Évolution de la microstructure des aciers à haute résistance mécanique durant le traitement thermique de trempe

par

Emna BEN FREDJ

THÈSE PAR ARTICLES PRÉSENTÉE À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DU DOCTORAT EN GÉNIE
Ph. D.

MONTRÉAL, LE 23 AVRIL 2019

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

Emna Ben FREDJ, 2019

Cette licence Creative Commons 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

CETTE THÈSE A ÉTÉ ÉVALUÉE

PAR UN JURY COMPOSÉ DE:

M. Mohammad Jahazi, directeur de thèse
Génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Mamoun Medraj, codirecteur de thèse
Génie mécanique à l'université Concordia

M. Lotfi Guizani, président du jury
Génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Ricardo Zednik, membre du jury
Génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Jacques Lanteigne, examinateur externe
Institut de recherche d'hydro-québec (IREQ)

M. Houshang Darvishi-Alamdari, examinateur externe indépendant
Génie des mines, de la métallurgie et des matériaux à l'université Laval

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

«8 AVRIL 2019»

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

Dédicace

A mes parents,

Pour votre amour, votre patience et votre générosité, pour tous les efforts que vous avez consentis en ma faveur. J'espère avoir été digne de votre affection et de votre confiance.
Je vous dédie ce travail en témoignage de grandes connaissances et mon éternel amour pour le soutien moral et matériel que vous m'avez généreusement offert.
Que Dieu tout puissant vous garde et vous procure santé, bonheur et longue vie.

A mes sœurs adorées Cheima, Nour et Mervet,

Vous m'avez remonté le moral lorsque ma détermination flanchait, j'espère que vous appréciez le fruit de tant d'efforts. Nulle formule ne serait vous exprimer mon amour et mon attachement.

A tous mes amis que j'aime bien et qui m'ont encouragé à poursuivre mon parcours.
A tous ceux qui sont chers et qui m'ont aidé d'une manière ou d'une autre, je dédie ce travail et j'espère conserver à jamais les bons souvenirs et les liens qui nous unissent.

REMERCIEMENTS

Ce travail est l'aboutissement d'un long cheminement au cours duquel j'ai bénéficié de l'encadrement, des encouragements et du soutien de plusieurs personnes qui m'ont apporté leur aide et qui ont ainsi contribué à l'élaboration de ce travail, et à qui je tiens à dire profondément et sincèrement merci.

Je souhaite remercier en premier lieu mon directeur de thèse, M. Mohammad Jahazi pour m'avoir accueilli au sein de son équipe. Je lui suis également reconnaissante pour le temps conséquent qu'il m'a accordé, son soutien continu, sa disponibilité et ses généreux secours. J'ai beaucoup appris à ses côtés et je lui adresse ma gratitude pour tout cela. Je remercie également mon co-directeur M. Mamoun Medraj pour ses efforts et sa contribution dans ce travail.

J'exprime tous mes remerciements à l'ensemble des membres de mon jury pour avoir bien voulu donner de leur temps pour lire ce travail et faire partie des examinateurs.

Je désire remercier, aussi, Hadi Ghasemi Nanesa pour sa collaboration dans ce travail, ses conseils et son aide qui m'étaient très précieux.

Je tiens à remercier tous les membres du groupe CM2P, pour leur aide et leur bonne humeur. Nous avons partagé de bons moments.
Que tous ceux qui m'ont aidé, de près ou de loin, à réaliser ce travail trouvent ici l'expression de mes sincères remerciements.

Évolution de la microstructure des aciers à haute résistance mécanique durant le traitement thermique de trempe

Emna BEN FREDJ

RÉSUMÉ

Les blocs d'acier forgés de fortes dimensions sont largement utilisés pour le moulage par injection de matière plastique, utilisée dans le domaine d'automobile. Les propriétés en service de ces matériaux sont très sensibles aux conditions de processus de production.
Le traitement thermique (trempe-revenu) des aciers actuellement utilisés n'était plus assez pour combler les exigences grandissantes de l'industrie du moulage. Les interactions entre la composition chimique, caractéristiques de l'acier, et les multiples paramètres finaux des pièces fabriquées rendent difficile l'obtention des propriétés désirées. Pour le présent travail, le contrôle des paramètres influant le procédé de trempe s'est imposé.
En premier lieu, l'effet de la vitesse de chauffage a été investigué. Plus précisément, la cinétique de la formation de l'austénite dans les régions de la surface et du centre d'un lingot forgé de fortes dimensions (3683 mm x 1265mm x 330mm) a été étudiée par dilatométrie à haute résolution. Les microstructures de départ des régions de surface et du centre présentent différentes proportions de bainite et d'austénite résiduelle ainsi que différentes tailles de grains d'austénite primaire. Deux vitesses de chauffage représentant les vitesses de chauffage réelles dans les régions de surface (5 °C/s) et centrale (0,5 °C/s) de blocs forgés de grande taille ont été utilisées. Les courbes dilatométriques n'ont révélé qu'une seule étape de transformation pour la formation d'austénite pour les deux vitesses de chauffage, indépendamment de la taille des grains ou de la proportion des phases. Les paramètres cinétiques de la formation de l'austénite ont été déterminés à partir des données de dilatométrie en utilisant l'équation de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK). Les coefficients JMAK, n et k, ont été déterminés pour chaque condition de l'acier étudié. Les calculs ont indiqué que la nucléation et la croissance de l'austénite dans la région de la surface ont été accélérées plus de 10000 fois en raison de la taille moyenne des grains d'austénite inférieure d'un quart, de la stabilité de l'austénite initiale retenue et de l'accumulation de carbures grossiers à la surface.

En second lieu, la formation de l'austénite maintenue à différentes températures d'austénitisation et sa transformation en martensite et/ou bainite à deux vitesses de refroidissement différentes ont été étudiées. Les vitesses de refroidissement sélectionnées représentent les vitesses de refroidissement réelles des zones de surface et du centre d'un lingot forgé de grande taille pendant le cycle de refroidissement. Nous avons constaté qu'en augmentant la température d'austénitisation de 850 à 950 °C, la martensite devient dominante en surface et sa fraction augmente de 2% à 100% respectivement. D'autre part, bien que la bainite soit dominante au centre mais sa fraction diminue de 87% à 850 °C à 76% à 950 °C. Le calcul de la teneur en carbone d'équilibre de l'austénite à différentes températures d'austénitisation et sa relation avec les résultats expérimentaux a montré que la teneur nominale (0.35 wt%) sera obtenue par austénitisation à 950 °C. De plus, la vitesse de

refroidissement en surface est supérieure à la vitesse critique requise pour l'activation de la transformation martensitique. Pour cette raison, la formation de la martensite en surface devient possible par austénitisation à 950 °C.

Finalement, l'influence du temps d'austénitisation sur les transformations de phase a été étudiée sur la base des conditions réelles de chauffage et de refroidissement des procédés. Les résultats ont d'abord montré qu'après 5 h de maintien et plus, une microstructure mixte composée de bainite et de martensite n'existe plus. La fraction volumique de la martensite augmente entre 0,5 à 12 h de temps de maintien en surface, puis diminue pendant 24 h de temps de maintien. La fraction volumique de l'austénite retenue diminue en surface et la valeur minimale est atteinte à 12 h puis recommence à augmenter. Par conséquent, un temps de maintien de 12 h conviendrait à un temps d'austénitisation à 900 °C pour une région de surface avec moins d'austénite retenue. Pour la région centrale, la fraction volumique de la bainite diminue et la fraction volumique de l'austénite augmente continuellement. Cependant, la teneur en carbone de la martensite et de la bainite devient presque similaire, soit autour de 0,4 % en poids. Donc, on a moins de distorsion due aux différentes transformations en phase solide au centre et en surface. Les valeurs de dureté restent constantes pour les deux régions après 5 h. La différence de valeurs entre la surface (614 HV) et le centre (438 HV) est due à la taille du grain et à la teneur en carbone. L'étude cinétique de la transformation bainitique pour différents temps d'austénitisation a montré que pour un temps de maintien de 12 h et plus, le site de nucléation et le taux de croissance ne changent pas significativement et peuvent donc être ignorés.

Mots-clés: pièces de fortes dimensions, régime thermique varié, dilatométrie, acier moyennement allié à faible teneur en carbone, microstructure initiale, formation d'austénite, taille des grains, transformation d'austénite, transformation de phase, équation d'Avrami, microdureté.

Evolution of the microstructure of high strength steels during quenching heat treatment

Emna BEN FREDJ

ABSTRACT

Forged steel blocks of large dimensions are widely used for plastic injection moulding, used in the automotive industry. The in-service properties of these materials are very sensitive to the conditions of the production process.

The heat treatment (quenching-tempering) of the steels currently used is no longer sufficient as thermomechanical treatments have a decisive influence on the properties to meet the growing requirements of the casting industry. The interactions between the chemical composition, characteristics of steel, and the multiple final parameters of the manufactured parts make it difficult to obtain the desired properties. For this work, it was necessary to control the parameters influencing the hardening process.

First, the effect of the heating rate was investigated. More precisely, the kinetics of austenite formation in the surface and centre regions of a large forged ingot was studied by high-resolution dilatometry. The starting microstructures of the surface and central regions have different proportions of bainite and residual austenite as well as different sizes of primary austenite grains. Two heating rates representing the actual heating rates in the surface (5 °C/s) and central (0.5 °C/s) regions of large forged blocks were used. The dilatometric curves revealed only one transformation step for austenite formation for both heating rates, regardless of grain size or phase proportion. The kinetic parameters of austenite formation were determined from dilatometry data using the Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) equation. The JMAK coefficients, n and k, were determined for each condition of the steel studied. Calculations indicated that the nucleation and growth of austenite in the surface region was accelerated more than 10,000 times due to the average austenite grain size being one-quarter smaller, the stability of the retained initial austenite and the accumulation of coarse carbides on the surface.

Secondly, the formation of austenite maintained at different austenitizing temperatures and its transformation into martensite and/or bainite at two different cooling rates are studied. The selected cooling rates represent the actual cooling rates of the surface and centre areas of a large forged ingot during the cooling cycle. It can be seen that by increasing the austenitizing temperature from 850 to 950 °C, martensite becomes dominant on the surface and its fraction increases from 2% to 100% respectively. On the other hand, although bainite is dominant in the center but its fraction decreases from 87% at 850 °C to 76% at 950 °C. The calculation of the equilibrium carbon content of austenite at different austenitizing temperatures and its relationship to the experimental results shows that the nominal content (0.35 wt %) will be obtained by austenitizing at 950 °C. In addition, the surface cooling rate is higher than the critical rate required to activate the martensitic transformation. For this reason, the formation of martensite on the surface becomes possible by austenitizing at 950 °C.

Finally, the influence of austenitizing time on phase transformations was studied on the basis of the actual heating and cooling conditions of the processes. The results first showed that after 5 h of holding and more, a mixed microstructure composed of bainite and martensite no longer exists. The volume fraction of martensite increases between 0.5 to 12 h of surface holding time, then decreases during 24 h of holding time. The volume fraction of the retained austenite decreases in surface area and the minimum value is reached at 12 h then starts to increase again. Therefore, a holding time of 12 h would be appropriate for an austenitizing time at 900 °C for a surface region with less austenite retained. For the central region, the volume fraction of bainite decreases and the volume fraction of austenite continuously increases. However, the carbon content of martensite and bainite becomes almost similar and around 0.4% by weight, thus less distortion due to the different solid phase transformations at the center and surface. The hardness values remain constant for both regions after 5 h. The difference in values between the surface (614 HV) and the centre (438 HV) is due to the grain size and carbon content. The kinetic study of bainitic transformation for different austenitizing times showed that for a holding time of 12 h or more, the nucleation site and growth rate do not change significantly and must be avoided.

Keywords: large sized blocks, varied thermal regime, dilatometry, medium carbon low alloy steel, grain size, initial microstructure, austenite formation, grain size, austenite transformation, phase transformation, avrami equation, microhardness.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION 1

CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE 5
1.1 Introduction 5
1.2 Métallurgie des aciers au carbone 5
1.3 Austénitisation 8
1.3.1 Effet de la vitesse de chauffage 10
1.3.2 Maintien en température d'austénitisation 13
1.3.3 Mécanisme de la formation de l'austénite 17
1.4 Transformation martensitique 19
1.4.1 Transformation displacive 19
1.4.2 Aspect thermodynamique 20
1.4.3 Structure cristalline de la martensite 20
1.4.4 Déformation de transformation 21
1.4.5 Morphologie de la martensite 22
1.5 Transformation bainitique 23
1.5.1 Morphologie de la bainite 24
1.5.2 Déformation de la transformation 25
1.6 Vitesse de refroidissement 26
1.7 Contraintes résiduelles et distorsions 28
1.8 Modélisation des transformations métallurgiques en phase solide 29
1.9 Conclusions 32

CHAPITRE 2 MATÉRIAU ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES 33
2.1 Introduction 33
2.2 Matériau étudié 33
2.3 Techniques expérimentales 34
2.3.1 Dilatométrie 34
2.3.1.1 Gleeble®3800 35
2.3.1.2 Dilatomètre 805 A/D 37
2.3.1.3 Échantillons de dilatométrie 38
2.3.2 Diffraction par rayon X 39
2.3.3 Observations microstructurales 40
2.3.3.1 Préparation des échantillons 40
2.3.3.2 Microscope optique 40
2.3.3.3 Microscope électronique à balayage (MEB) 41
2.3.4 Mesure de la taille de grain 41
2.3.5 Microdureté 43
2.4 Factsage 44
2.5 Conclusion 44

CHAPITRE 3 INFLUENCE OF INITIAL MICROSTRUCTURE AND GRAIN SIZE ON TRANSFORMATION OF BAINITE TO AUSTENITE IN LARGE SIZE FORGINGS 45
3.1 Introduction 46
3.2 Materials and Experimental Procedures 49
3.3 Results and Discussion 52
3.3.1 Initial microstructure 52
3.3.2 Kinetics of austenite formation 54
3.3.3 Activation energy for austenite transformation 60
3.4 Conclusions 62

CHAPITRE 4 INFLUENCE OF THE STARTING MICROSTRUCTURE AND AUSTENITIZATION TEMPERATURE ON PHASE TRANSFORMATION IN A LOW-ALLOY STEEL 63
4.1 Introduction 64
4.2 Materials and experimental procedures 66
4.3 Results and discussion 70
4.3.1 Austenite formation 70
4.3.2 Dilatometry analysis of continuous cooling stage 77
4.3.3 Microstructure observations and microhardness measurements 81
4.4 Summary and conclusions 88

CHAPITRE 5 INFLUENCE OF PRIOR AUSTENITE GRAIN SIZE AND LONG AUSTENITIZATION TIME ON PHASE TRANSFORMATION CHARACTERISTICS DURING QUENCHING OF LARGE SIZE FORGED STEEL BLOCKS 91
5.1 Introduction 92
5.2 Materials and Experimental Procedures 94
5.3 Results and discussion 96
5.3.1 Dilatometry analysis 96
5.3.2 Microstructure and hardness 99
5.3.3 Carbon concentration 104
5.3.4 Kinetic study of bainite formation 106
5.4 Summary and Conclusions 108

CONCLUSION 111

ANNEXE I EFFECT OF COOLING RATE ON PHASE TRANSFORMATION AND MICROSTRUCTURE EVOLUTION ON THE SURFACE OF A LARGE SIZE FORGED INGOT OF MEDIUM CARBON LOW ALLOY STEEL 115
1. Introduction 116
2. Materials and Experimental Procedures 118
3. Results and Discussion 120
4. Conclusions 126

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....127

LISTE DES TABLEAUX

Page

Table 2.1 Composition chimique de l'acier étudié (% massique) 33

Table 3.1 Chemical compositions of investigated steel (wt %).....49

Table 3.2 Volume fraction of phases in surface and center (vol. %).....53

Table 3.3 Kinetic parameters for heating rates of 0.5 and 5 °C/s 58

Table 4.1 The chemical compositions (wt %) of the investigated steel.....66

Table 4.2 Schematic of heat treatment cycle for six experiments 68

Table 4.3 The kinetic parameters (2^{nd} stage of austenitization) of the investigated steel at different austenitization temperatures.....77

Table 4.4 Transformation temperatures and length variations obtained by dilatometry 79

Table 4.5 Calculated compositions of the equilibrium austenite 80

Table 5.1 Transformation temperatures obtained by dilatometry.....98

Table 5.2 Carbon contents of the retained austenite, bainitic ferrite, and martensite, for different holding times, determined using X-ray diffraction 105

Table 5.3 Kinetic parameters of bainite transformation for the larger PAG region 107

LISTE DES FIGURES

Page

Figure 1.1 Diagramme Fe-C (Colombié, 2008) 6

Figure 1.2 Influence des éléments d'addition sur la température eutectoïde (Murry, 1998) 9

Figure 1.3 Influence de l'ajout du: (a) Mo et (b) Mn sur le domaine de l'austénite et la température eutectoïde (Murry, 1998) 10

Figure 1.4 Diagramme de transformation en chauffage continu d'un acier à faible teneur en carbone (0.15 % C). Les vitesses de chauffage étudiées sont entre 0,1 et 16 °C/s. α est la ferrite, P est la perlite et γ est l'austénite (Oliveira, Andrade et Cota, 2007) 11

Figure 1.5 Micrographies optiques montrant les structures de grains d'austénite pour les aciers pseudo-carburés pendant 60 min à 1050 °C après différentes vitesses de chauffe. (a-c) Acier sans Nb chauffé à 0.33, 0.66 et 2.41 °C/s respectivement; (d-f) Acier HR 0,02 Nb chauffé à 0.33, 0.66 et 2.41 °C/s respectivement (Alogab et al., 2007) 12

Figure 1.6 Diagramme d'austénitisation d'un acier de composition chimique : 0.3 % C-1.07 % 14

Figure 1.7 Effet du temps d'austénitisation sur la taille des grains de l'austénite (Lee et Lee, 2008) 15

Figure 1.8 Variation de la taille de grains de l'austénite, prise par microscope optique, pour différentes températures de maintien: (a) 900, (b) 950, (c) 1000, (d) 1050, (e) 1100 et (f) 1150 °C (Lee et Lee, 2008) 16

Figure 1.9 Mécanisme de formation de l'austénite à partir de la martensite tiré de (Lee, Park et Lee, 2009) 18

Figure 1.10 Énergie libre de Gibbs de l'austénite et de la martensite (Porter et Easterling, 2004) 20

Figure 1.11 Structure cristalline de la martensite (Bhadeshia, 2001b) 21

Figure 1.12 Formation de la martensite: apparition de l'interface austénite/martensite (Bhadeshia, 2001b) 21

Figure 1.13 (a) Martensite en lattes (Shi et Han, 2008), (b) martensite en plaquettes (Liu et al., 2011) 22

Figure 1.14 Morphologie de la martensite en fonction de la teneur en carbone (%) de l'acier (Krauss, 2001).....22

Figure 1.15 Domaine de la température de la formation de bainite (Bhadeshia, 2001c)23

Figure 1.16 Morphologie de la bainite (Bhadeshia, 2001a).....25

Figure 1.17 (a) Bainite supérieure, image prise par microscope optique (Bhadeshia et Edmonds, 1980), (b) Bainite inférieure, image prise par SEM 25

Figure 1.18 Croissance des paquets bainitiques à partir d'un joint de grain de l'austénite (Bhadeshia, 2001c).....26

Figure 1.19 (a) Courbe TRC pour l'acier C70 (0,72 % C -0,72 % Mn) (b) et pour l'acier 60NiCrMo11-03 (0,57 % C - 2,36 % Ni -0,75 % Cr - 0,41 % Mo) (Murry, 1998).....27

Figure 1.20 Effet de la concentration du carbone sur : (a) la dureté, (b) M_s et M_f, (c) fraction volumique de l'austénite résiduelle. (Tensi, Stich et Totten, 1997)28

Figure 2.1 Gleeble®3800 Simulateur thermo-mécanique 35

Figure 2.2 Cycle de traitement thermique réalisé sur Gleeble®3800 36

Figure 2.3 Courbe de dilatmétrie correspond à une vitesse de chauffage égale à 5 °C/s36

Figure 2.4 Système de dilatométrie de Gleeble.....37

Figure 2.5 Machine de dilatomètre 805 A/D.....38

Figure 2.6 Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructrices (UTINAM, 2016).....39

Figure 2.7 Microscopie optique 3D laser Olympus Lext OLS4100.....40

Figure 2.8 (a) Microstucture montrant les joints de grains de la zone du centre; (b) Calque des joints du grains; (c et d) les intercepts.....42

Figure 2.9 Distribution: (a) horizontale et (b) verticale de la taille de grains obtenue par le logiciel MIP 43

Figure 3.1 Locations of dilatometry samples in forged block.....50

Figure 3.2 Geometry of dilatometry samples.....50

Figure 3.3 (a) Heat treatment cycle; (b) Experimental setup in Gleeble machine 51

Figure 3.4 OM and SEM images of initial microstructure of received steel taken from surface (a,c) and center (b,d) representing different shape and distribution for bainitic sheaves 53

Figure 3.5 XRD diagrams showing different amounts of retained austenite in two initial microstructures taken from surface and center of forged ingot.....54

Figure 3.6 Dilatometric and their first derivation curves during continuous heating at two different heating rates of 0.5 and 5 °C/s 55

Figure 3.7 Volume fraction of formed austenite in the studied steel at heating rates of 0.5 and 5 °C/s.....56

Figure 3.8 Plot of $\ln\ln 1/1-V\gamma$ as function of $\ln t$ calculated from dilatometric curves. 57

Figure. 3.9 Dilatometric and their first derivation curves during continuous heating at two different heating rates of 0.5 and 5 °C/s for temperature range where austenite decomposition occurs 59

Figure. 3.10 OM and SEM images showing different distribution of coarse carbides at surface (a, c), and center (b, d); black arrows show different size of carbides and almost nothing at center.....60

Figure 4.1 Assemblage equilibrium diagram of the studied steel 67

Figure 4.2 Position and orientation of the samples 67

Figure 4.3 (a) Etched sample, black area: martensite, white area: bainite, (b) Calculating the phase fraction by MIP.....69

Figure 4.4 Dilatometric curves of the studied steel at: (a) Surface and (b) Center.....71

Figure 4.5 Volume fraction of formed austenite in the studied steel at: (a) Surface and (b) Center, during the continuous heating.....72

Figure 4.6 Nucleation and growth of austenite during the austenitization temperatures73

Figure 4.7 Volume fraction of formed austenite in the studied steel at: (a) Surface and (b) Center, during the isothermal austenitisation.....76

Figure 4.8 Dilatometric and their first derivation curves during continuous cooling for different austenitization temperatures: (a) Surface and (b) Center 78

Figure 4.9 Optical microscope images of the initial microstructure of the received steel taken from: (a) Surface and (b) Center; representing different initial grain size 80

Figure 4.10 Optical micrustructures of the studied steel cooling at different rates, a), b) and c) 1 °C/s (Cooling rate corresponding to the Surface), d), e) and f) 0.1 °C/s (Cooling rate corresponding to the Center)
*M: martensite, B: bainite, F: ferrite, M/A: microconstituent of martensite and retained austenite.....82

Figure 4.11 Microstructure of ingot cooling from different austenitization temperature. (a, c and e) Surface of the ingot cooling at 1 °C/s, (b, d and f) Core of the ingot cooling at 0.1°C/s 84

Figure 4.12 Example of EBSD maps for samples heated at 850°C from: (a) surface region, (b) center region.....85

Figure 4.13 Phase fractions at diffrent austenitization temperatures and their corresponding microhardness, (a) Surface and (b) Center.....86

Figure 4.14 XRD results for Surface (a) and Center (b) at different austenitization temperatures.....87

Figure 5.1 Dilatometry and their first derivation curves during continuous cooling for different austenitization times: (a) Small PAG; (b) Large PAG.....97

Figure 5.2 Grain size evolution with holding time for zones with small and large initial austenite grain sizes.....99

Figure 5.3 Microstructure obtained after different austenitization times (a, b, c and d); Small PAG zone, (e, f, g and h); Large PAG zone
M: Martensite; B: Bainite 99

Figure 5.4 X-Ray diffraction pattern for different holding times from two zones of the large size block: (a) Smaller PAG; (b) Larger PAG 101

Figure 5.5 Phase fractions at different holding times and their corresponding microhardnesses: (a) Small PAG; and (b) Large PAG 103

Figure 5.6. Volume fraction of transformed bainite for different soaking times at 900 °C for regions with large PAGS 106

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

C.C	Réseau cubique centré
C.F.C	Réseau cubique à face centrée
EBSD	Electon backscatter diffraction
Fe_3C	Cémentite
Fe-C	Diagramme binaire fer-carbone
HV	Dureté vickers
JMAK	Equation de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov
K-M	Modèle de Koistinen et Marburger
LVDT	Linear variable differential transformer
MEB	Microscope électronique à balayage
OM	Optical microscope
PAGS	Prior austenite grain size
SEM	Scanning electron microscope
TRC	Diagrammes de transformation en refroidissement continu
XRD	X-ray diffraction

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

I_α	intensité de ferrite	
I_γ	intensité d'austénite	
R_α	facteur dépendant de l'angle de Bragg, de la structure cristalline et de la composition chimique de la ferrite	
R_γ	facteur dépendant de l'angle de Bragg, de la structure cristalline et de la composition chimique de l'austénite	
V_c	Fraction en volume de carbures	%
k_0	constante	
n_α	nombre de lignes de diffraction de la ferrite prises en compte	
n_γ	nombre de lignes de diffraction de l'austénite prises en compte	
β_f	constante	
a	Paramètre de maille de la martensite	µm
A_1	Température de début de transformation	degré
A_3	Température de fin de transformation	degré
A_{c1}	Température de début de transformation en chauffage	degré
A_{c3}	Température de fin de transformation en chauffage	degré
b	Vitesse de transformation martensitique	
B_s	Température de début de transformation de la bainite	degré
c	Paramètre de maille de la martensite	µm
C_α	Concentration de carbone en ferrite	wt %
C_γ	Concentration de carbone en austénite	wt %
d	Retrait induit par le coefficient de dilatation	µm
d_0	Diamètre initial d'un échantillon de dilatométrie	µm
d^0	Taille de grain initiale	µm
d_{hkl}	Distance inter réticulaire des plans en	nm
d^n	Taille moyenne de grain	µm

E	Dilatation totale	µm
E	énergie d'activation de la formation l'austénite	kJ/mol
Fe_3C	Cémentite	degré
f_m	Fraction volumique de la martensite	%
f_γ	Fraction en volume de l'austénite	%
G	Numéro ASTM indiquant la taille des grains	
i	$i^{ème}$ point expérimental	
L	Variation de longueur	µm
L_0	Longueur initiale	µm
L_{max}	Longueur maximale	µm
m	Ordre de diffraction	
M_f	Température de fin de transformation de la martensite	degré
M_s	Température de début de transformation de la martensite	degré
Q	Energie d'activation	kJ/mol
R	Constante universelle des gaz parfaits	J/mol.°C
T_0	Température des stabilités des phases	degré
T_f	Température où se produit la vitesse maximale de transformation pour chaque vitesse de chauffage	degré
α	Ferrite α	
α_m	Coefficient de dilatation de la martensite	
α_γ	Coefficient de dilatation de l'austénite	
γ	Austénite	
δ	Ferrite δ	
Δd	Variation en diamètre	µm
ΔL	Variation de longueur	µm
ΔT	Changement de température entre deux températures quelconques	degré
$\varepsilon_{\gamma\text{-}m}$	Déformation due au changement de volume de la maille entre l'austénite et la martensite	
θ	Angle de diffraction	degré

λ	Longueur d'onde monochromatique	nm
φ	Vitesse de chauffage	°C/s

INTRODUCTION

Au cours des dernières décennies, l'utilisation de la matière plastique dans l'industrie automobile a connu un grand progrès, vu qu'elle offre aux concepteurs de multiples avantages en de nombreuses applications en fournissant des designs légers et polyvalents. La polyvalence des matières plastiques peut être exprimée par une large gamme de formes et une bonne surface de finition.

Toutefois, la fabrication des pièces de fortes dimensions ne serait pas possible sans l'utilisation des moules de qualité. Le procédé utilisé pour la production de ces pièces est le moulage par injection en utilisant des moules faits en aciers à haute résistance mécanique. Ces aciers sont forgés et traités thermiquement pour obtenir les propriétés mécaniques désirées. Spécifiquement, le traitement trempe-revenu est utilisé pour obtenir une microstructure optimale dans tout le volume utile de la pièce.

Les Forges de Sorel est une industrie spécialisée dans la fabrication des pièces forgées en aciers, de fortes dimensions, destinées entre autres pour le domaine du moulage par injection de la matière plastique. Le cycle de fabrication des pièces forgées passe par les plusieurs étapes ; aciérie, forgeage, traitement thermique et usinage. Les caractéristiques de ces aciers, actuellement utilisés pour les moules, varient au cours de processus de fabrication. Une bonne usinabilité, un bon état de surface et l'uniformité de la dureté sont des facteurs de plus en plus demandés pour la fabrication des moules. Cependant, l'obtention d'une microstructure optimale est très complexe lors de la production. La grande taille des produits finaux de Sorel Forge rend le problème de la variabilité des propriétés plus aigu et conduit à la non-conformité dans le produit final. En général, la présence d'un gradient de température produit des transformations de phases indésirables, l'apparition des phases secondaires et la variation de la taille des grains qui engendrent une microstructure hétérogène, des contraintes internes et même des distorsions ou l'apparition de fissures réduisant ainsi les propriétés mécaniques ou l'intégrité de la pièce produite.

Ces dernières caractéristiques dépendent, notamment, des paramètres du traitement thermique qui sont la vitesse de refroidissement, la vitesse de chauffage, le temps de maintien

et la température d'austénitisation. Les résultats établis, à travers des décennies de recherches, ne sont pas suffisants quant à l'effet de ces paramètres sur la cinétique de transformation des phases et tous les mécanismes qui gouvernent l'évolution de la microstructure, spécifiquement, dans les pièces de grandes dimensions.

L'objectif principal du présent travail est donc d'étudier l'évolution de la microstructure des pièces de fortes dimensions durant le cycle thermique chauffage-refroidissement. Plus précisément, l'étude de l'influence de différents paramètres du traitement thermique dans le but d'obtenir une microstructure homogène dans tout le volume utile de la pièce. Dans cet ordre d'idée, une étude de la microstructure de départ (proportion des phases et taille de grains) a été réalisée pour deux zones d'un block forgé. Puis, dans un deuxième temps, une variation des différents paramètres (vitesse de chauffage, température d'austénitisation, temps du maintien et vitesse de refroidissement) a été faite pour étudier son influence sur la cinétique de transformations et savoir le produit final obtenu après le refroidissement. Pour l'ensemble, une caractérisation par dilatométrie a été effectuée, les températures critiques de transformations ont été trouvées et une étude de la cinétique de transformations en utilisant des modèles existants dans la littérature ainsi qu'une étude de la microstructure a permis de comprendre l'influence des différents paramètres et de déterminer les conditions optimales du traitement thermique.

Cette thèse comporte cinq chapitres. Le chapitre I, de nature bibliographique, présente une synthèse de l'État de l'Art de diverses notions théoriques relatives au projet. Le chapitre II présente une introduction du matériau étudié, de la forme des éprouvettes de dilatométrie adoptée et une présentation des protocoles expérimentaux en fonction des paramètres recherchés pour répondre aux objectifs du projet.

Le chapitre III consiste à étudier l'influence de la vitesse de chauffage sur la microstructure de départ ; des différentes tailles de grains et proportions de bainite et austénite résiduelle entre la surface et le cœur du lingot. Une étude cinétique a été effectuée afin de déterminer le mécanisme de formation de bainite en austénite dans le cas du matériau étudié.

Le chapitre IV est dédié à l'effet de l'état initial de l'austénite et de sa transformation en bainite et/ou martensite. En particulier, l'accent est mis sur l'influence de la microstructure de départ, correspondant à différentes zones d'un bloc forgé de grande taille, sur les produits de transformation et la proportion de phases par rapport à la teneur en carbone austénite.

Le chapitre V est consacré à l’étude de l’effet du temps du maintien à l’austénitisation sur le produit final au refroidissement.

Ce mémoire se termine par des conclusions générales des travaux effectués lors de cette étude.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1 Introduction

Ce chapitre présente une étude bibliographique qui permet de cadrer le sujet du présent travail. Ce dernier rentre dans le cadre d'une étude expérimentale des transformations de phases métallurgiques dans des lingots industriels de fortes dimensions en acier à haute résistance mécanique. Plus précisément, on s'intéresse à la transformation (bainite-austénite) durant le processus de chauffage à différentes températures et différents temps de maintien ainsi que le produit final obtenu lors du refroidissement. La taille de grain initiale est aussi prise en considération dans cette étude. Cependant, les modèles développés, spécifiquement celles de transformations de phases, sont utilisés pour analyser la germination et la croissance des nouvelles phases formées.

Dans les paragraphes qui suivent, l'étude de l'état de l'art présente le procédé du traitement thermique (chauffage-refroidissement) lors duquel les transformations de phases sont produites dans la microstructure de l'acier. Tout d'abord, on met l'accent sur les éléments métallurgiques de base dans le but de comprendre l'influence des paramètres du traitement thermique sur la microstructure. Ensuite, les modèles utilisés pour prédire la fraction volumique des phases formées sont présentés et discutés.

1.2 Métallurgie des aciers au carbone

L'acier est un alliage de fer et de carbone dont la teneur en carbone est inférieure à 2.1% massique. Cette teneur limite vient de la limite de solubilité du carbone, à haute température, dans le fer γ. Des éléments d'addition sont généralement ajoutés dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques. La figure 1.1 montre le diagramme binaire Fe-C.

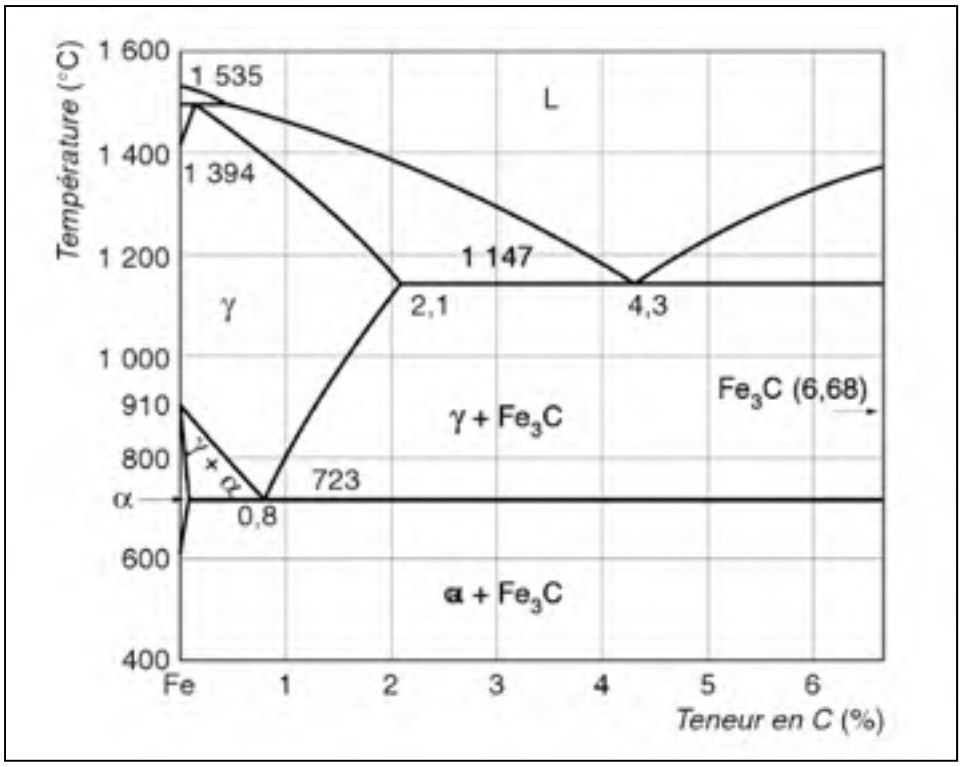

Figure 1.1 Diagramme Fe-C (Colombié, 2008)

Le fer possède deux formes (variétés) allotropiques (deux réseaux cristallins différents) :

- Le fer α dont le réseau est cubique centré (C.C).
- Le fer γ dont le réseau est cubique à faces centrées (C.F.C).

Le phénomène de la modification du réseau cristallin sous l'effet de la température porte le nom de transformation allotropique. Ces transformations sont établies grâce aux paliers thermiques des courbes de refroidissement ou de chauffage qui lesquelles caractérisées par plusieurs points critiques ou paliers correspondant à des températures définies pour des transformations déterminées.

Le fer α, appelé aussi la ferrite, existe aux températures inférieures à 910 °C et supérieures à 1392 °C. Aux températures supérieures à 1392 °C, le fer α est désigné par Fe δ. Le fer α est magnétique jusqu'à la température de 768 °C. Cette température est appelée point de curie, qui correspond à la transformation magnétique. Quant au fer γ, ou l'austénite, existe entre 910 °C et 1392 °C et il est paramagnétique.

Ainsi, le carbone ne possède pas la même limite de solubilité dans les deux phases. Il est plus élevé dans l'austénite à environ 2.1% massique, contre 0.02% en masse dans la ferrite.
La lecture du diagramme Fer-Carbone montre que les aciers subissent les transformations suivantes :

- **Transformations des aciers à basses teneurs en carbone ; C=0.02%:**
  A haute température, la ferrite germe aux joints de grains de l'austénite. Avec la baisse de la température, la cémentite Fe_3C précipite. Et donc, la structure à la température ambiante est constituée de ferrite très pauvre en carbone et de Fe_3C riche en carbone qui peut atteindre 6.67% C.
- **Transformation eutectoïde ; C= 0.77%:**
  Cette réaction se produit à 727 °C où elle provoque la formation d'un agrégat eutectoïde, appelé la perlite, constitué de succession des lamelles de ferrite et de cémentite.
- **Transformations des aciers à 0.02 < C <0.77%:**
  Les aciers, dont leur teneur en carbone est comprise entre 0.02 et 0.77 %C, sont appelés des aciers hypoeutectoïdes.
  Leur transformation débute à une haute température comprise entre 727 et 900 °C. Elle provoque la naissance de la ferrite pauvre en carbone dont sa teneur maximale est de 0.02%. À la température ambiante, la structure est constituée de ferrite proeutectoïde et de perlite.
- **Transformations des aciers à 0.77 < C < 2.1%:**
  Les aciers, dont leur teneur en carbone est comprise entre 0.77 et 2.1% C, sont appelés des aciers hypereutectoïdes.
  La transformation eutectoïde est précédée par une étape de formation de cémentite dans les joints de grains de l'austénite. À la température ambiante, la structure est donc formée d'agrégats eutectoïdes, i.e. de la perlite, et de précipités intergranulaires de Fe_3C.

Dans les aciers, les transformations de phases se font de deux manières différentes, diffusionnelle et displacive. Car, au cours du refroidissement, l'austénite n'est plus stable.

Ainsi, la nature de transformations des phases est déterminée par la modification des vitesses de refroidissement :

- La perlite est un agrégat constitué de ferrite et de cémentite obtenue pour une vitesse de refroidissement lente.
- La bainite est un composé observé avec une vitesse de refroidissement moyenne.
- La martensite est une phase obtenue lors d'un refroidissement rapide.

Les structures martensitique et bainitique vont nous intéresser plus particulièrement au cours de cette étude.

1.3 Austénitisation

L'austénitisation consiste à mettre en solution tout le carbone présent dans l'alliage. Comme indiqué précédemment, la solubilité du carbone dans l'austénite est limitée à 2.1% et seulement à 0.02% dans la ferrite. Donc, il est obligatoire de choisir une température assez élevée afin de mettre en solution tout le carbone au cours de la transformation de la phase ferritique en austénite. La croissance de l'austénite est alors contrôlée par la diffusion du carbone.

Deux températures définissent les transformations dans l'acier : A_1 et A_3. Ce sont respectivement les températures de début et de fin de formation de l'austénite. Pour austénitiser l'acier, il est nécessaire de dépasser la température A_3 au cours du traitement thermique. En général, une température A_3 + (25 à 50 °C) est choisie.

L'introduction des éléments d'alliage, à la composition chimique d'un acier, provoque une élévation ou un abaissement des températures de transformation (Murry, 1998). La figure 1.2 illustre l'influence des éléments d'alliage sur la température de l'eutectoïde A_1.

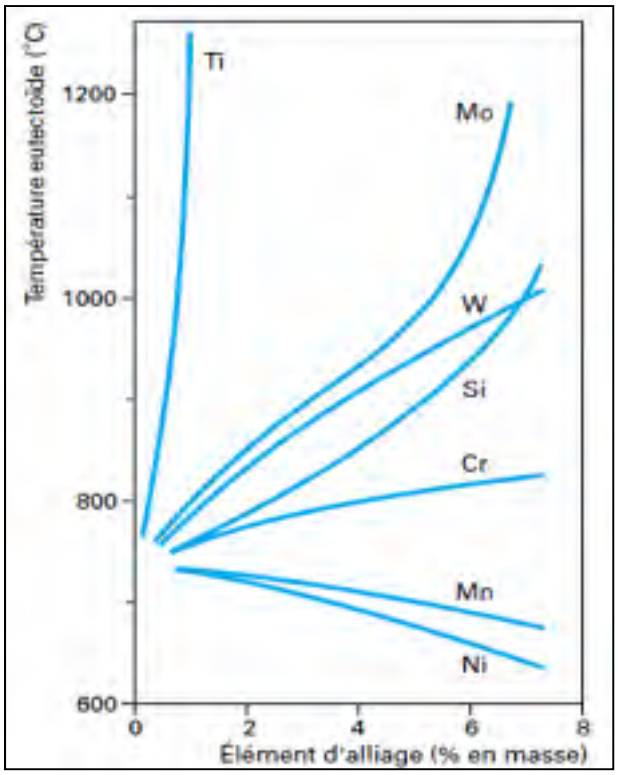

Figure 1.2 Influence des éléments d'addition
sur la température eutectoïde (Murry, 1998)

Les éléments gammagènes, qui stabilisent le fer γ, diminuent la température A_1. Tandis que les éléments alphagènes, qui stabilisent le fer α, l'augmentent. Tenons l'exemple du molybdène Mo et du manganèse Mn (figure 1.3), l'ajout du Mo diminue le domaine de l'austénite et provoque l'élévation de la température eutectoïde. Par contre, le Mn augmente le domaine de la phase austénitique en favorisant l'abaissement de A_1.

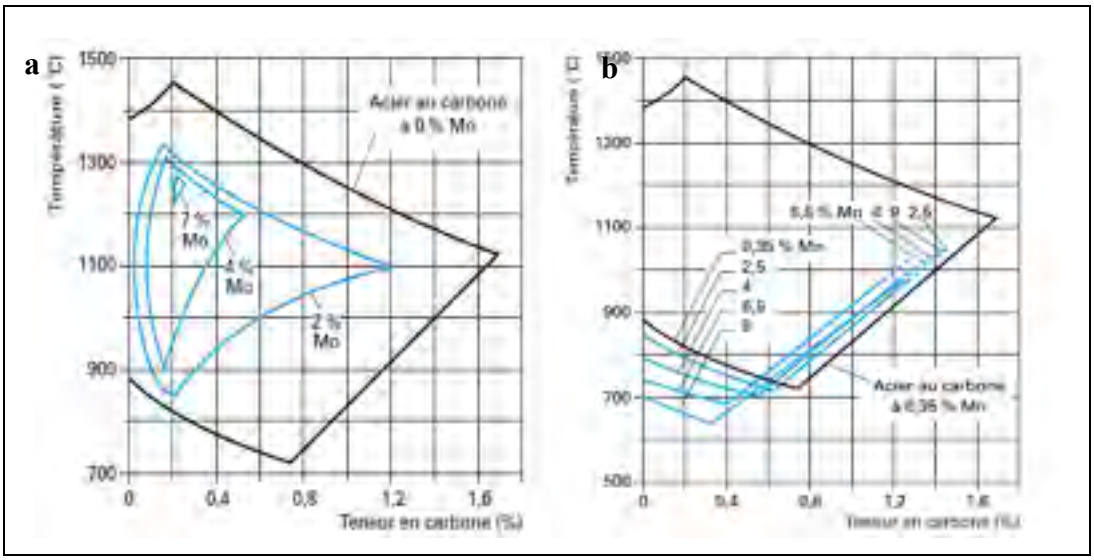

Figure 1.3 Influence de l'ajout du: (a) Mo et (b) Mn sur le domaine de l'austénite et la température eutectoïde (Murry, 1998)

1.3.1 Effet de la vitesse de chauffage

Lors d'un chauffage suffisant, un acier ayant une structure cubique centrée α se transforme en une structure cubique face centrée γ. L'acier doit être chauffé très lentement pour que la transformation se produise dans des conditions proches de l'équilibre. Dans le cas de la pratique industrielle, la vitesse de chauffage ne peut pas être contrôlée. Il est cependant intéressant de considérer dans un premier temps l'effet de la vitesse de chauffage et étudier par la suite l'aspect cinétique (vitesse de réaction).

Les températures de début et de fin de transformation austénitique A_{c1} et A_{c3} sont directement impactées par la vitesse de chauffage (Liu et Sun, 2013) (Jian et al., 2015) et le domaine austénitique se déplace vers de moins ou de plus hautes températures. Ces phénomènes sont bien décrits dans la littérature et on trouve pour la plupart des aciers des diagrammes de transformation en chauffage continu décrivant ces évolutions de température (Kokosza et al., 2013; Oliveira, Andrade et Cota, 2007) (Bała, Pacyna et Krawczyk, 2007) (De Andrés et al., 2002) (figure 1.4). Dans ces travaux, une large plage de vitesse de chauffage est étudiée.

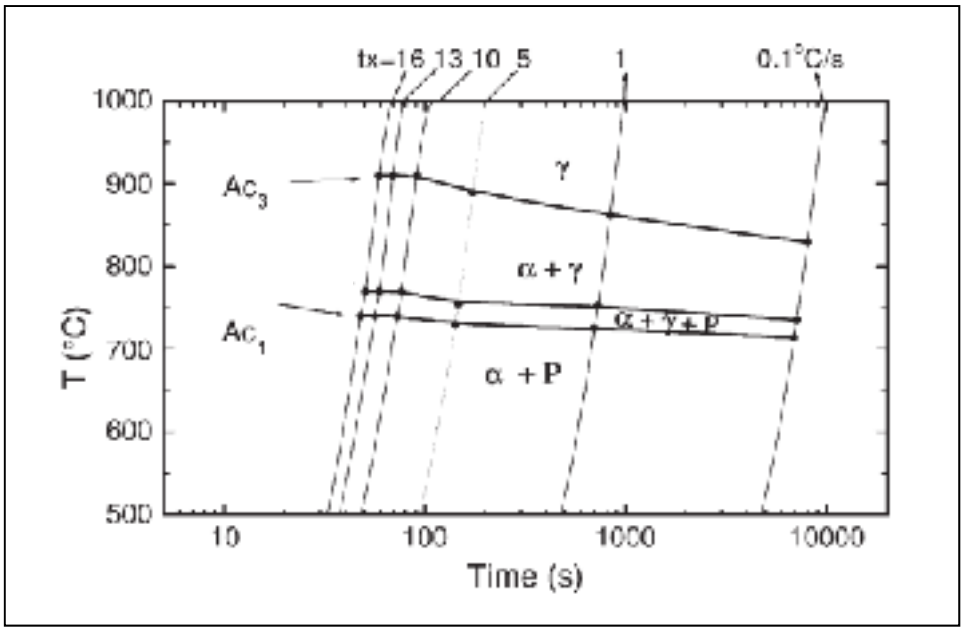

Figure 1.4 Diagramme de transformation en chauffage continu d'un acier à faible teneur en carbone (0.15 % C). Les vitesses de chauffage étudiées sont entre 0,1 et 16 °C/s. α est la ferrite, P est la perlite et γ est l'austénite (Oliveira, Andrade et Cota, 2007)

Une investigation menée par Kokosza et al. (Kokosza et al., 2013) sur une plage de 0.1 à 200 °C/s pour un acier à 0.4% de carbone, montre que les points de transformations ne sont pas affectés pour des vitesses inférieures à 0.5 °C/s. Au-delà de cette vitesse, le décalage de A_{c1} et A_{c3} vers des températures plus élevées devient de plus en plus significatif.

D'autres chercheurs ont étudié l'impact de la vitesse de chauffage sur le grossissement du grain austénitique vu que la taille initiale des grains d'austénite au début du processus de chauffage est importante pour obtenir la taille de la microstructure finale qui fournit des propriétés mécaniques maximales. Alogab et al.(Alogab et al., 2007) a réalisé une étude sur l'effet de la vitesse de chauffage sur la croissance du grain austénitique dans un acier SAE 8620 modifié au Ti avec additions contrôlées de niobium. Les échantillons ont été chauffés à des vitesses comprises entre 0.16 et 2.41 °C/s à 1050 et 1100 °C, maintenus à la température d'austénitisation souhaitée pendant 60 min et immédiatement trempés dans l'eau glacée. Une croissance anormale des grains a été observée dans tous les échantillons traités à la vitesse de

chauffage la plus élevée jusqu'à 1050 °C, mais a été supprimée aux vitesses de chauffage les plus basses avec des ajouts de 0,06 et 0,1 Nb. La suppression de la croissance anormale des grains a été corrélée avec le développement d'une distribution critique des précipités fins de NbC, stables à la température d'austénitisation (Figure 1.5). Liu et Richard (Liu, Li et Dang, 2013; Richard, 2017) ont obtenu les mêmes résultats. A faible vitesse de chauffage, l'homogénéité des dislocations est plus grande, ce qui permettra d'abaisser les obstacles qui entravent la croissance du grain, en particulier aux frontières du grain. De plus, l'énergie minimale nécessaire pour la diffusion des atomes, à un état plus stable, sera plus petite, ce qui augmentera la migration des grains pour continuer à grandir encore plus.

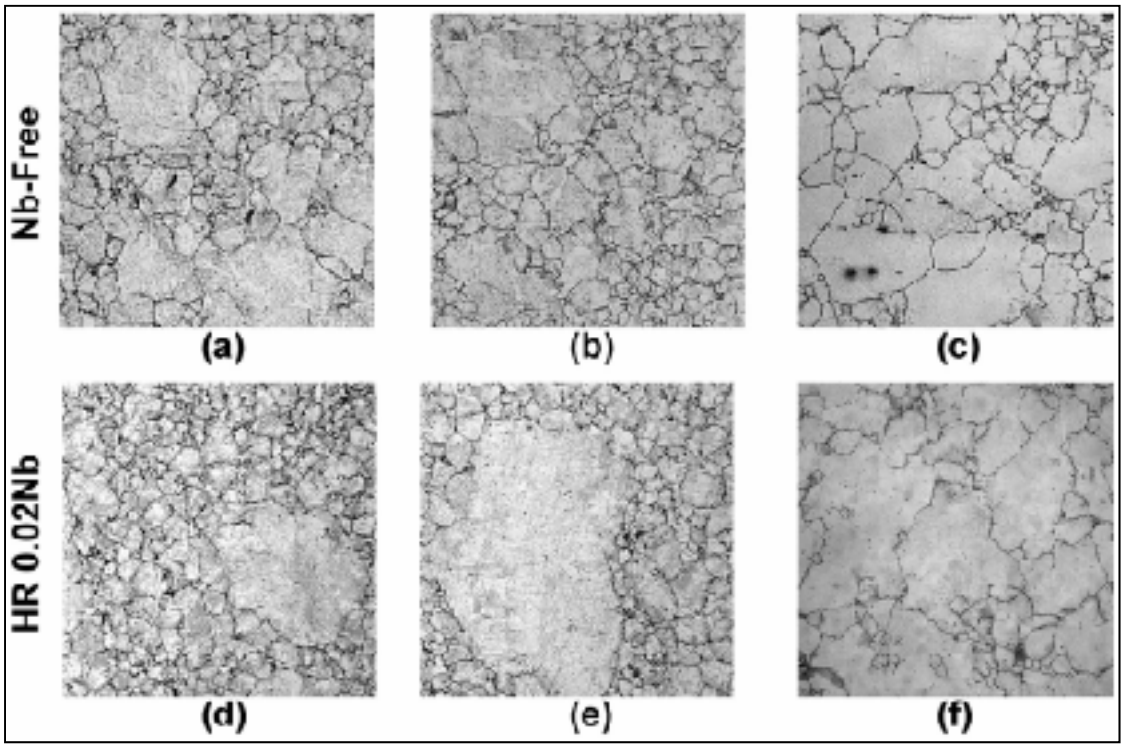

Figure 1.5 Micrographies optiques montrant les structures de grains d'austénite pour les aciers pseudo-carburés pendant 60 min à 1050 °C après différentes vitesses de chauffe. (a-c) Acier sans Nb chauffé à 0.33, 0.66 et 2.41 °C/s respectivement; (d-f) Acier HR 0,02 Nb chauffé à 0.33, 0.66 et 2.41 °C/s respectivement (Alogab et al., 2007)

Plusieurs points importants peuvent être soulignés à partir des travaux présentés. D'une part, on note une augmentation continue des températures A_{c1} et A_{c3} même pour des aciers proches en composition lorsque la vitesse de chauffe croît. D'autre part, la croissance de la taille de grain est dépendante de la vitesse de chauffage. Mais, les résultats rapportés ne concernent que des tailles de grains fines qui ne dépassent pas 150 μm. Ce point doit être étudié si on souhaite travailler sur des tailles de grains allant de 100 à 500 μm.

1.3.2 Maintien en température d'austénitisation

Afin de permettre une bonne homogénéisation de l'austénite et la dissolution des carbures, il est nécessaire d'avoir un maintien en température suffisante. Le maintien ne doit pas être non plus trop long pour éviter le grossissement des grains austénitiques.

Le choix du couple température-temps de maintien est très important. Par exemple, le diagramme d'austénitisation d'un acier de composition chimique : 0.3% C-1.07% Cr-0.17% Mo (figure 1.6), montre que le maintien de plus de 10 s à 850 °C est suffisante pour obtenir de l'austénite homogène. A 1100 °C, une augmentation le temps de maintien de 2 à 20 s, fait passer la taille des grains de 20 à 56 μm (Economopoulos, Lambert et Habraken, 1967).

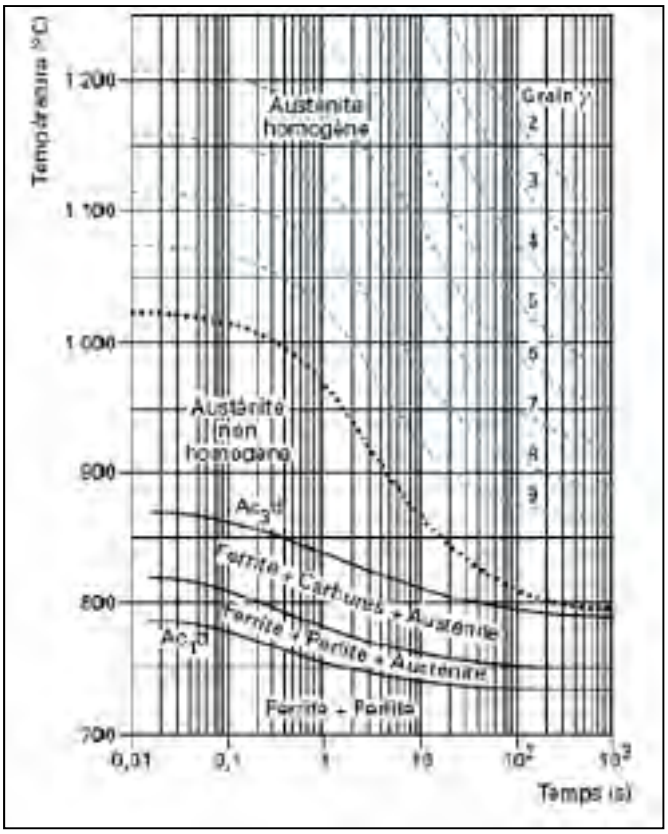

Figure 1.6 Diagramme d'austénitisation d'un acier de composition chimique : 0.3 % C-1.07 % Cr-0.17 % Mo
(Economopoulos, Lambert et Habraken, 1967)

Dans une autre étude d'un acier contenant 0.41% C-0.85% Mn-0.25% Si-1.8% Ni-1.45% Cr-0.45% Mo et austénitisé à une température de 900 °C, les auteurs ont montré que plus on maintient l'acier plus la taille des grains de l'austénite augmente (Lee et Lee, 2008) (voir la figure 1.7).

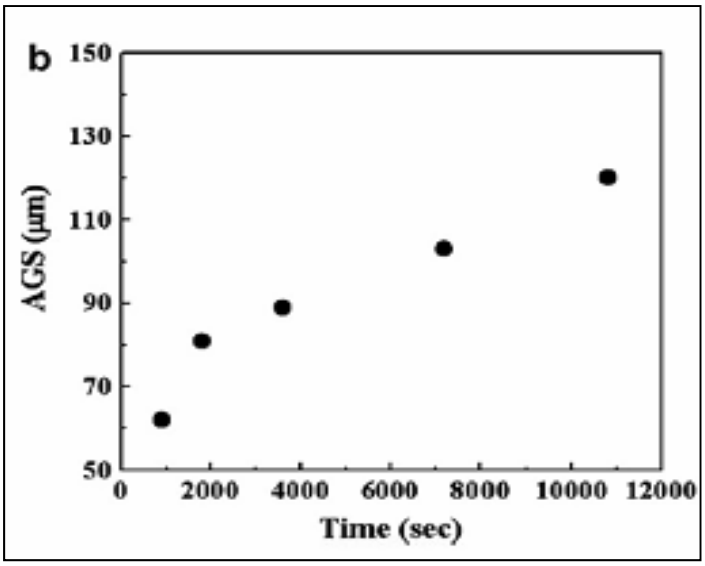

Figure 1.7 Effet du temps d'austénitisation sur la taille des grains de l'austénite (Lee et Lee, 2008)

La microstructure de l'acier à différentes températures de maintien est illustrée sur la figure 1.8. A haute température, les grains de l'austénite ne sont pas stables. Leur énergie libre d'activation est très élevée. Pour atteindre l'équilibre, les atomes s'associent en formant un gros grain d'austénite. Après l'arrangement des grains, l'énergie libre de Gibbs diminue (Porter et Easterling, 2004).

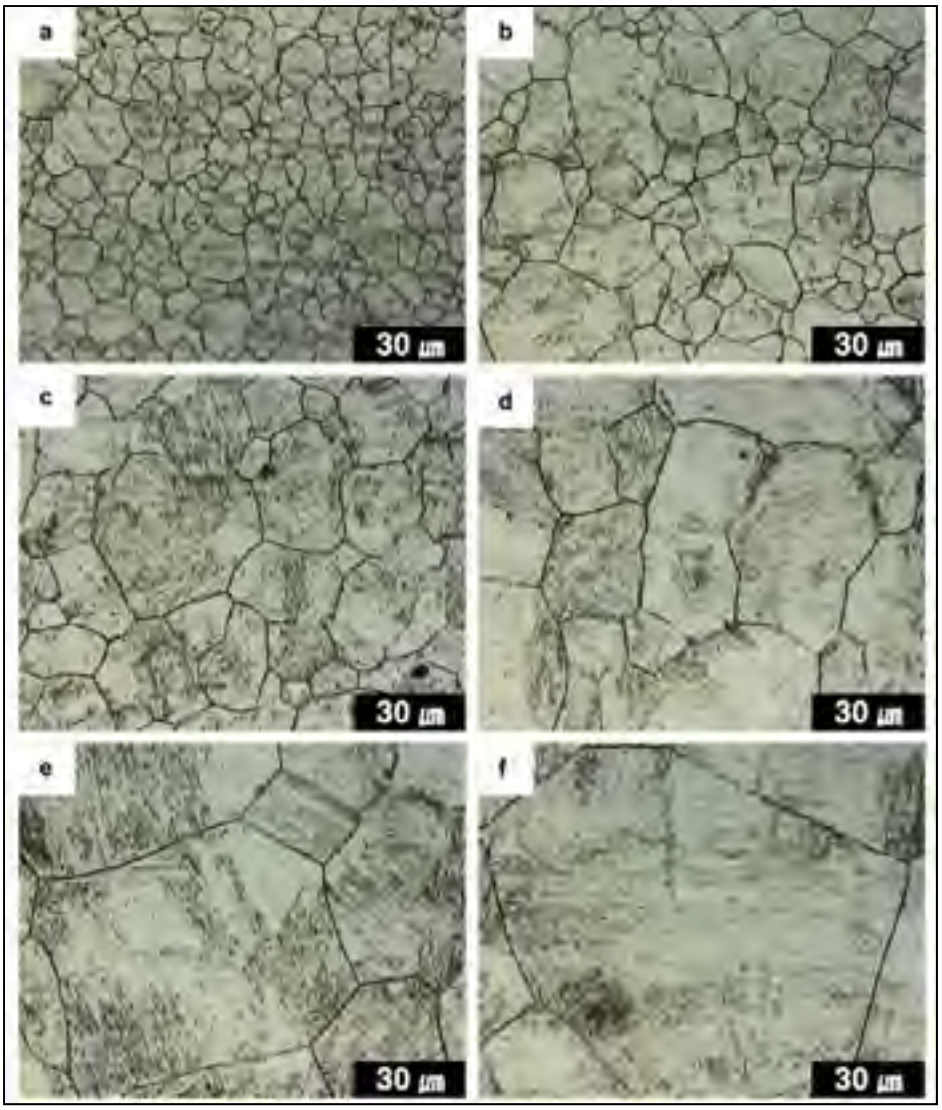

Figure 1.8 Variation de la taille de grains de l'austénite, prise par microscope optique, pour différentes températures de maintien: (a) 900, (b) 950, (c) 1000, (d) 1050, (e) 1100 et (f) 1150 °C (Lee et Lee, 2008)

La température d'austénitisation joue un rôle important sur la composition chimique de l'austénite. La quantité et le type des éléments d'alliages mis en solution solide peuvent influencer de manière significative les transformations au cours du refroidissement et par la suite les caractéristiques mécaniques du matériau (Sokolowski et Lindsley, 2010). Les compositions chimiques de l'austénite calculées à l'état d'équilibre aux deux températures d'austénitisation 980 et 1050 °C montrent une augmentation de la teneur en éléments d'alliage avec l'augmentation des températures (Ferrari et al., 2014a). Par conséquent, cette

augmentation affecte la distribution, la quantité et la taille des différentes phases obtenues tel que reporté par Ferrari et al. (Ferrari et al., 2014a).

1.3.3 Mécanisme de la formation de l'austénite

La phase austénitique put se former à partir des structures ferrito-perlitiques, bainitiques et martensitiques à haute température. La diffusion contrôle la croissance de l'austénite.

À partir d'une microstructure initialement perlitique, la formation de l'austénite se fait par plusieurs étapes successives. La germination se fait aux joints de grains de l'austénite. Le carbone nécessaire à cette étape provient de la dissolution de la cémentite. La nucléation de l'austénite peut aussi avoir lieu aux interfaces de la ferrite-cémentite et se poursuit sous formes de fines lattes. Les nouveaux grains d'austénite se forment dans les colonies de perlite pour remplacer la ferrite eutectoïde ; parallèlement, la cémentite se dissout dans l'austénite (Li et al., 2016). Li a montré que les mécanismes de contrôle de la formation ne changent pas en fonction de la plage de vitesse de chauffage (1 et 25 °C/s).

La formation de l'austénite à partir de la martensite peut se faire par diffusion ou sans diffusion par le mécanisme de glissement/cisaillement, dépendant de la vitesse de chauffage. La formation sans diffusion est appelée aussi transformation martensitique inverse. Ainsi, durant le chauffage continu, la martensite transformée en austénite sans diffusion atomique, donne naissance à une austénite en forme de latte à haute densité de dislocation (Lee, Park et Lee, 2009). Le mécanisme de formation est illustré par la figure 1.9.

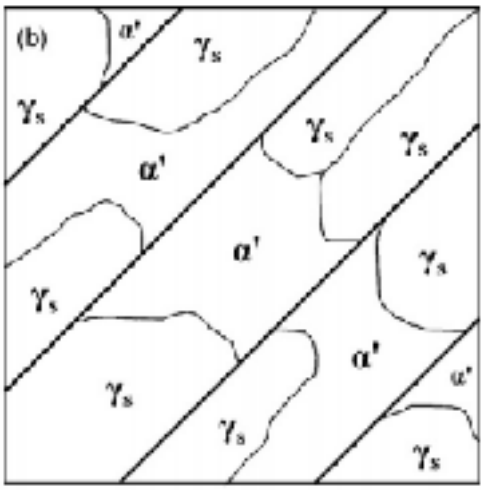

Figure 1.9 Mécanisme de formation de l'austénite à partir de la martensite tiré de (Lee, Park et Lee, 2009)

Carvalho et al. (Carvalhoa, Andrade et Plaut, 2013) ont étudié l'impact de la vitesse de chauffage sur la formation de l'austénite à partir d'une structure martensitique. Leurs conclusions montrent que pour des vitesses comprises entre 1 et 28 °C/s, le mécanisme dominant est par cisaillement. Ils se sont basés sur l'analyse de l'énergie d'activation nécessaire à la formation de l'austénite. Contrairement à Carvalho, Martinez (López-Martínez et al., 2015) utilise des faibles taux de chauffe. Selon lui, la formation est gouvernée par mécanisme de cisaillement. En opposition des travaux cités précédemment, Kapoor (Kapoor et Batra, 2004) montre que pour des faibles vitesses de chauffe, l'austénitisation se fait par diffusion tandis que, pour les grandes vitesses de chauffe, la transformation s'effectue par cisaillement.

La formation de l'austénite à partir de la bainite est peu étudiée dans la littérature. La plupart des investigations sont consacrées soit à une microstructure ferrito-perlitique ou martensitique ou encore une microstructure mixte.

Chang (Chang et Yu, 2013) étudie la cinétique de la transformation de la bainite en austénite lors d'un chauffage continu dans un acier microallié à faible teneur en carbone. La transformation de la bainite en austénite a été observée en deux étapes à faible vitesse de

chauffage. La première étape est la dissolution de la bainite, et la seconde est la transformation de la bainite restante en austénite contrôlée par un processus de dissolution. Le résultat du calcul de la cinétique de formation d'austénite montre que les deux étapes se produisent par diffusion à faible vitesse de chauffage. Cependant, à vitesse de chauffage élevée, la transformation de la bainite en austénite se produit en une seule étape, et le processus est principalement dominé par cisaillement.

1.4 Transformation martensitique

Pour une vitesse de refroidissement trop rapide, la phase austénitique se transforme en martensite au-dessous d'une température nommée M_s « Martensite start ». Au cours de cette transformation, le carbone ne peut plus diffuser. Ainsi, la phase obtenue possède la même composition que la phase austénitique dont elle est issue. On parle ici d'une transformation displacive.

1.4.1 Transformation displacive

La transformation se fait par un mouvement coopératif des atomes de fer qui passent, par un mécanisme de cisaillement de leurs positions dans l'austénite à des nouvelles positions plus stable à basse température.
L'abaissement de la température de transformation freine fortement la diffusion du carbone et augmente le potentiel chimique de transformation :

- La transformation de l'austénite provoque des faibles déplacements des atomes inferieures à une distance interatomique.
- La composition chimique de la martensite est identique à celle de l'austénite qui lui a donnée naissance.
- La croissance des ilots de martensite se fait très rapidement à une vitesse voisine à celle du son dans le métal (10^3 m/s).
- La transformation progresse par la formation de nouvelles cristallites et non pas par de cristallites déjà formées.

1.4.2 Aspect thermodynamique

La transformation de la martensite formée ne dépend que de la température. Pour les températures élevées, l'austénite étant plus stable, son enthalpie libre est moins élevée. Par contre, lorsque la température est abaissée, l'enthalpie libre de la martensite est plus basse de celle de l'austénite. La figure 1.10 représente la variation de l'enthalpie libre ou encore appelée l'énergie libre de Gibbs en fonction de la température. La température T_0 est la température à laquelle, l'inversion de stabilité des phases est constatée.

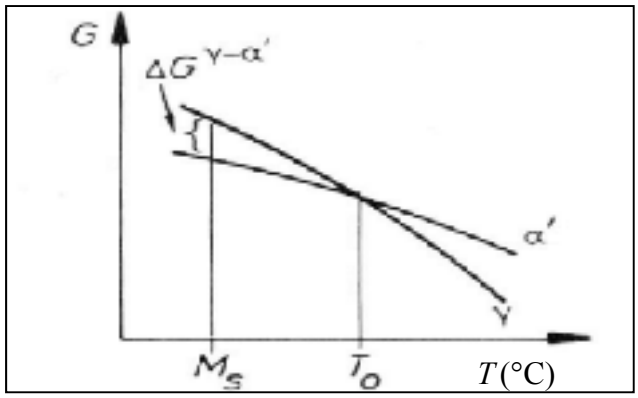

Figure 1.10 Énergie libre de Gibbs de l'austénite et de la martensite (Porter et Easterling, 2004)

Toutefois, la transformation ne se produit pas immédiatement au changement de stabilité T_0, mais à la température M_s inférieure à T_0. La transformation se poursuit alors, non par croissance de la phase déjà formée (martensite), mais par la formation de nouveaux domaines à partir de l'austénite, lorsque la température est de nouveau abaissée.

1.4.3 Structure cristalline de la martensite

La phase martensitique est une phase tétragonale centrée dans laquelle le carbone reste en solution. La figure 1.11 montre la structure cristalline de la martensite. La teneur en carbone influe directement sur les paramètres ***c*** et ***a*** de maille martensitique. Le paramètre ***c*** augmente

avec la teneur de carbone, tandis que ***a*** diminue. Ainsi, plus la maille est riche en carbone plus elle est tétragonale (Porter et Easterling, 2004).

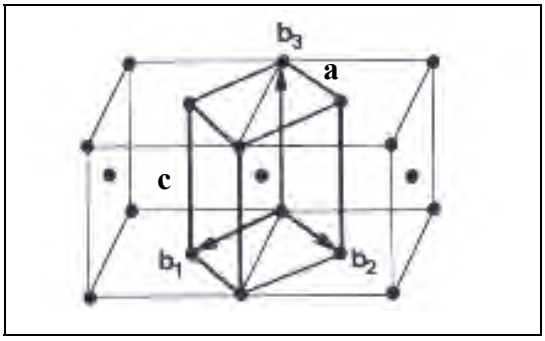

Figure 1.11 Structure cristalline de la martensite (Bhadeshia, 2001b)

1.4.4 Déformation de transformation

La transformation martensitique produit une déformation du réseau cristallin. Chaque droite tracée à la surface de l'austénite (trait discontinu illustré sur la figure 1.12) montre une flexion à la traversée des cristallites de martensite après déformation (Bhadeshia, 2001b).
Le plan invariant qui est l'interface entre la martensite et l'austénite est appelée un plan d'habitat. La figure 1.12 illustre l'apparition de l'interface austénite/martensite.

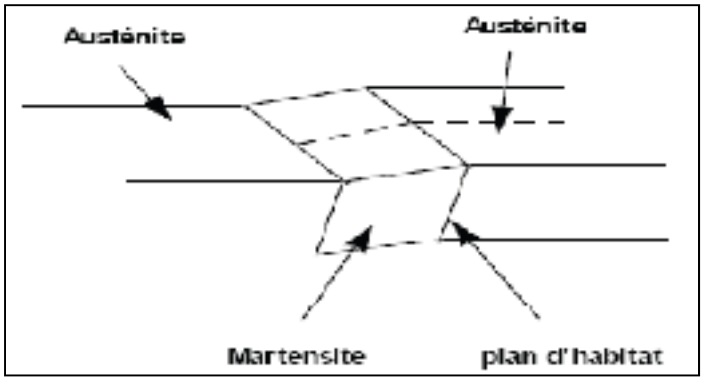

Figure 1.12 Formation de la martensite: apparition de l'interface austénite/martensite (Bhadeshia, 2001b)

Il est caractérisé par deux propriétés : son orientation n'est pas changée par la transformation, et les positions atomiques relatives dans ce plan ne sont pas modifiées par la transformation.

1.4.5 Morphologie de la martensite

Selon la teneur en carbone, la structure de la martensite peut apparaitre sous différentes formes. On distingue la martensite en lattes et la martensite en plaquettes. Les figures 1.13 (a) et 1.13 (b) présentent les deux types de martensite.

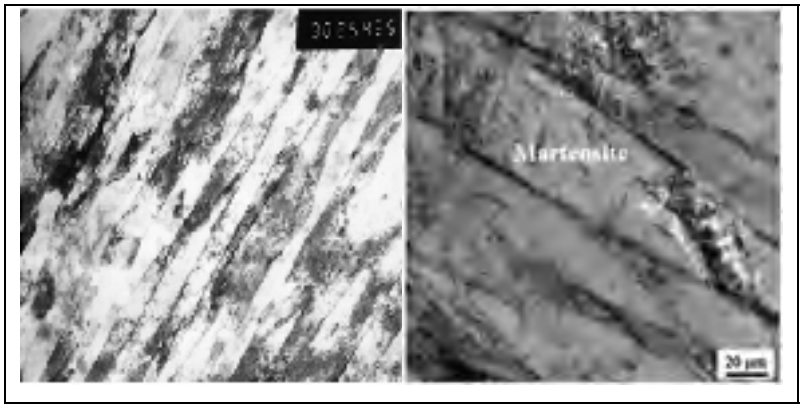

Figure 1.13 (a) Martensite en lattes (Shi et Han, 2008), (b) martensite en plaquettes (Liu et al., 2011)

La figure 1.14 montre les domaines d'existence des deux morphologies de la martensite (Krauss, 2001).

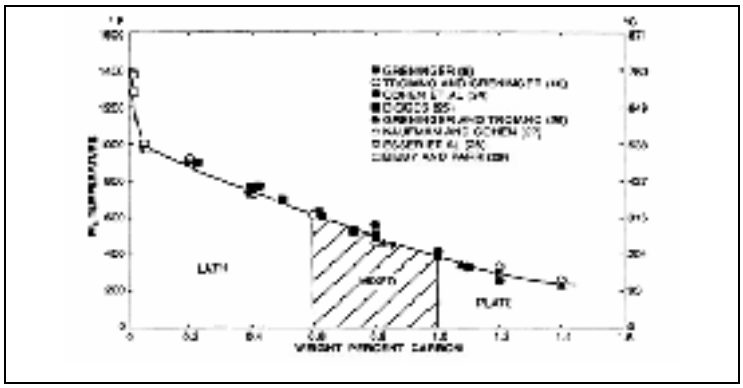

Figure 1.14 Morphologie de la martensite en fonction de la teneur en carbone (%) de l'acier (Krauss, 2001)

Ainsi, la martensite en lattes est observée pour un acier à faible teneur en carbone, ne dépassant pas les 0.6%. Elle est caractérisée par une structure constituée de paquets de lattes grossièrement parallèles. A l'approche d'un joint de grain, la croissance de ces lattes est bloquée. La taille de grains initiale de la matrice est responsable de la structure finale obtenue c'est-à-dire plus ou moins grossière.

Pour une teneur en carbone supérieure à 1%, seule la martensite en plaquettes est présente. Le développement de ces plaquettes se fait à partir du grain austénitique. Les premières plaquettes croissent facilement jusqu'aux joints de grains. Les autres plaquettes qui se forment sont plus petites puisque leur croissance est bloquée par la présence des plaquettes déjà formées. Enfin, pour des teneurs de carbone comprises entre 0.6 et 1%, les deux types de morphologies coexistent.

1.5 Transformation bainitique

La bainite est un agrégat, formé de plaquettes parallèles de ferrite et de cémentite, provient de la décomposition de l'austénite. La formation de la phase bainitique dépend de la température et de la vitesse de refroidissement. Le domaine de température dans lequel se forme la bainite est situé entre celui de la perlite et celui de la martensite. La figure 1.15 montre le domaine de température de la formation de la bainite.

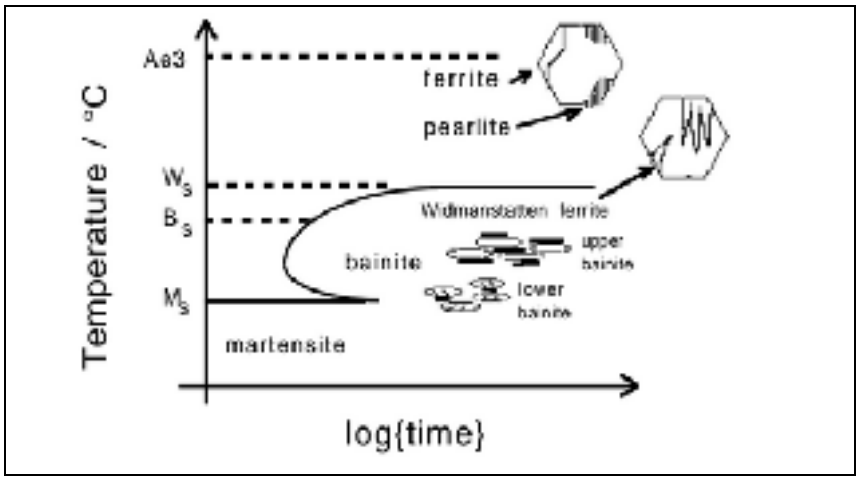

Figure 1.15 Domaine de la température de la formation de bainite (Bhadeshia, 2001c)

La vitesse de refroidissement qui conduit à sa formation est comprise entre deux vitesses critiques : une vitesse supérieure au-dessus de laquelle se forme la martensite et une vitesse inférieure au-dessous de laquelle se forme la perlite.

1.5.1 Morphologie de la bainite

Les paquets de bainite sont formés de plaquettes parallèles très allongées qui germent sur les joints de grains et se développe dans l'austénite conduisant à une plaquette ferritique sursaturée en carbone. La morphologie de la bainite change en fonction de la température de transformation. Ainsi, on distingue deux types de bainite : la bainite supérieure et la bainite inférieure. Les figures 1.16 et 1.17 illustrent les deux morphologies de la bainite.

La différence entre ces deux dernières est basée sur la localisation des particules de cémentite.

- La bainite supérieure : se forme à haute température. Les particules de cémentite précipitent à l'interface des lattes, sous forment de plaquettes discontinues. Elles se forment à partir de l'austénite enrichie en carbone qui reste entre les lattes en cours de leur croissance.
- La bainite inférieure : se forme à basse température. La précipitation de la cémentite pendant le refroidissement s'effectue à l'intérieur des lattes sous formes de fines plaquettes.

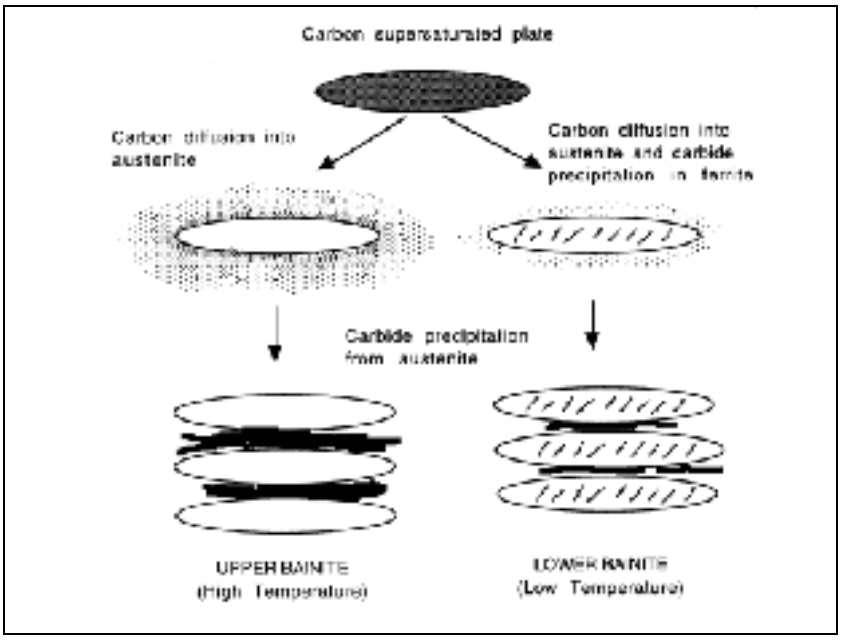

Figure 1.16 Morphologie de la bainite (Bhadeshia, 2001a)

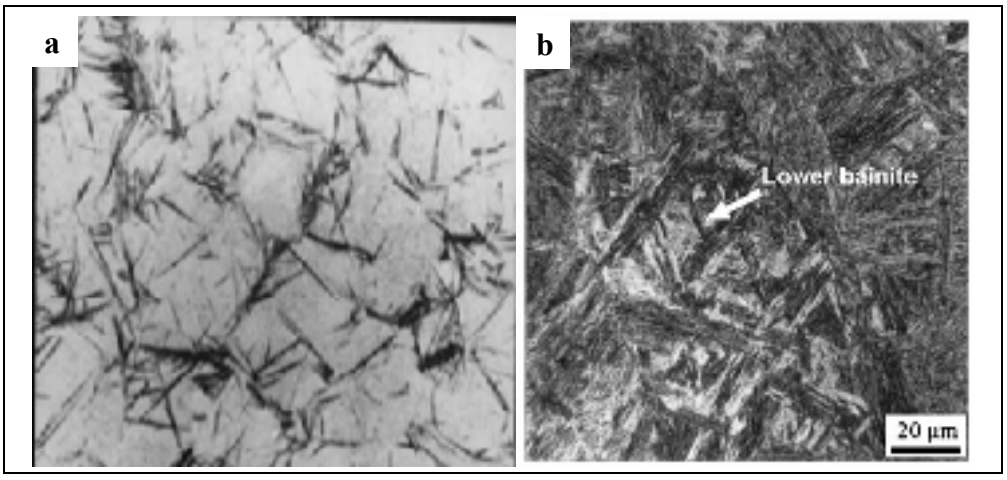

Figure 1.17 (a) Bainite supérieure, image prise par microscope optique (Bhadeshia et Edmonds, 1980), (b) Bainite inférieure, image prise par SEM (Liu et al., 2011)

1.5.2 Déformation de la transformation

Le mécanisme de la formation de la bainite ressemble à celui de la martensite. Par, un mécanisme de cisaillement, les atomes de l'austénite se déplacent dans un mouvement

coopératif dans la direction de cisaillent, parallèlement à un plan fixe, pour occuper des nouvelles positions dans la maille de la ferrite. D'après des observations de la morphologie de la bainite, la formation des grains de ferrite et la précipitation de cémentite semblent progresser en cascade conduisant au développement latéral des paquets bainitiques perpendiculairement à leur direction principale de croissance. La figure 1.18 schématise la croissance des paquets bainitiques (Bhadeshia, 2001c).

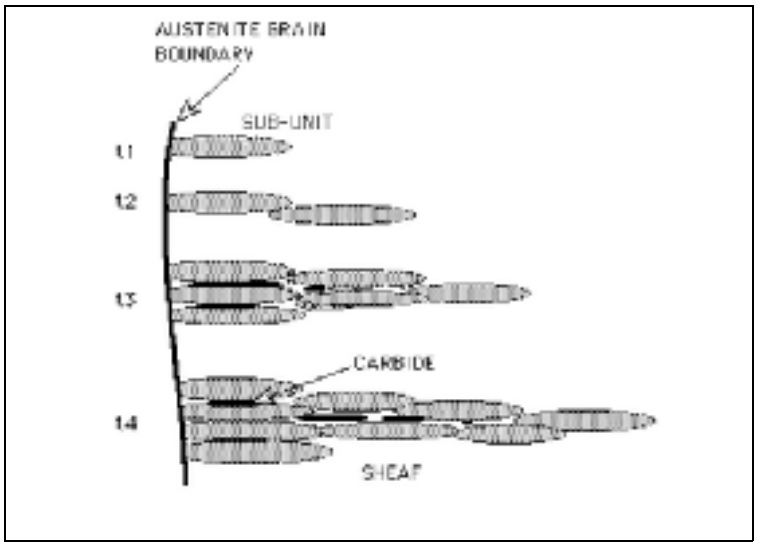

Figure 1.18 Croissance des paquets bainitiques à partir d'un joint de grain de l'austénite (Bhadeshia, 2001c)

1.6 Vitesse de refroidissement

L'obtention de la martensite à partir de l'austénite dépend de la vitesse de refroidissement de l'acier. Cette vitesse dépend de la composition chimique et de la taille de grains initiale de l'austénite. Les diagrammes de transformation en refroidissement continu, appelés diagrammes TRC permettent de mieux maîtriser les transformations qui se produisent en fonction de la vitesse de refroidissement. Ils sont généralement établis à partir de mesures dilatométriques. Ces diagrammes peuvent être utilisés pour déterminer les conditions d'obtention des phases souhaitées. Ils se lisent en suivant une courbe de refroidissement.
Un exemple de diagramme TRC pour un acier de composition chimique 0,72% C -0,72% Mn est présenté sur la Figure 1.19.

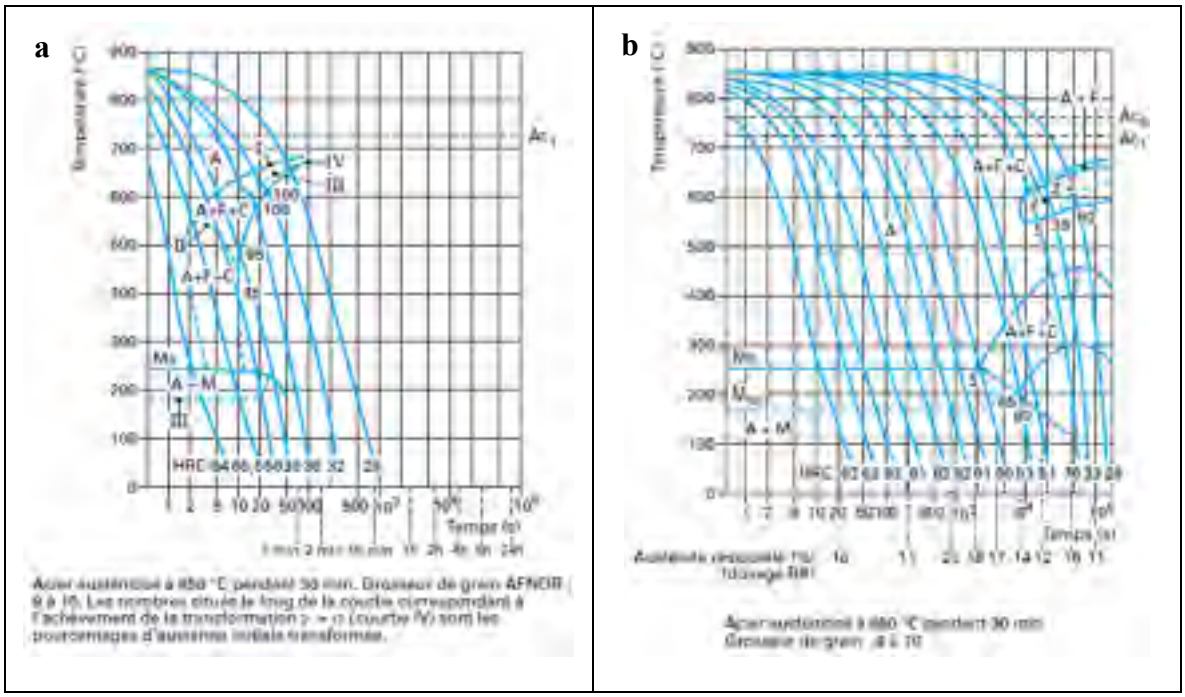

Figure 1.19 (a) Courbe TRC pour l'acier C70 (0,72 % C -0,72 % Mn) (b) et pour l'acier 60NiCrMo11-03 (0,57 % C - 2,36 % Ni -0,75 % Cr - 0,41 % Mo) (Murry, 1998)

Selon la figure ci-dessus, les éléments d'alliage, provoquent des modifications des courbes constituant les diagrammes TRC. Ils agissent sur la température du point M_s. Ils décalent aussi les courbes, mais pour certains d'entre eux, ils modifient la forme des diagrammes.

La transformation martensitique est aussi caractérisée par les températures M_s et M_f qui sont la température de début et de fin de transformation. M_s et M_f varient selon la teneur en carbone (Tensi, Stich et Totten, 1997). La figure 1.20 (b) montre l'influence de la teneur en carbone sur les températures de début et de la fin de la transformation martensitique.

La transformation martensitique peut être incomplète. On trouve une part d'austénite qui reste dans la structure. Elle est appelée austénite résiduelle. La fraction volumique de cette phase augmente avec l'augmentation de la teneur en carbone (figure 1.20 (c)). En effet, l'ajout du carbone augmente la distorsion de la martensite. Cette forte distorsion empêche la transformation totale de l'austénite. C'est pour cela que la fraction volumique de l'austénite résiduelle croît avec la teneur en carbone. De même pour la figure 1.20 (a), la dureté de la martensite croit linéairement avec la teneur en carbone, puisque la dureté est causée par la forte distorsion de la maille martensitique.

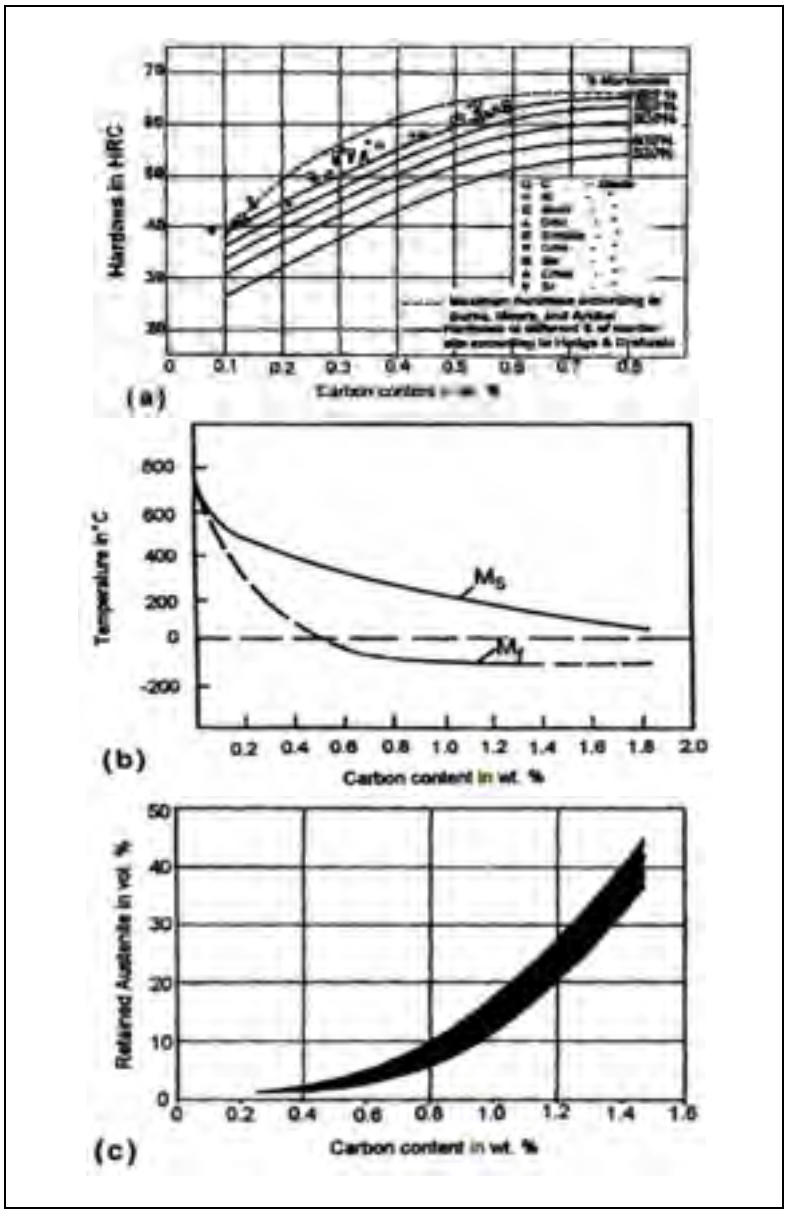

Figure 1.20 Effet de la concentration du carbone sur : (a) la dureté, (b) M_s et M_f, (c) fraction volumique de l'austénite résiduelle. (Tensi, Stich et Totten, 1997)

1.7 Contraintes résiduelles et distorsions

En général, les contraintes résiduelles proviennent des déformations plastiques hétérogènes générées par le procédé (gradients thermiques, gradients métallurgiques, efforts externes…) ainsi que des différences de volume des phases métallurgiques.

Durant la trempe et dans des situations réelles ou les contraintes d'origine métallurgique se superposent, la zone en surface est d'abord affectée par la transformation martensitique, ce qui augmente son volume. La zone au cœur oppose peu de résistance car elle est constituée d'austénite à haute température très déformable. Lorsque cette dernière zone subit la transformation métallurgique, l'augmentation de volume est empêchée par la surface, déjà martensitique, donc dure et très peu déformable, ce qui induit des contraintes de compression à cœur et de traction en surface (Barralis, Castex et Maeder, 1999).

Donc, l'accumulation de ces contraintes devient un problème majeur, produisant des distorsions, des instabilités dimensionnelles, des fissurations et une défaillance éventuelle dans les pièces de fortes dimensions. Un examen métallurgique en laboratoire est nécessaire pour établir ces problèmes qui contribuent de manière significative à la performance de la pièce en service (Anil Kumar Sinha and Bohn Piston Division, 1991).

1.8 Modélisation des transformations métallurgiques en phase solide

Plusieurs modèles de changement de phase sont cités dans la littérature. Le modèle le plus utilisé dans le cas d'une transformation displacive ou encore une transformation martensitique est le modèle de Koistinen et Marburger (Koistinen et Marburger, 1959). La fraction de martensite formée est indépendante du temps et elle est en fonction de la température T, et donnée par l'équation suivante :

$$f_m = 1 - e^{-b(M_s - T)} \tag{1.1}$$

Où M_s est la température de début de la transformation martensitique (K), T est une température inférieure à M_s et b représente la vitesse de transformation martensitique variant avec la composition chimique de l'acier. Koistinen (Koistinen et Marburger, 1959) a considéré que la valeur b est de 0,011 $°C^{-1}$ pour l'étude de la cinétique de la transformation martensitique dans les aciers au carbone ayant des teneurs en carbone différentes Seok-Jae (Seok Jae, 2013) a évalué différents modèles actuels pour l'étude de la cinétique de la transformation de la martensite athermique et a montré que le paramètre b dépend de la composition chimique (Van Bohemen et Sietsma, 2009). Ghasemi Nanesa et al. (Nanesa,

Jahazi et Naraghi, 2015) a rapporté différentes valeurs de b en fonction de la vitesse de refroidissement dans un acier à outils à haute teneur en carbone.

Il est donc nécessaire d'appliquer l'équation 1.1 pour déterminer f_m à toute température inférieure à M_s, au cas où b et M_s sont connus. Pour cette raison, Yamamoto (Yamamoto et al., 2007) a développé un modèle pour déterminer ces deux paramètres en utilisant la courbe de dilatation obtenue à partir des essais de dilatométrie. Ce modèle est basé sur la somme de trois variations de volume (Yamamoto et al., 2007; Yamamoto et al., 2009):

- Contraction de l'austénite résiduelle au fur et à mesure que la température diminue.
- Contraction de la martensite formée au fur et à mesure que la température diminue.
- Expansion de volume due à la transformation austénite-martensite.

Ainsi, le modèle de Yamamoto est décrit comme suit :

$$d_{i+1} = d_i - \left(f_m \alpha_m + f_\gamma \alpha_\gamma\right)\Delta T \tag{1.2}$$

$$E_{i+1} = d_{i+1} + \varepsilon_{\gamma-m} f_m \tag{1.3}$$

Où i est le $i^{ème}$ point expérimental, d indique le retrait induit par le coefficient de dilatation, E est la dilatation totale à la $i^{ème}$ température, α_m est le coefficient de dilatation de la martensite, α_γ est le coefficient de dilatation de l'austénite, $\varepsilon_{\gamma\text{-}m}$ est la déformation due au changement de volume de la maille entre l'austénite et la martensite, f_m est la fraction en volume de martensite déterminée par équation K-M, f_γ est la fraction en volume de l'austénite et ΔT est le changement de température, entre les températures T_{i+1}.et T_i., correspondant aux points expérimentaux $i+1$ et i, respectivement.

α_m et α_γ peuvent être obtenus directement à partir des courbes de dilatométrie. Cependant, il n'est pas possible d'obtenir des valeurs uniques pour b, M_s et $\varepsilon_{\gamma\text{-}m}$. Ceci indique que plusieurs f_m peuvent exister pour un matériau donné trempé dans des conditions similaires.

Qiu et al. (Qiu et al., 2009) ont modifié l'équation ci-dessus comme suit :

$$E = E_0 + \left(\varepsilon_{\gamma-m} - \alpha_m M_s - \frac{(\alpha_\gamma - \alpha_m)}{b}\right) + \alpha_m + \left(\frac{(\alpha_\gamma - \alpha_m)}{b} - \varepsilon_{\gamma-m}\right) e^{-b(M_s-T)} \quad (1.4)$$

Où E est la dilatation totale et E_0 est la dilatation à la température M_s.

En utilisant cette équation, b, M_s et $\varepsilon_{\gamma-m}$ peuvent être modifiés jusqu'à ce que les résultats expérimentaux de dilatation soient ajustés avec précision.

Concernant les transformations diffusives, le modèle de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) a été largement utilisé pour décrire les transformations de perlite, ferrite, bainite et austénite :

$$V_\gamma = 1 - e^{-kt^n} \quad (1.5)$$

Où V_γ est la fraction volumique de la phase formée; t est le temps de transformation, k et n sont des constantes d'Avrami qui dépendent de la nucléation et du taux de croissance. Le paramètre n a été associé au type de sites de nucléation et change de valeur avec le site de nucléation dominant. n=1 lorsque les sites de nucléation sont sur les faces des grains, n=2 pour les joints des grains et n=3 lorsque les points triples sont les principaux sites de nucléation. Il convient de noter que lorsque n=4, le taux de nucléation est considéré comme constant (Etesami, Enayati et Kalashami, 2017; López-Martínez et al., 2015). Cette équation a été développée pour une transformation isotherme mais a aussi été utilisée pour des transformations anisothermes durant le chauffage ou bien le refroidissement (Asadabad, Goodarzi et Kheirandish, 2008; Machlin, 2007; Zheng et al., 2017)

1.9 Conclusions

Cette revue bibliographique a permis de mettre en lumière l'importance des principaux facteurs dans la compréhension des transformations de phases dans les aciers. La vitesse de chauffage, la température et le temps de maintien, au cours de l'austénitisation, forment les paramètres permettant d'obtenir une austénite homogène tout en régulant le grossissement de la taille des grains de l'austénite. Le choix de la vitesse de refroidissement joue un rôle considérable sur les structures obtenues au cours de la trempe. La composition chimique, quant à elle, a une influence sur la constitution d'équilibre et les transformations.

La synthèse bibliographique a identifié l'existence des lacunes qui sont présentées comme suit:

- L'étude de l'évolution de la microstructure des aciers a été largement investiguée par plusieurs auteurs en utilisant différentes compositions chimiques. Néanmoins, l'influence de la dimension des pièces étudiées sur l'évolution de la microstructure est rarement examinée.
- L'effet de la vitesse de chauffage sur la transformation austénite-bainite est très peu étudié. Plus précisément, l'effet de la taille de grain initial sur la cinétique de formation de l'austénite ainsi que sur les produits de transformation et la proportion de phases par rapport à la teneur en carbone de l'austénite.
- L'effet de la température et le temps du maintien à l'austénitisation sur la microstructure a été largement observé dans le but de diminuer le temps du processus de chauffage. Cependant, dans la littérature, il n'y a pas de clarification sur le temps du maintien dans le cas des pièces de fortes dimensions. Quelques auteurs ont utilisé des durées qui ne dépassent pas les 11 h pour des pièces de moins de 50 kg.

Les lacunes citées ci-haut sont étudiées et analysées dans le cas des pièces de fortes dimensions des aciers à haute résistance mécanique et représentent l'originalité de ce présent travail.

CHAPITRE 2

MATÉRIAU ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

2.1 Introduction

Le développement d'une procédure expérimentale pour représenter le comportement métallurgique d'un acier lors d'un traitement thermique requiert des équipements permettant des taux de chauffage et de refroidissement combinés à un système de mesure de dilatométrie précis. Ainsi, une analyse des changements dimensionnels du matériau sera produite par la combinaison d'une expansion thermique due à la température et d'une transformation de phase due au gradient thermique.

Ce chapitre présente les propriétés dilatométriques et les cinétiques de transformation de phase d'un acier faiblement allié au vanadium. Ultérieurement, aux chapitres suivants, ces mesures de dilatométrie seront analysées.

Les différentes méthodes de caractérisation utilisées pour déterminer l'évolution de la microstructure dans un bloc de fortes dimensions sont abordées dans ce chapitre.

2.2 Matériau étudié

Une nuance d'acier, parmi les aciers élaborés par Sorel Forge, qui est une amélioration de la nuance P20 standard, sera étudiée dans ce présent travail. La composition chimique de l'acier est présentée par le tableau 2.1.

Table 2.1 Composition chimique de l'acier étudié (% massique)

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

2.3 Techniques expérimentales

Dans cette section, on présente les différentes techniques expérimentales utilisées au cours de la thèse. Elles sont classées selon l'information recherchée. Il s'agit pour chacune d'entre elles, de rappeler les bases théoriques de ces techniques, les objectifs qui nous ont amenés à nous en servir, de présenter succinctement le dispositif utilisé et le protocole expérimental mis en œuvre.

2.3.1 Dilatométrie

Dans le but de simuler expérimentalement le cycle du traitement thermique d'un lingot de fortes dimensions, des cycles de température seront exécutés en déformation libre et également, sans application de charge externe. Pour prédire le comportement métallurgique de l'alliage, l'approche envisagée est de connaître son comportement dilatométrique selon différents cycles thermiques. Effectivement, cette caractéristique permettra de donner beaucoup d'informations telles les points caractéristiques des transformations de phase (A_{c1}, A_{c3}, M_s et B_s), et les coefficients d'expansion thermique (α_γ et α_m) de l'acier au cours de chauffage et au cours de refroidissement.

Des essais de dilatométrie sont faits et les résultats seront recueillis et interprétés. Ensuite, certains de ces essais sont refaits. De ce fait, une comparaison des données permettra de déterminer 1'effet de différents paramètres sur le comportement métallurgique de l'acier. Les informations découlant de la dilatométrie seront utilisées dans le but de déterminer la nature et les proportions des phases dans chaque zone du lingot, et d'utiliser certains modèles mathématiques qui serviront à donner une idée sur les cinétiques de formations des phases dans cet acier.

Deux équipements différents ont été utilisés pour faire les essais. Ainsi, la précision des résultats pourra être discutée.

2.3.1.1 Gleeble®3800

Le modèle utilisé, comme on peut le voir à la figure 2.1, est le Gleeble®3800, situé au sein du laboratoire de l'école supérieure de technologie.

Figure 2.1 Gleeble®3800 Simulateur thermo-mécanique

Le chauffage direct par résistance est utilisé dans le simulateur thermo-mécanique Gleeble® 3800. Cette méthode de chauffage fonctionne en faisant passer le courant alternatif à travers des mâchoires de serrage à haute température dans l'échantillon. La vitesse de chauffage maximale possible dans le Gleeble® peut atteindre 10 000 °C/s. Les échantillons testés ont une distribution de température uniforme dans la direction de la section transversale de l'échantillon ; néanmoins, ils ont un gradient de température non uniforme dans la direction longitudinale de l'échantillon.

Un système de trempe peut aussi être installé pour faire des trempes à l'aide d'un fluide (gaz, air, eau). Le système utilisé pour réaliser les tests de dilatométrie est un dilatomètre ISO-Q. Une vitesse de refroidissement maximale de 400 °C/s peut être obtenue avec un échantillon solide, et une vitesse de refroidissement supérieure à 3000 °C/s peut être obtenue en utilisant

un échantillon de tube creux. Un cycle thermique typique est représenté sur la figure 2.2, et la courbe de dilatation résultante est représentée sur la figure 2.3.

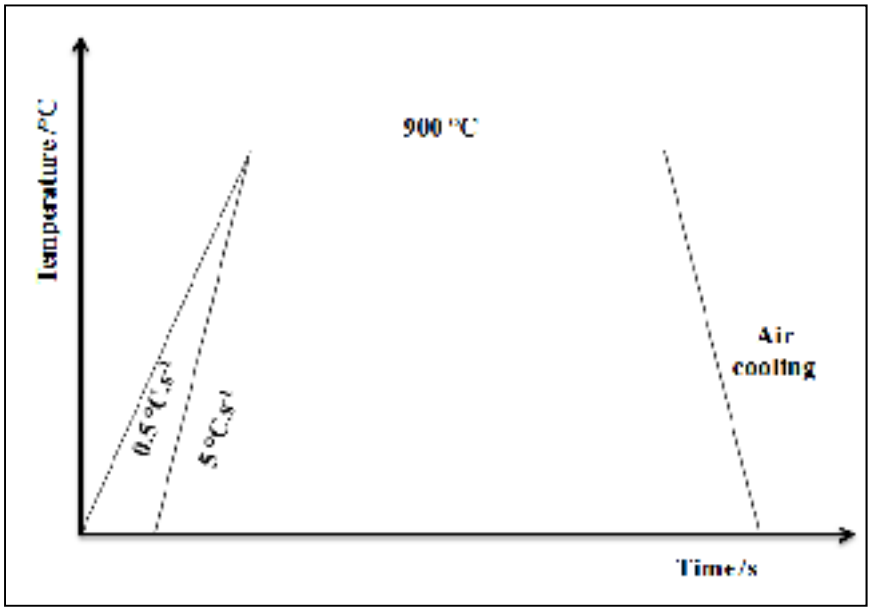

Figure 2.2 Cycle de traitement thermique réalisé sur Gleeble®3800

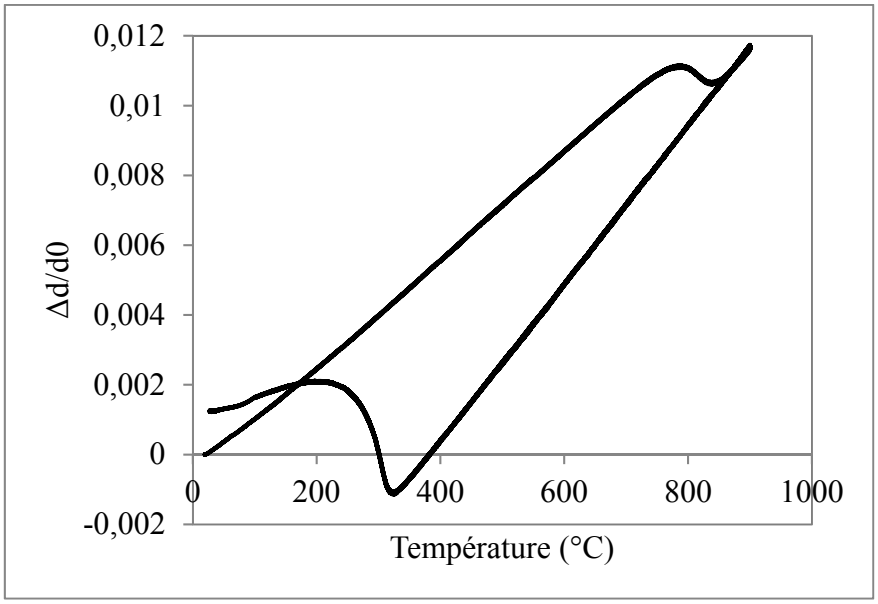

Figure 2.3 Courbe de dilatmétrie correspond à une vitesse de chauffage égale à 5 °C/s

La température isotherme peut être maintenue à moins de ± 1 °C dans un environnement à vide ou gaz inerte pour éviter une oxydation excessive. Lors du refroidissement, la température peut être maintenue à tout moment avec ± 5 °C/s en utilisant la technique de trempe ISO-Q. Pour le contrôle de la température de la chauffe ou du refroidissement, un thermocouple de type-K, composé de deux fils, est soudé au milieu de l'échantillon.

Dans le système Gleeble®3800, le changement de longueur, la dilatation ou la contraction de l'échantillon, durant le cycle thermique imposé, est mesuré à l'aide d'un capteur LVDT (Linear Variable Differential Transformer). La figure 2.4 présente un aperçu du système de dilatométrie de Gleeble.

Figure 2.4 Système de dilatométrie de Gleeble

2.3.1.2 Dilatomètre 805 A/D

Le dilatomètre 805 A/D (figure 2.5) est équipé d'un système de chauffage par induction. La plage de température de -150 °C à 1500 °C offerte dans deux configurations de température garantit un ajustement parfait de température. Le contrôle précis de la température nécessite une surveillance de la température adjacente à l'échantillon.

Figure 2.5 Machine de dilatomètre 805 A/D

Le dispositif de placement de thermocouple facile à utiliser permet de souder de manière reproductible jusqu'à trois thermocouples directement sur l'échantillon pour des résolutions de température de 0,05 °C sur toute la plage de température. Le courant et le temps de soudage, la pression de contact et la purge de gaz inerte peuvent être ajustés pour assurer une forte soudure par points sur l'échantillon.

L'échantillon est chauffé uniformément sur toute la surface et il n'y a donc pas de gradient de température sur la surface. Les limitations d'une telle méthode de chauffage résident dans un temps de montée relativement élevé à la température requise et dans la possibilité d'utiliser des vitesses de chauffage et de refroidissement allant jusqu'à 0,1 °C/s.

2.3.1.3 Échantillons de dilatométrie

Des échantillons cylindriques pour Gleeble, de diamètre 5 mm et de longueur 84 mm, ont été soigneusement découpés de manière à ce que les faces touchant respectivement le support et le palpeur soient rigoureusement parallèles. Ils sont ensuite polis et leur longueur est mesurée grâce à un pied à coulisse.
Une deuxième série d'échantillons a été préparée pour les essais sur le dilatomètre 805 A/D de diamètre 4 mm et de longueur 10 mm.

2.3.2 Diffraction par rayon X

L'identification et la mesure des proportions des phases ont été réalisées par diffraction des rayons X (DRX) qui est une technique fiable et très répandue dans les aciers. Le principe de la diffraction des rayons X s'appuie sur l'irradiation d'un échantillon par un faisceau monochromatique de rayons X, dont le recueil des ondes diffusées est effectif selon la loi de Bragg (figure 2.6) :

$$2\,d \sin\theta = m\,\lambda \qquad (2.1)$$

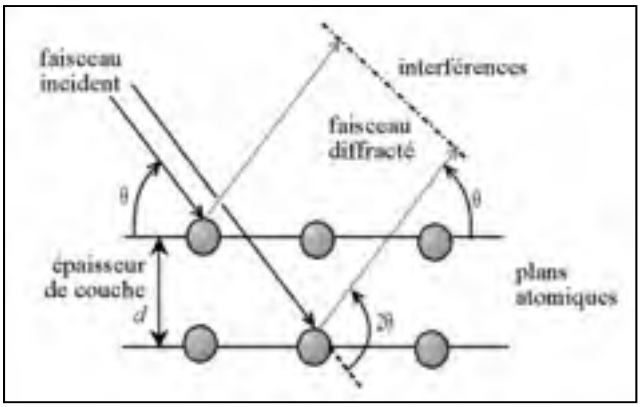

Figure 2.6 Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructrices (UTINAM, 2016)

Avec :

λ: longueur d'onde monochromatique en nm ;

m: ordre de diffraction ;

d_{hkl} : distance inter réticulaire des plans en nm ;

θ: angle de diffraction en (°).

Un diffractomètre de marque X'Pert3 MRD PANalytical a été utilisé en mode à incidence rasante avec un angle d'incidence de 5°. Un tube en cuivre (Cu K_α, λ = 1.540598 Å) et un deuxième (Co Kα, λ = 1.789Å), travaillant à 45 kV, 40 mA ont été employés pour générer des rayons X dans les conditions ambiantes du laboratoire. Les diffractogrammes obtenus ont

été analysés et la proportion de l'austénite résiduelle a été calculée en se basant sur le standard ASTM E975-13 (ASTM, 2013).

2.3.3 Observations microstructurales

2.3.3.1 Préparation des échantillons

Les échantillons ont été préparés à l'aide d'une table de polissage automatique en plusieurs étapes associées à différentes grosseurs de grain d'abrasif. Les premiers étant de type 120, 240, 320, 400, 600, 800 et 1 200 sont en fait du sablage avec des tapis de silice. Ensuite, de la pâte de diamant 3 μm, 1 μm et finalement 0.05 μm**,** sur des tapis appropriés.

2.3.3.2 Microscope optique

L'observation de la microstructure des échantillons a été réalisée par microscopie optique de type 3D laser Olympus Lext OLS4100 (figure 2.7). Avant d'être observés au microscope, les échantillons doivent être attaqués. Le réactif d'attaque utilisé est de la composition chimique suivante : NaOH (40 g) + H_2O (60 g) + $NaNO_3$ (15 g). Le temps d'attaque nécessaire est de 30 s.

Les microconstituants caractérisés sont la martensite, la bainite et la ferrite. Cependant, la solution chimique utilisée permet de colorer la bainite et de la martensite en couleur claire et foncée successivement.

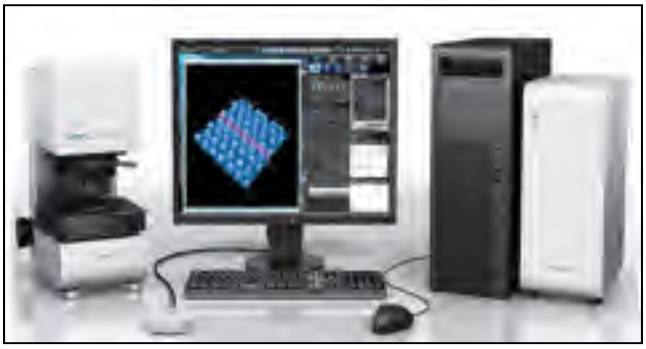

Figure 2.7 Microscopie optique 3D laser Olympus Lext OLS4100

Cette méthode d'observation est utilisée pour étudier la microstructure de l'acier étudié avec un grossissement allant jusqu'à 1000 fois. Les images obtenues sont traitées par le logiciel d'analyse d'images MIP (Asia, February, 2018). C'est par ce mode d'observation que les proportions des phases de notre acier ont été estimées.

2.3.3.3 Microscope électronique à balayage (MEB)

Le microscope optique est un outil rapide pour observer la microstructure des échantillons, mais demeure limitative pour distinguer certains microconstituants qui ont une morphologie semblable à faible grossissement. La microscopie électronique à balayage devient alors un outil indispensable de caractérisation et a surtout cette utilité dans le but de confirmer la nature des microconstituants observés en microscopie optique. Le système utilisé est un MEB Hitachi TM3000.

Au cours de cette étude, la morphologie de la bainite a été observée au MEB ainsi que la longueur et la largeur des lattes de bainite. Ce microscope est équipé d'un système de EDX qui permet d'effectuer des analyses chimiques locales.

2.3.4 Mesure de la taille de grain

Il est difficile de mesurer la taille réelle des grains et cela prend du temps. En raison de la complexité de l'examen des caractéristiques tridimensionnelles des grains, l'examen des grains en deux dimensions sont souvent utilisés à la place. Une méthode couramment utilisée pour définir la taille de grains est de considérer les grains en une sphère ou un cercle et d'utiliser le diamètre comme taille de grain.

L'observation de la taille de grains se fait à l'aide d'un microscope optique. Le standard ASTM a mis au point une méthode standard, E11251, qui indique comment la taille des grains peut être calculée à partir d'une image microstructurale bidimensionnelle. La taille des grains est indiquée dans le numéro ASTM par *G* qui est basé sur le nombre de grains dans un pouce carré à 100 fois le grossissement. Dans cette étude afin de déterminer la taille de grains initiale de l'austénite, on a eu recours au logiciel MIP qui est basé sur la méthode des

intercepts selon le standard ASTM E11251. Une dizaine de lignes horizontales ou verticales est tracée sur la micrographie (figure 2.8) et la distance entre deux intersections d'une ligne et d'un contour est mesurée.

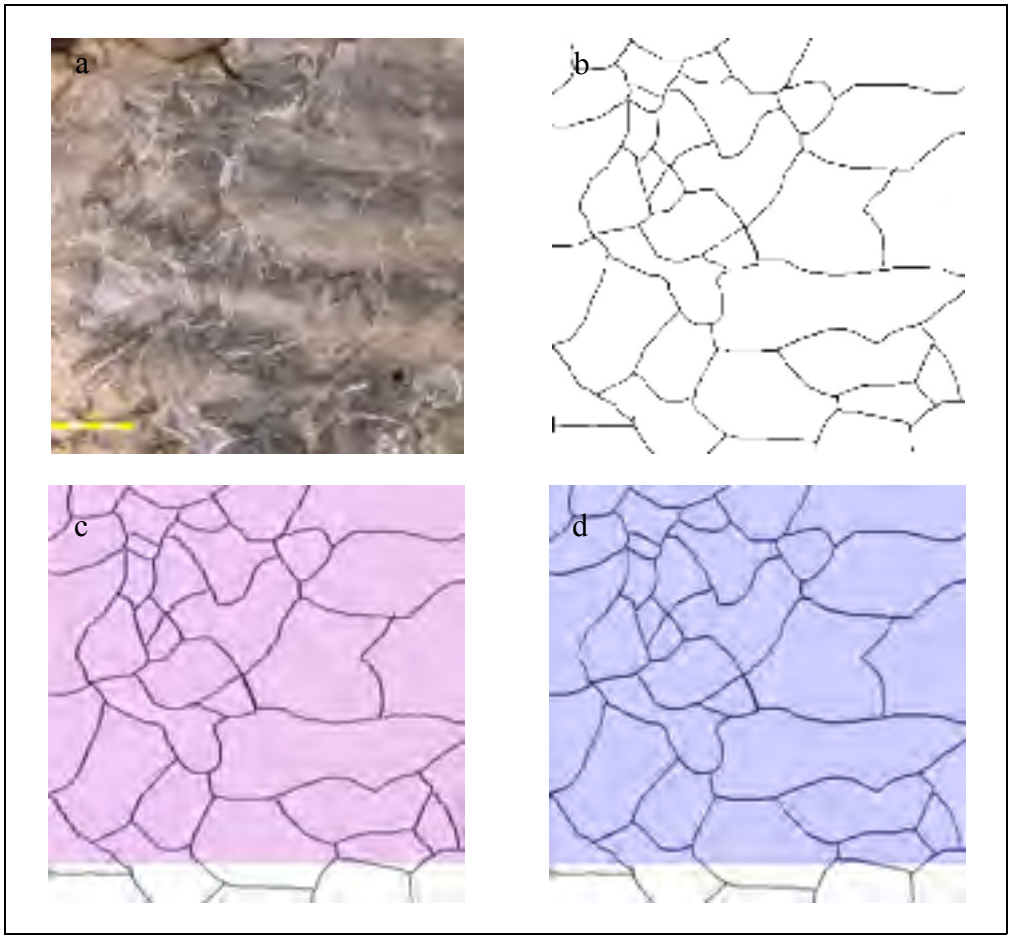

Figure 2.8 (a) Microstucture montrant les joints de grains de la zone du centre; (b) Calque des joints du grains; (c et d) les intercepts

Les distributions de tailles de grains de différentes zones de la surface investiguée (figure 2.9) ont été mesurées et une valeur moyenne a été déterminée. Il est nécessaire de mentionner que les échantillons du matériau de base ont été attaqués par une solution chimique d'acide picrique à chaud afin de révéler les joints de grains de l'austénite avec un temps d'immersion variant entre 30 s à 1 min.

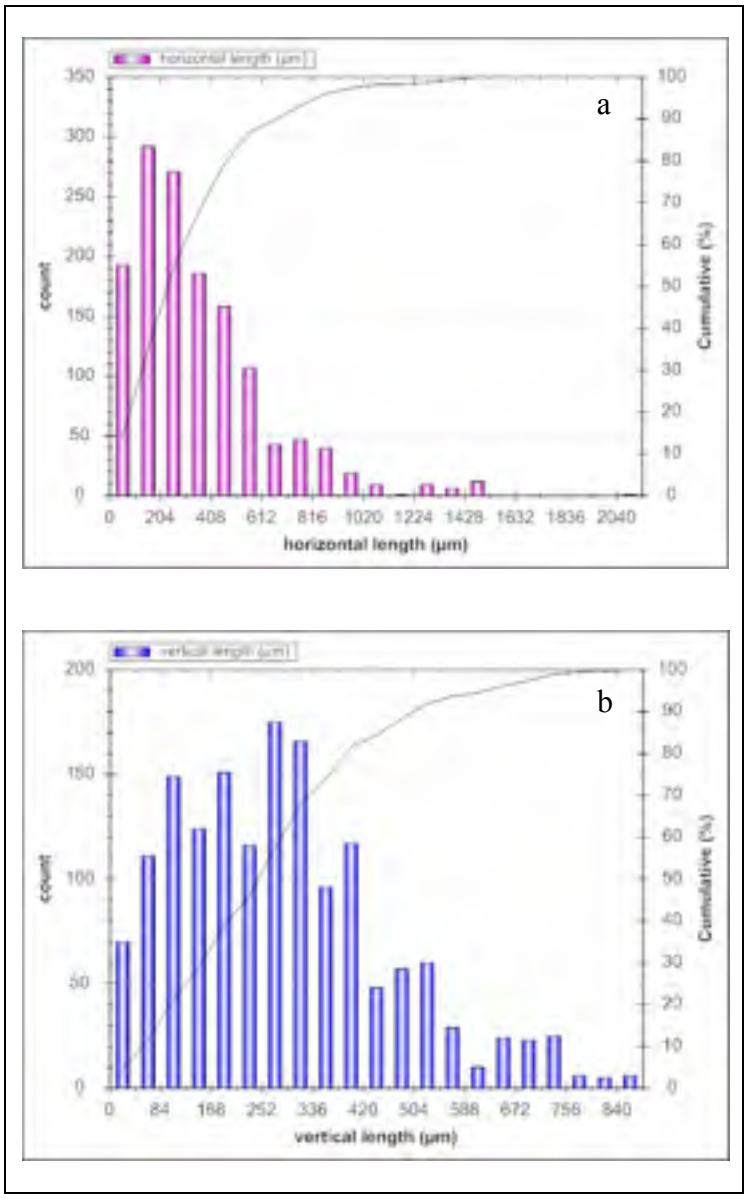

Figure 2.9 Distribution: (a) horizontale et (b) verticale
de la taille de grains obtenue par le logiciel MIP

2.3.5 Microdureté

Afin d'estimer les caractéristiques mécaniques et l'influence des différents paramètres du traitement thermique sur l'évolution de la dureté, des mesures de dureté Vickers, sous 50 gf, sont réalisées après la préparation de la surface des échantillons. Les échantillons ayant fait

l'objet de ces mesures sont les échantillons de dilatométrie. Après traitement thermique, la surface intérieure de chaque échantillon est choisie pour effectuer les mesures. Une moyenne de 10 indentations a été déterminée pour chaque condition selon le standard ASTM E384-11 (ASTM, 2012).

2.4 Factsage

Au cours de cette étude, le logiciel thermodynamique Factsage a été utilisé. Ce logiciel est couramment utilisé pour calculer les diagrammes de phases à l'équilibre pour des alliages de composition complexe. Toutefois, sa principale limitation vient du fait que seuls les calculs à l'équilibre peuvent être effectués.

Il existe une vaste base de données disponible pour les différentes gammes de matériaux. Dans ce travail, une base, particulièrement adaptée pour l'analyse thermodynamique des aciers a servi pour la détermination de la proportion des carbures.

2.5 Conclusion

Dans cette phase préparatoire, on introduit le matériau étudié, sa composition chimique et les conditions du traitement thermique en phase de chauffe et de refroidissement. Un protocole a été établi qui permet de caractériser l'acier et d'identifier l'évolution de la microstructure en phase de refroidissement à vitesse constante. Sont venus s'ajouter à ces tests, une analyse métallographique et des tests de microdureté. Les résultats obtenus sont analysés et interprétés.

CHAPITRE 3

INFLUENCE OF INITIAL MICROSTRUCTURE AND GRAIN SIZE ON TRANSFORMATION OF BAINITE TO AUSTENITE IN LARGE SIZE FORGINGS

Emna Ben Fredj[1], Hadi Ghasemi Nanesa[1], Mohammad Jahazi[1] and Jean-Benoît Morin[2]

[1]Department of Mechanical Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 rue Notre-Dame Ouest, Montréal, QC, Canada H3C 1K3
[2] Finkl Steel - Sorel, 100 McCarthy, Saint-Joseph-de-Sorel, QC, J3R 3M8, Canada

Article publié dans le journal « Journal of Iron and Steel Research International », le 22 Mai 2018, volume 25, issue 5, pp 554–562

L'objectif de cet article est d'étudier l'effet de la vitesse de chauffage sur la formation de l'austénite. L'accent se met en particulier sur la microstructure de départ de différentes zones d'un bloc de forte dimension. Une microstructure est composée de bainite et d'austénite résiduelle avec une taille de grain différente entre la surface et le cœur du bloc.

Abstract:

The kinetics of austenite formation in the surface and center regions of a 40-ton forged ingot of a high strength medium carbon low alloy steel was studied using high resolution dilatometry. The starting microstructures from the surface or center regions had different proportions of bainite and residual austenite as well as different prior austenite grain sizes. Two heating rates representing the actual heating rates in the surface (5 °C/s) and center regions (0.5 °C/s) of large size forged blocks were used. Dilatometric curves revealed only one transformation step for austenite formation for both heating rates independently of grain size or proportion of phases. Optical, FEG-SEM and X-ray diffraction were used to study microstructure evolution and confirmed the results obtained by dilatometry. The kinetic parameters for austenite formation were determined from the dilatometry data using Johnson-Mehl-Avrami equation. The JMAK coefficients were determined for each condition for the investigated steel. The calculations indicated that the nucleation and growth of austenite in

the surface region was accelerated more than 10000 times due to almost one forth smaller average prior austenite grain size, stability of initial retained austenite, and accumulation of coarse carbides at the surface. The results are discussed in the framework of classical nucleation and growth theories using the kinetic parameters for austenite formation.

Keywords: Large size ingot, medium carbon low alloy steel, initial microstructure, austenite formation, grain size.

3.1 Introduction

Large size forged ingots made of high strength steel (HSS) are used as mold in automotive manufacturing industries (Kuziak, Kawalla et Waengler, 2008). These alloys are required to have a combination of high strength, hardness and toughness (Mordike et Ebert, 2001; Wegman et al., 1990). They are generally made of medium carbon low alloyed steels and have a microstructure composed of bainite, some martensite and various types of carbides (Huang, Hsu et Yao, 2004).

Ingot casting followed by open die forging, hardening (austenitizing & quenching), and tempering are the main manufacturing steps in order to obtain the desired microstructure as well as the required mechanical properties (Anil Kumar Sinha and Bohn Piston Division, 1991; Bhadeshia et Honeycombe, 2017; J. Mahieu, 2002). For example, during the open die forging process, under the combined effects of deformation at elevated temperatures, the coarse as-cast microstructure is broken down into fine equiaxed grains (Sakai, Belyakov et Miura, 2008). During open die forging of small size ingots, it is possible to produce nearly uniform grain size distribution from the surface to the center of the forged ingot. However, achieving such uniformity for large-size ingots is a major challenge and often a gradient in grain size is observed from the surface to the center. The variability in grain size is also accompanied with changes in the proportion and type of phases present in the microstructure of the as-forged material (Hu, Hodgson et Wu, 2014).

Considering that the final microstructure at the end of the quenching process is dependent on the characteristics of the austenite formed during the austenitization stage (Luo et al., 2017), it is of significant importance to quantify and understand the influence of initial grain size and initial retained austenite on the kinetics of austenite formation during the thermal hardening cycle. The influence of initial microstructure on the kinetics of austenite formation have been studied by many researchers (Caballero, Capdevila et Andres, 2002; Chang et Yu, 2013; Esin et al., 2014; Li et al., 2016; Liu et al., 2017; López-Martínez et al., 2015) who reported that heating rate and austenite grain size are the most important factors changing the kinetics of austenite formation (Banerjee et al., 2010; Caballero, Capdevila et Andres, 2002; Li et al., 2016). However, the above studies have been focused on ferrite and/or pearlite and martensite initial microstructures and few results are available on the kinetics of austenite formation during continuous heating from a bainitic microstructure (Chang et Yu, 2013; López-Martínez et al., 2015).

Initial microstructure determines the austenite formation steps during austenitization thermal cycle (Caballero, Capdevila et Andres, 2002; Chang et Yu, 2013; Esin et al., 2014; Li et al., 2016; Liu et al., 2017; López-Martínez et al., 2015). For example, when the initial microstructure is ferritic with some martensite, the austenite formation occurs first by decomposition of the martensite followed by ferrite transformation to austenite (López-Martínez et al., 2015). However, transformation from a composite bainite-martensitic microstructure to austenite occurs in a single step by the decomposition of the microstructure without ferritic transformation (López-Martínez et al., 2015). Therefore, the same type of questions could arise for bainitic microstructures with different amounts of retained austenite or other phases.

The kinetics of austenite formation can be determined from Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) equation. In the JMAK equation, there is a parameter n which has been related to the type of nucleation sites (Etesami, Enayati et Kalashami, 2017; López-Martínez et al., 2015), and was found to be independent of transformation temperature. It has been shown that n varies from 0.5 to 4 (Burke, 1965) depending on the grain size and the change in nucleation mechanism during austenite formation. Specifically, López-Martínez et al.

(López-Martínez et al., 2015) reported that n value varied between 3.25 and 3.75 when the starting microstructure was martensite and bainite. Similarly, Etesami et al. (Etesami, Enayati et Kalashami, 2017) studied austenite transformation kinetics in a cold rolled ferritic-martensitic steel and reported that n value changes with the dominant nucleation site. In their study, n=1 when nucleation sites were grain faces, n=2 for grain edges, and n=3 when grain corners were the main nucleation sites. It is worth noting that when n=4, the nucleation rate is considered constant (López-Martínez et al., 2015).

Chang and Yu (Chang et Yu, 2013) in their investigation, on a fully bainitic microstructure of a microalloyed steel, found that as the heating rate increases the formation of austenite evolves from a two-stage to a single-stage process. They reported that for heating rates below 5 °C/s, austenite transformation was dominated by diffusional transformation while above this heating rate, it was dominated by shear transformation mechanisms (Chang et Yu, 2013). In contrast to the study proposed by López-Martínez et al. (López-Martínez et al., 2015), Chang and Yu (Chang et Yu, 2013) did not obtain different values for n as a function of the starting microstructure.

Little data is available in the literature on the influence of starting bainitic microstructure on the value of constant k in JMAK equation. k is the rate of transformation associated with the nucleation and growth of austenite. The existing data is mostly related to the influence of heating rate. For example, López-Martínez et al. (López-Martínez et al., 2015) found that k increased from $2.7\ 10^{-14}$ to $1.1\ 10^{-7}$ as the heating rate increased from 0.03 to 0.67 °C/s. Similarly, Chang and Yu (Chang et Yu, 2013) reported an increase of $7.4\ 10^{2}$ in the k value when the heating rate increased from 0.1 to 1 °C/s.

The other factor influencing austenite formation during heating to austenitization temperature is the prior austenite grain size (PAGS). Indeed, as changes in grain size modify the available grain boundary area, it is expected that the kinetics of austenite nucleation and growth, and hence the constants n and k in JMAK equation, will be directly affected (Asadabad, Goodarzi et Kheirandish, 2008; Brooks, 1996; Cota et al., 2004). For example, Cota et al. (Cota et al., 2004) have observed an increase of Avrami exponent n from 1.1 to 2.03 when the grain size

increased from 10 to 100 μm. Whereas, for the constant *k*, they found that it decreased from 0.05 to 0.001 as the PAGS increased.

The present work has been defined in this context and has for objective to investigate the kinetics of austenite formation for different grain sizes and heating rates, corresponding to different zones within a large-size forged ingot of high strength steel. Specifically, the industrial thermal hardening cycle for the surface and center regions of large size forged ingots was simulated using high resolution dilatometry. The constants *n* and *k* of the JMAK equation were determined for each region and the root causes for such differences in *n* and *k* values were studied in detail. Furthermore, to the knowledge of the authors, little quantitative information is available on the effect of large initial grain size (above 100 μm) in a bainitic microstructure on the transformation of austenite and its impact on the kinetic parameters of JMAK equation. This aspect will also be considered in the present work. Optical and electron microscopy along with X-ray diffraction techniques were used for validation of the dilatometry results as well as microstructural, and phase identification purposes.

3.2 Materials and Experimental Procedures

The high strength low alloy steel investigated in the present study was provided by Finkl Steel-Sorel, Quebec, Canada. The chemical composition of the as-received steel is provided in Table 3.1.

Table 3.1 Chemical compositions of investigated steel (wt %)

Element	**C**	**Mn**	**Si**	**Ni**	**Cr**	**Mo**	**Cu**	**Fe**
Content	0.35	0.99	0.41	0.5	1.86	0.53	0.16	Balance

Samples were cut from the near surface and central zones (Fig. 3.1) of a 40 t ingot forged by open die forging around 1260 °C and then air cooled. Dilatometry experiments were performed using Gleeble® 3800 thermomechanical simulator. Dilatometry samples, machined from the two selected zones of the forged ingot, were 5 mm in diameter (d_0) and 84 mm in length with the geometry indicated in Fig. 3.2.

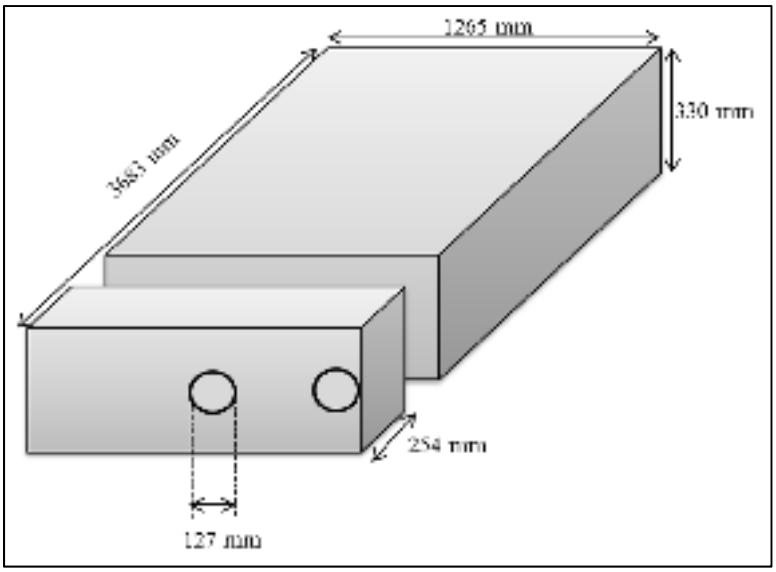

Figure 3.1 Locations of dilatometry samples in forged block

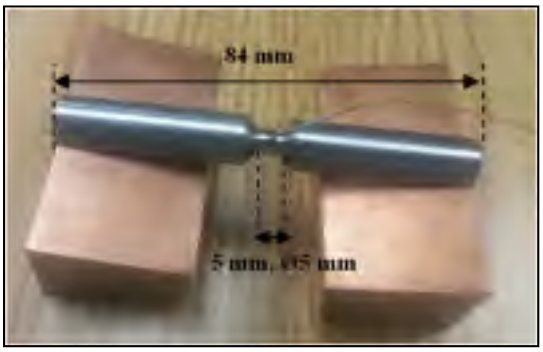

Figure 3.2 Geometry of dilatometry samples

Tests were conducted at two heating rates of 0.5 and 5 °C/s until austenitization temperature of 900 °C followed by a holding time of 30 min and then cooling to room temperature. Figure 3.3a illustrates the heat treatment cycle and Fig. 3.3b shows the experimental setup in the Gleeble machine with the location of the K-type thermocouple welded to the central region of the gauge length.

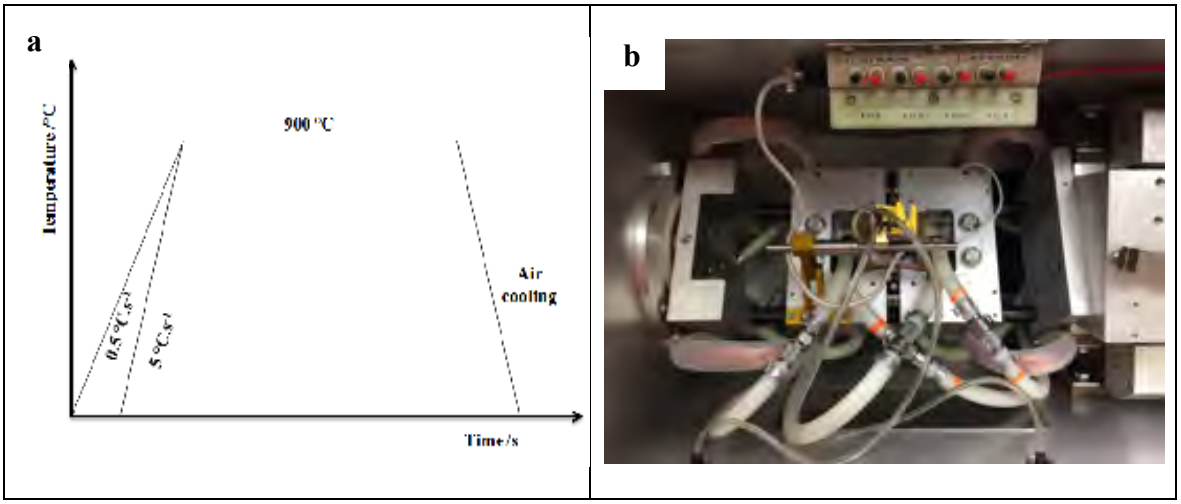

Figure 3.3 (a) Heat treatment cycle; (b) Experimental setup in Gleeble machine

Initial microstructures were determined from metallographic analysis by grinding and polishing, following standard metallographic procedures. After that, samples were etched using a solution of NaOH (40 g) + H_2O (60 g) + $NaNO_3$ (15 g) (Gouné et al., 2012). Optical microscope (OM) and scanning electron microscope (SEM)-(Hitachi TM3000 Tabletop) and field-emission gun SEM (Hitachi SU8230) were used to observe the microstructures. The grain size of austenite was measured by the line intercept method (Aghuy et al., 2015; Rostoker et Dvorak, 2012) using the metallography analysis software MIP (Asia, February, 2018) based on several optical micrographs from different regions.

X-ray diffraction (XRD) analysis was carried out using Cu-Kα radiation with a scan step size of 0.0835° on X'Pert3 MRD PANalytical machine. The diffracting angle (2θ) was scanned from 30° to 110° to include reflections from austenite and bainitic ferrite. The volume fraction of phases was calculated using the ASTM standard E975-13 "X-Ray determination of retained austenite in steel with near random crystallographic orientation". The intensities of ferrite and austenite peaks were used to determine the volume fraction of retained austenite which is given by the following equation (Macedo, Cota et Araújo, 2011):

$$V_\gamma = \frac{\frac{1}{n_\gamma}\sum(\frac{I_\gamma}{R_\gamma})}{\frac{1}{n_\alpha}\sum(\frac{I_\alpha}{R_\alpha}) + \frac{1}{n_\gamma}\sum(\frac{I_\gamma}{R_\gamma}) + V_c} \quad (3.1)$$

where I_α and I_γ are the intensities of ferrite and austenite, respectively; R_α and R_γ are the factor depending on the Bragg angle, crystal structure and chemical composition of the phases being measured; $n_{\alpha,\gamma}$ is the number of diffraction lines taken into account; and V_c is the volume fraction of carbides which is assumed to be 2.6% based on FactSage (Li, Min et Wu, 2010) calculation and was considered as constant number for the rest of calculations.

3.3 Results and Discussion

3.3.1 Initial microstructure

OM and SEM images of the as-forged steel (i.e. starting microstructure) taken from the surface and central zones are shown in Figs. 3.4a and 3.4d. It can be seen that the starting microstructure is mostly composed of bainite in both zones; however, the shape and distribution of bainite could be related to the average PAGS in each zone. The packet structure of the bainite of the surface region is more equiaxed with a maximum length of 220 μm and a max thickness of around 1.35 μm, as shown in Fig. 3.4c. In contrast, at the center of the ingot, bainitic sheaves were arranged in packets in the form of layers of laths, with maximum lengths of about 250 μm and thicknesses of the order of 1.75 μm (Fig. 3.4d). The above findings are in agreement with those reported by Hu et al. (Hu, Hodgson et Wu, 2014) who observed that the width and length of bainitic sheaves are directly related to the austenite grain size in which smaller grain sizes lead to shorter width and length of bainite sheaves (Hu, Hodgson et Wu, 2014).

In order to identify the amount of retained austenite and bainite in both zones, XRD patterns were obtained and analyzed using ASTM E384-11 standard (Macedo, Cota et Araújo, 2011). The XRD diagrams and the calculated phase fractions of retained austenite are shown in Fig. 3.5 and Table 3.2, respectively. The specimen taken from the center contains 68.51% of

bainite and 28.89 % of retained austenite (Fig. 3.5). For the samples taken from the surface region the amount of bainite increased to 69.68% and that of retained austenite was reduced to 27.72%. The PAGS were also determined for both zones using ASTM-A247-67 (Aghuy et al., 2015) standard and the image analysis software MIP. Their values are 100±18 and 360±25 μm respectively for surface and center.

Table 3.2 Volume fraction of phases in surface and center (vol. %)

Phase	Surface	Center
Bainite	69.68	68.51
Retained austenite	27.72	28.89

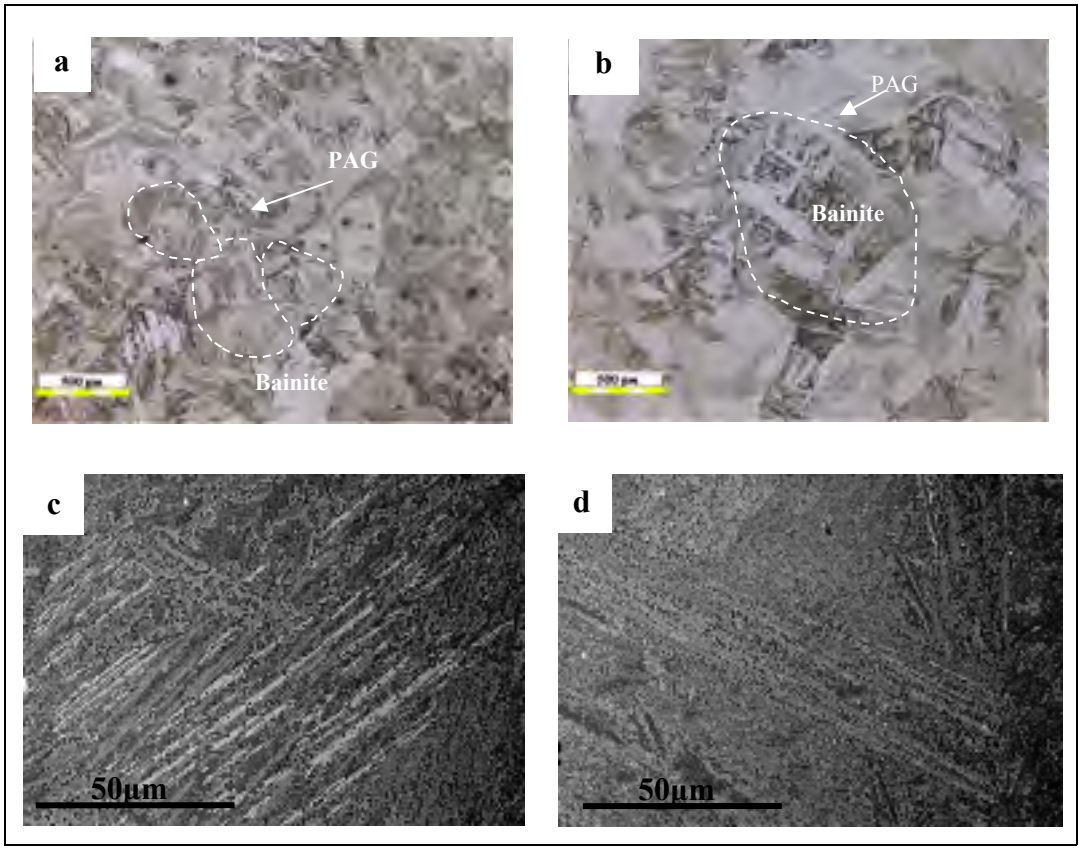

Figure 3.4 OM and SEM images of initial microstructure of received steel taken from surface (a,c) and center (b,d) representing different shape and distribution for bainitic sheaves

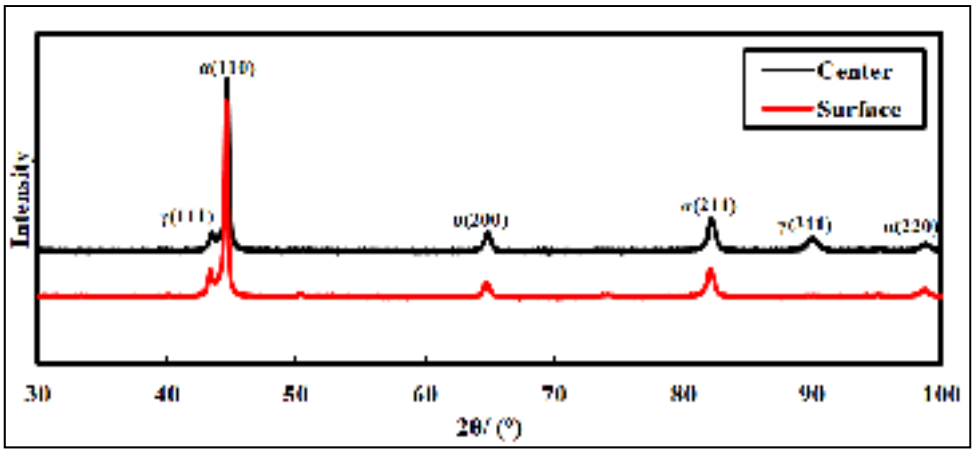

Figure 3.5 XRD diagrams showing different amounts of retained austenite in two initial microstructures taken from surface and center of forged ingot

3.3.2 Kinetics of austenite formation

Figure 3.6 shows the dilatometric curves (solid lines) obtained from the Gleeble® 3800 machine and the first derivatives of the dilatometric strain (Δd: variation in diameter, d_0: initial diameter) data. The derivation technique, previously reported by other authors (Avrami, 1941; Martín et al., 2008), allows for a more accurate determination of the transformation points. As indicated, the temperatures of A_{c1} (austenite formation start temperature) and A_{c3} (austenite formation finish temperature), at 0.5 and 5 °C/s heating rates, were determined graphically from the first derivative curves. The results indicate that A_{c1} for 5 °C/s is 12 °C higher than that for 0.5 °C/s; while, for A_{c3} there is a difference of about 9 °C between the slow and fast heating rate conditions. Also, using the inflection points on the derivative diagrams, it is possible to determine $T_{f\,(0.5)}$ and $T_{f\,(5)}$ representing the temperatures where the maximum transformation rate for each heating rate occurs. Therefore, $T_{f\,(0.5)}$ and $T_{f\,(5)}$ temperatures were determined to be 800 °C and 813 °C for 0.5 and 5 °C/s, respectively. This finding indicates that the maximum transformation rate is directlty dependent to the heating rate. Increasing the heating rate by 10 times increases the T_f temperature about 10 °C.

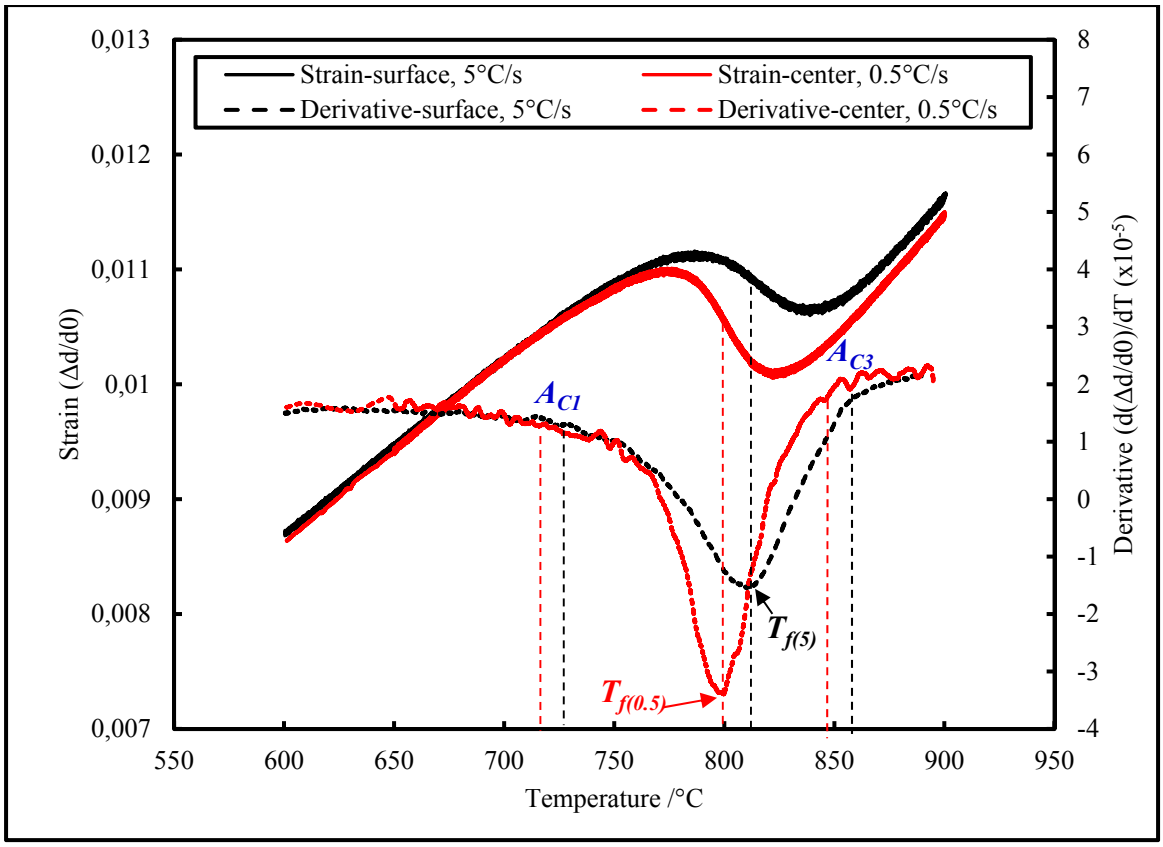

Figure 3.6 Dilatometric and their first derivation curves during continuous heating at two different heating rates of 0.5 and 5 °C/s

As indicated in Fig. 3.6, the slopes of the derivative curves are negative for both conditions until $T_{f\,(0.5)}$ and $T_{f\,(5)}$. After this step, the slopes change from negative to positive until A_{c3} indicating that austenite formation, for both heating rates, occurs in one step. Based on the dilatometry results, A_{c1} and A_{c3} values for the studied steel were determined to be 718 °C and 856 °C for the slower heating rate (0.5 °C/s) and 730 °C and 865 °C for the heating rate of 5 °C/s. The above results indicate that the tenfold difference in heating rate between the surface and the center regions induces changes in the order of 10 °C on austenite's critical transformation temperatures (i.e. A_{c1} and A_{c3}). Esin et al. (Esin et al., 2014) observed a 30 °C increase in the A_{c3} of a medium carbon steel when the heating rate was increased from 0.25 to 100 °C/s. They interpreted their results in terms of the higher sensitivity of the ferrite-pearlite microstructure to heating rate. Martín et al. (Martín et al., 2008) found similar results to the present work in a low carbon alloy steel. For heating rates in the range of 0.05 to 0.5 °C/s,

they observed only minor changes (less than 5 °C) in the critical temperatures while when the heating rate was increased to 10 °C/s, both critical temperatures increased by about 16 °C.

The volume fraction of austenite formed during the continuous heating process was calculated using the JMAK equation (Avrami, 1941).

$$V_\gamma = 1 - e^{-kt^n} \tag{3.2}$$

Where V_γ is the volume fraction of austenite formed upon phase transformation; t is the transformation time, s; and n is the Avrami constant. The austenite volume fraction for the studied steel was calculated from dilatometric curves using the lever rule (Movahed et al., 2009) and the results are reported in Fig. 3.7. The observed sigmoidal behavior indicates the diffusion controlled nature of the process in accordance with the Avrami equation.

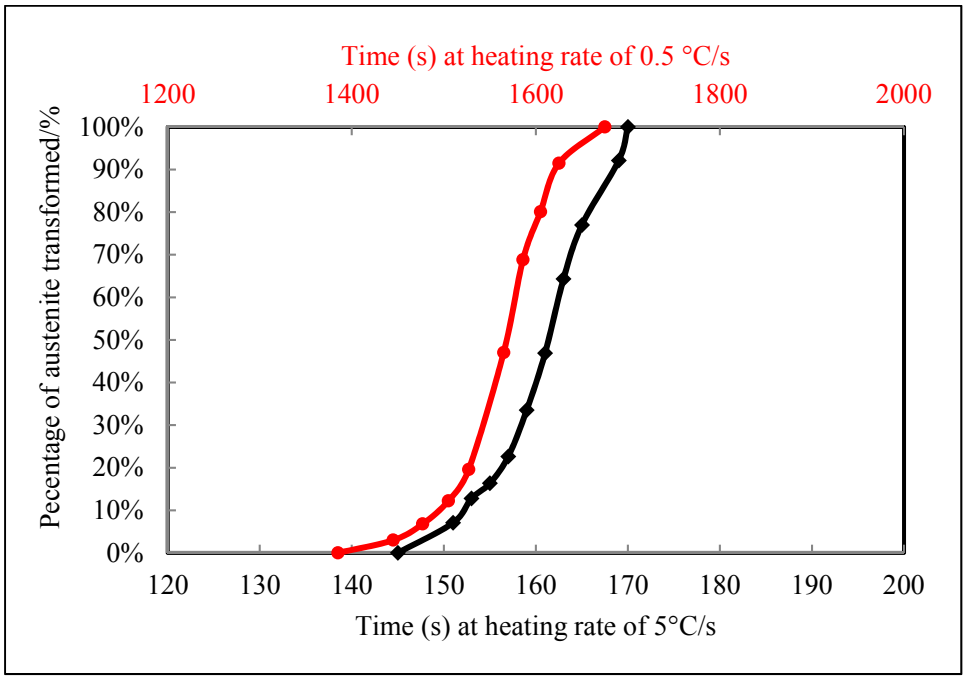

Figure 3.7 Volume fraction of formed austenite in the studied steel at heating rates of 0.5 and 5 °C/s

Analysis of the data in Fig. 3.7 shows that the transformation start time is 145 s in the surface region while it is only 1385 s at the center. This finding is in agreement with that of López-

Martínez et al. (López-Martínez et al., 2015) who also reported that the time required to attain a certain volume fraction of austenite from a bainite-martensite microstructure decreased from 800 s to about 8 s when the heating rate was increased from 0.03 to 0.67 °C/s.

It should be noted that in general the JMAK equation is used under isothermal conditions; however, its applicability to non-isothermal conditions has been reported by several authors (Caballero, Garcia-Mateo et Andres, 2005; Chang et Yu, 2013) and therefore this approach has been used in the present study. Based on dilatometric data, best fits were applied to determine n and k. The plot of $\ln\ln\left[1/\left(1-V_\gamma\right)\right]$ as function of $\ln t$ is shown in Fig. 3.8. Avrami constants n and $\ln k$ were obtained from the slope and intercept of the straight line and are reported in Table 3.3.

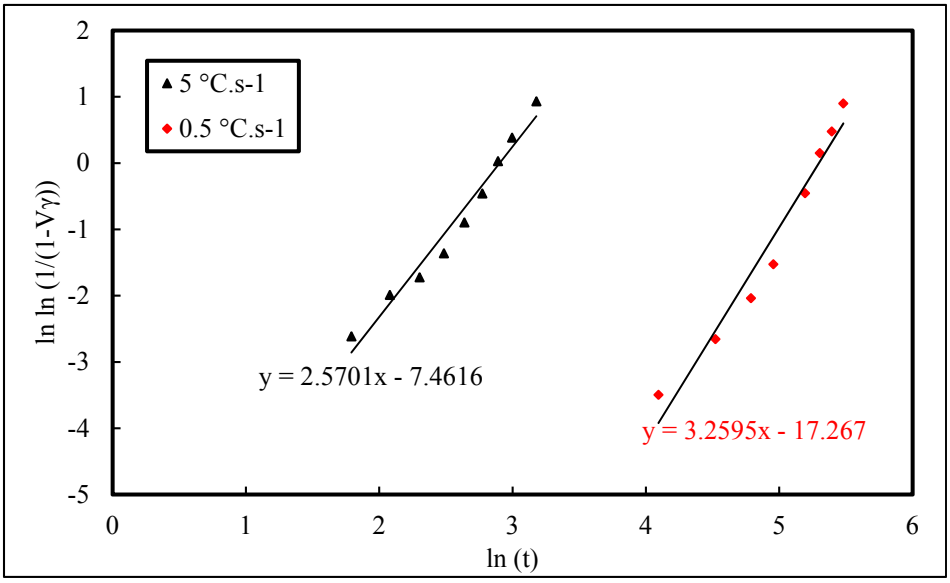

Figure 3.8 Plot of $\ln\ln\left[1/\left(1-V_\gamma\right)\right]$ as function of $\ln t$ calculated from dilatometric curves.

Table 3.3 Kinetic parameters for heating rates of 0.5 and 5 °C/s

Heating rate/(°C/s)	n	k
0.5	3.25	3.16×10^{-8}
5	2.57	5.74×10^{-4}

The above results show that the parameter *k,* associated with nucleation and growth of austenite, is at least 10^4 times greater for 5 °C/s than for 0.5 °C/s. This significant acceleration in the nucleation and growth rates of austenite could have different root causes that are evaluated in the following: Average PAGS calculations showed 0.35 times smaller grain sizes at the surface in comparison with the center region. On the other hand, the range of the *n* value (i.e. between 2 and 4) indicates that grain boundaries are the main nucleation sites for austenite, for both heating rates (Brooks, 1996; Etesami, Enayati et Kalashami, 2017). Therefore, as finer grain sizes are present in the surface region, the nucleation and growth rate should be higher at the surface. Moreover, as revealed by XRD analysis (Fig. 3.5), the initial microstructure is composed of bainite with a significant quantity of retained austenite. If the retained austenite becomes stable during heating and does not decompose before reaching A_{e3} temperature (equilibrium stability of austenite), it can grow without the need for nucleating new austenite grains and therefore faster growth rates, i.e. higher *k* values, are obtained (Rees et Bhadeshia, 1992). Finally, the interface of coarse carbides with the ferritic matrix has been identified as possible source for the nucleation of austenite during heating (Brooks, 1996). Such possible contribution should be evaluated because the presence of molybdenum and chromium in the investigated steel result in the formation of various types of carbides.

In order to validate the above possibilities, the dilatation curves with their first derivatives versus temperature were plotted for the austenite decomposition range of 200–350 °C and the results are reported in Fig. 3.9. As it can be seen, the decomposition of retained austenite becomes significant around 340 °C for the lower heating rate while it keeps a steady trend for the higher heating rate. On this basis, it can be said that, the retained austenite at the surface

could grow with no need for nucleation but in contrast, the one at the center, which is heated at much slower pace, needs new nucleating grains for further transformation.

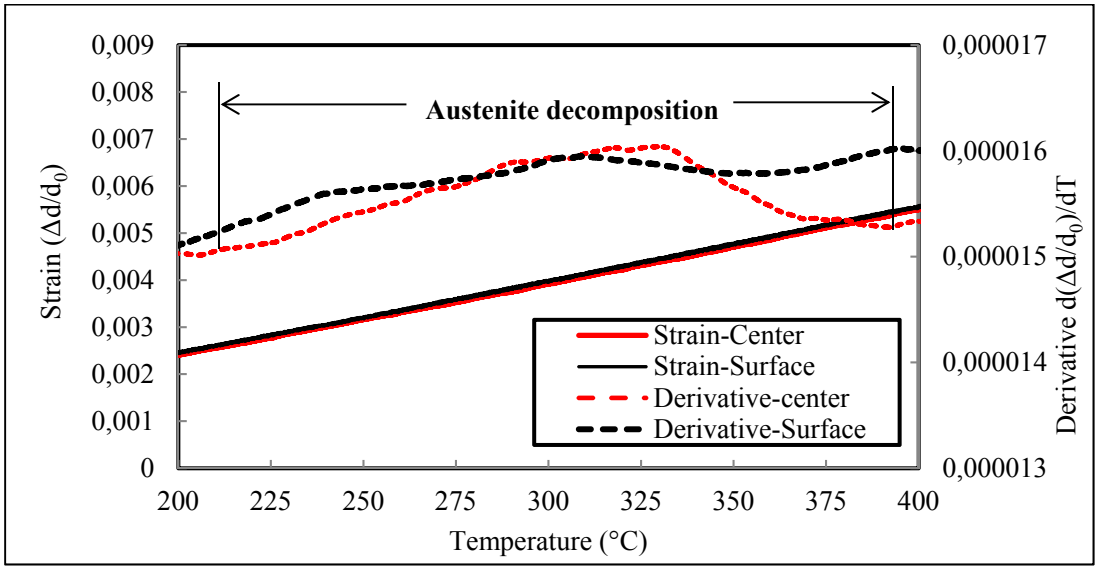

Figure. 3.9 Dilatometric and their first derivation curves during continuous heating at two different heating rates of 0.5 and 5 °C/s for temperature range where austenite decomposition occurs

The volume fraction of coarse carbides in the surface region was estimated to be about 2.6 % on the basis of microstructure examination as reported in Figs. 3.10a and 3.10c. This amount was nearly zero in the center region. Although the volume fractions are relatively low in absolute value, those coarse carbides at the surface are not negligible and therefore they could also become potential nucleation sites for austenite during heating.

On the basis of the above analysis, the combination of smaller grain size, the stability of retained austenite, and coarse carbides are the main sources for the observed acceleration in austenite nucleation and growth rate in the surface regions of the forged ingot compared to the center one.

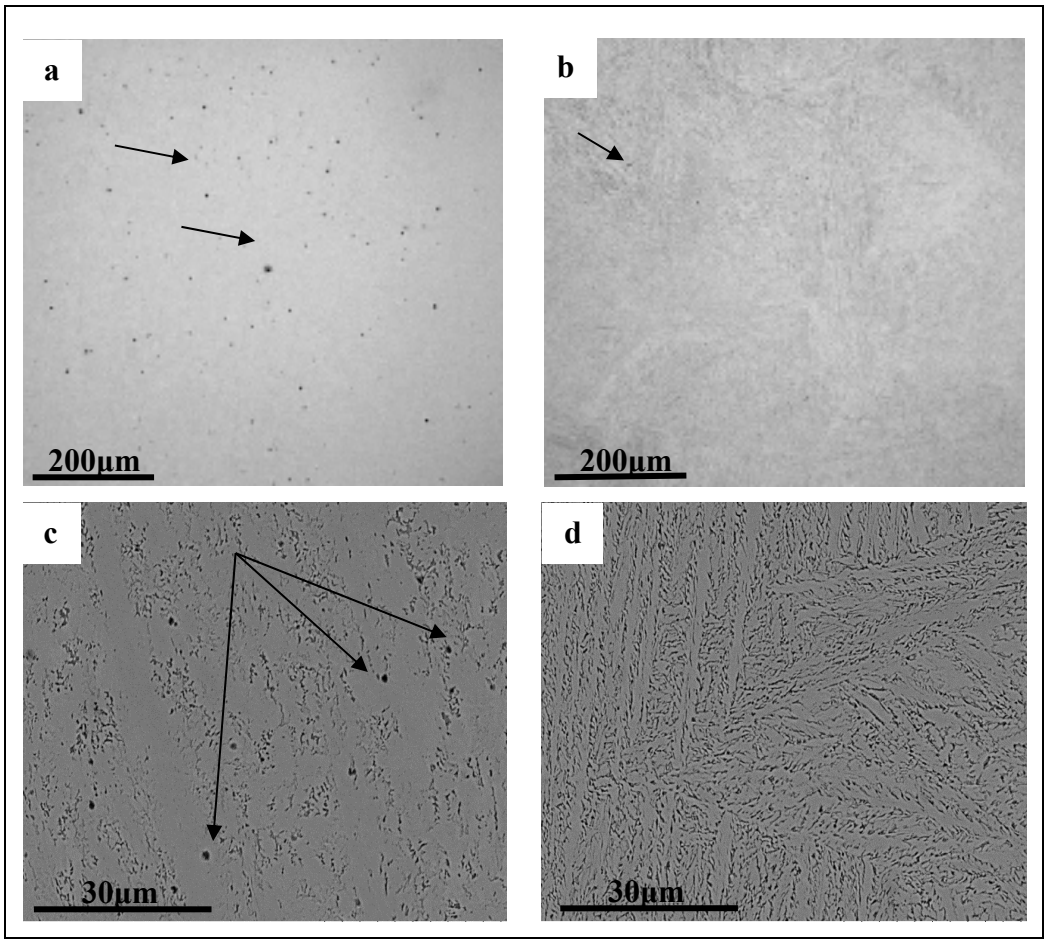

Figure. 3.10 OM and SEM images showing different distribution of coarse carbides at surface (a, c), and center (b, d); black arrows show different size of carbides and almost nothing at center

3.3.3 Activation energy for austenite transformation

The Kissinger method (Zhang, Wu et Min, 2009) is well-known for estimating the maximum rate of transformation that is attained at temperature T_f. It corresponds to a fixed transformation fraction taken for a certain interval of heating rates. Kissinger method and dilatometric measurements were used for the determination of the activation energy for austenite formation from an initial microstructure composed of bainite and retained austenite. The plot $[d(\Delta d/d_0)/dT]$ as function of temperature, reported in Fig. 3.6 shows that T_f corresponds to the maximum point in the function rate curve.

Using Eq. 3.3 the activation energy of austenite formation in the studied alloy was calculated:

$$ln\left(\frac{T_f^2}{\varphi}\right) = \frac{E}{RT_f} + ln\left(\frac{E}{Rk_0}\right) + ln\beta_f \quad (3.3)$$

where E is the activation energy of austenite formation, (kJ/mol); T_f is the temperature of transformation that corresponds to the peak, °C, mentioned in Fig. 3.6; φ is the heating rate, (°C/s); R is the universal constant, (J/mol.°C); and β_f and k_0 are constants.

From Eq. (3.3) $ln\left(\frac{T_f^2}{\varphi}\right)$ was plotted against $\left(\frac{1}{T_f}\right)$ and fitted to a straight line. The slope of the curve represents E/R and therefore the activation energy, E, could be estimated.

Using the above approach, and considering that only one inflection point is present in each of the dilatometric curves of Fig. 3.6, the activation energy for the studied material associated with austenite formation was estimated to be 1689 kJ/mol for the two investigated heating rates. It is well-known that the value of the activation energy is indicative of the governing mechanism of austenite formation (Carvalhoa, Andrade et Plaut, 2013; Duan et al., 2010) with higher values representing a shear controlled transformation process in opposition to a diffusion controlled mechanism. On this basis it can be said that for the investigated steel, grain size, and the selected heating rates the transformation of bainite to austenite is done by shear controlled mechanism. Finally, it should be noted that the determined activation energy value in the present investigation is in agreement with those reported by reported by Li et al. (Li et al., 2016) (1796 kJ/mol), Luo et al. (Luo, Han et Gu, 2016) (1760-2670 kJ/mol), and Chen et al. (Chen et al., 2013) (2367 kJ/mol), but higher than those reported by López-Martínez et al. (López-Martínez et al., 2015) (317-530 kJ/mol) or Chang and Yu (Chang et Yu, 2013) (385-539 kJ/mol). However, the above authors also concluded that the high activation energy values correspond to a shear transformation mechanism. Finally, it should be noted that a detailed investigation on the root causes for the observed differences would require considering the impacts of the alloying elements in the compositions of the steels such as Cr, Mn, and C; nature of the initial microstructure (type of bainite, volume fraction of martensite, volume fraction of retained austenite, etc.), and choice of the heating rates. Such comprehensive study is out of the scope of the present investigation; however, as mentioned

above, it does not influence the identification of a shearing process for the austenite transformation mechanism.

3.4 Conclusions

In the present study the influences of heating rate, grain size and starting microstructure on the kinetics of austenite formation in a large forged ingot of high strength steel was investigated. The following conclusions can be drawn:

- Austenite formation for the investigated steel was observed to take place in one single step for the two investigated heating rates of 0.5 and 5°C/s.
- The change of heating rate showed a significant effect on the kinetic parameters *n* and *k*. The rate factor *k* representing austenite growth was found to be 10^4 times higher at the higher heating rate.
- The accelerated nucleation rate in the surface region can be dominated by smaller grain size, stability of retained austenite at the surface during heating, and accumulation of coarse carbides at the surface instead of uniform distribution throughout the ingot.
- The activation energy for austenite formation was determined to be 1698 kJ/mol indicating a shear controlled mechanism for the investigated alloy.

CHAPITRE 4

INFLUENCE OF THE STARTING MICROSTRUCTURE AND AUSTENITIZATION TEMPERATURE ON PHASE TRANSFORMATION IN A LOW-ALLOY STEEL

Emna Ben Fredj[1], Hadi Ghasemi Nanesa[1], Mohammad Jahazi[1]and Jean-Benoit Morin[2]

[1]Department of Mechanical Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 rue Notre-Dame Ouest, Montréal, QC, Canada H3C 1K3
[2] Finkl Steel - Sorel, 100 McCarthy, Saint-Joseph-de-Sorel, QC, J3R 3M8, Canada

Article soumis au journal « Journal of Materials Engineering and Performance »,
8 décembre 2018

L'objectif de cet article est d'étudier l'influence de la microstructure de départ et de la température d'austénitisation sur la cinétique de formation de l'austénite et sa transformation durant le traitement de trempe. L'étude cinétique de la formation d'austénite a montré une dépendance significative de la germination et de la croissance de l'austénite à la vitesse de chauffage et à la microstructure de départ. La température d'austénitisation de 900 °C a été déterminée comme la température optimale pour ce traitement thermique.

Abstract:

The influence of the starting microstructure and austenitization temperature on the kinetics of austenite formation and its subsequent transformation simulating the quench process of a high strength low alloy steel were investigated. The two microstructures were characterized by different proportions of bainite and residual austenite as well as different prior austenite grain sizes. High resolution dilatometry combined with scanning electron microscopy and X-ray diffraction analyses were used to study phase transformation and distribution at different stages of heating and cooling process. Dilatometry results revealed two distinct stages for the austenite formation in the austenitization process. The kinetic investigation of austenite formation showed significant dependence of austenite nucleation and growth on the heating rate for both starting microstructures. In addition, the subsequent transformation of austenite

to martensite and/or bainite was studied using two different cooling rates (1 and 0.1 °C/s). Microstructure examination showed the presence of ferrite in the microstructure at 850 °C for 0.1 °C/s. This was related to the reduction of carbon diffusion in austenite due to the presence of alloying elements such as Mo and Cr. Phase fraction and different morphologies of bainite were identified and correlated with dilatational analysis.

Keywords: dilatometry, austenite transformation, avrami equation, microhardness, large sized blocks.

4.1 Introduction

In the automotive sector, large sized forged blocks, made of medium carbon low alloy steels, are used as plastic injection moulds for the production of large size components (Firrao et al., 2007). A combination of strength, toughness and wear resistance are needed in these types of moulds to respond to industrial demands (Mordike et Ebert, 2001; Wegman et al., 1990). Considering that the above properties are controlled by the microstructure of the alloy, it is of critical importance to better understand the influence of process parameters on microstructural evolution (Kaçar et Acarer, 2003). The most important microstructure evolution step in the processing of these alloys is the solid-state phase transformations which takes place during the thermal hardening step (quench+ temper cycles) (Wegman et al., 1990). However, due to the large size of the blocks, the characteristics of solid-state phase transformations at the surface and the center regions are different and may result in heterogeneous microstructures and properties that may lead to part inconformity or even its scrapping (Chadha, Shahriari et Jahazi; 2016; Chentouf et al., 2014). In addition, non-uniformity in grain size of large size blocks from the surface to the center is accompanied with change in the morphology, nature and proportion of phases obtained after thermal hardening cycles (Hu, Hodgson et Wu, 2014). Thermal hardening of these steels activates bainitic and martensitic transformation to meet service requirements for mechanical properties.

The austenitizing treatment before quenching is the most important step for the final product (Ferrari et al., 2014b; Guiqin, Duo et Miaoyong, 2015; Santuliana et al., 2011). Austenitization for a sufficient soaking time is required to obtain a total transformation of austenite and homogeneity in chemical composition (Delia, Alaalam et Grech, 1998). The austenitization temperature also controls the carbon content of the austenite. For example, austenitizing at higher temperatures leads to increased dissolution of carbides, causing redistribution of carbon and influencing phase transformation to bainite or martensite during cooling (Ferrari et al., 2014b; Santuliana et al., 2011; Spezzapria et al., 2017). The areas rich in carbon transform to martensite while areas poor in carbon, are transformed to bainite (Santuliana et al., 2011).

Ferrari et al. (Ferrari et al., 2014b) reported 6 % higher carbon content, in a medium carbon tool steel, when austenitization temperature changed from 980 to 1025 °C. Higher amounts of retained austenite (18.1%) and bainite were produced at lower austenitization temperatures with lower cooling rates while, higher austenitization temperature yielded lower amounts of retained austenite (4.6%) and larger amounts of martensite at the expense of bainite. The carbon enrichment of austenite was related to dissolution of carbides during austenitization and the rejection of carbon to austenite during bainitic transformation. Zheng et al. (Zheng et al., 2017), in their study of thick blooms of low carbon steel, reported that the cooling process of super-cooled austenite, which is far away from equilibrium, led to the formation of carbon depleted and carbon rich regions. Such gradient of carbon distribution in prior austenite was associated with different microstructures such as martensite, bainite, ferrite, and partially dissolved carbides after cooling. Sugimoto et al. (Sugimoto et al., 2014), in their study on the effect of cooling rate on retained austenite characteristics of a TRIP aided martensitic steel, reported that both the volume fraction and carbon concentration of retained austenite increased with decreasing the cooling rate from 20 to 1 °C/s. . However, very few studies are available on the effect of austenitization temperature on the initial state of austenite and its transformation to martensite or bainite in large-sized forge blocks which are characterized by differences in grain size, composition, and cooling rate from the surface to the center of the block.

Therefore, the aim of the present work is to further document and develop a better understanding the effect of initial state of austenite and its transformation to bainite and/or martensite. In particular, the focus will be placed on the influence of austenitization temperature and the starting microstructure, corresponding to different zones within a large-size forged block of high strength steel, on transformation products and proportion of phases in relation to austenite carbon content. The results are analyzed and interpreted in the framework of the phase transformation theories.

4.2 Materials and experimental procedures

The composition of the medium carbon low-alloy steel investigated in this study is given in Table 4.1.

Table 4.1 The chemical compositions (wt %) of the investigated steel.

Fe	C	V	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Cu
Balance	0.35	0.149	0.99	0.41	0.5	1.86	0.53	0.16

In its original state, the initial microstructure of the studied steel was composed of bainite, retained austenite and carbides. Further details of the microstructure evolution as a function of temperature under equilibrium conditions were performed by Factsage 7.0 (Bale et al., 2016) and presented in Figure 4.1. $Cr_{23}C_6$ carbides are formed in the steel and their dissolution temperature is around 860 °C. The ingot (40 metric tons) was forged to 3683×330×1265 mm by open die forging at high temperature (1260 ºC) and then air cooled. A thick slice (254 mm) was cut from the ingot and then two cylindrical blocks, 127 mm diameter and 254 mm long were extracted from the surface and the center regions. Figure 4.2 illustrates the position and orientation of each part.

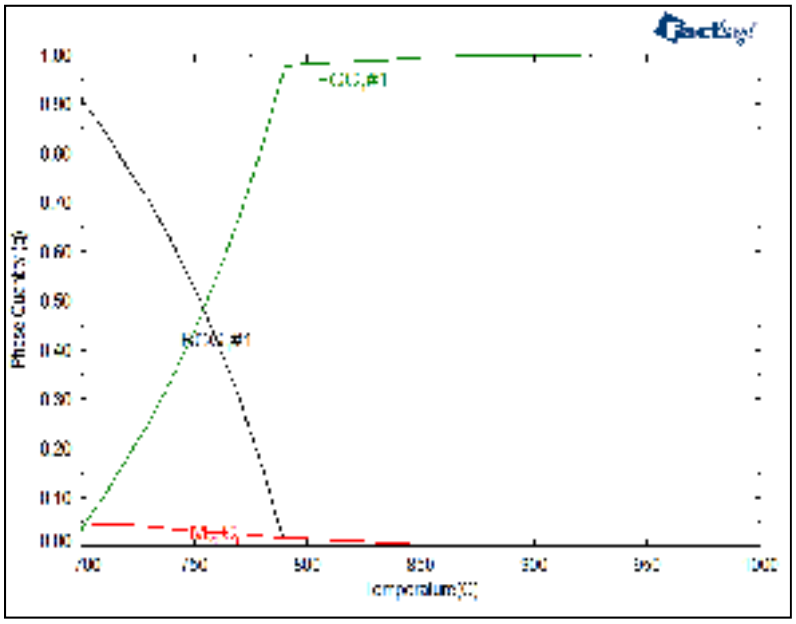

Figure 4.1 Assemblage equilibrium diagram of the studied steel

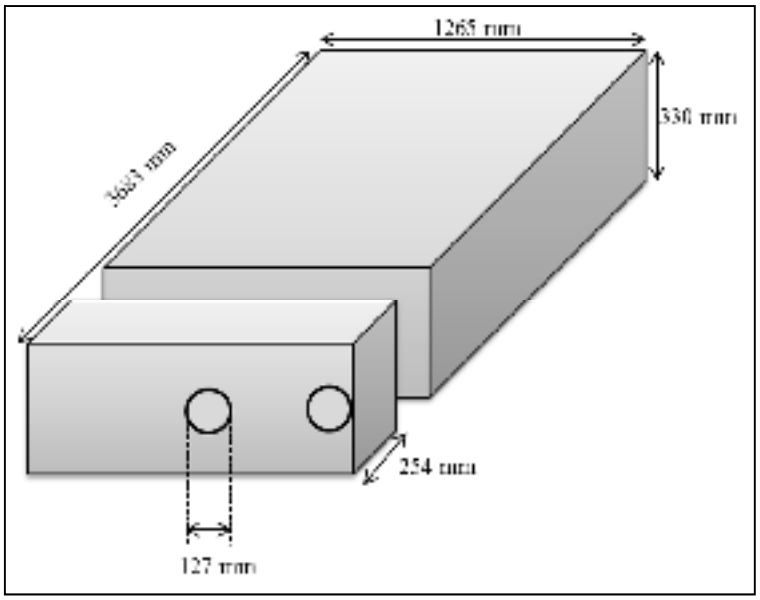

Figure 4.2 Position and orientation of the samples

The industrial heat treatment cycle for the surface (small grain size) and center (large grain size) regions of the large size forged block was simulated using TA 805 A/D high resolution

dilatometer. For the dilatometry tests, cylindrical samples with a diameter of 4 mm and a length of 10 mm were machined from each block. For controlling the temperature cycle, a thermocouple type-S was welded at mid distance from the two ends of the sample. The tested samples were placed between quartz bars. The bars were connected to a Linear Variable Differential Transducer (LVDT) to measure the length changes. The sample was heated using an induction coil. Preliminary experiments were carried out to insure temperature uniformity along the sample length and the repeatability of the applied heating and cooling rates.

As shown in Table 4.2, the specimens were heated up at two different heating rates of 0.5 and 5 °C/s then austenitized for 30 min at three different temperatures of 850, 900 and 950 ºC. After austenitization, the samples were cooled at two different cooling rates of 0.1 and 1 °C/s to room temperature. The 0.5 and 0.1 °C/s represent the heating and cooling rates during the quench process of core of the large size block and the 5 and 1 °C/s represent the heating and cooling rates of the surface zone. Austenite transformation was investigated by dilatation analysis.

Table 4.2 Schematic of heat treatment cycle for six experiments

Factor	Value
Heating rate (°C/s)	0.5 (center), 5 (surface)
Austenitization temperature (°C)	T_1:850 °C, T_2:900 °C, T_3:950 °C
Austenitization time (min)	30 min
Cooling rate (°C/s)	0.1(center), 1(surface)

After heat treatment, samples were cut, ground and polished using standardized metallographic techniques. Then, they were etched using the following etchant: NaOH (40 g) + H_2O (60 g) + $NaNO_3$ (15 g) (Gouné et al., 2012). Hot picric acid was used to reveal the grain boundaries of the as received material. Microstructural observations were carried out using a laser confocal microscope, Olympus LEXT4100, and for more detailed analysis, Hitachi-TM3000 scanning electron microscope was employed. Image analyzer software (MIP) (Asia, February, 2018) was used to calculate the phase fractions of ferrite, bainite, and

martensite for all testing conditions since the above etchant had the advantage of revealing each of the phases with a different color (black for martensite and white for bainite). For each testing condition, the average volume fraction of each phase was calculated using three pictures taken from random regions. Figs. 4.3 (a and b) provide an example of the methodology used for the calculation of phase fractions.

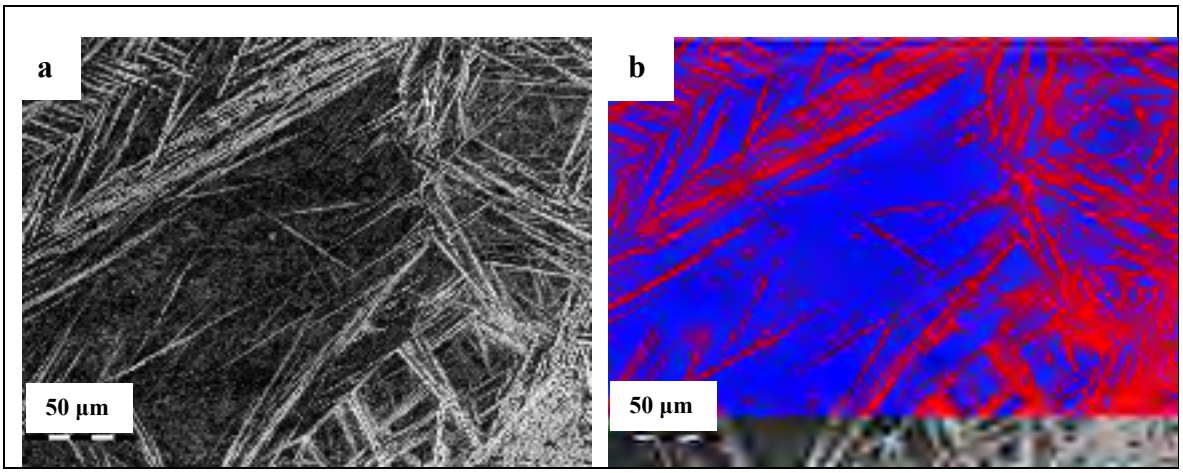

Figure 4.3 (a) Etched sample, black area: martensite, white area: bainite, (b) Calculating the phase fraction by MIP

The chemical composition of austenite for three austenitizing temperatures was calculated using computational thermodynamic software (FactSage (Bale et al., 2016)) and the corresponding effects on cooling process were discussed by considering the microstructural development and correlated with microhardness measurements.

X-Ray diffraction was used to identify and determine the phase fraction of retained austenite. This was done by calculating the integrated intensities of (111), (200), (220), and (311) austenite peaks, the (110), (002), (112), and (022) bainite peaks and the (110), (200), (211), and (202) martensite peaks according to ASTM E975-13 standard (ASTM, 2013). The samples were step scanned using Cu-Kα radiation with a step size of 0.0835º on X'Pert3 MRD PANalytical. The 2θ was scanned from 30 to 110°. Microhardness testing according to Vickers method with a load of 50 gf-dwell time 15s was carried out according to ASTM E384−11, with each value representing the average of 10 indentations (ASTM, 2012).

4.3 Results and discussion

4.3.1 Austenite formation

In this section, the entire thermal cycle from heating to austenitizing temperature, holding at austenitization temperature, and cooling to room temperature will be studied. For austenitization step, austenite could form during continuous heating to the austenitizing temperature and during the holding time at this temperature. In this regard, dilatometric analyses were divided into two steps in order to better identify the mechanisms and the extent of austenite formation before the cooling.

- **1st stage of austenite formation**

Figs. 4.4 (a and b) shows dilatation behavior of both stages 1 and 2 for the samples heated at two heating rates, representing surface and center zones, respectively.

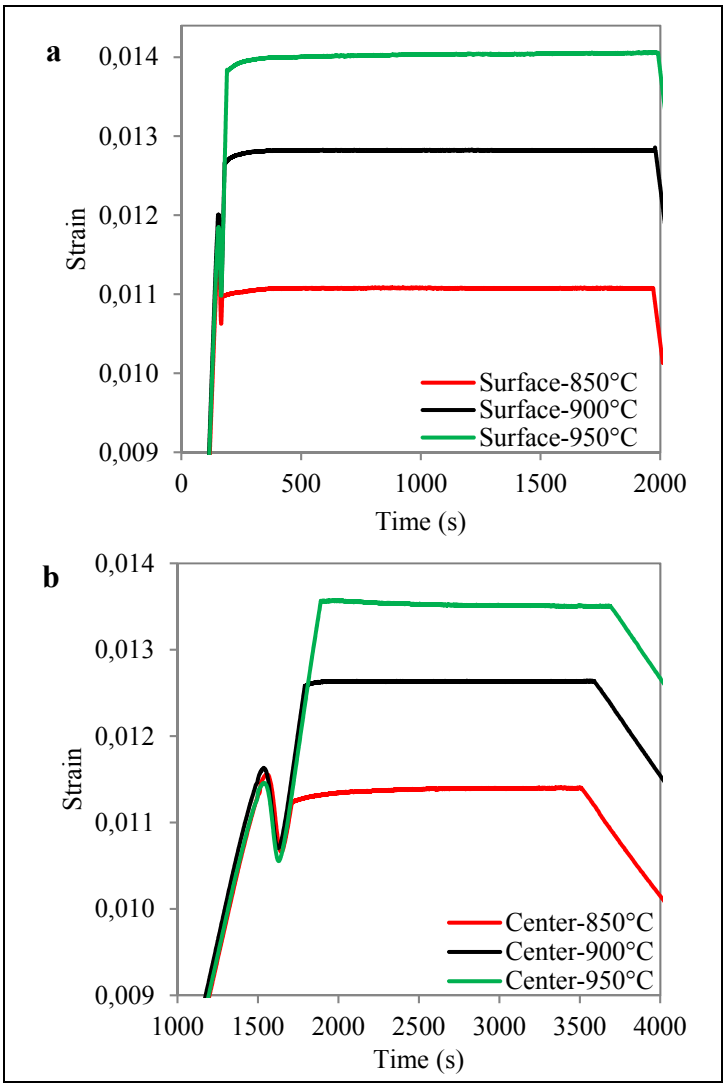

Figure 4.4 Dilatometric curves of the studied steel at:
(a) Surface and (b) Center

For the continuous heating stage, the curves show linear expansion followed by an abrupt contraction at austenite start temperature (A_{c1}). The dilatation curve shows again a linear expansion pattern when austenite transformation is complete (A_{c3}). Fig. 4.5 shows the evolution of austenite volume fraction for the studied steel based on the dilatometric curves of Fig. 4.4. Fig. 4.5a illustrates the transformation of surface region where the hating rate is 5 °C/s. As the austenitization temperature increases, the time required to attain a certain fraction of austenite decreases. The same behavior is observed for the center region at 0.5 °C/s. The only difference between the two regions lies in the time range of transformation.

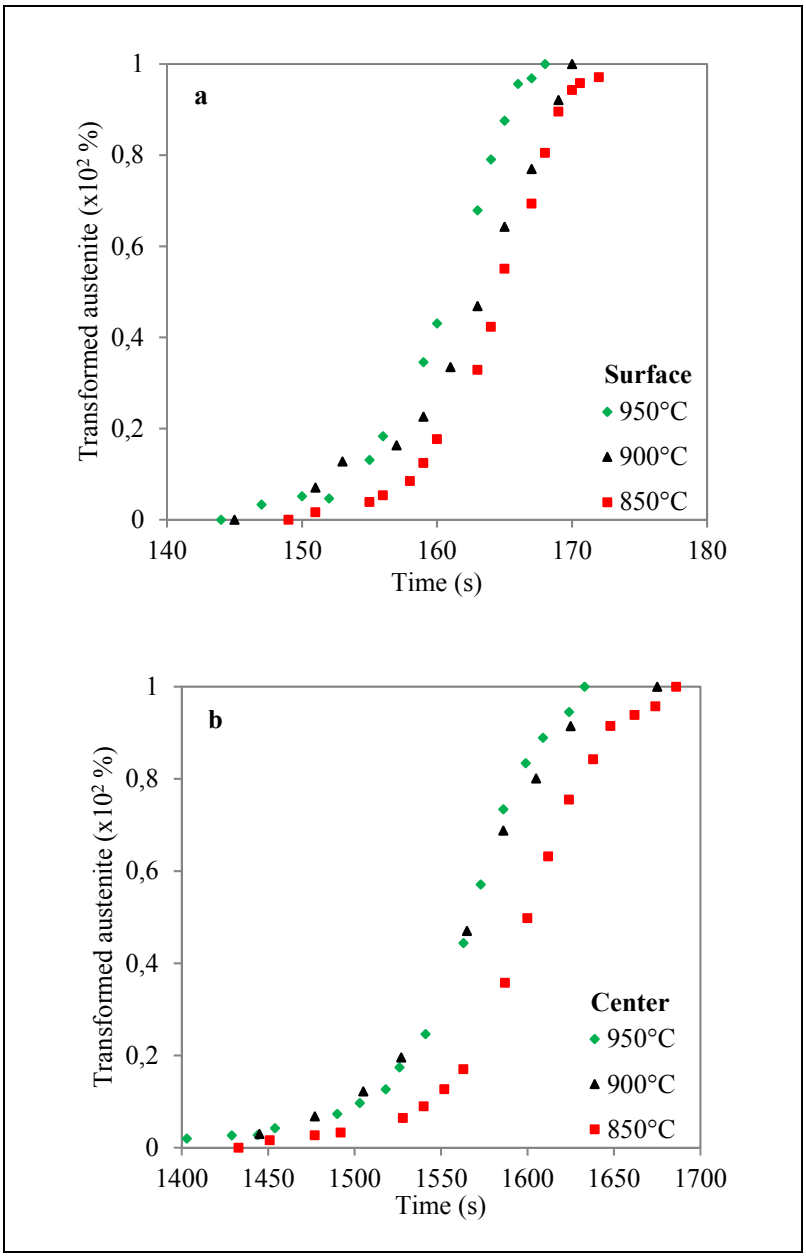

Figure 4.5 Volume fraction of formed austenite in the studied steel at: (a) Surface and (b) Center, during the continuous heating

The evolution of austenite during heating was analyzed using the Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) equation as described below:

$$V_\gamma = 1 - e^{-kt^n} \tag{4.1}$$

Where, V_γ is the volume fraction of austenite formed upon phase transformation, t is the transformation time (s) and n is the Avrami constant.

Kinetic parameters n and k were determined from the plot of $\ln \ln\left[1/\left(1 - V_\gamma\right)\right]$ as function of $\ln t$. Avrami constants n and $\ln k$ were obtained from the slope and the intercept of the above curve and are summarized in Fig. 4.6. The results presented in Fig. 4.6 reveal that; n reduces with increasing heating rate. In the center zone (0.5 °C/s), n slightly increases from 3.15 to 3.81 as the austenitization temperature increases. However, in the surface zone (5 °C/s), n increases significantly by passing from 2.51 to 4.08 demonstrating the stronger influence of temperature on the value of n.

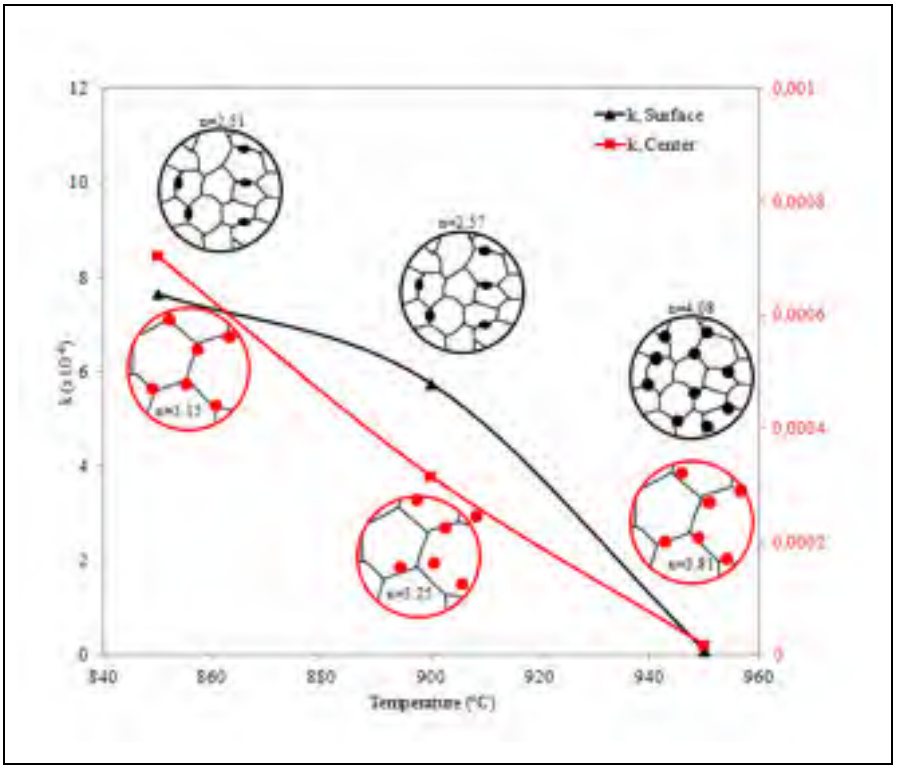

Figure 4.6 Nucleation and growth of austenite during the austenitization temperatures

It has been reported that n is an indicator of the number of nucleation sites (López-Martínez et al., 2015), a decrease in n value can be associated with a progressive decay in the number of nucleation sites (Asadabad, Goodarzi et Kheirandish, 2008). Martinez et al. (López-

Martínez et al., 2015) reported that, variations in *n* value are only observed when the transformation mechanism changes. An increase in *n* from 3.66 to 4.33 with increasing the heating rate from 0.03 to 0.67 °C/s is an indication of a mechanism change from diffusional to shear. Le et al. (Li et al., 2015) correlated *n* and the mechanism of austenite nucleation and growth during intercritical annealing in a C-Mn cold-rolled dual phase steel. On this basis, it can be said that in the surface zone, austenite formation occurs at the grain boundaries and because *n* is between 2 and 3, the growth is considered two dimensional for austenitization temperatures of 850 °C and 900 °C. This transformation starts generally at grain boundaries. Then, at higher temperature, 950 °C, *n* value increases to 4 indicating that austenite transformation occurs at the triple joints. In contrast, in the center region, the n value remains above 3 for all conditions and therefore austenite nucleates at triple joints, only.

Fig. 4.6 shows also that *k* depends on the heating rate: it increased by four orders of magnitude as the heating rate increased from 0.5 to 5 °C/s. As the value of the *k* parameter is known to be an indicator of the nucleation and growth rate (López-Martínez et al., 2015), the observed behavior suggests that increased nucleation and growth rate should be expected with higher heating rate . The data also shows that the lowest *k* value is obtained for the lower heating rate and at the maximum selected austenitization temperature i.e. 950 °C. Martinez et al. (López-Martínez et al., 2015) reported that at low heating rates (generally below 0.1 °C/s) the governing mechanism controlling the kinetics of austenite formation was the diffusion of substitutional elements. While, it was carbon diffusion for the higher ones (more than 1°C/s).

On the basis of the above discussion on *n* and *k* values, it can be said that during the stage of austenitization of the large size forged block, austenite formation in the surface and center regions is governed by shear mechanism. It must be noted also that generally, the rate parameter, *k,* increases with temperature; however, in this study, for both zones (i.e. at low and high heating rates) the *k* parameter decreases as the austenitization temperature increases. Asadabad et al. (Asadabad, Goodarzi et Kheirandish, 2008) reported recently similar results in a low carbon steel and interpreted their results in terms of the influence of the growth of austenite grain and dissolution of carbides. In the present study, Vanadium and chromium

carbides are present which dissolve at both holding temperatures (Fredj, Nanesa et Jahazi, 2018).

- **2nd stage of austenite formation**

The formation of austenite continues during isothermal holding at the different austenitization temperatures in both surface and center regions. However, progress in transformation varies as a function of austenitization temperature and considered region. For example, after 330 s of soaking time at 850 °C, in the surface region, the dilatation change becomes almost zero indicating that the transformation to austenite has been completed and thermodynamic equilibrium in the carbon content of austenite has been reached. In contrast, under the same conditions in the center region, the same behavior was observed for the center zone at 850 and 900 °C. It must be noted that when soaking at 950 °C, the formation of austenite was completed during heating and no more transformation from bainite to austenite occurred during the holding time. The observed gradual reduction in dilatation could be due to strain relaxation of austenite at this austenitization temperature (Nanesa, Jahazi et Naraghi, 2015).

A more detailed analysis of the extent of austenite formation as a function of austenitization temperature in the surface and center regions of the large block was carried out. The volume fraction of transformed austenite during isothermal holding can be calculated from the relative change in the length (Figs. 4.7 (a and b)) using the following equation:

$$V_\gamma = \frac{L - L_0}{L_{max} - L_0} \tag{4.2}$$

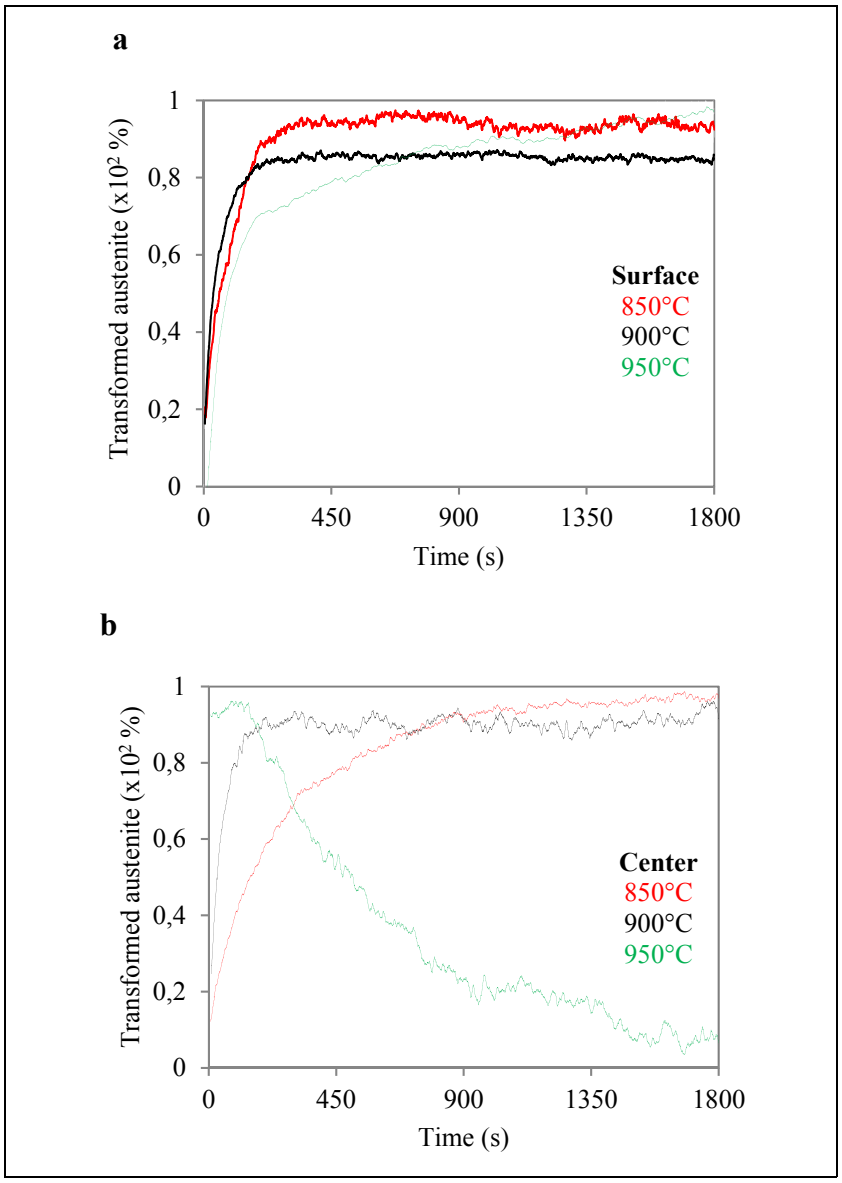

Figure 4.7 Volume fraction of formed austenite in the studied steel at: (a) Surface and (b) Center, during the isothermal austenitisation

It can be seen that for all the specimens, taken from the surface and heated at 5 °C/s, a large amount of austenite was formed during the first 180 s of holding time and it took 1620 s to complete the transformation and reach the equilibrium phase fraction. The amount of austenite formed at the end of soaking time was 94%, 85% and 98%, respectively for 850, 900 and 950 °C. In contrast, in the center region, it took 850 s and 170 s, respectively for 850

°C and 900 °C with a volume fraction of austenite of about 96% for both temperatures, at the end of holding. As discussed above (Fig. 4.7b), the transformation to austenite is nearly at 100% when reaching austenitization temperature of 950 °C.

The constants for the JMAK equation corresponding to the second stage of austenite transformation were also calculated based on dilatometry results and the results are reported in Table 4.3. Low values for *n*, around 0.6, were found for all conditions, expect at 950 °C, where *n* is around 0.95. However, these values are in the range (0.5-2.5) reported by Machlin (Machlin, 2007) for diffusion controlled transformation. Here, it is concluded that the austenite growth is one dimensional (grain interior) as the nucleation rate decreases. It should be noted that, the dissolution of carbides (Asadabad, Goodarzi et Kheirandish, 2008) is an additional factor that will contribute to the decreasing of the nucleation rate with increased austenitization temperature reported in Table 4.3.

Table 4.3 The kinetic parameters (2nd stage of austenitization) of the investigated steel at different austenitization temperatures

Temperature (°C)	*n, Surface*	*k, Surface*	*n, Center*	*k, Center*
850	0.68	0.0473	0.67	0.0252
900	0.60	0.0848	0.66	0.0822
950	0.95	0.0104	-	-

4.3.2 Dilatometry analysis of continuous cooling stage

Dilatometry experiments reproducing the heat treatment cycles reported in Table 4.2 were conducted. The changes in length of samples (ΔL) as function of temperature were recorded in order to collect information about the phase transformations that occurred and their start and stop temperatures. Figs. 4.8 (a and b) show the cooling part of the dilatometry tests and their first derivatives as a function of the austenitization temperature and the cooling rate corresponding to different locations in the forged block. The 0.1 ºC/s cooling rate corresponds to the center region and 1 ºC/s that of the surface.

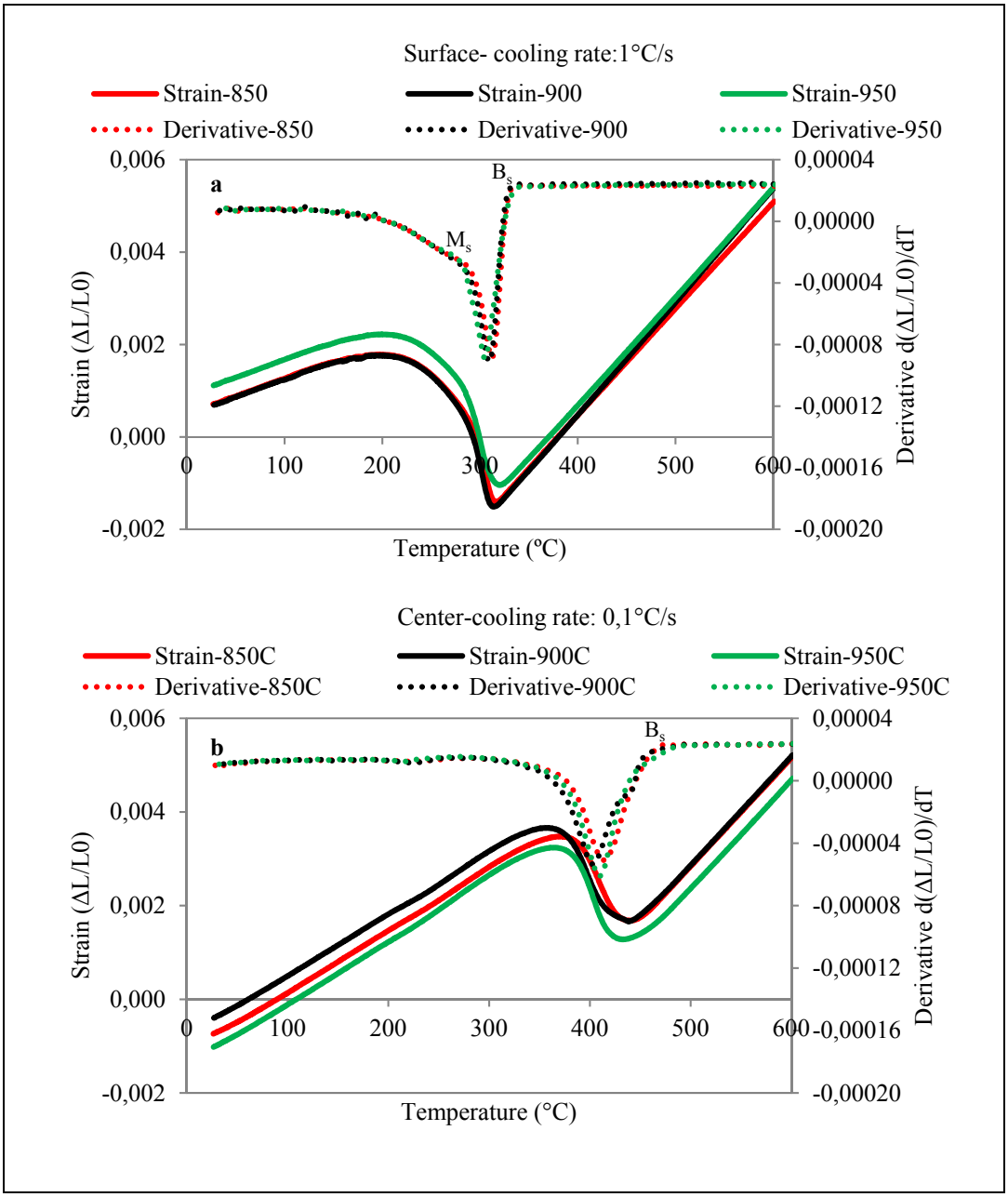

Figure 4.8 Dilatometric and their first derivation curves during continuous cooling for different austenitization temperatures: (a) Surface and (b) Center

Cooling after austenitization causes thermal contraction until the bainite transformation (B_s) starts. Then, it produces an expansion in the sample. For the center specimens, the B_s is increasing with the austenitization temperature as indicated in Table 4.4.

Table 4.4 Transformation temperatures and length variations obtained by dilatometry

	Surface zone			**Center zone**		
Temperature (°C)	**850**	**900**	**950**	**850**	**900**	**950**
B_s	335	337	344	475	490	495
M_s	280	282	282	-	-	-

For the surface region, it can be seen from the curves that multiple phase transformation is activated during cooling. For samples austenitized at 850 and 900 ºC, the bainitic transformation started at around the same temperature (335-337 ºC). In contrast, the sample austenitized at 950 °C had a clearly higher bainite start temperature, which will be discussed in the following paragraph. A smaller expansion, corresponding to martensitic transformation, was observed around 280 °C, for the three austenitization temperatures. This finding indicates that the austenitization temperature did not have a significant effect on the M_s temperature.

Santuliana et al. (Santuliana et al., 2011) and lee et al. (Lee et Lee, 2005) reported that austenite enrichment occurs during the heating and isothermal holding as a result of the dissolution of carbides. This enrichment increases with increasing the austenitization temperature and therefore will affect the transformation points. Thermodynamic calculations, using FactSage, indicated austenite enrichments of C, Cr, Mo and V contents (Table 4.5) after isothermal holdings at 850, 900, and 950 °C, respectively.

Table 4.5 Calculated compositions of the equilibrium austenite at different austenitization temperatures

Temperature (°C)	850	900	950
Mo	$3.84x10^{-3}$	$4.98x10^{-3}$	$5.3x10^{-3}$
Cu	$1.61\ x10^{-3}$	$1.6\ x10^{-3}$	$1.6\ x10^{-3}$
Ni	$5.03\ x10^{-3}$	$5.01\ x10^{-3}$	$5\ x10^{-3}$
Mn	$9.97\ x10^{-3}$	$9.91\ x10^{-3}$	$9.9\ x10^{-3}$
Cr	$0.175\ x10^{-2}$	$0.186\ x10^{-2}$	$0.186\ x10^{-2}$
V	$0.53x10^{-3}$	$0.92\ x10^{-3}$	$1.49\ x10^{-3}$
Si	$4.13\ x10^{-3}$	$4.1\ x10^{-3}$	$4.1\ x10^{-3}$
C	$3\ x10^{-3}$	$3.35\ x10^{-3}$	$3.5\ x10^{-3}$

However, in the center region, the dilatometry results show (Table 4.4) an increase of bainite temperature start transformation from 475 to 495 °C with increasing austenitization temperature from 850 to 950 °C. Lee et al. (Lee, Park et Lee, 2008) reported that as with finer austenite grains the length of grain boundaries increases; therefore, more obstacles will be present for the growth of new phase, which finally reduce the transformation start temperature.

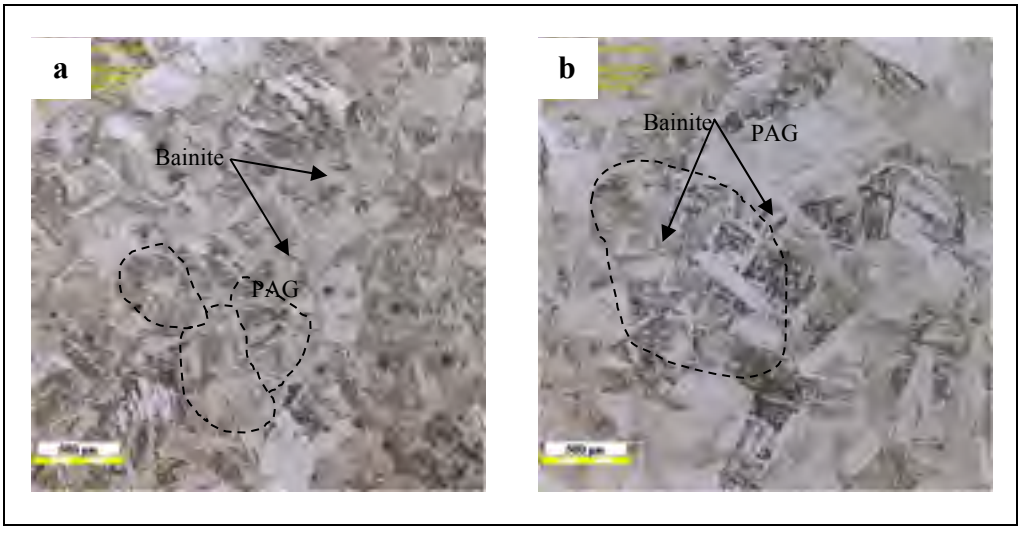

Figure 4.9 Optical microscope images of the initial microstructure of the received steel taken from: (a) Surface and (b) Center; representing different initial grain size

In a previous investigation, calculations of the average prior austenite grain size (PAGS) indicated that in the surface region PAGS were 0.35 times smaller in comparison with the center region (Fredj, Nanesa et Jahazi, 2018), as shown in Fig. 4.9.

4.3.3 Microstructure observations and microhardness measurements

The microstructures for the three austenitization temperatures and the two examined cooling rates of 0.1 and 1 ºC/s are shown in Fig. 4.10 where bainite can be distinguished from martensite and ferrite (Gouné et al., 2012). Bainite appears in bright color whereas martensite appears in dark. Ferrite appears in white color under the laser microscope.

For the center region (i.e. slow cooling rate), after austenitization at 850 °C, the resulting microstructure consists of ferrite located at the grain boundaries and bainite within the grains. At 900 °C, the ferrite phase disappears and the microstructure is composed of martensite and bainite. As the holding temperature increases to 950 °C, the bainite content increases and the extent of the martensitic zones decreases. For the surface region, in contrast, the microstructure is mainly bainite with small amount of martensite at 850 °C. The martensite content increases as the temperature increases to 900 °C and the microstructure becomes fully martensitic at 950 °C.

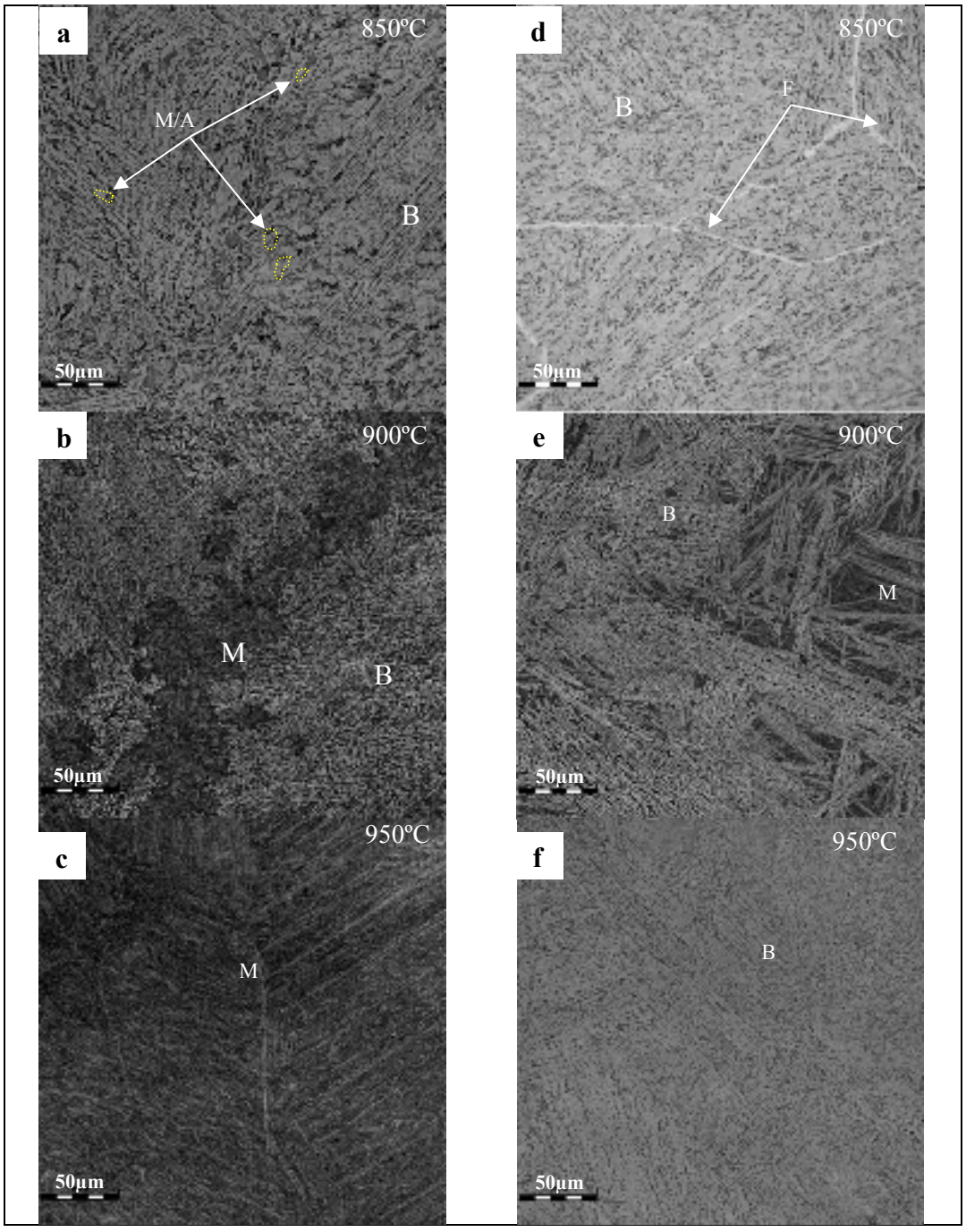

Figure 4.10 Optical micrustructures of the studied steel cooling at different rates, a), b) and c) 1 °C/s (Cooling rate corresponding to the Surface), d), e) and f) 0.1 °C/s (Cooling rate corresponding to the Center)
*M: martensite, B: bainite, F: ferrite, M/A: microconstituent of martensite and retained austenite.

The presence of ferrite in the microstructure at the austenitization temperature of 850 °C for the slow cooling rate (0.1 °C/s) could be related to the reduction of the carbon diffusion in austenite due to the presence of alloying elements such as Mo and Cr (Zheng et al., 2017). Indeed, as shown in table 4.5 the concentration of these elements in austenite increases when the austenitization temperature is increased from 850 to 950 °C. Zheng et al. (Zheng et al., 2017) reported that the presence of these elements reduces the carbon diffusion and delays the decomposition of austenite during the cooling process. Using the calculation method presented in (Ferrari et al., 2014b), the austenite enrichment in Mo and Cr was calculated at different temperatures and its impact on modifying the transformation points and transformation products are presented in Fig. 4.8.

As described in paragraph **4.3.2**, at 950 °C, austenite has higher carbon content, nearly equivalent to the nominal composition. As reported by Zheng et al. (Zheng et al., 2017), this may lead to the formation of carbon poor and carbon rich regions. Austenite is stabilized in the carbon rich zones, resulting in the formation of retained austenite while ferrite forms in the carbon poor regions which ultimately will form the bainite. As the cooling rate increases, the diffusion of carbon and iron atoms are slowed down and the reorganisation of the lattice can only be produced by shear; therefore, martensite transformation appears. The concomitant presence of martensite and bainite was related to the incomplete dissolution of carbon-rich cementite or other carbides of the initial microstructure during austenitization by Andreiev et al. (Andreiev, Grydin et Schaper, 2016). The authors reported that, the shorter the time for completing the time-dependent carbon diffusion process, the less homogeneous the carbon distribution within the austenite will be; therefore, austenite grains or regions near the carbides are carbon-rich and remote grains or regions are almost carbon-free (Andreiev, Grydin et Schaper, 2016).

Fig. 4.11 illustrates the SEM images of all the studied samples. Different morphologies of bainite have been identified by SEM depending on the cooling rate and the austenitization temperature.

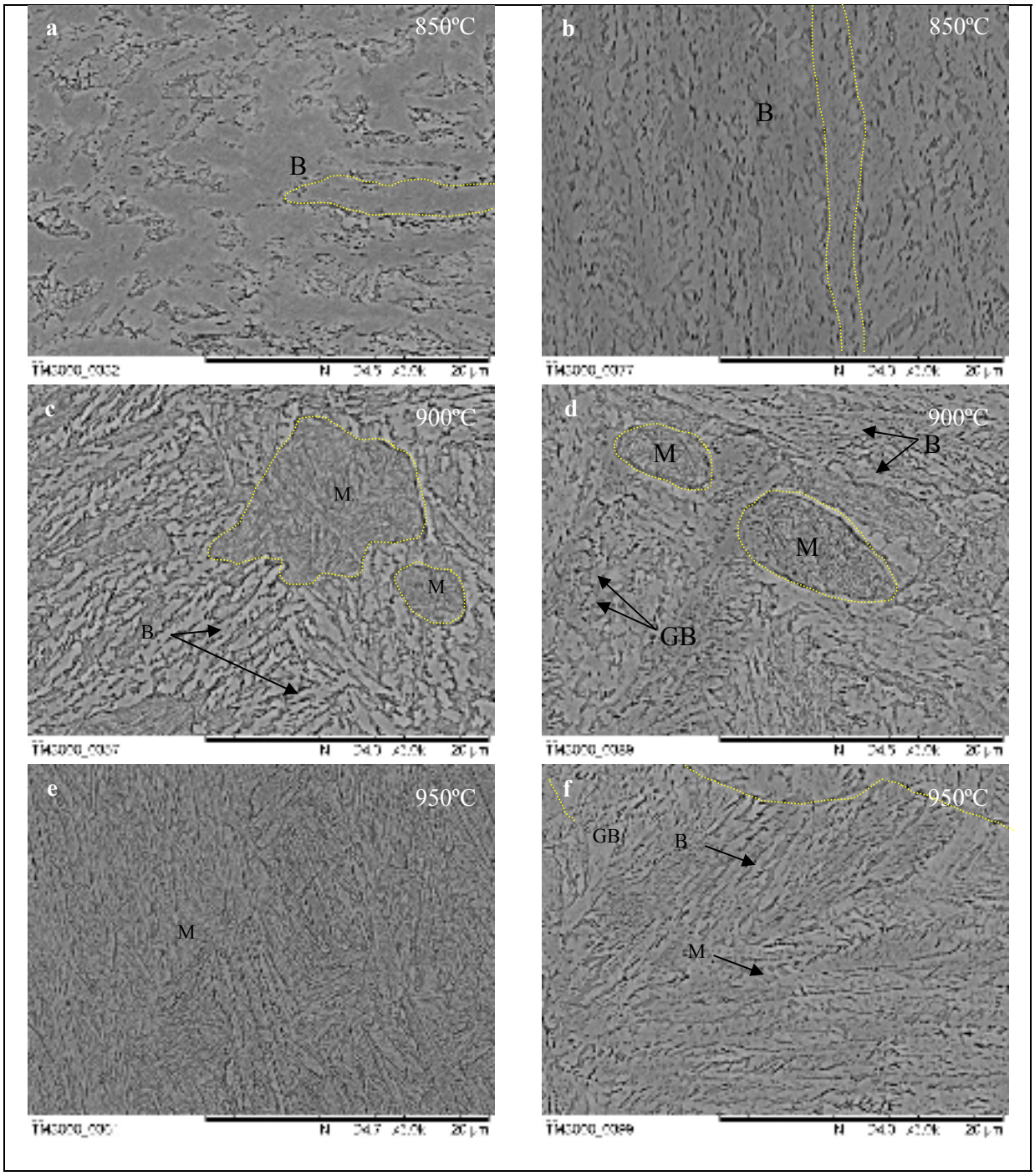

Figure 4.11 Microstructure of ingot cooling from different austenitization temperature. (a, c and e) Surface of the ingot cooling at 1 °C/s, (b, d and f) Core of the ingot cooling at 0.1°C/s

*M: martensite, B: bainite, GB: globular bainite.

The sample, taken from the surface and cooled from 850 °C, (Fig. 4.11a), shows thin, long and well defined laths which are similar to lower bainite, formed at 355 °C, as also reported by Caballero et al. (Caballero et al., 2012). EBSD maps show clearly the presence of retained austenite between the laths of bainite as presented in Fig. 4.12. In contrast, the microstructure in the sample cooled from 900 °C is more complex: significant amounts of martensite, bainite with thin and short laths, granular bainite, and finally discrete islands of martensite/retained austenite constituents can be observed (Fig.4.11c). These results confirm the dilatometry results on the B_s and M_s points as a function of the austenitization temperature, reported in Figs. 4.8.

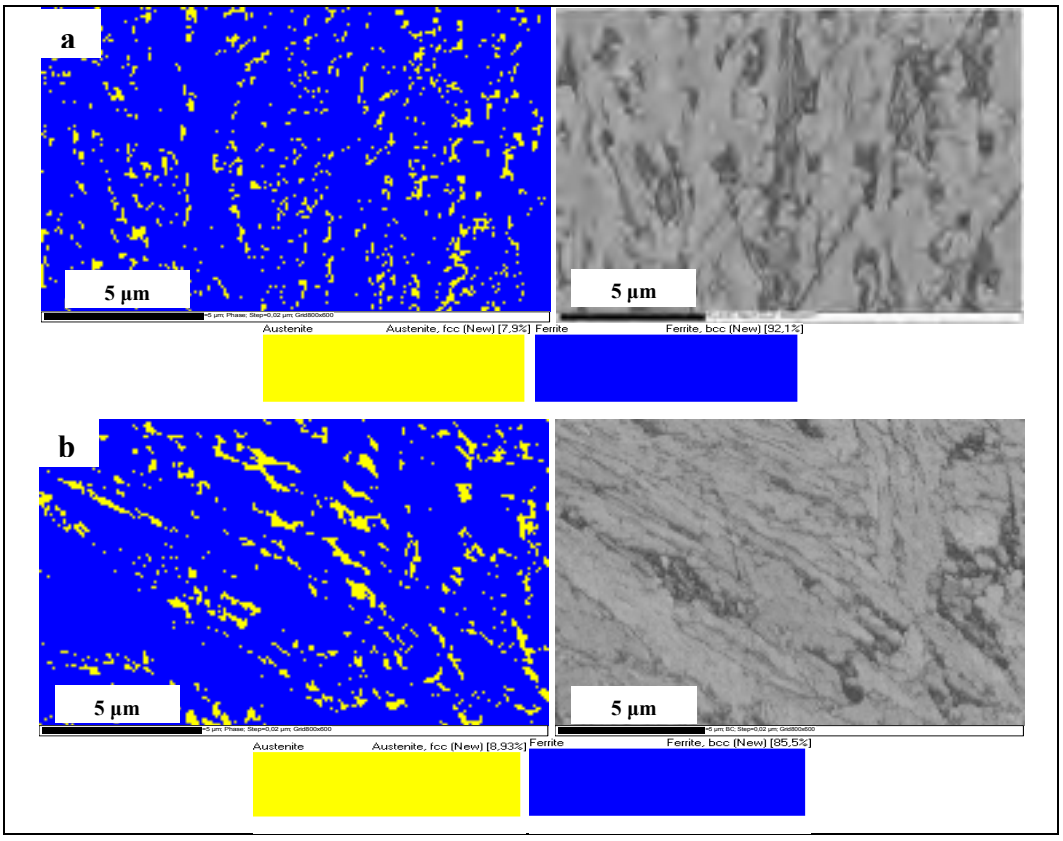

Figure 4.12 Example of EBSD maps for samples heated at 850°C from: (a) surface region, (b) center region

The microstructure in Fig.4.11d, corresponds to the center region (cooling rate of 0.1 °C/s) grain size of (350 µm), shows thick and very long parallel bainite which is formed at 475 °C.

Coarser globular bainite and thick bainite were observed in the microstructure cooled from 900 and 950 °C as illustrated in Figs. 4.11 (d and e). Bainite was obtained at 490 and 495 °C for 900 and 950 °C, respectively. Caballero et al. (Caballero et al., 2012) reported that upper bainite is formed at temperatures ranging from 525 down to 475 °C (Long et al., 2014). Finally, it should be noted that formation of ferritic carbides within or between the laths of bainite is expected to occur during cooling; however, due to their very fine sizes (less than 200 nm (Di et al., 2016)), their detection and observation was not possible and would require the use of transmission electron microscopy.

The variation of microhardness, which is an indication of the different phase proportions in the microstructure, is in Fig. 4.13.

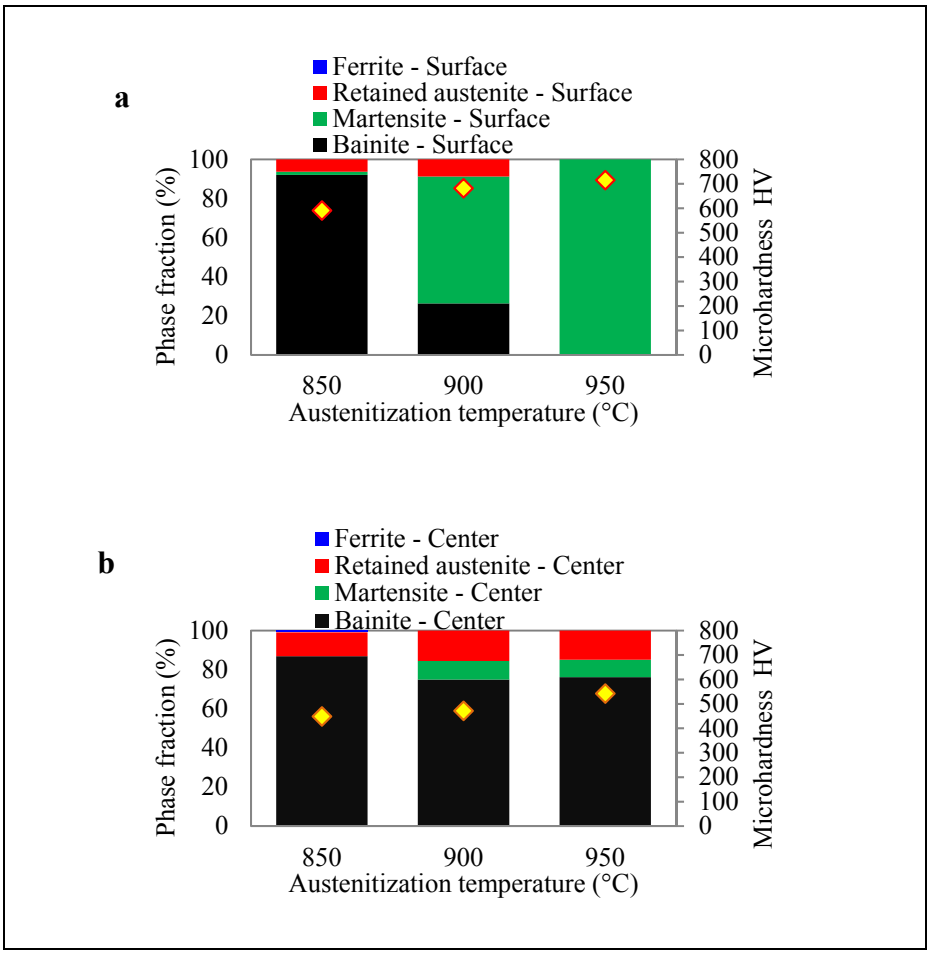

Figure 4.13 Phase fractions at diffrent austenitization temperatures and their corresponding microhardness, (a) Surface and (b) Center

It can be seen that the microhardness increased with increasing austenitization temperature and cooling rate. Microstructure of the center region, cooled at 0.1 °C/s and austenitized at 850 °C, with a hardness of 448 HV, consists of 1% of ferrite, 87% of bainite and 12% of retained austenite, as determined by XRD diffraction diagrams shown in Fig. 4.14.

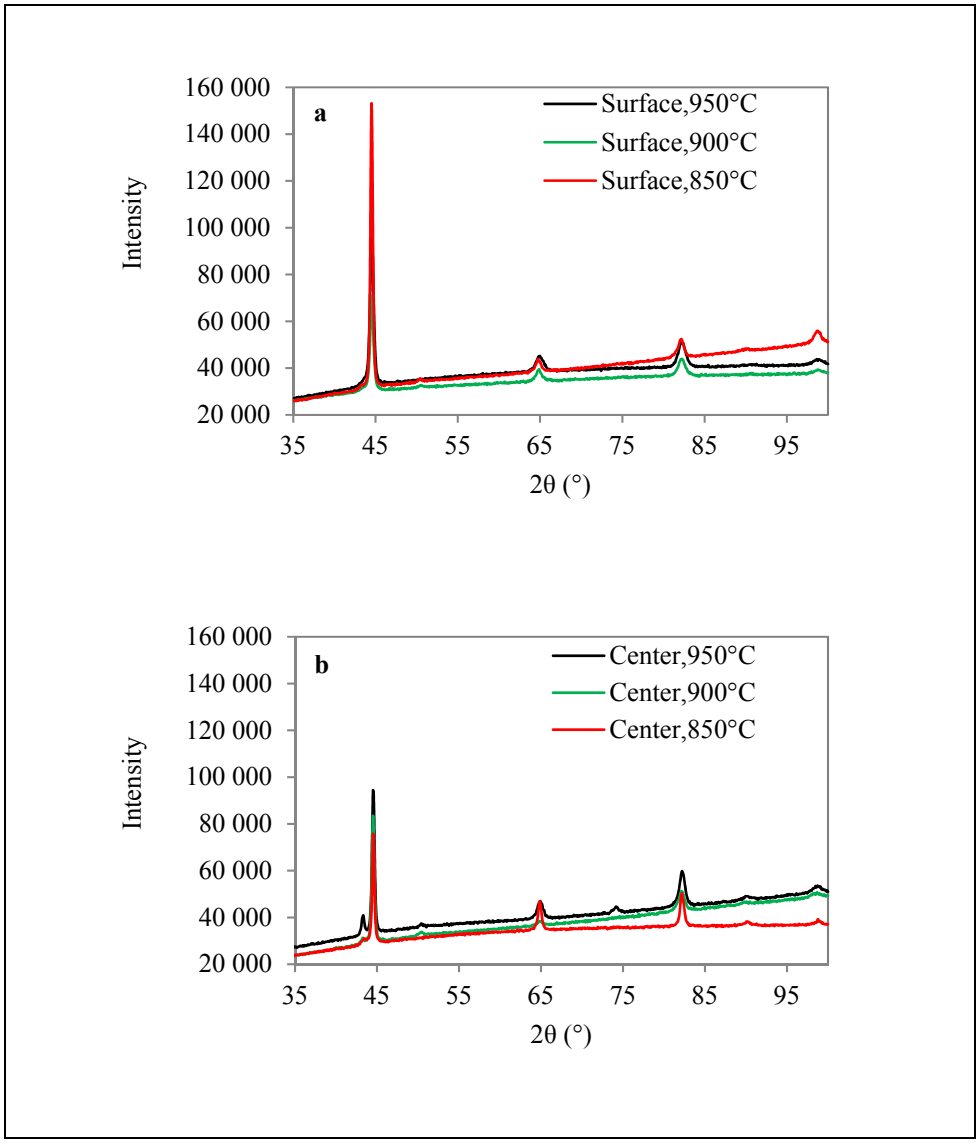

Figure 4.14 XRD results for Surface (a) and Center (b) at different austenitization temperatures

Increasing the temperature to 900 °C, ferrite disappears, retained austenite increases to 15.5%, martensite is about 9.5% and the rest is bainite (75%), with a hardness value of 471 HV. However, the proportion of the phases didn't change significantly when the austenitization temperature was increased to 950 °C (76% bainite, 9% martensite and 15% retained austenite). But, the hardness reached about 541 HV. The high value of hardness is associated with the increased dissolution of the alloying elements in the matrix at 950°C, as discussed above. For the specimen from the surface region cooled at 1 °C/s, the dominated microstructure at 850 °C was bainite (92%) with minor amounts of martensite (2%) and retained austenite (6%). The hardness was also representative of a nearly fully bainitic microstructure (590 HV). For samples austenitized at 900 °C, bainite decreased to 26% and large amounts of martensite appeared (65%) with 9% of retained austenite and a hardness of 681 HV. Finally, a fully martensitic structure was obtained at 950 °C with a hardness value of 714 HV.

4.4 Summary and conclusions

The effect of starting microstructure, austenitization temperature, and cooling rate from different regions of a large size forged block of a medium carbon low alloy steel was investigated in this study. It was found that the phase transformation during thermal hardening process is different in the surface and center regions. The root causes for each variation was studied and analyzed in detail. The following specific conclusions can be drawn from this study:

- The transformation mechanism for the first stage of austenite formation was identified to be shear induced while for the second stage it was a diffusion controlled mechanism.
- Kinetic parameters, n and k, were calculated for each stage of austenitization using JMAK equation. The change of heating rate and austenitization temperature show significant effects on n and k. n increases with increasing the austenitization temperature for each zone, while it does not exceed 1 in the second stage of

austenitization. Moreover, k was observed to increase as the heating rate changed from 0.5 to 5 °C/s. While, it decreases as the austenitization temperature increases.

- Increasing the austenitization temperature from 850 to 950 °C, as well as variation in cooling rates and prior austenite grain size in the block, influence the nature and the volume fraction of phases. Higher austenitization temperature (950 °C) leads to greater amount of martensite in the surface and mainly bainite in the center.
- The phase fraction and different morphologies of bainite were identified and were correlated with dilatational analysis. It can be said that in the surface area bainite is dominantly lower bainite with a B_s around 337 °C while upper bainite formed in the center regions with a B_s of 490 °C.

CHAPITRE 5

INFLUENCE OF PRIOR AUSTENITE GRAIN SIZE AND LONG AUSTENITIZATION TIME ON PHASE TRANSFORMATION CHARACTERISTICS DURING QUENCHING OF LARGE SIZE FORGED STEEL BLOCKS

Emna Ben Fredj[1], Hadi Ghasemi Nanesa[1], Mamoun Medraj[2], Jean -Benoit Morin[3], Mohammad Jahazi[1]

[1]Department of Mechanical Engineering, École de technologie supérieure, 1100 Notre-Dame Street West, Montreal, QC, Canada H3C 1K3
[2]Department of Mechanical Engineering, Concordia University, 1455 Boulevard de Maisonneuve West, Montreal, QC, Canada H3G 1M8
[3]Finkl Steel-Sorel, 100 McCarthy, Saint-Joseph-de-Sorel, QC, Canada, J3R 3M8

Article soumis au journal « Metallography, Microstructure, and Analysis »,
9 décembre 2018

L'objectif de cet article est d'étudier l'influence de la taille de grain austénitique de départ et un long traitement d'austénitisation sur la nature des transformations de phases durant le traitement de trempe. Plus précisément, l'impact de ce traitement sur la transformation de la bainite et l'enrichissement en carbone de l'austénite est discuté. Un temps d'austénitisation de 12 h a été déterminé comme le plus adapté pour minimiser la quantité d'austénite résiduelle pour ce traitement thermique.

Abstract:

In this paper, the influences of austenitization time ranging from 30 min to 24 h on the nature of phase transformations, activated during cooling, was investigated for two different microstructural conditions, in a high strength steel. The two microstructures correspond to those observed in the surface and center regions of large size high strength steel components such as turbine shafts and aircraft landing gears. A combination of high resolution dilatometry, optical and electron microscopy, image analysis and X-ray diffraction, was used

to study phase and microstructure evolutions and identify the related mechanisms. The results indicated that for the starting microstructure, with finer prior austenite grains, the austenitization holding time had a notable effect on the evolution of the different phases. A multiphase structure was found in the samples austenitized for 30 minutes while martensitic microstructure became dominant for 5 h, 12 h, and 24 h holding times. When the starting prior austenite grain size was very large (350 μm); the microstructure was bainitic after cooling; however, the volume fraction of bainite continuously decreased while that of retained austenite increased with increasing the austenitization holding time. The kinetics of bainitic transformation were studied and correlations made between the nucleation and growth rates of bainite and the austenitization holding time. The influence of carbon content in austenite, as a function of the holding time, and its impact on phase transformation products is also discussed and related to the phase transformation products.

Keywords: high strength steel, varied thermal regime, dilatometry, grain size, dominant transformation

5.1 Introduction

Large size forgings in the form of round products such as turbine shafts and aircraft landing gears or square shape blocks for die manufacturing occupy a very important place in steel industry. The high strengths required for the intended applications necessitate a hardening process consisting of austenitizing and rapid quenching after the forging operation. However, as reported by Jan et al. (Jan et al., 2006) and Luo et al. (Luo et al., 2008) due to the large size of the components, a gradient in prior austenite grain size (PAG) and multiphase microstructures are observed between the surface and the center regions in the as forged material. PAG is one of the most important microstructural factors since it determines the active phase transformations and final mechanical properties such as strength, hardness, toughness, and ductility (Mordike et Ebert, 2001; Wegman et al., 1990). The non-uniformity in grain size from the surface to the center is accompanied by changes in the morphology,

nature and proportion of phases, obtained after thermal hardening cycles which further affect the mechanical properties (Hu, Hodgson et Wu, 2014).

The austenitization process, mainly defined by the temperature and soaking time, significantly influences the grain growth behavior of austenite (K. A. Alogab, 2007; S.-J. Lee, 2008; Xu et al., 2017; Zhang et al., 2011): Zhang et al. (Zhang et al., 2011) reported that austenite grain size in 300M steel increases from 10 to 36 μm for 900 ˚C and from 67 to 110 μm for 1050 °C. In their study, the grain growth was studied for holding time in the range from 5 to 120 min. In another study, Xu et al. (Xu et al., 2017) reported the effects of holding times ranging from 10 to 180 min on grain growth behavior of a high strength steel utilized to manufacture automobile engine bolts. Their results showed that the austenite grain size increased by 3.5 times at 850°C and by 1.3 times at 1050 °C as the holding time increased from 10 to 180 min for initial grain sizes of 11 and 59 μm, respectively. The austenite grain size affects also the kinetics of phase transformation and the volume fraction of different phases and microstructures formed during the hardening process. Hu et al. (Hu, Hodgson et Wu, 2014), showed that the transformation of bainite was accelerated by coarse austenite grains in a high carbon bainitic steel. They concluded that this was because with coarse austenite grains, there are fewer nucleation sites, which therefore provide an environment that is favorable to the growth of bainitic sheaves.

The austenitization process also modifies the carbon content of austenite. A sufficient holding time is required to obtain a more uniform and homogeneous chemical composition, through the dissolution of carbides, causing the redistribution of carbon and influencing phase components and transformation during cooling (Ferrari et al., 2014b; Santuliana et al., 2011). Andreiev et al. (Andreiev, Grydin et Schaper, 2016) studied the influence of rapid austenitization (2 s) at different soaking temperatures on the microstructure and mechanical properties of a low carbon steel. They found that the resulting microstructure consisted of martensite and bainite with smaller packet sizes. However, few studies are available on the application of long austenitization holding time and its impact on microstructure evolution (Kang et al., 2012). Kang et al. (Kang et al., 2012) studied the effects of low heating rate and long austenitization times (11 h) with various cooling rates on carbide dissolution and phase transformations of large size medium carbon steels. They found that microstructure evolved

from fully martensitic with undissolved carbides to a perlitic-bainitic one along the radial direction of the component. However, the influence of starting microstructure was not investigated.

In the present work, the influence of the starting prior austenite grain size, on the nature of phase transformations upon cooling, and austenitization time is investigated. Specifically, the impact of such treatments on bainite transformation and austenite carbon enrichment are discussed.

5.2 Materials and Experimental Procedures

The chemical composition (wt %) of the medium carbon low-alloy steel investigated in this study is 0.35 C, 0.149 V, 0.99 Mn, 0.41 Si, 0.5 Ni,1.86 Cr, 0.53 Mo, 0.16 Cu and bal. Fe.
The as-received cylinders were 127 mm in diameter and 254 mm in length, and were cut from a large forged slab (40 metric tons) with the following dimensions: 3683×330×1265 mm. The microstructure of the as forged slab consisted of bainite and retained austenite after hot forging. The two investigated zones of the large slab are characterized by PAGS of 100 and 350 μm within the surface and center zones, respectively. In order to study kinetics of transformation, a hardening cycle was carried out using a high resolution TA 805 A/D dilatometer. Cylindrical samples 4 mm in diameter and 10 mm in length were prepared using electro-discharge machining.

Two heating rates, 0.5 °C/s and 5 °C/s, were used to heat up the samples to an austenitization temperature of 900°C. The samples were then soaked for different times (0.5, 5, 12 and 24 h). After that, the samples with the large PAG were cooled at a rate of 0.1 °C/s while those with smaller PAG were cooled at 1 °C/s. The above heating and cooling rates were determined from the finite element simulation and experimental validation work carried out in our research group. After the heat treatment, the samples were cut, ground and polished using standard metallographic techniques. They were then etched to reveal the microstructure in a solution composed of NaOH (40 g) + H_2O (60 g) + $NaNO_3$ (15 g) (Gouné et al., 2012). Optical and scanning electron microscopes (Hitachi TM3000 SEM) were used to examine the

etched microstructures. A quantitative analysis of the microstructures was carried out using an image analyzer software application (MIP) (Asia, February, 2018) to calculate the phase fractions of bainite and martensite for all testing conditions. X-Ray diffraction (XRD) analysis was carried out in X'Pert3 MRD PANalytical with a Cobalt target with a step size of 0.05013° and a scan interval from 30° to 120°. The lattice parameters of austenite and ferrite were determined from the X-ray patterns using Bragg's law and the carbon content of the austenite phase (Hajiakbari et al., 2010) was estimated using the following equation:

$$a_\gamma = 3.555 + 0.044\, C_c \tag{5.1}$$

Where a_γ is the austenite lattice parameter (A°) and C_c is the carbon weight percent.

In the case of bainite and martensite, the lattice parameters, *a* and *c*, were determined only from the (110) and (200) peaks, using the following equations (Kang et al., 2009):

$$c = \frac{\lambda}{\sqrt{2}\sin\theta_{(110)}} \tag{5.2}$$

$$a = \frac{\lambda}{\sin\theta_{(200)}} \tag{5.3}$$

Where λ is the monochromatic wavelength (nm).

The carbon content for bainite and martensite was taken into account by equations (5.4) and (5.5) (Kang et al., 2009) in the calculation of the lattice parameters:

$$c' = a_0 + (0.020 \pm 0.002)[C], ([C] < 0.56\ wt\%, \quad when\ [C] < 0.30\ wt\%, c' = a) \tag{5.4}$$

$$a' = a_{0.3} - (0.014 \pm 0.002)\,[C], (0.30\ wt\% < [C] < 0.56\ wt\%) \tag{5.5}$$

Where $a_{0.30}$ is the lattice constant when the Fe contains exactly 0.30%C and a_0 is the lattice parameter of BCC iron.

The volume fraction of retained austenite was calculated according to ASTM E975-13 standard (ASTM, 2013). Vickers microhardness tests were carried out according to ASTM E384- 11, with a load of 50 gf dwell time 15 s (ASTM, 2012).

5.3 Results and discussion

5.3.1 Dilatometry analysis

Figs. 5.1a and 5.1b show the experimentally measured length change (ΔL) divided by the initial length (L_0) versus temperature for the microstructures with small PAGS and large PAGS, respectively. The martensite start transformation temperature, M_s, and bainite start transformation temperature, B_s, were determined using the derivative of the curves in Fig. 5.1.

It can be seen that for the samples with large PAG, for all tested soaking times, austenite dominantly transforms into bainite during cooling from 900 °C. The B_s increases from 472 to 482 °C as the soaking time increases from 0.5 to 24 h (see Table 5.1). For 0.5 h soaking time, the dilatometric curve shows a small transformation at 437 °C, which is associated with the martensitic transformation. In contrast, when the PAG is small, the dilatometric curves show the presence of two transformations during cooling. For the 0.5 h soaking time case, the bainite transformation starts at 337 °C (about 150 °C lower than the B_s for the samples with large PAGS). However, as the austenitization time increases from 5 to 24 h, the dilatometric curves show the occurrence of two martensitic transformations. M_{s1} is as associated with the martensite start temperature for the first martensite peak, and its value was calculated using the first derivative method. M_{s1} shows a slight increase from 356 to 363 °C with increasing soaking times. As indicated in Table 5.1, the second martensitic transformation, M_{s2}, starts at around 285 °C, and like M_{s1}, slightly increases with the austenitization holding time. The above observations on the evolution of transformation points with increase in the austenitization time could be related to the changes in the austenite grain size. For example, Hanamura et al. (Hanamura et al., 2013) reported that, as the austenite grain size is increased to 30, 84 and 245 μm, the M_s points increased to 340, 370 and 390 °C, respectively.

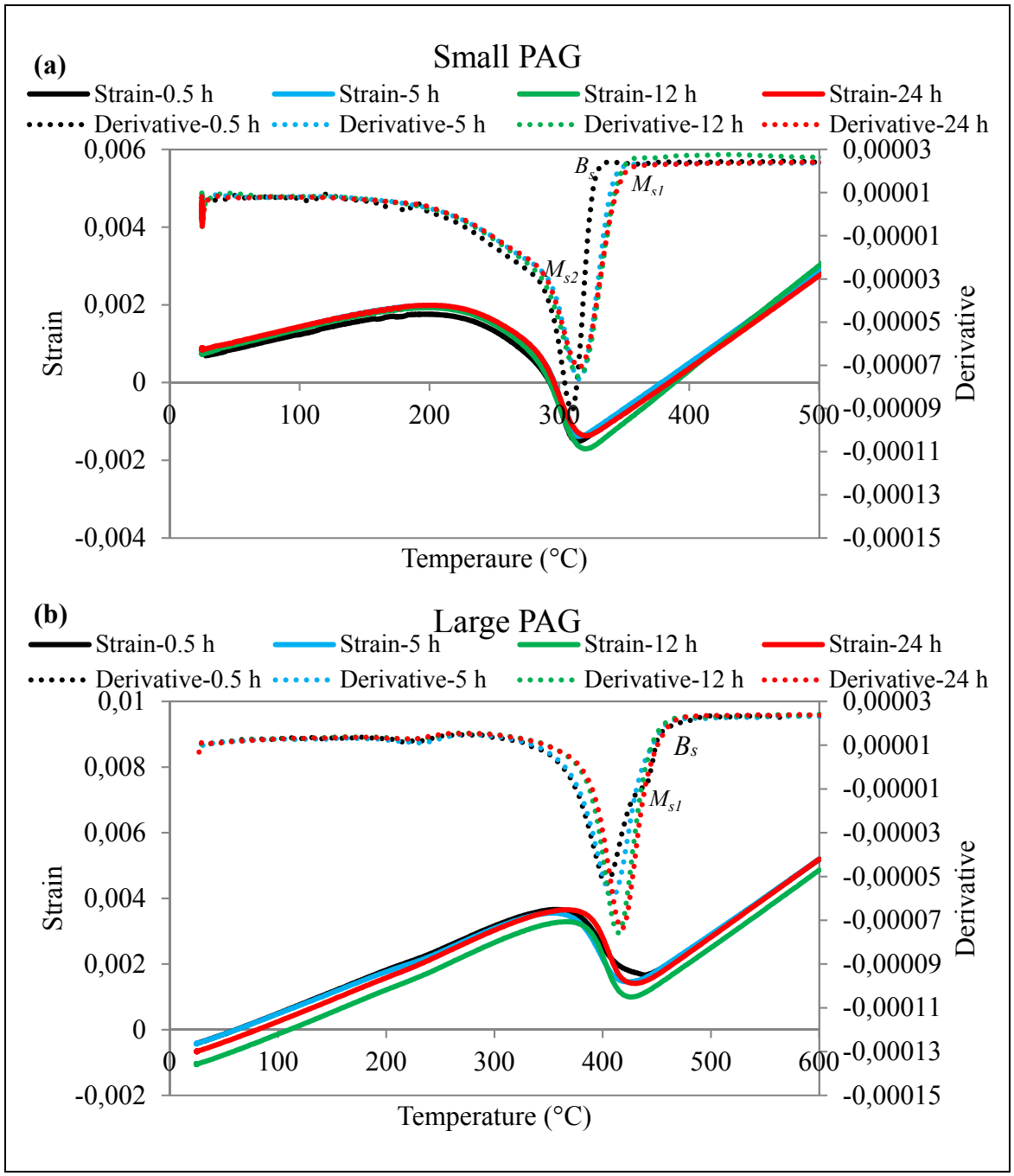

Figure 5.1 Dilatometry and their first derivation curves during continuous cooling for different austenitization times: (a) Small PAG; (b) Large PAG

Table 5.1 Transformation temperatures obtained by dilatometry

	Zone with small PAGs				Zone with large PAGs			
Holding time (h)	0.5	5	12	24	0.5	5	12	24
B_s	337	-	-	-	472	473	474	482
M_{s1}	-	356	360	363	437	-	-	-
M_{s2}	282	284	287	290	-	-	-	-

Lee et al. (Lee et Lee, 2005) also reported that fine-grained austenite has more grain boundaries which promotes diffusional transformation. However, since martensitic transformation is diffusionless (Bhadeshia, 2002), the martensite start temperature is pushed down to lower temperatures (Lee et Lee, 2005). Therefore, when the starting initial austenite grain size is larger (in our case 3.5 times), at least a slight increase is expected to be seen in the transformation points.

The above findings were also analyzed in the framework of the Sellars model (Xu et al., 2017) and using the equation proposed by Xu et al. (Xu et al., 2017) that relates austenite grain growth to the holding time:

$$d^n - d_0 = A.t.exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \tag{5.6}$$

In the above equation, d^n is the average grain size (μm); d^0 the prior austenite grain size (μm); t the holding time (min); T the austenitization temperature (K); R is the gas constant, which is equal to 8.31 J/(mol·K); Q the activation energy for grain growth (J/mol); and A and n are constants. The values of n, A and the activation energy Q were obtained from the Sellars work (Sellars, 1980) as well as that of Xu et al. (Xu et al., 2017) due to the similarity between the composition of the steels and range of grain sizes with the present work.

The calculated grain sizes (Fig. 5.2) for both zones (i.e. small and large PAGs) showed that an increase with the holding time; however the increase was more significant, 50 μm, for zones with smaller PAGs while it was only about 10 μm for the zones with large PAGs.

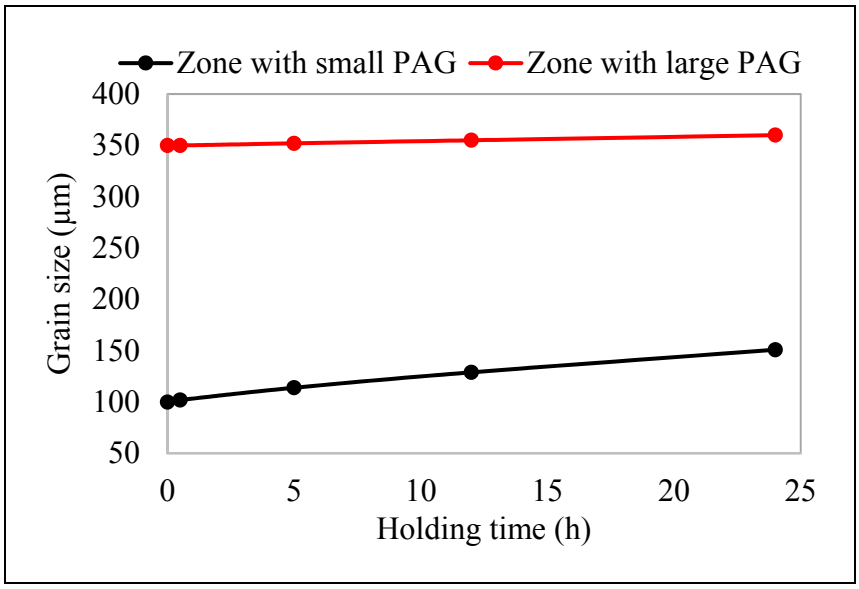

Figure 5.2 Grain size evolution with holding time for zones with small and large initial austenite grain sizes

5.3.2 Microstructure and hardness

The microstructures of all the specimens cooled at different cooling rates from 900 °C were observed by SEM, and illustrative examples are shown in Fig. 5.3.

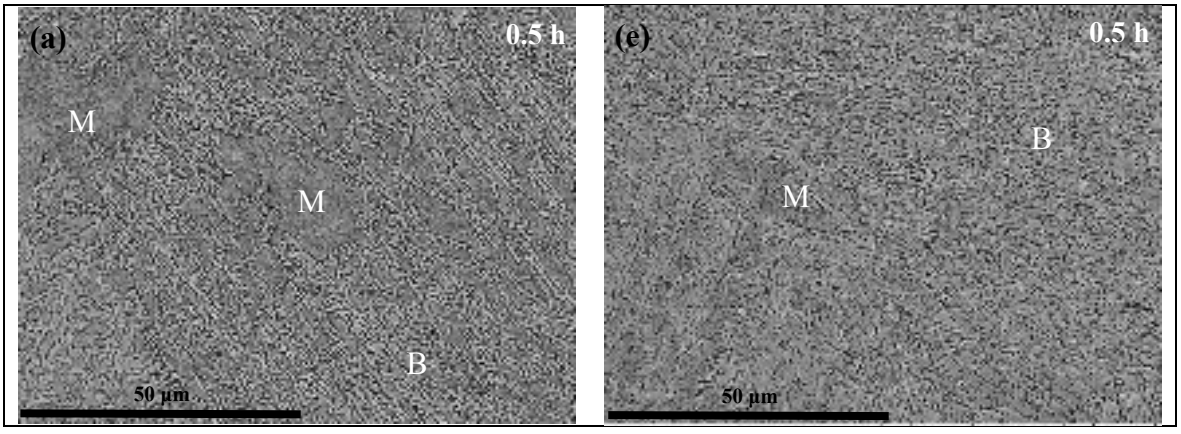

Figure 5.3 Microstructure obtained after different austenitization times (a, b, c and d); Small PAG zone, (e, f, g and h); Large PAG zone
M: Martensite; B: Bainite

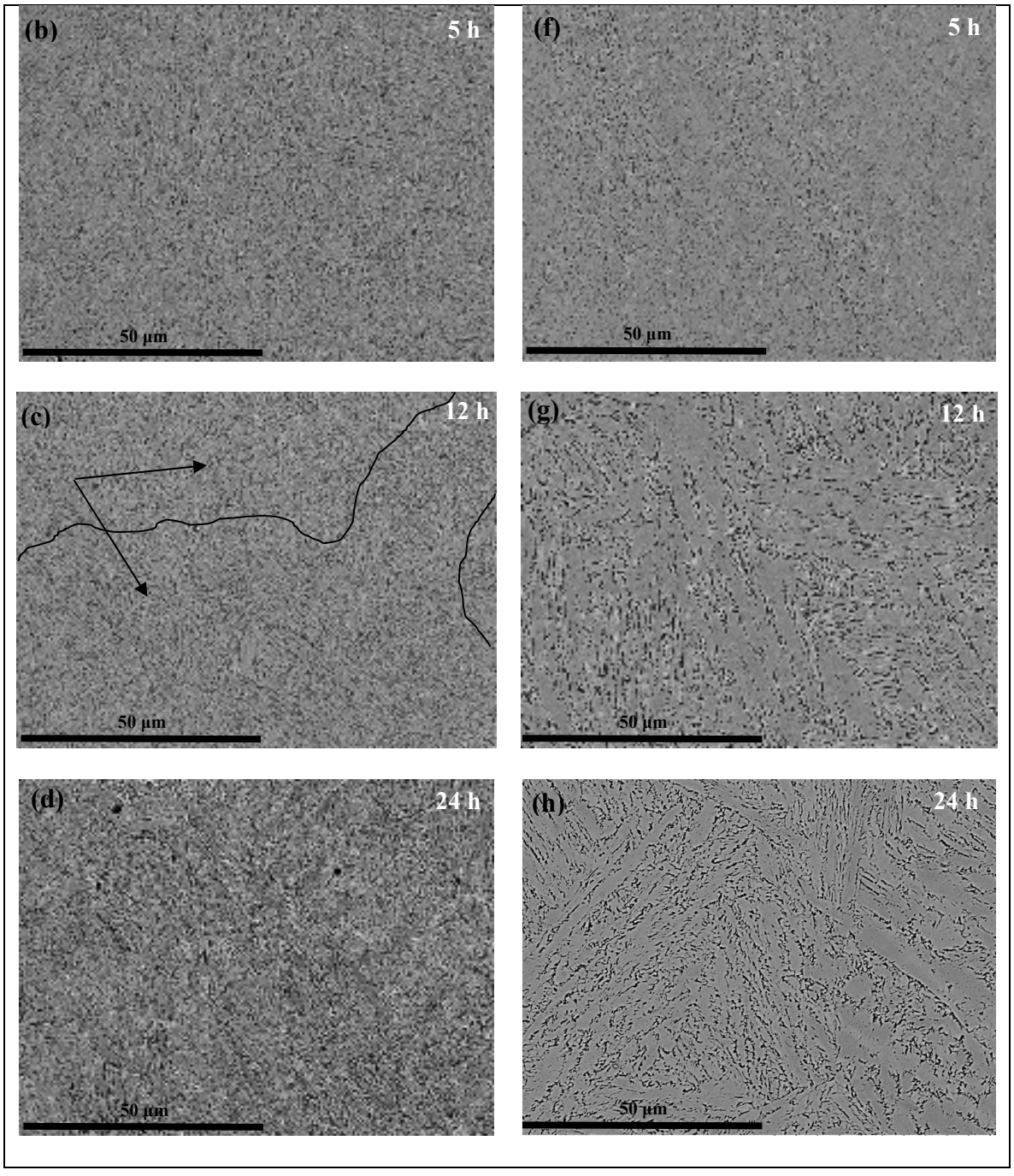

Figure 5.3 (Suite)

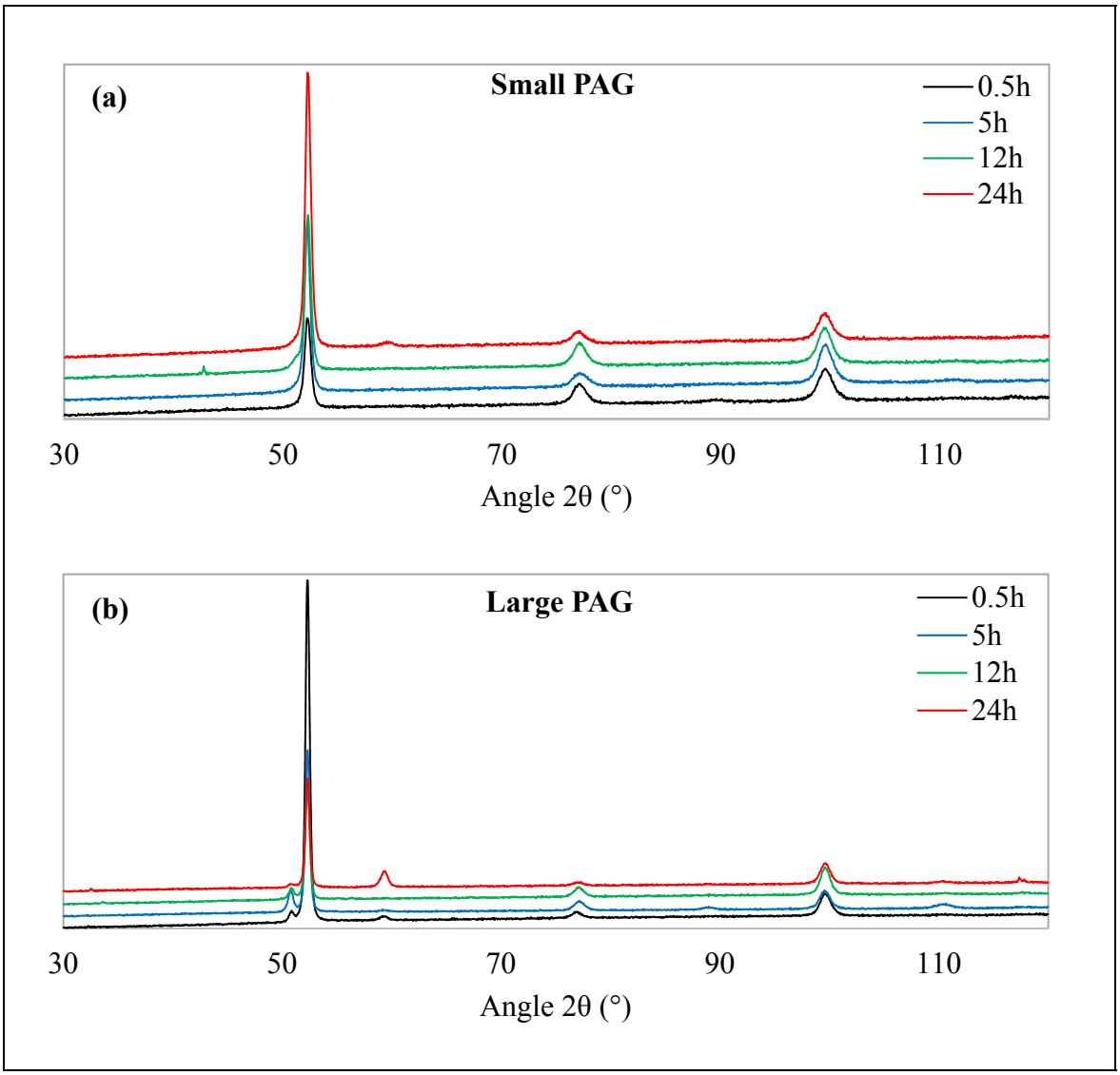

Figure 5.4 X-Ray diffraction pattern for different holding times from two zones of the large size block: (a) Smaller PAG; (b) Larger PAG

In these micrographs, *B* is bainite and *M* is martensite. The retained austenite was not discernible in the SEM and its presence was demonstrated from XRD analysis (Fig. 5.4). Microstructure examination indicated that for the small PAG zones, after 0.5 h of austenitization, a multiphase microstructure composed of fine bainite with thin and short laths, and discrete islands of martensite/retained austenite was obtained (Fig. 5.3a). The above findings confirm the dilatometry results on the B_s and M_s points as a function of the

austenitization temperature, reported in Fig. 5.1. As the austenitization time increases to 24 h, the microstructure is mainly martensitic. However, the morphology of martensite after 5 h of austenitization (Fig. 5.3b) was different from those obtained after 12 h (Fig. 5.3c) and 24 h (Fig. 5.3d). As illustrated in these figures, a clear transition, from fine laths to a combination of thin and thick blocks was observed when the holding time was increased from 5 to 12 and then to 24 h. The inflection points observed on the first derivation curves of all testing conditions for 5, 12, and 24 h in the small PAG region, shown in Fig. 5.1a, could be related to the transition from fine martensite to the thicker type.

For the regions with large PAGs, martensite and coarse bainite were observed in the microstructure after 0.5 h of austenitizing (Fig. 5.3e). However, as the austenitization time increased from 5 to 24 h, the amount of martensite in the final microstructure decreased continuously and completely disappeared after 24 h (Figs. 5.3f, 5.3g, and 5.3h). Furthermore, a significant increase in the size of bainite laths was also observed with increased holding times. Luo et al. (Luo et al., 2017) who studied the influence of 0.25 and 0.5 h holding time on the microstructure did not find major changes in the microstructure. Similarly, Yi et al. (Yi et al., 2007) reported that the amount of bainite decreased when the holding time was increased from 0.002 to 0.27 h. The observed differences in findings demonstrate that longer austenitization time is required before a significant influence could be observed in the microstructure.

Figs. 5.5a and 5.5b show the calculated volume fraction of different phases along with the microhardness measurements for each starting microstructure. The obtained results show that for the smaller PAG regions a large amount of bainite (23%) is present in the material after 0.5 h of holding but disappears with increased holding time with mainly martensite (85%) and retained austenite (15%) being present in the microstructure after 5 h.

When the holding time was increased to 12 h, the volume fraction of martensite increased to 98% and the retained austenite decreased to 2%. However, after 24h holding time the volume fraction of martensite slightly decreased to 92%.

For the region with larger PAGs, a mixture of bainite (83%), martensite (10%) and retained austenite (7%) was obtained upon cooling after 0.5 h of holding time. As the holding time

increased from 0.5 to 24 h, the volume fraction of bainite decreased, while that of the retained austenite increased from 7 to 30%.

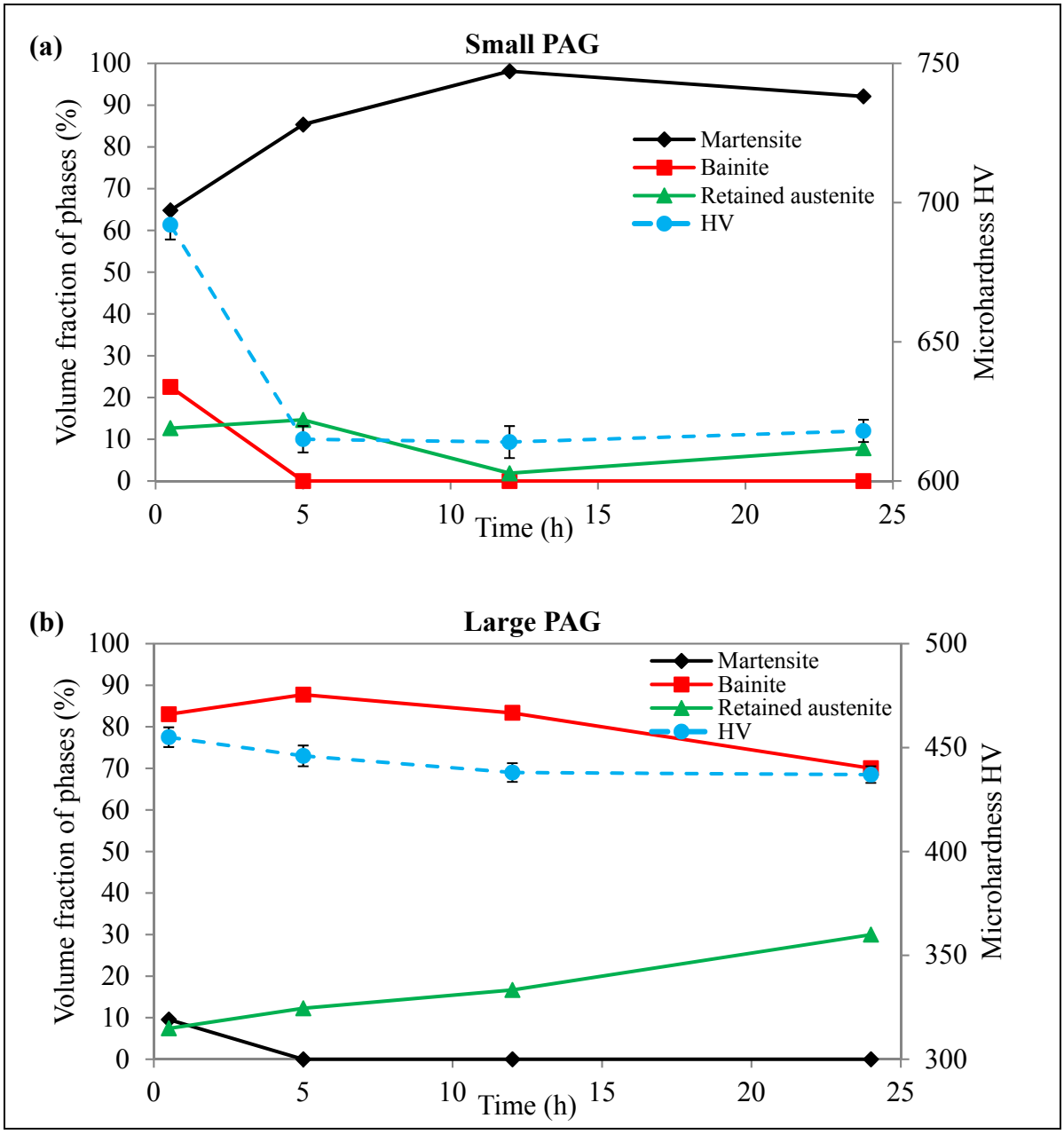

Figure 5.5 Phase fractions at different holding times and their corresponding microhardnesses: (a) Small PAG; and (b) Large PAG

The above results are in agreement with those obtained by Lee et al. (Lee et Lee, 2005) who found that as the prior austenite grain size increased from 16 μm to 28 μm the amount of martensite upon cooling decreased from 80 to 30%. The observed behaviors could be explained in terms of the influence of austenite grains on impeding the growth of martensite, once nucleation is almost complete (Lee et Lee, 2005). Therefore, the transformation will be faster for coarse-grained austenite than for fine-grained counterparts (Lee et Lee, 2005). For the bainitic microstructure, the growth of bainite is delayed in the zones with smaller PAGs as the lengthening of the bainite sheaves is delayed by the grain boundaries, thus, as shown in Fig. 5.5, the volume fraction increased with increasing grain size. The lower volume fraction of bainite and higher volume fraction of retained austenite with increasing holding times observed in the samples with large PAGs are in agreement with those of Yi et al. (Yi et al., 2007) who related this behavior to the higher stability of austenite with increasing grain size. This aspect will be discussed in section 5.3.3.

The variation in hardness is presented in Figs. 5.5a and 5.5b where it can be seen that for the samples with smaller PAGs (Fig. 5.5a) a hardness value, of about 690 HV, was obtained after 0.5 h holding time. The hardness significantly decreased after 5 h hours holding and then remained relatively constant for the longer holding times. The observed behavior is in agreement with the microstructural observations, shown in Fig 5.3, as well as measured and calculated phase proportions. In contrast, for the sample with larger PAGs (Fig. 5.5b), while the maximum hardness value was obtained for the sample after 0.5 h holding time, only a slight drop was observed for the samples held for 5 h indicating that the increase in retained austenite did not have an important impact on micro hardness level of the material.

5.3.3 Carbon concentration

The carbon concentration of retained austenite, bainite and martensite were calculated for each condition and the results are reported in Table 5.2. It is worth mentioning that the calculation of the carbon content for samples would not be reliable for microstructures composed of a mixture of bainite and martensite and therefore is not presented. According to equations (5.4) and (5.5), the accuracy of the carbon content determined is ±0.02 wt%.

Table 5.2 Carbon contents of the retained austenite, bainitic ferrite, and martensite, for different holding times, determined using X-ray diffraction

	Small PAG zone			**Large PAG zone**		
Holding time (h)	[Cγ] (wt %)	[Cα] (wt %)	([Cγ] (wt %) - [Cα] (wt %)	[Cγ] (wt %)	[Cα] (wt %)	([Cγ] (wt %) - [Cα] (wt %)
0.5	0.8			1.3		
5	1.1	0.6	0.5	1.4	0.4	1
12	1.0	0.5	0.5	1.4	0.4	1
24	1.2	0.5	0.7	1.3	0.3	1

The carbon content in retained austenite, for the zone with small PAGs, starting from the 5 h holding time decreased as the holding time increased to 12 h from 1.1 to 1.0 wt%, and then increased to 1.2 wt% for 24 h. This can be interpreted as a consequence of carbon partitioning effect, by which carbon can diffuse from martensite to austenite, as discussed by Qiao et al. (Qiao et al., 2016). Fig. 5.5a shows that the volume fraction of retained austenite decreases as the holding time increases, promoting the formation of martensite. It should be noted that the volume fraction of retained austenite depends on both the carbon content and the grain size. Therefore, increasing carbon concentration can be achieved when the fraction of retained austenite is reduced (Qiao et al., 2016). It must be noted that for 5 and 12 h holding times, the carbon partitioning between martensite and retained austenite (i.e. [Cγ] - [Cα]) remains constant; however, this term is 0.2 wt% higher for sample held for 24h, confirming that more carbon partitioning to austenite has taken place. For the same condition, the volume fraction of martensite decreased and that of retained austenite slightly increased. Similar findings have also been reported by Yi et al. (Yi et al., 2007).

Examination of Fig. 5.5a also indicates that the carbon content of austenite is much higher for the zone with larger size PAGs. It decreases from 1.4 (5 h) to 1.3 wt% (24 h). However, the partitioning of carbon between austenite and bainite remains constant for all the tested

holding times. However, the hardness evolution, shown in Fig. 5.5b, revealed that the volume fraction of austenite continuously increased while that of bainite decreased. In order to identify the root cause for this behavior, a kinetic study of bainitic transformation becomes essential and determinative, as described in the following section.

5.3.4 Kinetic study of bainite formation

The kinetics of bainitic transformation were investigated using dilatometry curves and the lever rule (Handbook, 1990) for estimating the proportions of the phases and the results are presented in Fig. 5.6.

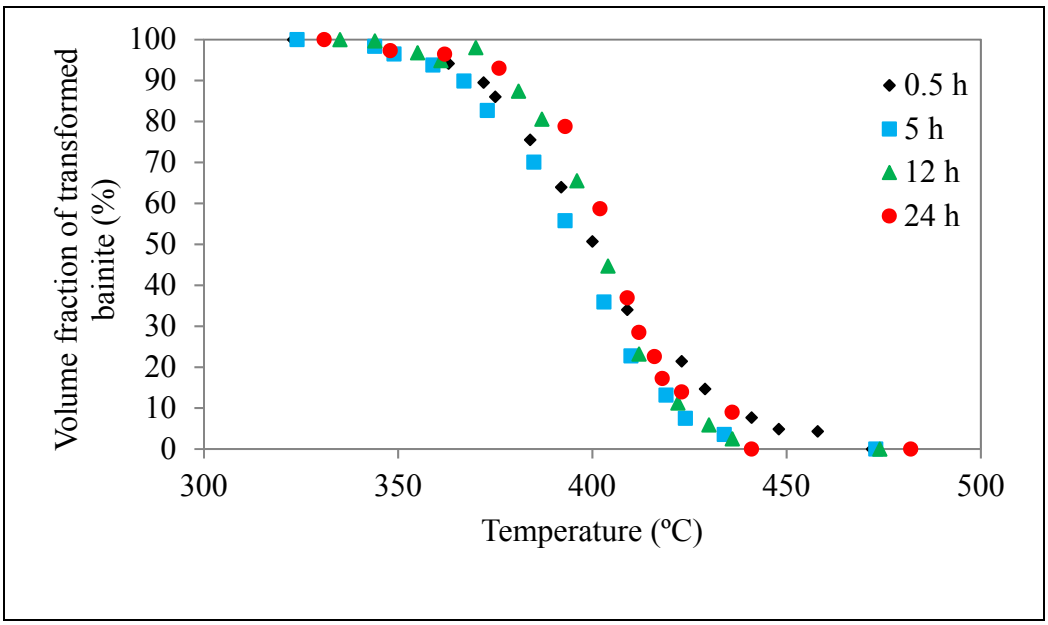

Figure 5.6. Volume fraction of transformed bainite for different soaking times at 900 °C for regions with large PAGS

A typical ‘S’ pattern is obtained which indicates that the transformation is a nucleation-growth-controlled process (Bhadeshia et Christian, 1990). The results reveal that the austenitization time had no major influence on the phase transformation kinetics. It can also be observed that the ‘S’ curve shifts slightly to higher temperatures, by about 10 ºC, as the

holding time is increased from 0.5 to 24 h. And therefore, the evolution of the transformed bainite could be analyzed using the Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) equation (Avrami, 1941):

$$V_\gamma = 1 - e^{-kt^n} \quad (5.7)$$

Where:

V_γ is the volume fraction of austenite formed upon phase transformation

t is the transformation time (s)

n is the Avrami constant

The Avrami exponent n reflects the nucleation and growth characteristics of the phase transformation, and is determined from the plot of $lnln[1/(1-V_\gamma)]$ as function of $ln\ t$. Avrami constants n and k were obtained from the slope and the intercept of the above curve and the kinetic parameter values are summarized in Table 5.3. On the basis of the obtained values for n, it appears that the nucleation of bainite has mostly occurred at the triple joints (Etesami, Enayati et Kalashami, 2017; López-Martínez et al., 2015).

Table 5.3 Kinetic parameters of bainite transformation for the larger PAG region

Time (h)	**0.5**	**5**	**12**	**24**
n	-	4.0	4.4	4.3
k	-	$1{,}4x10^{-12}$	$1{,}2x10^{-13}$	$4{,}0x10^{-13}$

It should be mentioned that for the shortest austenitization time (0.5 h), the dilatometric curve showed two transformations, and therefore the lever rule could not be used. Hence, for this condition, the kinetics of bainite transformation was not taken into consideration. In the JMAK equation, k is representative of the growth rate and the obtained results show that its value decreases by increasing the holding time. Similar observations were made by Umemto et al. (Umemoto, Horiuchi et Tamura, 1982) in their study of transformation kinetics of bainite during isothermal holding and continuous cooling. They related the decrease in the rate of bainite transformation to the grain growth (from 80 to 600 μm) during the

austenitization process. Therefore, the higher phase fraction of retained austenite, as shown in Fig. 5.5b, could be related to slower growth rate of bainite by increasing holding time.

5.4 Summary and Conclusions

In this study, the influence of long austenitization time on phase transformation behavior during cooling of a medium carbon low-alloy steel was investigated for two different prior austenite grain sizes and the following conclusions can be drawn:

- Long austenitization times could have a significant influence on the evolution of the microstructure and phase transformation products.

- For the samples with smaller PAGs, a clear transition, from fine laths to a combination of thin and thick blocks was observed as the holding time was increased from 5 to 12 and then 24 h. In contrast, for the larger size PAGs, martensite and coarse bainite were observed in the microstructure after the shortest austenitization time but the amount of martensite continuously decreased for longer holding times and completely disappeared after 24 h.

- A significant hardness drop was observed for the samples with the smaller size PAGs which could be related to grain growth while it only slightly dropped for the larger PAG region.

- Higher carbon partitioning to austenite for the sample held for 24 h was found as root cause for the observed higher amount of retained austenite.

- The value of n is constant around 4 for 5, 12 and 24 h, indicating that the same nucleation mechanism is encountered in this austenitization range and the nucleation of bainite has occurred at the triple joints. However, bainite growth rate is reduced by elongating holding time and could be considered as root cause for obtaining higher retained austenite.

CONCLUSION

L'objectif principal du présent travail est d'étudier l'évolution de la microstructure des pièces de fortes dimensions durant le cycle thermique chauffage-refroidissement. Plus précisément, l'étude de l'influence de différents paramètres du traitement thermique dans le but d'obtenir une microstructure homogène tout au long du volume utile de la pièce et déterminer les conditions optimales du traitement thermique.

À la lumière des différents résultats obtenus, les conclusions suivantes peuvent être déterminées :

1. En variant la vitesse de chauffage, la formation d'austénite pour l'acier étudié s'est produite en une seule étape pour les deux vitesses de chauffage étudiées de 0.5 et 5 °C/s.

   Le changement de la vitesse de chauffe a montré un effet significatif sur les paramètres cinétiques *n* et *k*. Le facteur de vitesse *k* représentant la croissance de l'austénite s'est révélé 10^4 fois plus élevé à la vitesse de chauffe supérieure. La vitesse de nucléation accélérée dans la région de surface peut être dominée par la taille plus petite des grains, la stabilité de l'austénite retenue à la surface pendant le chauffage et l'accumulation de carbures grossiers à la surface au lieu d'une distribution uniforme dans le lingot. L'énergie d'activation de la formation d'austénite a été déterminée à 1698 kJ/mol, ce qui indique un mécanisme contrôlé par cisaillement de l'acier étudié.

2. La variation de la température d'austénitisation de 850 à 950 °C a montré :

   Le mécanisme de transformation de la première étape de la formation d'austénite a été identifié comme étant induit par cisaillement tandis que celui de la deuxième étape était un mécanisme contrôlé par diffusion.

   Les paramètres cinétiques, *n* et *k*, ont été calculés pour chaque étape de l'austénitisation en utilisant l'équation JMAK. Le changement de la vitesse de chauffe et de la température d'austénitisation a des effets significatifs sur *n* et *k*. *n* augmente avec l'augmentation de la température d'austénitisation pour chaque zone, alors qu'elle ne dépasse pas 1 dans la seconde phase d'austénitisation. De plus, on a observé que *k*

augmentait à mesure que la vitesse de chauffage passait de 0.5 à 5 °C/s. Pendant ce temps, elle diminue à mesure que la température d'austénitisation augmente.

L'augmentation de la température d'austénitisation de 850 à 950 °C, ainsi que la variation des vitesses de refroidissement dans le bloc, influencent la nature et la fraction volumique des phases. Une température d'austénitisation plus élevée (950 °C) entraîne une plus grande quantité de martensite en surface et principalement de bainite au centre.

La fraction de phase et les différentes morphologies de la bainite ont été identifiées et ont été corrélées avec l'analyse de dilatation. On peut dire que dans la zone de surface, la bainite est principalement la bainite inférieure avec un B_s d'environ 337 °C alors que la bainite supérieure s'est formée dans les régions centrales avec un B_s de 490 °C.

3. Afin de déterminer le temps d'austenitisation optimal pour l'industrie, différents temps sont utilisés et les résultats obtenus sont comme suit :

On s'est rendu compte que le bloc de grande taille, qui a été austénitisé à 900 °C pour différents temps d'austénitisation et refroidi à deux vitesses de refroidissement, avait différentes microstructures : la zone centrale avait de la bainite et de l'austénite résiduelle, tandis que la surface avait de la martensite et de l'austénite résiduelle.

La dureté diminue de 692 à 651 HV en surface avec l'augmentation du temps d'austénitisation entre 0,5 et 5 h, et reste constante 614 HV lorsque le temps de maintien est plus long entre 5 et 24 h. Pour le centre, de 455 à 446 HV et reste constante 438 HV au-dessus de 5 h de maintien.

La teneur en carbone de la martensite en surface (0,47% en poids) et de la bainite au centre (0,43% en poids) devient presque similaire pour les échantillons maintenus à 900 ºC pendant 12 h. Par conséquent, un temps de maintien de 12 h à l'austénitisation est approprié pour avoir moins de distorsion.

L'exposant d'Avrami local *n* en fonction du temps de maintien dans les conditions non isothermes a été obtenu. La valeur de *n* est constante autour de 4 pendant 5, 12 et 24

h, indiquant que le mécanisme dominant de la transformation de la bainite dans l'acier étudié est la croissance tridimensionnelle et que la nucléation est au triple joint des grains.

ANNEXE I

EFFECT OF COOLING RATE ON PHASE TRANSFORMATION AND MICROSTRUCTURE EVOLUTION ON THE SURFACE OF A LARGE SIZE FORGED INGOT OF MEDIUM CARBON LOW ALLOY STEEL

Emna Ben Fredj[1], Hadi Ghasemi Nanesa[1], Davood Shahriari[1], Mohammad Jahazi[1], Jean - Benoit Morin[2]

[1] Department of Mechanical Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 rue Notre-Dame Ouest, Montréal, QC, Canada H3C 1K3
[2]Finkl Steel-Sorel, 100 McCarthy, Saint-Joseph-de-Sorel, QC, Canada, J3R 3M8

Article de conférence « TMS 2017 146th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings », publié dans le livre « The Minerals, Metals & Materials Society TMS ».

L'objectif de cet article est d'étudier l'influence de la vitesse de refroidissement dans la zone de surface d'une pièce de forte dimension. La fraction volumique de martensite a été déterminée à deux vitesses de refroidissements et comparé avec celle obtenue par l'équation Koistinen-Marburger.

Abstract

The influence of cooling rate on the kinetics of phase transformations is investigated in large size forged ingots made of medium carbon low alloy steel. In particular, the volume fraction of formed martensite after quenching is determined. Dilatometry tests were conducted on Gleeble® 3800 thermomechanical simulator to determine the transformation temperatures and to identify the phases after heat treatment cycle. The heat treatment tests were carried out at 900 ºC with a heating rate of 5 ºC/s, followed by holding for 1800 s after which the samples were cooled at 3 and 15 ºC/s. Optical and electron microscopy, X-Ray Diffraction and micro-hardness measurements were utilized to identify and quantify the volume fraction of martensite and retained austenite for each condition. The measured volume fractions were

compared with those calculated by Koistinen-Marburger equation. The outcomes were analyzed in the framework of classical nucleation theory.

Keywords: Dilatometry, Phase Transformation, Martensite, Koistinen-Marburger Equation.

1. Introduction

The utilization of ever large components made by plastic injection molding is continuously increasing in the transport industry. This issue requires very large steel blocks that are employed as moulds for the plastic injection molding process. The alloys which are essential for these moulds, have to possess superior mechanical properties as well as good machinability, wear and corrosion resistance (Mordike et Ebert, 2001; Wegman et al., 1990). Specifically, homogeneous microstructure and uniform hardness are crucial requirements needed to be considered in the final product (Beaudet et al., 2012; Chadha, Shahriari et Jahazi, 2016). Ingot casting followed by open die forging, quenching and tempering are the main manufacturing steps used to produce the moulds. Among these stages, the heat treatment cycle (quench and temper) is critical as it largely determines the final mechanical properties (Steels, 1991). However, in the case of large size ingots, the large temperature gradients between the surface and the core, lead to important microstructural discrepancies through the working volume of the ingot. The volume fraction of phases, grain size (Serajzadeh, 2004; Sista, Yang et DebRoy, 2000) and precipitations (Maidorn et Blind, 1985) are the most microstructural elements that can be affected by the temperature gradient. Such variations may generate internal stresses, distortions and cracks (Steels, 1991). The focus of this study will be on the martensitic transformations occurring mainly on the surface of large ingots during hardening treatment. The kinetics of martensitic transformation will be studied using a numerical method to determine the volume fraction of martensite and retained austenite after quenching.

It is well-known that the transformation of austenite to martensite is associated with a volume change that engenders distortion (Cayron, 2013; Deng, 2009; Steels, 1991). Many investigations have reported on martensitic transformation in different steels and models

have been proposed predicting the volume fraction of martensite. Koistinen and Marburger (K-M) (Koistinen et Marburger, 1959) have proposed an empirical equation for the volume fraction of martensite:

$$f_m = 1 - exp\{-b(M_s - T)\} \quad (1)$$

Where f_m is the volume fraction of martensite, M_s is the start temperature for martensitic transformation, T is a temperature below M_s and b represents the rate of martensitic transformation varying with the chemical composition of the steel. Koistinen (Koistinen et Marburger, 1959) considered the b value to be 0.011 for studying the kinetics of martensitic transformation in carbon steels with different carbon contents. In this research, specimens were heated to 960 °C and quenched to different temperatures (24 °C, -24 °C and -79 °C). Seok-Jae (Seok Jae, 2013) evaluated different present models for studying the kinetics of athermal martensite transformation and showed that the parameter b depends on chemical composition (Van Bohemen et Sietsma, 2009).

Mathematical equation is desired to be used. So, it is required to apply Eq. 1 to determine f_m at any temperature below M_s, in case that b and M_s are known. For this reason, Yamamoto(Yamamoto et al., 2007) developed a model to determine these two parameters based on dilatation curve obtained from dilatometry tests. This model is based on the sum of three variations (Yamamoto et al., 2007; Yamamoto et al., 2009):

- Shrinkage of retained austenite as the temperature decreases, associated with reduction of volume.
- Shrinkage of newly formed martensite as temperature decreases.
- Expansion of austenite-martensite transformation caused by the difference in volume between austenite and martensite.

Thus, Yamamoto's model is described as the following equations:

$$d_{i+1} = d_i - \left(f_m \alpha_m + f_\gamma \alpha_\gamma\right)\Delta T \quad (2)$$

$$E_{i+1} = d_{i+1} + \varepsilon_{\gamma-m} f_m \quad (3)$$

Where i is the i^{th} experimental point, d indicates the shrinkage induced by the expansion coefficient, E is the total dilatation at i^{th} temperature, α_m is the expansion coefficient of martensite, α_γ is the expansion coefficient of austenite, $\varepsilon_{\gamma\text{-}m}$ is the strain due to the lattice volume change between austenite and martensite, f_m is the volume fraction of martensite determined by K-M equation, f_γ is the volume fraction of austenite and ΔT is the change of temperature between any two temperatures.

α_m and α_γ can be directly obtained from the dilatometry curves. However, it is not feasible to obtain unique values for b, M_s and $\varepsilon_{\gamma\text{-}m}$. This indicates the fact that various f_m may exist for a given material quenched under similar conditions.

Qiu et al. (Qiu et al., 2009) modified the above equation as follows:

$$E = E_0 + \left(\varepsilon_{\gamma-m} - \alpha_m M_s - \frac{(\alpha_\gamma - \alpha_m)}{b}\right) + \alpha_m T + \left(\frac{(\alpha_\gamma - \alpha_m)}{b} - \varepsilon_{\gamma-m}\right) e^{-b(M_s - T)} \quad (4)$$

Where E is the total dilatation and E_0 is the dilatation at M_s Temperature.

Taking the advantage of this equation, b, M_s and $\varepsilon_{\gamma\text{-}m}$ can be adjusted until accurate fitting of experimental dilatation results.

The main aim of this work is to study the microstructure evolution and quantify the volume fraction of martensite and retained austenite by using dilatation curves. The volume fractions of phases are investigated at two different cooling rates. Empirical equations for martensitic transformation, which described above, are also used and best equations are proposed for the determination of the volume fraction of martensite.

2. Materials and Experimental Procedures

The composition of the medium carbon low-alloy steel used in this study is shown in table 1.

Table 1 The chemical compositions (*wt %*) of the investigated steel

C	V	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Cu
0.35	0.149	0.99	0.41	0.5	1.86	0.53	0.16

The ingot (40 tonnes) was forged by open die forging at high temperature (1260 ºC) and then air cooled. Parallelepiped block (254×330×1265 mm) was cut from the ingot. Small bars were then extracted near the surface region. Fig.A I.1 illustrates the position and orientation of each part. The circular block was machined to 5mm in diameter and 84 mm in length for dilatometry tests.

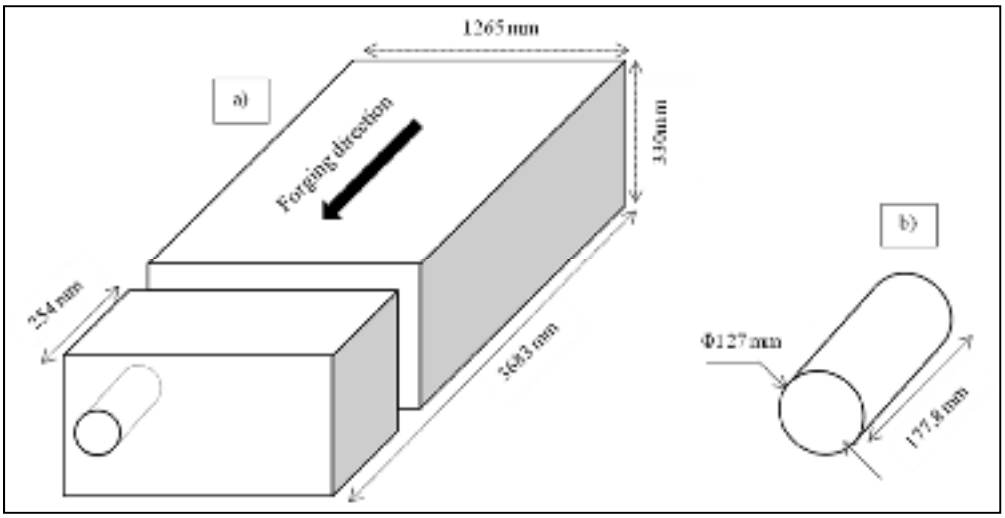

Figure A I.1 The position and orientation of the cut block from the forged ingot, b Dimensions of the cylindrical block

The ISO-Q dilatometry module of the Gleeble® 3800 thermomechanical simulator was used to carry out the tests. In the Gleeble system, the change in diameter was measured using the C-gauge transducer. To control the temperature, type K thermocouples were welded to the surface of each sample and the temperature variation was controlled within 1 °C. As shown in Fig.A I.2, the dilatometry samples were heated to 900 ºC, at a heating rate of 5 ºC/s and then were held for 1800 s. They were then cooled to room temperature using cooling rates of 3 ºC/s and 15 ºC/s. After testing, samples were cut and polished following standard metallographic procedures. Then, they were etched using the following etchant: NaOH (40 g) + H_2O (60 g) + $NaNO_3$ (15 g) (Gouné et al., 2012). The microstructures of the samples were observed using the confocal microscope Olympus LEXT4100 and for detailed analysis, the scanning electron microscope Hitachi SU-8230 was utilized.

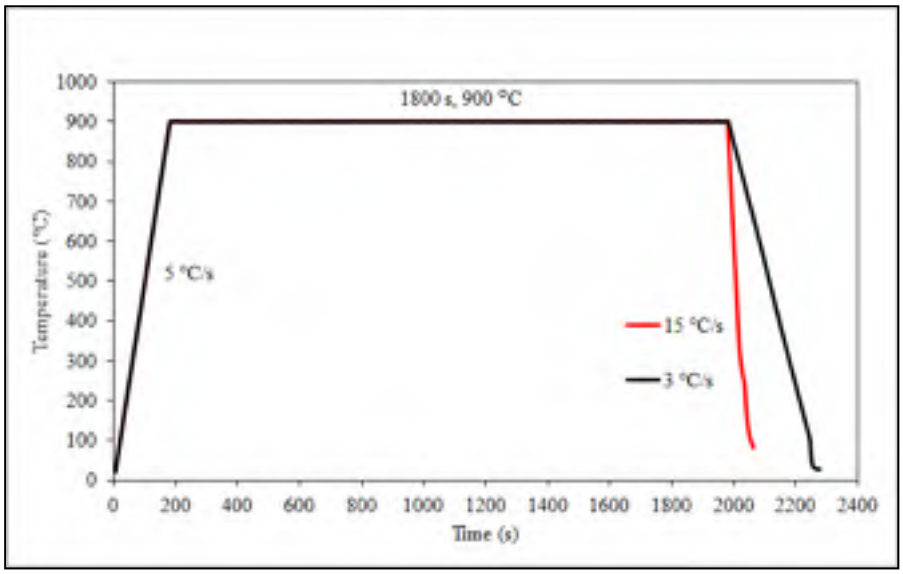

Figure A I. 2 Heat treatment cycle of dilatometer experiment

X-Ray Diffraction was used to identify and quantify the volume fraction of phases (martensite and retained austenite), on X'Pert3 MRD PANalytical using Cu Kα radiation with a step size of 0.0835. Microhardness tests were conducted according to ASTM E384−11 standard to determine the hardness of the phases.

3. Results and Discussion

The dilatation curves for the studied steel are shown in Fig. A I.3 for cooling rates of 3 and 15 °C/s. Both conditions correspond to the formation of martensite. The transformation of martensite occurred at 334 ºC and 339 °C for 3 and 15 °C/s, respectively. The linear zone represents the contraction of austenite during the continuous cooling. There is no transformation in this zone.

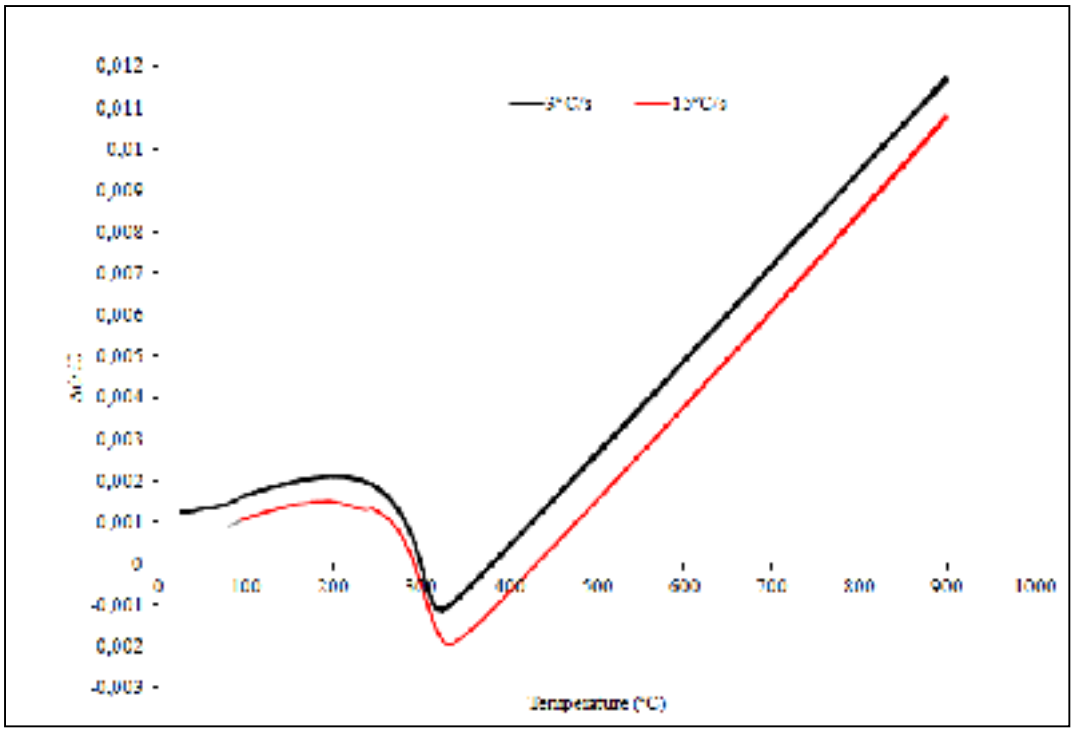

Figure A I.3 Dilatometry curves showing change in diameter of samples during cooling at 3 and 15 ºC/s

The second zone corresponds to the expansion of austenite to martensite. It is characterized by a deviation of the thermal expansion linearity. Finally, the third zone contributes to the end of martensitic transformation and is characterized by the contraction of the samples. The curves in Fig. 4 show the comparison between the experimental results and those obtained by K-M equation. Using the least square method .(Qiu et al., 2009) the five variables, E_0, M_s , α_m , α_γ and $\varepsilon_{\gamma-m}$ in Eq. (4) were determined from the experimental dilatometry tests. The values of these constant for both cooling rates are given in Table 2.

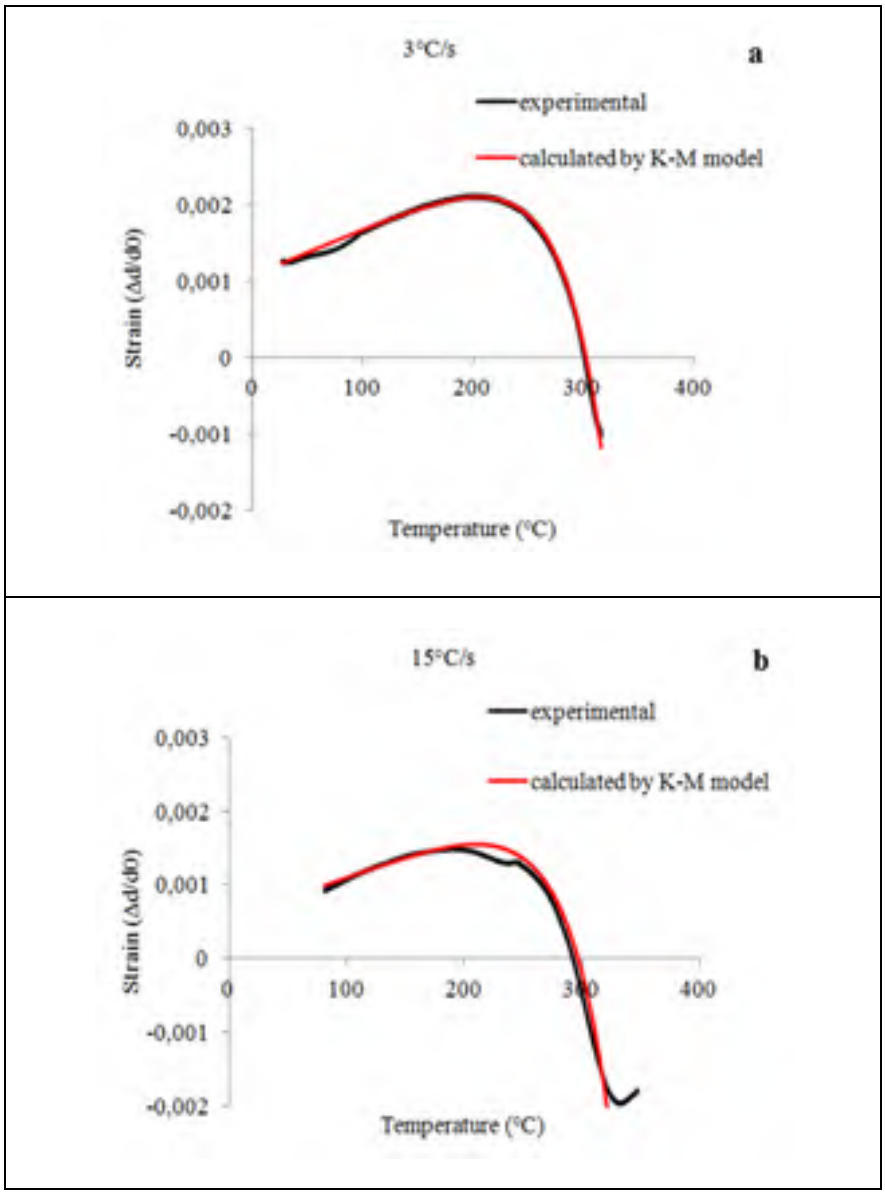

Figure A I.4 Comparison of dilatation curves between experimental and calculated by K-M model (a) 3 °C/s, (b) 15 °C/s

Table 2 Data employed for fitting experimental curves

Cooling rate (°C/s)	b *(°C^{-1})*	E_0	α_m	$\varepsilon_{\gamma-m}$	α_γ	M_s *exp (°C)*	M_s*calculated by model (°C)*
3	0,026	-0,00099	6 E-06	0,00452	2,0125E-05	334	314
15	0,027	-0,00158	6 E-06	0,00450	2,0000 E-05	339	317

The martensitic start temperature for 3 °C/s as obtained by experiments is 334 °C and predicted to be 314 °C as predicted by the model. For 15 °C/s, M_s is found to be 339 °C experimentally and calculated to be 317 °C.

It can be seen that the constant b for 3 °C/s is less than the one for 15 °C/s. It has been reported by several researchers that the constant b depends on the chemical composition of the steel (Seok Jae, 2013). However, the results obtained in the present work indicate that b is also a function of the cooling rate; in accordance with those previously obtained by Ghasemi Nanesa et al. (Nanesa, Jahazi et Naraghi, 2015) who also reported different b values as a function of cooling rate in a high carbon tool steel.

3.1 Microstructure Examination

Fig. A.I.5 (a) and (b) show the microstructure of the samples after the heat treatment cycle. The presence of a martensitic microstructure can be clearly observed in both conditions. Carbides are not observed in these microstructures as shown in the SEM images presented in Fig. A.I.6 (a) and (b). Micro-hardness results confirmed the presence of martensite with a hardness of 736 HV for 3 °C/s and 729 HV for 15 °C/s.

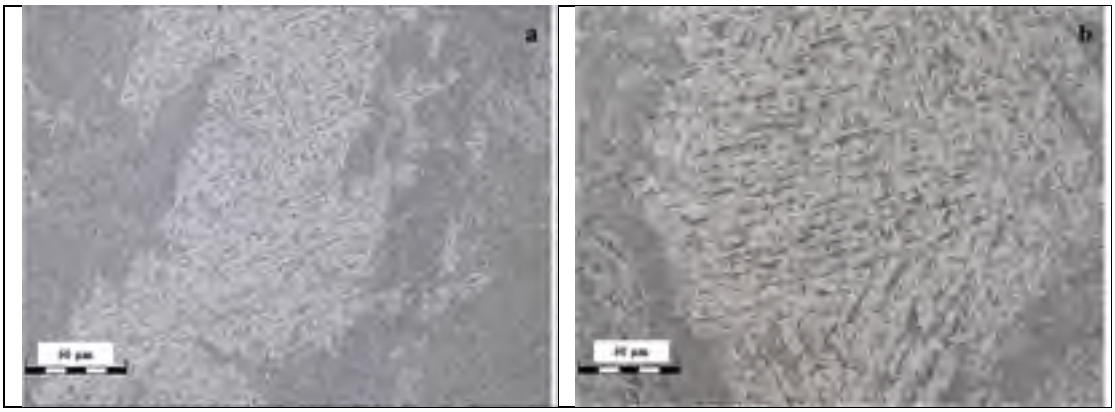

Figure A I.5 Optical images of studied steel at various cooling rates: (a) 3 ºC/s, (b) 15 ºC/s

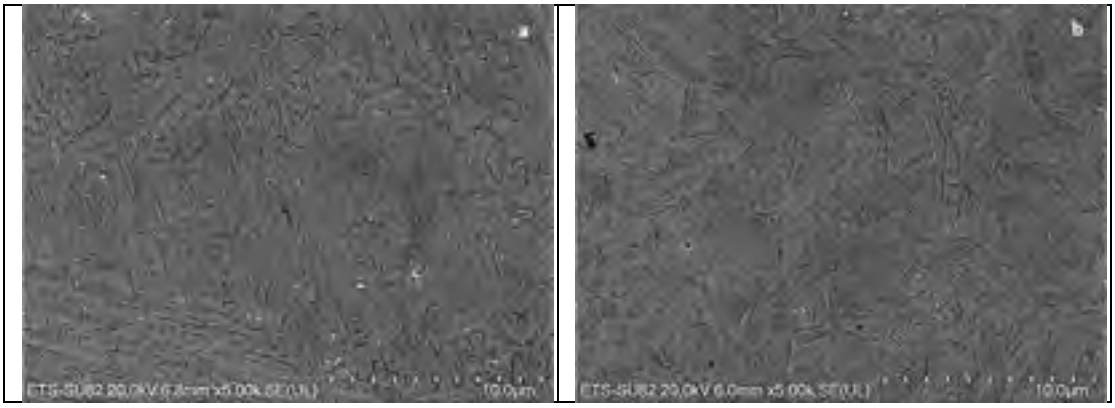

Figure A I.6 SEM images of studied steel at cooling rates of: (a) 3 ºC/s, (b) 15 ºC/s. The microstructures show the presence of fully martensitic structure

XRD results did not show the presence of retained austenite in the microstructure (see Fig. A.I.7) indicating that the microstructure of the samples is 100% martensite after cooling to room temperature. The volume fraction of martensite calculated by the K-M model is represented in Fig. A.I.8. The best proposed models which described the martensitic transformation for both cooling rates, 3 and 15 ºC/s, can be written as:

$$f_{m\,(3°C\,/s)} = 1 - exp\{-0.026(314 - T)\} \quad (5)$$

$$f_{m\,(15°C\,/s)} = 1 - exp\{-0.027(317 - T)\} \quad (6)$$

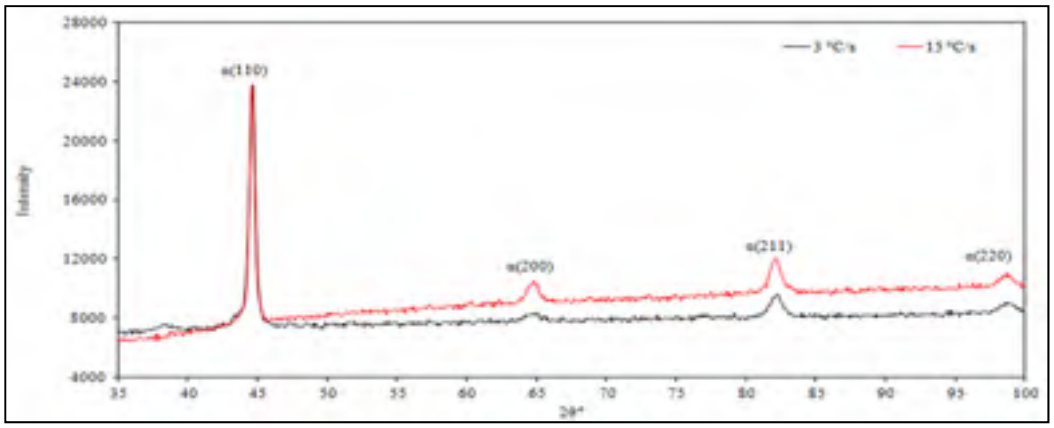

Figure A I.7 X-Ray Diffraction for 3 and 15 ºC/s

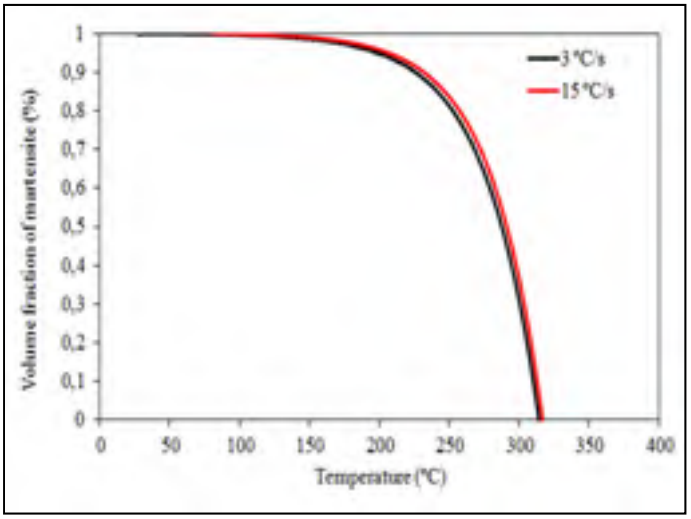

Figure A I.8 Volume fraction of martensite for 3 and 15 ºC/s

The proposed models (Eqs. 5 - 6) predict 99.94 and 99.96% of martensite for 3 and 15 °C/s, respectively. Thus, the fraction of the retained austenite will be 0.06 and 0.04%. The low volume fraction of retained austenite for both cooling rates, calculated by the K-M model, could be related to calculation errors when compared with the XRD results.

4. Conclusions

The effect of cooling rate on martensitic transformation of a medium carbon low alloy steel was investigated in this study and the following conclusions can be drawn:

1. Kinetics study using dilatometry on Gleeble® 3800 showed only the presence of martensite for 3 and 15 °C/s cooling rates.
2. The comparison between experimental results with those calculated by K-M model did not show any difference on the volume fraction of martensite.
3. The best fits of the dilatation curves allowed determination of the constant *b* for both conditions. This value is 0.026 for 3 °C/s and 0.027 for 15 °C/s, indicating that *b* increases slightly with increasing the cooling rate.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Aghuy, Abbasi, Masoud Zakeri, Mohammad Hadi Moayed et Mohammad Mazinani. 2015. « Effect of grain size on pitting corrosion of 304L austenitic stainless steel ». *Corrosion Science,* vol. 94, p. 368-376.

Alogab, K. A., D. K. Matlock, J. G. Speer et H. J. Kleebe. 2007. « The Effects of Heating Rate on Austenite Grain Growth in a Ti-modified SAE 8620 Steel with Controlled Niobium Additions ». *ISIJ International,* vol. 47, nº 7, p. 1034-1041.

Andreiev, Anatolii, Olexandr Grydin et Mirko Schaper. 2016. « Evolution of Microstructure and Properties of Steel 22MnB5 due to Short Austenitization with Subsequent Quenching ». *Steel research international,* vol. 87, p. 1733-1741.

Anil Kumar Sinha and Bohn Piston Division. 1991. *"Defects and Distortion in Heat-Treated Parts"* 4. Coll. « ASM Handbook ». 601-619 p.

Asadabad, Mohsen Asadi, Massoud Goodarzi et Shahram Kheirandish. 2008. « Kinetics of Austenite Formation in Dual Phase Steels ». *ISIJ International,* vol. 48, p. 1251–1255.

Asia, Nahamin Pardazan. February, 2018. « MIP (Metallographical Image Processing) ». < http://en.metsofts.ir/ >.

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*. E975 − 13.

Avrami, M. 1941. « Kinetics of phase change. III: Granulation, Phase Change and Microstructure ». *Journal of Chemical Physics,* vol. 9, p. 177–184.

Bała, P, J Pacyna et J Krawczyk. 2007. « The kinetics of phase transformations during tempering of Cr-Mo-V medium carbon steel ». *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering,* vol. 20, nº 1-2, p. 79-82.

Bale, C.W., E. Bélisle, P. Chartrand, S.A. Decterov, G. Eriksson, A.E. Gheribi, K. Hack, I.-H. Jung, Y.-B. Kang, J. Melançon, A.D. Pelton, S. Petersen, C. Robelin, J. Sangster, P. Spencer et M-A. Van Ende. 2016 «FactSage thermochemical software and databases, 2010–2016 ». *CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry* vol. 54, p. 35–53.

Banerjee, Kumkum, Matthias Militzer, Michel Perez et Xiang Wang. 2010. « Nonisothermal Austenite Grain Growth Kinetics in a Microalloyed X80 Linepipe Steel ». *Metallurgical And Materials Transactions A*.

Beaudet, François, Carl Blais, Hoang Lehuy, Benoît Voyzelle, Gilles L'espérance, Jean-Philippe Masse et Madhavarao Krishnadev. 2012. « Improvement of hardenability and static mechanical properties of P20+ 0.5 Ni mold steel through additions of vanadium and boron ». *ISIJ international,* vol. 52, nº 3, p. 424-433.

Bhadeshia, H. K. D. H. (189-200). 2001a. *Bainite in steels: Upper and lower bainite*, 6, 2nd Edition. Institute of Materials.

Bhadeshia, H. K. D. H., et J.W. Christian. 1990. « Bainite in steels ». *Metallurgical Transactions A*, p. 767-797.

Bhadeshia, H. K. D. H., et D. V. Edmonds. 1980. « ». *Acta Metallurgica* vol. 28, p. 1265-1273.

Bhadeshia, H. K. D. H., et Robert Honeycombe. 2017. *Steels: microstructure and properties*. Butterworth-Heinemann.

Bhadeshia, HKDH. 2002. « Martensite in steels ». *Materials Science & Metallurgy*, p. 1-12.

Brooks, Charlie R. (263-304). 1996. *Principles of the Heat Treatment of Plain Carbon and Low Alloy Steels*. Coll. « Structural Steels », 8.

Burke, James. 1965. « The kinetics of phase transformations in metals ». vol. 1st Edition.

Caballero, F. G., C. Capdevila et C. Garcia De Andres. 2002. « Modelling of kinetics and dilatometric behaviour of austenite formation in a low-carbon steel with a ferrite plus pearlite initial microstructure ». *Journal of Materials Science* vol. 3 7 p. 3533 – 3540.

Caballero, F. G., H. Roelofs, St Hasler, C. Capdevila, J. Chao, J. Cornide et C. Garcia-Mateo. 2012. « Influence of bainite morphology on impact toughness of continuously cooled cementite free bainitic steels ». *Materials Science and Technology,* vol. 28, nº 1, p. 95-102.

Caballero, Francisca G., Carlos Garcia-Mateo et Carlos Garcia de Andres. 2005. « Dilatometric Study of Reaustenitisation of High Silicon Bainitic Steels: Decomposition of Retained Austenite ». *Materials Transactions,* vol. 46, p. 581-586.

Carvalhoa, Leandro Gomes de, Margareth Spangler Andrade et Ronald Lesley Plaut. 2013. « A Dilatometric Study of the Phase Transformations in 300 and 350 Maraging Steels During Continuous Heating Rates ». *Materials Research,* vol. 16, p. 740-744.

Cayron, Cyril. 2013. « One-step model of the face-centred-cubic to body-centred-cubic martensitic transformation ». *Acta Crystallographica Section A: Foundations of Crystallography,* vol. 69, nº 5, p. 498-509.

Chadha, K, D Shahriari et M Jahazi. 2016. « Constitutive modelling of ingot breakdown process of low alloy steels ». *La Metallurgia Italiana - International Journal of the Italian Association for Metallurgy,* vol. 4, p. 5-12.

Chang, Ming, et Hao Yu. 2013. « Kinetics of bainite-to-austenite transformation during continuous reheating in low carbon microalloyed steel ». *International Journal of Minerals, Metallurgy andMaterials,* vol. 20, p. 427-432.

Chen, Rui-Kai, Jian-Feng Gu, Li-Zhan Han et Jian-Sheng Pan. 2013. « Austenitization kinetics of 30 Cr 2 Ni 4 MoV steel ». *Transactions of Materials and Heat Treatment,* vol. 34, nº 1, p. 170-174.

Chentouf, S. M., M. Jahazi, L.-P. Lapierre-Boire et S. Godin. 2014. « Characteristics of Austenite Transformation During Post Forge Cooling of Large-Size High Strength Steel Ingots ». *Metallogr. Microstruct. Anal.,* vol. 3.

Colombié, M. (5-83). 2008. *Matériaux métalliques - 2ème édition*. Dunod.

Cota, A.B., C.A.M. Lacerda, F.L.G. Oliveira, F.A. Machado et F.G. da Silva Arau´jo. 2004. « Effect of the austenitizing temperature on the kinetics of ferritic grain growth under continuous cooling of a Nb microalloyed steel ». *Scripta Materialia* vol. 51, p. 721–725.

De Andrés, C Garcıa, FG Caballero, Carlos Capdevila et LF Alvarez. 2002. « Application of dilatometric analysis to the study of solid–solid phase transformations in steels ». *Materials Characterization,* vol. 48, nº 1, p. 101-111.

Delia, M., M. Alaalam et M. Grech. 1998. « Effect of austenitizing conditions on the impact properties of an alloyed austempered ductile iron of initially ferritic matrix structure ». *Journal of Materials Engineering and Performance,* vol. 7, nº 2, p. 265-272.

Deng, D. . 2009. « FEM prediction of welding residual stress and distortion in carbon steel considering phase transformation effects ». *Materials & Design,* vol. 30, nº 2, p. 359-366.

Di, X., M. Li, Z. Yang, B. Wang et X. Guo. 2016. « Microstructural evolution, coarsening behavior of vanadium carbide and mechanical properties in the simulated heat-affected zone of modified medium manganese steel ». *Materials & Design,* vol. 96, p. 232-240.

Duan, L. N., J. M. Wang, Q. Y. Liu, X. J. Sun et J. C. Cao. 2010. « Austenite grain growth behavior of X80 pipeline steel in heating process ». *Journal of Iron and Steel Research, International,* vol. 17, nº 3, p. 62-66.

Economopoulos, M. , N. Lambert et L. Habraken. 1967. *Diagramme de transformation des aciers fabriqués dans le Bénélux, CRM, Liège*, 2nd edition.

Esin, V.A., B. Denand, Qu. Le Bihan, M. Dehmas, J. Teixeira, G. Geandier, S. Denis, T. Sourmail et E. Aeby-Gautier. 2014. « In situ synchrotron X-ray diffraction and dilatometric study of austenite formation in a multi-component steel: Influence of initial microstructure and heating rate ». *Acta Materialia,* vol. 80 p. 118–131.

Etesami, S.A., M.H. Enayati et Ali Ghatei Kalashami. 2017. « Austenite formation and mechanical properties of a cold rolled ferritemartensite structure during intercritical annealing ». *Materials Science & Engineering A* vol. 682, p. 296–303.

Ferrari, M Coll, A Forsberg, J Andersson, P Mikula et P Beran. 2014a. « Effect Of Austenitising Temperature And Cooling Rate On Microstructure In A Hot-Work Tool Steel ». In *The 6th Swedish Production Symposium*.

Ferrari, M. Coll, A. Forsberg, J. Andersson, P. Mikula et P. Beran. 2014b. « Effect of austenitising temperature and cooling rate on microstructure in a hot- work tool steel ». In *The 6th swedish production symposium*. (Gothenburg, Sep 16-18).

Firrao, D., P. Matteis, G. Scavino, G. Ubertalli, M. G. Ienco, M. R. Pinasco, E. Stagno, R. Gerosa, B. Rivolta et A. Silvestri. 2007. « Relationships between tensile and fracture mechanics properties and fatigue properties of large plastic mould steel blocks ». *Materials Science and Engineering: A,* vol. 468, p. 193-200.

Fredj, Emna Ben, Hadi Ghasemi Nanesa et Mohammad Jahazi. 2018. « Influence of initial microstructure and grain size on transformation of bainite to austenite in large size forgings ». *journal of Iron and Steel Research, International,* vol. 25, nº 5, p. 554-562.

Gouné, M, Olivier Bouaziz, S Allain, Kangying Zhu et M Takahashi. 2012. « Kinetics of bainite transformation in heterogeneous microstructures ». *Materials Letters,* vol. 67, nº 1, p. 187-189.

Guiqin, Fu, Jin Duo et Zhu Miaoyong. 2015. « Effect of austenitizing temperature on the microstructure and mechanical properties of Nb-Ti microalloyed steel ». *Journal of Engineering Science & Technology Review,* vol. 8, nº 4.

Hajiakbari, F., M. Nili-Ahmadabadi, B. Poorganji et T. Furuhara. 2010. « Control of austenite to martensite transformation through equal channel angular pressing aided by thermodynamic calculations ». *Acta Materialia,* vol. 58, nº 8, p. 3073-3078.

Hanamura, Toshihiro, Shiro Torizuka, Soutaro Tamura, Shohei Enokida et Hiroshi Takechi. 2013. « Effect of Austenite Grain Size on Transformation Behavior, Microstructure and Mechanical Properties of 0.1C–5Mn Martensitic Steel ». *ISIJ International,* vol. 53, nº 12, p. 2218-2225.

Handbook, ASM. 1990. *Dual-Phase Steels,Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*. 424–429 p.

Hu, F., P. D. Hodgson et K. M. Wu. 2014. « Acceleration of the super bainite transformation through a coarse austenite grain size ». *Materials Letters,* vol. 122, p. 240-243.

Huang, CA, FY Hsu et SJ Yao. 2004. « Microstructure analysis of the martensitic stainless steel surface fine-cut by the wire electrode discharge machining (WEDM) ». *Materials Science and Engineering: A,* vol. 371, nº 1-2, p. 119-126.

J. Mahieu, J. Maki, B.C. De Cooman, and S. Claessens. 2002. « Phase Transformation and Mechanical Properties of Si-Free CMnAl Transformation-Induced Plasticity–Aided Steel ». *Metallurgical And Materials Transactions A* vol. 33A, p. 2002—2573.

Jan, Sińczak, Skubisz Piotr, Pietrzyk Maciej et Łukaszek-Sołek Aneta. 2006. « Analysis of Microstructure Evolution in the Forging Process of a Windmill Main Shaft ». *steel research international,* vol. 77, nº 8, p. 583-589.

Jian, Zhang, Chen Deng-Fu, Zhang Cheng-Qian, Hwang Weng-Sing et Han Ming-Rong. 2015. « The effects of heating/cooling rate on the phase transformations and thermal expansion coefficient of C–Mn as-cast steel at elevated temperatures ». *Journal of Materials Research,* vol. 30, nº 13, p. 2081-2089.

K. A. Alogab, D. K. Matlock, J. G. Speer and H. J. Kleebe. 2007. « The Effects of Heating Rate on Austenite Grain Growth in a Ti-modified SAE 8620 Steel with Controlled Niobium Additions ». *ISIJ International,* vol. Vol. 47 p. 1034–1041.

Kaçar, R., et M. Acarer. 2003. « Microstructure–property relationship in explosively welded duplex stainless steel–steel ». *Materials Science and Engineering: A,* vol. 363, nº 1, p. 290-296.

Kang, M. K., Y. L. Ai, M. X. Zhang, Y. Q. Yang, M. Zhu et Y. Chen. 2009. « Carbon content of bainite ferrite in 40CrMnSiMoV steel ». *Materials Chemistry and Physics,* vol. 118, nº 2, p. 438-441.

Kang, Minwoo, Minsu Jung, Hyongjik Lee et Young-Kook Lee. 2012. « Microstructural Evolution during Austenitization and Quenching of a 5% Cr Work Roll ». *Materials Transactions,* vol. 53, nº 11, p. 1915-1921.

Kapoor, Rajeev, et IS Batra. 2004. « On the α′ to γ transformation in maraging (grade 350), PH 13-8 Mo and 17-4 PH steels ». *Materials Science and Engineering: A,* vol. 371, nº 1-2, p. 324-334.

Koistinen, DP, et RE Marburger. 1959. « A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels ». *acta metallurgica,* vol. 7, nº 1, p. 59-60.

Kokosza, A, J Pacyna, P Bała et R Dziurka. 2013. « The influence of continuous heating rate on the austenite formation in the medium carbon TRIP steel ». *Archives of Materials Science and Engineering,* vol. 62, nº 1, p. 22--27.

Krauss, G. 2001. « Deformation and fracture in martensitic carbon steels temepered at low temperatures ». *Metallurgical and materials transactions A,* vol. 32A, p. 861-876.

Kuziak, R., R. Kawalla et S. Waengler. 2008. « Advanced high strength steels for automotive industry ». *Archives of Civil and Mechanical Engineering,* vol. 8, nº 2, p. 103-117.

Lee, S-J, J-S Park et Y-K Lee. 2008. « Effect of austenite grain size on the transformation kinetics of upper and lower bainite in a low-alloy steel ». *Scripta Materialia,* vol. 59, p. 87-90.

Lee, S.-J., et Y.-K. Lee. 2008 «Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels ». *Materials and Design* vol. 29, p. 1840–1844.

Lee, Seok-Jae, et Young-Kook Lee. 2005. « Effect of Austenite Grain Size on Martensitic Transformation of a Low Alloy Steel ». *Materials Science Forum* vol. 475-479, p. 3169-3172.

Lee, Seok-Jae, et Young-Kook Lee. 2008. « Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels ». *Materials & Design,* vol. 29, nº 9, p. 1840-1844.

Lee, Seok-Jae, Yong-Min Park et Young-Kook Lee. 2009. « Reverse transformation mechanism of martensite to austenite in a metastable austenitic alloy ». *Materials Science and Engineering: A,* vol. 515, nº 1, p. 32-37.

Li, Dan, Yong-an Min et Xiao-chun Wu. 2010. « Calculation of Austenite Formation Kinetics of Copper-Bearing Steel During Continuous Heating ». *Journal of Iron and Steel Research, International,* vol. 17, nº 11, p. 62-66.

Li, N., J. Lin, D.S. Balint et T.A. Dean. 2016. « Experimental characterisation of the effects of thermal conditions on austenite formation for hot stamping of boron steel ». *Journal of Materials Processing Technology,* vol. 231, p. 254-264.

Li, Sheng-ci, Yong-lin Kang, Guo-ming Zhu et Shuang Kuang. 2015. « Austenite formation during intercritical annealing in C-Mn cold-rolled dual phase steel ». *Journal of Central South University,* vol. 22, nº 4, p. 1203-1211.

Liu, G, SG Zhang, QG Meng, J Wang et J Li. 2017. « Effect of heating rate on microstructural evolution and mechanical properties of cold-rolled quenching and partitioning steel ». *Ironmaking & Steelmaking,* vol. 44, nº 3, p. 202-209.

Liu, K. , T.Q. He, X.L. Wan, K. Bhandari et K.M. Wu. 2011. « The effect of isothermal holding on the microstructures and mechanical properties of a low carbon alloy steel ». *Materials Characterization*, p. 340-345.

Liu, Yandong, et Wei Sun. 2013. « Effects of Heating Rate on the Phase Transformation Temperature of Austenite in M Steel Sheet ». In *Proceedings of the 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing*. p. 835-838. Springer.

Liu, Yin Gang, Miao Quan Li et Xiao Ling Dang. 2013. « Effect of Heating Temperature and Heating Rate on Austenite in the Heating Process of 300M Steel ». *Materials Science Forum,* vol. 749, p. 260-267.

Long, X. Y., J. Kang, B. Lv et F. C. Zhang. 2014. « Carbide-free bainite in medium carbon steel ». *Materials & Design,* vol. 64, p. 237-245.

López-Martínez, Edgar, Octavio Vázquez-Gómez, Héctor Javier Vergara-Hernández et Bernardo Campillo. 2015. « Effect of initial microstructure on austenite formation kinetics in high-strength experimental microalloyed steels ». *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials,* vol. 22, p. 1304-1312.

Luo, Xiaomeng, Lizhan Han et Jianfeng Gu. 2016. « Study on Austenitization Kinetics of SA508 Gr. 3 Steel Based on Isoconversional Method ». *Metals,* vol. 6, nº 1, p. 8.

Luo, Yi, Xiao-chun Wu, Hong-bin Wang et Yong-an Min. 2008. « Study on microstructure and hardness uniformity of non-quenched prehardened steel for large section plastic mould ». *Materials Science and Engineering: A,* vol. 492, nº 1, p. 205-210.

Luo, Yiwa, Hanjie Guo, Xiaolin Sun, Mingtao Mao et Jing Guo. 2017. « Effects of austenitizing conditions on the microstructure of AISI M42 high-speed steel ». *Metals,* vol. 7, nº 1, p. 27.

Macedo, Marciano Quites, André Barros Cota et Fernando Gabriel da Silva Araújo. 2011 «The kinetics of austenite formation at high heating rates ». *Metallurgy and materials,* vol. 64(2), p. 163-167.

Machlin, E. S. . 2007. *An Introduction to Aspects of Thermodynamics and Kinetics Relevant to Materials Science*, 284. Amsterdam: Elsevier.

Maidorn, C, et D Blind. 1985. « Solidification and segregation in heavy forging ingots ». *Nuclear engineering and design,* vol. 84, nº 2, p. 285-296.

Martín, San D., de T. Cock, A. García-Junceda, F. G. Caballero, C. Capdevila et C. García de Andrés. 2008. « Effect of heating rate on reaustenitisation of low carbon niobium microalloyed steel ». *Materials Science and Technology,* vol. 24, nº 3, p. 266-272.

Mordike, BL, et Tü Ebert. 2001. « Magnesium: properties—applications—potential ». *Materials Science and Engineering: A,* vol. 302, nº 1, p. 37-45.

Movahed, P, S Kolahgar, SPH Marashi, M Pouranvari et N Parvin. 2009. « The effect of intercritical heat treatment temperature on the tensile properties and work hardening behavior of ferrite–martensite dual phase steel sheets ». *Materials Science and Engineering: A,* vol. 518, nº 1-2, p. 1-6.

Murry, Guy; Technique de l'ingénieur: Transformations dans les aciers. 1998. *Transformations dans les aciers*, Doc M 1115. Coll. « Technique de l'ingénieur ». 2-49 p.

Nanesa, Hadi Ghasemi, Mohammad Jahazi et Reza Naraghi. 2015. « Martensitic transformation in AISI D2 tool steel during continuous cooling to 173 K ». *Journal of Materials Science,* vol. 50, nº 17, p. 5758-5768.

Oliveira, F. L. G., M. S. Andrade et A. B. Cota. 2007. « Kinetics of austenite formation during continuous heating in a low carbon steel ». *Materials Characterization,* vol. 58, nº 3, p. 256-261.

Porter, D.A. , et K.E. Easterling (110-184). 2004. *Phase transformations in metals and alloys: crystal interfaces and microstructure*, 3.

Qiao, Xun, Lizhan Han, Weimin Zhang et Jianfeng Gu. 2016. « Thermal Stability of Retained Austenite in High-carbon Steels during Cryogenic and Tempering Treatments ». *ISIJ International,* vol. 56, nº 1, p. 140-147.

Qiu, Hai, Jingang Qi, Fuxin Yin et Kazuo Hiraoka. 2009. « Determination of Parameters for Fitting the Dilatation Curve of Austenite-Martensite Transformation in Cr-Ni Steels ». *ISIJ international,* vol. 49, nº 1, p. 146-148.

Rees, GI, et HKDH Bhadeshia. 1992. « Bainite transformation kinetics part 1 modified model ». *Materials Science and Technology,* vol. 8, nº 11, p. 985-993.

Richard, A. M. Napitupulu. 2017. « Influence of heating rate and temperature on austenite grain size during reheating steel ». *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering,* vol. 237, nº 1, p. 012038.

Rostoker, William, et James R Dvorak. 2012. *Interpretation of metallographic structures*. Elsevier.

S.-J. Lee, Y.-K. Lee 2008. « Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels ». *Materials and Design*, p. 1840–1844.

Sakai, T., A. Belyakov et H. Miura. 2008. « Ultrafine Grain Formation in Ferritic Stainless Steel during Severe Plastic Deformation ». *Metallurgical and Materials Transactions A,* vol. 39, nº 9, p. 2206.

Santuliana, E, C Menapace, G Ischia et A Molinari. 2011. « Effect of austenitisation temperature on austenite transformations in 0· 7% C Cr–Mo PM steel ». *Powder Metallurgy,* vol. 54, nº 3, p. 331-337.

Sellars, CM. 1980. « The physical metallurgy of hot working ». In *Hot Working and Forming Processes[Proc. Conf.], Sheffield, England, July 1979*. p. 3-15.

Seok Jae, Lee 2013. « Evaluation of Empirical Kinetics Models of Athermal Martensite Transformation in Plain Carbon and Low Alloy Steels ». In *Advanced Materials Research*. Vol. 798, p. 39-44. Trans Tech Publ.

Serajzadeh, Siamak. 2004. « Modelling of temperature history and phase transformations during cooling of steel ». *Journal of Materials Processing Technology,* vol. 146, nº 3, p. 311-317.

Shi, Yaowu, et Zhunxiang Han. 2008. « Effect of weld thermal cycle on microstructure and fracture toughness of simulated heat-affected zone for a 800 MPa grade high strength low alloy steel ». *Journal of Materials Processing Technology,* vol. 207, p. 30-39.

Sista, S, Z Yang et T DebRoy. 2000. « Three-dimensional Monte Carlo simulation of grain growth in the heat-affected zone of a 2.25 Cr-1Mo steel weld ». *Metallurgical and Materials Transactions B,* vol. 31, nº 3, p. 529-536.

Sokolowski, Peter K., et Bruce A. Lindsley. 2010. « INFLUENCE OF CHEMICAL COMPOSITION AND AUSTENITIZING TEMPERATURE ON HARDENABILITY OF PM STEELS ». *International Journal of Powder Metallurgy,* vol. 46, nº 1, p. 43-54.

Spezzapria, Mattia, Alessio G. Settimi, Luca Pezzato, Michele F. Novella, Michele Forzan, Fabrizio Dughiero, Stefania Bruschi, Andrea Ghiotti, Katya Brunelli et Manuele Dabalà. 2017. « Effect of Prior Microstructure and Heating Rate on the Austenitization Kinetics of 39NiCrMo3 Steel ». *steel research international,* vol. 88, nº 5, p. 1600267-n/a.

Steels, Low-Alloy. 1991. « Defects and Distortion in Heat-Treated Parts ».

Sugimoto, Koh Ichi, Junya Kobayashi, Yuji Nakajima et Takuya Kochi. 2014. « The Effects of Cooling Rate on Retained Austenite Characteristics of a 0.2C-1.5Si-1.5Mn-1.0Cr-0.05Nb TRIP-Aided Martensitic Steel ». *Materials Science Forum,* vol. 783-786, p. 1015-1020.

Tensi, Hans M., Anton Stich et George E. Totten. 1997. « Quenching and quenching technology,Seel heat treatment handbook ». vol. 4, p. 157-250.

Umemoto, Minoru, Kazunari Horiuchi et Imao Tamura. 1982. « Transformation kinetics of bainite during isothermal holding and continuous cooling ». *Tetsu-to-Hagane,* vol. 68, nº 3, p. 461-470.

UTINAM, Plateforme-chimie. 2016. « diffractometre_des_rayons_x_drx ». < http://plateforme-chimie.obs-besancon.fr/doku.php?id=diffractometre_des_rayons_x_drx&rev=1464690849 >. Consulté le 19:45, 23 August.

Van Bohemen, SMC, et J Sietsma. 2009. « Effect of composition on kinetics of athermal martensite formation in plain carbon steels ». *Materials Science and Technology,* vol. 25, nº 8, p. 1009-1012.

Veuillez sélectionner un type de document autre que « Generic » afin de faire afficher la référence bibliographique.

Xu, Dong, Cheng Ji, Hongyang Zhao, Dongying Ju et Miaoyong Zhu. 2017. « A new study on the growth behavior of austenite grains during heating processes ». *Scientific Reports,* vol. 7, nº 1, p. 3968.

Yamamoto, J, S Meguro, Y Muramatsu, N Hayakawa et K Hiraoka. 2007. « 'Analysis of residual stress reduction by using Low transformation-temperature materials' ». *QJ JWS,* vol. 25, p. 560-568.

Yamamoto, Junji, Susumu Meguro, Yoshiki Muramatsu, Naoya Hayakawa et Kazuo Hiraoka. 2009. « Analysis of martensite transformation behaviour in welded joints of low transformation-temperature materials ». *Welding International,* vol. 23, nº 6, p. 411-421.

Yi, Hai-Long, Lin-Xiu Du, Guo-Dong Wang et Xiang-Hua Liu. 2007. « Influence of Holding Time After Deformation on Bainite Transformation in Niobium Microalloyed Steel ». *Journal of Iron and Steel Research, International,* vol. 14, nº 5, p. 62-65.

Zhang, S. S., M. Q. Li, Y. G. Liu, J. Luo et T. Q. Liu. 2011. « The growth behavior of austenite grain in the heating process of 300M steel ». *Materials Science and Engineering: A,* vol. 528, nº 15, p. 4967-4972.

Zhang, Wei, XC Wu et YA Min. 2009. « Study on continuous heating transformation in a precipitation hardening bainitic steel ». *Trans. Mater. Heat Treat,* vol. 30, p. 111.

Zheng, Y. F., R. M. Wu, X. C. Li et X. C. Wu. 2017. « Continuous cooling transformation behaviour and bainite formation kinetics of new bainitic steel ». *Materials Science and Technology,* vol. 33, nº 4, p. 454-463.