. Repéré à <<https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-th1/techniques-d-analyse-par-imagerie-42387210/microscopie-electronique-a-balayage-p865/principe-p865v3niv10001.html>>
- Qiao, G., Han, X., Chen, X., Wang, X., Liao, B., & Xiao, F. (2019). Transformation of M/A Constituents during Tempering and Its Effects on Impact Toughness of Weld Metals for X80 Hot Bends. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2019, 1-10. <<https://doi.org/10.1155/2019/6429045>>
- R. Kawulok, I. Schindler, P. Kawulok, S. Rusz, & P. Opěla, Z. Solowski, K. M. Čmiel. (2015). Effect of deformation on the continuous cooling transformation (cct) diagram of steel 32CrB4.
- Rebeggiani, S., & Rebeggiani, S. (s.d.). *On Polishability of Tool Steels*. (S.I.) : (s.n.).
- Revilla, C., López, B., & Rodriguez-Ibabe, J. M. (2014). Carbide size refinement by controlling the heating rate during induction tempering in a low alloy steel. *Materials & Design* (1980-2015), 62, 296-304. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.05.053>>
- Roy C. Wilcox and Bryan A. Chin. (1984). Austenitizing and Microstructure of a HT-9 Steel.
- Ruste, J. (2013). Microscopie électronique à balayage - Principe et équipement. *Ref: TIP630WEB - « Techniques d'analyse »*. Editions T.I. | Techniques de l'Ingénieur. Repéré à <<https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-th1/techniques-d-analyse-par-imagerie-42387210/microscopie-electronique-a-balayage-p865/>>
- Singh, G., Singh, R., & Singh, R. (2015). To study the effect of holding time and holding temperature on hardness and microstructure of alloy steel AISI4340, 1(1), 12.
- Sourmail, T., & Smanio, V. (2013). Low temperature kinetics of bainite formation in high carbon steels. *Acta Materialia*, 61(7), 2639-2648. <<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.01.044>>
- Speich, G. R., & Leslie, W. C. (1972). Tempering of steel. *Metallurgical Transactions*, 12.
- Suski, C. A., & Oliveira, C. A. S. (2013). Effect of Austenitization Temperature on the Precipitation of Carbides in Quenched Low Carbon Boron Steel. *Metallography, Microstructure, and Analysis*, 2(2), 79-87. <<https://doi.org/10.1007/s13632-012-0057-1>>

- Talebi, S. H. (2018). Microstructure Evolution and Optimization of the Tempering Heat Treatment of a Medium-Carbon Low-Alloy Steel, 123.
- Thermo-Calc. (2017). Diffusion Module (DICTRA) Documentation Set.
- Thomson, R. C., & Miller, M. K. (1998). Carbide precipitation in martensite during the early stages of tempering Cr- and Mo-containing low alloy steels. *Acta Materialia*, 46(6), 2203-2213. <[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00420-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00420-5)>
- Tian, L., Li, S. L., Liu, J. Z., & Zhang, X. H. (2014). Effect of Austenitizing Processes on Isothermal Quenching Microstructure in Bearing Steel. *Advanced Materials Research*, 887-888, 276-280. <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.887-888.276>>
- Uddeholm_polishing-eng_t_1609_e6.pdf. (s.d.). Repéré à <https://www.uddeholm.com/app/uploads/sites/45/2018/02/Uddeholm_polishing-eng_t_1609_e6.pdf>
- Voort, G F Vander, & Manilova, E. P. (2005). Some techniques learned from experience can help metallographers identify certain phases in steels. *Advanced Materials*, 6.
- Voort, George F Vander. (2001). Etching isothermally treated steels, 8.
- Wang, J., P. J. Van Der Wolk, & S. Van Der Zwaag. (2000). On the influence of alloying elements on the bainite reaction in low alloy steels during continuous cooling, 12.
- Wang, P., Zhang, S., Lu, S., Li, D., & Li, Y. (2013). Phase transformation during intercritical tempering with high heating rate in a Fe-13%Cr-4%Ni-Mo stainless steel. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 26(6), 669-674. <<https://doi.org/10.1007/s40195-013-0314-6>>
- Xiong, W., Song, R., Yu, P., Huo, W., Qin, S., & Liu, Z. (2019). Phase Transformation and Precipitation Mechanism of Nb Microalloyed Bainite–Martensite Offshore Platform Steel at Different Cooling Rates. *steel research international*, 90(11), 1900224. <<https://doi.org/10.1002/srin.201900224>>
- Xu, W., Ferry, M., & Wang, Y. (2005). Influence of alloying elements on as-cast microstructure and strength of gray iron. *Materials Science and Engineering: A*, 390(1-2), 326-333. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.08.030>>
- Yi, D. L., & Yin, G. L. (2011). Effect of Tempering Holding Time on Performance of Wear-Resistant Steel of High Pressure Blower Impeller. *Advanced Materials Research*, 299-300, 1107-1110. <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.299-300.1107>>
- You, W., Xu, W., Liu, Y., Bai, B., & Fang, H. (2007). Effect of Chromium on CCT Diagrams of Novel Air-Cooled Bainite Steels Analyzed by Neural Network. *Journal of Iron and Steel Research International*, 14(4), 39-42. <[https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(07\)60055-7](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(07)60055-7)>

- Zhang, H., Wu, Y., Fu, J., Xu, J., & Zhai, Q. (2017). Influence of on-line tempering parameters on microstructure of medium-carbon steel. *Journal of Iron and Steel Research International*, 24(1), 59-66. <[https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(17\)30009-2](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(17)30009-2)>
- Zhu, Y., Li, Y., Fan, H., & Feng, K. (2019). Effects of tempering process on microstructure and mechanical properties of G18NiMoCr3-6. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 493, 012141. <<https://doi.org/10.1088/1757-899X/493/1/012141>>
- Zi-Kui Liu. (s.d.). Introduction of Dictra. Pennsylvania State University.
- ϵ -Carbide in alloy steels: First-principles assessment | Elsevier Enhanced Reader. (2010). <<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.03.026>>