

Simulation numérique de la trempe à l'eau d'une pièce forgée  
de grande dimension : effet de la macroségrégation et de la  
taille des grains

par

Mountadar LYASSAMI

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

MONTRÉAL, LE 17 MAI 2018

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Mountadar LYASSAMI, 2018



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







**PRÉSENTATION DU JURY**  
**CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ**  
**PAR UN JURY COMPOSÉ DE :**

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

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

M. Henri CHAMPLIAUD, 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**

**23 MARS 2018**

**À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE**



## **REMERCIEMENTS**

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de recherche M. Mohammad JHAZI 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 MITACS pour le soutien financier apporté et le suivi réalisé lors de ce projet. Ainsi que toute l'équipe du CM2P groupe.

Je remercie sincèrement ma famille pour m'avoir encouragé dans mes projets.



# **SIMULATION NUMÉRIQUE DE LA TREMPÉ À L'EAU D'UNE PIÈCE FORGÉE DE GRANDE DIMENSION : EFFET DE LA MACROSEGREGATION ET DE LA TAILLE DES GRAINS**

Mountadar LYASSAMI

## **RÉSUMÉ**

La présence des hétérogénéités chimique, appelée macroségrégation, et la variation de la taille de grains sont deux défauts principaux qu'on observe dans des blocs d'aciers de grandes dimensions. Ces défauts influencent grandement la microstructure, en particulier la proportion des phases, qui ultimement détermine la sévérité de la distorsion de la pièce finale ainsi que ses propriétés mécaniques. Afin de réduire le taux de non-conformité dans les pièces produites, il est important de quantifier l'impact des variations de la composition chimique et taille de grain sur la proportion des phases formées lors de la trempe. Dans ce projet, l'effet de la variation en composition chimique et taille de grains sur l'évolution de la microstructure lors de la trempe d'un bloc d'acier de grandes dimensions a été prédit en utilisant le logiciel de simulation par éléments finis, Forge® NxT 1,1. Actuellement, ce genre de simulation n'est peu ou pas encore appliqué aux lingots de grandes dimensions. Une nouvelle méthode pour la simulation des lingots de grandes tailles ayant une composition hétérogène et taille de grains différentes est proposée. Il est montré que la macroségrégation et la variation de la taille de grains ont un impact significatif sur le temps de début et de fin de transformation ainsi que la fraction volumique des phases. La validation des résultats de simulation a été effectuée sur des éprouvettes prises à différentes localisations (surface, quart et cœur) du bloc d'acier étudié. Des tests de dilatométrie et diffraction des rayons X ont été utilisés afin de déterminer la fraction volumique de la martensite, bainite et d'austénite résiduelle pour chaque condition expérimentale. Les résultats de la simulation ont été comparés aux données expérimentales.

**Mots clés:** traitements de trempe, simulation FEM, variation de la taille des grains, variation de teneur en carbone.



# **NUMERICAL SIMULATION OF WATER QUENCHING OF LARGE SIZE FORGINGS: EFFECT OF MACROSEGREGATION AND GRAIN SIZE**

Mountadar LYASSAMI

## **ABSTRACT**

The presence of chemical heterogeneities, called macrosegregation, and the variation of grain size are two main defects that are observed in large steel blocks. These defects greatly influence microstructure, especially the proportion of phases, which ultimately determines the severity of distortion of the final part as well as its mechanical properties. In order to reduce the rate of non-compliance in produced parts, it is important to quantify the impact of variations in chemical composition and grain size on the proportion of phases formed during quenching. In this project, the effect of variation in chemical composition and grain size on the evolution of microstructure during quenching of a large steel block has been predicted using finite element simulation software Forge® NxT 1.1. Currently, this kind of simulation is not well studied and is not applied to large ingots yet. A new method for simulation of large ingots with heterogeneous composition and different grain size is proposed. It is shown that macrosegregation and variation in grain size have a significant impact on start and end time of transformation as well as the volume fraction of phases. Validation of simulation results was performed on specimens taken from different zones (surface, quarter and core) of studied steel block. Dilatometry and X-ray diffraction tests were used to determine the volume fraction of martensite, bainite, and residual austenite for each experimental condition. The results of the simulation were compared and validated with experimental data.

**Keywords:** steel ingot water quenching, FEM simulation, grain size variation, carbon content gradient





## TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE .....	3
Introduction.....	3
Les aciers faiblement alliés.....	3
1.1.1 Les aciers de carbone.....	3
1.1.2 Transformation bainitique.....	5
1.1.3 Transformation martensite.....	7
1.1.4 La trempabilité.....	10
1.1.5 Corrélation entre la vitesse de refroidissement et la taille de grain.....	13
1.1.6 Influence de la teneur en carbone.....	14
1.1.7 Influence de la taille de grain.....	19
Projet de recherche.....	20
1.1.8 Objectif.....	20
1.1.9 Méthodologie.....	20
CHAPITRE 2 MODÉLISATION NUMÉRIQUE DU PROBLÈME MÉTALLURGIQUE .....	23
Rappels sur les modèles des cinétiques de transformation de phase pendant la trempe.....	23
Formulation numérique.....	25
2.1.1 Principe d'additivité de Scheil.....	27
2.1.2 Équations utilisées pour calculer les transformations de phases.....	28
2.1.3 Approche utilisée pour estimer les diagrammes TTT et TRC.....	29
2.1.4 Diagramme TTT estimé à partir du logiciel JmatPro.....	33
2.1.5 Couplage thermique et métallurgique.....	34
Multi-matériaux.....	36
2.1.6 Choix du modèle.....	38
Procédure expérimentale.....	40
2.1.7 Composition chimique.....	41
2.1.8 Préparation de l'échantillon.....	41
2.1.9 Révélation de la taille de grains.....	43
2.1.10 Dureté.....	44
2.1.11 Mesures des proportions de phases.....	44
CHAPITRE 3 SIMULATION NUMÉRIQUE .....	46
Simulations numériques réalisées.....	46
3.1.1 Situation A.....	46
3.1.2 Situation B.....	48
3.1.3 Situation C.....	52
3.1.4 Situation D.....	55

Résultats .....	58
3.1.5    Situation A .....	58
3.1.6    Situation B .....	59
3.1.7    Situation C .....	62
3.1.8    Situation D .....	65
CHAPITRE 4 VALIDATION EXPERIMENTALE .....	70
Introduction .....	70
4.1.1    Microdureté .....	76
4.1.2    Coefficients d'Avrami $n$ et $b$ .....	77
CONCLUSION .....	81
ANNEXE I    ARTICLE DE JOURNALE .....	83
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	107

## LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 2.1	Composition chimique nominale de l'acier.....41
Tableau 3.1	Situations considérées pour les simulations.....46
Tableau 3.2	Valeurs de la taille des grains et de taux de carbone utilisés dans.....48
Tableau 3.3	Valeurs des tailles des grains et de taux de carbone utilisés.....49
Tableau 3.4	Valeurs des températures caractéristiques de transformation de phases en fonction de taux de carbone choisis.....49
Tableau 3.5	Valeurs de la taille des grains et du taux de carbone utilisés.....52
Tableau 3.6	Valeurs des températures caractéristiques de transformations de phases en fonction de la taille de grains.....52
Tableau 3.8	Valeurs des températures caractéristiques de transformations de phases.....55
Tableau 3.7	Valeurs des tailles de grains et du taux de carbone utilisé dans .....56
Tableau 4.1	Valeurs des fractions volumiques d'austénite résiduelle.....74
Tableau 4.2	Valeurs d'austénite résiduelle obtenues à différentes vitesses de refroidissement.....76
Tableau 4.3	Comparaison des constantes d'Avrami entre Simulation et Expérimentale. ....79



## LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Diagramme de phase fer-carbone Tiré de rocdacier .....5
Figure 1.2	Illustration de types de bainite : .....6
Figure 1.3	Microstructure d'une bainite .....7
Figure 1.4	Position des atomes de carbone dans la maille .....9
Figure 1.5	Formation d'unité de martensite.....9
Figure 1.6	Courbe de pénétration de trempe .....9
Figure 1.7	Diagramme TRC d'un acier 0.18%C.....12
Figure 1.8	Influence de la grosseur du grain .....12
Figure 1.9	Diagramme TRC, 30 min d'austénitisation à 850 °C .....14
Figure 1.10	L'influence de la taille de l'échantillon .....14
Figure 1.11	Influence de la teneur en carbone sur les températures .....15
Figure 1.12	Température de début de transformation .....16
Figure 1.13	Influence de la teneur en carbone sur la proportion.....17
Figure 1.14	Influence de la teneur en carbone sur les .....18
Figure 2.1	Tracé schématique d'une courbe TTT .....23
Figure 2.2	Diagramme TRC austénitisé à 850 .....24
Figure 2.3	Principe du temps fictif.....27
Figure 2.4	Diagramme TTT pour la nuance SF2050V (JmatPro).....34
Figure 2.5	Procédure d'implantation de la méthode .....38
Figure 2.6	Représentation d'un bloc composé de plusieurs zones .....39
Figure 2.7	Géométrie du bloc.....40
Figure 2.8	La position et l'orientation du bloc .....42

## XVIII

Figure 2.9	Disposition des mors et des thermocouples .....	43
Figure 2.10	Éprouvettes prises à différentes places (surface, quart et cœur) du bloc d'acier étudié.....	44
Figure 3.1	Diagrammes TTT et CTT avec un taux de carbone de 0,35C et .....	47
Figure 3.2	Carte de macroségrégation de carbone. ....	48
Figure 3.3	Diagramme TTT obtenu en considérant des tailles de grains différents. ....	50
Figure 3.4	Diagramme TTT obtenu en considérant des tailles de grains différents.....	50
Figure 3.5	Diagrammes TRC avec différents taux de carbone. 1) 0,3 %, 2) 0,38 % .....	51
Figure 3.6	Diagrammes TRC avec différents taux de carbone. c) 0,42 %, d) 0,52 %. ....	51
Figure 3.7	Diagramme TTT obtenu en considérant des tailles de grains différents. ....	53
Figure 3.8	Diagramme TTT obtenu en considérant des tailles de grains différents. ....	53
Figure 3.9	Diagrammes TRC pour différentes tailles de grains considérées .....	54
Figure 3.10	Diagrammes TRC pour différentes tailles de grains considérées .....	54
Figure 3.11	Diagramme TTT prédit par JmatPro pour une taille de grains et .....	56
Figure 3.12	Diagramme TTT prédit par JmatPro pour une taille de grains .....	56
Figure 3.13	Diagrammes TRC a) 205 µm et 0,3%C b) 316 µm et 0.38%C .....	57
Figure 3.14	Diagrammes TRC 316 µm et 0.38%C c) 400 µm et 0.52%C .....	57
Figure 3.15	Carte de distribution des fractions volumiques.....	58
Figure 3.16	Distribution de la microstructure après trempe.....	59
Figure 3.18	Carte de distribution des fractions volumiques locale. ....	60
Figure 3.17	Distribution de la microstructure après trempe.....	61
Figure 3.19	Carte de distribution des fractions volumiques locale. ....	63

Figure 3.20	Distribution de la microstructure après trempe.....	64
Figure 3.21	Distribution de la microstructure après trempe.....	66
Figure 3.22	Carte de distribution des fractions volumiques locale. ....	67
Figure 3.23	Évolution de phase bainitique (A) et martensitique (B) en.....	68
Figure 3.24	Évolution de l'austénite résiduelle en.....	69
Figure 4.1	Représentation graphique du calcul .....	71
Figure 4.2	Courbes dilatométrique pour les deux .....	71
Figure 4.3	Méthode de dérivé pour déterminer .....	72
Figure 4.4	Microstructure de l'acier refroidi a) 0.015°C/s, b) 3°C/s. ....	73
Figure 4.5	Rayon X pour les deux vitesses de refroidissement 0.015 et 3°C/s.....	74
Figure 4.6	Comparaison entre la fraction volumique de la bainite (a) et de la martensite (b) calculée. ....	75
Figure 4.7	Comparaison entre la dureté obtenue par simulation.....	77
Figure 4.8	Courbe du logarithme du l'inverse de la.....	79
Figure 4.9	Évolution de l'erreur relative entre les résultats .....	80





## INTRODUCTION

Les composants de grande taille fabriqués par injection plastique sont largement utilisés dans les industries automobiles et aéronautiques. La fabrication de ces composants nécessite des blocs d'acier de grande dimension dans lesquels sont effectuées les injections plastiques. Les propriétés mécaniques des blocs sont largement liées à la microstructure, uniformité de dureté, une bonne usinabilité, une résistance à l'usure et la corrosion.

Les défauts comme la macroségrégation, variation locale de la composition chimique, et la variation de la taille des grains sont généralement liés au procédé de solidification et de forgeage. Ces hétérogénéités influencent significativement l'uniformité de la microstructure au cours du refroidissement, ce qui provoque l'apparition des contraintes internes, des distorsions et des fissures. La macroségrégation et la variation de la taille des grains sont deux conditions qui n'ont pas encore été explicitement simulées parce que chaque entreprise possède sa propre recette. Cependant, l'état actuel des connaissances et du savoir-faire rend légitime le développement des méthodes autres que celles basées sur essai et erreur.

Dans le cas de la simulation des blocs de grande dimension, la plupart des grandeurs thermiques et physiques du matériau ne sont pas connues dans les conditions hors équilibre thermodynamique, et les modèles développés par simulation tiennent compte seulement des propriétés physiques et thermiques mesurées dans des conditions d'équilibre thermodynamique.

Certes, les modèles développés par simulation ont permis de comprendre les interactions en jeu, mais ils ne permettent pas de maîtriser et d'expliquer toutes les interactions entre les phénomènes présents. Une bonne compréhension des interactions entre les phénomènes thermiques, métallurgiques et mécaniques rend plus facile la quantification des grandeurs physiques en jeu. Il est donc nécessaire de développer une nouvelle méthode de simulation basée sur des modèles mathématiques déjà existants, capables de prédire avec une bonne précision les proportions de phases réelles.

Conformément aux exigences du partenaire industriel, l'objectif de ce travail est d'étudier l'influence de la teneur en carbone et de la variation de la taille des grains sur la fraction volumique des phases au cours du refroidissement dans le cas des lingots de grande dimension. Le logiciel FORGE® a été utilisé pour prédire cette fraction volumique. Les résultats obtenus par simulation ont été comparés avec ceux obtenus expérimentalement à partir des courbes dilatométriques et des mesures de diffraction des rayons X.

Plusieurs travaux de recherche ont été consacrés à la modélisation de la transformation de phase au cours de refroidissement. Cependant, la plupart des recherches effectuées ont été axées sur le calcul des diagrammes TRC et l'uniformité de la dureté. Les diagrammes temps-température-transformation (TTT) sont des outils importants pour prédire l'évolution de la microstructure au cours du refroidissement. Ils permettent l'identification des plages de températures de transformation de chaque phase à savoir les phases, ferrite, perlite, bainite ou martensite, en fonction du taux de refroidissement. Dans ces diagrammes, la température est en fonction du logarithme du temps.

Il existe plusieurs études discutant de l'influence de l'hétérogénéité du carbone et la variation de la taille des grains sur la fraction volumique des phases au cours du refroidissement. Mais, il est difficile de trouver des travaux traitant ces deux facteurs à la fois, surtout lorsqu'il s'agit des lingots de grande dimension.

Dans le cas des lingots de grandes dimensions, la non-uniformité de la dureté entre la surface et le centre causée par la macroségrégation, la variation de la taille des grains et le gradient thermique qui varie entre 30°C en surface et presque 300°C au centre, sont considérées comme l'un des principaux défauts. Lorsque, la taille de grains austénitiques diminue, la croissance de la bainite est retardée et lorsque la taille des grains augmente, les sites de nucléation diminuent et la croissance de la bainite est plus importante. Une augmentation de la teneur en carbone ralentit les cinétiques de transformations.

Afin de prédire la transformation de phase tout en tenant compte des variations de la taille des grains et la teneur en carbone au cours du refroidissement, notre projet de recherche a utilisé les équations de type Avrami, Koistinen et Marburger et la règle d'additivité de Scheil. La détermination expérimentale de la fraction volumique pendant la trempe à l'eau des lingots de grande dimension n'est pas toujours possible en raison de la difficulté de suivre l'évolution de la microstructure. Pour faire face à cela, nous avons utilisé une nouvelle méthode de simulation numérique «multimatériaux».

Ce mémoire est divisé en quatre chapitres. Le premier chapitre présente une revue de la littérature sur la métallurgie des aciers, la formation des différentes phases au cours du refroidissement et d'autres notions théoriques relatives à la trempe. Le deuxième chapitre présente les formulations numériques du problème métallurgique en mettant en évidence les modèles gouvernant les transformations isothermes, l'hétérogénéité du carbone et l'évolution de la taille des grains au cours du refroidissement. Le troisième chapitre décrit la simulation de changement de phase en fonction des propriétés du matériau. Les résultats de simulation nous ont permis de déterminer l'importance des phénomènes en jeu. Enfin, le quatrième chapitre est consacré à la validation expérimentale et met l'accent sur la méthodologie suivie pour mesurer la taille des grains, les proportions de phases et la microdureté de l'acier considéré. Une comparaison entre les résultats numériques et les résultats expérimentaux ont permis d'évaluer la consistance de notre approche de simulation des conditions industrielles réelles.







## CHAPITRE 1

### REVUE DE LA LITTÉRATURE

#### Introduction

Cette revue de littérature présente le procédé du traitement thermique trempe lors duquel les changements de phase majeurs sont produits dans la microstructure de l'acier. Elle met l'accent sur quelques éléments et connaissances métallurgiques de base dans le but de comprendre l'influence des propriétés métallurgiques sur la microstructure. Elle explique le diagramme fer-carbone, les phases retrouvées dans l'acier au cours du refroidissement (la martensite et la bainite), l'influence de la teneur en carbone et de la taille des grains sur la transformation de phases, les diagrammes isothermes TTT et les diagrammes de refroidissement continu TRC. Finalement, elle présente quelques notions relatives à la trempabilité des aciers faiblement alliés.

#### Les aciers faiblement alliés

##### 1.1.1 Les aciers de carbone

Les métaux sont rarement utilisés à l'état pur. Ils le sont, sous forme d'alliages métalliques, s'étudient au moyen de diagrammes de phases. Bien que cet état soit rarement atteint dans les métaux réels, sa connaissance est fondamentale, car il correspond à un état de référence parfaitement défini et il représente l'état vers lequel le système a tendance à évoluer.

Le fer est un métal pur ferromagnétique, sa température de fusion est de 1536°C (J. Barralis & G. Maeder). Les aciers sont des alliages de fer et de carbone dont la teneur en carbone est de moins de 2.1 % figure.1.1. L'ensemble des alliages binaires fer-carbone présentent les phases suivantes :

- **ferrite  $\alpha$**  : de structure cristallographique cubique centrée (CC), solution solide d'insertion de carbone dans le fer  $\alpha$  ;

- **ferrite  $\delta$**  : de structure cristallographique CC est une solution solide d'insertion de carbone dans le fer  $\delta$  ;
- **austénite  $\gamma$**  : de structure cristallographique cubique face centré (CFC), solution solide d'insertion de carbone dans le fer  $\gamma$  ;
- **cémentite ou carbure de fer  $\text{Fe}_3\text{C}$**  : sa composition correspond à une teneur de 6,67 % en masse de carbone. Ce carbure est un composé interstitiel à maille orthorhombique.

Le fer forme aussi des alliages avec un grand nombre d'éléments. La mise en solution solide d'éléments d'alliage dans le fer modifie la position des températures de début de transformation de ferrite en austénite et les températures de fin de transformation de ferrite en austénite). On appelle un élément gammagène, tout élément qui stabilise la phase CFC. Le carbone est un élément fortement gammagène et à l'origine de la formation des carbures.

La méthode la plus utilisée pour déterminer les températures des changements de phase, en particulier le passage de l'état liquide à l'état solide, est l'étude des courbes de refroidissement. L'analyse thermique simple est réalisée en mesurant en continu la température du métal en cours de refroidissement par des thermocouples. L'apparition d'une nouvelle phase se traduit par un dégagement de chaleur qui correspond à une anomalie sur la courbe  $T=f(t)$ . Une réaction isotherme, à savoir la transformation allotropique, la transformation de phase (e.g. eutectoïde  $\gamma = \text{ferrite} + \text{cémentite}$ ) se traduit par la présence d'un palier. La durée du palier est, donc, en première approximation proportionnelle à la fraction de phase transformée.



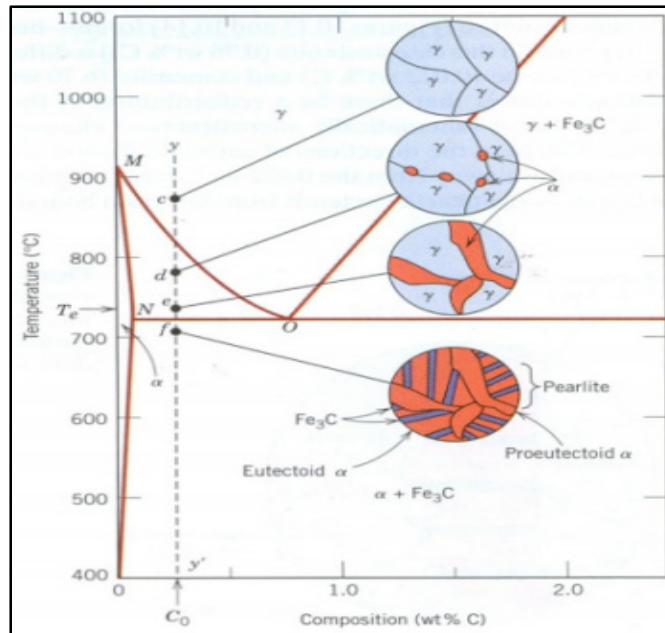


Figure 1.1 Diagramme de phase fer-carbone  
Tiré de Callister et Rethwisch (2008, p. 386)

L'examen de la figure 1.1 montre que pour une teneur en carbone de  $C_0$ , la composition chimique de la phase austénitique  $\gamma$  est eutectoïde. Les différents domaines de transformations, pour des teneurs en carbone inférieure et supérieure à  $C_0$ , sont comme suit :

- Un acier, dont la teneur en carbone égale à  $C_0$ , est appelé acier eutectoïde;
- Un acier, dont la teneur en carbone est inférieure à  $C_0$ , est appelé acier hypoeutectoïde;
- Un acier, dont la teneur en carbone est supérieure à  $C_0$ , est appelé acier hypereutectoïde;

### 1.1.2 Transformation bainitique

Lors du traitement thermique, la phase bainitique apparaît au cours du refroidissement. Elle se produit à des vitesses de refroidissement légèrement plus faibles que dans le cas d'une transformation martensitique. Cette transformation bainitique est contrôlée par diffusion (besoin d'un temps de germination) et par cisaillement (J.Barralis & G.Maeder). La transformation bainitique commence à la température  $B_s$  (température de début de transformation) et se termine à  $B_f$  (température de fin de transformation). Selon (Porter & Easterling, 2001). On distingue deux types de bainite : la bainite supérieure et la bainite inférieure (figure.1.2) :

- La Bainite supérieure : se situe dans la zone supérieure du domaine bainitique. La bainite se forme en « lattes ». Entre ces lattes, des plaquettes de cémentite précipitent. La présence interlattes de la phase fragile de cémentite confère à la bainite supérieure de mauvaises caractéristiques de résilience;
- La Bainite inférieure : apparaît à des températures relativement basses. La ferrite formée dans le domaine bainitique inférieure est plus aciculaire. La diffusion du carbone devient à son tour difficile. De ce fait, les aiguilles de ferrite sont sursaturées en carbone au moment de leur formation. Les carbures de fer précipitent à l'intérieur des aiguilles de ferrite sous forme des plaquettes très fines. La présence de ces précipités de carbure conduit à un durcissement par précipitation de la matrice ferritique conférant ainsi à la bainite inférieure un excellent compromis entre la limite élastique et la résilience ).

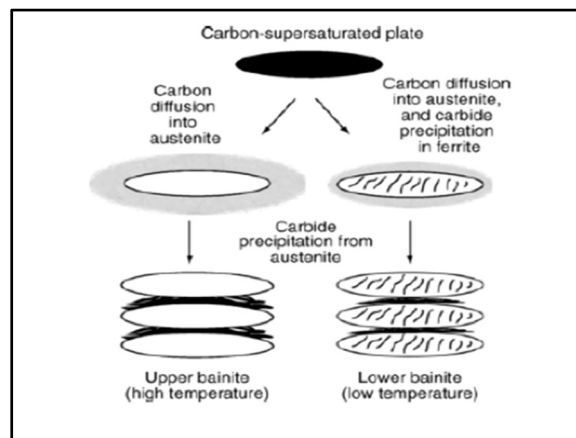


Figure 1.2 Illustration de types de bainite :  
bainite supérieure et bainite inférieure  
Tiré de (Takahashi & Bhadeshia, 1990)

Au cours du refroidissement continu, à partir de la phase austénitique, la microstructure se présente sous forme de différentes structures, à savoir la bainite supérieure, la bainite inférieure ou les structures mixtes.

L'apparition des structures mixtes sont fortement liées aux vitesses de refroidissement. Pour des vitesses de refroidissement relativement rapide, il y a formation d'un produit mixte constitué de la bainite et de la martensite. La martensite se localise dans la zone interlattes (Beaudet, 2009).

Dans le cas des vitesses de refroidissement intermédiaire, la microstructure bainitique se constitue de la ferrite aciculaire, de la cémentite, de l'austénite résiduelle et de la martensite qui se précipite dans les régions interlattes sous forme de films ou de particules. Pour des vitesses de refroidissement relativement lentes, il y a apparition d'un troisième type de bainite, appelé bainite granulaire. Constitué de ferrite aciculaire et des îlots : un mélange d'austénite résiduelle et de la martensite (figure.1.3).

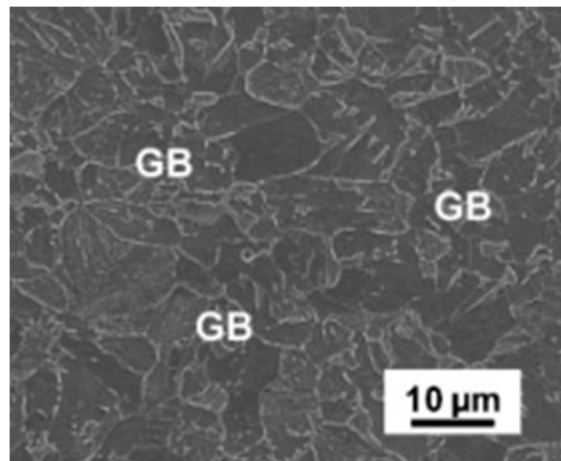


Figure 1.3 Microstructure d'une bainite Granulaire (GB) Tiré de (Gaballero, 2013)

Au cours du refroidissement continu, il existe trois types d'agrégats de microstructure différents à savoir bainite supérieure, inférieure et granulaire, tandis que dans le cas d'une transformation isotherme, on distingue seulement deux types de microstructure bainitique, la bainite supérieure ou inférieure qui dépend seulement de la température de formation (Porter & Easterling, 2001).

### 1.1.3 Transformation martensite

Lorsque la température est inférieure à celle du point  $M_s$  (Martensite Start), la transformation de l'austénite prend un caractère différent en donnant naissance à un constituant particulier : la martensite. La martensite a une structure cristalline quadratique ou tétragonale centrée

dans laquelle les atomes de carbone en insertion restent bloqués dans les sites octaédriques de la structure austénitique CFC (figure.1.4). La transformation martensitique est une transformation displacive, obtenue par cisaillement complexe du réseau de l'austénite lors d'un refroidissement rapide à partir du domaine austénitique (Krauss, 2005). À l'échelle micrographique, la martensite apparaît sous forme de plaquette ou latte. La morphologie de chaque plaquette est formée de fines macles parallèles. Les deux types de morphologie diffèrent selon la teneur en carbone. La martensite en latte (pour des teneurs en carbone faibles, par exemple  $< 0,6 \%$ ) est constituée d'aiguilles grossièrement parallèles alors que la martensite en plaque est formée dans les alliages à plus fort contenu en carbone. La transformation martensitique est une transformation quasi- instantanée et athermique qui se caractérise par une grande dureté due à la présence d'une forte densité de dislocations.

La transformation martensitique peut être décrite par la relation empirique proposée par **Koistinen** et **Marburger** (Porter & Easterling, 2001).

$$y = 1 - \exp(-k((M_s - T_i)^n)) \quad (1.1)$$

Où  $y$  est la fraction massique de l'austénite transformée en martensite et  $k$  et  $n$  sont des paramètres expérimentaux.

La transformation martensitique se produit dans une plage de température dont les limites sont  $M_s$  et  $M_f$  (température de fin de transformation) au-delà de laquelle la martensite ne pourra se former. La teneur en carbone a une influence importante sur la valeur de  $M_s$  et  $M_f$ . Plus la teneur en carbone est élevée, plus ces deux températures sont faibles (Guy MURRY, 1998).

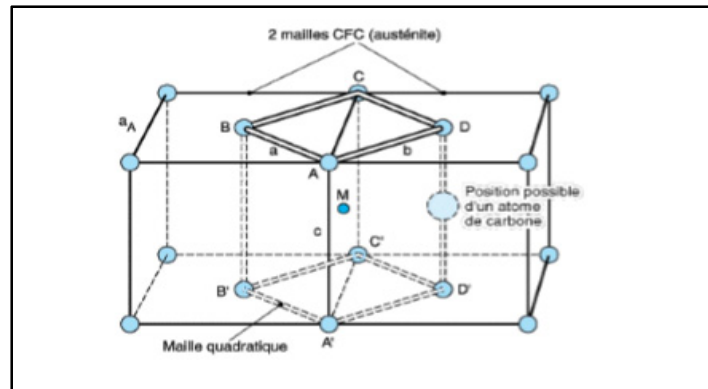


Figure 1.4 Position des atomes de carbone dans la maille Martensitique  
Tiré de (Guy MURRY, 1998)

La transformation martensitique entraîne un changement de volume de l'ordre de 4% engendrant une déformation plastique de la maille cristalline de l'austénite. Cette déformation va ainsi conduire à la formation d'une interface cohérente appelée, plan d'habitat. Ce plan permet de séparer la phase mère (austénitique) de la phase fille (martensitique) (figure.1.5) (Beaudet, 2009).

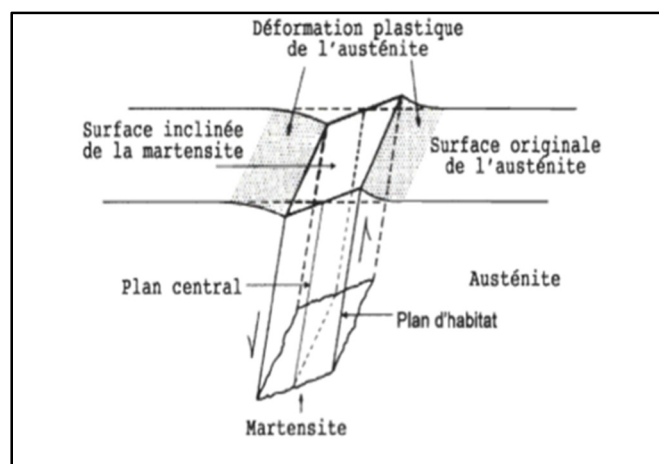


Figure 1.5 Formation d'unité de martensite  
Tiré (Krauss, 2005)

### 1.1.4 La trempabilité

La trempabilité est définie comme étant la capacité d'un acier d'acquérir une dureté élevée sur une grande profondeur au cours du refroidissement. Afin d'obtenir une trempabilité maximale, il est nécessaire de prendre en compte les possibilités de refroidissement représentées par la vitesse de refroidissement. Cette vitesse doit être égale ou supérieure au taux de refroidissement critique auquel l'austénite se transforme en 50 ou 90% de martensite. Lors de la trempé d'une pièce, les vitesses de refroidissement varient d'un point à un autre, pour un milieu de trempé déterminé et une dimension de pièce donnée. Une loi de refroidissement peut être associée à chaque point de la pièce trempée. La différence de trempabilité entre différentes nuances d'acier se traduit par une différence de pénétration de trempé. Cette pénétration de trempé peut être quantifiée par la mesure de la dureté après traitement. La figure 1.6 illustre l'influence de l'addition des éléments Ni et Cr dans un acier à 0.75 % C sur les courbes de pénétration de trempé dans un diamètre de 40mm. (Totten & Howes, 1997).

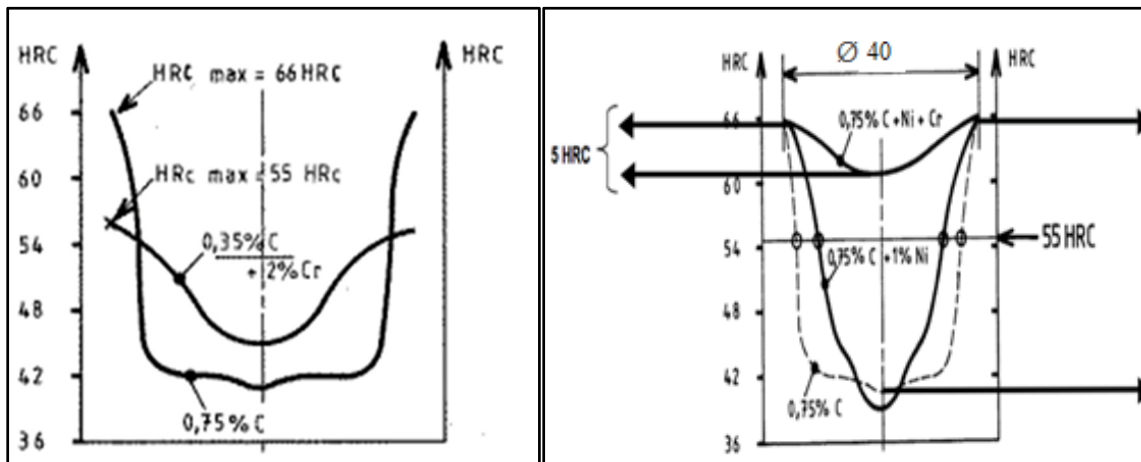


Figure 1.6 Courbe de pénétration de trempé  
Tiré de (Totten & Howes, 1997)

Plusieurs facteurs peuvent affecter la trempabilité. Parmi ces facteurs, on cite la taille de grains austénitique (H.K.D.H. Bhadeshia & Christian, 1990), les éléments d'alliage et l'homogénéité compositionnelle. Généralement, la dissolution des éléments d'alliage dans

l'austénite améliore la trempabilité, à l'exception du cobalt. La présence de tels éléments d'alliage contribue au ralentissement de la croissance de différentes phases gouvernées par la diffusion (faible diffusivité). En effet, les éléments non carburigènes comme Si, Ni, Mn, Cu augmentent de manière similaire les temps d'incubation des domaines perlitique et bainitique. Les éléments fortement gammagènes (Ni, Mn) ont tendance à faire rapprocher les deux températures  $Ac_1$  et  $Ac_3$  par contre le silicium a tendance à les éloigner du fait de son caractère alphagène. Les éléments carburigènes (Cr, Mo, V, W, Nb ...) permettent à la formation des fins carbures contenant des éléments d'alliage tel que le ( $Mo_2C$ ,  $V_4C_3$ ,  $W_2C$ ....) aux joints de grains austénitiques. Ceci permet de ralentir la germination de la ferrite sur ces sites de germination, et ainsi augmenter l'énergie libre de formation de la ferrite et de la cémentite. Par conséquent, la redistribution de ces éléments dans la ferrite et dans la cémentite est limitée et donc la transformation est retardée. (Porter & Easterling, 2001).

Par ailleurs, l'ajout d'un faible pourcentage (0,5 à 5%) de ces éléments (Cr, Mo, V, W, etc..) permet d'augmenter les températures  $Ac_1$  et  $Ac_3$  en repoussant les deux domaines perlitique et bainitique vers la droite et font apparaître le nez perlitique et bainitique ( J. Barralis & G.Maeder).

Un autre facteur influençant la trempabilité est la taille de grains. Ce dernier influence la croissance et la germination de la perlite et de la ferrite. Cet effet est représenté sur le diagramme TRC de la figure 1.7 d'un acier faiblement allié avec des tailles de grains austénitiques différentes. On peut voir que l'augmentation de la taille des grains décale les courbes de début de transformation ferritique vers la droite.

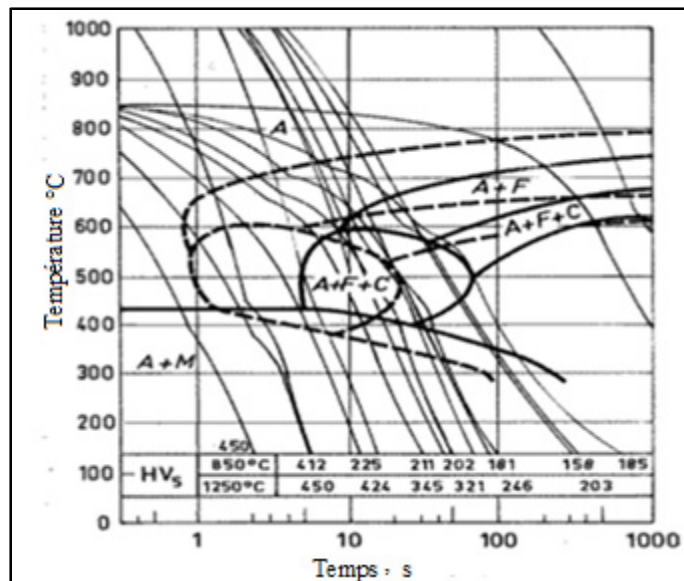


Figure 1.7 Diagramme TRC d'un acier 0.18%C pour deux tailles de grains Austénitiques en pointillé 10μm et en trait plein 200μm  
Tiré de (H.K.D.H. Bhadeshia & Christian, 1990)

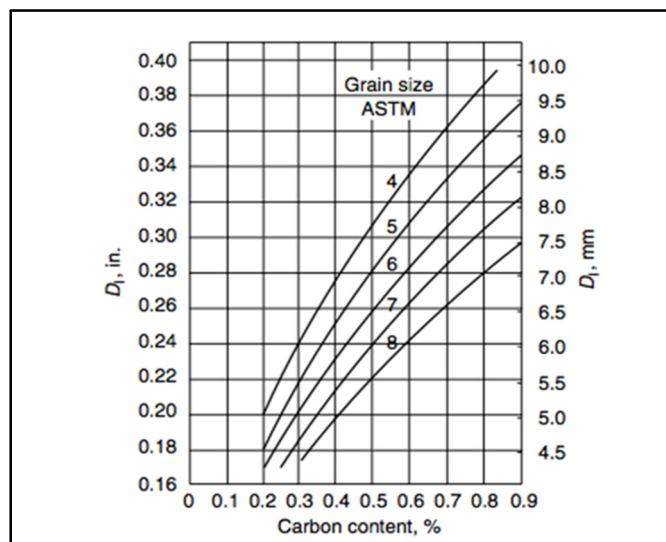


Figure 1.8 Influence de la grosseur du grain sur le diamètre critique de trempe  
Tiré de (H.K.D.H. Bhadeshia & Christian, 1990)

En fait, une augmentation de la taille de grains austénitiques correspond à une diminution de la surface des joints de grains. Ceci mène à une diminution du nombre des sites de germination, et par conséquent une amélioration de la trempabilité de l'acier. Les éléments



sous forme de carbure ou inclusion non métallique, ont un effet néfaste sur la trempabilité. La présence de ces inclusions empêche la croissance des grains austénitiques. De ce fait, la (Figure.1.8) montre que une augmentation de la taille de grains austénitiques diminue le nombre de sites de germination de perlite. En revanche, l'augmentation de la taille de grain améliore la trempabilité, mais dégrade les propriétés mécaniques. Ce moyen n'est jamais utilisé pour augmenter la trempabilité d'un acier

### 1.1.5 Corrélation entre la vitesse de refroidissement et la taille de grain

Lors du traitement thermique, plus précisément pendant la phase du refroidissement (la trempe), les constituants formés sont hors équilibre thermodynamique. La corrélation entre la vitesse de refroidissement et la microstructure est observée sur les courbes TRC illustrées par la Figure 1.9.

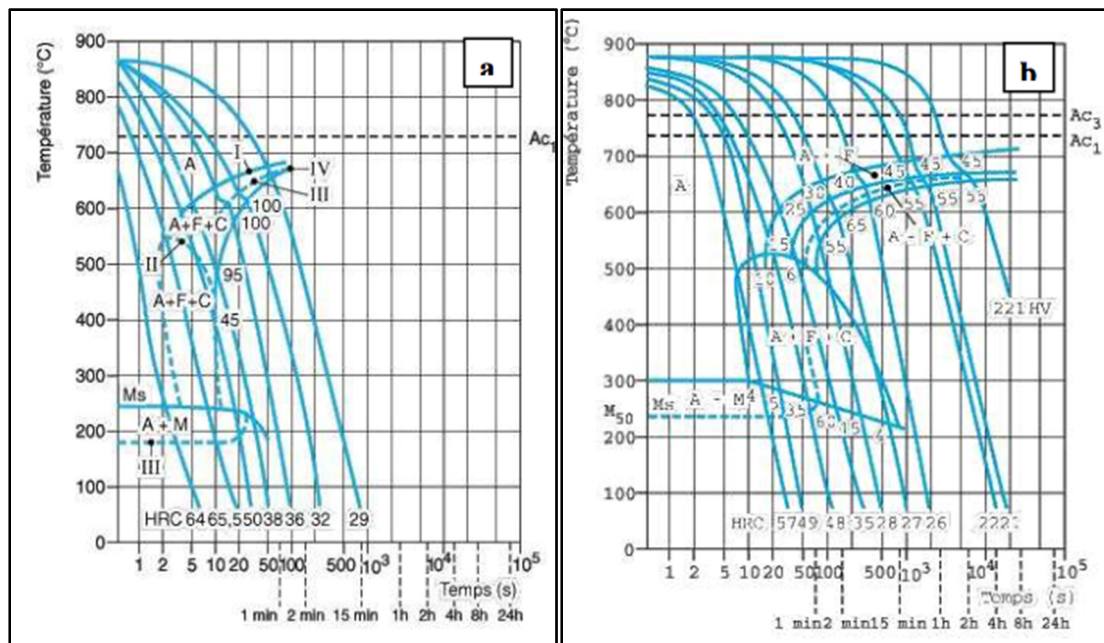


Figure 1.9 Diagramme TRC, 30 min d'austénitisation à 850 °C  
Tiré de (Guy MURRY, 1998)

Il existe une vitesse critique de refroidissement. Au-delà de cette vitesse, la microstructure obtenue est perlitique. À une vitesse inférieure de la vitesse critique de refroidissement, la

microstructure obtenue est bainitique et martensitique. La vitesse de refroidissement influence la température de début de transformation bainitique tandis que la formation de la martensite commence à une température précise,  $M_s$ , qui est indépendante de la vitesse de refroidissement.

Les éléments d'alliage influencent également la forme des courbes TRC. L'étude de (Guy MURRY, 1998) figure.1.9 a montré que les transformations bainitique et ferrito-perlitique peuvent se produire à des vitesses moins élevées que celle d'un acier non allié.

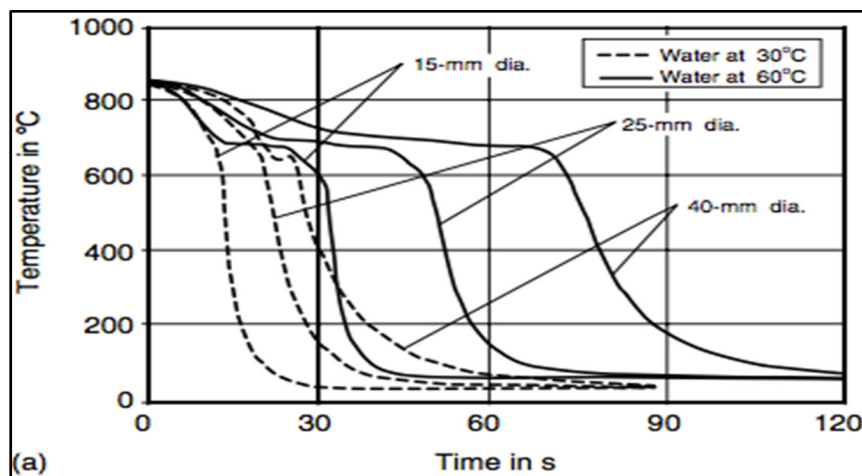


Figure 1.10 L'influence de la taille de l'échantillon sur la vitesse de refroidissement et d'un échantillon d'acier CrNi.  
(A) Courbe de refroidissement au centre de l'échantillon  
Tiré de (Koistinen & Marburger, 1959)

D'autres études ont montré que la vitesse de refroidissement dépend de la taille des éprouvettes. La figure 1.10 illustre l'effet de la taille de l'échantillon sur les courbes de refroidissement d'une même nuance d'acier avec trois éprouvettes 15, 25 et 40 mm trempées dans des bains d'eau de 30°C et 60°C. La vitesse de refroidissement a tendance à se ralentir au fur et à mesure que la taille de l'échantillon augmente.

### 1.1.6 Influence de la teneur en carbone

La teneur en carbone joue un rôle important dans la formation des carbures. Pour les

températures comprises entre 400 et 700°C, d'après le diagramme d'équilibre fer-carbone de la figure.1.11, la phase présente est une structure ferrite- cémentite  $\text{Fe}_3\text{C}$  (cas des aciers dont la teneur en carbone est entre 0,02 % C et 0,7 %). Lorsque la température augmente de 890°C à environ 1240°C, la structure devient monphasée (sans présence de ferrite et de carbures).

La dureté augmente avec l'augmentation de la concentration de carbone dissous dans l'austénite. Cette augmentation de la dureté est engendrée par l'augmentation de la densité des dislocations et des distorsions qui apparaissent dans le réseau cristallin de la martensite en raison d'une plus grande présence des atomes de carbone insérés. En effet, quand la concentration de carbone dépasse 0,5 % poids, la dureté augmente légèrement (Koistinen & Marburger, 1959), car la distorsion élevée au niveau de la phase martensitique empêche toute nouvelle transformation de l'austénite. Plus le % de carbone augmente plus  $M_f$  diminue et se déplace en dessous de la température ambiante comme indiqué dans la figure 1.11. Plus  $M_f$  diminue, plus la quantité d'austénite résiduelle restante dans la structure de la martensite augmente (Stevens & Haynes, 1956).

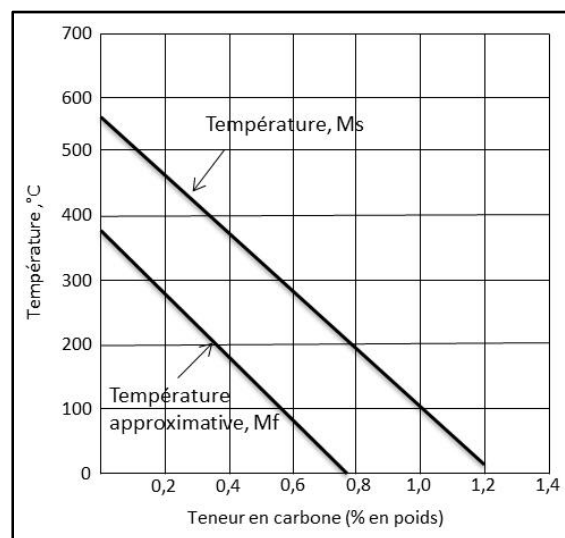


Figure 1.11 Influence de la teneur en carbone sur les températures de début et de fin de la transformation martensitique  
Tiré de (Stevens & Haynes, 1956)

La teneur en carbone influence aussi la cinétique de transformation bainitique et en particulier la température du début de transformation bainitique,  $B_s$  comme indiqué sur la figure 1.12. Il est toutefois important de souligner que c'est la teneur en carbone qui influence le déplacement des domaines de transformation de l'austénite en bainite. En effet, il est facile d'observer sur les courbes présentées dans la figure 1.12, que l'augmentation de la teneur en carbone va de pair avec la diminution de  $B_s$ , °C

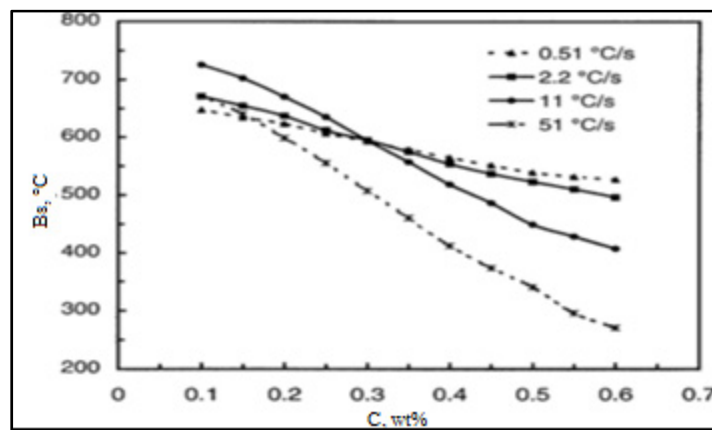


Figure 1.12 Température de début de transformation bainitique par rapport à la concentration de carbone: les quatre lignes indiquent les vitesses de refroidissement  
Tiré (WANG, WOLK, & ZWAAG, 1999)

Lorsqu'une transformation est incomplète (quand la température de fin de transformation martensitique  $M_f$  est en dessous de la température ambiante), une certaine quantité d'austénite résiduelle peut subsister dans la structure. (Koistinen & Marburger, 1959) ont proposé une relation empirique pour évaluer la teneur en austénite résiduelle après trempe :

$$Z_m = Z_\gamma \{1 - \exp[-\alpha(M_s - T)]\} \quad (1.2)$$

Avec :  $\alpha$  - une constante ajustable pour une nuance particulière ;  $T$  - température considérée;  $Z_m$  et  $Z_\gamma$  - respectivement la proportion de martensite formée et la proportion d'austénite restante.

cette équation implique différentes approximations.

- La transformation martensitique ne peut jamais atteindre 100%
- La transformation est indépendante du temps.

Par rapport à la martensite, l'austénite résiduelle possède une très faible dureté et. Parce que l'austénite résiduelle est instable, elle peut se transformer immédiatement en martensite ou bainite lors d'une mise sous charge.

Le problème de l'austénite résiduelle concerne surtout les nuances alliées riches en carbone. Un cas typique et important est celui des aciers hypereutectoïde. L'austénite résiduelle après trempe dépend fortement des conditions de l'austénitisation. Celles-ci influant sur la mise en solution des carbures modifient fortement la composition chimique et par conséquent, la position des points  $M_s$  et  $M_f$ .

(A. Constant, 1992) se sont intéressés à l'influence du taux de carbone dissout dans l'austénite sur la proportion d'austénite résiduelle. Ils ont constaté que le taux d'austénite résiduelle augmente lorsque la teneur en carbone augmente comme indiqué sur la figure.1.13.

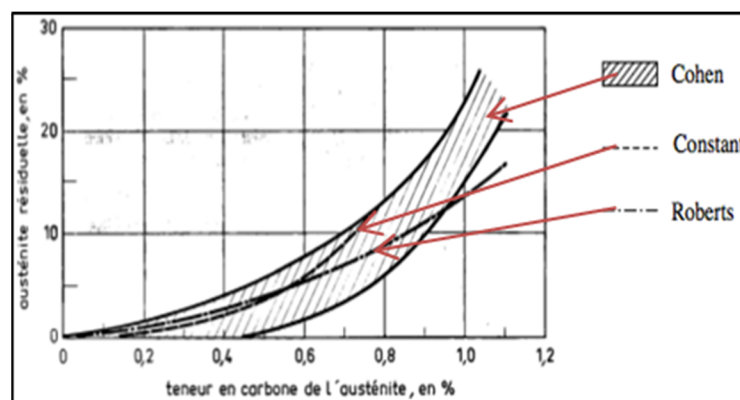


Figure 1.13 Influence de la teneur en carbone sur la proportion d'austénite résiduelle  
Tiré de (A. Constant, 1992)

La teneur en carbone influence significativement les courbes TTT. Cet effet s'observe particulièrement sur les courbes TTT illustrées par la figure 1.14 d'un acier hypoeutectoïde dont les températures caractéristiques de transformations  $A_3$ ,  $M_s$  et  $M_f$  diminuent avec l'augmentation du pourcentage de carbone tandis que la température eutectoïde  $A_1$  reste inchangée. Il y a ainsi un décalage des courbes de début et de fin de transformation, à savoir les courbes de début et de fin de transformation ferritique, perlitique ou bainitique vers la droite. Ce phénomène s'explique par le fait que le carbone stabilise la phase austénitique. Par conséquent, les transformations contrôlées par diffusion nécessitent une période d'incubation plus longue lorsque le pourcentage de carbone augmente.

Les deux températures caractéristiques  $A_1$  et  $A_3$  mesurées au cours du refroidissement définissent respectivement les températures de début et de fin de transformations de l'austénite dans les aciers. Pour refroidir l'acier, il est nécessaire de se trouver au-delà de la température  $A_3$  lorsqu'on se trouve au-dessus de la température  $A_3$  la structure est totalement austénitique. L'étude de (Mehl & Wells, 1937) a montré que la position de la température caractéristique de transformation  $A_3$  diminue en fonction de la teneur en carbone de l'acier, en général, lors du traitement thermique, une température  $A_3 + (25 \text{ à } 50^\circ\text{C})$  est choisie dans le but de garder une marge d'erreur.

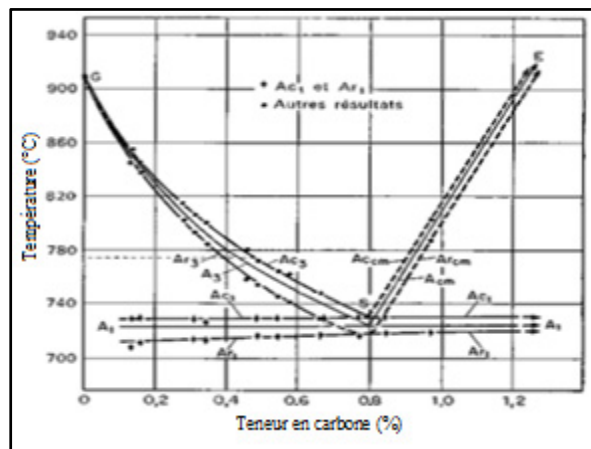


Figure 1.14 Influence de la teneur en carbone sur les températures de transformation des alliages fer-carbone

Tiré de (Mehl & Wells, 1937)

### 1.1.7 Influence de la taille de grain

La taille de grains austénitiques joue un rôle important dans la cinétique de transformations de phases. La taille de grains fine provoque le décalage de début de transformation vers la gauche (c'est à dire diminution de temps d'incubation des transformations diffusives). Une taille de grains grossière décale les courbes de début de transformation vers la droite (augmente le temps d'incubation des transformations). Ce phénomène est expliqué par le fait que l'augmentation de la taille des grains est accompagnée par la diminution de la longueur des joints de grains. Ceci conduit à la diminution du nombre de sites de nucléation. Pour les transformations displacives (aciers bas carbone), (Sastri & West, 1965) ont montré les premiers que les défauts de structure comme les dislocations, lacunes ou défauts d'empilements ont une influence prédominante par rapport à la taille de grain austénitique sur la température de début de transformation martensitique, tandis que (Yang & Bhadeshia, 2009) ont montré que l'augmentation du point de début de transformation  $M_s$  va de pair avec l'augmentation de la taille de grains.

En effet, lorsque la taille de grains austénitiques diminue la surface des joints de grains augmente. Par voie de conséquence, le nombre de sites de germination de l'austénite augmente. Cependant, la diminution de la taille de grains austénitiques conduit à une baisse de la trempabilité de l'acier.

La taille de grains austénitiques influence aussi la microstructure et la morphologie des phases obtenues lors du refroidissement. Les travaux de (S.Morito, 2005) sur des microstructures martensitiques obtenues après transformation sur trois aciers bas carbone faiblement alliés ont montré que la taille des paquets de lattes martensitiques et l'épaisseur des blocs constituant les paquets diminuent quand la taille de grains austénitiques diminue. L'étude de (Lee, Park, & Lee, 2008) a montré que, lorsque la taille de grains austénitiques diminue, le taux de transformation de bainite supérieure augmente, car le développement de la bainite supérieure se produit au niveau des joints de grains austénitiques.

La variation de la taille de grains austénitiques influence significativement la proportion de

bainite transformée. (Umemoto, Komatsubara, & Tamura, 1980) se sont intéressés à l'influence de la taille de grain sur la vitesse de transformation bainitique. Ils ont constaté que la vitesse de transformation bainitique augmente lorsque la taille de grains austénitiques diminue, tandis que (Graham & Axon, 1959) ont montré qu'un affinement de la taille de grains réduit la fraction volumique totale transformée. La croissance des paquets de lattes bainitiques est bloquée par les joints de grains et, par conséquent, retarde la vitesse de réaction globale.

## **Projet de recherche**

### **1.1.8 Objectif**

L'objectif de cette étude est de simuler l'influence de la macroségrégation et la variation de la taille des grains sur les cinétiques de transformations des phases au cours du refroidissement d'un bloc de grande dimension.

### **1.1.9 Méthodologie**

Étant donné que l'objectif de ce mémoire est de simuler les transformations de phases se produisant au cours du refroidissement des lingots de grandes dimensions, la méthode utilisée s'est appuyée sur la simulation et sur l'expérimentation. Dans un premier temps, des simulations 3D de l'opération de trempe à l'eau ont été mises en place à l'aide du module multimatériaux du logiciel de simulation par éléments finis, Forge® NxT 1,1. Les valeurs des constantes thermiques, les propriétés mécaniques à différentes températures, et les caractéristiques des phases métallurgiques en jeu ont été obtenus en utilisant le logiciel JmatPro.

Dans un deuxième temps, et afin de vérifier la fiabilité des simulations, des méthodes expérimentales ont été développées pour déterminer l'évolution de la taille de grain et les proportions de phases de l'acier étudié. Spécifiquement, des éprouvettes sont présentées dans différentes zones (surface, quart et cœur) d'un bloc d'acier allié à faible carbone de



dimensions 100×40×50 pouces. Les essais dilatométriques, les analyses métallographiques et de diffraction des rayons X ont permis de déterminer la fraction volumique de la bainite, la martensite et l'austénite résiduelle et les corrélérer avec la taille de grain et la vitesse de refroidissement dans différentes zones de la pièce.

Finalement, les résultats numériques obtenus ont été comparés avec les résultats d'essais expérimentaux dans le but de vérifier la fiabilité des prédictions. Les différences entre les résultats des simulations et expérimentales sont discutées et les paramètres à l'origine de ces différences identifiés.



## CHAPITRE 2

### MODÉLISATION NUMÉRIQUE DU PROBLÈME MÉTALLURGIQUE

#### Rappels sur les modèles des cinétiques de transformation de phase pendant la trempe

Lors du traitement thermique, au cours du refroidissement, les phases sont formées dans des conditions hors équilibre thermodynamique. Cela rend légitime la définition d'une cinétique de transformation qui modélisera, hors équilibre, les fractions volumiques et les vitesses de formation des nouvelles phases. Parmi les modèles qui décrivent l'évolution microstructurale d'un acier au cours du refroidissement on peut distinguer la méthode isotherme basée sur les diagrammes TTT (figure.2.1).

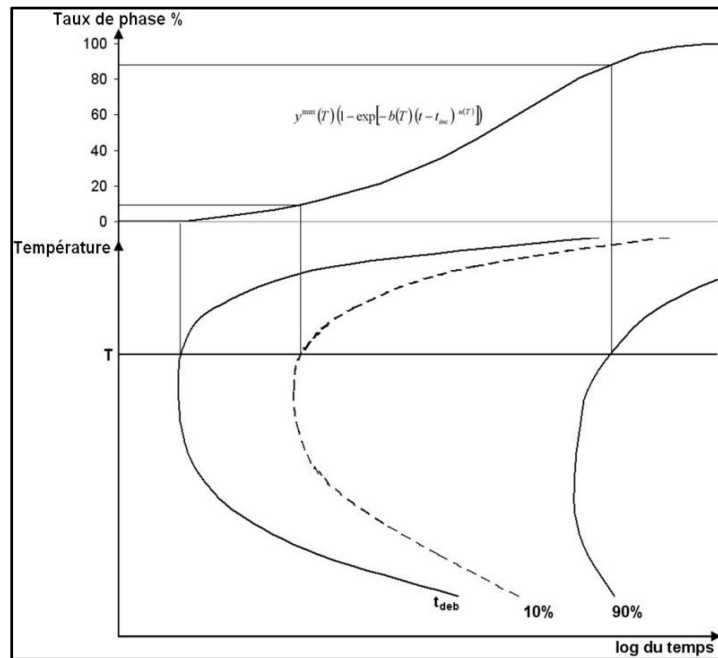
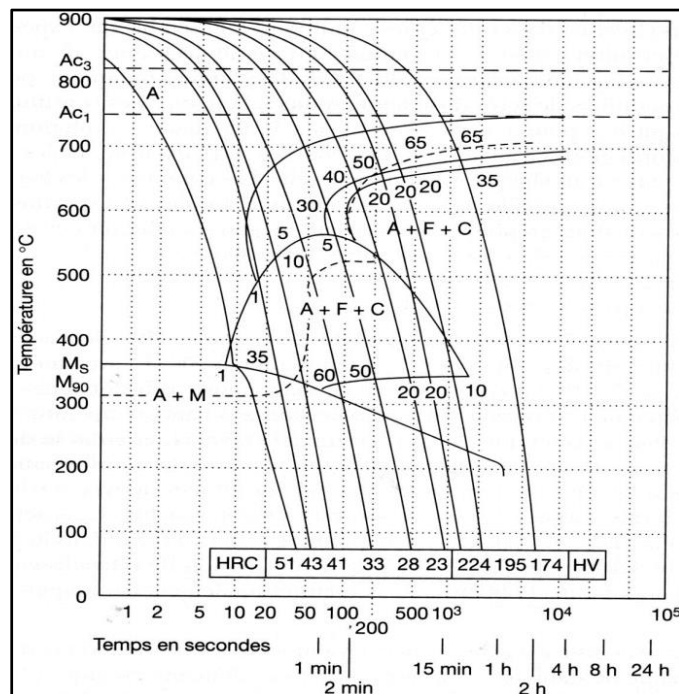


Figure 2.1 Tracé schématique d'une courbe TTT  
Tiré de (Barralis & Maeder, 1997)

Ces diagrammes réunissent les courbes indiquant le temps et la température du début et de la fin de la transformation, ainsi que des temps intermédiaires (10 %, 50 %) qui fournissent des informations supplémentaires sur la transformation.

À une température de maintien isotherme  $T_i$  définie, la transformation de l'austénite commence après un temps d'incubation. L'austénite se transforme progressivement en ferrite et cémentite (F+C). Les transformations de l'austénite au cours d'un refroidissement continu sont présentées par le diagramme TRC (Fig. 2.2). Les domaines ferritique, perlitique, bainitique et martensitique sont identifiés sur les diagrammes TRC et les nombres indiqués le long d'une courbe particulière correspondent aux pourcentages massiques du constituant formés dans le domaine qu'on vient de quitter.



## Formulation numérique

Il existe deux types de transformations métallurgiques : la transformation avec diffusion et la transformation sans diffusion (transformation martensitique).

La transformation diffusive se passe en trois étapes :

- La germination débute généralement aux joints de grains austénitiques. Plus l'écart à l'équilibre est grand, plus la germination est rapide;
- La croissance : cette étape est contrôlée par diffusion de carbone et d'éléments d'alliages, ce qui conduit à une augmentation de la taille des germes au cours du temps;
- La coalescence : correspond à la diminution de nombre total des particules de phase tandis que la croissance de grandes particules de la même phase continue à croître, par conséquent, la croissance baisse à cause de la disparition des petites particules.

Dans le cadre de la modélisation des transformations de phase à l'aide des données isothermes, les méthodes cinétiques sont largement utilisées lorsqu'on veut simuler des procédés de traitement thermique. En effet, dans le cadre de ce travail nous allons utiliser l'algorithme de résolution de l'outil de calcul Forge® NxT 1,1 qui est développé selon ces méthodes qui sont présentées brièvement dans ce qui suit :

De manière générale, au cours d'un refroidissement continu, les transformations de phases se produisent dans des conditions hors équilibre thermodynamique. Différentes méthodes ont été utilisées pour prédire les changements de phase, on peut citer le modèle de (Leblond, Devaux, & Devaux, 1989):

$$\dot{y} = \frac{y_{eq}(T) - y}{\tau(T)} f(\dot{T}) \quad (2.1)$$

Où :

- $y_{eq}(T)$  : est la courbe de transformation à l'équilibre.
- $\tau(T)$  : est une fonction qui représente le temps d'incubation pour déterminer le retard par rapport à l'équilibre.

- $f(\dot{T})$  : est une fonction qui permet d'introduire d'autres grandeurs comme la taille de grain, vitesse de refroidissement, etc.

(Taleb, Cavallo, & Waeckel, 2001) ont proposé une approche qui permet d'accéder aux cinétiques anisothermes à partir de l'ensemble des données dérivées du diagramme TRC à travers la relation suivante :

$$\dot{y} = f(T, \dot{T}, y, d_g, c) \quad (2.2)$$

Où :

- $d_g$  la taille de grain.
- $c$  teneur en carbone.
- $y$  proportions de phase.

Dans ce modèle  $\dot{T}$  est présentée comme une variable interne pouvant être la vitesse de refroidissement, teneur de carbone et taille de grain de base. Où  $T, \dot{T}, y, d_g, c$  sont à définir expérimentalement par interpolation linéaire.

(Inoue & Arimoto, 1997) ont proposé une approche basée sur la loi de Johnson et Mehl :

$$y = 1 - \exp(-V) \quad (2.3)$$

$V$ : le volume de la phase fille en fonction de la température, de la contrainte et du pourcentage en carbone :

$$V = \int_0^t f(T, \sigma, c)(t - \tau)^3 d\tau \quad (2.4)$$

Les valeurs des données  $T, \sigma, c$  sont définies à partir des essais expérimentaux isothermes (courbes TTT) ou en refroidissement continu (courbes TRC).

### 2.1.1 Principe d'additivité de Scheil

Ce principe est généralement utilisé afin d'accéder aux cinétiques non isothermes à partir des données isothermes (courbe TTT). La méthode consiste à diviser le processus thermique en petits paliers élémentaires, selon lequel, le taux de phase finale est le résultat de la somme de transformations élémentaires.

Le principe d'additivité stipule que l'on atteint le temps d'incubation  $t_0$  quand :

$$\int_0^{t_0} \frac{dt}{\tau(T)} = 1 \quad (2.5)$$

Où :

$\tau(T)$  est le temps de début de transformation en condition isotherme à la température  $T$ .

La forme discrétisée de l'équation est comme suit :

$$\int_0^{t_0} \frac{dt}{\tau(T)} = \sum_{i=1}^{n_i} \frac{\Delta t_i}{\tau(T_i)} = 1 \quad (2.6)$$

$n_i$  le nombre de paliers isothermes.

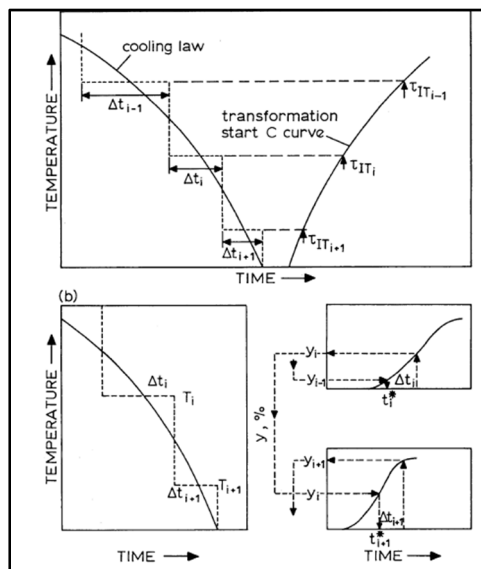


Figure 2.3 Principe du temps fictif.

### 2.1.2 Équations utilisées pour calculer les transformations de phases

Afin de calculer la fraction de phase transformée, il faut faire un couplage entre le principe d'additivité de Scheil et la loi de croissance en condition isotherme.

Après la connaissance de la valeur du taux  $y_{i-1}$  calculé sur le palier i-1 à la température  $T_{i-1}$  on calcule le temps nécessaire pour obtenir un taux équivalent  $y_{i-1}$  en condition isotherme mais à la température  $T_i$ , ce temps est appelé le temps fictif  $t_i^*$ . On ajoute l'incrément de temps,  $\Delta t_i$  du palier i au temps fictif  $t_i^*$  et on progresse à la détermination de la nouvelle proportion  $y_i$ .

Le modèle d'Avrami s'écrit donc pour un incrément n comme suit :

$$y_n = y_n^{max} [1 - \exp(-b_n \Delta t_{croiss}^{n_n})] \quad (2.7)$$

D'une façon générale, on écrira la nouvelle proportion de phase  $y_i$  au temps  $t_i$  à la température  $T_i$  sous la forme suivante (Cardinaux, 2008):

$$y_i = y_{(T_i)}^{max} [1 - \exp(-b(T_i)(t_i^* + \Delta t_i)^{n(T_i)})] \quad (2.8)$$

$$t_i^* = \left[ \frac{\ln \left( \frac{y_{i-1}}{y_i^{max}} \right)}{b_i} \right]^{1/n_i} \quad (2.9)$$

Les deux paramètres d'Avrami ( $b_i$  et  $n_i$ ) ont été définis à partir du diagramme TTT du matériau. Pour toute température T, il est nécessaire de connaître le temps d'incubation ainsi que deux points de la courbe TTT.

Le diagramme TTT fournit les courbes de fin d'incubation (transformation à 1%), de transformation à 10% et de transformation à 90%. Pour toute température T, les deux



paramètres d'Avrami ( $b(T)$  et  $n(T)$ ) (Aliaga, 2000) sont définis alors par les deux relations suivantes :

$$n(T) = \ln \left[ \frac{\ln \left( 1 - \frac{10\%}{y^{max}(T)} \right)}{\ln \left( 1 - \frac{90\%}{y^{max}(T)} \right)} \right] / \ln \left( \frac{t_{10\%}(T) - t_{deb}(T)}{t_{90\%}(T) - t_{deb}(T)} \right) \quad (2.10)$$

$$b(T) = - \frac{\ln \left( 1 - \frac{10\%}{y^{max}(T)} \right)}{t_{10\%}(T) - t_{deb}(T))^{n(T)}} = - \frac{\ln \left( 1 - \frac{90\%}{y^{max}(T)} \right)}{t_{90\%}(T) - t_{deb}(T))^{n(T)}} \quad (2.11)$$

### 2.1.3 Approche utilisée pour estimer les diagrammes TTT et TRC

Kirkaldy (Kirkaldy & Venugopalan, 1984) a développé une méthode basée sur le principe d'additivité, capable de calculer les diagrammes TTT à partir de la composition chimique et la taille de grain du matériau. En effet, l'algorithme de résolution implanté dans le préprocesseur de l'outil de calcul Forge® NxT 1,1 est développé selon cette méthode.

Dans un premier temps, il détermine les domaines de formation des différentes phases (températures caractéristiques des changements de phases) et ensuite dans un deuxième temps on peut calculer:

- Les températures de début et fin d'austénitisation AC1 et AC3;
- La température de début et de fin de transformation bainitique Bs, Bf;
- La température de début de transformation martensitique Ms.

En effet, les modèles servis pour le calcul de ces températures sont des modèles empiriques basés sur la caractérisation de certains nombres de nuances comprises généralement d'aciers à moins de 0,6% de carbone.

Température AC3 : le préprocesseur de logiciel Forge® NxT 1,1 s'appuie sur deux méthodes différentes et calcule une valeur moyenne entre les deux résultats. Les lois choisies sont Andrew (1965).

$$A_{C3} = 910 - 203\sqrt{C} - 15.2Ni + 44.7Si + 104V + 31.5Mo + 13.1W - 30Mn - 11Cr - 20Cu + 700P + 400Al + 120As + 400Ti \quad (2.12)$$

$$\begin{aligned} A_{C3} = & 912 - 370C - 27.4Mn + 27.3Si - 6.35Cr - 37.2Ni + 95.2V \\ & + 190Ti + 72Al + 64.5Nb + 5.57W + 332S + 276P + 485N \\ & - 900B + 16.2C.Mn + 32.3C.Si + 15.4C.Cr + 48C.Ni \\ & + 4.32Si.Cr - 17.3Si.Mo - 18.6Si.Ni + 4.8Mn.Ni \\ & + 40.5Mo.V + 174C^2 + 2.46Mn^2 - 6.86Si^2 + 0.322Cr^2 \\ & + 9.9Mo^2 + 1.24Ni^2 - 60.2V^2 \end{aligned} \quad (2.13)$$

La température AC1 a été calculée par le modèle d'Andrew (Andrews, 1965):

$$AC1 = 723 - 10.7Mn - 16.9Ni + 29.1Si + 16.9Cr + 6.38W + 290As \quad (2.14)$$

La température de Hultgren TH est calculée à partir d'un diagramme d'équilibre. En effet, cette température est supérieure à la température Bs (début de transformation bainitique) et inférieure à la Température AC1.

En ce qui concerne Bs, il est calculé à partir du modèle de Kirkaldy (Kirkaldy & Venugopalan, 1984):

$$Bs = 656 - 57.7C - 35Mn - 75Si - 15.3Ni - 34Cr - 41.2Mo \quad (2.15)$$

L'identification de la température caractéristique de début de transformation martensitique est estimée à partir des modèles suivants : (Stevens & Haynes, 1956) et (Andrews, 1965). Comme pour AC3, une moyenne sera établie entre les deux résultats :

Haynes

$$M_s = 561 - 474C - 33Mn - 17Cr - 17Ni - 21Mo + 10Co - 7.5Si \quad (2.16)$$

Andrews

$$M_s = 512 - 452.8C - 16.92Ni + 14.97Cr - 9.5Mo - 71.44Mn - (231) - 67.62CrC + 216.9C^2 \quad (2.17)$$

En utilisant les équations ci-dessus la variation de la fraction transformée en fonction du temps développée par Kirkaldy s'écrit comme suit :

$$\frac{dy_i}{dt} = f_1(G)f_2(C, Mn, Ni, Mo, Cr)f_3(T)f_4(y_i) \quad (2.18)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} f_1(G) = 2^{(G-1)/2} \\ f_3(T) = \Delta T^n D \\ f_4(y_i) = \frac{(y_i)^{\frac{2(1-y_i)}{3}} (1-y_i)^{\frac{2y_i}{3}}}{X} \end{array} \right. \quad (2.19)$$

G est la taille de grain ; C, Mn, Ni, Cr et Mo sont les pourcentages massiques des différents éléments de l'alliage ; T est la température et  $\Delta T$  le sous-refroidissement par rapport à la température de la ferrite  $Ae_3$ ; n dépend du type de mécanisme de diffusion et D dépend de l'énergie d'activation de la diffusion ;  $y_i$  est le pourcentage de la phase apparente et X est un facteur de retard de la réaction.

Le temps de la transformation d'une proportion  $y_i$  de la phase i, à une température T est donné par  $\tau_i$

$$\tau_i(y, T) = \int_0^y \frac{dx}{f_1(G)f_2(C, Mn, Ni, Mo, Cr)f_3(T)f_4(y_i)} \quad (2.20)$$

Les temps de transformation ferritique, perlitique et bainitique sont ainsi calculés comme suit (Aliaga, 2000):

$$\tau_f(y, T) = \int_0^y \frac{59.6Mn + 1.45Ni + 67.7Cr + 244Mo}{2^{\frac{G-1}{2}} \Delta T^3 e^{\frac{-23500}{RT}} x^{\frac{2(1-x)}{3}} (1-x)^{\frac{2x}{3}}} dx \quad (2.21)$$

$$\tau_p(y, T) = \int_0^y \frac{\left[1.79 + 5.42(Cr + Mo + 4MoNi)\right] e^{\frac{-64500}{RT}}}{2^{\frac{G-1}{2}} \Delta T^3 \left( e^{\frac{-37000}{RT}} + (0.01Cr + 0.52Mo) e^{\frac{-27500}{RT}} \right) x^{\frac{2(1-x)}{3}} (1-x)^{\frac{2x}{3}}} dx \quad (2.22)$$

$$D_f = e^{\frac{-23500}{RT}} x^{\frac{2(1-x)}{3}} (1-x)^{\frac{2x}{3}} \quad (2.23)$$

$$D_p = \left( e^{\frac{-23500}{RT}} + (0.01Cr + 0.52Mo) e^{\frac{-27500}{RT}} \right) x^{\frac{2(1-x)}{3}} (1-x)^{\frac{2x}{3}} \quad (2.24)$$

$$\tau_b(y, T) = \int_0^y \frac{X(2.34 + 10.1C + 3.8Cr + 19Mo) \cdot 10^{-4}}{2^{\frac{G-1}{2}} \Delta T^2 e^{\frac{-27500}{RT}} x^{\frac{2(1-x)}{3}} (1-x)^{\frac{2x}{3}}} dx \quad (2.25)$$

Avec :

$$X = \exp\left[(1.9C + 2.5Mn + 0.9Ni + 1.7Cr + 4Mo - 2.6)x^2\right] \quad (2.26)$$

#### 2.1.4 Diagramme TTT estimé à partir du logiciel JmatPro

Dans la partie précédente, les courbes TTT ont été calculées à partir des modèles phénoménologiques utilisant des aspects statistiques (Aliaga, 2000). Ces modèles permettaient de fournir les données nécessaires pour déterminer les cinétiques des transformations de phase tout au long du processus de refroidissement. Cependant, ce genre d'approches ne converge pas vers des solutions bonnes et précises (Aliaga, 2000).

En ce qui concerne les approches basées sur les observations microscopiques de la microstructure. Les changements de phase sont abordés à l'échelle morphologique. Les cinétiques de changement de phase sont calculées à partir des modèles basés sur le bilan de quantité de masse réalisée aux interfaces ainsi que la diffusion de carbone et autres éléments d'alliage. Ces modèles sont intéressants au vu de l'importance que revêt le domaine austénitique dans les cinétiques de transformation de phase au cours du refroidissement. En effet, la prédiction réaliste d'une cinétique de transformation de phase au cours du refroidissement nécessite la connaissance adéquate de la microstructure initiale. Au cours du refroidissement, la taille des grains et la distribution des éléments d'alliage et du carbone influencent significativement les cinétiques de transformation de phase et les proportions finales de la nouvelle phase. D'après (Saunders, Guo, Li, Miodownik, & Schillé, 2004) plusieurs modifications et ajouts ont été réalisés dans le modèle de kirkaldy et dans les équations donnant les temps  $t_f, t_p, t_{B_s}, t_{M_s}$  qui permettent de déterminer les temps nécessaires à la transformation d'un pourcentage  $y$  de la phase  $i$  à la température  $T$ . Les deux temps  $t_f, t_p$  ont été modifiés en considérant la dépendance de l'exposant  $n$  à la composition chimique, selon lequel l'exposant  $n$  aura une valeur plus petite que 3 en raison d'une augmentation des pourcentages de  $Cr, Mo$  et (Saunders, Guo, Li, Miodownik, & Schillé,

2004) de même,  $D_f$  et  $D_p$  dépendent de la composition chimique et leurs valeurs va changer en conséquence (figure.2.6)

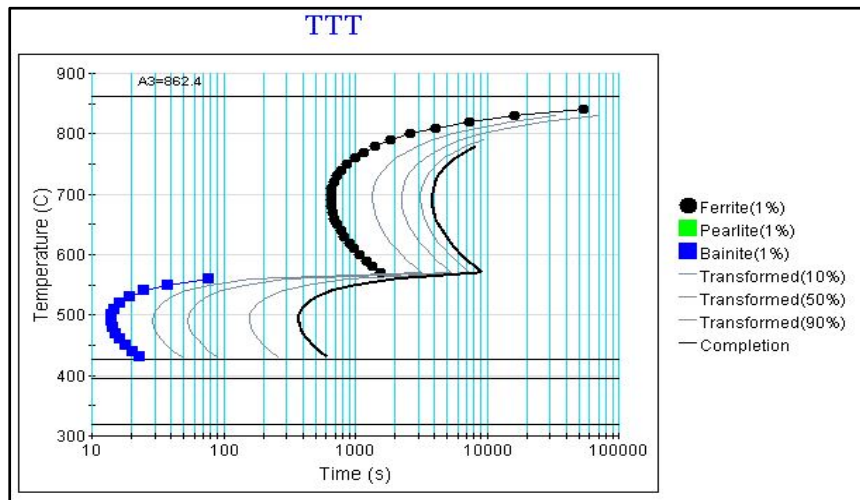


Figure 2.4 Diagramme TTT pour la nuance SF2050V (JmatPro).

### 2.1.5 Couplage thermique et métallurgique

La simulation de l'opération de trempe nécessite la connaissance et la compréhension des phénomènes physiques en jeu ainsi que les interactions liant ces phénomènes. Ajouter à cela que les interactions entre ces phénomènes sont difficiles à déterminer, car ils se produisent dépendamment les uns des autres. Par exemple l'évolution de la température lors du refroidissement influence la transformation de phase, la transformation de phase également influence la température en engendrant une chaleur latente ou enthalpie.

La méthode de source interne considère la chaleur latente comme une source de chaleur interne. Cette source de chaleur sera positive quand la réaction est exothermique. De plus, cette méthode permet de traiter les cinétiques de transformations localement (phase par phase) par une loi d'homogénéisation des paramètres thermophysiques. Le modèle utilisé guide de forge dans cette étude est décrit par l'équation suivante :

$$c = \sum_{k=1}^{nbphase} y_k c_k \quad \rho = \sum_{k=1}^{nbphase} y_k \rho_k \quad \text{et} \quad k = \sum_{k=1}^{nbphase} y_k k_k \quad (2.27)$$

La chaleur latente de transformation, comme une source de chaleur, est décrite à partir de la relation suivante de la même manière que la puissance de l'effet joule (cardinaux, 2008):

$$W_k = \sum_{k=1}^{nbphase} [\Delta H_k(T) y_k] \quad (2.28)$$

Durant le refroidissement la chaleur latente de transformation est  $\Delta H_k$  et déterminée par 2.29 est approché par un polynôme de température (cardinaux, 2008):

$$\Delta H(T) = \int_{T_0}^T \rho c dT \quad (2.29)$$

Dans le cas de transformation de phase l'équation de chaleur s'exprime par la forme suivante:

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( \lambda \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( \lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \dot{q} = \rho c_p + \frac{\partial T}{\partial \tau} \quad (2.30)$$

$$\dot{q} = \frac{\Delta H \cdot \Delta f}{\Delta T} \quad (2.31)$$

## Multi-matériaux

Comme indiqué à la section 1, au cours du refroidissement, le lingot contient des zones de ségrégation des éléments chimique et des tailles de grains différentes entre la surface et le centre. Au niveau de la simulation, il est nécessaire de prendre en compte ces différentes zones afin que la prédiction des fractions volumiques des différentes phases présentes soit précise. Cependant, dans notre cas, où le taux de carbone et la taille des grains sont variables, la méthode doit être adaptée. En effet, il faut créer un assemblage (sous-blocs imaginaires) de plusieurs zones dans un unique bloc afin de décrire les différentes zones existantes dans le matériau.

Le gradient de carbone a un effet sur les cinétiques de transformation. Une diminution du pourcentage de carbone entraîne une baisse des températures caractéristiques de transformations de phase et une baisse des temps d'incubation, et par conséquent, accélère la transformation. (Mey, 1997) et (Denis & Simon, 1986) ont proposé une approche qui consiste à estimer des nouveaux diagrammes TTT avec des teneurs en carbone différentes à partir d'un diagramme TTT de base (implémentée dans l'outil de calcul Forge® NxT 1,1). Ils ont développé des lois d'évolutions permetta de calculer ces nouveaux diagrammes avec une teneur en carbone différente de la teneur de base. Les lois d'évolution permettent de recalculer les températures caractéristiques de transformations de phase  $A_3$ ,  $TH$ ,  $B_s$  et  $M_s$ , puis le décalage de la nouvelle courbe par rapport à sa courbe de base à partir de l'équation suivante :

$$D_k = \frac{t - t_0}{t_0} \quad (2.32)$$

Où  $t_0$  signifie le temps de la courbe isotherme ayant un pourcentage de carbone  $c_0$  et  $t$  présente le temps de la courbe de transformation isotherme de teneur en carbone  $c$ . Il a été constaté (Aliaga, 2000) qu'à partir de la méthode de Kirkaldy et en utilisant les équations 2.18 à 2.26, le calcul des temps de transformation de chaque phase est possible, quelle que soit la phase ferritique, perlitique ou bainitique, à partir de la taille de grains, la composition



chimique et la température d'austénitisation. En se basant sur ce modèle et à l'aide de l'équation (2.31), le logiciel estime le décalage  $D_f, D_p, D_b$  et  $M_s$  des courbes TTT phase par phase.

Afin de calculer les paramètres cinétiques d'Avrami  $n_k$  et  $b_k$  Pour un acier à pourcentage de carbone différent de celui de base, il faut faire intervenir le coefficient de décalage et les deux paramètres d'Avrami correspondant à la teneur en carbone de base. Les nouvelles courbes isothermes du diagramme TTT de teneur avec un taux de carbone différent de celui de référence peuvent être calculées à partir des nouvelles expressions des deux paramètres d'Avrami qui correspondent à la teneur en carbone de base. Pour compléter la cinétique de transformation isotherme pour chaque pourcentage de carbone, il est nécessaire de déterminer les nouvelles valeurs du taux de transformation maximum  $y^{max}$  correspondant à la teneur en carbone  $c$  ( $c > c_{base}$ ).

Après avoir établi l'analyse microstructurale de notre lingot, on a divisé notre billet en 5 zones. Ensuite, on a effectué la correspondance entre les zones importées (juxtapositions et superpositions). Puis, un maillage des zones importées a été appliqué pour vérifier la juxtaposition et la superposition des nœuds des surfaces de contact des différentes zones. Ensuite, le mode multimatériaux a été sélectionné dans le logiciel. On a fait l'ajustement de l'ancien maillage décrit précédemment dans le but de garantir la continuation du calcul. Ces tâches ont été effectuées afin d'assigner à chaque zone dans notre bloc les caractéristiques microstructurales et physiques correspondantes (taille de grains, taux de carbone, propriétés physiques, etc.) figure 2.5. Le principe de la méthode multimatériaux permet d'utiliser des fichiers matériaux différents afin que les zones ajoutées soient associées à un fichier matériau. Dans ce cas, il est nécessaire d'utiliser un champ supplémentaire dans le maillage pour que la valeur de chaque élément du maillage appartienne au numéro du fichier matériau déterminé dans la mise en données et, par conséquent, le calcul varie selon les fichiers matériaux choisis.

Dans notre cas, cette technique est plus efficace, parce qu'il n'y a pas besoin de considérer le

contact entre les différentes zones. La surface de contacts entre les différentes zones est appuyée par des nœuds disposés en vis-à-vis pour assurer un bon transfert des efforts à travers l'interface du contact. La méthode multimatériaux consiste à avoir un maillage unique pour tout le lingot. Ceci est effectué à partir d'un remaillage des interfaces et des éléments volumiques et surfaciques avec des nœuds disposés en vis-à-vis.

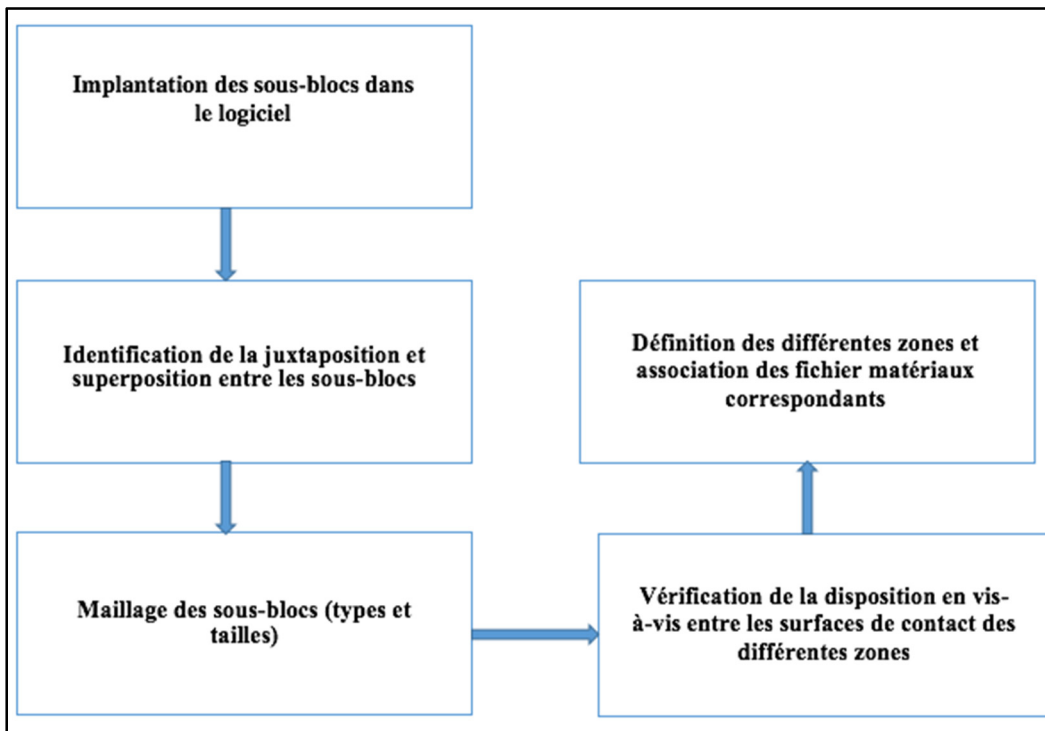


Figure 2.5 Procédure d'implantation de la méthode

### 2.1.6 Choix du modèle

Le choix du maillage est une étape importante pour optimiser les résultats. La technique des boîtes de maillage employée dans Forge® NxT 1,1 a été utilisée. Cette méthode consiste à définir des zones géométriques (parallélépipédique, cylindrique ou sphérique) dans lesquelles les éléments sont contraints à ne pas dépasser une taille de maille définie. Le maillage employé dans Forge® NxT 1,1 se base sur des triangulations d'éléments dans l'espace. Il est constitué de deux parties : un maillage surfacique et un maillage volumique. Le maillage surfacique améliore la surface sans en modifier la géométrie (respect d'un critère

géométrique). Le maillage volumique, quant à lui, n'a pas d'influence sur la surface.

La géométrie initiale du lingot a été modélisée à l'aide de CATIA V5® puis importée dans le logiciel Forge® NxT 1,1. Un maillage 3D de 5 mm a été considéré comme maillage optimal pour mailler la surface et le volume du bloc (figure.2.7). Environ 90 000 éléments de tétraèdres et 400 000 nœuds ont été utilisés pour discrétiser le bloc d'acier. Des conditions de symétrie ont été appliquées dans le calcul, dans le but de minimiser le coût et le temps de calcul. Le  $\frac{1}{8}$  de l'ensemble du lingot est considéré suffisant (figure.2.8). Dans notre simulation, le coefficient de transfert de chaleur a été défini à partir de la taille du bloc et supposé constant au cours du refroidissement. En ce qui concerne les données métallurgiques, on a utilisé les données du fichier matériau (TTT), générées par le logiciel JmatPro ainsi que les données fournies par le partenaire industriel, Finkl Steel-Sorel.

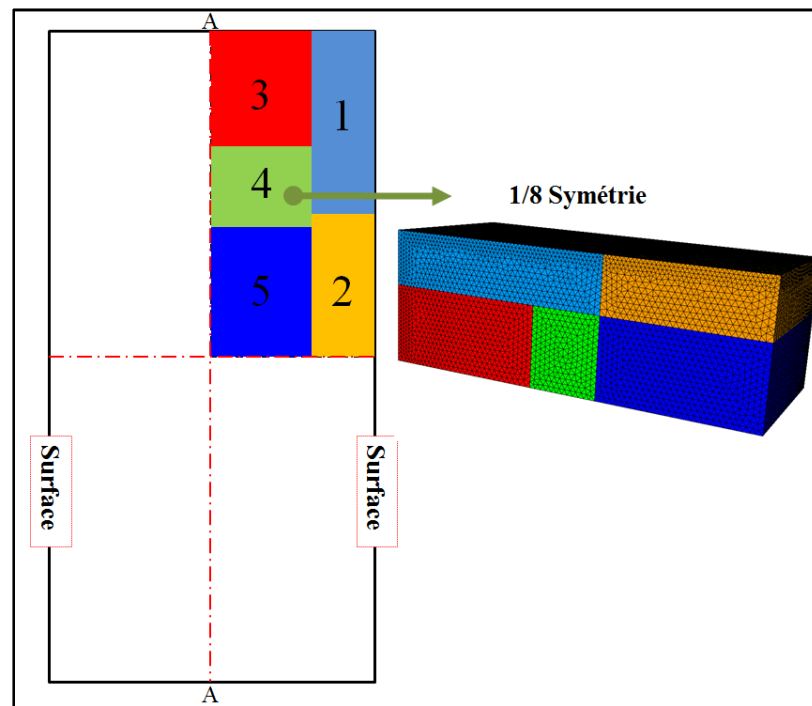


Figure 2.6 Représentation d'un bloc composé de plusieurs zones montrant l'interface maillée et analysée

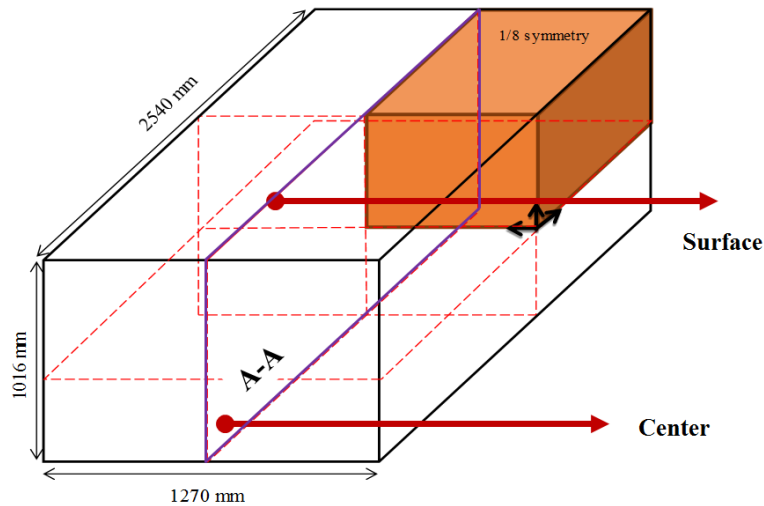


Figure 2.7 Géométrie du bloc

### Procédure expérimentale

Pour développer une procédure expérimentale permettant de représenter le comportement métallurgique de l'acier SF2050V au cours du refroidissement, il faut des équipements réunissant des vitesses de refroidissement rapides et un système de mesure de dilatométrie précis. Autrement dit qui permet un contrôle de la température et la mesure de la déformation lors des essais.

Tous les essais expérimentaux de cette étude ont été effectués au sein du Laboratoire de traitement thermique à l'École de technologie supérieure de Montréal. Je tiens à remercier Davood SHAHRIARI, responsable de la machine Gleeble et Emna BENFRADJ étudiante PhD de m'avoir fourni quelques données expérimentales concernant le comportement dilatométrique des deux vitesses de refroidissement  $0,015^{\circ}\text{C/s}$  et  $3^{\circ}\text{C/s}$  réalisée sur la machine Gleeble et le taux d'austénite résiduelle (rayon X) utilisée pour la validation numérique.

Cette section traite du protocole de mesure de taille des grains, des propriétés dilatométriques et des cinétiques de transformation de phase. La préparation des échantillons et les propriétés métallurgiques de l'acier pour différentes vitesses de refroidissements sont respectivement présentées. Les mesures de la proportion de bainite, de martensite, d'austénite résiduelle et de

la taille des grains ont été déterminées à l'aide de diffraction des rayons X (XRD) et des observations microscopiques.

### 2.1.7 Composition chimique

Les aciers à outils sont utilisés généralement dans les domaines de mise en forme de matériau. Selon la norme ASTM A681, on désigne la série d'aciers utilisée lors de la fabrication de moules pour l'injection de plastiques par le préfixe « P ». Cette série comporte trois nuances d'aciers différentes P6, P20, P21. La composition chimique de notre acier est basée sur la nuance P20.

Tableau 2.2.1 Composition chimique nominale de l'acier

C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Cu	V
0,35	0,99	0,41	0,5	1,86	0,53	0,16	0,149

### 2.1.8 Préparation de l'échantillon

Cette partie présente l'ensemble des échantillons qui ont été utilisés dans cette étude en fonction des équipements avec lesquels ils ont été testés. Les résultats ayant trait aux mesures de la taille des grains, les courbes dilatométriques (Gleeble), rayons X et de la microdureté sont présentés.

Les échantillons utilisés pour les essais dilatométriques et rayons X ont été prélevés d'un bloc parallélépipédique dont les dimensions sont 1016 × 1270 × 2540mm (40 × 50 × 100p). Les éprouvettes se présentent sous forme des petites barres extraites près de la région de surface puis ils ont été usinés en cylindre circulaire de 5 mm de diamètre et 84 mm de longueur. La Figure 2.8 illustre la position et l'orientation de chaque partie.

Les résultats utilisés pour la validation des simulations ont été obtenus à partir du module de dilatométrie ISO-Q du simulateur thermomécanique Gleeble® 3800. Les vitesses de refroidissements 3°C/s et 0.015°C/s ont été effectués à l'air. Cette machine permet de mesurer la dilatation de l'échantillon par dilatométrie axiale ou radiale à l'aide de déplacement des mors de fixation de l'échantillon. Le chauffage s'effectue par conduction de

courant électrique. Pour mesurer la température, des thermocouples de type K ont été soudés à la surface de chaque échantillon afin de mesurer la variation de température à  $1^{\circ}\text{C}$ .

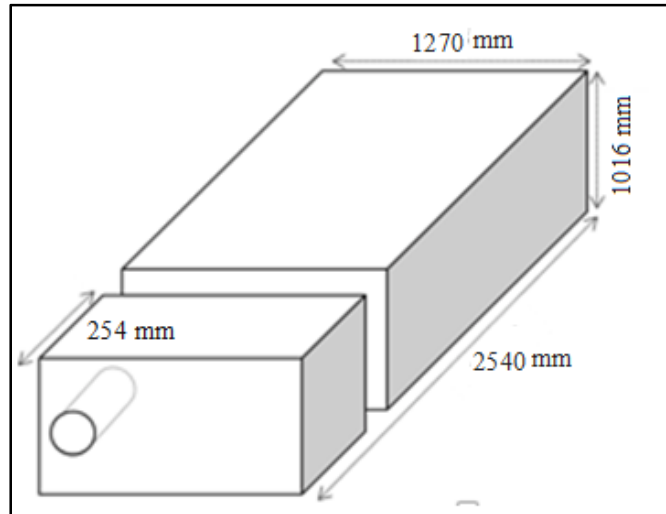


Figure 2.8 La position et l'orientation du bloc coupé du lingot forgé

Comme le montre la Figure 2.9, les échantillons utilisés pour les essais de dilatométrie ont été chauffés, à un taux de chauffage de  $5^{\circ}\text{C/s}$  pour atteindre une température de  $900^{\circ}\text{C}$ , puis ont été maintenus pendant 1800 s à cette température. Ils ont ensuite été refroidis à température ambiante en utilisant des taux de refroidissement de  $3^{\circ}\text{C/s}$  et  $0.15^{\circ}\text{C/s}$ .

Le polissage est utilisé dans la préparation de surface des éprouvettes pour l'analyse métallographique. Il altère la surface de l'échantillon de façon mécanique et chimique. Afin de faciliter l'analyse microstructurale, il est important d'obtenir un minimum d'écrouissage et de défauts de surface. Pour les analyses par microscopie optique les échantillons ont été polis selon la méthode conventionnelle avec des papiers abrasifs de granulométrie de 80 jusqu'au 1200 suivie d'un polissage final au feutre imbibé avec une suspension diamantée de 1 micron. Ensuite, les échantillons ont été attaqués à l'aide de la solution chimique suivante :  $\text{NaOH}$  (40 g) +  $\text{H}_2\text{O}$  (60 g) +  $\text{NaNO}_3$  (15 g) [20]. La microstructure des échantillons a été observée à l'aide du microscope confocal Olympus LEXT4100.

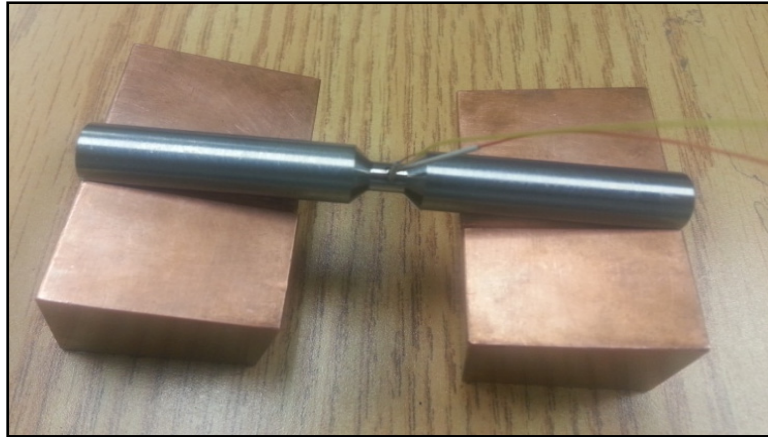


Figure 2.9 Disposition des mors et des thermocouples autour de l'échantillon (Ben Fredj, et al 2017).

La méthode de diffraction des rayons X est considérée efficace quant aux mesures des proportions d'austénite résiduelle dans les métaux. Elle permet d'identifier le pourcentage d'austénite qui n'a pas transformé. La diffraction des rayons X distingue les phases par la différence de leur structure atomique. Il est connu que l'austénite, même résiduelle, possède une structure cubique à faces centrées (CFC). Elle peut se transformer soit en ferrite qui est cubique centrée (CC) ou bien en martensite qui a une structure tétragonale (BCT), dont les dimensions dépendent du taux de carbone. Ces analyses ont été réalisées sur les échantillons qui ont subi les essais de dilatation.

### 2.1.9 Révélation de la taille de grains

Plusieurs techniques (thermique et chimique) ont été testées pour trouver la meilleure méthode pour révéler les joints de grains. La composition de l'acier et les conditions d'attaques comme la température et l'agent mouillant influencent significativement les résultats de l'attaque. Dans le cadre de cette étude, un grand nombre d'essais ont été réalisés avant de trouver les meilleures conditions d'attaque pour révéler les joints de grains de l'austénite primaire dans chaque région du bloc étudié.

La taille de grains austénitiques a été mesurée après un refroidissement continu de l'acier SF2050V. Ces mesures ont été utilisées comme des données d'entrée pour générer les courbes isothermes TTT et TRC qui décriront le comportement métallurgique, thermique et

mécanique. La mesure de l'évolution de la taille de grains de la surface jusqu'au cœur du lingot a été déterminée à l'aide des techniques de microscopie optique et du logiciel d'analyse d'image MIP Nahamin et al. (2014). Les éprouvettes ont été prises à différentes places (surface, quart et cœur) du lingot. Il est recommandé avant de passer à l'attaque chimique et afin d'obtenir plus d'informations sur la morphologie de l'austénite après refroidissement, de faire une attaque préalable avec du Nital 2% afin d'avoir une idée sur la microstructure de l'échantillon et ainsi avoir un bon contraste de notre échantillon.

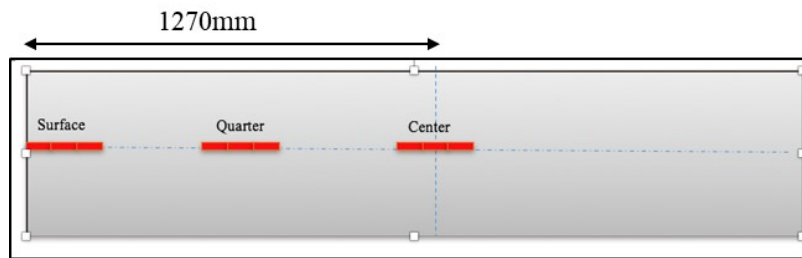


Figure 2.10 Éprouvettes prises à différentes places (surface, quart et cœur) du bloc d'acier étudié

#### 2.1.10 Dureté

Des mesures de microdureté Vickers ont été effectuées sur l'ensemble des échantillons. Ces mesures nous ont permis d'étayer, davantage, la nature des phases obtenues au refroidissement. Une charge de 10gF a été utilisée afin de prendre la mesure sur une surface suffisamment petite de façon à mesurer la dureté en fonction de la présence d'un constituant microstructural. Les mesures de microdureté Vickers ont été faites selon le standard ASTM E384-99 (ASTM, 2012).

#### 2.1.11 Mesures des proportions de phases

Afin de calculer les pourcentages des phases à différentes vitesses de refroidissement ( $3^{\circ}\text{C/s}$  et  $0.015^{\circ}\text{C/s}$ ), nous devons connaître son comportement dilatométrique dans chaque vitesse de refroidissement. Pour ce faire, une campagne d'essais de dilatométrie a été établie. Ces essais de dilatométrie ont permis de se renseigner sur beaucoup d'informations telles les



températures de début et de fin de transformation de phase, prédire les proportions de chaque phase. Les essais effectués lors d'un refroidissement lent ont permis d'observer la transformation bainitique (état proche de l'équilibre). Pour les essais rapides, la vitesse de refroidissement a été choisie de façon qu'elle soit du même ordre de grandeur des taux de refroidissement en jeu dans le procédé industriel (environ  $3^{\circ}\text{C/s}$ ) (Ben Fredj et al., 2017).

Pour mesurer les pourcentages des phases en fonction des vitesses de refroidissement, le système de dilatométrie ISO-Q du simulateur thermomécanique Gleeble® 3800 a permis de faire un suivi des transformations de phases sur toute la plage de transformation. Les informations découlant des essais dilatométriques ont été utilisées pour calculer les proportions de chaque phase selon la vitesse de refroidissement appliquée.

## CHAPITRE 3

### SIMULATION NUMÉRIQUE

#### Simulations numériques réalisées

Quatre situations ont été testées dans cette étude dans le but de mettre en évidence l'effet de la macroségrégation et de la taille des grains sur la fraction volumique des phases. Les détails sont indiqués dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 Situations considérées pour les simulations

	situation
%C et taille de grains uniformes	A
%C variable et taille de grains uniformes	B
%C constant et taille de grains variables	C
%C variable et taille de grains variables	D

#### 3.1.1 Situation A

Parce que la situation A ne contient pas des zones de ségrégation et des tailles de grains variables, elle est prise comme élément de référence pour montrer les modifications induites par le taux de carbone et la taille des grains. Les valeurs de la taille des grains et de taux de carbone utilisés dans le calcul numérique sont présentées au tableau 3.2. Le bloc d'acier considéré dans cette situation est le  $\frac{1}{8}$  de l'ensemble d'un lingot de  $100 \times 40 \times 50$  pouces pour :

- Un taux de carbone constant égal à 0.35%;
- Une taille de grain imposée égale à  $133\mu m$ ;
- La température d'austénitisation de  $900^{\circ}C$ ;
- La température de l'eau de  $25^{\circ}C$ .

Afin de trouver le transfert de chaleur adapté à l'étude, plusieurs simulations avec différentes valeurs de transfert de chaleur ont été réalisées. Il a été conclu que le transfert de chaleur de  $800 \text{ W/m}^2\text{K}$  présentait une meilleure prédiction des proportions de phases au cours de refroidissement. Ce choix a été basé sur plusieurs travaux qui ont été réalisés sur les coefficients d'échange thermique (par convection) pendant les processus de trempe (M. Boniardi et al. 2014). Kim et al. (2008) et Bocchini et al. (2004) ont montré que l'augmentation de surface de la pièce augmente la température du fluide environnant cette dernière, ce qui réduit le coefficient de transfert de chaleur par convection à des valeurs inférieures de  $2000 \text{ W/m}^2\text{K}$ .

Les fichiers matériaux TTT et TRC ou CTT (cooling times temperture) sont présentés en figure 3.1.

Les hypothèses suivantes ont été considérées dans le modèle d'éléments finis 3D :

1. Le matériau est considéré homogène en éléments d'alliages.
3. Le coefficient de transfert de chaleur est constant.
4. La chaleur de transformation est modélisée comme une source de chaleur interne.
5. La modification du champ de température est en fonction de la proportion transformée.
6. La trempe de la pièce se fait par immersion brusque.

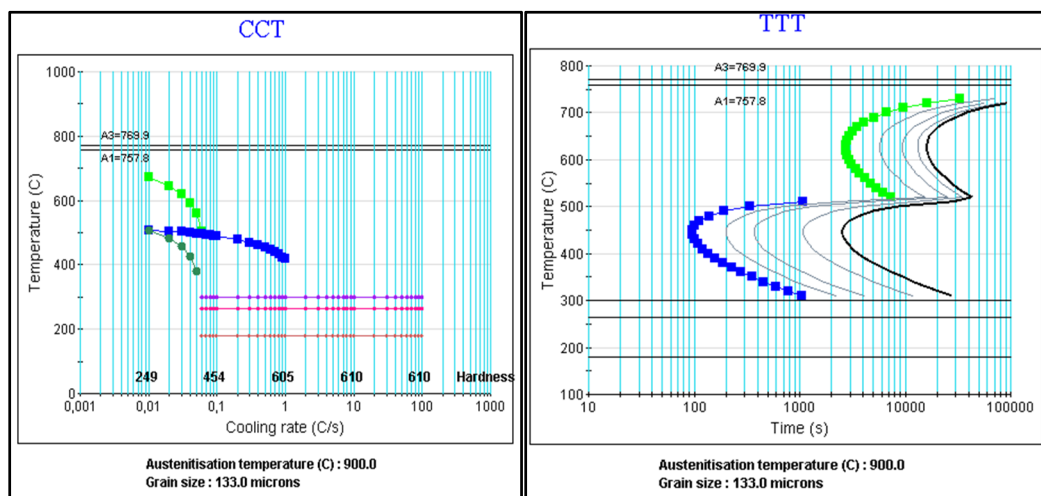


Figure 3.1 Diagrammes CTT et TTT avec un taux de carbone de 0,35C et taille de grain de 133 microns

Tableau 3.2 Valeurs de la taille des grains et de taux de carbone utilisés dans le calcul numérique

zones	1	2	3	4	5
Taille de grain en $\mu m$	133	133	133	133	133
% en Carbone	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35

### 3.1.2 Situation B

Dans cette situation, seule la macroségrégation a été considérée vu l'importance du gradient de carbone dans les cinétiques de transformation de phase au cours du refroidissement. L'approche utilisée a pour objectif de considérer les différentes zones qui présentent des ségrégations de carbone (figure.3.2). Cette approche est basée sur la méthode multi matériaux décrite à la section 3.2.1.

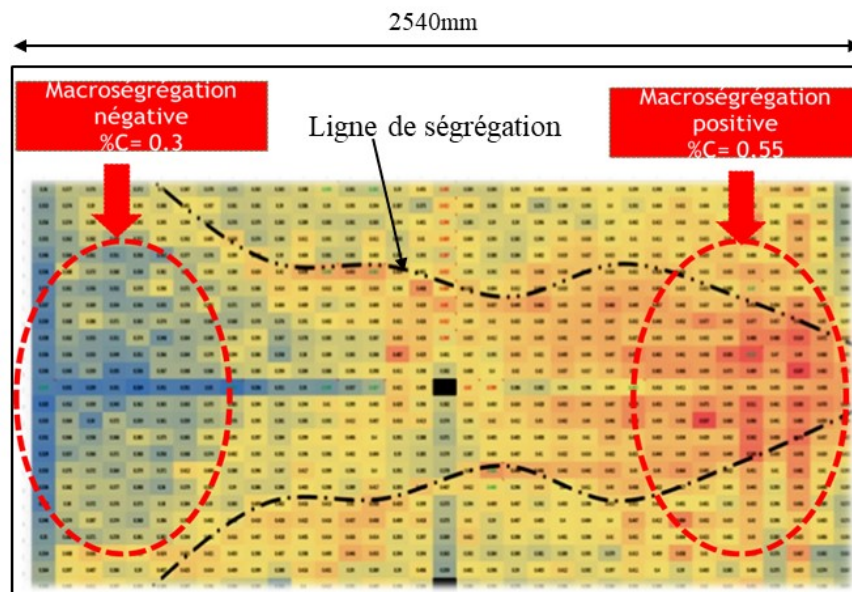


Figure 3.2 Carte de macroségrégation de carbone.

Le bloc d'acier considéré dans cette situation est le  $\frac{1}{8}$  de l'ensemble du lingot de  $100 \times 40 \times 50$  pouces, avec un taux de carbone variable et une taille de grains constants comme rapportés dans le tableau 3.3. Les autres hypothèses pour la simulation sont celles indiquées plus haut.

Les courbes TTT et TRC avec les teneurs en carbone 0,3 %C, 0,38 %C, 0,42 %C et 0,55 %C (figures. 3.3, 3.4 et 3.5, 3.6 ). Un changement des températures caractéristiques en fonction de la teneur en carbone ainsi qu'un décalage des courbes de transformation, à savoir la ferrite, perlite, bainite et martensite est observé en fonction du % de carbone tableau 3.4. La variation du taux de carbone se traduit par un décalage vers la droite ou vers la gauche, ce qui influence la cinétique de transformation et par conséquent le pourcentage transformé de chaque phase.

Tableau 3.3 Valeurs des tailles des grains et de taux de carbone utilisés dans le calcul numérique.

matériaux	1	2	3	4	5
Taille de grain en $\mu m$	133	133	133	133	133
% en Carbone	0,3	0,35	0,38	0,42	0,55

Tableau 3.4 Valeurs des températures caractéristiques de transformation de phases en fonction de taux de carbone choisis

Matériaux	%C	A3 (°C)	A1 (°C)	M <sub>s</sub> (°C)	M <sub>f</sub> (°C)	B <sub>s</sub> (°C)	B <sub>f</sub> (°C)	le nez de formation de la bainite
1	0,38	764.6	756.1	290	170	500	300	100s
2	0,3	779.3	757.2	310	200	510	310	70s
3	0,42	759.4	758.3	275	155	490	280	140s
4	0,55	795.6	751.6	240	105	570	250	250s

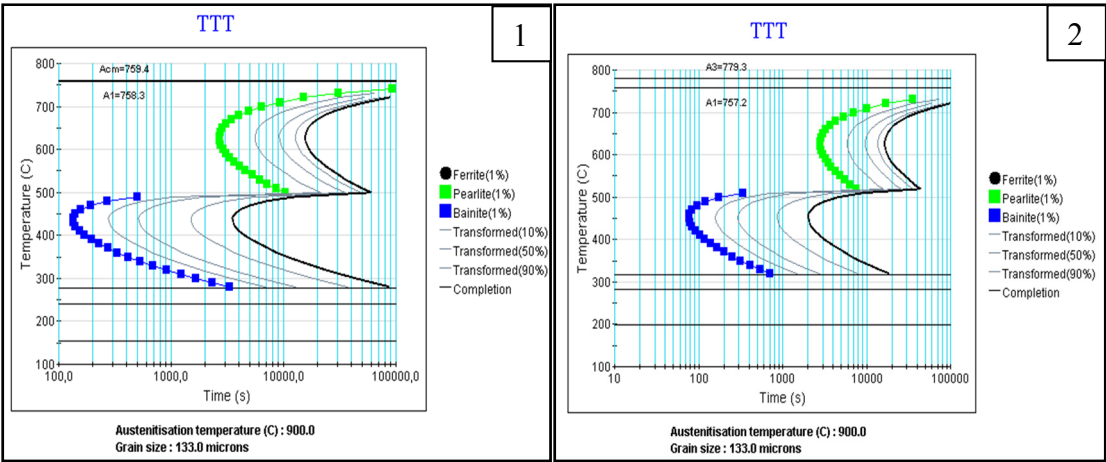


Figure 3.3 Diagramme TTT obtenu en considérant des taux de carbone différents

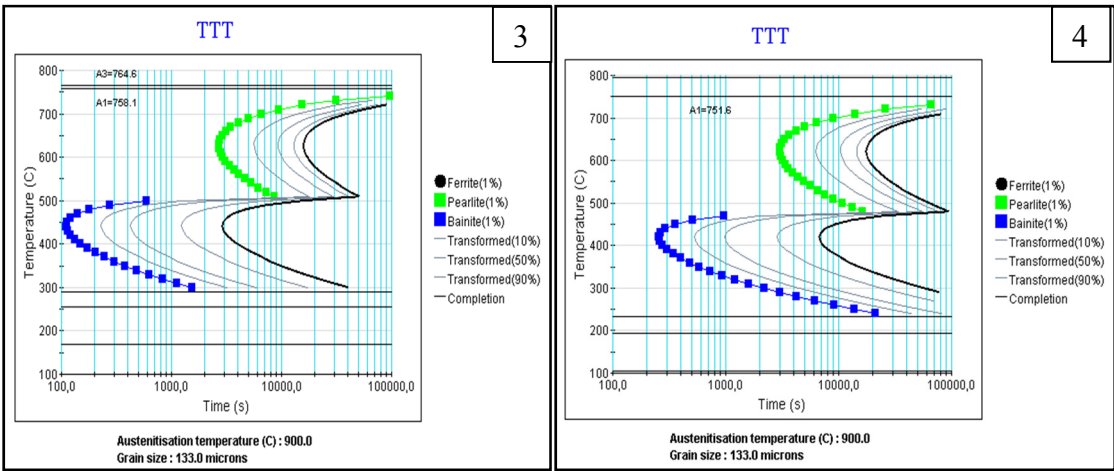


Figure 3.4 Diagramme TTT obtenu en considérant des taux de carbones différents

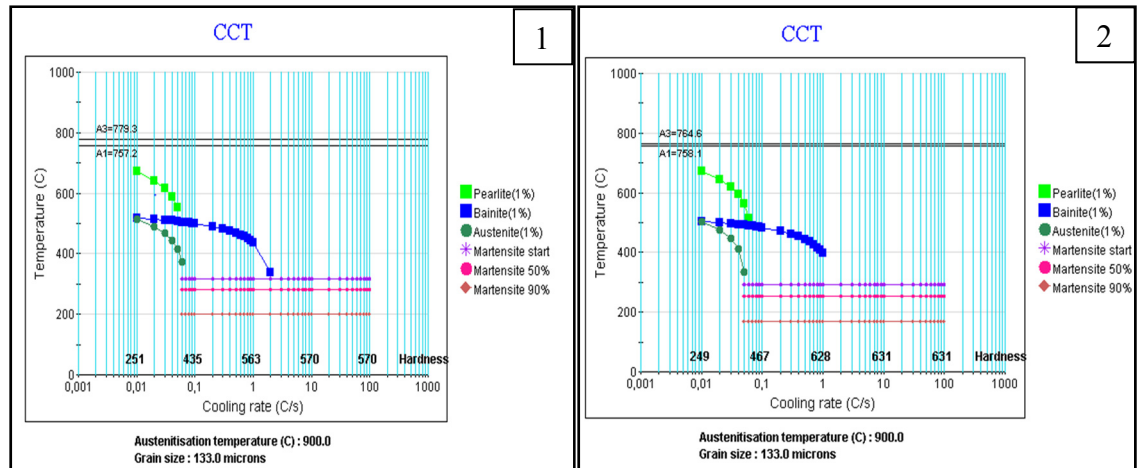


Figure 3.5 Diagrammes TRC avec différents taux de carbone. 1) 0,3 %, 2) 0,38 %

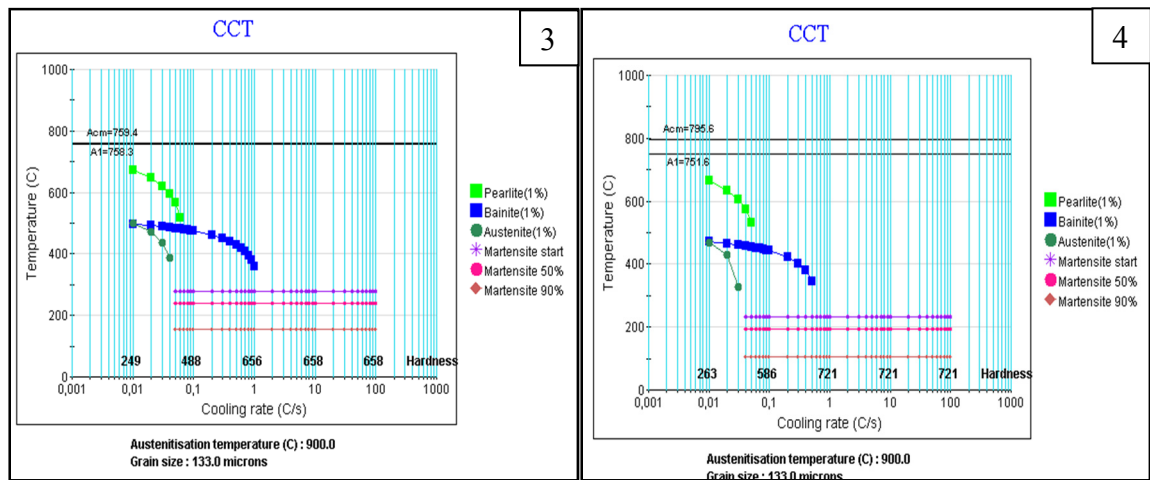


Figure 3.6 Diagrammes TRC avec différents taux de carbone. 3) 0,42 %, 4) 0,52 %

### 3.1.3 Situation C

Le tableau 3.5 et figures (3.5 à 3.8) présentent les conditions et diagrammes TTT et TRC pour la troisième situation où la taille de grains a été considérée variable alors que la teneur en carbone a été considérée constante. Les simulations de cette partie nous permettront de mettre en évidence l'impact de la variation de la taille de grains sur les cinétiques de transformation et les proportions des phases. Un décalage des courbes de transformation, à savoir la ferrite, perlite, bainite et martensite est observé en fonction du de la taille de grains tableau 3.6.

Tableau 3.5 Valeurs de la taille des grains et du taux de carbone utilisés dans le calcul numérique

Matériaux	1	2	3	4	5
Taille de grain en $\mu m$	133	205	316	348	400
% en Carbone	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35

Tableau 3.6 Valeurs des températures caractéristiques de transformations de phases en fonction de taux de la taille de grains.

Matériaux	Taille de grains $\mu m$	A3 (°C)	A1 (°C)	M <sub>s</sub> (°C)	M <sub>f</sub> (°C)	B <sub>s</sub> (°C)	B <sub>f</sub> (°C)	le nez de formation de la bainite
a	205	769,9	757.8	305	180	505	305	150s
b	316	769,9	757.8	305	180	505	305	210s
c	400	769,9	757.8	305	180	505	305	220s
d	348	769,9	757.8	305	180	505	305	270s



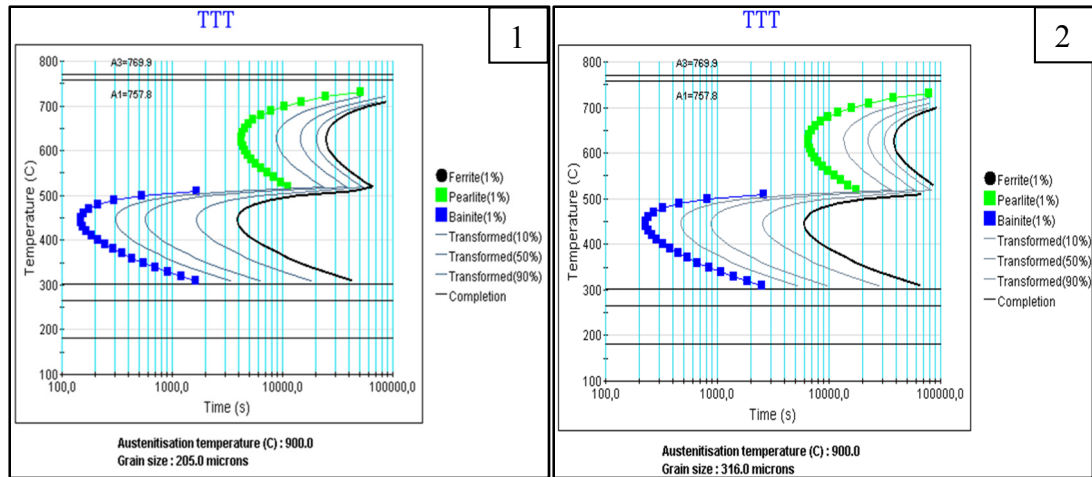


Figure 3.7 Diagramme TTT obtenu en considérant des tailles de grains différents

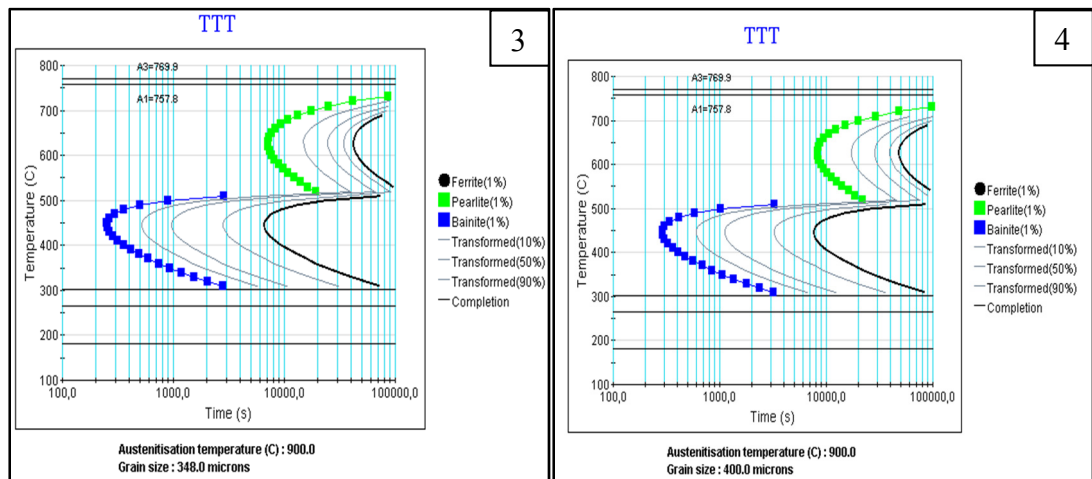


Figure 3.8 Diagramme TTT obtenu en considérant des tailles de grains différents

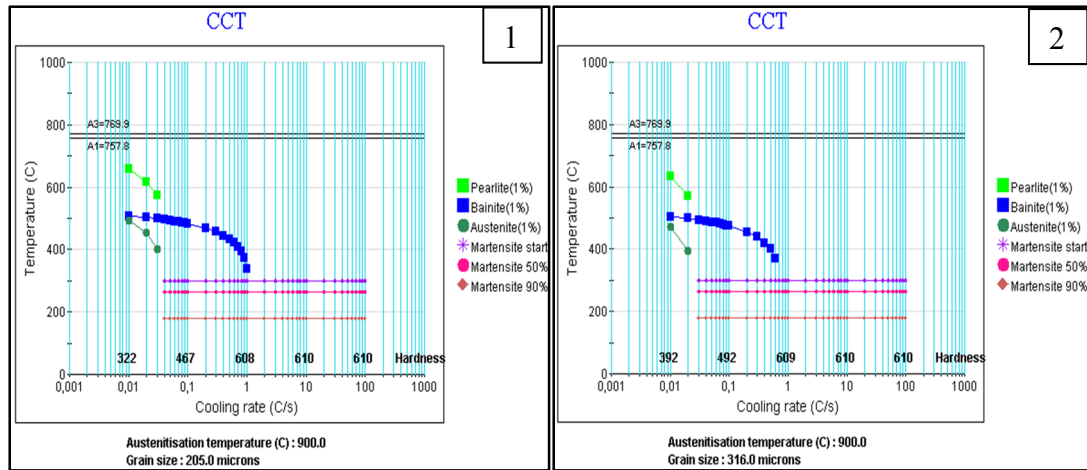


Figure 3.9 Diagrammes TRC pour différentes tailles de grains considérées dans les simulations 1) 205  $\mu\text{m}$  2) 316  $\mu\text{m}$

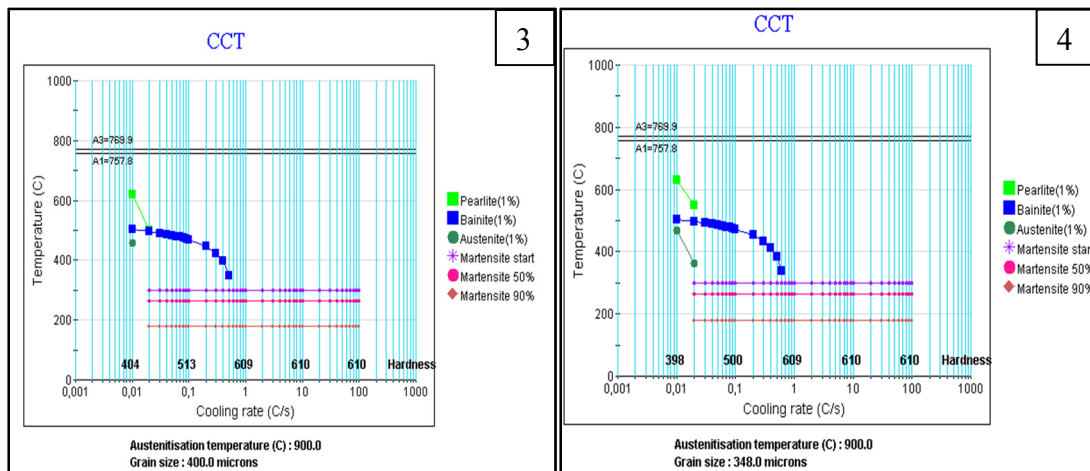


Figure 3.10 Diagrammes TRC pour différentes tailles de grains considérées dans les simulations 3) 400  $\mu\text{m}$  4) 348  $\mu\text{m}$

### 3.1.4 Situation D

Les opérations de forgeage et de coulée développent une taille de grain non uniforme ainsi qu'une concentration de carbone différente entre la surface et le cœur du lingot. Les situations précédentes ont permis de mettre en évidence l'importance de la taille de grains et de la concentration de carbone sur les cinétiques de transformations. Le quatrième cas considère l'effet de ces deux facteurs simultanément sur la fraction volumique des phases.

Les valeurs des tailles des grains et de taux de carbone utilisés dans le calcul numérique proviennent des essais expérimentaux réalisés sur un lingot industriel de grande dimension comme présenté dans le tableau 3.7.

L'objectif de cette étude a été de simuler un lingot de grande dimension qui a des conditions aussi proche qu'un lingot industriel de grande dimension (différents tailles des grains et de taux de carbone variable).

Pour ce faire, plusieurs courbes TTT et TRC figure (3.11 à 3.14) de taille de grains différentes et de taux de carbone variable ont été utilisés afin de répondre au mieux aux critères désirés. Les valeurs des températures caractéristiques de transformations de phases en fonction de taux de la taille de grains et du taux de carbone, sont présentées dans le tableau 3.8.

Tableau 3.7 Valeurs des températures caractéristiques de transformations de phases en fonction de taux de la taille de grains et % de carbone

situation	T de grains $\mu\text{m}$	%C	A3 ( $^{\circ}\text{C}$ )	A1 ( $^{\circ}\text{C}$ )	M <sub>s</sub> ( $^{\circ}\text{C}$ )	M <sub>f</sub> ( $^{\circ}\text{C}$ )	B <sub>s</sub> ( $^{\circ}\text{C}$ )	B <sub>f</sub> ( $^{\circ}\text{C}$ )	le nez de formation de la bainite
a	205	0,3	779,9°C	757.2°C	305°C	190°C	505°C	305°C	70s
b	316	0,38	764,6°C	759.1°C	290°C	160°C	490°C	290°C	180s
c	348	0,42	769,9°C	757.8°C	280°C	105°C	490°C	280°C	320s
d	400	0,55	769,9°C	757.8°C	240°C	110°C	470°C	240°C	700s

Tableau 3.8 Valeurs des tailles de grains et du taux de carbone utilisé dans le calcul numérique

Matériaux	1	2	3	4	5
Taille de grain en $\mu m$	133	205	316	348	400
% en Carbone	0,35	0,30	0,38	0,42	0,55

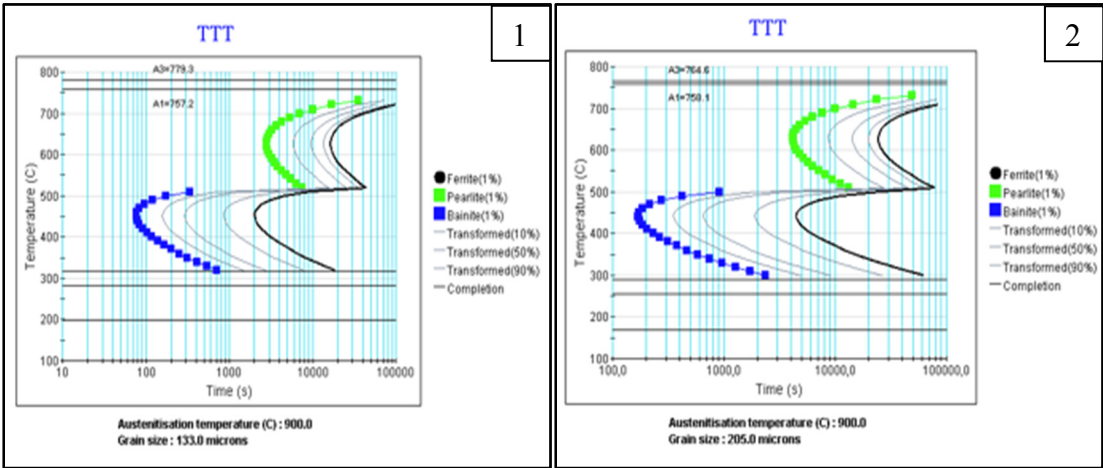


Figure 3.11 Diagramme TTT prédit par JmatPro pour une taille de grains et taux de carbone différents

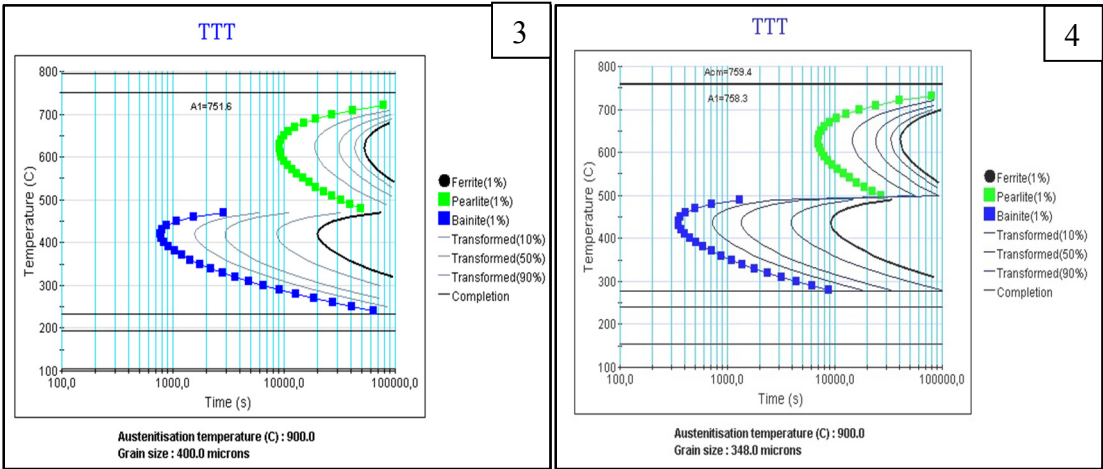


Figure 3.12 Diagramme TTT prédit par JmatPro pour une taille de grains et taux de carbone différents

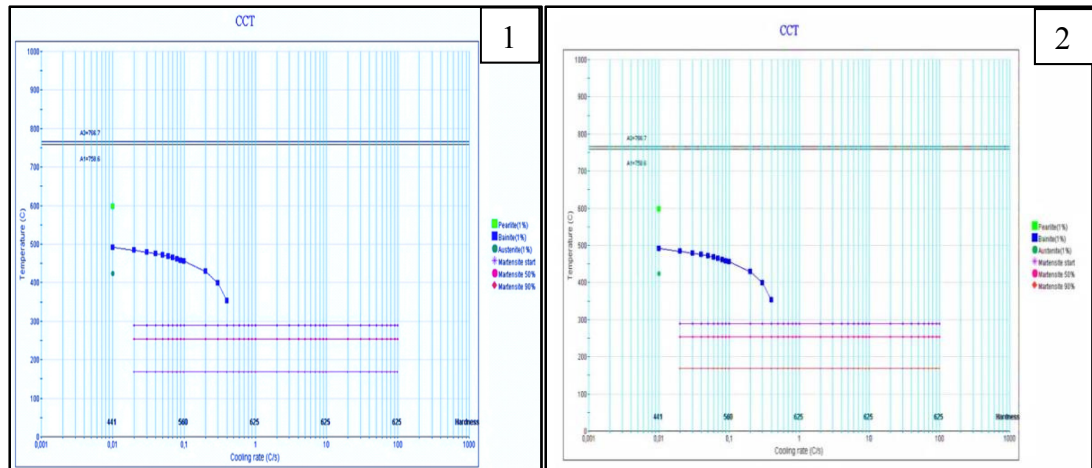


Figure 3.13 Diagrammes TRC 1) 205  $\mu\text{m}$  et 0,3%C 2) 316  $\mu\text{m}$  et 0.38%C

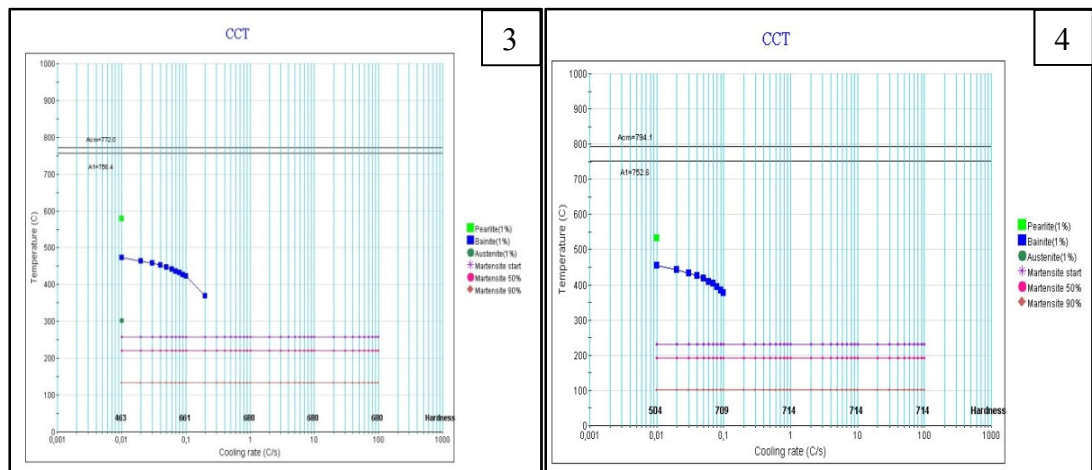


Figure 3.14 Diagrammes TRC 316  $\mu\text{m}$  et 0.38%C 4) 400  $\mu\text{m}$  et 0.52%C  
3) 348  $\mu\text{m}$  et 0.42%C.

## Résultats

### 3.1.5 Situation A

Dans les premiers 40 mm de la surface, on note une répartition plus forte de la martensite avec 84 % de fraction volumique, le reste étant de la bainite 15 % et 1 % d'austénite résiduelle. Au fur et à mesure qu'on s'éloigne de la surface, de 40 mm au centre du bloc la fraction de martensite diminue au dépend de la fraction de bainite qui augmente continuellement pour atteindre 99 %, le 1 % restant étant de l'austénite résiduelle (figures 3.15 et 3.16).

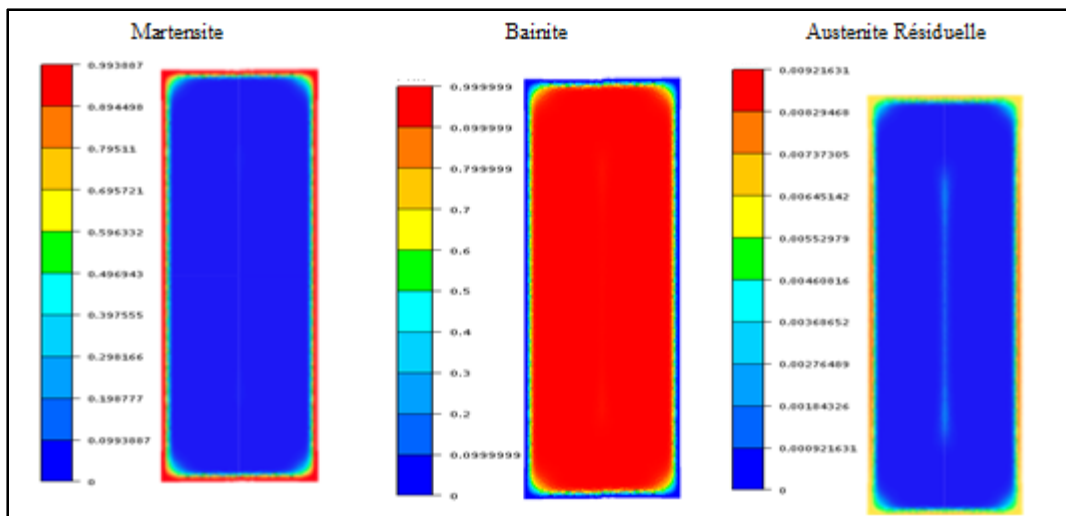


Figure 3.15 Carte de distribution des fractions volumiques

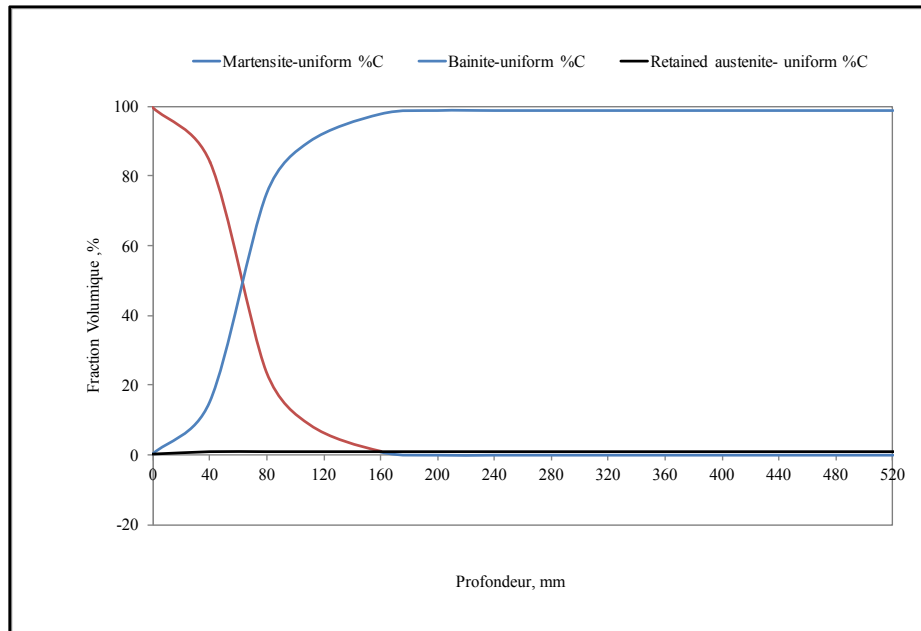


Figure 3.16 Distribution de la microstructure après trempe

### 3.1.6 Situation B

La figure 3.18 présente une comparaison entre les résultats obtenus pour les situations A et B permettant de quantifier l'influence de la concentration de carbone sur les cinétiques de transformations et les proportions de phases. Les résultats montrent qu'au niveau de la zone extérieure (c'est-à-dire la surface), la fraction volumique de la martensite est très élevée. La fraction volumique de la bainite augmente au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la surface (la zone interne du bloc). Les résultats de la situation B montrent que la transformation martensitique a été plus importante dans les coins du lingot par rapport aux résultats trouvés à la situation A.

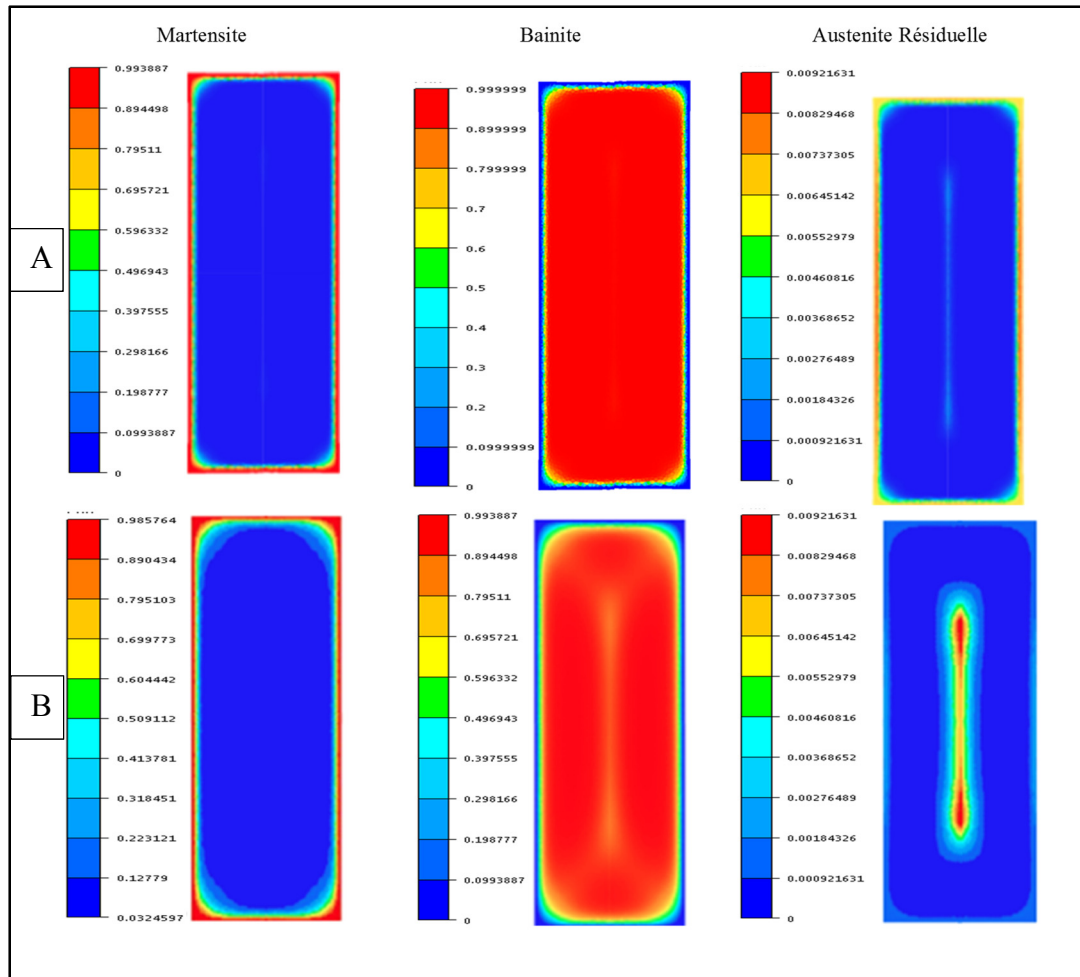


Figure 3.17 Carte de distribution des fractions volumiques locale

Une analyse détaillée de l'évolution des phases est présentée dans (figure.3.17). Les résultats de la situation B (lignes continues de la figure 3.18) où on a considéré la taille de grains uniforme et le taux de carbone variable, montrent que sur une épaisseur de 40 mm à partir de la surface, l'austénite a été transformée en 90 % de martensite et 10 % en bainite. De 40 mm à 160 mm, la fraction de la martensite a diminué jusqu'à 7 % tandis que la fraction de bainite a augmenté pour atteindre 93 %. De 160 mm à 200 mm, la transformation martensitique a été plus longue et plus faible en comparaison avec la situation A. De 160 mm jusqu'au cœur, la microstructure principale a été de bainitique (99 %) et 1% d'austénite résiduelle.



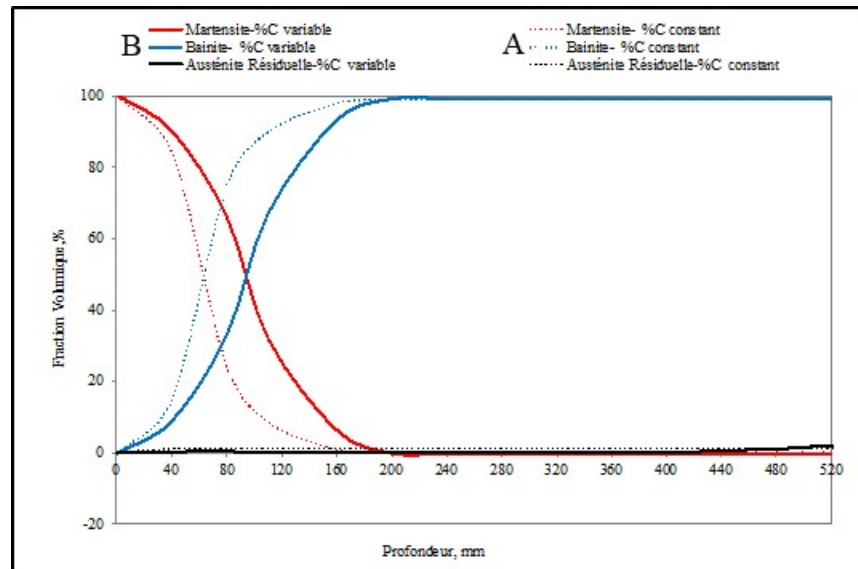


Figure 3.18 Distribution de la microstructure après trempe

La différence entre les deux situations peut s'expliquer par le fait que l'augmentation de la concentration de carbone dans l'austénite a conduit à la diminution de Bs, ce qui a ralenti la transformation et par conséquent le temps nécessaire au carbone pour diffuser loin de l'interface, a augmenté (WANG et al., 1999). En outre, la réaction pré-bainitique (réaction de ferrite) a contribué à augmenter la concentration de carbone dans l'austénite résiduelle et donc a retarder la transformation austénite-bainite (WANG et al., 1999).

Dans le cas où le taux de carbone est élevé, la réaction de ferrite qui se produit avant la transformation de la bainite n'a pas d'impact important. En effet, pour une concentration de carbone plus élevée, la réaction pré-bainitique a moins d'influence sur la transformation bainitique, car une augmentation du taux de carbone dans l'acier ralentit la transformation de la ferrite. Ceci a conduit à une diminution de la quantité de ferrite formée avant la réaction de la bainite, ce qui a engendré la réduction de l'effet de la réaction ferritique sur la transformation bainitique (WANG et al., 1999). De plus, lorsque la vitesse de refroidissement diminue, la transformation de la bainite se produit avant la transformation martensitique. C'est pourquoi, à partir de 200 mm, la fraction volumique de la bainite dans les deux situations A et C est équivalente comme démontré par d'autres auteurs (Chentouf, et al, 2014; K. Chadha, 2016; Talebi, et al, 2017).

### 3.1.7 Situation C

L'influence de la variation en taille de grains, mais avec une concentration fixe en % de carbone, sur la répartition et la fraction volumique des phases a été étudiée dans cette situation. On constate que la distribution de la microstructure et la fraction volumique des phases sont significativement différentes, ce qui indique le rôle important joué par la taille de grains, également démontré par (H. K. D. H. Bhadeshia, 2001). Plus précisément, on peut voir que la surface extérieure, avec une taille de grains plus petite, présente une fraction volumique martensitique élevée par rapport aux zones intérieures (taille de grains plus grande) où il y a une distribution microstructurale bainitique élevée.

Les résultats de la situation C ont démontré que les transformations martensitiques et bainitiques sont plus importantes dans les coins et au centre du lingot par rapport aux résultats de la situation A. En revanche, il y a un changement remarquable du pourcentage de la fraction volumique de l'austénite résiduelle au centre du bloc par rapport au pourcentage déterminé lors de la simulation A (figure 3.19).

Il a été remarqué que sur une épaisseur de 40 mm allant de la surface vers le cœur, 100 % d'austénite est transformée en 98 % de martensite et 1% de bainite. Cependant, la fraction volumique de la martensite, de la bainite et de l'austénite résiduelle est différente d'un cas à l'autre. Ceci est probablement dû au fait que les trois situations A, B et C présentent différents paramètres thermomécaniques et métallurgiques. Spécifiquement, dans la situation C, de 40 mm à 160 mm, le pourcentage de la martensite diminue jusqu'à 46 % par contre la fraction de bainite augmente de 1% à 48,3 % et celle de l'austénite résiduelle à 5,7 %. De 160 mm à 508 mm, la fraction volumique de la martensite diminue pour atteindre 4 %, l'austénite résiduelle atteint 13 % et la fraction volumique de la bainite 83 % comme illustré sur les figures 3.19 et 3.20.

On remarque également que la vitesse de refroidissement en surface est plus rapide qu'au quart et au centre du lingot. La taille des grains en surface est environ 130  $\mu\text{m}$ . Cette taille est plus fine que celle au centre. Ceci a favorisé la formation de martensite à la surface. Cette

vitesse de refroidissement à tendance à ralentir et la taille des grains augmente au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la surface vers le cœur. C'est la raison pour laquelle, on constate une forte répartition de bainite et quelques fractions d'austénite résiduelle et de martensite.

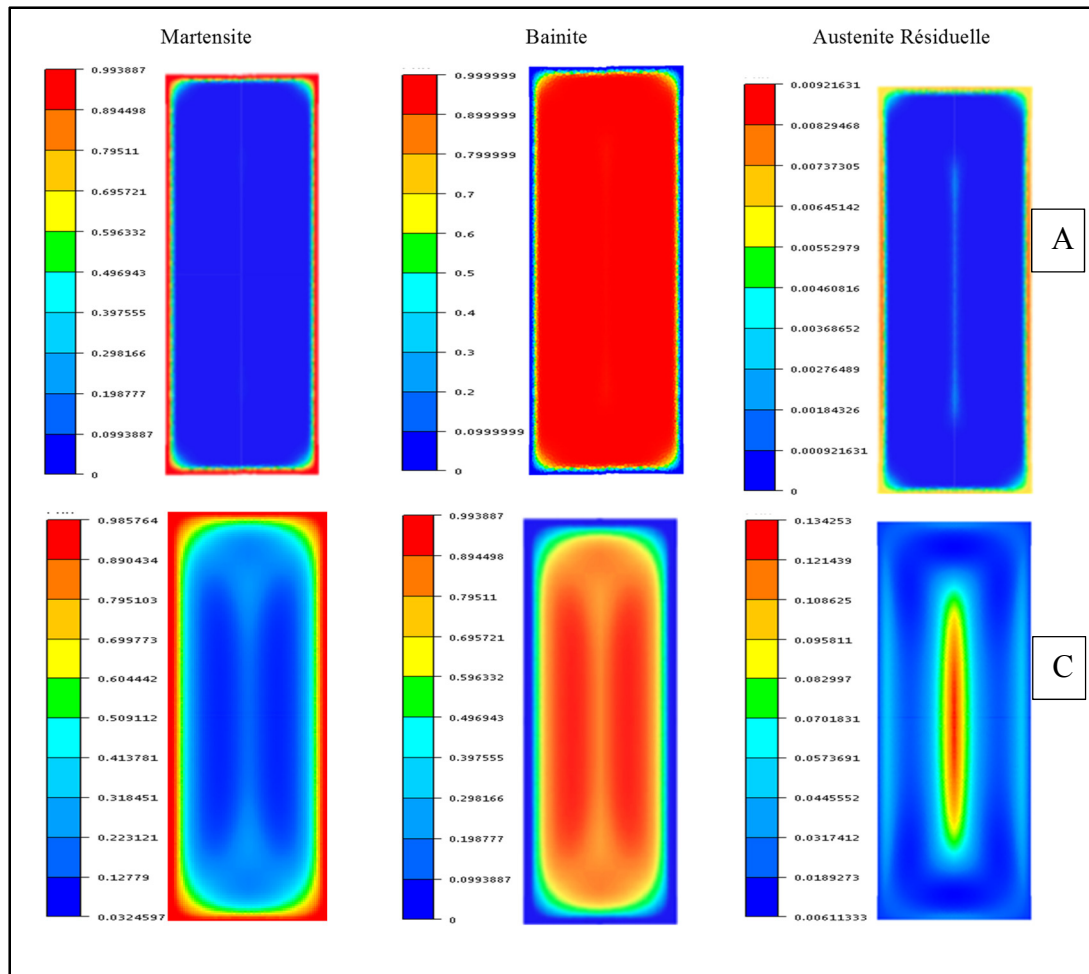


Figure 3.19 Carte de distribution des fractions volumiques locale

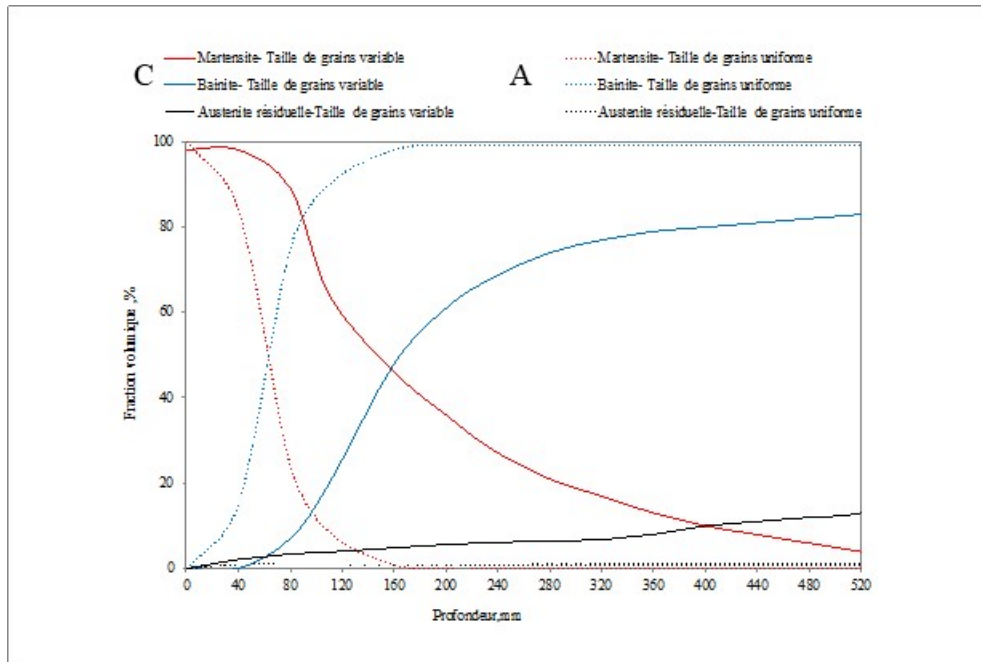


Figure 3.20 Distribution de la microstructure après trempe

La taille de grains austénitiques influence significativement les cinétiques de transformations et les fractions volumiques des phases. La diminution de la taille de grains austénitiques augmente la densité surfacique des joints des grains et par conséquent les sites de nucléation augmentent. Ce phénomène peut être expliqué par le fait que les sites de nucléation jouent un rôle important dans la stabilisation de la phase d'austénite au moyen de la barrière énergétique nécessaire pour l'amorçage de la transformation martensitique (WANG et al., 1999). Cependant, lorsqu'on s'éloigne de la surface vers le centre du lingot, la vitesse de refroidissement diminue et la fraction volumique de la martensite a également tendance à baisser. En fait, la petite quantité de martensite observée au centre du lingot est dû à la limitation du logiciel. Dans les diagrammes TRC, les lignes qui représentent les températures de début de transformation martensitique ( $M_s$ ,  $M_{50}$  et  $M_f$ ) ont été étendues jusqu'à des vitesses de refroidissement faibles. L'allongement des lignes des températures a impacté significativement le processus de modélisation.

Lorsque la taille de grains austénitiques est petite, la croissance de la bainite a tendance à ralentir, car la croissance des lattes de bainite est bloquée par les joints de grains (Hu,

Hodgson, & Wu, 2014). Cependant, l'augmentation de la taille des grains conduit à une croissance des lattes de bainite (plus d'espace pour les lattes de bainite pour s'amorcer). De plus, la faible vitesse de refroidissement fournit des conditions favorables à la formation de bainite et de l'austénite résiduelle au centre du lingot (Hu et al., 2014).

### **3.1.8 Situation D**

Les différentes situations (A, B et C) ont permis de valider l'impact de la taille de grains et la macroségrégation sur les proportions de phases et de souligner les problèmes rencontrés lors de la non-prise en compte de la taille de grains et de la macroségrégation. Les résultats des situations (A, B et C) ont montré

un comportement différent pour la totalité des phases produites au cours de refroidissement. Des problèmes de précision de prédiction des proportions de phases ont été détectés. Afin d'améliorer les résultats, différentes tentatives ont été réalisées pour répondre aux exigences des essais trouvés expérimentalement. Le premier point a consisté à évaluer simultanément l'influence de la taille de grains et de la macroségrégation sur le comportement du matériau. Plusieurs teneurs en carbone et différentes tailles de grains ont été également considérées afin d'analyser l'effet de la taille de grains et du taux de carbone sur les proportions de phases.

Sur une épaisseur de 40 mm à partir de la surface, 100% d'austénite s'est transformée en 88% de martensite et 12% de bainite. De 40 mm à 160 mm, la fraction de martensite a diminué jusqu'à 13%, cependant, la fraction de bainite a augmenté pour atteindre 86%. De 160 mm à 360 mm, une transformation martensitique plus longue et plus faible (par rapport à la simulation B qui s'arrête à 160 mm et la simulation C qui s'arrête à 508 mm) a été observée. De 360 mm à 508, les deux microstructures principales sont la bainite (80%) et l'austénite résiduelle (20%). Ceci est dû à l'impact des facteurs décrits ci-dessus (variation de la taille du grain et macroségrégation) qui ont un grand impact sur la cinétique de transformation (figure 3.21).

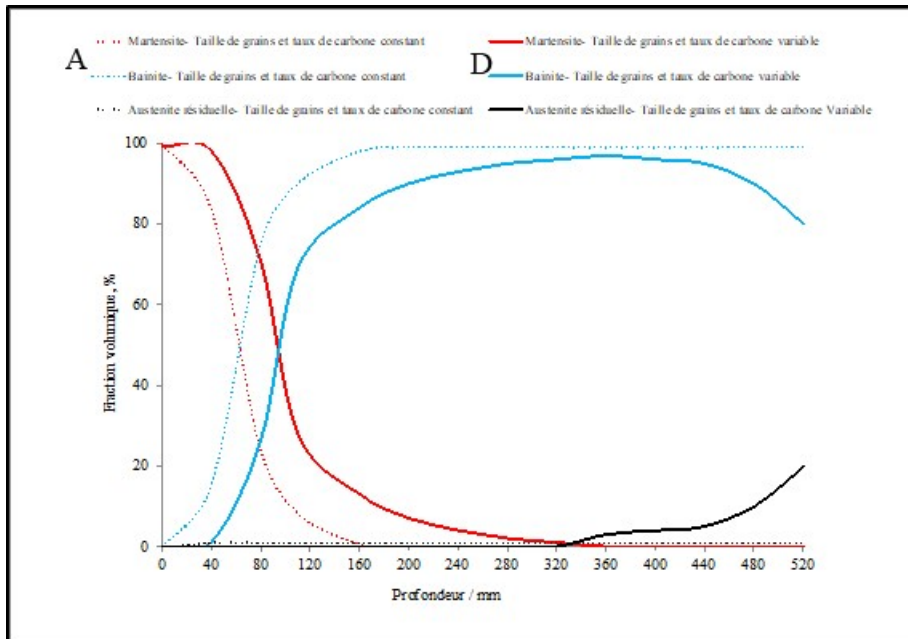


Figure 3.21 Distribution de la microstructure après trempe

La figure 3.22 montre les captures d'écran de la distribution microstructurale de la martensite, de la bainite et de l'austénite résiduelle pour la condition D. Les résultats ont indiqué une microstructure martensitique dominante dans la surface extérieure, une combinaison de martensite et de bainite au milieu du bloc et une microstructure composée de la bainite et de l'austénite résiduelle au centre du bloc.

Des variations entre la situation A, B, C et D sont observées. Pour la situation A, la surface extérieure présente une fraction volumique martensitique élevée, tandis que la zone intérieure du bloc présente une fraction volumique bainitique élevée. Cependant, un comportement de transformation différent a été observé pour la situation B où les transformations martensitiques et bainitiques sont plus importantes dans les coins. De plus, on peut voir qu'il y a une petite variation dans la fraction volumique de la bainite au centre. Pour la situation C, la microstructure obtenue dans la surface extérieure a été entièrement martensitique alors que dans la zone interne, a été constituée de la martensite, de la bainite et de l'austénite résiduelle. Cette constatation est différente de celles obtenues pour les zones internes dans les simulations correspondant aux situations A et B.

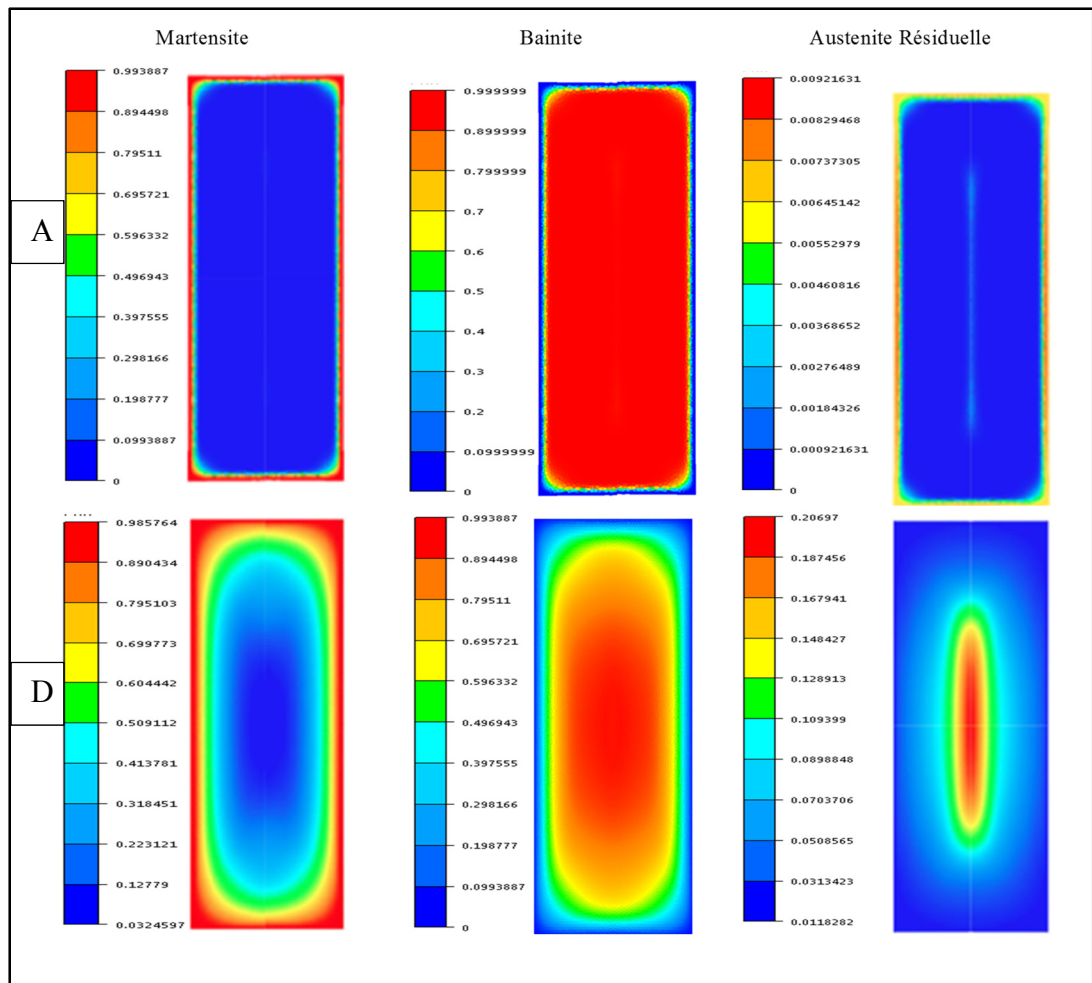


Figure 3.22 Carte de distribution des fractions volumiques locale

Les figures 3.23 A, 3.23 B et 3.24 montrent une comparaison entre les proportions de la martensite, de la bainite (figures. 3.23 A, 3.23 B) et de l'austénite résiduelle (figure. 3.24), en fonction de la situation D. L'analyse a montré que la cinétique de martensite formée à un rythme accéléré lorsque la taille de grains et le taux de carbone sont uniformes (se termine à une profondeur de 160 mm et après un temps de 12 480 s), tandis qu'une taille de grains variable ralentit significativement la cinétique de martensite formée, de sorte que la transformation se termine à une profondeur de 320 mm après un temps de 24 140 s.

L'analyse de la figure 3.23 A a montré que la variation de la taille de grains et le taux de carbone à la fois ont eu un impact significatif sur les cinétiques de transformation et sur la microstructure produite après refroidissement. Il a été constaté que le temps de

transformation de la bainite augmente lorsqu'on a considéré à la fois la taille de grains et taux de carbone variable (situation D) ce qui peut jouer considérablement sur les résultats de simulation. Une microstructure entièrement bainitique est obtenue à une profondeur de 380 mm après un temps de 23 260 s. Cependant, la situation a été différente pour les conditions A, B et C, il a été constaté que la transformation de la bainite se termine, respectivement, à une profondeur de 180 mm après un temps de 19 720s (situation A), à une profondeur de 320 mm après un temps de 22 420 s (situation B), et à une profondeur de 200 mm après un temps de 20 140 s (situation C).

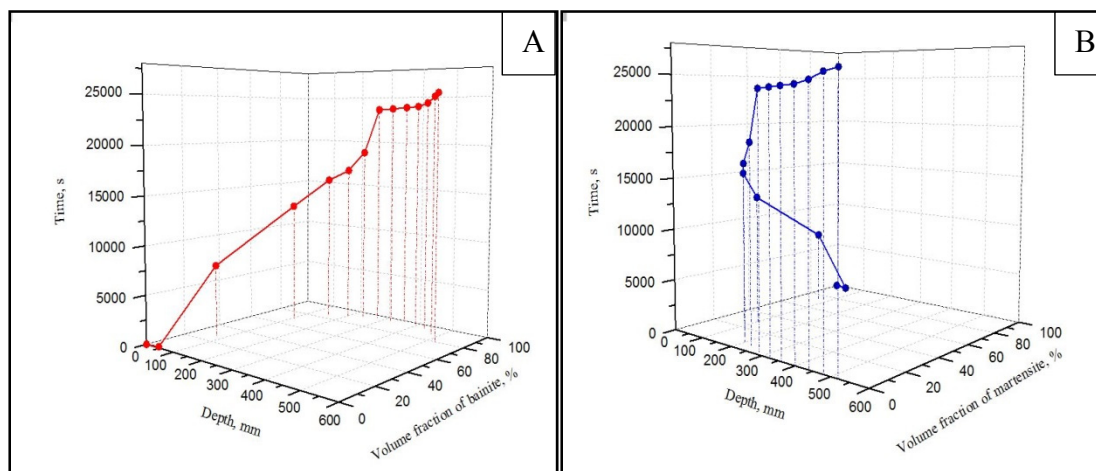


Figure 3.23 Évolution de phase bainitique (A) et martensitique (B) en fonction temps, profondeur et fraction volumique

L'évolution de l'austénite résiduelle en fonction du temps, de la profondeur et de la fraction volumique est illustrée à la figure 3.24. Il a été constaté que l'influence la taille de grains est plus important que celle de la concentration en carbone sur la quantité d'austénite résiduelle. La quantité d'austénite résiduelle obtenue dans les situations C et D dans le centre du bloc forgé peut être lié à la variation de la taille de grains comme discuté ci-dessus.



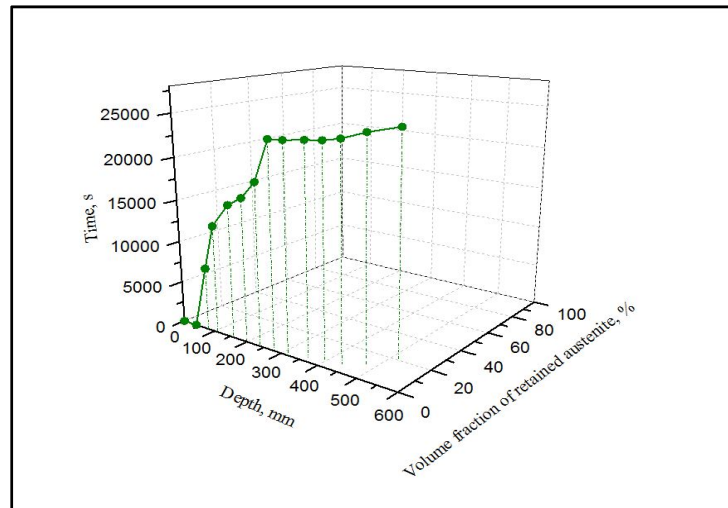


Figure 3.24 Évolution de l'austénite résiduelle en fonction temps, profondeur et fraction volumique

## CHAPITRE 4

### VALIDATION EXPERIMENTALE

#### Introduction

Cette section détaille la validation expérimentale des résultats de la quatrième simulation qui est la plus représentative du cas industriel. Afin d'avoir des conditions numérique proches de celles de l'expérimentale, une approche qui consiste à choisir un maillage de 5 mm a été utilisée. Ce maillage a la même dimension que celui de l'échantillon utilisé dans les expériences. Vu les grandes dimensions du lingot, ce maillage a été appliqué en surface au centre, où la vitesse de refroidissement est très lente (environ 0,015°C/s) et en surface où la vitesse de refroidissement est beaucoup plus rapide (environ 3°C/s). Ces mêmes vitesses ont été utilisées dans les essais dilatométriques. Pour ce faire, des boîtes de maillage, qui permettent de prescrire un maillage différent de celui utilisé dans le reste de la géométrie, ont été employées figure 4.1.

Le calcul des proportions de phases a été effectué à l'aide des travaux de (Fisher & Geils 1970) qui pose comme hypothèse que 100% de l'austénite se transforme durant le refroidissement. Cette méthode présentée au figure.4.1 permet de calculer les proportions de phases en utilisant les courbes dilatométriques. La régression linéaire des parties de la courbe avant le début de la transformation et après la fin de la transformation sont représentées par les deux courbes A et B. les points A', B' et C représentent respectivement la valeur de la dilatation mesurée pour une même température. Le pourcentage de la fraction volumique est donné par la formule suivante :

$$F_{transformée} = \frac{B' - C}{A' - C} \quad (4.1)$$

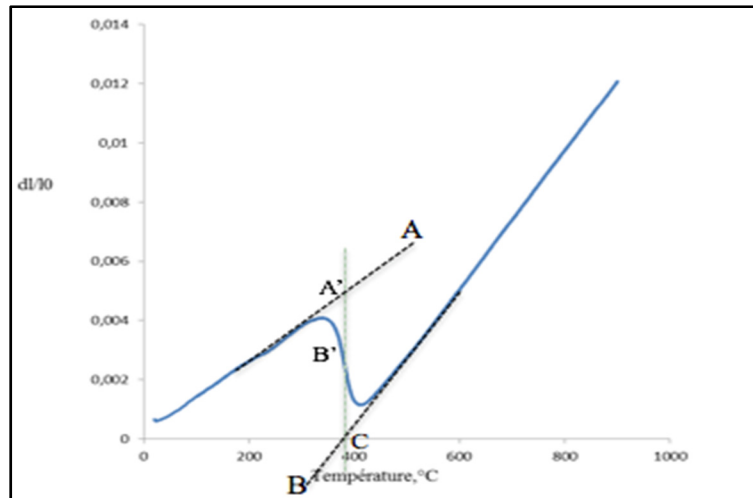


Figure 4.1 Représentation graphique du calcul du pourcentage transformé à partir d'une courbe dilatométrique

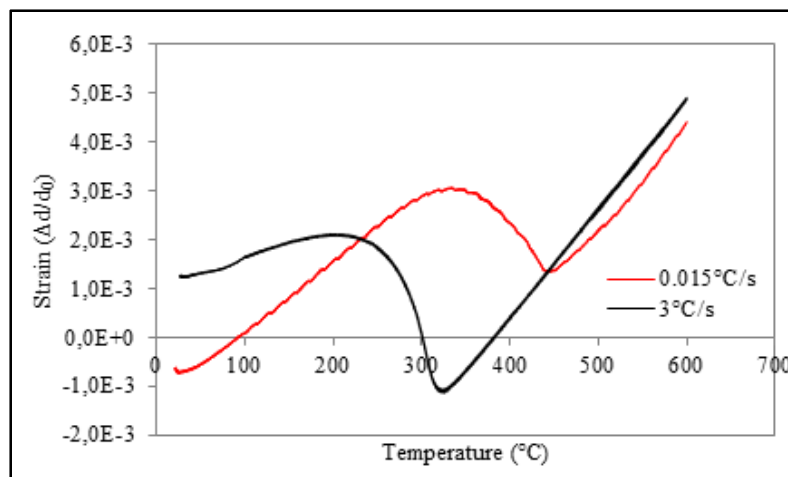


Figure 4.2 Courbes dilatométrique pour les deux vitesses de refroidissement appliquées

Pour une meilleure précision, deux courbes de déformation versus température ont été tracées figure 4.2. Les températures de début et de fin des transformations bainitique et martensitique sont représentées par des points d'inflexion de la courbe de déformations. Pour une vitesse de refroidissement de 3°C/s, la martensite se transforme complètement, tandis que pour des vitesses de refroidissement plus lentes aux alentours de 0,015°C/s, l'austénite ne se transforme pas entièrement après la fin du refroidissement.

La construction des courbes illustrées dans la figure 4.3 a été effectuée selon la méthode de dérivées en utilisant la courbe dilatation versus température de la figure 4.2. Cette technique permet de déterminer les températures de début et de fin de transformation à savoir la bainite et la martensite en utilisant la courbe de dilatation versus température. La Figure 4.3 illustre graphiquement la méthode utilisée. En fonction de la microstructure initiale,  $B_s$ ,  $M_s$  représentent les températures à lesquelles le mécanisme de transformation change.  $B_f$  et  $M_f$  représentent les températures à lesquelles la transformation est terminée. La figure 4.3 présente les courbes dilatométriques correspondantes aux deux vitesses de refroidissement 0,015 et 3°C/s. La transformation produite au cours du refroidissement montre la formation des différentes phases. Pour 0,015 °C/s, la transformation commence à 510 °C, cela indique la formation de la bainite. Pour la vitesse de refroidissement 3°C/s la transformation commence à 360 °C, ce qui correspond à une transformation martensitique.

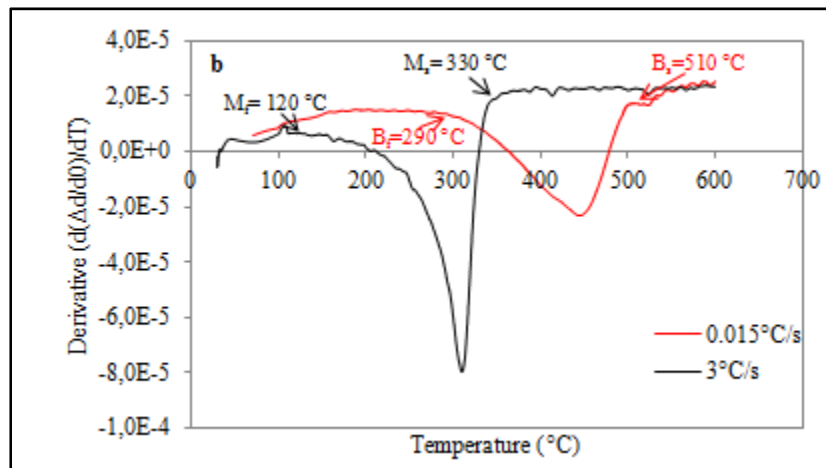


Figure 4.3 Méthode de dérivées pour déterminer  $M_s$ ,  $M_f$  et  $B_s$ ,  $B_f$

Après trempe, l'acier SF 2050V est composé de 80 % bainite et 20 % d'austénite résiduelle. Les autres constituants comme les carbures, la martensite, la perlite et la ferrite sont considérés comme négligeables, car leur teneur est faible par rapport à la phase bainitique. La figure 4.4 montre les microstructures obtenues pour les deux vitesses de refroidissement à savoir 0,015 et 3°C/s.

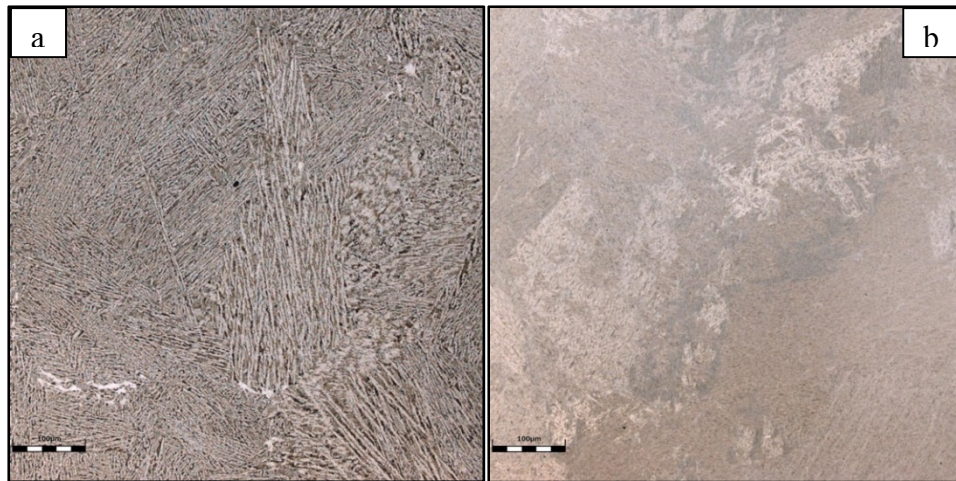


Figure 4.4 Microstructure de l'acier refroidi a) 0.015°C/s, b) 3°C/s

Il existe plusieurs méthodes pour identifier le taux de l'austénite résiduelle. Parmi ces méthodes, on trouve la méthode la plus utilisée, qui est la mesure par diffraction des rayons X. La mesure du taux de l'austénite résiduelle par rayons X (RX) nécessite un matériau avec une structure cristalline qui diffracte les R.X ainsi qu'une tête goniométrique alimentée par un générateur à haute tension afin d'engendrer les rayons X à des longueurs d'onde  $\lambda$  allant de  $10^{-11}$  à  $10^{-8}$  m et de détecteurs de 1 à 4, qui vont rassembler le signal diffracté et ensuite l'analyser.

La fraction volumique de l'austénite résiduelle a été calculée à partir des résultats de rayons X selon la norme ASTM E975-13. Les résultats de rayons X, montrent que le pourcentage de l'austénite résiduelle diminue avec l'augmentation du taux de refroidissement. On voit une présence des pics de l'austénite pour la vitesse de 0,015°C/s. De plus, le taux d'austénite résiduelle quantifié par la méthode de Rietveld est de 18%. Pour la vitesse de refroidissement de 3°C/s, la formation de martensite montre un élargissement des pics de diffraction provoquée par une déformation dans le réseau due à la trempe. On obtient ainsi un pourcentage d'austénite résiduelle de 0% et le reste (environ 99%) de la martensite tableau 4.1. Le spectre des rayons X pour les deux cas étudiés sont présentés à la figure 4.5.

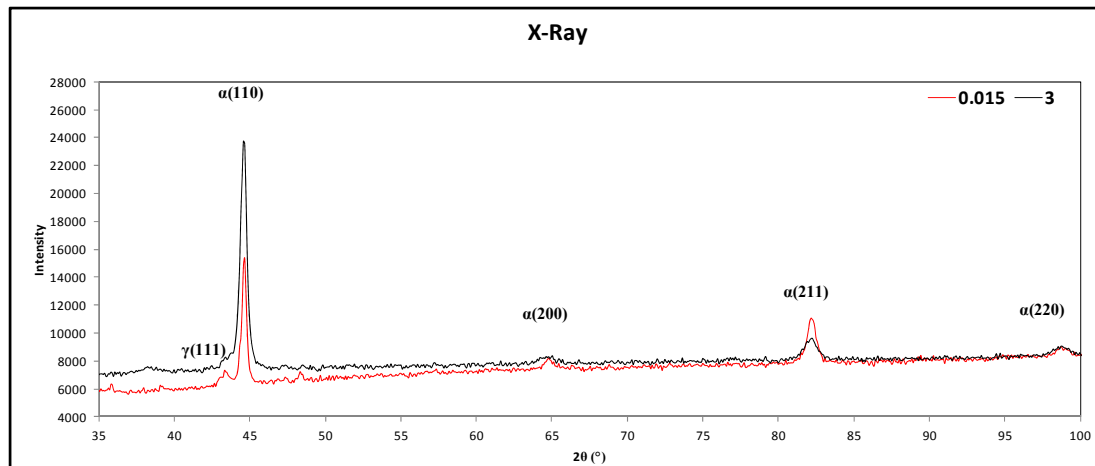


Figure 4.5 Rayon X pour les deux vitesses de refroidissement 0.015 et 3°C/s

Tableau 4.1 Valeurs des fractions volumiques d'austénite résiduelle

Vitesse de refroidissement (°C/s)	$\gamma_R$ "Expérimentale" (%)
0.015	18
3	0

La caractérisation microstructurale, a permis de déterminer que les proportions initiales des phases dans l'acier sont de 80 % de bainite et 20 % d'austénite résiduelle pour une vitesse de refroidissement de 0.015°C/s et de 99 % de bainite et 0.003 % d'austénite pour une vitesse de 3°C/s. L'équation 4.1 présentée à la section 4.1 permet d'obtenir les pourcentages des fractions volumiques pour une transformation complète d'austénite soit en bainite soit martensite. En effet, la règle de proportionnalité a été utilisée pour déterminer la quantité réelle de la fraction volumique d'austénite transformée pour chacune des 15 températures choisies parmi la plage de température de transformation de l'austénite en bainite et en martensite. À titre d'exemple, à la température de 400°C, la fraction volumique calculée est de 60 % pour une transformation complète de 100 % d'austénite (courbe de dilatomètre). À la même température, la valeur (60 %) du pourcentage de la bainite pour une transformation complète (courbe de dilatomètre) est multipliée par la fraction volumique de 80 % d'austénite transformée en bainite (caractérisation microstructurale) et, par conséquent, la fraction réelle

d'austénite transformée en bainite est de 48 %.

A l'aide de la règle de proportionnalité, la fraction volumique de phases a été calculée pour chaque phase selon une vitesse de refroidissement connue. Cette règle de proportionnalité a été appliquée sur les résultats obtenus à partir des courbes de la déformation expérimentale et de la caractérisation microstructurale. Puis, elle a été extrapolée sur toute la plage de température de la transformation de l'austénite en bainite et martensite. Le nouveau pourcentage de la fraction volumique pour chaque température est comparé avec celui prédit par la simulation et ainsi de suite jusqu'à ce que la transformation soit totalement effectuée.

D'après la figure 4.6, il a été constaté que les valeurs de pourcentage dans les courbes transformations, à savoir les valeurs pour la bainite et la martensite pour les deux vitesses de refroidissement sont proches. Le pourcentage de la bainite obtenu par simulation est presque le même que celui obtenu à partir des essais expérimentaux. Toutefois, on constate un décalage entre les deux courbes. Ce décalage peut être expliqué par le fait que la plupart des grandeurs thermiques et physiques du matériau ne sont pas connues dans les conditions hors équilibre thermodynamique et que les modèles développés par simulation tiennent compte seulement des propriétés physiques du matériau mesuré en équilibre thermodynamique. Ceci semble affecter la cinétique de transformation. La même remarque peut être faite à propos de l'autre courbe traitant l'évolution de la transformation martensitique.

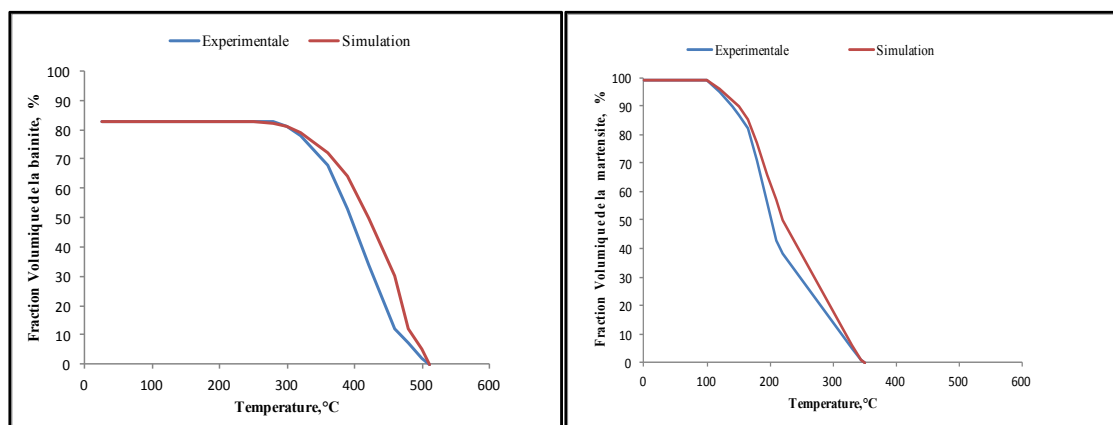


Figure 4.6 Comparaison entre la fraction volumique de la bainite (a) et de la martensite (b) calculée

On remarque que pour la vitesse de refroidissement de 0,015°C/s, la quantité d'austénite résiduelle mesurée par la technique de diffraction de rayons X est plus élevée de 2 % que celle prédite par simulation numérique. Toutefois, dans le cas d'une vitesse de refroidissement plus ou moins rapide aux alentours de 3°C/s, la quantité de la fraction volumique de l'austénite se rapproche de la valeur mesurée par la diffraction des rayons X tableau 4.2.

Tableau 4.2 Valeurs d'austénite résiduelle obtenues à différentes vitesses de refroidissement

Vitesse de refroidissement (°C/s)	$\gamma_R$ "Simulation" (%)	$\gamma_R$ "Expérimentale" (%)
0,015	20	18
3	0,006	0

#### 4.1.1 Microdureté

Les essais dilatométriques et de rayons X ont été suivis par des mesures de microdureté Vickers sur l'ensemble des échantillons afin de confirmer la nature des phases obtenues aux différentes vitesses de refroidissement.

La microdureté Vickers a été calculée à partir de l'équation suivante (Krauss, 2005) :

$$\mu HV = 1,85437 \frac{m}{d^2} \quad (4.2)$$

Avec :

- m : la charge appliquée en kilogramme (kg);
- d : la moyenne des deux diagonales mesurées en millimètre (mm);



Il est à noter que la dureté Vickers, calculée selon le standard ASTM E384-11 avec une charge de 10g, de la bainite se situe dans la fourchette de 300-500 HV et 600-700 HV pour la martensite.

L'ensemble des tests et des mesures ont montré l'absence de la ferrite et de la perlite. La figure 4.7 présente les valeurs de microdureté Vickers obtenues pour les microstructures des deux vitesses de refroidissement. Les résultats de microdureté confirment ceux obtenus des rayons X et de dilatométrie présentés précédemment. La figure 4.8 présente aussi une comparaison entre les duretés prédites par la simulation numérique et celles mesurées expérimentalement. Une bonne concordance entre les deux résultats est observée.

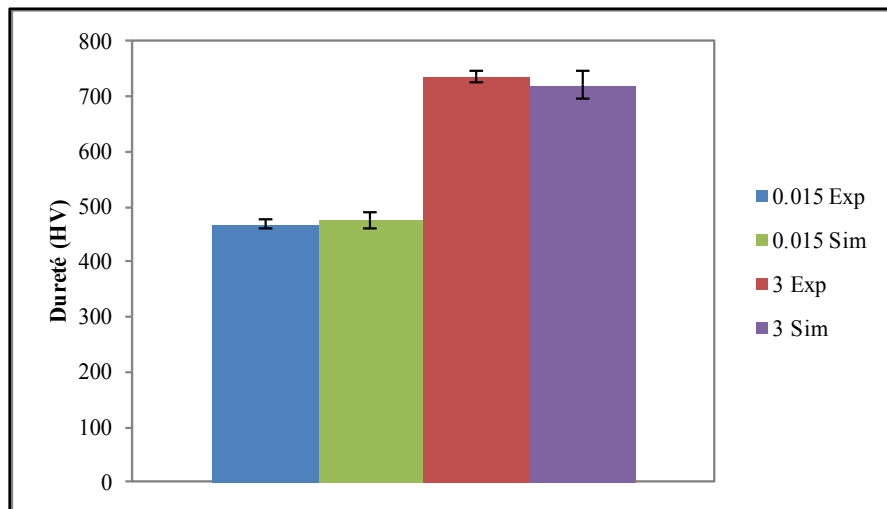


Figure 4.7 Comparaison entre la dureté obtenue par simulation numérique et celle mesurée expérimentalement

#### 4.1.2 Coefficients d'Avrami $n$ et $b$

À l'aide des données obtenues à partir des courbes dilatométriques, les coefficients de l'équation d'Avrami  $n$  et  $b$  sont déterminés pour une vitesse de refroidissement de  $0.015^{\circ}\text{C/s}$ . Les fractions volumiques de la bainite formées ont été comparées avec les résultats du modèle de prédiction. Pour résoudre ce modèle, 15 fractions volumiques comprises entre  $510^{\circ}\text{C}$  et  $300^{\circ}\text{C}$  ont été choisies tant pour la simulation que pour la courbe dilatométrique

correspondant à la vitesse de refroidissement de 0.015°C/s. Il est important de souligner que ces fractions volumiques ont été calculées selon l'équation 4.2 et la règle de proportionnalité. En effet, la détermination expérimentale de la fraction volumique pendant la trempe à l'eau dans les lingots de grande dimension n'est pas toujours possible, en raison de la difficulté de suivre l'évolution de la microstructure. Ce type de contre-vérification permettrait de valider les résultats de la simulation avec ceux mesurés expérimentalement au niveau local de manière précise suivant les températures atteintes. Les différents résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 4.3 qui montre une forte corrélation entre les valeurs prédites et les valeurs mesurées par les courbes dilatométrique et rayons X. L'équation d'Avrami peut se transformer :

$$y = 1 - \exp(-bt^n) \quad (4.3)$$

Et obtenir la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{1}{1-y}\right) = \ln(b) + n\ln(t) \quad (4.4)$$

Le tracé de la partie linéaire de  $\ln\left(\frac{1}{1-y}\right)$  en fonction de  $\ln t$  est une droite avec une pente de  $n$  et l'ordonnée à l'origine égale à  $\ln b$  à vitesse de refroidissement fixée.

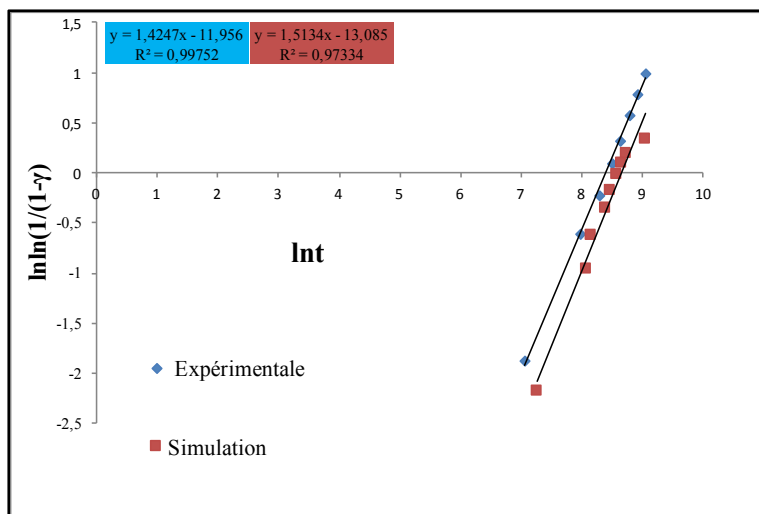


Figure 4.8 Courbe du logarithme de l'inverse de la fraction volumique en fonction du temps

Tableau 4.3 Comparaison des constantes d'Avrami entre Simulation et Expérimentale

Constantes d'Avrami	Simulation	Expérimentale
n	1,51	1,42
k	2,071 E-6	6,41 E-6

Dans le but de mesurer la validité du modèle, l'erreur relative entre fractions volumiques expérimentaux et la fraction volumique prédite par simulation numérique ont été déterminées. Les fractions volumiques obtenues que ce soit par simulations ou par expérimentales ont été exportées vers un fichier EXCEL qui a été à son tour importé dans le logiciel de calcul MINITAB. Cette erreur est de 0.5% pour la vitesse de 0.015 C/s. Le coefficient de détermination ajusté  $R^2$  est 0,95 avec une dispersion de  $S = 0,024$  (figure 4.9).

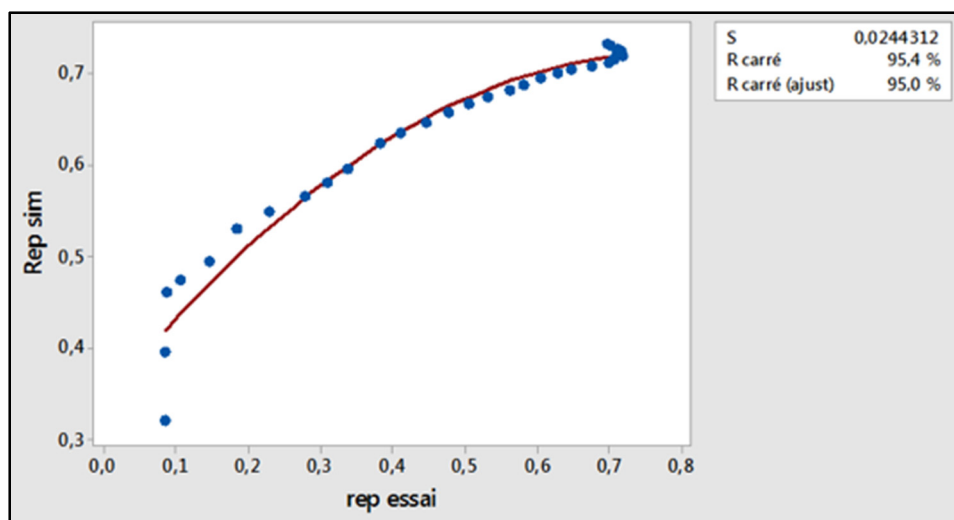


Figure 4.9 L'erreur relative entre les résultats numérique et expérimentaux

## CONCLUSION

Dans le cadre du projet, une nouvelle technique de simulation des lingots de grande dimension a été améliorée dans un contexte où l'on cherche à prédire les fractions volumiques d'une manière précise et proche de la réalité. Il a donc été important de vérifier l'influence de deux paramètres, à savoir la taille de grains et le taux de carbone sur les cinétiques de transformations et l'apparition d'une phase par rapport à l'autre au cours du refroidissement.

Pour ce faire, la simulation A du bloc austénitisé à 900°C et refroidi à 25°C a servi de référence. Une deuxième, troisième et quatrième simulation avec le même bloc et le même alliage ont subi un traitement thermique similaire à celle de référence avec une variation des paramètres :

- Tailles de grains et maintien d'un taux de carbone fixe;
- Taux de carbone différent et taille de grains fixe;
- Et enfin taille de grains différente et taux de carbone différent;

Les différentes simulations ont permis d'étudier l'effet de la taille de grains et de la teneur en carbone sur les cinétiques de transformations et les fractions volumiques. La validation expérimentale a permis de contreverifier les résultats numériques de la technique développée et de proposer une méthode de validation capable de prédire les fractions volumiques à des températures élevées (entre 500°C et 120°C) pour un lingot de grande dimension fabriqué en acier faiblement allié (SF2050V) en utilisant des expériences machine Gleeble® 3800 et Rayons X. De plus, la démarche expérimentale adoptée dans le cadre de ce projet comportait les étapes préalables nécessaires afin d'améliorer les connaissances sur les proportions de phases de cet acier à des températures élevées et sur l'uniformité de la dureté dans le lingot.

Une première série de tests expérimentaux a permis de donner les tailles des grains austénitiques en surface, au quart et au cœur. Ensuite, une deuxième série de tests dilatométriques a permis de déterminer les températures de début et de fin des phases

bainitique et martensitique ainsi que les fractions volumiques de la bainite et de la martensite formée à des températures élevées en fonction de la vitesse du refroidissement donnée. Les tests de Rayons X ont permis de calculer le pourcentage d'austénite résiduelle.

À la lumière des différents résultats obtenus, les conclusions suivantes peuvent être tirées de cette étude:

- La variation du taux de carbone et de la taille de grains austénitique permet de décaler les températures caractéristiques de transformations de phases ainsi que les courbes de transformation, à savoir la ferrite, perlite, bainite et martensite, sont décalées également vers la droite ou la gauche.
- Le nez de formation de la martensite est allongé jusqu'à un taux de refroidissement lent de  $0,04^{\circ}\text{C/s}$  pour une teneur en carbone de 0,55 % et une vitesse de refroidissement de  $0,01^{\circ}\text{C/s}$  pour un teneur en carbone de 0,55 % et une taille de grains austénitique de 400 microns.
- La variation du taux de carbone et de la taille de grains austénitique influence les valeurs de la fraction volumique de l'austénite résiduelle et de bainite qui ont été obtenues après trempe pour la situation D. Ces valeurs ont été estimées à **20 %** d'austénite résiduelle et **80 %** de bainite alors que les valeurs des autres simulations (A, B, C) ont été estimées respectivement à **1 %**, **1 %** et **13 %** d'austénite résiduelle et **99 %**, **99 %**, **83 %** de bainite. Par contre, la valeur moyenne d'austénite résiduelle obtenue par la méthode des rayons X a été estimée à **18 %** et la valeur moyenne de la bainite, quant à elle, a été estimée à **80 %** selon la caractérisation microstructurale. Les pourcentages sont très proches de la valeur obtenue à la simulation D.
- L'équation constitutive d'Avrami semble être valide pour ce matériau dans la plage des vitesses de refroidissement testées.

La précision des résultats numériques pourrait être améliorée en prenant en considération la valeur réelle du transfert de chaleur durant la trempe et des propriétés des matériaux mesurées hors équilibre thermodynamique.



# Numerical Simulation of Water Quenching of Large Size Forgings: Effects of Macrosegregation and Grain Size on Phase Distribution

Mountadar Lyassami, Davood Shahriari\*, Emna Ben Fredj\*, and Mohammad Jahazi\*

Department of Mechanical Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 rue Notre-Dame Ouest, Montréal, QC, H3C 1K3, Canada

\* Correspondence: benfredj.emna@gmail.com; Tel.: +1- 514-396-7268

\* Correspondence: mohammad.jahazi@etsmtl.ca; Tel.: +1- 514-396-8974

**Abstract:** In this Paper, water quenching of large size Ingots was simulated using FORGE NxT 1.1® Finite Element code. Simulations were carried out for an as-forged medium-carbon low-alloy steel. A novel method is proposed to simulate the different parts of a large size forged block with different chemical compositions and grain sizes using the multiple materials method. The effects of macrosegregation, grain size variation and cooling rate on phase distribution through the volume of the forged block were investigated. The delay in transformation kinetics, which is due to the effect of grain size variation and carbon content, was analyzed. Results showed that macrosegregation and grain size variations significantly influence transformation start points and the volume fraction of phases that are present in each location of the forged ingot. The proposed prediction method was validated using high resolution dilatometry experiments and X-Ray diffraction measurements to accurately evaluate the volume fraction of martensite, bainite and the percentage of retained austenite for each condition.

**Keywords:** Steel ingot water quenching; FEM simulation; Grain size variation; Carbon content gradient.

---

## 1. Introduction

Large size forged ingots, made from medium carbon high strength steel, are extensively used as dies in automotive industry [1]. Uniform microstructure and hardness through the thickness of the die is an important requirement by mould makers as the surface quality of the part is significantly affected by the mechanical and microstructural characteristics of the die material [2, 3]. Therefore, it is of paramount importance to control the manufacturing process in order to obtain the optimum combination of mechanical and microstructural properties.

The medium carbon die steels are produced by ingot casting followed by open die forging before undergoing quench and temper operations [3, 4]. The quenching step is very important since, it determines the final grain size, and significantly influences the final distortion, hardness, and mechanical properties [4]. Relatively homogeneous grain size and microstructure can be obtained on

small to medium size forged blocks. In contrast, very large forged blocks, increasingly on demand by the automotive industry, have been characterized by the presence of macro segregated zones [5] and grain size variation [6] in the final product.

The above variabilities affect the phase transformations kinetics from austenite to martensite, bainite or pearlite during the quench operation and result in non-uniform microstructures and properties. The chemical heterogeneities due to macrosegregation and the variation in grain size are often reduced, in small size ingots, through subsequent heat treatment and forging operations. However, the situation is much more complex for very large size forgings and occasionally; such defects require rework or may even result in scrapping of the part. On the other hand, due to the stringent quality requirements, non-efficient costly trial and error methods could not be adopted. Therefore, the development of efficient and reliable simulation methods that would predict the impact macrosegregation zones or variable grain size on phase proportions is an important necessity.

Over the last decade, several research works have been devoted to the modeling of phase transformation during water-quenching [7, 8]. However, most of them have been focused on calculation of Continuous Cooling Transformation (CCT) diagrams and hardness uniformity [7, 9]. Time Temperature Transformation (TTT) or CCT diagrams are important tools to predict microstructure evolution during quenching by allowing the identification of phase boundaries of ferrite, pearlite, bainite, and martensite as a function of cooling rate [10]. In addition to the cooling rate, phase domains and boundaries are also influenced by grain size and chemical composition whether local or global.

A combination of Avrami [11] model, Koistinen-Marburger (K-M) equation [12] and Scheil additivity rule [11-15] have been used to predict phase transformation start and finish temperatures, residual austenite, bainite and martensite transformations as well as grain size variations and carbon content during the cooling process. However, little information is available on the influence of chemical heterogeneity and grain size variation on the volume fraction of the phases during the cooling process of large size forged blocks [10, 13]. Experimental determination of the volume fraction of phases during water-quenching of large blocks is not always possible due to the difficulty of obtaining samples from different sections of the forged slab. To this end, a simulation approach using the multiple-materials numerical method was employed in the present investigation. The method has been used and proven to be efficient for the analysis of manufacturing processes where different properties within the structure of one single part are considered. Specific examples are coextrusion, extrusion, forming of composite materials, and multi-layer rolling [14]. However, to the best knowledge of the authors, this is the first time that this method is used to simulate chemical and microstructural heterogeneities during the quenching process of a large size forged block. In order to insure high level of accuracy and experimentally proven data, a systematic experimental analysis was also carried out in parallel with the simulation work.

Specifically, the present research work focuses on the effects of carbon content gradient and grain size variation on volume fractions of retained austenite, martensite and bainite through the entire volume of a 40 tons forged ingot. The FE based FORGE NxT 1.1® software [14] was used to carry out the simulation work and material physical data were obtained through experimentation, literature or JMatPro® software [16]. Dilatometry experiments simulating actual cooling rates inside the large size forged block were carried out and in order to validate simulation results Electron microscopy (FE-SEM) as well as X-Ray diffraction were used to determine grain size and the nature and proportions of the different phases.

## 2. Mathematical Models for Finite Element Analysis



The energy equation for three dimensional transient heat conduction of the large-sized ingot during water quenching can be described by the following partial differential equation [17]:

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( \lambda \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( \lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \dot{q} = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (1),$$

where  $\lambda$ ,  $\rho$  and  $c_p$  are thermal conductivity, density and specific heat, respectively. These thermo-physical parameters are temperature dependent. The quantity of heat released due to phase transformation [17] which is included in equation (1) as a heat source is given by:

$$\dot{q} = \frac{\Delta H \cdot \Delta f}{\Delta t}$$

where  $\Delta f$ ,  $\Delta H$  are the volume fraction, latent heat during an arbitrary time step  $\Delta t$ .

The density, thermal conductivity, specific heat and latent heat of the each phase were determined using JMatPro® software. The thermo-physical properties of the investigated material in this study are provided in *Appendix A*.

### 2.1. Prediction of phase fraction

During the quenching process of the large-sized forged block, diffusion controlled (austenite to ferrite) and non-diffusive type (martensitic) transformations take place in the material. In the case of diffusion controlled transformation, the volume fraction of the transformed phase was calculated using Scheil's additivity rule and the Avrami equation [11, 15, 18]. Specifically, this consisted in dividing the non-isothermal process of quenching into many isothermal segments and then using the TTT diagram of the steel, the fraction transformed was calculated for each segment. It can be understood in the non-isothermal quenching process the summation of the relative fraction reaches unity. Thus, Scheil's additivity rule is expressed as:

$$\sum_{i=1}^n \frac{\Delta t_i}{\tau_i(T)} = 1 \quad (2),$$

where  $\tau_i(T)$  and  $\Delta t_i$  are the incubation period under a certain isothermal temperature  $T$  and the time step, respectively.

The modified form of Avrami equation in which the incubation period is included can be written as:

$$f_i = f^{max} [1 - \exp(-b \Delta t^n)] \quad (3),$$

In the above equation  $f_i$  and  $f^{max}$  are the volume fraction and maximum possible transformed volume fraction at time and temperature increment  $i$ , respectively. Avrami's coefficients  $n$  and  $b$  are functions of temperature.

The concept of the virtual time ( $t_i^*$ ) and transformed volume fraction ( $f_i^*$ ) are generally developed to explicitly determine the transformed fraction at the time step  $i$ . These two variables are usually calculated by the following equations [17]:

$$t_i^* = \left[ -\frac{\ln(1 - f_{i-1})}{b_i} \right]^{\frac{1}{n_i}} \quad (4),$$

$$f_i^* = 1 - \exp(-b_i(t_i^* + \Delta t)^n) \quad (5),$$

Hence, the actual volume fraction is [17]:

$$f = f_i^*(f_{r_{i-1}}^* + f_{i-1})f_{max} \quad (6),$$

Thus, using equation 6, it is possible to calculate the total volume fraction of the phases transformed by diffusion controlled process. In the investigated steel,  $f_i^*$  represents the volume fraction of bainite and  $f_{r_{i-1}}^*$  that of the retained austenite, at the time iteration  $i - 1$ , respectively. The maximum possible transformed volume fraction,  $f^{max}$ , was also calculated based on a TTT diagram generated by JMatPro®.

The volume fraction of the non-diffusive type transformation (i.e. martensite) was calculated using the Koistinen-Marberger relation [12, 15, 19]:

$$f = 1 - \exp(-\alpha(M_s - T)) \quad (7),$$

where,  $M_s$  is the start temperature of martensitic transformation and  $\alpha$  is a material constant and varying with the steel composition.

## 2.2. Transformation kinetics

For the non-isothermal process at any temperature, the modified Avrami's coefficients,  $n(T)$  and  $b(T)$ , are used to predict the fraction of phase transformed. For a given temperature  $T$ , it is necessary to know the incubation time and two points of the kinetic transformation curve in order to determine Avrami's parameters. These two parameters are usually calculated from the obtained TTT diagram by the following equations [19]:

$$n(T) = \frac{\ln\left(1 - \frac{10\%}{f^{max}(T)}\right)}{\ln\left[\frac{\ln\left(1 - \frac{90\%}{f^{max}(T)}\right)}{\ln\left(1 - \frac{10\%}{f^{max}(T)}\right)}\right]} \bigg/ \ln\left(\frac{t_{10\%}(T) - t_{start}(T)}{t_{90\%}(T) - t_{start}(T)}\right) \quad (8),$$

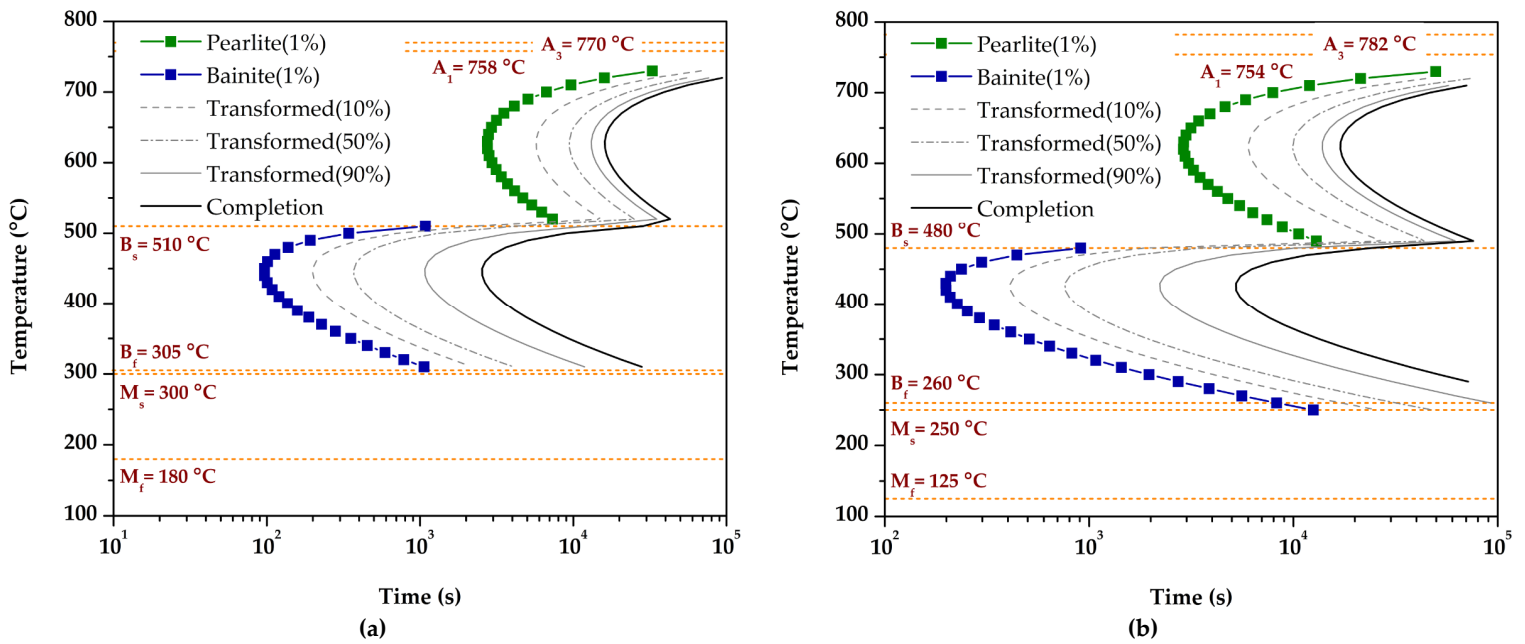
$$b(T) = -\frac{\ln\left(1 - \frac{10\%}{f^{max}(T)}\right)}{(t_{10\%}(T) - t_{start}(T))^{n(T)}} = -\frac{\ln\left(1 - \frac{90\%}{f^{max}(T)}\right)}{(t_{90\%}(T) - t_{start}(T))^{n(T)}} \quad (9),$$

The transformation starting time,  $t_{start}(T)$  (approximate as 1% transformation) and ending time (e.g.  $t_{10\%}(T)$ ,  $t_{90\%}(T)$  or  $t_{99\%}(T)$ ) are obtained from the TTT diagram. It should be noted that the CCT curve can be easily approximated by Avrami equation and Scheil's additivity rule model. JMatPro® software was used to generate both TTT and CCT curves which were then used as input into the modified form of Avrami equation in the present study. TTT diagrams depend on the steel composition and the austenite grain sizes which were experimentally measured according to ASTM E3-11 Standard [20]. The as-forged medium-carbon low-alloy steel was provided by Finkl steel, Sorel, Quebec, Canada. The chemical composition of the material is shown in Table 1.

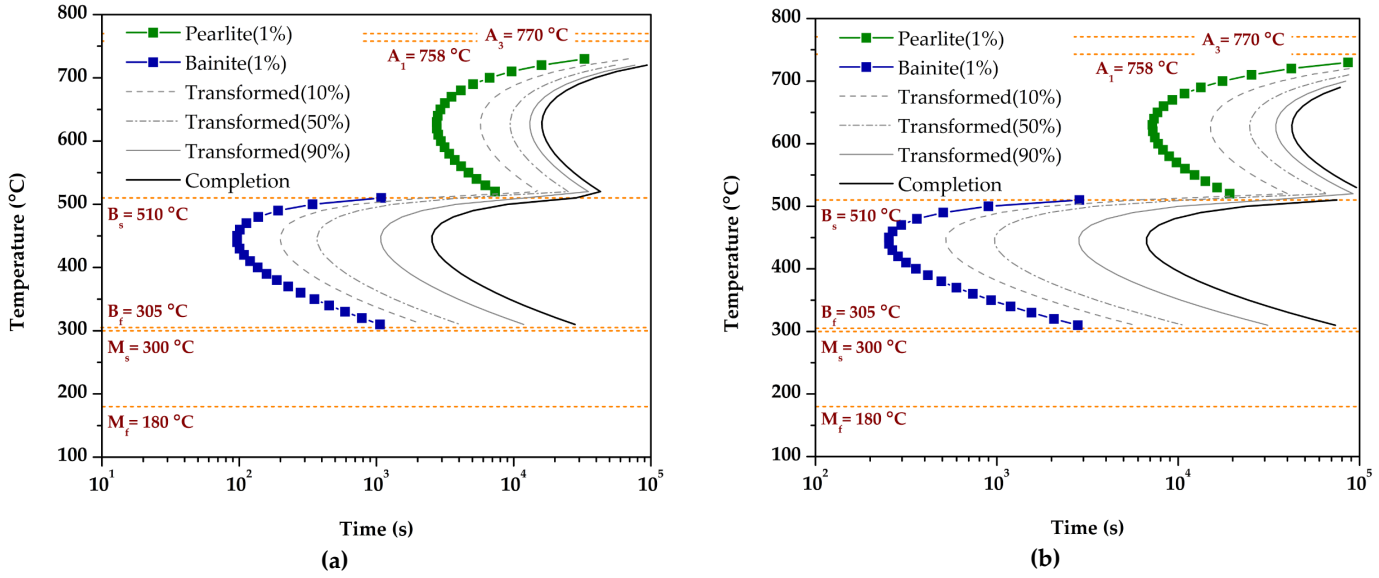
**Table 1.** Chemical composition of the studied steel (%wt).

C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Cu
0.35	0.99	0.41	0.5	1.86	0.53	0.16

The time-temperature-transformation curves and the critical temperatures for different carbon contents or grain size are illustrated in Figures 1 and 2. It can be seen that, the transformation temperatures and the time duration of the phase transformation, in particular martensite and bainite start and finish temperatures,  $M_s$ ,  $M_f$ ,  $B_s$  and  $B_f$ , vary with carbon concentration or grain size. The increase in carbon content results in the lower critical transformation temperatures while the transformation starting time decreases with the decrease in the grain size.



**Figure 1.** Influence of carbon content on transformation temperatures and the bainitic transformation nose on the TTT diagram: (a) 0.35%C; (b) 0.5%C.

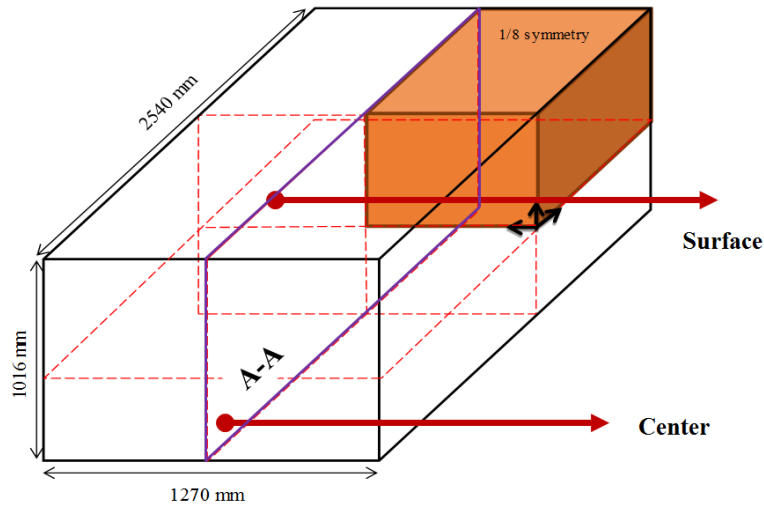


**Figure 10.** Influence of grain size on the bainitic transformation nose on the TTT diagram: (a) 130  $\mu\text{m}$ ; (b) 350  $\mu\text{m}$ .

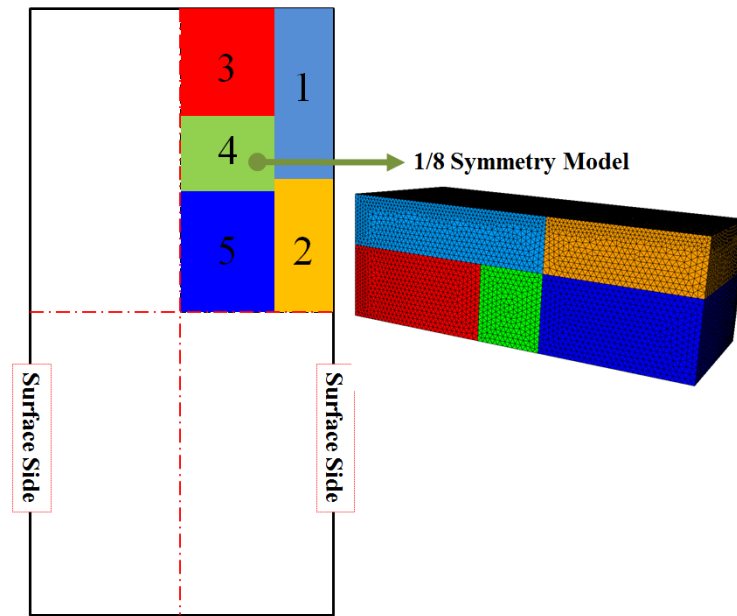
### 2.3. Model buildup and input data

Simulation of water-quenching of a 40 tons forged ingot was performed using 3D FEM FORGE NxT 1.1<sup>®</sup> software. Here, it is worth nothing that the dimensions of the forged block are  $2540 \times 1270 \times 1016 \text{ mm}^3$ . Because of the symmetry, only one eight of the geometry of the ingot was considered, and the symmetry faces were set as adiabatic boundaries (see Figure 3). Austenitizing temperature for the ingot was assigned at 900 °C and then the block quenched in water at 25 °C.

As discussed, in order to consider the presence of gradients in grain size and carbon content between the surface and the center, the multiple materials module of FORGE NxT 1.1<sup>®</sup> software was used [14]. Using this tool, it was possible to create a part with several zones, each one represents a specific material with distinct properties. The discretized FE model with five zones is shown in Figure 4.



**Figure 3.** Geometry of the large sized ingot and the symmetrical sets used in the FE simulation of the quenching process. Distributions of the transformed phases are displayed in the section A-A.



**Figure 4.** One eight model discretization with multiple materials in which cross section A-A indicates five zones with respect to the outer and symmetry planes.

Therefore, for each region, the computation differs according to the selected material file [21, 22]. It must be noted that in order to reduce the computational cost, the mechanical contact conditions between different zones were neglected. This simplification does not introduce any errors in the present investigation as only thermal aspects are considered in the analysis. The variations of the grain size and carbon concentration associated with each simulation condition were given in Table 2. The properties of the referred zones such as grain size and carbon concentration are provided in Table 3.

Three dimensional volume meshing using tetrahedral elements were used for the discretization of the forged block. Mesh sensitivity analyses were conducted to optimize the dimension of the elements in order to establish both a high accuracy and a reasonable computational cost of the simulation results. The fine tetrahedrons meshes (1 mm) were used on the surface while in the other domain it increased up to 5 mm.

The emissivity of the steel alloys is generally temperature dependent. The emissivity over the temperature range from 25 °C to 1000 °C was assumed 0.2 to 0.7 as a data input into the FE model.

**Table 2.** Designation of material condition and their corresponding parameters employed in the simulation

Material condition	Designation
Uniform grain size and %C	A
Uniform grain size and variable %C	B
Variable grain size and uniform %C	C
Variable grain size and %C	D

**Table 3.** The initial austenite grain size and carbon concentration specified for different zones corresponding to the simulation condition

Zone		1	2	3	4	5
A	Grain size ( $\mu m$ )	133	133	133	133	133
	Carbon (wt %)	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35
B	Grain size ( $\mu m$ )	133	133	133	133	133
	Carbon (wt %)	0.3	0.35	0.38	0.42	0.55
C	Grain size ( $\mu m$ )	133	205	300	330	360
	Carbon (wt %)	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35
D	Grain size ( $\mu m$ )	133	205	300	330	360
	Carbon (wt %)	0.3	0.35	0.38	0.42	0.55

In the water quenching stage, a coupled computation of the metallurgical changes and thermal field was carried out by considering the latent heat of transformation for each phase. Thermal exchanges including convection between the circulating water and the block were also implemented in the FE model. However, the convective transfer due to fluid motion induced by buoyant and thermocapillary forces is neglected in the simulation. Recorded temperatures at different positions of the ingot provided the approximation value of the heat transfer coefficient used in simulations. A constant value of the convective heat transfer coefficient in a range from  $200 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  to  $22000 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  was investigated to predict accurate and more consistent phase distributions of the large forged ingot after quenching process. The results of the works referred in the literatures [17, 22-25] confirmed the proper choice of the heat transfer coefficient for the present study. A heat transfer coefficient value of  $800 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  was obtained between the workpiece surface and the quenching media. One of the reasons for this selection is related to the large surface of the component which increases temperature of the fluid surrounding the block.

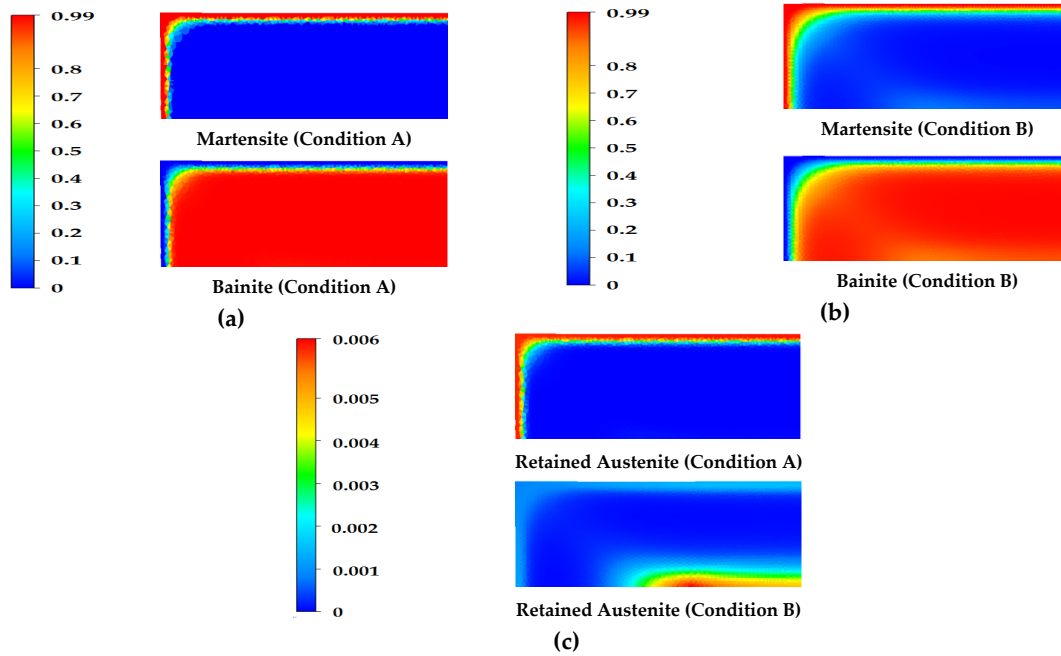
The experimental validation procedure consisted in dilatometry experiments simulating the thermal cycling during the quench process using thermo-mechanical simulator Gleeble 3800®, microstructure examination using electron microscopy (Hitachi 8230 FE-SEM) to determine the nature of the different phases, and the proportion of the phases were determined using X'Pert3 MRD PANalytical X-ray diffractometer.

### 3. Results and Discussion

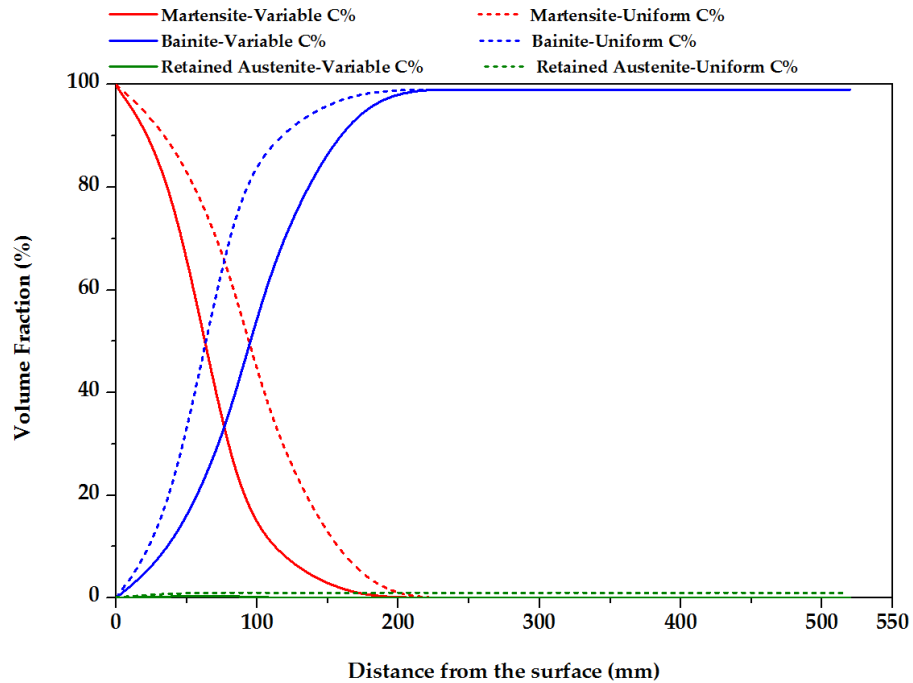
#### 3.1. Effect of carbon content

Figure 5 shows a comparison of the obtained results for conditions (A) and (B) where only the influence of changes in carbon concentration on phase distribution is illustrated. It can be seen that the outer zone (i.e. surface) has a high martensitic volume fraction and the inner zone of the block has a high bainite volume fraction. The results also show that martensitic transformation has been more important in the corners of the ingot for condition (B) as compared to condition (A). In contrast, a significant change in the volume fraction of bainite on the corner and in the center of the block is observed between conditions (A) and (B).

A detailed analysis of the above observations on the evolution of the phases is presented in Figure 6. The results of condition (A), (dashed lines in Figure 6), where both uniform grain size and chemical compositions were assumed, show that in the first 40 mm from the sample surface, the austenite phase has been transformed to 100 % martensite. Between 40 mm to 120 mm depth from the surface, the fraction of martensite decreased to nearly 9 % while that of bainite increased to approximately 90 % and retained austenite content of 1 %. From 120 mm to 160 mm depth, the microstructure is composed of 99 % bainite with a much lower amount of martensite (0.9 %). From 160 mm down to the center of the forged block, the microstructure remains nearly fully bainitic (99 %) with the rest being residual austenite.



**Figure 5.** Distribution of phased transformed in the section A-A (1/8 model) after quenching process under various simulation conditions (A: uniform grain size and uniform % C, B: uniform grain size and variable % C). (a) Contour of martensite and bainite distributions under the condition of A; (b) Contour of martensite and bainite distributions under the condition of B; (c) Contour of retained austenite distribution under the conditions of A & B.



**Figure 6.** Effect of carbon concentration on the predicted phase distribution along the depth of the block after water quenching process. Dashed line condition (A); Solid line condition (B).

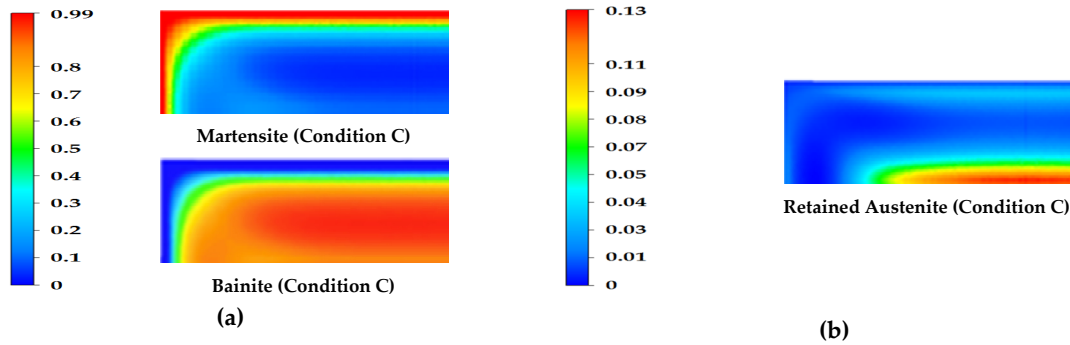


In contrast to above, when a variable carbon concentration is considered condition (B), solid line Figure 6), it can be seen that in the first 40 mm from the surface of the block, phase distribution consisted of 84 % of martensite, 15 % of bainite and 1 % of retained austenite. From 40 mm to 120 mm depth, the fraction of martensite decreased to 32 % and the fraction of bainite increased from 15 % to 67 %. As the distance from the surface increases from 120 mm to 160 mm depth, the microstructure becomes much richer in bainite (93 %) and leaner in martensite (7 %). From 160 mm depth and to the center of the forged block, the microstructure was composed of nearly fully bainitic (99 % bainite) and the remaining is considered as being retained austenite.

The observed differences in the distribution of the phases between conditions (A) and (B) can be interpreted in terms of the influence of carbon concentration in austenite. In fact, an increase in the carbon concentration in austenite leads to a decrease in the bainite start temperature  $B_s$  [23], and therefore longer time will be needed for carbon to diffuse away from the interface [26]. This is probably the reason for the observed differences in the slopes of the curves of bainite volume fraction (plain and dotted lines in Figure 6) in the first 200 mm from the surface. Furthermore, the results also show that the ferrite formation, which occurs before the bainite transformation, has had no significant impact on the changes in the slope. This is probably because when carbon concentration is increased in the austenite, the ferrite transformation is delayed, which leads to a decay in the amount of ferrite formed before bainitic transformation. As a result, the impact of the ferrite formation on the bainite transformation will also reduce [26]. For distances of 200 mm or above from the surface of the sample, bainite volume fractions were very similar in both simulations. This could be explained in terms of the precedence of bainite transformation over martensitic transformation at slower cooling rates (i.e. far from the surface zone) as also reported by other authors through experimental work on similar steels [10, 27, 28].

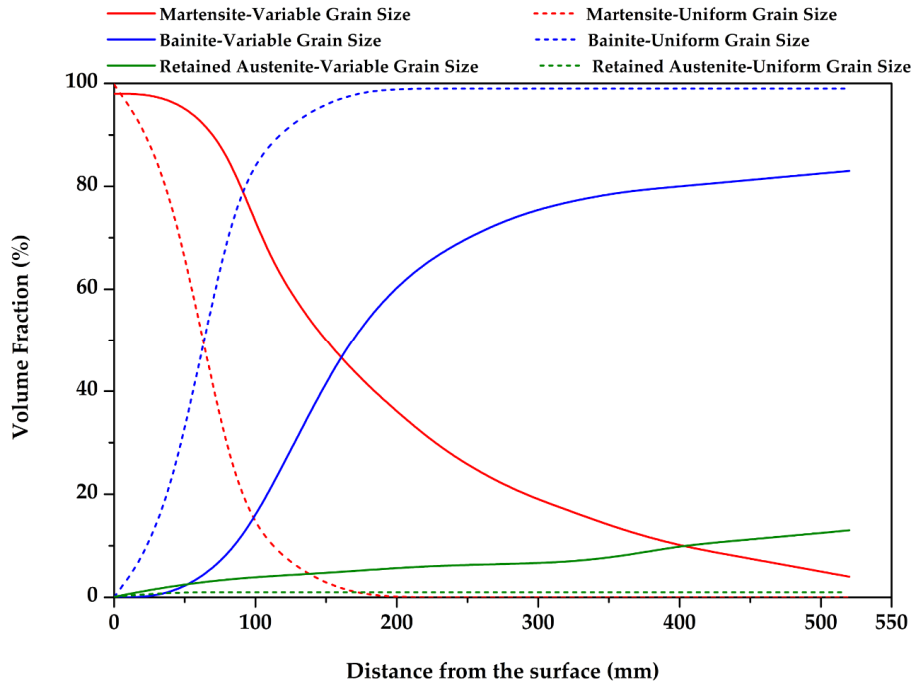
### 3.2. *Effect of variable grain size*

The influence of variable grain size on distribution and volume fraction of phases was considered in condition (C) and the results are reported in Figure 7 where a comparison with condition (A) is also presented. The simulation results clearly reveal the significant dependence of the microstructure and volume fraction of phases on grain size. The obtained results are also in agreement with those reported by other researches [29-33]. Specifically, it can be seen that the outer surface, with smaller grain size, has a higher martensitic volume fraction compared to the inner zones (larger grain size) where higher bainitic volume fraction is found. The results of condition (C) also show that the martensitic and bainitic transformations are more significant in the corners and in the center of the ingot, as compared to condition (A). In contrast, there is a remarkable change in the volume fraction of retained austenite in the center of the block as compared to condition (A) as detailed in Figure 8.



**Figure 7.** Distribution of phased transformed in the section A-A (1/8 model) after quenching process under the simulation condition of C (variable grain size and uniform % C). (a) Contour of martensite and bainite distributions; (b) Contour of retained austenite distribution.

In Figure 8, it can be seen that in the first 40 mm from the surface of the block, phase distribution consists in about 98 % of martensite, 1 % of bainite and about 1% of retained austenite. From 40 mm to 120 mm depth, the fraction of martensite drops from 98% to 64% while the fraction of bainite increases from 1 % to 20 %. From 120 mm to 160 mm, the fraction of martensite decreases to 46 % and the fraction of bainite and retained austenite move up to 48.5% and 5.7 %, respectively. Finally, from 160 mm to the center of the forged block, the microstructure of bainite increase from 48.5 % to 83 %, retained austenite from 5.7% to 13 %, and a small amount of martensite (4 %).



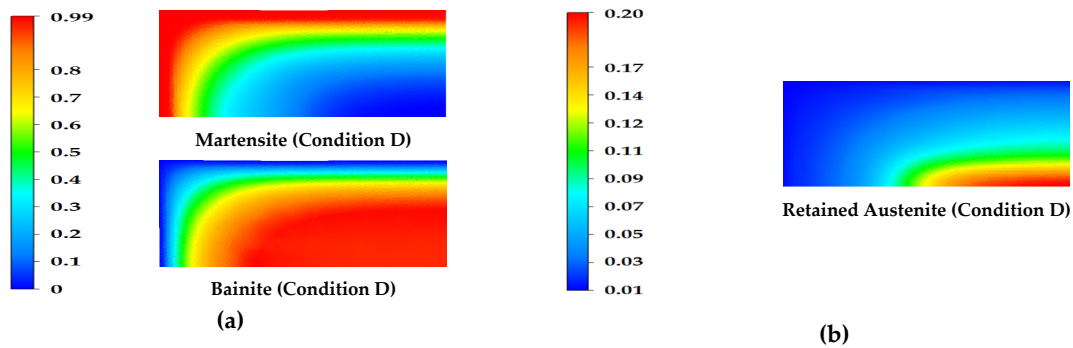
**Figure 11.** Effect of carbon content on the predicted phase distribution along the depth of the block after water quenching process. Dashed line condition (A); Solid line condition (C).

The differences in the distribution of the phases between the two simulations indicate that the fast cooling rates in the surface region have promoted the formation of martensite (Figure 7).

Moreover, the finer grain sizes in the surface (about 100  $\mu\text{m}$ ) compared to the center (about 300  $\mu\text{m}$ ) have also contributed to promoting the formation of martensite. Indeed, as reported Wang and Hu et al. [34, 35] a decrease in the grain size stabilizes the austenite phase and accelerates the transformation kinetics by providing more nucleation sites for the martensite. As the distance increases from the surface, the cooling rate decreases and the martensite volume fraction is reduced. In fact, the small amount of martensite observed in the centre, shown in Figure 8, is due to the software limitation. This is because in the CCT diagrams generated automatically by the algorithm based on grain size, chemical composition and the TTT diagram, the  $M_s$ ,  $M_{50}$  and  $M_f$  temperature lines have been artificially extended to very low cooling rates. As shown above, the volume fraction of bainite in the centre (i.e. coarse grain size region) is more important than the one in the fine grained surface region. This result could be explained in terms of the role of grain boundaries on bainitic growth. As reported by Hu et al.[35], once nucleation is almost completed, grain boundaries act as obstacles to the growth of bainite sheaves. Therefore, bainite growth will be further hindered in presence of small grains than large ones. Moreover, the slow cooling rate in the regions far from the surface will provide more favorable conditions for the formation of bainite and retained austenite, as also reported by Matsuzaki et al. [32].

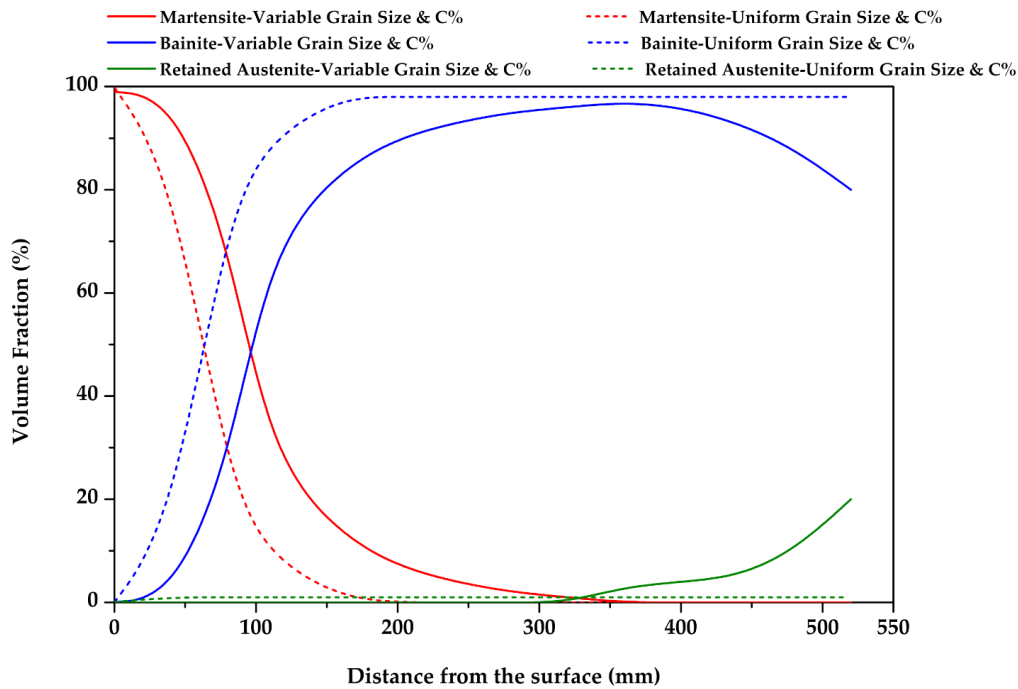
### 3.3. Effect of variable grain size and carbon concentration

Figure 9 shows the simulation screen shots for martensite, bainite and retained austenite and their respective volume fraction maps for condition (D) (which represents industrial case). The results indicate a martensitic microstructure in the outer surface, a combination of martensite and bainite in the mid thickness, and a microstructure composed of bainite and retained austenite at the center. A comparison of Figures 5, 7, and 9 show that for condition (A), the outer surface has a high martensitic volume fraction while the inner zone of the block has a high bainitic volume fraction. However, different transformation behavior is observed for condition (B) where martensitic and bainitic transformations are more important in the corners. Moreover, it can be seen that there is a small change in the volume fraction of bainite in the center. In contrast, for condition (C), it can be seen that the microstructure obtained in the outer surface is fully martensitic while in the inner zone, it consists of martensite, bainite and retained austenite. This finding is different to the ones obtained for the inner zones in simulations corresponding to conditions (A) and (B).



**Figure 9.** Distribution of phased transformed in the section A-A (1/8 model) after quenching process under the simulation condition of D (variable grain size and % C). (a) Contour of martensite and bainite distributions; (b) Contour of retained austenite distribution.

Detailed results and a comparison with the results for condition (A), as reference, are presented in Figure 10. It can be seen that in the first 40 mm from the surface of the block, phase distribution consists of martensite (88 %), bainite (12 %), and retained austenite (0 %). From 40 mm to 120 mm, the fraction of martensite passes from 88 % to 28 % and that of bainite from 12% to 69%. From 120 mm to 160 mm depth, the microstructure is increase to 84% bainite and 13% of martensite and 3% of retained austenite. From 160 mm to 360 mm depth, the microstructure is nearly composed of bainite (97 %). It must be noted that a slower martensitic transformation rate was observed for condition (D) as compared to conditions (B) or (C). From 360 mm to the center of the forged block (508 mm), the microstructure decrease from 90 % 80 % bainite and 20 % retained austenite (Figure 10).

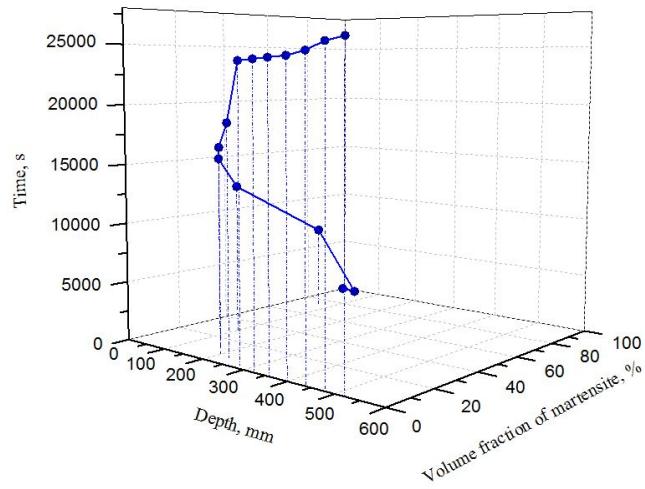


**Figure 10.** Effect of variable grain size and carbon concentration on the predicted phase distribution along the depth of the block after water quenching process. Dashed line condition (A); Solid line condition (D).

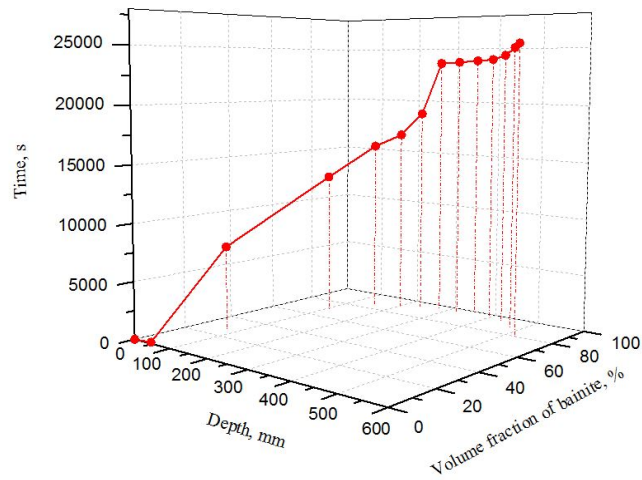
Figures 11 to 13 show how the proportions of martensite (Figure 11), Bainite (Figure 12), and retained austenite (Figure 13) vary versus quenching processing time and the depth of the ingot. Since the condition D represents an industrial case, the maps for martensite, bainite and retained austenite volume fraction were depicted (see Figures 11-13). Analysis of Figure 11 reveals that the martensite volume fraction is observed at about 320 mm depth after 24140 s. The analysis of bainite phase evolution (Figure 12) indicates that for variable grain size and %C (Condition D) model a fully bainitic microstructure is reached at higher depths (around 380 mm after 25000 s). Thus, that a more mixed microstructure is expected by this condition.

The evolution of retained austenite as a function of time, depth and volume fraction is illustrated in Figure 13. It can be seen that, within the limits considered in the present investigation, the grain size has a stronger influence than carbon concentration on the amount of retained austenite present in the large size forged block at the end of the quench process. The higher levels of retained austenite

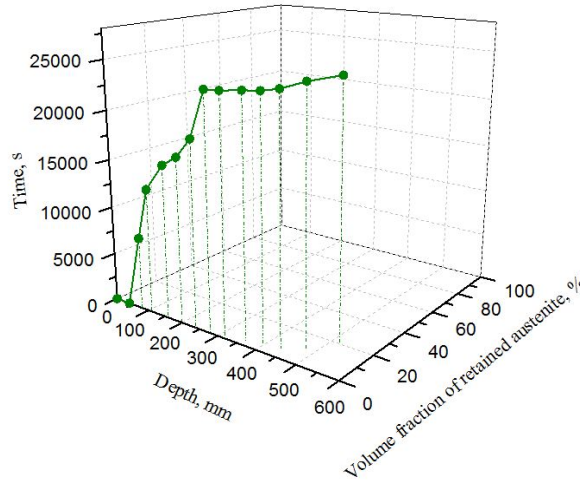
predicted for condition (D) in regions close to the core of the forged block can be related to the grain size variation as discussed above.



**Figure11.** Calculated martensite distribution for condition (D).



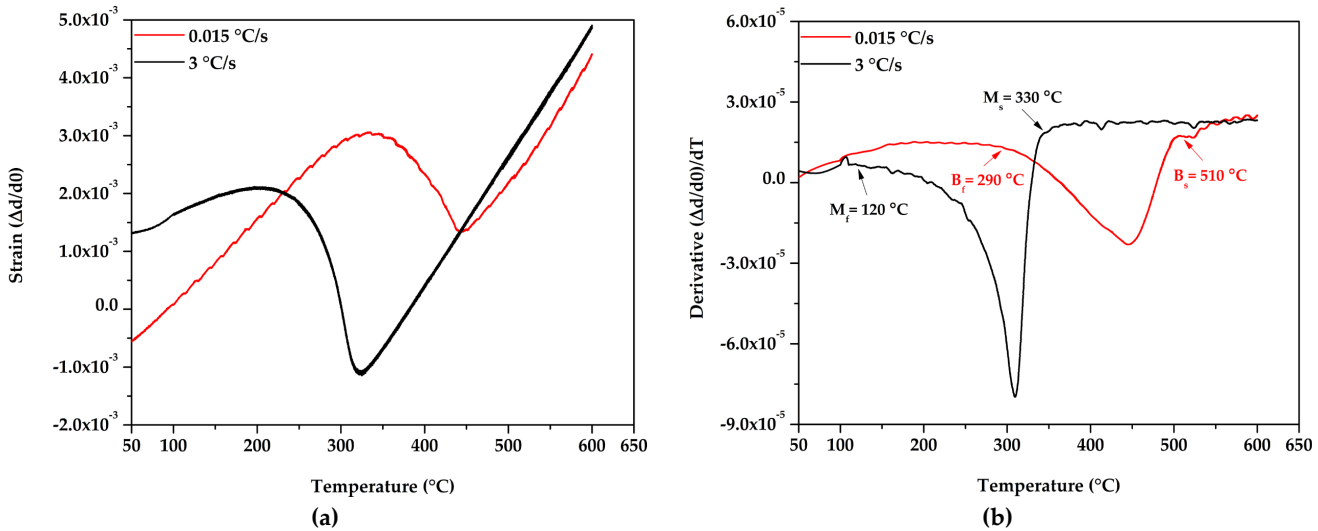
**Figure 12.** Calculated bainite distribution of condition (D).



**Figure 13.** Calculated retained austenite distribution of condition (D).

#### 3.4. Experimental validation

In order to validate the simulation results, dilatometry tests, replicating the cooling patterns corresponding to surface (3 °C/s) and center (0.015 °C/s) regions of the forged ingot, were carried out using Gleeble 3800® thermo-mechanical simulator. The diameter change  $\Delta D$  of each sample was recorded as a function of temperature during continuous cooling cycles. From the measurements, the dilatation curve ( $\frac{\Delta D}{D_0}$ ) and the first derivative  $\frac{d}{dT}(\frac{\Delta D}{D_0})$  were plotted as shown in Figure 14.



**Figure 14.** Thermal expansion versus temperature for different cooling rates. Samples were cooled from 900 °C to room temperature at the rates of 0.015 and 3 °C/s: (a) Strain ( $\Delta d/d_0$ ); (b) First derivative of the thermal expansion.

It can be seen that, for the 0.015 °C/s cooling rate, a transformation is observed at 510 °C. This corresponds to the start of the bainitic transformation in agreement with the results reported by Chentouf et al. [10] on similar steel. For the 3 °C/s cooling rate, the transformation start temperature was at 360 °C, corresponding to martensitic transformation. The volume fraction of each phase was

calculated using the lever rule from the dilatometry data. The comparison between the simulated volume fraction and the measured data is illustrated in Figures 15 and 16.

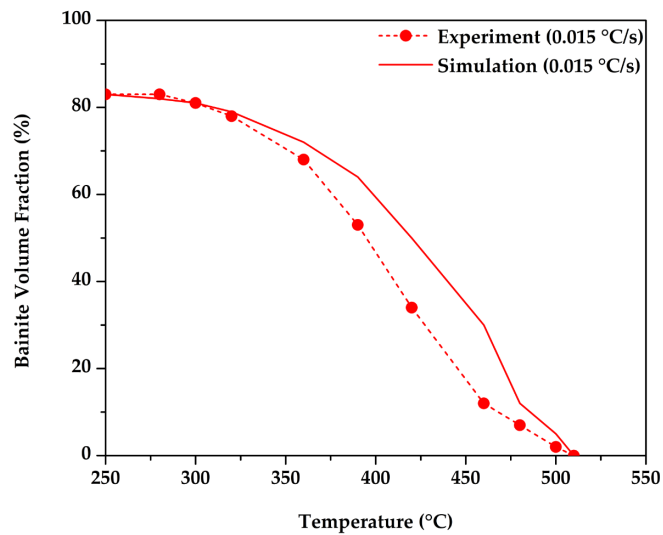
The relative error between the experimental data and simulation results was calculated by the following relation:

$$Error = \frac{\delta_{sim} - \delta_{exp}}{\delta_{exp}} \times 100 \quad (10),$$

where  $\delta_{exp}$  and  $\delta_{sim}$  are the measured and predicted volume fraction of the transformed phases.

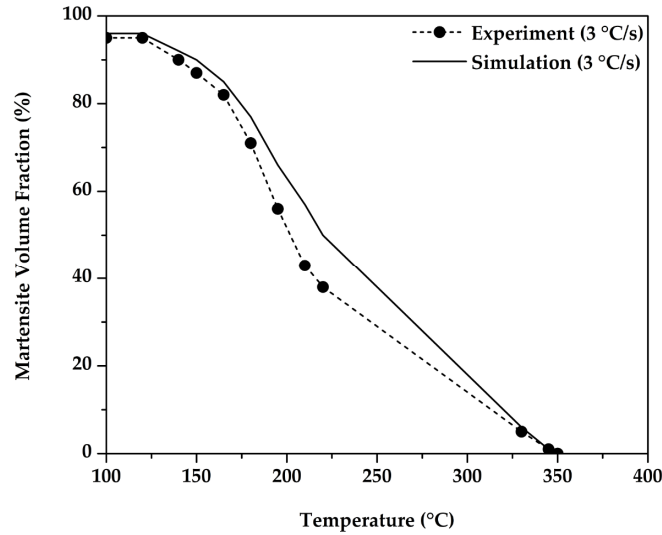
As shown in Figures 15 and 16, the volume fraction of bainite and martensite obtained by simulation is in good agreement with the measured data with an error of about 5 %.

Furthermore, microscopic examination of the microstructure of the samples, as shown in Figure 17, confirmed the FEM simulation as well as dilatometry results. Bainite formed only at 0.015 °C/s and martensite at 3 °C/s. The experimental data of the bainite and martensite transformation at these two cooling rate were well fitted to the hardness levels. These results were verified by microhardness measurements and it was found 468 HV for 0.015 °C/s and 736 HV for 3 °C/s.

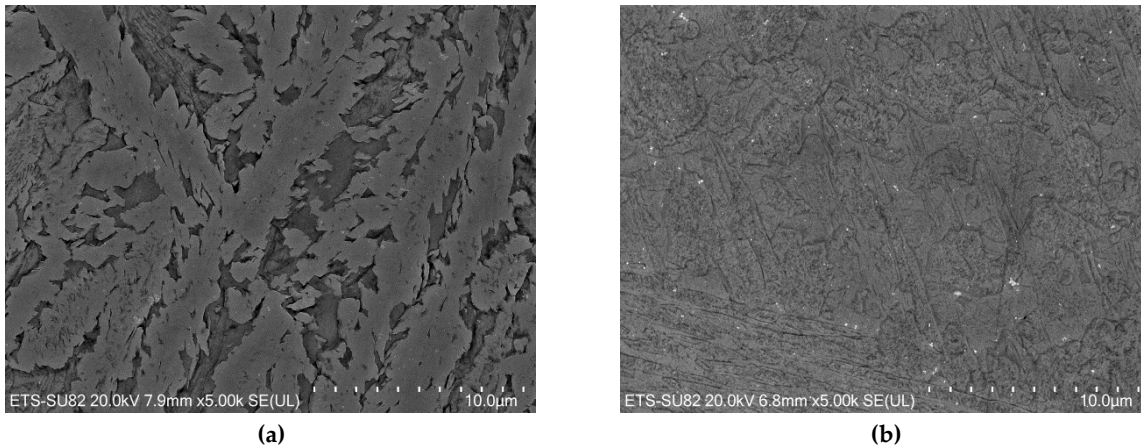


**Figure 12.** Comparison between the calculated bainite volume fraction and measured data on the 40 T block: Bainite volume fraction at 0.015°C/s.





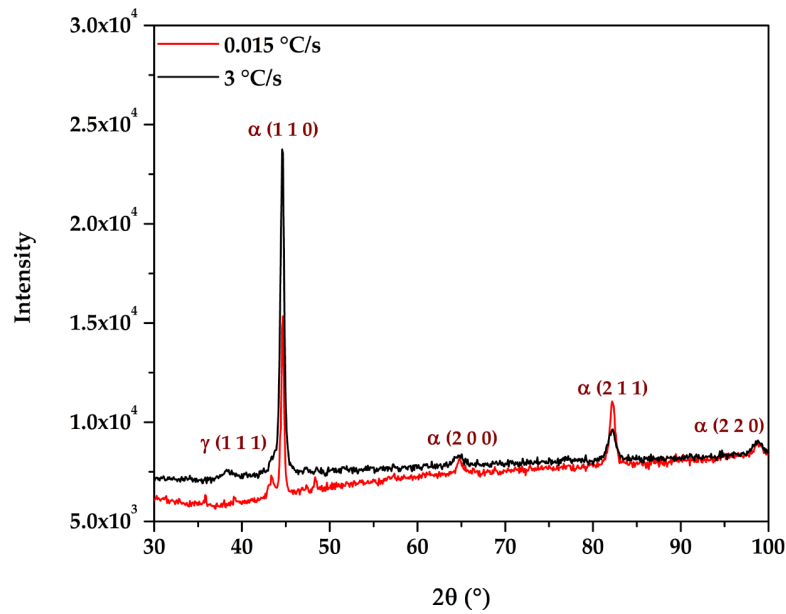
**Figure 16.** Comparison between the calculated bainite volume fraction and measured data on the 40 T block: Martensite volume fraction at 3 °C/s.



**Figure 17.** SEM images of the obtained microstructure after cooling:  
(a) Martensite at 3 °C/s; (b) Bainite at 0.015 °C/s.

The XRD patterns for the 0.015 and 3 °C/s cooling rates are displayed in Figure 18. The significant presence of bainite or martensite in addition to minor amounts of retained austenite is demonstrated in the diffraction pattern. The X-ray patterns also indicate that the austenite phase decreases with increasing the cooling rate, regardless of variations in the carbon content or grain size. Table 4 compares the volume fraction of austenite determined experimentally using X-ray diffraction and predicted by the FEM simulation. The volume fraction of the phases was calculated using the ASTM standard E975-13 [33]. As indicated, in Table 4, for the 0.015 °C/s cooling rate, there is 18% of FCC structure (i.e. retained austenite) and the rest being nearly bainite. For the cooling rate of 3 °C/s, experimental measurements indicated a very small (almost negligible) amount of retained austenite with the microstructure being nearly fully martensitic. In Table 4, the estimated experimental value is lower than the predicted one; however, at such low percentages of volume fraction these differences are not significant.





**Figure18.** X-Ray diffraction for two cooling rates, 0.015 and 3 °C/s.

**Table 4.** Comparison between the volume fractions of retained austenite ( $\gamma_R$ )

Cooling rate (°C/s)	$\gamma_R$ –Simulation (%)	$\gamma_R$ –Experimental (%)
0.015	20	18
3	0.006	0.0035

## 5. Conclusions

In this paper, the effects of variable grain size and carbon concentration on transformation kinetics and volume fraction of phases through the thickness of a large size block was employed using the multiple materials method of FORGE NxT 1.1® FEM software.

The following conclusions can be drawn from the present study:

1. The fastest variation in martensite volume fraction was observed for uniform grain size and carbon concentration while an increase in the carbon concentration in austenite led to a decrease in the bainite start temperature  $B_s$ .
2. The significant dependence of the microstructure and volume fraction of phases on grain size was demonstrated.
3. Within the limits considered in the numerical solutions, the grain size had a stronger influence than carbon concentration on the amount of retained austenite being existed in the large size forged block at the end of the quench process.
4. The variation of the carbon content and the austenitic grain size influence the values of the volume fraction of retained austenite, bainite and martensite which were obtained after quenching.

5. The simulation results were confirmed by experimental validation demonstrating the applicability of the multiple materials method to the analysis of the quenching process of large size forged blocks.

**Acknowledgments:** The authors acknowledge the support from NSERC in the framework of the CRD Grant number 453683 and MITACS scholarship program (Emna Ben Fredj).

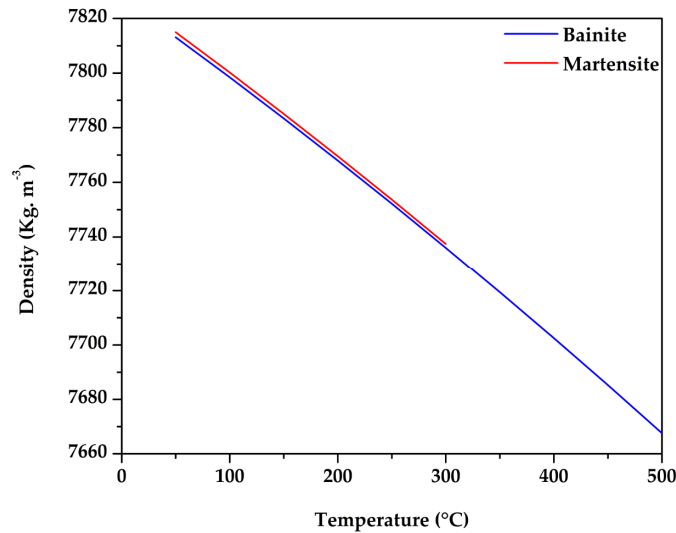
**Author Contributions:** Mountadar Lyassami designed the study and wrote the paper. Emna Ben Fredj conceived and designed the experiments; Emna Ben Fredj performed the experiments; Mountadar Lyassami and Emna Ben Fredj analyzed the data; Mohammad Jahazi is the main supervisor and contributed to analyzing the results and writing the manuscript.

Davood Shahriari developed numerical and experimental models with FORGE NxT 1.1® FEM software, Gleeble dilatometry program and contributed to writing the manuscript.

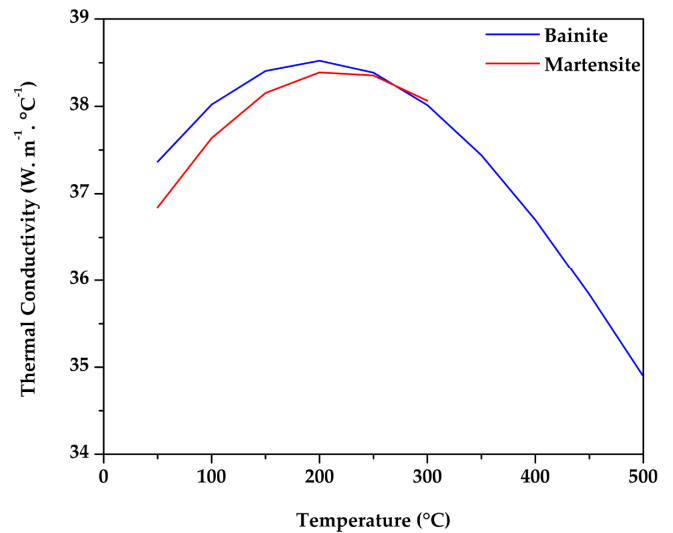
**Conflicts of Interest:** The authors declare no conflict of interest. The founding sponsors had no role in the design of the study; in the collection, analyses, or interpretation of data; in the writing of the manuscript, and in the decision to publish the results.

## Appendix A

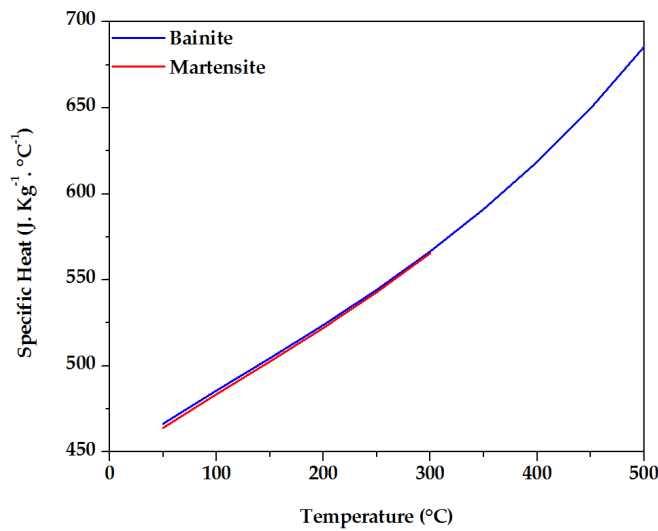
Thermo-physical property datasets are generally developed by thermodynamic simulation softwares. Since heat treatment simulations require accurate material properties data for the steel being analysed, the isotropic properties of each phase of the investigated steel were determined using JMatPro® software. The value of 0.3 was selected for the Poisson's ratio. The density(a), thermal conductivity(b), specific heat(c) and latent heat(d) as a function of temperature are illustrated for bainite and martensite phases.



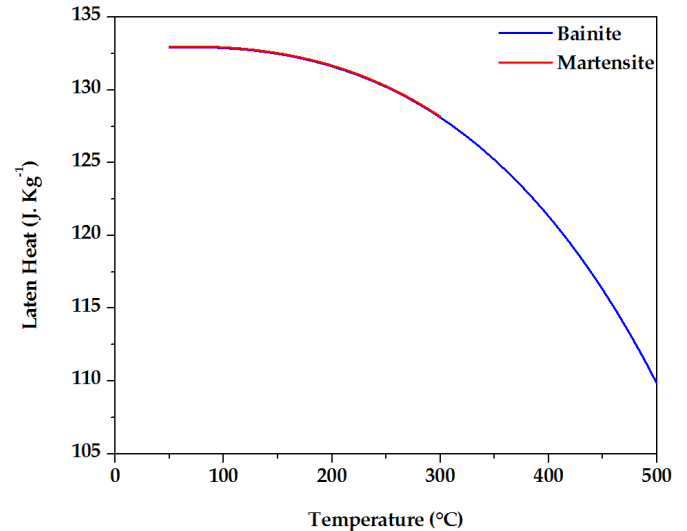
a) Density of bainite and martensite phases



b) Thermal conductivity of bainite and martensite phases



c) Specific heat of bainite and martensite phases



d) Latent heat of bainite and martensite phases

## References

1. Firrao, D.; Matteis, P.; Scavino, G.; Ubertaini, G.; Ienco, M.G.; Pinasco, M.R.; Stagno, E.; Gerosa, R.; Rivolta, B.; Silvestri, A. Relationships between tensile and fracture mechanics properties and fatigue properties of large plastic mould steel blocks. *Mater. Sci. Eng. A* **2007**, 468, 193-200.
2. Wegman, D.D.; Wanner, E.A.; Rehrer, W.P.; Widge, S. Heat, corrosion, and wear resistant steel alloy and article (Carpenter Technology Corp). US4929419A, **1990**.
3. Mordike, B.L.; Ebert, T. Magnesium: properties—applications—potential. *Mater. Sci. Eng. A* **2001**, 302, 37-45.
4. Sinha, A.K.; Division, B.P. Defects and Distortion in Heat-Treated Parts, *ASM Handbook*, **1991**; pp. 601-619.
5. Loucif, A.; Shahriari, D.; Zhang, C.; Jahazi, M.; Lapierre-Boire, L.P.; Tremblay, R. Macroseggregation of Alloying Elements in Hot Top of Large Size High Strength Steel Ingot. *Mater. Sci. Forum*. **2016**, 879, 1176-81.
6. Lait, J.E.; Samarasekera, I.V. Novel solidification studies. F. Weinberg International Symposium on Solidification Processing, Hamilton, Ontario, August 27-29; **1990**; pp. 171-252.
7. Agrawal, K.; Brimacombe, J.K. Mathematical model of heat flow and austenite-pearlite transformation in eutectoid carbon steel rods for wire. *Metall. Trans. B* **1981**, 12, 121-33.
8. Biswas, S.J.; Chen, S.J.; Satyanarayana, A. Optimal temperature tracking for accelerated cooling processes in hot rolling of steel. *IJDY* **1997**, 7, 327-40.
9. Woodard, P.R.; Chandrasekar, S.; Yang, H.T.Y. Analysis of temperature and microstructure in the quenching of steel cylinders. *Metall. Mater. Trans. B* **1999**, 30, 815-22.
10. Chentouf, S.M.; Jahazi, M.; Lapierre-Boire, L.P.; Godin, S. Characteristics of Austenite Transformation During Post Forge Cooling of Large-Size High Strength Steel Ingots. *Metallogr. Microstruct. Anal.* **2014**, 3, 281-297.
11. Johnson, W.A.; Mehl, R.F. Reaction kinetics in processes of nucleation and growth. *Trans. Metall. Soc. AIME* **1939**, 135, 135-416.
12. Koistinen, D.; Marburger, R. A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. *Acta. Mater.* **1959**, 7, 59-60.
13. Denis, S.; Sjöström, S.; Simon, A. Coupled temperature, stress, phase transformation calculation model Numerical illustration of internal stresses evolution during cooling of an eutectoid carbon steel cylinder. *Metall. Trans. A* **1987**, 18, 1203-1212.
14. Forge NxT 1.1 ([www.transvalor.com](http://www.transvalor.com)).
15. Guo, L.; Roelofs, H.; Lembke, M. I.; Bhadeshia, H. K. D. H. Modelling of recalescence effect on austenite decomposition. *Mater. Sci. Technol.* **2017**, 33:10, 1258-1267.
16. JMatPro, Practical Software for Materials Properties. SenteSoftware. ([www.sentesoftware.co.uk](http://www.sentesoftware.co.uk)).
17. Song, D.L.; Gu J.F.; Pan, J.S.; Hu, M, J. Numerical simulation of quenching of large sized blocks of 718 steel used for plastic dies. *Mater. Sci. Technol.* **2013**, 1567-1572.
18. Denis, S.; Archambault, P.; Aubry, C.; Mey, A.; Louin, J.Ch.; Simon, A. Modelling of phase transformation kinetics in steels and coupling with heat treatment residual stress predictions. *J Phys. IV* **1999**, 9, 323-32.
19. Kang, S. H.; Im, Y.T. Three-dimensional thermo-elastic-plastic finite element modeling of quenching process of plain-carbon steel in couple with phase transformation. *Int.J. Mech. Sci.* **2007**, 49, 423-439.
20. ASTM E3-11, Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, **2017**.
21. Rizzi, N.; Tschöfen, J. Simulation numérique de la mise en forme multi-matériaux, Application au filage de  $\gamma$ -TiAl sous gaine. Matériaux 2002, Tours, France, octobre **2002**.
22. Cardinaux, D. Etude et modélisation numérique 3D par éléments finis d'un procédé de traitement thermique de tôles embouties après chauffage par induction : Application à un renfort de pied central automobile. Ph. D. Degree, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, **2008**.

23. Bocchini, G. F.; Baggioli, A.; Gerosa, R.; Rivolta, B.; and Silva, G. Cooling Rates of P/M Steels. *Int. J. Powder Metall.* **2004**, *4*, 57–65.
24. Boniardi, M.; Guagliano, M.; Casaroli, A.; Andreotti, R.; & Ballerini, F. Large Forgings: Microstructural Evolution and Residual Stresses Due to Quenching Treatments—A Combined Numerical and Experimental. *Materials Performance and Characterization*, **2014**, *4*.
25. Huiping, L.; Guoqun, Z.; Lianfang H.; Yue, M. High-speed data acquisition of the cooling curves and evaluation of heat transfer coefficient in quenching process. *Measurement*, **2008**, *41*, 676–686.
26. Aaronson, H.I.; Reynolds, W.T.J.; Shifiet, G.J.; Spanos, G. Bainite Viewed Three. Different Ways. *Metall. Mater. Trans. A* **1990**, *21*, 1343–1380.
27. Chadha, K.; Shahriari, D.; Jahazi, M. Constitutive Modelling of Ingot Breakdown Process of Low Alloy Steels. *Metall. Ital.* **2016**, *4*, 5–12.
28. Talebi, S.H.; Ghasemi-Nanesa, H.; Jahazi, M.; Melkonyan, H. In Situ Study of Phase Transformations during Non-Isothermal Tempering of Bainitic and Martensitic Microstructures. *Metals* **2017**, *7*, 346.
29. Hong, S.Y.; Bhadeshia, H. K. D. H. Austenite Grain Size and the Martensite–Start Temperature. *Scr. Mater.* **2009**, *60*, 493–495.
30. Umemoto, M.; Komatsubara, N.; Tamura, I. Effect of austenite grain size on the hardenability of eutectoid steel. *J-Stage 1980*, *66*, 400–409.
31. Seok, J.L.; June, S.P.; Young, K.L. Effect of austenite grain size on the transformation kinetics of upper and lower bainite in a low-alloy steel. *Scr. Mater.* **2008**, *59*, 87–90.
32. Matsuzaki, A.; Bhadeshia, H.K.D.H. Effect of Austenite Grain Size and Bainite Morphology on Overall Kinetics of Bainite Transformation in Steels. *J. Mater. Sci. Technol.* **1999**, *15*, 518–522.
33. Bhadeshia, H.K.D.H. Bainite in steels. Encyclopedia of materials, *Sci. Technol.* **2001**, 5203–6.
34. Wang, J.; Han, Y.; Hua, H.; Wang, X.; Jiang, C. Grain size effect on the martensitic transformation of Ni50Mn25Ga17Cu8 high-temperature shape memory alloy. *Intermetallics* **2015**, *61*, 42–46.
35. Hu, F.; Hodgson, P.D.; Wu, K.M. Acceleration of the super bainite transformation through a coarse austenite grain size. *Mater. Lett.* **2014**, *122*, 240–3.
36. ASTM E975-13, Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation, ASTM International, West Conshohocken, PA, **2013**.



© 2018 by the authors. Submitted for possible open access publication under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).



## LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- A. Constant, G. H. e. J. C. C. (1992). Principes de base des traitements thermiques, thermomécaniques et thermochimiques des aciers *Pyc Editions*.
- Aliaga, C. (2000). *Numerical simulation for thermomechanical behaviour by 3D finite element during heat treatment for steels*. École Nationale Supérieure des Mines de Paris. Retrieved from <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-00273770>
- Andrews, K. W. (1965). Empirical formulas for the calculation of some transformation temperatures. *JISI*, 203, 721.
- ASM. (1998). Heat treater's guide Practices and Procedures for Irons and Steels (pp. 903). Ohio.
- ASTM. (2012). Standard test method for Knoop and Vickers hardness of materials.
- ASTM. (2013). X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation (Vol. E975 – 13).
- Barford, J., & Owen, W. S. (1962). The Effect of Austenite Grain Size and Temperature on The Rate of Bainite Formation. *Metal Science and Heat Treatment*, 4, 359-360.
- Barralis, J., & Maeder, G. (1997). *Métallurgie: élaboration, structures-propriétés, normalisation*: AFNOR.
- Beaudet, F. (2009). *Amélioration de la trempabilité de l'acier SF2050 par l'ajout de Vanadium*: Université Laval.
- Ben Fredj, E., Nanesa, H. G., Shahriari, D., Morin, J.-B., & Jahazi, M. (2017). Effect of Cooling Rate on Phase Transformation and Microstructure Evolution in a Large Size Forged Ingot of Medium Carbon Low Alloy Steel. In T. M. M. Tms & S. Materials (Eds.), *TMS 2017 146th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings* (pp. 413-423). Cham: Springer International Publishing.
- Bhadeshia, H. K. D. H. (2001). Martensitic transformation (pp. 5203-5206): Elsevier Science Ltd.
- Bhadeshia, H. K. D. H., & Christian, J. W. (1990). Bainite in steels. *Metallurgical Transactions A*, 767-797.
- Bocchini, G. F., Baggioli, A., Gerosa, R., Rivolta, B., and Silva, G., (2004) Cooling Rates of P/M Steels,” *Int. J. Powder Metall.*, 4, 57–65.
- Boniardi, M., Guagliano, M., Casaroli, A., Andreotti, R., & Ballerini1, F. (2014) Large Forgings: Microstructural Evolution and Residual Stresses Due to Quenching

Treatments—A Combined Numerical and Experimental. *Materials Performance and Characterization*, 4.

- Caballero, F. G., Roelofs, H., Hasler, St., Capdevila, C., Chao, J., Cornide, J., & Garcia-Mateo, C., (2012) Influence of bainite morphology on impact toughness of continuously cooled cementite free bainitic steels, *Materials Science and Technology*, 28, 95-102
- Cardinaux, D. (2008). Étude et modélisation numérique 3D par éléments finis d'un procédé de traitement thermique de tôles embouties après chauffage par induction: Application à un renfort de pied central automobile. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Chentouf, S. M., Jahazi, M., Lapierre-Boire, L.-P., & Godin, S. (2014). Characteristics of Austenite Transformation During Post Forge Cooling of Large-Size High Strength Steel Ingots. *Metallogr. Microstruct. Anal.*, 3.
- Denis, S., & Simon, A. (1986). Discussion on the role of transformation plasticity in the calculation of quench stresses in steels. *Residual Stresses in Science and Technology*, 2, 565-572.
- Fernandes, F. M. B. (1985). *Modélisation et calcul de l'évolution de la température et de la microstructure au cours du refroidissement continu des aciers*. Institut National Polytechnique de Lorraine (École des Mines de Nancy).
- Fisher, G.L., & Geils, R.H. (1970). A method for obtaining quantitative dilatometric data from alloys undergoing a phase transformation, *Metallography*, 3, 229-233.
- Graham, L. W., & Axon, H. J. (1959). *ISIJ international*, 191, 361.
- Guy MURRY, T. d. l. i. T. d. l. a. (1998). Transformations dans les aciers *Technique de l'ingénieur* (Vol. Doc M 1115, pp. 2-49).
- Hu, F., Hodgson, P. D., & Wu, K. M. (2014). Acceleration of the super bainite transformation through a coarse austenite grain size. *Materials Letters*, 122, 240-243.
- Inoue, T., & Arimoto, K. (1997). Development and implementation of CAE system "HEARTS" for heat treatment simulation based on metallo-thermo-mechanics. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 6(1), 51-60.
- Johnson, W. A., & Mehl, R. F. (1939). Reaction kinetics in processes of nucleation and growth. *trans AIME*, 135, 416.
- K. Chadha, D. S., and M. Jahazi. (2016). Constitutive Modelling of Ingot Breakdown Process of Low Alloy Steels. *La Metallurgia Italiana - International Journal of the Italian Association for Metallurgy*, 4, 5-12.



- Kim, S. Y., Kubota, S., & Yamanaka, M. 2008 “Application of CAE in Cold Forging and Heat Treatment Processes for Manufacturing of Precision Helical Gear Part,” *J. Mater. Process. Technol.*, 201, 25–31.
- Kirkaldy, J. S., & Venugopalan, D. (1984). Prediction of microstructure and hardenability in low-alloy steels. *The metallurgical Society/AIME*, 125-148.
- Koistinen, D., & Marburger, R. (1959). A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. *Acta Metallurgica*, 7(1), 59-60.
- Krauss, G. (2005). *Steels processing, structure and performance*. U.S.A.
- Leblond, J., Devaux, J., & Devaux, J. (1989). Mathematical modelling of transformation plasticity in steels I: case of ideal-plastic phases. *International journal of plasticity*, 5(6), 551-572.
- Lee, S.-J., Park, J.-S., & Lee, Y.-K. (2008). Effect of austenite grain size on the transformation kinetics of upper and lower bainite in a low-alloy steel. *Scripta Materialia*, 59, 87-90.
- Matsuzaki, A., & Bhadeshia, H. K. D. H. (1999). Effect of Austenite Grain Size and Bainite Morphology on Overall Kinetics of Bainite Transformation in Steels. *Materials Science and Technology*, 15 518-522.
- Mehl, R. F., & Wells, C. (1937). Constitution of High purity iron carbon alloys. *Technical publication n°798, AIME, Iron and steel Division*, 125.
- Mey, A. (1997). Prévision par calcul des cinétiques de transformations de phases et des contraintes internes lors du traitement thermique d'aciers cémentés. MIP, 2014 Nahamin Pardazan Asia CO.
- Porter, D. A., & Easterling, K. E. (2001). *Phase transformation in metals and alloys*. Rocdacier, Diagramme Fer-carbone. Retrieved <https://www.rocdacier.com/diagramme-fer-carbone>
- S.Morito, H. S., T.Ogawa, T.Furuhara and T.Maki. (2005). Effect of austenite grain size on the morphology and crystallography of lath martensite in low carbon steels. *ISIJ international*, 45, 91-94.
- Sastri, A. S., & West, D. R. F. (1965). Effect of austenitizing conditions on the kinetics of martensite formation in certain medium alloy steels. *JISI*, 203, 138-145.
- Saunders, N., Guo, Z., Li, X., Miodownik, A., & Schillé, J. P. (2004). The calculation of TTT and CCT diagrams for general steels.

- Stevens, W., & Haynes, A. G. (1956). The temperature of formation of martensite and bainite in low alloy steels, some effects of chemical composition. *Journal of Iron and steel Institute*, 183, 349-359.
- Takahashi, M., & Bhadeshia, H. K. D. H. (1990). Transition from upper to lower bainite. *Mat. Sci. Tech.*, 6, 592.
- Taleb, L., Cavallo, N., & Waeckel, F. (2001). Experimental analysis of transformation plasticity. *International journal of plasticity*, 17(1), 1-20.
- Talebi, S. H., Ghasemi-Nanesa, H., Jahazi, M., & Melkonyan, H. (2017). In Situ Study of Phase Transformations during Non-Isothermal Tempering of Bainitic and Martensitic Microstructures. *Metals*, 7, 346.
- Totten, G. E., & Howes, M. A. H. (1997). *Steel heat treatment handbook* T.S.F.N. ®, Documentation., Traitement thermique.
- Umemoto, M., Komatsubara, N., & Tamura, I. (1980). Effect of austenite grain size on the hardenability of eutectoid steel. 66, 400-409.
- WANG, J., WOLK, P. J. v. d., & ZWAAG, S. v. d. (1999). Effects of Carbon Concentration and Cooling Rate on Continuous Cooling Transformations Predicted by Artificial Neural Network. *ISIJ International*, 39, 1038-1046.
- Yang, H. S., & Bhadeshia, H. K. D. H. (2009). Austenite Grain Size and the Martensite–Start Temperature. *Scripta Materialia*, 60, 493–495.

