

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE
À L'OBTENTION DE LA
MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE, CONCENTRATION GÉNIE AÉROSPATIAL
M. Sc. A.

PAR
Lucas AUSSEIL

MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DES PROPRIÉTÉS THERMOMÉCANIQUES
D'UN ACIER MARTENSITIQUE

MONTREAL, LE 18 JANVIER 2016



Lucas Ausseil, 2016



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. Philippe Bocher, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

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

M. Mohammad Jahazi, 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 08 JANVIER 2016

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de recherche M. Philippe BOCHER pour m'avoir proposé ce sujet de maîtrise ainsi que pour la confiance et l'autonomie qu'il m'a donnée pendant cette maîtrise.

Je tiens à remercier le CRNSG et le CReFaRRE pour le soutien financier apporté et le suivi réalisé lors de ce projet.

Je souhaite remercier le personnel de l'ÉTS, Michel DROUIN, Radu ROMANICA, Serge PLAMONDON et Claude Daniel LEGAULT qui m'ont épaulé et aidé à trouver des solutions lors de la mise en place d'expérience, Éric Marcoux pour la fabrication des éprouvettes, Davood SHAHRIARI pour l'aide fournie sur les conditions d'essai, ainsi que toute l'équipe du LOPFA.

Je remercie sincèrement ma famille pour m'avoir encouragé dans mes projets ainsi que Hélyette, toujours présente à mes côtés.

MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DES PROPRIÉTÉS THERMOMÉCANIQUES D'UN ACIER MARTENSITIQUE

Lucas AUSSEIL

RÉSUMÉ

Le but de l'étude est de développer des méthodes permettant de mesurer les propriétés thermomécaniques d'un acier martensitique lors de chauffe rapide. Ces données permettent d'alimenter les modèles d'éléments finis existant avec des données expérimentales. Pour cela, l'acier 4340 est utilisé. Cet acier est notamment utilisé dans les roues d'engrenage, il a des propriétés mécaniques très intéressantes. Il est possible de modifier ses propriétés grâce à des traitements thermiques.

Le simulateur thermomécanique Gleeble 3800 est utilisé. Il permet de tester théoriquement toutes les conditions présentes dans les procédés de fabrication.

Avec les tests de dilatation réalisés dans ce projet, les températures exactes de changement de phases austénitiques et martensitiques sont obtenues. Des tests de traction ont aussi permis de déduire la limite d'élasticité du matériau dans le domaine austénitique allant de 850 °C à 1100 °C. L'effet des déformations sur la température de début de transformation est montré qualitativement. Une simulation numérique est aussi réalisée pour comprendre les phénomènes intervenant pendant les essais.

Mots clefs : acier martensitique, 4340, Gleeble, dilatométrie, propriétés thermomécaniques

THERMOMECHANICAL PROPERTIES CHARACTERIZATION METHODS OF MARTENSITIC STEEL

Lucas AUSSEIL

ABSTRACT

The aim of this study is to develop methods in order to measure the thermomechanical properties of martensitic steel. These experimental data will be useful in finite element simulation. 4340 steel is used in this study. This alloy is used in gears and has very interesting mechanical properties. Furthermore it is possible to modify this material with heat treatments.

The Gleeble 3800 is used to test the material. Theoretically, it can reproduce all manufacturing process condition.

With dilatation tests made in this project, exact austenitic and martensitic phase transformations temperatures are obtained. Tensile tests also permit to find the yield stress of 4340 in austenitic domain between 850 and 1100 °C. The effect of work hardening on martensitic start temperature is qualitatively shown. A numerical simulation is made to understand the physics of tests.

Keywords: martensitic steel, 4340, Gleeble, dilatometric test, thermomechanical properties

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	3
1.1 Acier 4340.....	4
1.1.1 Description de l'acier 4340.....	4
1.1.2 Les phases	5
1.1.2.1 L'austénite : γ	7
1.1.2.2 La martensite : α'	7
1.1.3 Les traitements thermiques	9
1.1.3.1 L'austénisation.....	10
1.1.3.2 La trempe	10
1.1.3.3 Le revenu	10
1.1.3.4 Effet des traitements thermique sur la dureté initiale	11
1.1.4 Évolution des caractéristiques suivant la vitesse de chauffe	11
1.1.4.1 Modèles de changement de phase isotherme.....	13
1.1.4.2 Évolution du coefficient d'expansion thermique.....	18
1.1.5 Évolution des caractéristiques suivant le niveau de contrainte.....	19
1.2 Les thermocouples ou couples thermoélectriques	20
1.2.1 Effet Seebeck	21
1.2.2 Les différents types de thermocouple	21
1.2.3 Caractérisation du retard	22
1.3 Bilan et objectif de l'étude.....	24
CHAPITRE 2 DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE	27
2.1 Gleeble 3800	27
2.1.1 Unités de chauffe du Gleeble.....	28
2.1.1.1 Unité de chauffe dilatométrique.....	28
2.1.1.2 Unité de chauffe pour les tests mécaniques	30
2.1.2 Géométrie des éprouvettes.....	31
2.1.2.1 Traitement thermique.....	32
2.1.2.2 Mesure de la dureté.....	33
2.1.3 Refroidissement	34
2.1.4 Instrumentation des éprouvettes et système de mesure	35
2.1.4.1 Thermocouples.....	35
2.1.4.2 Dilatomètre	37
2.2 Essais.....	38
2.2.1 Calibration du Gleeble suivant le retard des thermocouples avec la méthode des laques	38
2.2.1.1 Dispositif expérimental.....	39
2.2.1.2 Synchronisation de la caméra avec le thermocouple de mesure	39
2.2.1.3 Bruit dans le signal du thermocouple.....	39

2.2.1.4	Plan d'expérience.....	40
2.2.2	Détermination des propriétés dilatométriques	41
2.2.2.1	Plan d'expérience.....	41
2.2.2.2	Détermination des températures de début et de fin de transformation austénitique (au chauffage) et martensitique (refroidissement) avec la dilatation de l'échantillon	42
2.2.2.1	Obtention du retard des thermocouples avant Ac_1	46
2.2.2.2	Détermination de Ac_1 avec la puissance électrique	49
2.2.2.3	Détermination de la fraction volumique d'austénite en fonction de la température.....	51
2.2.2.4	Évolution du diamètre central pendant le maintien	53
2.2.2.5	Retard de lecture du thermocouple au début du refroidissement.....	54
2.2.3	Essai anisotherme à déformation imposée.....	55
2.2.3.1	Calibration des essais pour la chauffe.....	56
2.2.3.2	Maintien à 1100 °C	58
2.2.3.3	Refroidissement des tests de traction.....	61
2.2.3.4	Méthode de détermination de M_s et M_f pendant le refroidissement.....	62
2.2.3.5	Méthode de caractérisation de la limite d'écoulement de l'austénite	63
CHAPITRE 3	EXPLOITATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS.....	65
3.1	Effet du maintien à 1100°C pendant 90 secondes	65
3.2	Résultats des essais de dilatation	67
3.2.1	Cinétique de réaction et retard des thermocouples	68
3.2.2	Déduction des températures réelles pour Ac_1 et Ac_3	69
3.2.3	Détermination de Ac_1 avec la puissance électrique	71
3.2.4	Influence de la vitesse de chauffe sur la cinétique de transformation austénitique.....	72
3.2.4.1	Échantillons 22 HRC	73
3.2.4.2	Échantillons 35 HRC	74
3.2.4.3	Échantillons 45 HRC	75
3.2.5	Influence de la dureté initiale sur la transformation austénitique	76
3.2.6	Déduction de M_s en fonction des différentes courbes de dilatation.....	78
3.3	Résultats des essais anisothermes avec déplacement imposé.....	79
3.3.1	Données obtenues pendant la chauffe.....	79
3.3.2	Données obtenues pendant le maintien.....	81
3.3.3	Données obtenues pendant le refroidissement.....	81
CHAPITRE 4	SIMULATION NUMÉRIQUE À L'AIDE DU LOGICIEL COMSOL.....	85
4.1	Mise en place de la simulation.....	85
4.1.1	Géométries	85
4.1.2	Hypothèses et conditions aux limites.....	88
4.1.2.1	Conditions thermiques	88

4.1.2.2	Conditions électriques.....	89
4.1.2.3	Conditions mécaniques	90
4.1.3	Propriétés des matériaux	90
4.1.4	Étude de convergence et choix du maillage.....	91
4.2	Simulation de la chauffe pour les essais de dilatation	93
4.3	Le maintien à haute température.....	95
4.3.1	Résultats pour un maintien après une chauffe à $400\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pour une éprouvette de dilatation.....	95
4.3.1.1	Température	95
4.3.1.2	Les contraintes	97
CONCLUSION.....		101
RECOMMANDATIONS		103
ANNEXE I	GÉOMÉTRIE DES ÉPROUVETTES.....	105
ANNEXE II	LE POWANGLE	107
ANNEXE III	LAQUES THERMIQUES ET PROGRAMME LABVIEW ASSOCIÉ	109
ANNEXE IV	CODE MATLAB DE LA SIMULATION NUMÉRIQUE	111
ANNEXE V	LE CHAUFFAGE PAR INDUCTION.....	117
ANNEXE VI	TEST DE CARACTÉRISATION DE L'EFFET TRIP.....	119
BIBLIOGRAPHIE.....		121

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Composition chimique de l'acier 4340 standard (% massique)4
Tableau 1.2	Récapitulatif des couples thermoélectriques les plus utilisés avec leurs gammes de mesure22
Tableau 2.1	Différents traitements thermiques réalisés sur les éprouvettes32
Tableau 2.2	Plan d'expérience pour la calibration des thermocouples40
Tableau 2.3	Plan d'expérience pour les tests de dilatation.....42
Tableau 2.4	Coefficients des polynômes représentant la dilatation suivant la vitesse de chauffe pour le domaine biphasé.....47
Tableau 2.5	Tableau récapitulatif des essais effectués55
Tableau 3.1	Température de changement de phase pour les échantillons avec une dureté initiale de 45 HRC68
Tableau 3.2	Température réelle de début et de fin de transformation austénitique en fonction de la vitesse de chauffe et de la dureté initiale69
Tableau 3.3	Tableau comparatif des valeurs trouvées avec la dilatation et le PowAngle sans correction de température.....72
Tableau 3.4	Résultat de M_s et M_f (en °C) suivant la vitesse de chauffe, la dureté initiale et l'unité utilisée.....78
Tableau 3.5	Valeurs des coefficients A et Q déterminées au chauffage.....80
Tableau 3.6	Énergie d'activation au refroidissement pour les cinq tests82
Tableau 3.7	Résultat de M_s et M_f pour les différents tests de traction (refroidissement libre).....83
Tableau 4.1	Propriétés des matériaux utilisés dans le modèle numérique.....91
Tableau 4.2	Données de l'étude de convergence92

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Quantité de phases présente dans le 4340 à l'équilibre en fonction de la température (tirée de Thermocalc, 12 novembre 2015).....5
Figure 1.2	(a) Diagramme de phase Fe-C comparé au (b) diagramme de phase du 4340 (tirée de Thermocalc, 12 novembre 2015).....6
Figure 1.3	Principe de la formation de l'austénite à partir de la ferrite et de la cémentite adaptée de Atkinson, Akbay et Reed (1995).....7
Figure 1.4	(a) Modèle de Bain montrant la formation d'un réseau quadratique centrée dans l'austénite conduisant à la formation d'une maille de martensite (b), adaptée de Porter et Easterling (1992).....8
Figure 1.5	Formation des lattes de martensite dans un grain d'austénite lors du refroidissement adaptée de Porter et Easterling (1992).....9
Figure 1.6	Évolution typique de la température de fin de transformation austénitique en fonction de la vitesse de chauffe déterminé expérimentalement, adaptée de Rudnev et al. (2002).....12
Figure 1.7	Fraction transformée $f_\gamma(t)$ en fonction de Nkt pour différentes valeurs de q, adaptée de Cetinel et Kayacan (2007).....15
Figure 1.8	(a) Schémas représentant l'énergie libre avec la condition de l'équilibre et (b) une condition de non-équilibre tirés de Porter et Easterling (1992).....16
Figure 1.9	Circuit d'un thermocouple.....21
Figure 1.10	Signal de réponse avec déduction du temps de réponse par méthode graphique.....23
Figure 2.1	Unité de dilatation du Gleeble29
Figure 2.2	Courbe de dilatation pour l'essai avec une chauffe de $10\text{ }^\circ\text{C.s}^{-1}$ pour un échantillon d'une dureté initiale à 45 HRC29
Figure 2.3	Unité polyvalente avec une éprouvette de traction montée et testée30
Figure 2.4	Courbe de l'essai avec une chauffe de $100\text{ }^\circ\text{C.s}^{-1}$ pour un échantillon d'une dureté initiale à 45 HRC31
Figure 2.5	(a) Schéma des positions des points de mesures de la dureté, (b) résultat sur un échantillon.....33

Figure 2.6	Dureté Rockwell en fonction de la distance au centre de l'échantillon (mm)	34
Figure 2.7	Système de trempe du Gleeble.....	35
Figure 2.8	(a) Taille d'un thermocouple au microscope X100, (b) éprouvette avec un thermocouple soudé	35
Figure 2.9	Thermocouple Welder permettant de souder les thermocouples sur l'éprouvette.....	36
Figure 2.10	Taille de la soudure d'un fil du thermocouple après test de dilatation thermique à $0,5\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ ((a) 45 HRC, (b) 22 HRC)	37
Figure 2.11	Dilatometre utilisé dans le Gleeble	38
Figure 2.12	Courbe de dilatation (en mm) en fonction de la température avec les différents domaines étudiés ((a) martensite cémentite, (b) transformation austénitique, (c et d) austénite et (e) transformation martensitique).....	43
Figure 2.13	Zoom sur la courbe de dilatation pour une chauffe à $2000\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, 45 HRC montrant le bruit dans le signal de dilatation et la courbe retenue.....	44
Figure 2.14	Illustration de la méthode graphique pour déduire la température de début (Ac_1) et de fin (Ac_3) de transformation austénitique avec les courbes représentant le domaine biphasé (a) et le domaine austénitique(b) (45 HRC , $50\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$).....	45
Figure 2.15	Méthode graphique pour déterminer M_s et M_f (45 HRC , $0,5\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$).....	46
Figure 2.16	Courbe donnant la dilatation du diamètre centrale en fonction de la température, 45 HRC	47
Figure 2.17	Méthode graphique pour trouver la différence entre la température lue et la température réelle.....	48
Figure 2.18	Courbe du PowAngle en fonction de la température mesurée pour les différentes vitesses de chauffés des échantillons d'une dureté initiale de 45 HRC.....	49
Figure 2.19	Température consigne et mesurée en fonction du temps comparé au PowAngle (puissance électrique, $2000\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$).....	50
Figure 2.20	Température mesurée comparé à la température consigne en fonction du temps avec la puissance électrique (PowAngle, en degré) pour le test avec une vitesse de chauffe de $2000\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$	51

Figure 2.21	Fraction volumique d'austénite en fonction de la température (chauffe $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, 45 HRC initiale).....	52
Figure 2.22	Dilatation en fonction du temps pendant le maintien pour une chauffe à $400\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ et une dureté initiale de 35 HRC.....	53
Figure 2.23	Température mesurée et température consigne en fonction du temps au début du refroidissement.....	54
Figure 2.24	Contrainte en fonction de la température pour le test n°1 ($0,0026\text{ mm.s}^{-1}$, 35 HRC initiale) pendant la chauffe	56
Figure 2.25	Contrainte en fonction de la température pour le test 2 ($0,004\text{ mm.s}^{-1}$ jusqu'à $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ puis $0,0026\text{ mm.s}^{-1}$, dureté initiale 22 HRC, chauffe à $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$) pendant la chauffe.....	57
Figure 2.26	Contrainte en fonction de la température ($0,004\text{ mm.s}^{-1}$, variation de dureté initiale) pendant la chauffe.....	58
Figure 2.27	Comparaison des comportements en traction pendant le maintien à $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ en fonction du déplacement des mors.....	59
Figure 2.28	Déduction de la limite d'écoulement par méthode graphique avec la courbe contrainte en fonction des déformations du test 1.....	60
Figure 2.29	Température en fonction du temps lors de la phase de refroidissement des cinq tests	61
Figure 2.30	Contrainte en fonction de la température pour les tests 1, 3 et 4.2 pendant le refroidissement	62
Figure 2.31	Évolution du logarithme de la contrainte (Pa) en fonction de l'inverse de la température en Kelvin au chauffe et refroidissement.....	64
Figure 3.1	Mesure de dureté Rockwell en fonction de la distance au centre de l'éprouvette (dureté initiale 45 HRC, pour 10 , 50 et $400\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pendant la chauffe, $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pendant le refroidissement)	66
Figure 3.2	Mesure de dureté pour les trois duretés initiales ayant subi le même cycle thermique ($400\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pendant la chauffe, $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pour le refroidissement)	66
Figure 3.3	Mesure de dureté pour les trois duretés initiales ayant subi des cycles thermiques différents ($10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pendant la chauffe, $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pendant le refroidissement pour 35 et 45 HRC et $400\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pour 22 HRC)	67

Figure 3.4	(a) Ac_1 et (b) Ac_3 en fonction de la dureté initiale et de la vitesse de chauffe.....	70
Figure 3.5	Différence entre Ac_1 et Ac_3 en fonction de la dureté initiale et de la vitesse de chauffe.....	71
Figure 3.6	Fraction volumique d'austénite en fonction de la température et de la vitesse de chauffe (22 HRC).....	73
Figure 3.7	Fraction volumique de martensite en fonction de la température et de la vitesse de chauffe (35 HRC).....	74
Figure 3.8	Fraction volumique d'austénite en fonction de la température et de la vitesse de chauffe (45 HRC).....	75
Figure 3.9	Fraction volumique d'austénite en fonction de la température et de la dureté pour des faibles vitesses de chauffe ((a) $0,5\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, (b) $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$)	76
Figure 3.10	Fraction volumique d'austénite en fonction de la température et de la dureté pour des vitesses de chauffe intermédiaire ((a) $50\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, (b) $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$)	77
Figure 3.11	Fraction volumique d'austénite en fonction de la température et de la dureté pour des grandes vitesses de chauffe ((a) $400\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, (b) $800\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$)	77
Figure 3.12	Courbe du logarithme des contraintes (Pa) en fonction de l'inverse de la température en Kelvin.....	80
Figure 3.13	Courbe du logarithme des contraintes (Pa) en fonction de l'inverse de la température en Kelvin pour les tests 1 et 2	81
Figure 3.14	M_s en fonction des contraintes pour les tests de traction	83
Figure 4.1	Disposition des mors autour de l'éprouvette	86
Figure 4.2	Géométrie du montage sur COMSOL	86
Figure 4.3	Schéma des plans de symétrie du montage en vue isométrique	87
Figure 4.4	(a) Rendu en fil de fer de la géométrie simplifiée pour l'éprouvette de dilatation, (b) frontières coïncidentes avec les surfaces de symétrie pour l'éprouvette de dilatation	87
Figure 4.5	Frontière où la température ambiante est imposée	88
Figure 4.6	Frontière où le rayonnement s'applique	89

Figure 4.7	(a) Surfaces où le courant et (b) la masse sont appliquées	90
Figure 4.8	Zone chaude pendant le maintien délimité par les traces d'oxydations après test pour l'éprouvette de dilatation.....	91
Figure 4.9	(a) Maillages 5, (b) 1 et (c) 6 utilisés pour l'étude de convergence	92
Figure 4.10	Distribution imposée sur le maillage 1	92
Figure 4.11	Erreur relative en fonction du nombre de degrés de liberté.....	93
Figure 4.12	Courbe de courant imposé pendant la simulation en fonction de la température.....	94
Figure 4.13	(a) Température (°C) au niveau du diamètre central pour la fin de la chauffe et (b) 5 secondes de maintien.....	95
Figure 4.14	Évolution des courbes isosurfaces en fonction du temps de maintien pour (a) 0 seconde, (b) 15 secondes et (c) 90 secondes de maintien (en °C).....	96
Figure 4.15	Déplacement des mors en fonction du temps	97
Figure 4.16	Critère de plasticité de Von Mises (MPa) pour les temps de maintien de (a) 0 seconde, (b) 15 secondes et (c) 90 secondes.....	98
Figure 4.17	Force exercée par l'éprouvette et dilatation du rayon de l'éprouvette en fonction du temps pendant le maintien lors de la simulation.....	99

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AISI	American Iron and Steel Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
AR	Austin-Rickett
CC	Cubique Centrée
CFC	Cubique Face Centrée
CRFaRRE	Consortium de Recherche en Fabrication et Réparation des Roues d'Eau
CRSNG	Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada
DSI	Dynamics System Incorporation
DGM	Force motrice
IREQ	Institut de Recherche en Électricité du Québec
JMAK	Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov
LOPFA	Laboratoire d'Optimisation des Procédés de Fabrication Aéronautique
LVDT	Linear Variable Differential Transformer
TRIP	TRansformation Induce Plasticity
ZAT	Zone Affectée Thermiquement

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

UNITÉ DE DISTANCES		UNITÉ ÉLECTRIQUES	
m	mètre	A	Ampère
mm	millimètre	H	Henri
µm	micromètre	Hz	Hertz
nm	nanomètre	S	Siemens
Å	ångström (10^{-10} mètre)	V	Volt
ÉLÉMENTS ATOMIQUES		UNITÉ MÉCANIQUES	
C	Carbone	HRC	Dureté Rockwell
Cr	Chrome	Hv	Dureté Vickers
Fe	Fer	kg	kilogrammes
Mn	Manganèse	N	Newton
Mo	Molybdène	kN	kilo Newtons
Ni	Nickel	Pa	Pascal
P	Phosphore	GPa	Giga Pascal
S	Souffre	MPa	Méga Pascal
Si	Silicium	min	minute
UNITÉ DE TEMPÉRATURE		s	seconde
°C	Degré Celsius	ms	milliseconde
K	Degré Kelvin	°	Degré

Symboles

A	Facteur de fréquence
a	Paramètre à définir selon le matériau
A ₀	Coefficient polynomiale de degré 0
A ₁	Coefficient polynomiale de degré 1
A ₂	Coefficient polynomiale de degré 2
Ac ₁	Température de début de formation de l'austénite
Ac ₃	Température de fin de formation de l'austénite
B	Paramètre à définir expérimentalement
b	Paramètre à définir selon le matériau
c	Paramètre dépendant de la température a définir expérimentalement
D(T)	Diffusion thermique
E	Module d'élasticité ou module d'Young
f _γ	fraction volumique d'austénite formée
f _M	fraction volumique de martensite formée
Fe ₃ C	Cémentite
G	Croissance radiale des grains
I(t)	Courant en fonction du temps
I ₀	Module de l'intensité
i	image
J ₂	Deuxième invariant du tenseur des contraintes
k	Paramètre constant

M_f	Température de fin de formation de la martensitique
Mn_3C	Carbure de manganèse
M_s	Température de début de formation de la martensitique
N	Taux de nucléation
q	Index d'entropie de l'entropie de Tsallis
Q	Énergie d'activation
R	Constante des gaz parfait
R_e	Résistance élastique
$R_{e0,2\%}$	Résistance élastique à 0.2 % de déformation dans le domaine plastique
T	Température
t	Temps
V_c	Vitesse de chauffe
V_{c_cible}	Vitesse de chauffe cible

Symbole grecs

α	Dilatation thermique
α'	Martensite
α_M	Dilatation de la martensite
α_γ	Dilatation de l'austénite
γ	Austénite
δ	Profondeur de peau
ε	Déformation
μ_r	Permittivité relative
π	Nombre Pi
σ	Conductivité électrique
σ_m	Contrainte moyenne
ω	Fréquence

INTRODUCTION

Aujourd'hui, l'industrie développe de nouvelles méthodes de fabrication. Ces méthodes entraînent de nouvelles questions au niveau des matériaux puisque les cycles thermiques induits par des procédés tels que le prototypage rapide ou le durcissement par induction sont rapides et la température varie rapidement. Or, les propriétés de l'acier ne sont pas connues lors de changements de température rapide en dehors de l'équilibre thermodynamique.

Avec de nouvelles technologies, la caractérisation des aciers pour ce type de cycle thermique est possible. En effet, certains simulateurs thermomécaniques sont capables de reproduire une grande variété de procédés de fabrication. Dans cette étude, le Gleeble 3800 de la société DSI est utilisé. Le Gleeble a l'avantage de pouvoir mesurer et faire en parallèle des déformations mécaniques et des cycles thermiques. Il contrôle la température par des thermocouples et chauffe les échantillons par effet joule.

L'objectif de cette étude est de développer une méthode de test pour obtenir les propriétés thermomécaniques du matériau suivant les traitements thermiques qu'il subit. Les modèles d'éléments finis ont besoin de ce type de données expérimentales pour être proches de la réalité. Pour mettre en place cette méthode, des tests sont effectués sur l'acier 4340 car c'est un acier standard permettant de mettre en évidence les difficultés possibles. Le but ultime est d'obtenir des propriétés matériaux permettant de simuler de manière précise les procédés de fabrication afin de les optimiser.

Ce mémoire se compose de quatre parties : la première partie donne l'état des connaissances de ce matériau et décrit les phénomènes physiques présents dans l'étude, la seconde partie donne la démarche expérimentale, la troisième partie présente les résultats obtenus et une simulation numérique est développée en dernière partie.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Le développement de modèle permettant de prévoir les propriétés mécaniques des matériaux est nécessaire afin de connaître les conséquences des différents traitements que subit une pièce mécanique, allant de la création du matériau jusqu'à sa mise en forme ainsi que les différents traitements thermiques qu'elle subit. De nombreux modèles de prédiction ont vu le jour, les modèles empiriques (interpolation linéaire (Appolaire et al., 2010), réseaux de neurones (Penha, de Campos Franceschini Canalea et Canale, 2011)) et les modèles physiques (Tehler, 2009). Le problème est que même les modèles physiques ont besoin de données expérimentales pour être précis et fiables.

La présente étude a pour but de donner les données expérimentales permettant d'avoir des modèles précis et fiable pour des aciers martensitiques. Le 4340 a été utilisé comme acier type car sa trempabilité est excellente. Il est notamment utilisé dans les roues d'engrenage ou les vilebrequins de moteurs automobiles et marins car il permet des traitements de surface. Les roues d'engrenage ont besoin de propriétés particulières, elles subissent des chargements répétés et des chocs au niveau des dents. Le matériau doit donc être dur en surface au niveau du contact des dents et doux au cœur pour atténuer le phénomène de fatigue dû aux chargements répétés. Pour renforcer la surface des dents, elles peuvent être soumises au durcissement par induction, un procédé qui permet de durcir la partie superficielle de ces roues, les dents. La montée en température de ce procédé de durcissement est très rapide. Des données expérimentales sont nécessaires pour pouvoir caractériser le matériau pendant/lors ce type de traitement.

Dans les paragraphes qui suivent, les propriétés du matériau utilisé dans l'étude sont introduites ainsi que les effets des différents traitements thermiques et les procédés étudiés. Un rappel de la technologie des thermocouples sera également fait.

1.1 Acier 4340

L'acier 4340 est un acier allié, très utilisé dans l'industrie notamment pour les roues d'engrenage, les tiges de piston, l'arbre à vilebrequin des secteurs automobile et marin ainsi que des pièces de forage. Cet acier a l'avantage d'avoir une grande trempabilité, c'est-à-dire une aptitude à former par refroidissement rapide de la martensite dans des pièces massives et d'éviter la formation de ferrite, perlite et bainite. Il peut notamment avoir des propriétés mécaniques pouvant grandement varier suivant les traitements qu'il subit et donc avoir des propriétés mécaniques locales optimisées suivant son utilisation.

La présente étude a pour but de développer des méthodes pour caractériser ce type d'acier en donnant les propriétés de dilatation du matériau pour des vitesses de chauffe élevée (Ac_1 , Ac_3) comme cela peut se produire lors de soudage ou de chauffe par induction ainsi que la contrainte d'écoulement de l'austénite au chauffage et au refroidissement. Ces données pourront servir à caractériser les effets des traitements thermiques sur l'acier suivant les vitesses de chauffe localement dans les modèles d'éléments finis par exemple.

1.1.1 Description de l'acier 4340

Cet acier est un acier faiblement allié contenant du nickel, du chrome et un peu de molybdène (Tableau 1.1). C'est la teneur élevée en nickel qui lui fournit une bonne trempabilité. Le carbone lui fournit une bonne robustesse.

Tableau 1.1 Composition chimique de l'acier 4340 standard (% massique)

C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)
0,38 - 0,43	0,15 - 0,3	0,6 - 0,8	$\leq 0,035$	$\leq 0,04$	0,7 - 0,9	1,65 - 2	0,2 - 0,3

L'acier 4340 offre un bon compromis entre la dureté (résistance à la pénétration) et la ductilité (capacité à se déformer avant rupture ou la résistance aux chocs). Avec des

traitements appropriés, il offre de très bonnes propriétés mécaniques et une bonne résistance à l'usure. Les duretés possibles de cet acier vont de 17 à 62 HRC (Findley, 1989).

1.1.2 Les phases

Le 4340 est un acier hypoeutectoïde avec une microstructure martensitique et des précipités de cémentite. La Figure 1.1 présente la proportion de chaque phase à l'équilibre pour le 4340 en fonction de la température à l'aide du logiciel Thermocalc. Le 4340 a un domaine d'équilibre où les trois phases coexistent à l'équilibre pour une température comprise entre 655 °C et 724 °C (Figure 1.2).

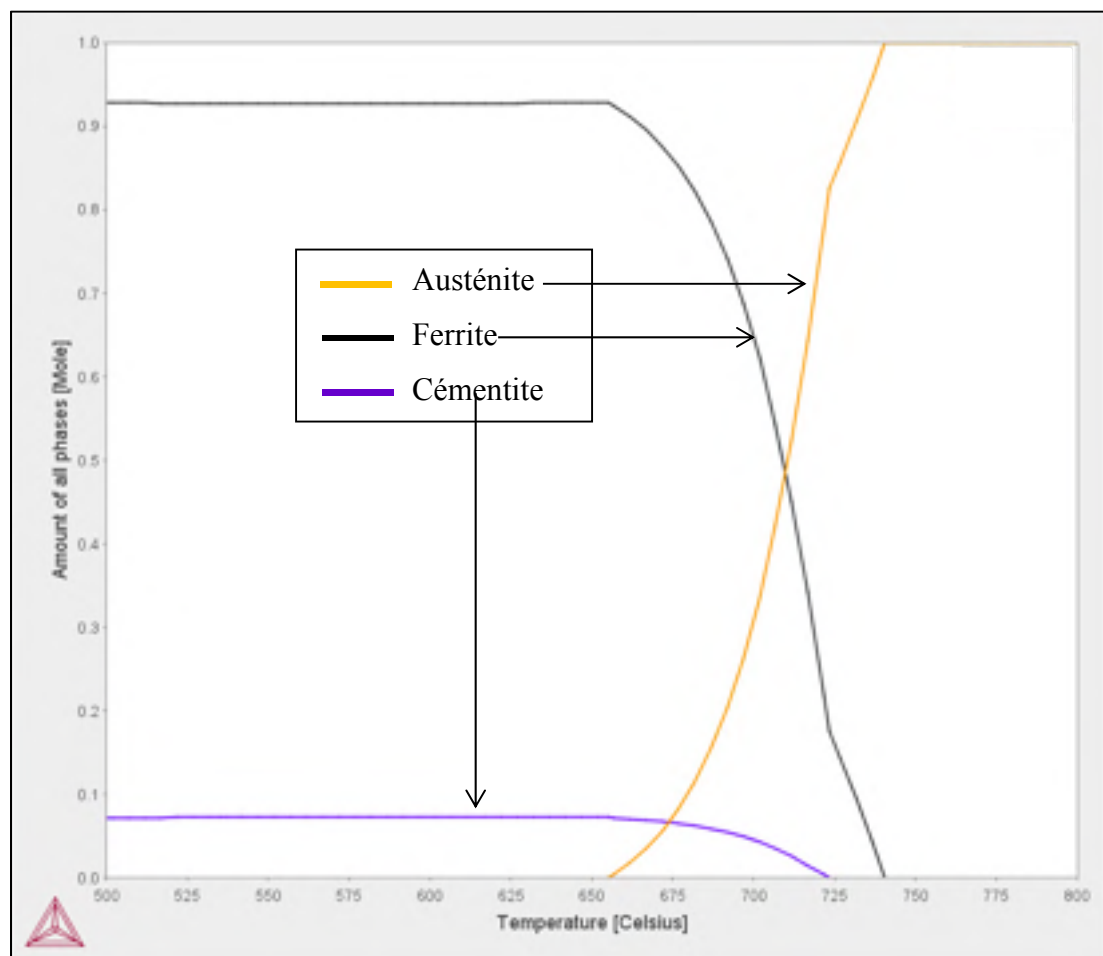
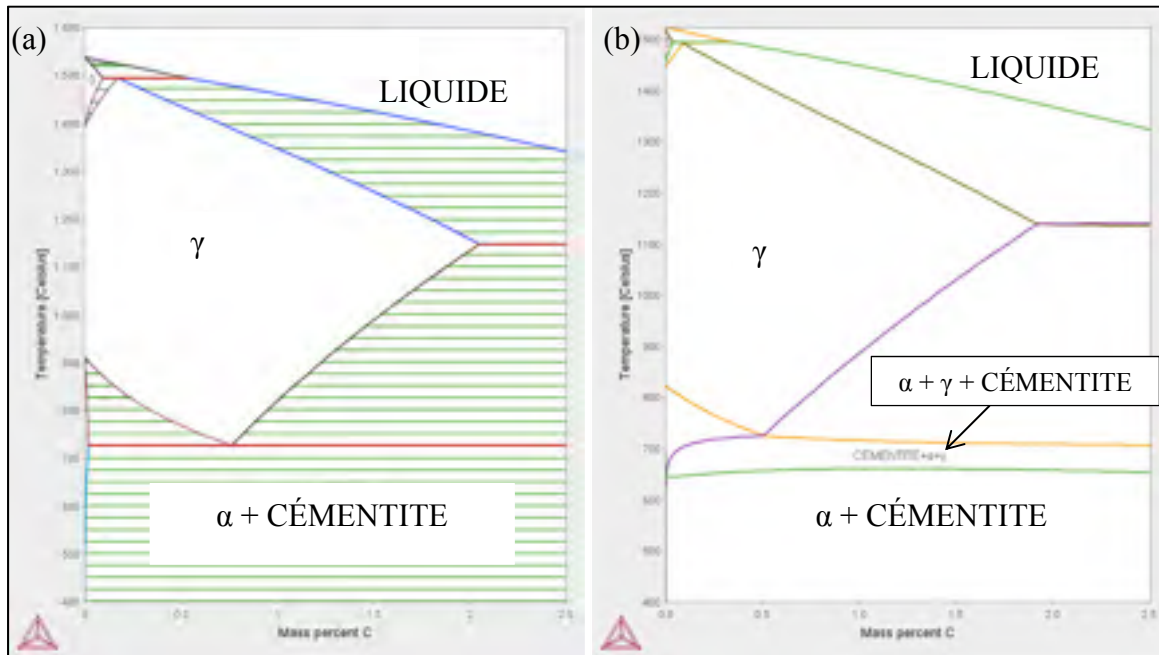


Figure 1.1 Quantité de phases présente dans le 4340 à l'équilibre en fonction de la température (tirée de Thermocalc, 12 novembre 2015)

À partir de 724 °C (Ac_1), on est dans le domaine biphasé entre l'austénite et la ferrite, passé 740 °C (Ac_3), on est dans le domaine austénitique. Les températures données ici représentent l'état de l'acier à l'équilibre, ce calcul ne prend pas en compte les cinétiques de réaction pendant les chauffages où les refroidissements.



Les différents états d'équilibre pour un acier hypoeutectoïde sont présentés (Figure 1.2, (a)) dans les conditions thermodynamiques (changement de température très lent). Le 4340 à basse température n'a pas de structure perlitique sauf avec un refroidissement contrôlé et lent. C'est pourquoi cette phase ne sera pas abordée ici. Le 4340 a aussi un domaine d'équilibre entre le domaine $\alpha + Fe_3C$ (ferrite, cémentite) et $\alpha + \gamma$ (ferrite, austénite) (Figure 1.2, (b)) où les phases α , γ et Fe_3C peuvent coexister, cet état est visible pour les chauffages lents. Seulement, si la température augmente trop rapidement, cet état n'a pas le temps de se former, la transition se fait directement entre $\alpha + Fe_3C$ et $\alpha + \gamma$. La cémentite n'a pas le temps de se dissoudre pour former l'austénite.

1.1.2.1 L'austénite : γ

L'austénite est une solution solide présente à partir de 660 °C dans les conditions thermodynamiques (chauffe lente), elle a une structure cubique face centrée (4 atomes par mailles). Le paramètre de maille de cette structure est de 3,58 Å (10^{-10} m) et elle est compacte à 74 % (26 % de vide par maille). Le paramètre de maille est plus grand que celui de la ferrite (2,87 Å) qui a une structure cubique centrée (2 atomes par maille, compacte à 68 %). Quand le changement de phase commence, il y a un changement de coefficient directeur de la droite de dilatation (coefficient thermo-élastique) qui entraîne un changement de volume jusqu'à la fin de la transformation vu que l'austénite a une structure plus compacte que la ferrite.

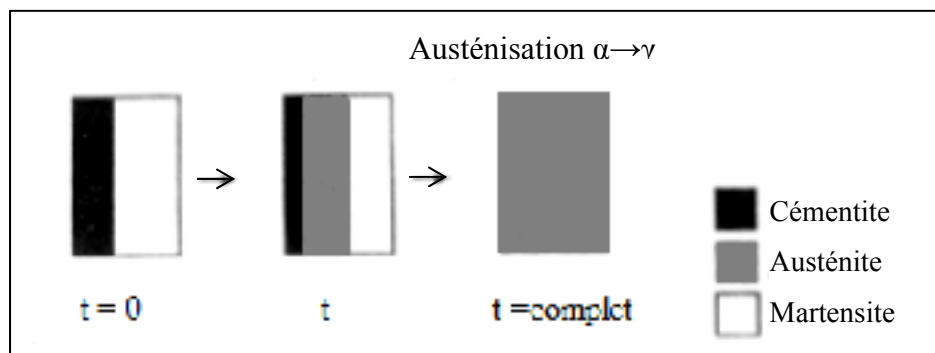


Figure 1.3 Principe de la formation de l'austénite à partir de la ferrite et de la cémentite adaptée de Atkinson, Akbay et Reed (1995)

La Figure 1.3 présente la formation de l'austénite en fonction du temps. Lors de la transformation austénitique, l'austénite se forme à la frontière entre les précipités de cémentite et la martensite (ou ferrite). Le facteur limitant la réaction est soit la dissolution de la cémentite, soit la diffusion des éléments d'alliages.

1.1.2.2 La martensite : α'

La martensite est une phase obtenue à partir de l'austénite par refroidissement. En effet, à partir d'une maille d'austénite CFC (structure Cubique Face Centrée) (Figure 1.4, a), une

maille de martensite quadratique centrée est obtenue avec les atomes de carbones qui se placent entre les atomes de fer (Figure 1.4, b) pour le modèle de Bain, dans l'acier 4340, la concentration de carbone est faible, le modèle de Bain donne les sites possibles pour ces atomes.

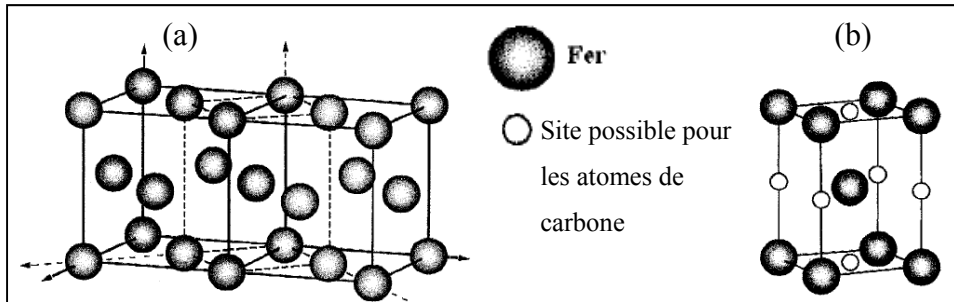


Figure 1.4 (a) Modèle de Bain montrant la formation d'un réseau quadratique centrée dans l'austénite conduisant à la formation d'une maille de martensite (b), adaptée de Porter et Easterling (1992)

La Figure 1.4 présente en blanc les sites possibles pour le carbone dans une maille. Dans le 4340, lors de la formation de la martensite, un cisaillement intervient, la base de la maille n'est plus carrée, mais de la forme d'un losange, et il y a une compression qui diminue sa hauteur, une maille quadratique est obtenue. Cette transformation commence et fini lorsque la température est respectivement inférieure à M_s (330 °C) et M_f (150 °C). Ce changement de volume entraîne des dislocations qui peuvent entraîner des contraintes résiduelles dans les pièces trempées au refroidissement. D'où dans certains cas l'apparition de distorsion ou fissure dans le matériau qui peuvent être bénéfique (matériau à mémoire de forme).

La transformation martensite peut être décrite par la loi Koistinen-Marburger (1.1) :

$$f_M = f_\gamma (1 - \exp(-k(M_s - T))) \quad (1.1)$$

Avec :

- f_M : la fraction volumique de martensite;
- f_γ : la fraction volumique d'austénite;
- M_s : la température de début de transformation martensitique (en °C);

- T : la température (en $^{\circ}\text{C}$);
- k : un paramètre déterminé expérimentalement.

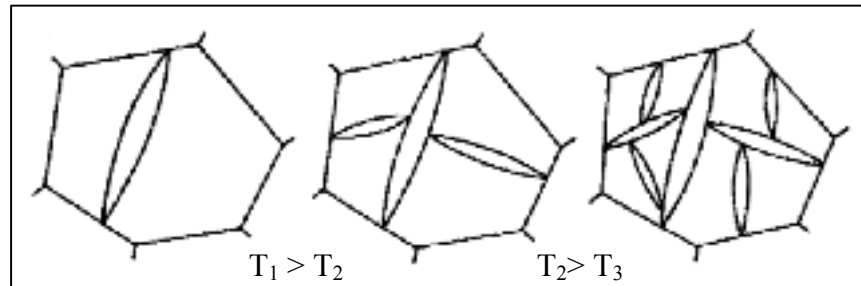


Figure 1.5 Formation des lattes de martensite dans un grain d'austénite lors du refroidissement
adaptée de Porter et Easterling (1992)

Lors du refroidissement, des lattes de martensites se forment au sein des grains d'austénites (Figure 1.5). Plus les grains d'austénites sont fins et plus les lattes de martensites sont petites. Les joints de lattes ont tendance à stopper les dislocations et donc de rendre le matériau plus dur. Comme le 4340 est très trempable, le matériau obtenu est facilement 100 % martensitique après celui-ci, c'est ce qui le rend intéressant. En effet la martensite est une phase très dure qui peut-être adouci avec des traitements thermiques ultérieur. Elle a l'avantage de donner au matériau un état hors équilibre très contraint et de pouvoir contrôler cet état avec des recuits (traitements de revenus).

1.1.3 Les traitements thermiques

Les traitements thermiques sont toutes les opérations thermiques qui visent à modifier la microstructure de l'acier, lui donnant ainsi de nouvelles caractéristiques. Ils permettent notamment de modifier la limite d'élasticité, la dureté, la résistance mécanique, l'allongement à rupture, le coefficient de striction et la résilience. Il existe plusieurs types de traitement, la trempe, le revenu... Certains de ces traitements servent à adoucir la structure après une trempe. En effet, une trempe est une chute rapide de la température qui conduit à un état hors

équilibre. Le traitement thermique se déroule en trois étapes : l'austénisation, la trempe et le revenu.

1.1.3.1 L'austénisation

Le principe est de chauffer l'acier pendant 30 min à 30-50 °C au-dessus de la température de transformation austénitique Ac_3 afin de l'homogénéiser, transformant les éléments ferritiques (α , cubique centrée), la cémentite et les carbures présents en austénite (γ , cubique face centrée). À la fin du traitement d'austénisation, le matériau est homogène, son état est connu. Lors d'une chute brutale de température, la trempe, l'austénite se transforme en martensite si la diffusion des atomes de carbone est trop lente et ne permet pas la formation d'une autre microstructure, c'est généralement ce qui se passe pour un acier trempable.

1.1.3.2 La trempe

La trempe est un phénomène qui consiste à refroidir rapidement un métal chaud. Ce phénomène permet d'obtenir un acier avec une dureté maximum si une transformation martensitique a lieu. En effet, c'est la seule transformation qui ne demande pas de diffusion. Une fois l'acier trempé, il a une dureté maximale, le problème étant qu'il est souvent très fragile (la résistance élastique est faible, la rupture intervient dès la fin du domaine plastique). Un adoucissement par revenu est nécessaire pour rendre le matériau plus ductile.

1.1.3.3 Le revenu

Le revenu consiste à maintenir la pièce à une température relativement élevée, mais, sous le point de transformation Ac_1 pour permettre la diffusion du carbone afin que l'acier retrouve un équilibre thermodynamique. Cela se fait souvent au détriment de la dureté. Par contre, la ténacité est grandement augmentée par ce traitement. Ce traitement diminue aussi les contraintes résiduelles qui sont une conséquence de la trempe (un gradient thermique entre le centre et la surface de l'échantillon ou le cisaillement provoqué pour la transformation martensitique). Le revenu permet de modifier la microstructure, notamment la taille des

précipités et des carbures. En permettant la diffusion des éléments, les précipités et les carbures vont avoir tendance à grossir.

1.1.3.4 Effet des traitements thermique sur la dureté initiale

Les traitements thermique permettent de modifier la microstructure de l'acier notamment la taille des grains et des précipités. La dureté est la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un poinçon. Elle est associée à la limite ultime. Pour rendre un acier plus ou moins dur, il faut pouvoir contrôler sa capacité à se déformer de façon permanente. Ces déformations correspondent aux mouvements irréversibles des dislocations. Ces déplacements se font par glissement dans les plans cristallographiques. Les traitements thermiques permettent de changer la microstructure et la densité de dislocation, l'austénisation et la trempe permettent d'avoir de la martensite fraîche avec une très grande densité de dislocation. Pendant les recuits, des précipités se forment et grossissent par diffusion des éléments, la densité de dislocation diminue. Avec une densité de dislocation plus faible, les dislocations sont moins bloquées et donc peuvent plus se déplacer. Les précipités qui se forment et qui représentent des obstacles grossissent et leurs nombres diminuent avec les recuits. La taille de ces précipités a une influence sur la cinétique de transformation austénitique. Plus ils sont gros et plus ils mettent du temps à se dissoudre pour une température donnée. Cette cinétique est présentée dans la partie suivante.

1.1.4 Évolution des caractéristiques suivant la vitesse de chauffe

Certaines propriétés peuvent évoluer suivant la vitesse de chauffe. Une inertie peut provoquer des retards dans les températures de changements de phase. Par exemple, la température de début de transformation austénitique (Ac_1) et la température de fin de transformation austénitique (Ac_3) dépendent de la vitesse de chauffe et de la microstructure initiale (Figure 1.6).

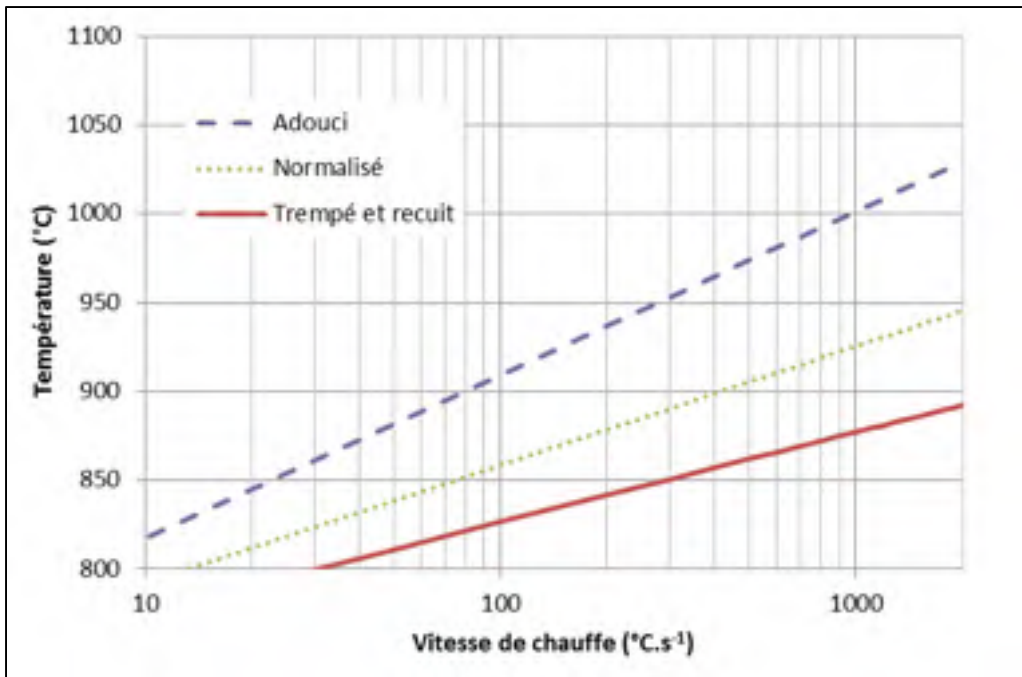


Figure 1.6 Évolution typique de la température de fin de transformation austénitique en fonction de la vitesse de chauffe déterminé expérimentalement, adaptée de Rudnev et al. (2002)

La température de fin de transformation austénitique augmente de manière logarithmique avec la vitesse de chauffe (Semiatin, Stutz et Byrer, 1985a). Cette température ne peut pas diminuer avec la vitesse de chauffe. La transformation austénitique se fait par diffusion des éléments après la dissolution des carbures et précipités de la structure biphasée. Cette capacité des atomes à se déplacer dans la matière limite la transformation, elle n'est pas instantanée donc elle retarde la transformation austénitique. Si les précipités de cémentite sont de petites tailles, ces précipités vont se dissoudre rapidement et permettre la diffusion des atomes dans l'alliage pour que la transformation s'effectue c'est pourquoi la température de fin de transformation sera plus basse pour les aciers trempés et recuits que pour les aciers normalisés ou adoucis (précipités de plus grandes tailles). Trois modèles de cinétique de changement de phases seront présentés par la suite.

1.1.4.1 Modèles de changement de phase isotherme

Des modèles mathématiques ont vu le jour pour caractériser la cinétique de changement de phase. Trois modèles sont présentés plus bas. Les changements de phase suivent l'équation (1.2) où plus la transformation est avancée et moins il y a d'espace pour créer la nouvelle phase donc la vitesse de transformation diminue :

$$\frac{df_{\gamma}(t)}{V_e dt} = [1 - f_{\gamma}(t)]^q \quad (1.2)$$

q peut être assimilé à l'index d'entropie (Cetinel et Kayacan, 2007). Cette équation à l'avantage d'avoir comme solution les modèles d'Avrami et d'Austin-Rickett lorsque « l'index d'entropie » q est égal respectivement à 1 ou 2, V_e est le volume étendu, le volume de la nouvelle phase. Ces modèles sont présentés plus bas.

L'équation d'Austin-Rickett est un modèle développé expérimentalement pour définir la fraction d'austénite transformée (Austin et Rickett, 1939), ce modèle donne la fraction d'austénite présente dans un acier à une température donnée dépendamment du temps.

$$\log\left(\frac{f_{\gamma}(t)}{1 - f_{\gamma}(t)}\right) = k \log t + c \quad (1.3)$$

Avec :

- k : paramètre ajustable constant;
- c : paramètre ajustable dépendant de la température;
- f_{γ} : fraction volumique d'austénite formée.

Équation de Johnson, Mehl, Avrami et Kolmogorov (Cetinel, Kayacan et Ozaydin) ou JMAK est un modèle thermodynamique de changement de phase qui donne la fraction volumique de la phase transformée pendant une réaction en fonction de la température et du temps.

$$f_v(t) = 1 - \exp\left(-\frac{\pi}{3}NG^3t^4\right) \quad (1.4)$$

Avec :

- N : taux de nucléation;
- G : croissance radiale des grains;
- t : temps.

L'équation Johnson, Mehl, Avrami et Kolmogorov a tendance à surévaluer la proportion de phases transformée (Cetinel et Kayacan, 2007). En effet, lors d'un changement de phase, il y a deux étapes, la germination (formation dans la nouvelle phase de particule très fine) et la croissance (extension des germes) et le modèle d'Avrami créé trop de germes de la nouvelle phase ce qui conduit à une surestimation de la fraction volumique transformée. L'équation AR elle a été déterminée expérimentalement. Ces deux équations ont été utilisées, car elles résolvent toutes deux l'équation (1.2). Avec $q = 1$ pour l'équation JMAK et $q = 2$ pour l'équation AR. q étant ici un « index d'entropie » qui pourrait être apparenté au cas où q est un entier (Figure 1.7). Seulement, il est possible que la cinétique de réaction soit entre ces deux cas (q un réel compris entre 1 et 2).

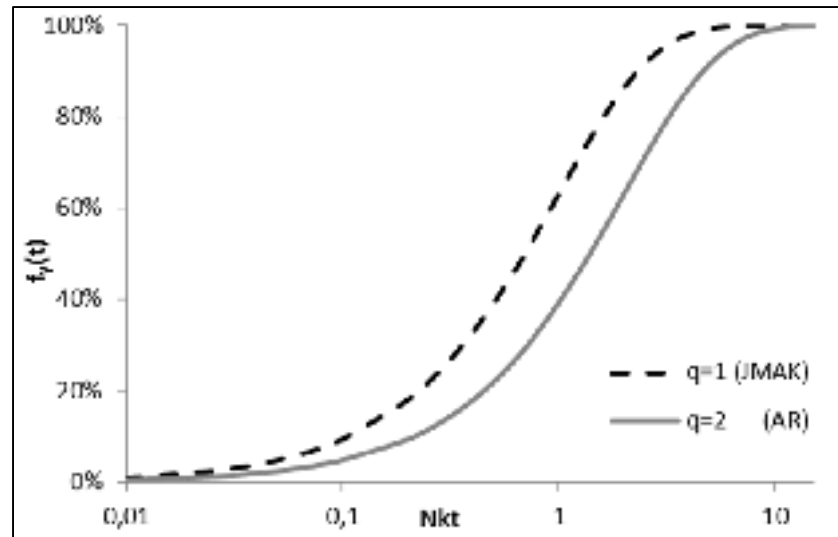


Figure 1.7 Fraction transformée $f_\gamma(t)$ en fonction de Nkt pour différentes valeurs de q , adaptée de Cetinel et Kayacan (2007)

Le modèle de Mathilda Tehler est un compromis entre les modèles d'Austin-Rickett et d'Avrami pour caractériser la cinétique de réaction.

Le modèle de Mathilda Tehler est étudié ci-dessous, c'est une équation permettant d'avoir la proportion de phase d'austénite formée en fonction de la température et du temps en définissant plusieurs paramètres (Tehler et Jonsson, 2007).

$$\frac{\partial f_\gamma}{\partial t} = b(a + f_\gamma)(f_{\gamma,\max} - f_\gamma)DGM D(T) \quad (1.5)$$

Avec :

- a, b : des constantes ajustables selon le matériau utilisé;
- f_γ : la fraction volumique d'austénite formée;
- $f_{\gamma,\max}$: la fraction volumique maximale à la température T ;
- DGM : la force motrice de la transformation (différence d'énergie libre des différentes phases);
- $D(T)$: le coefficient de la diffusion du carbone dans le matériau.

La force motrice est la différence d'énergie libre entre deux phases, elle peut être schématisée suivant la Figure 1.7. Dans des conditions de chauffe thermodynamique, il existe une seule configuration qui minimise l'énergie libre, l'équilibre. La construction se fait graphiquement en prenant la droite tangente aux deux courbes, cette droite coupe l'axe vertical en donnant le potentiel chimique de chaque phase. L'énergie libre serait la valeur G_e . Or dans le cas de chauffe rapide, les conditions d'équilibre ne sont pas respectées, il y a plusieurs configurations possibles (Figure 1.8 (b)). Dans cette configuration, la valeur de l'énergie libre G_1 est supérieure à celle de l'équilibre, donc le système va avoir tendance à converger vers la situation d'équilibre qui a une énergie libre totale G_e , plus faible. La force motrice correspond à cette différence d'énergie ($G_1 - G_e$) qui correspond à l'énergie qui n'est pas nécessaire au système, qui tend à atteindre zéro lorsque le système tend vers l'équilibre.

Avec :

- μ représente le potentiel chimique de chaque phase en fonction du composant A ou B;
- α_e et β_e représente la fraction volume de chaque phase.

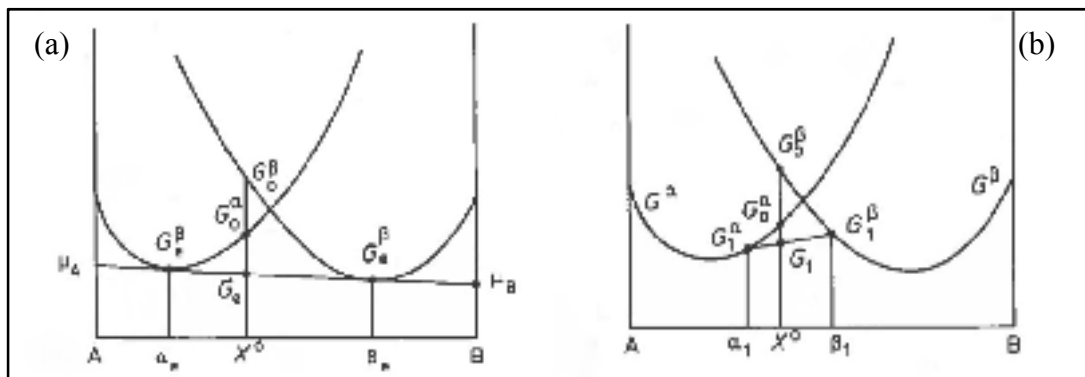


Figure 1.8 (a) Schémas représentant l'énergie libre avec la condition de l'équilibre et (b) une condition de non-équilibre tirés de Porter et Easterling (1992)

En combinant les deux modèles, un modèle plus proche de la réalité est obtenu. En dérivant (1.3), l'équation suivante est déduite :

$$\frac{d}{dt} \log \left(\frac{f_Y(t)}{1 - f_Y(t)} \right) = \frac{\frac{d f_Y}{dt}}{f_Y(t)(1 - f_Y(t))} \quad (1.6)$$

En dérivant le second membre (1.4) et en multipliant les deux membres de l'équation par $f_Y(t)(1 - f_Y(t))$, l'équation (1.7) est obtenue :

$$\frac{d f_Y}{dt} = \frac{k}{t} f_Y(t)(1 - f_Y(t)) \quad (1.7)$$

Le logarithme de l'équation (1.3) est éliminé :

$$\frac{f_Y}{1 - f_Y} = t^k 10^c \leftrightarrow t = \left(\frac{f_Y}{1 - f_Y} \right)^{1/k} 10^{-c/k} \quad (1.8)$$

On obtient en remplaçant t de l'équation (1.7) par le résultat de (1.8) :

$$\frac{d f_Y}{dt} = \frac{f_Y(1 - f_Y) \times k}{\left(\frac{f_Y}{1 - f_Y} \right)^{1/k} 10^{-c/k}} = k \times 10^{c/k} \times f_Y^{1-1/k} (1 - f_Y)^{1+1/k} \quad (1.9)$$

Voici l'équation finale obtenue :

$$\frac{d f_Y}{dt} = k \times 10^{c/k} \times f_Y^{1-1/k} (1 - f_Y)^{1+1/k} \quad (1.10)$$

En l'état, l'équation différentielle ne peut pas démarrer parce que la dérivée de la fraction volumique est nulle. De même, pour une température, la quantité d'éléments ne peut pas dépasser la quantité présente à l'équilibre (calculée avec le diagramme de phase) pour une température donnée, donc l'équation est modifiée comme ceci :

$$\frac{df_Y}{dt} = k \times 10^{c/k} \times f_Y'^{1-1/k} (f_{Y\lim} - f_Y)^{1+1/k} \quad (1.11)$$

$$\text{Avec } f_Y' = \begin{cases} f_Y & \text{si } f_Y > 0,0001 \\ 0,0001 & \text{sinon} \end{cases}$$

Ici, les paramètres a et b de l'équation (1.5) doivent être interprétés et déterminés. Le paramètre b dépend de la température puisque le paramètre c de l'équation précédente dépend de la température. Il peut être identifié de cette façon $b = 10^{c/k}$. La valeur de b ($\approx 10^{13}$) correspond à la fréquence vibratoire de l'atome de carbone (Porter et Easterling, 1992). Le paramètre « a » permet de débiter la réaction, il doit donc être une constante d'initiation de la réaction ou un paramètre d'activation thermique de la forme $1/kT$, sans lui la transformation ne pourrait pas débiter mathématiquement (valeur de la dérivée toujours nulle).

1.1.4.2 Évolution du coefficient d'expansion thermique

Le coefficient d'expansion thermique est un coefficient très utilisé dès qu'il y a une variation de température dans une pièce. Il peut, s'il est assez précis, simplifier grandement les calculs de variation de volume. Or, il n'est pas linéaire, il est plus proche d'une loi polynomiale pour les équations les plus simples, il peut vite devenir très complexe avec des équations avec des coefficients exponentiels dépendent de plusieurs paramètres. Il existe beaucoup de lois permettant de l'identifier. En voici quelques-unes (Mingxia, Yichun et Sun, 2008) :

$$\alpha(T) = \begin{cases} \sum_0^4 A_n T^n & \text{(Bruls et al)} \\ B_1 \{1 - \exp[-B_2 (T - B_3) + B_4 T]\} & \text{(Okada)} \\ \sum_1^n X_i \frac{(\theta_i/T)^2 \exp(\theta_i/T)}{[\exp(\theta_i/T) - 1]^2} & \text{(Reeber)} \\ -\frac{1}{6B_0 V_0 T} \sum_{n,q} \hbar \omega_n(q) r_n(q) \frac{\xi}{1 - \cosh \xi} & \text{(Debernadi)} \\ \frac{1}{3B_0} \sum_{n,q} r_n(q) C_{\theta,n}(q) & \text{(Talwar)} \\ -\frac{1}{2B_0 V} \sum_{n,q} \hbar \omega_i r_i \frac{d}{dT} \{[\exp(\hbar \omega_i / k_B T) - 1]^{-1}\} & \text{(Xu)} \\ \frac{d}{dT} [A_0 + A_1 \theta_D f(\theta_D/T)] & \text{(Roder)} \end{cases} \quad (1.12)$$

L'idée étant de définir les paramètres (A, B, C ou X) de façon à ce que l'équation représente au mieux la courbe expérimentale obtenue. Pendant les changements de phase, il peut y avoir des changements de volume dus à un changement dans la disposition cristallographique ce qui ne peut pas être représenté par une variation du coefficient d'expansion thermique. Le coefficient d'expansion thermique sera pris par zone ce qui permet d'avoir une bonne approximation avec un polynôme d'ordre 1 ou 2. En effet, les coefficients d'ordre supérieur apportent une contribution très faible à l'équation, ils sont inférieurs à 10^{-8} (Bruls et al., 2001).

1.1.5 Évolution des caractéristiques suivant le niveau de contrainte

La température de début de transformation martensitique est influencée par le niveau de contrainte dans le matériau. En effet, s'il y a des contraintes, même faibles, dans la phase γ lors du refroidissement, M_s peut diminuer de quelques degrés, par contre dans le cas où la limite élastique est presque atteinte, une augmentation de M_s de 30 °C peut être observée (Denis, 1997). Il s'agit de l'effet TRIP (Transformation Induce Plasticity). Cet effet TRIP n'est pas encore bien expliqué. Peu de modèles permettent de le d'écrire. Voici un modèle

qui prend en compte les contraintes dans le matériau pour prédire M_s (Inoue et Wang, 1988).

$$\Delta M_s = A\sigma_m + B J_2^{1/2} \quad (1.13)$$

Avec :

- A et B deux paramètres à déterminer suivant le matériau et les données expérimentales;
- J_2 le deuxième invariant du tenseur de contrainte : $J_2 = \sum_{i,j=1}^3 \sigma_i \sigma_j$;
- σ_m : la contrainte moyenne.

L'effet TRIP dépend de beaucoup de paramètres aussi bien du matériau (résistance mécanique, composition, géométrie) que de l'environnement (force extérieure, vitesse de refroidissement).

L'étude se propose de donner les températures de changement de phase austénitique pour des changements de température très rapide. Pour cela la technologie de contrôle de température utilisée est celle des thermocouples. Cette technologie est présentée dans la partie suivante.

1.2 Les thermocouples ou couples thermoélectriques

Les thermocouples sont des sondes permettant de mesurer la température grâce à un phénomène : l'effet Seebeck. Ce sont des capteurs très utilisés, ils sont bon marché et la gamme de température mesurée est large suivant le type utilisé. Ils ont quand même des défauts pour les phénomènes rapides, leurs temps de réponse peut-être rédhibitoire et leurs précisions est relativement faible.

1.2.1 Effet Seebeck

L'effet Seebeck est un phénomène physique. Un potentiel électrique apparaît lorsque la jonction de deux matériaux conducteurs différents est soumise à une différence de température (Geballe et Hull, 1954). Le potentiel résultant dépend de la température et des matériaux utilisés. Chaque couple thermoélectrique a des avantages et des inconvénients.

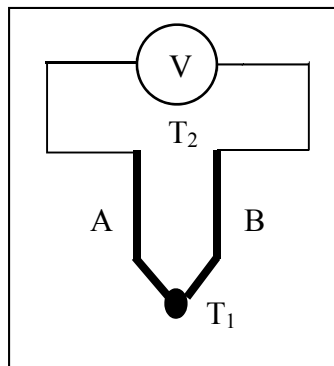


Figure 1.9 Circuit d'un thermocouple

Sur la Figure 1.9, la différence de potentiel est mesurée entre le fil A et B, ce qui nous donne la différence de température entre T_1 et T_2 . Suivant les matériaux utilisés, une loi de conversion du potentiel est appliquée pour avoir la différence de température des deux jonctions. Il faut connaître la température T_1 pour en déduire la valeur de la température T_2 . Les cartes d'acquisition disposent des équations de conversion, en leur donnant la température ambiante (la température T_1) et le type de thermocouple, elles donnent la température directement.

1.2.2 Les différents types de thermocouple

Il existe un grand nombre de couples thermoélectriques (Tableau 1.2). En effet, de nombreux métaux différents peuvent être combinés pour créer des thermocouples. Voici un tableau récapitulatif des principaux utilisés (Testing et al., 1992).

Tableau 1.2 Récapitulatif des couples thermoélectriques les plus utilisés avec leurs gammes de mesure

Type	Matériaux		Température (°C)	
	+	-	Min	Max
E	Chromel	Constantan	-200	900
J	Fer	Constantan	0	750
K	Chromel	Alumel	-200	1250
R	Platine Rhodium (13 %)	Platine	0	1450
S	Platine Rhodium (10 %)	Platine	0	1450
T	Cuivre	Constantan	-200	350

Les thermocouples utilisés ici seront les thermocouples de type K (Chromel/Alumel) dont chaque fil qui le compose fait 250 µm de diamètre.

1.2.3 Caractérisation du retard

Parmi les caractéristiques d'un capteur (étendue de mesure, sensibilité, finesse...) le temps de réponse est un facteur à prendre en considération dès que l'on veut suivre l'évolution temporelle d'un phénomène. Le temps de réponse sert à quantifier la rapidité du capteur. Si le temps de réponse était nul, le capteur serait capable de suivre instantanément les variations de la grandeur captée. Ce n'est pas possible. Pour connaître le régime transitoire, de brusques variations de la grandeur captée que l'on appelle des échelons sont imposées. Ces échelons peuvent être montants ou descendants. En sortie, la réponse du capteur (appelée s) ne s'établit que progressivement (Hashemian et al., 1990).

Pour simuler la réponse d'un capteur en fonction d'un signal d'entrée (appelé e) de type échelon en montée égal à m_0 , l'équation différentielle permettant de donner la réponse du capteur du premier ordre en fonction du temps, celle-ci s'écrit de la façon suivante :

$$A \frac{ds}{dt} + Bs = m_0 \quad (1.14)$$

Avec :

- S : le signal de sortie;
- m_0 : la variation de type échelon.

La solution de l'équation (1.14) s'écrit :

$$s(t) = s_0(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}) \quad (1.15)$$

Avec :

- $s_0 = m_0/B$ valeur de $s(t)$ en régime permanent;
- $\tau = A/B$ constante de temps du système.

La constante de temps correspond au temps pour lequel le signal de sortie a atteint 63 % de sa valeur final. $s(\tau) = s_0(1 - e^{-1}) = 0,63 s_0$

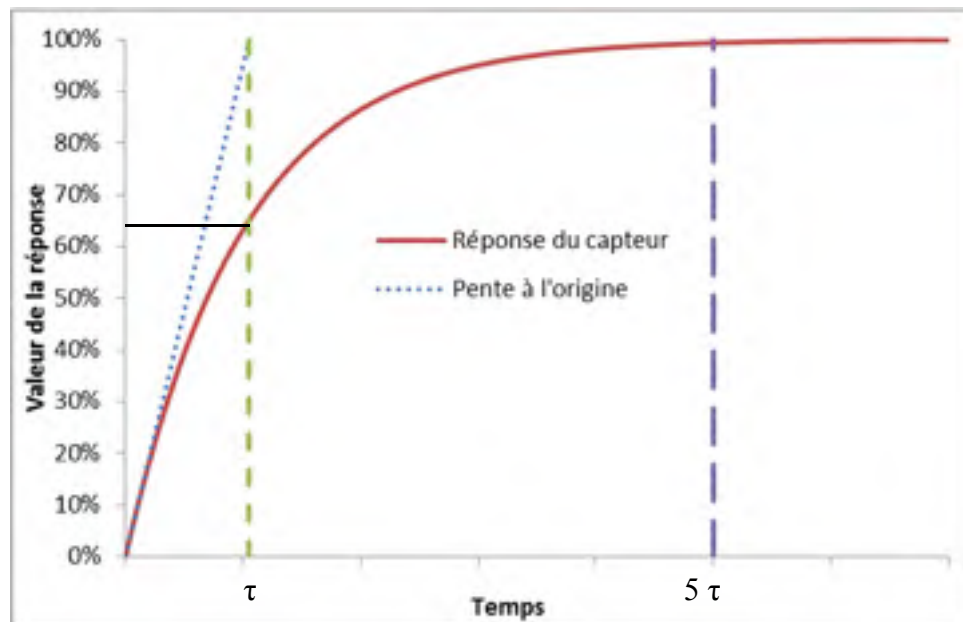


Figure 1.10 Signal de réponse avec déduction du temps de réponse par méthode graphique

La Figure 1.10 présente le signal obtenu par un capteur lors d'une modification du signal d'entrée. L'intersection de la pente à l'origine avec le signal final permet d'avoir le temps de réponse caractéristique, cette valeur de temps correspond à 63 % du signal final en sortie. La constante de temps du thermocouple est ainsi déterminée, il faut typiquement 5 fois ce temps pour atteindre la réponse finale s_0 .

Plusieurs études ont été faites pour caractériser le retard des thermocouples. En effet, dans les applications de changement de température brusque, le retard peut-être rédhibitoire. Dans une étude faite sur des thermocouples de type constantan/manganin d'un diamètre de 50 μm , les auteurs trouvent une constante de temps de l'ordre de 50 ms (Petit et al., 1982). Pour les thermocouples utilisés dans cette étude, des thermocouples de type K d'un diamètre de 250 μm , le temps de réponse est de 250 ms d'après les données constructeur calculées dans l'air avec une vitesse de 200 m.s^{-1} .

Un autre paramètre peut créer une erreur dans le signal des thermocouples. Comme la lecture de température dépend d'un potentiel électrique, si le thermocouple est en contact avec un signal électrique, la valeur qu'il donne est totalement faussée. Dans le cas du Gleeble, pour éviter une erreur de ce type, le courant électrique est coupé pour acquérir le signal (ANNEXE II, (Mondelin, 2012)).

1.3 Bilan et objectif de l'étude

Dans cette revue de la littérature, les propriétés de l'acier 4340 ainsi que sa microstructure, les effets des traitements thermiques et l'évolution des températures de changement de phase suivant la vitesse de chauffe pour A_{c1} et A_{c3} ou suivant le niveau de contrainte pour M_s et M_f (effet TRIP) ont été présentées. La technologie des thermocouples a également été vue. Seulement, il y a peu de données sur les aciers pour des chauffés rapides, obtenir des températures précises lors de changements de phases étant techniquement compliqué lorsque le phénomène est presque instantané. Ces données sont nécessaires aux modèles de caractérisation voulant reproduire les phénomènes impliquant des cycles thermiques rapides

comme la chauffe par induction ou le soudage par exemple. En effet si les données utilisées ne représente pas le matériau, les modèles ne caractérisent pas de manière précise les conséquences du procédés thermique sur la pièce donc l'optimisation du procédés est impossible.

Le but de l'étude est d'avoir une méthode de test permettant de donner les propriétés matériau nécessaires pour que les modèles d'éléments finis puissent donner au mieux les propriétés dilatométriques et mécaniques ainsi que l'état de la pièce complètement après traitement. Connaître les propriétés matériau peut permettre de simuler de manière plus précise les procédés de fabrication ou de renforcement afin de les optimiser. Ces étapes sont nécessaires pour connaître et améliorer les durées de vie de pièces lors de leur mise en service.

CHAPITRE 2

DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE

Pour développer une procédure expérimentale permettant de simuler les effets d'une chauffe par induction ou un soudage, il faut un simulateur thermomécanique très performant. Ces procédés consistent à avoir des variations de température très rapides (brutale). Ces changements de température peuvent entraîner des changements de volumes au sein du matériau et affecter ses propriétés mécaniques. Le simulateur doit être capable de reproduire ces phénomènes et nous permettre de quantifier la réponse du matériau. Seulement les données mesurées ne sont pas nécessairement représentatives de ce que le matériau subit en réalité. L'exploitation des résultats doit prendre en compte les possibles erreurs de l'expérimental.

Ce chapitre traite du protocole expérimental pour obtenir les données souhaitées pour l'acier 4340. Ces mesures seront par la suite traitées et analysées dans le CHAPITRE 3. Le Gleeble et ses systèmes de contrôles et de mesures sont présentés aux sections 2.1. Le plan d'expérience est présenté dans la section 2.2 ainsi que la méthode d'exploitation des résultats.

2.1 Gleeble 3800

Le Gleeble 3800 est une machine permettant de faire une très grande variété de tests. En effet, il chauffe les échantillons par effet joule avec une capacité de chauffe dépassant les $10\,000\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ et suivant les unités de contrôle choisies et la géométrie des éprouvettes, il peut faire en parallèle de la chauffe et des tractions ou compressions ou torsions. Un système de trempe peut aussi être installé pour faire des trempes à l'aide d'un fluide (gaz, air, eau). Cela permet de simuler à peu près tous les procédés de fabrication existants. Il utilise la technologie des thermocouples pour le contrôle de la température et de la chauffe ou du

refroidissement. La calibration de la machine étant difficile, une méthode de vérification des données est nécessaire ainsi qu'une modélisation par éléments finis pour vérifier et valider les données obtenues.

2.1.1 Unités de chauffe du Gleeble

Suivant les tests à effectuer, le Gleeble de l'ÉTS dispose de deux unités de chauffe. Ces deux unités servent à conduire le courant à travers l'éprouvette. Elles ont deux rôles différents, l'une permet de faire des tests de dilatation thermique et la seconde est polyvalente, elle peut faire des déformations mécaniques (traction ou compression) en plus des variations de température. Les éprouvettes utilisées dans ces unités sont cylindriques avec un diamètre au niveau des mors de 6 ou 10 mm et la partie centrale, critique à un diamètre inférieur, c'est la zone utile pendant les expériences, plus son diamètre est fin et plus le taux de chauffe imposé peut-être élevé dépendamment de l'unité utilisée.

2.1.1.1 Unité de chauffe dilatométrique

Cette unité permet de faire les tests dilatométriques, c'est-à-dire que l'éprouvette dans cette unité (Figure 2.1) n'est pas contrainte dans le sens longitudinal, lors des tests : les mors sont libres. Il n'y a donc pas de contrainte axiale lors de dilatation avec cette unité (inférieur à 2 N au maximum). Par contre, les câbles qui permettent de conduire le courant vers l'éprouvette sont fins, ce qui entraîne une vitesse de chauffe maximale de $30\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ à $50\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ suivant la taille de l'échantillon.

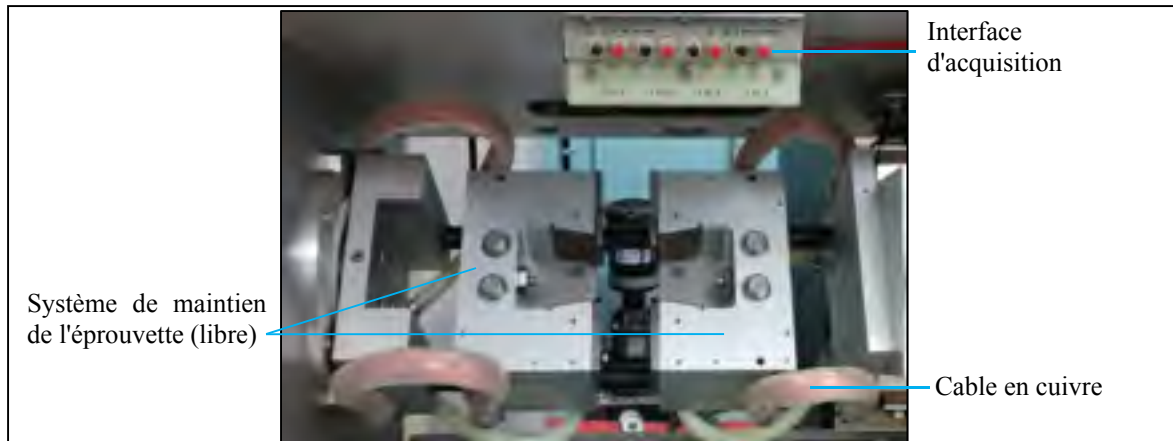


Figure 2.1 Unité de dilatation du Gleeble

La Figure 2.2 présente les résultats d'une expérience de dilatation avec cette unité. Le Gleeble, s'il ne l'a pas fait avant, met à zéro la dilatation en début d'essai. Il y a un bruit dans la valeur de la dilatation qui dépend de la vitesse de chauffe. Plus la vitesse de chauffe est élevée et plus le bruit sera important pour l'acquisition de la valeur de la dilatation.

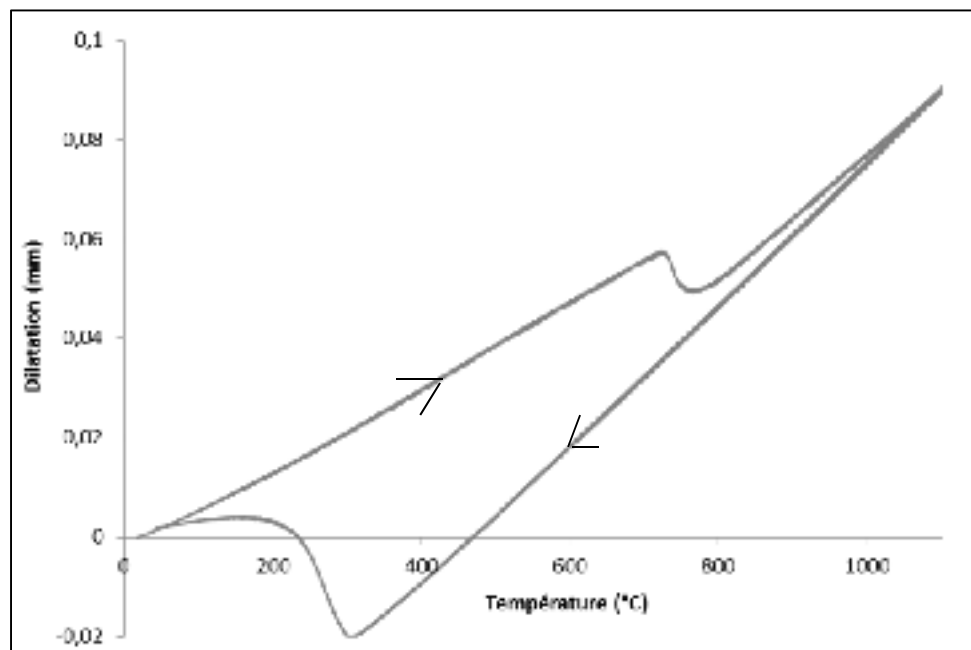


Figure 2.2 Courbe de dilatation pour l'essai avec une chauffe de $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pour un échantillon d'une dureté initiale à 45 HRC

2.1.1.2 Unité de chauffe pour les tests mécaniques

Cette unité de chauffe (Figure 2.3) est beaucoup plus polyvalente que la précédente. Elle permet de faire tous les taux de chauffe permis par le simulateur. Elle permet aussi de faire des compressions ou des tractions pendant les essais. Il faut cependant faire attention aux contraintes dues à la dilatation de l'échantillon pendant un test, car un changement de volume de l'échantillon peut se produire dû aux changements de température et peut créer des contraintes élevées à cause de l'encastrement des mors, la solution est de donner une consigne de force nulle à la machine; elle compense alors la dilatation de l'échantillon en déplaçant la partie mobile des mors, mais sa sensibilité est de 223 N, ce qui est la force maximale qui peut être appliquée sur l'échantillon en compression ou traction sans que la machine ne la détecte.

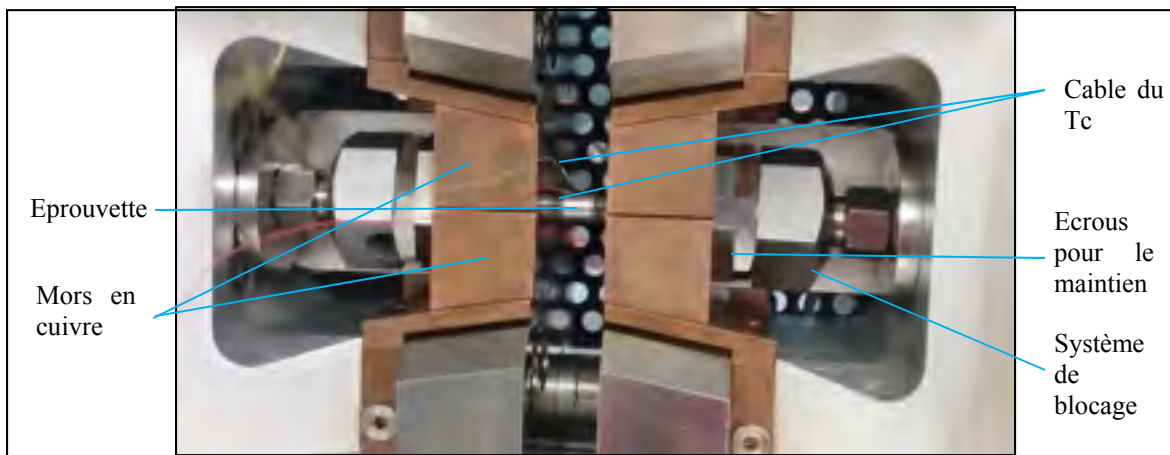


Figure 2.3 Unité polyvalente avec une éprouvette de traction montée et testée

La géométrie des éprouvettes est la même que précédemment, des éprouvettes cylindres de diamètre 6 ou 10 mm au niveau des mors en cuivre, la taille de la partie centrale est déterminée suivant le type de test, plus le taux de chauffe voulu est élevé, plus le diamètre central sera fin. La Figure 2.4 présente les résultats d'un test de dilatation effectué avec cette unité. Lors du maintien à 1100 °C avec cette unité, une variation du diamètre (Δd) a lieu. Cette unité peut exercer jusqu'à 6 MPa de contrainte sur le centre d'une éprouvette de

dilatation, cette contrainte peut entraîner une variation du diamètre lorsque le matériau est très chaud.

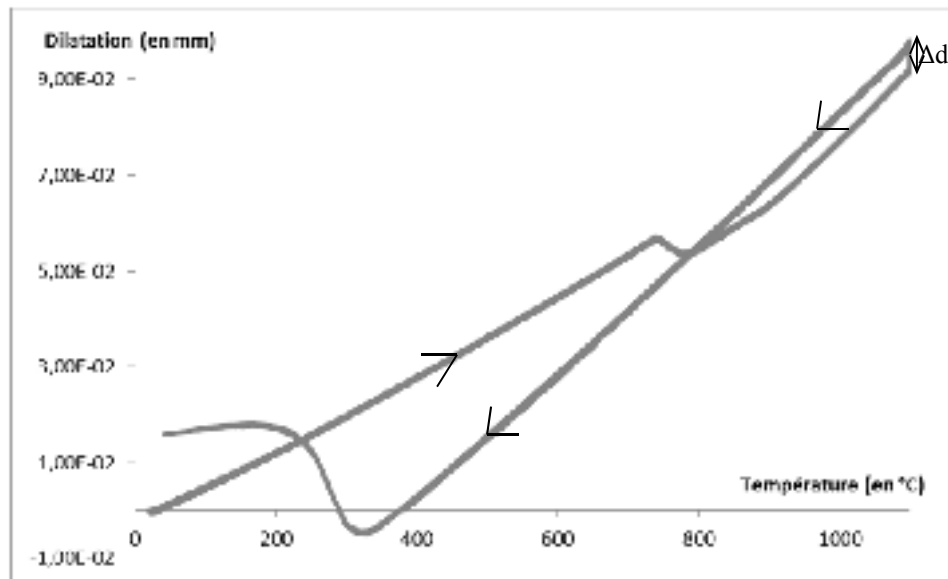


Figure 2.4 Courbe de l'essai avec une chauffe de $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pour un échantillon d'une dureté initiale à 45 HRC

2.1.2 Géométrie des éprouvettes

Pour chaque type d'essai, les géométries pour le Gleeble sont définies. Pour cette étude, trois géométries différentes sont utilisées, une pour les essais de dilatation, une pour ceux de traction et une pour ceux de compression.

Pour les essais de dilatation, un refroidissement est nécessaire. Pour le contrôler, un perçage à chaque extrémité de l'éprouvette permet d'envoyer du gaz ou de l'eau proche de la partie centrale pour refroidir l'échantillon plus rapidement, cela permet d'ajuster la puissance électrique afin de le contrôler : c'est la géométrie donnée par DSI, SMR203 (Figure-A I-1). Les éprouvettes de traction ont un filetage de chaque côté pour permettre la mise en place d'écrou servant à bloquer l'éprouvette dans les mors et permettre la traction, plusieurs géométries existent, celle-ci à l'avantage d'être simple à usiner (Figure-A I-2). Les éprouvettes de compression sont maintenues en place entre les mors par une compression de

0,3 kN, ces éprouvettes ont besoin d'avoir les faces de contact bien planes et parallèle pour avoir une bonne conduction d'électricité (Figure-A I-3). C'est la partie cylindrique qui assure le contact électrique pour les éprouvettes de dilatation et de compression. Les mors pour maintenir les éprouvettes sont des blocs de cuivre ou d'acier (à déterminer suivant les taux de chauffe et les contraintes appliquées pendant le test) servant de contact entre l'éprouvette et l'unité de contrôle, ils permettent de transmettre le courant et les efforts.

2.1.2.1 Traitement thermique

Une partie des échantillons est traitée thermiquement (Tableau 2.1), le but de l'étude étant de caractériser le matériau, les traitements thermiques permettent de connaître son état initial, mais aussi de connaître les effets d'un durcissement par induction sur une zone déjà traitée thermiquement. Entre chaque étape, une trempe à l'eau est effectuée avec une concentration de 10 % de polymère dans l'eau (la concentration de polymère permet de faire varier le pouvoir de refroidissement).

Tableau 2.1 Différents traitements thermiques réalisés sur les éprouvettes

Dureté désirée (HRC)	Austénisation		Revenu	
	Temps (min)	Température (°C)	Temps (min)	Température (°C)
35	90	850	120	550
45	45	850	120	400

Pour la présente étude, des éprouvettes de trois duretés différentes : 22, 35 et 45 HRC sont utilisées. Les éprouvettes de 22 HRC sont des échantillons de l'acier tel que reçu lors de l'achat du matériau. Les éprouvettes ont été usinées directement dans le lot de bars reçu, les propriétés de l'acier commercial sont ainsi étudiées. Les éprouvettes de 35 et 45 HRC sont différentes zones de l'engrenage lorsque celui-ci est renforcé thermiquement.

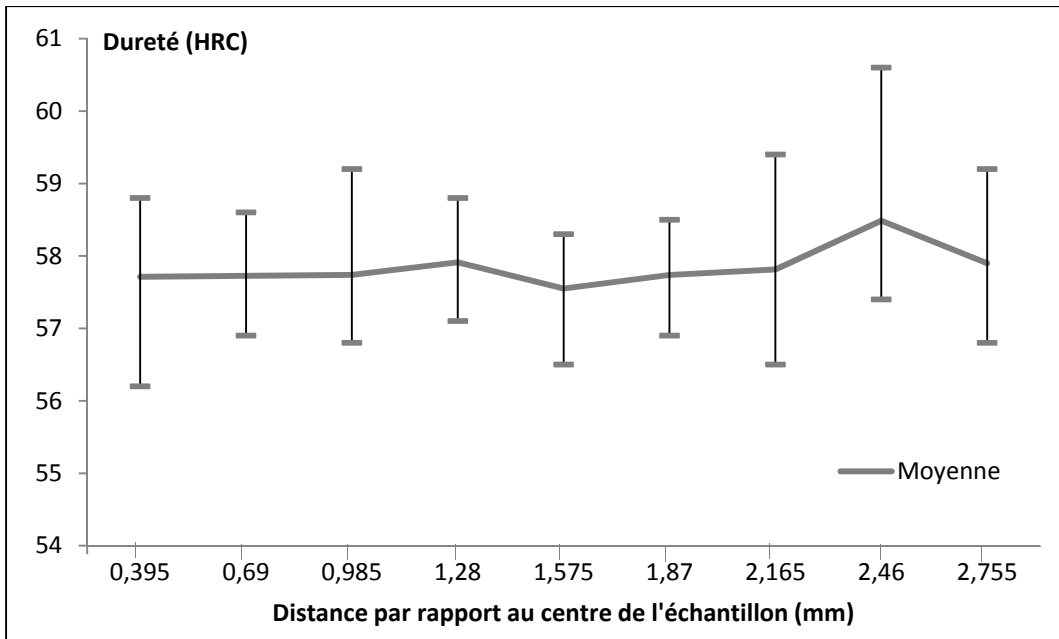


Figure 2.6 Dureté Rockwell en fonction de la distance au centre de l'échantillon (mm)

La Figure 2.6 présente les données obtenues par cette méthode avec la ligne représentant les valeurs moyennes et les traits au-dessus et en dessous de chaque point correspondant respectivement au maximum et minimum de chaque dureté. Il y a une grande dispersion dans ces mesures, c'est pourquoi huit points sont pris pour chaque valeur du rayon.

2.1.3 Refroidissement

Pour les essais de dilatation, la phase de refroidissement peut-être contrôlée en injectant de l'air ou de l'eau proche du centre de l'éprouvette avec le système de trempe (Figure 2.7). Si le refroidissement est trop rapide, il compense avec une puissance électrique pour avoir la consigne voulue. Il faut donc avoir une pression de fluide suffisante au départ, cette pression est réglée avant le test par l'opérateur.



Figure 2.7 Système de trempe du Gleeble

2.1.4 Instrumentation des éprouvettes et système de mesure

2.1.4.1 Thermocouples

Sur chaque éprouvette est soudé un thermocouple de type K composé de deux fils de 250 μm de diamètre, un fil d'alumel et un fil de chromel (Figure 2.8). Ces thermocouples sont soudés à l'aide de la machine fournie par DSI (Figure 2.9). Une différence de 30 V est appliquée entre l'éprouvette et le fil du thermocouple. Lorsque le fil du thermocouple entre en contact avec l'éprouvette, une étincelle est émise et la soudure se crée.



Figure 2.8 (a) Taille d'un thermocouple au microscope X100, (b) éprouvette avec un thermocouple soudé

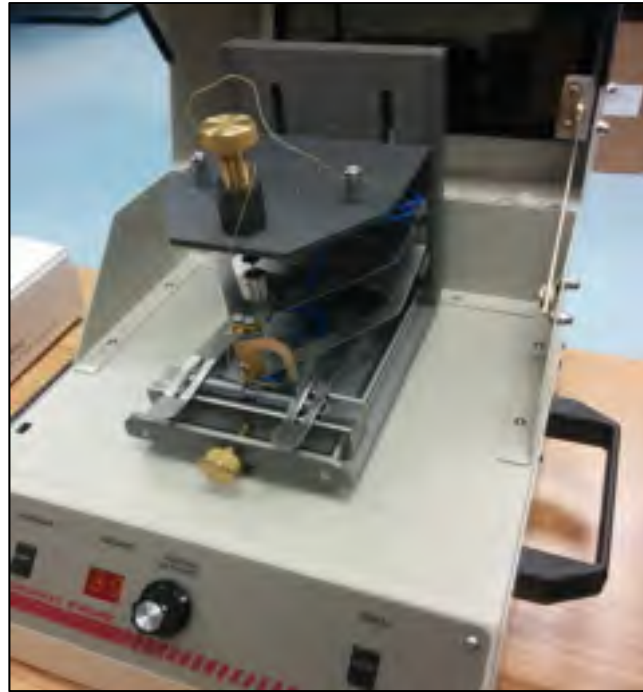


Figure 2.9 Thermocouple Welder permettant de souder les thermocouples sur l'éprouvette

Le principe de fonctionnement du thermocouple provient de l'effet Seebeck. Les jonctions sont ici les soudures des fils sur l'éprouvette et les connecteurs du Gleeble. Plus la soudure est grande et plus son inertie thermique sera importante, donc le retard de la donnée lue sur la température réelle de l'échantillon sera plus important. La technologie des thermocouples connaît une limite lorsque le taux de chauffe devient élevé (Asay et al., 2005). Les soudures font entre 400 et 800 μm de diamètre (Figure 2.10). Un moyen simple de limiter ce temps de réponse est de diminuer le diamètre des fils du thermocouple. Ici, le diamètre des fils composants le thermocouple est de 250 μm . Il en existe des plus petits (80 μm (Mondelin, 2012), allant jusqu'à 20 μm). Seulement, avec des fils plus fins, il y a plus de risque de les briser pendant les tests et donc de devoir faire les expériences plus de fois, la qualité de la soudure devient alors très importante. Pour utiliser des thermocouples aussi fins, il faut avoir un savoir-faire pour avoir de bonnes soudures. Le temps de réponse pour des changements de températures rapides n'est quand même pas négligeable.

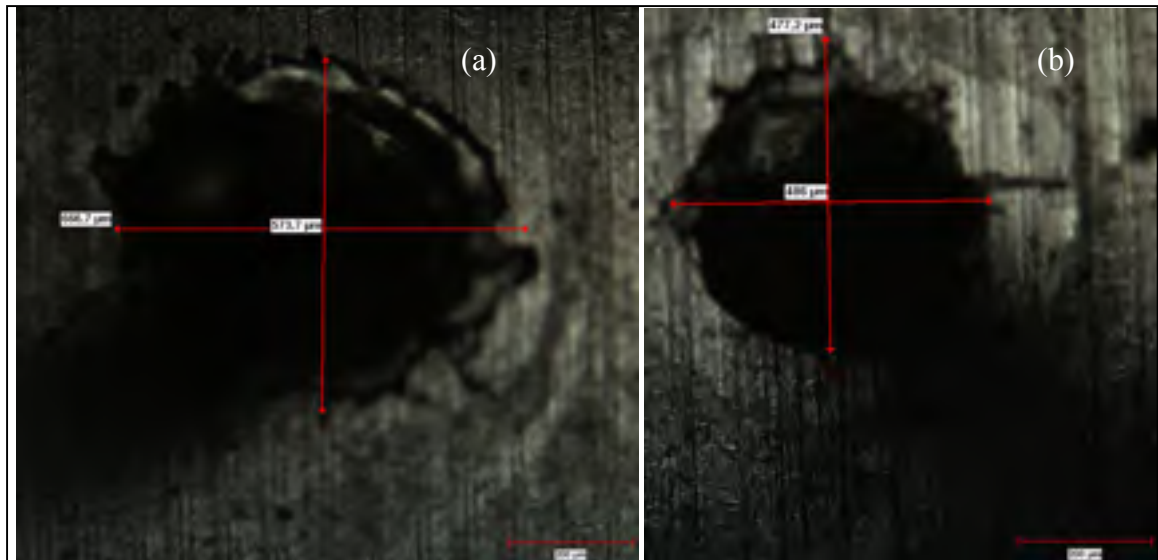


Figure 2.10 Taille de la soudure d'un fil du thermocouple après test de dilatation thermique à $0,5\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ ((a) 45 HRC, (b) 22 HRC)

2.1.4.2 Dilatomètre

Le dilatomètre est l'appareil de mesure permettant de mesurer le diamètre de la partie centrale de l'échantillon pendant le test (Figure 2.11). C'est un capteur LVDT (Linear Variable Differential Transformer). La tolérance est de $0,4\text{ }\mu\text{m}$. Les tuyaux transparents permettent une circulation d'air pour le refroidir. Ce capteur mesure le déplacement d'un cœur ferromagnétique (présent sur la tige mobile) dans un champ électromagnétique, cela permet de remonter à la variation du diamètre de l'échantillon. Il peut être perturbé par la chauffe de l'éprouvette. La circulation de courant peut générer un champ brouillant le signal du capteur.



Figure 2.11 Dilatomètre utilisé dans le Gleeble

2.2 Essais

Cette partie décrit les différents essais à réaliser pour caractériser les propriétés thermomécaniques de l'acier 4340. Dans un premier temps, la méthode permettant d'avoir le retard des thermocouples sera expliquée. Ensuite les tests de dilatation ainsi que la méthode d'exploitation des résultats seront présentés puis les tests de traction et de compression.

2.2.1 Calibration du Gleeble suivant le retard des thermocouples avec la méthode des laques

Les taux de chauffe pendant les tests dans le Gleeble pouvant aller au-delà de $2000\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, le retard des thermocouples devient un paramètre important et peut fausser les résultats. Le but étant d'avoir des températures de changement de phase précise, si la mesure de température est en décalage avec la réalité, les résultats obtenus ne correspondent pas à la réalité. Grâce à un calcul du temps de réponse, la température réelle est déduite de la température lue. Cette partie a pour but de montrer dans un premier temps puis de calculer ce retard. Pour cela, l'idée développée ici est reprise de (Larregain et al., 2013). En utilisant des laques thermiques qui se subliment à une température donnée avec un temps de réponse très rapide (de l'ordre de 1 ms). En synchronisant les instants où les laques réagissent avec la température lue par le thermocouple, le décalage entre la température lue et la température réelle est obtenu.

2.2.1.1 Dispositif expérimental

Pour faire cette expérience, plusieurs instruments sont utilisés :

- Caméra haute vitesse Fastcam MC2.1;
- Carte d'acquisition National instrument;
- Les Laques thermiques de la société Omega (Figure-A III-2);
- Une pompe à vide;
- Le Gleeble 3800.

La caméra Fastcam MC2.1 est une caméra permettant d'enregistrer des images d'une résolution de 512 x 512 pixels à une fréquence maximale d'acquisition d'image de 2000 images/seconde.

2.2.1.2 Synchronisation de la caméra avec le thermocouple de mesure

Pour ces tests, l'éprouvette sera instrumentée de deux thermocouples, un pour le système Gleeble et un pour le système annexe permettant d'avoir la synchronisation entre les images prises par la caméra et la température lue par le thermocouple. Pour synchroniser la caméra et la température, un signal est envoyé par un opérateur en parallèle à la caméra et au thermocouple comme temps zéro. Cette méthode manuelle permet d'avoir plus de données de température, il n'y a pas de dialogue entre la carte d'acquisition et l'ordinateur, cela simplifie le transfert de données et permet d'obtenir beaucoup plus de points. À partir de ce temps zéro, le numéro d'image combiné à la fréquence d'acquisition permet de donner l'instant de chaque image, la température est donnée en fonction du temps par le logiciel LabView (Figure-A III-1).

2.2.1.3 Bruit dans le signal du thermocouple

L'échantillon étant chauffé par effet joule, lors que le courant circule dans l'éprouvette, des températures incohérentes sont lues par le thermocouple (le signal lu étant une différence de potentiel, un courant parasite brouille le signal). En effet, pour que le Gleeble puisse lire les

données du thermocouple, il ne faut pas qu'il envoie du courant dans l'échantillon. Donc sur une demi-période de temps (60 Hz), il chauffe pendant une partie de cette période et lit la température du thermocouple le reste du temps. Il y a un risque de surtension dans la carte dû à la chauffe du Gleeble.

2.2.1.4 Plan d'expérience

Le Tableau 2.2 résume les tests effectués pour la calibration des thermocouples avec les laques thermiques. Pour chaque vitesse de chauffe, plusieurs tests sont effectués. L'encombrement sur la circonférence de l'éprouvette empêche de mettre plus de cinq points de laques.

Tableau 2.2 Plan d'expérience pour la calibration des thermocouples

Vitesse de chauffe	Réglage caméra	Température maximum pendant le test	Laque utilisée
10 °C.s ⁻¹	10 images.s ⁻¹	1100 °C : température supérieure de 70 °C au-dessus de la laque ayant la plus haute température (limite l'effet de fin de chauffe)	Référence : 621°C
Cas extrême 2000 °C.s ⁻¹	2000 images.s ⁻¹		Autre point : 816°C
Quatre vitesses de chauffe intermédiaires (50-100-400-800)	50 à 800 images.s ⁻¹		871°C 927°C 1038°C

Les laques sont des peintures colorées qui sont appliquées en point au niveau de la circonférence centrale de l'éprouvette. Ces laques se subliment ou changent de couleur au passage de la température de manière presque instantanée. C'est un fonctionnement irréversible, une fois que la température est dépassée, il n'y a pas de réaction inverse.

2.2.2 Détermination des propriétés dilatométriques

L'enjeu de cette partie est de donner les propriétés dilatométriques du 4340 pour différents taux de chauffe, les températures de début et de fin de transformation austénitique (Ac_1 et Ac_3) qui varient en fonction de la vitesse de chauffe ainsi que les coefficients de dilatation pour chaque domaine mais aussi les température de début et de fin de transformation martensitique (M_s et M_f).

2.2.2.1 Plan d'expérience

Pour les tests dilatométriques, le Tableau 2.3 résume les tests effectués pour cette partie. Les paramètres mesurés sont la température ainsi que le diamètre centrale de l'échantillon. Ces données permettent de déduire Ac_1 , Ac_3 , M_s et M_f . Mais aussi la fraction volumique de l'austénite en fonction de la température. Tous les tests se décomposent par une chauffe jusqu'à 1100 °C avec une vitesse de chauffe choisie, suivi d'un maintien à cette température pendant 90 secondes, puis le refroidissement est effectué avec une vitesse de refroidissement choisi entre 10 °C.s⁻¹ et le maximum possible par le système de trempe à air. Le temps de maintien est un choix arbitraire pour tous les tests, il devait être supérieur à quelques secondes pour la stabilisation de la température au centre de l'échantillon et ne pas être trop long pour le test ayant une vitesse de chauffe de 0,5 °C.s⁻¹, une limite de 40 minutes par tests était imposé sur la machine.

Le Tableau 2.3 donne les paramètres des tests de dilatation effectués. Pour chaque dureté, six vitesses de chauffés sont imposées. La première vitesse de chauffe, 0,5 °C.s⁻¹, représente une chauffe relativement lente qui servira de référence pour la dilatation afin d'obtenir le décalage des thermocouples. Ensuite la valeur de 10 °C.s⁻¹ est une valeur de vitesse de chauffe proche du maximum permis par l'unité de dilatation. Pour la géométrie de cet échantillon, la vitesse de chauffe de 2000 °C.s⁻¹ est la valeur extrême choisie. Seulement après avoir fait un premier test, le signal de la dilatation est trop instable pour en déduire des résultats fiables donc la valeur de 800 °C.s⁻¹ est choisi comme maximum puis les valeurs de 50, 100 et 400 sont prises comme valeurs intermédiaires. Pour les vitesses de

refroidissement, deux vitesses sont choisies et appliquées (10 est le maximum possible avec un refroidissement à l'air, environ $350\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$) pour les deux unités du Gleeble.

Tableau 2.3 Plan d'expérience pour les tests de dilatation

Vitesse de chauffe (en $^{\circ}\text{C.s}^{-1}$)	Dureté (HRC)	Vitesse de refroidissement	Problème pendant le test
0,5	22/35/45	$350\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$	Ø
10	22	$350\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$	
	35/45	$10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$	
50	22/35/45	$350\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$	
100	22/35/45	$10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$	
400	22/35/45	$10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$	
800	22/35	$10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$	TC dessoudé à $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$
	45	Ø	
2000	45	$350\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$	Arrêt d'acquisition avant Ms

2.2.2.2 Détermination des températures de début et de fin de transformation austénitique (au chauffage) et martensitique (refroidissement) avec la dilatation de l'échantillon

La méthode utilisée pour déduire les températures de début et de fin de transformation austénitique ainsi que la température de début de transformation martensitique est une méthode graphique. La courbe de dilatation peut-être découpée en cinq parties (Figure 2.12).

Comme le montre la Figure 2.14, pour un domaine donné, la courbe de dilatation expérimentale est tracée sur le même graphique que la courbe de dilatation calculée pour ce domaine. Les températures de début et de fin de transformation austénitique sont déduites graphiquement.

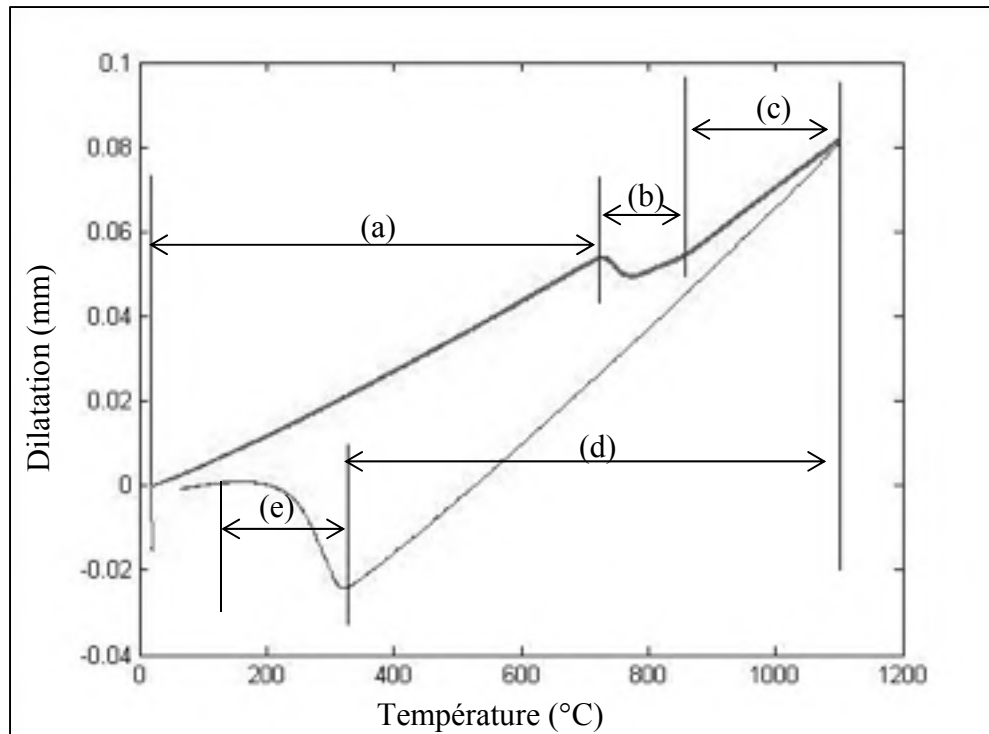


Figure 2.12 Courbe de dilatation (en mm) en fonction de la température avec les différents domaines étudiés ((a) martensite cémentite, (b) transformation austénitique, (c et d) austénite et (e) transformation martensitique)

$$\alpha(T) = A_0 + A_1T + A_2T^2 \quad (2.1)$$

Le coefficient de dilatation correspondant à ces courbes est déterminé. Dans le domaine biphasé (Figure 2.12, a), il s'agit d'un polynôme de degré 2 (2.1). Les valeurs des paramètres A_0 , A_1 et A_2 (coefficients du polynôme) sont déterminées par les courbes expérimentales. Le domaine austénitique (Figure 2.12, c) est un domaine monophasé donc la pente de la dilatation est représentée par une droite ($A_2 = 0$).

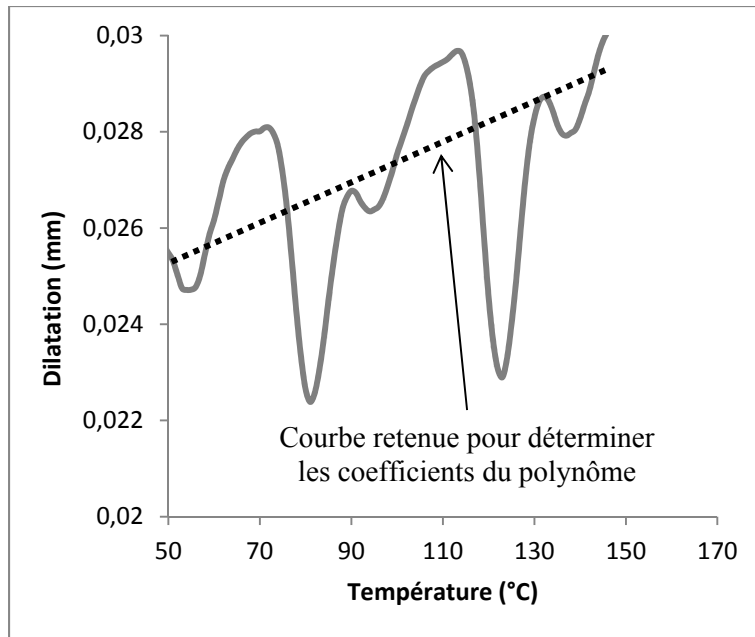


Figure 2.13 Zoom sur la courbe de dilatation pour une chauffe à $2000\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, 45 HRC montrant le bruit dans le signal de dilatation et la courbe retenue

La Figure 2.13 représente un zoom sur la courbe de dilatation obtenue avec le taux de chauffe extrême. Le signal de la dilatation connaît de grande variation ($6\text{ }\mu\text{m}$, le capteur à une sensibilité de $0,4\text{ }\mu\text{m}$). La courbe en pointillée représente la courbe retenue pour déterminer les coefficients du polynôme représentant la dilatation des différents domaines. Pour déterminer les coefficients de ces courbes, lorsque le signal n'est pas trop bruité, la valeur maximum du signal de dilatation pour une température est pris, sinon le maximum de la petite oscillation est pris (taux de chauffe supérieur à $50\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$). Le problème de cette méthode, c'est la précision. Suivant les différents points choisis, les coefficients de dilatation obtenus peuvent être différents.

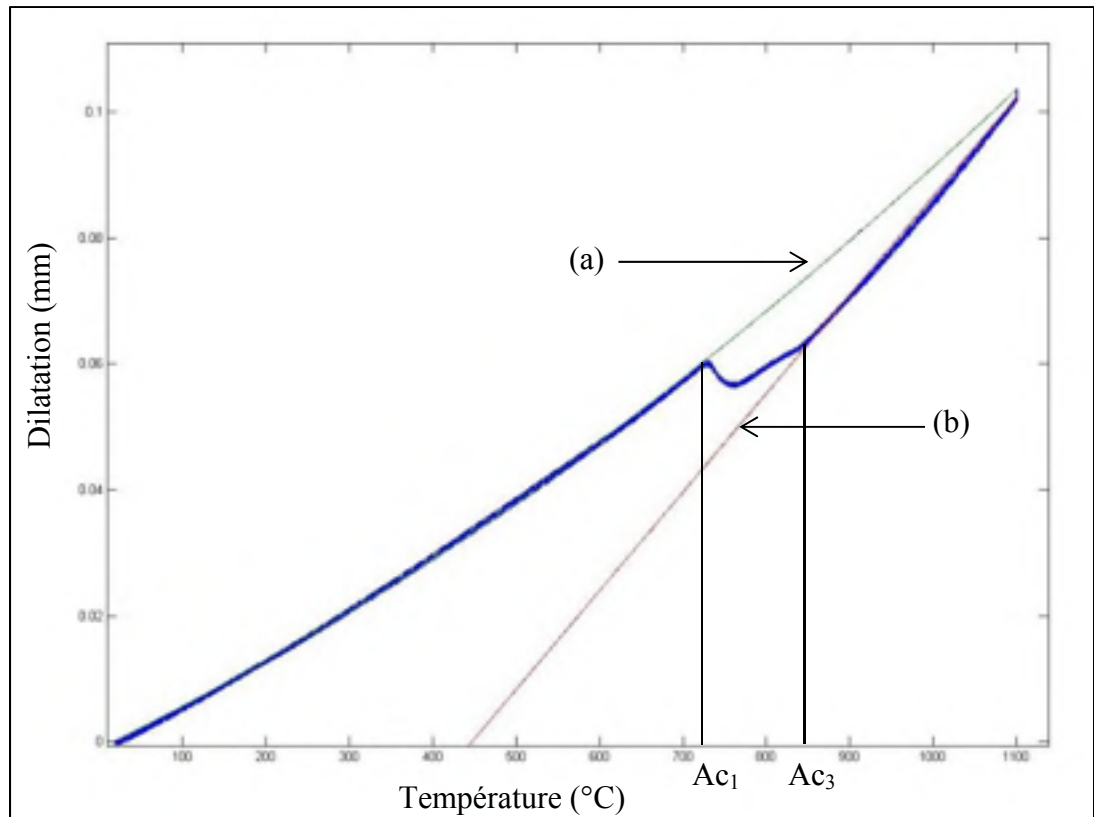


Figure 2.14 Illustration de la méthode graphique pour déduire la température de début (Ac_1) et de fin (Ac_3) de transformation austénitique avec les courbes représentant le domaine biphasé (a) et le domaine austénitique (b) (45 HRC, $50\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$)

Avec :

- Courbe (a) : $\alpha(T) = 1/6(-0,00118 + 6,46 \times 10^{-5} T + 2,79 \times 10^{-8} T^2)$;
- Courbe (b) : $\alpha(T) = 1/6(-0,0702 + 1,57 \times 10^{-4} T)$.

La Figure 2.14 représente la courbe de dilatation expérimentale superposée avec les courbes de dilatation obtenues avec les polynômes. Ac_1 et Ac_3 sont déduites graphiquement. Lorsque la courbe (a) et la valeur de dilatation expérimentale ne sont plus superposées, c'est que la transformation austénitique débute, la température est relevée pour avoir Ac_1 . Pour Ac_3 , la même méthode est employée entre la valeur expérimentale et la courbe (b). Cette méthode à une erreur de plus ou moins $2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

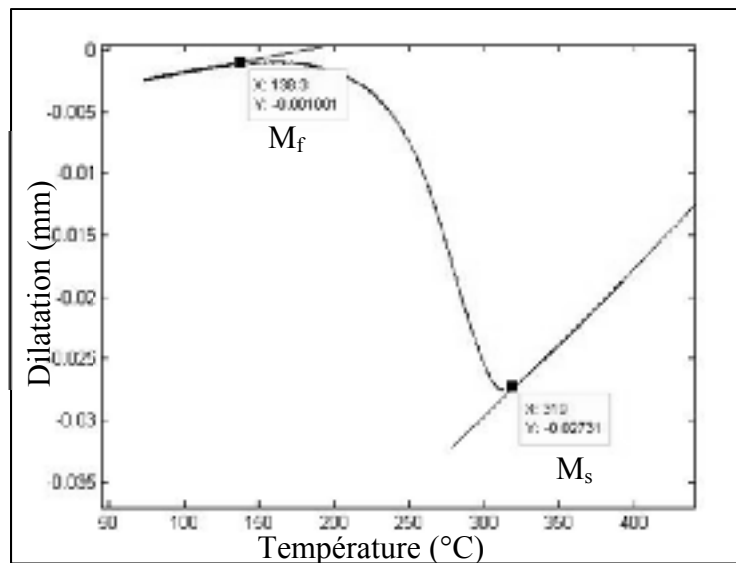


Figure 2.15 Méthode graphique pour déterminer M_s et M_f (45 HRC, $0,5\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$)

La Figure 2.15 représente la courbe de dilatation pendant le refroidissement entre 50 et 400 °C. La température de début de transformation martensitique, M_s , est déduite lorsqu'il y a un changement de pente de la valeur de dilatation pendant le refroidissement. La température de fin de transformation martensitique, M_f , est déduite graphiquement lorsque la courbe de dilatation retrouve un aspect linéaire.

2.2.2.1 Obtention du retard des thermocouples avant Ac_1

Pour avoir la température réelle du matériau, il faut avoir une courbe de référence qui permettra de donner la température réelle du matériau en fonction de la dilatation. Le retard du thermocouple pourra être alors déduit à Ac_1 .

Tableau 2.4 Coefficients des polynômes représentant la dilatation suivant la vitesse de chauffe pour le domaine biphasé

HRC	45					
Vitesse de chauffe (en °C.s ⁻¹)	0,5	10	50	100	400	800
$A_0 \times 10^{-3}$	-3,01	-1,93	-1,68	-1,92	-1,85	-4,79
$A_1 \times 10^{-5}$	7,188	7,282	7,032	6,794	6,788	8,832
$A_2 \times 10^{-8}$	1,172	1,421	2,08	1,594	2,074	1,136

Le Tableau 2.4 présente les coefficients du polynôme de degré 2 (2.1) pour le domaine biphasé avant la transformation austénitique pour chaque vitesse de chauffe pour la dureté initiale de 45 HRC.

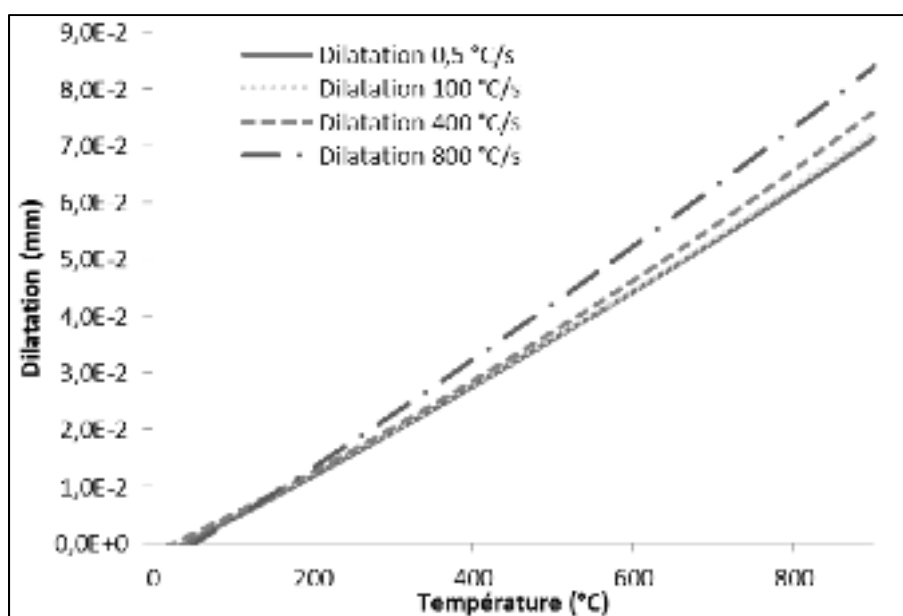


Figure 2.16 Courbe donnant la dilatation du diamètre centrale en fonction de la température, 45 HRC

La Figure 2.16 représente la dilatation du domaine biphasée pour les différentes vitesses de chauffe pour les échantillons ayant une dureté initiale de 45 HRC (Tableau 2.4). Les courbes représentant les vitesses de chauffe de 0,5, et 100 °C.s⁻¹ se superposent (les courbes le plus à droite), la courbe représentant le taux de chauffe de 800 °C.s⁻¹ est nettement au-dessus et celle représentant 400 °C.s⁻¹ est entre les deux. La courbe de dilatation de 0,5 °C.s⁻¹ sera prise

comme référence pour obtenir le retard du thermocouple. En effet, c'est l'échantillon où la chauffe est la plus lente, donc où la dilatation est la plus précise (peu de bruit et aucun retard de thermocouple). Cette méthode ne sera appliquée que pour les vitesses de chauffe dépassant $50\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, car le retard des thermocouples commence à être significatif pour des taux de chauffe plus élevés.

La température réelle de l'échantillon au début de la transformation austénitique est recherchée, plus exactement la différence entre la température lue et la température réelle de l'échantillon.

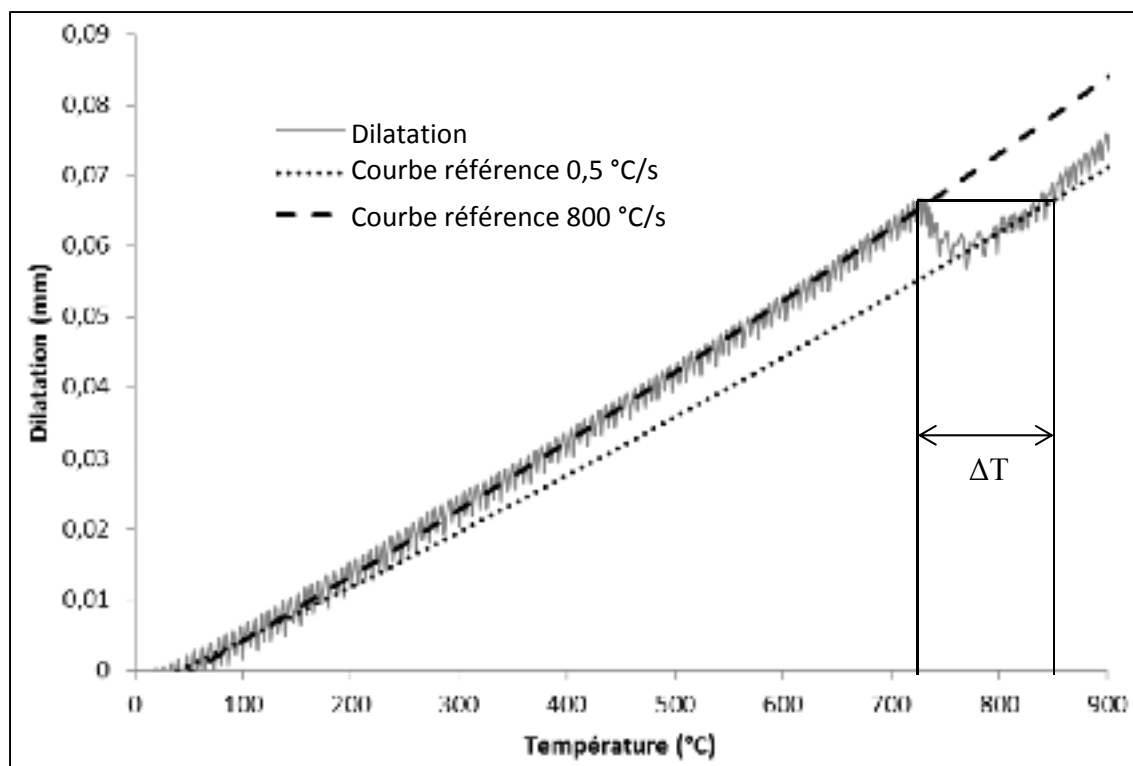


Figure 2.17 Méthode graphique pour trouver la différence entre la température lue et la température réelle

La Figure 2.17 présente la méthode permettant d'obtenir le décalage entre la température lue et la température réelle de l'échantillon. À partir de la donnée de dilatation avant transformation austénitique, la température lue sur la courbe de référence permet de donner le

décalage entre la température lue et la température réelle, il est de 98 °C. Ce décalage sera utile pour avoir la proportion d'austénite formée en fonction de la température. Pour la suite de l'étude, la température du thermocouple sera translatée du ΔT trouvée par cette méthode si nécessaire.

2.2.2.2 Détermination de Ac_1 avec la puissance électrique

Une autre manière de déterminer Ac_1 est d'utiliser la puissance électrique lors des chauffés rapides de l'échantillon. Pour les taux de chauffe élevés, il y a un changement de puissance électrique pendant la transformation austénitique. Il est intéressant de voir l'évolution de la puissance transmise en fonction de la vitesse de chauffe (Figure 2.18). Le principe du chauffage du Gleeble est expliqué en ANNEXE II.

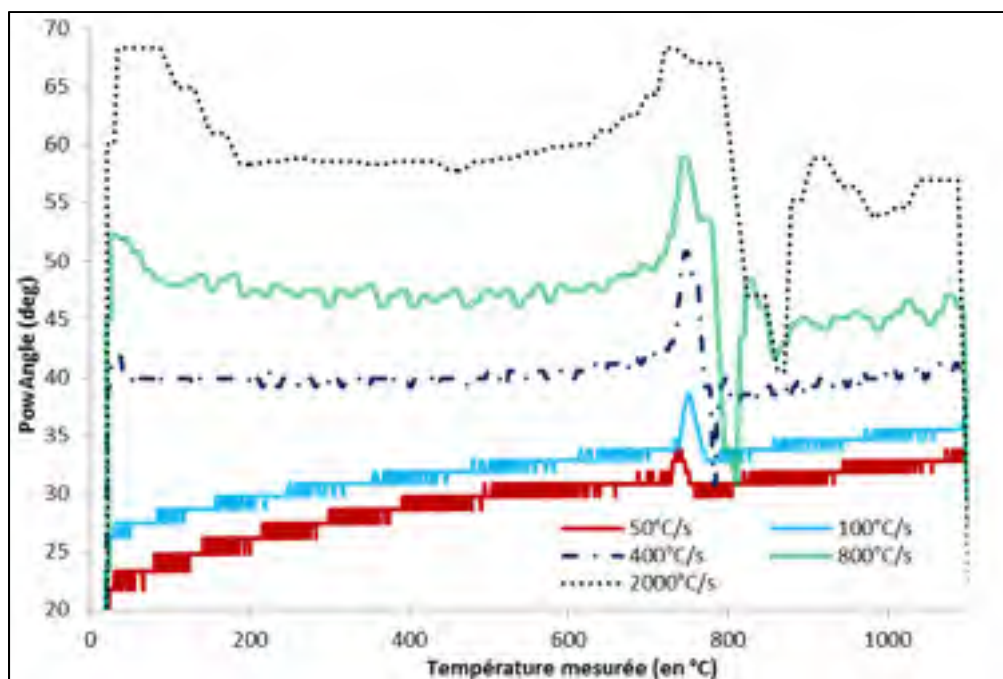


Figure 2.18 Courbe du PowAngle en fonction de la température mesurée pour les différentes vitesses de chauffés des échantillons d'une dureté initiale de 45 HRC

La Figure 2.18 présente la courbe du PowAngle (phase où le courant est transmis sur une demi-période) en fonction de la température et de la vitesse de chauffe pour les échantillons ayant une dureté initiale de 45 HRC. L'énergie électrique envoyée dans l'échantillon augmente aux températures où le changement de phase intervient, car c'est une transformation endothermique. Pour maintenir un taux de chauffe constant, une plus grande puissance est nécessaire pendant la transformation.

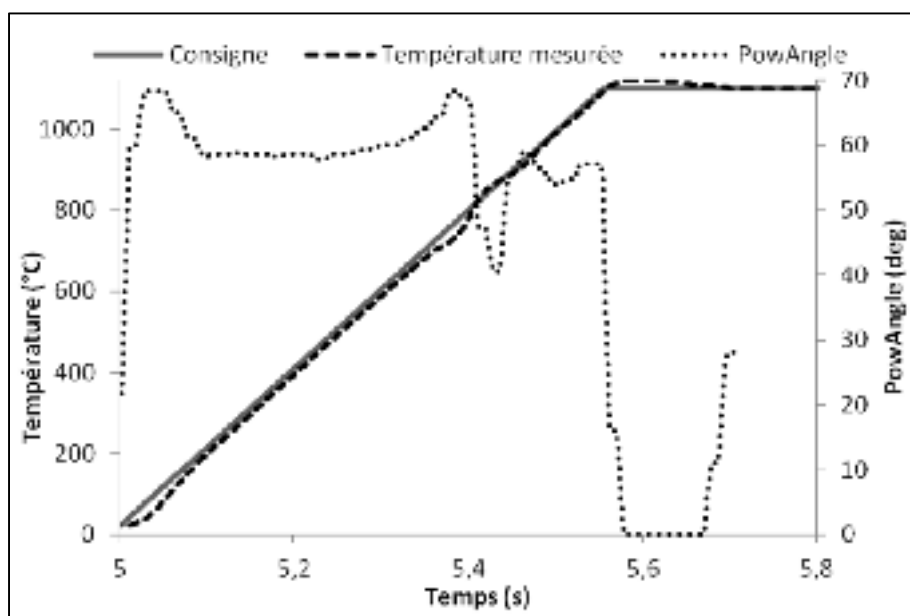


Figure 2.19 Température consigne et mesurée en fonction du temps comparé au PowAngle (puissance électrique, 2000 °C.s⁻¹)

Pour les vitesses de chauffe supérieures à 100 °C.s⁻¹, il y a d'abord une augmentation de l'énergie électrique puis une diminution avant de retrouver un état stationnaire (Figure 2.19). La chauffe étant très rapide, le Gleeble compense la demande d'énergie du changement de phase mais il y a un dépassement de la consigne de température, donc il diminue la puissance pour que la température lue et la consigne soit la même. Une fois que la température et la consigne sont égales, la puissance électrique augmente à nouveau pour maintenir le taux de chauffe voulu. Le retard des thermocouples peut être souligné, plus la vitesse de chauffe est élevée, plus le sursaut apparaît tôt alors que la température A_{c1} devrait augmenter avec la vitesse de chauffe.

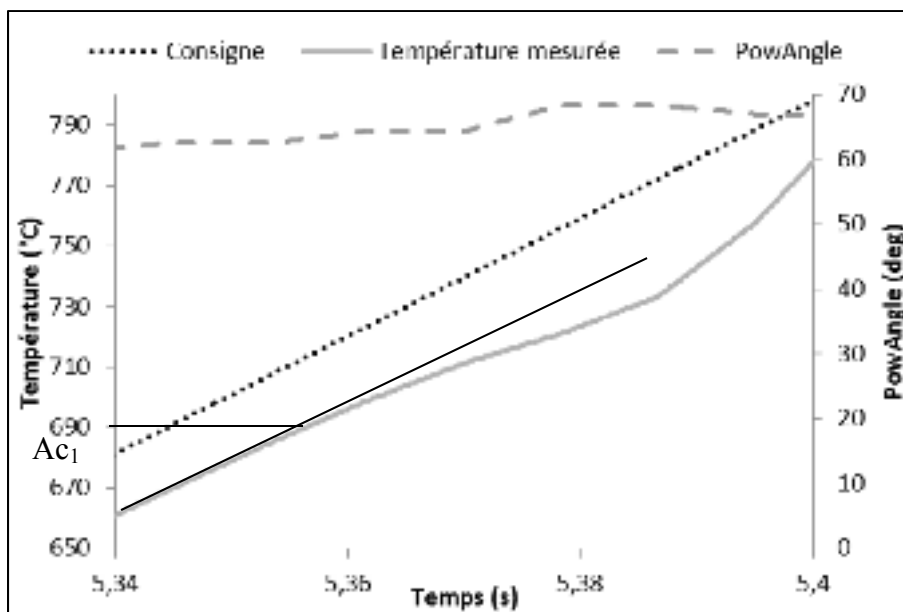


Figure 2.20 Température mesurée comparé à la température consigne en fonction du temps avec la puissance électrique (PowAngle, en degré) pour le test avec une vitesse de chauffe de $2000\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$

Sur la Figure 2.20 est représentée la température consigne et la température lue en fonction du temps, ainsi que la valeur du PowAngle (ANNEXE II). Lorsque la pente de la température lue diminue, c'est que la transformation austénitique commence. Ac_1 est relevée à ce moment-là. La transformation prend de l'énergie au système donc pour une même puissance électrique, le taux de chauffe diminue. Sur cette figure, Ac_1 est de $690\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le Gleeble compense cet effet par la suite (augmentation de la puissance).

2.2.2.3 Détermination de la fraction volumique d'austénite en fonction de la température

Pour obtenir la proportion de chaque phase pendant le test, la loi des mélanges est utilisée en fonction des données expérimentales avec comme référence les pentes des domaines trouvés pour chaque vitesse de chauffe.

La loi des mélanges s'exprime de la façon suivante :

$$\alpha(T) = f_Y(T) \alpha_Y(T) + (1 - f_Y(T)) \alpha_\alpha(T) \quad (2.2)$$

$$f_Y(T) = \frac{\alpha(T) - \alpha_\alpha(T)}{\alpha_Y(T) - \alpha_\alpha(T)} \quad (2.3)$$

Avec :

- f_Y : la fraction volumique de l'austénite;
- α : la dilatation de l'échantillon;
- α_α : la dilatation du domaine biphasé;
- α_Y : la dilatation de l'austénite.

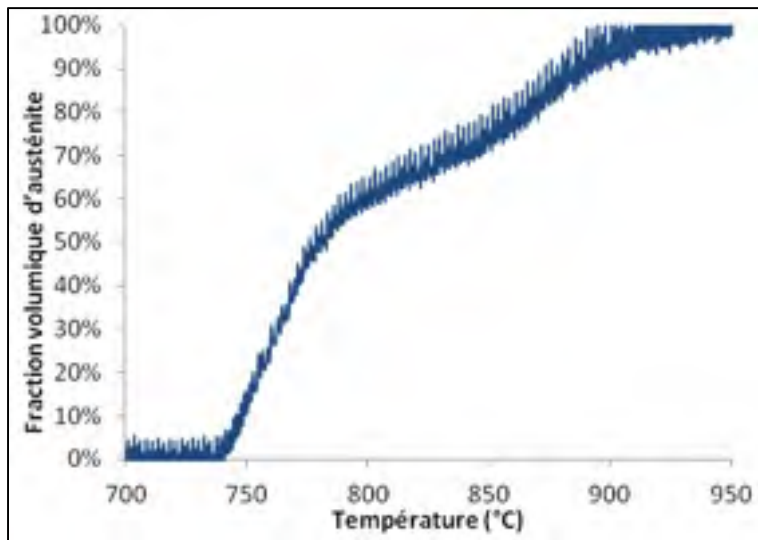


Figure 2.21 Fraction volumique d'austénite en fonction de la température (chauffe $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, 45 HRC initiale)

La Figure 2.21 représente la fraction volumique d'austénite en fonction de la température. La donnée de dilatation est conservée, un décalage de température est appliqué pour avoir la température réelle de transformation supposée avec la méthode vu précédemment. Contrairement à ce qui a été vu sur la Figure 1.7, la transformation austénitique ne suit pas le modèle d'Avrami, il y a un changement de pente pendant la transformation qui modifie la cinétique de transformation.

2.2.2.4 Évolution du diamètre central pendant le maintien

Dans cette partie, l'évolution du diamètre central est présentée pendant le maintien car il y a une variation du diamètre central pour les vitesses de chauffe rapides pendant les tests. L'unité polyvalente du Gleeble est utilisée (2.1.1.2).

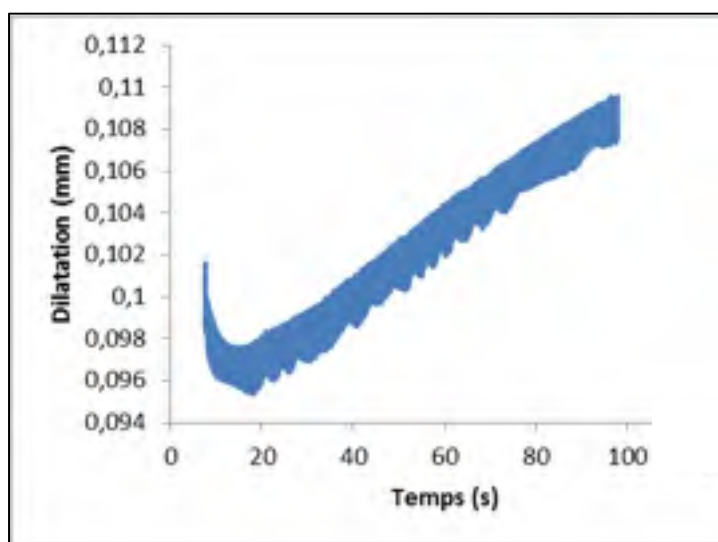


Figure 2.22 Dilatation en fonction du temps pendant le maintien pour une chauffe à $400\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ et une dureté initiale de 35 HRC

La Figure 2.22 présente la valeur du diamètre en fonction du temps pendant le maintien à $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ce maintien dure 90 secondes. La valeur du diamètre diminue pendant 5 secondes puis augmente progressivement. La diminution observée en première partie peut être attribuée à un retard du thermocouple en fin de chauffe : la température a dépassé $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ et donc l'éprouvette s'est dilatée en conséquence. La diminution correspond au retour de l'éprouvette à $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$. La lente augmentation peut être attribuée à des contraintes internes qui causent la plastification de l'échantillon peu à peu avec l'établissement du régime de température stationnaire pendant le maintien. La chaleur se diffuse peu à peu dans l'échantillon et cela entraîne une expansion longitudinale de l'échantillon qui est bloqué par les mors de l'unité polyvalente du Gleeble. Ces contraintes ont des conséquences sur la

transformation martensitique. L'augmentation de volume pendant le maintien est étudié avec la simulation numérique (4.3.1).

2.2.2.5 Retard de lecture du thermocouple au début du refroidissement

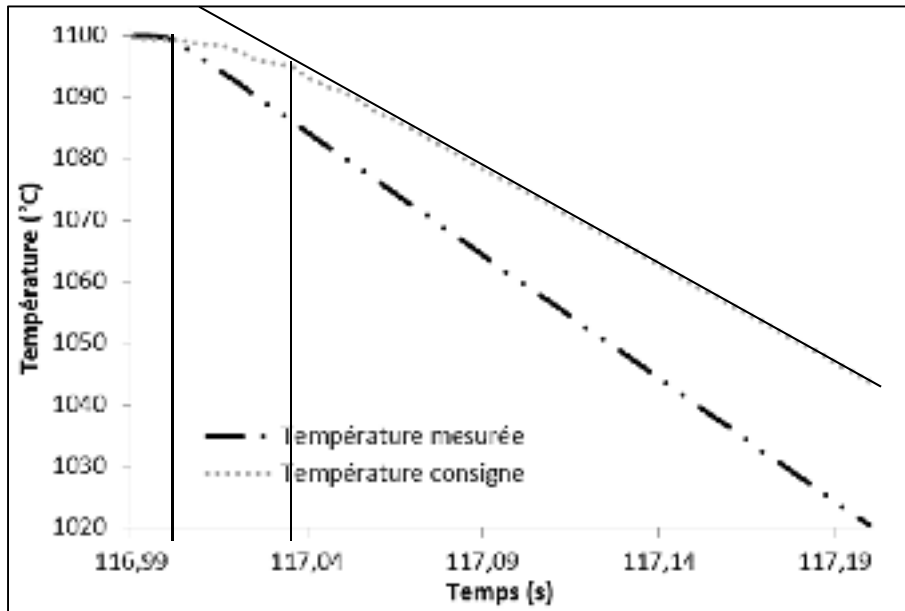


Figure 2.23 Température mesurée et température consigne en fonction du temps au début du refroidissement

La Figure 2.23 présente le début du refroidissement pour un test avec une vitesse de chauffe initiale de $50\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ et un refroidissement maximal. Au début du refroidissement, la puissance électrique tombe à zéro et la vanne du système de trempe est ouverte. La vitesse de refroidissement met environ 30 ms pour se stabiliser. Ce délai peut correspondre au retard du thermocouple. Dans la partie 2.2.2.1, la différence entre la température mesurée et la température calculée pour un taux de chauffe de $800\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pendant les essais de dilatation est de $98\text{ }^{\circ}\text{C}$, ce qui correspond à un temps de réponse de 25 ms ($5\tau = \Delta T/\dot{T} = 125\text{ ms}$). Le temps de réponse calculé pour les deux méthodes n'est pas identique mais il est du même ordre de grandeur.

Le Tableau 2.5 récapitule les essais effectués pour cette partie. Le test de calibration thermique a permis de vérifier que le cycle thermique était correct ainsi que de voir la vitesse de refroidissement. Le dernier test a été réalisé deux fois pour vérifier la reproductibilité des expériences ainsi que les conditions de l'essai. Les deux premiers tests ont servi de calibration pour la chauffe. Les effets de dilatation thermiques peuvent influencer la vitesse de déplacement des mors à imposer. Le test 0 a permis d'obtenir la dilatation longitudinale de l'échantillon pendant un cycle thermique.

2.2.3.1 Calibration des essais pour la chauffe

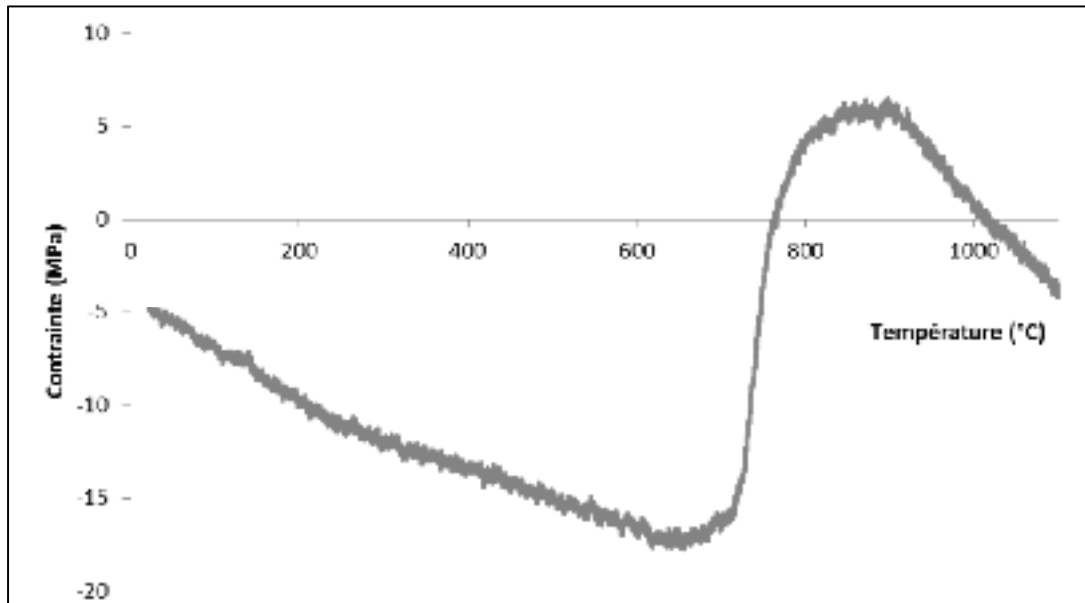


Figure 2.24 Contrainte en fonction de la température pour le test n°1 (0,0026 mm.s⁻¹, 35 HRC initiale) pendant la chauffe

La Figure 2.24 présente les contraintes en fonction de la température pendant la chauffe de l'échantillon pour le test n°1. Sur cette figure, la contrainte est négative et diminue jusqu'à 700 °C. Passé cette température, il y a une augmentation qui fait passer la contrainte en positif puis à 850 °C, une pente négative plus importante est obtenue, la contrainte obtenue à 1100 °C est de -3,7 MPa. Cette vitesse de déplacement n'est pas suffisante pour compenser

les effets de la dilatation thermique. La différence entre les deux pentes négatives est une conséquence des coefficients de dilatation différents.

Pendant le test de calibration thermique, le déplacement des mors à 700 °C était de 0,15 mm. Pendant le test n°1, le déplacement des mors était de 0,18 mm. Pour avoir une contrainte positive pendant la chauffe lors du test n°2, une vitesse de déplacement de 0,004 mm.s⁻¹ est imposée pendant le début de la chauffe, entre 20 et 700 °C.

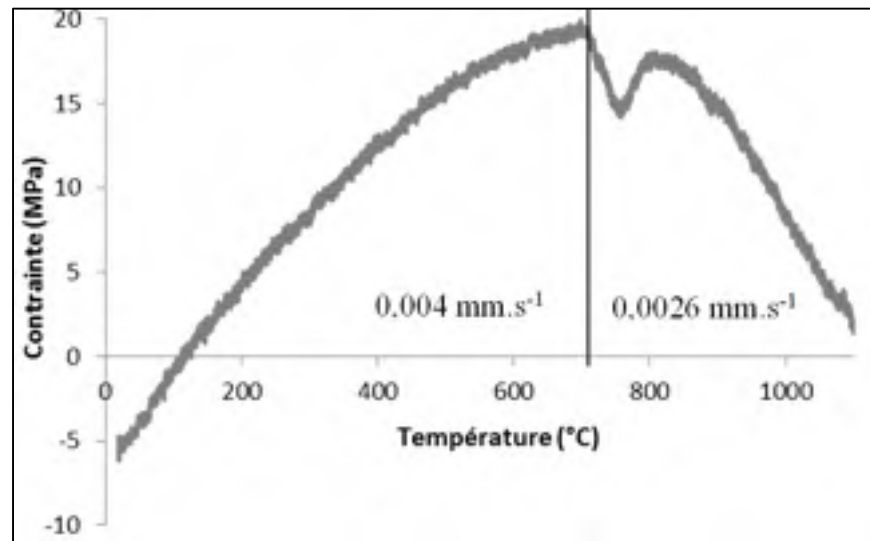


Figure 2.25 Contrainte en fonction de la température pour le test 2 (0,004 mm.s⁻¹ jusqu'à 700 °C puis 0,0026 mm.s⁻¹, dureté initiale 22 HRC, chauffe à 10 °C.s⁻¹) pendant la chauffe

La Figure 2.25 présente la contrainte en fonction de la température pour le test n°2 de traction. Il y a une pente positive jusqu'à 700 °C puis une pente négative entre 700 et 750 °C (changement de vitesse de déplacement des mors). Entre 750 °C et 800 °C, il y a une augmentation, ensuite la contrainte se stabilise entre 800 et 850 °C à 15,5 MPa puis une diminution jusqu'à 1100 °C pour atteindre 2 MPa au début du maintien. Pour éviter d'avoir une diminution de la contrainte, la vitesse de déplacement des mors est imposée à 0,004 mm.s⁻¹ pendant toute la chauffe, pour éviter d'avoir une compensation du déplacement des mors par la dilatation thermique entre 700 et 1100 °C.

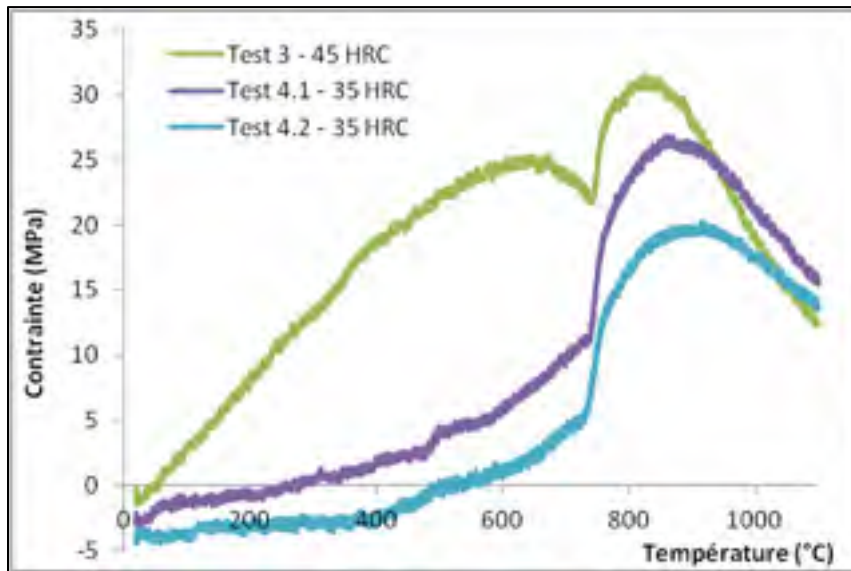


Figure 2.26 Contrainte en fonction de la température (0,004 mm.s⁻¹, variation de dureté initiale) pendant la chauffe

La Figure 2.26 présente la contrainte en fonction de la température pour les trois tests effectués avec la vitesse de déplacement des mors de 0,004 mm.s⁻¹. Entre 20 et 725 °C, la contrainte augmente suivant 2 pentes différentes en fonction de la dureté initiale. Le comportement pour les deux tests effectués avec la même dureté initiale est similaire entre 725 et 800 °C : on assiste à une augmentation de la contrainte. A partir de 850 °C une diminution linéaire de la contrainte est observée pour atteindre environ 15 MPa. L'augmentation de contrainte à 725 °C correspond au changement de volume lié au changement de phase austénitique (contraction de l'éprouvette). La diminution de contrainte ensuite représente peut être la limite élastique de l'austénite pendant le chauffage. Cette hypothèse sera étudiée. Par la suite, la traction pendant le maintien est étudiée pour les cinq tests.

2.2.3.2 Maintien à 1100 °C

Dans cette section, la traction pendant le maintien est étudiée. La température est constante pendant 90 secondes à 1100 °C, la vitesse de déplacement des mors est de 0,0026 mm.s⁻¹.

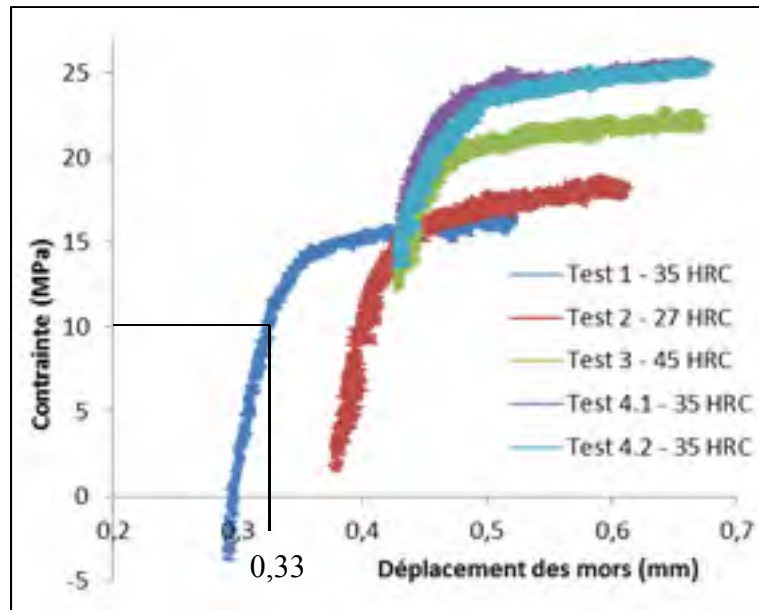


Figure 2.27 Comparaison des comportements en traction pendant le maintien à 1100 °C en fonction du déplacement des mors

La Figure 2.27 présente les courbes des contraintes des cinq tests en fonction du déplacement des mors pendant le maintien. Sur cette figure, une rapide augmentation de la contrainte est observée suivie d'une stabilisation. Les pentes du premier et du second domaine sont les mêmes pour toutes les courbes mais le point de départ est différent. Les courbes représentées ressemblent aux courbes obtenues lors d'un essai de traction. Le module d'Young E de cet acier est connu à 1100 °C, il est de 140 GPa (Moreau et al., 2008).

$$\sigma = E\varepsilon \quad \text{avec} \quad \varepsilon = \ln\left(\frac{L_0 + \Delta L}{L_0}\right) \quad (2.4)$$

Avec :

- E : 140 GPa (module d'élasticité du 4340 à 1100 °C);
- L_0 : Longueur utile à calculer (mm);
- ΔL : déplacement des mors (mm);
- σ : Contraintes calculées en fonction de la charge appliquée sur les mors (MPa).

A partir du module d'Young, du déplacement de mors ainsi que de la différence de contrainte dans le domaine élastique, la longueur utile L_0 peut être déduite (2.4). La contrainte augmente de 10 MPa en 0,03 mm (Figure 2.27).

$$L_0 = \frac{\Delta L}{\exp\left(\frac{\sigma}{E}\right) - 1} = 420 \text{ mm} \quad (2.5)$$

La longueur utile de l'échantillon serait plus grande que la taille de l'échantillon (111,5 mm), l'échantillon mesure entre les appuis 81 mm (Figure-A I-2). La donnée de déplacement des mors n'est donc pas assez précise du fait de l'élasticité du montage pour pouvoir calculer précisément la déformation appliquée à l'éprouvette. Les contraintes sont faibles et le Gleeble comme tout système de traction a une rigidité (Knorovsky et al., 1998). De plus le calcul de contrainte ne prend pas en compte la variation de la section utile de l'éprouvette, cela augmente les erreurs possibles dans l'exploitation des résultats.

Pour la suite de l'étude, la longueur utile retenue sera la longueur entre les appuis (81 mm) afin d'obtenir la limite d'écoulement de l'austénite à 1100 °C, $Re_{0,2\%}$. Le module d'élasticité apparent est $E = 27 \text{ GPa}$ avec l'hypothèse $L_0 = 81 \text{ mm}$. La limite d'élasticité peut ainsi être obtenue en traçant la courbe parallèle au domaine élastique (dont la pente est le module d'élasticité) décalée de 0,2 % de déformation.

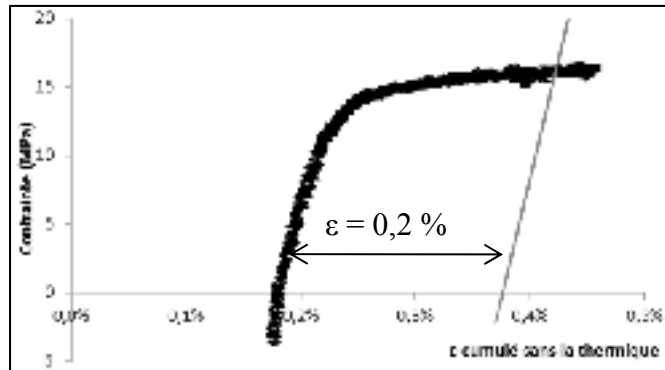


Figure 2.28 Déduction de la limite d'écoulement par méthode graphique avec la courbe contrainte en fonction des déformations du test 1

Sur la Figure 2.28, la courbe des contraintes en fonction des déformations est donnée (la partie thermique est retirée grâce au test de calibration thermique : $\Delta L_{\text{méc}} = \Delta L - \Delta L_{\text{th}}$ pour le calcul de déformation). Sur cette figure la pente élastique décalée de 0,2 % de déformation est représentée pour obtenir la limite élastique de l'austénite à 1100 °C, celle-ci est évaluée à 16 MPa.

2.2.3.3 Refroidissement des tests de traction

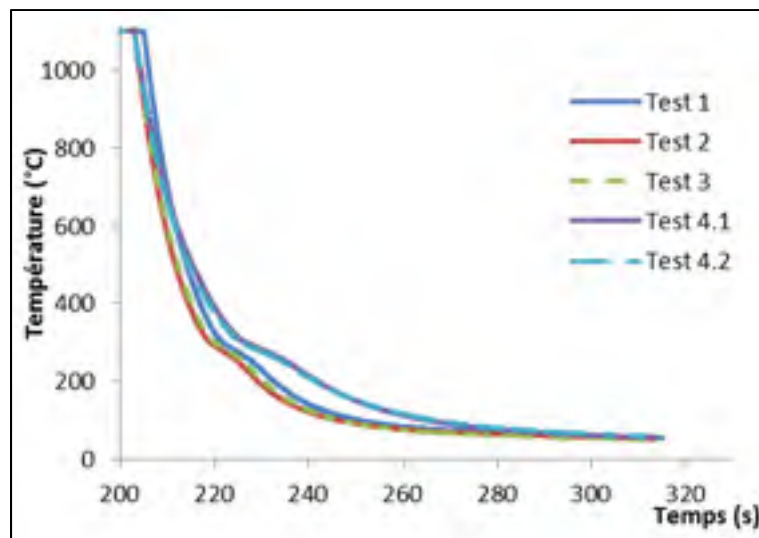


Figure 2.29 Température en fonction du temps lors de la phase de refroidissement des cinq tests

La Figure 2.29 présente les courbes de température en fonction du temps lors du refroidissement pour les 5 tests effectués. Si les courbes 1, 2 et 3 sont similaires, celles des tests 4 et 5 sont différentes : le refroidissement est plus lent. Cette différence ne s'explique pas par un changement de conditions d'essais car le refroidissement était libre pour tous les tests. Les deux derniers essais n'ont pas été faits à la même date que les autres, une modification de la température du liquide de refroidissement ou une différence du niveau de vide pourrait expliquer cette différence.

2.2.3.4 Méthode de détermination de M_s et M_f pendant le refroidissement

Dans cette partie, la méthode permettant d'obtenir les températures de début et de fin de transformation martensitique (M_s et M_f) est présentée.

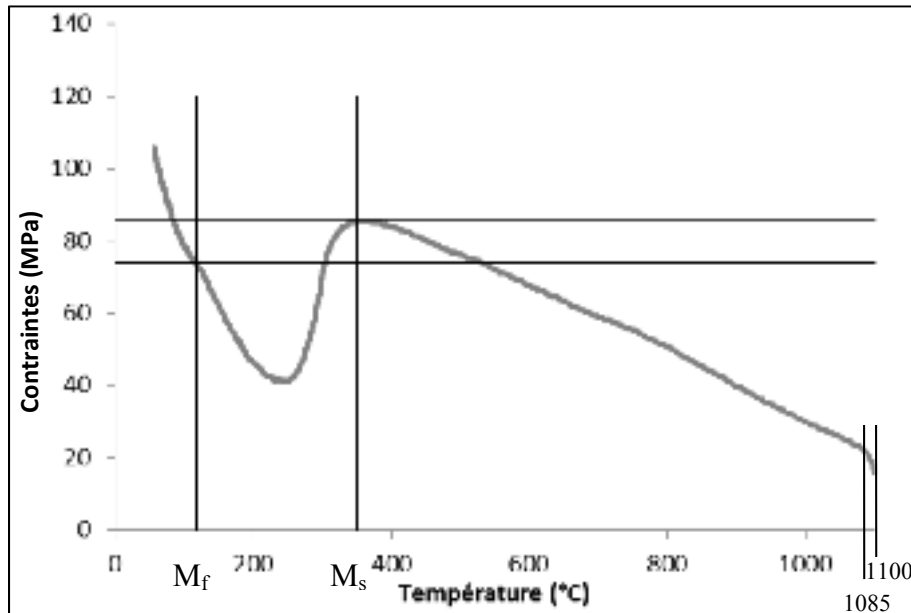


Figure 2.30 Contrainte en fonction de la température pour les tests 1, 3 et 4.2 pendant le refroidissement

La Figure 2.30 présente l'évolution des contraintes en fonction de la température pour les tests 1, 3 et 4.2. Sur cette courbe, au début du refroidissement (entre 1100 et 1085 °C), il y a une augmentation rapide de la contrainte, ensuite elle augmente linéairement jusqu'à 350 °C environ. A cette température, il y a une diminution de la contrainte jusqu'à 250 °C puis à nouveau une augmentation en deux étapes, la première entre 250 et 130 °C plutôt faible, puis une augmentation beaucoup plus importante passée cette température. Le changement de pente intervenant vers 350 °C correspond au début du changement de volume de la transformation martensitique (augmentation de volume de l'éprouvette donc diminution des contraintes obtenues). Le dernier changement de pente correspond à la fin de la transformation martensitique. Les valeurs obtenues pour M_s et M_f sont respectivement 351 et 118 °C. La valeur de la température variant, pour déterminer M_s , il y a une incertitude

d'environ 5 °C. La détermination de M_f est plus précise, le changement de pente est plus marqué à la température déterminée.

2.2.3.5 Méthode de caractérisation de la limite d'écoulement de l'austénite

Une loi est recherchée afin d'obtenir la limite d'écoulement de l'austénite pendant le chauffage pour les tests 3, 4.1 et 4.2 et le refroidissement pour les cinq tests. En effet, pendant le maintien, l'aspect des courbes de contraintes en fonction des déformations (Figure 2.27) fait penser à des courbes de traction, le domaine plastique est atteint pour cinq tests pendant le maintien à 1100 °C. Le refroidissement fait diminuer le volume de l'échantillon et combiné au déplacement des mors, cela permet de ne pas décharger l'échantillon et de rester dans le domaine plastique de l'austénite pendant le refroidissement. Au refroidissement, la limite d'écoulement de l'austénite varie. Elle dépend donc de la température. Elle est peu influencée par la déformation de l'échantillon. La limite d'écoulement est caractérisée par une loi de type Arrhénius pour la température.

$$\sigma = A \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.6)$$

L'équation (2.6) va être utilisée avec :

- Q : énergie d'activation d'Arrhénius (J.mol);
- R : contante des gaz parfait : 8,32 J.(K.mol)⁻¹;
- σ : valeur de la contrainte (MPa);
- A : facteur de fréquence (MPa).

Les coefficients de l'équation (2.6) sont calculés de la manière suivante : l'énergie d'activation Q de l'équation est calculée à partir des pentes au chauffage et au refroidissement, la valeur de A correspond à l'ordonnée à l'origine pour la pente correspondant au chauffage. Si la plage de température n'est pas trop importante, la valeur de A est supposée indépendante de la température. Pour respecter cette condition, la plage de

température étudiée se situe entre 850 et 1100 °C. Les valeurs des contraintes peuvent être comparées entre le chauffage et le refroidissement dans le domaine austénitique.

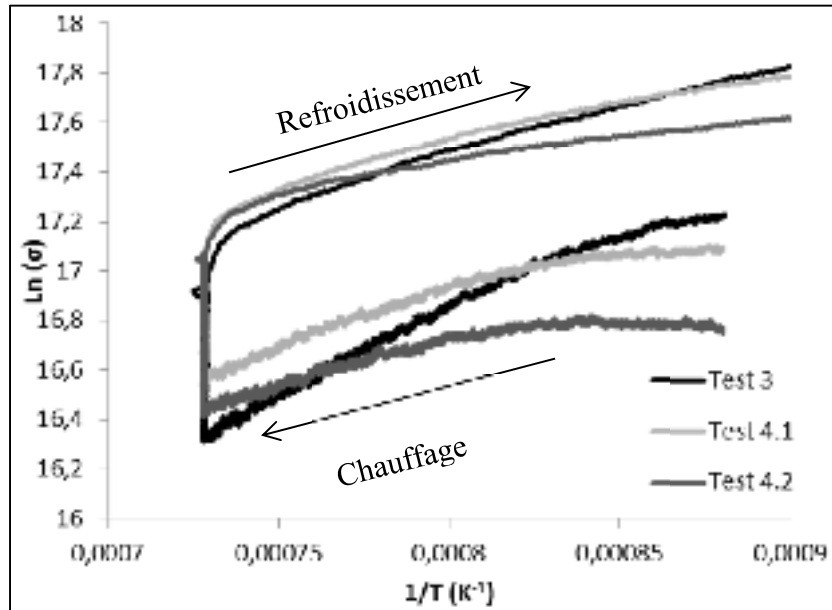


Figure 2.31 Évolution du logarithme de la contrainte (Pa) en fonction de l'inverse de la température en Kelvin au chauffe et refroidissement

La Figure 2.31 présente la courbe du logarithme des contraintes en fonction de l'inverse de la température pour les tests 3, 4.1 et 4.2. La diminution de contrainte au chauffage et l'augmentation de la contrainte pendant le refroidissement sont linéaires (pour des températures comparables) et ont la même pente. La translation verticale entre les deux correspond au maintien. Les pentes au chauffage et au refroidissement de la Figure 2.31 correspondent dans l'équation (2.6) au facteur Q/R . Le coefficient A de l'équation est déterminé au chauffage pour les tests 3, 4.1 et 4.2 à partir des données précédentes. Ces résultats vont permettre de donner les coefficients de l'équation (2.6), ils seront présentés et discutés dans la partie suivante.

La partie suivante va présenter et discuter des résultats des expériences qui ont été réalisées lors de cette maîtrise.

CHAPITRE 3

EXPLOITATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS

Le but de ce chapitre est de présenter et d'analyser les résultats des différents essais réalisés pour connaître les améliorations possibles de la méthode expérimentale et de comprendre comment réagit le matériau suivant les différentes duretés initiales, les différents taux de chauffe et les déformations appliquées.

3.1 Effet du maintien à 1100°C pendant 90 secondes

Cette première étape a pour but de valider que les échantillons aient tous la même microstructure en fin de test quelque soit le traitement qu'ils ont subi pendant les tests. Si le maintien à 1100 °C pendant 90 secondes est suffisant pour dissoudre tous les précipités alors la moyenne le long de l'échantillon sera constante et la microstructure finale sera martensitique.

La Figure 3.1 présente la dureté en fonction du rayon de l'éprouvette pour trois échantillons ayant la même dureté initiale (45 HRC), chauffés entre 20 et 1100 °C avec des vitesses de 10, 50 et 400 °C.s⁻¹. La dureté ne varie pas en fonction de la distance au centre de l'échantillon pour les trois taux de chauffe. Une différence de 4 HRC est observée entre les trois courbes (entre 57 et 61 HRC).

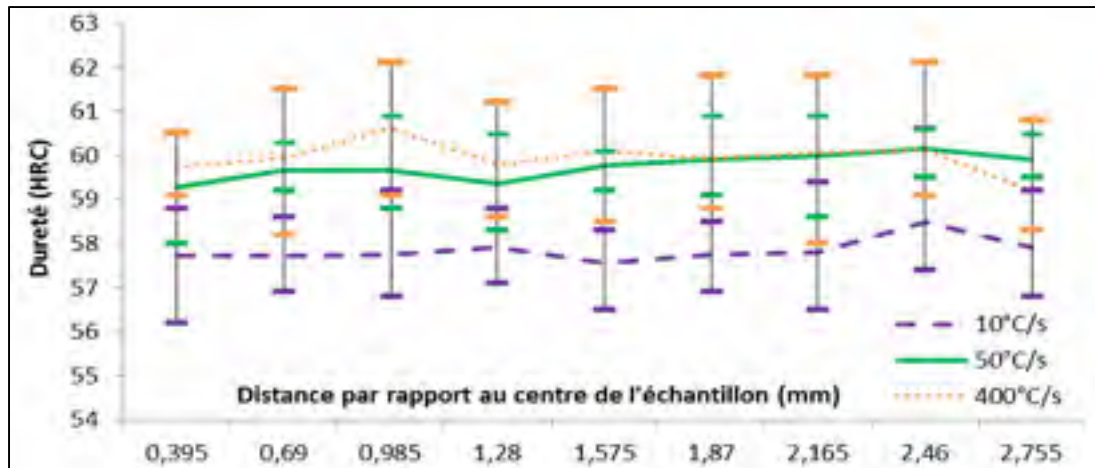


Figure 3.1 Mesure de dureté Rockwell en fonction de la distance au centre de l'éprouvette (dureté initiale 45 HRC, pour 10, 50 et 400 °C.s⁻¹ pendant la chauffe, 10 °C.s⁻¹ pendant le refroidissement)

La dureté est constante en fonction de la distance, les variations étant dues à la dispersion de ce type mesure. De plus, obtenir la même dureté pour les différentes vitesses de chauffe permet d'affirmer que le maintien est suffisant pour la dissolution des carbures et que les échantillons ont tous une microstructure martensitique en fin de test.

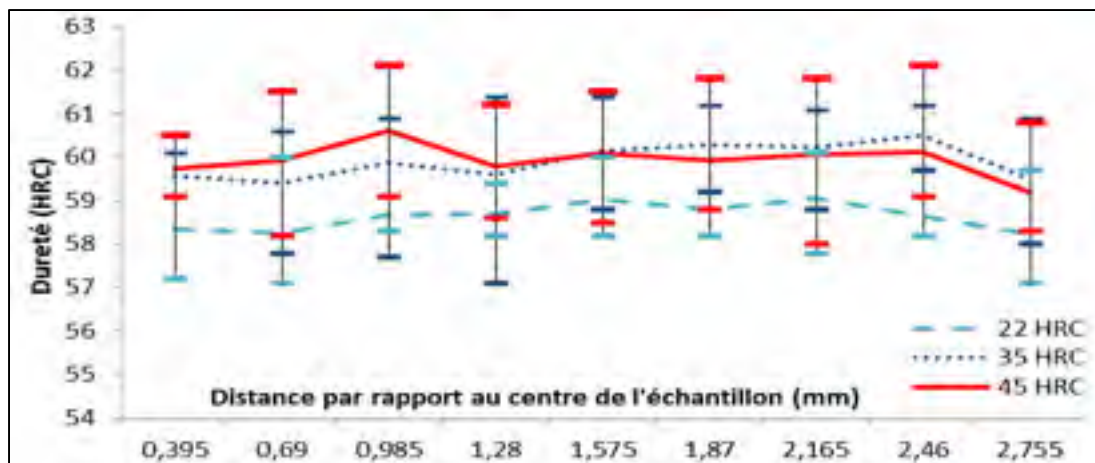


Figure 3.2 Mesure de dureté pour les trois duretés initiales ayant subi le même cycle thermique (400 °C.s⁻¹ pendant la chauffe, 10 °C.s⁻¹ pour le refroidissement)

La Figure 3.2 présente les résultats de trois éprouvettes ayant subi le même cycle thermique, mais avec une dureté initiale différente. Les résultats montrent que la dureté est la même pour les trois échantillons en fin de test (environ 59 HRC). Cela montre que la dureté initiale n'affecte pas la dureté finale, seul le cycle thermique importe. Comme sur la figure précédente, le temps de maintien est suffisant pour homogénéiser la structure à haute température.

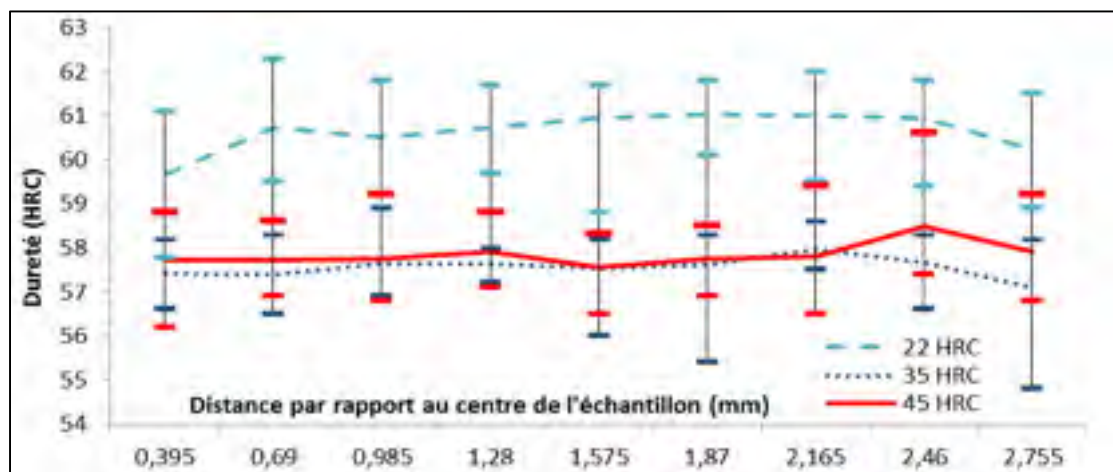


Figure 3.3 Mesure de dureté pour les trois duretés initiales ayant subi des cycles thermiques différents ($10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pendant la chauffe, $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pendant le refroidissement pour 35 et 45 HRC et $400\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ pour 22 HRC)

La Figure 3.3 présente la dureté finale obtenue de trois échantillons ayant subi des cycles thermiques différents. Contrairement aux figures précédentes, l'éprouvette ayant eu un refroidissement plus rapide présente une dureté supérieure aux autres (61 HRC contre 57 HRC). La dureté supérieure pour l'échantillon ayant une dureté de 22 HRC initiale est due au refroidissement plus rapide de l'éprouvette, celui-ci subit une trempe (environ $400\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$) alors que les deux autres subissent un refroidissement contrôlé à $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$.

3.2 Résultats des essais de dilatation

Tous les résultats obtenus pendant les essais de dilatation sont présentés ici. Les différentes températures de changements de phase (Ac_1 , Ac_3 , M_s et M_f) ainsi que la fraction volumique

d'austénite pendant la transformation austénitique sont étudiées. De plus, le problème de retard des thermocouples est traité ici.

3.2.1 Cinétique de réaction et retard des thermocouples

Une première analyse des courbes de dilatations permet d'obtenir les températures de changement de phases. Ces températures correspondent aux points sur les courbes de dilatation où il y a un changement de pente. Dans un premier temps, cette analyse sera faite en supposant que la température réelle est celle lue par le thermocouple.

Tableau 3.1 Température de changement de phase pour les échantillons avec une dureté initiale de 45 HRC

Vitesse de chauffe (°C.s ⁻¹)	Ac ₁ (°C)	Ac ₃ (°C)	Dépassement de consigne en fin de chauffe (°C)	Problème pendant l'essai
0,5	685	812	0	Ø
10	724	810	0	
50	732	839	1	
100	740	898	2	
400	738	850	3	
800	733	842	10	Tc dessoudé à 1100 °C
2000	714	899	20	Ø

Le Tableau 3.1 donne les températures de début et de fin changement de phase austénitique et martensitique en fonction de la vitesse de chauffe et de la vitesse de refroidissement. Le dépassement en fin de chauffe donne le dépassement de consigne à 1100 °C. La température de début de transformation austénitique Ac₁ diminue avec l'augmentation de la vitesse de chauffe passée 100 °C.s⁻¹ (cases grises). La transformation austénitique est contrôlée par la diffusion des différents éléments de l'alliage ainsi que par la dissolution des carbures présents dans la microstructure, ils dépendent de la température. Seulement, ils ne sont pas instantanés, la germination de la phase austénitique dépend de la capacité des éléments à se diffuser dans la structure donc plus la vitesse de chauffe est élevée et plus le début de transformation se fera à haute température. Or, d'après la température de début de

transformation austénitique (Ac_1), celle-ci diminue lorsque la vitesse de chauffe dépasse $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$. Une erreur sur la donnée de température pourrait expliquer ce décalage. Cette hypothèse est étudiée par la suite.

3.2.2 Dédution des températures réelles pour Ac_1 et Ac_3

Les résultats suivant sont trouvés en appliquant la méthode permettant d'avoir le décalage entre la température mesurée et la température réelle, ΔT (2.2.2.1). Si aucune différence n'est trouvée entre la température réelle et la température lue avec cette méthode, le dépassement de consigne en fin de chauffe à $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ est utilisée comme valeur pour ΔT .

Tableau 3.2 Température réelle de début et de fin de transformation austénitique en fonction de la vitesse de chauffe et de la dureté initiale

Vitesse de chauffe ($^{\circ}\text{C.s}^{-1}$)	Dureté initiale (HRC)	ΔT ($^{\circ}\text{C}$)	Ac_1 corrigée ($^{\circ}\text{C}$)	Ac_3 corrigée ($^{\circ}\text{C}$)	Dépassement mesurée de consigne en fin de chauffe ($^{\circ}\text{C}$)
0,5	22	0	706	854	0
	35	0	687	841	0
	45	0	685	812	0
10	22	0	726	856	0
	35	0	727	824	0
	45	0	723	810	0
50	22	2	742	932	2
	35	1	739	850	1
	45	1	733	840	1
100	22	2	748	986	2
	35	2	738	943	2
	45	2	742	900	2
400	22	36	779	964	3
	35	35	771	926	5
	45	33	771	883	3
800	22	67	838	975	9
	35	50	786	908	7
	45	98	831	915	10

Le Tableau 3.2 donne les températures de changement de début et de fin de transformation austénitique en prenant en compte le retard des thermocouples (2.2.2.1) pour chaque test de dilatation. Les cases grises représentent les valeurs qui ne correspondent pas aux résultats attendus et qui sont probablement supérieurs ou inférieurs aux valeurs attendues (corrections de température trop faible ou trop élevée, signal de dilatation instable). Les températures évoluent avec la vitesse de chauffe et ne sont pas les mêmes pour chaque dureté.

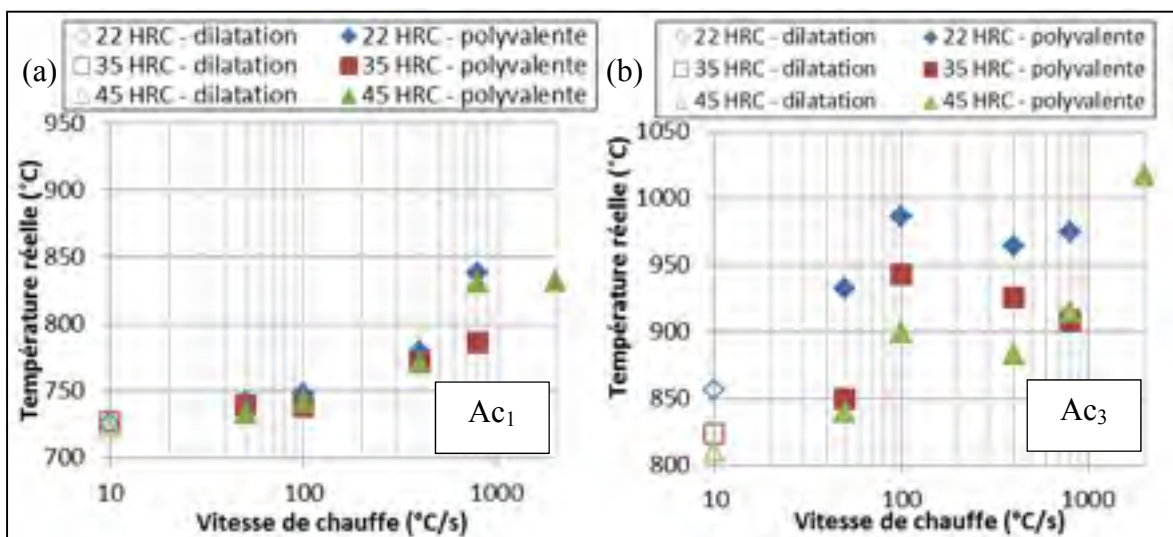


Figure 3.4 (a) Ac_1 et (b) Ac_3 en fonction de la dureté initiale et de la vitesse de chauffe

La Figure 3.4 donne les températures en fonction des vitesses de chauffe (en échelle logarithmique). Les symboles non rempli représentent les tests réalisés avec l'unité de dilatation, les autres représentent les tests effectués avec l'unité polyvalente. Les températures de début et de fin de transformation austénitique augmentent avec la vitesse de chauffe. L'évolution de Ac_3 est théoriquement linéaire en échelle logarithmique (Semiatin, Stutz et Byrer, 1985b). Ici, elle a tendance à augmenter mais de façon non linéaire. La valeur d' Ac_3 est pour la vitesse de chauffe $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ plus élevée, cela est peut-être un effet du bruit dans le signal de la dilatation, il est difficile d'obtenir graphiquement le début du domaine austénitique précisément pour cette vitesse de chauffe, le bruit commence à être important dans le signal de la dilatation. Les valeurs faibles pour l'essai à $800\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ avec une dureté

initiale sont probablement dues à l'estimation du retard du thermocouple un peu faible par rapport aux deux autres essais.

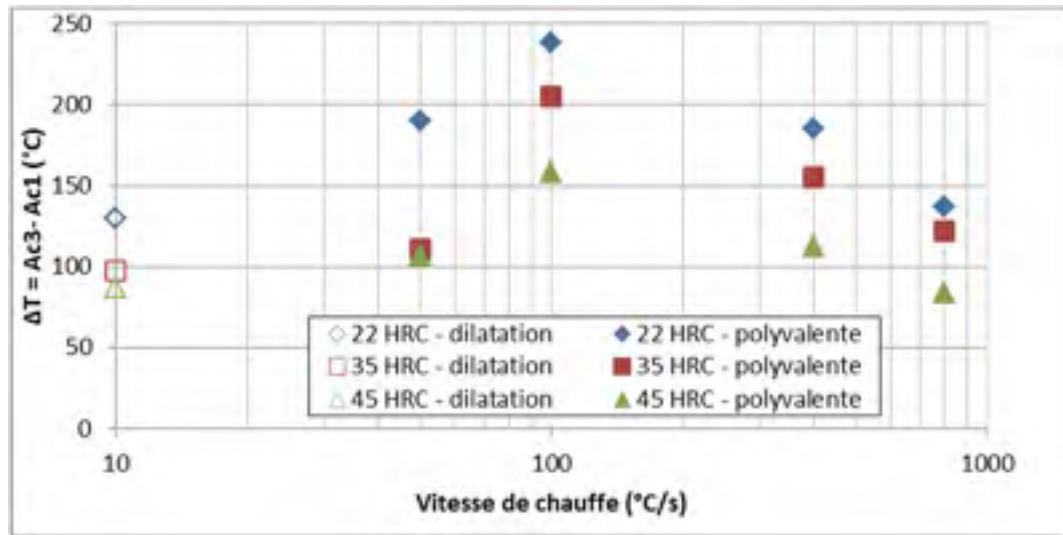


Figure 3.5 Différence entre Ac_1 et Ac_3 en fonction de la dureté initiale et de la vitesse de chauffe

La Figure 3.5 présente la plage de température sur laquelle se fait la transformation austénitique en fonction de la dureté et de la vitesse de chauffe, les symboles non remplis représentent les tests effectués avec l'unité de dilatation, les autres symboles représentent les tests effectués avec l'unité polyvalente. La dureté initiale a une influence sur la plage de température de la transformation. Plus la dureté initiale est faible, plus la transformation est lente. A part pour la vitesse de chauffe de $100\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la différence entre la température de fin et de début de transformation reste stable.

3.2.3 Détermination de Ac_1 avec la puissance électrique

La température de début de transformation austénitique peut être déduite de l'évolution de la température en fonction de la puissance électrique transmise à l'échantillon (2.2.2.2).

Le Tableau 3.3 permet de comparer les valeurs obtenues d' Ac_1 entre la dilatation et le PowAngle. La méthode avec la puissance électrique est moins précise mais elle permet de faire une vérification.

Tableau 3.3 Tableau comparatif des valeurs trouvées avec la dilatation et le PowAngle sans correction de température

Vitesse de chauffe (°C.s⁻¹)	Ac_1 trouvé avec la dilatation	Ac_1 trouvé avec le PowAngle
50	732	731
100	740	738
400	738	737
800	733	730
2000	714	690

3.2.4 Influence de la vitesse de chauffe sur la cinétique de transformation austénitique

Cette partie traite de la variation de la fraction volumique en fonction de la vitesse de chauffe pour une même microstructure et dureté initiale. Dans cette partie, le résultat attendu est le décalage de la fraction volumique transformée en fonction de la vitesse de chauffe. Plus la vitesse de chauffe est élevée, plus la germination de l'austénite aura du retard par rapport à l'équilibre entraînant l'augmentation d' Ac_1 . Par contre la réaction sera d'autant plus rapide que le taux de chauffe est élevé, car la vitesse de diffusion des éléments augmente avec la température. Pour toutes les courbes présentées dans cette partie, la température est décalée de façon à avoir la température réelle et non la température mesurée.

3.2.4.1 Échantillons 22 HRC

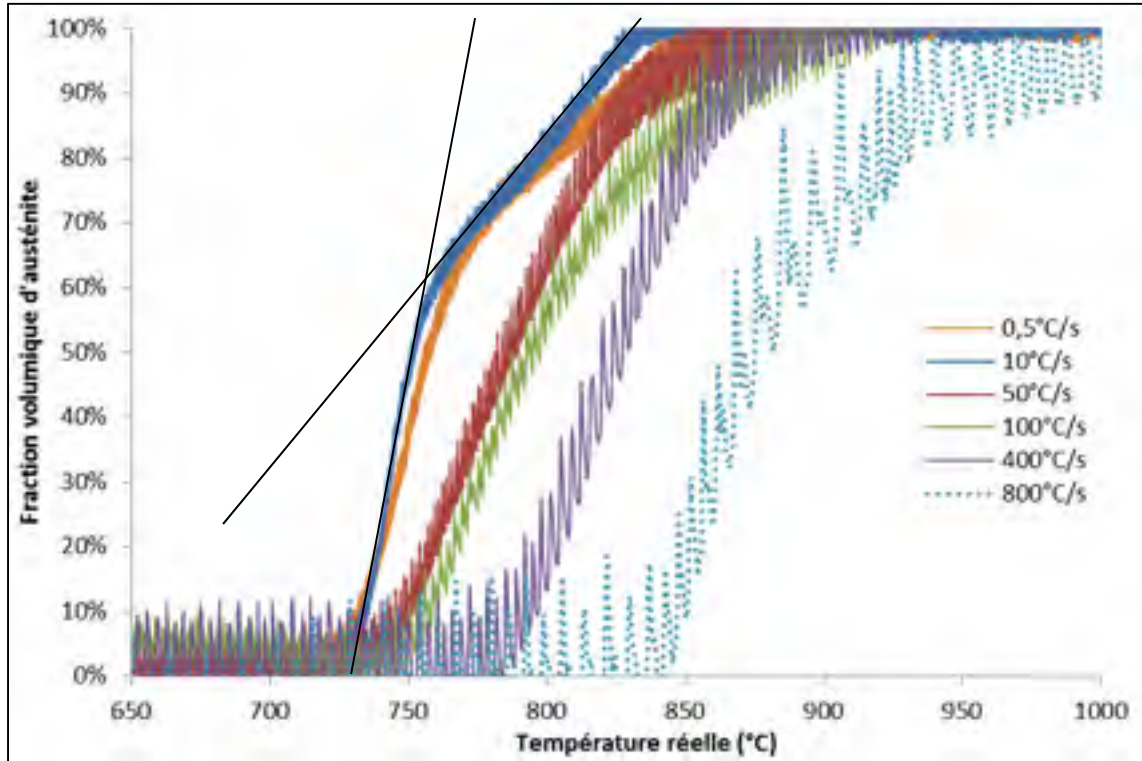


Figure 3.6 Fraction volumique d'austénite en fonction de la température et de la vitesse de chauffe (22 HRC)

La Figure 3.6 présente la fraction d'austénite formée pendant le chauffage en fonction de la température et de la vitesse de chauffe pour les échantillons ayant une dureté initiale de 22 HRC. Cette figure montre l'influence de la vitesse de chauffe sur la transformation austénitique. Pour les faibles vitesses de chauffe, les courbes sont à 0 % puis passé A_{c1} , il y a une augmentation rapide dans un premier temps puis plus lente pour atteindre 100 %. Le changement de pente intervient vers 70 % à 755 et 760 °C respectivement pour les vitesses de chauffes de 10 et 0,5 °C.s⁻¹. Ce changement de pente peut représenter la fin de la dissolution des précipités de cémentite, c'est la diffusion des éléments plus lourds qui limite la transformation austénitique. Pour les vitesses de chauffes plus élevées (à partir de 50 °C.s⁻¹), la fraction volumique formée décrit une courbe de type Avrami (Figure 1.7). Il n'y a plus

le changement de pente pendant la transformation, il n'y a plus de changement de facteur limitant pendant la transformation.

3.2.4.2 Échantillons 35 HRC

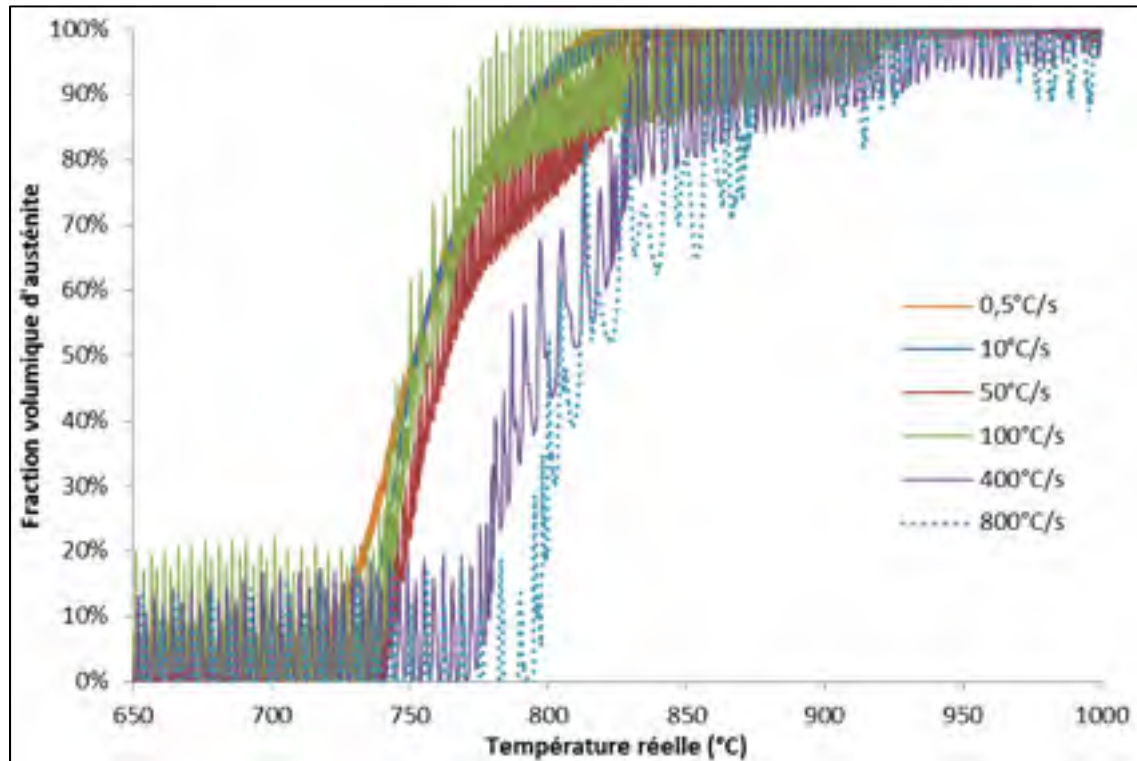


Figure 3.7 Fraction volumique de martensite en fonction de la température et de la vitesse de chauffe (35 HRC)

Sur la Figure 3.7 est représentée la fraction volumique d'austénite formée pour les échantillons ayant une dureté initiale de 35 HRC en fonction de la température et de la vitesse de chauffe. Il y a également un changement de pente vers 70 % à 775 °C pour la vitesse de chauffe de 50 °C.s⁻¹. Pour cette dureté, les vitesses de chauffe supérieure à 50 °C.s⁻¹ décrivent une courbe de type d'Avrami, pour des vitesses de chauffe plus faibles. Le changement de pente pour la vitesse de chauffe est moins perceptible pour 0,5 et 10 °C.s⁻¹ que sur la Figure 3.6.

3.2.4.3 Échantillons 45 HRC

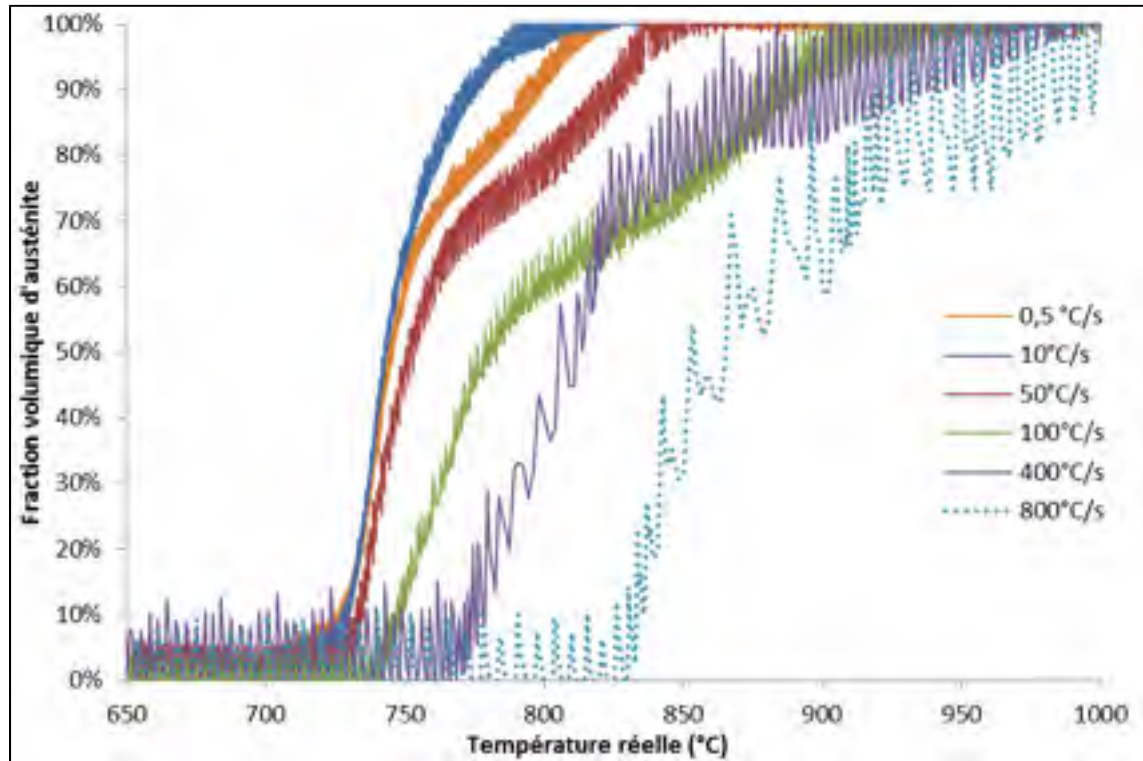


Figure 3.8 Fraction volumique d'austénite en fonction de la température et de la vitesse de chauffe (45 HRC)

La Figure 3.8 présente l'évolution de la fraction volumique d'austénite formée en fonction de la température et de la vitesse de chauffe pour les échantillons ayant une dureté initiale de 45 HRC. Les courbes ont un comportement similaire, une augmentation rapide puis un changement de pente entre 60 et 90 % pour les taux de chauffe inférieur à $400\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ pour atteindre 100% avec une pente plus faible. La courbe où la transformation se fait à la plus basse température (la plus à gauche) est celle représentant le taux de chauffe de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Le changement de pente semble intervenir à un pourcentage plus faible d'austénite formée. Une hypothèse est que comme la température est plus élevée, la cémentite se dissout plus vite lors de la phase de croissance de l'austénite et c'est la diffusion des autres éléments qui limite la transformation austénitique.

3.2.5 Influence de la dureté initiale sur la transformation austénitique

Dans cette partie, l'influence de la dureté initiale sur la transformation austénitique est étudiée.

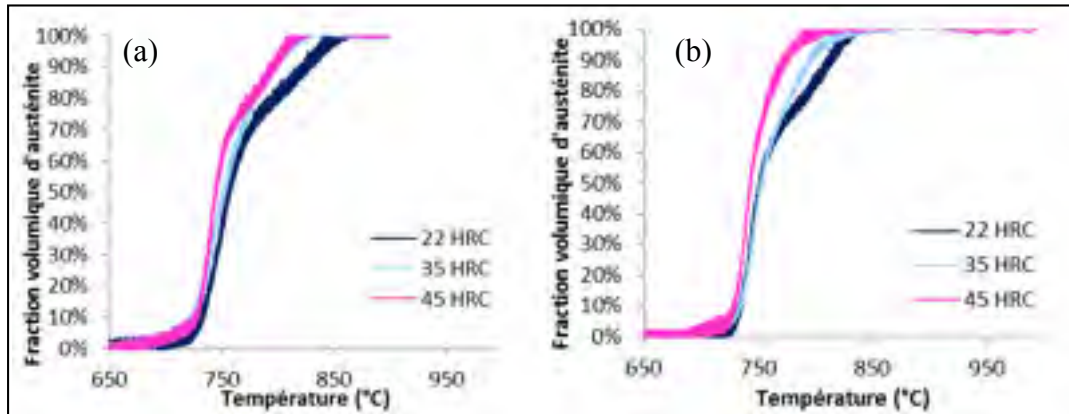


Figure 3.9 Fraction volumique d'austénite en fonction de la température et de la dureté pour des faibles vitesses de chauffe ((a) $0,5\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, (b) $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$)

La Figure 3.9 présente la fraction d'austénite formée lors de faibles vitesses de chauffe. L'évolution des courbes est similaire pour les trois duretés. Deux pentes sont observées, la première est plus élevée que la seconde, le changement de pente se fait à $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour les deux échantillons ayant une dureté initiale de 45HRC. Il se fait à $755\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour les deux autres duretés. La transformation se fait à plus basse température pour la dureté la plus élevée. On explique cela par la différence de microstructure initiale, plus la dureté initiale est élevée et plus les précipités sont petits donc plus ils vont se dissoudre vite et permettre la diffusion des éléments pour former la phase austénitique.

La Figure 3.10 présente les résultats de la fraction volumique d'austénite en fonction de la température pour deux vitesses de chauffe distincte et les trois différentes duretés. La courbe représentant la dureté la plus faible (22 HRC) n'a pas le changement de pente à la même fraction d'austénite transformée que sur la Figure 3.9. Pour la dureté la plus élevée (45 HRC) il se produit toujours à la même fraction d'austénite transformée (760 et $770\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour les vitesses de chauffe de 50 et $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$). Il est présent pour l'échantillon ayant une dureté

initiale de 35 HRC pour la vitesse de chauffe de $50\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ mais pas pour $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$. Pour $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, les résultats ne sont pas cohérents, la transformation se fait plus tôt dans l'échantillon ayant une dureté de 35 HRC que pour celui de 45 HRC.

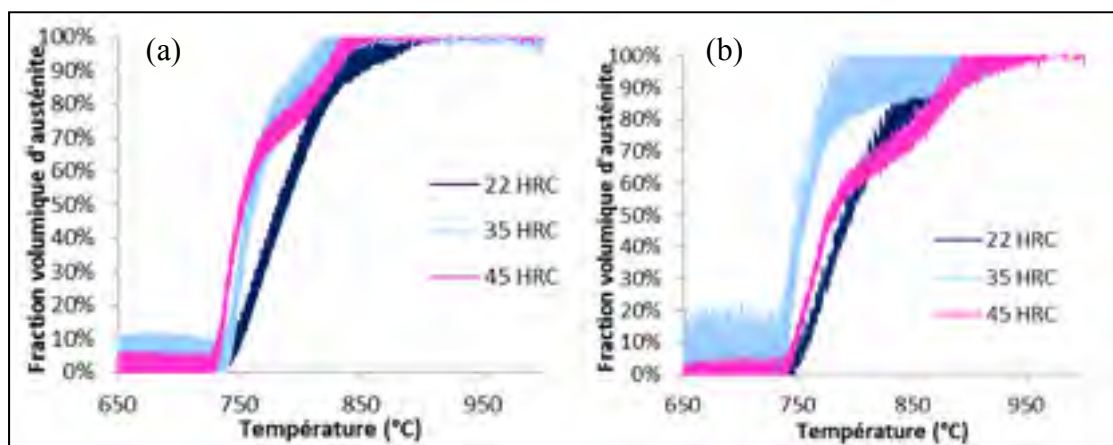


Figure 3.10 Fraction volumique d'austénite en fonction de la température et de la dureté pour des vitesses de chauffe intermédiaire ((a) $50\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, (b) $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$)

La Figure 3.11 présente la fraction volumique d'austénite pour les vitesses de chauffe élevées. Pour ces vitesses de chauffe, il n'y a plus de changement de pente, les courbes décrivent une transformation de type Avrami.

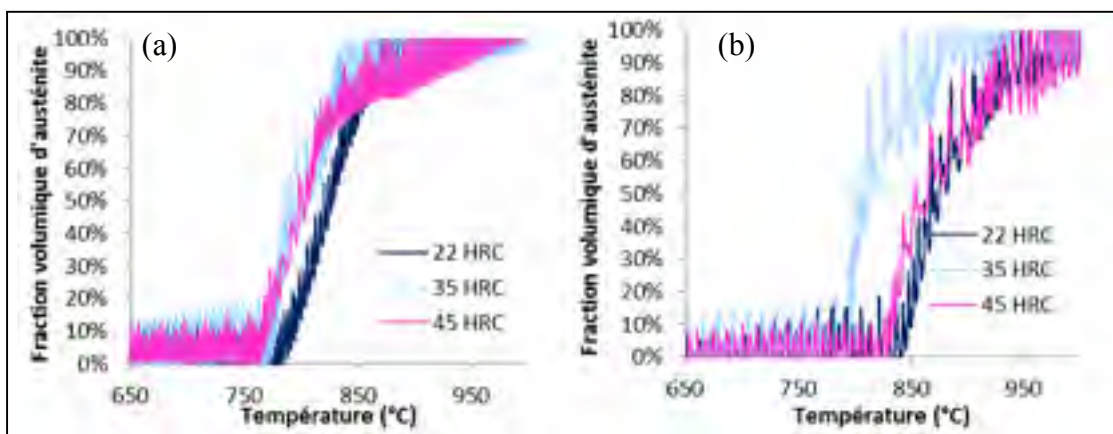


Figure 3.11 Fraction volumique d'austénite en fonction de la température et de la dureté pour des grandes vitesses de chauffe ((a) $400\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$, (b) $800\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$)

La transformation austénitique dépend de la température et de la microstructure de l'acier. Plus la dureté est faible et plus les précipités de cémentite sont petits. Ils mettront moins de temps à se dissoudre que les gros précipités présent dans un acier moins dur, c'est pourquoi la transformation se fait plus vite dans les aciers plus durs. Le changement de vitesses de transformation est expliqué par un changement de facteur limitant la réaction. D'abord, c'est la dissolution des précipités de cémentite qui limite la transformation austénitique, s'ils sont tous dissous, c'est la redistribution des autres éléments d'alliage tels que le chrome, le nickel, le molybdène ou le manganèse qui limite la formation de l'austénite, leurs vitesse de diffusion est beaucoup plus faible.

3.2.6 Dédution de M_s en fonction des différentes courbes de dilatation

Les températures de début et de fin de transformation martensitique sont présentées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 3.4 Résultat de M_s et M_f (en °C) suivant la vitesse de chauffe, la dureté initiale et l'unité utilisée

Type d'unité	Dilatation		Polyvalente				Dureté initiale (HRC)
Vitesse de chauffe (°C.s ⁻¹)	0,5	10	50	100	400	800	
M_s (°C)	325	316	310	334	315	342	22
	316	312	315	354	317	320	35
	313	311	317	331	311	Ø	45
M_f (°C)	142	140	138	138	137	136	22
	145	148	138	135	138	135	35
	133	149	136	137	137	Ø	45

Dans le Tableau 3.4 les températures de début et de fin de transformation martensitique déterminées graphiquement à partir des courbes de dilatation sont données (Figure 2.15). Pour chaque valeur, la vitesse de chauffe ainsi que l'unité utilisée sont précisées et les cases grises indique que l'échantillon a été trempé (vitesse de trempe de 350 °C.s⁻¹). Si non, il a été

refroidi à $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$. La température de début de transformation martensitique varie entre 310 et $354\text{ }^{\circ}\text{C}$. La température de fin de transformation martensitique varie suivant les tests entre 135 et $149\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le retard des thermocouples est pris en compte dans les résultats présentés lorsque l'échantillon est trempé. Il est respectivement de 12 et $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour M_s et M_f , la vitesse de refroidissement est de $100\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ avant M_s et de $40\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ avant M_f . Le retard des thermocouples est calculé avec le temps de réponse trouvé (environ 25 ms, 2.2.2.5). Les cases vides correspondent à l'essai où le thermocouple s'est dessoudé à $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Tableau 2.3).

M_s n'est pas influencée par la vitesse de refroidissement. Seulement elle varie de plus de $40\text{ }^{\circ}\text{C}$. Elle dépend de l'état de contrainte dans lequel se trouve l'échantillon (l'effet TRIP, 1.1.5). L'unité polyvalente n'est pas aussi libre que l'unité de dilatation. L'unité polyvalente compense la dilatation de l'éprouvette en déplaçant les mors alors que l'unité de dilatation est en liaison glissière selon l'axe longitudinal de l'éprouvette. En prenant en compte cette donnée, la température de début de transformation martensitique est comprise entre 311 et $325\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pour M_f , les variations sont beaucoup plus faibles ($15\text{ }^{\circ}\text{C}$). M_f est indépendante de la vitesse de refroidissement.

3.3 Résultats des essais anisothermes avec déplacement imposé

Dans cette partie, les propriétés mécaniques de traction à chaud de l'acier sont étudiées (limite d'écoulement de l'austénite). Pour cela les tests de traction pendant un cycle thermique sont effectués. Pour tous les tests de cette partie, le cycle thermique reste le même, une chauffe à $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ jusqu'à atteindre $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, un maintien de 90 secondes est appliqué à cette température puis un refroidissement libre.

3.3.1 Données obtenues pendant la chauffe

Pour caractériser la limite d'écoulement de l'austénite en fonction de la température, l'équation (2.6) est utilisée. Les différents coefficients vont être calculés dans cette partie.

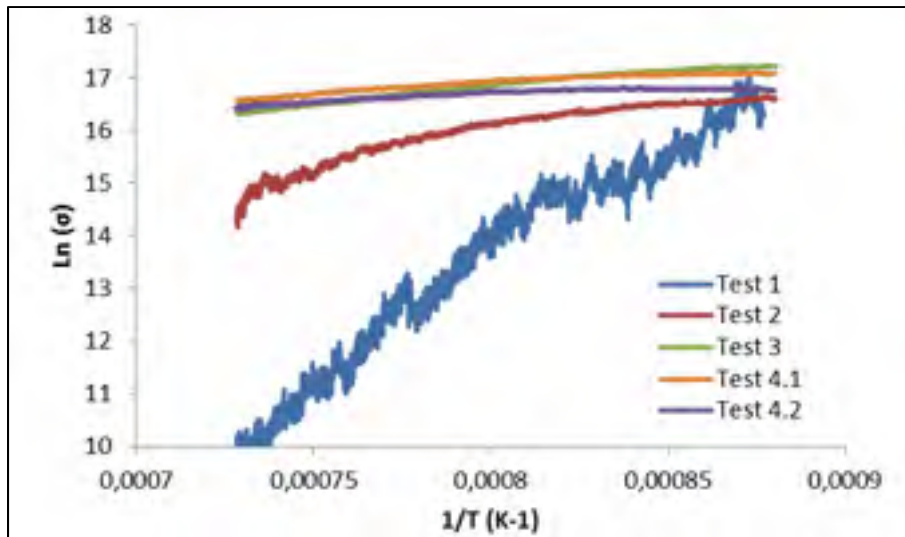


Figure 3.12 Courbe du logarithme des contraintes (Pa) en fonction de l'inverse de la température en Kelvin

La Figure 3.12 présente le logarithme des contraintes en fonction de l'inverse de la température en Kelvin. Les tests 3, 4.1 et 4.2 ont des comportements similaires. Les courbes représentant les tests 1 et 2 n'ont pas le même comportement. En effet pendant ces tests, la vitesse de déplacement imposée entre 700 et 1100 °C ($0,0026 \text{ mm.s}^{-1}$) n'est pas suffisante pour compenser la dilatation thermique et la contrainte obtenue ne correspond pas à la limite d'écoulement. La différence entre les tests 1 et 2 est la conséquence du déplacement imposé différent entre 20 et 700 °C (respectivement $0,0026$ et $0,004 \text{ mm.s}^{-1}$).

Tableau 3.5 Valeurs des coefficients A et Q déterminées au chauffage

Test N°	Q (kJ.mol^{-1})	A (MPa)
3	53	0,11
4.1	41	0,5
4.2	24	0,74

Le Tableau 3.5 donne les valeurs de A et de Q qui représentent respectivement le facteur de fréquence et l'énergie d'activation. L'énergie d'activation varie du simple au double par rapport aux différents tests entre 24 et 53 kJ.mol^{-1} . Les énergies d'activations trouvées

correspondent au niveau de l'ordre de grandeur recherché (Aranas Jr et Jonas, 2015), le fait de faire varier la limite d'écoulement avec une loi de type Arrhenius pour la température semble fonctionner. Le coefficient A est compris entre 0,11 et 0,74 au chauffage. Il est de l'ordre de grandeur du MégaPascal.

3.3.2 Données obtenues pendant le maintien

Dans cette partie, la limite d'écoulement de l'austénite est obtenue. Elle est de 16 MPa (2.2.3.2). De plus comme on peut l'observer sur la Figure 2.27, l'écrouissage ne fait pas varier de plus de deux MPa la limite d'écoulement, il est négligé dans le calcul de la limite d'écoulement de l'austénite.

3.3.3 Données obtenues pendant le refroidissement

Lors du refroidissement, il est possible de déterminer la limite d'écoulement de l'austénite ainsi que l'effet de l'écrouissage sur M_s et M_f .

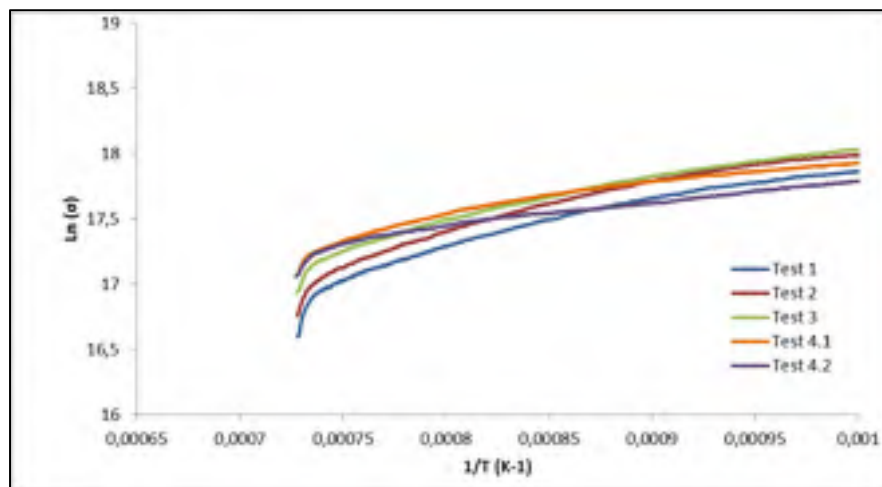


Figure 3.13 Courbe du logarithme des contraintes (Pa) en fonction de l'inverse de la température en Kelvin pour les tests 1 et 2

La Figure 3.13 représente le logarithme des contraintes en fonction de l'inverse de la température pour les cinq tests pendant le refroidissement. Les courbes sont linéaires au

refroidissement, excepté au début du refroidissement. Les mesures de la température est probablement fausse. Les coefficients de l'énergie d'activation et du facteur de fréquence sont calculés et présenté dans le Tableau 3.6.

Tableau 3.6 Énergie d'activation au refroidissement pour les cinq tests

Test N°	$Q_{\text{refroidissement}} \text{ (kJ.mol}^{-1}\text{)}$	A (MPa)
1	41	0,63
2	46	0,45
3	38	0,99
4.1	35	1,44
4.2	21	5,02

L'énergie d'activation est comprise entre 21 et 46 kJ.mol^{-1} . Les valeurs sont aussi proches de celles obtenues pendant la chauffe pour les tests 3, 4.1 et 4.2. Le facteur de fréquence A est compris entre 0,63 et 5,02, il est plus élevé que celui obtenu lors du chauffage. Cette différence peut être la conséquence de la déformation effectuée pendant le maintien. Il reste d'un ordre de grandeur acceptable. Pour avoir l'influence de la vitesse de déformation, il faudrait refaire cette série de test avec une modification de la vitesse de déformation pendant le maintien d'un ordre de grandeur de 10 pour voir cet effet.

L'effet de l'écrouissage sur l'évolution de M_s par rapport aux essais de dilatation est présenté dans ce paragraphe.

Tableau 3.7 Résultat de M_s et M_f pour les différents tests de traction (refroidissement libre)

Test n°	M_s (°C)	M_f (°C)	ϵ domaine plastique pour M_s (%)	σ (MPa) pour M_s
1	351	118	0,24	86
2	357	121	0,24	92
3	359	111	0,29	98
4.1	345	151	0,29	83
4.2	325	143	0,29	76

Le Tableau 3.7 présente les résultats de la température de début et de fin de transformation martensitique. La température de début de transformation martensitique se situe entre 325 et 360 °C, la température de fin de transformation martensitique est entre 111 et 151 °C. Pour les essais de dilatation M_s et M_f se situent respectivement entre 310 et 354 et entre 135 et 149 °C. La valeur de ϵ correspond à la déformation de l'échantillon à partir du domaine plastique pendant le maintien. Elle est très proche pour tous les tests car le domaine plastique est atteint rapidement pour les cinq tests pendant le maintien et que la vitesse de déplacement des mors imposée est la même pour tous les tests.

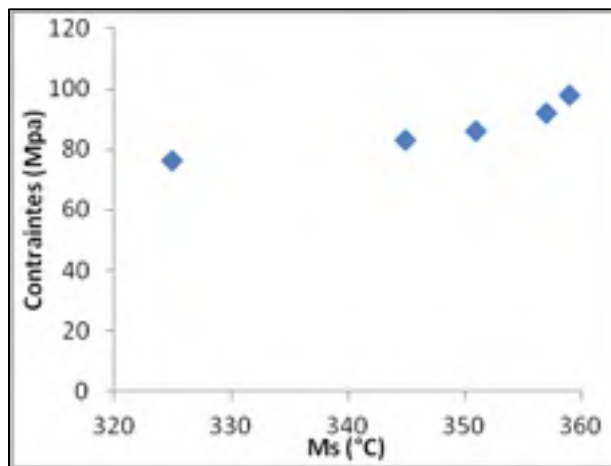


Figure 3.14 M_s en fonction des contraintes pour les tests de traction

La Figure 3.14 présente la température de début de transformation martensitique (M_s) en fonction de la contrainte appliquée sur les mors. Plus les contraintes en tension sont élevées et plus M_s est élevée d'après la Figure 3.14. Ces résultats montrent une tendance au niveau de l'effet des contraintes sur la température de début transformation martensitique. Refaire des tests de compression pourrait permettre de voir la différence entre les effets d'une traction et les effets d'une compression sur M_s pour un même niveau de chargement (ANNEXE VI).

En reprenant la température du début de transformation martensitique en fonction de la contrainte pour les cinq tests de traction. La valeur du paramètre A de l'équation (1.13) peut-être déduite, le deuxième terme est nul vu que c'est un essai uniaxial. On trouve une valeur moyenne pour le paramètre A de $0,36 \text{ } ^\circ\text{C.MPa}^{-1}$, elle est comprise entre 0,13 et 0,45 suivant les tests. Comme la contrainte est calculée par la force exercée par le piston et que le diamètre central n'est pas connu pendant le test, les valeurs obtenues sont peu précises. De plus avoir les paramètres A et B serait plus simple avec des tests où une charge est appliquée à l'éprouvette pendant le refroidissement et non un déplacement des mors.

Avec les données de dilatations obtenues, il est possible de déterminer les paramètres a et b dépendant du matériau de l'équation (1.13). À l'aide des températures de changement de phase dépendant de la vitesse de chauffe et de la dureté initiale de l'acier, les conditions des essais de dilatation peuvent être simulés. On pourrait alors comparer les courbes de fraction d'austénite formée en fonction de la température avec les résultats du modèle de prédiction pour le valider. Ce type de modèle permettrait, lors des simulations de procédés de type chauffage par induction ou soudage, d'avoir la formation d'austénite et donc les changements de volume au niveau local de manière précise suivant les températures atteintes.

Dans cette partie, les résultats des essais de dilatation et de traction ont été présentés. La fraction volumique d'austénite en fonction de la vitesse de chauffe et de la température a été présentée ainsi que l'évolution de la limite d'écoulement de l'austénite en fonction de la température et de la déformation de l'éprouvette. Dans la section suivante, la simulation numérique réalisée dans ce projet est présentée.

CHAPITRE 4

SIMULATION NUMÉRIQUE À L'AIDE DU LOGICIEL COMSOL

Le but de cette simulation numérique est de mieux comprendre les effets de la dilatation centrale lors du maintien pour des tests de dilatation. En effet, lors du maintien à 1100 °C, une expansion du centre de l'éprouvette est mesurée pour certains essais (Figure 2.16). Elle ne devrait pas avoir lieu car la température est constante. Le but de la procédure est d'évaluer les causes possibles expliquant cette dilatation. Dans un premier temps, les différents paramètres de la simulation sont présentés, ensuite le contrôle de la chauffe est expliqué puis les résultats obtenus sont montrés.

4.1 Mise en place de la simulation

Le but de cette simulation est d'avoir une idée de ce qu'il se passe au cœur de l'éprouvette pendant le chauffage dans le Gleeble. Le logiciel COMSOL est utilisé. C'est un logiciel de calcul qui permet de mettre en relation plusieurs phénomènes physiques. Il utilise trois physiques différentes :

- La mécanique du solide;
- Les transferts thermiques;
- Les courants électriques.

4.1.1 Géométries

Dans un premier temps, une géométrie complète (Figure 4.1) est utilisée pour les essais de dilatation. Cette géométrie sera par la suite réduite via deux plans de symétrie.

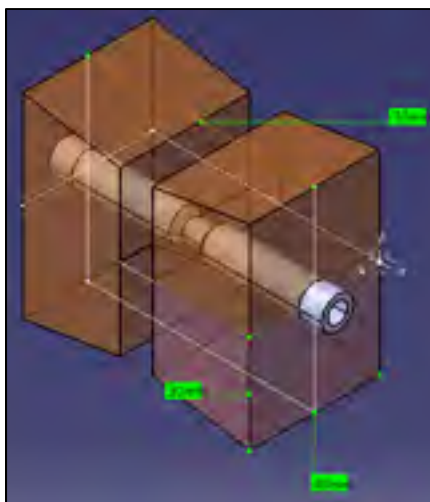


Figure 4.3 Schéma des plans de symétrie du montage en vue isométrique

Les plans de symétrie sont ici représentés en blanc sur la Figure 4.3. Pour simplifier le maillage, la géométrie des mors est simplifiée, le plan incliné des mors est supprimé.

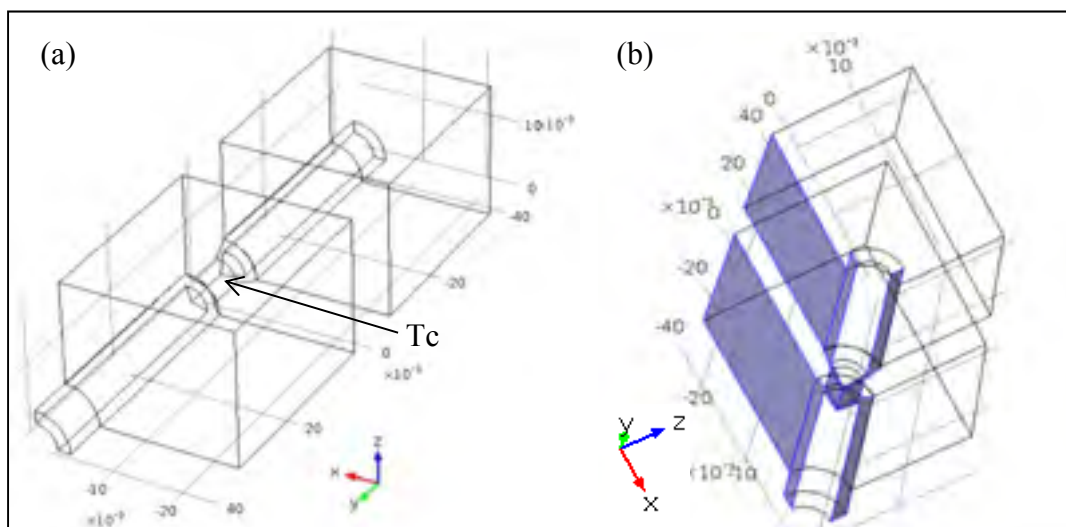


Figure 4.4 (a) Rendu en fil de fer de la géométrie simplifiée pour l'éprouvette de dilatation, (b) frontières coïncidentes avec les surfaces de symétrie pour l'éprouvette de dilatation

Sur la Figure 4.4 (a) est représenté la géométrie simplifiée avec un rendu en fil de fer, la lecture de la température pendant la simulation se fait sur le point « Tc », ce point simule l'emplacement du thermocouple pendant les essais. Les frontières correspondant aux plans de symétries sont représentées sur la Figure 4.4 (b). Des conditions d'isolation parfaites y sont appliquées pour les physiques thermique et électrique et des appuis plans pour la mécanique afin de correspondre aux conditions de symétries.

4.1.2 Hypothèses et conditions aux limites

La surface de contact des mors en cuivre avec le système Gleeble est refroidie à l'eau donc une température constante sur la surface de contact des mors avec la machine est appliquée (Figure 4.5). Les essais se font sous vide avancé, donc il y a très peu de convection. L'hypothèse est faite qu'il n'y a pas de convection pour l'ensemble des pièces.

4.1.2.1 Conditions thermiques

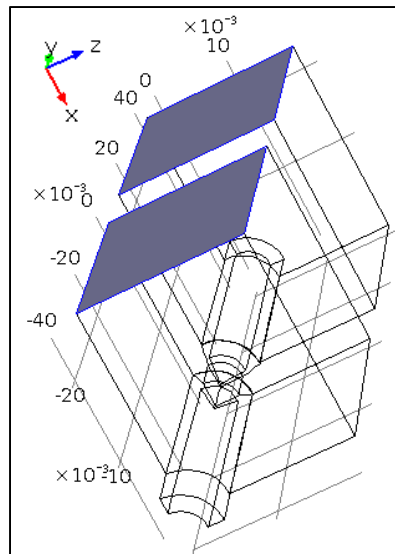


Figure 4.5 Frontière où la température ambiante est imposée

Par contre, la chambre du Gleeble étant à température ambiante, il y a du rayonnement thermique. Donc toutes les surfaces « extérieures », un rayonnement de surface à l'ambiante est appliqué avec une émissivité de 0,7, valeur standard utilisée pour un corps gris (Figure 4.6).

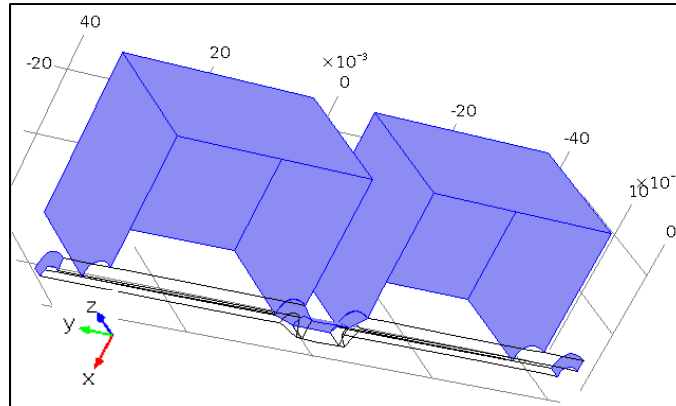


Figure 4.6 Frontière où le rayonnement s'applique

4.1.2.2 Conditions électriques

Pour la modélisation du champ électrique, il est choisi d'appliquer un courant sinusoïdal sur une face des mors et de relier l'autre à la terre, comme illustré sur la Figure 4.7. Cette configuration permet d'assurer que le courant passe à travers l'éprouvette. Le choix effectué n'est pas représentatif du schéma électrique réel du Gleeble (ANNEXE II) mais il est un bon compromis entre simplicité et réalité. Voici la formule de courant utilisée :

$$I(t) = I_0 \cdot \sin(\omega t) \quad (4.1)$$

Avec :

- I_0 : le module de l'intensité donné comme paramètre;
- ω : la fréquence (ici 60 Hz);
- t : le temps.

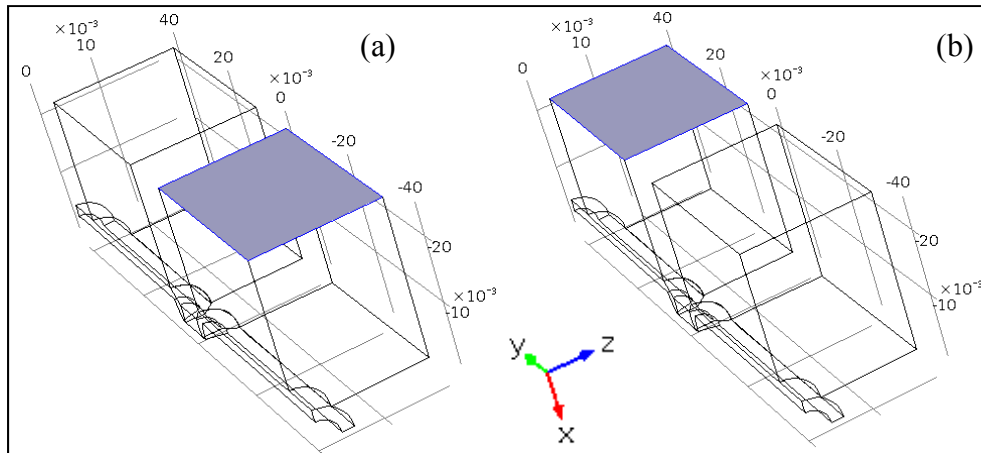


Figure 4.7 (a) Surfaces où le courant et (b) la masse sont appliquées

4.1.2.3 Conditions mécaniques

Pour simuler l'effet de l'unité polyvalente du Gleeble, les mors ne doivent pas comprimer l'échantillon au cours de l'essai. Cependant, l'unité a une sensibilité de 223 N (2.1.1.2). Cette sensibilité doit être reproduite dans la simulation. Pour ce faire, la charge appliquée par l'éprouvette est calculée toutes les périodes de temps, et si elle dépasse 223 N, un déplacement est imposé sur un des mors pour simuler l'écartement engendré par la dilatation thermique. Par soucis de simplicité, seul un des deux mors est mobile, l'autre est encastré.

4.1.3 Propriétés des matériaux

Dans COMSOL, il existe une bibliothèque de matériaux contenant les propriétés de l'acier 4340 et du cuivre. Ces matériaux sont utilisés tels quels dans la simulation. Par contre, pour le maintien à haute température de l'acier, on modifie les propriétés du 4340 de telle sorte qu'à 1100 °C, les propriétés soient celles données par (Moreau et al., 2008). Les propriétés sont résumées dans le Tableau 4.1.

Tableau 4.1 Propriétés des matériaux utilisés dans le modèle numérique

Propriétés	Unité	Cuivre	4340	4340 - à 1100 °C
Conductivité électrique	S.m ⁻¹	5,998.10 ⁷	4,032.10 ⁶	4,032.10 ⁶
Coefficient de dilatation thermique	K ⁻¹	17.10 ⁻⁶	12,3.10 ⁻⁶	12,3.10 ⁻⁶
Capacité calorifique	J.(kg.K) ⁻¹	385	475	475
Permittivité relative	1	1	1	1
Masse volumique	Kg.m ⁻³	8700	7850	7850
Conductivité thermique	W.(m.K) ⁻¹	400	44,5	44,5
Module d'Young	GPa	110	205	140
Coefficient de poisson	1	0,35	0,28	0,33

Le matériau « 4340 à 1100 °C » est appliquée sur la partie centrale de l'échantillon pendant le maintien à 1100 °C qui dure 90 secondes. Cette partie centrale correspond à la zone chaude des éprouvettes délimitée par les traces d'oxydations observées après les tests comme le montre la Figure 4.8.

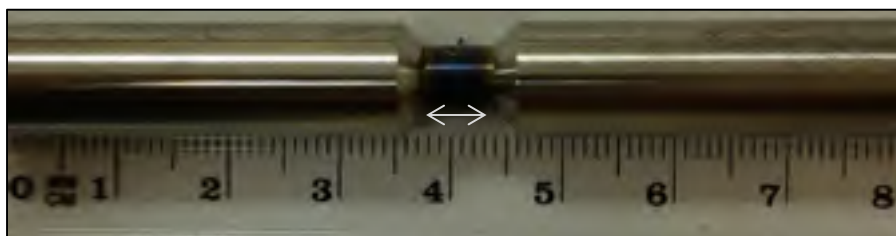


Figure 4.8 Zone chaude pendant le maintien délimité par les traces d'oxydations après test pour l'éprouvette de dilatation

4.1.4 Étude de convergence et choix du maillage

Afin de trouver le maillage le plus adapté à l'étude, une étude de convergence est réalisée avec différents raffinements sur l'éprouvette et les mors. Les données des différents maillages sont présentées dans le Tableau 4.2.

Tableau 4.2 Données de l'étude de convergence

Maillage	1	2	3	4	5	6
Taille mors	Grossier	Grossier	Grossier	Encore plus grossier	Extrêmement grossier	Fin
Taille Eprouvette	Normal	Normal				
Distribution	25					
Nombre d'éléments	4228	2472	1608	1146	609	10348
Degrés de liberté	39876	24976	16756	10566	7101	42006

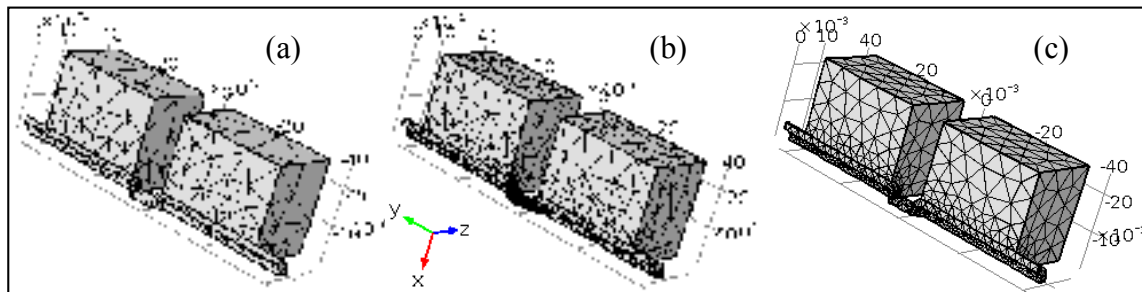


Figure 4.9 (a) Maillages 5, (b) 1 et (c) 6 utilisés pour l'étude de convergence

La Figure 4.9 présente trois des maillages utilisés pour l'étude de convergence, du plus grossier (a) au plus fin (c).

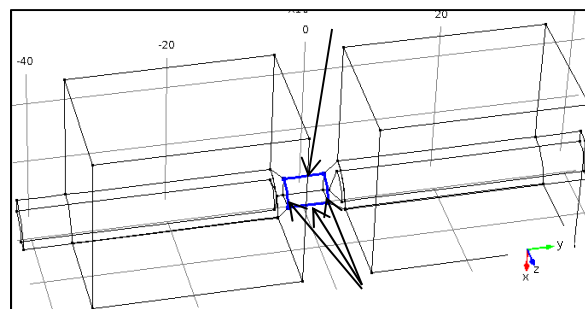


Figure 4.10 Distribution imposée sur le maillage 1

La Figure 4.10 présente les quatre arêtes où une distribution de 25 éléments est imposée pour le maillage afin d'affiner cette zone pendant le calcul.

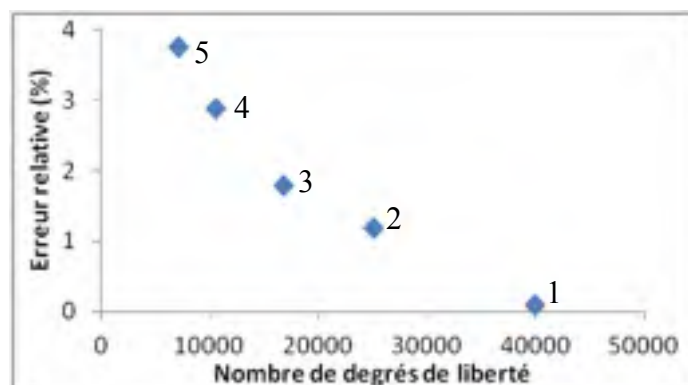


Figure 4.11 Erreur relative en fonction du nombre de degrés de liberté

La Figure 4.11 présente l'erreur relative obtenue en fonction du déplacement maximum trouvé lors de la simulation d'une chauffe allant de 20 à 400 °C pour les maillages 1 à 5, par rapport au maillage 6. L'erreur décroît avec le raffinement du maillage. Il est décidé d'utiliser le maillage 1 pour la suite de l'étude. Ce maillage a une erreur relative très faible (0,1 %) et le temps de calcul est moins long que pour le maillage 6.

4.2 Simulation de la chauffe pour les essais de dilatation

Pour simuler la chauffe de l'échantillon de la même façon que pour les essais de dilatation réalisés, il faut pouvoir contrôler le courant électrique transitant dans l'échantillon afin d'obtenir un taux chauffe constant. Pour cela, une première valeur du courant est choisie arbitrairement, le calcul est réalisé sur une période de temps donnés. Lorsque le calcul est fini, la vitesse de chauffe est calculée puis comparée à la vitesse de chauffe cible. Si la différence est trop grande (supérieur à 1 %), le courant est modifié suivant l'Algorithme 4.1 et l'étape est refaite avec la nouvelle valeur du courant imposé. Sinon, on passe à l'étape suivante en gardant cette valeur de courant. Ce mode de chauffe est réalisé jusqu'à avoir atteint 1100 °C au niveau du thermocouple.

Si $(V_c/V_{c_cible} < 0,99)$ ou $(1,01 < V_c/V_{c_cible})$	alors
$I_0 = I_0 * (((1 - V_c/V_{c_cible})/2) + 1)$	
Sinon	
$I_0 = I_0 * (1/(V_c/V_{c_cible}))$	
Fin du Si	

Algorithme 4.1 Modification du courant en fonction de la vitesse de chauffe

Cet algorithme permet de faire converger la valeur du courant assez rapidement, 7 itérations maximum sont nécessaires pour obtenir la bonne valeur.

La Figure 4.12 présente les différents courants imposés en fonction du temps pour obtenir le taux de chauffe voulu. Plus la température est élevée et plus il y a des pertes thermiques que le courant doit compenser. Il est important de préciser que le changement de phase n'est ici pas pris en compte dans le calcul numérique (Figure 2.18). En comparant avec les valeurs du PowAngle on remarque que la valeur de l'intensité augmente progressivement comme la valeur du PowAngle pour les tests de dilatation de 50 et 100 °C.s⁻¹. Pour les tests expérimentaux ayant une vitesse de chauffe plus importante, la puissance envoyée dans l'échantillon est tellement importante que les pertes thermique pendant la chauffe sont presque négligeable.

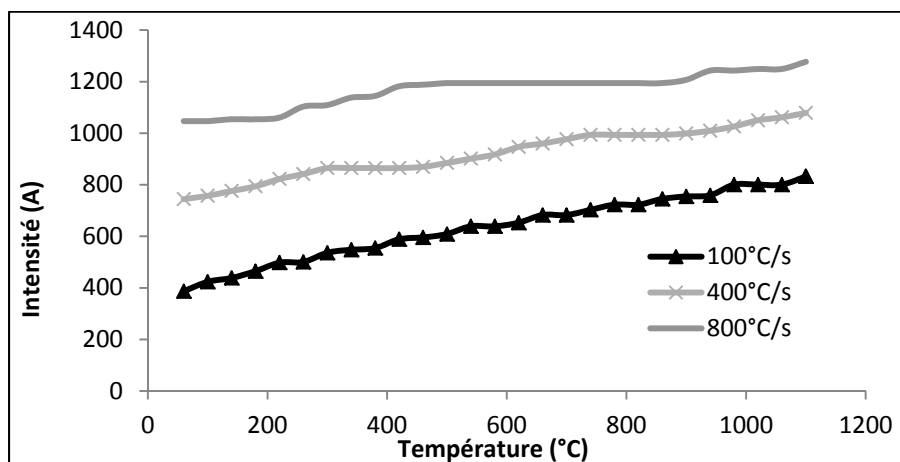


Figure 4.12 Courbe de courant imposé pendant la simulation en fonction de la température

4.3 Le maintien à haute température

Une fois que la chauffe de l'essai est effectuée, le maintien peut être lancé. Lors de cette phase, le centre de l'éprouvette est maintenu à 1100 °C et la chaleur va se diffuser dans le système. Les propriétés matériaux à 1100 °C sont utilisées dans cette partie. Le but de cette partie est d'obtenir les contraintes au cœur de l'échantillon pendant le maintien.

4.3.1 Résultats pour un maintien après une chauffe à 400 °C.s^{-1} pour une éprouvette de dilatation

4.3.1.1 Température

La Figure 4.13 présente l'évolution de la température dans l'éprouvette pendant le maintien, l'état stationnaire est atteint après 15 secondes de maintien. Dans cet état le profil thermique du système n'évolue plus.

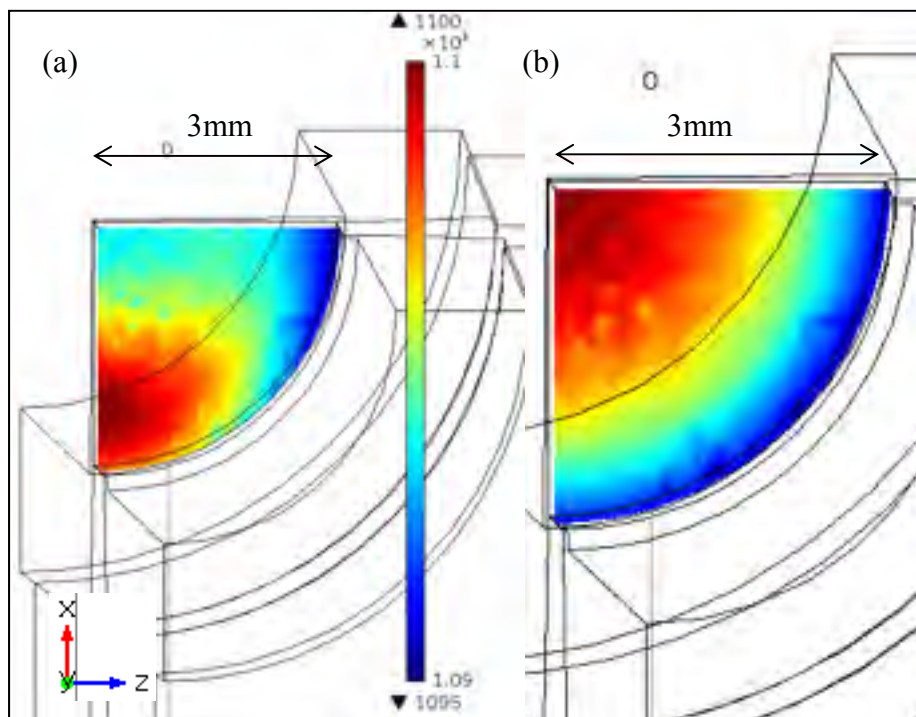


Figure 4.13 (a) Température (°C) au niveau du diamètre central pour la fin de la chauffe et (b) 5 secondes de maintien

En prenant la coupe de l'échantillon au niveau du diamètre central, une différence de température entre le cœur de l'éprouvette et le rayon extérieur est observée après 5 secondes de maintien. Cette répartition de température est la même pendant tout le maintien. Cette différence de température vient des pertes thermiques par rayonnement.

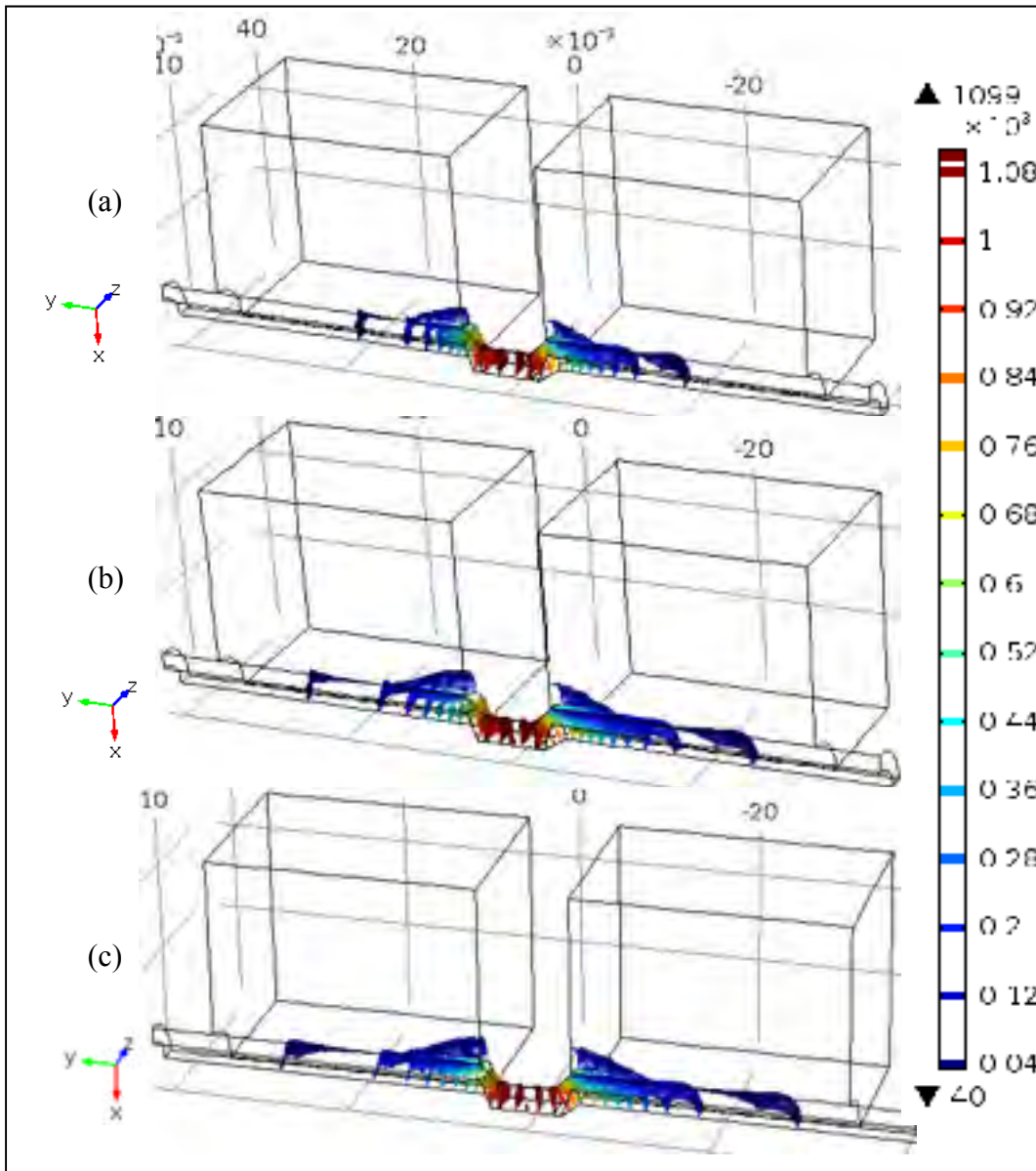


Figure 4.14 Évolution des courbes isosurfaces en fonction du temps de maintien pour (a) 0 seconde, (b) 15 secondes et (c) 90 secondes de maintien (en °C)

La Figure 4.14 présente l'évolution des surfaces délimitant une température. Pendant le maintien, la chaleur se diffuse peu à peu dans l'échantillon. L'état stationnaire est atteint vers 15 secondes de maintien. Pour la suite de l'étude, les contraintes vont être extraites ainsi que l'expansion de l'éprouvette pour voir les effets du maintien.

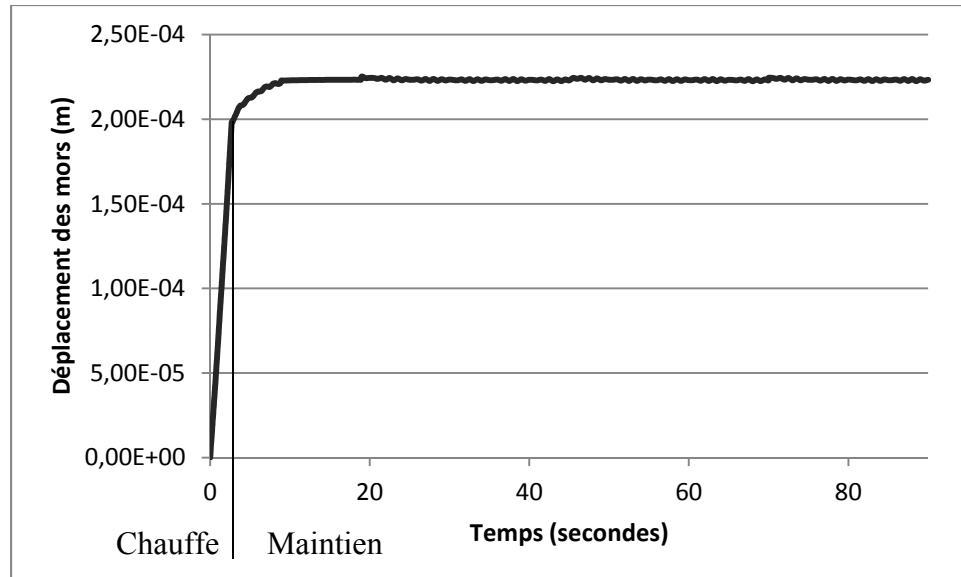


Figure 4.15 Déplacement des mors en fonction du temps

La Figure 4.15 présente le déplacement des mors au cours du temps pendant la simulation de la chauffe et du maintien. L'état stationnaire est atteint au bout de 10,2 secondes. La première partie de la courbe correspond à la chauffe qui a lieu pendant 2,7 secondes. Après l'augmentation rapide du déplacement, la valeur se stabilise au bout de 15 secondes à $2,2 \cdot 10^{-4}$ m et n'évolue plus pendant le maintien.

4.3.1.2 Les contraintes

En prenant l'évolution des contraintes de Von Mises sur le diamètre central de l'éprouvette, le critère de plasticité est étudié et l'évolution des contraintes donne une information sur la tendance des déformations que subit l'éprouvette.

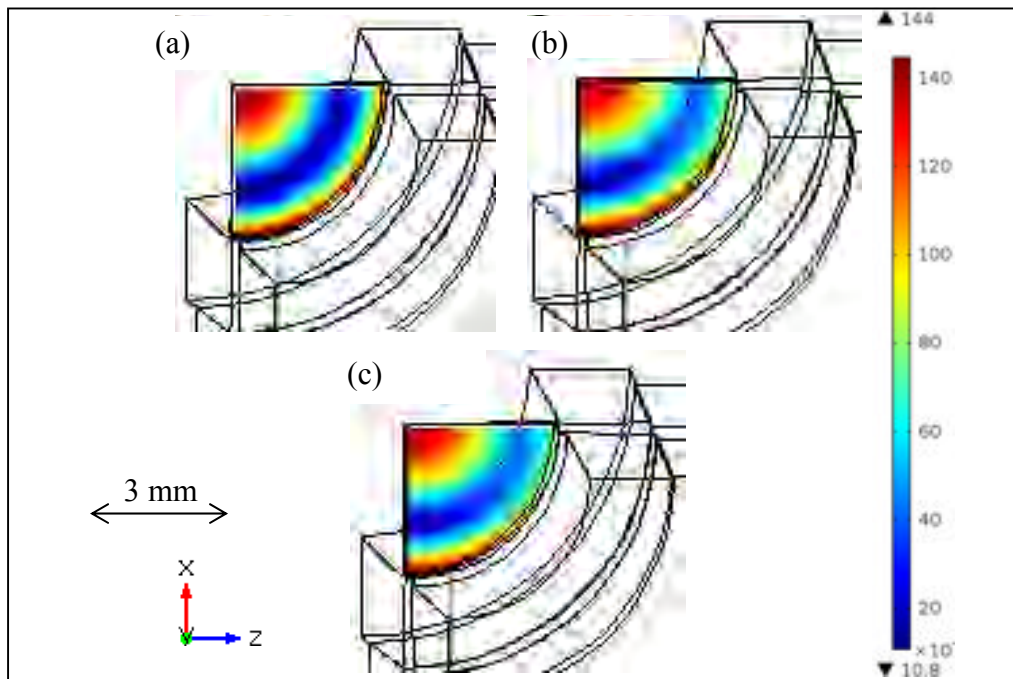


Figure 4.16 Critère de plasticité de Von Mises (MPa) pour les temps de maintien de (a) 0 seconde, (b) 15 secondes et (c) 90 secondes

La Figure 4.16 présente l'évolution des contraintes de Von Mises sur le diamètre central au cours du temps. Ces contraintes sont très élevées. La limite d'élasticité à 1100 °C étant inférieure à 16 MPa, l'éprouvette est plastifiée sur tout le diamètre d'après le critère de plasticité de Von Mises. Une légère augmentation des contraintes intervient au cours du temps (maximum passe de 138 à 144 MPa).

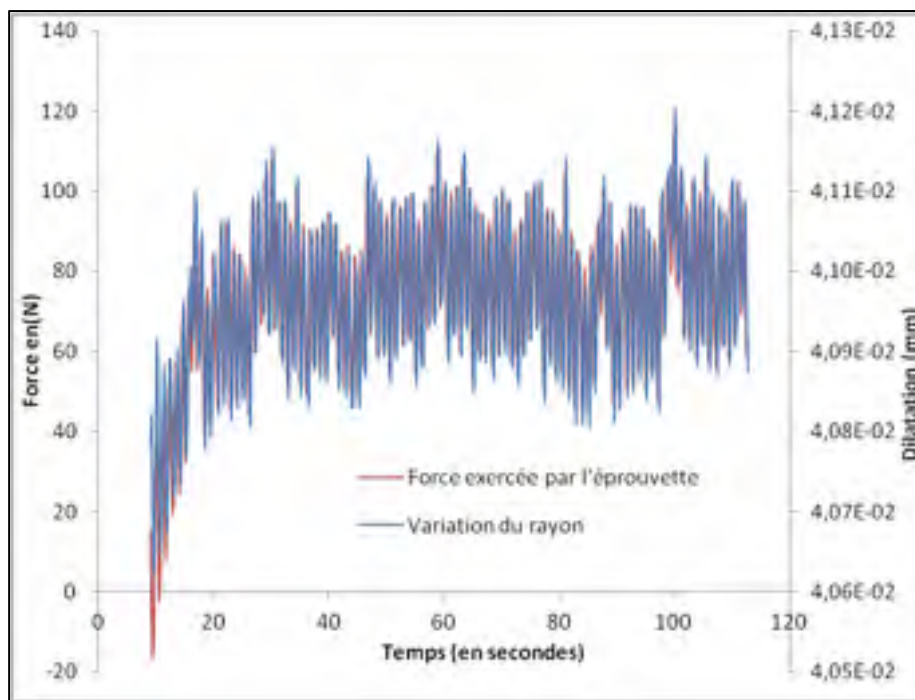


Figure 4.17 Force exercée par l'éprouvette et dilatation du rayon de l'éprouvette en fonction du temps pendant le maintien lors de la simulation

La Figure 4.17 présente la force exercée par l'éprouvette sur le mors. Aucune donnée n'est enregistrée avant 10 secondes car la force dépassait 223 N, donc une itération a été faite afin de décaler les mors, la force exercée par l'éprouvette était alors nulle. A partir de ce moment, le rayon de l'éprouvette augmente jusqu'à se stabiliser à une valeur limite. Cet état correspond à l'état stationnaire pendant le maintien. La dispersion obtenue est due à la variation de la température entre le début et la fin de chaque étape, elle varie de plus ou moins 3 °C. Ce résultat n'est pas en accord avec les données expérimentales pour lesquelles le rayon augmente pendant tout le maintien. Un modèle plastique pourrait permettre de mieux quantifier les effets du maintien sur le diamètre central de l'échantillon.

Dans cette simulation, les effets du maintien pour les tests de dilatation avec une vitesse de chauffe de 400 °C.s^{-1} ont été présentés. La température dans le diamètre central n'est pas constante, il y a une différence entre le cœur et la surface de l'éprouvette. Les contraintes

dans la partie centrale de l'éprouvette sont supérieures à la limite d'élasticité et le diamètre central augmente pendant le début du maintien lors de la simulation.

Une étude plus approfondie prenant en compte un modèle plastique est nécessaire pour avoir les effets de la plasticité ainsi que du changement de phase pendant le chauffage. Cette simulation permettrait de comparer et d'affiner les essais expérimentaux (temps de maintien, vitesse de chauffe, déplacement des mors) pour obtenir les données souhaitées en prenant en compte tous les phénomènes entrant en jeu.

CONCLUSION

Cette étude a été réalisée dans le but de développer des méthodes de caractérisation des propriétés thermomécaniques des aciers martensitiques pour ensuite alimenter des modèles d'éléments finis. Le 4340 a été utilisé pour tester ces méthodes et donner les axes d'améliorations possibles.

Deux méthodes ont été proposées : une première série de tests de dilatation a permis de donner les températures de changement de phases austénitique et martensitique ainsi que la fraction volumique d'austénite formée en fonction de la vitesse de chauffe et de la dureté initiale, ensuite, des tests de traction ont été réalisés afin de donner la limite d'écoulement de l'austénite à haute température et l'effet de l'écrouissage sur M_s . Les données obtenues ont été interprétées de façon à supprimer les erreurs provoquées par la rapidité des tests réalisés afin de mieux correspondre à la réalité. Une attention particulière a été portée à la lecture de la température. Une simulation numérique a permis de valider certains effets ainsi que donner des informations supplémentaires comme la répartition de la chaleur dans l'échantillon.

Il a été montré que la transformation austénitique est influencée par la dureté initiale ainsi que par la vitesse de chauffe mais ce n'est pas le cas pour la transformation martensitique. La limite d'écoulement de l'austénite à 1100 °C. Une caractérisation de la limite d'écoulement en fonction de la température a aussi été faite. Par contre, l'effet de l'écrouissage n'a pas été caractérisé de manière précise sur cette limite.

Les données expérimentales obtenues correspondent pour la plupart à ce qui est attendu, il reste cependant des zones grises où la méthode d'exploitation connaît des limites de par la complexité des phénomènes intervenant, mais aussi des limitations de la méthode d'acquisition des données. Les conditions expérimentales reproduisent des phénomènes extrêmes de chauffe qui sont difficilement mesurables. Cette méthode ne donne pas toutes les propriétés des matériaux, mais une bonne base de départ afin d'avoir des modèles d'éléments finis plus précis.

RECOMMANDATIONS

Pour améliorer la méthode de test, certaines améliorations peuvent être apportées :

- Refaire les tests de dilatation à $10\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ avec l'unité polyvalente pour comparer les résultats avec l'unité de dilatation.
- Optimiser la géométrie des échantillons de traction pour que la section utile soit délimitée par la géométrie et non par le gradient thermique. Cela permettra d'obtenir des données plus fiables pour les tests de traction.
- Faire les tests avec les laques pour valider la donnée de retard obtenue avec les courbes de dilatation.
- Créer une géométrie permettant de faire et de la traction et de la compression, avec un épaulement par exemple.
- Faire une deuxième série de tests permettant de valider les données obtenues.
- Développer la simulation numérique en prenant en compte le changement de phase précisément ainsi que les déformations plastiques lors des essais et de la régénération à haute température de l'austénite par diffusion.

ANNEXE I

GÉOMÉTRIE DES ÉPROUVETTES

- Les éprouvettes de dilatation

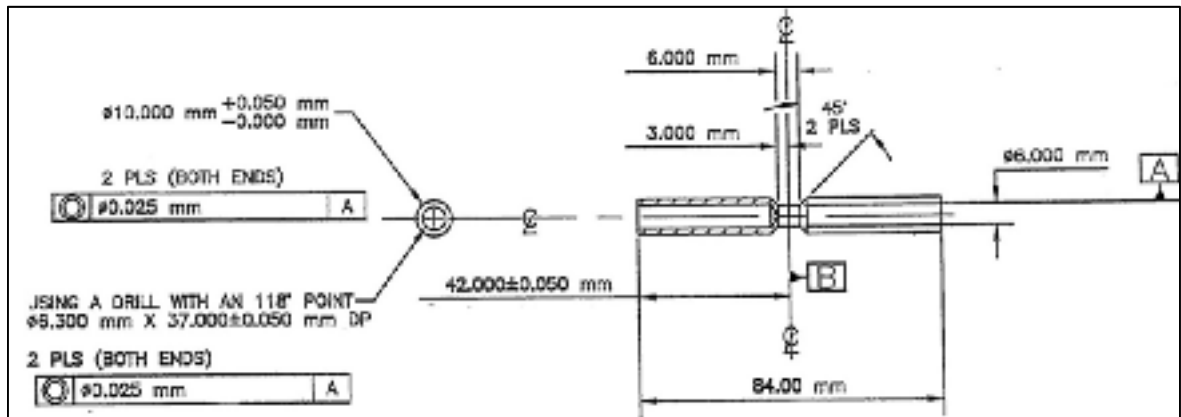


Figure-A I-1 Géométrie des éprouvettes de dilatation (SMR 203)

- Les éprouvettes de traction

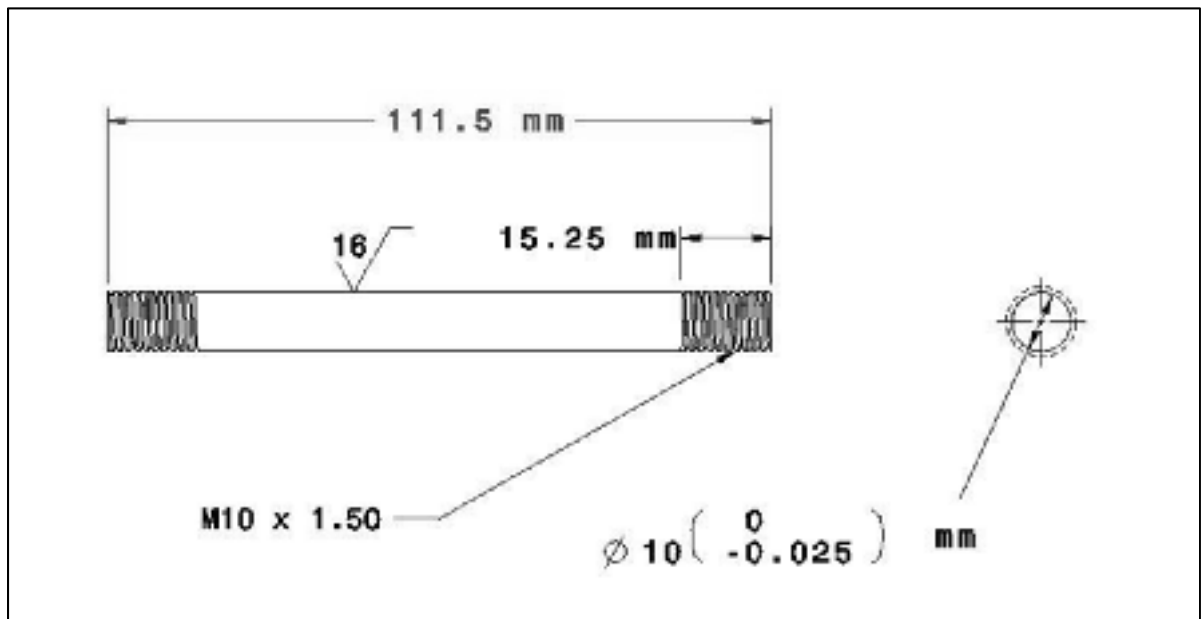


Figure-A I-2 Géométrie des éprouvettes de traction utilisée (SMR111)

ANNEXE II

LE POWANGLE

Lors d'un test avec le Gleeble, le PowAngle ($^{\circ}$) donne une information sur la puissance électrique utilisée.

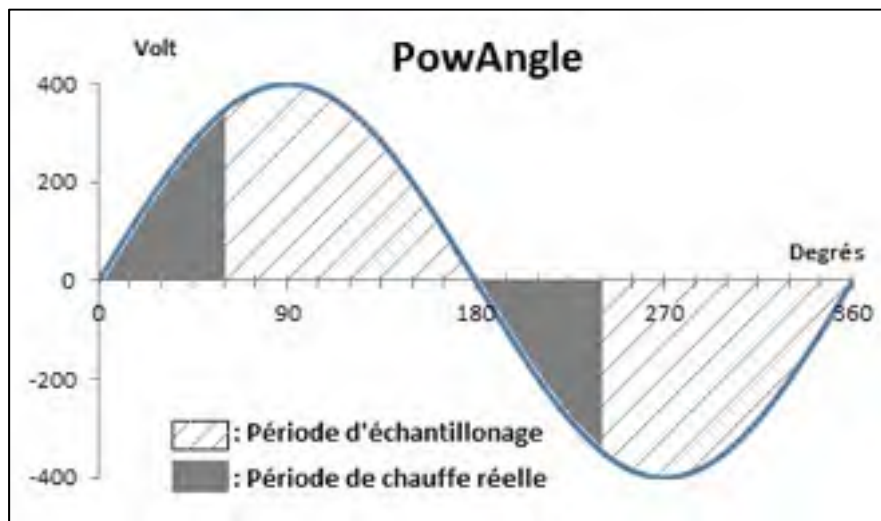


Figure-A II-1 Schéma expliquant la plage permettant le chauffage et la période de lecture et celle de la chauffe réelle (PowAngle=60°)

La Figure-A II-1 présente sur une période de temps, la phase réelle pendant laquelle le courant électrique est imposé. Le PowAngle définit la période de chauffe réelle sur une demi-période (180°), il varie entre 0 et 110°. La période d'échantillonnage correspond à la période où la donnée de température est acquise. En effet, le signal du thermocouple est bruité pendant que le courant traverse l'éprouvette, la donnée de température est aberrante. Donc la donnée du thermocouple est acquise lorsque le Gleeble ne chauffe pas l'éprouvette.

ANNEXE III

LAQUES THERMIQUES ET PROGRAMME LABVIEW ASSOCIÉ

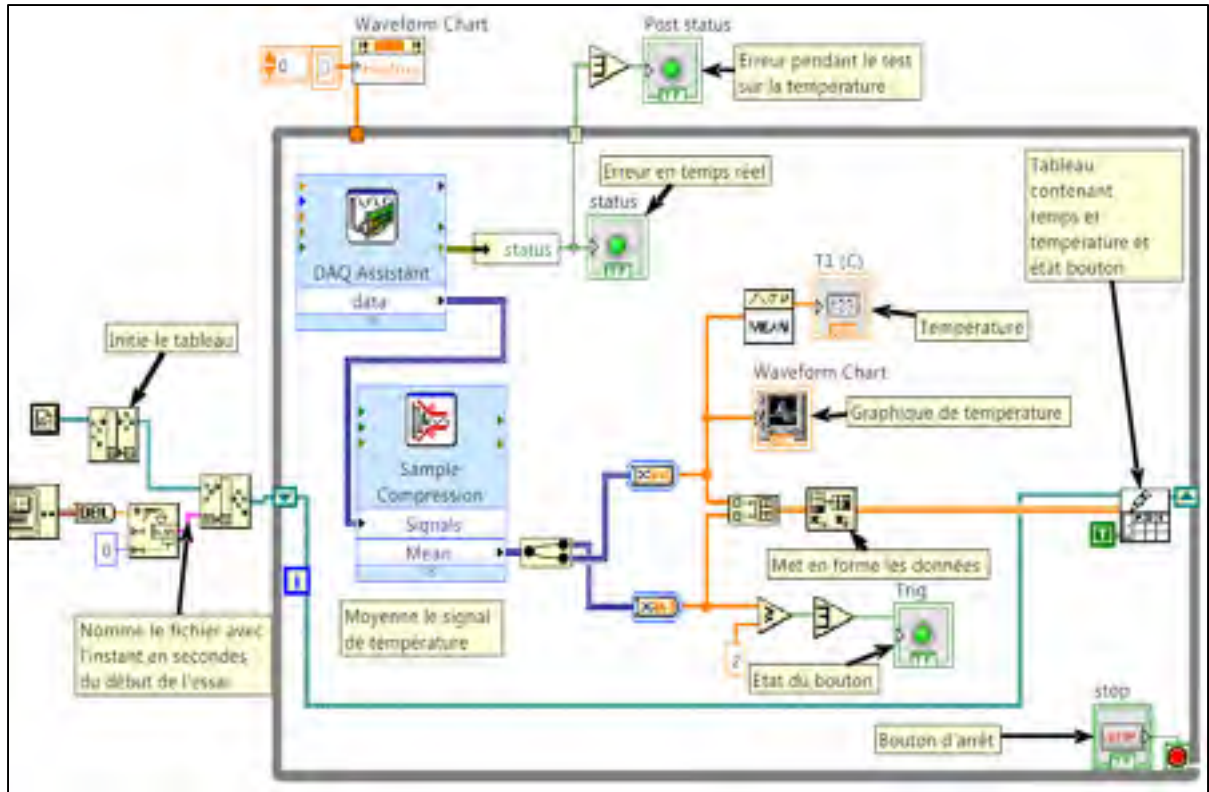


Figure-A III-1 Programme LabView permettant de synchroniser les images de la caméra avec la lecture de température

La Figure-A III-1 donne le logiciel LabView permettant de sortir la température en fonction du temps avec la donnée si le bouton est actionné ou non pour synchroniser la caméra. La température est acquise dès le lancement du programme. En parallèle, un booléen représentant l'interrupteur qui déclenche la caméra est acquis. La donnée de température est synchronisée avec les images à l'aide de ce booléen.

OMEGALAQ® Liquid Temperature Lacquers

LAQ-0450G

Experimental Kit, Model LAQ-KIT-1™
Includes one 2 oz bottle of OMEGALAQ®
Liquid (up to 350°F), one 2 oz bottle of Green
Label Thinner, and one roll of 100 adhesive
labels. Shown smaller than actual size.

MIN TAP
Two Labels

OMEGALAQ® Liquid
LAQ Series

Description: Same material used
in OMEGAMARKER® in lacquer
suspension. Lacquer series a
transparent function only. OMEGALAQ®
may be thinned to ensure workable
consistency. Thinning OMEGALAQ®
will not affect its accuracy.
Order GREEN LABEL THINNER.

Directions for use: Shake or stir
to uniform consistency. Apply thin
smear to the working surface
before heating begins. It dries
almost instantly to a mark. When
the stated temperature is reached
on subsequent heating, this
mark liquifies sharply. A melted
OMEGALAQ® coating does not
revert to its original dull-opaque
appearance but remains glossy-
transparent which makes subsequent
interpretation a simple matter.

Uses: For application to fabrics,
rubber, plastics and smooth
surfaces, like glass or polished
metal-on which OMEGAMARKER®
may not leave a distinct mark
or cannot conveniently be used.
Widely accepted for monitoring
temperatures in the electronics field.

OMEGALAQ® Liquids and
OMEGALAQ® Thinner shown
smaller than actual size.

Model TAP, roll of 100 adhesive labels
shown smaller than actual size.

OMEGALAQ® Available in the Following Degrees							
F	C	F	C	F	C	F	C
175 [†]	79	400	204	750 [†]	399	1250 [†]	677
200 [†]	93	425	218	800	427	1300 [†]	704
225 [†]	107	450	232	850	454	1400	760
250	121	475 [†]	246	900	482	1450	788
275	135	488 [†]	253	950	510	1500 [†]	812
300	149	500 [†]	260	1000	538	1600 [†]	871
311	156	550	288	1050	566	1700 [†]	927
325 [†]	163	575	302	1100	593	1800 [†]	982
350	177	600	316	1150 [†]	621	1900 [†]	1038
363	184	650	343	1200 [†]	649		
375	191	700 [†]	371				

† OMEGALAQ® Liquids over conditions for high accuracy.

**OMEGALAQ® Kit
LAQ-KIT**

An inexpensive kit including a roll
of 100 TAP adhesive labels, a 2 oz.
bottle of OMEGALAQ®, and a 2 oz.
bottle of thinner that doesn't leave
a mark on any surface.

TAP Adhesive Labels

TAP adhesive labels measure
12.7 L x 15.9 mm W (0.500 x
0.625") and have a thickness of
0.064 mm (0.0022") and can be
used at a maximum temperature
of 180°C (356°F). They are made
of a polyimide film with a silicone
pressure sensitive adhesive.

Specifications

Time Response: On the order of
milli-seconds (0.001 sec)

Maximum Range: 2000°F (1088°C)

Accuracy: ±1.0%

To Order Visit omega.com/laq for Pricing and Details

Model No.	Description
LAQ-01™G	OMEGALAQ® liquid, 2 oz
GREEN LABEL THINNER	OMEGALAQ® thinner, 2 oz
GREEN LABEL THINNER-PINT	OMEGALAQ® thinner, pint
TAP	Adhesive labels, rated to 350°F, package of 100
LAQ-KIT-1™†	OMEGALAQ® liquid (2 oz), OMEGALAQ® thinner (2 oz), and 100 TAP adhesive labels

† Specify Temperature in °F.
†† Temperature range available from 175° to 350°F.
Note: Temperature labeling available on labels with 10 digit, 11 digit or
OmniTemp™. LAQ-0350G, OMEGALAQ® 350°F (177°C)

F-19

Figure-A III-2 Fiche technique des laques thermiques

ANNEXE IV

CODE MATLAB DE LA SIMULATION NUMÉRIQUE

L'Algorithme-A IV-1 présenté ci-dessous permet d'avoir le courant suivant le taux de chauffe désiré, il donne en sortie le temps, la température, l'espacement des mors ainsi que l'expansion du rayon central.

```
function out = model
clc
clear all
close all
model=mphload('Geometrie_simplifie_matlab_2');
nn=0; %nombre d'itération
I0=500; %courant initial
pas=0.001; %Pas des étapes
T_h=pas; %temps de calcul
step=pas/10; %pas de temps
omega=60 ; %frequence
Vc_cible=400; %vitesse de chauffe cible
ti=0; %Temps de début de calcul
F=0; %valeur de la force de réaction
i=0; %compteur
j=0;
model.param.set('step',step);
model.param.set('tc',T_h);
model.param.set('I0',I0);
model.param.set('ti',ti);
model.param.set('omega',omega);
model.study('std2').feature('time').set('useinitsol', 'on');
model.study('std2').feature('time').set('initmethod', 'init');
model.study('std2').feature('time').set('initstudy', 'zero');
model.study('std2').run;
model.result.export('plot1').name('Tini');
model.result.export('plot1').run;model.result.export('plot2').name('Tfin');
model.result.export('plot2').run;
Tini=importdata('Tini.txt'); Tfin=importdata('Tfin.txt');
model.material('mat7').active(false);
model.result('pg1').run;
model.result.export('plot4').run; Reac=importdata('Force de Réaction');
F=Reac(1,2);
model.physics('solid').feature('fix1').selection.set([10]);
model.physics('solid').feature('fix1').selection.set([10]);
model.physics('solid').feature('free2').selection.set([2]);
model.result('pg7').run;
model.result.export('plot5').run;
```

```

espacement=importdata('espacement');
Tfin(1,2)
Vc=(Tfin(1,2)-Tini(1,2))/(T_h-ti);
while Tfin<(1100+273)
i=i+1;
model.result('pg7').run;
model.result.export('plot5').run;
espacement=importdata('espacement');
disp(i)
disp(Vc)
disp(I0)
disp(T_h)
disp(Tfin(1,2))
disp(F)
disp(espacement(1,2))
if or(Vc/Vc_cible < 0.99,Vc/Vc_cible > 1.01)
if or((0.5<Vc/Vc_cible < 0.99),1.01<Vc/Vc_cible<1.5)
I0= I0*(((1-Vc/Vc_cible)/2)+1);
else
I0=I0*(1/(Vc/Vc_cible));
end
model.param.set('I0',I0);
model.param.set('tc',T_h);
model.param.set('ti',ti);
model.study('std2').feature('time').set('useinitsol', 'on');
model.study('std2').feature('time').set('initstudy', 'std2');
model.study('std2').feature('time').set('solnum', 'first');
model.study('std2').run;
model.result.export('plot1').run;
model.result.export('plot2').run;
Tini=importdata('Tini.txt');
Tfin=importdata('Tfin.txt');
Vc=(Tfin(1,2)-Tini(1,2))/(T_h-ti);
model.result('pg1').run;
model.result.export('plot4').run;
Reac=importdata('Force de Réaction');
F=Reac(1,2);
else
model.param.set('I0',I0);
model.study('std2').feature('time').set('useinitsol', 'on');
model.study('std2').feature('time').set('initmethod', 'sol');
model.study('std2').feature('time').set('initstudy', 'std2');
model.study('std2').feature('time').set('solnum', 'last');
ti=T_h;
T_h=pas+T_h;
model.param.set('tc',T_h);
model.param.set('ti',ti);
model.sol('sol2').attach('std2');
model.sol('sol2').runAll;

```

```

model.result.export('plot1').run;
model.result.export('plot2').run;
Tini=importdata('Tini.txt');
Tfin=importdata('Tfin.txt');
Vc=(Tfin(1,2)-Tini(1,2))/(T_h-ti);
model.result.export('plot4').run;
Reac=importdata('Force de Réaction');
F=Reac(1,2);
end
model.result.export('plot4').run;
Reac=importdata('Force de Réaction');
F=Reac(1,2);
model.result.export('plot1').name('Tini');
model.result.export('plot1').run;
model.result.export('plot2').name('Tfin');
model.result.export('plot2').run;
Tini=importdata('Tini.txt');
Tfin=importdata('Tfin.txt');
model.result.export('plot5').run;
espacement=importdata('espacement');
model.result.export('plot6').run;
expansion=importdata('expansioncentre.txt');
Vc=(Tfin(1,2)-293)/(T_h);
Rapport(1,i) = Vc_cible/Vc;
RapportI0(1,i)=I0;
RapportT_h(1,i)=T_h;
RapportF(1,i)=F;
Rapportdeplacement(1,i)=espacement(1,2);
Rapportexpansion(1,i)=expansion(1,2);
end
nn=i;
model.result.export('plot3').run;
Rapport(1,nn) = Vc_cible/Vc
RapportI0(1,nn)= I0
RapportT_h(1,nn)=T_h
Rapportexpansion(1,nn)=expansion(1,2)
Rapport(1,nn) = Vc_cible/Vc;
fid=fopen('test.txt','w');
fprintf(fid,'%s\n','rapport');
fprintf(fid,'%s\n',RapportI0);
fprintf(fid,'%s\n',RapportT_h);
fprintf(fid,'%s\n',Rapport);
fprintf(fid,'%s\n',Rapportexpansion);
fclose(fid)
model.result.export('plot6').run;
expansion=importdata('expansioncentre.txt');
model.result.export('plot5').run;
espacement=importdata('espacement');
distance=espacement(1,2);

```

```

model.physics('solid').feature('free2').active(false);
model.physics('solid').feature('disp1').set('U0', 2, 0);
model.material('mat7').active(true);
while Reac(1,2) < 223
while T_h<(110+1100/Vc_cible)
if or(Tfin(1,2)/(1100+273.15) < 0.995,Tfin(1,2)/(1100+273.15) > 1.005)
if or((0.5<Tfin(1,2)/1100 < 0.995),1.005<Tfin(1,2)/1100<1.5)
I0= I0*(((1-Tfin(1,2)/1100 )/2)+1);
else
I0=I0*(1/(Tfin(1,2)/1100));
end
model.param.set('I0',I0);
model.param.set('tc',T_h);
model.param.set('ti',ti);
model.study('std2').feature('time').set('useinitsol', 'on');
model.study('std2').feature('time').set('initstudy', 'std2');
model.study('std2').feature('time').set('solnum', 'first');
model.study('std2').run;
model.result.export('plot1').run;
model.result.export('plot2').run;
Tini=importdata('Tini.txt');
Tfin=importdata('Tfin.txt');
Vc=(Tfin(1,2)-Tini(1,2))/(T_h-ti);
else
model.param.set('I0',I0);
model.study('std2').feature('time').set('useinitsol', 'on');
model.study('std2').feature('time').set('initmethod', 'sol');
model.study('std2').feature('time').set('initstudy', 'std2');
model.study('std2').feature('time').set('solnum', 'last');
ti=T_h;
T_h=pas+T_h;
model.param.set('tc',T_h);
model.param.set('ti',ti);
model.sol('sol2').attach('std2');
model.sol('sol2').runAll;
model.result.export('plot1').run;
model.result.export('plot2').run;
Tini=importdata('Tini.txt');
Tfin=importdata('Tfin.txt');
Vc=(Tfin(1,2)-Tini(1,2))/(T_h);
model.result.export('plot4').run;
Reac=importdata('Force de Réaction');
model.result.export('plot6').run;
expansion=importdata('expansioncentre.txt');
disp(Reac(1,2))
disp(expansion(1,2))
disp(Tfin(1,2))
disp(T_h)
j=j+1;

```

```

Rapport_2(1,j) = Vc_cible/Vc;
RapportI0_2(1,j)=I0;
RapportT_h_2(1,j)=T_h;
RapportReac_2(1,j)=Reac(1,2);
Rapportexpansion_2(1,j)=expansion(1,2);
end
end
end
nn=j;
Rapport_2(1,nn) = Vc_cible/Vc
RapportI0_2(1,nn)= I0
RapportT_h_2(1,nn)=T_h
RapportReac_2(1,nn)=Reac(1,2)
Rapportexpansion_2(1,nn)=expansion(1,2)
fid2=fopen('test1100.txt','w');
fprintf(fid2,'%s\n','rapport');
fprintf(fid2,'%i\t',RapportI0_2);
fprintf(fid2,'%i\t',RapportT_h_2);
fprintf(fid2,'%i\t',RapportReac_2);
fprintf(fid2,'%i\t',Rapportexpansion_2);
fclose(fid2)
out=model;

```

Algorithme-A IV-1 Fonction permettant d'avoir le courant en fonction du temps pour un test de dilatation

ANNEXE V

LE CHAUFFAGE PAR INDUCTION

On parle d'induction lorsqu'il y a un transfert d'énergie entre un objet et une source électrique sans contact physique.

- Principe de l'induction

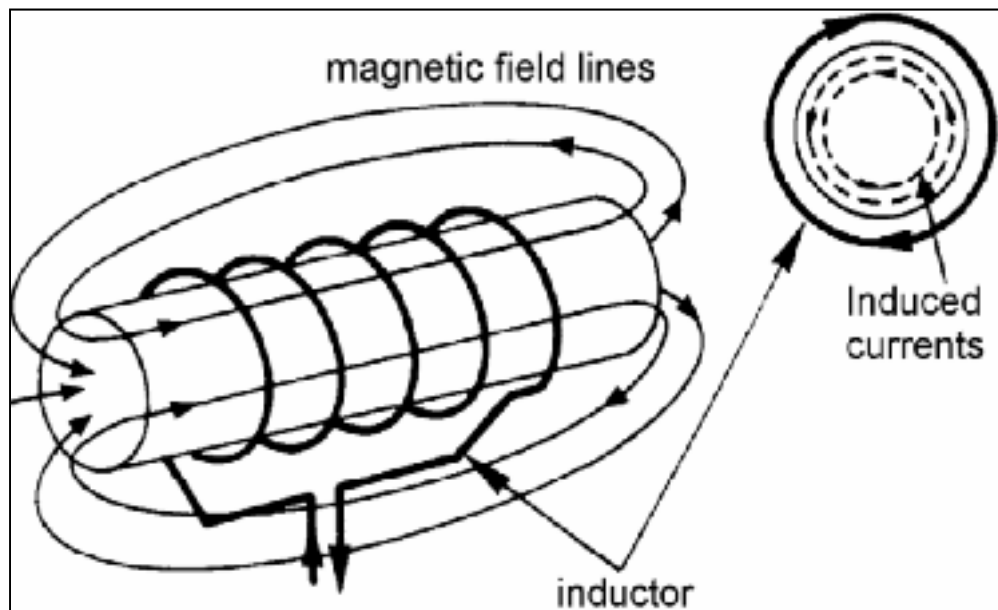


Figure-A V-1 Principe de l'induction tirée de Bay, Favennec et Labbé (2003)

Le courant qui circule dans l'inducteur crée un champ électromagnétique. Si un matériau conducteur est placé dans ce champ, il va être parcouru par un courant qui sera dans la même direction, mais de sens opposés au courant de l'inducteur, ces courants s'appellent les courants de Foucault (Figure-A V-1). C'est la résistance du matériau conducteur qui va créer lors de la circulation du courant la chaleur par effet joule. En faisant varier la fréquence et la puissance du courant, la vitesse de chauffe de l'échantillon peut être contrôlée. Par contre, dépendamment de la fréquence et du type de matériau, la quasi-totalité de la puissance transmise par induction se fait sur une couche superficielle de la pièce chauffée. Ce phénomène s'appelle l'« effet de peau » (Rudnev et al., 2002) :

$$\delta = 503 \sqrt{\frac{1}{\sigma \mu_r \omega}} \quad (\text{V.1})$$

86 % de la puissance transmise se concentre dans l'épaisseur δ . ω étant la fréquence du courant passant dans l'inducteur (Hz), μ la perméabilité relative (H.m^{-1}) et σ la conductivité électrique du matériau (S.m^{-1}).

- Renforcement des roues d'engrenage par induction

Le durcissement d'engrenages par induction est un durcissement superficiel. Le but étant de faire une trempe sur la partie chauffée des engrenages, la zone chauffée par induction peut-être définie en contrôlant la fréquence du courant dans les inducteurs (Figure-A V-2), la puissance et le temps du traitement. Cela permet d'optimiser le profil des roues d'engrenage, en effet, une surface de dent très dure est obtenue, la surface des dents s'use moins vite et elles ont un cœur de dent tendre, ce qui permet d'amortir les chocs et donc de mieux résister à la fatigue.

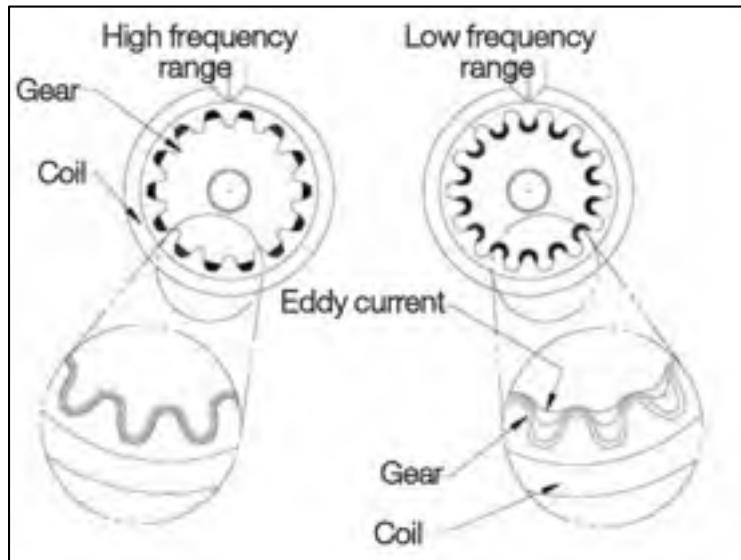


Figure-A V-2 Influence de la fréquence sur la zone des roues chauffée tirée de Rudnev (2009)

La seule limite de ce procédé en terme de rapidité est la puissance électrique disponible. Il a un avantage énorme au niveau de la microstructure, s'il n'y a que la partie superficielle qui est austénisée et trempée par une projection de liquide de trempe dessus, par exemple. La taille des grains d'austénite est très petite (la phase de croissance étant très courte)(Al-Khalid, Alaskari et Oraby, 2012) donc les lattes de martensites formées pendant la trempe sont très petites et très nombreuses. La surface du matériau obtenue est donc très résistante aux dislocations et donc très tenace.

ANNEXE VI

TEST DE CARACTÉRISATION DE L'EFFET TRIP

Ces essais sont dans le but de caractériser dans un premier temps l'effet TRIP de cet acier. Cette série de tests aurait pour but de caractériser l'influence de l'état de contrainte de notre acier proche de la température de transformation martensitique sur les température de début et de fin de transformation, soit en compression soit en traction (Tableau-A VI-1).

Tableau-A VI-1 Plan d'expérience pour caractériser l'effet TRIP

Chauffage	Refroidissement	Taux de déformation	Contrainte recherchée
10 °C.s ⁻¹ jusqu'à 1100 °C	Libre jusqu'à M _s + 30 °C	0,01 mm.s ⁻¹	80 % de R _e en tension
			50 % de R _e en tension
			80 % de R _e en compression
			50 % de R _e en compression

Avec ces tests, la variation de M_s est recherchée en fonction du niveau de contrainte dans le matériau en compression ou en tension. Cette donnée est importante pour les modèles d'éléments finis. Cette donnée permet au logiciel d'appliquer le début de la transformation martensitique localement à différente température dans une pièce et donc d'avoir les distorsions et les contraintes résiduelles en fin de refroidissement par exemple.

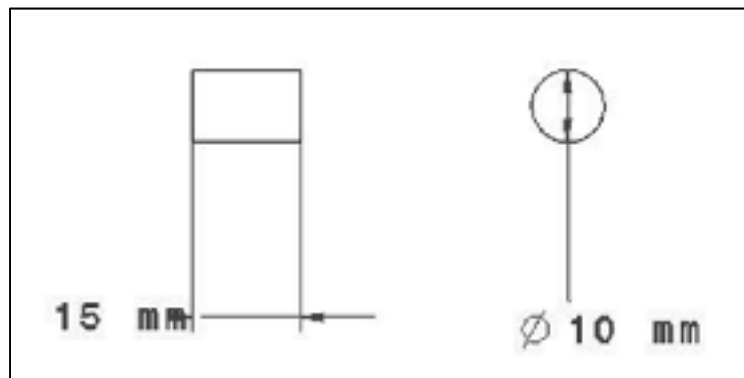


Figure-A I-3 Géométrie des éprouvettes de compression

Le contact pour les éprouvettes de compression se fait par les disques sur le côté de l'éprouvette, ils doivent donc être parallèles. L'état de surface est le même que pour les autres échantillons, cela permet d'avoir un soudage de thermocouple reproductible entre les tests.

BIBLIOGRAPHIE

- Al-Khalid, Hamad, Ayman Alaskari et Samy Oraby. 2012. « Statistical and graphical assessment of circumferential and radial hardness variation of AISI 4140, AISI 1020 and AA 6082 aluminum alloy ». *Materials*, vol. 5, n° 1, p. 12-26.
- Aranas Jr, Clodualdo, et John J. Jonas. 2015. « Effect of Mn and Si on the dynamic transformation of austenite above the Ae3 temperature ». *Acta Materialia*, vol. 82, p. 1-10.
- Asay, Blaine W., Steven F. Son, Peter M. Dickson, Laura B. Smilowitz et Bryan F. Henson. 2005. « An investigation of the dynamic response of thermocouples in inert and reacting condensed phase energetic materials ». *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, vol. 30, n° 3, p. 199-208.
- Atkinson, C., T. Akbay et R. C. Reed. 1995. « Theory for reaustenitisation from ferrite/cementite mixtures in Fe-C-X steels ». *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43, n° 5, p. 2013-31.
- Austin, J. B., et R. L. Rickett. 1939. « Kinetics of decomposition of austenite at constant temperature ». *American Institute of Mining and Metallurgical Engineers -- Transactions -- Iron and Steel Division*, vol. 135, p. 396-415.
- Bay, François, Yann Favennec et Valérie Labbé. 2003. « Un exemple de modelisation numerique en couplages multiphysiques: analyse et optimisation du chauffage par induction ». *Mecanique & Industrie*, vol. 4, n° 4, p. 347-355.
- Bruls, R. J., H. T. Hintzen, G. de With, R. Metselaar et J. C. van Miltenburg. 2001. « The temperature dependence of the Gruneisen parameters of MgSiN₂, AlN and -Si₃N₄ ». *Journal of the Physics and Chemistry of Solids*, vol. 62, n° 4, p. 783-92.
- Cetinel, Hakan, et Ozhan Kayacan. 2007. « Nonextensive treatment of nucleation and growth in a thin layer ». *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*, vol. 374, n° 1, p. 263-271.
- Cetinel, Hakan, Ozhan Kayacan et Demet Ozaydin. 2013. « Investigation of nucleation and grain growth in 2-dimensional systems by using generalized Monte Carlo simulations ». *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*, vol. 392, n° 18, p. 4121-4126.

- Denis, S. 1997. « Considering Stress-Phase Transformation Interactions in the Calculation of Heat Treatment Residual Stresses ». In *Mechanics of Solids with Phase Changes*, sous la dir. de Berveiller, M., et F. D. Fischer. Vol. 368, p. 293-317. Coll. « International Centre for Mechanical Sciences »: Springer Vienna. < http://dx.doi.org/10.1007/978-3-7091-2660-8_10 http://link.springer.com/chapter/10.1007%2F978-3-7091-2660-8_10 >.
- Findley, W. N. 1989. « Effects of extremes of hardness and mean stress on fatigue of AISI 4340 steel in bending and torsion ». *Transactions of the ASME. Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 111, n° 2, p. 119-22.
- Geballe, T. H., et G. W. Hull. 1954. « Seebeck Effect in Germanium ». *Physical Review*, vol. 94, n° 5, p. 1134-1140.
- Hashemian, H. M., K. M. Petersen, D. W. Mitchell, M. Hashemian et D. D. Beverly. 1990. « In situ response time testing of thermocouples ». *ISA Transactions*, vol. 29, n° 4, p. 97-104.
- Inoue, T., et Z. G. Wang. 1988. « Thermal and Mechanical Fields in Continuous Casting Slab-A Steady State Analysis Incorporating Solidification ». *Ingenieur-Archiv*, vol. 58, n° 4, p. 265-275.
- Knorovsky, G. A., C. V. Robino, R. C. Dykhuizen et D. O. MacCallum. 1998. « Dilatometry in the Gleeble: What Did You Really Measure? ». In *Trends in Welding Research: Proceedings of the 5th International Conference, June 1, 1998 - June 5, 1998*. (Pine Mountain, GA, United states), p. 101-106. Coll. « ASM Proceedings of the International Conference: Trends in Welding Research »: ASM International.
- Larregain, B., N. Vanderesse, F. Bridier, P. Bocher et P. Arkinson. 2013. « Method for Accurate Surface Temperature Measurements During Fast Induction Heating ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 22, n° 7, p. 1907-13.
- Mingxia, Gu, Zhou Yichun et C. Q. Sun. 2008. « Local bond average for the thermally induced lattice expansion ». *Journal of Physical Chemistry B*, vol. 112, n° 27, p. 7992-5.
- Mondelin, Alexandre. 2012. « Modélisation de l'intégrité des surfaces usinées : Application au cas du tournage finition de l'acier inoxydable 15-5PH ». Ecole Centrale de Lyon. < <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00838512> >.
- Moreau, A., S. E. Kruger , M. Cote et P. Bocher. 2008. « In-Situ Monitoring of Microstructure during Thermomechanical Simulations using Laser-Ultrasonics. ». In *1st International Symposium on Laser Ultrasonics: Science, Technology and Applications*. (Montréal, Canada).

- Penha, R. N., L. de Campos Franceschini Canalea et A. C. Canale. 2011. « Modeling of Hardness of Low Alloy Steels by Means of Neural Networks ». *Journal of ASTM International*, vol. 8, n° 8, p. JAI103299 (10 pp.).
- Petit, C., P. Gajan, J. C. Lecordier et P. Paranthoen. 1982. « Frequency response of fine wire thermocouple ». *Journal of Physics E (Scientific Instruments)*, vol. 15, n° 7, p. 760-770.
- Porter, D.A., et K.E. Easterling. 1992. *Phase Transformations in Metals and Alloys, Third Edition (Revised Reprint)*. Taylor & Francis.
- Rudnev, Valery. I., D. Loveless, R.L. Cook et M. Black. 2002. *Handbook of Induction Heating*. CRC Press.
- Rudnev, Valery I. 2009. « Single-coil dual-frequency induction hardening of gears ». *Heat Treating Progress*, vol. 9, n° 6, p. 9-11.
- Semiatin, S. L., D. E. Stutz et T. G. Byrer. 1985a. « induction tempering of steel: part i. Development of an effective tempering parameter ». *Journal of heat treating*, vol. 4, n° 1, p. 39-46.
- Semiatin, S. L., D. E. Stutz et T. G. Byrer. 1985b. « induction tempering of steel: part ii. Effect of process variables ». *Journal of heat treating*, vol. 4, n° 1, p. 47-55.
- Tehler, Matilda. 2009. « Modeling Phase Transformations and Volume Changes during Cooling of Case Hardening Steels ». KTH, 37 p. < <http://urn.kb.se/resolve?urn=urn:nbn:se:kth:diva-11369> >.
- Tehler, Matilda, et Stefan Jonsson. 2007. « A Material Model for Simulating Volume Changes during Phase Transformations ». In *Proceedings of the COMSOL Users Conference 2007 Grenoble*. p. 648-653.
- Testing, American Society for, E. on Temperature Measurement Materials. Committee, American Society for Testing et E. on Thermocouples Materials. Subcommittee. 1992. *Manual on the use of thermocouples in temperature measurement* (1992). Philadelphia, Pa.: American Society for Testing and Materials, p. 258.

