

CARACTÉRISTIQUE DES CONTRAINTES  
D'ÉCOULEMENT ET DES CINÉTIQUES DE  
TRANSFORMATION DURANT UN FORGEAGE LIBRE  
DE LINGOTS D'ACIERS DE GRANDE TAILLE

par

Matthieu BITTERLIN

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

MONTRÉAL, LE 10 FÉVRIER 2020

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

©Tous droits réservés

Cette licence signifie qu'il est interdit de reproduire, d'enregistrer ou de diffuser en tout ou en partie, le présent document. Le lecteur qui désire imprimer ou conserver sur un autre media une partie importante de ce document, doit obligatoirement en demander l'autorisation à l'auteur.

**PRÉSENTATION DU JURY**

CETTE THÈSE A ÉTÉ ÉVALUÉE

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

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

Mme Danielle Monfet, président du jury  
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

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

M. Sylvain Turenne, examinateur externe  
École Polytechnique de Montréal

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

LE 8 JANVIER 2020

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE



## REMERCIEMENTS

En premier lieu, je tiens à remercier Professeur Mohammad JHAZI pour m'avoir permis de réaliser la présente étude sous sa supervision dans son laboratoire à l'École de Technologie Supérieure. Son aide précieuse et ses conseils ont permis le développement et la complétion du projet de recherche, grâce à une curiosité scientifique et un savoir remarquable. Sa confiance dans le travail effectué a beaucoup compté dans la finalité de la thèse.

Par la même occasion, je voudrais adresser un grand merci à l'équipe de Finkl Steel®, en particulier Louis-Philippe LAPIERRE BOIRE, Raymond BEAUVAIS, Jean-Benoît MORIN, Serge LAFRENIÈRE, Rami TREMBLAY et Haikouhi MELKONYAN pour leur aide et leur soutien technique dans cette étude. Sans leur apport documentaire et leur confiance, la mise en application du travail de recherche aurait été sans doute moins aisée.

Dans un deuxième temps, je souhaite remercier Davood SHAHRIARI pour son aide lors du développement du plan d'expérience des essais de déformation à chaud effectués sur Gleeble-3800, ainsi que Claude-Daniel LEGAULT et Radu ROMANICA pour leur aide en tant que techniciens sur la machine. Leurs expertises ont permis de mener à bien ce projet, et les discussions – scientifiques ou non – furent instructives et plaisantes. Je tiens aussi à remercier Serge PLAMONDON pour son aide technique, ses conseils et sa bonne humeur dans la supervision de la machine MTS. Je tiens également à remercier vivement Abdelhalim LOUCIF, avec qui j'ai pu souvent travailler tout au long de mon projet académique. Ses connaissances, son implication ainsi que sa bonne humeur ont été les clés de voûtes de plusieurs projets communs. Un remerciement tout particulier à Samir CHENTOUF qui, dès le début, aura pris le temps de me former à différentes machines, et qui aura été le catalyseur de recherches de solutions d'attaque pour la révélation des joints de grains.

Un grand merci à tous les membres du groupe de recherche du CM2P, avec lesquels j'ai pu partager aussi bien des expertises scientifiques que d'agréables moments. Sans le support particulièrement précieux de Makarim KHAN, la modélisation du comportement mécanique n'aurait pas été aussi compréhensible et aisée à mettre en œuvre, et je tiens à l'en remercier.

Par ailleurs, je tiens également à remercier Monzer DAOUD pour son aide sur les analyses mécaniques des essais de déformation à chaud, ainsi que pour les nombreux moments passés dans le même bureau.

Je tiens également à remercier ma famille et mes amis qui m'ont toujours soutenu, de près ou de loin, dans ce que j'ai entrepris : mes parents, mon frère, Héloïse, Jean-Gauthier, Pierre, Corentin, Marjorie, Cécile, Alexandre, Michel, Clément et Kévin. Enfin, je tiens à remercier particulièrement Marion, ma compagne, pour son soutien, ses encouragements et son amour.

# Caractéristique des contraintes d'écoulement et des cinétiques de transformation durant un forgeage libre de lingots d'aciers de grande taille

Matthieu BITTERLIN

## RÉSUMÉ

L'acier AISI 4330, initialement développé pour l'industrie aéronautique, est depuis peu grandement utilisé pour l'extraction de sables bitumineux. Sa teneur accrue en nickel lui confère de très bonnes caractéristiques mécaniques ainsi qu'une meilleure résistance à la corrosion, en comparaison à des nuances équivalentes dépourvues de cet élément chimique. Son forgeage reste néanmoins plus délicat et des problèmes de fissuration à chaud apparaissent fréquemment. Sa mise en forme consiste en une coulée en lingotière suivie d'un forgeage en matrice ouverte puis de plusieurs étapes de conditionnement. Les cas de fissuration recensés apparaissent essentiellement lors du refroidissement après forgeage. Les premières investigations menées permettent d'éliminer la thèse de fissuration par présence de secondes phases. En effet, il a été démontré que la propreté chimique de l'acier étudié est excellente, comparativement à d'autres nuances industrielles de même gamme de composition. Cependant, il apparaît que la composition chimique d'un acier peut grandement influencer son comportement mécanique lors d'une déformation. Or, l'occurrence des fissures lors du refroidissement de l'acier indiquent que les mécanismes qui gouvernent leur apparition sont d'ordres thermiques et mécaniques. Cependant, la littérature contient peu d'informations quant aux caractéristiques mécaniques à chaud de l'acier AISI 4330, ainsi que sur l'influence du nickel sur le forgeage à chaud en matrice ouverte et les phénomènes dynamiques apparaissant lors de cette étape de mise en forme. Dès lors, les objectifs principaux de cette étude sont interconnectés :

- Identifier la réponse mécanique à une sollicitation thermomécanique de l'acier AISI 4330.
- Caractériser l'influence du nickel sur ce comportement à chaud.
- Identifier la ou les causes de fissuration de l'acier AISI 4330 lors de son forgeage en matrice ouverte.

À partir de données du partenaire industriel, il a été possible de recréer les conditions de forgeage de l'acier par le biais d'essais de compression à chaud réalisés sur Gleeble-3800. Les résultats de ces simulations ont permis de déterminer les équations constitutives de l'acier AISI 4330, d'en déduire ses lois d'adoucissement et sa sensibilité au forgeage à l'aide de plusieurs modèles physiques largement utilisés dans la littérature pour des aciers similaires. Des études comparatives ont rendu possible l'identification de l'influence du nickel sur plusieurs paramètres liés au forgeage et aux phénomènes dynamiques apparaissant lors d'une déformation à chaud. De ces données ont pu être extraites des informations quant au phénomène de fissuration à chaud de l'acier AISI 4330.

**Mots-clés :** aciers faiblement alliés à haute teneur en nickel; comportement mécanique; équation constitutive; forgeage en matrice ouverte; recristallisation dynamique; forgeabilité.





# **Flow characteristics and kinetics of recrystallization during open die forging of large size ingots**

Matthieu BITTERLIN

## **ABSTRACT**

Initially widely used in the aerospace industry, AISI 4330 grade steel also found applications in critical equipment in the oil and gas industry. Its increased nickel content compared to low alloyed steel grades gives it very good mechanical properties as well as better resistance to corrosion. However, temperature formability can be modified by such adding and hot cracking problems occur frequently after ingot mold casting followed by open die forging and several conditioning steps. The identified cases of cracking appear mainly during cooling after hot forging. The first investigations exclude the second phases as being responsible for the hot cracking of ingots of steels as it has been reported by many studies. However, it appears that the chemical composition of steel can greatly influence its mechanical behavior during deformation. However, the occurrence of cracks during cooling after steel forging indicates therefore that the cracking mechanisms are due to thermomechanical process. Nevertheless, the literature contains little information on the hot mechanical properties of AISI 4330 steel, as well as the influence of nickel on open die forging and on dynamic mechanisms occurring during deformation. Therefore, the main objectives of this study are interconnected:

- Identify the mechanical response to thermodynamic forging of AISI 4330 steel.
- Characterize the influence of nickel on its mechanical behavior.
- Identify the root cause (s) of cracking of AISI 4330 steel during its open die forging.

Based on data from the industrial partner, it was possible to recreate the forging conditions of the steel by hot compression tests carried out on Gleeble-3800. The results of these simulations allow to determine constitutive equations of AISI 4330 steel grade, and therefore to deduce its softening equations and workability using several physical models widely used in the literature for similar steels. Comparative studies let to identify the influence of nickel on several parameters related to forging and the dynamic mechanics that occur during hot deformation. From these data could be extracted information about the phenomenon of hot cracking of AISI 4330 steel.

**Keywords:** high nickel content low alloy steels; flow stress; constitutive modeling; thermomechanical processing; dynamic recrystallization; workability.



## TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE.....	5
1.1 Comportement d'un matériau lors d'une déformation à chaud .....	5
1.1.1 Élaboration et forgeage libre.....	5
1.1.2 Courbes de contrainte-déformation et recristallisation dynamique .....	8
1.1.3 Étude de la cinétique de recristallisation .....	12
1.1.4 Modélisation du comportement à chaud par les équations constitutives d'Arrhenius .....	17
1.1.4.1 Choix du modèle d'équations constitutives .....	17
1.1.4.2 Établissement du modèle d'Arrhenius .....	20
1.1.5 Sensibilité à la vitesse de déformation.....	23
1.2 Paramètres affectant le comportement à chaud des aciers.....	25
1.2.1 Influence de la température et de la vitesse de déformation.....	25
1.2.2 Influence des précipités.....	28
1.2.3 Influence de la taille de grain.....	30
1.2.4 Influence des éléments d'alliages .....	32
1.2.5 Influence du nickel.....	38
1.3 Discussions .....	40
1.4 Conclusions.....	41
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE .....	43
2.1 Méthodologie d'analyse.....	43
2.2 Équipement utilisé .....	45
2.2.1 Appareil de simulation de forgeage Gleeble-3800 .....	45
2.2.2 Contrôle de la température lors d'un essai de déformation .....	48
2.3 Choix des paramètres de simulation thermomécanique.....	50
2.3.1 Processus de forgeage de l'acier AISI 4330 modifié.....	50
2.3.2 Températures de chauffage et de compression .....	52
2.3.3 Résumé des paramètres.....	54
2.4 Matériaux considérés .....	56
2.4.1 Prélèvement des matériaux .....	56
2.4.2 Préparation métallographique et microstructure initiale.....	58
2.5 Conclusion .....	59
CHAPITRE 3 RÉSULTATS ET ANALYSES .....	60
3.1 Résultats des essais de déformation et observations micrographiques.....	60
3.1.1 Courbes de contrainte-déformation.....	60
3.1.2 Préparation et attaque chimique des échantillons .....	61
3.1.3 Résultats sur les échantillons déformés .....	63
3.1.4 Discussions .....	68

3.2	Correction de la friction sur les courbes de contrainte-déformation.....	70
3.3	Essais de répétabilité.....	74
3.4	Détermination des équations constitutives par le modèle d'Arrhenius .....	75
3.4.1	Détermination du modèle d'Arrhenius en fonction de la déformation .....	76
3.4.2	Vérification des équations constitutives d'Arrhenius .....	85
3.4.3	Détermination du modèle d'Arrhenius au pic de contrainte .....	86
3.4.4	Discussions .....	89
3.5	Sensibilité à la vitesse de déformation m.....	90
3.6	Détermination des cinétiques de recristallisation .....	97
3.7	Influence du nickel sur le comportement à chaud de l'acier AISI 4330 modifié .....	105
3.7.1	Sensibilité à la déformation .....	105
3.7.2	Énergies d'activation apparentes et constantes de contrainte .....	108
3.7.3	Cinétiques de recristallisation .....	110
3.7.4	Influence du nickel sur l'énergie de défauts d'empilement .....	111
3.8	Résumé et conclusions .....	113
CONCLUSIONS.....		116
CONTRIBUTIONS SCIENTIFIQUES .....		119
RECOMMANDATIONS .....		120
CHAPITRE 4 PERSPECTIVES DE L'ÉTUDE .....		121
4.1	Microstructure et taille de grains .....	121
4.2	Transformation dynamique.....	123
4.3	Essais de déformation sur structure as-cast .....	126
4.4	Modèle de sensibilité à la vitesse de déformation .....	127
ANNEXE I	CRACKING MECHANISMS IN LARGE SIZE INGOTS OF HIGH NICKEL CONTENT LOW ALLOYED STEELS .....	129
ANNEXE II	HOT DEFORMATION BEHAVIOR OF A NICKEL-MODIFIED AISI 4330 STEEL.....	147
BIBLIOGRAPHIE.....		181

## LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1 Influence de la taille de grains sur l'énergie apparente d'activation.....	30
Tableau 1.2 Comparaison des énergies d'activation et des températures de recristallisation d'aciers microalliés (Mirzaee et al., 2012; Zhu et al., 2015).....	39
Tableau 2.1 Vitesses de presse et vitesses de déformation vraie correspondantes.....	52
Tableau 2.2 Variables considérées pour les essais de compression de l'acier au nickel.....	55
Tableau 2.3 Composition nominale chimique (en %massique) de l'acier AISI 4330 modifié des échantillons de compression.....	56
Tableau 3.1 Réactifs chimiques utilisés pour l'analyse micrographie des échantillons déformés (Bramfitt et Benschoter, 2002).....	62
Tableau 3.2 Occurrence de la recristallisation dynamique (DRX) et restauration dynamique (DRV) sous les conditions d'essais (adapté de Bitterlin et al., 2018).....	73
Tableau 3.3 Détermination des constantes du modèle d'Arrhenius.....	77
Tableau 3.4 Constantes des équations 3.5.....	81
Tableau 3.5 Écarts moyens, minimum et maximum entre le modèle d'Arrhenius et les données expérimentales.....	84
Tableau 3.6 Comparaison des écarts relatifs moyens absolus et des coefficients de corrélation.....	84
Tableau 3.7 Conditions expérimentales de validation des équations constitutives.....	85
Tableau 3.8 Comparaison des sensibilités à la vitesse de déformation m expérimentales et du modèle.....	97
Tableau 3.9 Déformations et contraintes critiques et maximales, exposants et coefficients d'Avrami dans des conditions de recristallisation dynamique.....	100
Tableau 3.10 Contraintes et déformations caractéristiques de recristallisation dynamique.....	102
Tableau 3.11 Paramètres des fonctions de sensibilité à la vitesse de déformation m.....	107
Tableau 3.12 Effet du nickel sur les constantes du modèle de Zener-Hollomon (adapté de Bitterlin et al., 2018).....	109

Tableau 3.13 Influence du nickel sur les cinétiques de recristallisation  
(adapté de Bitterlin et al., 2018).....110

## LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Élaboration de l'acier de seconde fusion chez Finkl Steel® (Sorel Forge, 2013) .....6
Figure 1.2	(a) Forgeage libre, (b) matriçage avec bavure, (c) matriçage sans bavure (Groover, 2010).....7
Figure 1.3	Diagramme de phase Fer-Carbone (Barralis et Maeder, 2007).....8
Figure 1.4	Courbes de contrainte-déformation et phénomènes dynamiques .....9
Figure 1.5	(a) Phénomène de restauration, (b) Phénomène de recristallisation (adapté de Guo-Zheng, 2013).....10
Figure 1.6	Représentation graphique de l'énergie d'activation thermodynamique (Smallman et Ngan, 2007) .....11
Figure 1.7	Schématisation de la cinétique de la recristallisation (Humphreys et Hatherly, 2004).....13
Figure 1.8	Croissance des grains lors d'une recristallisation (Barralis et Maeder, 2007).....14
Figure 1.9	Modèle d'étude de la cinétique de recristallisation (Queleennec et Jonas, 2012) .....14
Figure 1.10	(a) Obtention des contraintes maximales, de stabilisation et de saturation par première dérivée, (b) obtention de la contrainte critique par seconde dérivée (Poliak et Jonas, 1996) .....17
Figure 1.11	Écarts relatifs des modèles (a) de Johnson-Cook, (b) de Zerilli-Armstrong et (c) d'Arrhenius par rapport au comportement d'un acier 28CrMnMoV (Li et al., 2013).....19
Figure 1.12	Organigramme de détermination des constantes du modèle d'Arrhenius .....23
Figure 1.13	Sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de la température relative de plusieurs matériaux (Montheillet et Jonas, 1996).....24
Figure 1.14	Courbes de contrainte-déformation d'un acier 35CrMo à (a) $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ , (b) $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , (c) $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ et (d) $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ (adapté de Zhang et al., 2003) .....27
Figure 1.15	Influence des paramètres de déformation sur l'initiation et la cinétique de recristallisation d'un acier microallié au titane (Queleennec et Jonas, 2012) .....27

Figure 1.16	Formation des boucles de dislocations autour de précipités (Barralis et Maeder, 2007) .....	28
Figure 1.17	Changement de comportement d'un acier 26CrNiMoV14-5 (Mirzaee et al., 2012) ....	29
Figure 1.18	Essais de déformation d'un acier 35CrMo à $T = 1050^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ avec différentes tailles de grains. (Zhang et al., 2003).....	32
Figure 1.19	Effet du carbone sur l'énergie apparente d'activation (Wei et al., 2014).....	35
Figure 1.20	Influence des éléments microalliés sur la température limite de recristallisation (Lagneborg et al., 1999) .....	37
Figure 1.21	Influence du carbone et du silicium sur les cinétiques de recristallisation, avec $X_D$ fraction de recristallisation (Serajzadeh et Taheri, 2002) .....	38
Figure 2.1	Méthodologie d'analyse de la fissuration à chaud de l'acier AISI 4330 modifié au nickel .....	44
Figure 2.2	Simulateur de compression à chaud Gleeble-3800 (DSI, 2010) .....	45
Figure 2.3	Positionnement de l'échantillon instrumenté dans la chambre de compression de la Gleeble-3800. ....	46
Figure 2.4	Lubrification d'un échantillon d'essai de compression sur Gleeble.....	47
Figure 2.5	Plan des échantillons de compression sur Gleeble-3800 (document interne) .....	48
Figure 2.6	Échantillon instrumenté, avec gaines protectrices en alumine et fibre de verre autour des fils de thermocouples .....	49
Figure 2.7	(a) Sortie de four d'un lingot, (b) première étape de forgeage, (c) deuxième étape de forgeage, (d) forgeage de finition .....	50
Figure 2.8	Extrait d'un graphique de forge d'un acier AISI 4330 modifié .....	51
Figure 2.9	Diagramme TRC en fonction de la déformation pour 34CrNiMo6 (Nürnberg et al., 2010).....	54
Figure 2.10	Cycle thermomécanique des essais de compression sur machine Gleeble.....	55
Figure 2.11	Carte de ségrégation d'un lingot coulé (Pickering, 2013).....	57
Figure 2.12	(a) Géométrie de la brame forgée et zone d'oxycoupage, (b) photo des échantillons prélevés de la partie oxycoupée .....	58
Figure 2.13	(a) Microstructure de la structure préforgée, (b) retraçage des joints de grains .....	59



Figure 3.1	Courbes de contrainte-déformation brutes, (a) $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ , (b) $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , (c) $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$ et (d) $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .....	60
Figure 3.2	Macrographies de différents échantillons déformés.....	64
Figure 3.3	(a et b) Effet de tonnelage sur un échantillon compressé à chaud, (c) zones de déformation sur échantillon compression (Dieter, 2003) .....	65
Figure 3.4	(a, b et c) Micrographies du centre des échantillons, au MEB, (d, et et f) avec retraçage des joints de grains (grossissement x1000). Les flèches jaunes indiquent les joints de grains identifiés, les flèches rouges indiquent les grains recristallisés.....	67
Figure 3.5	Courbes de contrainte-déformation corrigées, (a) $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ , (b) $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , (c) $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$ et (d) $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .....	72
Figure 3.6	Essais de répétabilité à $T = 1200^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .....	74
Figure 3.7	Relations entre contraintes, vitesses de déformation et température à une déformation de 0,2.....	78
Figure 3.8	Relation entre $\ln Z$ et $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ à une déformation de 0,2.....	79
Figure 3.9	Modélisation polynomiale des constantes du modèle d'Arrhenius.....	80
Figure 3.10	Corrélation du modèle (points noirs) et des courbes expérimentales (a) $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ , (b) $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , (c) $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$ et (d) $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .....	82
Figure 3.11	Corrélation entre les contraintes expérimentales et prédites .....	83
Figure 3.12	Courbes expérimentales et modèle d'Arrhenius correspondant.....	86
Figure 3.13	Relations entre $\sigma_p$ , vitesses de déformation et températures .....	87
Figure 3.14	Relation entre $\ln Z$ et contrainte maximale .....	88
Figure 3.15	Corrélation entre contrainte expérimentale et prédite .....	89
Figure 3.16	Sensibilité à la vitesse de déformation $m$ en fonction de la température et de la déformation.....	91
Figure 3.17	Sensibilité à la vitesse de déformation aux pics de contrainte .....	92
Figure 3.18	Évolution des fractions de phases en fonction de la température de l'acier AISI 4330 allié au nickel prédites par Thermo-Calc™ .....	93
Figure 3.19	Détermination du paramètre $\tau$ .....	94

Figure 3.20	Détermination de la sensibilité à la vitesse de déformation à la température de fusion $m_M$ , avec $TH = T/T_{fusion}$ .....	95
Figure 3.21	Sensibilité à la vitesse de déformation de l'acier AISI 4330 allié au nickel, avec et sans correction.....	96
Figure 3.22	Méthode de double dérivée appliquée aux essais à (a) $0,01 \text{ s}^{-1}$ , (b) $0,1 \text{ s}^{-1}$ , (c) $0,5 \text{ s}^{-1}$ et (d) $1 \text{ s}^{-1}$ (adapté de Bitterlin et al., 2018) .....	99
Figure 3.23	Relations entre (a) déformations critiques et maximales et (b) contraintes critiques et maximales (adapté de Bitterlin et al., 2018).....	101
Figure 3.24	Relations entre les contraintes caractéristiques et le paramètre de Zener-Hollomon .....	103
Figure 3.25	Cinétiques de recristallisation expérimentales (points) et prédites (courbes) à (a) $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ ; (b) $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ ; (c) $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$ et (d) $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ (adapté de Bitterlin et al., 2018).....	104
Figure 3.26	Sensibilité à la vitesse de déformation $m$ des aciers AISI 4130, AISI 4340 et AISI 4330 allié au nickel (adapté de Bitterlin et al., 2018).....	105
Figure 3.27	Comparaison des sensibilités à la vitesse de déformation $m$ de différents métaux et de l'acier AISI 4330 allié au nickel (adapté de Montheillet et Jonas, 1996; Sajadifar et al., 2013; et Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010) .....	107
Figure 3.28	Simulation JMatPro® de l'énergie de défaut d'empilement en fonction de la composition chimique massique de l'acier AISI 4330 modifié au nickel, à $1150^\circ\text{C}$ .....	112
Figure 4.1	Mouvement des joints de grains observés après thermal etching sur un acier faiblement allié microallié (García de Andrés et al., 2002) .....	122
Figure 4.2	(a) mécanisme de la transformation dynamique, (b) étapes du mécanisme de transformation dynamique (Jonas et Ghosh, 2013).....	124
Figure 4.3	Méthode de double dérivée avec deux minimas, présence de transformation dynamique (Jonas et al., 2013).....	125
Figure 4.4	Énergie d'activation d'un acier AISI 4140 (a) as-cast et (b) traité thermiquement (Chadha et al., 2017; Lin, Chen et Zhong, 2008).....	126

## LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AISI	American Iron and Steel Institute
ANSI	American National Standards Institute
ASTM	American Society for Testing of Materials
DRX	Recristallisation dynamique
DRV	Restauration dynamique
DSI	Dynamic System Inc.
EBSD	Electron Backscatter Diffraction, analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés
EtOH	Ethanol
ERM	Erreur relative moyenne [%]
exp	expérimental
pred	prédiction
JMAK	Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov
MEB	Microscope Electronique à Balayage
SFE	Stacking Fault Energy, Énergie de défauts d'empilement [ $\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ ]
SIC	Carbure de silicium
TRC	Transformation en refroidissement continu

### Éléments chimiques :

Al	Aluminium	Ni	Nickel
C	Carbone	P	Phosphore
Cu	Cuivre	S	Soufre
Cr	Chrome	Si	Silicium
Mn	Manganèse	Ti	Titane
Mo	Molybdène	V	Vanadium
N	Azote	W	Tungstène
Nb	Niobium		



## LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

### Symboles :

$A_1, A_3$	Températures de transformation du diagramme Fer-Carbone [ $^{\circ}\text{C}$ ]
$A_{C1}, A_{C3}$	Températures de transformation au chauffage du diagramme Fer-Carbone [ $^{\circ}\text{C}$ ]
$A$	Constante du matériau du modèle d'Arrhenius
$\alpha$	Coefficient du modèle d'Arrhenius [ $\text{MPa}^{-1}$ ]
$\beta$	Constante du modèle d'Arrhenius
$b$	Coefficient de tonnelage
$C$	Coefficient de correction du tonnelage
$D$	Diamètre des grains [ $\mu\text{m}$ ]
$\varepsilon$	Déformation vraie
$\dot{\varepsilon}$	Vitesse de déformation [ $\text{s}^{-1}$ ]
$\Delta F$	Énergie libre [J]
$\Delta F^*$	Énergie libre de transformation [J]
$H$	Hauteur de l'échantillon [mm]
$k$	Coefficient d'Avrami
$\sigma$	Contrainte vraie [MPa]
$m$	Sensibilité à la vitesse de déformation
$n$	Coefficient du modèle d'Arrhenius [ $\text{MPa}^{-1}$ ]
$n_{\text{DRX}}$	Coefficient de recristallisation
$P$	Contrainte avec friction [MPa]
$Q$	Énergie d'activation [ $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ ]
$R$	Constante universelle des gaz parfaits [= $8,314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ]
$R$	Coefficient de corrélation
$R^2$	Coefficient de détermination (ou coefficient de Pearson)
$r$	Rayon de l'échantillon [mm]
$t$	Temps [s]
$T$	Température [ $^{\circ}\text{C}$ ou $^{\circ}\text{K}$ ]
$T_{\text{H}}$	Température relative à la fusion
$\tau$	Coefficient du modèle de sensibilité à la vitesse de déformation

$\Theta$	Écrouissage [MPa]
$\mu$	Coefficient de frottement
$V$	Vitesse d'avance [ $\mu\text{c}.\text{min}^{-1}$ ]
$X$	Fraction de recristallisation
$Z$	Paramètre de Zener-Hollomon

## INTRODUCTION

Ce projet s'inscrit dans les travaux de la chaire de recherche en technologies de mise en forme des alliages à haute résistance mécanique, en partenariat avec la compagnie sidérurgique Finkl Steel®, dont une usine se situe à Sorel Tracy. L'actuel projet consiste principalement en l'étude du comportement mécanique à chaud d'un acier AISI 4330 enrichi en nickel produit par la compagnie. Originellement destiné à l'industrie aéronautique, plus précisément pour l'élaboration des rotors de turbines d'avions, l'acier AISI 4330 est aussi utilisé depuis peu en pétrochimie pour des pièces mécaniques critiques demandant une résistance à la corrosion (Chandler, 1996), ces propriétés étant garanties par à l'ajout de nickel et d'éléments microalliés (Liu et al., 2011; Sharma, 2003). Les propriétés de cet acier sous état trempé ou revenu ont été étudiées il y a plusieurs dizaine d'années, notamment l'interaction des éléments carburigènes sur la résistance mécanique (Lee et Chun, 1981; Mangonon, 1982). Sa tenue en fatigue et à la fissuration sous contrainte en font un acier de choix pour les utilisations précitées. Il apparaît que l'addition de nickel, molybdène et vanadium lui confère aussi bien une ténacité qu'une dureté accrue comparativement à un acier non allié (Lee et Chun, 1981; Mangonon, 1982; Saxena et al., 1993). Sa mise en forme consiste en une coulée en lingotière, un forgeage en plusieurs passes puis un cycle de traitements thermiques comprenant une normalisation, une trempe et un revenu. Cependant, lors du forgeage à chaud en matrice ouverte sur le site de Sorel Tracy, cet acier est soumis à des problèmes de fissuration à chaud.

L'apparition de défauts lors des étapes de mise en forme des aciers est un des principaux défauts auxquels sont confrontées les industries sidérurgiques. La grande majorité des études portant sur la fissuration à chaud d'aciers faiblement alliés font état de fissurations intergranulaires, causées soit à une ségrégation préférentielle d'éléments (Bitterlin et al., 2016; Connolly, Paules et DeArdo, 2015), soit à la précipitation de secondes phases aux joints de grains (Bandyopadhyay, Briant et Hall, 1985). Certains auteurs ont notamment mis en avant que des proportions de soufre et de phosphore supérieures à 0,005% massique peuvent induire une ségrégation de ces éléments aux joints de grains néfaste à leur cohésion, et entraîner une fragilisation du matériau (Connolly, Paules et DeArdo, 2015). De même,

plusieurs articles font état de la fragilisation des aciers due à la présence de nitrures d'aluminium aux joints de grains (Nachtrab et Chou, 1988; Vedani, Dellasega et Mannuccii, 2009). Le contrôle de la proportion d'azote en fonction de celle de l'aluminium semble être un des meilleurs moyens de contrôle de la présence de cette seconde phase. Cependant, dans avec une composition chimique contrôlée, il n'est pas envisageable que ces deux mécanismes de fissuration soient des causes probables dans le cas de l'acier AISI 4330 modifié au nickel. Bon nombre d'études ont concerné le comportement mécanique à chaud (Chadha et al., 2017; Mirzaee et al., 2012; Zhang et al., 2003; Zhang et al., 2016a; Zhang et al., 2016b; Zhu et al., 2015) et la fissuration d'aciers faiblement alliés et microalliés (Bitterlin et al., 2016; He et al., 2013). L'apparition de mécanismes d'adoucissement tels que la recristallisation ou la restauration lors d'une déformation à chaud augmente la forgeabilité de l'acier (Guo-Zheng, 2013). L'influence des éléments d'alliages sur la forgeabilité des aciers est relativement bien documentée, aussi bon nombre d'ouvrages et d'articles font état du rôle prépondérant des éléments en substitution sur l'augmentation des propriétés mécaniques des matrices ferritiques et austénitiques (McQueen et Ryan, 2002; Pickering, 1992; Serajzadeh et Taheri, 2002; Sharma, 2003; Wei, Liu et Zhang, 2014; Wei et al., 2014). Il est bien connu que la déformation d'un matériau plus résistant se fera dans une gamme de paramètres de déformation plus étroite qu'un matériau plus malléable. Par ailleurs, une étude préliminaire de la fissuration d'aciers microalliés avec une proportion de nickel supérieure à 2% massique a été réalisée et est disponible en ANNEXE 1 (Bitterlin et al., 2016). Celle-ci a porté sur un acier ayant subi plusieurs traitements thermiques et opérations de forgeage successifs, avant de fissurer. Les analyses ont permis de mettre en avant une croissance anormale des grains, conduisant à leur décohésion. Le corps de cette étude se concentrait essentiellement sur la recherche du mode de défaillance et sa compréhension, le comportement de l'acier sous sollicitation thermomécanique ainsi que l'influence du nickel sur la fissuration n'ont pas été déterminés.

Ainsi, malgré le nombre d'études réalisées, peu concerne les éléments substitutionnels; comme dans le cas présent du nickel; sur la recristallisation dynamique. L'influence du nickel sur le comportement à chaud et sur les mécanismes d'adoucissement dynamique des aciers faiblement alliés reste donc à déterminer. Par ailleurs, malgré les différentes études sur



les propriétés mécaniques de l'acier AISI 4330 (Lee et al., 2011; Mangonon, 1982; Saxena et al., 1993), son comportement mécanique en compression et sa forgeabilité ne sont pas documentés. Lee et Chun (1981) avaient réalisé des essais de traction à chaud sur cet acier, afin d'étudier l'influence d'un traitement thermomécanique sur ses propriétés mécaniques (dureté, résilience, résistance mécanique) dans un état revenu, mais aucune courbe des essais thermomécaniques n'a été produite. Plus récemment, Song, Antoun et Jin (2013) réalisèrent des essais de traction à chaud sous une large gamme de vitesses de déformation, passant ainsi d'un mode de déformation quasi-statique à un mode quasi-instantané. Malgré avoir observé que le mode de déformation de l'acier était élasto-plastique avec un léger durcissement, aucune étude du comportement dynamique n'a été réalisée.

De fait, l'étude présente trois intérêts majeurs :

- Évaluer le comportement mécanique à haute température de l'acier AISI 4330 allié au nickel, et plus précisément les mécanismes dynamiques mis en jeu lors d'une compression à haute température. Cette étude permettra ensuite d'étudier la forgeabilité de l'acier lors du forgeage des lingots de grande taille.
- Deuxièmement, l'influence du nickel pourra être évaluée. Cette information présente un intérêt certain pour l'élaboration de nouvelles nuances d'aciers, et dans l'optimisation de la mise en forme des nuances actuelles.
- Enfin, cette étude permettra d'identifier les mécanismes de fissuration de l'acier AISI 4330 modifié lors de son forgeage.

Dans un premier temps, une revue de littérature permettra de présenter les mécanismes dynamiques pouvant intervenir lors d'une déformation à chaud, les modèles permettant de prédire leur occurrence ainsi que les principaux paramètres ayant une influence sur ces mécanismes. Cette première partie mettra particulièrement en avant l'état de l'art sur l'influence des éléments d'alliage dont celle du nickel sur les propriétés mécaniques et le comportement à chaud des aciers faiblement alliés et microalliés.

Un deuxième chapitre portera sur la méthodologie d'essais de compression à chaud, du choix de l'état microstructural et de la coulée du matériau, du matériel expérimental utilisé, des paramètres et des valeurs considérées.

Le troisième chapitre se concentrera sur l'analyse des résultats des essais de compression à chaud sur une structure pré-forgée, aussi bien l'élaboration des équations constitutives suivant un modèle opté dans le premier chapitre que l'analyse de l'influence du nickel sur le comportement du matériau. Ces analyses permettront de déterminer la forgeabilité, la sensibilité de l'acier AISI 4330, l'influence du nickel sur le comportement à chaud des aciers faiblement alliés et sur les mécanismes dynamiques apparaissant pendant les déformations à hautes températures. Tous ces éléments permettront de conclure sur le mode de fissuration de l'acier AISI 4330 modifié.

Enfin, un quatrième chapitre ouvrira des perspectives sur l'étude de l'acier AISI 4330, plus particulièrement sur la révélation de sa microstructure et de la caractérisation du comportement mécanique de l'acier.

# CHAPITRE 1

## REVUE DE LITTÉRATURE

### 1.1 Comportement d'un matériau lors d'une déformation à chaud

#### 1.1.1 Élaboration et forgeage libre

L'élaboration de l'acier peut se réaliser suivant principalement deux méthodes ; la première étant l'obtention de l'alliage en haut fourneau. Cette technique ancestrale permet aussi bien la production de fonte que d'acier, et met en jeu du minerai contenant du fer, du coke et de l'air soufflé afin d'obtenir les réactions chimiques de réduction du minerai de fer dans la partie haute du haut fourneau. Dès lors, l'acier liquide tombe au fond du haut fourneau par densité, tandis que les résidus de réduction forment le laitier, protégeant de l'oxydation des produits de réaction. L'acier obtenu de cette façon est appelé communément acier de première fusion, en lien avec son élaboration directe depuis l'oxyde de fer (Barralis et Maeder, 2007).

De plus en plus, l'obtention d'acier se fait par la filière du recyclage. Les produits sont fondus à l'aide d'un four à électrodes de graphite, et l'acier obtenu est donc appelé acier de seconde fusion, cette dernière méthode étant utilisée par Finkl Steel® (Sorel Forge, 2013; Barralis et Maeder, 2007).

D'après le schéma en figure 1.1, un premier mélange de matériaux recyclés est réalisé, puis passé au four à électrode (étapes 1 et 2). Leur ligne d'élaboration contient aussi des fours de mélange (raffinement) et d'ajustement de la composition chimique de l'acier voulu (étapes 3 et 4) et d'une étape de dégazage sous vide avec flux d'argon (étape 5). Une fois l'acier liquide raffiné et dégazé, la coulée en lingotière suit et peut atteindre 142 cm de diamètre (étape 6). Suivant les nuances élaborées, une refonte par arc sous vide peut être réalisée (étape 7) avant chauffage (étape 8) et forgeage en matrice ouverte en une ou plusieurs passes (étape 9). Une fois la forme primaire obtenue, le lingot d'acier subit ensuite une gamme de traitements thermiques (étape 10), passant de recuits de détente à ceux de normalisation (étape 10), de trempe (étape 11) et enfin de revenu(s) dont les conditions respectives dépendent de sa nuance (étape 12). Le lingot est ensuite usiné afin d'éliminer la couche de

calamine et la couche subsurfacique affectée par la décarburation (étape 13). Finalement, le lingot est contrôlé par ultrasons afin de s'assurer qu'aucune impureté ou défaut interne ne soit présent (étape 14), puis est conditionné et envoyé chez les clients de l'entreprise (étapes 15 et 16).



Figure 1.1 Élaboration de l'acier de seconde fusion chez Finkl Steel® (Sorel Forge, 2013)

Contrairement au matriçage (figures 1.2b et c), opération de forgeage par l'utilisation de matrices reproduisant la forme finale voulue, le forgeage libre (ou forgeage en matrice ouverte, figure 1.2a) est un type de mise en forme dont les matrices ne comprennent pas de caractéristiques géométriques. Cette technique est utilisée en industrie sidérurgique de pièces de grandes tailles telles que des lingots (Groover, 2010).

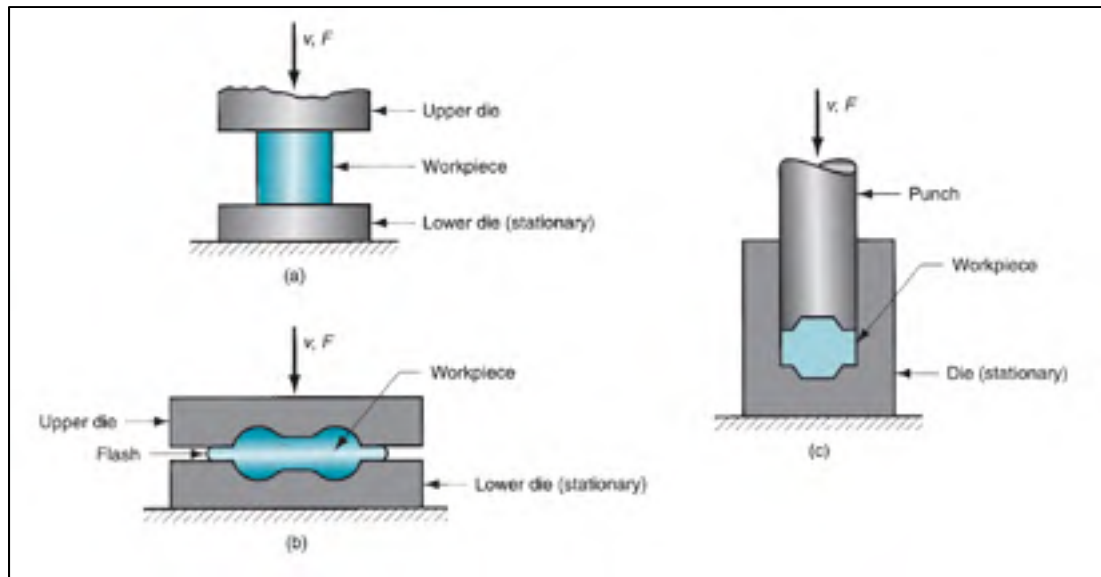


Figure 1.2 (a) Forgeage libre, (b) matriçage avec bavure, (c) matriçage sans bavure (Groover, 2010)

Le forgeage libre pratiqué en industrie fait appel à des moyens souvent colossaux, telles les presses qui peuvent atteindre plusieurs milliers de tonnes de charge. En l'occurrence à Finkl Steel®, les presses hydrauliques utilisées sont de 2000 et 5000 tonnes chacune (Sorel Forge, 2013). Outre les forces impliquées par l'utilisation de ces presses, les températures mises en jeu sont situées dans le domaine monophasé austénitique  $\gamma$ , entre 950°C et 1250°C, comme détaillé en figure 1.3 (Barralis et Maeder, 2007). Ces deux paramètres essentiels jouent un rôle principal dans le comportement du matériau lors du forgeage. Un approfondissement de leurs effets respectifs sera proposé en partie 1.2.1.

Le domaine austénitique s'étend jusqu'au liquidus (courbe de 1538°C à E sur le diagramme de phase de la figure 1.3), mais le forgeage vers des températures supérieures à 1250°C impliquent un grossissement exponentiel de la taille de grains car les joints de grains débutent leur liquéfaction (Barralis et Maeder, 2007).

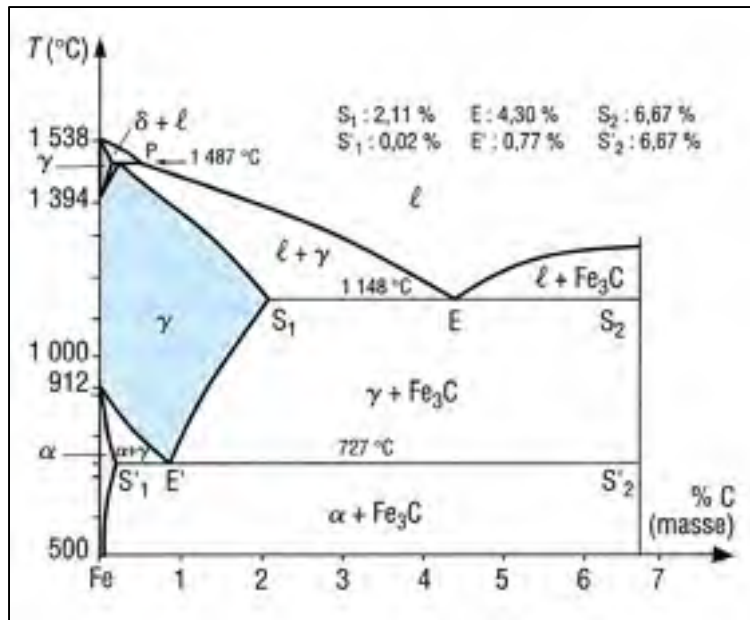


Figure 1.3 Diagramme de phase Fer-Carbonate  
(Barralis et Maeder, 2007)

### 1.1.2 Courbes de contrainte-déformation et recristallisation dynamique

Les courbes de contrainte-déformation sont la réponse du matériau soumis à une sollicitation thermomécanique et peuvent renseigner sur ses propriétés mécaniques voire sa forgeabilité. Ces courbes sont caractéristiques du matériau et des paramètres d'essais. La figure 1.4 (Guo-Zheng, 2013) présente des courbes de contrainte-déformation à froid et à chaud. Deux courbures caractérisent le cas d'une déformation à chaud qui indiquent deux mécanismes différents. Ces deux phénomènes et les microstructures affiliées sont décrits en figure 1.5 (Guo-Zheng, 2013).

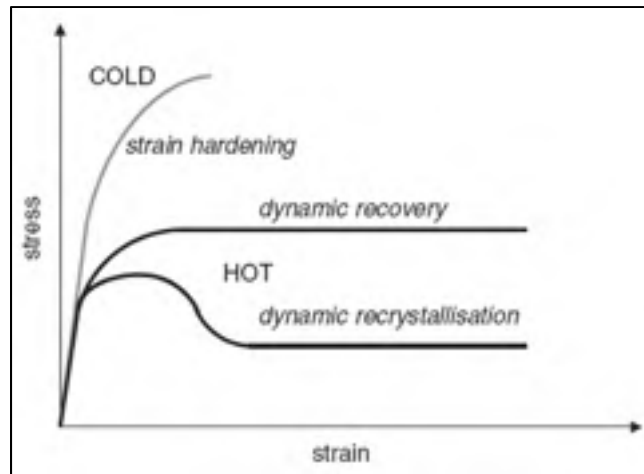


Figure 1.4 Courbes de contrainte-déformation et phénomènes dynamiques (Guo-Zheng, 2013)

Dans le premier cas, il s'agit de la restauration dynamique (DRV): en fonction de la déformation, la densité de dislocations augmente rapidement; puis les dislocations se réarrangent, s'annihilent et tendent à former une sous-structure. Cette deuxième phase est identifiable par la diminution de la pente de la courbe de contrainte en fonction de la déformation, jusqu'à atteindre une asymptote (Guo-Zheng, 2013; Sakai et al., 2014).

Dans le deuxième cas, il s'agit de la recristallisation dynamique (DRX). Il y a tout comme le phénomène de restauration une accumulation et une réorganisation des dislocations, cependant un pic de contrainte avant un adoucissement apparaît. Le pic de contrainte correspond en réalité à la transition entre l'accumulation de dislocations dans le matériau, et leur réarrangement en sous-structure avant la formation de nouveaux grains (Sakai et al., 2014). La sous-structure formée par les dislocations forme de nouveaux joints de grains grâce au franchissement d'une barrière thermodynamique caractérisée par une énergie d'activation. Une nouvelle microstructure se forme, avec des grains recristallisés, et une densité de dislocations très diminuée (Sakai et al., 2014), ce qui explique la baisse du niveau de contraintes sur la figure 1.4 (Guo-Zheng, 2013). La déformation  $\epsilon_c$  est la valeur à partir de laquelle le phénomène de recristallisation apparaît, affiliée à la contrainte critique  $\sigma_c$ . La figure 1.5b permet de mettre en avant que le premier grain recristallisé est formé avant le pic de contrainte.

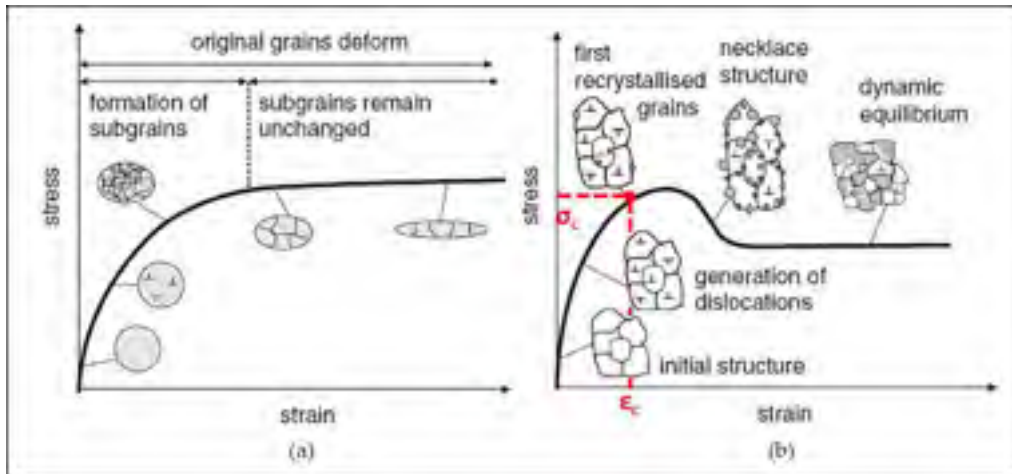


Figure 1.5 (a) Phénomène de restauration, (b) Phénomène de recristallisation (adapté de Guo-Zheng, 2013)

L'énergie d'activation  $Q$  (en  $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) représente la quantité d'énergie à mettre en jeu ( $\Delta F^*$ ) – ou la densité de dislocations à obtenir par déformation – pour que la recristallisation s'initie au sein du matériau déformé (figure 1.6). Lorsque le mécanisme de recristallisation est activé, la densité de dislocations diminue drastiquement par la création de nouveaux grains, à tel point que le niveau d'énergie libre du matériau soit plus faible que lors de sa déformation ( $\Delta F$ ). Ce phénomène est dû à l'annihilation des dislocations et la formation d'une sous-structure pendant la restauration (Zhang et al., 2003). Il convient de noter que l'énergie d'activation de restauration est inférieure à celle de la recristallisation, car la constitution d'une sous-structure requiert moins d'énergie que la formation de nouveaux grains. L'évolution de l'énergie d'activation de recristallisation lors d'une déformation est similaire à celle de la contrainte mécanique du matériau (Figures 1.5b et 1.6). Zhang et al. (2003) évoquent que de l'ordre microscopique, l'énergie d'activation reflète le mouvement des dislocations dans le grain austénitique et de la migration des joints de grains durant la recristallisation dynamique.

Ainsi, lorsque la densité de dislocations est suffisante et que la barrière d'énergie peut être franchie, la recristallisation s'opère. Dans le cas inverse, le matériau accumule les dislocations qui s'annihilent et s'organisent en sous-réseau (restauration).



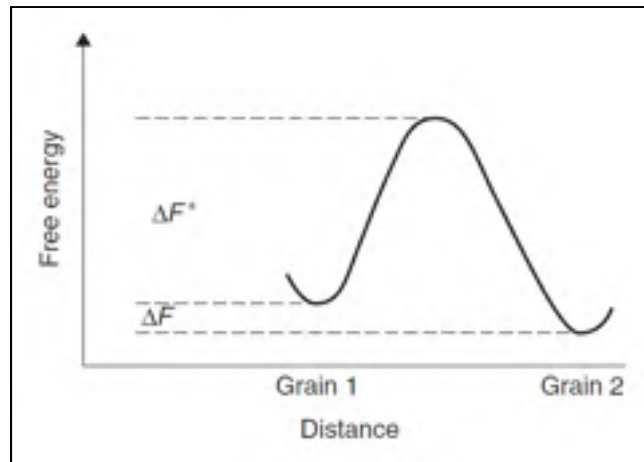


Figure 1.6 Représentation graphique de l'énergie d'activation thermodynamique (Smallman et Ngan, 2007)

Même si l'énergie d'activation représente l'apport d'énergie nécessaire pour accéder à un autre état métallurgique du matériau, celle-ci ne régit pas entièrement son comportement et sa réponse à une sollicitation thermomécanique. En effet, le mécanisme de recristallisation s'opère grâce au mouvement des dislocations au sein du matériau qui peut être ralenti par différents phénomènes : précipités, défauts cristallins, ... (Barralis et Maeder, 2007). Dès lors, une autre énergie doit être prise en compte : il s'agit de l'énergie de défauts d'empilements (ou Stacking Fault Energy, SFE, en anglais), barrière qu'une dislocation doit franchir pour passer dans un autre plan cristallin. Le fer pur possède une SFE très basse, de l'ordre de  $-390 \text{ mJ.m}^{-2}$  (Limmer et al., 2015). Cette très basse énergie s'explique par le fait qu'aucun atome autre que le fer et que peu de défauts cristallins soient présents dans la matrice. Ceci implique que le mouvement des dislocations est aisé et donc que le fer pur a tendance à recristalliser sous une large gamme de conditions de déformation. En revanche, un acier allié voit sa SFE augmenter dû à l'ajout d'éléments d'alliage. En effet, l'ajout d'atomes de tailles et énergies différentes dans une matrice tend à augmenter la densité de défauts dans le matériau, et donc augmenter la SFE. En conséquence, la recristallisation peut ne pas s'opérer suivant les conditions de déformation, car les dislocations sont ralenties par l'énergie des défauts cristallins. Concrètement, un alliage de fer avec 4% massique de manganèse voit sa SFE passer de  $-390 \text{ mJ.m}^{-2}$  à  $25 \text{ mJ.m}^{-2}$ . Il faut donc plus d'énergie pour atteindre la germination

et la croissance de nouveaux grains dans un alliage fer-manganèse que dans du fer pur (Limmer et al., 2015).

### 1.1.3 Étude de la cinétique de recristallisation

Comme décrit plus tôt, la recristallisation est un mécanisme d'adoucissement pouvant apparaître lors de déformation de matériaux métalliques à haute température. La recristallisation – statique ou dynamique – répond à un mécanisme de germination et de croissance étudié par Avrami et décrit dans un modèle connu comme celui de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) dans la première moitié du XXe siècle. La cinétique de recristallisation d'un système est régie par une équation de type exponentielle (Cahn, 1996; Doherty, 1996; Guo-Zheng, 2013; Porter et Easterling, 1992a) :

$$X = 1 - e(-kt^{n_{DRX}}) \quad (1.1)$$

Avec  $X$  la fraction de recristallisation  $0 < X < 1$ ,  $k$  la constante et  $n_{DRX}$  l'exposant d'Avrami.

La constante d'Avrami  $k$  est un terme représentatif de la cinétique de germination des nouveaux grains et est dépendant de la température. L'exposant  $n_{DRX}$  est quant à lui dépendant de la composition chimique et est un indicateur de la croissance des nouveaux grains (Porter et Easterling, 1992a). Ses valeurs sont généralement comprises entre 1 et 4, indiquant respectivement une germination aux joints de grains après saturation de densité de dislocations et une germination constante et homogène (Doherty, 1996; Porter et Easterling, 1992a). La cinétique de recristallisation est constante entre 10% et 90% de recristallisation, et cette portion de courbe a permis de mettre en avant l'influence de plusieurs paramètres de déformation par plusieurs auteurs (Jonas, Quelennec et Jiang, 2012; Quelennec et Jonas, 2012; Sakai et al., 2014). Un exemple de courbe de cinétique de recristallisation est représenté en figure 1.7 (Humphreys et Hatherly, 2004).

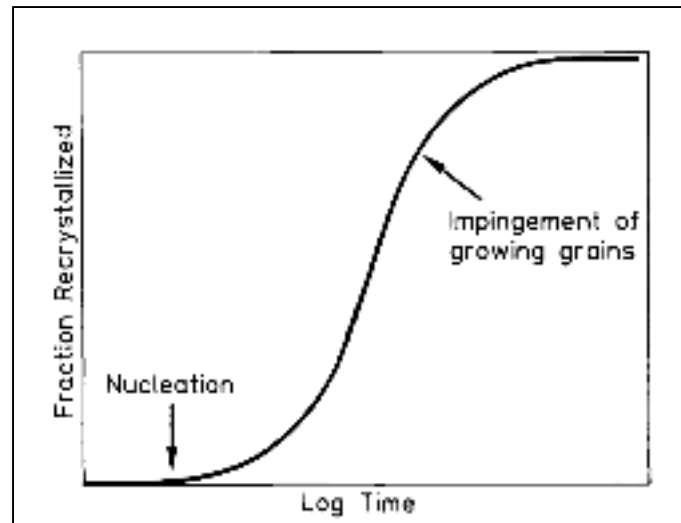


Figure 1.7 Schématisation de la cinétique de la recristallisation (Humphreys et Hatherly, 2004)

Les premières et dernières étapes de recristallisation ont une cinétique plus faible, essentiellement due à la germination et à l'impact entre les nouveaux grains (Humphreys et Hatherly, 2004). En effet, la croissance d'un grain se retrouve limitée par celle des grains environnants et au réarrangement des joints de grains. La figure 1.8 schématise les différentes étapes d'une recristallisation et l'impact des grains lors de leur croissance (Barralis et Maeder, 2007). La modélisation de la cinétique de recristallisation par le modèle d'Avrami reste cependant limitée car beaucoup d'auteurs considèrent la valeur de  $k$  fixe de 0,693 telle qu'utilisée dans le cas de la recristallisation statique (Mirzaee et al., 2012; Shen et al., 2016; Wei et al., 2014). La valeur de  $n_{DRX}$  est donc ajustée en fonction de celle de  $k$  fixée. Le modèle original et la détermination de la constante  $k$  d'Avrami peut renseigner sur la cinétique de germination des nouveaux grains, et peut être un indicateur du ralentissement du mouvement des dislocations avant formation d'une sous-structure (Porter et Easterling, 1992a). Plusieurs paramètres peuvent influencer sur la constante et l'exposant d'Avrami : la température, la vitesse de déformation, la présence d'éléments d'alliage,... Ces paramètres seront discutés dans les parties 1.2.1, 1.2.2, 1.2.3, 1.2.4 et 1.2.5.

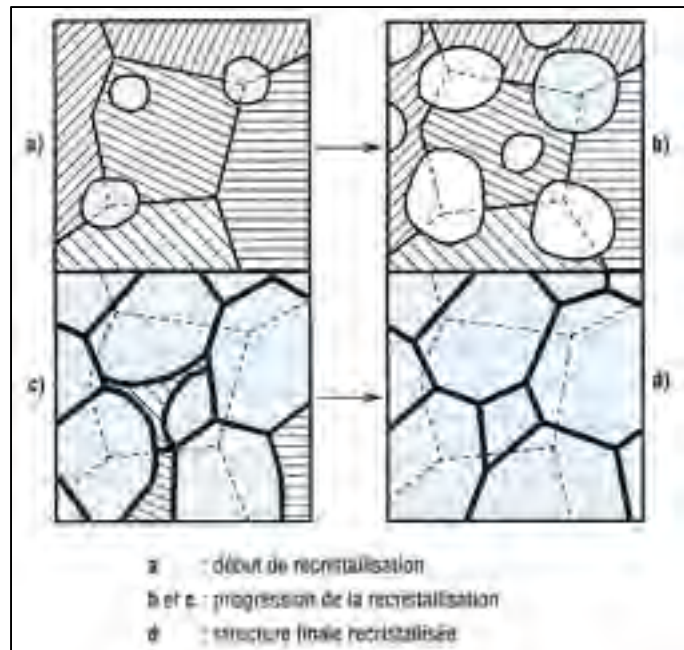


Figure 1.8 Croissance des grains lors d'une recristallisation (Barralis et Maeder, 2007)

L'équation d'Avrami ne peut être résolue directement, et plusieurs modèles existent afin de déterminer les constantes affiliées à la recristallisation. Certaines propositions consistent à créer des courbes de recristallisation et de restauration qui englobent la courbe expérimentale, comme présenté sur la figure 1.9 (Queleennec et Jonas, 2012).

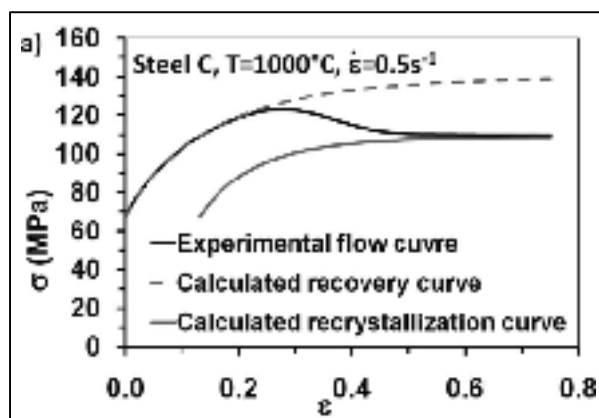


Figure 1.9 Modèle d'étude de la cinétique de recristallisation (Queleennec et Jonas, 2012)

De ces courbes peuvent être extraits des paramètres permettant la résolution de l'équation d'Avrami, par le biais de dérivées et de régressions linéaires. Cependant le présent modèle convient pour des courbes expérimentales proches graphiquement de celle de la figure 1.9. En effet, l'écroûissage peut être plus ou moins rapide compte tenu des conditions de tests et du matériau testé, l'apparition et la complétion de la recristallisation peut être plus ou moins rapide pour les mêmes raisons. Dès lors, cela peut entraîner un décalage dans les courbes créées, et donc dans la détermination des valeurs du modèle. Par ailleurs, cette méthode demande la création de deux courbes – celles de restauration et de recristallisation – à partir de points expérimentaux, impliquant une modélisation pouvant être complexe.

D'autres modèles plus efficaces existent dans la littérature, comme celui développé par Laasraoui et Jonas (1991) et Poliak et Jonas (1996). Le modèle de ces auteurs permet une modélisation de la recristallisation à l'aide d'une méthode de double dérivation de la courbe de contrainte-déformation. Leurs travaux ont été ensuite extrapolés sur des alliages de nickel et des aciers inoxydables, mais sont aussi applicables sur des aciers faiblement alliés (Wu, Du et Liu, 2011; Zhu et al., 2015) et des alliages à base de fer pur (Belkebir et Kobylanski, 1995). Cette méthode de détermination dite de « double dérivation » possède une bonne répétabilité, comme ce qui a été montré par plusieurs auteurs l'ayant utilisé (Jonas et al., 2009; Shaban Ghazani, Vajd et Mosadeg, 2015).

La courbe d'essai brute présente des micros variations dues à l'incertitude de la cellule de force et à l'extensomètre des machines de mesure. Dès lors, l'utilisation d'un modèle faisant appel à des dérivées va amplifier ces micros variations, ce qui peut empêcher la bonne obtention des valeurs caractéristiques recherchées pour l'analyse des cinétiques de recristallisation. Dès lors, l'application d'un filtre ou l'appel d'une régression est nécessaire. Cette technique avait déjà été réalisée par plusieurs auteurs (Jonas et al., 2013; Jonas et al., 2009), avec succès avec l'utilisation d'une régression polynomiale. Jonas et al. (2013) ont réalisé une étude sur l'indice de cette régression, et ont montré que l'ordre de celle-ci influençait fortement les valeurs de contraintes critiques déterminées. Les auteurs ont conclu qu'un ordre polynomial supérieur à 8 serait idéal pour les analyses de courbes de contrainte-déformation.

La figure 1.10 présente schématiquement l'application de la méthode de double dérivée à une courbe expérimentale de contrainte-déformation. La première dérivée (figure 1.10a) permet d'obtenir la courbe d'écrouissage  $\theta$  du matériau dont le point  $\theta = \frac{\delta\sigma}{\delta\varepsilon} = 0$  constitue la contrainte maximale  $\sigma_p$  (Belkebir et Kobylanski, 1995; Jonas et al., 2009; Laasraoui et Jonas, 1991). Lorsque la courbe repasse l'axe des abscisses après avoir effectué une boucle sous des valeurs d'écrouissage négatives, il s'agit de la valeur de contrainte stationnaire (« steady-state ») après adoucissement  $\sigma_s$  (Belkebir et Kobylanski, 1995; Jonas et al., 2009; Laasraoui et Jonas, 1991). Enfin, le croisement de la régression linéaire et de l'axe des abscisses sur la figure 1.10a permet d'obtenir la valeur de la contrainte de saturation  $\sigma_{sat}$ , qui correspond à la valeur de contrainte maximale dans le cas d'une restauration dynamique (Jonas et al., 2009). La détermination de la contrainte critique, quant à elle, se fait par la dérivation de l'écrouissage en fonction de la contrainte (figure 1.10b). Le minimum de cette courbe représente la contrainte critique  $\sigma_c$  (Jonas et al., 2013; Poliak et Jonas, 1996). Lorsque la courbe expérimentale de contrainte-déformation ne présente pas d'adoucissement par recristallisation, la première dérivée ne comporte pas de partie dont l'écrouissage soit négatif. Dès lors, seules les contraintes maximales peuvent en être déduites (Laasraoui et Jonas, 1991; Poliak et Jonas, 1996).

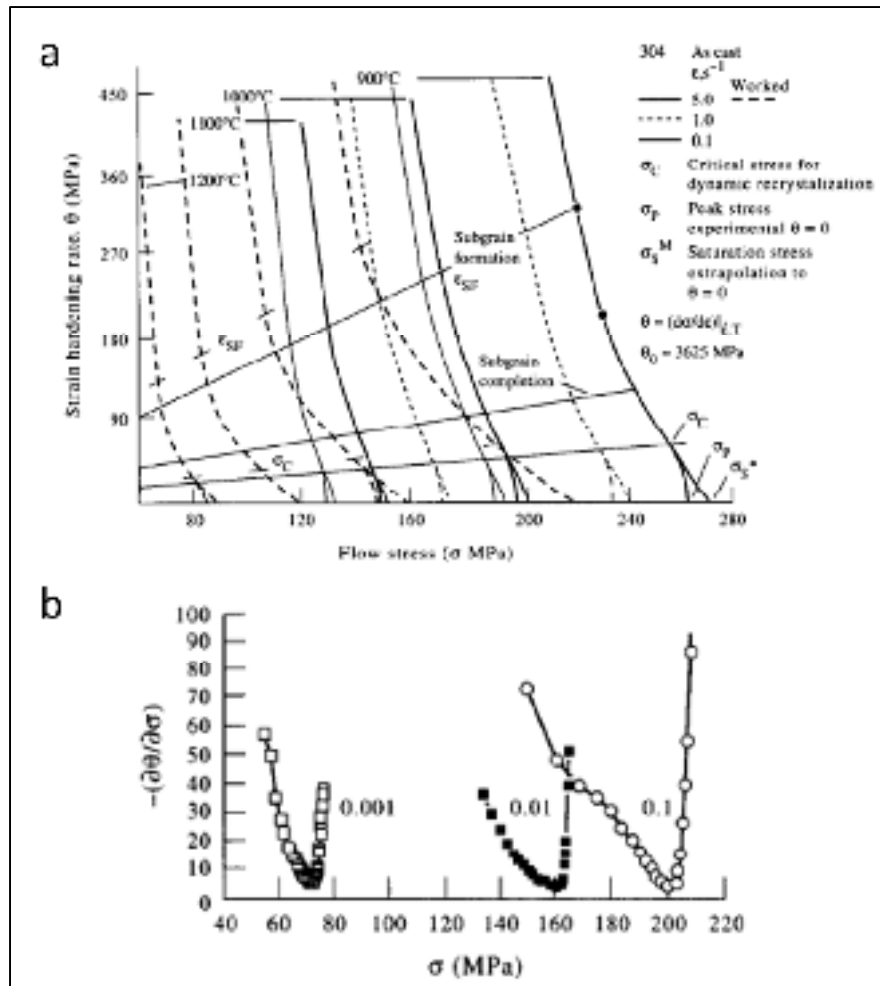


Figure 1.10 (a) Obtention des contraintes maximales, de stabilisation et de saturation par première dérivée, (b) obtention de la contrainte critique par seconde dérivée (Poliak et Jonas, 1996)

## 1.1.4 Modélisation du comportement à chaud par les équations constitutives d'Arrhenius

### 1.1.4.1 Choix du modèle d'équations constitutives

La détermination des équations constitutives permet la modélisation du comportement mécanique d'un matériau, ce qui possède deux principaux intérêts : d'une part de prédire le comportement mécanique à chaud du matériau sous différentes conditions expérimentales, et

d'autre part d'en déduire plusieurs paramètres pouvant renseigner aussi bien sur la forgeabilité que les mécanismes d'adoucissement pouvant intervenir lors de la déformation. Sur ce dernier point, les informations pouvant être extraites des modèles dépendent de celui-ci. Ainsi, le modèle de Johnson-Cook possède une constante qui représente la résistance élastique du matériau à la température considérée (Johnson et Cook, 1983). Le modèle de Zerilli-Armstrong se base quant à lui sur le mouvement de dislocations afin de pouvoir concevoir les équations constitutives de tous types de matériaux métalliques (Zerilli et Armstrong, 1987). La modélisation par équations constitutives peut se baser sur différents modèles, aussi bien empiriques que physiques, et plusieurs auteurs ont réalisé des études comparatives de modèles d'équations constitutives. Ainsi, l'étude de Li et al. (2013) sur un acier 28CrMnMoV a mis en avant que malgré que les modèles modifiés de Johnson-Cook et de Zerilli-Armstrong considèrent les paramètres de déformation, ils ne prennent cependant pas en compte les interactions des différents paramètres. En effet, les modélisations avec les équations modifiées de Johnson-Cook et Zerilli-Armstrong montrent que ces modèles ne peuvent prédire une courbe de recristallisation lorsque celle-ci apparaît expérimentalement malgré que les corrélations entre les courbes prédites et expérimentales possèdent un coefficient de Pearson supérieur à 0,99. Cette même étude a cependant conclu que le modèle de Zerilli-Armstrong possède le moins bon coefficient de Pearson ainsi que la plus grande disparité entre les valeurs théoriques et expérimentales, comparativement aux modèles de Johnson-Cook modifié et Arrhenius. L'étude statistique sur les erreurs relatives des trois modèles utilisés met en avant que le modèle d'Arrhenius possède la meilleure prédiction, comparativement aux modèles de Johnson-Cook et de Zerilli-Armstrong modifiés, comme ce qui est visible sur la figure 1.11 (Li et al., 2013). Par ailleurs, Chadha et al. (2017) ont étudié la réponse d'un acier 42CrMo (AISI 4140) à une sollicitation thermomécanique. Ces derniers ont modélisé son comportement à l'aide du modèle d'Arrhenius et de Hansel-Spittel, et ont constaté que le modèle d'Arrhenius possédait une erreur relative moyenne inférieure d'environ 2% par rapport au modèle d'Hansel-Spittel. Les auteurs ont notamment notifié que le premier modèle permettait de modéliser de façon plus précise la recristallisation dynamique apparaissant sous certaines conditions expérimentales, en plus d'indiquer un



niveau de contrainte en corrélation avec les contraintes issues des essais de compression à chaud obtenus sur Gleeble-3800 (Chadha et al., 2017).

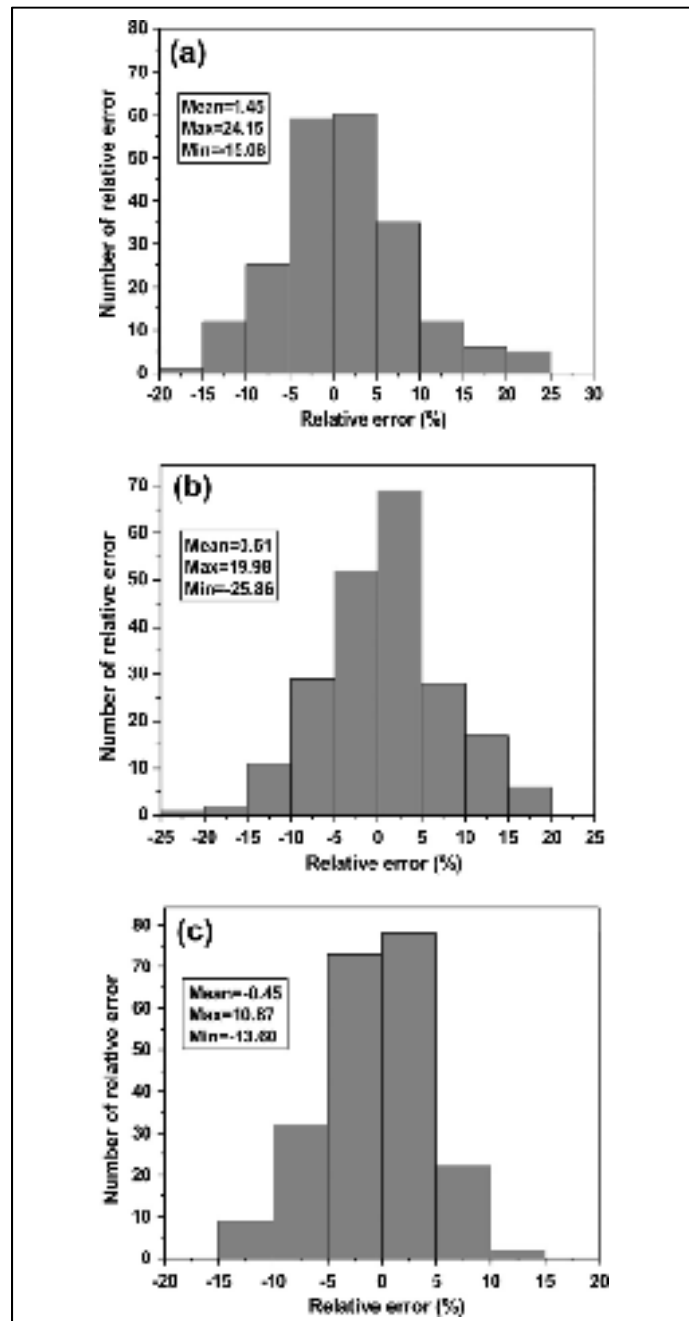


Figure 1.11 Écart relatif des modèles (a) de Johnson-Cook, (b) de Zerilli-Armstrong et (c) d'Arrhenius par rapport au comportement d'un acier 28CrMnMoV (Li et al., 2013)

Les équations constitutives issues du modèle d'Arrhenius possèdent un écart moyen d'environ 4% dans plusieurs d'aciers faiblement alliés (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2011), alors qu'il est supérieur à 5% pour les modèles de Johnson-Cook et Zerilli-Armstrong modifiés (Li et al., 2013). Dès lors, son utilisation dans plusieurs gammes de matériaux et sa précision accrue font du modèle d'Arrhenius un choix évident dans l'étude du comportement des matériaux.

#### 1.1.4.2 Établissement du modèle d'Arrhenius

Outre sa précision accrue, ce modèle est construit sur les principes de thermodynamique, pouvant renseigner sur des propriétés mécaniques des matériaux étudiés à l'aide de ce modèle. Il se base principalement sur le paramètre de Zener-Hollomon  $Z$  (Chadha et al., 2017; Guo-Zheng, 2013; McQueen et Ryan, 2002) :

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.2)$$

$$\dot{\epsilon} = AF(\sigma) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.3)$$

avec  $\dot{\epsilon}$  la vitesse de déformation,  $Q$  l'énergie apparente d'activation de la recristallisation au sein du matériau (en  $\text{J.mol}^{-1}$ ),  $R$  la constante des gaz parfaits ( $8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ),  $T$  la température d'essai (en Kelvin),  $A$  une constante du matériau et  $F(\sigma)$  fonction de la contrainte du matériau définie par :

$$F(\sigma) = \begin{cases} \sigma^{\frac{1}{m}} & \alpha\sigma < 0,8 \\ \exp(\beta\sigma) & \alpha\sigma > 1,2 \\ [\sinh(\alpha\sigma)]^n & \text{tout } \alpha \end{cases} \quad (1.4)$$

Le coefficient  $m$  est représentatif de la sensibilité à la vitesse de déformation du matériau, qui est un bon indicateur de la forgeabilité du matériau (Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010). Plus la valeur de  $m$  est élevée, plus le matériau est sujet à des instabilités telles que de la fissuration lors de déformation à chaud.

À partir de l'équation 1.3, et d'après des études ayant appliqué le modèle d'Arrhenius (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010; Zhu et al., 2015), la forme générale de l'équation constitutive d'un acier est définie comme suit :

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \ln \left\{ \left( \frac{Z}{A} \right)^{1/n} + \left[ \left( \frac{Z}{A} \right)^{2/n} + 1 \right]^{1/2} \right\} \quad (1.5)$$

avec  $n$ ,  $\beta$  et  $\alpha$  des constantes du matériau,  $\alpha = \beta \times m$

Cette équation peut être résolue aussi bien au pic de contrainte (Monajati et al., 2005; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010) qu'en fonction d'un pas établi de déformation (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013). Un des avantages de ce modèle réside en la prise en compte d'une énergie d'activation  $Q$  dans le paramètre de Zener-Hollomon, qui est définie comme étant l'énergie apparente d'activation de déformation (en  $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ ). Cette énergie représente la barrière d'énergie nécessaire pour atteindre un état thermodynamique plus stable, comme représenté en figure 1.6 en partie 1.1.2 (Chadha et al., 2017; Medina et Hernandez, 1996; Monajati et al., 2005; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010; Smallman et Ngan, 2007) :

$$Q = n \times R \times \frac{\delta \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\delta \left( \frac{1}{T} \right)} \quad (1.6)$$

avec  $R$  constante des gaz parfaits  $8,314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .  $\frac{\delta \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\delta \left( \frac{1}{T} \right)}$  représente la régression linéaire de la fonction  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  et  $1/T$ .

L'énergie d'activation est considérée comme apparente car la microstructure est modifiée lors de la déformation à température et vitesse de déformation constantes, comme ce qui a été explicité en partie 1.1.2. Sa valeur est cependant un bon indicateur de l'évolution de la contrainte lors d'une déformation à chaud d'un matériau, et donc de l'apparition de la recristallisation dynamique (McQueen et Ryan, 2002). Plusieurs études ont, par l'application

du modèle d'Arrhenius, utilisé la détermination de l'énergie apparente de déformation  $Q$  comme outil de comparaison entre différentes nuances d'aciers afin de qualifier leur forgeabilité (McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2011; Sajadifar et al., 2013). Ce point sera discuté en partie 1.2.4 et 1.2.5.

Cependant, l'équation 1.6, ainsi que l'étude de Matuszewski, Machmeier et McQueen (1991), explicitent que la valeur de l'énergie apparente d'activation est directement liée à celles des coefficients de contrainte  $n$  et  $\alpha$ , qui s'ajustent l'un et l'autre. Plus largement, l'énergie d'activation apparente dépend de la sensibilité à la vitesse de déformation  $m$ , car cette énergie est déterminée à partir du coefficient  $\alpha$ , dont la valeur dépend principalement de  $m$  (Montheillet et Jonas, 1996; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010). Il a d'ailleurs été noté que certains auteurs fixent la valeur de  $\alpha$  dans une gamme similaire à celle répertoriée dans la littérature afin de pouvoir comparer les énergies apparentes de déformation, dans le but de quantifier la forgeabilité des aciers étudiés (Zhang et al., 2016a). Ceci a pour conséquence d'omettre la sensibilité à la vitesse de déformation des matériaux étudiés à haute température. McQueen et Ryan (2002) ont cependant mis en avant qu'une étude comparative des énergies apparentes d'activation doit se faire avec un paramètre  $\alpha$  relativement similaire. Ces derniers, ainsi que Matuszewski, Machmeier et McQueen (1991) ont comparé les courbes de contrainte-déformation et les paramètres  $\alpha$ ,  $n$  et  $Q$  de plusieurs alliages métalliques. L'étude comparative de McQueen et Ryan (2002) a permis de mettre en avant les différences de comportement fondamentales des aciers faiblement alliés et inoxydables. Les seconds ont mis en avant qu'un acier 50B44 ayant un coefficient  $n$  plus faible que des aciers au carbone impliquait une valeur d'énergie apparente plus faible. Si le coefficient est augmenté arbitrairement au niveau des autres aciers, l'énergie apparente d'activation est augmentée considérablement (Matuszewski, Machmeier et McQueen, 1991). Ces études laissent supposer que l'ajout d'éléments d'alliages dans la composition chimique des aciers influence le niveau d'énergie apparente d'activation par le biais de la sensibilité à la vitesse de déformation, ainsi que les autres paramètres du modèle d'Arrhenius, ce qui sera discuté dans les parties 1.2.1 à 1.2.5. La figure 1.12 schématise les étapes de détermination des principales constantes du modèle d'Arrhenius, ainsi que leur signification.

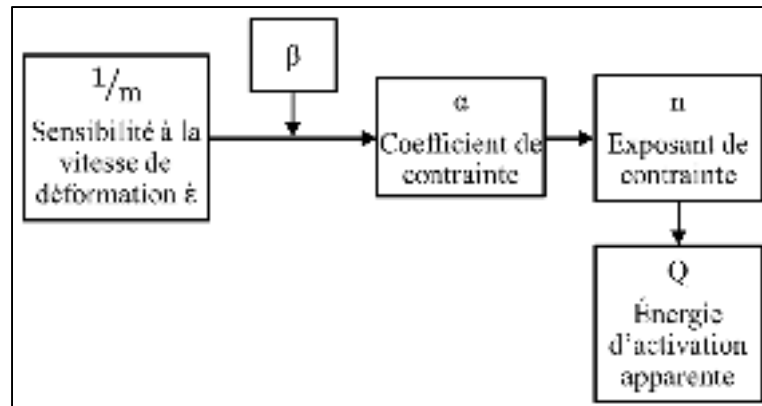


Figure 1.12 Organigramme de détermination des constantes du modèle d'Arrhenius

### 1.1.5 Sensibilité à la vitesse de déformation

Comme explicité dans la partie 1.1.4.2, les paramètres  $m$ ,  $\alpha$  et  $Q$  permettent d'évaluer le comportement du matériau soumis à une sollicitation thermomécanique. Le paramètre  $m$  est un indicateur de la sensibilité à la vitesse de déformation du matériau déformé (Mirzaee et al., 2012; Montheillet et Jonas, 1996; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010) :

$$\frac{\delta(\ln \sigma)}{\delta(\ln \dot{\epsilon})} = m \quad (1.7)$$

Le paramètre met en avant l'augmentation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation. La contrainte étant directement liée à la densité de dislocations, le paramètre  $m$  indique la capacité du matériau à dissiper l'énergie de déformation. Montheillet et Jonas (1996) ont réalisé une étude concernant la sensibilité à la vitesse de déformation de plusieurs matériaux testés par de précédents auteurs. Les auteurs ont distingué la sensibilité à la vitesse de déformation dans des conditions de déformation à chaud et la sensibilité à la contrainte dans des conditions statiques. Cette dernière ne peut pas être appliquée dans le cas d'une déformation à chaud avec des vitesses de déformation telles qu'appliquées lors de

simulations thermodynamiques. Ainsi, d'après Montheillet et Jonas (1996), la sensibilité à la vitesse de déformation se définit comme suit :

$$m = m_M \exp \tau_1 \left[ 1 - \left( \frac{1}{T_H} \right) \right] \quad (1.8)$$

avec :  $T_H = \frac{T}{T_{\text{fusion}}}$  et  $\tau_1 = \frac{\tau}{T_{\text{fusion}}} = - \frac{d \ln m}{d \left( \frac{1}{T} \right)} \times \frac{1}{T_{\text{fusion}}}$ .  $m_M$  est la sensibilité à la température de fusion,  $T$  est la température de déformation expérimentale.

Ainsi, à partir des valeurs de  $m$  déterminées par l'application du modèle d'Arrhenius, il est possible de modéliser la variation de la sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de la température relative. Montheillet et Jonas (1996) ont compilé les valeurs de sensibilité pour plusieurs matériaux, tel que présenté à la figure 1.13.

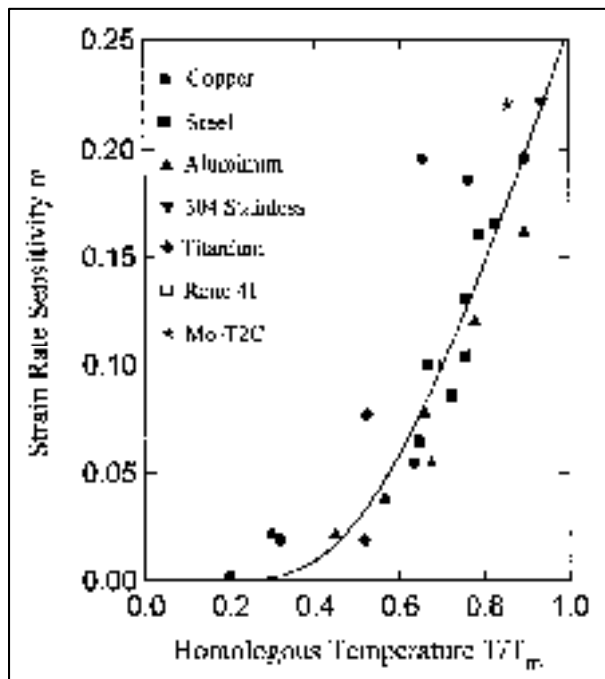


Figure 1.13 Sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de la température relative de plusieurs matériaux (Montheillet et Jonas, 1996)

Sur la figure 1.13, la courbe est la fonction de la sensibilité à la vitesse de déformation déterminée pour les matériaux testés. Les auteurs indiquent que les paramètres  $m_M$  et  $\alpha_1$  sont respectivement 0,25 et 2,2. Ce dernier régit la courbure de la fonction. Il peut être constaté que la sensibilité du titane est beaucoup plus élevée que pour des aciers ou l'aluminium. En outre, la sensibilité varie grandement en fonction de la température. En effet, la sensibilité du cuivre est inférieure ou égale à 0,05 à une faible température relative de forgeage, mais est aux alentours de 0,2 lorsque la température est proche de celle de fusion. Dès lors, ceci suggère un changement de comportement du matériau lorsque la température relative est importante.

La figure 1.13 présente la sensibilité de l'acier et de l'acier inoxydable, cependant les compositions de ces matériaux ne sont pas explicitées. Dès lors, les données sont insuffisantes pour procéder à une étude approfondie de leur comportement. En effet, une seule valeur existe pour l'acier inoxydable 304L, et la composition de l'acier n'est pas explicitée. Dès lors, il convient de pouvoir comparer les données des auteurs avec celles de l'acier AISI 4330 allié au nickel, afin de pouvoir qualifier la forgeabilité de l'acier par rapport aux sensibilités d'autres matériaux et aciers.

## **1.2 Paramètres affectant le comportement à chaud des aciers**

### **1.2.1 Influence de la température et de la vitesse de déformation**

Les différentes études concernant le phénomène de recristallisation font état de l'influence majeure de la vitesse de déformation et de la température (Cahn, 1996; Sakai et al., 2014). La vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  et la température  $T$  sont directement liés à l'accumulation d'énergie au sein du système, lui permettant d'initier la recristallisation (Guo-Zheng, 2013; Sakai et al., 2014). En effet, une vitesse de déformation faible et/ou une température élevée implique que les dislocations ont une énergie suffisante pour se déplacer et se réorganiser dans le matériau. Ces mouvements permettent de créer des zones de densités de dislocations élevées, qui vont initier la germination puis la croissance de nouveaux grains dans les premiers niveaux de déformation (figure 1.14a et b). Par ailleurs, une température basse et une vitesse de déformation élevée décalera l'initiation de la recristallisation à des niveaux de déformation

plus importants, comme ce qui peut être observée sur la figure 1.14 (Zhang et al., 2003). La formation de nouveaux grains est la représentation microstructurale du passage de la barrière d'énergie vers un état thermodynamique plus stable (Jonas, Queleennec et Jiang, 2012; Queleennec et Jonas, 2012; Smallman et Ngan, 2007). Lorsque l'énergie de déformation est trop basse, c'est-à-dire lorsque la vitesse de déformation est élevée ou la température est insuffisante, le mouvement des dislocations pour se réarranger et former une sous-structure nécessaire à la germination et la croissance de nouveaux grains peut être inhibé. Sous ces conditions, seule une restauration peut apparaître et le niveau de contrainte reste constant dû à la constante réorganisation de la sous-structure, comme visible en figure 1.14c et d (Zhang et al., 2003).

Le paramètre de Zener-Hollomon  $Z$  donné en équation 1.2 permet de synthétiser l'effet de la température  $T$  et de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  en un facteur (Jonas, Queleennec et Jiang, 2012; Queleennec et Jonas, 2012). Il a été noté qu'une valeur de  $Z$  faible peut engendrer un phénomène de pics multiples de recristallisation, comme relaté par Sakai et al. (2014) dans le cas d'un acier à 0,06% de carbone et 1,42% de manganèse, ou par Belkebir et Kobylanski (1995) dans leur étude sur le comportement mécanique à chaud du fer pur.

La vitesse de déformation et la température jouent non seulement un rôle dans le comportement mécanique à chaud de l'acier, mais sont également les principaux paramètres gouvernant la cinétique de recristallisation. Ainsi, Jonas, Queleennec et Jiang (2012); Queleennec et Jonas (2012) ont étudié les cinétiques de recristallisation d'une large gamme d'aciers et ont pu montrer que la cinétique de recristallisation est d'autant plus retardée et lente que la température et la vitesse de déformation sont basses comme le montre la figure 1.15 (Queleennec et Jonas, 2012). Il apparaît néanmoins que la vitesse de déformation possède une plus grande influence sur la cinétique de recristallisation que la température. En effet, le retard de recristallisation est plus important entre les courbes 1 et 14 (température constante) que 1 et 5 (vitesse de déformation constante) sur la figure 1.15. Le retard de la recristallisation est indépendant de la composition chimique de l'acier même si celle-ci peut accentuer les tendances observées (Jonas, Queleennec et Jiang, 2012).



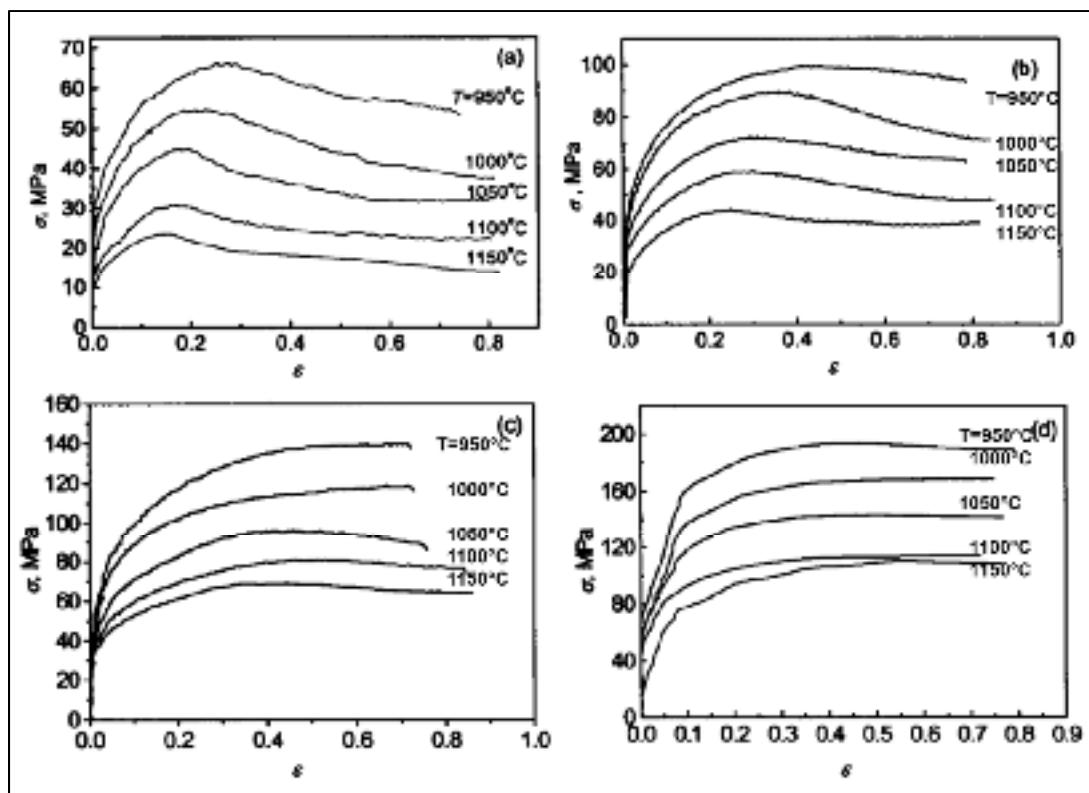


Figure 1.14 Courbes de contrainte-déformation d'un acier 35CrMo à (a)  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ , (b)  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , (c)  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$  et (d)  $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$  (adapté de Zhang et al., 2003)

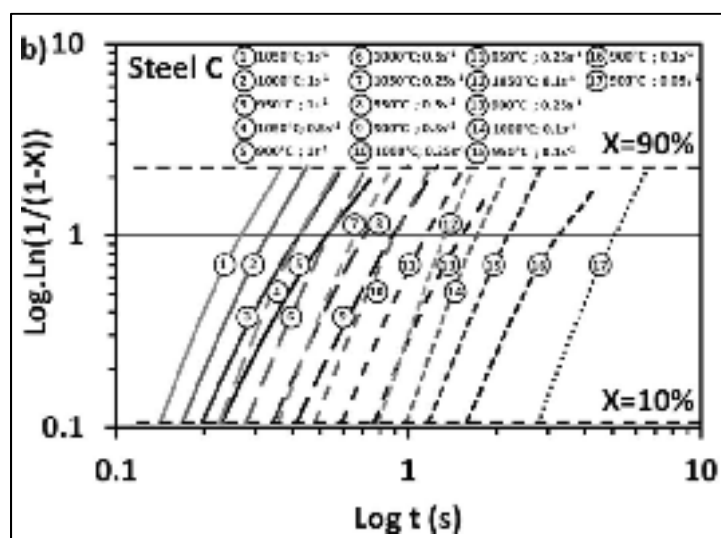


Figure 1.15 Influence des paramètres de déformation sur l'initiation et la cinétique de recrystallisation d'un acier microallié au titane (Queleu et Jonas, 2012)

### 1.2.2 Influence des précipités

Les carbures et autres précipités tendent à ralentir la progression de dislocations dans les grains et aux joints de grains, par le mécanisme de Frank-Read (Barralis et Maeder, 2007; Jonas, Quelennec et Jiang, 2012; Mirzaee et al., 2012) : les dislocations créent une boucle de contournement des précipités, l'interface devenant ainsi une zone de forte concentration de contraintes. Lorsque la distance entre deux précipités est relativement faible, ceux-ci peuvent bloquer le déplacement des dislocations par effet nommé « pinning effect » (Barralis et Maeder, 2007). Une représentation schématique du phénomène de boucle de dislocation autour des précipités est donnée en figure 1.16 (Barralis et Maeder, 2007).

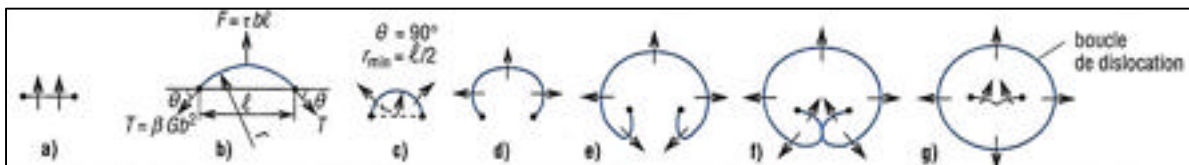


Figure 1.16 Formation des boucles de dislocations autour de précipités (Barralis et Maeder, 2007)

Ces effets sont présents si les précipités ne sont pas dissous dans la matrice, et dépendent donc entre autre de la température. Des équations de solubilité de différents carbonitrides existent dans la littérature (Mirzaee et al., 2012) et permettent de déterminer si un retard de recristallisation peut survenir du fait de la présence de secondes phases dans la microstructure à une température donnée.

La présence de précipités – carbures, nitrures ou carbonitrides – au sein du matériau renforce donc sa résistance mécanique par un ralentissement et une accumulation de dislocations (Barralis et Maeder, 2007). Dès lors, le niveau de contrainte augmente. Cependant, la quantification de l'influence sur les niveaux de contraintes ainsi que sur l'énergie apparente d'activation n'a pas été déterminée.

Il a été abordé dans cette partie le fait que les précipités tendent à ralentir ou annihiler le mouvement des dislocations dans le matériau. Le retard du mouvement des dislocations se

fait au détriment de mécanismes d'adoucissement, à la création d'une sous-structure nécessaire à la recristallisation dynamique (Barralis et Maeder, 2007).

Mirzaee et al. (2012) indiquent qu'il peut y avoir compétition entre les phénomènes de recristallisation et de précipitation. L'énergie de formation de précipités (carbures et nitrures) incluant des éléments carburigènes tels que le chrome, le molybdène et le vanadium pouvant être formés dans les aciers est de 50 à 100 kJ.mol<sup>-1</sup> inférieure à celle de la cémentite à température ambiante (Porter et Easterling, 1992b), impliquant le fait que ce sont des secondes phases formées préférentiellement lors d'une diminution de l'énergie interne du matériau. Ainsi, Mirzaee et al. (2012) ont constaté que lors d'essais de déformation à chaud, l'acier 26NiCrMoV14-5 présentait uniquement un mécanisme de restauration à des températures inférieures à 1000°C, en plus d'un changement de ratio de niveau de contraintes, comme le montre la figure 1.17.

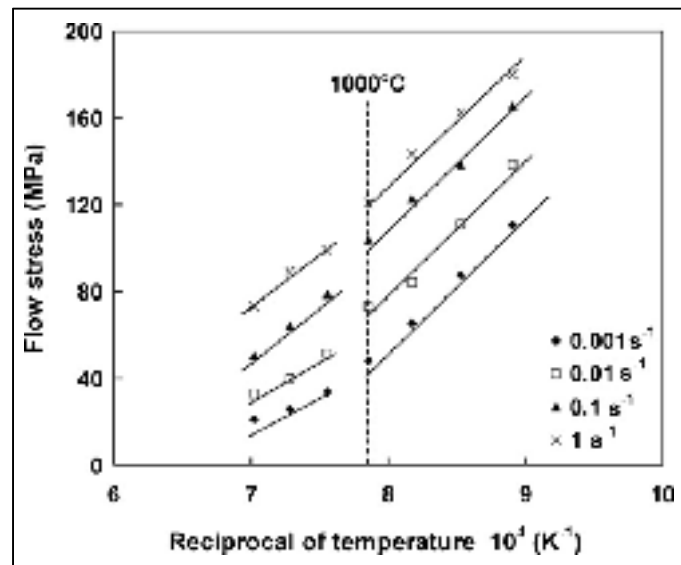


Figure 1.17 Changement de comportement d'un acier 26CrNiMoV14-5 (Mirzaee et al., 2012)

Des essais de relaxation après déformation de 5% ont été menés afin de quantifier le potentiel de formation de précipités dans le matériau. Par ailleurs, la détermination de températures de solubilité de secondes phases a été réalisée afin de prédire la présence de ces phases dans le matériau. Les auteurs ont pu constater d'une part qu'il existe une relaxation à des

températures inférieures à 1000°C, et d'autre part que des carbures de molybdènes et des carbonitrides de vanadium peuvent être générés à des températures entre 850°C et 950°C, alors que la recristallisation dynamique ne s'opère qu'à des températures au-dessus de 1000°C (Mirzaee et al., 2012). Dès lors il a été mis en avant que la croissance de secondes phases dans la matrice a inhibé la recristallisation dynamique au profit d'une précipitation dynamique (Mirzaee et al., 2012).

### 1.2.3 Influence de la taille de grain

L'influence de la taille de grains sur le comportement à chaud des aciers et l'initiation de la recristallisation est documentée. Le tableau 1.1 permet par exemple de constater que dans le cas d'un acier faiblement allié étudié par deux auteurs différents, les énergies d'activation apparentes ne diffèrent que de 10 kJ.mol<sup>-1</sup>, représentant une différence de 3,5% alors que les tailles de grains passent d'environ 38 µm à 187 µm (Medina et Hernandez, 1996; Sakai et Ohashi, 1981). La différence d'énergie apparente représente seulement 3,4% de diminution pour une taille de grains 5 fois supérieure. Il apparaît donc que concernant l'énergie d'activation, la taille de grains n'a qu'une influence très limitée.

Tableau 1.1 Influence de la taille de grains sur l'énergie apparente d'activation

Références	Composition chimique (% massique)			Énergie d'activation apparente Q (kJ.mol <sup>-1</sup> )	Taille de grains D (µm)
	C	Mn	Si		
Sakai et Ohashi (1981)	0,16	0,52	0,31	286	37,8
Medina et Hernandez (1996)	0,15	0,74	0,21	276	187

Cependant, la taille de grains influe directement sur la déformation que le matériau doit subir pour avoir un taux de recristallisation – qu'elle soit statique ou dynamique – semblable à une structure plus fine, mais de manière moindre que la température ou la vitesse de déformation (Cahn, 1996; Sakai et al., 2014). Une plus grande taille de grains implique qu'il faille déformer davantage pour permettre une recristallisation pour des températures d'essais plus élevées ou des vitesses de déformations plus faibles, soit des valeurs du paramètre de Zener-Hollomon  $Z$  plus faibles (Cahn, 1996). Ce phénomène a été observé par Zhang et al. (2003) sur un acier 35CrMo : à température et vitesse de déformation de  $1050^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , une taille de grains initiale passant de  $78 \mu\text{m}$  à  $150 \mu\text{m}$  a décalé la déformation critique de début de recristallisation dynamique  $\epsilon_c$  de 0,2 à 0,3 comme visible sur la figure 1.18. Les auteurs ont noté que les niveaux de contraintes restent autour de 70MPa malgré le décalage des déformations critiques de recristallisation, ce qui confirme les premières constatations sur les énergies d'activation apparentes de Sakai et Ohashi (1981) et Medina et Hernandez (1996). L'influence de la taille de grains avait été réalisée sur un acier de type 0,23C-0,74Mn-0,22Si-0,90Cr par Wang, Liu et Wang (2005). Les auteurs avaient observé le même décalage des déformations critiques et maximales vers de plus grandes valeurs en augmentant la taille de grains de  $70 \mu\text{m}$  à  $150 \mu\text{m}$ , sous une déformation à  $950^{\circ}\text{C}$  et  $0,1 \text{ s}^{-1}$ . Ainsi, il peut être déduit que les cinétiques de recristallisation dynamique sont ralenties avec une taille de grains plus élevée (Cahn, 1996; Cahn et Haasen, 1996).

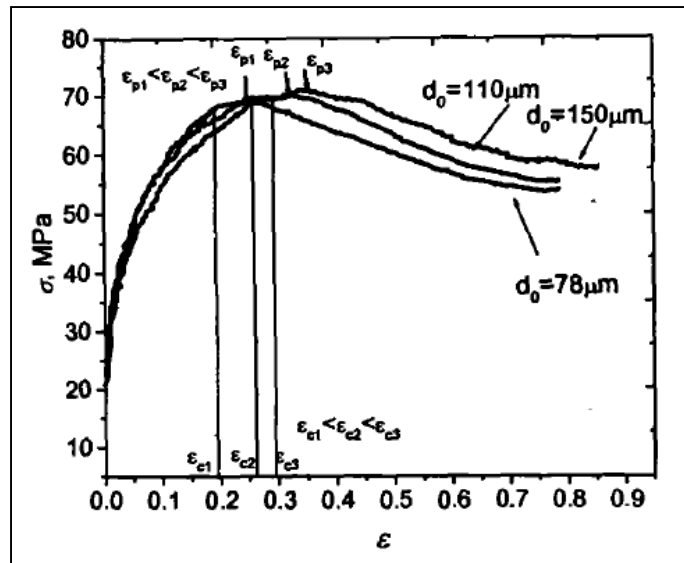


Figure 1.18 Essais de déformation d'un acier 35CrMo à  $T = 1050^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  avec différentes tailles de grains. (Zhang et al., 2003)

Plusieurs auteurs ont cependant noté qu'une taille de grains fine implique un phénomène de pics multiples dans le cas de déformation à faibles vitesses de déformation et de températures élevées (Belkebir et Kobylanski, 1995; Sakai et al., 2014). Cependant, l'apparition de pics multiples de recristallisation semble être limitée à des aciers faibles en carbone ou au fer pur. Sakai et al. (2014) ont indiqué que dans le cas d'une microstructure de départ fine, la taille de grains recristallisée puisse être plus élevée que celle initiale. Les auteurs ont ainsi émis l'hypothèse que si la taille de grains initiale dépasse deux fois celle des grains recristallisés, alors le phénomène de pics multiples est évité.

#### 1.2.4 Influence des éléments d'alliages

Il est connu que chaque élément d'alliage possède une influence propre sur la résistance mécanique d'un acier et sur l'énergie de fautes d'empilement (Limmer et al., 2015), mais la quantification de leur influence sur la cinétique de recristallisation et l'énergie d'activation de déformation reste peu documentée. Généralement, il est admis que l'ajout d'éléments

d'alliage au fer pur tend à augmenter la résistance mécanique de l'alliage, comme l'indique l'équation développée par Pickering (Pickering, 1992):

$$\sigma_{\text{strength}} = 680P + 83\text{Si} + 32\text{Mn} + 38\text{Cu} + 33\text{Ni} + 5000(\text{C} + \text{N}) \quad (1.9)$$

Toutes proportions gardées, les éléments majeurs des aciers, à savoir le manganèse, le nickel et le silicium semblent jouer un rôle prédominant dans la résistance mécanique, ce qui est en accord avec les études réalisées à ce jour (Sajadifar et al., 2013; Wu, Du et Liu, 2011). Sajadifar et al. (2013) et Sajadifar, Ketabchi et Nourani (2010) ont avancé que l'ajout d'éléments d'alliage en solution dans l'austénite ayant une énergie de défauts d'empilement moindre que celle de la matrice tend à augmenter l'énergie apparente d'activation de la recristallisation, celle-ci étant d'environ 267-280 kJ.mol<sup>-1</sup> dans le fer pur sous forme austénitique, suivant les sources (Gale et Totemeier, 2004; McQueen et Ryan, 2002). Un défaut dans la maille est un site préférentiel de recristallisation ou de diffusion, dès lors, la disparition de ces sites mène à une augmentation de l'énergie nécessaire à la déformation, et donc l'énergie de recristallisation. Les auteurs ont aussi noté que l'énergie Q est plus élevée pour un acier faiblement allié contenant du chrome et du nickel que pour un acier allié au chrome et au manganèse, et que celle des aciers inoxydables sont très supérieures à celles d'aciers faiblement alliés. Ces dernières constatations ont été aussi faites par Han et al. (2015) qui ont pu mettre en avant qu'une augmentation de la proportion en chrome et en nickel augmente l'énergie d'activation apparente de recristallisation des aciers inoxydables. De façon plus générale, McQueen et Ryan (2002) ont mis en avant que l'augmentation des proportions d'éléments en solution solide de substitution – chrome et nickel principalement – augmente l'énergie d'activation des aciers inoxydables, sans pour autant déterminer l'influence de chaque élément sur l'énergie d'activation apparente. De même, les auteurs n'ont pas observé la même tendance dans le cas des aciers faiblement alliés. Ceci sous-entend que les interactions des différents éléments, en solution ou non, sont beaucoup plus complexes que dans le cas des aciers inoxydables. L'étude de l'influence des éléments d'alliage demanderait une étude de l'élément isolé avec des concentrations en autres éléments similaires.

Medina et Hernandez (1996) ont proposé dans une étude regroupant 18 aciers faiblement alliés une équation d'énergie apparente d'activation dépendant des proportions des éléments en pourcentage massique issue de la composition chimique de l'acier :

$$\begin{aligned}
 Q \text{ (J.mol}^{-1}\text{)} = & 267000 - 2535,52 \times C + 1010 \times \text{Mn} + 33620,76 \times \text{Si} \\
 & + 35651,28 \times \text{Mo} + 3680,52 \times \text{Ti}^{0,5919} + 31673,46 \times \text{V} \quad (1.10) \\
 & + 70729,85 \times \text{Nb}^{0,5649}
 \end{aligned}$$

Les auteurs ont constaté une bonne corrélation de l'équation générée avec les valeurs expérimentales des aciers de leur base de données. Il est à remarquer que tandis que le carbone semble augmenter la résistance mécanique de l'acier (Équation 1.9), celui-ci diminue l'énergie d'activation, au contraire des autres éléments chimiques. Par ailleurs, le carbone abaisse et le silicium augmente l'énergie apparente d'activation, ce qui est en accord avec les observations faites par Serajzadeh et Taheri (2002) : pour une composition donnée, l'ajout de carbone diminue l'énergie d'activation de 338 à 316 kJ.mol<sup>-1</sup>, mais celle-ci augmentait jusqu'à 440 kJ.mol<sup>-1</sup> avec l'ajout de silicium. L'effet du carbone a été observé par Wei et al. (2014) dans leur étude regroupant les données de plusieurs précédents auteurs ayant procédé à l'analyse des réponses d'aciers faiblement alliés à une sollicitation thermomécanique (figure 1.19).



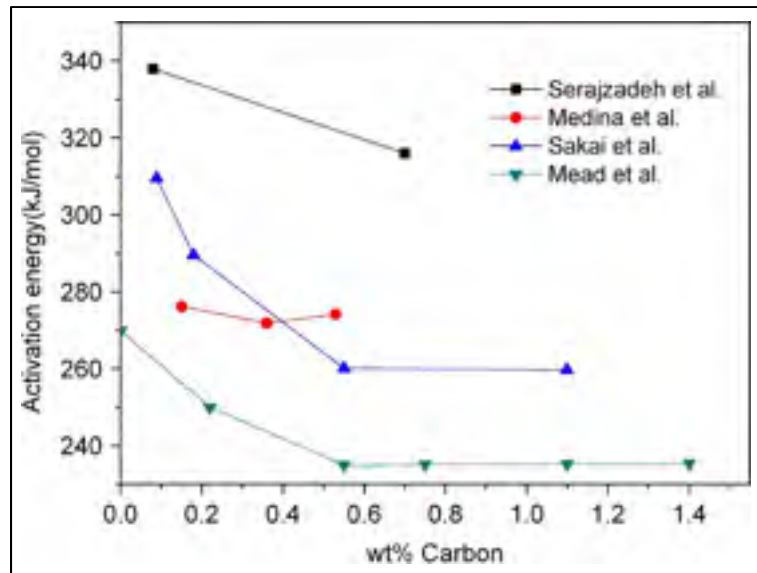


Figure 1.19 Effet du carbone sur l'énergie apparente d'activation (Wei et al., 2014)

La baisse de l'énergie d'activation en fonction de l'ajout de carbone apparaît malgré les compositions variables des différentes études résumées en figure 1.19. En effet, il est intéressant de noter que le maximum d'énergie d'activation est obtenu avec une nuance d'acier contenant 0,5% massique de manganèse, tandis que les autres nuances contiennent du silicium en plus du manganèse (Mead et Birchenall, 1956; Medina et Hernandez, 1996; Sakai et Ohashi, 1981; Serajzadeh et Taheri, 2002).

L'équation 1.10 permet de mettre en avant l'influence majeure du silicium et du molybdène sur l'énergie d'activation, de même que celle des éléments microalliés. Le vanadium possède néanmoins une influence plus faible que celle du niobium, et ce, malgré l'exposant du niobium. Ces résultats sont en accord avec ceux de Shen et al. (2016), qui dans leur étude comparant un acier microallié au niobium avec un microallié au vanadium ont noté que le vanadium n'augmente pas l'énergie d'activation apparente de l'acier, contrairement au niobium. Il semblerait que le volume des atomes des éléments respectifs soit un facteur influençant l'énergie d'activation : l'atome de vanadium ayant relativement le même diamètre que le fer, celui-ci ne déforme pas la maille comme le niobium (Shen et al., 2016). Même si l'action du vanadium sur l'énergie apparente de déformation semble faible, Wei, Liu et Zhang (2014) ont constaté que la contrainte mécanique de l'acier est supérieure

d'environ 10% lorsqu'il contient du vanadium. La cause de l'effet négligeable sur l'énergie d'activation apparente provient du fait que les régressions linéaires nécessaires à sa détermination sont similaires entre l'acier avec vanadium et celui sans. Les auteurs considèrent par ailleurs que l'absence d'effet significatif sur l'énergie d'activation mais notable sur le niveau de contrainte est dû à l'insertion du vanadium dans la matrice, et à son effet durcissant. Ces analyses viennent dès lors contredire l'équation de Medina et Hernandez (1996) qui explicitait l'augmentation d'énergie apparente d'activation avec l'ajout de vanadium.

Cependant, malgré les efforts et la prise en compte de huit éléments d'alliages dont des éléments microalliés, l'équation formulée par Medina et Hernandez (1996) reste incomplète car des éléments d'alliage tel que le nickel, le chrome ou le cuivre ne sont pas intégrés. Ces éléments sont à prendre particulièrement en compte puisqu'ils sont des éléments durcissant des phases des aciers, et influent donc sur l'énergie apparente d'activation (Medina et Hernandez, 1996; Pickering, 1992).

Parallèlement à l'influence de l'ajout d'éléments d'alliage sur le comportement à chaud des aciers et sur l'énergie apparente d'activation, celle sur les cinétiques de recristallisation est connue, mais n'a été très peu quantifiée. Certains auteurs ont cependant pu constater que l'ajout d'éléments d'alliages pouvait modifier les cinétiques de recristallisation, une augmentation des températures d'apparition de la recristallisation ou un décalage de l'initiation de la recristallisation à des déformations plus importantes. L'étude de Cuddy (1981) sur un acier 0,07C-0,25Si-1,40Mn a par exemple relaté que l'ajout d'aluminium ou d'éléments carburigènes (Nb, Ti, V) avaient tendance à augmenter la température limite d'apparition de recristallisation. La figure 1.20 permet de constater que le niobium et le titane possède le plus fort effet sur la température limite d'apparition de la recristallisation (Lagneborg et al., 1999). L'influence majeure du niobium a été déterminée par Akben, Bacroix et Jonas (1983). Ces derniers ont déterminé un paramètre de retard de recristallisation dû à la présence d'éléments microalliés en solution dans la matrice tels que le vanadium, le niobium ou le titane (Akben, Bacroix et Jonas, 1983). Leur étude a permis de mettre en avant que niobium possédait un facteur de l'ordre de 50, tandis que ceux du molybdène et du vanadium s'élevaient à 10 et 3 respectivement. Par ailleurs, la détermination

du paramètre de retard met en avant que l'action des éléments dépend de la composition chimique aussi bien que de la vitesse de déformation.

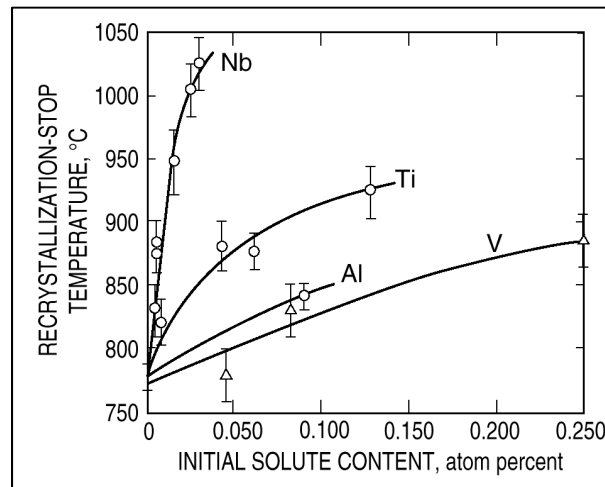


Figure 1.20 Influence des éléments microalliés sur la température limite de recristallisation (Lagneborg et al., 1999)

Plus récemment, Serajzadeh et Taheri (2002) ont étudié le comportement d'aciers à 0,08% et 0,7% massique de carbone, puis un acier à 0,1% de carbone et 1,1% de silicium, le reste de la composition chimique étant identique pour les trois aciers étudiés. Il a été constaté que pour des conditions de déformation données (température et vitesse de déformation), la cinétique de recristallisation était augmentée avec l'ajout de carbone, mais ralentie par l'apport de silicium (figure 1.21). Ce dernier résultat a été plus tard confirmé par l'étude de Han et al. (2018) réalisée sur un acier moyen carbone 1,89Mn-1,57Si-0,88Cr. Ces derniers ont déterminé le coefficient d'Avrami  $k$  relatif à la cinétique de germination et croissance de recristallisation, et la valeur de l'acier étudié (0,323) est bien inférieure à un acier moyen carbone faiblement allié au nickel et au chrome (0,695) ayant été analysé par Zhang et al. (2016a).

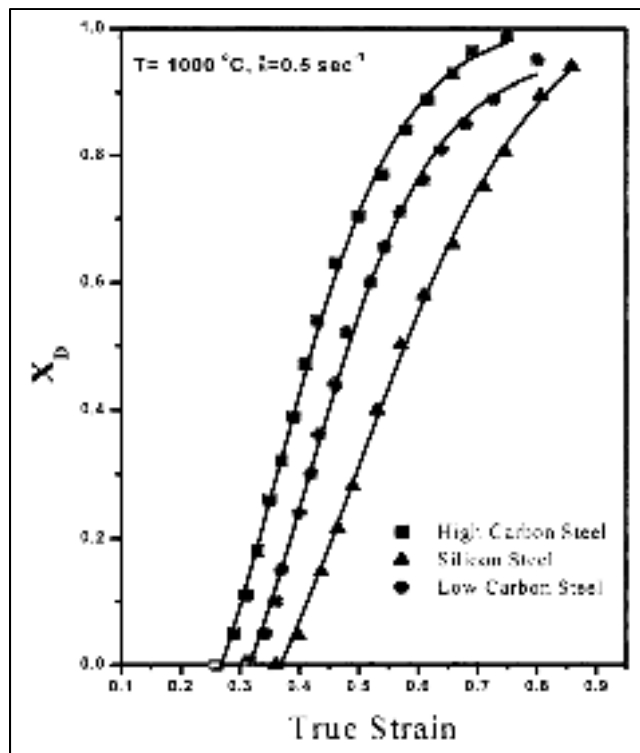


Figure 1.21 Influence du carbone et du silicium sur les cinétiques de recrystallisation, avec  $X_D$  fraction de recrystallisation (Serajzadeh et Taheri, 2002)

Les études menées sur les cinétiques de recrystallisation en fonction des éléments d'alliage sont en lien direct avec les énergies de défauts d'empilement menées par Limmer et al. (2015). En effet, une corrélation très forte existe entre l'impact des éléments d'alliage sur la SFE et l'occurrence de la recrystallisation dynamique sous une même condition, ou dans d'autres cas l'effet de l'ajout d'éléments d'alliage sur l'augmentation de la température critique de recrystallisation (Lagneborg et al., 1999).

### 1.2.5 Influence du nickel

L'influence du nickel sur le comportement à chaud, et plus précisément sur l'énergie de déformation des aciers a été relativement peu discutée. Le nickel est un élément gammagène et tend à augmenter l'aire du domaine de l'austénite sur le diagramme d'équilibre. Sa

solubilité dans l'austénite est illimitée et est de 10% dans la ferrite (Sharma, 2003). Le nickel augmente sensiblement la résistance mécanique de l'acier, ainsi que sa résistance à la corrosion (Liu et al., 2011; Sharma, 2003). L'ajout de seulement 0,5% massique permet une augmentation de la résistance mécanique de l'acier d'environ 10 MPa (Liu et al., 2011). Une augmentation de la contrainte indiquerait que l'ajout de nickel tendrait à augmenter l'énergie d'activation de déformation de l'acier, comme ce qui a été discuté en partie 1.2.4 (McQueen et Ryan, 2002; Pickering, 1992; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010). Cependant, tout comme l'influence des autres éléments d'alliage, la quantification et la qualification de l'influence isolée du nickel n'a pas été discutée.

Récemment, Zhu et al. (2015) en réalisant une étude du comportement à chaud d'un acier moyen carbone microallié de type 50CrNiMoNb ont déterminé que ce dernier possédait une énergie d'activation plus faible de 50 kJ.mol<sup>-1</sup> et une température d'apparition de la recristallisation dynamique inférieure de 50°C par rapport à l'acier 26NiCrMoV14-5 étudié par Mirzaee et al. (2012), comme ce qui est résumé en tableau 1.2 ci-dessous (Mirzaee et al., 2012; Zhu et al., 2015)

Tableau 1.2 Comparaison des énergies d'activation et des températures de recristallisation d'aciers microalliés (Mirzaee et al., 2012; Zhu et al., 2015)

Acier	C	Cr	Ni	Mo	Mn	El. Micro.	Q (kJ.mol <sup>-1</sup> )	T°C DRX à $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$
50CrNiMoNb (Zhu et al., 2015)	0,52	1,92	0,72	0,25	0,33	Nb = 0,036	386,06	1050
26NiCrMoV14-5 (Mirzaee et al., 2012)	0,27	1,5	3,7	0,35	0,3	V = 0,1	437	1100

Les auteurs ont expliqué l'augmentation de la température d'apparition de la recristallisation par la présence de nickel, indiquant ainsi que le nickel pourrait réduire la gamme de température d'apparition de recristallisation tout en augmentant l'énergie d'activation de déformation. Cependant, ce point n'a pas été discuté davantage et est soumis à caution du fait

de la différence de composition des deux aciers, car le constat fait par Sajadifar et al. (2013) et Han et al. (2015) selon lequel chaque élément chimique a un rôle spécifique dans le comportement à chaud des matériaux implique que l'identification de l'influence du nickel dans le cas actuel doit se faire avec une proportion des autres éléments inchangée dans une étude comparative. Or, le tableau 1.2 indique des différences notables en proportion de carbone, de chrome, ainsi qu'une différence d'élément microallié. Ce dernier point est crucial, car comme discuté en partie 1.2.4, les éléments microalliés ont des influences très distinctes (Akben, Bacroix et Jonas, 1983). Les courbes de contrainte-déformation obtenues par Zhu et al. (2015) montrent même que l'acier étudié subit un durcissement à 950°C à plusieurs vitesses de déformation, alors que dans le cas de l'acier 26NiCrMoV14-5 présente uniquement une restauration dans les mêmes conditions de déformation. Cette modification de comportement mécanique à chaud peut être essentiellement due à la présence de niobium dans le premier acier.

Il apparaît donc que les données répertoriées jusque-là par Sajadifar, Ketabchi et Nourani (2010), Sajadifar et al. (2013), Medina et Hernandez (1996) et Zhu et al. (2015) sur l'influence du nickel sur l'énergie apparente de déformation et sur la cinétique de recristallisation dans la littérature restent incomplètes. Malgré que ces auteurs aient avancé que l'ajout d'éléments d'alliages augmente l'énergie d'activation de déformation, aucune tendance ou quantification de l'influence du nickel sur ce paramètre n'a été établie. Par ailleurs, aucune information quant à l'influence de cet élément sur l'occurrence et la cinétique de recristallisation dynamique n'a été mise en avant.

### **1.3 Discussions**

Les différents paramètres pouvant intervenir dans le comportement thermomécanique des aciers laisse apparaître que les éléments d'alliage sont d'une première importance. Pourtant, la revue de littérature montre que malgré que leur influence sur la résistance mécanique est connue et quantifiée, leur incidence sur l'énergie apparente d'activation et la recristallisation est plus complexe et n'est pas clairement définie. En effet, il a été constaté que l'apport de carbone tend à augmenter la contrainte mécanique de l'acier alors qu'il diminue l'énergie

apparente d'activation et favorise la recristallisation. Dans le même temps, le vanadium augmente lui aussi la contrainte mécanique de l'acier, ralentit les cinétiques de recristallisation, mais son effet sur l'énergie d'activation est soumis à caution. En effet, Medina et Hernandez (1996) affirment que le vanadium augmente l'énergie apparente d'activation, tandis que Wei, Liu et Zhang (2014) ont montré que l'ajout de l'élément n'avait en rien modifié l'énergie apparente d'activation des deux aciers étudiés. Dès lors, l'effet des éléments d'alliage ne dépendrait pas seulement de leur ajout, mais aussi du mode d'assimilation au sein du matériau (substitution ou insertion), et de leur rôle sur l'énergie des défauts d'empilement, cette dernière régissant les mécanismes dynamiques d'adoucissement au sein des matériaux métalliques.

#### **1.4 Conclusions**

La présente revue de littérature a tout d'abord permis de mettre en avant les mécanismes physiques apparaissant lors d'une déformation à chaud, les principaux modèles d'équations constitutives considérés dans les études du comportement à haute température des aciers ainsi que les paramètres à considérer lors des essais de compression. L'étude comparative menée indique que le modèle d'Arrhenius présente le plus grand intérêt pour l'étude du comportement à chaud des aciers, car sa corrélation avec les courbes expérimentales est accrue. En effet, ce modèle permet de modéliser l'adoucissement observé dans le cas d'une recristallisation dynamique. Par ailleurs, ses constantes peuvent être analysées comparativement aux aciers faiblement alliés, et peuvent renseigner sur la forgeabilité de l'acier étudié. En outre, l'étude de la recristallisation dynamique fait appel au modèle d'Avrami de création et coalescence de nouvelle phase. Ce modèle sera ainsi considéré quant à l'analyse des courbes de contrainte-déformation présentant un adoucissement.

D'autre part, il apparaît que l'influence du nickel sur les mécanismes dynamiques apparaissant lors d'une déformation a très peu été documentée, de même que son action sur la forgeabilité des aciers faiblement alliés. Par ailleurs, il a été constaté que la littérature existante ne comporte que peu d'informations sur le comportement de l'acier AISI 4330 à une sollicitation mécanique. Par conséquent, les objectifs de la présente étude seront de palier à ces manques de documentation.





## CHAPITRE 2

### MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

#### 2.1 Méthodologie d'analyse

La revue de littérature a permis de mettre en avant les principaux paramètres régissant l'apparition de la recristallisation dynamique dans les aciers, ainsi que les modèles permettant de l'analyser. Par ailleurs, l'étude préliminaire d'un cas de fissuration d'un acier moyen carbone microallié à 2,66% massique de nickel déformé et traité thermiquement avait montré que les deux causes probables de cette défaillance étaient une déformation insuffisante lors des dernières étapes de forgeage, ainsi qu'un maintien en four excessif lors du traitement thermique (ANNEXE 1). Cependant, la littérature sur les propriétés mécaniques et le comportement mécanique à chaud de l'acier AISI 4330 explicitée en introduction n'indiquent aucun cas de fissuration à chaud pour cette nuance.

La base d'investigations menées dans la présente étude part donc des conclusions amenées par l'article de l'ANNEXE 1 : la cause de fissuration d'un acier à un taux de nickel supérieur à 2% massique est d'origine thermomécanique. Dès lors, l'étude des étapes de forgeage libre à l'usine Finkl Steel® de Sorel Tracy ainsi qu'une revue de l'état de l'art sur les mécanismes de déformation à chaud d'aciers faiblement alliés et les paramètres les régissant furent nécessaires.

Dans le premier cas, l'étude a compris la mesure de températures de lingots lors d'une étape de forgeage, l'analyse des chartes de forgeage. La création d'un plan d'expérience de déformation à chaud a ainsi pu être réalisée, de même que le choix et les conditions du matériau prévu pour l'étude. Parallèlement, les variables du plan d'expériences ont pu être déterminées à l'aide des informations extraites des données de Finkl Steel® et de la revue de littérature menée en Chapitre I. Le choix de l'appareillage a découlé des paramètres et leurs valeurs du plan d'expérience créé, ainsi que des conditions invariables du processus de forgeage libre réalisé à l'usine de Sorel Tracy.

La revue de littérature du Chapitre I a permis de détailler les analyses des résultats des simulations de forgeage à l'échelle du laboratoire, ainsi que les principaux modèles

analytiques. Ceux-ci permettront d'obtenir d'une part des informations sur la forgeabilité de du matériau étudié, et par ailleurs de répondre aux besoins de l'étude de la fissuration à chaud de l'acier AISI 4330 modifié au nickel.

Un schéma de la méthodologie d'analyse de la présente étude est présenté en figure 2.1.

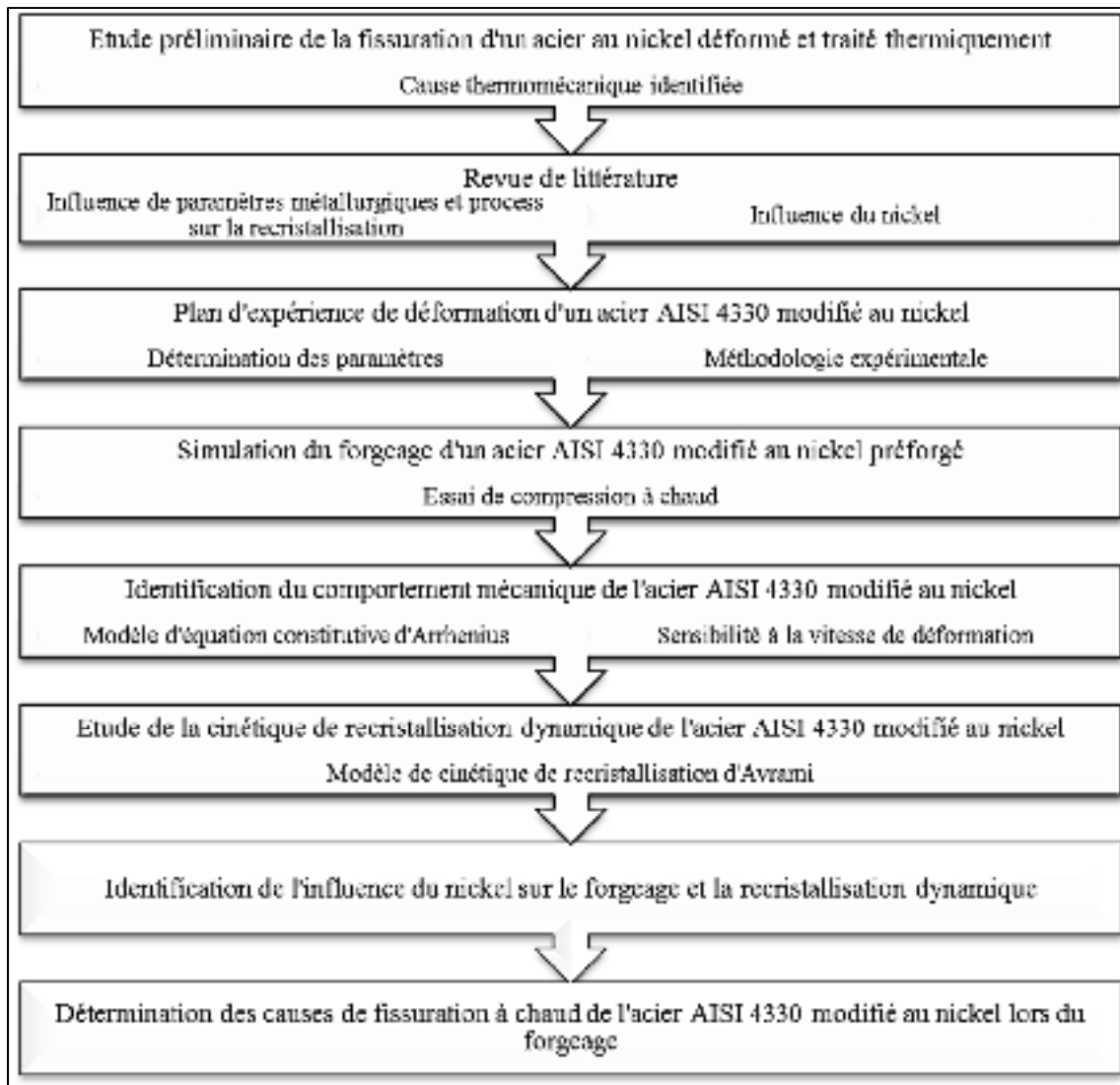


Figure 2.1 Méthodologie d'analyse de la fissuration à chaud de l'acier AISI 4330 modifié au nickel

## 2.2 Équipement utilisé

### 2.2.1 Appareil de simulation de forgeage Gleeble-3800

L'investigation de la fissuration à chaud d'un matériau, causée par les disparités de réponse de celui-ci à une sollicitation thermomécanique en fonction des différents paramètres de déformation, requiert une étude approfondie du comportement mécanique à chaud du matériau. La simulation par essai de déformation à chaud (torsion, traction, compression) est dès lors une nécessité pour l'analyse de la forgeabilité d'un matériau. Dans le cas du forgeage, plusieurs auteurs ont réalisé des essais de compression à chaud par l'utilisation de la machine Gleeble 3800 conçue par la compagnie Dynamic System Inc. (DSI), un appareil permettant la simulation de forgeage à haute température sous vide (DSI, 2010). La figure 2.2 est une photographie du système présent au sein du laboratoire.



Figure 2.2 Simulateur de compression à chaud Gleeble-3800 (DSI, 2010)

L'appareil est équipé d'un mors fixe comprenant une cellule de mesure de force de 200 kN, le mors mobile étant actionné par un système hydraulique répondant aux consignes de vitesses de déformation. Les mors conducteurs de déformation en tungstène pur (W) ou en carbure de tungstène (WC) incluent un système de chauffage par courant induit (effet Joule), dont le contrôle de la température et des vitesses de chauffages et/ou refroidissement se fait

par le brasage de thermocouples sur la surface de l'échantillon. Des buses de refroidissement situées au-dessus et en-dessous de l'échantillon permettent de réaliser une trempe avec des fluides choisis selon la sévérité de trempe voulue : air pulsé, eau, gaz. Les essais se déroulent sous vide secondaire ( $10^{-3}$  Torr ou  $10^{-6}$  bar), obtenu à l'aide d'une pompe primaire et d'une pompe secondaire (pompe à diffusion d'huile). La figure 2.3 présente le positionnement d'un échantillon instrumenté dans la chambre d'essai de la Gleeble-3800.



Figure 2.3 Positionnement de l'échantillon instrumenté dans la chambre de compression de la Gleeble-3800.

Afin de réduire le risque de collage de l'échantillon après déformation sur les mors, de la pâte de graphite et de nickel est badigeonnée sur les faces de l'échantillon et des mors. L'utilisation d'une feuille de tantale entre les mors et l'échantillon réduit la friction, son utilisation n'entrant pas en conflit avec le mode de chauffage de la Gleeble-3800 car le tantale est conducteur. Son utilisation a déjà été faite avec succès par certains auteurs (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013). Un schéma de la lubrification des mors et de l'échantillon ainsi que le placement est en figure 2.4.

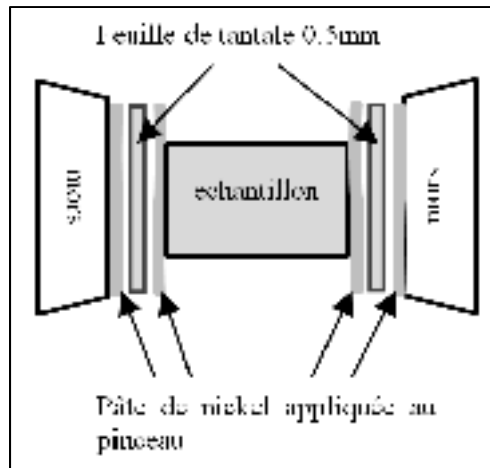


Figure 2.4 Lubrification d'un échantillon d'essai de compression sur Gleeble

La réduction de la friction passe aussi par le contrôle de la taille des échantillons de compression. Ainsi, un ratio Longueur-Diamètre supérieur à 2 peut entraîner l'apparition d'un effet de tonnelage (« barreling ») aux extrémités de l'échantillon. À l'inverse, sans lubrification, un ratio inférieur à 2 peut aussi impliquer un effet « barreling ». Dès lors, la compagnie DSI préconise un ratio de 1,2 ou 1,5 afin de s'affranchir de possibles effets de « barreling » (DSI, 2010), cette recommandation ayant été suivie par plusieurs auteurs avec différentes valeurs de longueur (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010; Zhu et al., 2015). Ainsi, les échantillons auront une longueur de 15 mm et un diamètre 10 mm. Un chanfrein sur les extrémités sera appliqué, afin d'éviter le collage des échantillons pendant les essais de déformation à chaud, et pour permettre l'application de la pâte de lubrification limitant la friction. Le plan de dimensionnement des échantillons est donné en figure 2.5.

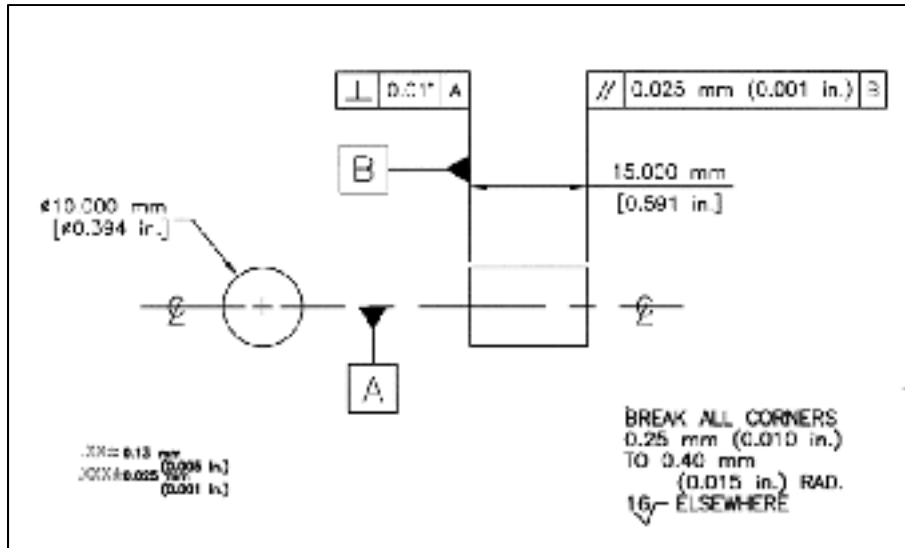


Figure 2.5 Plan des échantillons de compression sur Gleeble-3800 (document interne)

## 2.2.2 Contrôle de la température lors d'un essai de déformation

La mesure de température permet l'ajustement du système en temps réel de la vitesse de chauffage et de la température de consigne. La puissance électrique délivrée par le système de mors chauffants peut être contrôlée de deux façons : les thermocouples ou les pyromètres. La compagnie préconise cependant l'utilisation des premiers, car leur réponse est plus rapide et les gammes de températures plus étendues que les pyromètres. Contrairement aux mesures de températures réalisées à l'aide d'un thermocouple brasé et enrobé, le système actuel se base sur la brasure de chaque pôle. L'installation des thermocouples se fait par brasage de chaque fil sur le diamètre central de l'échantillon, à l'aide d'une soudeuse portative. La surface de l'échantillon à souder doit être exempte de graisse ou d'oxydes, car la présence de ces matières nuit à la brasure des thermocouples. L'espacement entre les deux brasures doit être limité, afin de permettre une mesure de température la plus précise possible. Il est généralement appliqué à une distance de 1 mm entre les deux brasures.

Plusieurs types de thermocouples existent, et leur choix se fait suivant les gammes de températures à mesurer. Des thermocouples de type K (couple chromel-alumel) seront utilisés dans les essais de compression à chaud simulés sur Gleeble-3800, car la gamme de mesure de ce type de thermocouple s'étend jusqu'à 1250°C, voire 1270°C suivant les sources

(Bonnier et Devin, 1997; DSI, 2010). Les tolérances des thermocouples de type K suivent la norme américaine ANSI MC 96.1 qui indique un écart de  $2,2^{\circ}\text{C}$  à  $1250^{\circ}\text{C}$ , soit 0,72% d'écart (ISA, 1982). Le tableau récapitulatif de la gamme de thermocouples de la compagnie OMEGA® indique que la température maximale de mesure des thermocouples de type K est  $1372^{\circ}\text{C}$  (ISA, 1982). La compagnie DSI préconise l'utilisation de fils de 0,20 mm de diamètre procurés par OMEGA®, or ce faible diamètre réduit la température maximale d'utilisation à  $760^{\circ}\text{C}$  si le fil est utilisé à nu (Bonnier et Devin, 1997; DSI, 2010; ISA, 1982). Par ailleurs, l'atmosphère de la chambre de la Gleeble-3800 étant inerte, il est déconseillé d'utiliser des thermocouples de type K sans enrobage ou protection, car les éléments chimiques des fils peuvent diffuser et s'évaporer, ce qui peut altérer les mesures de température (Bonnier et Devin, 1997). Plusieurs précautions seront donc prises afin de s'affranchir de ces phénomènes et d'utiliser les thermocouples de type K jusqu'à  $1250^{\circ}\text{C}$  :

- l'utilisation d'un tube d'alumine protégeant les fils de thermocouples dans la zone proche de l'échantillon puis d'un tube supérieur
- l'ajout d'une gaine de fibre de verre autour des fils après les tubes d'alumine.

La figure 2.6 présente un échantillon instrumentalisé avec les gaines installées.



Figure 2.6 Échantillon instrumenté, avec gaines protectrices en alumine et fibre de verre autour des fils de thermocouples

## 2.3 Choix des paramètres de simulation thermomécanique

### 2.3.1 Processus de forgeage de l'acier AISI 4330 modifié

La figure 2.7 présente les différentes étapes d'obtention des échantillons qui seront utilisés dans la présente étude. Comme indiqué en partie 1.1.1 du Chapitre I, les aciers de Finkl Steel® sont obtenus par coulée en lingotière. Le lingot subit ensuite un cycle thermique de chauffage à très haute température (figure 2.7a) avant d'être forgé en plusieurs passes (figures 2.7b et c). Les dernières étapes de mises en forme permettent de dimensionner la brame obtenue aux cotes du cahier des charges (figure 2.7d). Durant cette finition, l'ancien bas du lingot est découpé par torche à oxygène.

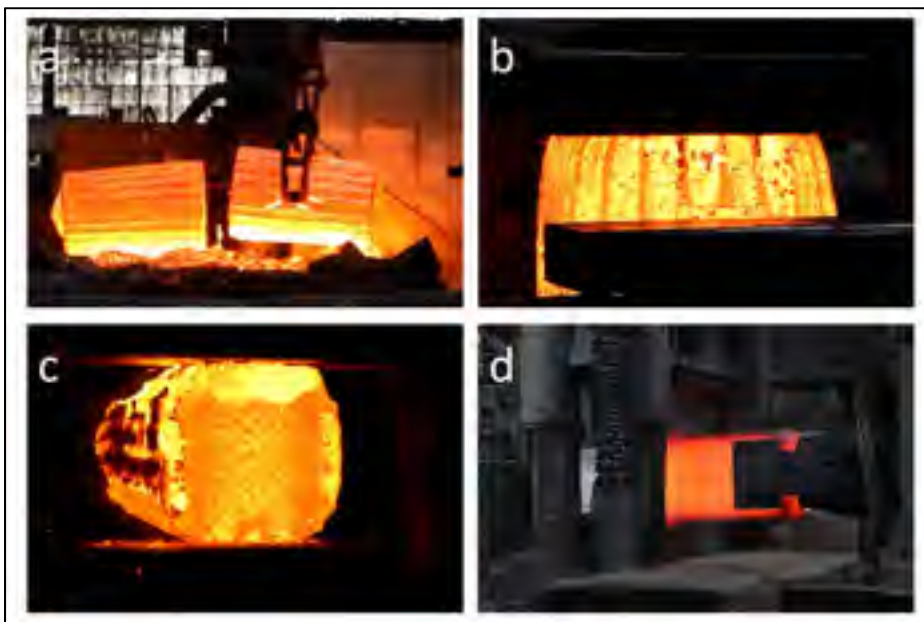


Figure 2.7 (a) Sortie de four d'un lingot, (b) première étape de forgeage, (c) deuxième étape de forgeage, (d) forgeage de finition

Les déformations et vitesses de déformation sont dépendantes de l'opérateur et de la capacité de la presse hydraulique. Des relevés de hauteur de mors de presse et de charge appliqués ont été analysés afin d'en extraire une gamme de vitesses de déformation lors du forgeage (figure



2.8). Un palier de position entre 17h15 et 17h22 est observable : il s'agit du moment pendant lequel la découpe par torche à oxygène du bas du lingot a été réalisée sur la brame.

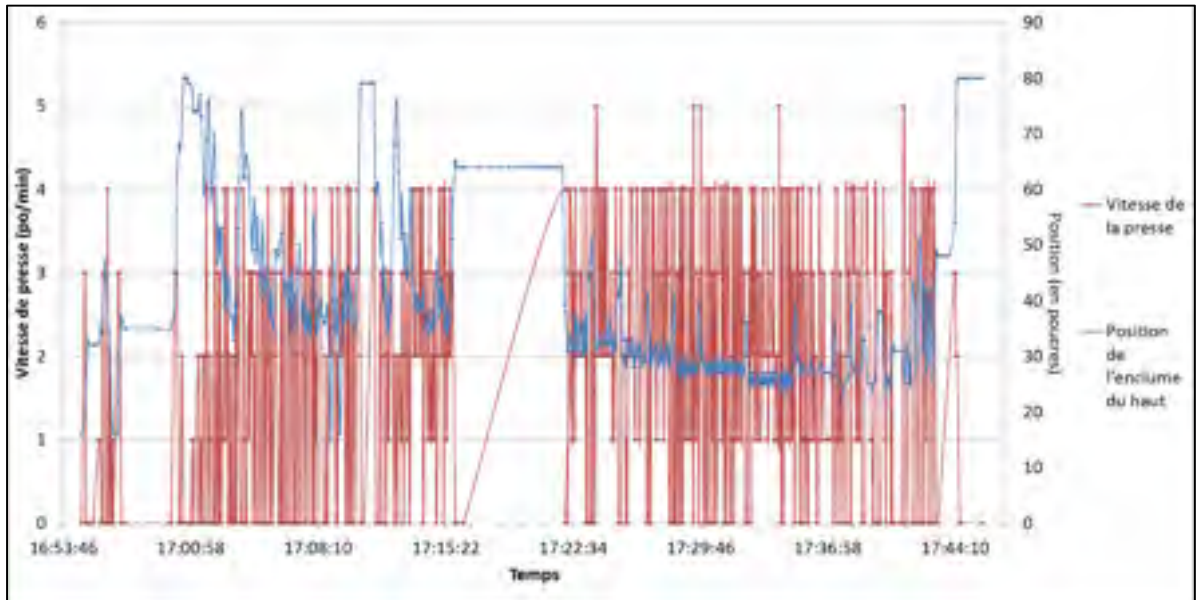


Figure 2.8 Extrait d'un graphique de forge d'un acier AISI 4330 modifié de Finkl Steel®

La déformation vraie  $\epsilon$  considérée est de 0,85, compte tenu des conditions de déformation appliquées par plusieurs auteurs sur des aciers faiblement alliés de la même gamme que l'acier AISI 4330 allié au nickel (Chadha et al., 2017; Zhu et al., 2015). Cette déformation vraie sera équivalente à une réduction d'environ 55% de la hauteur des échantillons prévus pour les essais de compression à chaud. Les vitesses de déformation seront fonction de la déformation et de la vitesse de la presse. Sur la figure 2.8, les vitesses de la presse varient entre 1 et 5 pouces/minute. Il est possible de convertir les vitesses de l'opérateur en vitesse de déformation vraie pour les échantillons de Gleeble :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{V \times \varepsilon}{H \times 60} \quad (2.1)$$

Avec V la vitesse de la presse (en pouces par minute),  $\varepsilon$  la déformation vraie considérée et H la hauteur initiale de l'échantillon pour les simulations thermomécaniques (en pouces).

Ainsi, une large gamme de vitesse de déformation a été considérée et répertoriées en tableau 2.1. Afin d'étudier le comportement de l'acier AISI 4330 sous une large gamme de conditions de déformation, les vitesses de déformation seront comprises entre  $0,01 \text{ s}^{-1}$  et  $1 \text{ s}^{-1}$ .

Tableau 2.1 Vitesses de presse et vitesses de déformation vraie correspondantes

Vitesse de presse (po/min)	Vitesse de déformation vraie $\dot{\varepsilon}$ ( $\text{s}^{-1}$ )
1	0,036
2	0,072
3	0,108
4	0,144
5	0,180

### 2.3.2 Températures de chauffage et de compression

Les fours de Finkl Steel® avant forgeage n'ont pas de contrôle de vitesse de chauffage et la température de consigne est de  $1250^\circ\text{C}$ . De ce fait, les vitesses moyennes de chauffage ont été déterminées par les relevées par mesures de thermocouples. Des essais sur la machine Gleeble ont déjà été réalisés dans de précédentes études avec des paramètres issus des conditions de Finkl Steel® (Chadha et al., 2017) : une vitesse de chauffage de  $2^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  a été retenue, la vitesse de refroidissement jusqu'à température de déformation est de  $1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ . Enfin, des analyses par caméra thermique d'une brame pendant forgeage a permis de mettre en avant que les opérateurs peuvent forger les aciers jusqu'à environ  $950^\circ\text{C}$ , avant que la brame soit remise en four avant une seconde passe de forgeage. De fait, seront considérées

après chauffage à 1250°C des températures de forgeage allant de 1250°C à 950°C. La plage de température optée pour les essais de compression a plusieurs intérêts : d'une part cela permettra de faire une cartographie en profondeur du comportement de l'acier en fonction de la température à cœur et en surface, d'autre part la disparité de température entre les coins et les faces de la brame lors de son forgeage peut être la source d'une différence de comportement mécanique, comme ce qui a été discuté en Chapitre I.

Le temps de maintien de 5 minutes à 1250°C permet l'homogénéisation de la température au sein du matériau. Cette durée a été utilisée dans des essais similaires pour des simulations thermomécaniques sur machine Gleeble dans plusieurs études externes (Wei, Liu et Zhang, 2014; Wei et al., 2014; Zhang et al., 2003) ou au laboratoire lors de précédents essais (Chadha et al., 2017).

La composition de l'acier au nickel AISI 4330 de la présente étude étant proche de la nuance 34CrNiMo6 étudiée par Nürnberger et al. (2010), le diagramme TRC de cette dernière est donné en figure 2.9. Il peut être observé que les aciers comprenant du chrome et du nickel possèdent un caractère autotrempeant, les domaines ferritiques, perlitiques et bainitiques ayant été décalés vers des temps de refroidissement plus longs que pour un acier non allié. Ainsi après essai, aucune transformation de phase n'aura lieu même avec un refroidissement lent (supérieur à  $10^3$  s) comme dans le cas d'un refroidissement à l'air. La microstructure sera principalement bainitique et/ou martensitique même après déformation.

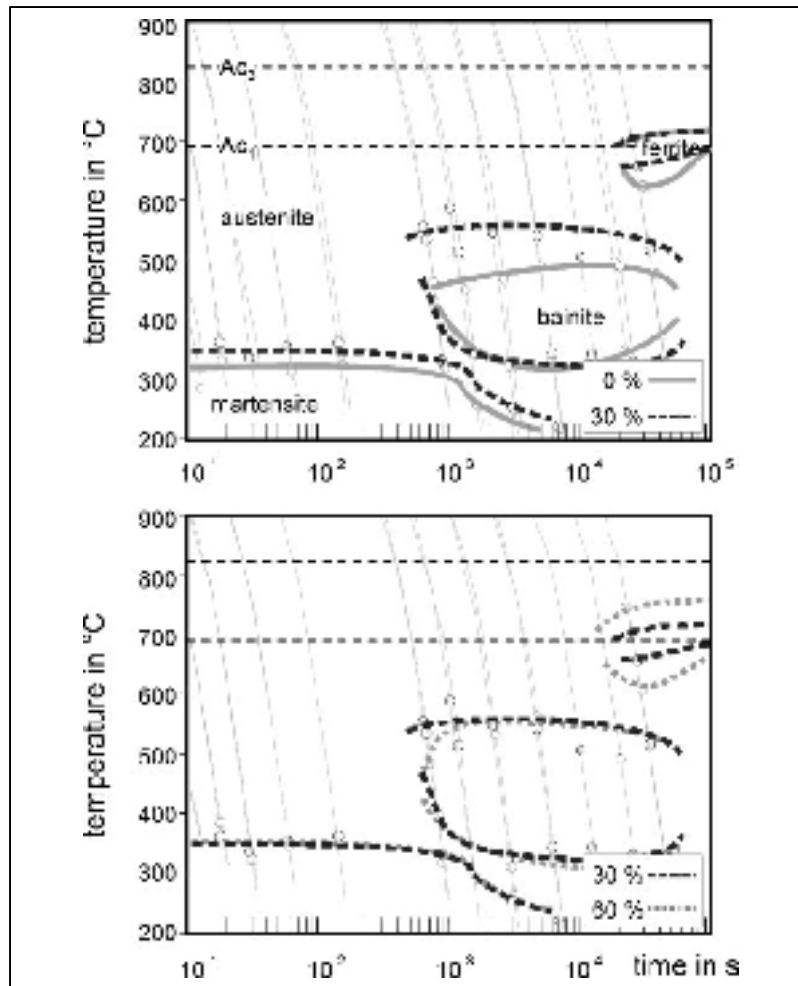


Figure 2.9 Diagramme TRC en fonction de la déformation pour 34CrNiMo6 (Nürnberg et al., 2010)

### 2.3.3 Résumé des paramètres

Le tableau 2.2 indique donc les différentes variables contrôlées et fixes de l'étude. Les valeurs de vitesses de déformation encadrent les valeurs calculées à partir des données de forge, ainsi quatre vitesses seront utilisées, y compris une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  de 1 s<sup>-1</sup> afin d'alimenter les informations quant à la forgeabilité de l'acier étudié.

Tableau 2.2 Variables considérées pour les essais de compression de l'acier au nickel

Paramètres variables	Paramètres fixes
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Température de forgeage (°C) :               <ul style="list-style-type: none"> <li>○ 950°C-1250°C</li> <li>○ Incrémentation de 50°C</li> </ul> </li> <li>• Vitesse de déformation <math>\dot{\epsilon}</math> (s<sup>-1</sup>)               <ul style="list-style-type: none"> <li>○ 10<sup>-2</sup>-10<sup>-1</sup>-5.10<sup>-1</sup>-1</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Four à température fixe (°C)               <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Vitesse de chauffage (2°C/s)</li> <li>○ Température (1250°C)</li> </ul> </li> <li>• Temps de maintien (5 min)</li> <li>• Déformation <math>\epsilon</math> (0,85)</li> </ul>

Le schéma de la figure 2.10 représente le cycle thermomécanique qui sera appliqué aux échantillons de compression sur machine Gleeble.

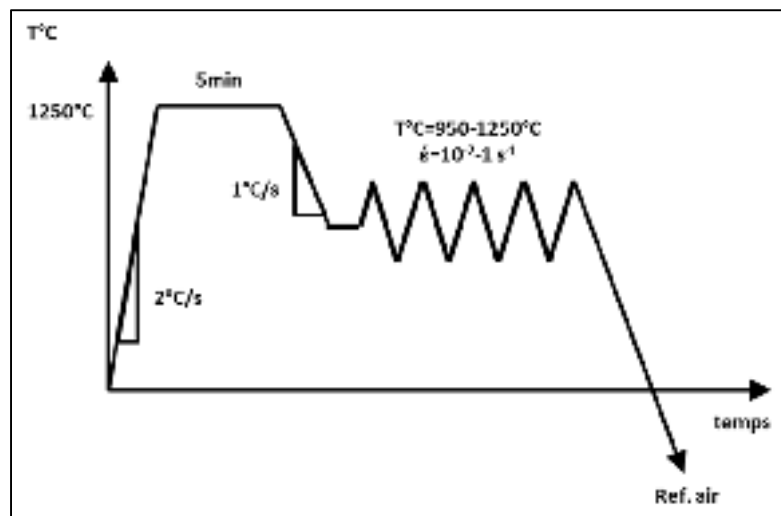


Figure 2.10 Cycle thermomécanique des essais de compression sur machine Gleeble

## 2.4 Matériaux considérés

### 2.4.1 Prélèvement des matériaux

Le tableau 2.3 présente la composition chimique d'une tranche d'un lingot dont les échantillons considérés pour simulations thermomécanique ont été extraits.

Tableau 2.3 Composition nominale chimique (en %massique) de l'acier AISI 4330 modifié des échantillons de compression

C	Ni	Cr	Mn	Mo	Si	V	Cu	Al	S	P	N
0,33	2,89	1,08	0,53	0,48	0,25	0,063	0,2	0,029	0,004	0,015	0,0045

Les échantillons de compression ont été usinés à partir d'une découpe réalisée depuis le bas du lingot, dans laquelle il existe une déplétion du carbone par rapport à la chimie nominale de coulée : cette ségrégation est appelée communément « ségrégation négative » (Loucif et al., 2017; Pickering, 2013). Cette ségrégation est cependant homogène : la composition chimique dans cette zone ne subit pas de variation au contraire des ségrégations « A » et « V » qui sont typiquement des bandes de ségrégations (figure 2.11) (Pickering, 2013).

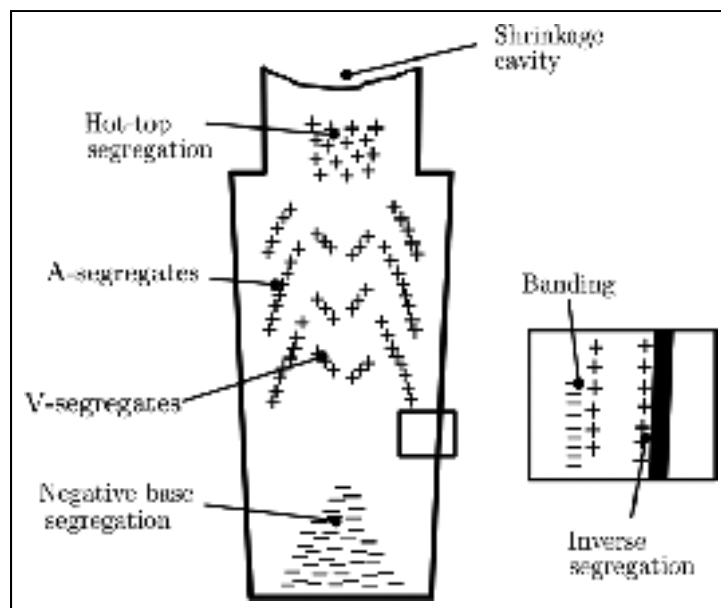


Figure 2.11 Carte de ségrégation d'un lingot coulé (Pickering, 2013)

Cependant il a été montré par Loucif et al. (2017) que cette déplétion n'est que d'en moyenne 0,1% massique, la plus importante étant celle du carbone. Cette ségrégation négative s'amenuise néanmoins avec le forgeage du lingot.

La découpe par oxycoupage (« flame-cut ») de la zone de prélèvement (figure 2.12a) implique que l'usinage des échantillons se fait en dehors de la zone affectée thermiquement par l'oxycoupage (figure 2.12b). Une distance de 6 cm a été prise en compte entre la surface découpée par oxycoupage, la surface du lingot et les échantillons extraits.

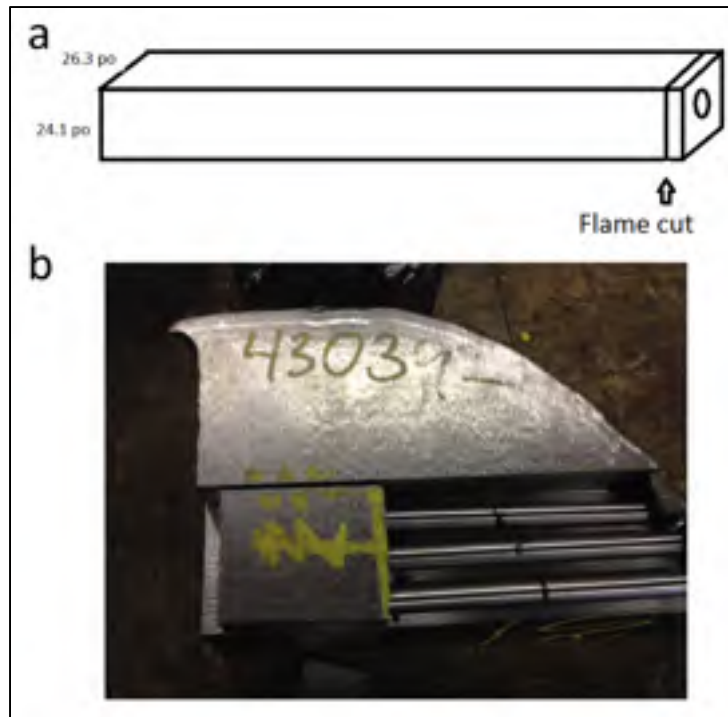


Figure 2.12 (a) Géométrie de la brame forgée et zone d'oxycoupage, (b) photo des échantillons prélevés de la partie oxycoupée

#### 2.4.2 Préparation métallographique et microstructure initiale

Deux échantillons ont été extraits du bloc découpé par Finkl Steel® (figure 2.12b de la partie 2.4.1). Les parties ainsi découpées ont été enrobées dans une poudre thermoformable de bakélite, puis polies à l'aide d'un papier abrasif à base de carbure de silicium SiC graduellement d'un grade 80 (grossier) à un grade 1200 (fin). Enfin, un polissage de finition avec une pâte de diamant 9  $\mu\text{m}$  puis 1  $\mu\text{m}$  a été réalisé. Avant attaque, les surfaces ont été nettoyées et dégraissées à l'aide d'éthanol. La microstructure a été révélée à l'aide d'une solution de Nital à 3%.

La figure 2.13a permet d'observer une structure granulaire bainitique. La bainite possède une topographie très accidentée, essentiellement due à l'empilement de lattes de ferrite et de carbures la constituant (Bhadeshia, 2001). De ce fait, l'identification des joints de grains sous une microstructure possédant un fort relief ne peut être réalisée. Le retraçage des joints de grains a donc été effectué (figure 2.13b). Cette technique a été utilisée sur deux



micrographies, et la détermination de la taille de grains a été réalisée à l'aide du logiciel M.I.P. 4.2 basé sur la norme ASTM E-112 de détermination de la taille de grains (International, 2010). Les tailles de grains déterminées sur les deux micrographies sont de 89  $\mu\text{m}$  et 84  $\mu\text{m}$ , avec un écart-type de  $\pm 10 \mu\text{m}$ .

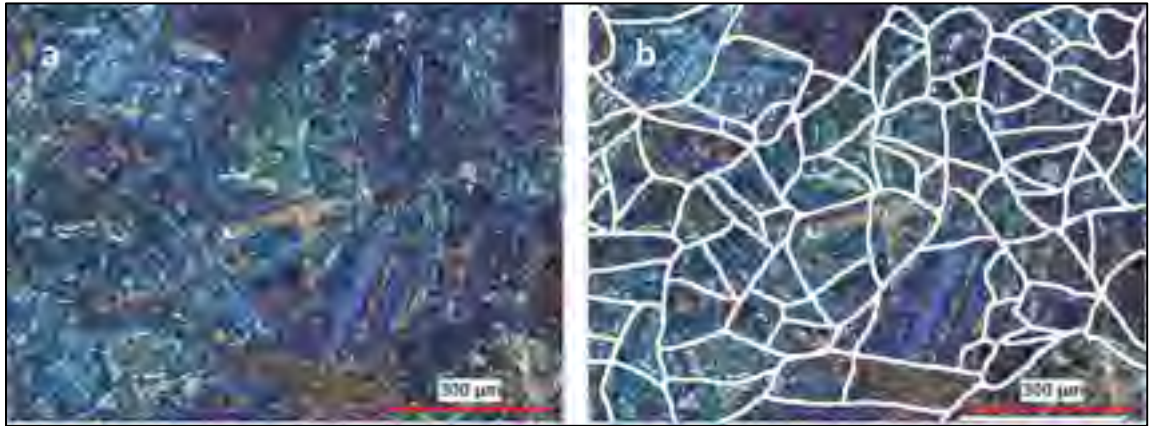


Figure 2.13 (a) Microstructure de la structure préformée, (b) retraçage des joints de grains

## 2.5 Conclusion

La présente méthodologie a permis d'identifier les appareils, les paramètres ainsi que la matière utilisés pour la présente étude. Les conditions de mesure de température sur l'appareil de simulation ont été explicitées, et la localisation des échantillons de déformation a été déterminée. Les futurs échantillons sont issus des extrémités de lingots coulés et forgés, et seront usinés pour leurs essais sur la machine Gleeble. La définition des conditions de forgeage à Sorel à partir des fiches de forge ainsi que des observations faites sur le site de mise en forme ont permis de déterminer les paramètres et leurs valeurs qui seront considérés pour les futurs essais de compression à chaud.

La révélation de la microstructure avant déformation a montré que les joints de grains ne sont que très légèrement observables après attaque au Nital 3%, ce qui implique leur retraçage dans le but d'étudier la taille de grains.

## CHAPITRE 3

### RÉSULTATS ET ANALYSES

#### 3.1 Résultats des essais de déformation et observations micrographiques

##### 3.1.1 Courbes de contrainte-déformation

Les essais de compression sur Gleeble-3800 ont permis d'obtenir les courbes de contrainte-déformation dans les conditions explicitées dans le chapitre précédent. Les figures 3.1 sont les courbes des essais de compression à chaud réalisés.

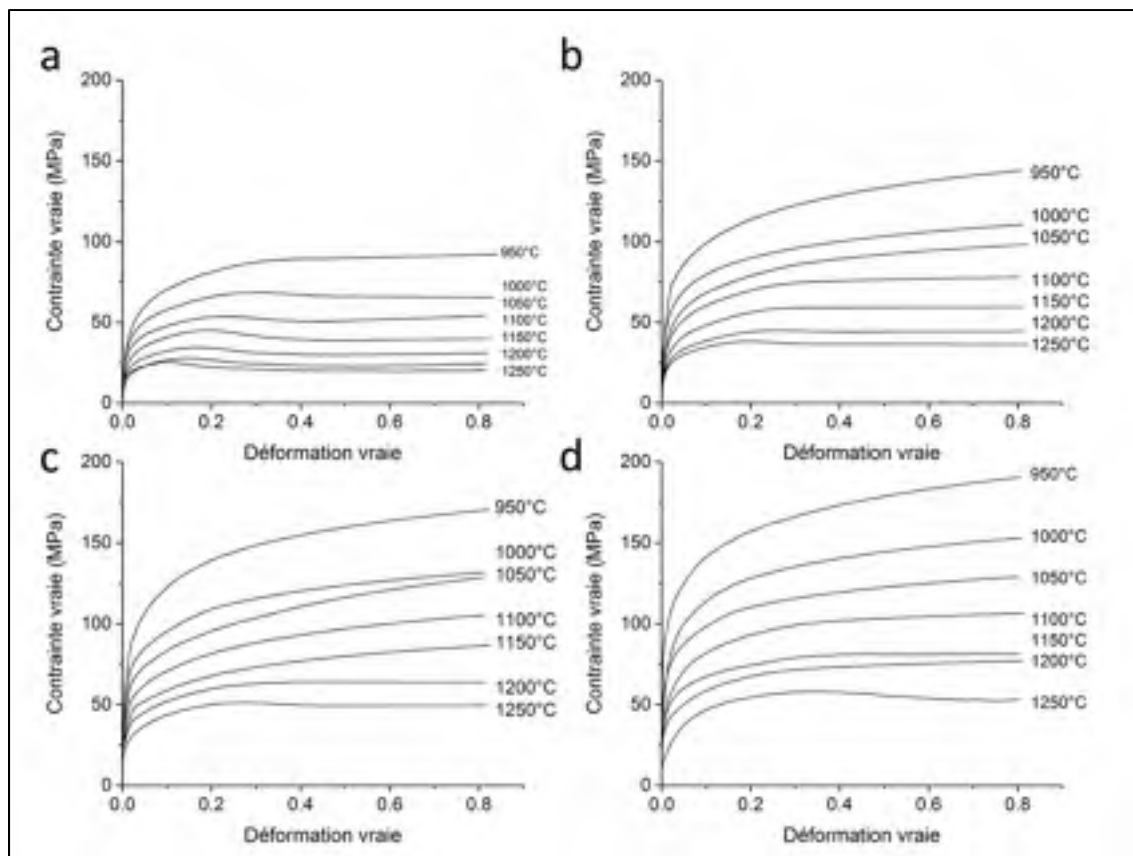


Figure 3.1 Courbes de contrainte-déformation brutes, (a)  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ , (b)  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , (c)  $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$  et (d)  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$

Il peut être observé que malgré l'apparition d'un adoucissement imputable à la recristallisation dynamique sur les courbes à  $0,01 \text{ s}^{-1}$  à  $1150^\circ\text{C}$  après une déformation de 0,2, la contrainte tend à augmenter à nouveau après une déformation de 0,4. De même, la courbe à  $1200^\circ\text{C}$  et  $1 \text{ s}^{-1}$  ne comporte pas d'adoucissement, et la contrainte augmente sans autant atteindre une valeur stable, laissant supposer un écrouissage sous cette condition de déformation. Il est dès lors primordial d'étudier la microstructure afin de déterminer les mécanismes prenant place lors des déformations à chaud.

### **3.1.2 Préparation et attaque chimique des échantillons**

Afin de s'assurer de l'exactitude des mécanismes dynamiques apparaissant lors des déformations à chaud de l'acier AISI 4330 allié au nickel, les échantillons déformés ont ainsi été découpés suivant l'axe de déformation afin de permettre l'observation de toute la structure déformée. La méthodologie de préparation suit celle qui a été développée dans la partie 2.4.2 du Chapitre II.

Conventionnellement, les réactifs chimiques pour aciers sont basés sur des mélanges d'acides et de solvant comme le Nital (acide nitrique et éthanol). Ces réactifs permettent de visualiser essentiellement la microstructure et dans le cas de structures ferrito-perlitiques les joints de grains. La révélation de ces derniers est cruciale car la mesure de la taille des grains constitue un paramètre pouvant expliquer une différence de propriétés mécaniques (résilience, dureté,...). Cependant, l'observation des joints de grains dans une structure métastable est moins évidente et requiert dans beaucoup de cas des réactifs plus évolués. Beaucoup d'auteurs utilisent l'acide picrique à chaud pour révéler les joints de grains dans les aciers faiblement alliés ou microalliés (Bitterlin et al., 2016; Han et al., 2018; Polyzois et Bassim, 2015; Reza, Abbas et Reza, 2008; Zhang et al., 2003; Zhang et al., 2016a). Cette technique s'avère relativement efficace et est fonction de la composition chimique de l'acier. Sa dangerosité ainsi que des résultats non concluants ont écarté cette solution d'attaque chimique pour se concentrer sur d'autres solutions chimiques.

Dans le cas présent, une attaque chimique au réactif de Marshall a été considérée. Celui-ci est conseillé pour l'accentuation des joints de grains dans des structures métastables des aciers

contenant du phosphore (Bramfitt et Benschoter, 2002). Le réactif se base essentiellement sur le peroxyde d'hydrogène, qui est une solution très réactive créant une couche de passivation grisâtre à la surface des échantillons. De fait, après que ces derniers soient trempés dans la solution du réactif durant 20 à 30 secondes, leurs surfaces sont nettoyées avec un coton afin d'ôter la couche ainsi créée. Son efficacité quant à la révélation des joints de grains sur une structure traitée thermiquement d'un acier AISI 4330 allié au nickel avait été observée, et son utilisation sur une structure préforgée s'en trouve donc justifiée. Une attaque au Nital 3% et une nitrosulfurique ont aussi été considérées, à des fins comparatives et d'obtenir des résultats micrographiques permettant de considérer un mode opératoire pour des futures analyses micrographiques pour l'acier étudié. Le tableau 3.1 résume les différents attaquants chimiques et leurs temps d'application ayant été utilisés afin de révéler les joints de grains (Bramfitt et Benschoter, 2002).

Tableau 3.1 Réactifs chimiques utilisés pour l'analyse micrographie des échantillons déformés (Bramfitt et Benschoter, 2002)

Attaquant chimique	Composition	Durée d'attaque
Nital 3%	3 mL HNO <sub>3</sub> , 97 mL EtOH	20 secondes
Réactif de Marshall	8g C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub> , 5 mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 100 mL H <sub>2</sub> O, 30% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10 – 20 secondes
Nitro-sulfurique	20 mL HNO <sub>3</sub> , 10 mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 70 mL H <sub>2</sub> O	3 secondes

### 3.1.3 Résultats sur les échantillons déformés

Les figures 3.2 représentent les macrographies de plusieurs échantillons attaqués à l'aide des réactifs listés dans le tableau 3.1. de la partie 3.1.2. Dans un premier temps, il apparaît que la microstructure est composée de lattes de bainite après refroidissement par air, conformément aux diagrammes TRC référés par Nürnberger et al. (2010) en partie 2.3.2 du Chapitre II. Il est remarqué que les zones réparties sur les deux faces de compression et des extrémités possèdent des contrastes prononcés, dus aux orientations des différents grains. Plus généralement, les macrographies de la figure 3.2 montrent que les diamètres des faces de compression sont plus faibles que le diamètre pris au centre de l'échantillon. Cette différence de diamètre montre qu'un effet de tonnelage (ou « barreling effect ») a eu lieu durant la déformation à chaud (Dieter, 2003; Li, Onodera et Chiba, 2010; Rasti, Najafizadeh et Meratian, 2011). Les figures 3.3a et b montrent la concentration de contrainte apparue au centre de l'échantillon et le tonnelage, la figure 3.3c présente un schéma d'un échantillon après compression, répertoriant les trois zones de déformation (Dieter, 2003).


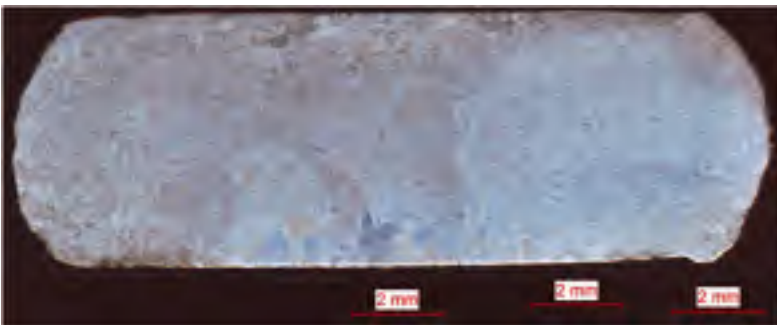
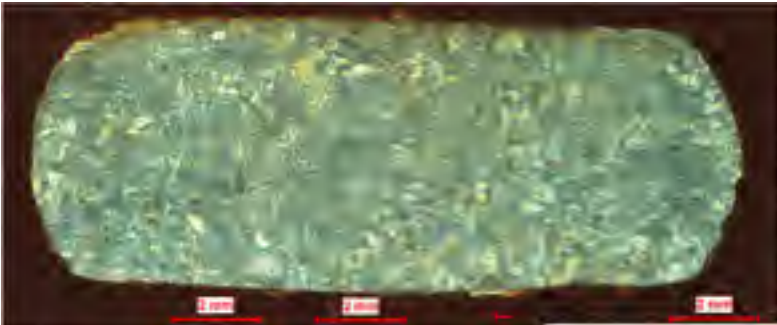
Attaquant chimique Conditions de déformation	Macrographies
<p style="text-align: center;"><b>A</b></p> <p style="text-align: center;">Nital 3%</p> <p style="text-align: center;"><math>T = 1200^{\circ}\text{C} - \dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}</math></p>	
<p style="text-align: center;"><b>B</b></p> <p style="text-align: center;">Réactif de Marshall</p> <p style="text-align: center;"><math>T = 1150^{\circ}\text{C} - \dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}</math></p>	
<p style="text-align: center;"><b>C</b></p> <p style="text-align: center;">Nitrosulfurique</p> <p style="text-align: center;"><math>T = 1250^{\circ}\text{C} - \dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}</math></p>	

Figure 3.2 Macrographies de différents échantillons déformés

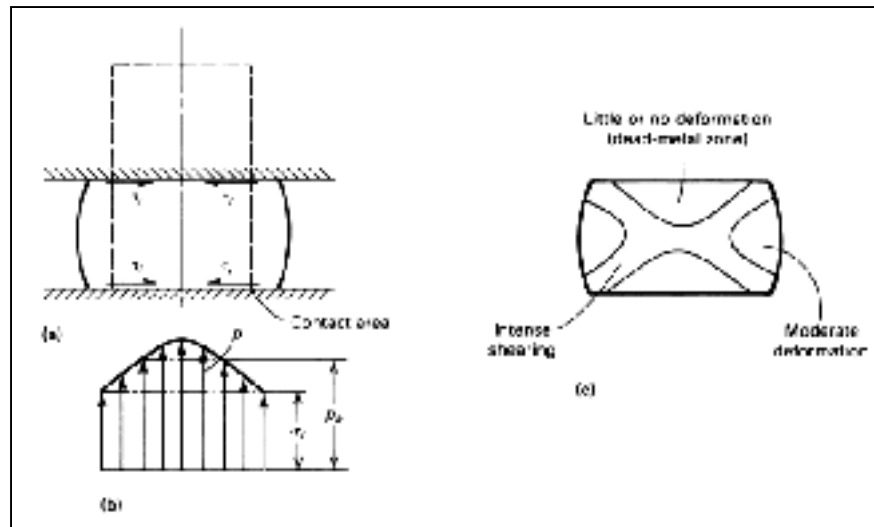


Figure 3.3 (a et b) Effet de tunnelage sur un échantillon compressé à chaud, (c) zones de déformation sur échantillon compression (Dieter, 2003)

En comparant les résultats macrographiques de la figure 3.2 avec la figure 3.3c, les zones de contact dites « mortes », dans lesquelles aucune déformation n'a eu lieu, sont remarquées sur une épaisseur d'environ 1 mm. De façon similaire, les bords des échantillons déformés sont des zones de déformation faible. De fait, la taille de grains dans ces zones n'a été affectée que par le traitement thermique précédent la déformation, ce qui explique une taille approximative observée de 500  $\mu\text{m}$ . Comme le montre la figure 3.3, la majeure partie de la déformation est concentrée au centre de l'échantillon et dans une zone en croix. Les figures 3.4 représentent les microstructures au centre des échantillons sous les conditions d'attaques présentées en tableau 3.1. L'étude de cette zone de déformation est donc cruciale car elle permet de renseigner sur les contraintes subies par la proche surface du lingot lors de son forgeage à l'usine Finkl Steel® de Sorel Tracy.

Tout comme les micrographies de la microstructure avant déformation (figure 2.13a et b de la partie 2.4.2), il peut être constaté que même sous microscope électronique à balayage (MEB), la topographie accidentée de la structure bainite ne permet pas une observation évidente des joints de grains, mis à part quelques parties visibles pointées par des flèches jaunes sur les figures 3.4a, b et c. Il convient de rappeler que dans le cas d'un acier au nickel déformé et traité thermiquement, la révélation des joints de grains avait été réalisée avec

succès par attaque à l'acide picrique à chaud, comme ce qui peut être constaté en ANNEXE 1.

Dès lors, la méthodologie exprimée en partie 2.4.2 a été appliquée aux micrographies des centres d'échantillons déformés. Le retraçage des joints de grains a donc été réalisé, comme présenté en figure 3.4d, e et f.

Dans le cas de l'échantillon déformé à 1200°C et 1 s<sup>-1</sup> (essai A), la microstructure présente des grains légèrement allongé, avec une taille de grains de 66 µm ± 2 µm. Cette taille de grains est nettement supérieure à celles des échantillons à 1150°C et 1250°C à 0,01 s<sup>-1</sup> (essais B et C), qui sont respectivement de 12,5 µm ± 0,5 µm et de 10 µm ± 0,5 µm.

Les figures 3.4e et f montrent des grains dont la taille est de l'ordre de quelques microns, visés par des flèches rouges.



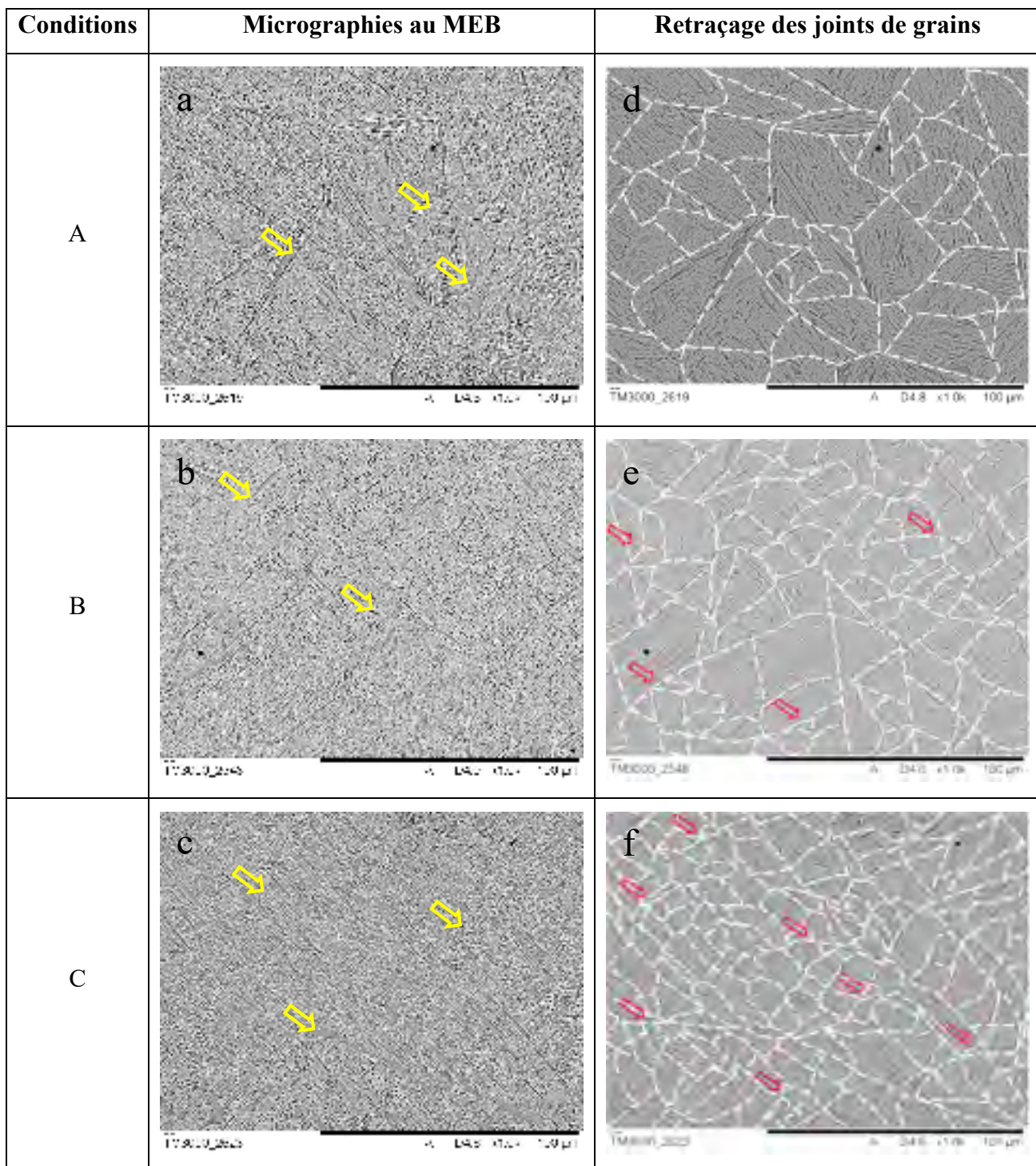


Figure 3.4 (a, b et c) Micrographies du centre des échantillons, au MEB, (d, et et f) avec retraçage des joints de grains (grossissement x1000). Les flèches jaunes indiquent les joints de grains identifiés, les flèches roses indiquent les grains recristallisés

### 3.1.4 Discussions

L'étude de la microstructure après déformation a permis de mettre en avant que la révélation des joints de grains est tout aussi complexe que celle des échantillons avant déformation. Le relief très prononcé de la bainite ne permet pas une exploitation des micrographies, et demande donc un retraçage des joints de grains pour l'étude de la taille de grains pour tous les réactifs chimiques testés du tableau 3.1. Cette technique n'avait pas été mise en œuvre sur un acier au nickel forgé et traité thermiquement (ANNEXE 1), principalement dû au fait que la taille de grains en surface d'échantillon était très importante à tel point qu'une décohésion avait été identifiée. Par ailleurs, l'acide picrique à chaud utilisé dans cette étude avait été efficace même sur la microstructure à cœur, tandis que dans le cas de l'acier AISI 4330 modifié au nickel, celui-ci n'a eu aucun effet probant.

D'autre part, l'augmentation de contrainte sur les courbes de contrainte-déformation, ainsi que le tonnelage observé sur les macrographies indiquent que les lubrifiants utilisés lors des essais de compression à chaud ont perdu leur efficacité. En effet, sous l'effet du vide et de la chaleur, la pâte de nickel sèche et devient volatile ce qui a pour conséquence d'augmenter le coefficient de friction lors des essais. La friction influe aussi sur l'apparition de la zone morte détaillée par Dieter (2003) en figure 3.3 visible sur les échantillons déformés de la figure 3.3. Par ailleurs, il a été observé sur la micrographie de l'échantillon déformé à 1200°C et 1 s<sup>-1</sup> en figure 3.4.d que les grains sont légèrement allongés mais possèdent une taille similaire à la microstructure initiale, laissant suggérer que le phénomène dynamique présent dans cet échantillon est une restauration. Dès lors, ceci contredit la tendance observée sur la courbe de contrainte-déformation qui laissait suggérer un écrouissage des grains plus important. Dès lors, il apparaît évident que le mécanisme dynamique s'étant opéré durant la déformation du premier échantillon est la restauration.

Les observations réalisées sur les essais à 1150°C et 1250°C à 0,01 s<sup>-1</sup> (conditions B et C) en figures 3.4.d et e montrent une microstructure représentative de l'apparition de la recristallisation dynamique, avec une taille de grains affinée et des grains équiaxes, comparativement à la microstructure avant déformation. Les résultats micrographiques, corrélés avec les courbes de contrainte-déformation et le tonnelage observés sur les

échantillons déformés justifient l'emploi d'un modèle permettant d'éliminer la friction sur les courbes de contrainte-déformation.

Dès lors, il apparaît évident que les courbes de contrainte-déformation contiennent d'une part le comportement de l'acier et une partie de friction. Afin d'étudier le comportement de l'acier seul, il convient de supprimer la friction sur les courbes expérimentales.

Ces résultats préliminaires à l'évaluation de l'effet du nickel sur la forgeabilité des aciers faiblement alliés et microalliés ont été incorporés dans un article publié dans le journal ISIJ, disponible en ANNEXE II (Bitterlin et al., 2018).

### 3.2 Correction de la friction sur les courbes de contrainte-déformation

Plusieurs auteurs de tests similaires ont observé l'apparition de friction à partir d'un niveau de déformation important sur les courbes de contrainte-déformation et ont procédé à des corrections par l'application d'un modèle mathématique (Monajati et al., 2005; Zhang et al., 2016a). Le mode opératoire de la Gleeble-3800 préconise l'élimination de cette friction par un modèle utilisé dans plusieurs études (Dieter, 2003; Li, Onodera et Chiba, 2010; Monajati et al., 2005; Zhang et al., 2016a) :

$$\sigma_{\text{corr}} = \frac{C^2 P}{2[e^C - C - 1]} \quad (3.1)$$

$$C = \frac{2\mu r_{th}}{H} \quad (3.2)$$

Avec  $\mu$  le coefficient de friction constant,  $r_{th}$  et  $H$  respectivement les rayons théoriques et hauteurs d'échantillon instantanés, et  $P$  la contrainte avec friction de l'essai de déformation à chaud, et  $C$  constante du modèle.

La mesure des rayons maximaux  $r_m$  et des bords des échantillons  $r_t$  permet la détermination d'un facteur de « barreling »  $b$  relatif à la forme de l'échantillon après déformation. Ce paramètre est essentiel à l'obtention du coefficient constant  $\mu$  de friction de chaque échantillon, et permet la correction des courbes obtenues lors des essais de déformation à chaud (Dieter, 2003; Li, Onodera et Chiba, 2010; Monajati et al., 2005; Zhang et al., 2016a) :

$$b = 4 \left( \frac{r_m - r_t}{r_{th}} \right) \cdot \left( \frac{H}{H_0 - H} \right) \quad (3.3)$$

Avec  $r_{th} = r_0 \sqrt{\frac{H_0}{H}}$ ,  $r_0$  rayon initial de l'échantillon,  $H_0$  hauteur initiale de l'échantillon,  $H$  hauteur après compression.

$$\mu = \frac{r_{th}/H b}{4/\sqrt{3} - 2b/3\sqrt{3}} \quad (3.4)$$

La valeur de  $r_{th}$  est celle du rayon théorique dans le cas d'une déformation uniforme et sans friction, considérant la conservation du volume de matière. Pour chaque essai les coefficients de « barreling »  $b$  et de friction  $\mu$  seront déterminés afin de corriger les courbes de contrainte-déformation obtenues lors des essais de compression. Ce modèle a été utilisé par plusieurs auteurs avec succès (Li, Onodera et Chiba, 2010; Monajati et al., 2005; Zhang et al., 2016a). Ainsi, les rayons des extrémités et maximaux et les hauteurs après déformation ont été mesurés afin de déterminer les coefficients de barreling et de friction pour chaque condition expérimentale. L'équation 3.1 a donc été appliquée à chaque condition afin de générer les contraintes exemptes de friction. La figure 3.5 permet de constater que les corrections effectuées sur les courbes de contrainte-déformation de la figure 3.1 sont concluantes puisque les courbes ayant présenté une tendance d'écrouissage atteignent une asymptote. Les micrographies effectuées confirment que ces courbes sont représentatives d'une restauration dynamique. Par ailleurs, il apparaît que l'augmentation de la contrainte après une déformation de 0,4 sur les courbes expérimentales a été éliminée.

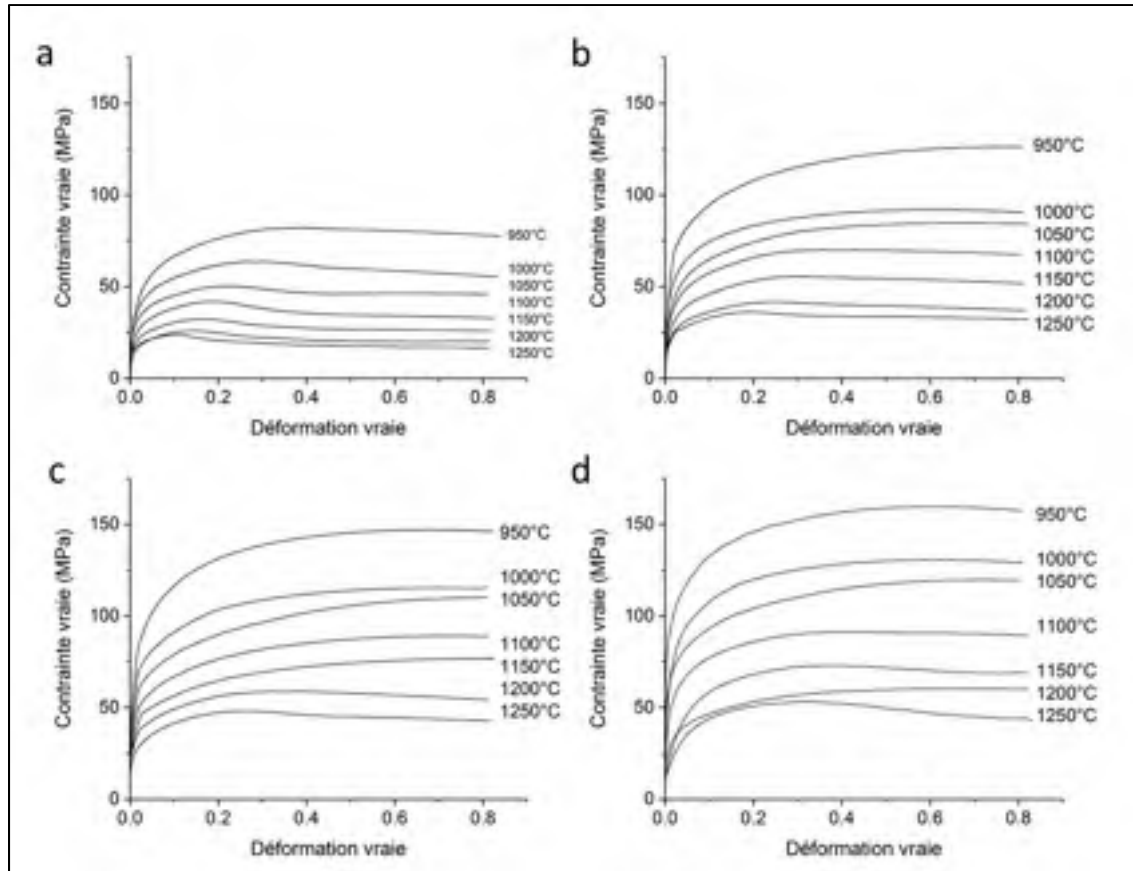


Figure 3.5 Courbes de contrainte-déformation corrigées, (a)  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ ,  
 (b)  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , (c)  $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$  et (d)  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$

Enfin, les courbes ainsi traitées permettent d'observer plusieurs phénomènes :

- La contrainte augmente lorsque la température d'essai  $T$  diminue et/ou la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  augmente. Ce phénomène est en accord avec les résultats de précédents auteurs (Guo-Zheng, 2013; Jonas, Quelennec et Jiang, 2012; Zhang et al., 2003).
- La recristallisation dynamique ne s'opère qu'à des températures supérieures à  $1150^\circ\text{C}$  lorsque la vitesse de déformation est supérieure à  $0,1 \text{ s}^{-1}$ . Par exemple, une diminution de la contrainte s'observe avec l'avancement de la déformation à  $1250^\circ\text{C}$  et  $0,5 \text{ s}^{-1}$  sur la Figure 3.5c. À l'inverse, la restauration est le seul mécanisme d'adoucissement qui apparaît, la contrainte atteint un régime stationnaire sans diminuer comme sur la courbe de l'essai à  $1100^\circ\text{C}$  et  $0,5 \text{ s}^{-1}$  sur la figure 3.5c. Le Tableau 3.2 regroupe

l'occurrence des mécanismes dynamiques apparaissant sous chaque condition d'essai (Bitterlin et al., 2018)

- Avec l'augmentation de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$ , le pic de contrainte observé dans le cas de la recristallisation dynamique se décale vers des déformations plus importantes. Par exemple, il peut être constaté que le pic de contrainte de la courbe 1250°C à 0,01 s<sup>-1</sup> (Figure 3.5a) se situe à une déformation de 0,1, tandis que celui à la même température mais avec une vitesse de 0,5 s<sup>-1</sup> (Figure 3.5c) est décalé à une déformation de 0,2. Ce phénomène a été décrit en partie 1.2.1 chapitre I et est en accord avec les résultats publiés par plusieurs auteurs (Guo-Zheng, 2013; Jonas, Quelennec et Jiang, 2012; Quelennec et Jonas, 2012; Shen et al., 2016; Zhang et al., 2003).

Tableau 3.2 Occurrence de la recristallisation dynamique (DRX) et restauration dynamique (DRV) sous les conditions d'essais (adapté de Bitterlin et al., 2018)

Température (°C)	Vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon}$ )			
	0,01	0,1	0,5	1
950	DRX	DRV	DRV	DRV
1000	DRX	DRV	DRV	DRV
1050	DRX	DRV	DRV	DRV
1100	DRX	DRV	DRV	DRV
1150	DRX	DRX	DRV	DRX
1200	DRX	DRX	DRX	DRV
1250	DRX	DRX	DRX	DRX

### 3.3 Essais de répétabilité

La composition chimique des échantillons utilisés pour les essais de déformation à chaud peut varier du fait de la ségrégation des éléments d'alliage (Loucif et al., 2017; Pickering, 2013). Dès lors, des différences de comportement mécanique peuvent modifier le niveau de contrainte observé et fausser les mesures. Il est donc important de s'assurer que les essais de compression et les résultats d'expériences soient fiables. Pour ce faire, des essais de répétabilité ont été réalisés à une température  $T = 1200^{\circ}\text{C}$  et à une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ . La figure 3.6 ci-dessous représente les courbes de contrainte-déformation des essais, après correction de la friction suivant le modèle explicité dans la partie précédente.

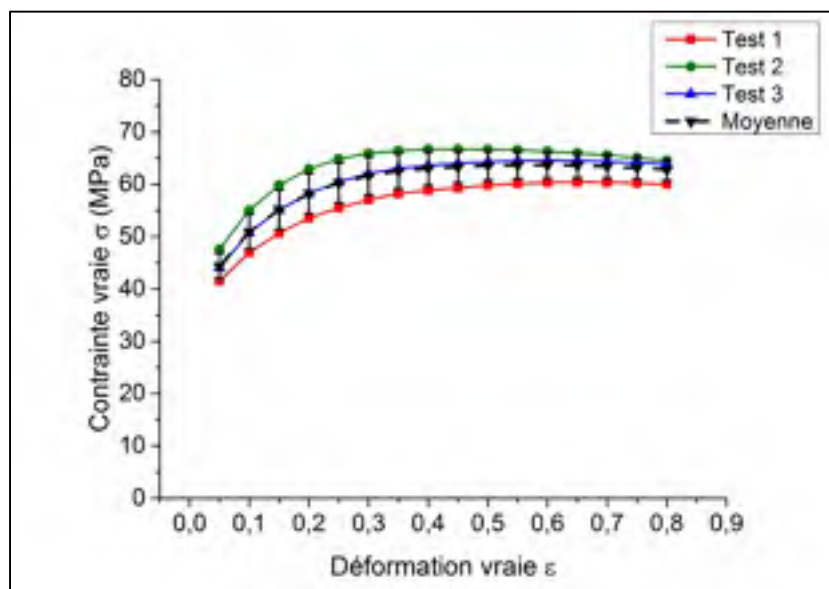


Figure 3.6 Essais de répétabilité à  $T = 1200^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$

Pour les trois essais, les niveaux de contrainte sont de l'ordre de 70 MPa, la moyenne des trois essais est par ailleurs confondue avec la courbe de l'essai n°2. L'écart-type est indiqué sur la courbe par des encadrements verticaux noirs. L'écart relatif entre la moyenne et les courbes ne dépasse pas 5%, soit 3 MPa, le maximum d'écart est de 4 MPa. Cette différence peut s'expliquer par la perte d'efficacité de la pâte de nickel agissant comme lubrifiant. En effet, avec l'augmentation de température et l'application du vide dans l'enceinte d'essai,



celle-ci passe d'un état liquide à un état solide sous forme de poudre. Par ailleurs, les micro-variations de composition chimique du matériau d'un échantillon à un autre impliquent un comportement sensiblement différent. Enfin, le contact des mors de l'enceinte avec les lubrifiants et les échantillons peut varier par la transformation du lubrifiant, ou par l'état de surface des mors et de l'échantillon. Néanmoins, à la vue des résultats des essais de répétabilité, il peut donc être conclu que les résultats des tests réalisés sur Gleeble-3800 peuvent être utilisés pour la construction des modèles d'équation constitutives et l'étude de la forgeabilité de l'acier AISI 4330 modifié.

### **3.4 Détermination des équations constitutives par le modèle d'Arrhenius**

Comme explicité en partie 1.1.4, le modèle d'Arrhenius (ou sinus hyperbolique, loi de Garofalo) permet de prédire avec une grande précision le comportement à chaud des matériaux comme les aciers, les superalliages ou les alliages d'aluminium.

Le modèle d'Arrhenius peut être développé en fonction de deux paramètres : d'un pas de déformation de façon à modéliser l'intégralité des courbes de contrainte-déformation; ou du pic de déformation. Dans le premier cas, les paramètres ainsi déterminés peuvent être décrits en fonction de la déformation  $\varepsilon$ . Plusieurs études ont utilisé un pas de 0,05 afin d'obtenir suffisamment de points expérimentaux. Dans le cas d'une déformation totale  $\varepsilon$  de 0,85, en considérant la déformation effective jusqu'à 0,8; chaque paramètre peut être décrit en fonction de 16 points de déformation. Une régression polynomiale est appliquée afin de décrire les paramètres en fonction des pas de déformation. Les études ayant réalisé la construction du modèle d'Arrhenius sur divers matériaux ont utilisé des valeurs de polynôme de 5 (Li et al., 2013; Li et al., 2011) ou 6 (Chadha et al., 2017). Le choix de l'ordre du polynôme dépend essentiellement de la courbure de la régression et du coefficient de Pearson obtenu.

Pour plusieurs auteurs, la modélisation de l'équation constitutive d'Arrhenius se base sur la valeur de contrainte maximale  $\sigma_p$  (Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010; Shen et al., 2016; Zhu et al., 2015). Dans ce cas-ci, les valeurs des constantes ne dépendent pas de la valeur de déformation, cependant la démarche de détermination de

celles-ci suit de manière générale la même méthodologie que dans le premier cas. Dans le cadre de l'étude du comportement à chaud de l'acier AISI 4330 modifié, et dans le but de déterminer l'influence du nickel sur ce comportement, les deux méthodes de détermination des équations constitutives seront considérées. Les prochaines sous-parties présenteront donc les deux méthodologies afin de pouvoir d'une part modéliser le comportement à chaud de l'acier AISI 4330 modifié au nickel et d'autre part pouvoir comparer le comportement du matériau à d'autres aciers de la même gamme de composition chimique.

#### **3.4.1 Détermination du modèle d'Arrhenius en fonction de la déformation**

Le modèle d'Arrhenius en fonction de la déformation permet la reconstruction des courbes de contrainte-déformation. Le choix du pas de déformation est essentiel car il permet une modélisation plus ou moins fidèle de la courbe expérimentale. Généralement, lorsque les déformations sont importantes, bon nombre d'auteurs ont considéré un pas de déformation 0,05. Dans le cas présent, la même hypothèse sera faite car cela représentera 16 points de modélisation, ce qui est suffisant pour modéliser des courbes de contrainte-déformation. La détermination des constantes  $m$ ,  $\beta$ ,  $n$ ,  $Q$  et  $A$  du modèle est faite à partir des régressions linéaires de points issus des données expérimentales, comme explicité dans le tableau 3.3 (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Li et al., 2011) :

Tableau 3.3 Détermination des constantes du modèle d'Arrhenius

Constantes	Détermination
m	$\frac{\delta \ln \sigma}{\delta \ln \dot{\epsilon}}$
1/β	$\frac{\delta \sigma}{\delta \ln \dot{\epsilon}}$
α	β × m
1/n	$\frac{\delta \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\delta \ln \dot{\epsilon}}$
Q	$Q = n \times R \times \frac{\delta \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\delta \left(\frac{1}{T}\right)}$
A	Ordonnée à l'origine de $\frac{\delta \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\delta \ln Z} = \frac{\delta \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\delta \left[ \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \right]}$

A titre d'exemple, les figures 3.7 présentent ainsi les points caractéristiques et les régressions linéaires affiliées permettant d'obtenir les constantes du tableau 3.3 à une déformation fixée à 0,2. La méthodologie est appliquée aux autres valeurs de déformation avec le pas de 0,05.

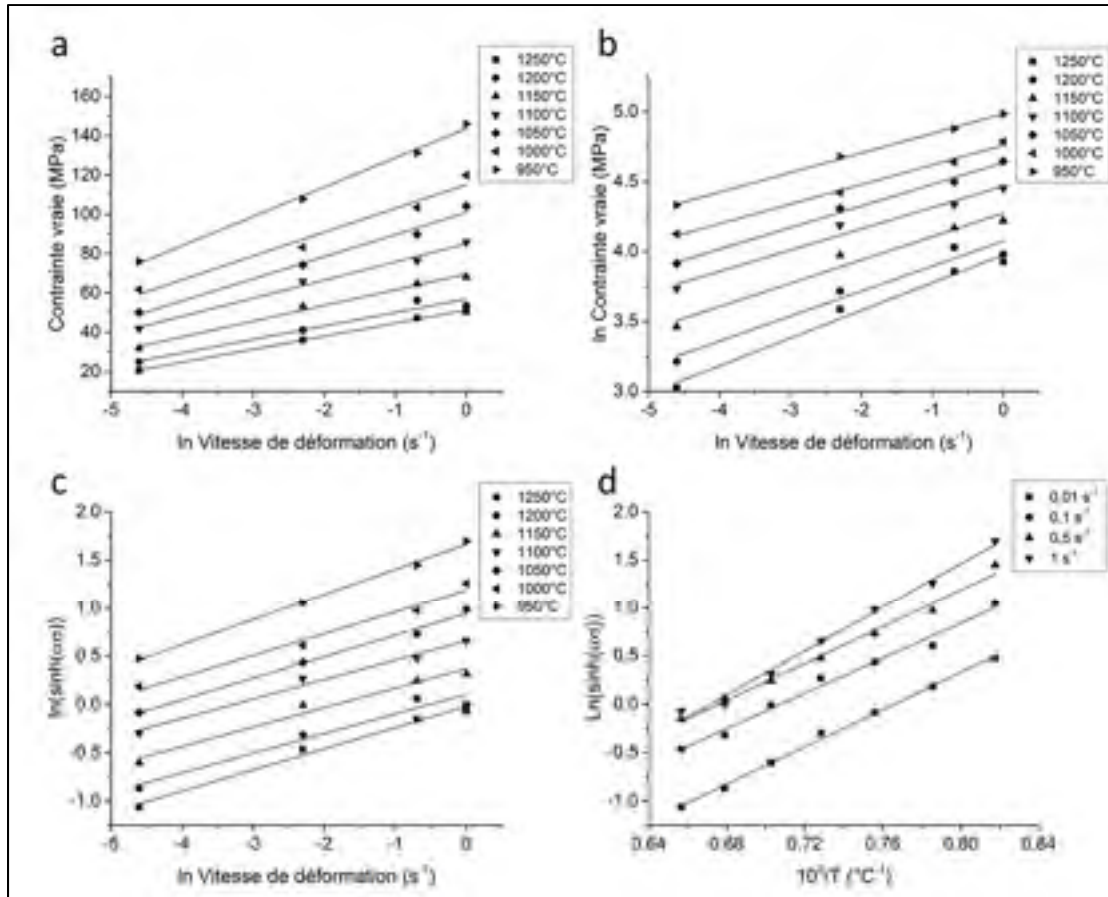


Figure 3.7 Relations entre contraintes, vitesses de déformation et température à une déformation de 0,2

On peut remarquer que les pentes des régressions linéaires sont relativement similaires, ce qui a déjà été observé par plusieurs auteurs (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Li et al., 2011; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010; Shen et al., 2016; Zhang et al., 2003). Dès lors, les valeurs moyennes des pentes ont été considérées pour l'obtention des constantes du modèle. Ainsi, à une déformation de 0,2, les constantes  $1/m$  et  $\beta$  sont 6,1887 et 0,1016 respectivement, ce qui permet d'obtenir  $\alpha = 0,0164 \text{ MPa}^{-1}$ . Enfin, les valeurs de  $n$  et  $Q$  sont respectivement de  $4,57 \text{ MPa}^{-1}$  et  $376,02 \text{ kJ.mol}^{-1}$ . La valeur de  $\ln A$  est l'ordonnée à l'origine de la relation linéaire existante entre  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  et  $\ln Z$  (Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010). En utilisant l'énergie d'activation déterminée précédemment, il est donc possible de calculer les valeurs du paramètre de Zener Hollomon

pour chaque condition expérimentale. Dès lors, la lecture de la valeur de  $\ln A$  peut se faire, comme indiqué en figure 3.8. À une déformation de 0,2,  $A$  est de  $1,01 \cdot 10^{13}$ .

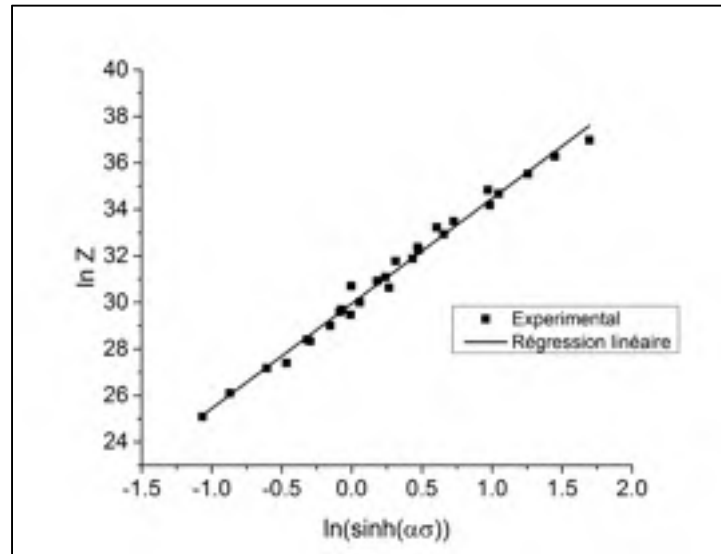


Figure 3.8 Relation entre  $\ln Z$  et  $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$  à une déformation de 0,2

La méthodologie utilisée pour déterminer les différents paramètres du modèle de Zener-Hollomon à une déformation de 0,2 peut être appliquée aux autres niveaux de déformation. Ces derniers peuvent donc être définis en fonction de la déformation. On peut constater sur la figure 3.9 que les paramètres suivent une régression de type polynomiale d'un ordre 5 avec une très bonne précision, les coefficients de détermination  $R^2$  calculés par Origin® étant supérieurs ou égaux à 0,99.

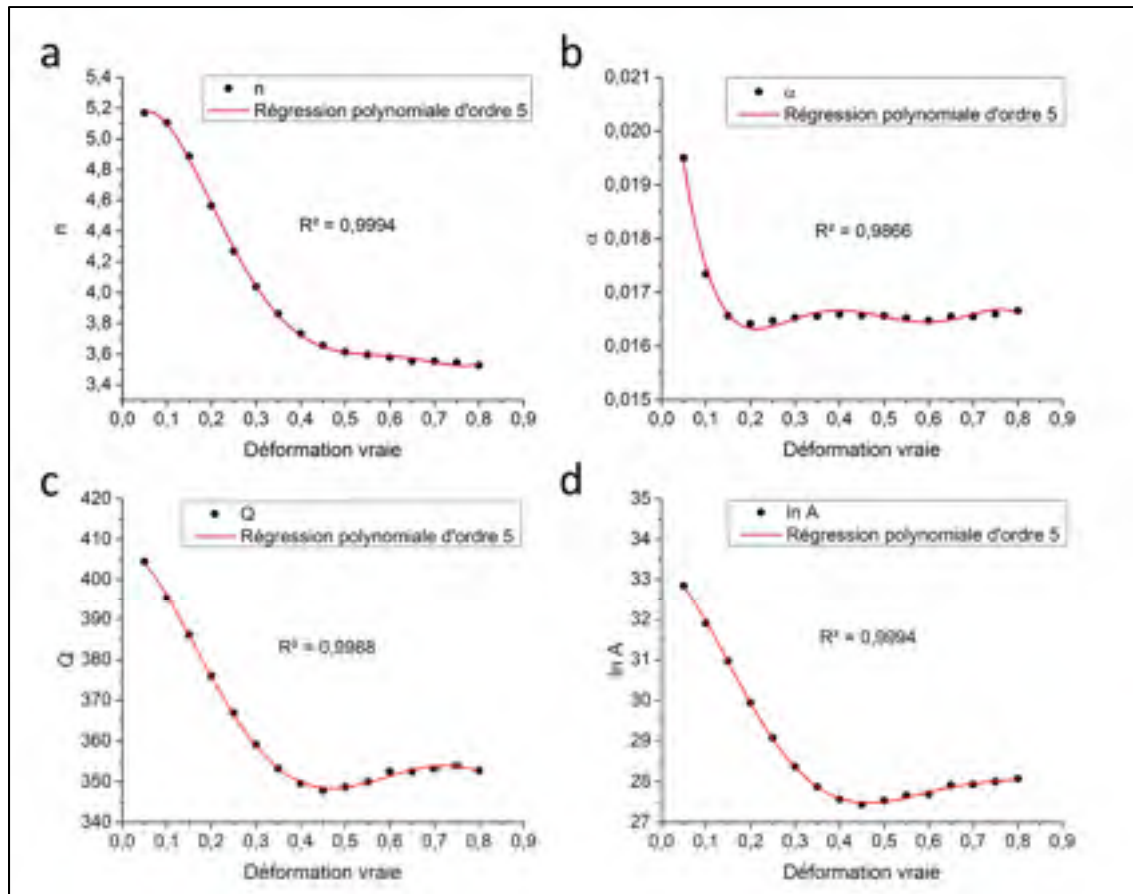


Figure 3.9 Modélisation polynomiale des constantes du modèle d'Arrhenius

Les fonctions polynomiales se présentent donc sous la forme suivante :

$$\begin{aligned}
 \alpha &= a_0 + a_1\varepsilon + a_2\varepsilon^2 + a_3\varepsilon^3 + a_4\varepsilon^4 + a_5\varepsilon^5 \\
 n &= n_0 + n_1\varepsilon + n_2\varepsilon^2 + n_3\varepsilon^3 + n_4\varepsilon^4 + n_5\varepsilon^5 \\
 Q &= Q_0 + Q_1\varepsilon + Q_2\varepsilon^2 + Q_3\varepsilon^3 + Q_4\varepsilon^4 + Q_5\varepsilon^5 \\
 \ln A &= A_0 + A_1\varepsilon + A_2\varepsilon^2 + A_3\varepsilon^3 + A_4\varepsilon^4 + A_5\varepsilon^5
 \end{aligned} \tag{3.5}$$

Le tableau 3.4 résume les constantes des régressions polynomiales des constantes du modèle :

Tableau 3.4 Constantes des équations 3.5

$\alpha$		n		Q		lnA	
a <sub>0</sub>	0,023	n <sub>0</sub>	4,9906	Q <sub>0</sub>	407,64	A <sub>0</sub>	33,299
a <sub>1</sub>	-0,0924	n <sub>1</sub>	7,4078	Q <sub>1</sub>	-8,8374	A <sub>1</sub>	-3,9907
a <sub>2</sub>	0,4708	n <sub>2</sub>	-84,201	Q <sub>2</sub>	-1463,9	A <sub>2</sub>	-133,91
a <sub>3</sub>	-1,0934	n <sub>3</sub>	232,85	Q <sub>3</sub>	4456,9	A <sub>3</sub>	444,9
a <sub>4</sub>	1,1798	n <sub>4</sub>	-264,71	Q <sub>4</sub>	-4818,3	A <sub>4</sub>	-520,13
a <sub>5</sub>	-0,4796	n <sub>5</sub>	108,99	Q <sub>5</sub>	1771,7	A <sub>5</sub>	210,31

Ainsi, les constantes comprises dans l'équation constitutive d'Arrhenius (1.5); explicitée en partie 1.1.4.2; peuvent être déterminée pour chaque pas de déformation en utilisant la loi polynomiale, et l'équation constitutive peut être résolue pour toutes conditions de vitesses de déformation  $\dot{\epsilon}$  et/ou de température T. Les figures 3.10 permettent de constater que le modèle; lorsque la recristallisation dynamique est le mécanisme d'adoucissement principal; prédit aisément la diminution de contrainte puis la stabilisation de celle-ci, comme on peut le constater sur la courbe à 1250°C à vitesse 0,5 s<sup>-1</sup>.

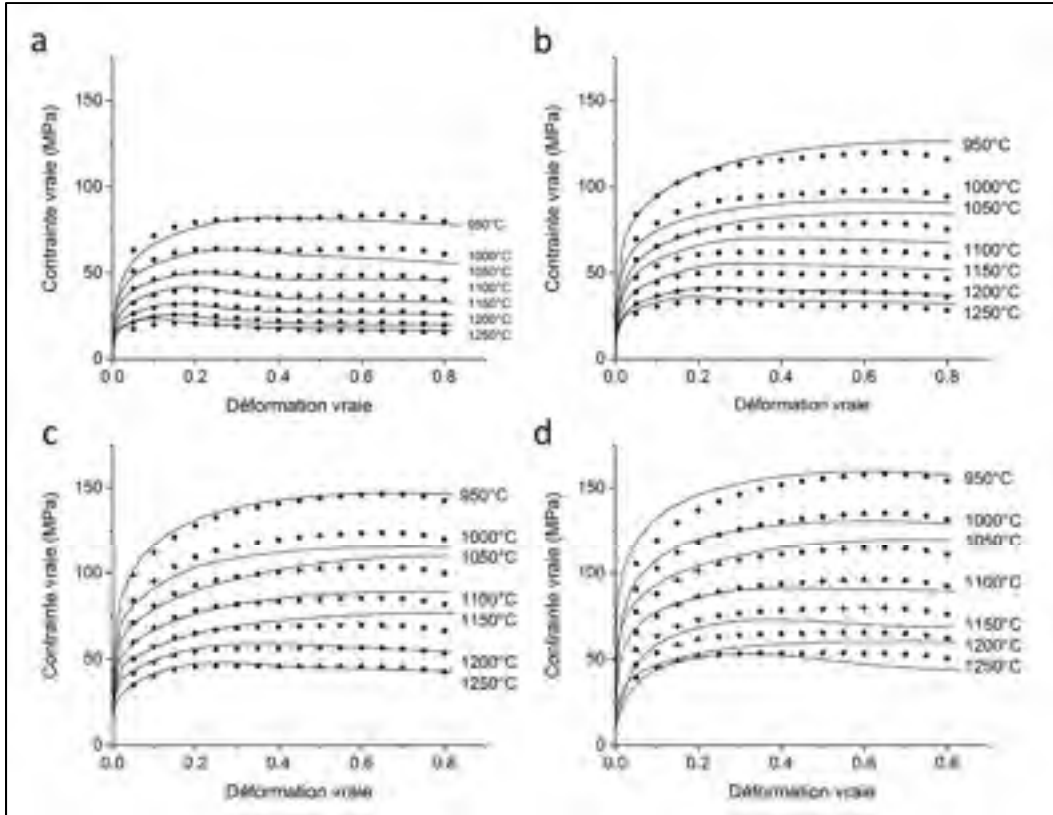


Figure 3.10 Corrélation du modèle (points noirs) et des courbes expérimentales (a)  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ , (b)  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , (c)  $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$  et (d)  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$

Afin de pouvoir quantifier la précision du modèle établi, l'erreur relative moyenne ERM et le coefficient de corrélation R peuvent être déterminés. L'erreur relative moyenne est définie comme suit (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Li et al., 2011) :

$$\text{ERM}(\%) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{\sigma_{\text{exp}}^i - \sigma_{\text{pred}}^i}{\sigma_{\text{exp}}^i} \right| \times 100 \quad (3.6)$$

Avec  $\sigma_{\text{exp}}$ ,  $\sigma_{\text{pred}}$  les contraintes expérimentales et prédites par le modèle respectivement.

Les études ayant déterminé les modèles d'équations constitutives en fonction de la déformation ont en outre calculé le coefficient de corrélation R, permettant de vérifier l'exactitude de la relation linéaire entre les contraintes expérimentales et prédites du modèle (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Li et al., 2011) :



$$R = \frac{\sum_{i=1}^N (\sigma_{\text{exp}}^i - \overline{\sigma_{\text{exp}}}) (\sigma_{\text{pred}}^i - \overline{\sigma_{\text{pred}}})}{\sqrt{\sum_{i=1}^N (\sigma_{\text{exp}}^i - \overline{\sigma_{\text{exp}}})^2 \sum_{i=1}^N (\sigma_{\text{pred}}^i - \overline{\sigma_{\text{pred}}})^2}} \quad (3.7)$$

La figure 3.11 corrèle les contraintes expérimentales et celles prédites par le modèle ainsi développé. Le coefficient de corrélation R est de 0,993, ce qui est dans la moyenne de ceux relevés par les auteurs ayant modélisé de façon similaire d'autres aciers faiblement alliés (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Li et al., 2011).

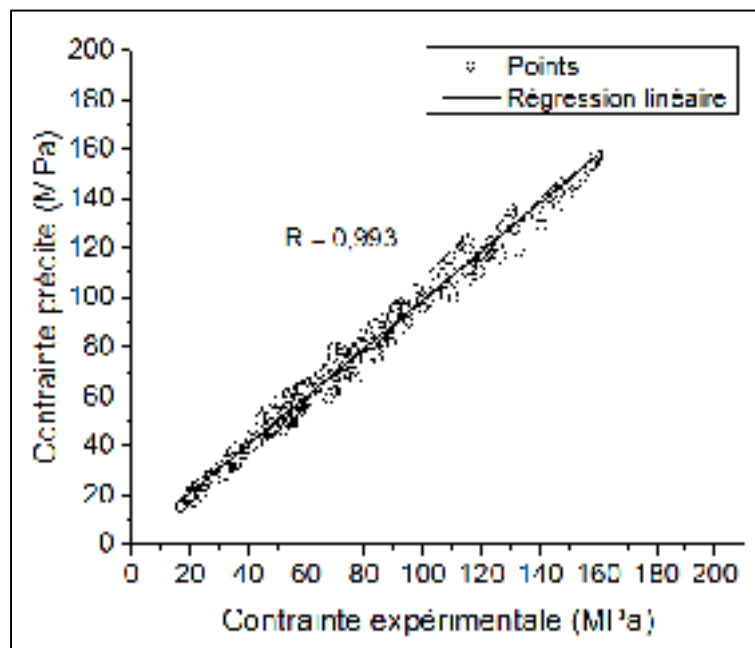


Figure 3.11 Corrélation entre les contraintes expérimentales et prédites

Le tableau 3.5 résume les écarts moyens relatifs, maximums et minimums entre le modèle et les données expérimentales. L'erreur relative moyenne est de l'ordre de 5%, ce qui indique que le modèle est d'une grande précision. La plupart des auteurs ayant réalisé une modélisation d'Arrhenius ont explicité une erreur moyenne relative entre 4 et 6% (Li et al., 2013; Li et al., 2011). L'erreur maximale représente 19%, soit environ 9 MPa de différence entre la contrainte expérimentale et celle du modèle. Cependant, Li et al. (2011) avaient

obtenus des écarts pouvant atteindre 25 MPa à faibles vitesses et températures de déformation.

Tableau 3.5 Écarts moyens, minimum et maximum entre le modèle d'Arrhenius et les données expérimentales

Écart	%	Contrainte prédite $\sigma_{pred}$ (MPa)	Contrainte expérimentale $\sigma_{exp}$ (MPa)
Moyen	4,97	-	-
Minimum	0,003	53,138	53,136
Maximal	19,454	55,338	46,326

Le tableau 3.6 permet de comparer les écarts relatifs moyens (ERM) ainsi que les coefficients de corrélation déterminés dans la présente étude et ceux des études de Li et al. (2011), Li et al. (2013) et de Chadha et al. (2017).

Tableau 3.6 Comparaison des écarts relatifs moyens absolus et des coefficients de corrélation

Étude	Acier	ERM (%)	R
Présente	AISI 4330 allié au nickel	4,97	0,993
(Li et al., 2011)	V150	4,21	0,994
(Li et al., 2013)	28CrMnMoV	5,07	0,991
(Chadha et al., 2017)	AISI 4140	1,76	0,978

L'écart relatif moyen absolu du modèle de l'acier AISI 4330 modifié au nickel est dans la gamme de ceux déterminés pour des aciers faiblement alliés et microalliés de précédents auteurs (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Li et al., 2011). De même, le coefficient de corrélation est très proche de ceux déterminés pour les aciers V150 et 28CrMnMoV.

### 3.4.2 Vérification des équations constitutives d'Arrhenius

La partie précédente a permis de développer le modèle d'Arrhenius et il a été constaté que le modèle suit bien les courbes expérimentales. Cependant, ce modèle étant destiné à prédire le comportement de l'acier sous différentes conditions, il est primordial de s'assurer qu'il puisse modéliser des courbes sous des températures et vitesses de déformation différentes du plan d'expérience utilisé dans cette étude. De fait, deux autres essais de compression à chaud ont été réalisés, les conditions d'essais étant résumées dans le tableau 3.7 ci-dessous :

Tableau 3.7 Conditions expérimentales de validation des équations constitutives

Essai	Température (°C)	Vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	Déformation $\epsilon$
1	1150	2	0,85
2	1225	0,005	0,85

La figure 3.12 représente les courbes expérimentales des deux essais de vérification, ainsi que les points du modèle créé dans la partie précédente. Il peut être constaté que dans le cas de l'essai à faible vitesse, la recristallisation est le seul mécanisme d'adoucissement alors que dans le cas de la vitesse de déformation 2 s<sup>-1</sup>, seule la restauration apparaît. D'autre part, les points du modèle suivent dans les deux cas ces mécanismes d'adoucissement. L'écart relatif moyen absolu le plus élevé entre les courbes expérimentales et le modèle se situe après le pic de contrainte de l'essai à 1225°C (18%), cependant, celui-ci peut être relativisé par rapport au faible niveau de contrainte de l'essai (20MPa). L'écart relatif moyen absolu des deux essais est de 5,76%, valeur qui est dans l'ordre de grandeur des écarts moyens relatifs constatés par plusieurs auteurs ayant prédit le comportement de matériaux métalliques à l'aide du modèle d'Arrhenius, comme ce qui a été explicité dans la partie précédente (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Li et al., 2011). Ceci confirme donc que le modèle d'Arrhenius développé est viable pour prédire le comportement ainsi que pour l'étude de la forgeabilité de l'acier AISI 4330 modifié au nickel.

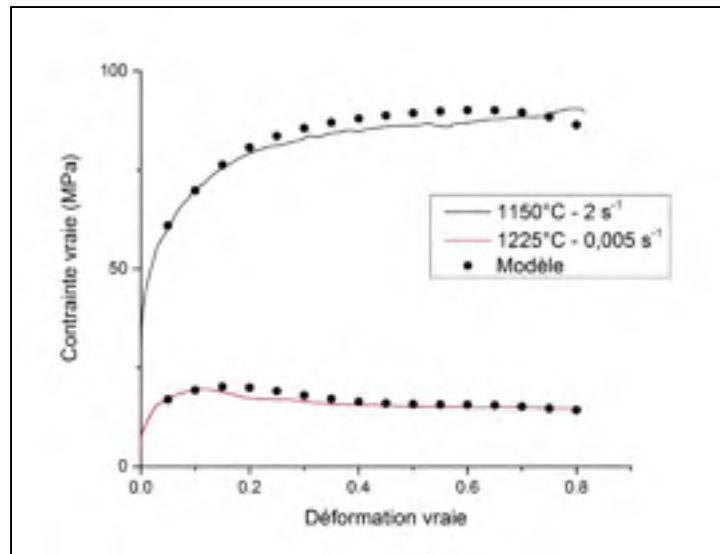


Figure 3.12 Courbes expérimentales et modèle d'Arrhenius correspondant

### 3.4.3 Détermination du modèle d'Arrhenius au pic de contrainte

L'étude de la forgeabilité des aciers par l'utilisation des constantes du modèle d'Arrhenius se fait dans le cas où le modèle est déterminé au pic de contrainte. En effet, les valeurs des constantes peuvent varier en fonction de la déformation, et ne peuvent être exploitées dans des études comparatives réalisées par de précédents auteurs (McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010; Shen et al., 2016; Wang, Liu et Wang, 2005; Zhu et al., 2015). De fait, il est crucial de déterminer le modèle au pic de contrainte. Comme expliqué précédemment, la détermination des différentes constantes suit la même méthodologie que celle explicitée en partie 3.4.1. La figure 3.13 présente les régressions linéaires permettant de déterminer  $m$ ,  $\beta$ ,  $n$  et  $Q$ .

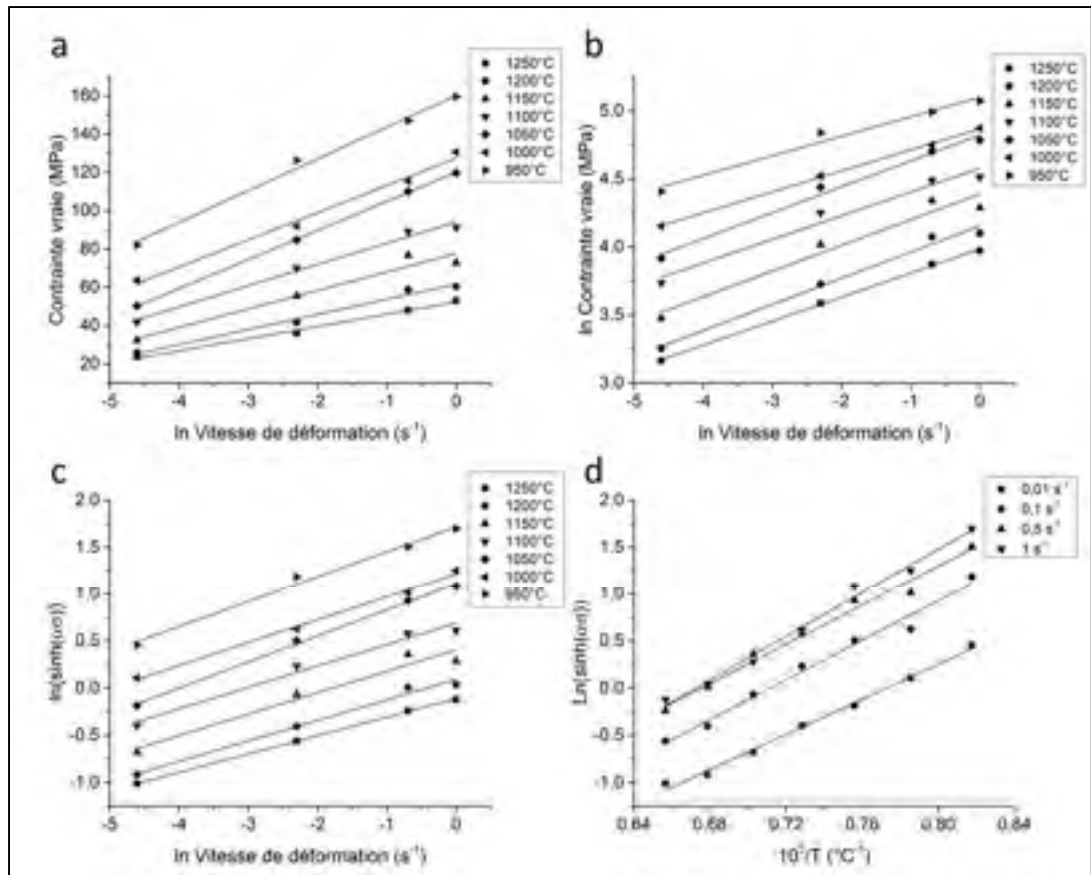


Figure 3.13 Relations entre  $\sigma_p$ , vitesses de déformation et températures

Les mêmes observations qu'en partie 3.4.1 peuvent être faite pour les régressions linéaires permettant de déterminer  $m$ ,  $\beta$ ,  $n$  et  $Q$  : les pentes sont relativement similaires et les constantes peuvent donc être moyennées. Dès lors, les valeurs des constantes  $1/m$  et  $\beta$  sont respectivement de 5,7415 et 0,0863, permettant de déterminer  $\alpha = 0,0150 \text{ MPa}^{-1}$ . Dès lors,  $n$ ,  $Q$  et  $A$  du modèle sont respectivement de  $4,2360 \text{ MPa}^{-1}$ ,  $367,9267 \text{ kJ.mol}^{-1}$  et  $5,4684 \cdot 10^{12}$  (figures 3.13c et d, et figure 3.14).

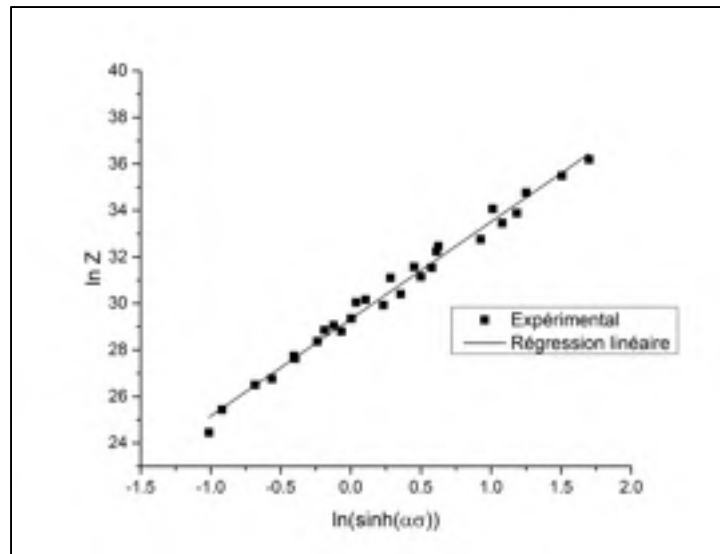


Figure 3.14 Relation entre  $\ln Z$  et contrainte maximale

La corrélation entre les contraintes maximales expérimentales et issues du modèle développé est présentée en figure 3.15. Le coefficient de corrélation  $R$  est de 0,9987, représentant une erreur relative moyenne de 4,86%. La plus grande erreur relative est de 12%, mais concerne une différence de 3 MPa sur un essai à 1250°C à vitesse de déformation  $0,01 \text{ s}^{-1}$  ayant un niveau de contrainte de 23 MPa. Dès lors, la précision du modèle peut être considérée comme satisfaisante et permet donc une modélisation fidèle des contraintes maximales.

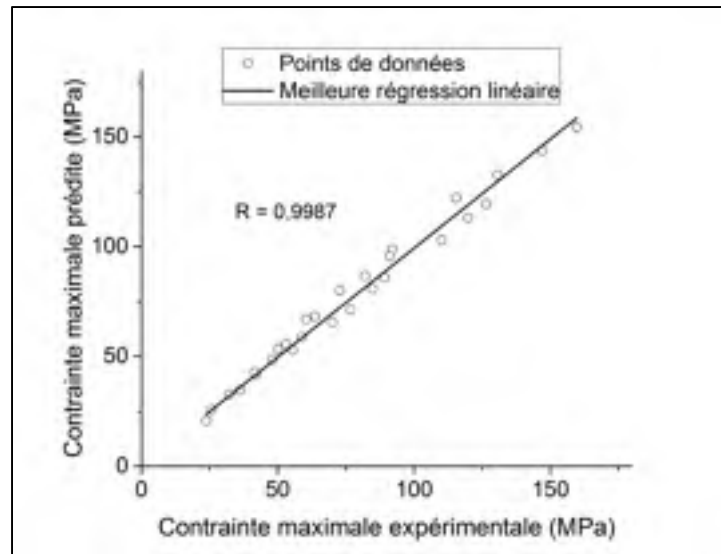


Figure 3.15 Corrélation entre contrainte expérimentale et prédite

#### 3.4.4 Discussions

La détermination des équations constitutives par l'utilisation du modèle d'Arrhenius a montré que le comportement de l'acier AISI 4330 modifié au nickel peut être prédit sous une large gamme de conditions de déformation. La corrélation des contraintes expérimentales et théoriques, ainsi que l'écart moyen relatif a permis de valider les modèles développés. Les résultats obtenus lors du développement du modèle en fonction de la déformation mettent en avant que les constantes  $\alpha$ ,  $n$  et  $Q$  possèdent leurs valeurs maximales dans les premiers pas de déformation, avant de diminuer jusqu'à une déformation de 0,2 pour enfin se stabiliser. Ces tendances indiquent que l'accumulation de contraintes au sein du matériau est donc importante au début de la déformation à chaud. Les mêmes tendances ont été observées par différents auteurs ayant étudié le comportement à chaud d'aciers faiblement alliés (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Li et al., 2011).

Avec une énergie d'activation apparente d'environ  $360 \text{ kJ.mol}^{-1}$ , soit 25% inférieure à des nuances contenant moins de nickel, l'acier AISI 4330 modifié au nickel se situe dans la gamme déterminée par plusieurs auteurs pour des aciers faiblement alliés (Chadha et al., 2017; Li et al., 2013; Li et al., 2011; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani,

2010; Shen et al., 2016; Wang, Liu et Wang, 2005; Zhang et al., 2003; Zhang et al., 2016a; Zhu et al., 2015). Cependant, il apparaît que les valeurs des constantes  $\alpha$  et  $n$  sont respectivement plus élevée et plus faible que celles publiées pour des aciers de composition similaires. La valeur du coefficient  $n$  est même diminuée par 2 comparativement aux aciers dont la proportion en nickel est moins importante. Une plus haute valeur du coefficient  $\alpha$  indique que l'acier AISI 4330 modifié au nickel accumule plus de contrainte que des aciers faiblement alliés pour une même déformation (Matuszewski, Machmeier et McQueen, 1991; McQueen et Ryan, 2002; Montheillet et Jonas, 1996; Wang, Liu et Wang, 2005). L'énergie d'activation apparente, ainsi que les paramètres du modèle seront donc comparés avec des nuances à la chimie similaire en dehors du nickel afin de déterminer l'influence de cet élément sur la forgeabilité de l'acier AISI 4330 modifié au nickel. La détermination des équations constitutives à la contrainte maximale a été incorporée dans un article publié en presse spécialisée, disponible en ANNEXE II (Bitterlin et al., 2018).

### **3.5 Sensibilité à la vitesse de déformation $m$**

La détermination des équations constitutives a permis de modéliser le comportement de l'acier dans une large gamme de température et de vitesses de déformation. La revue de littérature avait indiqué que ces deux paramètres avaient un rôle prépondérant dans la modification du comportement sous haute déformation des aciers, et que le modèle employé pouvait permettre une étude de la réponse thermomécanique du matériau. Entre autre, l'intensité de la sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  peut être extraite des régressions linéaires des points  $\ln\sigma$ - $\ln\dot{\epsilon}$ . La figure 3.16 présente un graphique représentant cette sensibilité en fonction de la température et de l'avancement de la déformation.



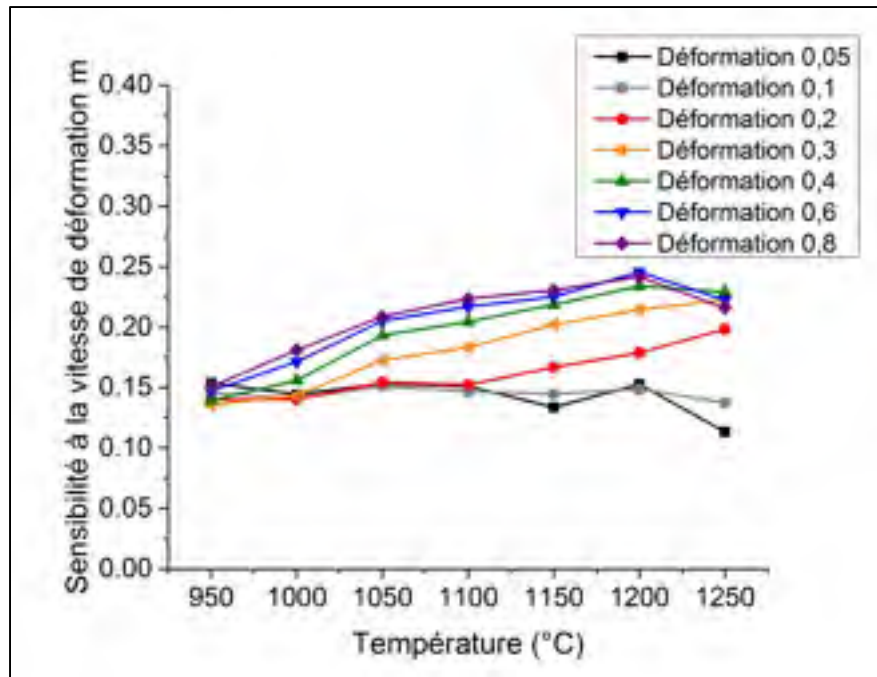


Figure 3.16 Sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  en fonction de la température et de la déformation

Au début de la déformation, la sensibilité à la vitesse de déformation reste entre 0,10 et 0,15, avant d'augmenter sensiblement aux hautes températures avec l'avancement de la déformation. La sensibilité diminue même après 1200°C au début des déformations. Cependant, cette tendance s'inverse avec l'augmentation de la déformation : en augmentant la déformation de 0,05 à 0,4; la valeur de sensibilité est augmentée de 42%. Il peut être remarqué que la sensibilité à la vitesse de déformation est doublée à 1250°C, celle-ci passe de 0,11 à 0,23. Au-dessus d'une déformation de 0,4; la sensibilité à la vitesse de déformation atteint son apogée et ne varie que d'environ 5%, mais reste en moyenne 47% plus élevée qu'en début de déformation. Par ailleurs, les valeurs de sensibilité sont maximales pour les températures entre 1150°C et 1250°C.

La sensibilité à la vitesse de déformation aux pics de contrainte  $\sigma_p$  peut être déterminée à partir du modèle d'Arrhenius appliqué aux pics de contrainte  $\sigma_p$ . Cette détermination avait été précédemment faite par Sajadifar, Ketabchi et Nourani (2010) et Sajadifar et al. (2013). La figure 3.17 représente cette sensibilité à la vitesse de déformation, et permet de constater que celle-ci se situe entre 0,14 et 0,16 de 950°C à 1000°C, avant d'augmenter à des valeurs

relativement constantes autour de 0,19 dès 1050°C. Cependant, à 1150°C et 1250°C, celle-ci diminue à des valeurs légèrement inférieures à 0,18. La sensibilité déterminée à 1050°C semble anormalement élevée compte tenu de l'accroissement progressif de la sensibilité avec la température comme ce qui est généralement observé dans la littérature (Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010).

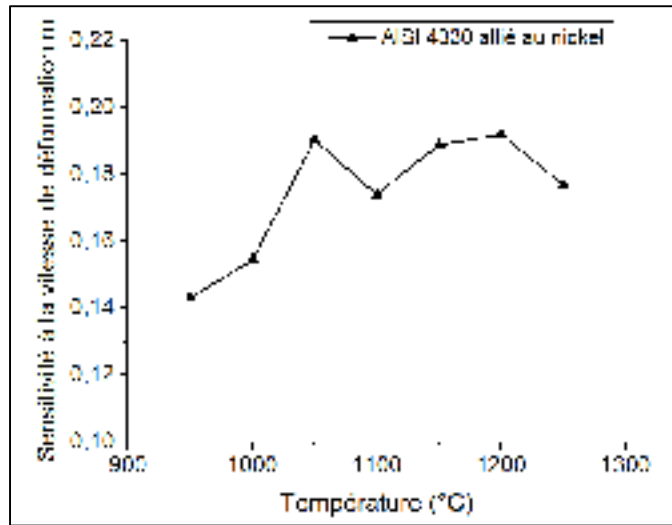


Figure 3.17 Sensibilité à la vitesse de déformation aux pics de contrainte

La revue de littérature a permis de mettre en avant un modèle permettant de représenter la sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de la température relative à la température de fusion (Montheillet et Jonas, 1996). Celle-ci s'effectue avec des points de sensibilité déterminés à partir de données expérimentales ayant été considérées. Dans le cas actuel, les valeurs de sensibilité à la vitesse de déformation aux pics de contrainte  $\sigma_p$  seront étudiées. La détermination du paramètre  $\alpha_1$  se fait à l'aide de l'équation suivante (Montheillet et Jonas, 1996) :

$$\frac{\delta \ln m}{\delta 1/T} \times \frac{1}{T_{\text{fusion}}} = -\tau_1 \quad (3.8)$$

Avec  $m$  la sensibilité à la vitesse de déformation,  $T$  la température de déformation, et  $T_{\text{fusion}}$  la température de fusion.

Le calcul du paramètre  $\tau_1$  demande donc la détermination de la température de fusion d'acier, et de la régression linéaire de la courbe  $\frac{\ln m}{1/T}$ . Pour la première valeur, celle-ci a été obtenue par l'utilisation d'une simulation Thermo-Calc™ à partir de la composition de la coulée utilisée pour les essais de déformation à chaud sur Gleeble-3800. Comme visible en figure 3.18, la température obtenue est de 1490°C.

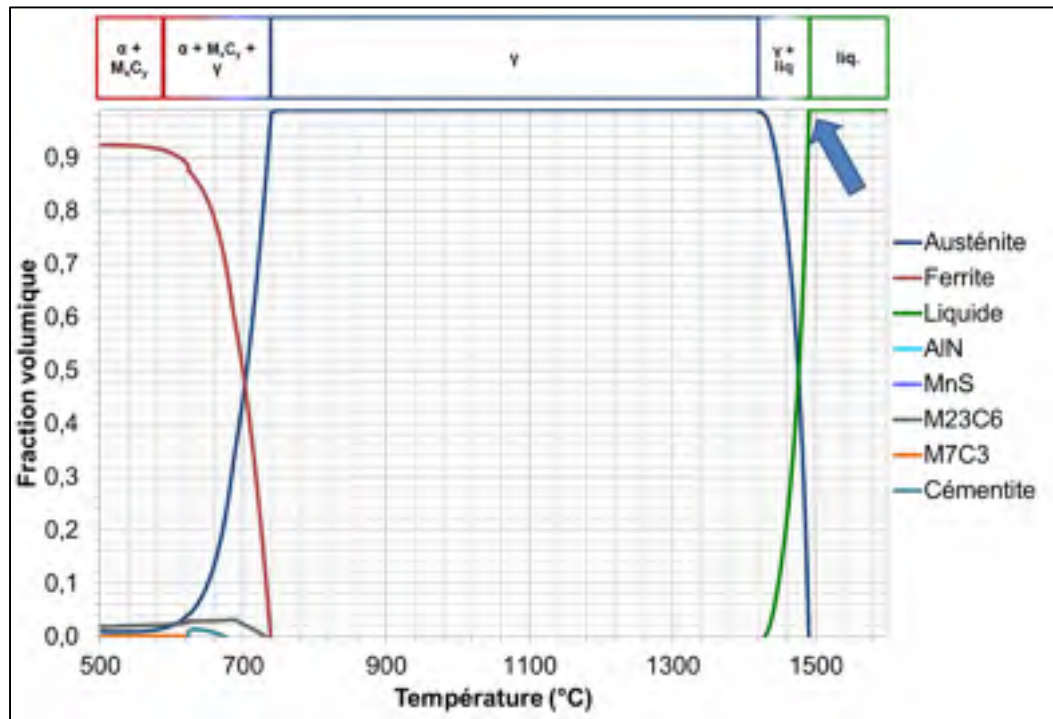


Figure 3.18 Évolution des fractions de phases en fonction de la température de l'acier AISI 4330 allié au nickel prédites par Thermo-Calc™

La détermination du paramètre  $\tau = \frac{\delta \ln m}{\delta 1/T}$  est présentée en figure 3.19 :

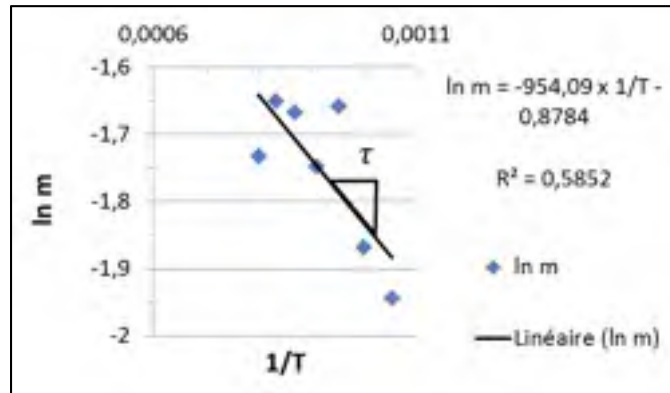


Figure 3.19 Détermination du paramètre  $\tau$

En considérant la pente de la régression effectuée en Figure 3.19 sur tous les points expérimentaux, le paramètre  $\tau = -954,09$ ;  $\tau_1$  est donc déterminé à partir de  $\tau$  et de la température de fusion :  $\tau_1 = 0,6403$ . Il peut être constaté que malgré que les régressions effectuées permettent de modéliser les tendances des points de sensibilité à la vitesse de déformation, les points des températures  $1050^\circ\text{C}$  et  $1250^\circ\text{C}$  se situent en dehors des modélisations. Pour la première, il s'agit de la température représentative d'une transition de mécanisme dynamique : sous celle-ci, la restauration dynamique est le principal phénomène apparaissant. Au-dessus de  $1050^\circ\text{C}$ , la recristallisation dynamique régit la réponse du matériau à la sollicitation thermomécanique. Dès lors, les variations de contraintes mécaniques en fonction de la vitesse de déformation sont plus importantes que pour les autres températures, créant ainsi un coefficient  $m$  supérieur aux températures autour de  $1050^\circ\text{C}$ , comme ce qui peut être observé sur la Figure 3.17. Ce phénomène de passation d'un mécanisme dynamique à un autre avait déjà été observé par de précédents auteurs (Mirzaee et al., 2012).

Le point de la température  $1250^\circ\text{C}$  est la représentation des faibles valeurs de contraintes mécaniques enregistrées durant les essais de déformation. Celles-ci constituent une plus grande incertitude de mesure, et donc d'une erreur de modélisation plus grande. La grande

variation des résultats des essais à cette température peut d'ailleurs être observée sur la disparité des valeurs de sensibilité à la vitesse de déformation en Figure 3.16.

La détermination de la sensibilité à la vitesse de déformation à la température de fusion  $T_{\text{fusion}}$  peut être réalisée, en appliquant l'équation (1.8) de la partie 1.1.5 du Chapitre I :

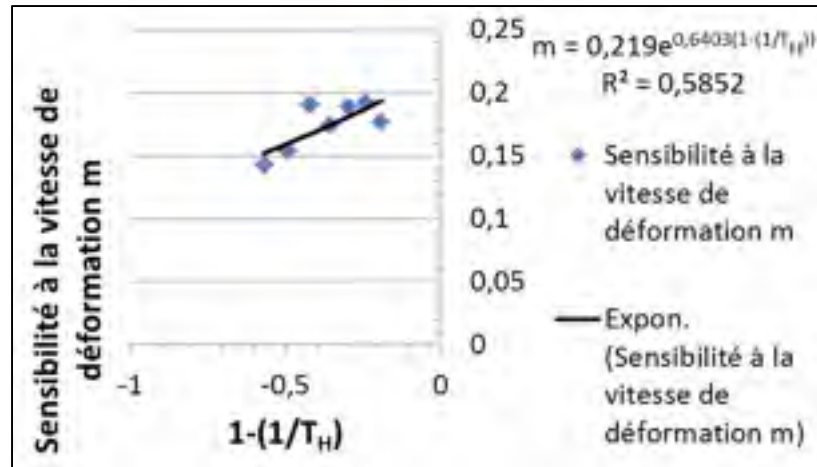


Figure 3.20 Détermination de la sensibilité à la vitesse de déformation à la température de fusion  $m_m$ ,  
avec  $T_H = \frac{T}{T_{\text{fusion}}}$

Dès lors, avec les paramètres de la fonction de sensibilité à la vitesse de déformation déterminés, il est possible de modéliser cette sensibilité en fonction de la température relative. Un essai de modélisation en considérant les points des températures 1050°C et 1250°C sera considéré, afin de statuer sur la validité du modèle incluant tous les points expérimentaux. La figure 3.21 présente ainsi les valeurs de sensibilité et les fonctions déterminées d'après Montheillet et Jonas (1996) avec et sans correction des températures 1050°C et 1250°C :

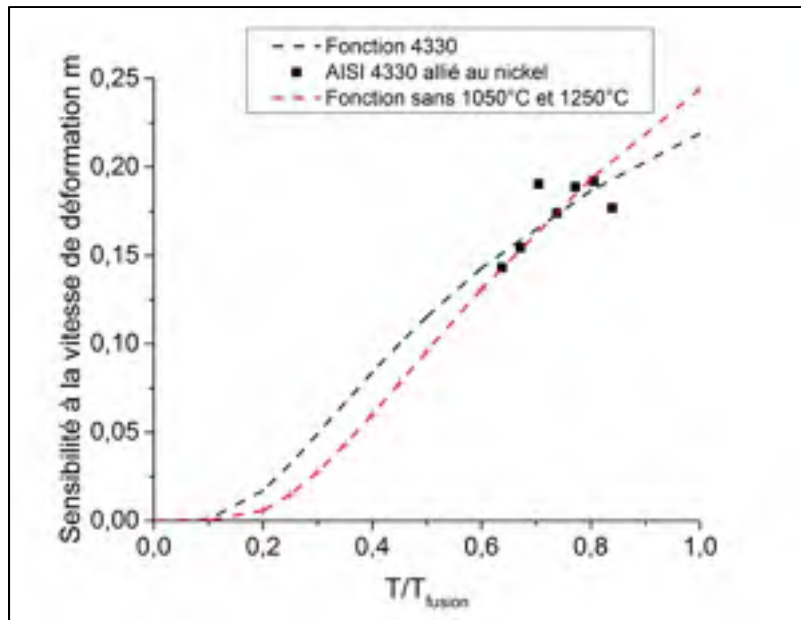


Figure 3.21 Sensibilité à la vitesse de déformation de l'acier AISI 4330 allié au nickel, avec et sans correction

Le tableau 3.8 suivant permet de constater les erreurs des modèles par rapport aux valeurs expérimentales aux pics de contrainte considérées. Les erreurs les plus élevées sont aux températures dont les points expérimentaux sont en dehors des régressions effectuées, soient 1050°C et 1250°C. Le modèle omettant ces températures possède un coefficient de corrélation  $R$  de 0,9901 sur les régressions effectuées en Figures 3.20 et 3.21, mais ne parvient pas à supplanter le modèle considérant toutes les températures. Comme le montre le tableau 3.8, l'erreur relative maximale augmente de 12% à 15,35%. Par ailleurs, l'écart relatif est plus élevé avec ce dernier modèle qu'avec celui considérant toutes les températures d'essais. Ainsi, il peut être considéré que le modèle incluant les 7 températures du plan d'expérience est le plus précis, malgré le coefficient de détermination  $R^2$  largement inférieur à 0,99.

Tableau 3.8 Comparaison des sensibilités à la vitesse de déformation  $m$  expérimentales et du modèle

Température d'essai (°C)	$m$ expérimental	$m$ modèle AISI 4330	Erreur relative (%)	$m$ sans 1050°C et 1250°C	Erreur relative (%)
950	0,1431	0,1522	6,35	0,1435	0,27
1000	0,1543	0,1600	3,71	0,1544	0,06
1050	0,1903	0,1675	12,00	0,1650	13,31
1100	0,174	0,1745	0,30	0,1752	0,70
1150	0,1888	0,1812	4,01	0,1851	1,95
1200	0,1919	0,1876	2,24	0,1947	1,46
1250	0,1768	0,1937	9,54	0,2039	15,35
<b>Moyenne</b>			5,45		4,73
<b>Coefficient de corrélation</b>		0,5852		0,9901	
<b>Écart relatif (%)</b>			1,64		1,96
<b>Erreur (%) maxi</b>			12,00		15,35
<b>Erreur (%) mini</b>			0,30		0,06

### 3.6 Détermination des cinétiques de recristallisation

La revue de littérature a permis de mettre en avant les différents paramètres pouvant influencer l'occurrence de la recristallisation dans un matériau. L'étude de la cinétique de recristallisation permet de compléter les informations des équations constitutives concernant l'évolution de la recristallisation dynamique par rapport à la composition chimique de l'acier et sa forgeabilité.

La partie 1.1.3 du Chapitre I avait mis en avant l'équation du modèle d'Avrami de cinétique de recristallisation. Expérimentalement, cette équation peut être ramenée à des points caractéristiques des courbes. Ainsi, l'équation 1.1 devient (Cahn, 1996; Doherty, 1996; Jonas et al., 2009; Zhang et al., 2016a; Zhu et al., 2015) :

$$X = 1 - e(-kt^{n_{DRX}}) = 1 - e\left[-k\left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_p}\right)^{n_{DRX}}\right] \quad (3.9)$$

Avec  $X$  la fraction de recristallisation,  $k$  la constante d'Avrami,  $n_{DRX}$  l'exposant d'Avrami,  $\varepsilon_c$  la déformation critique et  $\varepsilon_p$  la déformation au pic.

Afin de résoudre l'équation 3.9 et ainsi déterminer les paramètres d'Avrami, la fraction de recristallisation  $X$  doit être déterminée expérimentalement (Jonas et al., 2009; Zhang et al., 2016a; Zhu et al., 2015) :

$$X = \frac{\sigma_p - \sigma}{\sigma_p - \sigma_s} \quad (3.10)$$

Avec  $\sigma_p$  la contrainte au pic et  $\sigma_s$  la contrainte de stabilisation (en MPa).

Dès lors, les valeurs caractéristiques précitées des courbes expérimentales doivent être déterminées. La méthode développée par Laasraoui et Jonas (1991) et Poliak et Jonas (1996), souvent référée comme « méthode à double dérivée », présentée en partie 1.1.3 du Chapitre 1 sera utilisée dans la présente étude.

Une régression polynomiale d'ordre 9 a été appliquée à chaque courbe expérimentale afin de s'affranchir des micros-variations imputables aux moyens de mesures de l'appareil de simulation de déformation, avant d'appliquer la méthode choisie en partie 1.1.3 du Chapitre I. La figure 3.22 représente l'application du modèle de Laasraoui et Jonas (1991) et Poliak et Jonas (1996) sur les courbes expérimentales afin de déterminer les points caractéristiques des équations 3.9 et 3.10 :



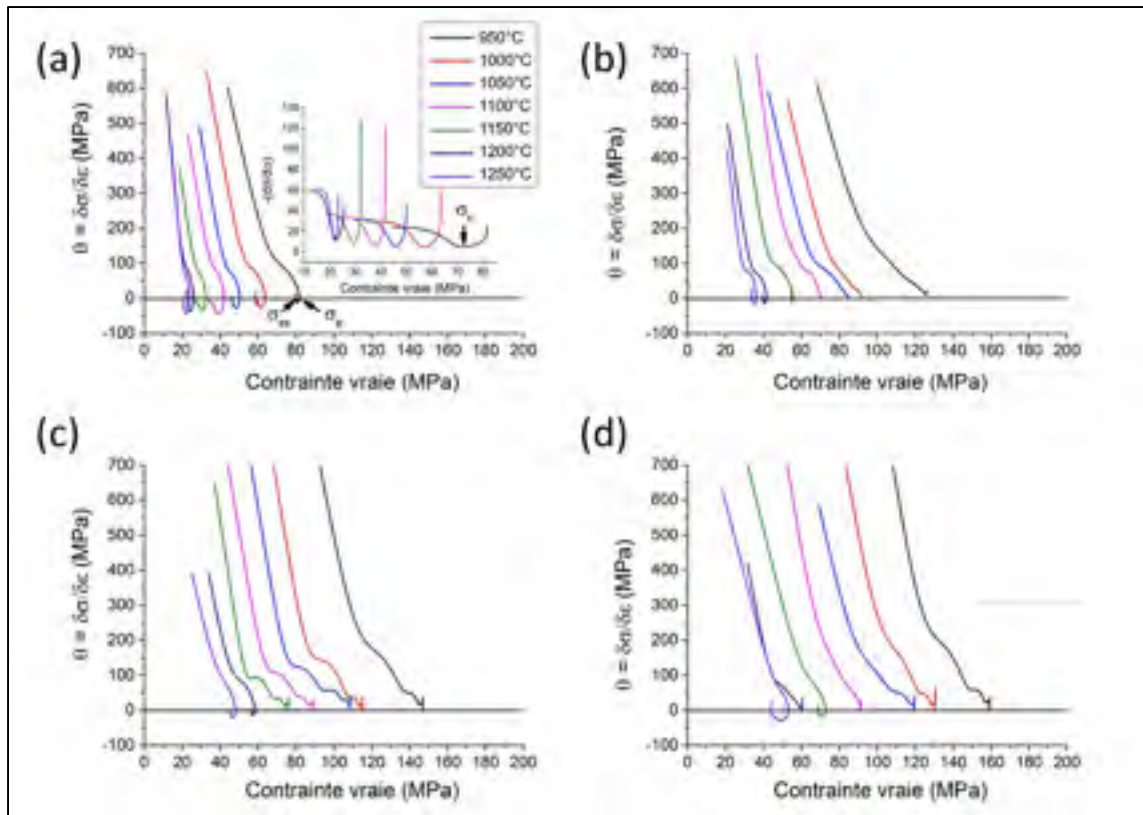


Figure 3.22 Méthode de double dérivée appliquée aux essais à (a)  $0,01 \text{ s}^{-1}$ , (b)  $0,1 \text{ s}^{-1}$ , (c)  $0,5 \text{ s}^{-1}$  et (d)  $1 \text{ s}^{-1}$  (adapté de Bitterlin et al., 2018)

La figure 3.22 permet de confirmer les observations réalisées sur les courbes expérimentales obtenues après correction de friction en partie 3.2 (tableau 3.2) : la recristallisation s'opère à la vitesse  $0,01 \text{ s}^{-1}$  sous toutes les températures (apparition de la boucle de la première dérivée), alors qu'elle n'apparaît qu'à  $1150^\circ\text{C}$  et  $1250^\circ\text{C}$  à  $1 \text{ s}^{-1}$  (minima de pic de contrainte sans boucle d'adoucissement).

Ayant déterminé les contraintes caractéristiques des courbes expérimentales à l'aide du modèle de double dérivation (voir Tableau 3.9), il est donc possible de les relier aux valeurs de déformation correspondantes, afin de résoudre l'équation de cinétique de recristallisation. En faisant passer l'équation 1.1 de la partie 1.1.3 du Chapitre I au logarithme népérien, on obtient (Jonas et al., 2009; Zhu et al., 2015) :

$$\ln[-\ln(1 - X)] = n_{\text{DRX}} \ln t + \ln k \quad (3.11)$$

Il est donc possible d'obtenir pour chaque courbe de recristallisation expérimentale les paramètres  $k$  et  $n_{DRX}$ . Le Tableau 3.9 rassemble les valeurs déterminées pour chaque courbe présentant un adoucissement après un pic de contrainte. Les valeurs moyennes ainsi que les écarts-moyens ont été déterminés.

Tableau 3.9 Déformations et contraintes critiques et maximales, exposants et coefficients d'Avrami dans des conditions de recristallisation dynamique

$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	T (°C)	$\epsilon_c$	$\sigma_c$ (MPa)	$\epsilon_p$	$\sigma_p$ (MPa)	$\epsilon_c / \epsilon_p$	$\sigma_c / \sigma_p$	$n_{DRX}$	$k$
0,01	950	0,153	72,393	0,382	82,063	0,400	0,882	4,653	0,771
0,01	1000	0,124	56,900	0,284	63,692	0,438	0,893	3,894	0,507
0,01	1050	0,108	45,801	0,220	50,264	0,491	0,911	4,343	0,704
0,01	1100	0,096	37,903	0,186	41,901	0,515	0,905	2,836	0,440
0,01	1150	0,084	29,354	0,164	32,333	0,512	0,908	2,602	0,411
0,01	1200	0,060	22,487	0,146	25,905	0,409	0,868	4,905	0,401
0,01	1250	0,055	21,907	0,103	23,696	0,532	0,925	3,402	0,530
0,1	1150	0,108	46,741	0,303	55,566	0,357	0,841	5,274	0,958
0,1	1200	0,103	36,451	0,247	41,568	0,419	0,877	3,940	0,497
0,1	1250	0,081	31,407	0,186	36,120	0,435	0,870	4,596	0,636
0,5	1200	0,116	50,538	0,369	58,818	0,315	0,859	5,577	0,340
0,5	1250	0,116	42,808	0,261	48,081	0,446	0,890	4,189	0,605
1	1150	0,169	65,900	0,380	72,845	0,444	0,905	4,858	0,544
1	1250	0,169	49,293	0,315	53,102	0,536	0,928	3,452	0,363
<b>MOY.</b>						<b>0,446</b>	<b>0,890</b>	<b>4,1798</b>	<b>0,5504</b>
<b>E.-Moy.</b>						<b>0,047</b>	<b>0,019</b>	<b>0,66</b>	<b>0,122</b>

Les déformations critiques et maximales augmentent lorsque la température diminue et/ou la vitesse de déformation augmente. Pour une température de 1150°C, en augmentant la vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup> à 0,1 s<sup>-1</sup>, les déformations critiques augmentent de 0,084 à 0,108. Sous les mêmes conditions, les déformations maximales augmentent de 0,164 à 0,303.

De façon similaire, en diminuant la température de 1050°C à 1000°C à 0,01 s<sup>-1</sup>; les déformations critiques et maximales augmentent de 0,108 à 0,124, et 0,220 à 0,284; respectivement. Dans tous ces cas, les contraintes augmentent en conséquence. Ces phénomènes sont en accord avec la littérature (Chadha et al., 2017; Guo-Zheng, 2013; Han et al., 2015; Han et al., 2018; Jonas et al., 2013; Jonas, Queleuennec et Jiang, 2012; Jonas et al., 2009; Li et al., 2013; Li et al., 2011; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010; Wei, Liu et Zhang, 2014; Zhang et al., 2016a; Zhu et al., 2015). Le rapport des contraintes et des déformations critiques et maximales sont de 0,89 et 0,446; respectivement. Ces valeurs sont dans les ordres de grandeur de celles déterminées pour des aciers faiblement alliés ou microalliés contenant ou non du nickel (Belkebir et Kobylanski, 1995; Jonas et al., 2009; Zhang et al., 2003; Zhang et al., 2016b; Zhu et al., 2015). La Figure 3.23 permet de constater que la corrélation entre les valeurs critiques et maximales est plus évidente sur les valeurs de contrainte que de déformation. La mesure de déformation sur la machine Gleeble-3800 se fait par le biais d'une tige d'une très grande sensibilité (LGauge), tandis que celle de la contrainte est obtenue par la cellule de force. L'écart des valeurs de déformations critiques et maximales provient essentiellement de la sensibilité de la LGauge, mais aussi de la variation d'épaisseur des lubrifiants installés lors de chaque essai. Certains auteurs ont par ailleurs observés la même déviation lors de travaux similaires à ceux réalisés lors de la présente étude (Zhang et al., 2016b).

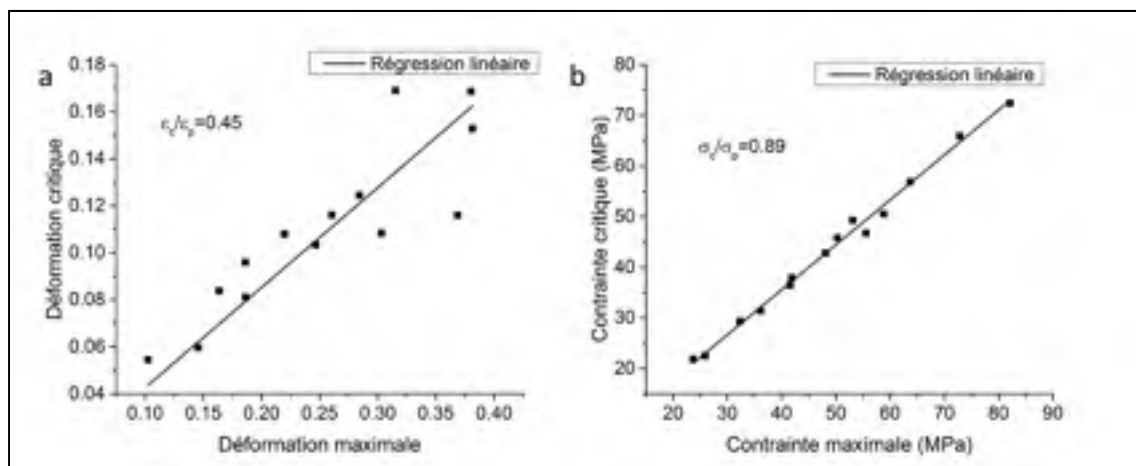


Figure 3.23 Relations entre (a) déformations critiques et maximales et (b) contraintes critiques et maximales (adapté de Bitterlin et al., 2018)

Le tableau 3.10 référence les valeurs déterminées par la méthode de double dérivation des contraintes et déformations de stabilisation  $\sigma_s$  et de saturation  $\sigma_{sat}$ , ainsi que les valeurs des paramètres de Zener-Hollomon pour chaque condition de déformation pour lesquelles la recristallisation dynamique apparaît. L'augmentation de la déformation de stabilisation avec l'augmentation de la vitesse de déformation et/ou la baisse de température peut être observée, de façon similaire avec les paramètres critiques et maximaux. De même, les contraintes spécifiques suivent des tendances similaires.

Tableau 3.10 Contraintes et déformations caractéristiques de recristallisation dynamique

$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	T (°C)	$\sigma_c$ (MPa)	$\sigma_p$ (MPa)	$\epsilon_s$	$\sigma_s$ (MPa)	$\sigma_{sat}$ (MPa)	Z	ln Z
0,01	950	72,39	82,06	0,64	80,09	84,11	3,07E+13	31,06
0,01	1000	56,90	63,69	0,60	58,72	65,09	7,58E+12	29,66
0,01	1050	45,80	50,26	0,47	46,16	57,08	2,07E+12	28,36
0,01	1100	37,90	41,90	0,59	34,21	47,57	6,25E+11	27,16
0,01	1150	29,35	32,33	0,53	26,74	35,29	2,05E+11	26,04
0,01	1200	22,49	25,91	0,29	22,41	28,50	7,23E+10	25,00
0,01	1250	21,91	23,70	0,26	19,90	26,88	2,73E+10	24,03
0,1	1150	46,74	55,57	0,47	54,60	57,96	2,05E+12	28,35
0,1	1200	36,45	41,57	0,51	39,49	44,66	7,23E+11	27,31
0,1	1250	31,41	36,12	0,38	33,99	37,41	2,73E+11	26,33
0,5	1200	50,54	58,82	0,65	56,30	59,05	3,61E+12	28,92
0,5	1250	42,81	48,08	0,55	44,79	51,23	1,37E+12	27,94
1	1150	65,90	72,84	0,73	68,77	74,51	2,05E+13	30,65
1	1250	49,29	53,10	0,78	44,02	55,80	2,73E+12	28,64

Ces tendances peuvent être observées sur les figures 3.24, représentant ces points caractéristiques en fonction du paramètre de Zener-Hollomon. Ces résultats sont en accord avec la littérature et les mécanismes physiques s'opérant, et les coefficients de Pearson se situant au-dessus de 97% permettent de satisfaire une régression par une loi puissance. En effet, le paramètre de Zener-Hollomon permet de synthétiser l'influence des conditions de déformation. Lorsque ce paramètre est élevé, celui-ci indique que la vitesse de déformation est élevée et/ou la température est faible. Sous ces conditions, les dislocations ne possèdent pas une énergie suffisante pour amorcer la recristallisation, les contraintes et déformations

affiliées à la germination de nouveaux grains sont donc plus élevées. À l'inverse, plus la vitesse de déformation est faible et/ou la température est haute, l'énergie mise en jeu permet l'annihilation la réorganisation et la formation de sous-structure amenant à la germination et la croissance de nouveaux grains au sein du matériau déformé.

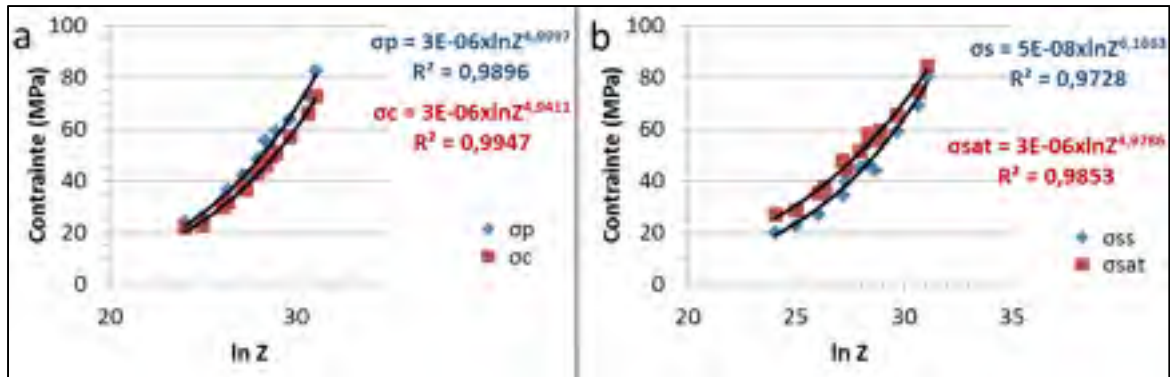


Figure 3.24 Relations entre les contraintes caractéristiques et le paramètre de Zener-Hollomon

Comme résumé en tableau 3.9, les valeurs des exposants et coefficients d'Avrami  $n_{DRX}$  et  $k$  ont été déterminées. Il permet de constater une plage de valeurs s'étendant de 0,35 à 0,95 pour le coefficient d'Avrami; et de 2,602 à 5,577 pour l'exposant d'Avrami. Ceci sous-entend que les vitesses de germination peuvent varier suivant les conditions expérimentales de déformation (vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  et température  $T$ ) pour le coefficient  $k$ , et que les modes de germination peuvent être modifiés. En l'occurrence, si l'exposant  $n_{DRX}$  varie entre 2,602 et 5,577; la germination peut être plus ou moins constante ou s'opérer après saturation aux joints de grains (Doherty, 1996). Malgré ces disparités, les écarts moyens indiquent que les valeurs sont relativement proches et les valeurs moyennes peuvent ainsi être considérées pour la modélisation des cinétiques de recristallisation :

$$X = 1 - \exp(-0.5504t^{4.1798}) \quad (3.12)$$

La précision du modèle ainsi développé peut être étudiée à partir de la corrélation avec les points expérimentaux :

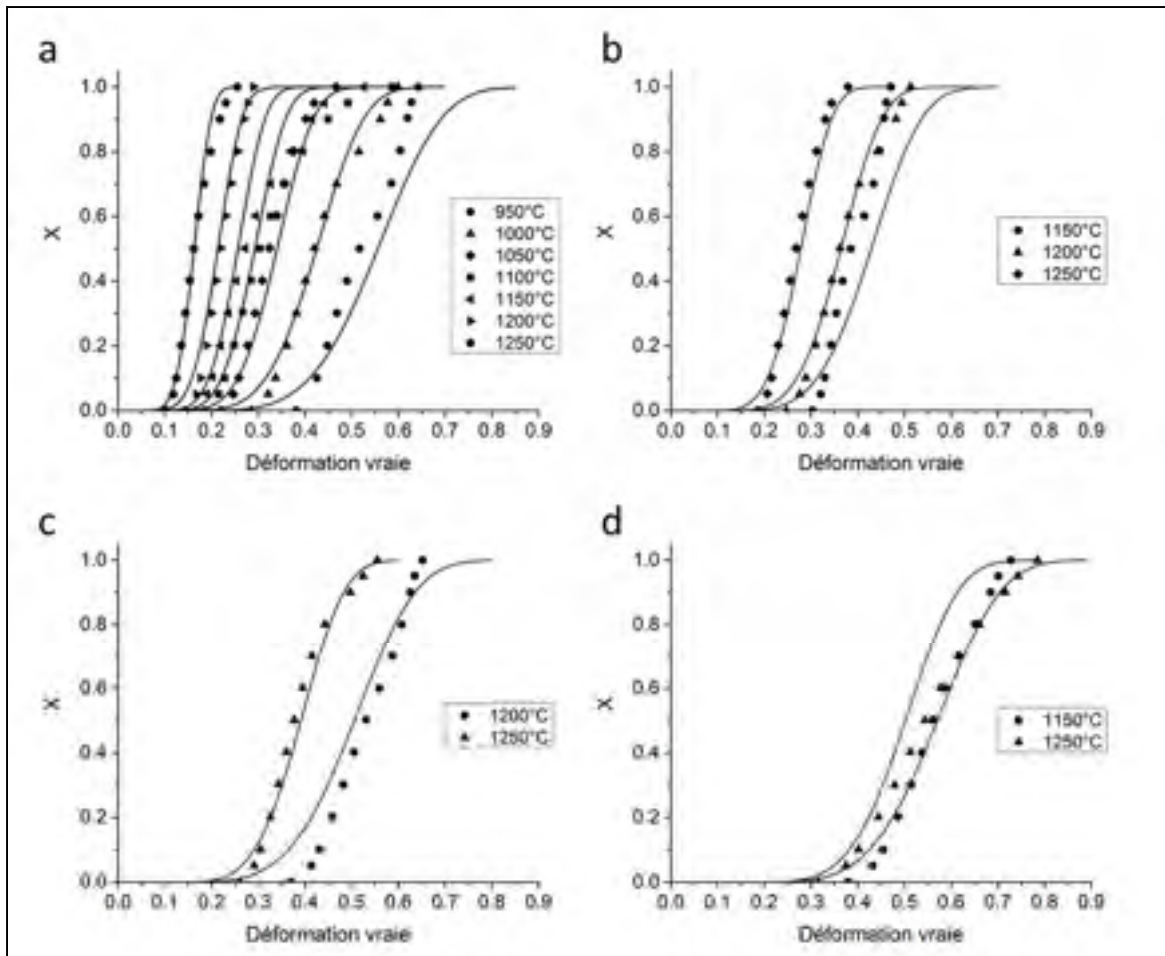


Figure 3.25 Cinétiques de recristallisation expérimentales (points) et prédites (courbes) à (a)  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ ; (b)  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ ; (c)  $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$  et (d)  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$  (adapté de Bitterlin et al., 2018)

Les différences entre le modèle et les points expérimentaux sont imputables au fait d'avoir utilisé des valeurs moyennes de  $k$  et de  $n_{\text{DRX}}$  dans le modèle d'Avrami. Il peut être constaté que le modèle permet une prédiction fidèle des courbes de cinétiques expérimentales. Les études précédentes sur les cinétiques de recristallisation ont fait mention d'écarts du modèle avec les points expérimentaux, mettant aussi en avant l'utilisation des valeurs moyennes dans le modèle comme première source d'écart (Zhang et al., 2016b).

D'autre part, la figure 3.25 indique qu'une augmentation de la température décale vers des déformations moins importantes l'avancement de la fraction de recristallisation. À titre d'exemple, le passage de 950°C à 1000°C à une vitesse de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  diminue la déformation à

$X = 50\%$  de recristallisation de 0,55 à 0,42 (Figure 3.25a). À l'inverse, une augmentation de la vitesse de déformation ralenti la cinétique de recristallisation : en passant de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  à  $0,1 \text{ s}^{-1}$ , la déformation à  $X = 50\%$  de recristallisation croît de 0,25 à 0,45 pour une température de  $1150^\circ\text{C}$  (figures 3.25a et b). L'influence de la température et de la vitesse de déformation est comprise dans le paramètre de Zener-Hollomon, et est en accord avec la revue de littérature précédemment réalisée et les études de cinétique de recristallisation réalisées par plusieurs auteurs (Zhang et al., 2016b).

### 3.7 Influence du nickel sur le comportement à chaud de l'acier AISI 4330 modifié

#### 3.7.1 Sensibilité à la déformation

La sensibilité à la déformation de l'acier AISI 4330 allié au nickel peut être comparée avec des aciers ayant une proportion de nickel moindre ou nulle. La figure 3.26 est un graphique de la sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  en fonction de la température de l'acier étudié ainsi que des nuances AISI 4130 et AISI 4340 étudiées respectivement par Sajadifar, Ketabchi et Nourani (2010) et Sajadifar et al. (2013).

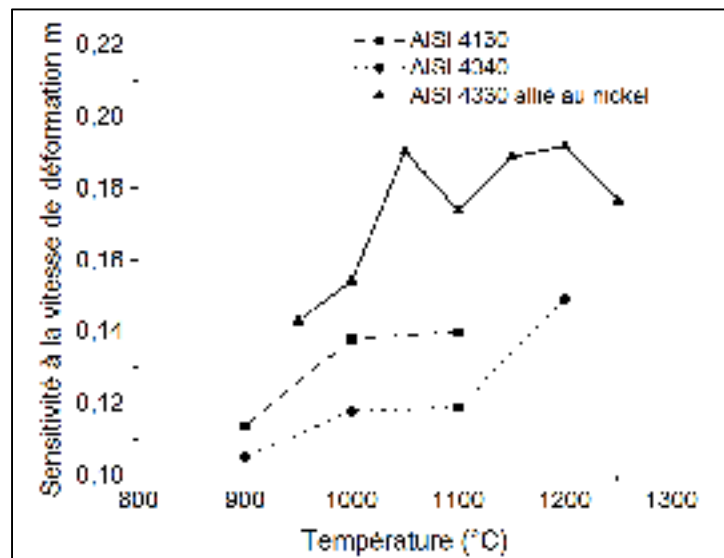


Figure 3.26 Sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  des aciers AISI 4130, AISI 4340 et AISI 4330 allié au nickel (adapté de Bitterlin et al., 2018)

La sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de la déformation et de la température avait déjà été explicitée précédemment en partie 3.5. Dans le cas présent, la sensibilité a été déterminée aux pics de déformation  $\sigma_p$ , de façon similaire à celles déterminées par Sajadifar, Ketabchi et Nourani (2010) et Sajadifar et al. (2013) pour les aciers AISI 4130 et AISI 4340 respectivement. La gamme de la sensibilité de ces aciers est relativement restreinte et ne dépasse pas 0,15. À contrario, celle de l'acier AISI 4330 allié au nickel se situe en grande majorité entre les valeurs de sensibilité 0,15 et 0,20; représentant une augmentation notable de ce paramètre. Cette dernière peut expliquer les gammes de vitesses de déformation et de températures réduites d'apparition de la recristallisation dynamique dans l'acier AISI 4330 allié au nickel, voire les instabilités pouvant apparaître lors de déformations à hautes températures. Par ailleurs, il semble que les valeurs maximales de sensibilités sont atteintes à des températures inférieures à celles des aciers pauvres en nickel. En effet, les valeurs maximales de sensibilités pour l'acier AISI 4330 sont atteintes dès 1050°C, alors que celles des aciers AISI 4130 et AISI 4340 le sont respectivement à 1100°C et 1150°C. La diminution de la température critique de sensibilité à la vitesse de déformation peut directement être extrapolée à la forgeabilité de l'acier, qui s'en trouve réduite.

La modélisation de la sensibilité à la vitesse de déformation telle que décrite par Montheillet et Jonas (1996) permet de représenter celle-ci en fonction des températures relatives. Ainsi, la figure 3.27 représente les sensibilités des aciers AISI 4330 allié au nickel, et des aciers utilisés pour les analyses comparatives AISI 4130 et AISI 4340 (Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010), corrélés avec les points et la fonction de sensibilité à la vitesse de déformation détaillés par Montheillet et Jonas (1996).



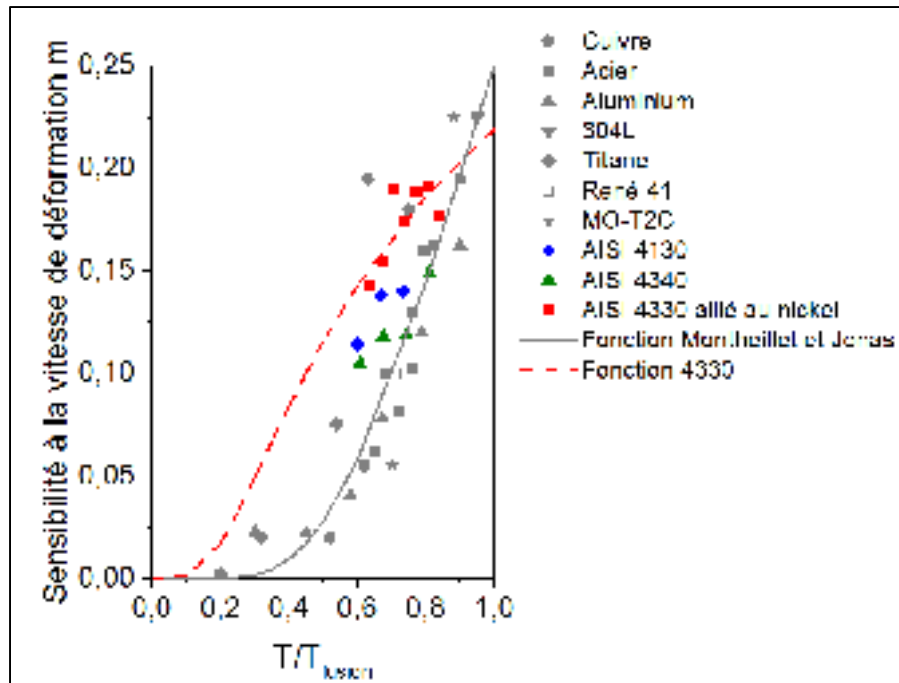


Figure 3.27 Comparaison des sensibilités à la vitesse de déformation  $m$  de différents métaux et de l'acier AISI 4330 allié au nickel (adapté de Montheillet et Jonas, 1996; Sajadifar et al., 2013; et Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010)

Sur la figure 3.27, la sensibilité de l'acier AISI 4330 allié au nickel est supérieure à la fonction de sensibilité déterminée pour plusieurs matériaux par Montheillet et Jonas (1996). Les sensibilités entre  $0,5$  et  $1$   $T/T_{\text{fusion}}$  supérieures à la fonction de Montheillet et Jonas (1996) sont celles du titane et du cuivre, les points expérimentaux de l'acier AISI 4330 allié au nickel se situent dans la même gamme que les matériaux cités. Par ailleurs, les sensibilités des aciers AISI 4130 et AISI 4340 sont plus proches de la modélisation des précédents auteurs que de celle réalisée pour l'acier allié au nickel. Le tableau 3.11 répertorie les valeurs des fonctions de sensibilité à la vitesse de déformation :

Tableau 3.11 Paramètres des fonctions de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$

	$\tau_1$	$m_M$
Montheillet et Jonas (1996)	2,2	0,25
AISI 4330 allié au nickel	0,6403	0,219

La pente de la sensibilité est plus importante dans le cas de l'analyse réalisée par Montheillet et Jonas (1996), et les valeurs de sensibilité sont plus élevées sur une majeure partie de la gamme de température; cette tendance s'inverse seulement entre  $T/T_{\text{fusion}} = 0,9$  et  $T/T_{\text{fusion}}$ , cette dernière étant la température de solidus. Dans une gamme de forgeage comprise entre  $T/T_{\text{fusion}} = 0,5$  et  $T/T_{\text{fusion}} = 0,8$ , la sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  est plus élevée dans le cas de l'acier AISI 4330 allié au nickel que pour les aciers plus faiblement alliés, et à la sensibilité moyenne déterminée par Montheillet et Jonas (1996). Dès lors, la forgeabilité de l'acier AISI 4330 allié au nickel semble plus faible que pour des aciers aux proportions en nickel moindres ou d'autres matériaux.

À partir de ces observations, il peut donc être constaté que le terme  $\tau_1$  peut constituer un indicateur qualitatif de la forgeabilité d'un matériau. Ainsi, une faible valeur de ce paramètre indiquerait que le matériau requiert une haute température de mise en forme, ou une faible vitesse de déformation. À l'inverse, une forte valeur de ce paramètre signifierait que la forgeabilité est excellente et aisée sous toute gamme de paramètres de déformation.

### 3.7.2 Énergies d'activation apparentes et constantes de contrainte

Le tableau 3.12 recense les compositions chimiques, les paramètres des équations constitutives d'Arrhenius ainsi que les énergies apparentes d'activation et des températures d'apparition de recristallisation dynamique d'aciers dont la composition chimique est proche de l'acier AISI 4330 étudié. Les nuances AISI 4130 et 4340 possède sensiblement les mêmes proportions des éléments d'alliage majoritaires (carbone et chrome) que l'acier étudié, seule la composition en nickel variant d'une nuance à l'autre. Cette proximité de composition chimique est indispensable pour l'évaluation de l'influence seule du nickel sur le comportement en déformation à chaud d'un acier faiblement allié (Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010).

Tableau 3.12 Effet du nickel sur les constantes du modèle de Zener-Hollomon (adapté de Bitterlin et al., 2018)

Nuance d'acier	Ref.	Composition (%.mass.)				Coefficient de contrainte $\alpha$ (MPa <sup>-1</sup> )	Exposant de contrainte n	Énergie d'activation apparente $Q_{act}$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	T°C app. DRX $\dot{\epsilon}$ (=0,1 s <sup>-1</sup> )
		C	Ni	Cr	Microall.				
AISI 4130	Sajadifar, Ketabchi et Nourani (2010)	0,33	0	1	-	0,01	7,077	490,749	900
AISI 4340	Sajadifar et al. (2013)	0,41	1,82	0,72	-	0,012	7,74	427,2	900
AISI 4330 mod.	Présente	0,33	2,89	1,08	V = 0,063	0,015	4,236	367,927	1100

L'ajout de nickel tend à augmenter le coefficient de contrainte  $\alpha$ , celui-ci passant de 0,01 à 0,015 avec environ 3% massique de nickel, représentant un accroissement de 17,3% avec 1% massique d'ajout en nickel. Cette augmentation possède une répercussion sur la valeur n de l'exposant de contrainte : cette dernière passe d'environ 7,077 à 4,236 MPa<sup>-1</sup>. La variation de ces deux paramètres implique une relative diminution de l'énergie d'activation apparente, comme ce qui apparaît dans le tableau 3.12, ce qui est en accord avec les observations réalisées par McQueen et Ryan (2002). Implicitement, ces variations de constantes indiquent que le nickel influe fortement sur la cinétique d'érouissage des aciers faiblement alliés.

Avec l'ajout de nickel, l'énergie d'activation passe de 490 à 367 kJ.mol<sup>-1</sup>, soit une chute de 25% avec 2,89% massique de nickel. Comme détaillé en Chapitre I, la présence de 0,063% massique de vanadium dans l'acier AISI 4330 modifié au nickel n'aurait qu'une influence minimale sur l'énergie apparente d'activation, d'après des études réalisées sur l'effet de cet élément sur le comportement à chaud des aciers faiblement alliés (Wei, Liu et Zhang, 2014). L'ajout d'éléments d'alliages, substitutionnels surtout, devrait tendre à augmenter l'énergie d'activation, comme ce qui a été constaté par Medina et Hernandez (1996). Cependant, Wei et al. (2014) avait observé la même décroissance d'énergie d'activation apparente avec l'augmentation de la proportion de carbone dans la composition chimique de plusieurs aciers faiblement alliés, comme discuté en partie 1.2.4 du Chapitre I. À l'inverse de l'énergie apparente d'activation, à vitesse de déformation de 0,1 s<sup>-1</sup>, la température d'apparition de la recristallisation augmente de 200°C. Il apparaît donc que l'influence des éléments d'alliage sur l'énergie d'activation apparente de recristallisation n'est pas totalement identifiée. En

effet, la diminution de l'énergie d'activation apparente avec l'ajout d'éléments d'alliage devrait signifier que dans le cas d'aciers inoxydables, celle-ci serait faible. Or, des études récentes démontrent que l'énergie d'activation apparente est plus élevée que dans le cas d'aciers faiblement alliés, alors que la recristallisation dynamique s'opère sous des paramètres de Zener-Hollomon faibles (Han et al., 2015). McQueen et Ryan (2002) avaient reporté que l'énergie d'activation est dite apparente car elle dépend non seulement de plusieurs facteurs dont la composition chimique, mais aussi de la microstructure.

### 3.7.3 Cinétiques de recristallisation

Le tableau 3.13 répertorie les compositions chimiques ainsi que les paramètres du modèle de cinétique de recristallisation d'Avrami pour deux aciers faiblement alliés ainsi que pour l'acier AISI 4330 allié au nickel étudié (Zhang et al., 2016a; Zhu et al., 2015). Malgré les compositions chimiques sensiblement différentes, il est possible d'extraire de ces données des analyses quant à l'influence du nickel sur la cinétique de recristallisation.

Tableau 3.13 Influence du nickel sur les cinétiques de recristallisation (adapté de Bitterlin et al., 2018)

Nuance d'acier	Ref.	Composition (%.mass.)				Constante d'Avrami k	Exposant d'Avrami $n_{DRX}$	Énergie d'activation apparente $Q_{act}$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	T°C app. DRX ( $\dot{\epsilon}=0,1$ s <sup>-1</sup> )	Déf. Init. DRX à $\dot{\epsilon}=0,1$ s <sup>-1</sup> et T=1150°C
		C	Ni	Cr	Microall.					
Cr-Ni-Mo-Nb	Zhu et al. (2015)	0,52	0,72	1,92	Nb = 0,036	0,62	1,84	386,06	1000	0,1
34CrNiMo	Zhang et al. (2016a)	0,36	1,64	1,67	-	0,695	1,897	347	950	0,2
AISI 4330 mod.	Présente	0,33	2,89	1,08	V = 0,063	0,5504	4,1798	367,927	1100	0,3

Il peut être constaté que l'ajout d'éléments d'alliage tend à augmenter la température d'apparition de la recristallisation et/ou la déformation d'initiation de la recristallisation dynamique dans des conditions données. Plus précisément, le niobium joue un rôle dans la réduction de la cinétique de germination, comme l'indique la valeur de k plus faible pour l'acier Cr-Ni-Mo-Nb que dans le cas de l'acier 34CrNiMo exempt d'éléments microalliés

(Zhang et al., 2016a; Zhu et al., 2015). Cet effet est en accord avec la littérature. Comme explicité en Chapitre I, Akben, Bacroix et Jonas (1983) avaient déterminé que le niobium a un pouvoir dix fois supérieur au vanadium sur le retard de la recristallisation. En effet, l'influence du vanadium est négligeable dans le cas de l'acier AISI 4330 allié au nickel. L'ajout de ce dernier à hauteur de 2,89% massique réduit de façon plus importante la constante d'Avrami, indiquant que le nickel possède un fort effet réducteur sur la cinétique de germination. Cette influence se retrouve dans les températures plus hautes d'apparition de recristallisation dynamique, ainsi que la déformation critique d'initiation de la recristallisation, comparé aux aciers avec une proportion de nickel plus faible.

Enfin, le mode de croissance lors de la recristallisation a été modifié par l'ajout de nickel : l'exposant  $n_{DRX}$  passant de valeurs proches de 2 à environ 4, la germination est passée d'un mode de saturation aux joints de grains à une croissance constante, indiquant que malgré le ralentissement du taux de germination, celui-ci reste constante dans le matériau (Doherty, 1996).

### **3.7.4 Influence du nickel sur l'énergie de défauts d'empilement**

Les mécanismes d'adoucissement dynamiques tels que la recristallisation sont dépendants de l'énergie nécessaire à la réorganisation des dislocations au sein du matériau. Les défauts d'empilement jouent un rôle essentiel dans l'accumulation de dislocations, et donc dans l'initiation de la recristallisation dynamique. L'énergie de défaut d'empilement du fer pur est de  $-390 \text{ mJ.m}^{-2}$ . Avec l'ajout de 4% massique de nickel, elle atteint  $150 \text{ mJ.m}^{-2}$ , ce qui représente une augmentation plus importante qu'avec un ajout en proportion similaire de chrome ( $30 \text{ mJ.m}^{-2}$ ) ou de manganèse ( $20 \text{ mJ.m}^{-2}$ ) (Limmer et al., 2015). De fait, l'augmentation drastique de cette énergie implique qu'une déformation plus importante est requise pour initier la recristallisation dynamique sous des conditions expérimentales similaires. La présence d'autres éléments chimiques dans la composition de l'acier peut modifier le niveau d'énergie de défauts d'empilement. Afin d'étudier la variation de cette énergie, des simulations sur JMatPro ont été effectuées, prenant en compte la composition chimique nominale détaillée en tableau 2.3 du Chapitre II, la température d'austénitisation

considérée étant 1250°C pour se corrélérer au cycle thermique opéré sur les lingots à Finkl Steel®. Le logiciel est largement utilisé pour sa capacité de modélisation des propriétés mécaniques des matériaux métalliques, et possède une approche lui permettant d'obtenir des résultats possédant une bonne corrélation avec des valeurs expérimentales (Saunders et al., 2003).

Tout d'abord, l'énergie de défaut d'empilement de la composition nominale a été calculée à l'aide du logiciel. Par la suite, les proportions en nickel, chrome, cuivre, vanadium, molybdène et carbone ont été réduites afin de pouvoir construire un graphique relatif à l'influence de ces éléments sur l'énergie de défaut d'empilement de l'acier étudié.

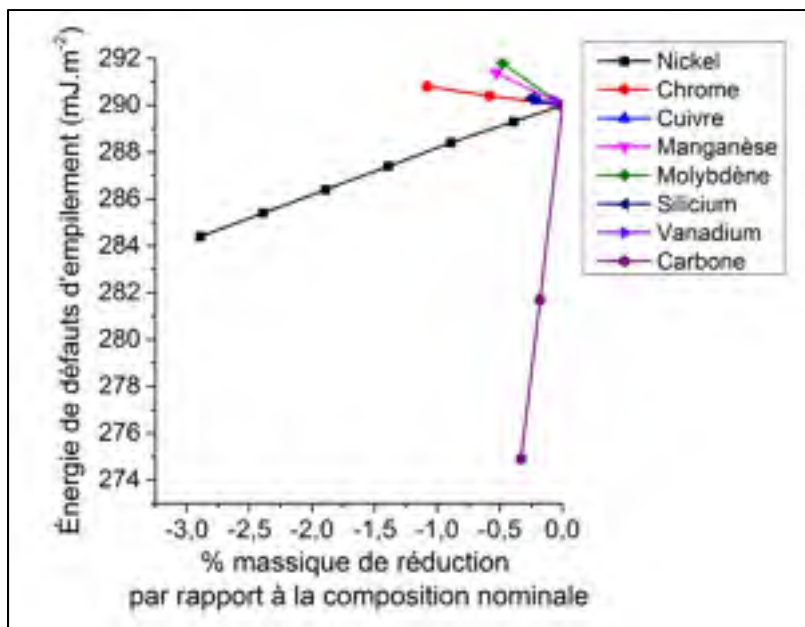


Figure 3.28 Simulation JMatPro® de l'énergie de défaut d'empilement en fonction de la composition chimique massique de l'acier AISI 4330 modifié au nickel, à 1150°C

La figure 3.28 est une représentation graphique de la variation de l'énergie de défaut d'empilement de l'acier AISI 4330 allié au nickel à 1150°C. Avec une composition massique nominale, l'énergie de défauts d'empilement atteint 290 mJ.m<sup>-2</sup> à 1150°C. Les seules diminutions d'énergie ont été constatées avec la réduction de nickel et de carbone dans la composition massique de l'acier, sous-entendant que leur ajout tend à augmenter l'énergie de

défauts d'empilement. À l'inverse, l'ajout de cuivre, molybdène, manganèse, silicium et vanadium tend à diminuer cette énergie. Enfin, il a été constaté que l'ajout de chrome a un effet négligeable sur l'énergie de défauts d'empilement, celle-ci reste relativement constante même avec le retrait de 1% de cet élément. Les variations de l'énergie de défauts d'empilement restent de mêmes ordres de grandeurs à d'autres températures. Malgré les effets non négligeables d'éléments tels que le molybdène et le manganèse, ceux-ci restent faibles comparés au nickel en raison de leurs proportions plus faibles relativement à celles du nickel. Dès lors, en omettant l'impact du carbone, le nickel reste l'élément ayant le plus d'influence sur l'énergie de défauts d'empilement.

### **3.8 Résumé et conclusions**

L'augmentation de la température d'apparition de la recristallisation dynamique avec l'ajout de nickel (tableau 3.12) contraste avec la diminution de l'énergie apparente d'activation. Cependant, cette diminution est en accord avec les précédents résultats sur l'influence du carbone (Mead et Birchenall, 1956; Medina et Hernandez, 1996; Sakai et Ohashi, 1981; Serajzadeh et Taheri, 2002; Wei et al., 2014). L'équation 1.5 permettant de déterminer l'énergie apparente d'activation explicite que la valeur de celle-ci dépend essentiellement de  $n$ , dans une moindre mesure de  $\alpha$ . Malgré une valeur du coefficient de contrainte  $\alpha$  élevée, la valeur de  $n$  diminue de moitié avec l'ajout de 2,89% massique de nickel, impliquant de fait une diminution de la valeur de l'énergie apparente d'activation de 25%.

Par ailleurs, l'étude de la cinétique de recristallisation a permis de mettre en avant que la cinétique de germination a été réduite avec l'ajout de 2,89% massique de nickel. La constante d'Avrami déterminée pour l'acier AISI 4330 est plus faible que pour des aciers présentant une proportion plus faible en nickel. Cette baisse de la constante d'Avrami – régissant la germination et la croissance de nouveaux grains – est liée principalement à l'augmentation de l'énergie des défauts d'empilement.

L'ajout de certains éléments d'alliages augmente cette énergie, comme ce qui a été constaté par plusieurs auteurs et après analyse des simulations JMatPro® (figure 3.28). Spécifiquement, l'ajout de 2,89% de nickel reste la principale cause d'augmentation de l'énergie de défauts d'empilement après l'ajout de carbone, ce qui a pour conséquence de ralentir le mouvement

des dislocations, et donc des cinétiques de recristallisation (Pickering, 1992). Expérimentalement, ceci se traduit par une température d'apparition de la recristallisation dynamique plus élevée et un niveau de contrainte plus élevée dans des conditions de déformation équivalentes (tableau 3.13). Ceci rend l'acier particulièrement sensible à la vitesse de déformation comme ce qui a été démontré dans les parties 3.5 et 3.7.1. Ces résultats sont cohérents avec les études précédentes de Sajadifar, Ketabchi et Nourani (2010) et Sajadifar et al. (2013) concernant les aciers AISI 4130 et AISI 4340, respectivement.

En effet, ces derniers ont noté que la sensibilité à la vitesse de déformation était autour de 0,12, et observaient un adoucissement sur les courbes de contrainte déformation dès 900°C à des vitesses de déformation entre 0,001 s<sup>-1</sup> et 1 s<sup>-1</sup>. Dès lors, il apparaît évident que la gamme expérimentale d'apparition de recristallisation dynamique est plus étendue que pour l'acier AISI 4330 allié au nickel, et que leurs sensibilités à la vitesse de déformation soient plus faibles que dans ce dernier (figure 3.26).

Une analyse de l'énergie de défaut d'empilement en fonction de la composition chimique massive de l'acier AISI 4330 (partie 3.7.4) démontre que le nickel est l'élément possédant le plus d'influence après le carbone, en moindre proportion dans le cas présent. L'augmentation de la SFE avec l'ajout de nickel constitue la base fondamentale des effets observés sur l'énergie d'activation apparente calculée à l'aide du modèle de Zener-Hollomon en partie 3.7.2, ainsi que sur le décalage de l'apparition de la recristallisation dynamique explicité à l'aide du modèle d'Arrhenius en partie 3.7.3.

Tous ces résultats confirment bien que la fissuration observé sur l'acier AISI 4330 modifié au nickel forgé trouve sa source dans les paramètres de forgeage. En effet, une différence de température à la surface du lingot – que ce soit dû à sa géométrie (angles, arrêtes) ou à une hétérogénéité de répartition de la température – conduit à une variation de la sensibilité à la vitesse de déformation, et donc à une modification de la réponse mécanique locale du matériau. Dès lors, la différence de réponse mécanique amène à une rupture dans la zone la plus ductile, i.e. dans la zone de recristallisation. Les résultats et analyses du Chapitre III ont été incorporé dans un article publié en presse spécialisée, et disponible en ANNEXE II (Bitterlin et al., 2018).



Cependant, l'étude sur la révélation de la microstructure à partir des différents attaques chimiques a permis de mettre en avant que les joints de grains sont difficilement identifiables. Ceux-ci apparaissent très sporadiquement à fort grossissement, leur finesse ne permet pas un bon contraste dû à la topographie accidentée de la structure bainitique. Dès lors, l'étude de la taille de grains reste incomplète et serait soumise à une perspective.

Par ailleurs, il apparaît que l'étude de l'énergie d'activation apparente de recristallisation n'a pas été complète. Il a été démontré que les différentes études portant à ce sujet, corrélées avec les résultats de la présente analyse, ne permettent pas de conclure définitivement sur l'influence des éléments d'alliage sur celle-ci. Certains auteurs ont cependant notifié que parce qu'elle est définie comme apparente, elle est donc non seulement soumise au taux d'éléments d'alliages présent dans le matériau étudié, mais dépend aussi de la microstructure observée. Dès lors, seule une tendance a été observée, mais l'étude principale s'est axée sur les paramètres du modèle de Zener-Hollomon relatifs à la forgeabilité du matériau.

## CONCLUSIONS

Dans la première partie de cette étude, la revue de littérature a permis de mettre en avant les principaux paramètres régissant la réponse d'un acier à une sollicitation thermomécanique, ainsi que les différents modèles permettant de caractériser la réponse mécanique d'un matériau à une déformation à chaud. De cet état de l'art ont pu être extraits les modèles qui ont été utilisés pour l'analyse des résultats. Cependant, il a pu être observé qu'il n'existe que peu de documentation disponible quant à l'influence du nickel sur les mécanismes dynamiques pouvant apparaître lors d'une déformation à chaud d'un acier faiblement allié. Si des tendances ont été observées, certaines d'entre elles restent contradictoires suivant les études précédemment menées, et restent donc soumises à discussions.

La méthodologie expérimentale du Chapitre II a indiqué les valeurs des paramètres de déformation considérés, ainsi que les matériaux et matériels utilisés, après avoir décrit la méthodologie d'analyse ayant conduit à la présente étude. Le plan d'expérience généré a compris une large gamme de températures et de vitesses de déformations, déterminées par les analyses de chartes de forgeage ainsi que des analyses réalisées à la presse hydraulique de forgeage.

Les résultats expérimentaux et les modélisations contenus dans le Chapitre III ont montré que les modèles analytiques utilisés étaient viables pour l'acier AISI 4330 modifié au nickel, avec des indices de confiance proches de ceux référés dans la littérature. Cela justifie le choix des modèles et de la méthodologie utilisée dans la présente étude. Les analyses des constantes des équations constitutives ont montré que l'acier AISI 4330 allié au nickel était sensible à la vitesse de déformation, et ce, dans toute la gamme de températures testées. Ces résultats ont été confirmés par la diminution de la valeur de la constante régissant la germination et la croissance de nouveaux grains dans le modèle de cinétique de recristallisation. Une analyse de l'énergie de défaut d'empilement démontre que le nickel est le principal élément augmentant cette énergie. Ces données indiquent que le nickel serait à l'origine d'un ralentissement de la recristallisation dynamique, et donc à une forgeabilité moindre. Les études comparatives avec des nuances plus pauvres en nickel montrent que l'ajout de l'élément tend à diminuer l'énergie d'activation apparente. Cet effet est similaire à celui

observé avec le carbone. Dès lors, il peut être conclu que l'augmentation de la teneur en nickel dans les aciers faiblement alliés et microalliés tendent vers une sensibilité accrue de l'acier à la vitesse de déformation et donc, à la température. Il apparaît évident que les variations de température à la surface d'un lingot lors de sa mise en forme peuvent induire de grandes différences de réponse mécanique du matériau, et peuvent donc conduire à de la fissuration à chaud.

D'un point de vue microstructural, l'état de l'art comprend peu de données concernant la révélation des joints de grains des aciers faiblement alliés forgés à structure bainitique. Dans la présente étude, trois réactifs chimiques ont été testés, cependant aucun n'a pu révéler de façon efficace les joints de grains, et leur retraçage fut nécessaire. Il a pu être constaté que cette difficulté n'intervient pas dans le cas d'un acier de composition chimique similaire traité thermiquement, et que celle-ci, malgré des technologies d'analyses poussées utilisées, reste toujours importante.

La présente étude a donc pu d'une part répondre à un problème majeur industriel, en plus de compléter la quantité d'informations quant à l'acier AISI 4330 allié au nickel, ses propriétés mécaniques et son comportement à chaud.



## CONTRIBUTIONS SCIENTIFIQUES

La présente étude a permis de générer plusieurs données importantes :

- Le modèle d'équations constitutives de l'acier AISI 4330 modifié au nickel a pu être déterminé. Celui-ci était inexistant dans la littérature.
- La cinétique de recristallisation dynamique de l'acier AISI 4330 modifié au nickel. Celle-ci n'avait pas été abordée dans la littérature existante.
- La forgeabilité de l'acier AISI 4330 modifié au nickel a pu être déterminée, et par celle-ci l'influence du nickel sur les mécanismes dynamiques lors du forgeage libre de cet acier a pu être déduite.
- La révélation des joints de grains dans les aciers faiblement alliés microalliés forgés. Malgré que celle-ci ne fût pas complète, l'essai de plusieurs réactifs chimiques prévus à cet usage a permis de compléter le peu d'informations disponibles concernant cette analyse.

Les résultats générés lors de la présente étude furent publiés sous la forme de deux articles, le premier ayant permis une première approche du phénomène de fissuration à chaud dans un acier faiblement allié au nickel (ANNEXE I), le second étant le corps de la présente étude (ANNEXE II).

## RECOMMANDATIONS

La présente étude a permis de mettre en avant la forgeabilité moindre de l'acier AISI 4330 modifié au nickel. La gamme de température et de vitesse de déformation sous lesquelles la recristallisation dynamique apparaît est plus réduite que dans des aciers faiblement alliés donc la teneur en nickel est moindre, voire inexistante. Il a été observé que des valeurs critiques d'apparition de la recristallisation de ces deux paramètres existent, et peuvent conduire à des contraintes surfaciques entre une zone favorisant la recristallisation dynamique et une autre uniquement la restauration.

Le premier mécanisme dynamique est préférable pour le forgeage : la diminution de la contrainte dans le matériau ainsi que des grains équiaxes nouvellement créés permet de continuer les étapes de forgeage du lingot. Par contrainte industrielle, il ne peut pas être proposé d'augmenter la température de forgeage. En effet, les fours de chauffe avant forgeage contiennent plusieurs nuances afin d'optimiser le coût énergétique de telles installations. Il n'est donc pas envisageable de modifier la température de consigne sous peine de modifier le forgeage des autres lingots présents dans le four, et d'augmenter les frais relatifs au fonctionnement de l'installation.

Il serait donc recommandé de réduire la gamme de vitesse de la presse afin de favoriser l'apparition de la recristallisation dynamique, et ce, même lorsque le lingot refroidit au fur et à mesure du forgeage. Malgré que cela implique de rallonger la durée d'une étape de forgeage et donc le processus de mise en forme entier de l'acier AISI 4330 modifié au nickel, ceci permettrait une uniformisation des mécanismes à chaud à la surface du lingot forgé, et donc, d'éviter au maximum l'apparition de la restauration dynamique et par conséquent la probabilité de fissuration à chaud.

## CHAPITRE 4

### PERSPECTIVES DE L'ÉTUDE

#### 4.1 Microstructure et taille de grains

Comme explicité en parties 2.4.2, 3.1.2 et 3.1.3, la révélation des joints de grains dans une structure préformée bainitique est peu documentée et délicate. Il est connu que ces aciers possèdent une réaction très limitée avec les attaques chimiques conventionnelles (García de Andrés et al., 2002). Malgré que la grande majorité des études s'étant axé sur des aciers faiblement alliés bainitiques indique que des traitements thermiques ont été réalisés avant ou après les essais thermomécaniques (Bitterlin et al., 2016; Bruemmer, 1986; García de Andrés et al., 2001; Han et al., 2018; Liu et al., 2013; Mangonon, 1980; Polyzois et Bassim, 2015; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2011), les structures préformées ne sont du reste pas analysées. Les auteurs ont considéré des structures ayant subi des traitements de trempe et de revenus. Dès lors, non seulement la taille de grains initiale ou après déformation est modifiée, mais la densité de dislocations est réduite. Ces deux paramètres sont non quantifiés, et il en résulte une analyse basée sur une microstructure différente de celle après déformation.

Quelques auteurs ont documenté la révélation des joints de grains des aciers de type NiCrMoV à l'aide d'attaques chimiques principalement dérivés de l'acide picrique à chaud, ou de traitement dits de « thermal etching » (García de Andrés et al., 2001; García de Andrés et al., 2002; Liu et al., 2013). Cette dernière technique consiste en l'oxydation des joints de grains à haute température durant un court temps (généralement de 1 à 5 minutes), puis à une attaque chimique, souvent de l'acide picrique à chaud (García de Andrés et al., 2002). Cependant, malgré l'efficacité relative de son application sur des aciers moyens carbone faiblement alliés et microalliés, ce traitement thermochimique comporte des risques de modification de la morphologie et de la taille des joints de grains. En effet, par l'application d'un chauffage au-dessus des lignes de transformations  $A_1$  et  $A_3$ , les joints de grains primaires d'austénite tendent à se mouvoir, comme l'a explicité García de Andrés et al.

(2002). Le mouvement des joints de grains laisse une empreinte sur la microstructure après thermal etching, comme ce qui est visible en figure 4.1 (García de Andrés et al., 2002).

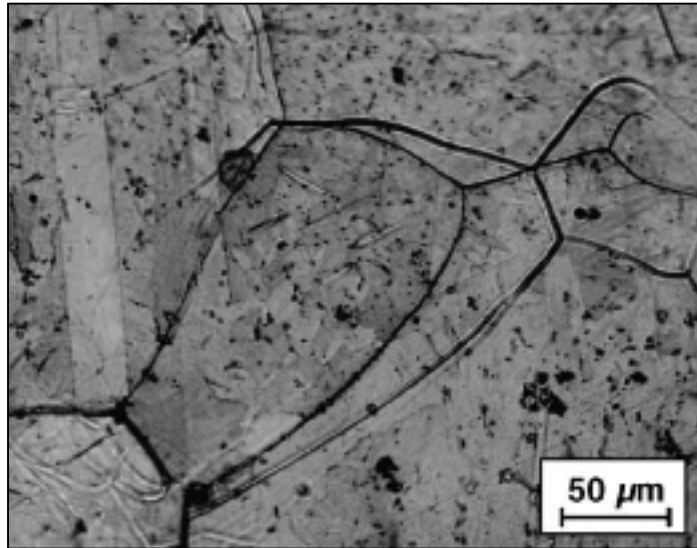


Figure 4.1 Mouvement des joints de grains observés après thermal etching sur un acier faiblement allié microallié (García de Andrés et al., 2002)

Dès lors, la détermination de la taille de grains est soumise à caution car le mouvement des joints de grains indique que cette taille a été modifiée par le traitement appliqué. Les conditions de thermal etching dépendent de la composition chimique de l'acier ainsi que de son historique thermomécanique. Par ailleurs, il semble que l'efficacité de l'acide picrique à chaud sur la microstructure soit fonction de la proportion d'éléments tel que le phosphore aux joints de grains (Bruemmer, 1986). Or, les aciers issus de Finkl Steel® possèdent une teneur en cet élément très faible, comme ce qui a pu être constaté dans la composition chimique de l'acier AISI 4330 allié au nickel. Une étude approfondie de faisabilité du thermal etching serait donc à envisager pour cet acier.

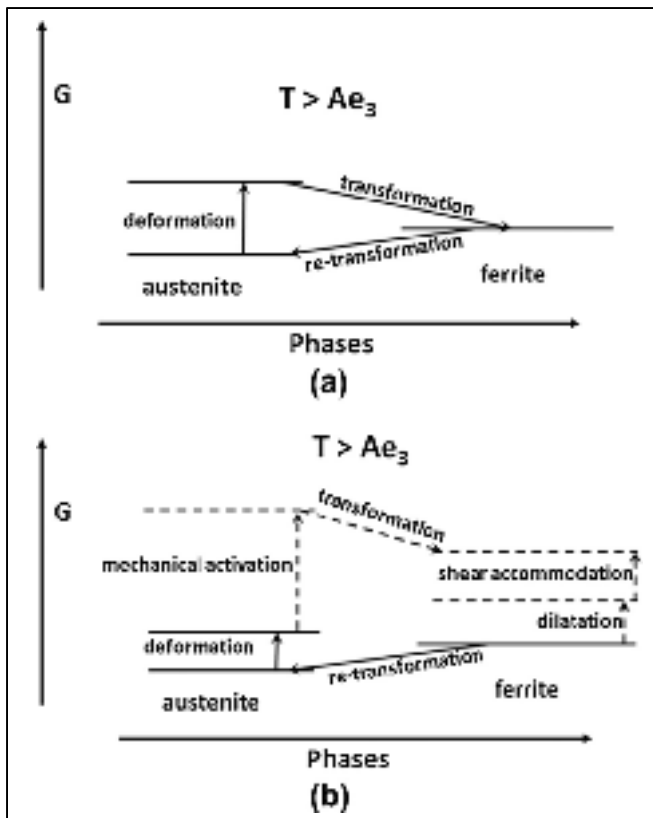


## 4.2 Transformation dynamique

Dans cette étude, le mécanisme de recristallisation dynamique de l'acier AISI 4330 modifié au nickel a largement été discuté. Cependant, plusieurs auteurs ont pu constater dans la présence d'un mécanisme dynamique sous-jacent à la recristallisation, il s'agit de la transformation dynamique (Jonas, Ghosh et Basabe, 2013; Jonas et al., 2013; Quelennec et Jonas, 2012). Selon la composition de l'acier et sa température de déformation, la quantité d'énergie emmagasinée par le matériau peut être réduite par – de façon simultanée avec une recristallisation dynamique ou non – transformation de l'austénite en ferrite, induisant une dilatation et une accommodation de la maille de l'acier, qui est schématisée en Figure 4.2 (Jonas et Ghosh, 2013). Cette transformation apparaît notamment dans les aciers alliés au manganèse ou des éléments microalliés tels que le titane, et notamment le niobium (Jonas, Ghosh et Basabe, 2013; Jonas et al., 2013; Quelennec et Jonas, 2012). Il apparaît que l'activation de la transformation dynamique au sein d'un acier en domaine austénitique amène la formation d'une ferrite dite de Widmanstätten, c'est-à-dire, d'une ferrite aciculaire généralement située aux joints de grains, et associée à un traitement thermique trop drastique (Barralis et Maeder, 2007). La formation de ferrite aciculaire sous ces conditions dynamique n'est cependant pas stable, aussi, une transformation inverse se produit, toujours dans un mécanisme physique d'abaissement de l'énergie libre du système (Jonas et Ghosh, 2013). Cependant, il a été remarqué que comparativement à la transformation ferritique, la transformation inverse est beaucoup plus lente. En effet, la dilatation créée par la formation de ferrite a généré des contraintes au sein de la maille cristallographique, ralentissant la transformation inverse (Jonas et Ghosh, 2013).

L'analyse de ce mécanisme peut être réalisé par l'utilisation du même modèle que celui explicité dans la présente étude pour la recristallisation dynamique : en effet, il est possible d'isoler les points caractéristiques de début de transformation dynamique par la méthode de double dérivée, comme présentée en Figure 4.3 (Jonas et al., 2013). Les auteurs ont précisé que la seconde dérivée présenterait deux minima dans le cas de la transformation dynamique : le premier serait le début de la transformation, le pic de la dérivée correspondrait à un ralentissement de celle-ci, avant que le deuxième minima de la courbe

soit le début de la recristallisation dynamique. Ceci impliquerait que l'énergie de transformation dynamique serait moindre que celle de la recristallisation, et donc la favoriserait sous une sollicitation thermomécanique dans certaines conditions (Jonas et al., 2013).



Par ailleurs, la caractérisation microstructurale est indispensable pour l'identification de la transformation dynamique. Celle-ci passe par un équipement de haute précision : la dimension de la ferrite transformée n'excède pas quelques micromètres. Aussi, l'utilisation d'un microscope électronique à balayage (MEB) couplé avec un appareil de mesure permettant l'identification des phases est nécessaire.

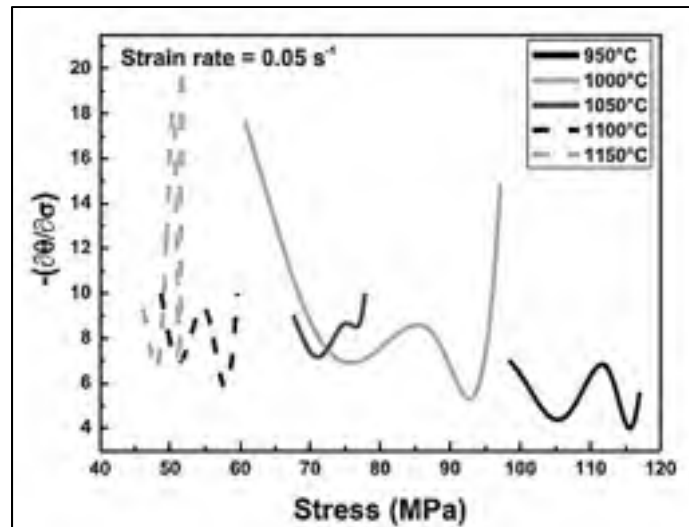


Figure 4.3 Méthode de double dérivée avec deux minima, présence de transformation dynamique (Jonas et al., 2013)

L'analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés, ou « Electron Backscatter Diffraction » (EBSD), consiste à identifier l'orientation cristallographique des phases en présence dans un métal, par la diffraction des électrons rétrodiffusés (Wright, Nowell et Field, 2011).

Les joints de grains recristallisés possèdent une orientation cristallographique permettant de se démarquer des orientations des dislocations présentes dans le matériau. Ainsi, une cartographie de ces orientations et leur catégorisation entre grands angles (supérieurs à  $15^\circ$ ) et les faibles angles (inférieurs à  $5^\circ$ ) permet de pouvoir révéler les joints de grains dans la microstructure dans des conditions sous lesquelles une attaque chimique n'est pas concluante (Wright, Nowell et Field, 2011).

Cependant, l'analyse de la microstructure par EBSD demande une bonne préparation de surface, pouvant requérir des techniques électrochimiques à un polissage manuel, même à fort grade (Wright, Nowell et Field, 2011).

Chadha et al. (2017) avaient réalisé une étude sur un acier 42CrMo (AISI 4140) as-cast, dont la microstructure par attaque chimique conventionnelle ne permettait pas l'observation autre que les dendrites de solidification. Dès lors, les auteurs à l'aide de l'EBSD ont pu être en mesure d'analyser les joints de grains ainsi que de justifier les mécanismes dynamiques mis en jeu durant les déformations à hautes températures de l'acier. En effet, l'analyse des

désorientations dues à la recristallisation et à la réorganisation de la sous-structure a permis de démontrer que la température et la vitesse de déformation influençaient les mécanismes mis en jeu dans l'acier étudié (Chadha et al., 2017).

### 4.3 Essais de déformation sur structure as-cast

L'état microstructural du matériau influe sur l'énergie d'activation de recristallisation. Les courbes tracées par Chadha et al. (2017) et de Lin, Chen et Zhong (2008) en figure 4.4 permettent de constater que les niveaux d'énergie d'activation et sa variation en fonction de la déformation appliquée sont différents pour un acier 42CrMo (AISI 4140). Dans le premier cas, les échantillons déformés sont issus d'une coulée en lingotière, la microstructure est dendritique. Dans le deuxième cas, les échantillons proviennent d'une coulée commerciale, donc traitée thermiquement. Sous ces conditions, la structure est granulaire.

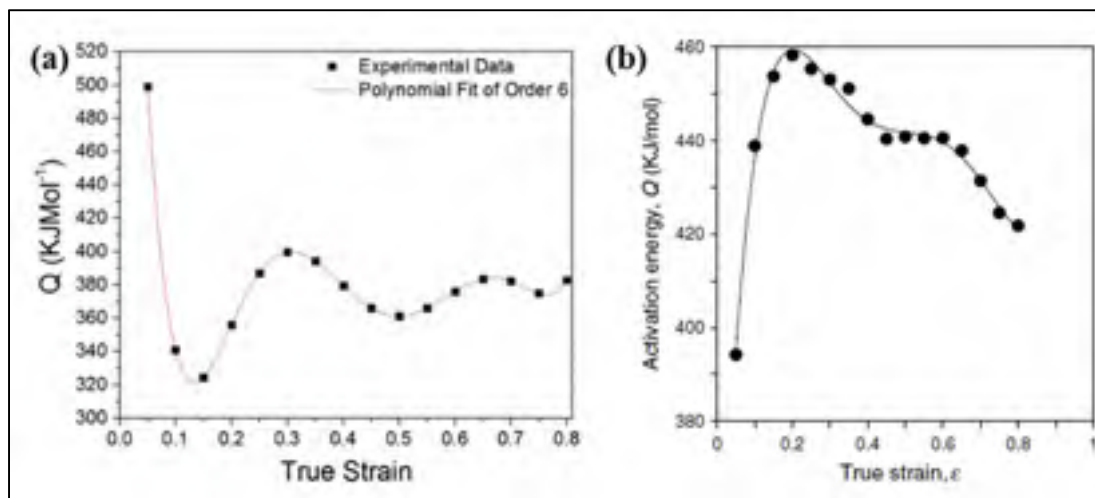


Figure 4.4 Énergie d'activation d'un acier AISI 4140 (a) as-cast et (b) traité thermiquement (Chadha et al., 2017; Lin, Chen et Zhong, 2008)

Dans le cas de l'acier as-cast étudié par Chadha et al. (2017) (Fig. 4.4a), il apparaît que l'énergie d'abord de  $500 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  à basse déformation décroît fortement, puis se stabilise dans une gamme de  $360\text{-}400 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ . L'évolution de l'énergie d'activation issue de l'étude de Lin, Chen et Zhong (2008) (Fig. 4.4b) sur une coulée continue présente une tendance

inversée en début de déformation : l'énergie augmente jusqu'à  $460 \text{ kJ.mol}^{-1}$  avant de décroître progressivement jusqu'à  $420 \text{ kJ.mol}^{-1}$ . Il semble donc que dans un état traité thermiquement, l'énergie d'activation apparente soit plus élevée que dans le cas d'une structure de coulée. Spécifiquement, l'énergie est supérieure de  $100 \text{ kJ.mol}^{-1}$  que dans le cas d'une coulée en lingotière, soit une augmentation d'environ 27%. Ce changement de niveau d'énergie d'activation peut modifier la plage de température d'apparition de la recristallisation ainsi que le comportement mécanique du matériau.

Ainsi la réponse d'un matériau à une sollicitation thermomécanique peut varier suivant son état microstructural et la méthode de mise en forme de celui-ci. De fait, de manière similaire aux études de Chadha et al. (2017) et Lin, Chen et Zhong (2008); l'étude d'un acier suivant deux conditions microstructurales – après coulée et après une première passe de forgeage - permettrait une meilleure compréhension du comportement à chaud du matériau, et ainsi le contrôle voire l'optimisation de toutes les étapes du processus de forgeage.

#### **4.4 Modèle de sensibilité à la vitesse de déformation**

L'étude et l'utilisation du modèle de sensibilité à la vitesse de déformation développé par Montheillet et Jonas (1996) a permis de montrer ses limites. En effet, aucune information n'est disponible sur la composition chimique exacte de l'acier, des alliages de cuivre et d'aluminium testés. Or, il a pu être constaté dans la présente que le comportement de l'acier AISI 4330 modifié au nickel diffère sensiblement de l'acier utilisé par Montheillet et Jonas. Par ailleurs, l'étude de la sensibilité à la vitesse de déformation de l'acier au nickel incorporait les données de Sajadifar, Ketabchi et Nourani (2011) et Sajadifar et al. (2013) à titre comparatif. Par extension, il a pu être observé que les données concernant la sensibilité à la vitesse de déformation des aciers étudiés diffèrent des données d'acier de Montheillet et Jonas (1996).

Dès lors, une perspective de ces observations serait la création d'une courbe basée sur le modèle développé par Montheillet et Jonas (1996) pour chaque type d'alliage. En effet, une base de donnée conséquente existe sur le comportement mécanique à chaud d'aciers et

d'autres alliages par le modèle de Zener-Hollomon, comme ce qui a été démontré dans la présente étude.

Enfin, la modélisation par une simple courbe de la sensibilité à la vitesse de déformation réduirait le coefficient de corrélation de données expérimentales et du modèle créé. Dès lors, il serait bon d'envisager la modélisation par bande, à l'instar des bandes d'essais Jominy, afin de prendre en compte les possibles dérivations des points expérimentaux.

## ANNEXE I

### CRACKING MECHANISMS IN LARGE SIZE INGOTS OF HIGH NICKEL CONTENT LOW ALLOYED STEELS

Matthieu Bitterlin <sup>a\*</sup> (matthieubitterlin@gmail.com), Abdelhalim Loucif <sup>a</sup>, Nicolas Charbonnier <sup>a</sup>, Mohammad Jahazi <sup>a</sup>, Louis-Philippe Lapierre-Boire <sup>b</sup>, Jean-Benoît Morin <sup>b</sup>

<sup>a</sup> École de technologie supérieure, Département de Génie Mécanique, 1100, rue Notre-Dame Ouest Montréal, QC, H3C 1K3, Canada

<sup>b</sup> Sorel Forge Inc., 100 McCarthy, Saint-Joseph-de-Sorel, QC, J3R 3M8, Canada

(Received 3 March 2016, Received in revised form 11 May 2016, Accepted 19 May 2016,  
Available online 20 May 2016 on Engineering Failure Analysis)

#### **Abstract**

This study is focused on determining the possible root causes for cracking after open die forging of large size ingots made of high nickel medium carbon low alloy steels. Optical and scanning electron microscopies as well as Energy Dispersion Spectroscopy (EDS) were used to examine the microstructure of the samples taken out of a cracked forged ingot. The large size of the samples permitted to investigate microstructure at different locations at the surface and in depth. Chemical analysis revealed chromium and oxygen enrichment at the grain boundaries. Grain size measurement indicated clear differences between “clean” surface zones and cracked ones, and between surface and in depth regions. The analyses indicated that fracture phenomena may be due to abnormal grain size which promotes oxide penetration into grain boundaries, resulting in their embrittlement and cracking upon cooling.

Keywords: cracks, intergranular oxidation, microalloyed steel, abnormal grain growth.

## 1) Introduction

High-strength low alloy (HSLA) microalloyed steels are used in petrochemical industry, principally as pipes and equipment needed to dig cores in the ground to extract bituminous soil (Lee et al., 2002; Narimani et al., 2015). Conditions of extraction require high mechanical properties such as hardness, toughness, and good wear resistance that can be obtained by using medium carbon low alloyed steels which, in addition to elements under 0.1 wt.% such as vanadium, niobium or titanium, contain nickel and chromium amounts of about 2 wt.% (Bhadeshia et Honeycombe, 2006). These steels are formed by ingot casting followed by multiple open-die forging passes at temperatures above 1000°C. Such steels have good hardenability, air cooling after forging and tempering produces a bainitic microstructure through the thickness of the forged ingot. Following the forging process, normalizing, quenching and tempering operations produce a complex microstructure composed of tempered martensite and bainite as well as various types of carbides (Bhadeshia et Honeycombe, 2006).

In recent years, industrial demands for large size ingots have increased continuously. One of the challenges in forging of large size ingots is the occurrence of cracking phenomena which have been observed during the forging process or during the post forge heat treatment operations (Becker et Shipley, 1985, 2002). Such failures can be the result of different mechanisms, such as segregation, precipitates and/or abnormal large grain size.

Segregation can lead to some discontinuities of properties in the microstructure and therefore of forgeability, due to local compositional changes (Connolly, Paules et DeArdo, 2015; Penha et al., 2015). Barella et al. (2014) reported that in NiCrMoV steel segregated and banded microstructures modify the austenite grain size, resulting in increased sensitivity to brittleness of the alloy. The extent of the segregation phenomena increases in large steels ingots of highly alloyed steels and is not eliminated during reheating and/or forging operations (Nadella et al., 2008; Pickering, 2013; Wu et al., 2013). Many cases of failure and debits in mechanical properties are the result of the formation of secondary phases, such as sulfides at grain boundaries (Abdollah-zadeh et Belbasy, 2005; Becker et Shipley, 1985, 2002; Mukhopadhyay et al., 2015; Shant et al., 2013). For instance, it is well known that MnS particles are a main source of cracking in steels, since they are formed at grain



boundaries and can impact both transverse and longitudinal toughness of steels (Becker et Shipley, 1985, 2002). Thus, controlling the formation and shape of sulfides is important in order to minimize their influence on mechanical properties. This is generally achieved by adding silicon or calcium during casting (Becker et Shipley, 1985, 2002; Blais et al., 1997). Likewise, grain size has a direct impact on toughness. Abnormal large grains have smaller grain boundary length and fewer triple points when compared to small grain microstructures. This implies high ductility of the alloy but diminishes the resistance of the steel to impact or stress and can be source of cracking, whether during forging heat treatment processes (Becker et Shipley, 1985, 2002; Blais et al., 1997). On the other hand, it has been reported that during hot compression of NiCrMoV medium carbon steels dynamic recrystallization may takes place which brings grain refinement to the structure (Chen, Cui et Chen, 2011; Chen et al., 2012; Mirzaee et al., 2012). It has been also reported that dynamic precipitation, notably of carbonitrides may also occur, hindering the occurrence of abnormal grain growth (Mirzaee et al., 2012). Therefore the presence of abnormal large grain size in such steels is not generally expected during the forging process.

However, recent studies report failures in medium carbon microalloyed steels containing chromium and nickel in proportions up to 2 wt.%. Specifically, Barsom (2009) reported cracking in forged AISI 4340 steel and associated it to overheating and incipient melting at grain boundaries. He et al. (2013) reported a similar finding in NiCrMoV steel, but concluded that cracking was caused by heavy deformation ratio and high strain rates employed during the forging process. The formation of silicon and iron oxides at the interface of the oxide layer and the steel (fayalite) has been also associated with intergranular corrosion inducing cracking during forging in nickel-added steels (Song, 2011). A cohesive picture cannot therefore be drawn from the above mentioned studies on the root causes for the observed cracking. This could mainly be due to the lack of a comprehensive study addressing the different sources of cracking in a single alloy.

The main objective of the present study is to investigate the different mechanisms at the origin of crack formation during forging of large size ingots made of Ni rich medium carbon low alloy steels. For this purpose, a wide range of characterization techniques were used to reveal grain size, chemical composition, phase identification, phase distribution, etc. at the

base of the cracks and deep in the material. Thermodynamic analysis was used to determine formation of phases in the steel and correlate it with experimental findings. Finally, the forging process was also analyzed to understand its impact on microstructure evolution and proportions of phases.

## 2) Experimental Procedure

Samples were collected and provided by Sorel Forge Inc., Quebec, Canada. The nominal composition of the cracked steel investigated in this study is given in Table 1. The manufacturing process consisted of 56 in. of diameter (142 cm) and 20 tons ingot casting, 7 passes open die forging and heat treatment operations consisting of normalization, quenching and tempering. The forged component showed cracks at the end of the normalizing heat treatment process carried out at 900 °C. The process had followed standard forging practices in place for similar components and no case of overheating or abnormal deformation conditions was reported.

Table 1 The chemical compositions of the studied steels (wt.%)

C	Ni	Cr	Mn	Mo	Si	V	Cu	Al	S	N	AlxN
0,30	2,66	1,44	0,36	0,35	0,22	0,095	0,13	0,014	0,005	0,0037	$5,2 \cdot 10^{-3}$

The surface of the component was machined in order to remove surface oxides and proceed to ultrasonic and dye penetrant non-destructive analyses. Fig. 1a shows the component after dye penetrant testing where a large number of cracks can be observed (in red). Also specified in Fig. 1a, is the location on the forged ingot where a large block was machined out. Fig. 1b presents the collected block and its dimensions. Four smaller specimens, S1 to S4, were cut from different locations of the block as indicated in Fig. 1c. The specimens were selected from regions within the cracked zone, in its vicinity, very far from it in the non-affected zone, and near the surface but far from the crack. The specimens were individually mounted and polished from the 200 to 1200 grade SiC paper, then finished with 1 µm diamond grain paste. Clear revealing of the prior austenite grain boundaries is an experimental challenge in these heavily forged steels. A large number of solutions recommended in the literature were

used without success (Bramfitt et Benschoter, 2002). A methodology using a modified solution containing Picral was developed in the present investigation: an aqueous solution of 10 g of picric acid, with few drops of Zephiran chloride used as wetting agent was heated to 83 °C (181 °F). Samples were immersed for about 1 min and 45 s, cleaned with water then methanol in order to remove picric residues. After drying, surface passivation of specimens was gently removed applying cotton under water. Crack base was revealed using Beaujard reagent for about 4 min at room temperature. The reagent is constituted of a saturated aqueous picric acid solution with few drops of sodium alkyl sulfonate used as wetting agent. Literature highlights that Beaujard's reagent revealing austenite grains boundaries in metastable microstructures (Vander Voort, 1999). Microstructural observations were carried out on confocal microscope Olympus LEXT 4100. Grain size determination was made according to ASTM E12-112 standard and the size distribution was obtained using image analyzer software MIP 4.2. Investigations were done on SEM Hitachi TM3030 at 15 kV equipped with EDS capability for detailed microstructure and chemical analysis of cracks, oxide layers and inclusions. X-ray diffraction experiments were conducted on X'Pert3 MRD PANalytical using Cu K $\alpha$  radiation with a step size (2-theta) of 0,0330. Thermo-Calc thermodynamic software was used to predict the presence of phases between 500 °C and 1600 °C of the investigated steel, and correlate it with experimental findings.

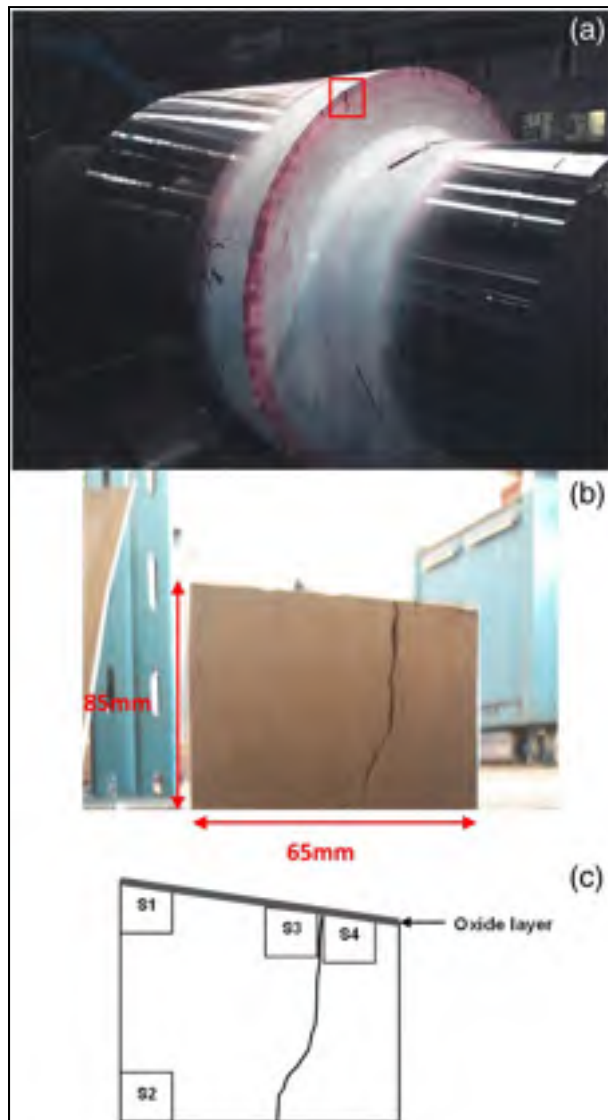


Fig. 1 (a) Penetrant testing on the forged ingot showing cracks, and surface sample taken for the study, (b) dimensions and apparition of a main crack on the sample, (c) specimens cut from the sample for grain size and metallographic analyses.

### 3) Results

Optical microscopy observations, Fig. 2a, revealed the presence of a large number of secondary cracks bifurcated from the large size cracks. Most of the latter follow grain boundaries while secondary cracks were both inter or transgranular. Fig. 2a shows a macrograph of the S4 specimen where large size cracks are visible. As it can be seen all appear initiated from the surface and developed along the grain boundaries. The main fracture visible in Fig. 1b, can also be seen at the extreme left of the specimen. Microscopic examination of near surface region of a large number of samples revealed clear differences in the orientations of bainite laths and severe contrast changes from one region to another, which are characteristic of large prior austenite grain sizes. Fig. 2b is a high magnification micrograph of the surface of the S4 specimen. It can be seen that oxides penetration has occurred within the grain boundaries resulting in the formation of voids and grain separation in some locations. A mean grain size of about 500  $\mu\text{m}$  was calculated in the surface zone adjacent to a main crack. Results of grain size measurements for S1 to S4 specimens are reported in Table 2.

Table 2 Grains size reported on different zones of samples

Zones	Depth from surface (mm)	ASTM grain size	Average diameter of grains ( $\mu\text{m}$ )
S1	0	1	250
S2	85	6,5	35
S3	0	-1	550
S4	0	-0,5	425

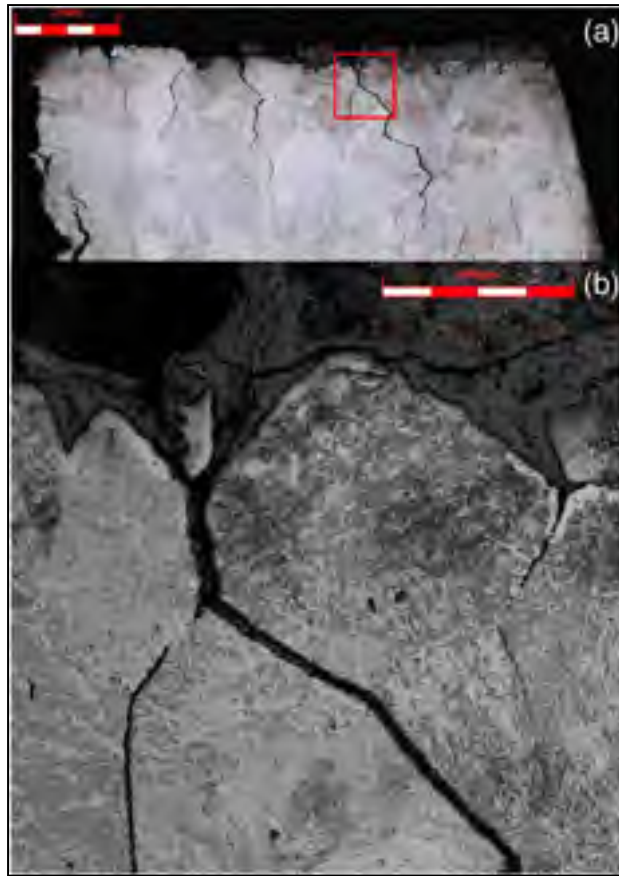


Fig. 2 (a) S4 sample surface micrograph,  
(b) oxide following grain boundaries.

Examination of the data indicates that very large grains are present at the surface of the sample. Microscopic observations, Fig. 3, revealed bainitic microstructure, recognizable by plates and laths. Intergranular cracks on large grain zones are also visible in Fig. 3. It is also important to note that the average grain size is significantly larger near the main crack than in a non-cracked surface zone, indicating that a grain growth process has taken place in the vicinity of cracked zones. Furthermore, Table 2 and Fig. 3 show that in the sample far from the surface (S2 specimen, 8 cm deep), grains are smaller by a factor of more than 10 compared to the surface ones.

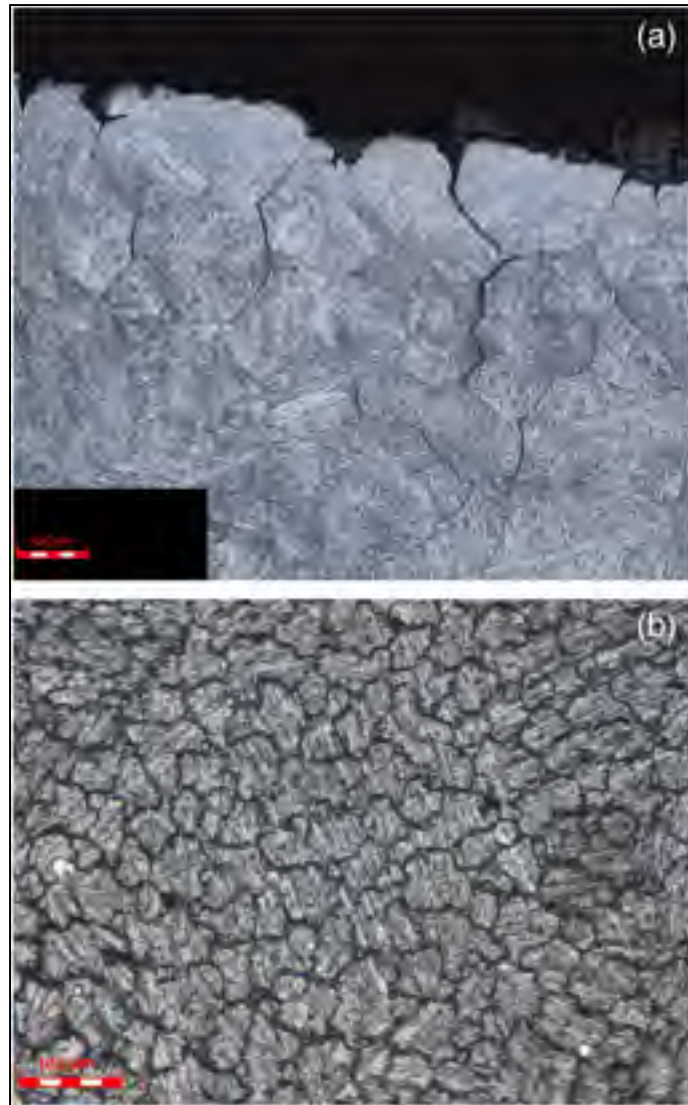


Fig 3 (a) Microstructures and cracks observed on the surface of the S4 specimen, (b) grain size in S2 specimen.

Simulations of phases formed in the current steel between 500 °C and 1600 °C were carried out using Thermo-Calc, and the results are presented in Fig. 4a and b. From these figures, A3 and liquidus equilibrium transformation lines were determined. The thermodynamic analysis reveals little proportions of second phases in this steel. Detailed examination of these precipitates, shown in Fig. 4b, reveals preferential presence of  $M_xC_y$  carbides, including carbide-forming elements such as chromium and vanadium, and little proportion of other

carbides. Much lower fractions of MnS and AlN, the latter only reaching 0.029%, are also revealed by the Thermo-Calc analysis. X-ray diffraction of the first oxide layer is presented in Fig. 5. It reveals the presence of both magnetite and nickel-iron spinel in the first oxide layer. Micrograph observations coupled with EDS elemental analysis on second phases of the oxide layer revealed a network of high nickel and iron oxide.

SEM photograph of the base of an open crack is reported in Fig. 6a. The Beaujard's reagent reacts with oxide scale and depleted carbon zones and results in white etching for the grain boundaries around the base of the crack. In Fig. 6, the boundaries of the grains are also highlighted. The average size of these grains is very close to the one found for the S2 specimen (see Table 2). Also in Fig. 6, certain boundary precipitates are visible around the crack. EDS elemental analysis of these precipitates (Fig. 6b, c, d and e) revealed the presence of a mixture of chromium and manganese oxide in the composition of the precipitates. Line scan EDS analysis of an oxidized crack is shown in Fig. 7. It reveals a high-chromium content in the oxide layer on both sides of the crack. Similar observations were made on other cracks, confirming that chromium enrichment is present in the oxide layers at the vicinity of the cracked regions.



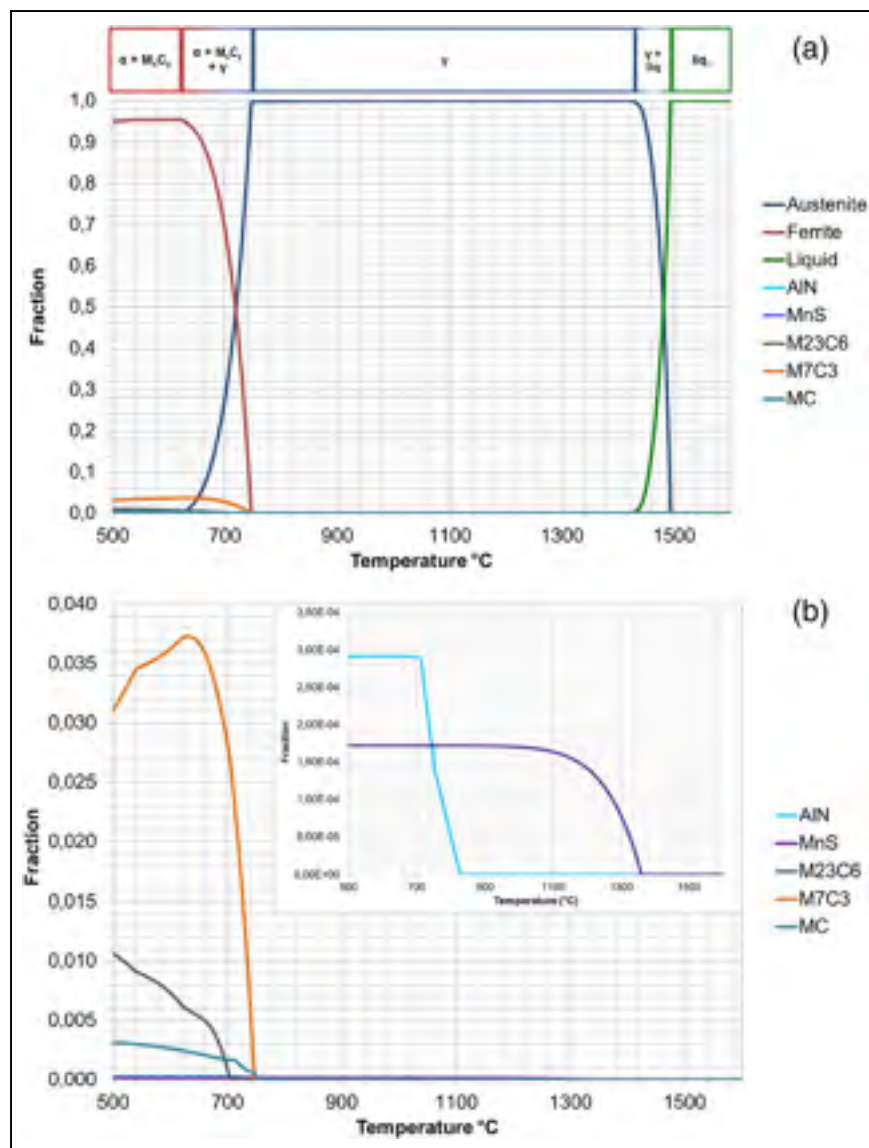


Fig. 4 Thermo-Calc simulation between 500 and 1600°C using composition of Table 1, (a) whole simulation, (b) close-up on precipitates proportions.

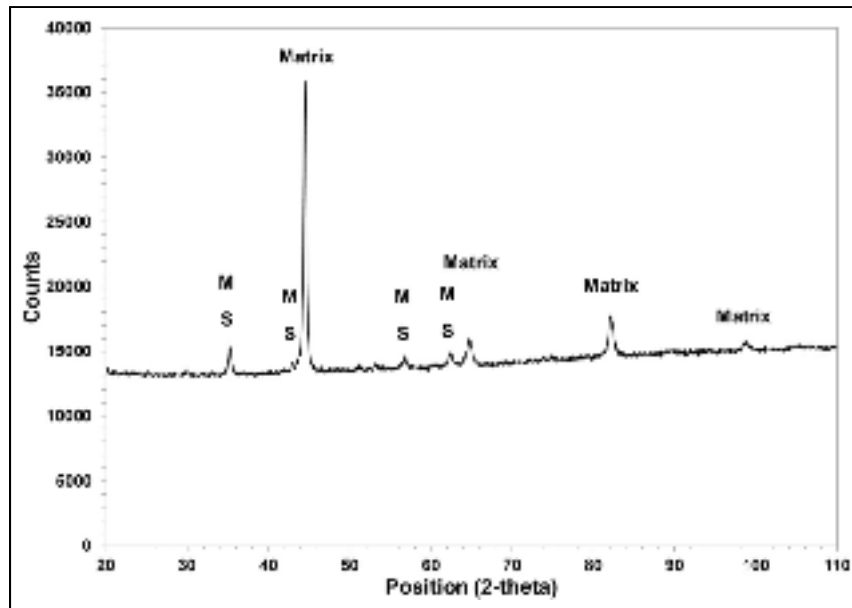


Fig. 5 X-ray diffraction of the interface of the oxide layer and steel; M and S stand for Magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) and Spinel ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) respectively.

#### 4) Discussions

The large grain size at the surface, and near the main crack as shown in Figs. 2a, b and 3a are probably related to the seven passes of forging. It is well known that precipitates like carbides and nitrides can reduce the grain growth and the size of recrystallized grains during deformation or reheating (Cahn, 1996; Opiela et Grajcar, 2012; Raabe, 2014). Chromium and molybdene carbides are the most likely precipitates to be produced in the investigated steel, since they have low enthalpy of nucleation and growth (Bhadeshia et Honeycombe, 2006; Porter et Easterling, 1992b). However despite Thermo-Calc simulation (Fig. 4b) showing the presence of nearly 4%  $\text{M}_7\text{C}_3$  composed mostly of chromium; microscopic observations did not show carbides at the grain boundaries and/or inside grains; however, it is possible that due to their small sizes the carbides have been washed out during the hot picric acid etching process (Fig. 3b). It is worth mentioning that, Thermo-Calc Simulation results (Fig. 4b) are in agreement with previous studies on carbides formation in low alloyed microalloyed steels (Yongtao et al., 2009).

Apart from carbides, Thermo-Calc analysis indicated also that very low proportions of manganese sulfides (0.017%) or AlN (0.029%) may be formed under the considered conditions. The investigated steel has been treated with calcium before casting, to control the shape and reduce the size of MnS and AlN precipitates in the microstructure (Blais et al., 1997). During metallographic and multi-element chemical analysis, occasional presence of spheroidal MnS was detected near the cracks, confirming the prediction of Thermo-Calc simulation shown in Fig. 4b as well as successful calcium treatment process. The above findings are in contrast to some reported results (Becker et Shipley, 1985, 2002; Mukhopadhyay et al., 2015; Sohaciu et al., 2013) which associated failures to sulfides inclusions. Furthermore, the presence of AlN was not detected during analyses. This is in agreement with the findings of Connolly, Paules et DeArdo (2015) on ductility drop during casting of P20 steel and 3.5Ni steel.

A network of high nickel content oxides was observed in the oxide layer (Fig. 5). Song (2011) suggested that zones close to the surface of a high Si containing steel might have a lower nickel content than the base steel composition but did not report the formation of a network. However, in the present work, EDS analyses didn't reveal any nickel depletion in the surface zone. Further analyses should be then undertaken to understand the formation of such network of oxides in the surface region of high nickel medium carbon low alloy steels. The presence of chromium and manganese oxides very close to the edges of the cracks (Fig. 6b, c, d and e) suggests that there is no barrier stopping or delaying grain growth during reheating. The formation of these oxides is probably the result of multiple reheating and cooling cycles during the forging process.

The high temperatures of forging and reheating stages govern the diffusion of many elements, including manganese and chromium. The latter has a diffusion coefficient hundred times higher than iron at high temperatures (Gale et Totemeier, 2004). The same situation holds for manganese whose diffusion in oxides is much faster than chromium or iron (Robertson, 1991). Such high diffusion rates could explain the formation of multi-element oxides at the base of the cracks (Fig. 6 b, c, d and e) despite their high enthalpy of formation (Cahn et Haasen, 1996; Tawancy, Ul-Hamid et Abbas, 2004; Ziemniak et al., 2007). These oxides appear at the grain boundaries near the base of the cracks. Etching of the cracked area

with Beaujard's reagent (Vander Voort, 1999) revealed the presence of a 10  $\mu\text{m}$  oxide layer and a zone of about 1  $\mu\text{m}$  wide depleted grains boundaries near the crack (Fig. 6a). However, the grain size at the base of the crack is very small and is in the range of 15-20  $\mu\text{m}$ . Therefore, oxide penetration in the material is probably the main source for crack growth in the regions far from the surface. This finding is in contrast with the origin of near surface cracks which appears to be related to the abnormal grain size in these regions (Fig. 2b and Fig. 3a). Metallographic observations of etched specimens (Fig. 6a) confirm that oxides are formed and grow through grain boundaries, with different intensities, depending on the crack size and the distance from the surface. The obtained results are in agreement with those reported by other authors (Cahn et Haasen, 1996; Das, Mukherjee et Pal, 2015). The fragilization brought to the material by the formation of these oxides is probably one of the root causes for crack growth in the investigated steel. It is generally considered that the region close to the surface of the slab is characterized by a decarburized zone as well as depletion from some alloying elements (Hosford, 2010). However, in contrast to the intergranular corrosion phenomenon observed in stainless steels (Mukhopadhyay et al., 2015), no indication of depletion of chromium near cracks or next to the chromium oxide in the vicinity of cracks was observed in the present work. This probably indicates that chromium oxide growth rate is higher than its diffusion rates under the investigated processing conditions. Fig. 7 shows the EDS cross line scan analysis of a crack containing significantly high amounts of chromium oxide while no change is observed in the vicinity of the crack.

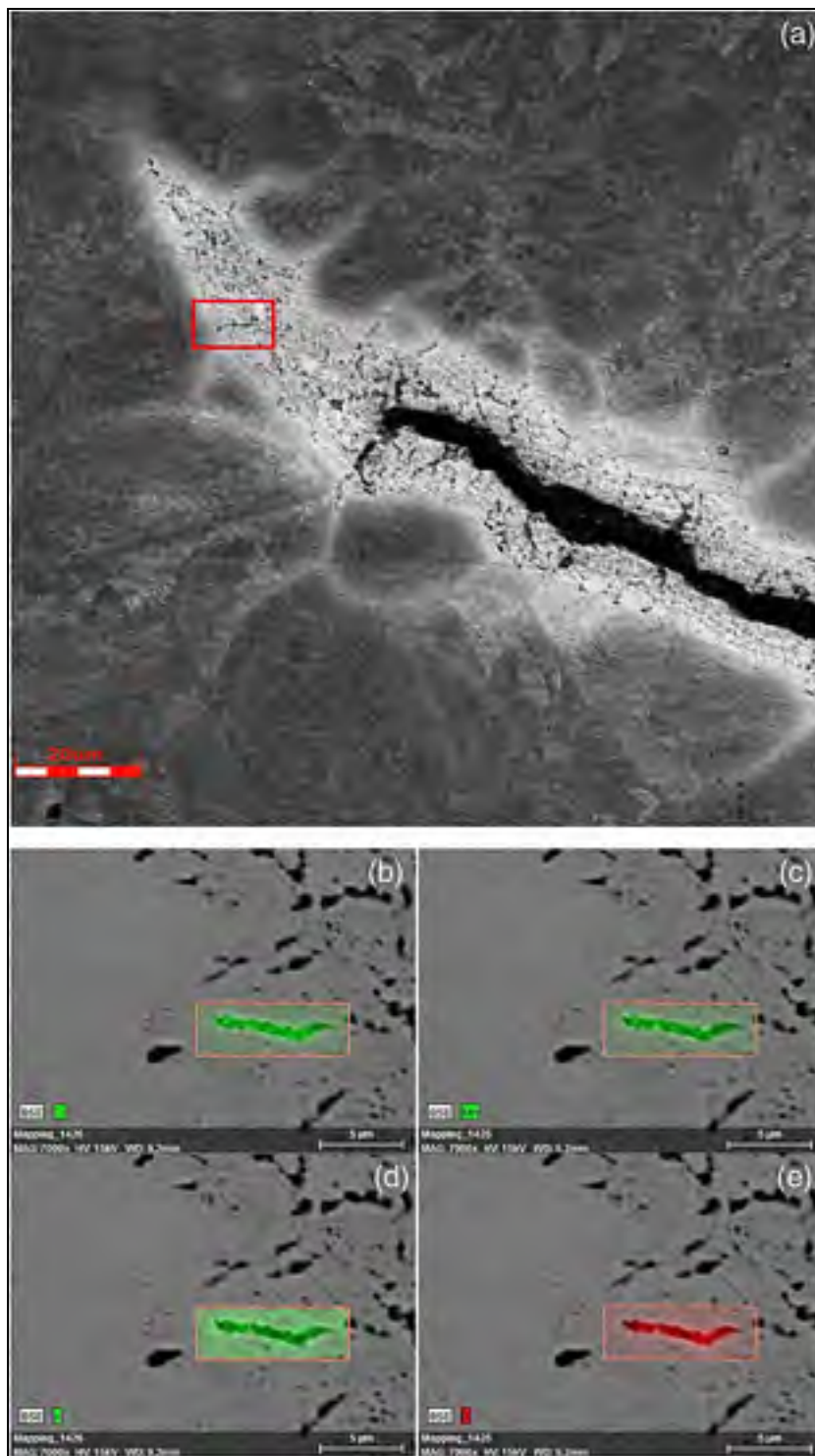


Fig. 6 EDS analysis of an inclusion at the base of a crack. Microstructure was revealed with Beaujard reagent. (a) Base crack, (b)(c)(d)(e) Cr, Mn, V and O presence

During the cogging process, the material is deformed at high temperatures. Upon the application of a critical strain, dynamic recrystallization may take place (Cahn, 1996; Raabe, 2014). If this condition is not respected, rapid grain growth may result. The presence of large grains impacts negatively the toughness and the ductility of the steel. Similarly, multiple reheating operations after deformation can induce grain growth near the surface of the forged ingot thereby increasing the propensity of the material for cracking. Also insufficient deformation, e.g. during cogging steps, may not provide enough deformation energy to the material to recrystallize. The recrystallization could be dynamic, i.e. during the application of deformation or static, i.e. during the interpass time between each blow or reheating stages.

It is well known that strain rate and temperature are the main parameters that control grain growth during static and dynamic recrystallization (Barella et al., 2014; Nadella et al., 2008; Reza, Abbas et Reza, 2008). The cogging steps are characterized by fast but small deformations, which therefore mainly affect the region close to the surface of the material. Also, the ingot surface, particularly in the case of large size ingots, is the zone that will be much affected during the reheating process. Thus ingot surface will be the most favourable zone where static recrystallization (assuming that the critical strain for recrystallization has been attained) or grain growth could take place (Cahn, 1996; Raabe, 2014). Several authors (Cahn, 1996; Raabe, 2014) have highlighted the sensitivity to grain growth under insufficient deformation and/or high temperature processing as in the absence of critical conditions for recrystallization, temperature and holding time are the main parameters governing grain growth. The axial shape of grains in Figs. 2a, b and 3 suggested recrystallization occurred during the forging process, and then surface grains grow during normalizing heat treatment. The obtained results are in agreement with those reported on 26NiCrMoV11.5 High Strength Steel by Barella et al. (2014) who observed that even few hours added to the common practiced holding time can have significant influence on grain size and the morphology of the grain boundaries, especially at high temperatures.

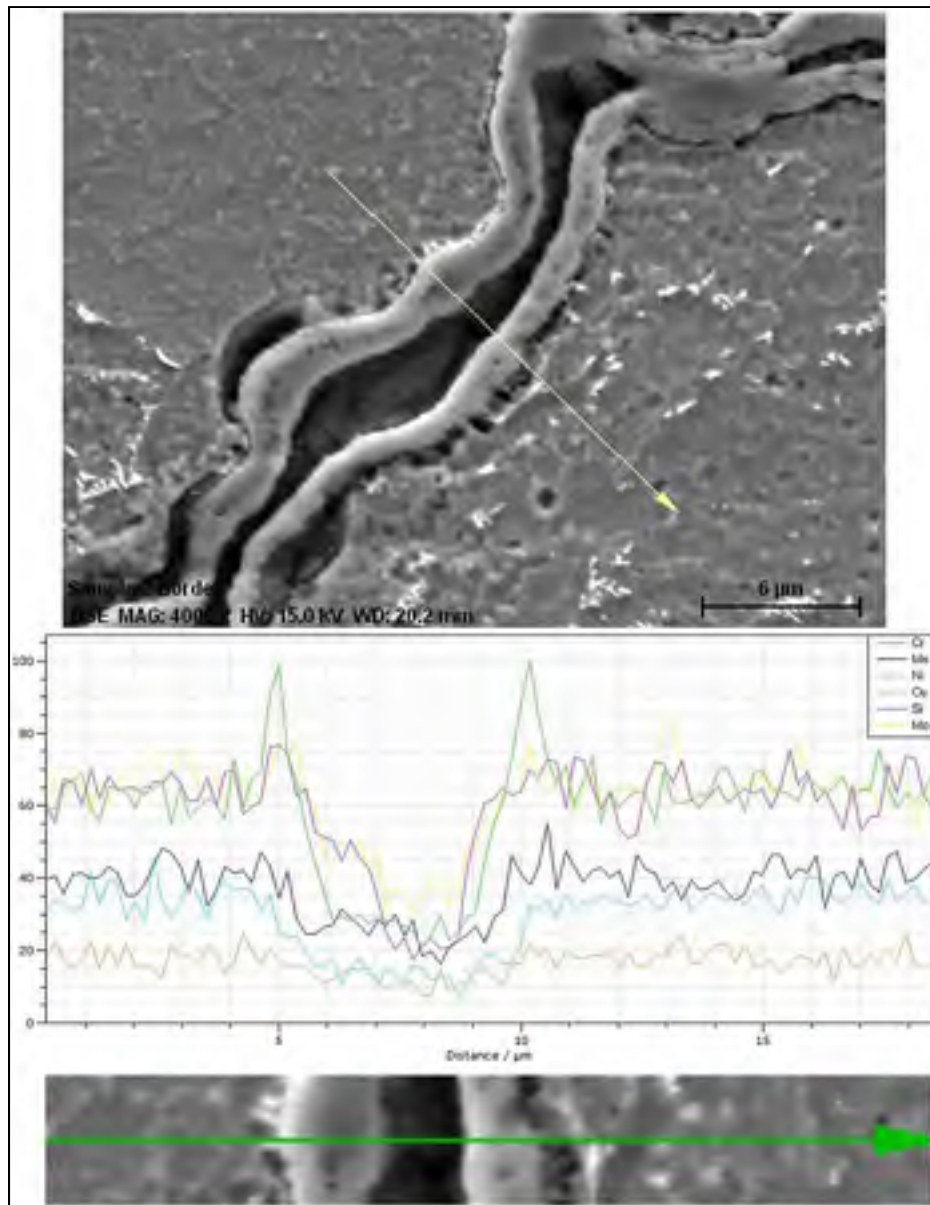


Fig. 7 Cross-section EDS analysis of a crack, showing the unique presence of chromium in oxide layer.

Based on the above observations and analysis of the results, it can be said that holding time either during the normalizing heat treatment or the intermediate reheating stages between forging passes, must be controlled in order to minimize grain growth in the surface zone of the forged component and minimize the cracking susceptibility of the investigated alloy.

## 5) Conclusions

The cracking phenomena observed in medium carbon high nickel content low alloy steel has been investigated with micrograph observations and elemental analysis, completed with simulation in this work, and several important points are noted:

1) The abnormal grain size measured at the surface of the investigated steel is probably the result of two phenomena:

- a. Long holding time during the normalizing heat treatment process leading to abnormal grain growth in the surface zone of the forged component.
- b. Insufficient deformation conditions during cogging steps of open-die forging process to induce recrystallization in these zones resulting in substantial grain growth during subsequent reheating stages.

2) The presence of high content chromium oxides at the grain boundaries in the vicinity of the base of cracks was demonstrated in the present investigation.

3) Two possible and concomitant mechanisms of cracking are possible in the investigated steel:

- a. Abnormal grain size is at the origin of cracking at and near the surface regions;
- b. The presence of grain boundary high chromium content oxides at the base of the cracks far from the surface despite the small grain size in these regions.

4) The root cause of cracking was identified as being the overdue furnace holding time during the normalizing process. A more stringent control over the normalizing heat treatment time is therefore required to avoid cracking in these large size components made of high Ni content medium Carbon low alloy steels.



## ANNEXE II

### HOT DEFORMATION BEHAVIOR OF A NICKEL-MODIFIED AISI 4330 STEEL

Matthieu Bitterlin <sup>a</sup>, Davood Shahriari <sup>a</sup>, Louis-Philippe Lapierre-boire <sup>b</sup>, Jean-Benoît Morin <sup>b</sup> and Mohammad Jahazi <sup>a\*</sup>

<sup>a</sup> École de Technologie Supérieure, Department of Mechanical Engineering, 1100 Notre-Dame Street West, Montreal, QC, H3C 1K3, Canada.

<sup>b</sup> Finkl Steel®-Sorel, 100 McCarthy, Saint-Joseph-de-Sorel, QC, J3R 3M8, Canada.

(Received on January 24, 2018; accepted on May 17, 2018; J-STAGE Advance published date: July 28, 2018 on ISIJ International)

#### Abstract

Hot compression of a nickel-modified AISI 4330 steel was studied over a wide range of temperatures and strain rates using Gleeble 3800 thermomechanical simulator. Samples were quenched at different stages of deformation to study microstructure evolution using optical and electron microscopies. Stress-strain curves showed that both dynamic recovery (DRV) and dynamic recrystallization (DRX) take place for certain deformation conditions. However, in comparison to low alloyed steels with lower nickel content, the nickel-modified AISI 4330 steel showed significantly lower workability particularly, resulting from the temperature and strain rate ranges over which DRX takes place. The kinetics of recrystallization were studied and the stress constants and apparent activation energies were determined for the investigated alloy and compared with similar alloy with lower nickel content so as to quantify the influence of nickel. The obtained results are interpreted in terms of the influence of nickel on dislocation dynamics and therefore the softening process at high temperature under various ranges of strain rate. The findings will help a better design of the forging process of these alloys which are prone to hot cracking during open die forging.

Key words : high nickel content low alloy steels; flow stress; constitutive modeling; thermomechanical processing; dynamic recrystallization; workability.

## 1) Introduction

AISI 4330 steel grade, also known as CrNiMoV steel, is widely used in the aerospace industry, especially in rotor engine components (Davis, 2001), because of its high strength and good wear resistance (Chandler, 1996; Lee et Chun, 1981; Liu et al., 2011; Saxena et al., 1993). In recent years, its applications in critical equipment used in the oil and gas industry have been on the rise. However, for certain specific applications, lower ductile-brittle transition temperatures or higher strength and wear resistance are required which can't be achieved with conventional AISI 4330 steel. The presence of nickel in the composition of this steel reduces the ductile-fragile transition temperature (Davis, 2001), while the addition of chromium strengthens the material and improves its wear resistance (Davis, 2001; Liu et al., 2011). Industry is contemplating new higher content nickel and chromium alloys in order to attain the required properties. The most important change in the composition of these alloys has been the addition of a higher amount of nickel. However, such modifications impact the phase compositions and high temperature formability of the alloy that need to be addressed (Bandyopadhyay, Briant et Hall, 1985; Barella et al., 2014; Bitterlin et al., 2016; Connolly, Paules et DeArdo, 2015; Mirzaee et al., 2012; Nürnberger et al., 2010). Specifically, it has been reported that nickel-containing steels are sensitive to cracking during the hot forging process (Bandyopadhyay, Briant et Hall, 1985; Bitterlin et al., 2016). Considering that the rotor shaft manufacturing process generally consists in ingot casting followed by open-die forging in multiple steps, it is therefore critical to study the hot forming behavior of these steels.

Several factors have been reported as being at the root of the observed cracking, including second-phase embrittlement by decohesion or oxidation at grain boundaries (Bandyopadhyay, Briant et Hall, 1985; Bitterlin et al., 2016), segregation (Bandyopadhyay, Briant et Hall, 1985; Connolly, Paules et DeArdo, 2015), and large grain size (Bitterlin et al., 2016). Alone or in combination, all these factors can affect grain cohesion, and thus, the material toughness and are significantly dependent on hot working parameters (Bitterlin et al., 2016). On the other hand, it has been reported that the crack growth resistance of AISI 4330 steel is improved by the formation of metastable microstructures such as upper and lower bainite (Lee et Chun, 1981; Saxena et al., 1993), which is also dependent on the

selection of high temperature processing parameters. Hence, a better understanding of the mechanisms governing microstructure evolution during open-die forging of these alloys would allow the optimum design of the thermomechanical process, and could help in developing suitable microstructures and minimize or avoid the observed cracking (Bitterlin et al., 2016; Chandler, 1996; Davis, 2001).

It is well known that during hot working, softening mechanisms such as dynamic recovery (DRV) and dynamic recrystallization (DRX), which could have a determining effect on the selection of thermomechanical processing parameters (Mirzaee et al., 2012; Sajadifar et al., 2013; Shen et al., 2016; Wei, Liu et Zhang, 2014; Zhu et al., 2015), take place and modify the microstructure. In general, the mechanical behavior and microstructure evolution of materials at high temperatures can be studied using constitutive equations for recrystallization (Li et al., 2013; Sajadifar et al., 2013; Shen et al., 2016; Wei, Liu et Zhang, 2014; Zhu et al., 2015). Of the various existing models, the Arrhenius model has proven to be very consistent in predicting the behavior of medium carbon low alloyed steels (Li et al., 2013). The Arrhenius equation allows determining the apparent activation energy of deformation, which is then used to quantitatively compare the workability of the alloy, as discussed by McQueen et Ryan (2002). Many authors have used this method and concluded that alloying elements have a non-negligible influence on the apparent activation energy value, as compared to the self-diffusion of austenite in pure iron (McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar et al., 2013; Shen et al., 2016; Zhu et al., 2015). While the influence of minor additions of Ti, Nb, and V on the kinetics of DRV and DRX has been extensively studied (Shen et al., 2016; Wei, Liu et Zhang, 2014), very few studies are however available on the role of nickel and its possible influence on the kinetics of DRV and DRX needs to be quantified.

The objective of this study is therefore to investigate the influence of nickel on the high temperature flow behavior of nickel-modified AISI 4330 steel. To this end, hot compression tests were conducted in a wide range of strain rate and deformation temperatures, simulating the industrial process. The experimental stress-strain curves were analyzed, constitutive equations of the material mechanical behavior at high temperature were developed, and the kinetics of recrystallization were determined. The obtained results are compared to steels

with similar compositions and discussed in order to highlight the influence of nickel on the high temperature behavior of medium carbon steels.

## 2) Experimental procedure

The flow behavior of nickel-modified AISI 4330 steel was studied using isothermal compression tests under a wide range of temperatures and strain rates corresponding to the industrial forging process for large size ingots. Samples used in the present study were collected and provided by Finkl Steel® Inc., Quebec, Canada. The nominal composition of the steel is given in **Table 1**.

C	Ni	Cr	Mo	Mn	Si	Al	Cu	V	P	S	N
0.33	2.89	1.08	0.48	0.53	0.25	0.029	0.2	0.063	0.015	0.004	0.0045

Table 3 Chemical composition of nickel-modified 4330 steel (%wt)

Cylindrical specimens 15mm in height and 10mm in diameter were machined from a forged 142cm diameter ingot. Isothermal hot compression tests were conducted on a Gleeble-3800 thermo-simulation machine covering a range of seven different temperatures (1223, 1273, 1323, 1373, 1423, 1473 and 1523K) and four strain rates (0.01, 0.1, 0.5 and  $1s^{-1}$ ). Each specimen was heated using a thermo-coupled feedback-controlled AC current at a  $2K.min^{-1}$  heating rate and held at 1573K for 5 minutes in order to obtain homogenous temperature distribution over the specimen, before being cooled at a rate of  $1K.min^{-1}$  to the forming temperature. A 60% height reduction was recorded at the end of compression tests. Temperature distribution was measured using K-type thermocouples spot-welded to the center region of the specimen surface and protected by ceramic tubes in order to avoid a misreading of the temperature due to element diffusion in the thermocouple. All samples were air-quenched after the thermomechanical cycle, and used for microstructural investigation. **Figs. 1a and b** schematically illustrate the deformation process on the Gleeble machine and the experimental setup for the instrumented compression sample, respectively.

The deformed samples were cut along the compression axis and mechanically polished using different SiC paper up to 1200 grit followed by 1 $\mu$ m diamond paste as the final polishing step. Revealing the prior austenite grain size of the as deformed samples revealed quite challenging. Interestingly, very few or no published data is available on metallographic methods for revealing the recrystallized austenite grains in medium carbon low alloy steels with bainitic microstructures. An extensive number of experiments, including etching, heat tinting, and combined etching and heat treatment, were carried out to determine the best conditions for revealing the contours of the grains in as deformed samples. Among the various tested methods, chemical etching with the solutions and etching times as reported in **Table 2** 18) (Bramfitt et Benschoter, 2002) were successful. Microstructural observations were made at the center of the samples using optical and scanning electron microscopy.

<b>Reagents</b>	<b>Composition</b>	<b>Time</b>
Marshall	8g oxalic acid, 5mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 100mL H <sub>2</sub> O, H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (30%)	15 sec
Nital 3%wt	3mL HNO <sub>3</sub> , 97mL C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O	20 sec
Nitrosulfuric acid	20mL HNO <sub>3</sub> , 10mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 70mL H <sub>2</sub> O	3 sec

Table 2 Etchants used to reveal microstructure on deformed samples (Bramfitt et Benschoter, 2002)

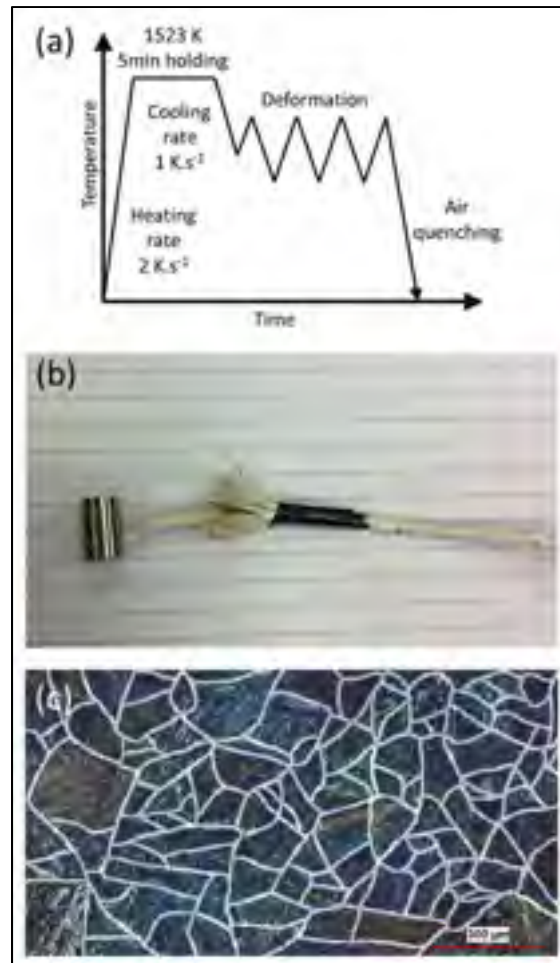


Fig. 1 (a) Experimental procedure of hot compression test, (b) instrumented compression sample, (c) microstructure of as-forged sample etched with Nital 3%wt.

### 3) Results

The starting microstructure was revealed using 3%wt Nital solution, and is presented in **Fig. 1c**. The microstructure was bainitic with bainite laths with different dimensions clearly visible under microscope. The boundaries of the prior austenite grains were barely visible after etching; however, using the different orientations of bainite laths, it was possible to trace the boundaries and determine the average prior austenite grain size of the starting material to be about  $89\mu\text{m}$  ( $\pm 10\mu\text{m}$ ).

The stress-strain curves obtained for the different temperatures and strain rates are shown in **Fig. 2**. It can be seen that for all seven test temperatures, the flow stress increases as the strain rate increases and/or the temperature decreases. Also, the presence of a peak stress observed above 1423K, at strain rate of  $0.1s^{-1}$ , is indicative of the occurrence of dynamic recrystallization (Guo-Zheng, 2013; Mirzaie, Mirzadeh et Cabrera, 2016; Sajadifar et al., 2013; Shen et al., 2016; Zhu et al., 2015).

**Figs. 3a, b and c** show macrostructures for different conditions using **Table 2** etchants of deformed samples. The corresponding SEM micrographs are presented in **Figs. 3d, e and f**, respectively. Using the SEM micrographs, it was also possible to identify the grain boundaries, as highlighted in the figures. The results in **Figs. 3e and f** clearly indicate the formation of significantly smaller and more equiaxed grains in the as-deformed samples at temperatures of 1423K and 1523K at  $0.01s^{-1}$ , also illustrated by reduced stress levels on stress-strain curves in **Fig. 5a** compared to the as-received ones. The above findings are in agreement with previous research indicating the occurrence of DRX in Ni-containing steels (Li et al., 2013; McQueen et Ryan, 2002; Mirzaie, Mirzadeh et Cabrera, 2016; Sajadifar et al., 2013). In contrast, microscopic observations of deformed sample at 1473K and  $1s^{-1}$  in **Fig. 3d** presents larger grains compared to **Figs. 3e and f**. The affiliate stress-strain curve in **Fig. 5d** shows that no softening and stress drop is observed, implying that DRX doesn't occur for this condition.

A further analysis of the curves indicated that at 1523K, the peak strain passed from 0.15 to 0.3 as the strain rate was increased from  $0.1s^{-1}$  to  $1s^{-1}$  (**Fig 2b and d**). In contrast, at temperatures below 1373K, it appears that the stress continues to increase even at a lower strain rate, however no evidence of work hardened microstructure was observed during microscopic analyses (e.g. see **Fig. 3d**), indicating that only recovery occurred under the examined conditions and the observed increase in stress levels could be related to frictional effects (Rasti, Najafizadeh et Meratian, 2011). Therefore, the stress-strain curves need to be corrected as friction may occur and change the shape and levels of stress.

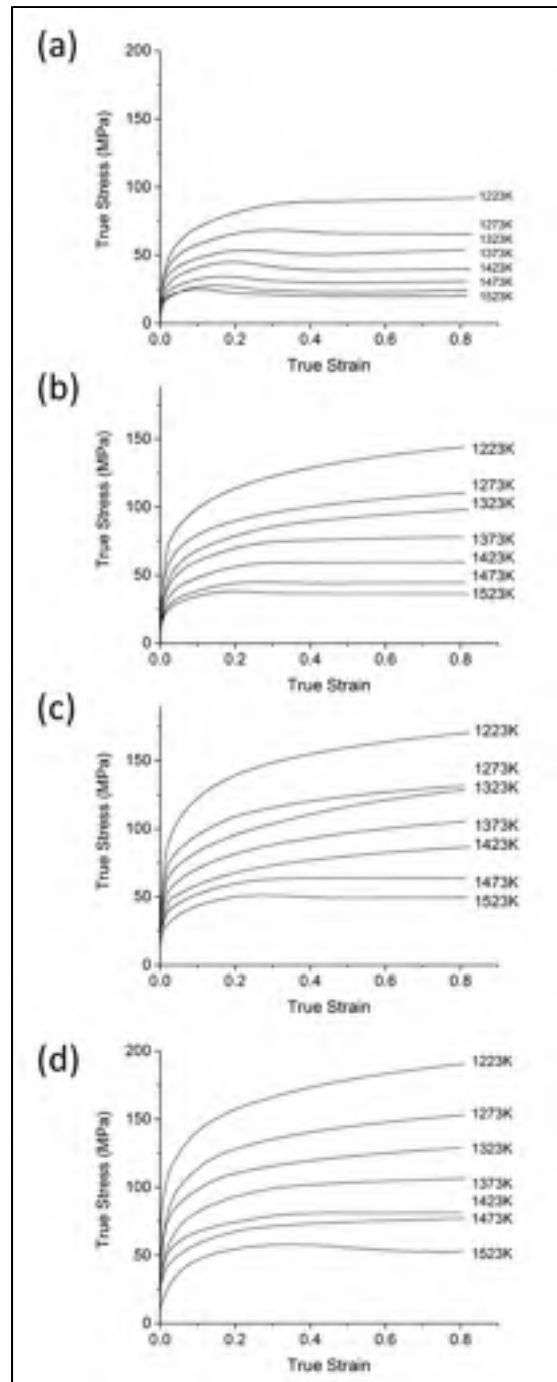


Fig. 2 Raw strain-stress curves at strain rate of (a) 0.01 s<sup>-1</sup>, (b) 0.1 s<sup>-1</sup>, (c) 0.5 s<sup>-1</sup> and (d) 1 s<sup>-1</sup>



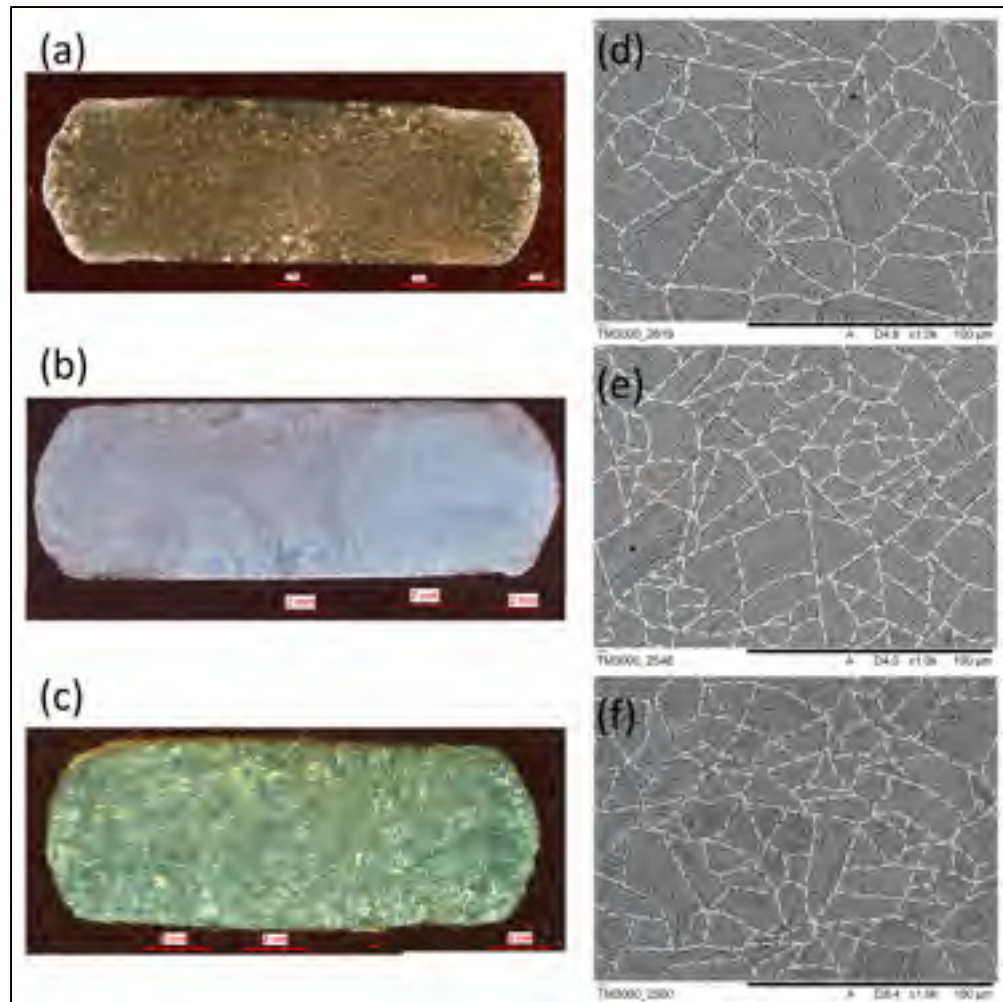


Fig. 3 Deformed samples (a) at 1473K and  $1s^{-1}$  etched with Nital 3%wt, (b) at 1423K and  $0.01s^{-1}$  with Marshall reagent, (c) at 1523K and  $0.01s^{-1}$  with nitrosulfuric acid. (d, e and f) Respective SEM observation at the center of specimens, white dotted lines highlighting grain boundaries.

### 3.1. Friction correction

**Fig. 4** is an illustrative example of the geometry of as-deformed sample to a strain of 0.85 at temperature of 1223K and strain rate of  $0.01s^{-1}$ . Deformed specimens in **Figs. 3a, b and c** show heterogeneous deformation zones : no deformation zones on each flat sides of the specimen, moderate deformation of the barreled sides (central radius,  $R_m$ , larger than the top one,  $R_t$ ) and intense shearing on a cross section of the specimen. These findings are in agreement with those of previous authors, highlighting that the specimen underwent friction during hot deformation (Rasti, Najafizadeh et Meratian, 2011).



Fig. 4 Sample after hot compression test at 1223K and  $0.01s^{-1}$

The lubricant generally loses its efficiency as the temperature or duration of the test increases, resulting in an increase in stress at high strains. Several mathematical relations have been proposed in the literature in order to compensate for the friction effect (Li, Onodera et Chiba, 2010; Monajati et al., 2005). In the present work, the constant friction factor model proposed by Dieter (1988) was used as it has been successfully applied to steels:

$$\sigma = \frac{C^2 P}{2[\exp(C) - C - 1]} \quad (1)$$

where,  $C = \frac{2\mu r}{h}$ ,  $\sigma$  is the stress without friction (MPa),  $P$  is the flow stress with friction (MPa),  $\mu$  is the constant friction factor,  $r$  and  $h$  are respectively the instantaneous radius and height of the sample (mm). The constant friction factor was determined using the barreling factor of each sample based on the following relations (Li, Onodera et Chiba, 2010; Monajati et al., 2005):

$$\mu = \frac{R_{th}/h \cdot b}{4/\sqrt{3} - 2b/3\sqrt{3}} \quad (2)$$

$$b = 4 \frac{\Delta R}{R_{th}} \cdot \frac{H}{\Delta H} \quad (3)$$

where  $b$  is the barreling factor,  $\Delta R$  is the difference between the maximum ( $R_m$ ) and the top radius ( $R_t$ ) of the specimen (mm),  $R_{th}$  is the theoretical radius of the sample based on the volume conservation in friction-free conditions (mm),  $\Delta H$  is the height reduction of the sample during hot compression tests (mm), and  $H$  and  $R$  are the final height and radius of the sample after hot compression testing, respectively (mm).

The friction-corrected stress-strain curves are presented in **Fig. 5**. It can be seen that recrystallization occurs only at temperatures higher than 1373K for strain rates above  $0.1s^{-1}$ . At temperatures below 1373K and strain rates more than  $0.1s^{-1}$ , the stress is stabilized at a constant value, highlighting the occurrence of softening due to recovery. In contrast, at low strain rates ( $0.01s^{-1}$ ), recrystallization occurs even at 1223K, as shown in **Fig. 5a**.

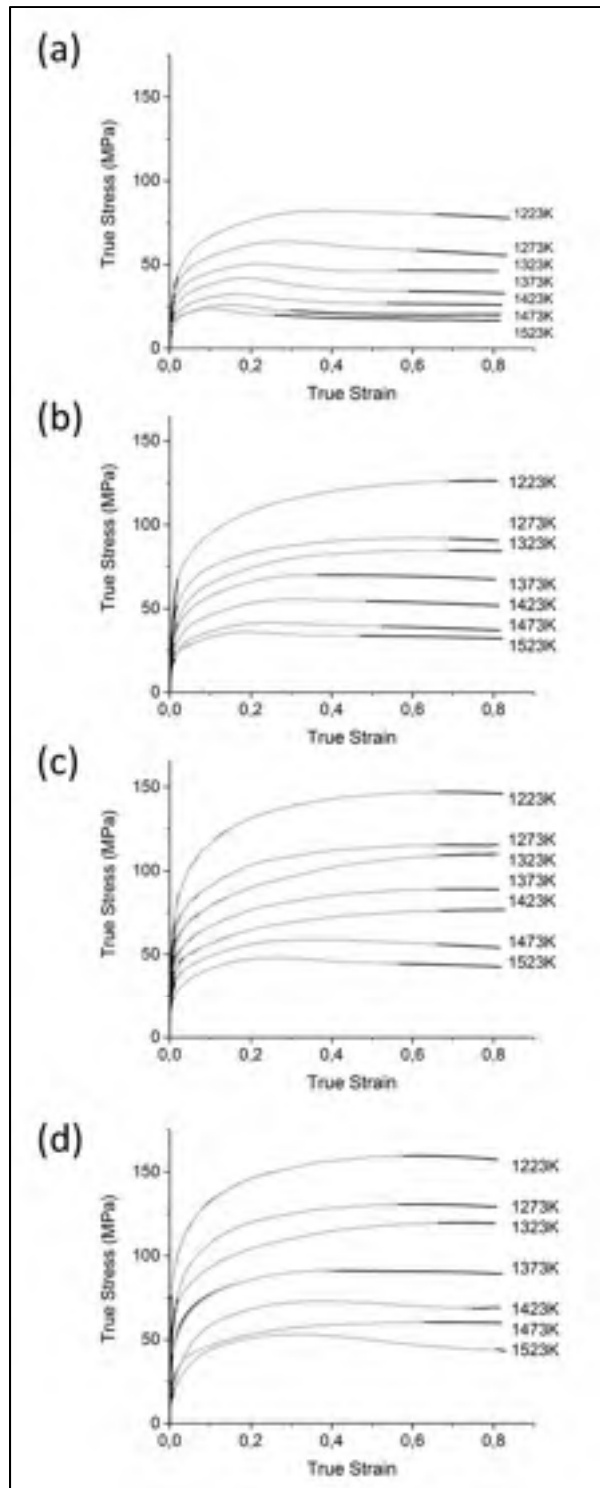


Fig. 5 Corrected strain-stress curves at strain rate of (a)  $0.01 \text{ s}^{-1}$ , (b)  $0.1 \text{ s}^{-1}$ , (c)  $0.5 \text{ s}^{-1}$  and (d)  $1 \text{ s}^{-1}$ . Gray lines represent 9<sup>th</sup> order polynomial fitting.

### 3.2. Determination of apparent activation energy for deformation

Apparent activation energy provides information about the workability of the material, and can be compared to other steels in order to explain the observed differences in hot forming behavior (McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar et al., 2013; Shen et al., 2016; Zhu et al., 2015). The Arrhenius constitutive model has been widely used to correlate, with good accuracy, the flow stress behavior of materials when diffusion-controlled phenomena such as DRV and DRX take place (McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar et al., 2013; Shen et al., 2016; Zhu et al., 2015). Material constants needed in the constitutive model can be determined by deriving stress-strain data obtained through compression testing. The Arrhenius model is based on the Zener-Hollomon parameter (Li et al., 2013; McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar et al., 2013; Shen et al., 2016; Zhu et al., 2015):

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (4)$$

where, the strain rate can be described using the following relation:

$$\dot{\epsilon} = AF(\sigma_p) \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (5)$$

in which:

$$F(\sigma_p) = \begin{cases} \sigma_p^{n'} & \alpha\sigma > 0.8 \text{ (low stress levels)} \\ \exp(\beta\sigma_p) & \alpha\sigma < 1.2 \text{ (high stress levels)} \\ [\sinh(\alpha\sigma_p)]^n & \text{for all } \alpha \text{ (all stress levels)} \end{cases} \quad (6)$$

In the above equation,  $\dot{\epsilon}$  is the strain rate ( $s^{-1}$ ),  $\sigma_p$  is the peak stress,  $Q$  is the apparent activation energy for deformation of the material ( $kJ.mol^{-1}$ ),  $R$  is the universal gas constant ( $8.314 J.mol^{-1}.K^{-1}$ ),  $T$  is the temperature (K), and  $A$ ,  $n'$ ,  $n$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$  are material constants.  $\alpha$  is a parameter that can be determined using the following equation (Li et al., 2013; McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar et al., 2013; Shen et al., 2016; Zhu et al., 2015) :

$$\alpha = \frac{1}{n'} \times \beta \quad (7)$$

The experimental peak stresses of each stress-strain curve were determined using the Poliak and Jonas method of double differentiation (Poliak et Jonas, 1996) after polynomial fitting was applied (in gray in **Fig. 5**). In the present study, a 9<sup>th</sup> order polynomial fitting proved to be successful, as Pearson's coefficient was above 0.999 for all experimental conditions. In order to obtain work hardening curves the derivatives of the polynomial fitting were then obtained and the results are shown in **Fig. 6** :

$$\theta = \frac{\delta\sigma}{\delta\varepsilon} \quad (8)$$

The peak stress value was reached when the work hardening  $\theta = \frac{\delta\sigma}{\delta\varepsilon} = 0$  on strain hardening curves  $\theta$ - $\sigma$  (**Figs. 6**), whereas the critical stress was determined graphically as the minima of the  $\left| -\frac{\delta\theta}{\delta\sigma} \right|$  curve (Jonas et al., 2009; Poliak et Jonas, 1996) as it can be seen in **Fig. 6a**.

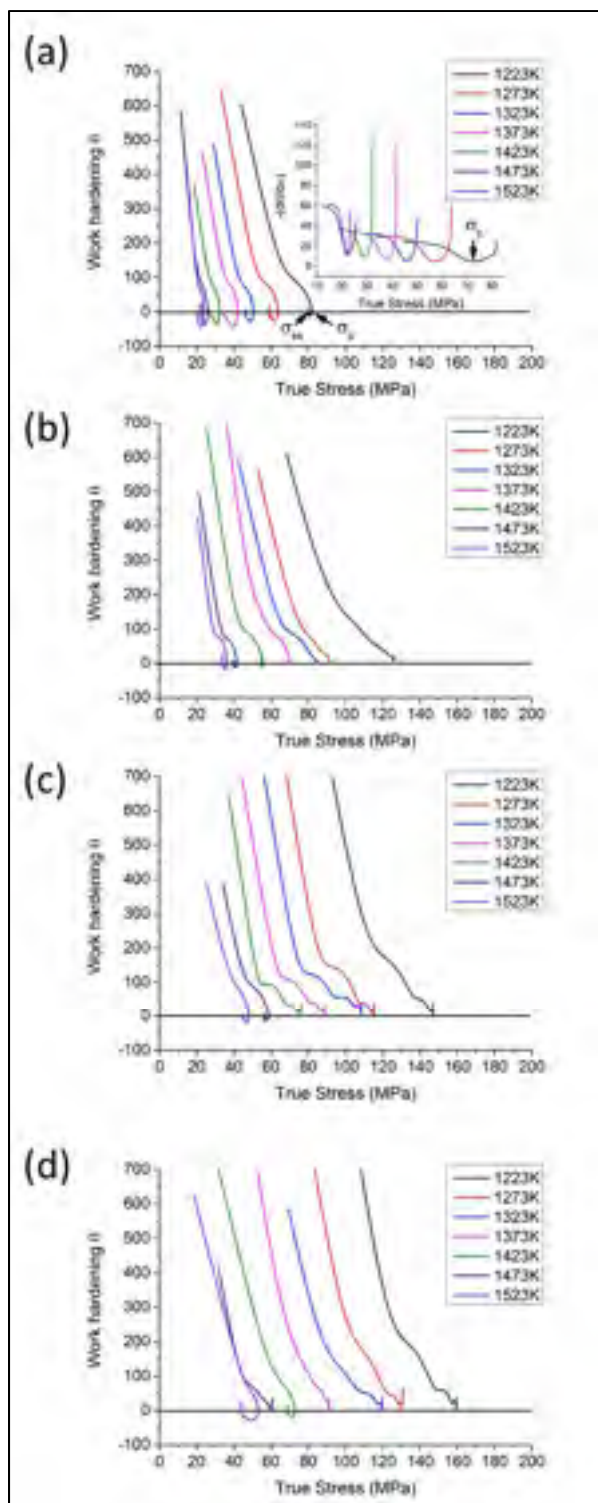


Fig. 6 Work hardening behavior at strain rate of (a)  $0.01 \text{ s}^{-1}$ , (b)  $0.1 \text{ s}^{-1}$ , (c)  $0.5 \text{ s}^{-1}$  and (d)  $1 \text{ s}^{-1}$ .

By taking the logarithms of Eqs. (6),  $n'$ ,  $\beta$  and  $n$  values can be determined:

$$\ln \dot{\epsilon} = \begin{cases} \ln A_1 + n' \ln \sigma_p - \frac{Q}{RT} \\ \ln A_2 + \beta \sigma_p - \frac{Q}{RT} \\ \ln A + n \ln[\sinh(\alpha \sigma_p)] - \frac{Q}{RT} \end{cases} \quad (9)$$

Material constants  $n'=5.7415$ ,  $\beta=0.0863 \text{ MPa}^{-1}$  were determined from the slope of  $\ln \sigma_p$ - $\ln \dot{\epsilon}$  (**Fig. 7a**) and  $\sigma_p$ - $\ln \dot{\epsilon}$  (**Fig. 7b**) curves, respectively. As a result,  $\alpha$  was determined to be equal to 0.015. Finally,  $n$  was determined to be equal to 4.2360 using the slopes of  $\ln(\sinh(\alpha \sigma_p))$ - $\ln \dot{\epsilon}$  (**Fig. 7c**) curves.

Using the following equation, the apparent activation energy,  $Q$ , was determined from the linear regressions of the plots of  $\ln(\sinh(\alpha \sigma_p))-1/T$  at different strain rates (**Fig. 7d**). The calculation led to a  $Q$  value of  $367.927 \text{ kJ.mol}^{-1}$  which is about 31% higher than the deformation activation energy of pure austenite (McQueen et Ryan, 2002), but is in the range of  $280 \text{ kJ.mol}^{-1} - 384 \text{ kJ.mol}^{-1}$  of medium carbon low alloy steels apparent activation energies reported by other researchers (Nürnberg et al., 2010; Shen et al., 2016; Zhu et al., 2015).

$$Q = nR \frac{\delta \ln[\sinh(\alpha \sigma)]}{\delta \left(\frac{1}{T}\right)} \quad (10)$$



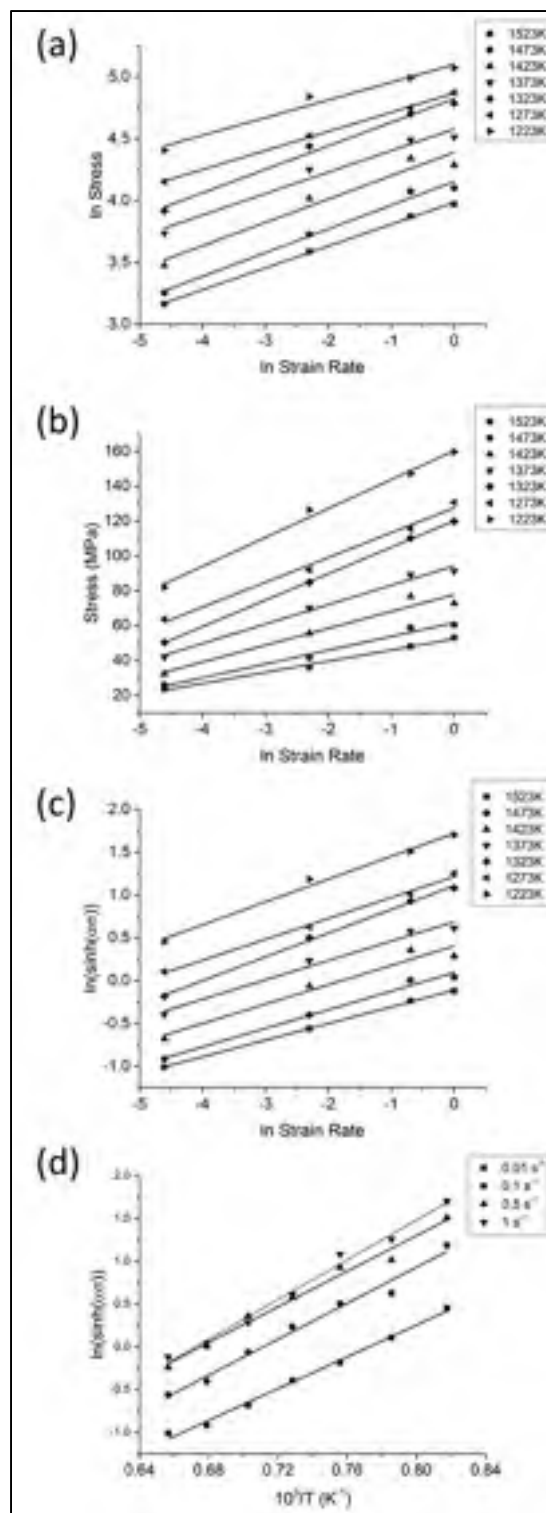


Fig. 7 Relationships between flow stress, strain rates and absolute temperatures

### 3.3. Kinetics of recrystallization

The experimental curves at temperatures above 1423K in **Figs. 5 and 6** and **Table 3** indicate the occurrence of dynamic recrystallization. At high temperatures, the steel is principally composed of austenite phase, which has strong dynamic recrystallization tendency because of its low stacking fault energy (Sajadifar et al., 2013; Sakai et al., 2014; Zhang et al., 2016b). This stacking fault energy can increase in the presence of alloying elements, as has been reported by other researchers (McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar et al., 2013). Thus, the initiation of DRX and its kinetics could be moved to higher temperatures and/or lower strain rates in the presence of alloying elements as it can be observed in **Table 3**.

Temperature (K)	Strain rate ( $\dot{\epsilon}$ )			
	0.01	0.1	0.5	1
1223	DRX	DRV	DRV	DRV
1273	DRX	DRV	DRV	DRV
1323	DRX	DRV	DRV	DRV
1373	DRX	DRV	DRV	DRV
1423	DRX	DRX	DRV	DRX
1473	DRX	DRX	DRX	DRV
1523	DRX	DRX	DRX	DRX

Table 3 Occurrence of DRX and DRV in nickel-modified AISI 4330 steel

Such an impact is quantified using Avrami equation as indicated in Eq. (11) (Jonas et al., 2009; Porter et Easterling, 1992a; Sakai et al., 2014; Zhang et al., 2016a; Zhang et al., 2016b; Zhu et al., 2015):

$$X = 1 - \exp(-kt^{n_{\text{DRX}}}) = 1 - \exp\left[-k\left(\frac{\epsilon - \epsilon_c}{\epsilon_p}\right)^{n_{\text{DRX}}}\right] \quad (11)$$

where  $X$  is the recrystallization fraction,  $\varepsilon_c$  and  $\varepsilon_p$  are the critical and the peak strain, respectively;  $k$  and  $n_{DRX}$  are dynamic recrystallization parameters corresponding to the Avrami constant and the time exponent, respectively. The constant  $n_{DRX}$  is independent of temperature, and can vary from 1 to 4, whereas  $k$  depends on the nucleation and growth rates  $N$  and  $v$ , which are functions of temperature (Porter et Easterling, 1992a):

$$k = \frac{\pi N v^3}{3} \quad (12)$$

To calculate the  $n_{DRX}$  and  $k$  values, the first part of Eq. (11) can be rearranged as:

$$\ln[-\ln(1 - X)] = n_{DRX} \ln t + \ln k \quad (13)$$

Therefore,  $n_{DRX}$  and  $k$  values can be determined from the slope and the intercept of the relations between  $\ln(-\ln(1-X))$  and  $\ln t$ , respectively. The fraction of dynamically recrystallized grains,  $X$ , was determined experimentally using the stress-strain curves in **Fig. 5** and the following equation (Jonas et al., 2009; Zhang et al., 2016a; Zhang et al., 2016b; Zhu et al., 2015):

$$X = \frac{\sigma_p - \sigma}{\sigma_p - \sigma_{ss}} \quad (14)$$

where  $\sigma_p$  is the peak stress and  $\sigma_{ss}$  is the steady-state stress, which is the mean value of stress after completion of DRX. As detailed previously, experimental critical and peak stresses values were determined using the double differentiation method (Poliak et Jonas, 1996). The peak stress corresponds to the state where softening takes over work hardening as the main governing mechanism, and it can therefore be related to the peak strain  $\varepsilon_p$ . However, the critical strain  $\varepsilon_c$  is the deformation at which the first nuclei of recrystallized grain is formed (Sakai et al., 2014; Zhang et al., 2016b). The double differentiation method was also used in order to determine the steady-state stress. When dynamic recrystallization occurs, the work hardening curve  $\theta$ - $\sigma$  is characterized by a negative slope until it reaches  $\theta=0$ . Then, the curve

follows a complete loop until it reaches again  $\theta=0$  at a lower stress value. This latter value is set to be the steady-state stress (Jonas et al., 2009; Zhang et al., 2016b).

**Figs. 8a and b** show that a linear relation exists between  $\varepsilon_c$  and  $\varepsilon_p$ , and  $\sigma_c$  and  $\sigma_p$ , respectively. It can be seen that the relation between the critical and peak stress ratios (**Fig. 8b**) provides a better Pearson's coefficient as compared to that between the critical and peak strain ratios (**Fig. 8a**).

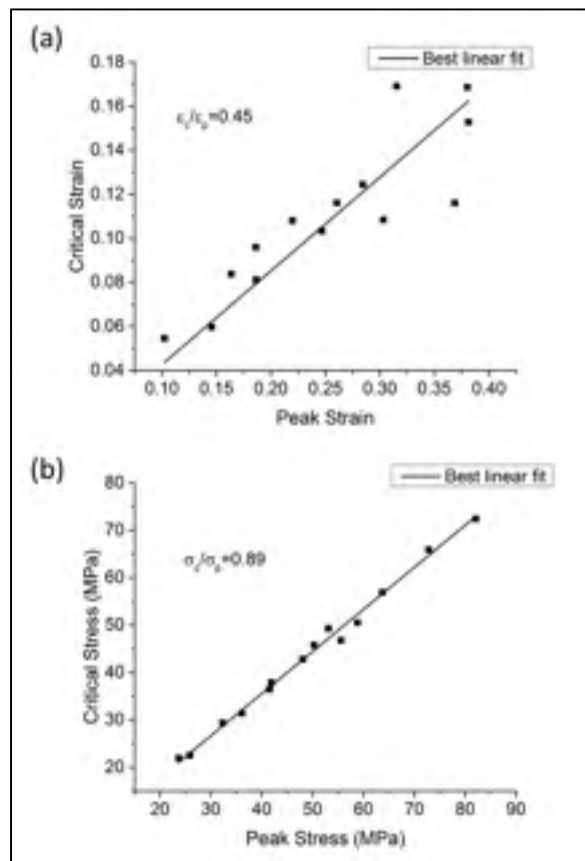


Fig. 8 Correlation between (a) critical and peak strain and (b) critical and peak stress

Finally, the mean slope  $n_{DRX}$  and the intercept  $k$  of Eq. (13) of the experimental curves data were determined to be 4.1798 and 0.5504, respectively. Therefore, Eq. (11) can be rewritten as:

$$X = 1 - \exp(-0.5504t^{4.1798}) \quad (15)$$

To evaluate the precision of the determined kinetics of DRX of nickel-modified AISI 4330 steel, the calculated X data from Eq. (15) were compared to experimental data from the stress-strain curves of **Fig. 5** and reported in **Fig. 9**.

An examination of **Fig. 9** shows that the model shows quite good agreement with experimental recrystallization fraction values, and can therefore be used to describe the evolution of DRX of the studied steel. However, some differences between the established model and the experimental DRX kinetics appear. It can be seen on **Fig. 9b** that the predicted curve for 1423K is delayed to higher strain compared to experimental dots. This could be attributed to the use of average values of Avrami's constant k and exponent m, as also noted by other researchers (Shen et al., 2016; Zhang et al., 2016b).

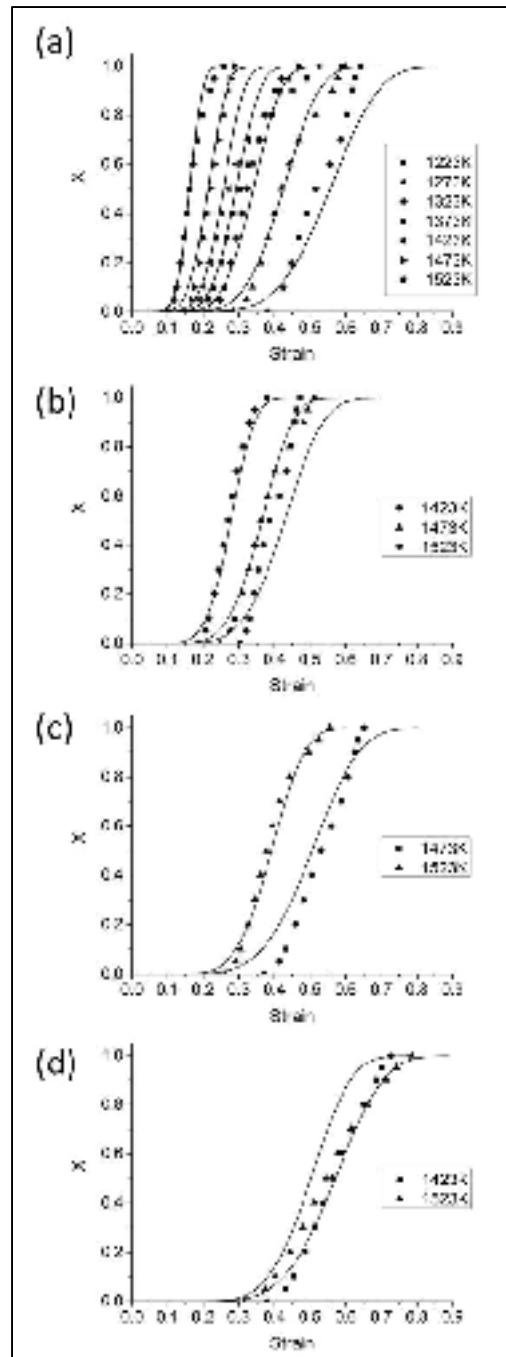


Fig. 9 Experimental (dots) and predicted (lines) Avrami kinetics of recrystallization for strain rates of (a)  $0.01 \text{ s}^{-1}$ , (b)  $0.1 \text{ s}^{-1}$ , (c)  $0.5 \text{ s}^{-1}$  and (d)  $1 \text{ s}^{-1}$

## 4) Discussion

### 4.1 Microstructure analyses

The width of grain boundaries are submicron scale even under high resolution scanning electron microscopy, making the grain size analyses quite complex. As stated, many reagents and chemical solutions were tested but none could reveal completely the grain boundaries of deformed samples or as-received microstructure. Therefore, prior austenite grain boundaries of specimens were redrawn in order to evaluate dynamic mechanisms occurring under several deformation conditions. Only, the prior austenite grain boundaries of quenched and tempered samples could be revealed by chemical etching or heat tinting. Therefore, further investigations need to be realized in order to determine a suitable technique for revealing prior austenite grain boundaries in nickel rich low alloy bainitic steels under as-forged conditions.

As shown in **Figs. 3e and f**, the bainite laths form equiaxed substructures which indicates that no work hardening has occurred at 1423K and  $0.01s^{-1}$ , and 1523K and  $0.01s^{-1}$  respectively (Guo-Zheng, 2013). Moreover, the absence of ferrite laths in the deformed samples indicated that the observed stress reduction on the stress-strain curves could only be due to dynamic recrystallization. Finally, as it can be seen in **Fig. 3d**, grain size is significantly larger than in **Figs. 3e and f**. Hence, as illustrated in **Fig. 6d**, no work hardening loop is observed using double differential method, which indicates that no softening due to DRX took place in the material (Zhang et al., 2016a). The above findings indicate that no dynamic recrystallization occurred at 1473K and  $1s^{-1}$ . Therefore, it can be concluded that dynamic recovery is the principal softening mechanism occurring during hot deformation at 1473K at  $1s^{-1}$  (**Fig. 3d, Fig. 5d and Fig. 6d**). A summary of the analyses regarding the occurrence of dynamic mechanisms in deformed samples is reported in **Table 3**.

#### 4.2 Apparent activation energy and stress levels

Apparent activation energy has already been used as an indicator of flow stress behavior of materials under hot deformation (Zhang et al., 2016a; Zhang et al., 2016b). **Table 4** compares the apparent activation energies and material constants of similar steels, albeit with lower nickel contents (Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010).

Steel Grade	Ref.	Composition (%wt)				Stress multiplier $\alpha$ (MPa <sup>-1</sup> )	Stress exponent n	Apparent activation energy $Q_{act}$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	T°K DRX ( $\dot{\epsilon}=0.1$ s <sup>-1</sup> )
		C	Ni	Cr	Microall.				
AISI 4130	30	0.33	0	1	-	0.01	7.077	490.749	1173
AISI 4340	12	0.41	1.82	0.72	-	0.012	7.74	427.2	1173
AISI 4330 mod.	Present	0.33	2.89	1.08	V = 0.063	0.0150	4.2360	367.927	1373

Table 4 Influence of nickel on apparent activation energy and stress constants

The findings in the present investigation show that nickel increases the stress multiplier  $\alpha$  from approximately 0.010 MPa<sup>-1</sup> to 0.015 MPa<sup>-1</sup>, and inversely, decreases the stress exponent n from values around 7–8 to 4.23 (**Fig. 10a**). On the influence of alloying elements on  $\alpha$ , McQueen et Ryan (2002) found that low alloyed steels exhibit lower average  $\alpha$  values ( $\alpha=0.012 - 0.014$  MPa<sup>-1</sup>) than stainless steels ( $\alpha=0.0172 - 0.0254$  MPa<sup>-1</sup>), and suggested that this effect is essentially due to solute element alloying and chromium content. In **Figs. 10a and b**, it can be seen that as the nickel content increases, the material constants  $\alpha$  and n increase and decrease, respectively. Moreover, the apparent activation energy decreases from 490.749 kJ.mol<sup>-1</sup> to 367.927 kJ.mol<sup>-1</sup> with nickel alloying increased to 2.89%wt, representing a 8.66% decrease by %wt nickel alloying (**Fig. 10b**). The same effect has been observed by



previous authors with carbon alloying (Wei et al., 2014). Mead et Birchenall (1956) observed a 35% apparent activation energy decrease by increasing carbon content from 0.024 to 0.54%wt in a 0.5Mn-0.25Si steel. Sakai et Ohashi (1981) had also observed that in a 0.5Mn-0.5Si steel, by increasing the carbon content from 0.036 to 0.53%wt, the apparent activation energy decreased from 309 to 270 kJ.mol<sup>-1</sup>, representing a 24% decrease. However, in the two above studies, the authors noted that the apparent activation energy remained stable when the carbon content went over 0.5%wt (Mead et Birchenall, 1956; Sakai et Ohashi, 1981).

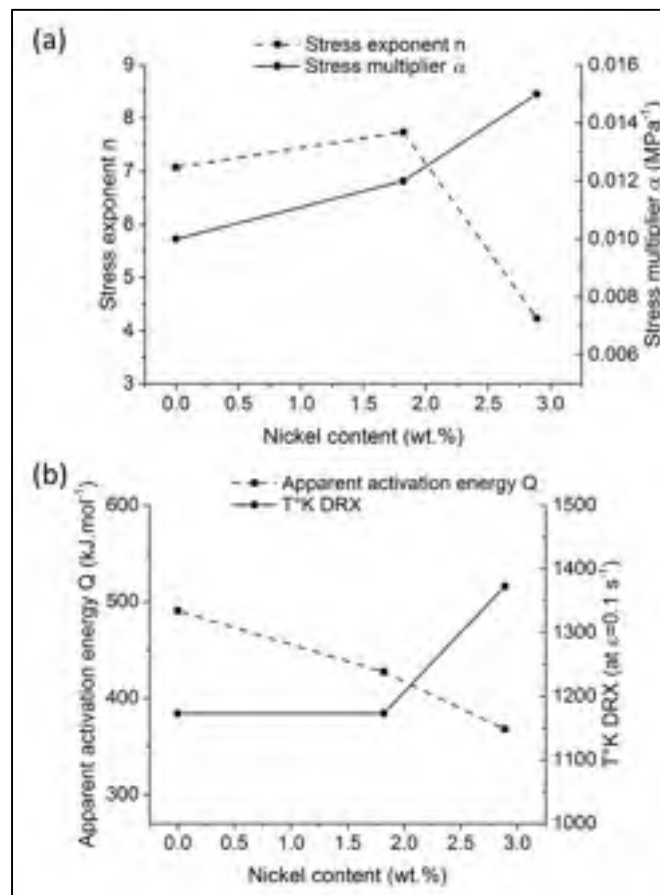


Fig. 10 (a) Stress exponent  $n$  and multiplier  $\alpha$  and (b) Apparent activation energy  $Q$  and DRX temperature occurrence relative to nickel content

It is important to note that, the decreasing apparent activation energy with the increase in nickel content contrasts with the increase of the DRX start temperature with the nickel content. As the recrystallization start temperature increases with the nickel content (**Fig. 10b**), the activation energy is expected to be higher because the stacking fault energy is increased due to higher amounts of the substitutional alloying elements (McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar et al., 2013; Zhu et al., 2015). In the Arrhenius model, the microstructure is assumed to remain constant through high temperature deformation cycle. As a result, the activation energy determined using the present model can only be considered as apparent, because heat input and deformation can modify the grain size and the subgrain size, and therefore the microstructure (McQueen et Ryan, 2002). As can be seen in Eq. (10),  $Q$  is directly related to  $n$ , and therefore, to material constant  $\alpha$  (Matuszewski, Machmeier et McQueen, 1991; McQueen et Ryan, 2002; Porter et Easterling, 1992a; Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010; Zhang et al., 2016a; Zhu et al., 2015). Furthermore, as also reported by others, as a higher  $\alpha$  implies a lower  $n$  value, therefore, the apparent activation energy is reduced or increased as a function of Arrhenius parameters (Matuszewski, Machmeier et McQueen, 1991; McQueen et Ryan, 2002; Poliak et Jonas, 1996). For example, Matuszewski, Machmeier et McQueen (1991) calculated an apparent activation energy value of  $253 \text{ kJ.mol}^{-1}$  for 50B44 boron steel while Wang, Liu et Wang (2005) reported a value of  $378.6 \text{ kJ.mol}^{-1}$  for medium carbon manganese steel. It should be noted that the  $\alpha$  values were higher in the boron steel than in the carbon steel, while in contrast, the  $n$  exponent of the boron steel was much lower, resulting in overall lower  $Q$  values. Therefore, because the stress exponent  $n$  of modified AISI 4330 steel ( $n=4.2360$ ) is much lower than those for AISI 4130 ( $n=7.077$ ) and AISI 4340 ( $n=7.74$ ) steels (**Fig. 10a**), a lower workability is expected for the nickel-modified AISI 4330 steel. Also, under these conditions, the actual activation energy of the nickel-modified AISI 4330 steel should then be higher than the apparent activation energy found using the Arrhenius model (Sajadifar et al., 2013; Sajadifar, Ketabchi et Nourani, 2010; Wang, Liu et Wang, 2005).

### 4.3 Recrystallization kinetics

The occurrence of DRX is mainly governed by the mutual influences of temperature and strain rate. At higher strain rates, the annihilation rate of dislocations decreases, and therefore, DRV is favored instead of DRX, as illustrated in **Fig. 5** for test temperatures below 1423K. As can be seen in **Figs. 9a, b, c and d**, by increasing the temperature, the critical strain for the initiation of recrystallization is decreased, thereby accelerating the kinetics of recrystallization (slopes of X curves). For example, from 1223K to 1273K and strain rate of  $0.01\text{s}^{-1}$ , the 50% fraction recrystallized is reduced from a strain of 0.55 to 0.42 (**Fig. 9a**). In contrast, strain rate has the inverse effect of temperature. At 1423K, as the strain rate increases from  $0.01\text{s}^{-1}$  to  $0.1\text{s}^{-1}$  the 50% fraction recrystallized strain changes from 0.25 to 0.45 (**Figs. 9a and b**).

As reported in **Fig. 8**, a linear relation exists between critical and peak stress and strain. The above results are in agreement with those reported by other researchers who observed such linear relations between the critical and peak stress and strain ratios (Jonas et al., 2009; Sajadifar et al., 2013; Sakai et al., 2014; Zhu et al., 2015). It is worth noting that some authors reported that the relation between peak and critical strain has a lower Pearson's coefficient than the stress relation, and related it to the use of the double differential method (Zhang et al., 2016b).

It can be seen in **Table 5** and **Fig. 11** that alloying elements have a significant influence in terms of slowing down the kinetics of DRX, as the Avrami's constant  $k$  decreases with the addition of vanadium, niobium, and nickel. The lower value of the constant  $k$  reflects the decreased nucleation and growth rate of recrystallized grains, as shown in Eq. (12) (Porter et Easterling, 1992a). For example, Zhu et al. (2015) and Zhang et al. (2016a) reported that the addition of 0.036%wt niobium reduces the Avrami parameter from 0.695 to 0.62 in a 34CrNiMo steel and inversely increases the apparent activation energy by 11% and the DRX start temperature from 1223K to 1273K at the same strain rate. Akben, Bacroix et Jonas (1983) noted that niobium has a ten times stronger retardation power on static recrystallization than molybdenum. This value increases to twenty times for vanadium. This

delay in recrystallization translates into a 44% increase in the strengthening effect of austenite, as compared to 5% and 8% for molybdenum and vanadium, respectively.

Steel Grade	Ref.	Composition (%wt)				Avrami constant k	Avrami exponent $n_{DRX}$	T°K DRX ( $\dot{\epsilon}=0.1 \text{ s}^{-1}$ )	DRX initiation at $\dot{\epsilon}=0.1 \text{ s}^{-1}$ and T=1423K
		C	Ni	Cr	Microall.				
Cr-Ni-Mo-Nb	15	0.52	0.72	1.92	Nb = 0.036	0.62	1.84	1273	0.1
34CrNiMo	29	0.36	1.64	1.67	-	0.695	1.897	1223	0.2
AISI 4330 mod.	Present	0.33	2.89	1.08	V = 0.063	0.5504	4.1798	1373	0.3

Table 5 Influence of nickel on DRX kinetics

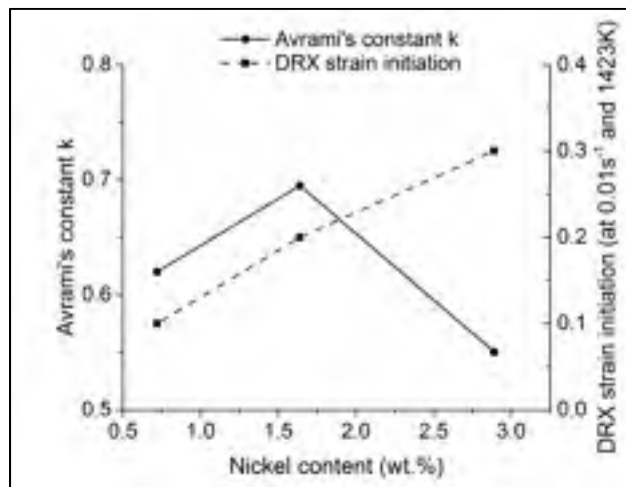


Fig. 11 Avrami's constant k and DRX strain initiation

#### 4.4 Influence of nickel on dynamic mechanisms of softening and workability

In order to study the workability of nickel-modified steel, strain rate sensitivity values can be obtained from the slopes of  $\ln\sigma$ – $\ln\dot{\epsilon}$  curves (**Fig. 7a**) (McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar et al., 2013). The strain rate sensitivity  $m$  is defined as :

$$\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} = \frac{1}{n'} = m \quad (16)$$

The strain rate sensitivity represents the amount of stress increase relative to strain rate increase. This amount and the dynamic mechanisms occurrence by increasing strain rate can create stress variations in the material, resulting in different response to deformation during hot forging. **Fig. 12** shows that the nickel-modified AISI 4330 steel is significantly sensitive to strain rate than lower nickel-content AISI 4130 and AISI 4340 steels. The average values at 1223K are between 0.15 and 0.19, whereas for lower nickel alloyed steels, the strain rate sensitivity doesn't exceed 0.15. The above results reveal that the stress increase with strain rate of the nickel-modified AISI 4330 steel is higher than that of the lower nickel content steel. For example, at 1373K, by increasing the strain rate from  $0.01 \text{ s}^{-1}$  to  $0.1 \text{ s}^{-1}$ , the peak stress of nickel-modified AISI 4330 changes from 41.9 MPa to 70.135 MPa, representing a 67.4% stress increase. In comparison, under the same conditions, AISI 4130 steel peak stress increases from 40MPa to 60MPa, representing a 50% stress difference (Sajadifar et al., 2013). Similarly, for AISI 4340 steel, the peak stress varies from 55MPa to 70MPa, approximately, representing a 27% stress increase (Zhang et al., 2016a). Furthermore, the occurrence of softening mechanisms, crucial for good workability, appears to be at lower strain rates i.e. higher temperatures than other steels. The above findings can be related to the occurrence of DRX at higher temperature and/or lower strain rates in the present steel (**Fig. 5**), as compared to similar steels but with a lower Nickel content. Furthermore, the higher strain rate sensitivity of nickel-modified AISI 4330 steel can explain the higher  $\alpha$  value determined in this study (**Table 4**). The strain rate sensitivity and the change in the DRX occurrence conditions can be related to the nickel content. Non-alloyed austenite has low stacking fault energy (SFE) ( $-390 \text{ mJ.m}^{-2}$ ), and therefore, a strong tendency for DRX. By

alloying the austenite, the stacking fault energy increases and therefore the dislocation motion is reduced (Limmer et al., 2015; McQueen et Ryan, 2002; Zhang et al., 2016a; Zhang et al., 2016b). As a result, the temperature and strain rate range for DRX occurrence are reduced (McQueen et Ryan, 2002; Sajadifar et al., 2013). Specifically, a 4%wt nickel alloying of pure iron increases the SFE to approximately  $150 \text{ mJ.m}^{-2}$ , which highlights the strong effect of nickel on SFE, as compared to chromium ( $30 \text{ mJ.m}^{-2}$ ) and manganese ( $20 \text{ mJ.m}^{-2}$ ) (Limmer et al., 2015).

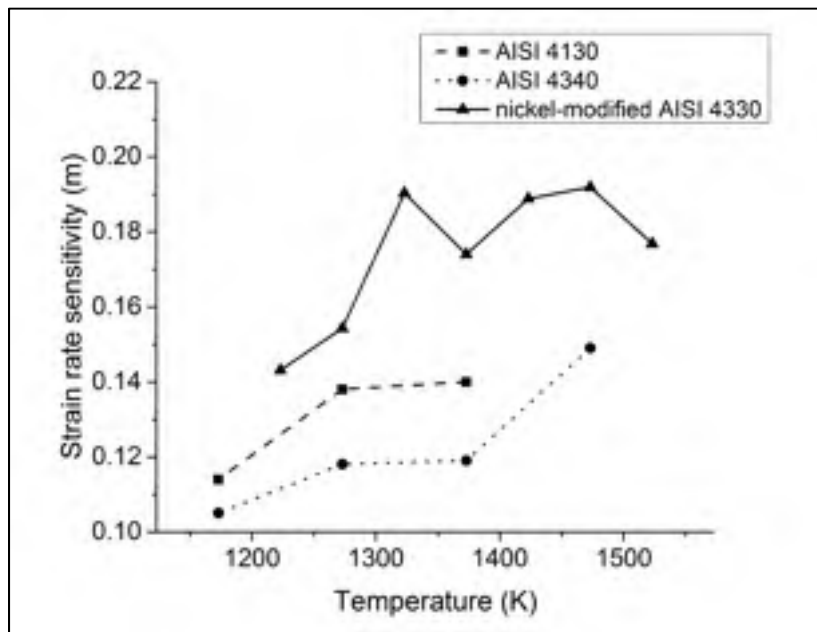


Fig. 12 Strain rate sensitivity of nickel-modified AISI 4330 steel, AISI 4130 and AISI 4340 steels

Moreover, it has been reported that the presence of nickel promotes cross slip and increases the dislocation density (Davis, 2001; Lee et al., 2011) which contributes to increase the toughness of the material. As a result, the stress multiplier,  $\alpha$ , for nickel-modified AISI 4330 steel is higher of about 50% than low alloyed steels (**Table 4**). In contrast, its strain rate sensitivity increased significantly as shown in **Fig. 12**.

The increase in SFE implies that higher energy is needed to initiate DRX in the material. Experimentally, this corresponds to a higher strain for the initiation of DRX and/or a higher DRX start temperature in the nickel-modified AISI 4330 steel ( $\epsilon=0.3$ ), as compared to the

conventional Cr-Ni-Mo steel ( $\epsilon=0.2$ ) 29) under the same deformation conditions (**Table 5**). As reported in **Table 3**, the DRX start temperature at  $0.1s^{-1}$  strain rate is higher for nickel alloyed steel than for the two other steels : 1373K for nickel-modified AISI 4330 steel, 1223K and 1273K for Cr-Ni-Mo steel and Cr-Ni-Mo-Nb steels, respectively. The Avrami's constant  $k$  decreases from 0.695 to 0.5504 with nickel alloying (**Fig. 11**), and based on Eq. (11), the nucleation and the growth rates of recrystallized grains in nickel-modified AISI 4330 steel are reduced. Moreover, as it can be seen in **Table 5**, Avrami's constant  $n_{DRX}$  is around 2 for Cr-Ni-Mo-Nb and 34CrNiMoV steel, indicating a grain-edge nucleation after substructure formation during hot deformation. However, the Avrami's constant for nickel-modified AISI 4330 steel is about 4, which imply that the nucleation rate is constant (Doherty, 1996). As a result, it can be said that nickel alloying reduces the nucleation and grain growth while keeping it constant. These observations are in agreement with the increase in the DRX start temperature and the stress multiplier increase at higher nickel contents.

It has been reported that the apparent activation energy is mainly stress-dependent (Laasraoui et Jonas, 1991; McQueen et Ryan, 2002); therefore, an increase in the steady-state stress is indicative of higher activation energy. Microalloying elements are known for delaying recrystallization (Akben, Bacroix et Jonas, 1983); however, the influence of vanadium on the activation energy and flow stress of medium carbon low alloyed steels has been reported to be negligible (Akben, Bacroix et Jonas, 1983; Shen et al., 2016; Wei, Liu et Zhang, 2014). Therefore, solid solution strengthening elements such as copper, nickel or manganese can be identified as the root causes of the observed increase in the steady-state stress, and consequently, the apparent activation energy decrease observed in the investigated alloy (Pickering, 1992; Vervynckt et al., 2012). Pickering (1992) established the strengthening effect coefficients for solid solution elements, including manganese, copper and nickel. In the composition of our steel, the nickel content is significantly higher than that of Mn and Cu, which implies that nickel has a preferential strengthening effect after carbon, as reported in **Table 6**. Therefore, the lower kinetics of DRX of nickel-modified AISI 4330 steel can essentially be attributed to the solid solution strengthening effect of nickel (Pickering, 1992; Vervynckt et al., 2012).

$\sigma_{\text{strength}} = 680P + 83Si + 32Mn + 38Cu + 33Ni + 5000(C + N)$			
Element	Wt%	Strengthening effect (MPa)	Relative effect (%)
C	0.33	1650	90.5
Ni	2.89	95.37	5.2
N	0.0045	22.5	1.2
Si	0.25	20.75	1.1
Mn	0.53	16.96	0.9
P	0.015	10.2	0.5
Cu	0.2	7.6	0.4

Table 6 Strengthening effect of solid solution elements of nickel-modified AISI 4330 steel according to Pickering (1992)

It has been reported by Saxena et al. (1993) that AISI 4330 steel grade possess high toughness and excellent fatigue crack growth resistance, which is a result of its chemistry and metastable microstructure obtained after heat treatment. Although nickel alloying enhances the toughness of the steel as well as decreases the ductile-fragile temperature transition (Davis, 2001), the reduction of DRX kinetics and DRX temperature lead to lower workability of these steels compared to non-nickel alloyed steels. Such reduction can imply that during hot deformation, DRX occurs on faces of the sample whereas DRV only occurs at the edges. For example, as it can be seen on **Fig. 5c**, by increasing the temperature from 1423K to 1473K, DRX occurs instead of DRV, changing therefore the stress level. Thus, as DRX lowers the stress level, cracks can grow from these recrystallized zones due to tension generated between DRV zones and DRX zones. This mechanism is similar to adiabatic shear bands (ASB) generated under high speed impact as observed by Polyzois et Bassim (2015) on AISI 4340 steel. Cracks appeared on ASB characterized by small recrystallized grain size after impact. ASB is surrounded by severe elongated grains, indicating that DRX occurrence between DRV zones resulted in softening that led to excessive tension into the material and therefore cracking.



## 5) Conclusions

Isothermal hot compression tests were conducted on nickel-modified AISI 4330 steel over a wide range of strain rates ( $0.01 - 1\text{s}^{-1}$ ) and temperatures ( $1223 - 1523\text{K}$ ). Experimental flow curves show softening mechanisms such as dynamic recrystallization and dynamic recovery. The calculated apparent activation energy and kinetics of recrystallization were compared with those of other low alloyed steels. The conclusions of the present study can be summarized as follows:

1. The addition of nickel increases the apparent activation energy and, by extension, the DRX start temperature and stress levels.
2. Increasing the nickel content from 0 to 2.89 %wt decreases the apparent activation energy from 490.749 to 367.927  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ . Material constants,  $\alpha$  and  $n$  are however higher and lower respectively compared to low alloyed steels.
3. The Avrami kinetics of dynamic recrystallization were studied,  $k$  and  $n_{\text{DRX}}$  values were determined, and the Avrami equation can be written as:

$$X = 1 - \exp(-0.5504t^{4.1798})$$

The developed model shows good agreement with experimental results.

4. A higher nickel content does not appear to affect grain growth during recrystallization.
5. As the Avrami  $k$  value is lower for nickel-modified AISI 4330 steel than low alloyed steels, it indicates that the kinetics of nucleation is slower with nickel alloying.
6. Strain rate sensitivity of the nickel-modified AISI 4330 steel is significantly higher than that of similar steels with a lower Nickel content. The addition of nickel therefore modifies the flow behavior of the steel and reduces its high temperature formability to minimal strain rate change.



## BIBLIOGRAPHIE

- Abdollah-zadeh, A., et M. Belbasy. 2005. « Effects of Mn and Cu on the mechanical properties of a high strength low alloy NiCrMoV steel ». *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 21, n° 4, p. 470-474.
- Akben, M. G., B. Bacroix et J. J. Jonas. 1983. « Effect of vanadium and molybdenum addition on high temperature recovery, recrystallization and precipitation behavior of niobium-based microalloyed steels ». *Acta Metallurgica*, vol. 31, n° 1, p. 161-174.
- Bandyopadhyay, N., C. L. Briant et E. L. Hall. 1985. « Carbide precipitation, grain boundary segregation, and temper embrittlement in NiCrMoV rotor steels ». *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 16, n° 5, p. 721-737.
- Barella, S., A. Gruttadauria, C. Mapelli, D. Mombelli, C. L. Fanezi, F. Fioletti, M. Formentelli et M. Guarneri. 2014. « Effect of Heat Treatment and of Primary Austenite Grain Size on the Minimum Size of Detectable Defect on 26NiCrMoV11.5 High Strength Steel ». *Advanced Engineering Materials*, vol. 16, n° 1, p. 103-111.
- Barralis, J. , et G. Maeder. 2007. *Précis de Métallurgie: élaboration, structures-propriétés, normalisation*. Nathan.
- Barsom, John M. 2009. « A Study of Micro-cracks in Overheated Forgings of Ultra-Low Sulfur Steels for Aircraft Engine Crankshafts ».
- Becker, William T., et Roch J. Shipley. 1985, 2002. « Manufacturing Aspects of Failure and Prevention ». In *ASM Handbook, Volume 11 - Failure Analysis and Prevention*. p. 81-102. ASM International. < <http://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt00AF2L84/asm-handbook-volume-11/manufacturing-aspects> >.
- Belkebir, A., et A. Kobylanski. 1995. « Lois de Comportement à chaud avec Recristallisation Dynamique. Application au cas des Alliages à Base de Fer Pur ». *Le Journal de Physique IV*, vol. 5, n° C3, p. 165-175.
- Bhadeshia, H., et R. Honeycombe. 2006. *Steels - Microstructure and Properties (3rd Edition)*. Elsevier, 360 p.
- Bhadeshia, H. K. D. H. 2001. *Bainite in Steels - Transformations, Microstructure and Properties (2001)*, Second. London: The Institute of Materials, 454 p.

- Bitterlin, M., A. Loucif, N. Charbonnier, M. Jahazi, L. P. Lapierre-Boire et J. B. Morin. 2016. « Cracking mechanisms in large size ingots of high nickel content low alloyed steel ». *Engineering Failure Analysis*, vol. 68, p. 122-131.
- Bitterlin, M., D. Shahriari, L. P. Lapierre-Boire, J. B. Morin et M. Jahazi. 2018. « Hot Deformation Behavior of a Nickel-modified AISI 4330 Steel ». *ISIJ International*, vol. 58, n° 9, p. 1711-1720.
- Blais, C., G. L'Esperance, H. Lehuy et C. Forget. 1997. « Development of an integrated method for fully characterizing multiphase inclusions and its application to calcium-treated steels ». *Materials Characterization*, vol. 38, n° 1, p. 25-37.
- Bonnier, G., et E. Devin. 1997. « Couples thermoélectriques: Caractéristiques et mesure de température ». *Techniques de l'ingénieur. Mesures et contrôle*, n° R2590, p. 22.
- Bramfitt, B. L., et A. O. Bensecoter. 2002. « Appendix: Tables Helpful to the Metallographer ». In *Metallographer's guide: practice and procedures for irons and steels*. p. 302-306. ASM International.
- Bruemmer, S.M. 1986. « Evaluation of chemical and electrochemical etching techniques to determine phosphorus segregation in NiCrMoV rotor steels ». *Corrosion*, vol. 42, n° 3, p. 180-185.
- Cahn, R.W. 1996. « Recovery and Recrystallization ». In *Physical Metallurgy*, sous la dir. de Cahn, R.W., et P. Haasen. Vol. 3, p. 2399-2482. North-Holland.
- Cahn, R.W., et P. Haasen. 1996. « Metallurgical Thermodynamics ». In *Physical Metallurgy*. p. 429-434. vol. 1: North-Holland.  
< <https://books.google.ca/books?id=UsfCrQEACAAJ> >.
- Chadha, K., D. Shahriari, R. Tremblay, P. P. Bhattacharjee et M. Jahazi. 2017. « Deformation and Recrystallization Behavior of the Cast Structure in Large Size, High Strength Steel Ingots: Experimentation and Modeling ». *Metallurgical and Materials Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 48a, n° 9, p. 4297-4313.
- Chandler, H. 1996. « Alloy Steels (1300 through 9700 Series) ». In *Heat treater's guide: practices and procedures for irons and steels*. p. 347. ASM international.
- Chen, F., Z. S. Cui et S. J. Chen. 2011. « Recrystallization of 30Cr2Ni4MoV ultra-supercritical rotor steel during hot deformation. Part I: Dynamic recrystallization ». *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 528, n° 15, p. 5073-5080.

- Chen, F., Z. S. Cui, D. S. Sui et B. Fu. 2012. « Recrystallization of 30Cr2Ni4MoV ultra-super-critical rotor steel during hot deformation. Part III: Metadynamic recrystallization ». *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 540, p. 46-54.
- Connolly, B. M., J. Paules et A. DeArdo. 2015. « The effects of composition and thermal path on hot ductility of forging steels ». *Metallurgia Italiana*, vol. 107, n° 1, p. 3-9.
- Cuddy, L. J. 1981. « Microstructures developed during thermomechanical treatment of HSLA steels ». *Metallurgical Transactions A*, vol. 12, n° 7, p. 1313-1320.
- Das, S., M. Mukherjee et T. K. Pal. 2015. « Effect of grain boundary precipitation and delta-ferrite formation on surface defect of low nickel austenitic stainless steels ». *Engineering Failure Analysis*, vol. 54, p. 90-102.
- Davis, J. R. 2001. « Carbon and Alloy Steels ». In *Alloying : Understanding the Basics*. p. 123-192. ASM international.
- Dieter, G. E. 2003. « Bulk Workability of Metals ». In *Handbook of Workability and Process Design*, sous la dir. de Dieter, G. E., H. A. Kuhn et S. L. Semiatin. p. 22-34. ASM International.
- Dieter, G.E. 1988. « Fundamentals of metaworking ». In *Mechanical Metallurgy, SI metric edition*. p. 539-549. McGraw-Hill.
- Doherty, R. D. 1996. « Diffusive phase transformations in the solid state ». In *Physical Metallurgy*, sous la dir. de Cahn, R.W., et P. Haasen. Vol. 2, p. 1435-1436. North-Holland.
- DSI. 2010. « Hot Working Process Simulation ». In *Gleeble Users Training, Gleeble Systems and Applications*. p. 77-87. Dynamic Systems Inc.
- Gale, W. F., et T. C. Totemeier. 2004. « Diffusion in Metals ». In *Smithells Metals Reference Book*, 7. p. 1-118. Elsevier.
- García de Andres, C., M.J. Bartolomé, C. Capdevila, D. San Martín, F.G. Caballero et V López. 2001. « Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels ». *Materials Characterization*, vol. 46, n° 5, p. 389-398.
- García de Andrés, C., F.G. Caballero, C. Capdevila et D. San Martín. 2002. « Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages ». *Materials Characterization*, vol. 49, n° 2, p. 121-127.

- Groover, Mikell P. 2010. *Fundamentals of Modern Manufacturing: Materials, Processes, and Systems*. John Wiley & Sons, 1025 p.
- Guo-Zheng, Q. 2013. « Characterization for dynamic recrystallization kinetics based on stress-strain curves ». In *Recent Developments in the Study of Recrystallization*, sous la dir. de Wilson, P., p. 61-81. InTech.
- Han, Y., H. Wu, W. Zhang, D. N. Zou, G. W. Liu et G. J. Qiao. 2015. « Constitutive equation and dynamic recrystallization behavior of as-cast 254SMO super-austenitic stainless steel ». *Materials & Design*, vol. 69, p. 230-240.
- Han, Y., S. Yan, B. Yin, H. Y. Li et X. Ran. 2018. « Effects of temperature and strain rate on the dynamic recrystallization of a medium-high-carbon high-silicon bainitic steel during hot deformation ». *Vacuum*, vol. 148, p. 78-87.
- He, J. L., Z. S. Cui, F. Chen, Y. H. Xiao et L. Q. Ruan. 2013. « The new ductile fracture criterion for 30Cr2Ni4MoV ultra-super-critical rotor steel at elevated temperatures ». *Materials & Design*, vol. 52, p. 547-555.
- Hosford, W.F. 2010. « Special Steels ». In *Physical Metallurgy*, Second Edition. p. 319-327. CRC Press. < <https://books.google.ca/books?id=WDvOBQAAQBAJ> >.
- Humphreys, F.J., et M. Hatherly. 2004. « Recrystallization of single-phase alloys ». In *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2. p. 215-235. Elsevier.
- International, ASTM. 2010. *E112-10*. 1-27 p.
- ISA, ASTM. 1982. *MC 96.1 Temperature Measurement Thermocouples*. 11-41 p.
- Johnson, G. R., et W. H. Cook. 1983. « A constitutive model and data for materials subjected to large strains, high strain rates, and high temperatures ». *Proc. 7th Int. Sympo. Ballistics*, p. 541-547.
- Jonas, J. J., et C. Ghosh. 2013. « Role of mechanical activation in the dynamic transformation of austenite ». *Acta Materialia*, vol. 61, n° 16, p. 6125-6131.
- Jonas, J. J., C. Ghosh et V. V. Basabe. 2013. « Effect of dynamic transformation on the mean flow stress ». *steel research international*, vol. 84, n° 3, p. 253-258.
- Jonas, J. J., C. Ghosh, X. Queennec et V. V. Basabe. 2013. « The Critical Strain for Dynamic Transformation in Hot Deformed Austenite ». *Isij International*, vol. 53, n° 1, p. 145-151.
- Jonas, J. J., X. Queennec et L. Jiang. 2012. « Modeling the flow curve of hot deformed austenite ». In *Materials Science Forum*. Vol. 715-716, p. 81-88. Trans Tech Publ.

- Jonas, J. J., X. Queleuennec, L. Jiang et E. Martin. 2009. « The Avrami kinetics of dynamic recrystallization ». *Acta Materialia*, vol. 57, n° 9, p. 2748-2756.
- Laasraoui, A., et J. J. Jonas. 1991. « Prediction of Steel Flow Stresses at High-Temperatures and Strain Rates ». *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 22, n° 7, p. 1545-1588.
- Lagneborg, R., T. Siwecki, S. Zajac et B. Hutchinson. 1999. « The role of vanadium in microalloyed steels ». *Scandinavian Journal of Metallurgy*, vol. 28, n° 5, p. 186-241.
- Lee, J. S., et J. S. Chun. 1981. « Effect of high temperature thermomechanical treatment on the mechanical properties of vanadium-modified AISI 4330 steel ». *Journal of Materials Science*, vol. 16, n° 6, p. 1557-1566.
- Lee, K. H., S. G. Park, M. C. Kim, B. S. Lee et D. M. Wee. 2011. « Characterization of transition behavior in SA508 Gr.4N Ni-Cr-Mo low alloy steels with microstructural alteration by Ni and Cr contents ». *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 529, p. 156-163.
- Lee, W. B., S. G. Hong, C. G. Park et S. H. Park. 2002. « Carbide precipitation and high-temperature strength of hot-rolled high-strength, low-alloy steels containing Nb and Mo fire resistant steels ». *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 33, n° 6, p. 1689-1698.
- Li, H. Y., Y. H. Li, X. F. Wang, J. J. Liu et Y. Wu. 2013. « A comparative study on modified Johnson Cook, modified Zerilli-Armstrong and Arrhenius-type constitutive models to predict the hot deformation behavior in 28CrMnMoV steel ». *Materials & Design*, vol. 49, p. 493-501.
- Li, H. Y., Y. H. Li, D. D. Wei, J. J. Liu et X. F. Wang. 2011. « Constitutive equation to predict elevated temperature flow stress of V150 grade oil casing steel ». *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 530, p. 367-372.
- Li, Y. P., E. Onodera et A. Chiba. 2010. « Evaluation of Friction Coefficient by Simulation in Bulk Metal Forming Process ». *Metallurgical and Materials Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 41a, n° 1, p. 224-232.
- Limmer, K. R., J. E. Medvedeva, D. C. Van Aken et N. I. Medvedeva. 2015. « Ab initio simulation of alloying effect on stacking fault energy in fcc Fe ». *Computational Materials Science*, vol. 99, p. 253-255.
- Lin, Y. C., M. S. Chen et J. Zhong. 2008. « Constitutive modeling for elevated temperature flow behavior of 42CrMo steel ». *Computational Materials Science*, vol. 42, n° 3, p. 470-477.

- Liu, P., F. G. Lu, X. Liu et Y. L. Gao. 2013. « Metallographic etching and microstructure characterization of NiCrMoV rotor steels for nuclear power ». *International Journal of Minerals Metallurgy and Materials*, vol. 20, n° 12, p. 1164-1169.
- Liu, Z. Y., X. L. He, J. Q. Chen, S. W. Yang, B. W. Chen, M. Hu et W. Liang. 2011. « Alloying Element Nickel Influence on Microstructure and Properties of Weathering Steels ». In *Advanced Materials Research*. Vol. 295-297, p. 1436-1440. Trans Tech Publ.
- Loucif, A., D. Shahriari, C. Zhang, M. Jahazi, L. P. Lapierre-Boire et R. Tremblay. 2017. « Macrosegregation of Alloying Elements in Hot Top of Large Size High Strength Steel Ingot ». In *Materials Science Forum*. Vol. 879, p. 1176-1181.
- Mangonon, P.L. 1980. « Hardenabilities of vanadium-modified 4330 low alloy constructional steels ». *Journal of Heat Treating*, vol. 1, n° 4, p. 47-60.
- Mangonon, P.L. 1982. « Relative hardenabilities and interaction effects of Mo and V in 4330 alloy steel ». *Metallurgical Transactions A*, vol. 13, n° 2, p. 319-320.
- Matuszewski, T., P.M. Machmeier et H.J. McQueen. 1991. « Torsional hot workability in 0.47 C-0.86 Mn-0.5 Cr-B steel from 650°C to 870°C ». *Metallurgical Transactions A*, vol. 22, n° 2, p. 469-477.
- McQueen, H. J., et N. D. Ryan. 2002. « Constitutive analysis in hot working ». *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 322, n° 1-2, p. 43-63.
- Mead, H.W., et C.E. Birchenall. 1956. « Self-diffusion of iron in austenite ». *Journal Of Metals*, vol. 8, n° 10, p. 1336-1339.
- Medina, S. F., et C. A. Hernandez. 1996. « General expression of the Zener-Hollomon parameter as a function of the chemical composition of low alloy and microalloyed steels ». *Acta Materialia*, vol. 44, n° 1, p. 137-148.
- Mirzaee, M., H. Keshmiri, G. R. Ebrahimi et A. Momeni. 2012. « Dynamic recrystallization and precipitation in low carbon low alloy steel 26NiCrMoV 14-5 ». *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 551, p. 25-31.
- Mirzaie, T., H. Mirzadeh et J. M. Cabrera. 2016. « A simple Zerilli-Armstrong constitutive equation for modeling and prediction of hot deformation flow stress of steels ». *Mechanics of Materials*, vol. 94, p. 38-45.



- Monajati, H., M. Jahazi, S. Yue et A. K. Taheri. 2005. « Deformation characteristics of isothermally forged UDIMET 720 nickel-base superalloy ». *Metallurgical and Materials Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 36a, n° 4, p. 895-905.
- Montheillet, F., et J. J. Jonas. 1996. « Temperature dependence of the rate sensitivity and its effect on the activation energy for high-temperature flow ». *Metallurgical and Materials Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 27, n° 10, p. 3346-3348.
- Mukhopadhyay, Suman, Hrishikesh R Jugade, Goutam Mukhopadhyay et Sandip Bhattacharyya. 2015. « Failure Analysis of the Liner Plate of CDQ Chamber Made of AISI 310 ». *Journal of Failure Analysis and Prevention*, vol. 15, n° 5, p. 697-700.
- Nachtrab, W.T., et Y.T. Chou. 1988. « The effect of Sn, Al, and N on the hot ductility of a carbon-manganese steel between 700°C and 1200°C ». *Metallurgical Transactions A*, vol. 19, n° 5, p. 1305-1309.
- Nadella, R, DG Eskin, Q Du et L Katgerman. 2008. « Macrosegregation in direct-chill casting of aluminium alloys ». *Progress in Materials Science*, vol. 53, n° 3, p. 421-480.
- Narimani, N., B. Zarei, H. Pouraliakbar et G. Khalaj. 2015. « Predictions of corrosion current density and potential by using chemical composition and corrosion cell characteristics in microalloyed pipeline steels ». *Measurement*, vol. 62, p. 97-107.
- Nürnbergger, F., O. Grydin, M. Schaper, F. W. Bach, B. Koczurkiewicz et A. Milenin. 2010. « Microstructure Transformations in Tempering Steels during Continuous Cooling from Hot Forging Temperatures ». *Steel Research International*, vol. 81, n° 3, p. 224-233.
- Opiela, M, et A Grajcar. 2012. « Elaboration of forging conditions on the basis of the precipitation analysis of MX-type phases in microalloyed steels ». *archives of civil and mechanical engineering*, vol. 12, n° 4, p. 427-435.
- Penha, R. N., J. Vatauk, A. A. Couto, S. A. D. Pereira, S. A. de Sousa et L. D. Canale. 2015. « Effect of chemical banding on the local hardenability in AISI 4340 steel bar ». *Engineering Failure Analysis*, vol. 53, p. 59-68.
- Pickering, E. J. 2013. « Macrosegregation in Steel Ingots: The Applicability of Modelling and Characterisation Techniques ». *Isij International*, vol. 53, n° 6, p. 935-949.
- Pickering, F.B. 1992. « Constitution and properties of steels ». In *Materials Science and Technology*, sous la dir. de W., Cahn R., Haasen P. et Kramer E. J. Vol. 7, p. 41-94. Weinheim: VCH.

- Poliak, E. I., et J. J. Jonas. 1996. « A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization ». *Acta Materialia*, vol. 44, n° 1, p. 127-136.
- Polyzois, I., et N. Bassim. 2015. « An examination of the formation of adiabatic shear bands in AISI 4340 steel through analysis of grains and grain deformation ». *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 631, p. 18-26.
- Porter, D. A., et K. E. Easterling. 1992a. « Diffusional transformations in solids ». In *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2. p. 263-381. Great Britain: Springer-Science+Business Media, B.Y.
- Porter, D. A., et K. E. Easterling. 1992b. « Diffusionless Transformations ». In *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2. p. 422-425. Great Britain: Springer-Science+Business Media, B.Y.
- Quellenec, X., et J. J. Jonas. 2012. « Simulation of Austenite Flow Curves under Industrial Rolling Conditions Using a Physical Dynamic Recrystallization Model ». *Isij International*, vol. 52, n° 6, p. 1145-1152.
- Raabe, D. 2014. « Recovery and Recrystallization: Phenomena, Physics, Models, Simulation ». In *Physical Metallurgy*, sous la dir. de Laughlin, D. E., et K. Hono, 5. Vol. 3, p. 2291-2397. Oxford: Elsevier.  
< <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978044453770600023X> >.
- Rasti, J, A Najafzadeh et M Meratian. 2011. « Correcting the stress-strain curve in hot compression test using finite element analysis and Taguchi method ». *International Journal of Iron & Steel Society of Iran*, vol. 8, n° 1, p. 26-33.
- Reza, T., N. Abbas et S. Reza. 2008. « Drawing of CCT diagrams by static deformation and consideration deformation effect on martensite and bainite transformation in NiCrMoV steel ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 196, n° 1-3, p. 321-331.
- Robertson, J. 1991. « The Mechanism of High-Temperature Aqueous Corrosion of Stainless-Steels ». *Corrosion Science*, vol. 32, n° 4, p. 443-465.
- Sajadifar, S. V., M. Ketabchi et M. Nourani. 2011. « Modeling of Mechanical Characteristics in Hot Deformation of 4130 Steel ». *Steel Research International*, vol. 82, n° 8, p. 934-939.

- Sajadifar, S. V., G. G. Yapici, M. Ketabchi et B. Bemanizadeh. 2013. « High Temperature Deformation Behavior of 4340 Steel: Activation Energy Calculation and Modeling of Flow Response ». *Journal of Iron and Steel Research International*, vol. 20, n° 12, p. 133-139.
- Sajadifar, S.V., M. Ketabchi et M.R. Nourani. 2010. « Hot deformation characteristics of 34CrMo4 steel ». *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 17, n° 12, p. 65-69.
- Sakai, T., A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura et J. J. Jonas. 2014. « Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions ». *Progress in Materials Science*, vol. 60, p. 130-207.
- Sakai, T., et M. Ohashi. 1981. « The effect of temperature, strain rate, and carbon content on hot deformation of carbon steels ». *Tetsu-to-Hagané*, vol. 67, n° 11, p. 2000-2009.
- Saunders, N., U.K.Z. Guo, X. Li, A.P. Miodownik et J-P Schillé. 2003. « Using JMatPro to model materials properties and behavior ». *JOM*, vol. 55, n° 12, p. 60-65.
- Saxena, V. K., G. Malakondaiah, V. M. Radhakrishnan et P. R. Rao. 1993. « On the Fatigue Crack-Growth Resistance of Upper Bainite-Martensite in an AISI 4330 Steel ». *Scripta Metallurgica Et Materialia*, vol. 28, n° 10, p. 1257-1260.
- Serajzadeh, S., et A. K. Taheri. 2002. « An investigation on the effect of carbon and silicon on flow behavior of steel ». *Materials & Design*, vol. 23, n° 3, p. 271-276.
- Shaban Ghazani, M., A. Vajd et B. Mosadeg. 2015. « Prediction of Critical Stress and Strain for the Onset of Dynamic Recrystallization in Plain Carbon Steels ». *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*, vol. 12, n° 1.
- Shant, J Raghu, Bijay K Pandey, Rajesh K Goyal et TS Kathayat. 2013. « Failure Analysis of Cracks Formed at Extrados of Bend Pipe of API 5L X65M Grade ». *Journal of Failure Analysis and Prevention*, vol. 13, n° 5, p. 531-537.
- Sharma, C.P. 2003. « Alloy Steels ». In *Engineering Materials : Properties and Applications of Metals and Alloys*. p. 41-46. PHI Learning.
- Shen, W. F., L. W. Zhang, C. Zhang, Y. F. Xu et X. H. Shi. 2016. « Constitutive Analysis of Dynamic Recrystallization and Flow Behavior of a Medium Carbon Nb-V Microalloyed Steel ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 25, n° 5, p. 2065-2073.
- Smallman, R.E., et A.H.W. Ngan. 2007. « Mechanical properties I ». In *Physical Metallurgy and Advanced Materials*, sous la dir. de Butterworth-Heinemann. p. 349-355. Elsevier.

- Sohaciu, M., C. Predescu, E. Vasile, E. Matei, D. Savastru et A. Berbecaru. 2013. « Influence of MnS inclusions in steel parts on fatigue resistance ». *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, vol. 8, n° 1, p. 367-376.
- Song, B., B. R. Antoun et H. Jin. 2013. « Dynamic Tensile Characterization of a 4330-V Steel with Kolsky Bar Techniques ». *Experimental Mechanics*, vol. 53, n° 9, p. 1519-1529.
- Song, Eun-Ju. 2011. « High Temperature Oxidation of Si-Containing Steel ». Pohang University of Science and Technology, 97 p.
- Tawancy, H.M., A. Ul-Hamid et N.M. Abbas. 2004. « Corrosion ». In *Practical Engineering Failure Analysis*. p. 379-385. CRC Press.  
< <https://books.google.ca/books?id=wwkhRCtFnIsC> >.
- Vander Voort, George F. 1999. « Appendix I: Etchants for Revealing Microstructure (Pages 610-660) ». In *Metallography - Principles and Practice*. p. 601-660. ASM International. < <http://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt00AE6WJ1/metallography-principles/etchants-revealing-microstructure> >.
- Vedani, M., D. Dellasega et A. Mannuccii. 2009. « Characterization of Grain-boundary Precipitates after Hot-ductility Tests of Microalloyed Steels ». *Isij International*, vol. 49, n° 3, p. 446-452.
- Vervynckt, S., K. Verbeken, B. Lopez et J. J. Jonas. 2012. « Modern HSLA steels and role of non-recrystallisation temperature ». *International Materials Reviews*, vol. 57, n° 4, p. 187-207.
- Wang, BX, XH Liu et GD Wang. 2005. « Dynamic recrystallization behavior and microstructural evolution in a Mn–Cr gear steel ». *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 393, n° 1, p. 102-108.
- Wei, H. L., G. Q. Liu et M. H. Zhang. 2014. « Physically based constitutive analysis to predict flow stress of medium carbon and vanadium microalloyed steels ». *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 602, p. 127-133.
- Wei, H. L., G. Q. Liu, H. T. Zhao et M. H. Zhang. 2014. « Effect of carbon content on hot deformation behaviors of vanadium microalloyed steels ». *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 596, p. 112-120.

- Wright, S. I., M. M. Nowell et D. P. Field. 2011. « A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction ». *Microscopy and Microanalysis*, vol. 17, n° 3, p. 316-329.
- Wu, H. Y., L. X. Du et X. H. Liu. 2011. « Dynamic Recrystallization and Precipitation Behavior of Mn-Cu-V Weathering Steel ». *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 27, n° 12, p. 1131-1138.
- Wu, M, J Li, A Kharicha et A Ludwig. 2013. « Using a Three-Phase Mixed Columnar-Equiaxed Solidification Model to Study Macrosegregation in Ingot Castings: Perspectives and Limitations ». In *Proceedings of the 2013 International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting (LMPC)*. p. 171-180. John Wiley & Sons.
- Yongtao, Zhang, Miao Lede, Wang Xiaojun, Zhang Hanqian et Li Jinfu. 2009. « Evolution behavior of carbides in 2.25 Cr-1Mo-0.25 V steel ». *Materials transactions*, vol. 50, n° 11, p. 2507-2511.
- Zerilli, F. J., et R. W. Armstrong. 1987. « Dislocation-mechanics-based constitutive relations for material dynamics calculations ». *Journal of applied physics*, vol. 61, n° 5, p. 1816-1825.
- Zhang, B., H.B. Zhang, X.Y. Ruan et Y. Zhang. 2003. « The hot deformation behavior and dynamic recrystallization model of 35CrMo steel ». *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, vol. 16, n° 3, p. 183-191.
- Zhang, C., L. Zhang, W. Shen, C. Liu, Y. Xia et R. Li. 2016a. « Study on constitutive modeling and processing maps for hot deformation of medium carbon Cr-Ni-Mo alloyed steel ». *Materials & Design*, vol. 90, p. 804-814.
- Zhang, C., L. W. Zhang, Q. H. Xu, Y. N. Xia et W. F. Shen. 2016b. « The kinetics and cellular automaton modeling of dynamic recrystallization behavior of a medium carbon Cr-Ni-Mo alloyed steel in hot working process ». *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 678, p. 33-43.
- Zhu, S. L., H. Z. Cao, J. S. Ye, W. H. Hu et G. Q. Zheng. 2015. « Dynamic Recrystallization Behavior of Medium Carbon Cr-Ni-Mo-Nb Steel during Hot Deformation ». *Journal of Iron and Steel Research International*, vol. 22, n° 3, p. 264-271.
- Ziemniak, Stephen E, Lawrence M Anovitz, Roy A Castelli et Wallace D Porter. 2007. « Thermodynamics of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeCr<sub>2</sub>, ZnCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, and CoCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ». *The Journal of Chemical Thermodynamics*, vol. 39, n° 11, p. 1474-1492.