

Influence des paramètres de trempe sur
l'évolution des propriétés thermo-physiques de l'acier 300M

par

Romain ALCARAS

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

MONTRÉAL, LE 17 AOUT 2020

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Romain Alcaras, 2020



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

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

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

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

Mme Claudiane Ouellet-Plamondon, membre du jury
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

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

LE 06 AOUT 2020

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Le mémoire n'est pas le fruit du travail d'une seule et unique personne. Cette partie est dédiée aux remerciements de toutes les personnes qui m'ont su accompagné et aidé jusqu'à l'accomplissement de ce projet d'étude.

Je souhaite commencer ces remerciements avec mon directeur de recherche Professeur Mohammad Jahazi. Il m'a fait confiance en m'accordant ce projet et a toujours su m'épauler pour le mener à bien. Son suivi m'a permis de toujours m'épanouir en avançant avec confiance dans la bonne direction. La réussite de ses élèves de la chaire de recherche CM2P, que je remercie également pour leur soutien, est tout à son honneur.

Je ne peux continuer sans remercier l'industriel Safran Systèmes d'Atterrissage Canada, sans qui ce projet n'aurait pas lieu, ainsi que le groupe NUSAQ et tout particulièrement Jean-Sébastien LEMYRE-BARON qui porte ce projet sur son dos avec brio.

L'entraide au sein de mon groupe d'amis de l'École Nationale Supérieure des Arts et Métiers, aussi étudiants en master, a été essentielle à l'achèvement de mon projet par leur expertise en plusieurs domaines. Merci à Salomé, Aubin, Rémi, Thomas et Victor. J'ai une pensée également pour mon collègue et ami Jia Hong LIU, son soutien pendant tout le long de mon projet a été extraordinaire et j'espère lui avoir rendu du mieux que je l'ai pu.

C'est en grande partie grâce à ma famille que je suis aujourd'hui en train de rédiger ce mémoire. Nathalie, Jean-François et Mélanie, je vous le dédie, vous méritez tous mes remerciements.

Je finirai en remerciant ma compagne qui a été omniprésente tout au long de mon aventure Canadienne. Elle m'a toujours soutenu et m'a permis d'atteindre, je l'espère, le meilleur de moi-même pour ce travail et mon quotidien. Loin des yeux, mais près du cœur.

Influence des paramètres de trempe sur l'évolution des propriétés thermo-physiques de l'acier 300M

Romain ALCARAS

RÉSUMÉ

Les aciers subissent de nombreux traitements thermiques pour atteindre des propriétés mécaniques ciblées. L'acier 300M est ainsi utilisé pour la fabrication des trains d'atterrissement à l'état trempé-revenu. Le traitement thermique de trempe martensitique puis revenu est appliqué sur les pièces juste avant les phases finales d'usinage de finition. Afin de mieux maîtriser la géométrie finale des pièces et d'optimiser ses chaînes de production, l'industriel Safran Landing Systems cherche à prévoir par simulation numérique du procédé les distorsions induites par le traitement thermique de trempe.

Le principe d'essais et erreur étant peu viable économiquement, l'objectif est de prédire ces distorsions par le biais d'un logiciel de simulation. Pour cela la détermination précise du transfert de chaleur en fonction de l'emplacement, de la température et de la vitesse de refroidissement est essentielle. Dans le cadre d'un partenariat de recherche, plusieurs études sont menées pour fournir toutes les entrées nécessaires au logiciel de simulation de l'industriel. Celle qui va suivre dans ce mémoire se concentre sur la détermination de propriétés thermomécaniques de l'acier 300M en fonction de la température et des vitesses de refroidissement. Plusieurs méthodologies sont mises en place pour la détermination de celles-ci. L'utilisation du dilatomètre DIL 805 A/D nous procure la variation de longueur de l'acier en fonction de la température. Un analyseur thermogravimétrique permet de mesurer le flux de chaleur de l'acier 300M en tandem avec sa masse. Aussi, un flash laser nous permet d'identifier la diffusivité thermique. Enfin, la caractérisation de l'acier par le biais de microstructures et d'essais de dureté a été réalisée.

Les résultats expérimentaux ont été traités pour obtenir les propriétés thermiques désirées. Ainsi, des modèles numériques ont été développé pour la densité, le coefficient de dilatation thermique, la chaleur spécifique, la chaleur latente, la diffusivité thermique et la conductivité thermique en fonction de la température et de la vitesse de chauffage et refroidissement. Ces modèles identifiés ont ensuite été confrontés à la littérature existante et l'acier 300M a été caractérisé en fonction de la vitesse de refroidissement.

Mots-clés : Acier 300M, trempe, densité, coefficient de dilatation thermique, chaleur spécifique, chaleur latente.

Influence of quenching parameters on the evolution of the thermo-physical properties of 300M steel

Romain ALCARAS

ABSTRACT

Steels undergo numerous heat treatments to achieve targeted mechanical properties. The 300M steel is thus used for the manufacture of hardened and tempered landing gear. The martensitic hardening and tempering heat treatment is applied to the parts just before the final machining finishing phases. To better control the final geometry of the parts and optimize production lines, Safran Landing Systems is using numerical simulation to predict distortions induced by the hardening heat treatment.

As the trial and error principle is not economically viable nowadays, the objective is to predict its distortions by means of simulation software. For this purpose, the precise determination of heat transfer as a function of location, temperature and cooling rate is essential. Within the framework of a research partnership, several studies are carried out to provide all the necessary inputs to the industrial software. The one that follows in this thesis focuses on the determination of thermomechanical properties of 300M steel as a function of temperature and cooling rates. Several methodologies are used to determine these properties. The use of the DIL 805 A/D dilatometer gives us the length variation of the steel. A thermogravimetric analyzer is used to measure the heat flow of the 300M steel in tandem with its mass. Also, a laser flash allows us to find the thermal diffusivity. Finally, the characterization of the steel by means of microstructures and hardness tests has been carried out.

The experimental results were processed to obtain the desired thermal properties. Thus, numerical models were developed for density, coefficient of thermal expansion, specific heat, latent heat, thermal diffusivity and thermal conductivity as a function of temperature and heating and cooling rate. These identified models were then compared with the existing literature and the 300M steel was characterized as a function of the cooling rate.

Keywords: 300M steel, quenching, density, coefficient of thermal expansion, specific heat, latent heat.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE.....	3
1.1 Introduction.....	3
1.2 Métallurgie des aciers au carbone	3
1.2.1 Diagramme Fer-Carbone	4
1.2.2 Austénitisation	6
1.3 Procédé de trempe d'un acier et ses paramètres	10
1.3.1 Procédé de trempe.....	10
1.3.1.1 Principe fondamental	10
1.3.1.2 Transformation martensitique.....	12
1.3.1.3 Transformation bainitique.....	15
1.3.2 Paramètres influents dans le procédé de trempe	16
1.3.2.1 Vitesse de refroidissement	16
1.3.2.2 Vitesse de chauffage	18
1.3.2.3 La température d'austénitisation.....	19
1.3.2.4 Le milieu de trempe	20
1.3.2.5 La composition chimique de l'acier.....	20
1.4 Les propriétés thermo-physiques intervenants lors de la trempe.....	21
1.4.1 Densité	22
1.4.1.1 Définition	22
1.4.1.2 Évolution de la densité en fonction des paramètres de trempe ..	23
1.4.2 Coefficient de dilatation thermique	25
1.4.2.1 Définition	25
1.4.2.2 Évolution du coefficient d'expansion thermique en fonction des paramètres de trempe.....	27
1.4.3 Chaleur spécifique (capacité thermique massique).....	28
1.4.3.1 Définition	28
1.4.3.2 Évolution de la chaleur spécifique en fonction des paramètres de trempe.....	30
1.4.4 Enthalpie de changement d'état (Chaleur latente de changement d'état). ..	31
1.4.4.1 Définition	31
1.4.4.2 Relation de chaleur spécifique modifiée.....	31
1.4.4.3 Évolution de la chaleur latente de transformation en fonction des paramètres de trempe.....	33
1.4.5 Conductivité et diffusivité thermiques.....	33
1.4.5.1 Définitions.....	33
1.4.5.2 Évolution de la conductivité et diffusivité thermiques en fonction des paramètres de trempe	34
1.4.6 Résumé des relations entre paramètres de trempe et propriétés thermo- physique de l'acier	35

1.5	L'acier 300M	37
1.5.1	Composition chimique	37
1.5.2	Procédé d'obtention d'une pièce d'acier 300M	39
1.5.3	Propriétés physiques	40
1.5.4	Trempe	40
1.5.5	Dureté.....	41
1.5.6	Microstructures	42
1.5.6.1	Bainite.....	43
1.5.6.2	Martensite	45
1.6	Conclusion	45
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIES NUMÉRIQUES ET EXPERIMENTALES		47
2.1	Introduction et objectifs	47
2.2	Présentation du matériau étudié.....	47
2.2.1	Fabrication de l'acier 300M.....	47
2.2.2	Composition de l'acier 300M	49
2.2.3	Propriétés physiques de l'acier 300M.....	50
2.2.4	Provenance des échantillons	50
2.3	Modèles numériques	53
2.3.1	JMatPro®	53
2.3.2	Modèle de DANTE	55
2.4	Techniques expérimentales.....	56
2.4.1	Processus de trempe réalisé par SAFRAN LS	56
2.4.2	Dilatomètre	57
2.4.2.1	Dilatomètre DIL 805 A/D	58
2.4.2.2	Échantillonnage.....	60
2.4.2.3	Plan d'expérience.....	60
2.4.3	Analyse thermique différentielle gravimétrique	65
2.4.3.1	ATD-TG Pyris Diamond.....	66
2.4.3.2	Échantillonnage.....	68
2.4.3.3	Plan d'expérience.....	69
2.4.4	Flash Laser.....	71
2.4.4.1	Échantillonnage.....	71
2.4.4.2	Plan d'expérience.....	72
2.4.5	Observations microstructurales.....	74
2.4.5.1	Échantillonnage.....	75
2.4.5.2	Attaque chimique	75
2.4.5.3	Microscope optique (LEXT OLS4100)	75
2.4.6	Microdureté.....	76
2.5	Problèmes reliés au virus COVID-19 de l'année 2020.....	79
2.6	Conclusion partielle	79
CHAPITRE 3 RÉSULTATS ET DISCUSSION		81
3.1	Introduction et objectifs	81
3.2	Identification de la phase initiale	81

3.3	Exploitation des résultats du dilatomètre	82
3.3.1	Format des résultats d'expérience.....	83
	3.3.1.1 Filtrage des données expérimentales brutes.....	83
3.3.2	Modélisation des résultats expérimentaux	85
	3.3.2.1 Présélection des modèles	86
	3.3.2.2 Validation des modèles	86
	3.3.2.3 Choix des modèles	87
	3.3.2.4 Incertitudes sur les modèles	90
3.3.3	Résultats de densité.....	94
	3.3.3.1 Calcul des incertitudes sur la densité	95
	3.3.3.2 Modélisation des résultats de la masse volumique ρ en fonction de la température T	98
	3.3.3.3 Observation des résultats et influence des vitesses de chauffage et refroidissement β sur $\rho = f(T)$	99
	3.3.3.4 Modélisation surfacique des résultats de la masse volumique ρ en fonction de la température T et de la vitesse de chauffage/refroidissement β	103
	3.3.3.5 Équation de la masse volumique pour l'intégration à un logiciel de simulation	107
3.3.4	Résultats du coefficient de dilatation thermique α	109
	3.3.4.1 Calcul des incertitudes sur le coefficient de dilatation thermique α	111
	3.3.4.2 Modélisation des résultats du coefficient de dilatation thermique α en fonction de la température T	113
	3.3.4.3 Observation des résultats et influence des vitesses de chauffage et refroidissement β sur $\alpha = f(T)$	115
	3.3.4.4 Modélisation surfacique des résultats du coefficient de dilatation thermique α en fonction de la température T et de la vitesse de chauffage/refroidissement β	119
	3.3.4.5 Équation du coefficient de dilatation thermique pour l'intégration à un logiciel de simulation	121
3.4	Comparaison avec les résultats de la simulation numérique	123
3.4.1	Masse volumique et coefficient de dilatation thermique	123
	3.4.1.1 Comparaison de nos modèles de ρ et du CDT avec JMatPro®	123
	3.4.1.2 Comparaison de nos modèles de ρ et du CDT avec DANTE..	125
3.5	Microstructure de l'acier 300M	127
3.5.1	Identification des phases en fonction des vitesses de refroidissement ...	127
3.6	Dureté de l'acier 300M	128
3.6.1	Calcul des valeurs de dureté à partir des indentations	128
3.6.2	Incertitude sur les valeurs de dureté.....	129
3.6.3	Représentation topographique des résultats.....	130
	3.6.3.1 Extension de la matrice de résultats par régression linéaire	130
	3.6.3.2 Influence de l'épaisseur de l'échantillon sur la dureté de l'acier 300M.....	131

3.6.3.3	Influence de la vitesse de refroidissement sur la dureté de l'acier 300M.....	132
3.6.3.4	Identification des valeurs remarquables de duretés	134
3.6.3.5	Limite de la représentation topographique	135
3.6.4	Corrélation avec les microstructures.....	135
3.7	Conclusion partielle	136
	CONCLUSION.....	137
	RECOMMANDATIONS	139
ANNEXE I	Coordonnées et pentes par section de chaque courbe de refroidissement, expériences réalisées par SAFRAN LS	143
ANNEXE II	Valeurs des paramètres de validation des modèles de la variation de longueur pour tous les échantillons et chaque phase	145
ANNEXE III	Coefficients des modèles trouvés pour chaque itérations et chaque phase	147
ANNEXE IV	Valeurs des paramètres de validation des modèles du coefficient de dilatation thermique pour tous les échantillons et chaque phase	149
ANNEXE V	Micrographies de l'acier 300M en fonction des vitesses de refroidissement.....	151
ANNEXE VI	Dureté de l'acier 300M en fonction des vitesses de refroidissement.....	153
	LISTE DES RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	155

LISTE DES TABLEAUX

	Page	
Tableau 1.1	Composition chimique de l'acier 300M	37
Tableau 1.2	Propriétés physiques et mécaniques de l'acier 300M (plusieurs sources s'accordent sur ces mêmes valeurs).....	40
Tableau 1.3	Composition de l'acier 300M observé au microscope (%m). Le Fer complète la composition. (Chen, 2018).....	44
Tableau 2.1	Composition chimique de l'acier 300M de SAFRAN LS comparé aux maximums et minimums acceptés par la littérature.....	49
Tableau 2.2	Propriétés physiques de l'acier 300M réceptionné par SAFRAN LS	50
Tableau 2.3	Plan d'expérience pour le dilatomètre ; les vitesses sont en °C/s.....	65
Tableau 2.4	Caractéristique du ATD-TG Pyris Diamond (PerkinElmer)	67
Tableau 2.5	Expériences de ATD-TG avec variation de la vitesse de chauffage.....	69
Tableau 2.6	Expériences de ATD-TG avec les échantillons prétraités thermiquement	70
Tableau 2.7	Plan d'expérience de dureté.....	78
Tableau 3.1	Filtrage des données expérimentales brutes.....	84
Tableau 3.2	Récapitulatif des ordres polynomiaux de modélisation des différentes phases (ρ).....	89
Tableau 3.3	Récapitulatif des ordres polynomiaux de modélisation allégés pour la simulation des différentes phases (ρ).....	90
Tableau 3.4	Modèles de β pour lesquels la représentation surfacique de ρ est acceptable.....	105
Tableau 3.5	Coefficients en fonction de la phase pour l'équation de masse volumique optimale de l'équation 3.19, unité : μm (case noire signifie nul)	107
Tableau 3.6	Coefficients en fonction de la phase pour l'équation de masse volumique simplifiée de l'équation 3.19, unité : μm (case noire signifie nul)	108

Tableau 3.7	Récapitulatif des ordres polynomiaux de modélisation des différentes phases (CDT)	115
Tableau 3.8	Récapitulatif des ordres polynomiaux de modélisation allégés pour la simulation des différentes phases (CDT)	115
Tableau 3.9	Modèles de β pour lesquels la représentation surfacique de α est acceptable.....	120
Tableau 3.10	Coefficients en fonction de la phase pour l'équation du CDT optimale de l'équation 3.25, unité : $^{\circ}\text{C} - 1$ (case noire signifie nul)	121
Tableau 3.11	Coefficients en fonction de la phase pour l'équation du CDT simplifiée de l'équation 3.25, unité : $^{\circ}\text{C} - 1$ (case noire signifie nul) ...	122

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1 Train d'atterrissement d'un avion commercial (SAFRAN Système d'Atterrissage).....	1
Figure 1.1 Diagramme Fe-C (Murry, 1998).....	4
Figure 1.2 Influence des éléments d'alliage sur la température $Ae1$ (Murry, 1998)	6
Figure 1.3 Influence de la teneur en (a) Manganèse (gammagène) ; et (b) Molybdène (alphagène) sur l'étendue du domaine austénitique ; échelle identique (Murry, 1998).....	7
Figure 1.4 Effet du temps d'austénitisation sur la taille des grains de l'austénite (indices AFNOR sur les courbes en tirets) pour l'acier 35 CrMo 4 (Murry, 1998).....	8
Figure 1.5 Taille des grains d'austénite d'un acier Cr – Mo à différentes température d'austénitisation pendant 10 min : (a) 900 °C, (b) 950 °C, (c) 1000 °C, (d) 1050 °C, (e) 1100 °C et (f) 1150°C (Lee et Lee, 2008)	9
Figure 1.6 Domaine de température de la formation de phase lors de la trempe (Bhadeshia, 2001)	11
Figure 1.7 Trempe d'une pièce industrielle (Neil Forman Photography, 2019)	12
Figure 1.8 Structure cristalline de la martensite (Mondellin, 2012)	13
Figure 1.9 Énergie libre de Gibbs de l'austénite et de la martensite (Porter et Easterling, 2004).....	14
Figure 1.10 Morphologie de la martensite en fonction de la teneur en carbone (%) de l'acier (Krauss, 2001).....	14
Figure 1.11 Schéma montrant le changement de microstructure de martensite à lattes à teneur en carbone différente dans les alliages Fe-C à l'échelle du microscope optique (Maki et al., 1980)	15
Figure 1.12 Diagramme TRC pour un acier du type 60 NiCrMo 11-03 (0,57 % C - 2,36 % Ni - 0,75 % Cr - 0,41 % Mo) austénitisé à 850 °C pendant 30 min (Murry, 1998)	17
Figure 1.13 Diagramme de Transformation en Chauffage Continu d'un acier (0.15C, 1.42Mn, 0.37Si, 0.052Al, 0.031Nb, 0.023P, 0.009S, 0.0042N)	

	pour des vitesses de chauffage entre 0.1°C/s et 16°C/s . α désigne la ferrite, P la perlite et γ l'austénite (Oliveira, Andrade et Cota, 2007)	18
Figure 1.14	Diagramme TRC d'un acier ; données obtenues à partir d'essais dilatométriques avec deux températures d'austénitisation différentes (900°C et 1200°C) (Obasi, 2019)	19
Figure 1.15	Diagrams TRC de deux aciers de composition chimique différentes, échelle identique (Murry, 1998)	21
Figure 1.16	Comportement de variation linéaire d'un même acier lors d'un essai dilatométrique : (a) au chauffage (b) au refroidissement. (Garcia de Andres, 2002).....	24
Figure 1.17	Résultat du calcul de la masse volumique de l'acier T91 à froid (Roux, 2007)	24
Figure 1.18	Essai de dilatation - $V_c=1^{\circ}\text{C/s}$, $T_a=1000^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min avec refroidissement à l'air (Roux, 2007).....	28
Figure 1.19	Capacité thermique massique lors du refroidissement (Brionne, 2018)....	30
Figure 1.20	Calcul de la chaleur spécifique modifiée pour la simulation de la chaleur latente (Şimşir, 2008).....	32
Figure 1.21	Chaleur spécifique et conductivité thermique en fonction de la température de chauffage pour un acier 4340 (Fakir, 2018).....	34
Figure 1.22	Influence des paramètres de trempe sur les propriétés thermo-physiques de l'acier. Une influence est représentée par une flèche directionnelle.	36
Figure 1.23	Procédé d'obtention de l'acier 300M	39
Figure 1.24	Deux diagrammes TRC de l'acier 300M : (a) obtenu par un modèle mathématique (Skubisz, 2018) ; (b) obtenu expérimentalement (Rongchuang, 2018).....	41
Figure 1.25	Illustration des microstructures d'un acier quelconque et ses valeurs de duretés associées (Fanchon, 2019).....	42
Figure 1.26	Microographies d'un acier eutectoïde : (a) Perlite formée à 720°C ; (b) Bainite obtenue par transformation isotherme à 290°C ; (c) Bainite obtenue par transformation isotherme à 180°C ; (d) Martensite (Bhadeshia, 2001).	43

Figure 1.27	Micrographies d'un acier 300M refroidit à -0.3°C/s à différentes températures d'observations : (g) à 493°C ; (h) à 410°C ; (i) à 329°C (Chen, 2018)	44
Figure 1.28	Micrographies d'un acier 300M refroidit à -3.33°C/s à différentes températures d'observations. Lath A à F légende les lattes de martensite. GB est le joint de grain. (a) à 295°C ; (b) à 284°C ; (c) à 160°C (Chen, 2018)	45
Figure 2.1	Processus d'obtention de l'acier 300M jusqu'à réception sur le site industriel de SAFRAN.....	48
Figure 2.2	Modélisation d'un caisson de train d'atterrissement avant traitement thermique	51
Figure 2.3	(a) Localisation de la prolongation ponctionnée sur le train d'atterrissement pour l'échantillonnage ; (b) Zoom sur la localisation de la prolongation	52
Figure 2.4	Exemple de morceau pour échantillonnage découpé en cinq morceaux plus petits	52
Figure 2.5	Interface du logiciel JMatPro®.....	54
Figure 2.6	Transport des caissons de train d'atterrissement entre le four (cuve gauche) et le bain d'huile (cuve au fond).....	57
Figure 2.7	Dilatomètre DIL 805 A/D (TA Instruments)	58
Figure 2.8	(a) Échantillon de dilatomètre placé entre les deux tiges de quartz à l'intérieur de la bobine de chauffage à induction ; (b) Soudage du thermocouple sur l'échantillon de dilatomètre (TA Instruments)	59
Figure 2.9	Dimensions d'un échantillon de dilatomètre normalisé	60
Figure 2.10	Localisation des thermocouples des essais de SAFRAN LS sur le caisson de train d'atterrissement.....	61
Figure 2.11	Résultats des mesures des thermocouples utilisés par SAFRAN LS et les courbes de refroidissement expérimentales choisies.....	62
Figure 2.12	Courbes extrêmes des mesures des thermocouples du caisson réel VS courbes ajustées pour le dilatomètre	63
Figure 2.13	Tension des différents types de thermocouples en fonction de la température (Wikipédia)	64

Figure 2.14	Schéma de l'installation de ATD-TG (PerkinElmer)	66
Figure 2.15	ATD-TG Pyris Diamond de PerkinElmer - Photo du laboratoire.....	67
Figure 2.16	Échantillons de ATD-TG : (a) Provenant du brut, (b) Provenant des échantillons du dilatomètre	68
Figure 2.17	Échantillon de flash laser	71
Figure 2.18	Plan d'expérience pour les échantillons de flash laser prétraités thermiquement	73
Figure 2.19	Plan d'expérience pour les échantillons de flash laser neutres.....	74
Figure 2.20	Microscope optique LEXT OLS4100 (Olympus).....	76
Figure 2.21	Machine FM-100 de mesure de microdureté	77
Figure 2.22	Représentation d'un échantillon circulaire (Rayon épais correspond à la limite échantillon/résine ; un cercle rouge représente une indentation)	78
Figure 3.1	Microstructure de la phase initiale : (a) Grossissement x10 ; (b) Grossissement x100	82
Figure 3.2	Données expérimentales brutes de la variation de longueur en fonction de la température.....	84
Figure 3.3	Données expérimentales brutes de la variation de longueur en fonction de la température, filtrées pour les trois phases de l'acier	85
Figure 3.4	Validation d'un modèle : (a) Tracé de la variation de longueur ; (b) Graphique des résidus ; (c) Densité des valeurs ; (d) Droite de Henri	87
Figure 3.5	Résultats des coefficients de corrélation et de l'écart-type sur la valeur initiale pour les modèles polynomiales de : (a) la phase initiale, (b) l'austénite, (c) la martensite ; le meilleur candidat est entouré en rouge... <td>88</td>	88
Figure 3.6	Tracé des 20 variations de longueur différentes de la phase initiale pour une même vitesses de chauffage (1.416°C/s)	91
Figure 3.7	Évolution de $uRep\Delta L$ de la phase initiale en fonction de la température..	92
Figure 3.8	Tracé de la variation de longueur moyenne de la phase initiale pour une même vitesses de chauffage (1.416°C/s) avec l'incertitude associée en pointillée	93

Figure 3.9	Masse volumique en fonction de la température pour un essai quelconque	95
Figure 3.10	Masse volumique en fonction de la température pour un essai quelconque avec les bornes d'incertitudes maximum et minimum	98
Figure 3.11	Résultats de la variation de longueur en μm au chauffage pour la phase initiale avec plusieurs vitesses différentes	99
Figure 3.12	Résultats de la variation de longueur en μm au refroidissement pour l'austénite avec plusieurs vitesses différentes.....	100
Figure 3.13	Résultats de la variation de longueur en μm au refroidissement pour la martensite avec plusieurs vitesses différentes et la transformation (même point d'origine)	101
Figure 3.14	Résultats de la variation de longueur en μm au refroidissement pour la martensite avec plusieurs vitesses différentes.....	102
Figure 3.15	Évolution du coefficient α_1 de la phase de martensite en fonction de la vitesse de refroidissement β	104
Figure 3.16	Représentation des surfaces pour lesquelles β est modélisé par un polynôme d'ordre 4. De gauche à droite : La phase initiale, l'austénite, la martensite.....	105
Figure 3.17	Représentation de la surface de la variation de longueur de l'austénite pour laquelle β est modélisé par un polynôme d'ordre 2	106
Figure 3.18	(a) Résultat de la masse volumique calculée avec l'équation optimale comparée à la version simplifiée (b) Quantification de l'erreur entre les deux	109
Figure 3.19	Principe de l'équation 3.21 expliqué schématiquement	110
Figure 3.20	Coefficient de dilatation thermique en fonction de la température pour un essai quelconque	111
Figure 3.21	Coefficient de dilatation thermique en fonction de la température pour un essai quelconque avec les bornes d'incertitudes maximum et minimum.....	113
Figure 3.22	Résultats des coefficients de corrélation et de l'écart-type sur la valeur initiale pour les modèles polynomiales de : (a) la phase initiale, (b) l'austénite, (c) la martensite.....	114

Figure 3.23	Résultats du CDT au chauffage pour la phase initiale avec plusieurs vitesses différentes	116
Figure 3.24	Résultats du CDT au refroidissement pour l'austénite avec plusieurs vitesses différentes	117
Figure 3.25	Résultats du CDT au refroidissement pour la martensite avec plusieurs vitesses différentes	118
Figure 3.26	Représentation de la surface du CDT de l'austénite pour laquelle β est modélisé par un polynôme d'ordre 1	120
Figure 3.27	(a) Résultat du CDT calculé avec l'équation optimale comparée à la version simplifiée ; (b) Quantification de l'erreur entre les deux.....	122
Figure 3.28	Résultats de simulation de la variation de longueur au refroidissement sur JMatPro®	124
Figure 3.29	Résultats de la variation de longueur simulée sur JMatPro® comparés aux résultats expérimentaux : (a) -0.3°C/s , (b) -1°C/s , (c) -4°C/s	124
Figure 3.30	Quantification de l'erreur entre la variation de longueur simulée sur JMatPro® et les résultats expérimentaux	125
Figure 3.31	Résultats de simulation de la variation de longueur selon DANTE	126
Figure 3.32	Résultats de la variation de longueur simulée selon DANTE comparés aux résultats expérimentaux, de gauche à droite : Phase Initiale, Austénite, Martensite	126
Figure 3.33	Quantification de l'erreur entre la variation de longueur simulée selon DANTE et les résultats expérimentaux, de gauche à droite : Phase Initiale, Austénite, Martensite.....	127
Figure 3.34	Microstructures des échantillons refroidis à vitesse constante : (a) -2°C/s , (b) -1°C/s , (c) -0.3°C/s ; Zoom 100x, taille : $130 \mu\text{m} \times 130 \mu\text{m}$	128
Figure 3.35	Résultats de dureté topographiques bruts : (a) 52 valeurs de dureté, (b) 7839 valeurs de dureté	130
Figure 3.36	Évolution moyenne de la dureté HV en fonction du rayon de l'échantillon	131
Figure 3.37	Résultats de dureté de l'acier 300M sur la même échelle : (a) Traité à -2°C/s ; (b) Traité à -1°C/s ; (c) Traité à -0.3°C/s	132

Figure 3.38	Évolution de la valeur de dureté et de l'écart-type entre les valeurs en fonction de la vitesse de refroidissement de 875°C à 25°C.....	133
Figure 3.39	Évolution de la valeur de dureté et de l'écart-type entre les valeurs en fonction de la vitesse de refroidissement de 300°C à 120°C après un refroidissement identique à -5.16°C/s entre 875 et 300°C.....	133
Figure 3.40	Fréquence d'apparition des valeurs de duretés. Bis : Zoom pour les valeurs entre 300 et 600 HV	134
Figure 3.41	Superposition de la microstructure et de la topographie de l'échantillon refroidit à -0.3°C/s constant : (a) Microstructure, (b) Topographie, (c) Superposition	136

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

ATD-TG	Analyseur Thermique Différentiel ThermoGravimétrique
C.C	Réseau Cubique Centré
C.D.T	Coefficient de Dilatation Thermique
C.F.C	Réseau Cubique Face Centré
M.E.B	Microscope Électronique à Balayage
T.C	Réseau Tétragonale Centré
T.R.C	Transformation à Refroidissement Continu

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

α	Phase Ferrite α de l'acier	
α	Coefficient de Dilatation Thermique	K^{-1}
α'	Phase Martensite de l'acier	
γ	Phase Austénite de l'acier	
δ	Phase Ferrite δ de l'acier	
$\Delta G^{\gamma-\alpha'}$	Différence d'énergie libre de Gibbs entre l'austénite et la martensite	J
$\Delta_{1 \rightarrow 2} H$	Chaleur latente de transformation d'une phase 1 à une phase 2	$J \cdot kg^{-1}$
ΔL	Variation de longueur	m
ΔR	Variation de rayon	m
ΔT	Variation de température	Degré
ε^{th}	Allongement d'un corps par rapport à la longueur initiale	S.U
λ	Conductivité thermique	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
ρ_{corps}	Masse volumique d'un corps	$kg \cdot m^{-3}$
ξ_k	Fraction volumique d'un $k^{ième}$ constituant	S.U
A_{e_1}	Température de début d'austénitisation	Degré
A_{e_3}	Température de fin d'austénitisation	Degré
B_S	Bainite Start : Température de début de transformation de la bainite	Degré
C_X	Capacité thermique à X fixé	$J \cdot K^{-1}$
c_X	Capacité thermique massique à X fixé	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$
c^*	Chaleur spécifique modifiée	$J \cdot K^{-1}$

d	Densité d'un corps	S.U
D	Diffusivité thermique	$m^2.s^{-1}$
Fe_3C	Cémentite	
G	Énergie libre de Gibbs	J
H	Enthalpie	J
L_0	Longueur initiale	m
m_{corps}	Masse d'un corps	kg
M_F	Martensite Finish : Température de fin de transformation de la martensite	Degré
M_S	Martensite Start : Température de début de transformation de la martensite	Degré
Q_X	Flux de chaleur à X fixé	J
R_0	Rayon initial d'un corps	m
S	Entropie	$J.K^{-1}$
T_0	Température d'équilibre de phase	Degré
U	Énergie interne	J
V_0	Volume initial d'un corps	m^3
V_{corps}	Volume d'un corps	m^3
%m	Pourcentage massique	

INTRODUCTION

SAFRAN Landing Systems est un des leaders mondiaux de son secteur. Une usine, située à Mirabel, est spécialisée dans la fabrication de raccords principaux pour les grands trains d'atterrissage qui sont les éléments subissant le plus de contraintes mécaniques dans un avion : ils doivent supporter jusqu'à trois fois le poids de l'avion lors d'un atterrissage. Ci-dessous une figure illustrant un train d'atterrissage déjà monté sur un avion.



Figure 1.1 Train d'atterrissage d'un avion commercial (SAFRAN Système d'Atterrissage)

Le traitement thermique de trempe et revenu, nécessaire pour obtenir les propriétés mécaniques les plus élevées, est au cœur du processus de fabrication. Cependant, la géométrie complexe de la pièce, caractérisée par des variations importantes de l'épaisseur, se traduit par des vitesses de refroidissement et des proportions de phase différentes pendant le processus de trempe. La combinaison d'un champs non-uniforme de la température et d'une transformation de phase entraîne une distorsion partielle qui nécessite des corrections et dans certains cas, un rejet.

Le but recherché par le projet de recherche NUSAQ (*NUmerical simulation of Steel Aeronautical components Quenching*) est de développer une compréhension fondamentale des interactions entre le transfert de chaleur, le comportement mécanique et la cinétique de transformation de phase sur la distorsion de la pièce résultante. Une analyse complète du processus de trempe est donc nécessaire en considérant les influences et les interactions mutuelles entre les aspects thermiques, métallurgiques et mécaniques. Dans le cadre de ce mémoire, nous étudierons la composante mécanique de ce projet par l'analyse de l'influence des paramètres de trempe sur les propriétés thermo-physiques de l'acier 300M.

La pratique des essais et erreurs, encore répandue dans l'industrie, n'est plus viable économiquement. Des capacités prédictives basées sur des méthodologies scientifiques sont donc nécessaires. Malheureusement à l'heure actuelle, les modèles mathématiques qui peuvent prédire avec précision la cinétique thermique pour l'acier 300M ne sont pas disponibles. Les modèles de simulation existants pour la trempe souffrent d'un manque de justesse dû à l'utilisation de modèles très simplifiés et de leurs exigence en temps de calcul. Un effort particulier est donc consacré à l'intégration de modèles empiriques obtenus à partir des expériences scientifiques menées.

Dans ce mémoire, nous aborderons tout d'abord l'état de l'art sur les aciers au carbone et les différentes propriétés thermo-physiques intervenants dans le calcul de la distorsion. Ensuite, nous présenterons les différentes méthodes numériques et expérimentales qui ont été utilisés afin de trouver les résultats sur les propriétés thermo-physiques de l'acier 300M qui nous intéressent en fonction des paramètres de trempe. Enfin, en dernière partie, ces résultats seront présentés et discutés pour s'inscrire au mieux dans le cadre du projet NUSAQ dans le but d'obtenir la distorsion.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

1.1 Introduction

Les distorsions dans un acier sont causés par de nombreux facteurs que l'état de l'art de ce mémoire va chercher à mettre en évidence. Une première partie sur la métallurgie des aciers permettra une compréhension du comportement de notre matériau. Ensuite le procédé thermique de trempe et revenu sera passé en revue, il a notamment une influence sur les propriétés thermo-physiques de l'acier. Seront donc étudiés la densité, le coefficient d'expansion thermique, la chaleur spécifique, la chaleur latente de transformation, la conductivité thermique et pour finir la diffusivité thermique. Un rappel fondamental sera fait pour chacune d'entre elles avant d'expliquer les méthodes empiriques pour les estimer, ainsi que l'influence connue des paramètres de trempe sur ces propriétés. Finalement, l'acier étudié dans ce mémoire, le 300M, sera présenté en détail dans la dernière section de cette revue dans laquelle seront mis en lumière son procédé d'obtention, ses propriétés physiques, sa composition chimique, ses microstructures connues et sa dureté.

1.2 Métallurgie des aciers au carbone

Par définition, l'acier est un alliage de fer et de carbone dont la teneur n'excède pas les 2.1%_m (% massique) correspondant à la limite soluble dans la phase fer γ (Murry, 1998). Au-delà de cette teneur ($>2,1\%$ _m) on dépasse la zone eutectoïde des aciers et on rentre dans la zone eutectique des fontes. En addition de ce carbone, il est possible d'introduire d'autres éléments chimiques dont les propriétés permettent d'obtenir des aciers conçus spécifiquement pour leurs utilisations futures. On obtient ainsi des aciers dont les propriétés mécaniques sont très différentes.

1.2.1 Diagramme Fer-Carbone

La figure 1.1 montre le diagramme Fer-Carbone (Fe-C) qui permet une compréhension universelle des phases des aciers non-alliés.

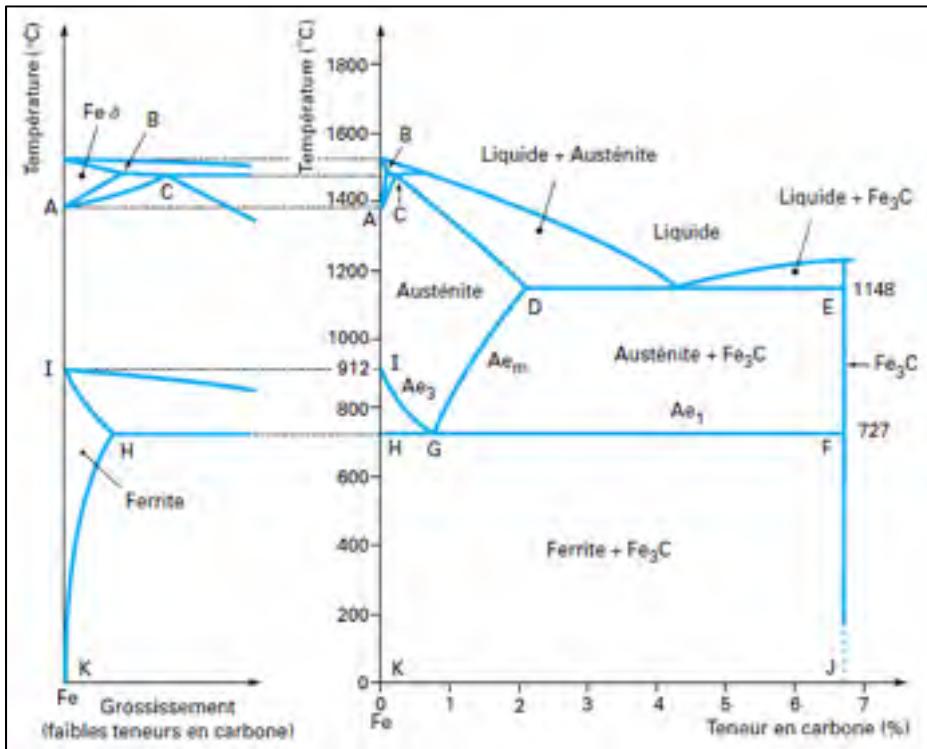


Figure 1.1 Diagramme Fe-C (Murry, 1998)

En addition de ce diagramme plusieurs propriétés fondamentales doivent être passées en revue pour le lire correctement. Tout d'abord, la température influe sur la forme allotropique de l'acier et il en existe plusieurs : le réseau Cubique Centré (C.C), Cubique Face Centré (C.F.C), et plus rarement Tétragonale Centrée (T.C) pour la martensite après traitement thermique. De plus, l'acier peut être observé sous cinq phases différentes (Murry, 1998) :

- La phase fer α , appelée ferrite que l'on trouve à des températures inférieures à 910°C jusqu'à -273.15°C. Cette phase est magnétique jusqu'à la température de 768°C, appelée point de Curie. Son réseau est de forme C.C..

- La phase fer γ , appelée austénite obtenue pour des températures comprises entre 910°C et 1394°C, elle est paramagnétique. Son réseau est de forme C.F.C..
- La phase fer δ , qui est semblable au fer α pour des températures supérieures à 1394°C, la différence avec le fer α est le paramètre de maille. Son réseau est de forme C.C..
- La phase Fe₃C, appelée cémentite que l'on observe pour des températures jusqu'à 1147°C et des teneurs en carbone supérieures à 0,8% au-dessus de 723°C.
- La phase Liquide au-delà de la température de 1535°C.

L'observation de la figure 1.1 permet également de distinguer quatre types de transformations:

- Transformation eutectoïde ($C=0.77\%m$): La transformation se produit au point eutectoïde à 723°C formant de la perlite : un mélange de lamelles de ferrite et de cémentite.
- Transformation à basse teneur en carbone ($C<0.02\%m$): La ferrite germe aux joints de grain de l'austénite et la cémentite précipite, à température ambiante on obtient une ferrite pauvre en carbone mélangée à de la cémentite riche en carbone jusqu'à 6,67%m.
- Transformation hypoeutectoïde ($0.02 < C < 0.77\%m$): on les appelle les aciers hypoeutectoïdes, leur transformation débute entre 723 et 910°C pour former une perlite accompagnée de ferrite proeutectoïde à température ambiante.
- Transformation hypereutectoïde ($0.77 < C < 2.1\%m$): on les appelle les aciers hypereutectoïdes, leur transformation débute entre 723 et 1147°C pour former de la perlite à laquelle s'ajoute des précipités intergranulaires de cémentite à température ambiante.

La vitesse de refroidissement joue un rôle très important pour la transformation de phase de l'acier. L'austénite n'étant pas stable à température ambiante, elle va se transformer en trois différentes phases :

- La perlite composée de ferrite et de cémentite, obtenue à des vitesses de refroidissement lente.
- La bainite obtenue à des vitesses de refroidissement moyenne.
- La martensite pour des vitesses de refroidissement rapide.

1.2.2 Austénitisation

L'austénitisation désigne le maintien en chauffage d'un acier à une température assez élevée pour permettre la solution de tout le carbone lors de la transformation de la perlite-ferrite en austénite. Les températures A_{e_1} et A_{e_3} correspondent respectivement aux températures de début et de fin d'austénitisation de l'acier avec la diffusion du carbone qui aura pour rôle de contrôler la croissance de l'austénite. Chaque acier a des températures de début et fin d'austénitations qui lui sont propres, elles diffèrent en fonction de la composition chimique de l'acier. Les éléments d'alliages jouent alors un rôle crucial dans la variation des températures de transformations comme on peut l'observer dans la figure suivante sur la température A_{e_1} .

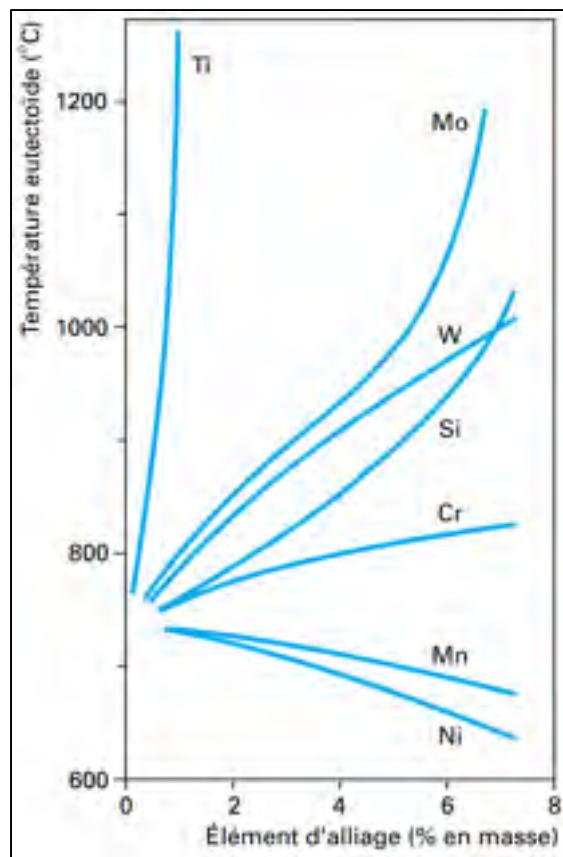


Figure 1.2 Influence des éléments d'alliage sur la température A_{e_1} (Murry, 1998)

Deux types d'éléments d'alliages se distinguent alors : les gammagènes (Manganèse, Nickel) qui diminuent la température A_{e_1} et stabilisent l'austénite ; et les alphagènes (Silicium, Chrome, Molybdène, Vanadium, Bore, Soufre) qui l'augmentent et stabilisent la ferrite. Un exemple de chaque type est observable à la figure 1.3.

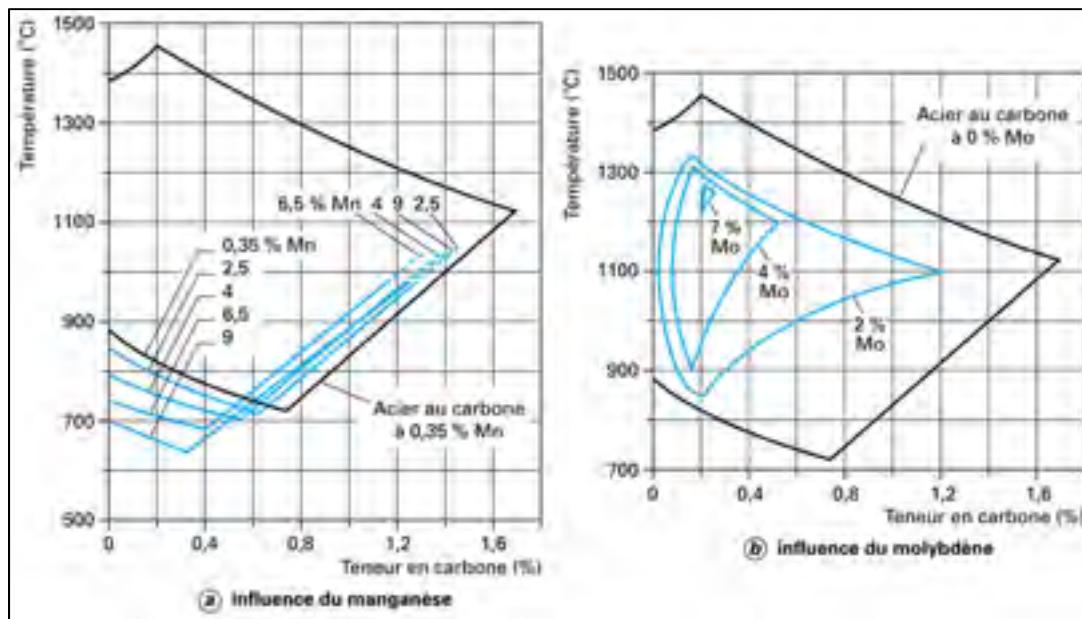


Figure 1.3 Influence de la teneur en (a) Manganèse (gammagène) ; et (b) Molybdène (alphagène) sur l'étendue du domaine austénitique ; échelle identique (Murry, 1998)

Pour prendre l'exemple du manganèse, figure 1.3 (a), plus on augmente sa teneur et plus la surface du domaine de l'austénite s'agrandit. À l'inverse, le molybdène figure 1.3 (b) diminue la surface du domaine au fur et à mesure qu'il est introduit, jusqu'à ne plus permettre la transformation à partir de plus de 7%, et ce, quelle que soit la teneur en carbone.

On repère facilement ces températures lors d'expériences sur un dilatomètre en analysant par exemple un changement soudain de l'allongement correspondant au début de la transformation microstructurale C.C de la ferrite et perlite vers C.F.C de l'austénite (Garcia de Andres, 2002). D'autres expériences telles que la calorimétrie à scanner différentiel exploitant la chaleur latente et bien d'autres peuvent mettre en évidence les températures A_{e_1} et A_{e_3} .

En revanche, bien que les températures d'austénitisation soient facilement détectables, l'homogénéité de la phase dans la pièce chauffée est plus difficile à obtenir. Pour ce faire on s'assure de chauffer pendant un temps assez long car un gradient de température se forme entre la surface et le cœur de la pièce, plus la pièce sera épaisse, plus l'homogénéité sera difficile à obtenir. En effet un temps de maintien trop long aura également pour effet de grossir la taille des grains comme on peut l'observer sur la figure 1.4.

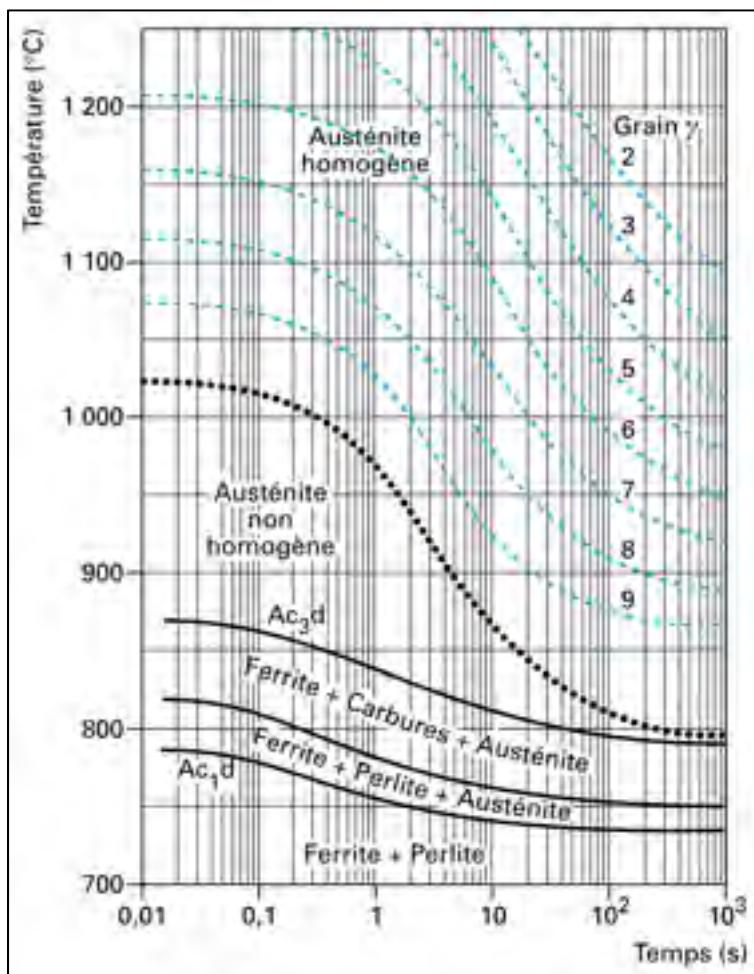


Figure 1.4 Effet du temps d'austénitisation sur la taille des grains de l'austénite (indices AFNOR sur les courbes en tirets) pour l'acier 35 CrMo 4 (Murry, 1998)

Pour des températures élevées, les grains d'austénite ne sont pas stables et s'associent pour atteindre l'équilibre, formant des plus gros grains (Lee & Lee, 2008) comme on peut l'observer à la figure 1.5.

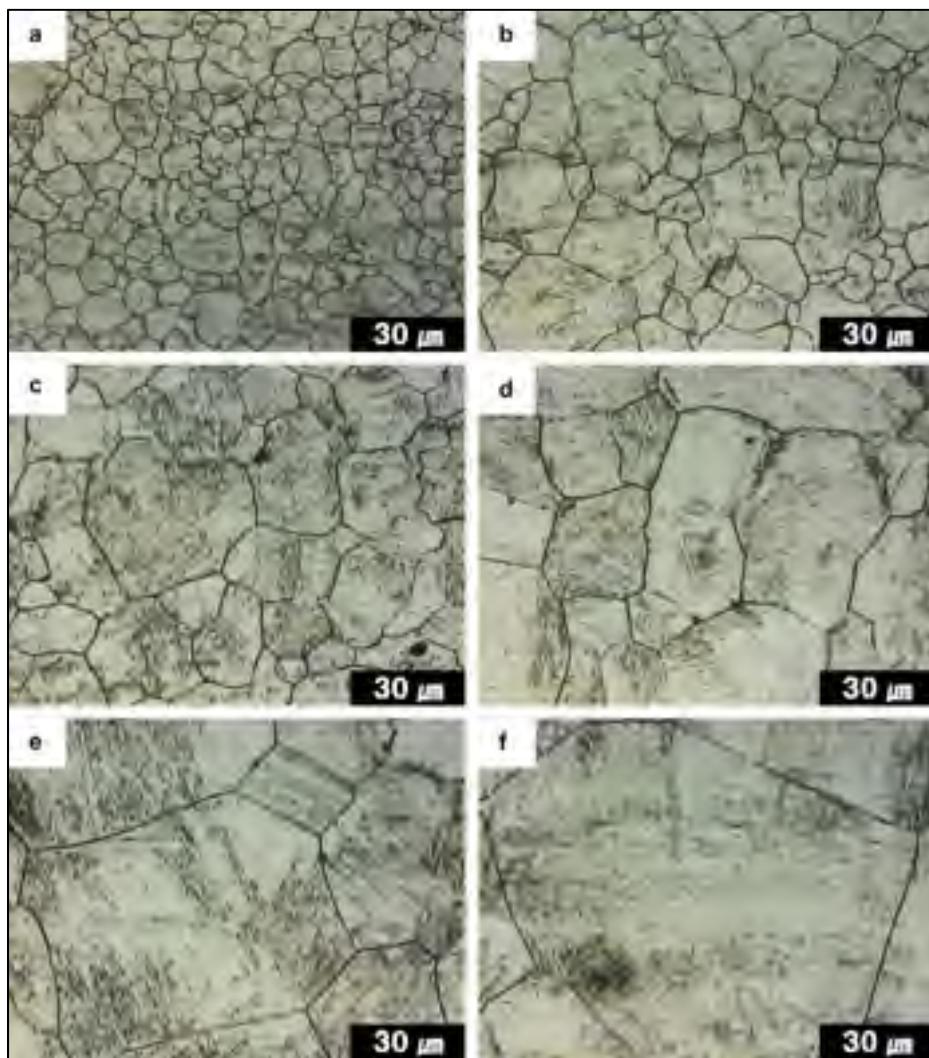


Figure 1.5 Taille des grains d'austénite d'un acier Cr – Mo à différentes température d'austénitisation pendant 10 min : (a) 900 °C, (b) 950 °C, (c) 1000 °C, (d) 1050 °C, (e) 1100 °C et (f) 1150°C (Lee et Lee, 2008)

De plus, lors du chauffage, un phénomène d'oxydation apparaît formant une couche de calamine en tandem avec une décarburation. Pour éviter ces phénomènes, un milieu contrôlé est préconisée : un chauffage après avoir fait le vide dans le four est une bonne solution.

1.3 Procédé de trempe d'un acier et ses paramètres

Cette partie a pour objectif de décrire le procédé de trempe et ses paramètres de la façon la plus précise possible afin de comprendre à l'avenir comment ils sont susceptibles de faire varier les propriétés thermo-physiques de l'acier étudié.

1.3.1 Procédé de trempe

Le procédé de trempe est très utilisé dans le domaine industriel pour obtenir des propriétés particulières sur l'acier avec une phase bainitique ou martensitique la plupart du temps. Pour ce faire, on impose donc un refroidissement rapide au matériau qui était alors à une température supérieure à sa température d'austénisation A_{e_3} .

Chaque matériau possède une certaine trempabilité qui est déterminée en fonction de sa composition chimique et de son histoire antérieure (s'il a reçu d'autres traitements thermiques). C'est cette trempabilité qui indique la capacité d'un acier à obtenir une phase martensitique (Baillon, 2000).

1.3.1.1 Principe fondamental

Une fois l'austénite homogène à haute température, le matériau est à une **température supérieure à A_{e_3}** , il est alors possible d'effectuer la trempe. On plonge la pièce dans une **milieu de trempe** (cf. 1.3.2.3) pour obtenir une **vitesse de refroidissement** relativement rapide et éviter la transformation de l'austénite en ferrite-perlite en bloquant la diffusion du carbone. Cette vitesse minimale de trempe, appelée vitesse critique de trempe, correspond à la vitesse la plus lente pour laquelle on observe un début de transformation perlitique ou bainitique. Elle est fonction de la **composition chimique** et de son passé thermique et elle définit la trempabilité de l'acier (Baillon, 2000).

Pour une vitesse supérieure à la vitesse critique de trempe, le matériau passera de la phase austénitique à martensitique en dessous de la température M_S : *Martensite Start*. En revanche,

un refroidissement trop brusque pourrait fissurer la pièce sous le choc thermique. Si l'on souhaite obtenir une phase bainitique, il faut stopper la trempe à une température $T > M_S$ et maintenir à cette même température ou bien refroidir à une vitesse plus lente que la vitesse critique de trempe (figure 1.6). La martensite et la bainite, seront particulièrement étudiées dans cette partie : il s'agit des phases qui sont les plus susceptibles d'être rencontrées lors de la trempe de l'acier étudié.

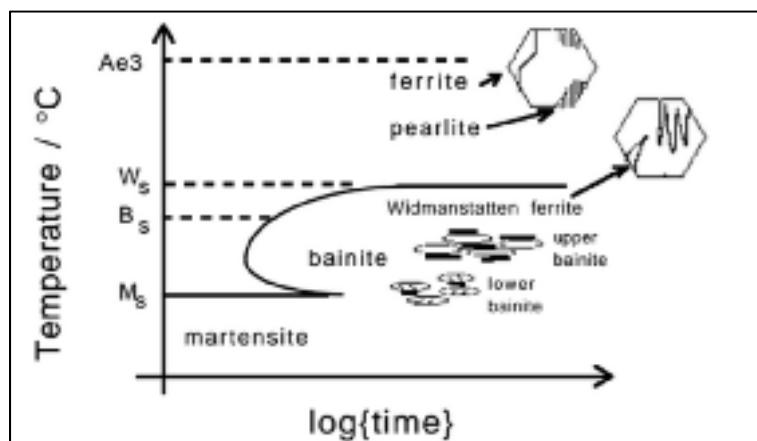


Figure 1.6 Domaine de température de la formation de phase lors de la trempe (Bhadeshia, 2001)

Il est fort probable que pour des pièces épaisses une phase martensitique soit présente en surface mais pas en cœur de la pièce à cause du gradient de température même pour une vitesse de refroidissement rapide.

Dans un cadre industriel, la pièce est sortie du four puis déplacée vers un bain de trempe contenant le milieu de trempe souhaitée comme illustrée à la figure 1.7.



Figure 1.7 Trempe d'une pièce industrielle (Neil Forman Photography, 2019)

1.3.1.2 Transformation martensitique

La transformation martensitique a donc lieu lorsque la trempe s'effectue à une vitesse de refroidissement supérieure à la vitesse critique de trempe et entre les températures M_S (Martensite Start) et M_F (Martensite Finish). La vitesse trop rapide de refroidissement empêche le carbone de diffuser et on retrouve ainsi la même composition que la phase austénitique sous une forme allotropique différente.

En effet, puisque la diffusion du carbone est impossible, la martensite se forme par déplacement des atomes de Fer vers une position métastable à basse température depuis leur position dans l'austénite. Cela résulte en la création d'un réseau cristallin T.C. observable à la figure 1.8.

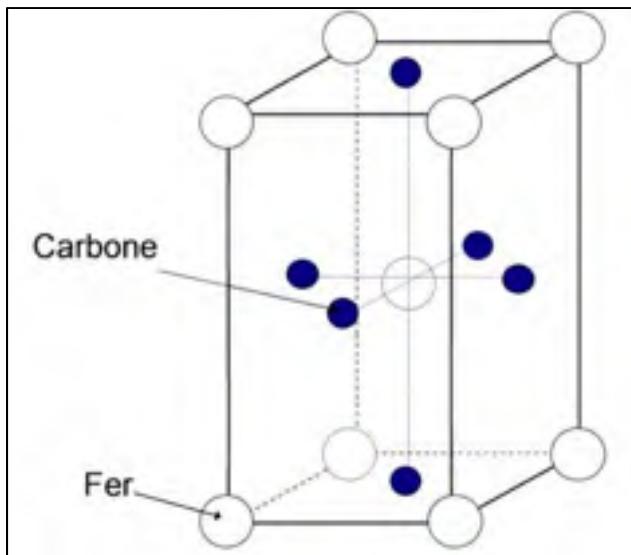


Figure 1.8 Structure cristalline de la martensite
(Mondellin, 2012)

Les paramètres de maille martensitique sont proportionnels à la teneur en carbone : plus elle est riche en carbone, plus elle est tétragonale (Porter et Easterling, 2004).

À partir d'une certaine température, il devient donc plus énergétiquement intéressant pour un matériau de changer de phase, c'est pourquoi l'acier en possède plusieurs et qu'il est impossible de trouver de l'austénite à température ambiante par exemple. D'un point de vue purement thermodynamique, à température élevée l'enthalpie libre de l'austénite est inférieure à celle de la martensite, car plus stable. Une fois que la température baisse, l'enthalpie libre de l'austénite augmente plus vite que celle de la martensite car elle devient de moins en moins stable. La figure 1.9 illustre bien la variation de l'enthalpie libre des deux phases en fonction de la température. En revanche, bien que les enthalpies libres se croisent à une température T_0 supérieure à M_S , la transformation de l'austénite en martensite ne se produit pas avant M_S car le changement de la forme allotropique nécessite tout de même de l'énergie pour se faire que l'on désigne par $\Delta G^{\gamma-\alpha'}$.

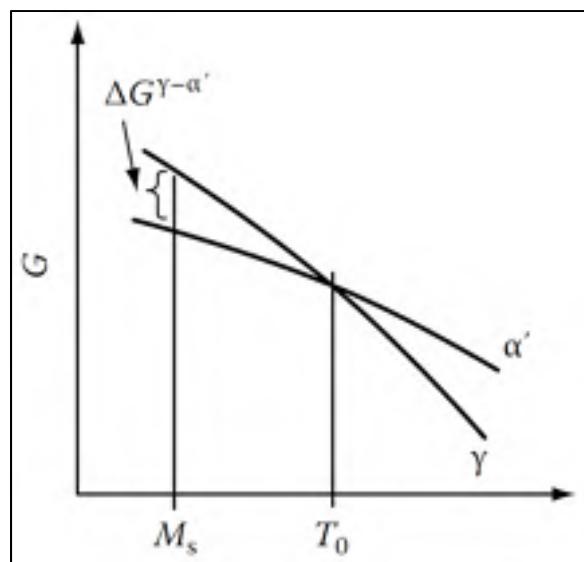


Figure 1.9 Énergie libre de Gibbs de l'austénite et de la martensite (Porter et Easterling, 2004)

La teneur en carbone influe également sur la morphologie de la martensite, on peut l'observer en lattes ou en plaquettes. Leur domaine d'existence est représenté dans la figure suivante.

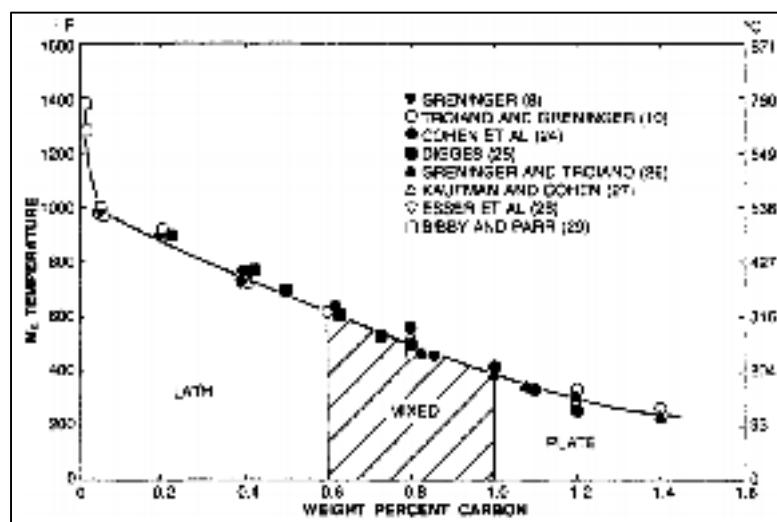


Figure 1.10 Morphologie de la martensite en fonction de la teneur en carbone (%) de l'acier (Krauss, 2001)

On observe la martensite en plaquettes pour les plus fortes concentrations en carbone supérieures à 1%, mais on l'observe jusqu'à 0.6% mélangée à la morphologie en lattes qui n'est, elle, unique qu'en dessous de ce seuil. Les deux morphologies se forment à partir du grain d'austénite jusqu'au premier joint de grain où leur croissance est stoppée. On les distingue facilement par les lignes parallèles formées par les lattes. La figure suivante illustre schématiquement l'évolution de la morphologie de la martensite en fonction du taux de carbone.

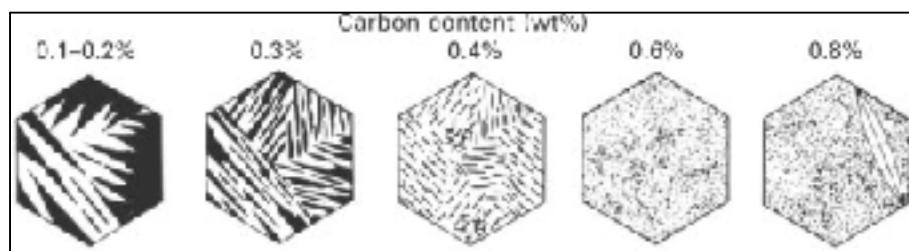


Figure 1.11 Schéma montrant le changement de microstructure de martensite à lattes à teneur en carbone différente dans les alliages Fe-C à l'échelle du microscope optique (Maki et al., 1980)

1.3.1.3 Transformation bainitique

La transformation bainitique s'obtient par le même procédé que la martensite, mais avec une vitesse de refroidissement plus lente que la vitesse critique de trempe. Autrement, il est possible de faire la trempe à vitesse de refroidissement élevée en l'arrêtant dans le domaine de températures compris entre celui de la martensite ($T > M_S$) et celui de la perlite-ferrite comme illustré précédemment en figure 1.6, tout en maintenant cette température jusqu'à la fin de la transformation bainitique. Dans les deux cas, la courbe de refroidissement en fonction du temps doit passer par le domaine de la bainite sur le diagramme Transformations en Refroidissement Continu (TRC) présenté ultérieurement.

On distingue deux types de bainite en fonction de la température de transformation : la bainite supérieure qui se forme à plus haute température que la bainite inférieure. Dans les deux cas, on observe une morphologie de plaquettes allongées issues des joints de grains. En revanche,

la localisation de la cémentite change d'un type de bainite à l'autre: elle précipite à l'interface des lattes pour la bainite supérieure et à l'intérieur de celles-ci pour la bainite inférieure (Bhadeshia, 2001).

1.3.2 Paramètres influents dans le procédé de trempe

Pendant la trempe, de nombreux paramètres vont venir influencer le résultat final du procédé. On distingue parmi ces paramètres :

1. la vitesse de refroidissement qui est sûrement le plus difficile à contrôler d'entre tous ;
2. la température de trempe (température d'austénitisation) qui est généralement au-dessus de la température de fin d'austénitisation A_{e_3} et facile à contrôler ;
3. le milieu de trempe qui est intimement lié à la vitesse de refroidissement ;
4. la composition chimique qui aura une forte influence sur les valeurs de la température en fonction du temps de l'apparition des phases.

1.3.2.1 Vitesse de refroidissement

La vitesse de refroidissement détermine l'obtention de la phase souhaitée de l'acier ainsi que sa proportion : rapide pour de la martensite, moyennement rapide pour de la bainite et lent pour de la ferrite perlite. Chaque acier a des vitesses de refroidissement qui lui sont propres pour l'obtention de ses phases, car elles-mêmes dépendent fortement de la composition de l'acier qui sera décrite à la section 1.3.2.5.

Les diagrammes TRC sont pratiques pour visualiser rapidement l'obtention de ces phases. Ils se présentent sous forme de courbes linéaires, mais sur un axe logarithmique résultant en paraboles espacées uniformément. Chaque courbe représente un refroidissement à une vitesse constante et passe par des zones représentant les phases et leurs proportions. Celles-ci sont généralement déterminées par des essais dilatométriques, car ils mettent en évidence les températures de début de transformation et leur proportion à une vitesse de refroidissement donnée après une observation au microscope. La figure 1.12 donne un exemple de diagramme TRC, mais chaque composition d'acier à un diagramme TRC qui lui est propre.

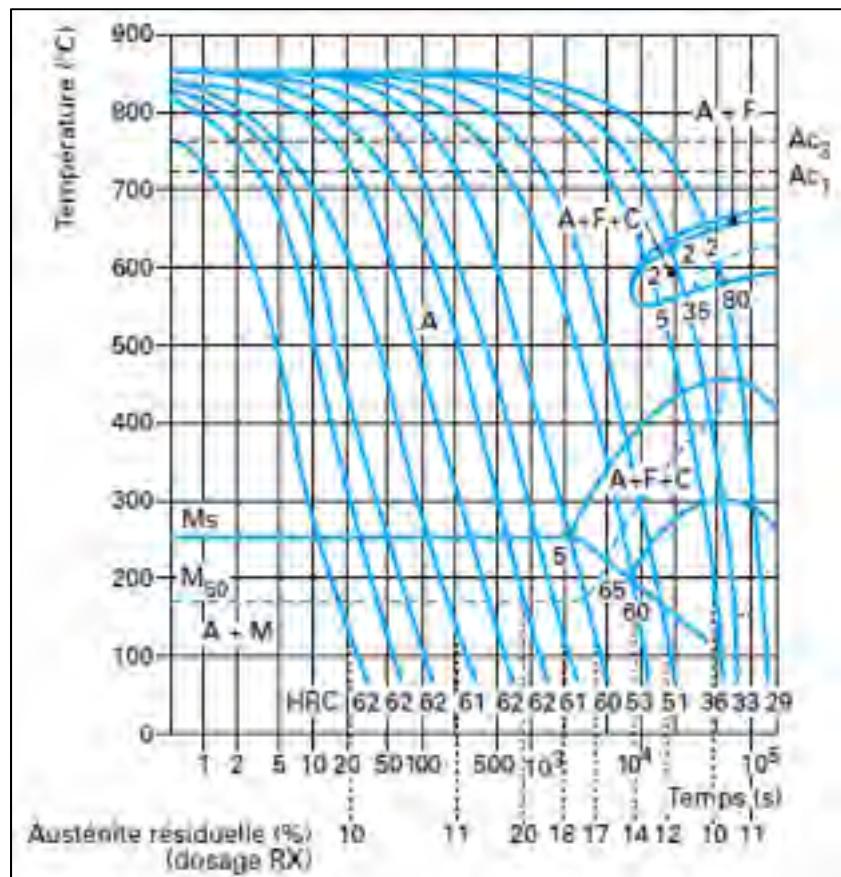


Figure 1.12 Diagramme TRC pour un acier du type 60 NiCrMo 11-03 (0,57 % C - 2,36 % Ni - 0,75 % Cr - 0,41 % Mo) austénitisé à 850 °C pendant 30 min (Murry, 1998)

Sur le graphique, on repère les courbes de refroidissement continues ainsi que les zones de phase de l'acier et leur température de début de transformation. Dans le cas ci-dessus, il faudrait atteindre 260°C avant 2000 secondes à vitesse de refroidissement constante pour obtenir de la martensite sans résidus de cémentite ou de ferrite, c'est la vitesse critique de trempe. La température M_S est indiquée comme constante alors que dans la réalité la vitesse de refroidissement peut avoir un impact sur celle-ci au même titre que le nez de bainite et de perlite ferrite.

1.3.2.2 Vitesse de chauffage

Contrairement à la vitesse de refroidissement, celle au chauffage a moins d'impact sur l'avenir de la pièce après traitement thermique. Néanmoins, il est important de souligner que la nature de l'austénite est influencée par la vitesse à laquelle on chauffe l'acier jusqu'à sa température d'austénitisation. Le reste des phases au refroidissement ne sont pas concernées par ce paramètre.

Comme vu précédemment, à la température A_{e_1} commence la transformation de l'acier d'une phase initiale vers la phase austénitique de structure cubique face centrée γ . Pour que cette transformation soit faite dans des conditions proches de l'équilibre, la vitesse de chauffage doit être très lente. Les températures A_{e_1} et A_{e_3} ainsi que le domaine austénitique sont fonctions directes de la vitesse de chauffage et leur évolution est bien connue dans la littérature avec de nombreuses études sur l'influence de la vitesse de chauffage.

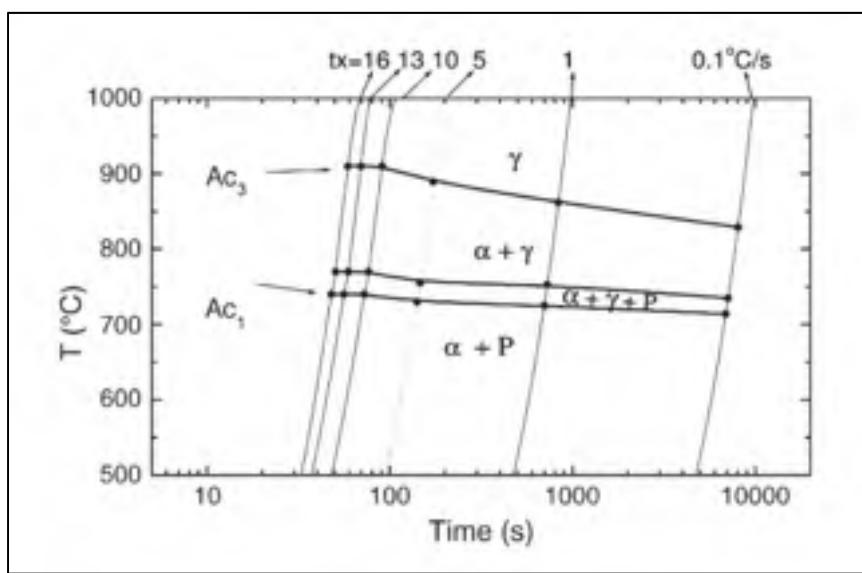


Figure 1.13 Diagramme de Transformation en Chauffage Continu d'un acier (0.15C, 1.42Mn, 0.37Si, 0.052Al, 0.031Nb, 0.023P, 0.009S, 0.0042N) pour des vitesses de chauffage entre $0.1^{\circ}\text{C}/\text{s}$ et $16^{\circ}\text{C}/\text{s}$. α désigne la ferrite, P la perlite et γ l'austénite (Oliveira, Andrade et Cota, 2007)

Plus la vitesse est lente et plus les valeurs des températures A_{e_1} et A_{e_3} décroissent aussi bien que l'écart entre les deux. En revanche au-delà d'une certaine température, l'évolution semble se stabiliser. Dans le cas de la figure 1.13 cette stabilisation apparaît pour les températures de chauffage supérieures à 10°C/s mais celle-ci dépend de la composition chimique de l'acier.

1.3.2.3 La température d'austénitisation

La température d'austénitisation ou plus simplement la température à laquelle la trempe commence, fait partie des paramètres qui influent sur l'état final du matériau après trempe. Pour réaliser la trempe comme vu précédemment la température d'austénitisation doit être supérieure à la température A_{e_3} .

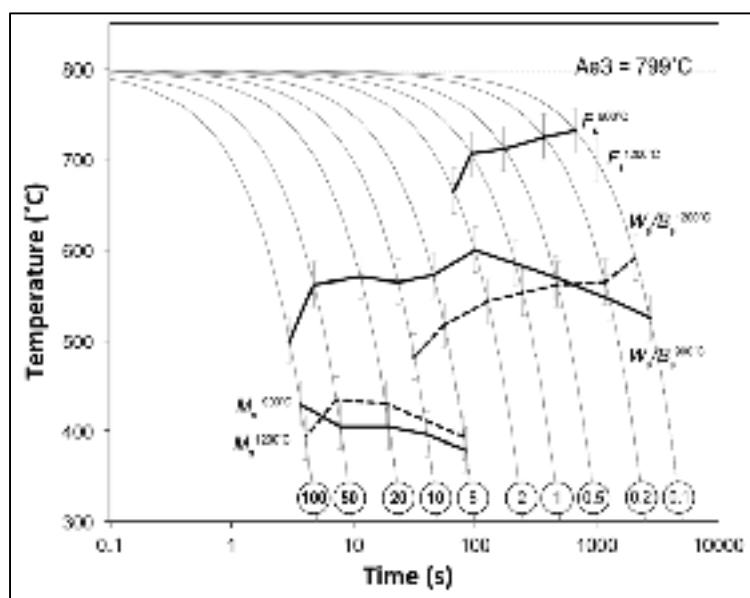


Figure 1.14 Diagramme TRC d'un acier ; données obtenues à partir d'essais dilatométriques avec deux températures d'austénitisation différentes (900°C et 1200°C) (Obasi, 2019)

La figure 1.14 permet d'observer pour une même composition d'acier, l'évolution des valeurs de début de transformation de phase : deux graphiques sont superposés et correspondent à deux températures d'austénitisation différentes. Les phases de martensite et de bainite sont

impactées par la variation de celle-ci : la température M_S a tendance à diminuer lorsque la température diminue contrairement à B_S qui a le comportement inverse.

1.3.2.4 Le milieu de trempe

Le milieu de trempe est définie par le milieu dans lequel la trempe se fait. Il existe trois types de milieu très souvent utilisés ayant une forte influence sur la vitesse de refroidissement. Dans l'ordre du plus rapide au plus lent, on retrouve : l'eau sous différentes formes, l'huile et les gaz (air).

Chaque milieu a ses avantages et inconvénients : l'utilisation de l'eau par exemple est recommandée pour obtenir la proportion de phase martensitique maximale possible car le refroidissement est extrêmement rapide. En contrepartie pour des pièces trop volumineuse le gradient de température entre la surface et le cœur devient trop important : les microstructures internes et externes ne sont plus les mêmes de façon trop brusque. Cela engendre des contraintes internes intenses qui peuvent conduire à des fissures, cassures, et jusqu'à l'éclatement de la pièce. L'utilisation de l'huile permet de réduire cette différence brutale dans le gradient de température par un refroidissement plus lent.

1.3.2.5 La composition chimique de l'acier

Un acier est un alliage constitué principalement de fer et de carbone, mais il est possible d'ajouter des éléments d'alliages qui apportent diverses propriétés supplémentaires à l'acier. Nous avons déjà vu que l'ajout d'éléments gammagène ou alphagène avait une influence sur la température d'austénitisation en la diminuant et l'augmentant respectivement (Murry, 1998). Toutefois, il est nécessaire de savoir que la composition chimique de l'acier a une importance capitale sur la localisation temporelle des débuts de transformations de phase également au refroidissement, facilement identifiable dans le diagramme TRC.

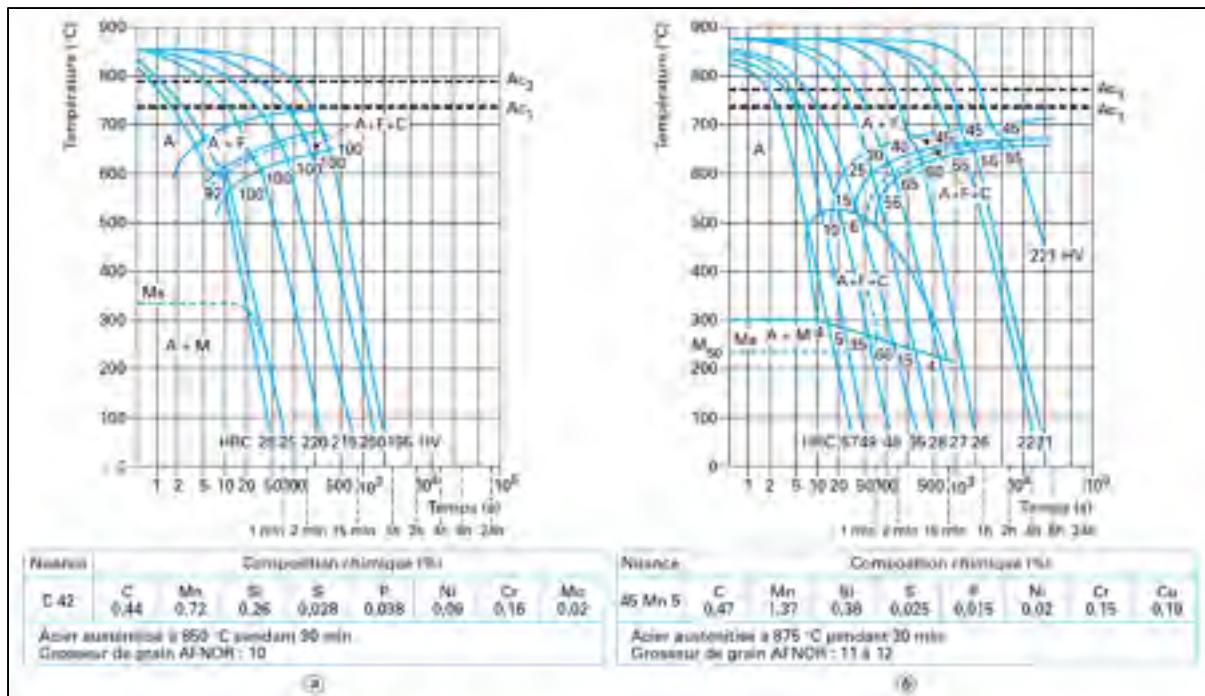


Figure 1.15 Diagrammes TRC de deux aciers de composition chimique différentes, échelle identique (Murry, 1998)

La température à laquelle commencent les transformations ainsi que le temps de refroidissement nécessaire pour y arriver sont fonctions de la composition chimique. Dans l'exemple de la figure 1.15, la taille de grain et la température d'austénisation sont sensiblement les mêmes pourtant leur diagramme TRC sont complètement différents à la même échelle, dû à leur grande différence dans la composition chimique.

La composition chimique est donc plus qu'un simple paramètre de trempe, elle définit tout le reste : lorsque l'on change de composition, on change d'acier et donc de TRC, de température d'austénisation, de vitesse de refroidissement, de chauffage et bien sûr de toutes les propriétés qui sont propres à chaque acier notamment celles qui suivent dans la partie 1.4 de cette revue.

1.4 Les propriétés thermo-physiques intervenants lors de la trempe

Les matériaux possèdent des propriétés physiques, certaines d'entre elles sont fonctions de la température ou bien en lien direct avec la thermodynamique. Dans le cas de cette étude : la

densité, le coefficient de dilatation thermique, la chaleur spécifique, la chaleur latente de transformation, la diffusivité thermique et la conductivité thermique seront passés en revue dans cette section de littérature.

1.4.1 Densité

1.4.1.1 Définition

La densité d est une grandeur physique des corps, elle est sans unité et représente le rapport entre sa masse volumique et la masse volumique d'un corps de référence. Généralement, le corps de référence est l'eau pure à 4°C car sa masse volumique est exactement égale à 1000 $kg \cdot m^{-3}$. La densité d'un corps sera donc le millième de sa masse volumique, sans unité.

Pour définir la densité, il faut donc d'abord définir la masse volumique d'un corps. Elle se note ρ et représente le rapport entre la masse d'un corps et son volume. Elle s'exprime dans le système international des unités en $kg \cdot m^{-3}$. Elle se mesure facilement à température ambiante (22°C) : la mesure de la masse se fait sur une balance classique quelle que soit la phase du corps (liquide, solide, gazeux). Le volume se mesure le plus souvent par différence de volume dans un liquide avant et après plongée du corps solide. Pour des corps solides simples, il est également possible d'en mesurer la géométrie puis de calculer son volume issu de celles-ci.

On obtient ainsi en tout point M d'un corps et à une température T donnée :

$$\rho(M, T) = \frac{\delta m}{\delta V} \quad (kg \cdot m^{-3}) \quad (1.1)$$

Avec δV le volume infinitésimal entourant M et δm la masse infinitésimale de cette portion, le tout étant mesuré à la température T . En faisant l'hypothèse que la masse volumique est homogène en tout point on écrit :

$$\rho_{corps}(T) = \frac{m_{corps}}{V_{corps}} \quad (kg \cdot m^{-3}) \quad (1.2)$$

Finalement la densité d n'est que le rapport entre la masse volumique du corps obtenue et celle de l'eau.

$$d(T) = \frac{\rho_{corps}(T)}{\rho_{eau}} \text{ (S.U)} \quad (1.3)$$

1.4.1.2 Évolution de la densité en fonction des paramètres de trempe

Comme indiquée à l'équation 1.3, la densité est une grandeur influencée par la température. Celle-ci varie car la masse volumique du corps elle-même varie en fonction de la température à cause de la dilatation ou la compression de son volume. Dans la suite, on considérera que la masse du corps demeure constante tant que le corps ne change pas de nature et reste solide. Dans la réalité, de très faibles variations peuvent intervenir notamment dans les aciers car tous les points de fusion des éléments d'additions ne sont pas à la même température et le phénomène de décarburation peut avoir lieu à haute température.

En revanche, le volume varie de façon bien plus importante lors d'un changement de température que l'on appelle dilatation thermique. A la température de $T = 0\text{ K}$, les atomes sont immobiles, avec l'augmentation de celle-ci s'en vient un apport énergétique qui est transmis aux atomes, on l'appelle énergie thermique. Cet apport en énergie se caractérise par la vibration des atomes et le fait qu'ils occupent plus de place en s'écartant les uns des autres. Ceci résulte en une augmentation du volume à l'échelle macroscopique et une diminution lors d'un refroidissement. Puisque le volume augmente avec la température, c'est inversement proportionnel pour la masse volumique, et donc la densité. Ainsi, lors d'une augmentation de la température, on peut s'attendre à une diminution de la densité du corps.

Chaque phase de l'acier réagit différemment à la dilatation thermique car ils n'ont pas tous le même réseau cristallin. Étant donné que les phases sont dépendantes des paramètres de trempe, il est certain que ceux-ci auront un impact sur la densité.

On peut exprimer l'évolution de la densité en fonction de la variation linéaire d'un échantillon de dilatomètre normalisé comme illustrée à la figure 1.16. Ceci résulte en un calcul de masse volumique d'un acier associé à l'essai de dilatomètre à la figure 1.17.

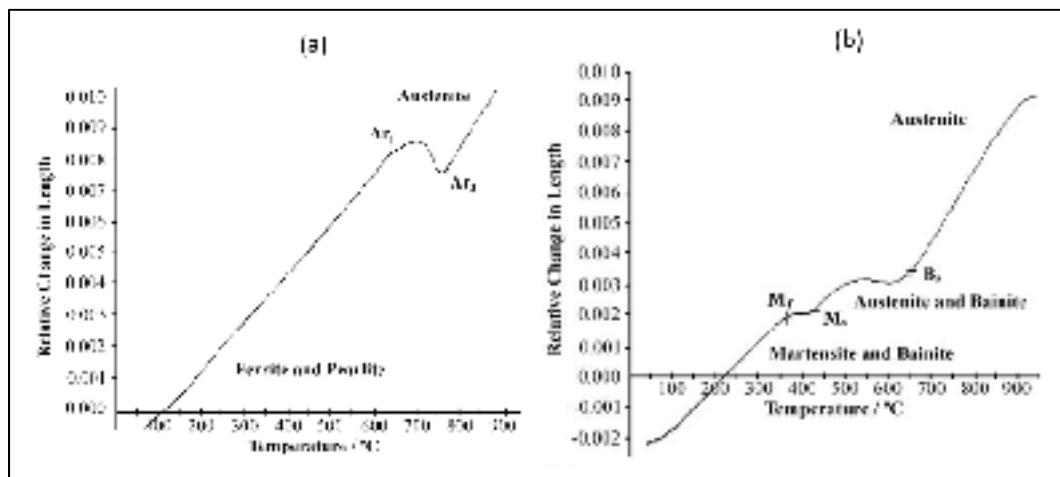


Figure 1.16 Comportement de variation linéaire d'un même acier lors d'un essai dilatométrique : (a) au chauffage (b) au refroidissement. (Garcia de Andres, 2002)

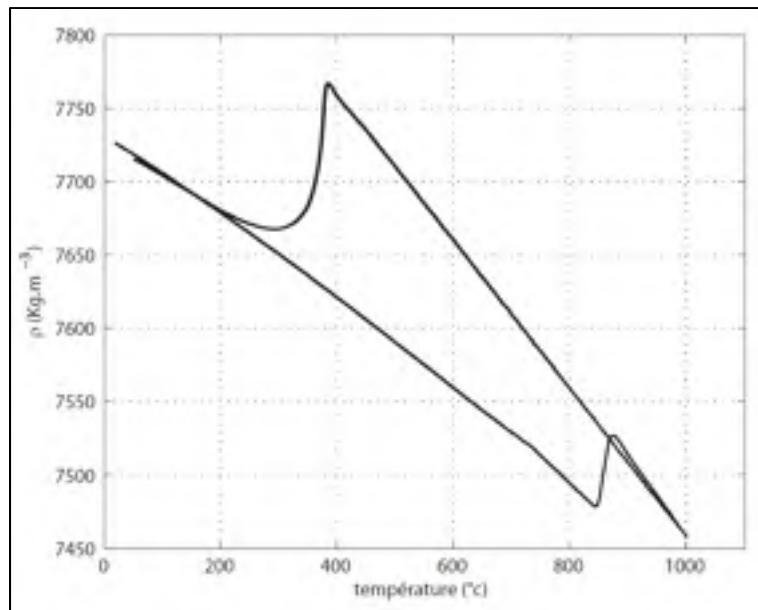


Figure 1.17 Résultat du calcul de la masse volumique de l'acier T91 à froid (Roux, 2007)

1.4.2 Coefficient de dilatation thermique

1.4.2.1 Définition

À pression constante, la dilatation thermique est définie par l'augmentation du volume d'un corps à la suite d'une hausse de la température. Au contraire, la contraction thermique intervient lors d'une baisse de la température. Ce phénomène d'expansion thermique a été expliqué à la section précédente.

Pour tous les matériaux avec un comportement isotrope, on peut quantifier cette expansion (ΔL) thermique avec un coefficient (α) propre à chaque matériau, qui est fonction de la longueur du corps et de la variation de température (ΔT). On l'appelle le Coefficient de Dilatation Thermique (CDT) α . On l'exprime avec l'équation suivante :

$$\Delta L = \alpha \cdot L_0 \cdot \Delta T \text{ (m)} \quad (1.4)$$

avec $\Delta L = L - L_0$ la variation de la longueur en mètre (m), L_0 la longueur initiale en mètre (m), $\Delta T = T - T_{ref}$ la variation de température en Kelvin (K) par rapport à une température de référence donnée (généralement 20°C), et bien sûr α le coefficient de dilatation thermique en Kelvin à la puissance moins un (K^{-1}). Pour la majorité des matériaux métalliques le coefficient α est compris entre $[1; 20] \cdot 10^{-6}(K^{-1})$.

Il est également possible de relier la formule du CDT au volume si on fait l'hypothèse que le corps se dilate de façon isotrope dans toutes les directions de l'espace (Garcia de Andres, 2002), on obtient alors l'équation suivante :

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \cdot \Delta T = \frac{V - V_0}{3V_0} \quad (S.U) \quad (1.5)$$

Puisque le volume est désormais relié au CDT, il est également possible de relier la masse volumique et donc la densité avec le CDT :

$$V = V_0 \cdot (1 + 3\alpha\Delta T) \text{ (m}^3\text{)} \quad (1.6)$$

$$\rho(T) = \frac{m}{V_0 \cdot (1 + 3\alpha\Delta T)} \text{ (kg.m}^{-3}\text{)} \quad (1.7)$$

Il est possible de retrouver cette formule à partir d'un développement limité au premier ordre de la formule du volume pour n'importe quel corps ayant un comportement isotrope et en divisant par le volume de chaque côté. Prenons un volume de cylindre pour exemple.

$$V = L \cdot \pi \cdot R^2 \text{ (m}^3\text{)} \quad (1.8)$$

$$dV = 2\pi LR \cdot dR + \pi R^2 \cdot dL \text{ (m}^3\text{)} \quad (1.9)$$

$$\frac{dV}{V} = 2 \cdot \frac{dR}{R} + \frac{dL}{L} \text{ (S.U)} \quad (1.10)$$

Finalement pour de petites variations :

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{V(T) - V_0}{V_0} = \frac{\Delta L}{L_0} + 2 \cdot \frac{\Delta R}{R_0} \text{ (S.U)} \quad (1.11)$$

Pour un corps isotrope on sait que :

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \frac{\Delta R}{R_0} \text{ (S.U)} \quad (1.12)$$

ce qui nous amène à :

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{V(T) - V_0}{V_0} = 3 \cdot \frac{\Delta L}{L_0} \quad (S.U) \quad (1.13)$$

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \frac{V(T) - V_0}{3 \cdot V_0} \quad (S.U) \quad (1.14)$$

On retrouve bien les mêmes équations entre (1.5) et (1.14), ce qui nous amène ensuite à l'équation (1.7) de la masse volumique en fonction du CDT. Plus couramment, on rencontre la formule de la masse volumique sous la forme suivante (Roux, 2007) :

$$\rho(T) = \frac{\rho(T = 20^\circ C)}{(1 + 3 \cdot \varepsilon^{th}(T))} \quad (kg.m^{-3}) \quad (1.15)$$

avec $\varepsilon^{th}(T) = \frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \cdot \Delta T$ l'allongement du corps par rapport à la longueur initiale en fonction de la température.

1.4.2.2 Évolution du coefficient d'expansion thermique en fonction des paramètres de trempe

Par l'intermédiaire de l'équation (1.7), nous avons vu que la masse volumique et donc la densité était reliée avec le CDT. Si la température a un impact sur l'un, elle aura un impact sur l'autre.

Au paragraphe 1.4.1.2, il a été mentionné que trois paramètres de trempe influencent l'évolution de la densité : la vitesse de chauffage, la vitesse de refroidissement et la température d'austénitisation. Par conséquent, ils vont également influencer le CDT. Chaque phase de l'acier a un réseau cristallin qui lui est propre, la dilatation étant fonction de la phase, elle ne se produira pas aux mêmes valeurs pour une plage de température identique : par exemple l'austénite se dilate plus que la ferrite/perlite.

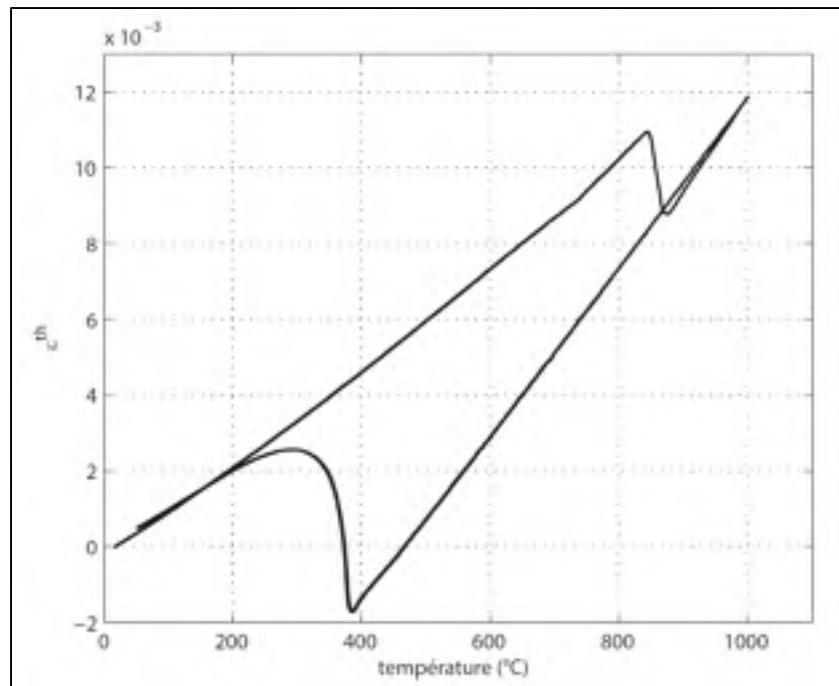


Figure 1.18 Essai de dilatation - $V_c=1^{\circ}\text{C}/\text{s}$, $T_a=1000^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min avec refroidissement à l'air (Roux, 2007)

Le coefficient de dilatation thermique étant la pente de la courbe figure 1.18, d'après l'équation (1.5), il est clair qu'il est fonction de la phase de l'acier, et il a été montré que la nature des phases dépend des paramètres de trempe : vitesse de chauffage et température d'austénitisation pour austénite et la vitesse de refroidissement pour martensite, bainite et ferrite/perlite. On retrouve souvent le coefficient de dilatation thermique sous différentes valeurs en fonction de la température.

1.4.3 Chaleur spécifique (capacité thermique massique)

1.4.3.1 Définition

Tout matériau a la capacité d'accumuler de l'énergie sous forme thermique. La capacité thermique d'un matériau est une grandeur qui indique l'énergie thermique nécessaire qu'il faut apporter à un corps pour augmenter sa température de 1 Kelvin. Ramenée à la division par la masse du corps, on l'appelle la capacité thermique massique (c_p). Plus la capacité thermique

massique est grande plus le corps sera capable de stocker de l'énergie pour la même variation de température.

La capacité thermique C est propre à la phase du matériau, on l'exprime en fonction du transfert de chaleur (Q) et de la variation de température (ΔT) en $J \cdot K^{-1}$. De plus, l'expression de C est exprimée avec des conditions spécifiques à X constant. On obtient finalement l'expression suivante :

$$Q_X = C_X \cdot \Delta T \text{ (J)} \quad (1.16)$$

$$c_X = \frac{C_X}{m} \text{ (J.kg}^{-1} \cdot K^{-1}\text{)} \quad (1.17)$$

On retrouve souvent l'expressions de C_X dans les applications thermodynamiques reliées à l'entropie S . En fonction du paramètre expérimental X bloqué constant, on peut également relier C_X aux différentes grandeurs thermodynamiques telle que l'énergie interne à volume constant (C_V) ou l'enthalpie à pression constante (C_P).

$$C_X = T \left(\frac{\partial S}{\partial T} \right)_X \text{ (J.K}^{-1}\text{)} \quad (1.18)$$

$$C_V = \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_V \text{ (J.K}^{-1}\text{)} \quad (1.19)$$

$$C_P = \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_P \text{ (J.K}^{-1}\text{)} \quad (1.20)$$

1.4.3.2 Évolution de la chaleur spécifique en fonction des paramètres de trempe

La chaleur spécifique est communément donnée comme constante. Pourtant il existe de nombreux graphiques de la chaleur spécifique en fonction de la température qui suivent des courbes affines comme on peut le voir à la figure 1.19.

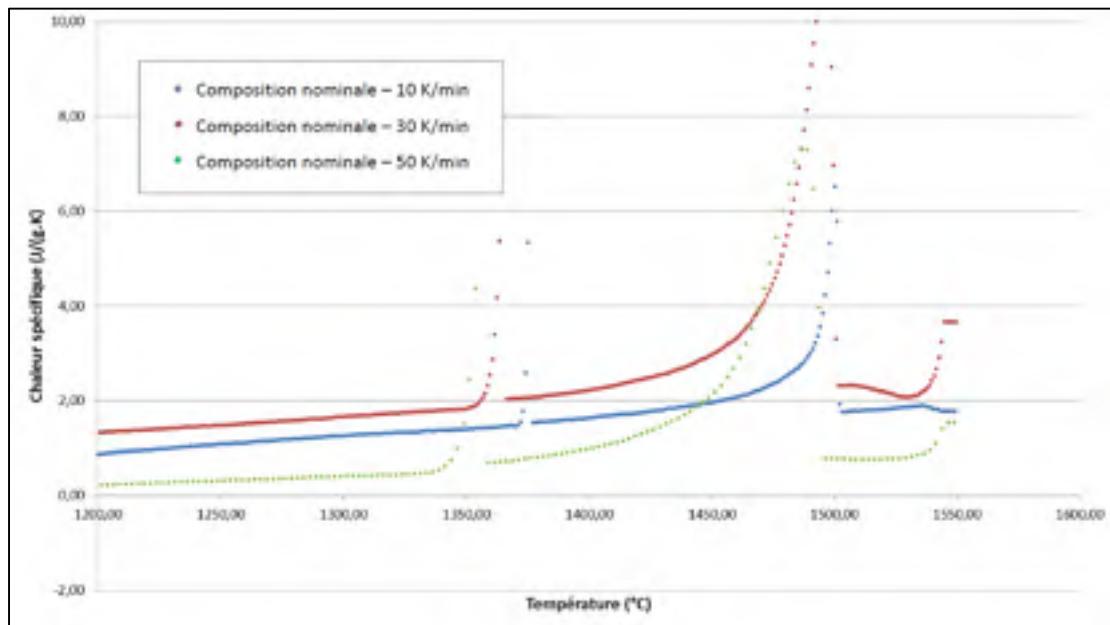


Figure 1.19 Capacité thermique massique lors du refroidissement (Brionne, 2018)

Quelle que soit la vitesse de refroidissement, la chaleur spécifique suit une courbe affine croissante en fonction de la température. En revanche, la vitesse de refroidissement a une légère influence sur la pente de cette courbe et sur la valeur même de la chaleur spécifique.

Autrement, la phase de l'acier qui est dépendante des paramètres de trempe, semble avoir un impact très faible sur la valeur de la chaleur spécifique (Brionne, 2018). Les pics visibles à la figure 1.19 représentent la chaleur latente de transformation qui est décrite à la section suivante. Il n'y a pas d'intérêt physique à mesurer et représenter la chaleur spécifique d'un matériau pendant sa transformation de phase car elle n'est pas dissociable de sa chaleur latente. Tous

les paramètres de trempe auront donc une influence, même minime, sur l'évolution de la chaleur spécifique au travers de la modification de la phase de l'acier.

1.4.4 Enthalpie de changement d'état (Chaleur latente de changement d'état)

1.4.4.1 Définition

Lors d'un changement d'état d'un corps, l'enthalpie connaît une variation notable. Lorsqu'elle est ramenée à la quantité de matière mise en jeu dans la transformation de phase, on l'appelle l'enthalpie de changement d'état et s'exprime en $J.mol^{-1}$ ou $J.kg^{-1}$ dans le Système International des Unités. Elle était autrefois appelée chaleur latente de changement d'état. On l'exprime de la façon suivante :

$$\Delta_{1 \rightarrow 2}H = \frac{Q}{n} = \frac{\Delta H}{n} (J.kg^{-1}) \quad (1.21)$$

avec Q la chaleur nécessaire pour que n moles passent d'un état 1 à un état 2, et donc égale à ΔH lorsque la transformation se fait à pression constante.

1.4.4.2 Relation de chaleur spécifique modifiée

Il existe dans la littérature une équation de la chaleur spécifique qui est modifiée pour inclure la chaleur latente (Şimşir, 2008). Lors de la représentation graphique de la chaleur spécifique, c'est généralement l'équation de la chaleur spécifique modifiée qui est représentée car on observe les pics de la chaleur latente lors d'une transformation de phase. Avant de poser cette équation il faut introduire ξ_k la fraction volumique d'un $k^{\text{ième}}$ constituant et donc $\dot{\xi}_k$ la vitesse de transformation de la phase. Comme il a été défini avec l'équation 1.21 on peut ainsi écrire que l'énergie thermique relâchée à cause de la transformation de phase peut s'écrire de façon simplifiée :

$$\dot{Q} = \Delta H_k \dot{\xi}_k (J.kg^{-1}) \quad (1.22)$$

avec \dot{Q} le taux de dégagement de chaleur latente par unité de volume. Ce qui nous permet finalement d'écrire l'équation de la chaleur spécifique modifiée c^* issue de la chaleur spécifique c et contenant la chaleur latente de transformation :

$$c^* = \sum_{k=1}^N c_k \xi_k + \Delta H_k \frac{d\xi_k}{dT} = c + \frac{\dot{\xi}_k}{\dot{T}} \Delta H_k \quad (J.K^{-1}) \quad (1.23)$$

avec N le nombre de phases total et \dot{T} la vitesse de refroidissement. Le principe de cette équation est illustré à la figure ci-dessous.

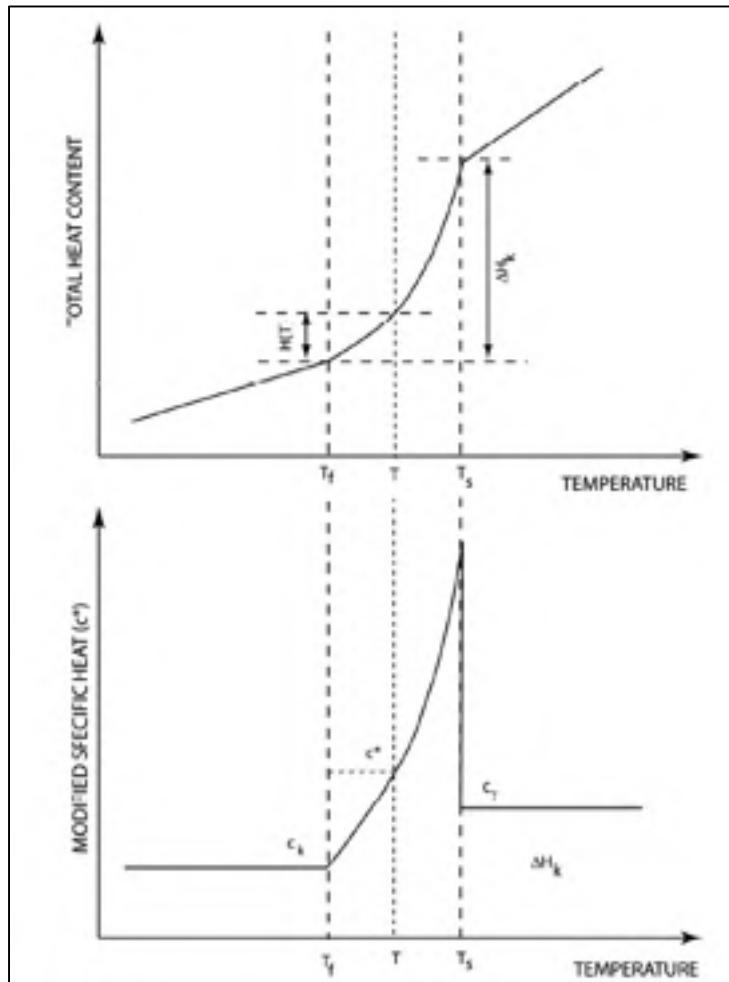


Figure 1.20 Calcul de la chaleur spécifique modifiée pour la simulation de la chaleur latente (Şimşir, 2008)

On retrouve bien la chaleur spécifique avant et après la transformation c_k et c_γ correspondants aux phase k et γ , et le pic représentant la chaleur latente. Tout est inclus dans la valeur de c^* à une température T : la chaleur spécifique c_k et la chaleur latente de transformation entre la température T_f et la température T .

1.4.4.3 Évolution de la chaleur latente de transformation en fonction des paramètres de trempe

La chaleur latente de transformation est par définition intimement liée à la phase de l'acier. Ces phases sont très dépendantes des paramètres de la trempe : la vitesse de chauffage et le temps de maintien a un impact sur l'austénite, et le milieu de trempe (donc la vitesse de refroidissement) a une influence non négligeable sur la nature de la phase stable obtenue (martensite, bainite, perlite/ferrite). La composition chimique de l'acier joue également un rôle très important puisqu'elle occupe une position de médiateur dans toutes les interactions thermo-physics.

1.4.5 Conductivité et diffusivité thermiques

1.4.5.1 Définitions

Lors d'un transfert thermique par induction, le comportement du matériau est caractérisé par la conductivité thermique λ (ou conductibilité thermique). Celle-ci se mesure en $W.m^{-1}.K^{-1}$ et représente donc l'énergie transférée au matériau par unité de temps, de longueur et d'un gradient de température en Kelvin ou Celsius.

La diffusivité thermique quant à elle caractérise la capacité de ce même matériau à diffuser un signal de température d'un point à un autre. Les deux propriétés thermiques de conductivité et de diffusivité sont liées par la relation suivante :

$$D = \frac{\lambda}{\rho c} \quad (m^2.s^{-1}) \quad (1.24)$$

avec ρ la masse volumique du matériau, D la diffusivité thermique et c la chaleur spécifique. Conventionnellement on mesure d'abord la diffusivité thermique par la méthode du flash laser, puis à l'aide de l'équation 1.24, on obtient la conductivité associée.

1.4.5.2 Évolution de la conductivité et diffusivité thermiques en fonction des paramètres de trempe

L'évolution de la conductivité thermique et celle de la diffusivité thermique sont liées par l'équation 1.24 à l'évolution même de la masse volumique et de la chaleur spécifique du matériau. Par conséquent tout ce qui influe sur ces deux propriétés, c'est à dire tous les paramètres de trempe, vont influer indirectement sur la conductivité et la diffusivité thermique.

En revanche, pour l'équation 1.24 l'évolution prévue de la chaleur spécifique n'est pas significante par rapport à l'évolution de la masse volumique.

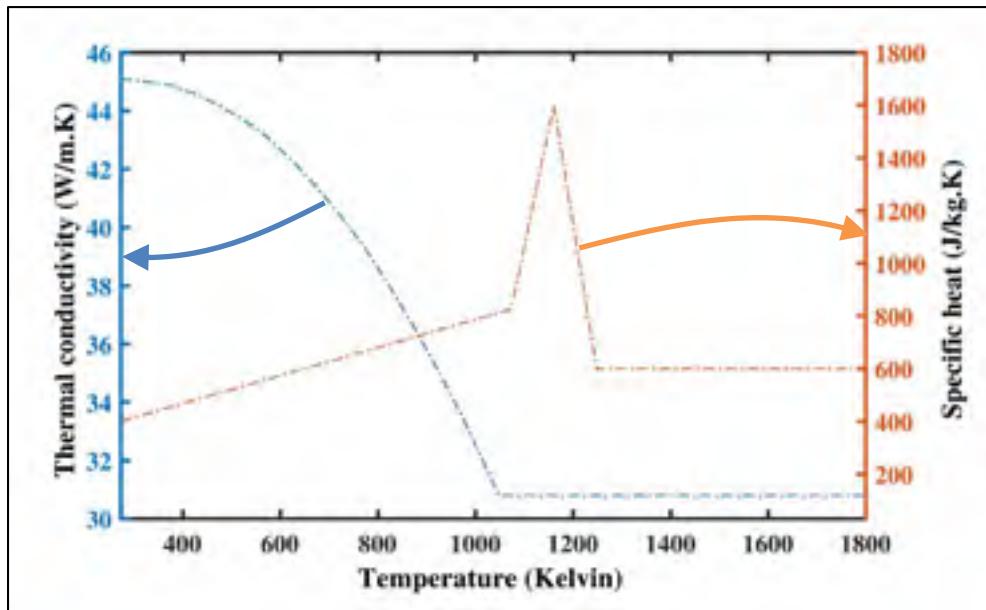


Figure 1.21 Chaleur spécifique et conductivité thermique en fonction de la température de chauffage pour un acier 4340 (Fakir, 2018)

Dans la littérature comme à la figure 1.21, la conductivité et la diffusivité suivent le comportement de la masse volumique et sont faiblement impactées par l'évolution de la chaleur spécifique notamment car la densité varie sur une plus grande amplitude que la chaleur spécifique. Néanmoins il est important de prendre en compte les deux évolutions.

Au même titre que la chaleur spécifique, les valeurs de diffusivité et conductivité thermique sont données dans la littérature comme constantes et non pas en palier de température.

1.4.6 Résumé des relations entre paramètres de trempe et propriétés thermo-phérique de l'acier

Cette section a apporté des informations sur les différentes propriétés thermo-physiques qui vont être étudiées dans la suite de ce mémoire ainsi que leurs interactions et dépendances avec les paramètres du procédé de trempe. Afin de faciliter la synthétisation de cette littérature et les interactions entre chaque paramètres et propriétés, un graphique a été dressé à la figure 1.22.

La composition chimique de l'acier a un rôle médiateur sur tout le reste, sa modification signifie la modification de toutes les propriétés et également les phases de l'acier : pour une même vitesse de refroidissement un acier de composition chimique « A » n'aura pas nécessairement la même phase stable à la fin du refroidissement qu'un acier de composition chimique « B ».

La vitesse de chauffage quant à elle a une influence sur la température d'austénitisation Ae_1 , qui elle-même a une influence sur l'apparition de la phase d'austénite. Aussi, le milieu de trempe a un impact sur la vitesse de refroidissement et donc la nature de la phase stable de l'acier à température ambiante.

Toutes les phases de l'acier interfèrent avec les propriétés thermo-physiques de façon plus ou moins importante. Par exemple, le changement de la phase d'austénite vers la phase de martensite lors d'un refroidissement très rapide modifie drastiquement la valeur de la densité

dû à la dilatation de la matière et donc le coefficient de dilatation thermique par lien mathématique avec la densité. La chaleur latente de transformation d'une phase à une autre et la chaleur spécifique sont également modifiées. Finalement, la diffusivité et conductivité thermiques seront impactées par leur dépendance à la masse volumique et la chaleur spécifique.

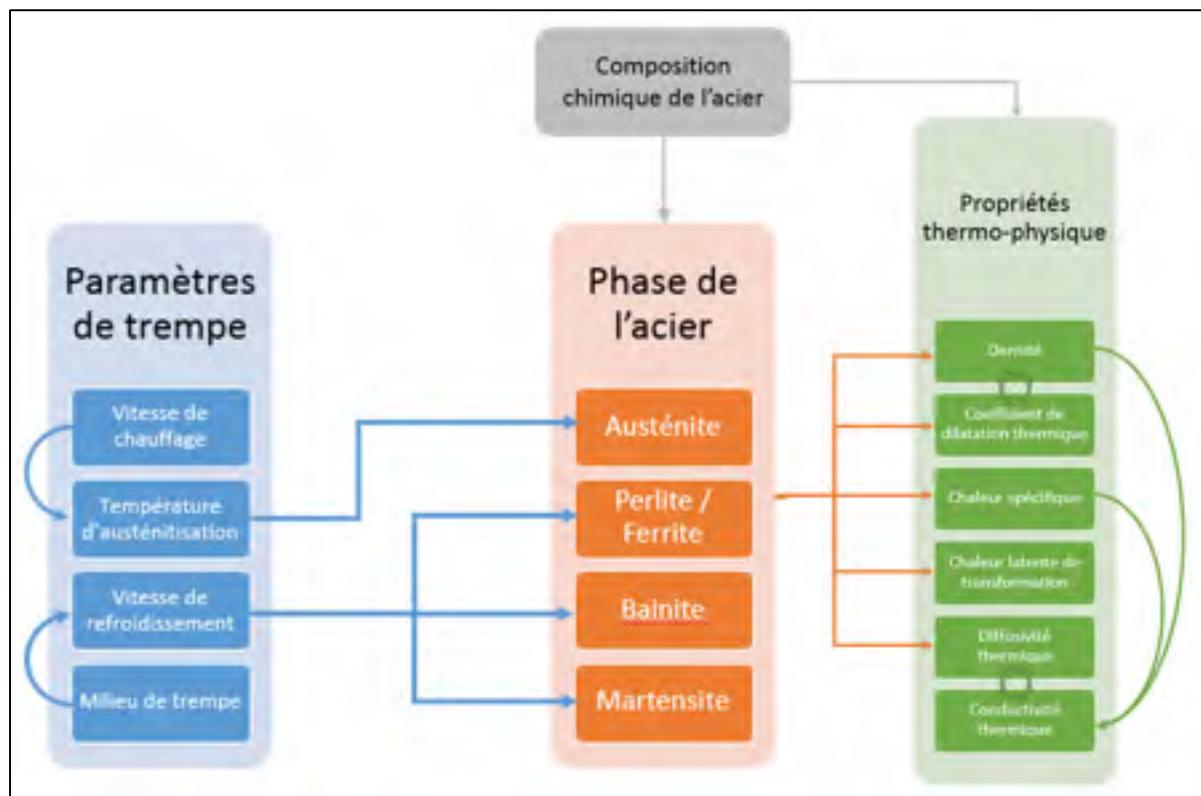


Figure 1.22 Influence des paramètres de trempe sur les propriétés thermo-physiques de l'acier. Une influence est représentée par une flèche directionnelle.

1.5 L'acier 300M

L'acier 300M est un acier à ultra-haute résistance mécanique dont la composition a été légèrement modifiée par rapport au conventionnel acier AISI 4340 pour améliorer certaines propriétés mécaniques comme la ténacité à la rupture ou la résistance à la fissuration (Skubisz, 2018). Le domaine d'application est généralement concentré dans l'aéronautique pour les trains d'atterrissement, mais trouve aussi sa place dans les domaines du civil et de l'automobile (Pistochini, 2011). En revanche la ductilité du 300M est sa faiblesse, en effet sa résistance à la fissuration est affectée par la structure martensitique / bainitique du refroidissement rapide de la trempe (Zhao et al., 2013).

1.5.1 Composition chimique

L'acier 300M étant un acier AISI 4340 modifié, sa composition chimique est très proche de ce dernier. La composition détaillée de l'acier est donnée dans le tableau 1.

Tableau 1.1 Composition chimique de l'acier 300M (TW Metals, 2020)

Composant	Minimum (%m)	Maximum (%m)
Fe	Reste	Reste
C	0.38	0.46
Cr	0.7	0.95
Mn	0.6	0.9
Mo	0.3	0.65
Ni	1.65	2
Si	1.45	1.8
P	≤ 0.01	
S	≤ 0.01	
V	0.05	

La teneur en carbone range l'acier 300M dans la catégorie des hypoeutectoïdes car sa teneur maximale n'excède pas les 0.46% m .

Le chrome, Cr, est un élément alphagène et donc rétrécit le domaine austénitique. Il augmente la trempabilité d'un acier et joue un rôle majeur dans la résistance à la corrosion, ces caractéristiques sont conséquences de la formation des carbures de chrome augmentant par la même occasion la résistance au revenu (Baïlon, 2000).

Le manganèse Mn est un élément gammagène et agrandit le domaine austénitique. Il améliore également la trempabilité des aciers mais apporte de nombreux désavantages dont la sensibilité à la surchauffe durant l'austénitisation, il n'est donc jamais le seul élément d'alliage (Baïlon, 2000).

Le molybdène Mo est un élément alphagène, il améliore la résistance au revenu car très sensible à la formation de carbures (Baïlon, 2000).

Le nickel Ni est un élément gammagène, il ne forme pas de carbures et favorise la phase austénitique (Baïlon, 2000). En revanche, il est commun d'avoir une teneur entre 1 et 5% m de nickel dans l'alliage, celle du 300M est donc relativement faible.

Le silicium Si est un élément alphagène et ne forme pas non plus de carbure. Bien qu'il stabilise le revenu il a pour effet d'augmenter la fragilité de l'acier (Baïlon, 2000). Étant donné la teneur en Silicium et en manganèse, le 300M peut être considéré comme Mangano-siliceux.

Le reste des éléments d'alliage sont en très faibles teneur, il n'est donc pas nécessaire de s'attarder dessus.

1.5.2 Procédé d'obtention d'une pièce d'acier 300M

Avant un traitement thermique, l'acier est d'abord forgé puis usiné à la forme voulue. Les grandes pièces nécessitent des moyens de forge et d'usinage de tailles industrielles et constituent en elles-mêmes des défis.

Ensuite vient le traitement thermique de l'acier, la pièce est placée dans un four à une température supérieure à la température de fin d'austénitisation A_{e_3} . Une fois homogène en température, elle est sortie du four et transportée vers un bain d'huile. Ce transport peut-être déjà considéré comme une trempe à l'air. Arrivée au bain, la pièce est progressivement plongée dans le bain d'huile pour être trempée. Après avoir atteint la température ambiante, la pièce est à nouveau traitée thermiquement avec deux revenus afin d'homogénéiser la pièce et contrôler le grain. Pour finir la pièce retourne dans les machines d'usinage pour être finalisée.

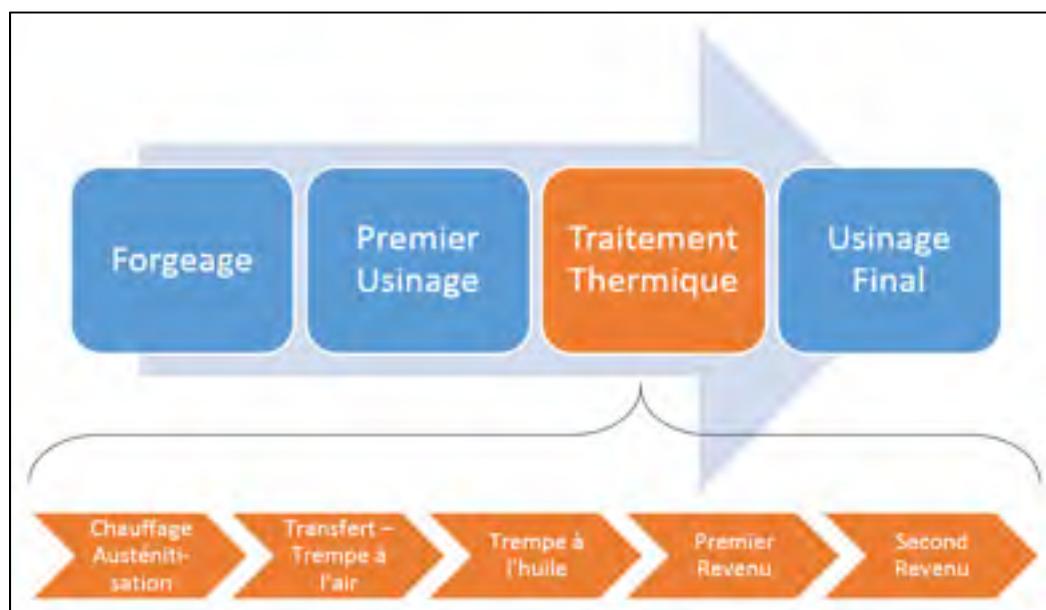


Figure 1.23 Procédé d'obtention de l'acier 300M

1.5.3 Propriétés physiques

L'acier 300M étant l'un des aciers les plus utilisés pour les trains d'atterrissement des avions, ses propriétés physiques sont assez bien connues dans la littérature à température ambiante. Dans le tableau suivant, les principales propriétés thermo-physiques et mécaniques sont renseignées.

Tableau 1.2 Propriétés physiques et mécaniques de l'acier 300M (plusieurs sources s'accordent sur ces mêmes valeurs)

Propriété	Valeur	Unité
Masse volumique (21°C)	7.80	kg/m^3
Conductivité thermique	37.49	$W/m.K$
Chaleur Spécifique	448	$J/kg.K$
Coefficient de dilatation thermique (-17.80°C ; 93°C)	11.34x10 ⁻⁶	$mm/(mm.C)$
Résistance à la traction ultime (21°C)	1981	MPa
Limite d'élasticité à 0.2% (21°C)	1672	MPa
Allongement	10%	

1.5.4 Trempe

Après un chauffage d'austénitisation l'acier 300M est refroidi à des vitesses plus ou moins rapides pour obtenir la microstructure voulue. Il est plongé dans de l'huile pour le refroidissement permettant ainsi d'obtenir la martensite. Dans la littérature, il est possible de trouver des diagrammes TRC de l'acier 300M sur lesquels seront basés les expériences de ce mémoire.

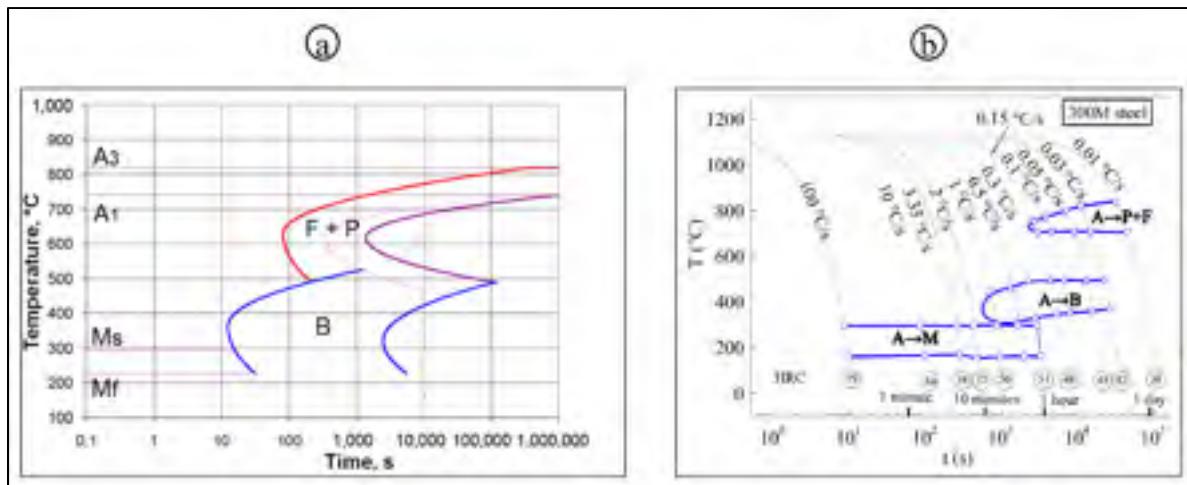


Figure 1.24 Deux diagrammes TRC de l'acier 300M : (a) obtenu par un modèle mathématique (Skubisz, 2018) ; (b) obtenu expérimentalement (Rongchuang, 2018)

D'après le diagramme TRC de la figure 1.24 (a), la phase bainitique semble arriver très rapidement. Pour une austénitisation à 875°C, il faudrait une vitesse de refroidissement continue de presque $-25^{\circ}\text{C}/\text{s}$ pour éviter le nez de bainite. Tous les aciers 300M n'ont pas exactement la même composition chimique, à ce même titre il est possible d'observer autres diagrammes TRC avec un comportement différent comme à la figure 1.24 (b).

1.5.5 Dureté

La dureté de l'acier 300M n'est pas largement connu dans la littérature car il existe peu de valeur permettant de la caractériser en fonction de la phase. En revanche il est possible de donner des valeurs approximatives associées à un acier quelconque permettant de situer grossièrement l'acier 300M. Dans la figure 1.25 on illustre les microstructures de chaque phase de l'acier en fonction de sa dureté. Les duretés sont ici exprimées en HRC, mais il existe de nombreuses unités pour exprimer la dureté : dureté Rockwell (HRC et HRB), dureté Brinell (HB), et enfin dureté Vickers (HV). On retrouvera chacune d'entre elles dans le mémoire mais elle sont toutes convertibles à partir d'un tableau de conversion de dureté dans la littérature. En l'occurrence pour notre étude 40 HRC = 390 HV = 385 HB et 60 HRC = 710 HV = 615 HB.

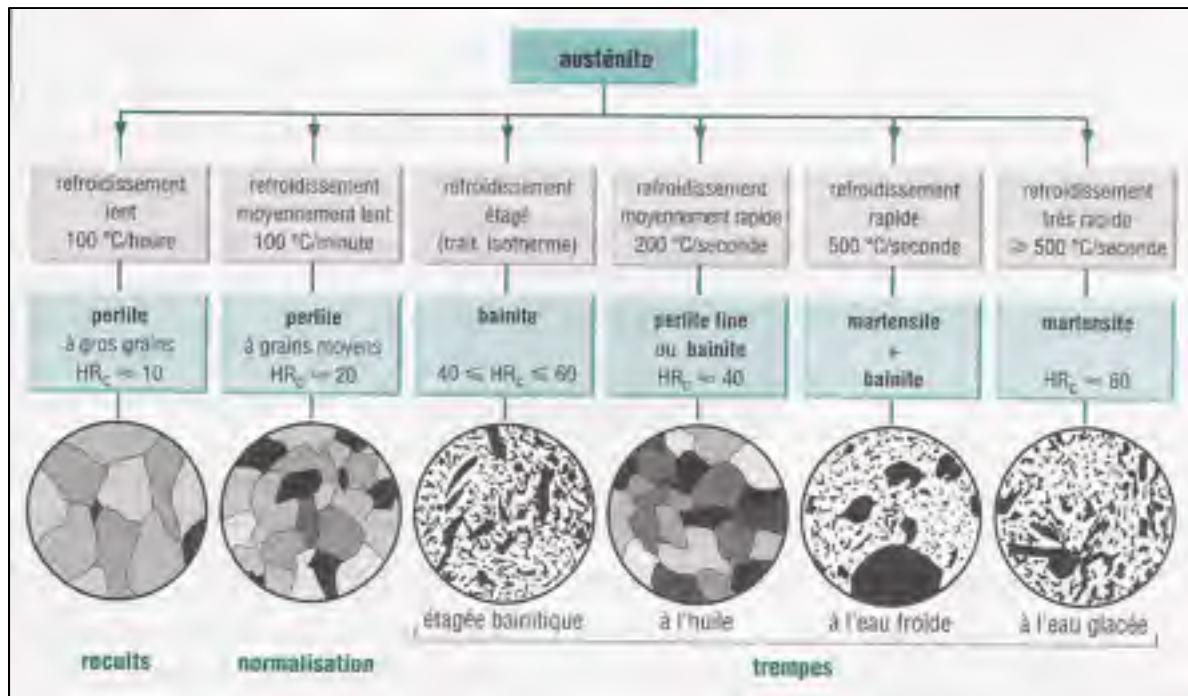


Figure 1.25 Illustration des microstructures d'un acier quelconque et ses valeurs de duretés associées (Fanchon, 2019)

Comme on peut le constater il est facile d'identifier les différentes phases par leur dureté même lorsque leurs microstructures se ressemblent. La bainite et la martensite ont des microstructures très similaires, néanmoins leur dureté diverge beaucoup et permet d'identifier l'une par rapport à l'autre.

1.5.6 Microstructures

Les microstructures de martensite et de bainite sont passées en revue dans cette section, obtenues avec les procédés de trempe décris précédemment. Pour un acier non allié eutectoïde on observe à quoi ressemble chaque phase de l'acier de façon assez claire. A la figure 1.26, quatre micrographies de différentes phases de l'acier sont illustrées. Néanmoins, étant donné que la composition chimique de l'acier et surtout sa teneur en carbone, a une influence sur la nature même de la forme des microstructures, leurs allures ne sont donc pas universelles.

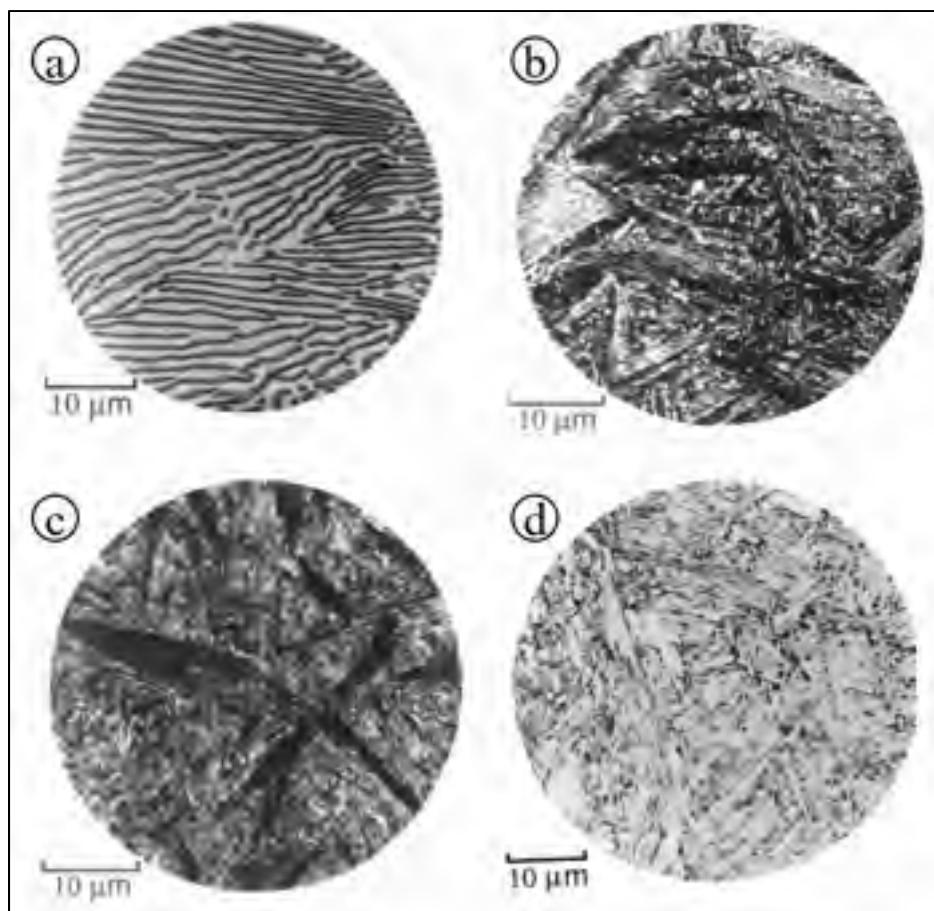


Figure 1.26 Micrographies d'un acier eutectoïde : (a) Perlite formée à 720 °C ; (b) Bainite obtenue par transformation isotherme à 290 °C ; (c) Bainite obtenue par transformation isotherme à 180 °C ; (d) Martensite (Bhadeshia, 2001).

1.5.6.1 Bainite

La bainite est un agrégat provenant de la décomposition de l'austénite formée de plaquettes de ferrite parallèles qui germent aux joints de grain. À la figure 1.27, on observe une micrographie au MEB d'un acier 300M dont la composition est donnée dans le tableau ci-dessous.

Tableau 1.3 Composition de l'acier 300M observé au microscope (%m). Le Fer complète la composition. (Chen, 2018)

Élément	C	Mn	Si	Ni	Cr	V	Mo	S
Centre	0.39	0.801	2.707	1.822	0.897	0.085	0.432	0.019
Milieu rayon	0.40	0.810	2.362	1.833	0.901	0.087	0.435	0.016
Surface	0.39	0.814	2.618	1.818	0.891	0.085	0.437	0.017

Il a été obtenu à la suite d'une austénitisation à 1150 °C chauffé à une vitesse de 3.33 °C/s, puis refroidi à une vitesse continue équivalente à -0.3 °C/s. La ferrite germe aux joints de grains d'austénite, avec la poursuite de la transformation isotherme on observe une croissance de ces germes dans les grains. Ils sont visibles sur la micrographie sous forme de plus petits grains. La bainite, elle, se forme sur le grain d'austénite dans la surface restante lors de l'auto-revenu à 300°C.

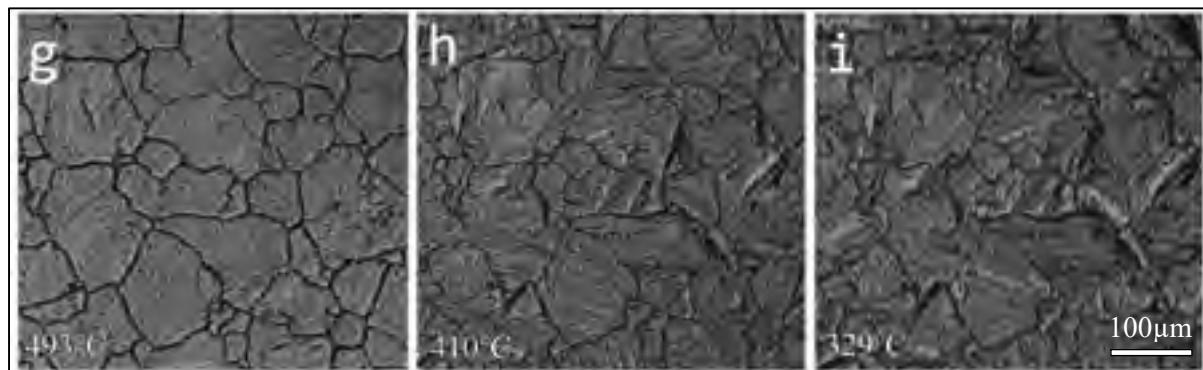


Figure 1.27 Microographies d'un acier 300M refroidit à -0.3°C/s à différentes températures d'observations : (g) à 493°C ; (h) à 410°C ; (i) à 329°C (Chen, 2018)

A 493°C (g) la bainite n'a pas encore commencé à germer, en revanche à 410°C (h) les grains changent de texture : la bainite apparaît. Pour finir, à la température de 329°C, la transformation bainitique se termine et la texture des grains a complètement changée, en revanche il est difficile de la distinguer avec la martensite à l'œil nu.

1.5.6.2 Martensite

La morphologie de la martensite dépend de la teneur en carbone de l'acier. Celle du 300M étant inférieure à 0.46%m, d'après la figure 1.10 et la figure 1.11 on devrait observer de la martensite en lattes parallèles qui croissent jusqu'aux joints de grains. La micrographie de la figure 1.28 a été réalisée avec un acier 300M. Elle a été obtenue à la suite d'une trempe vers la martensite à une vitesse de refroidissement continue de -3.33 °C/s après austénitisation à 1150°C. Plus la température diminue et plus les lattes de martensites croissent en germant vers les joints de grain. La trempe à l'huile pour obtenir de la martensite dans les grains d'austénite donne une forme en aiguille aux germes de ferrite. A 295°C (j) au tout début de la transformation en martensite les lattes sont très petites et faibles en densité. En revanche à 160°C (l), proche de la température de fin de formation de la martensite, les lattes occupent la majorité de l'espace.

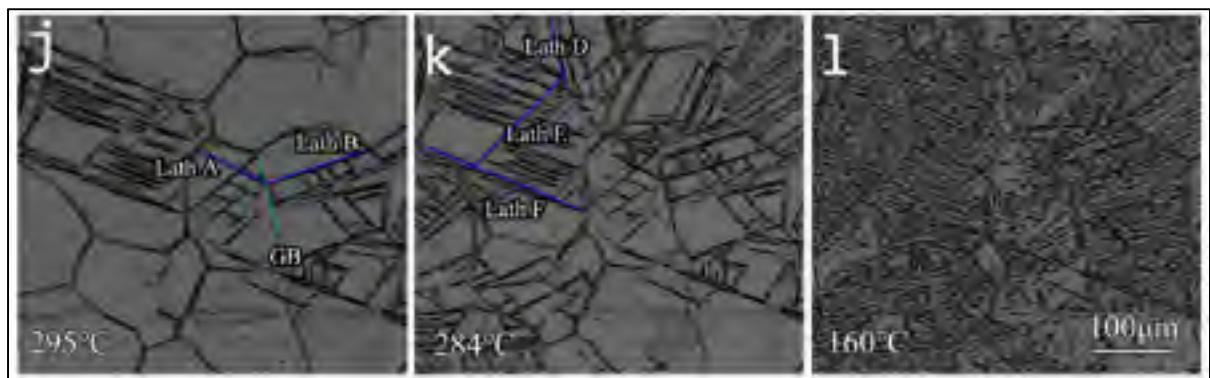


Figure 1.28 Micrographies d'un acier 300M refroidit à -3.33°C/s à différentes températures d'observations. Lath A à F légende les lattes de martensite. GB est le joint de grain. (a) à 295°C ; (b) à 284°C ; (c) à 160°C (Chen, 2018)

1.6 Conclusion

Cette revue bibliographique nous a donné l'opportunité de mettre en lumière de nombreux aspects de ce mémoire notamment par l' explication succincte de la métallurgie des aciers et son évolution en fonction de la température et leur composition en Carbone. Le mécanisme de

formation de l'austénite ainsi que celles de la martensite et la bainite ont été revus et permettront de mieux appréhender les conséquences du changement des paramètres de trempe.

Effectivement, la littérature nous a appris que tous les paramètres de trempe (qui sont la vitesse de chauffage, le temps de maintiens d'austénitisation, la vitesse de refroidissement, le milieu de trempe et bien sûr la composition chimique), sont intimement lié à l'apparition des phases de l'acier et donc aux propriétés thermo-physiques de celui-ci. On s'attend donc à voir de nombreuses variations sur la densité, le coefficient de dilatation thermique, la chaleur spécifique, la chaleur latente de transformation, la conductivité thermique et la diffusivité thermique.

En revanche cette littérature a soulevé l'existence de certaines lacunes que ce mémoire va tenter de compléter :

- Les valeurs du coefficient de dilatation thermique pour toutes les phases et une grande amplitude de température n'existent pas dans la littérature.
- L'évolution de la chaleur spécifique en fonction de la vitesse de refroidissement est rarement étudiée si ce n'est jamais.
- L'évolution de la diffusivité et donc la conductivité thermique sont très peu étudiées.
- Le diagramme de TRC de l'acier 300M est peu présent dans la littérature et tous ne s'accordent pas sur la position du nez de bainite.

CHAPITRE 2

MÉTHODOLOGIES NUMÉRIQUES ET EXPERIMENTALES

2.1 Introduction et objectifs

L'objectif de cette partie est de présenter la démarche suivie pour mettre en évidence et quantifier l'influence des paramètres de trempe sur l'évolution des propriétés thermo-physisques de l'acier 300M. L'identification de ces phénomènes se fera aussi bien numériquement qu'expérimentalement. Pour cadrer l'étude et limiter les coûts expérimentaux, c'est la méthode numérique qui est menée en première sur le logiciel JMatPro® notamment mais également en utilisant des modèles semi-empiriques ou théoriques existants dans la littérature. Ensuite seront présentés tous les équipements de mesure utilisés à la réalisation des expériences : un dilatomètre mesurant la dilatation des échantillons qui permettra de déterminer l'évolution de la densité et du coefficient de dilatation thermique ; un calorimètre avec une balance intégrée qui fournira la chaleur spécifique ; et enfin un flash laser pour mesurer la diffusivité thermique puis calculer la conductivité thermique.

2.2 Présentation du matériau étudié

2.2.1 Fabrication de l'acier 300M

L'acier 300M présenté dans la littérature et qui est étudié dans ces travaux est l'acier qui est utilisé dans les trains d'atterrissement produits par l'entreprise SAFRAN SYSTÈMES D'ATTRERRISSEMENT CANADA INC. (SAFRAN LS). Avant de recevoir le matériau pour l'usinage et traitement thermique, celui-ci passe par de nombreuses étapes de fabrication illustrées à la figure 2.1. C'est en tout quatre entreprises qui s'occupent de couler, forger, traiter et mettre en forme l'acier 300M qui est postérieurement reçu par SAFRAN LS.

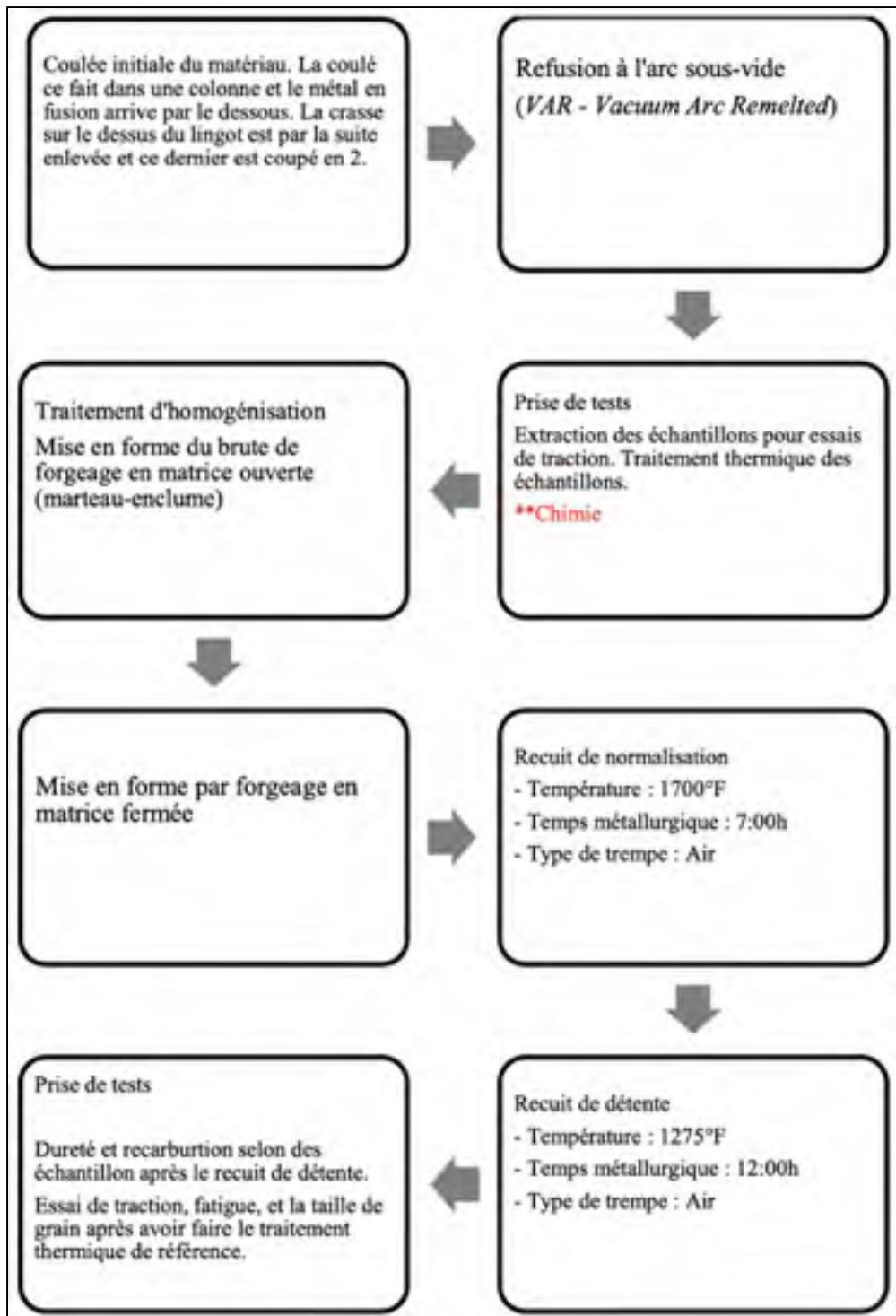


Figure 2.1 Processus d'obtention de l'acier 300M jusqu'à réception sur le site industriel de SAFRAN

2.2.2 Composition de l'acier 300M

Le matériau tel que reçu chez SAFRAN LS subi une analyse de sa composition chimique effectuée afin de déterminer avec précision la teneur de chaque élément chimique. Dans le tableau suivant est présentée cette analyse chimique comparée aux extrêmes acceptables par la définition de l'acier 300M de la littérature.

Tableau 2.1 Composition chimique de l'acier 300M de SAFRAN LS comparé aux maximums et minimums acceptés par la littérature

Composant	Acier 300M de SLSM (%m)	Minimum (%m)	Maximum (%m)
Fe	Reste	Reste	Reste
C	0.4	0.38	0.46
Cr	0.82	0.7	0.95
Mn	0.75	0.6	0.9
Mo	0.4	0.3	0.65
Ni	1.77	1.65	2
Si	1.52	1.45	1.8
P	≤ 0.01	≤ 0.01	
S	≤ 0.01	≤ 0.01	
V	0.063	0.05	

Comme observé, l'acier qu'utilise la société SAFRAN LS peut être considéré comme un acier de type 300M conformément à la littérature.

2.2.3 Propriétés physiques de l'acier 300M

Une série de mesure sur le matériau est effectuée à la fin du processus d'obtention de l'acier 300M. Ces mesures sont destinées à déterminer les propriétés physiques du matériau tel que la dureté et la limite d'élasticité. Les mesures ont été réalisées après trempe et recuit du matériau et ne présente pas d'incertitude de mesure, ce qui est regrettable. Ces données sont regroupées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 2.2 Propriétés physiques de l'acier 300M réceptionné par SAFRAN LS

Dureté (HB)	Taille du grain (ASTM)	Limite élast. 0.2% (MPa)	Contrainte Ultime (MPa)	Élongation (%)	Réduction de surface (%)
277	7.0	1620	1960	10	43.0

Les valeurs présentées sont importantes car elles correspondent au matériau qui est reçu par SAFRAN LS, c'est-à-dire le matériau que l'on va observer lors du traitement thermique.

2.2.4 Provenance des échantillons

Les pièces et échantillons qui sont analysées sont directement issus d'un caisson de train d'atterrissement. Chaque morceau est préalablement localisé sur le caisson et tous les échantillons proviennent du même endroit. Chaque échantillonnage sera présenté plus précisément ultérieurement dans les parties dédiées aux expériences. La forme finale d'un caisson en acier 300M après usinage est illustré à la figure ci-dessous.



Figure 2.2 Modélisation d'un caisson de train d'atterrissement avant traitement thermique

Lors de la forge du matériau, une partie supplémentaire est extraite afin de pouvoir y faire des mesures. Dans la figure suivante est présenté l'emplacement où la prolongation a été retiré pour les échantillons. La figure 2.3 (a) localise la prolongation sur l'ensemble de la pièce et un zoom sur celle-ci est effectué en (b).

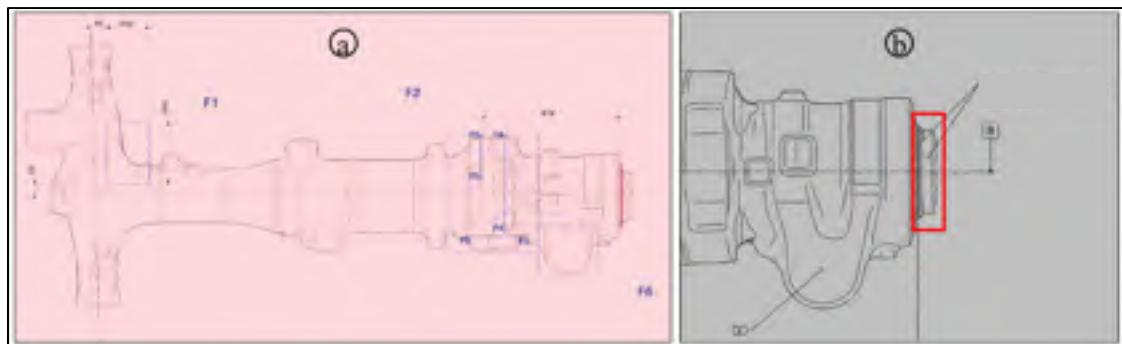


Figure 2.3 (a) Localisation de la prolongation ponctionnée sur le train d'atterrissage pour l'échantillonnage ; (b) Zoom sur la localisation de la prolongation

Ces prolongations sont ensuite découpés en plusieurs morceaux qui seront utilisés ultérieurement pour différentes expériences. Le morceau utilisé pour chaque échantillonnage sera précisé dans chaque partie dédiée à celle-ci. Pour toute l'étude la prolongation provient du même caisson observable dans la figure 2.4 ci-dessous, qui a été découpé en cinq morceaux. Sa composition chimique exacte est celle utilisée dans le tableau 2.1.



Figure 2.4 Exemple de prolongation pour échantillonnage découpée en cinq morceaux plus petits

2.3 Modèles numériques

Les modèles numériques constituent aujourd’hui une part très importante dans l’industrie. Avec le développement des technologies informatiques ils permettent une plus grande productivité. Pour une pièce comme un train d’atterrissage, la simulation numérique est essentielle car elle permet de réduire les coûts d’expériences et de rebus en testant numériquement le comportement du matériau avec un niveau d’incertitude acceptable.

Pour exploiter ce logiciel de simulation, il faut lui injecter les paramètres mécanique et thermiques issues d’expériences mettant en évidence les propriétés physiques. Avant de définir un plan d’expérience, il est intéressant de prédire du mieux que l’on peut les conséquences des paramètres d’expériences sur les futurs résultats en utilisant la littérature existante. Des logiciels de simulation numériques tels que JMatPro® permettent ces prédictions, mais des modèles de calculs préexistant sont aussi capables de prédire certaines propriétés physiques à partir des quelques données initiales, c’est le cas du modèle développé par DANTE (Lemyre-Baron, 2017).

Le procédé pour exploiter le logiciel de simulation des distorsions des caissons de train d’atterrissage consiste donc en premier à simuler approximativement le comportement du matériau avec les modèles existants. Ensuite, ces résultats permettent de développer un plan d’expérience qui visera les points faibles de ceux-ci. Enfin, les résultats expérimentaux obtenus seront modélisés à leur tour en équation puis injectés dans un nouveau logiciel de simulation dédié au comportement du train d’atterrissage avec des résultats numériques beaucoup plus fiables.

2.3.1 JMatPro®

JMatPro® est un logiciel capable de simuler de nombreuses propriétés physiques d’un matériau à partir de sa composition donnée. Pour ce faire il utilise une base de données alimentée par la littérature. Les chercheurs améliorent la qualité de la prédiction de JMatPro® au fur et à mesure des résultats obtenus.

Puisque c'est un logiciel d'amélioration continue, il est évident que les résultats qui seront obtenus par celui-ci seront approximatifs étant donné que la littérature sur l'acier 300M n'est pas exhaustive. Néanmoins on l'utilise pour collecter des données essentielles que l'on vérifiera expérimentalement telles que la vitesse critique de refroidissement avant l'apparition de la bainite ou bien la température d'austénitisation.

JMatPro® propose de nombreuses simulations pour un acier. Il est possible de simuler les propriétés thermodynamiques et mécaniques, le changement de phase avec des diagrammes TRC et TTT notamment, et surtout ce qui nous intéresse dans cette étude : les propriétés thermo-physiques. A la figure 2.5 est illustrée l'interface de JMatPro® comportant toutes les possibilités de calculs numériques.

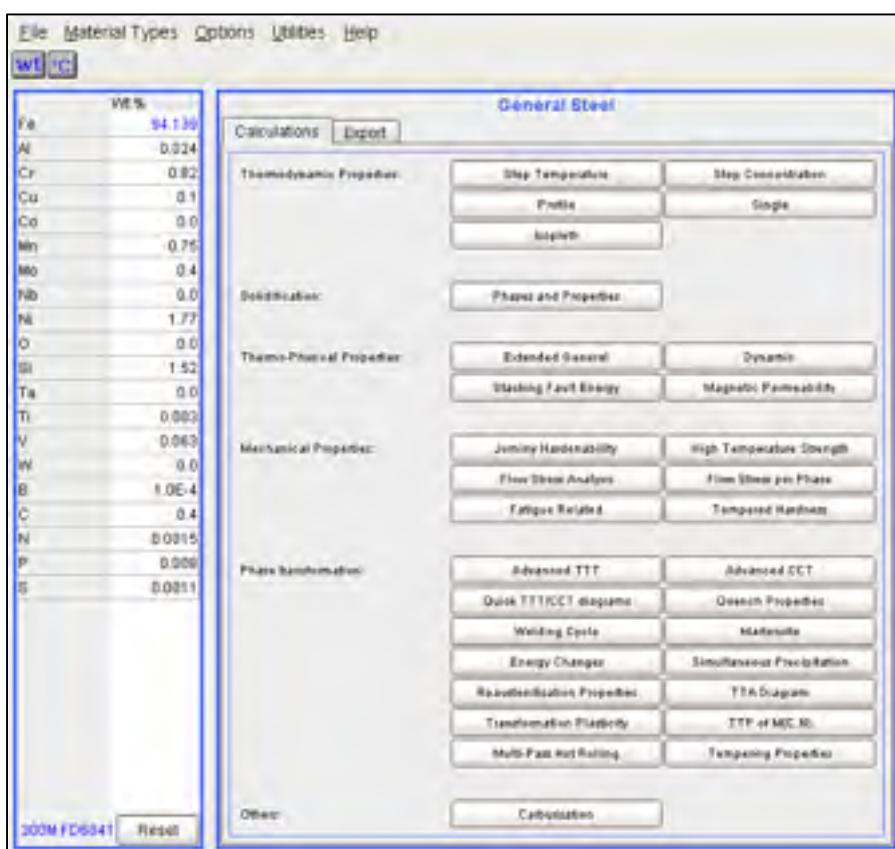


Figure 2.5 Interface du logiciel JMatPro®

2.3.2 Modèle de DANTE

Les modèles de simulation de traitement thermique nécessitent de nombreuses données. Les plus importantes pour une plage de température et une vitesse de refroidissement données sont :

- le comportement thermo-élasto-viscoplastique de chacune des phases de l'acier ;
- le transfert de chaleur pendant le chauffage et le refroidissement ;
- les taux de déformation ;
- les propriétés thermiques des phases d'acier.

Par conséquent, pour une composition chimique donnée, un ensemble complet de données est très coûteux aussi bien financièrement qu'en exigence de calcul. La base de données DANTE a été construite tout d'abord par une caractérisation complète d'une famille d'acières puis en étendant progressivement les données afin d'inclure d'autres compositions par des tests spécifiques. Les résultats ont ensuite été comparés à des données, en utilisant la littérature si nécessaire. Si aucune demande ou financement n'est alloué pour des données spécifiques, des estimations sont alors formulées. C'est le cas notamment de l'acier 300M, il n'existe pas de données spécifiques à cette classe d'acier. Les résultats basés sur le modèle DANTE seront donc une bonne prédiction des propriétés thermo-physics, néanmoins elle restera approximative par rapport à la réalité tout comme pour JMatPro®.

La base de données de DANTE permet de calculer : le comportement élastique d'un matériau, la chaleur spécifique, la conductivité thermique, le coefficient de dilatation thermique et la plasticité induite par la transformation. Chaque propriété est calculée avec des équations dont les coefficients dépendent de la phase de l'acier (car chaque phase d'acier doit être traitée comme un nouveau matériau), et dont les variables sont la température, la vitesse de refroidissement et le pourcentage de carbone présent dans le matériau.

Les coefficients des modèles sont soumis à une clause de confidentialité et ne peuvent donc pas être partagés.

2.4 Techniques expérimentales

Dans cette section, seront expliquées les méthodes employées pour obtenir les résultats expérimentaux. Ainsi, les instruments de mesure, l'échantillonnage et les démarches expérimentales seront détaillés pour chaque propriété thermo-physique que l'on cherche à déterminer.

Trois instruments de mesures seront utilisés pour obtenir l'ensemble des données expérimentales. Il est donc possible de regrouper : la densité et le coefficient de dilatation thermique avec le dilatomètre, la chaleur spécifique et la chaleur latente avec l'analyseur thermique, et enfin la diffusivité thermique et la conductivité thermique avec le flash laser.

2.4.1 Processus de trempe réalisé par SAFRAN LS

Le processus de trempe d'un acier a déjà été expliqué au Chapitre 1, cette section présentera donc essentiellement les paramètres utilisés pour réaliser le traitement thermique de l'industriel.

Les caissons de train d'atterrissement usinés sont attachés sur un support. Ils sont enfournés à la température de 500°C, puis à 875°C. Arrivés à 875°C, la température est maintenue afin d'homogénéiser l'austénite.

À la fin de ce revenu, les caissons sont sortis du four et sont transportés vers le bain d'huile à l'aide d'une grue comme on peut l'observer à la figure 2.6. Il est important de souligner que la partie qui sort du four en première est celle qui rentre en dernière dans le bain d'huile. Cette phase de transport est considérée comme une trempe à l'air.

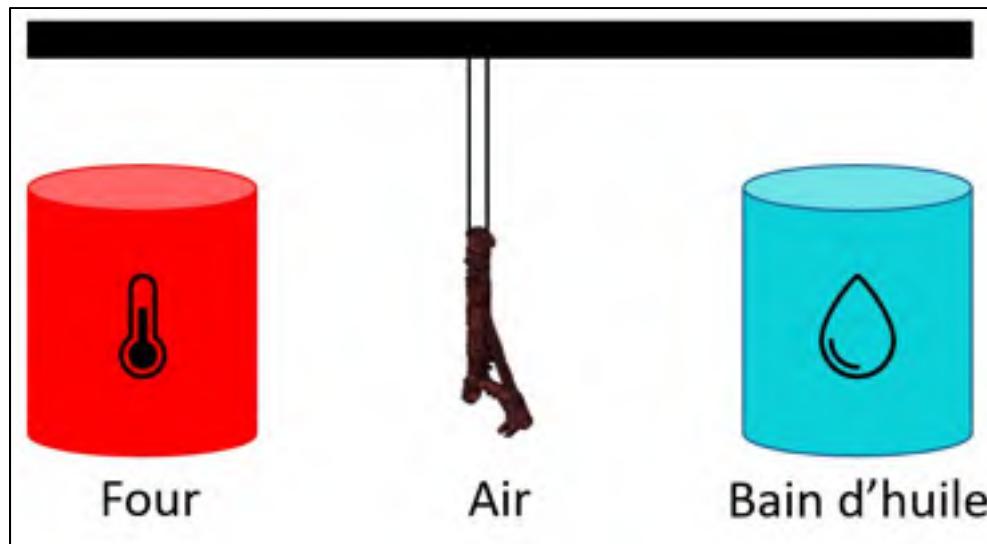


Figure 2.6 Transport des caissons de train d'atterrisseage entre le four (cuve gauche) et le bain d'huile (cuve droite)

Finalement une fois plongés dans le bain d'huile, les caissons ont un refroidissement très rapide jusqu'à 300°C puis la vitesse diminue progressivement jusqu'à la température ambiante.

2.4.2 Dilatomètre

La mesure des faibles variations de longueur est souvent effectuée avec un instrument de mesure appelé dilatomètre. En prenant un échantillon cylindrique l'outil est capable de détecter une variation de longueur de l'ordre d'une centaine de nanomètres.

Cette variation de longueur est la donnée la plus importante car elle permet par la suite de calculer la variation de volume, par l'hypothèse d'isotropie du matériau, et donc la variation de la masse volumique et de la densité. Également, cette variation de longueur est exploitable pour calculer le coefficient de dilatation thermique.

2.4.2.1 Dilatomètre DIL 805 A/D

Le DIL 805 A/D est un dilatomètre de grande précision (10^{-7} m), parmi les plus performants de sa catégorie. Il est très efficace pour déterminer les diagrammes TRC des matériaux testés avec peu d'incertitudes (déterminées au Chapitre 3). Son chauffage à induction et son système de gaz permettent d'obtenir des vitesses de chauffages et de refroidissement extrêmes jusqu'à 50°C/s , le tout sur une plage d'opération allant de -150°C à 1500°C selon l'échantillon. Sa résolution est de l'ordre de 50 nanomètres pour la variation de longueur et 0.05°C en température. Ci-dessous, une photo du dilatomètre DIL 805 A/D.



Figure 2.7 Dilatomètre DIL 805 A/D (TA Instruments)

Sur le bureau se trouve l'appareil de mesure contenant l'échantillon dans un compartiment. Il est relié à une entrée d'eau, de gaz et à une pompe pour générer le vide à l'intérieur du compartiment. Les échantillons sont tenus entre deux tiges en quartz dont une qui est mobile pour donner la variation de longueur. Après la mise en position entre les deux tiges, le tout est positionné au centre d'une double bobine de cuivre pour le chauffage à induction. Tandis que la bobine extérieure sert à chauffer l'échantillon, lors du refroidissement le gaz passe par la bobine intérieure, on peut en observer les cavités pour l'éjection du gaz à la figure 2.8 (a).

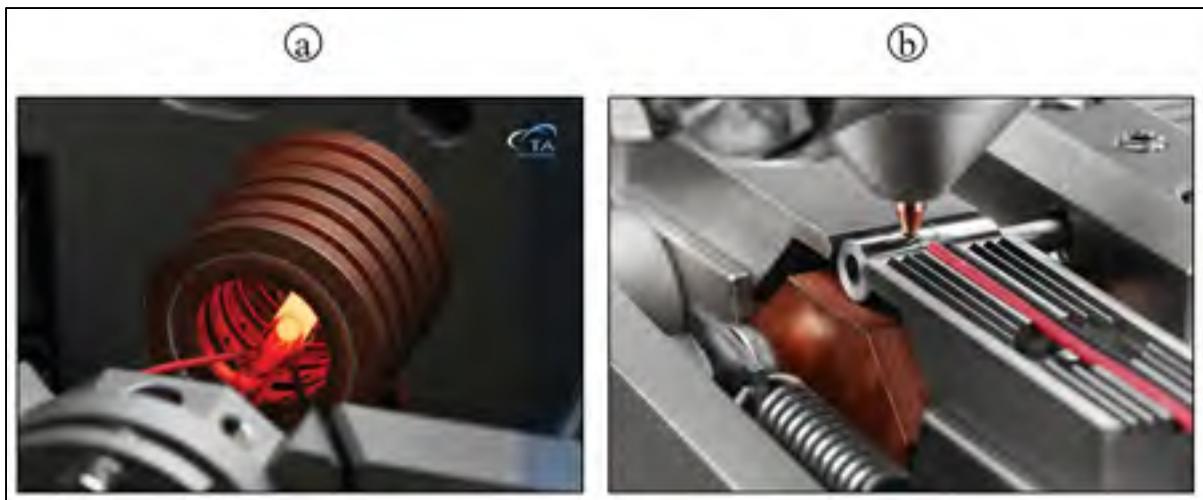


Figure 2.8 (a) Échantillon de dilatomètre placé entre les deux tiges de quartz à l'intérieur de la bobine de chauffage à induction ; (b) Soudage du thermocouple sur l'échantillon de dilatomètre (TA Instruments)

La température de l'échantillon est contrôlée par le thermocouple soudé directement au milieu de la surface de l'échantillon comme illustrée à la figure 2.8 (b). Pour des échantillons aussi petits, il est considéré que les températures en cœur et en surface sont sensiblement les mêmes. Le choix du type du thermocouple dépend du procédé thermique que l'on fait subir à la pièce, il sera donc précisé en même temps que le plan d'expérience.

Le tout est administré par une unité centrale avec un logiciel spécialement conçu pour le dilatomètre. C'est dessus que l'on programme le procédé thermique, étape par étape, que l'on règle l'acquisition, le gaz utilisé et le thermocouple choisit. Les données acquises sont ensuite accessibles dans un onglet de résultats et exportables sous plusieurs formats. Les données intéressantes pour l'étude sont notamment le temps, la température de l'échantillon, la variation de longueur de l'échantillon et la dérivée de la variation de longueur en fonction de la température directement calculée par le logiciel.

Il existe de nombreux modules supplémentaires pour le dilatomètre dont un calorimètre mais il n'est malheureusement plus disponible à l'achat, dans cette étude nous utiliserons donc uniquement le dilatomètre comme il vient d'être présenté.

2.4.2.2 Échantillonnage

Comme on peut l'observer sur la figure 2.8, l'échantillon utilisé est un petit cylindre de diamètre Ø4 mm et de longueur 10 mm. Les échantillons ont été usinés dans le brut de la figure 2.4 avec une fraiseuse puis une scie de précision pour s'assurer de la longueur des échantillons et le parallélisme des deux surfaces aux extrémités. Il est possible de faire des cylindres creux pour diminuer l'influence de la chaleur contenue en cœur de la pièce mais par soucis de simplicité d'usinage les cylindres resteront pleins.

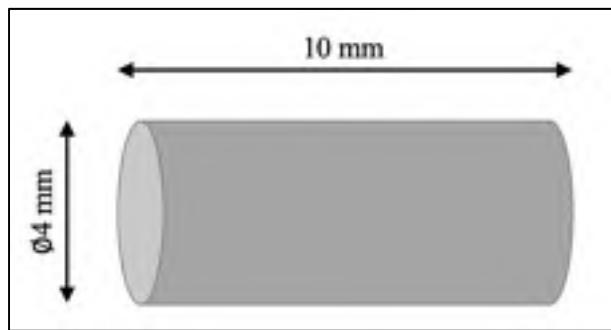


Figure 2.9 Dimensions d'un échantillon de dilatomètre normalisé

Les extrémités sont ensuite polies pour avoir le meilleur état de surface possible lorsque les échantillons seront en contact avec les tiges. Finalement les échantillons sont nettoyés dans un bain à ultrason et conservés sous vide jusqu'à leur utilisation dans le dilatomètre.

2.4.2.3 Plan d'expérience

L'objectif des expériences est de simuler un traitement thermique de trempe dans l'huile. Il faut donc chauffer les échantillons jusqu'à 875°C pour dépasser la température d'austénitisation, homogénéiser l'austénite en maintenant à cette température pendant un certain temps, puis refroidir rapidement pour rester dans le domaine de la martensite.

Pour les vitesses de refroidissement continues, il a été choisi de refroidir à : -0.3°C/s, -1°C/s, -2°C/s, -4°C/s et finalement -8°C/s entre 875°C et 30°C. Pour atteindre de telles vitesses il est nécessaire d'utiliser un gaz inerte pour éviter toute réaction chimique avec le matériau testé. Dans ces essais nous utilisons de l'Hélium pour les vitesses plus rapides que -5°C/s, pour les autres nous utilisons de l'Argon pour des raisons purement économiques. Les vitesses de refroidissement choisies sont finalement superposées sur le diagramme TRC fournit par la simulation numérique de JMatPro®.

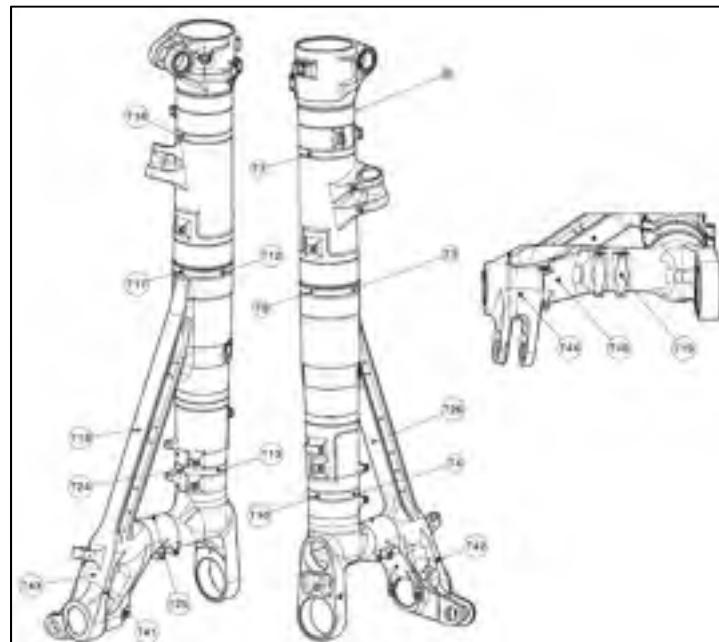


Figure 2.10 Localisation des thermocouples des essais de SAFRAN LS sur le caisson de train d'atterrissage

Les vitesses de refroidissement discontinues sont obtenues en prenant la moyenne et les extrêmes des températures mesurées par les thermocouples TXX lors des essais menés par SAFRAN LS, conformément au processus expliqué à la section 2.4.1. Ils sont localisés sur le train d'atterrissage dans la figure 2.10 et leurs valeurs sont représentées à la figure 2.11. Les courbes épaisses en rouge, noir et vert sont respectivement les courbes de refroidissement rapide, moyenne et lente, elles englobent la totalité des thermocouples.

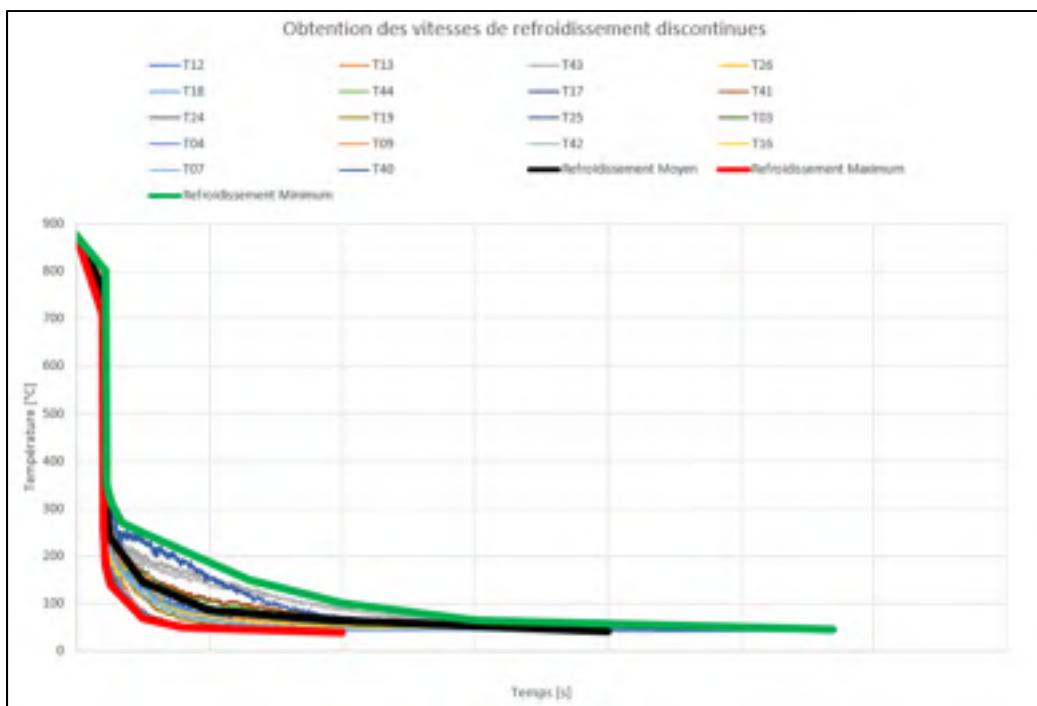


Figure 2.11 Résultats des mesures des thermocouples utilisés par SAFRAN LS et les courbes de refroidissement expérimentales choisies

On distingue trois grandes phases de refroidissement :

- un refroidissement assez lent correspondant à la trempe à l'air lors du transfert entre le four et le bain d'huile jusqu'à 750 – 800°C environ ;
- un refroidissement très rapide correspondant à la plongée de la pièce dans l'huile jusqu'à 200 – 300°C environ;
- un refroidissement plus lent avec une vitesse décroissante jusqu'à la température ambiante. Les coordonnées de chaque point et les vitesses de refroidissement par sections sont relevées et disponibles en Annexe I.

Malheureusement, d'après les thermocouples, la vitesse de refroidissement réelle la plus élevée se révèle être supérieure à celle des recommandations de la machine (-50°C/s). Trois cycles thermiques ont donc été créés afin d'ajuster les cycles de refroidissement moyen, maximum et minimum aux spécifications de l'appareil de mesure :

- entre 875°C et 300°C , avant la transformation martensitique, les trois essais auront une pente de -5.16°C/s elle englobe la partie de trempe à l'air et celle de refroidissement élevé dans l'huile.
- ensuite entre 300°C et 120°C , pendant la transformation martensitique, les pentes maximale, moyenne et minimum adopteront respectivement les vitesses de -3°C/s , -0.73°C/s et -0.25°C/s .
- finalement entre 120°C et 25°C les vitesses de -0.1°C/s , -0.05°C/s et -0.04°C/s après la transformation martensitique.

Un dernier essai poussera l'appareil dans ses limites jusqu'à -50°C/s entre 875°C et 300°C avant d'adopter les vitesses moyennes : -0.73°C/s entre 300°C et 120°C puis -0.05°C/s .

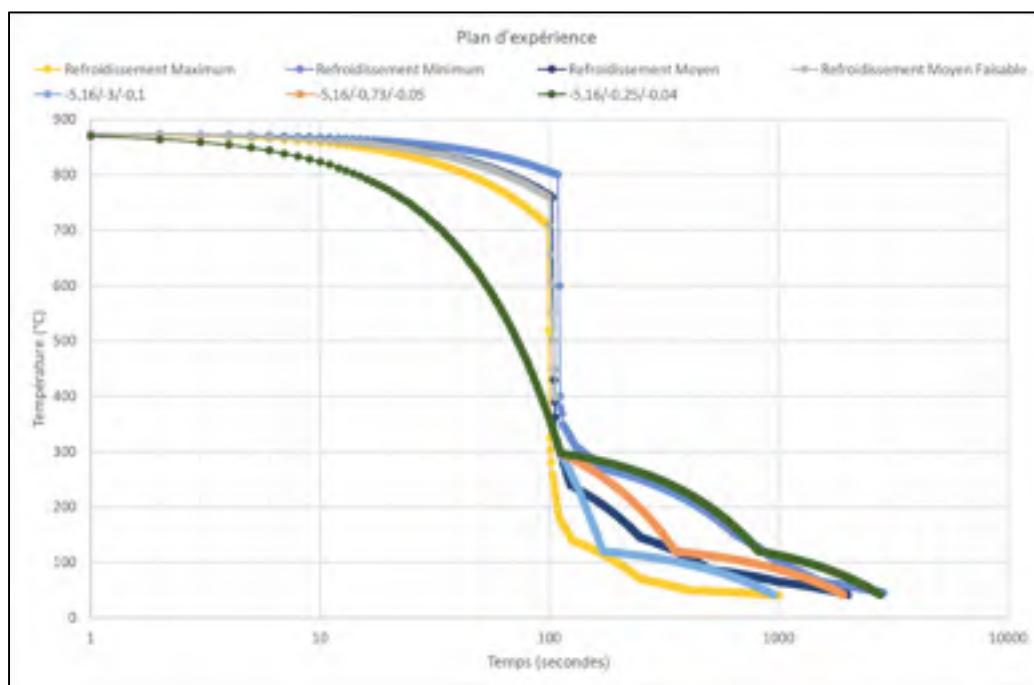


Figure 2.12 Courbes extrêmes des mesures des thermocouples du caisson réel
VS courbes ajustées pour le dilatomètre

On se rend compte que ces quatre essais rejoignent globalement le comportement des mesures des thermocouples sur la pièce réellement trempée aux températures remarquables $T = 300^{\circ}\text{C}$, $T = 120^{\circ}\text{C}$ et $T = 25^{\circ}\text{C}$ sur un axe logarithmique figure 2.12 (mesures extrêmes des

thermocouples légendés « refroidissement maximum », « refroidissement moyen » et « refroidissement minimum »).

Avant d'être placés dans le dilatomètre comme expliqué à la section 2.4.2.1, les échantillons sont nettoyés puis caractérisés par des mesures de leur longueur et diamètre avec un micromètre (précision à 1 µm) puis leur masse avec une balance (précision à 0.1 mg). Ces données initiales permettent de calculer le volume initial de l'échantillon sous une hypothèse de cylindricité parfaite, et donc la densité initiale. Cette donnée est capitale car le dilatomètre ne fournit pas la longueur de l'échantillon mais bien la variation de longueur. Sans donnée initiale il est impossible de retrouver la densité.

Nous avons ensuite déterminé le meilleur thermocouple pour nos expériences. Étant donné la plage de température, le thermocouple de type K a été choisi. Comme on peut l'observer à la figure 2.13, il s'agit du thermocouple le plus sensible opérant à des températures jusqu'à 875°C. Le thermocouple de type E est trop proche de sa température limite de fonction, il n'est donc pas retenu. Le type J est équivalent au type K dans notre situation.

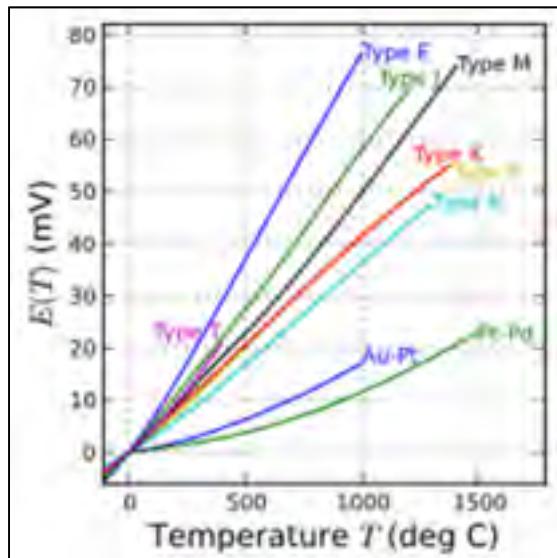


Figure 2.13 Tension des différents types de thermocouples en fonction de la température (Wikipédia)

Finalement pour garantir une bonne répétabilité, on s'assure de prendre une vitesse de refroidissement éloignée de la vitesse critique de trempe et que l'on répétera quatre fois. Ensuite chaque essai sera répété une deuxième fois pour la comparaison des résultats. Quelques essais seront également menés en faisant varier la vitesse de chauffage. On obtient finalement le plan d'expérience contenant 30 essais sur le dilatomètre (tableau 2.3).

Tableau 2.3 Plan d'expérience pour le dilatomètre ; les vitesses sont en °C/s

Répétition	Vitesse de chauffage [25 875]°C	Maintiens en température [minutes]	Vitesse de refroidissement [875 300]°C	Vitesse de refroidissement [300 120]°C	Vitesse de refroidissement [120 25]°C
4	+1.417	10	-4	-4	-4
2	+1.417	10	-8	-8	-8
2	+1.417	10	-0.3	-0.3	-0.3
2	+1.417	10	-1	-1	-1
2	+1.417	10	-2	-2	-2
2	+1.417	10	-5.16	-3	-0.1
2	+1.417	10	-5.16	-0.73	-0.05
2	+1.417	10	-5.16	-0.25	-0.04
2	+1.417	10	-50	-0.73	-0.05
2	+0.0567	120.83	-5.16	-0.73	-0.05
2	+0.0567	120.83	-50	-0.73	-0.05
2	+0.05	10	-4	-4	-4
2	+1	10	-4	-4	-4
2	+50	10	-4	-4	-4

2.4.3 Analyse thermique différentielle gravimétrique

L'obtention d'un flux de chaleur pour un matériau requiert une analyse thermique. Celle-ci est effectuée avec divers appareils de mesure qui relèvent la température en fonction du temps par

rapport à un échantillon de référence. Dans cette étude un ATD-TG a été utilisé, il permet de mesurer le flux de chaleur et la masse de l'échantillon.

2.4.3.1 ATD-TG Pyris Diamond

L'analyse thermogravimétrique a été réalisée à l'aide de l'analyseur thermique différentiel (ATD) thermogravimétrique (TG) Diamond de Perkin Elmer. Le ATD mesure le changement de température entre un échantillon et la référence en fonction de la température et/ou du temps tandis que le TG détermine le changement de poids d'un échantillon.

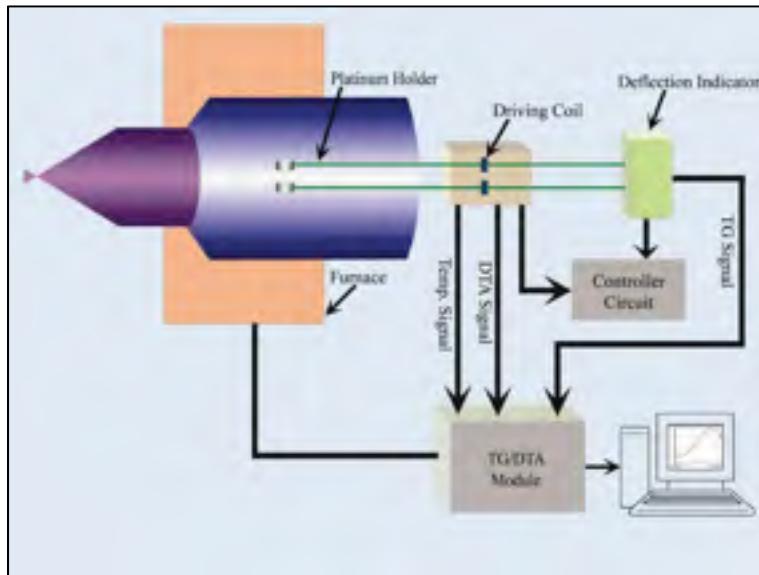


Figure 2.14 Schéma de l'installation de ATD-TG
(PerkinElmer)

Lorsque l'échantillon change de poids, le faisceau qui maintient les plateaux en platine est déplacé. Le mouvement est détecté par le système optique et le courant de la bobine d'entraînement est proportionnellement modifié pour ramener le déplacement à zéro. La force électromotrice des thermocouples fixés aux supports permet à l'ATD de détecter la différence de température entre le support de l'échantillon et le support de référence. La machine complète du laboratoire est illustrée à la figure suivante.



Figure 2.15 ATD-TG Pyris Diamond de PerkinElmer -
Photo du laboratoire

Cet appareil de mesure est performant mais il ne permet pas d'atteindre des vitesses de refroidissement extrêmes. Ses caractéristiques techniques sont développées dans le tableau 2.4.

Tableau 2.4 Caractéristique du ATD-TG Pyris Diamond (PerkinElmer)

Caractéristique	Valeur
Plage de température	Ambiante – 1500°C
Refroidissement automatique	Air comprimé
Temps de refroidissement	1000°C – 50°C en 15 min
Type de balance	Différentiel horizontal
Plage de mesure TG (sensibilité)	200 mg (0.2 µg)
Plage de mesure ATD (sensibilité)	+/- 1000 µV (0.06 µV)
Taux programmables	0.01 – 100°C/min
Matériau du support d'échantillon	Platine, Aluminium, Alumine
Volume du support de l'échantillon	45µl ou 90µl optionnel
Atmosphère	Air, Gaz Inerte, Vide (10-2 Torr)
Débit de gaz de purge	0-1000 ml/min

Nos expériences nécessitent de pousser le ATD-TG dans ses capacités extrêmes, notamment pour la vitesse de refroidissement. L'une des vitesses de refroidissement la plus lente prévue pour le dilatomètre est de $-0.3^{\circ}\text{C}/\text{s}$ et la plus rapide est de $-50^{\circ}\text{C}/\text{s}$. Actuellement le maximum programmable sur le ATD-TG est de $-100^{\circ}\text{C}/\text{min}$, soit $-1.66^{\circ}\text{C}/\text{s}$.

2.4.3.2 Échantillonnage

Compte-tenu des limitations techniques de l'appareil de mesure, il a fallu contourner ce problème de taux de refroidissement. Pour ce faire, l'échantillonnage a été réalisé en deux parties. Dans tous les cas, pour pouvoir rentrer dans la machine, les échantillons ne doivent pas peser plus de 50mg et doivent rentrer dans un cercle de rayon 5mm défini par le support pour échantillon.

Les premiers échantillons proviennent du même bloc qui a été utilisé pour découper les échantillons du dilatomètre. Les chutes d'usinage ont été récupérées puis découpées en cube de 0.5 mm de côté à l'aide d'une machine de découpe de précision (figure 2.16 (a)).

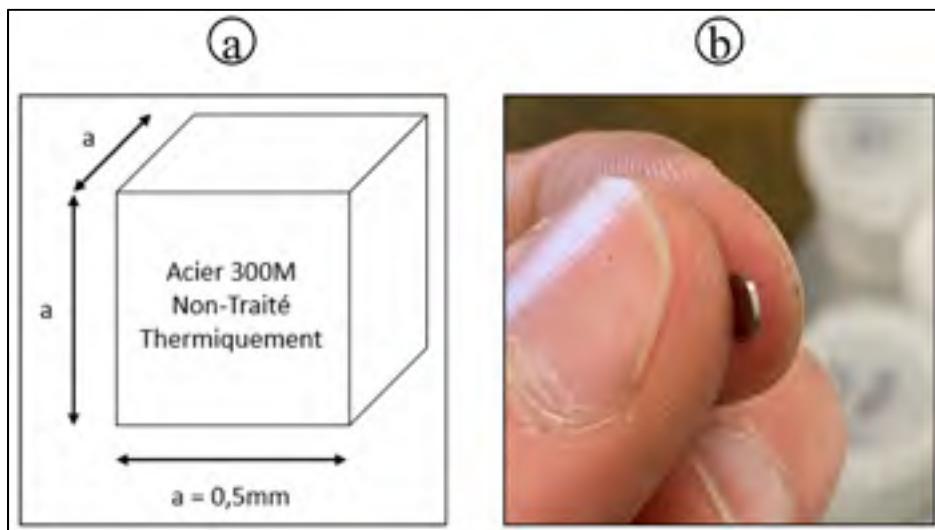


Figure 2.16 Échantillons de ATD-TG : (a) Provenant du brut, (b) Provenant des échantillons du dilatomètre

Les seconds échantillons proviennent directement des échantillons du dilatomètre après avoir subi leur traitement thermique. On reprend les cylindres de 10mm de long et on coupe une tranche de 0.5 mm d'épaisseur vers le milieu. Finalement ce sont de petits disques de diamètre 4 mm et d'épaisseur 0.5 mm (figure 2.16 (b)). Pour chaque échantillon de dilatomètre, 2 à 3 tranches sont découpées.

2.4.3.3 Plan d'expérience

L'objectif de ces expériences est d'obtenir les propriétés de chaleur spécifique et de chaleur latente en fonction des paramètres de trempe. Néanmoins, il existe une différence entre la température réelle de l'échantillon et celle qui est programmée. Pour cette raison des temps de maintiens sont ajoutés lorsque le programme atteint la température maximale et après le refroidissement afin que la température de l'échantillon rattrape celle du programme.

Les premiers échantillons de type cubique sont destinés à être chauffés jusqu'à une température de 875°C comme pour le dilatomètre, en faisant varier la vitesse de chauffage. En revanche le refroidissement de ceux-ci ne sera pas intéressant car on ne peut pas les refroidir à une vitesse assez rapide. À partir de cette série d'échantillons, seront observés la variation de la chaleur latente de transformation entre la phase initiale et la phase d'austénite, ainsi que la chaleur spécifique, le tout en fonction de la vitesse de chauffage. Ces échantillons serviront aussi à faire un test de répétitivité. Les essais sont détaillés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 2.5 Expériences de ATD-TG avec variation de la vitesse de chauffage

N°	Répéti- tion	Pré- traitement thermique	Vitesse Chauffage (°C/min)	Température Maximum (°C)	Maintiens haut (min)	Vitesse Refroidis. (°C/min)	Maintiens bas (min)
1	3	Aucun	60	300	6	-100	40
2	1	Aucun	3	875	12	-100	53
3	1	Aucun	60	875	12	-100	53
4	1	Aucun	100	875	12	-100	53

Le deuxième type d'échantillons (cylindrique), provenant du dilatomètre seront, eux, chauffés jusqu'à 300°C pour observer si leur refroidissement antérieur défini par l'essai dans le dilatomètre, a une influence sur la chaleur spécifique. Tous les essais sont uniques et ne sont pas répétés. Les essais sont détaillés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 2.6 Expériences de ATD-TG avec les échantillons prétraités thermiquement

N°	Prétraitement thermique (dilatomètre)	Vitesse Chauffage (°C/min)	Température Maximum (°C)	Maintiens haut (min)	Vitesse Refroidis. (°C/min)	Maintiens bas (min)
1	+1,416°C/s ; -4°C/s	60	300	6	-100	40
2	+1,416°C/s ; -8°C/s	60	300	6	-100	40
3	+1,416°C/s ; -0,3°C/s	60	300	6	-100	40
4	+1,416°C/s ; -1°C/s	60	300	6	-100	40
5	+1,416°C/s ; -2°C/s	60	300	6	-100	40
6	+1,416°C/s ; -5,16/-3/-0,1°C/s	60	300	6	-100	40
7	+1,416°C/s ; -5,16/-0,73/-0,05°C/s	60	300	6	-100	40
8	+1,416°C/s ; -5,16/-0,25/-0,04°C/s	60	300	6	-100	40
9	+1,416°C/s ; -50/-0,73/-0,05°C/s	60	300	6	-100	40
10	+0,0567°C/s ; -5,16/-0,73/-0,05°C/s	60	300	6	-100	40
11	+0,0567°C/s ; -50/-0,73/-0,05°C/s	60	300	6	-100	40

Pour chaque traitement thermique différent, un essai à vide est réalisé pour définir la « baseline ». Elle est ensuite automatiquement soustraite par le logiciel aux résultats trouvés lors des essais avec les échantillons.

2.4.4 Flash Laser

Le Flash Laser est la méthode la plus courante pour la mesure de diffusivité thermique. Son principe de fonctionnement est très simple : un faisceau laser chauffe un côté d'un échantillon cylindrique et la température est mesurée de l'autre côté de cet échantillon. Le décalage en température entre les deux surfaces nous permet d'obtenir la diffusivité thermique du matériau.

Néanmoins cette méthode a ses limites, tout comme pour les essais sur le ATD-TG, les flashes laser existants ne permettent pas de faire des mesures avec des vitesses de refroidissement élevées. Pire encore, pour effectuer une mesure à une température donnée il faut maintenir la température tout le temps de la mesure. Ces limitations techniques apportent de nombreux défis pour la mesure de diffusivité thermique.

2.4.4.1 Échantillonnage

Les défis du flash laser étant très similaire à ceux de l'ATD-TG, l'échantillonnage est réalisé pratiquement de la même façon à quelques détails près. Tous les échantillons sont usinés à partir du même bloc brut qui a servi pour les échantillons de dilatomètre en respectant une géométrie stricte : un disque de 12.75 mm de diamètre pour 3 mm d'épaisseur (figure 2.17).

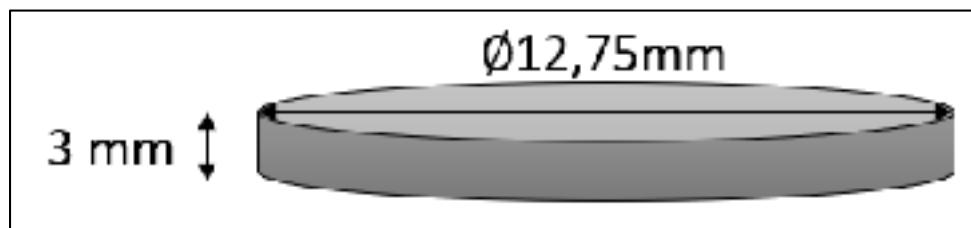


Figure 2.17 Échantillon de flash laser

Une fois les disques découpés, le pré-traitement thermique se fait avec un four qui est capable de contrôler le chauffage et le refroidissement avec une bonne précision, car la géométrie des échantillons n'est pas compatible avec le dilatomètre. Ces traitements sont en revanche identiques à celui du dilatomètre pour conserver une certaine cohérence dans l'ensemble des résultats, notamment pour le calcul final de la conductivité qui inclut la diffusivité mais également la densité et la chaleur spécifique.

2.4.4.2 Plan d'expérience

Le plan d'expérience est très similaire à celui de la partie 2.4.3.3 : les échantillons prétraités thermiquement sont réchauffés jusqu'à 300°C avec des vitesses de chauffage et de refroidissement toujours identiques, tandis que les autres encore neutres sont chauffés jusqu'à 875°C en modifiant la vitesse de chauffage.

Dans le cas spécifique du Flash Laser chaque mesure doit être faite à une température donnée et par conséquent un palier de maintiens en température est nécessaire. Cela veut dire que chaque palier de mesure nécessite un nouvel échantillon prétraité thermiquement afin d'éviter un phénomène de revenu entre chaque mesure. Pour quatre paliers de mesure comme à la figure 2.18 (150°C, 200°C, 250°C et 300°C), il faut quatre échantillons qui ont été traités exactement de la même façon. Pour des conditions optimales ils doivent être tous les quatre dans le même four au même moment. Il suffit ensuite de multiplier par le nombre de traitements différents, c'est-à-dire 11 d'après le tableau 2.6. Aucune mesure n'est réalisée en dessous de 150°C car la machine manque de précision pour les températures trop basses. En revanche, lorsque le choix de l'équipement sera fait, il faudra modifier le temps du plateau nécessaire pour la mesure, il a été arbitrairement fixé à 30 minutes dans ce plan d'expérience (voir 2.5).

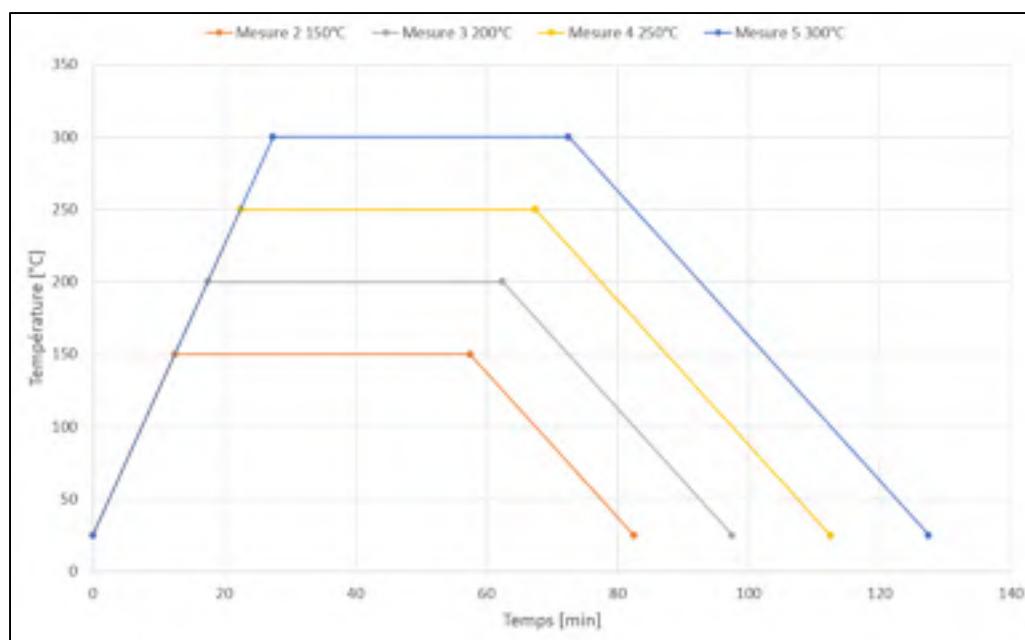


Figure 2.18 Plan d'expérience pour les échantillons de flash laser prétraités thermiquement

Finalement les échantillons neutres, sans traitement thermique, sont eux chauffés jusqu'à 875°C avec cinq paliers de température comme illustrés sur la figure 2.19 (200°C, 400°C, 600°C, 715°C et 875°C). Ces paliers sont choisis stratégiquement en fonction des résultats des expériences précédentes, notamment celles du dilatomètre. Ainsi on s'assure de ne pas manquer une variation entre deux points stratégiques. Finalement il faut donc cinq échantillons par vitesse de chauffage différentes pour les cinq paliers de mesure, avec trois vitesses de chauffages différentes comme pour l'ATD-TG (3°C/min, 60°C/min et 100°C/min) ce qui amène à 15 échantillons neutres nécessaires.

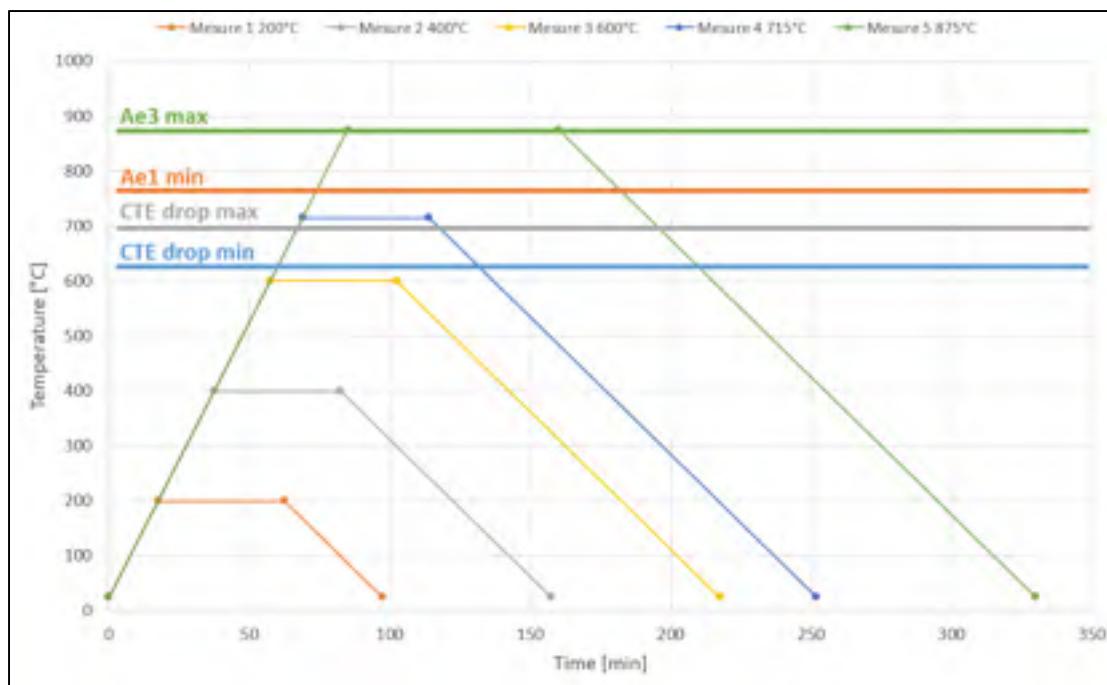


Figure 2.19 Plan d'expérience pour les échantillons de flash laser neutres

Globalement il faut donc 59 échantillons dont 44 prétraités thermiquement avec 11 cycles différents, et 15 échantillons non traités thermiquement. Idéalement, si la machine de flash laser le permet, des mesures au refroidissement seraient intéressantes : une à 600°C et une à 400°C. Néanmoins, le fait de maintenir en température pendant le refroidissement peut causer un phénomène de revenu et donc l'apparition de bainite, c'est un élément à vérifier avec le dilatomètre en premier temps.

2.4.5 Observations microstructurales

La caractérisation des échantillons avant et après les expériences est cruciale pour compléter l'analyse des résultats des appareils de mesures. Cette observation microstructurale nous donne diverses informations sur la nature du matériau.

2.4.5.1 Échantillonnage

L'intérêt de ces expériences est d'observer la microstructure interne des échantillons traités pour voir s'il y a des différences en fonction des vitesses auxquelles ils ont été refroidis. Les échantillons du dilatomètre sont donc découpés au milieu de la longueur du cylindre avec une scie de découpe de précision. Ensuite ils sont enrobés dans de la résine puis polis jusqu'au micron avant d'être attaqué chimiquement. Ainsi, 16 échantillons sont coupés, enrobés, polis et attaqués et correspondent chacun à un traitement thermique différent subi dans le dilatomètre (cf. tableau 2.4).

2.4.5.2 Attaque chimique

D'après la littérature le meilleur moyen de dévoiler les joints de grain ainsi que les nodules et lamelles des phases d'un acier est d'utiliser un attaquant chimique au Nital. C'est un mélange d'acide nitrique et d'alcool pouvant être du méthanol ou de l'éthanol. Celui utilisé est composé de 3% d'acide nitrique et le reste d'éthanol.

Les échantillons d'acier 300M sont polis au micron puis sont attaqués quelques secondes au Nital. Ils ne sont pas plongés directement dedans pour éviter d'être sur-attaqué. On utilise une coton tige pour déposer quelques gouttes sur la surface à attaquer et au changement de couleur on rince l'échantillon. Il est alors prêt pour l'observation microstructurale.

2.4.5.3 Microscope optique (LEXT OLS4100)

Le microscope optique est particulièrement efficace pour obtenir des photos de grande qualité. Sur des grossissements optiques allant jusqu'à 1000 fois avec une résolution de 10 nm, la surface de l'échantillon est couramment floue d'un côté ou de l'autre car elle n'est pas complètement plane. Le microscope LEXT permet de faire une acquisition progressive en prenant en compte le dénivelé de la surface afin d'obtenir une image complètement nette.



Figure 2.20 Microscope optique
LEXT OLS4100 (Olympus)

Le microscope LEXT OLS4100 possède également une composante métrologique permettant la détermination du dénivélé de la surface observée. C'est une caractéristique très pratique également pour la mesure des indentations de microdureté.

Finalement ce microscope sera majoritairement utilisé pour l'obtention des microstructures à différents grossissements afin d'observer la taille de grain et la nature de la phase de l'acier.

2.4.6 Microdureté

L'observation microstructurale permet de valider visuellement la présence d'une phase dans le matériau. En revanche pour distinguer deux phases très similaires entre elle, le meilleur moyen est finalement de passer par la dureté du matériau. Effectivement les phases d'austénite résiduelle, de bainite, ferrite perlite et martensite ont des valeurs de dureté Vickers bien distinctes.

Les échantillons qui sont testés en dureté sont les mêmes qui ont été observés après l'attaque chimique au Nital, c'est à dire tous les échantillons du dilatomètre qui ont été coupés puis enrobés dans de la résine.

La machine permettant la réalisation des indentations de microdureté est la FM-100 de FutureTech (figure 2.21). Il est seulement possible de régler la position de l'échantillon avec des micromètres sur les axes x et y de la machine et de régler la force appliquée par la charge jusqu'à 1 kgF.



Figure 2.21 Machine FM-100 de mesure de microdureté

Les échantillons ayant une surface circulaire et provenant d'une géométrie cylindrique, des indentations suivant une forme de cercle sur plusieurs rayons seront réalisées pour obtenir un maximum de données intéressantes. L'angle entre chaque indentation a été choisis afin de conserver une distance correcte entre toutes les indentations. Ainsi on obtient le plan d'expérience suivant.

Tableau 2.7 Plan d'expérience de dureté

Rayon	Angle entre chaque indentation
0	0
0.5	$\frac{\pi}{4}$
1	$\frac{\pi}{6}$
1.5	$\frac{\pi}{8}$
1.9	$\frac{\pi}{10}$

Finalement ces coordonnées polaires sont transformées en coordonnées cartésiennes pour s'adapter à l'instrument de mesure et ses axes x et y. On obtient 57 indentations pour un échantillon (figure 2.22), ce qui donnera un total de 684 indentations pour les 12 échantillons.

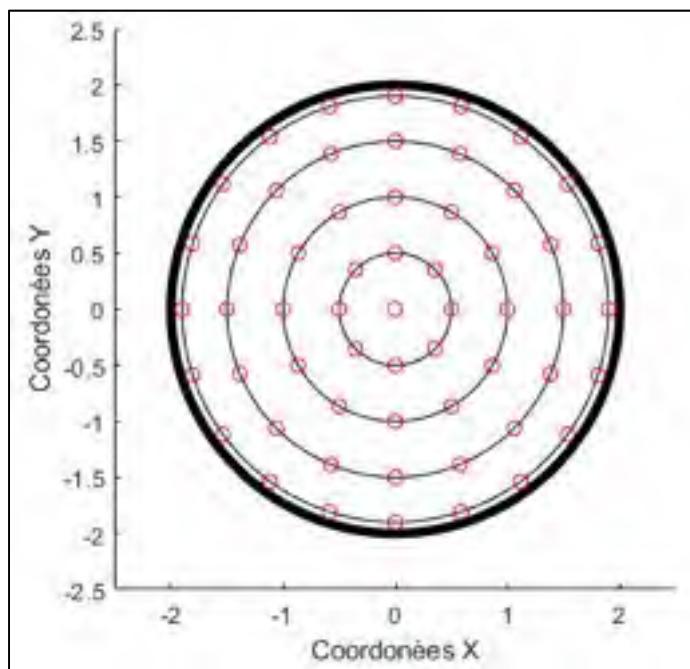


Figure 2.22 Représentation d'un échantillon circulaire (Rayon épais correspond à la limite échantillon/résine ; un cercle rouge représente une indentation)

La taille des indentations est ensuite mesurée avec la machine de microdureté à partir de l'outil de mesure intégré. Celui-ci n'est pas très précis, certaines mesures ont également été réalisées avec le module métrologique du microscope LEXT. On mesure ainsi la taille des deux diagonales de l'indentation pour pouvoir calculer la dureté Vickers à l'aide de l'équation suivante :

$$HV = \frac{2F \cdot \sin(\frac{136^\circ}{2})}{9.80665 \cdot d^2} \cong 0.1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (2.1)$$

avec HV la dureté Vickers en $kg_f \cdot mm^2$, F la force appliquée en kg_f , et d la moyenne des diagonales de l'indentation en mm .

2.5 Problèmes reliés au virus COVID-19 de l'année 2020

Le virus COVID-19 apparu en mars 2020 au Québec a fortement perturbé ce projet de recherche. Malheureusement, l'analyse des résultats de chaleur spécifique et chaleur latente sera faite après la publication du mémoire, uniquement pour l'industriel. Aussi, les expériences finales sur le flash laser en ont fait les frais. Prévues tout d'abord à l'Université du Québec à Chicoutimi, les expériences n'ont jamais pu être menées à la suite de la fermeture des universités dans tout le Québec. Plus tard dans l'année, une commande d'un flash laser pour le laboratoire de l'ETS a été réalisée, mais la machine n'est jamais arrivée dans les temps pour mon projet. La partie 2.4.4.3 (en incluant le prétraitement thermique des échantillons) est donc un travail en suspens, prêt à être repris comme tel par un nouvel étudiant pour mener ce projet à bien.

2.6 Conclusion partielle

Cette partie sur les méthodes numériques et expérimentales permet de mieux appréhender le sujet. En utilisant des outils déjà connus dans la littérature pour la détermination des propriétés physiques de l'acier et en les adaptant au sujet de cette étude notamment à travers les

paramètres de la trempe, il est possible d'obtenir une vision claire et précise des résultats que l'on souhaite obtenir.

Premièrement on utilise un dilatomètre pour déterminer la densité et le coefficient de dilatation en fonction des différents paramètres de trempe, ces résultats étant ensuite mis en parallèle avec les simulations numériques de JMatPro® et de DANTE afin de les valider.

De même, en réutilisant les échantillons du dilatomètre après traitement thermique et en les testant dans le ATD-TG pour l'analyse thermique, il est possible d'obtenir la chaleur spécifique en fonction des paramètres de trempes et également la chaleur latente de transformation de la phase initiale vers l'austénite. Celle de l'austénite vers la martensite n'étant pas assurée à cause des vitesses de refroidissement trop faibles.

Les essais de flash laser pour la détermination de la diffusivité thermique et le calcul de la conductivité thermique sont compromis par l'apparition du virus COVID-19. Néanmoins une partie complète sur le plan d'expérience prévue a été développée pour permettre à un futur étudiant de reprendre ce travail avec l'équipement adéquat.

Finalement, puisque les essais ont tous les mêmes traitements thermiques, une observation microstructurale et des essais de dureté sont réalisés sur les échantillons de dilatomètre post-traitement afin de caractériser la phase de l'acier obtenue.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1 Introduction et objectifs

La précédente partie sur les méthodes numériques et expérimentales a mis en perspective les résultats que l'on souhaite obtenir et de quelle façon les obtenir. En se renseignant au préalable sur les machines il est possible de savoir quelles sont les données brutes expérimentales qui devront être traitées afin d'obtenir les résultats des propriétés thermiques de l'acier que l'on cherche. Pour ce faire nous allons utiliser la littérature précédemment écrite qui indique les méthodes de calculs usuelles, tout en les adaptant à nos cas de figure.

L'objectif de cette partie est donc d'obtenir les résultats pour les propriétés thermiques souhaitées à partir d'une analyse des données brutes expérimentales. Ensuite, l'observation de ces résultats mènera à une discussion par rapport à l'importance de la vitesse de refroidissement et de chauffage sur chacune de ces propriétés. Pour finir des analyses microstructurales sur l'apparence et la dureté permettront de caractériser la phase de l'acier en fonction de la vitesse de refroidissement qu'il a subi.

3.2 Identification de la phase initiale

Le matériau 300M livré à l'industriel n'est pas proprement caractérisé, sa phase n'est pas communiquée avec précision. Nous avons donc cherché à le faire afin d'identifier le matériau de départ pour chacun de nos essais. Nous avons d'abord observé la microstructure initiale au microscope LEXT.

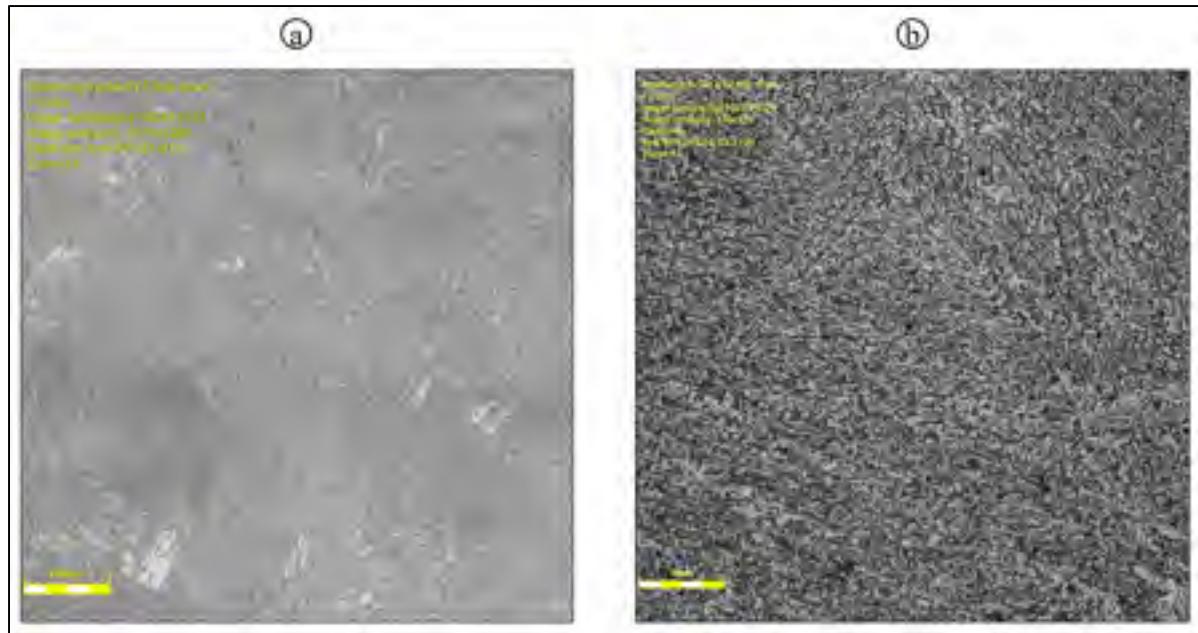


Figure 3.1 Microstructure de la phase initiale : (a) Grossissement x10 ; (b) Grossissement x100

L’observation de la microstructure élimine la présence de martensite par l’identification des grains. D’après la littérature (cf 1.5.5 et 1.5.6) on peut s’attendre à de la perlite à gros et moyens grains ou à grains fin avec la présence de bainite. Le grossissement x100 à la figure 3.1 (b) conforte la présence de perlite.

Des mesures de dureté sont venues accompagner cette microstructure, nous avons obtenus une moyenne de 270 HV (28 HRC), confirmant ainsi que la phase initiale n’est pas de la martensite. En se référant aux valeurs de dureté de la littérature (cf 1.5.5), nous sommes en présence de perlite à grains moyen avec possiblement une faible présence de bainite. Dans le doute, dans la suite de cette étude, nous l’appellerons la phase initiale.

3.3 Exploitation des résultats du dilatomètre

Cette partie des résultats concerne la densité et le coefficient de dilatation thermique des différentes phases de l’acier 300M, tout d’abord en fonction de la température, mais également en fonction de la vitesse de chauffage et de refroidissement. Ce qui suit concerne notamment

le filtrage des données brutes et leur analyse à l'aide de nombreux outils statistiques afin d'obtenir la valeur de la densité et du coefficient de dilatation thermique.

3.3.1 Format des résultats d'expérience

Le dilatomètre DIL 805 A/D utilisé en mode de trempe enregistre le nombre de points que l'on souhaite sur une étape du cycle thermique donnée. Néanmoins, tous les échantillons ne pouvaient pas avoir autant de point à traiter à cause de la vitesse de chauffage et de refroidissement qui varie entre chaque.

Il faut donc faire un compromis ici entre le nombre de points obtenus pour le traitement (c'est-à-dire le plus possible pour augmenter la précision) et le débit de points acquis par la machine par seconde (qui pourrait diminuer la précision en cas de débit trop élevé). Effectivement, si le débit est trop élevé, la différence de la température ou de la longueur entre deux acquisitions peut être inférieure à la résolution même des instruments de mesure. Dans ce cas précis il y a la formation d'un bruit sur l'acquisition et les données obtenues sont instables. Le débit d'acquisition a donc été fixé pour chaque échantillon afin de s'assurer qu'il dépasse la résolution des appareils de mesures avec une certaine marge.

Les données brutes acquises par le dilatomètre sont les suivantes : Numéro de l'acquisition, temps, température, variation de longueur par rapport à la longueur initiale, dérivée de la variation de longueur par rapport à la température.

3.3.1.1 Filtrage des données expérimentales brutes

Avant le traitement des données d'expériences, il faut les trier en trois phases. En effet certaines données ne sont pas physiquement intéressantes pour l'obtention des résultats finaux. La transition entre les phases en fait partie pour le calcul du coefficient de dilatation thermique car il existe uniquement pour chacune des phases « stables ».

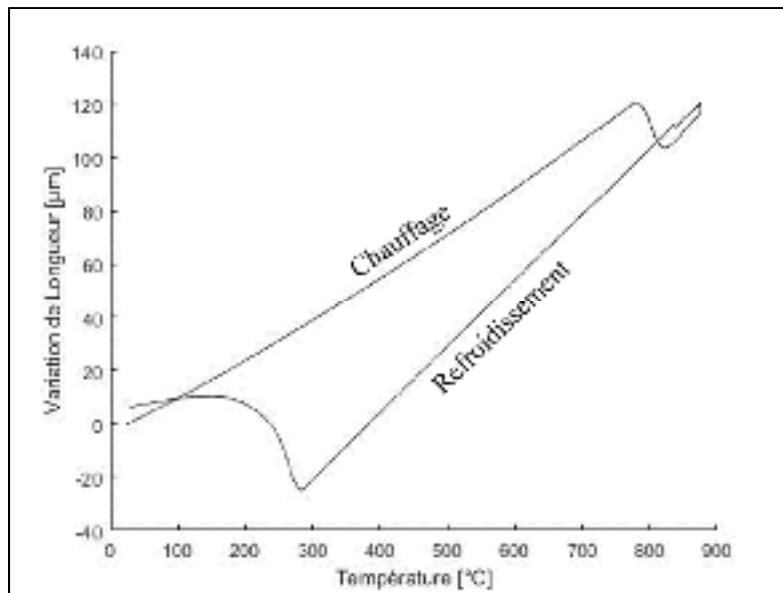


Figure 3.2 Données expérimentales brutes de la variation de longueur en fonction de la température

Dans la figure 3.2 on observe l'ensemble des données expérimentales d'un essai quelconque sur un même graphique avec le chauffage jusqu'à 875°C et le refroidissement jusqu'à la température ambiante. L'identification des phases se fait donc à partir de la dérivée de la variation de la longueur en fonction de la température : lorsqu'il y a un changement brusque de la valeur de la dérivée, cela veut dire qu'une transformation a commencé. Pour aligner tous les échantillons sur la même base d'analyse, l'identification des phases a été faite comme suit.

Tableau 3.1 Filtrage des données expérimentales brutes

Phase Initiale (Chauffage)	Austénite (Refroidissement)	Martensite (Refroidissement)
T= [150 ; 700] °C	T= [700 ; 400] °C	T= [110 ; 50] °C

Comme on peut l'observer, de façon générale la phase initiale aura plus de points pour l'analyse des résultats que la phase d'austénite. De même la phase d'austénite aura plus de données que la phase de martensite.

Finalement, si cela s'avère être nécessaire les données brutes au-delà de ce filtrage seront analysées, mais dans un premier temps nous analyserons seulement les données incluses dans les bornes de température données dans le tableau 3.1 et illustrée dans la figure 3.3.

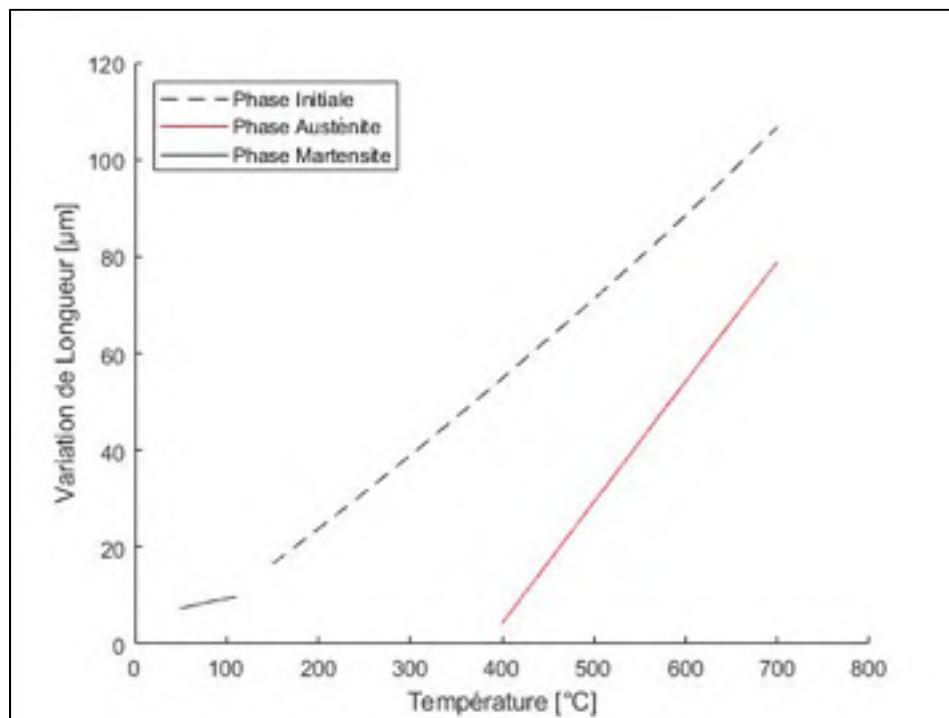


Figure 3.3 Données expérimentales brutes de la variation de longueur en fonction de la température, filtrées pour les trois phases de l'acier

3.3.2 Modélisation des résultats expérimentaux

Certaines analyses qui vont suivre nécessitent que les données expérimentales brutes soient d'abord modélisées. Notamment, pour le calcul du coefficient de dilatation thermique que l'on verra un peu plus tard, le modèle permet d'obtenir des données pour l'équation.

De plus un modèle de la variation de longueur permet de l'inclure dans un logiciel de simulation avec une simple équation plutôt qu'une série de données expérimentales brutes.

3.3.2.1 Présélection des modèles

Les modèles sont réalisés à l'aide de l'application MATLAB® qui bénéficie d'un module d'ajustement de courbe pour correspondre avec les données expérimentales. Cela permet de tester assez rapidement tous les modèles et de vérifier le coefficient de corrélation.

En premier lieu, une observation visuelle des résultats de variation de longueur est nécessaire pour cibler les modèles adéquates. Conformément à la figure 3.3, la variation de longueur ne semble pas avoir une forme très particulière. À première vue, une simple droite pourrait suffire à modéliser correctement ces variations. L'objectifs va donc être de modéliser ces variations par un polynôme de degré 1 puis d'augmenter le degré jusqu'à un ordre assez élevé pour être certain d'atteindre une corrélation maximale. Dans notre étude nous irons arbitrairement jusqu'à l'ordre 4.

3.3.2.2 Validation des modèles

Les modèles de chaque phase pour chaque échantillon doivent être validés à l'aide d'outils statistiques. C'est donc 81 validations à effectuer en utilisant le coefficient de corrélation entre le modèle et les valeurs expérimentales, la dispersion des valeurs du modèle par rapport aux valeurs expérimentales que l'on appelle résidus, la répartition (densité) des valeurs et pour finir la droite de Henri.

Ces outils permettent de valider si le modèle est acceptable ou non en respectant une corrélation raisonnable avec les données expérimentales et pour tester l'hypothèse de normalité des résidus. Prenons par exemple un échantillon qui a été traité avec un chauffage à $+1.416^{\circ}\text{C/s}$ jusqu'à 875°C puis refroidit à -1°C/s jusqu'à la température ambiante (figure 3.4 (a)). En isolant la phase d'austénite et en analysant les résultats statistiques, il est possible de faire une pré-conclusion pour chaque modèle s'il est, ou non, acceptable. Dans notre cas ci-dessous il s'agit d'un modèle polynomial d'ordre 2 tout à fait acceptable.

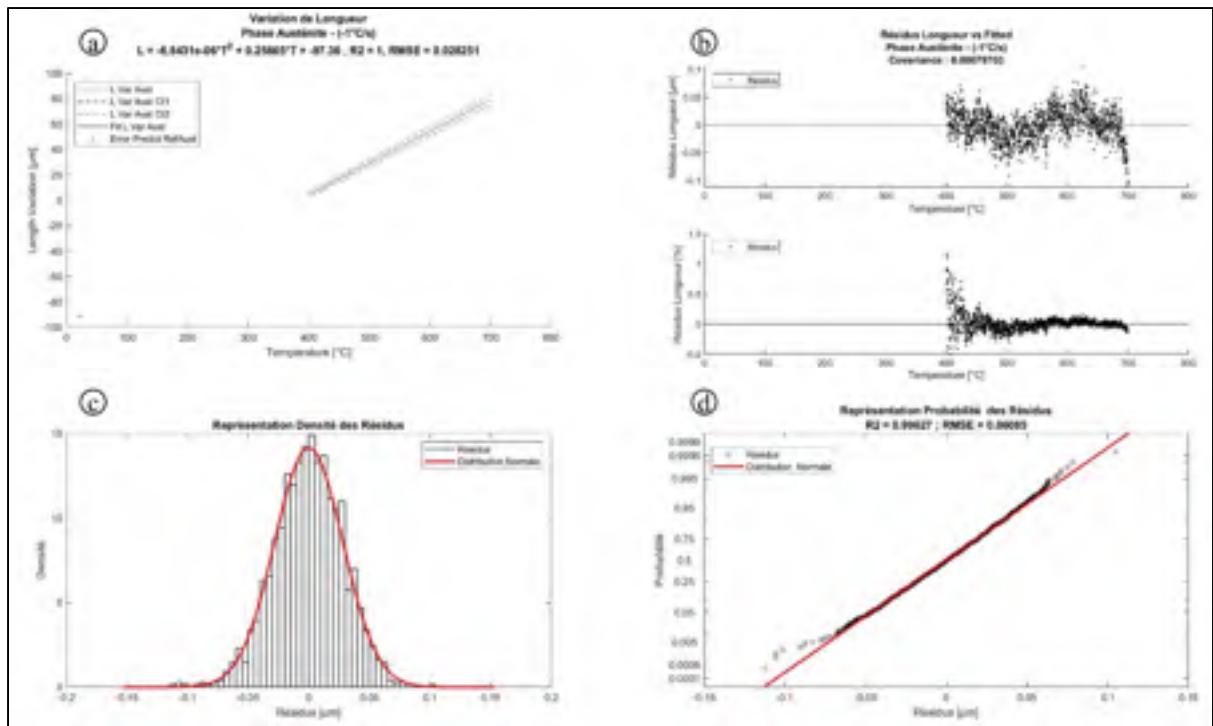


Figure 3.4 Validation d'un modèle : (a) Tracé de la variation de longueur ; (b) Graphique des résidus ; (c) Densité des valeurs ; (d) Droite de Henri

Pour valider le modèle il faut que les résidus (b) ne dépassent pas 1% de la valeur du changement de longueur, mais il faut aussi que la densité des valeurs suive la distribution normale qui est surlignée en rouge en (c). Cela revient aussi à dire que la probabilité d'apparition des valeurs corrèle avec la droite de Henri qui est à nouveau surlignée en rouge en (d). Si toutes ces conditions sont réunies, alors le modèle sera jugé comme un bon candidat.

3.3.2.3 Choix des modèles

Ce procédé a donc été répété pour tous les échantillons testés, ainsi les 81 validations peuvent être faites facilement. Pour chacune d'entre elles on observe le $R^2_{modèle}$ correspondant à la corrélation du modèle avec les valeurs, le $R^2_{résidus}$ correspondant à la corrélation des résidus avec la droite de Henri, la valeur de l'écart-type $\sigma_{\Delta L_{Ref}}$ avec ΔL_{Ref} correspondant à la valeur de ΔL à la température de référence $T_{Ref} = 22.5^\circ\text{C}$ et finalement la valeur maximal des résidus.

Les moyennes des 30 coefficients de corrélation $R_{modèle}^2$ et $R_{résidus}^2$ ont été calculés afin de les représenter sur une courbe en fonction de l'ordre du polynôme choisis.

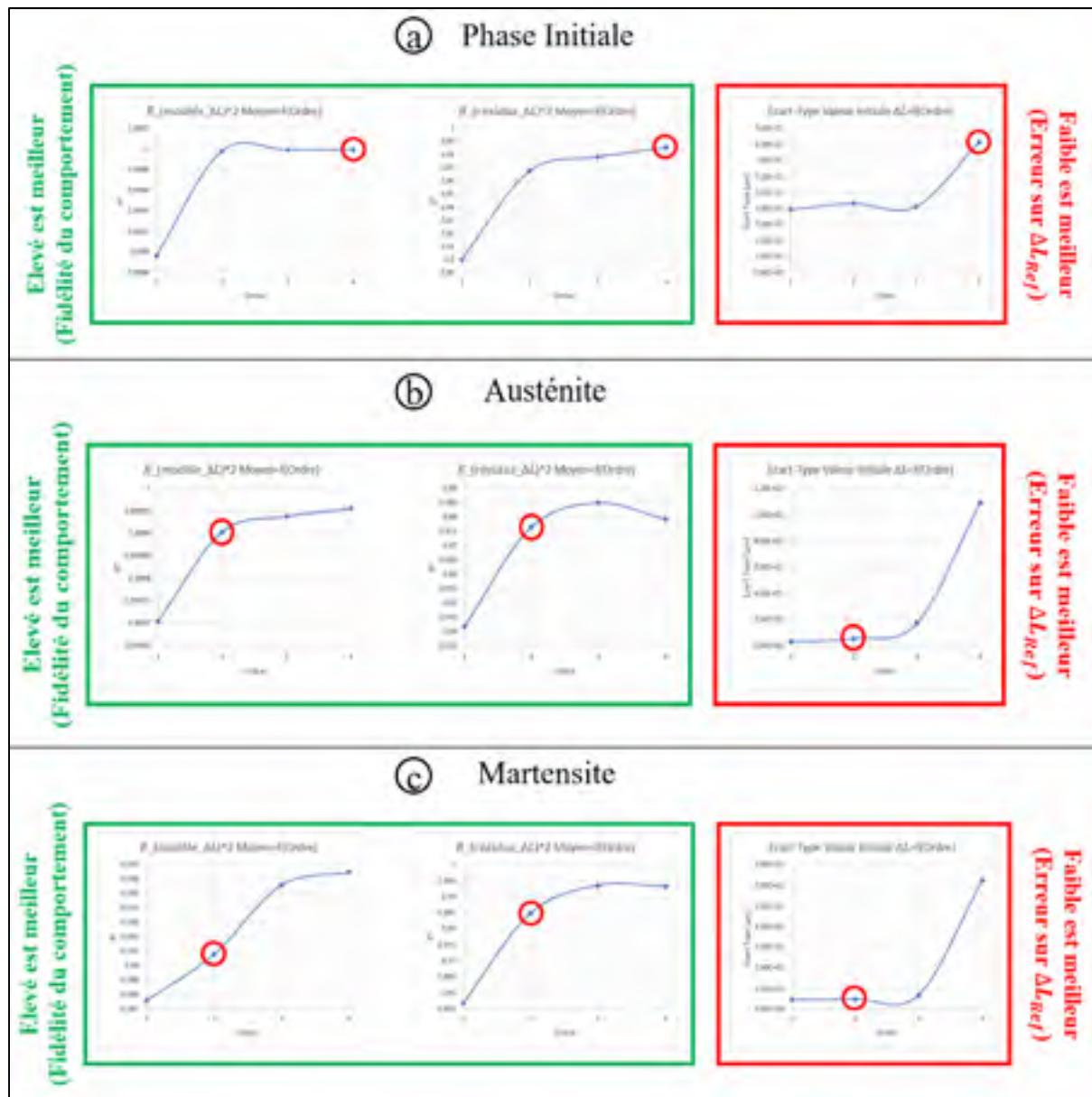


Figure 3.5 Résultats des coefficients de corrélation et de l'écart-type sur la valeur initiale pour les modèles polynomiaux de : (a) la phase initiale, (b) l'austénite, (c) la martensite ; le meilleur candidat est entouré en rouge

Nous allons, à l'aide de ces graphiques, détailler le choix des modèles pour chaque phase qui sont entourés en rouge. Tous les coefficients de chaque échantillon sont disponibles en Annexe II.

Pour la phase initiale, un polynôme de degré 4 a été retenu pour la modélisation de la variation de longueur ΔL . Ce choix par la valeur de l'écart-type reste tout à fait acceptable ($8 \cdot 10^{-1} \mu\text{m}$) par rapport aux valeurs de ΔL ($[0 \ 110] \mu\text{m}$). On observe également qu'un ordre 2 est pratiquement similaire aux résultats d'un ordre 4 pour un écart-type plus faible.

Pour l'austénite, cette fois-ci l'écart-type moyen $\sigma_{\Delta L_{Ref}}$ du polynôme d'ordre 4 est bien trop grand, pour le polynôme d'ordre 3 la valeur des résidus est trop élevé par rapport aux valeurs de ΔL . Finalement on choisit un polynôme d'ordre 2 pour modéliser le ΔL de l'austénite, mais on observe qu'un ordre 1 est à la limite de l'acceptable.

Pour finir, la martensite est très similaire à la phase d'austénite, les explications sont donc exactement les mêmes. On choisit un polynôme d'ordre 2 pour modéliser le ΔL de la martensite, mais on observe qu'un ordre 1 est acceptable.

Ce tableau ci-dessous regroupe les choix qui ont été fait pour obtenir des modèles optimaux de chaque phase. Pour le calcul du RMS on utilise les valeurs $110 \mu\text{m}$ pour la phase initiale, $90 \mu\text{m}$ pour l'austénite et $10 \mu\text{m}$ pour la martensite.

Tableau 3.2 Récapitulatif des ordres polynomiaux de modélisation des différentes phases (ρ)

Phase	Ordre	R^2	RMS	RMS%
$\Delta L_{Initial}$	4	0,999	0,037	0,034%
$\Delta L_{Austénite}$	2	0,999	0,079	0,088%
$\Delta L_{Martensite}$	2	0,991	0,039	0,39%

Néanmoins pour simplifier l'injection des modèles dans un logiciel de simulation, on peut diminuer l'ordre de ceux-ci pour alléger la simulation. Les ordres allégés sont récapitulés dans le tableau suivant.

Tableau 3.3 Récapitulatif des ordres polynomiaux de modélisation allégés pour la simulation des différentes phases (ρ)

Phase	Ordre	R ²	RMS	RMS%
$\Delta L_{Initial}$	2	0,999	0,091	0,083%
$\Delta L_{Austénite}$	1	0,894	0,124	0,138%
$\Delta L_{Martensite}$	1	0,826	0,057	0,57%

Ces résultats imposent également l'ordre de modélisation des résultats que l'on obtiendra pour le coefficient de dilatation thermique.

3.3.2.4 Incertitudes sur les modèles

Ces modèles que l'on vient de déterminer sont associés à des incertitudes. On les compte au nombre de trois : l'erreur de l'instrument de mesure (le dilatomètre) que l'on appellera u_{DIL} , l'erreur liée à la répétabilité des résultats obtenus par le dilatomètre que l'on appellera $u_{Rep_{\Delta L}}$ et qui se divisera en trois (une pour chaque phase), et enfin l'erreur sur la prédiction de la valeur de référence ΔL_{Ref} que l'on appellera $u_{\Delta L_{Ref}}$

La première incertitude u_{DIL} est simple, elle concerne directement la résolution de l'instrument de mesure que l'on peut obtenir directement sur la notice du dilatomètre. C'est donc une incertitude de l'indicateur $u^2(i_{k,x_i})$. On applique ensuite la formule suivante provenant du guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (JCGM, 2008).

$$u^2(i_{k,x_i}) = \frac{\delta^2}{12} \quad (3.1)$$

Sachant que δ est la plus petite division effective de l'indicateur (résolution effective), on obtient :

$$u_{DL}^2 = \frac{(50.10^{-9})^2}{12} \quad (3.2)$$

La seconde incertitude est beaucoup plus complexe car elle dépend de la phase et qui plus est, dépend de la température. Pour la détermination de celle-ci, nous avons pris les tests qui ont subis le plus de répétitions identiques, il s'agit des échantillons chauffés à 1.416°C/s : il en existe 20. Ces essais répétés vont permettre de déterminer $u_{Rep_{\Delta L}}$ pour la phase initiale seulement. Ensuite on appliquera un facteur de correction pour les phases d'austénite et martensite.

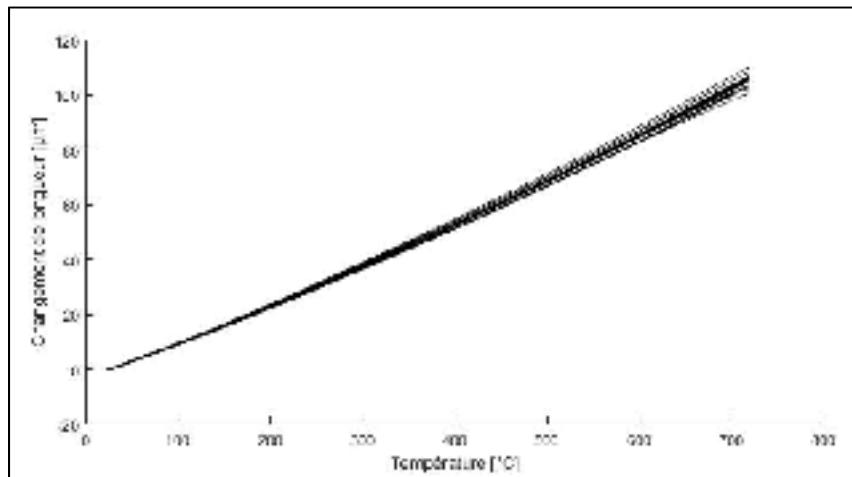


Figure 3.6 Tracé des 20 variations de longueur différentes de la phase initiale pour une même vitesses de chauffage (1.416°C/s)

Le calcul de l'incertitude $u_{Rep_{\Delta L}}$ correspond à l'équation d'une incertitude de répétitivité $u^2(r_{k,X_i})$ provenant du guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (JCGM, 2008).

$$u^2(r_{k,X_i}) = \frac{\sum_j^m (q - \bar{q})}{m} \quad (3.3)$$

On identifie m le nombre de répétition, q la valeur de l'essai j à une température T donnée et \bar{q} la valeur moyenne à une température T donnée. On utilise donc les modèles de polynôme 4 déterminés précédemment de chaque essai afin de s'assurer d'avoir une valeur pour chaque température donnée. Finalement on applique l'équation 3.3 à tous les échantillons après avoir calculé la valeur moyenne des 20 échantillons tous les 1°C.

On obtient alors une courbe que l'on modélise par un polynôme d'ordre 4 pour pouvoir l'injecter dans nos équations d'incertitude de masse volumique et de coefficient de dilatation thermique. L'évolution de $u_{Rep_{\Delta L}}$ de la phase initiale en fonction de la température est illustrée à la figure 3.7.

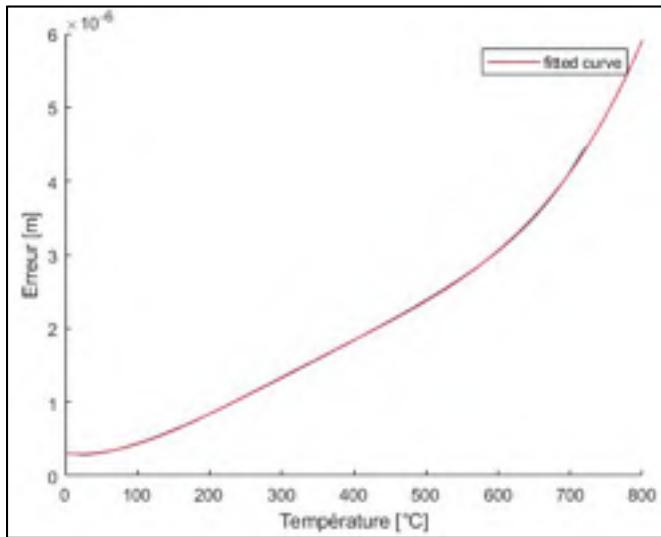


Figure 3.7 Évolution de $u_{Rep_{\Delta L}}$ de la phase initiale en fonction de la température

Le modèle suit l'équation suivante pour la phase initiale :

$$\begin{aligned}
 u_{Rep_{\Delta L}, Phase \text{ } Initiale}^2(T) & \quad (3.4) \\
 &= 4.339 \cdot 10^{-17} \cdot T^4 - 5.722 \cdot 10^{-14} \cdot T^3 \\
 &+ 2.799 \cdot 10^{-11} \cdot T^2 - 9.812 \cdot 10^{-10} \cdot T \\
 &+ 3.027 \cdot 10^{-07}
 \end{aligned}$$

On peut donc tracer la courbe moyenne de variation de longueur pour une vitesse de chauffage donnée en appliquant l'incertitude $u_{Rep_{\Delta L}, Phase \text{ } Initiale}^2(T)$.

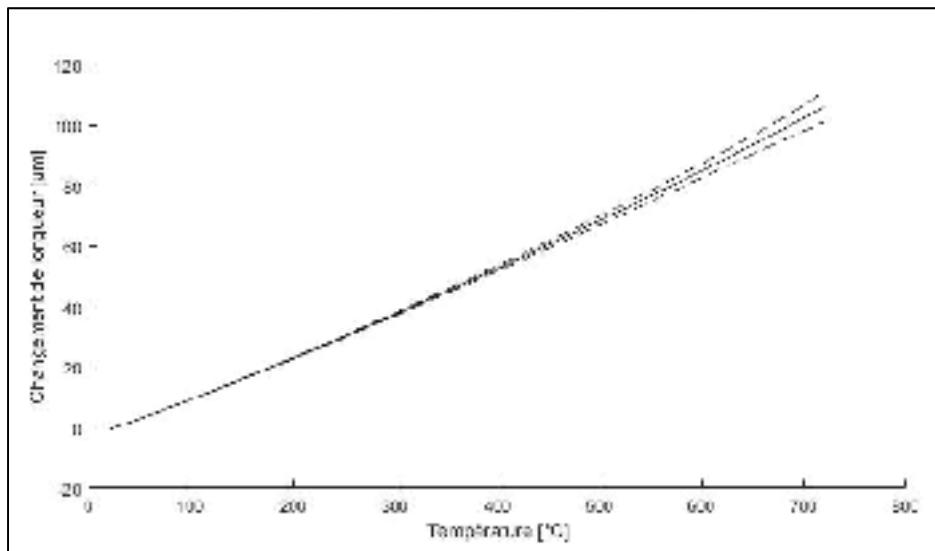


Figure 3.8 Tracé de la variation de longueur moyenne de la phase initiale pour une même vitesses de chauffage (1.416°C/s) avec l'incertitude associée en pointillée

Pour trouver l'équation de $u_{Rep_{\Delta L}}$ des autres phases on prend le cycle thermique qui a été répété quatre fois à l'identique avec quatre échantillons différents. On analyse la déviation maximale entre deux courbes de variation de longueur entre le début d'une phase et la fin d'une phase.

- $d_{Phase \text{ } Initiale} = 2.75 \mu\text{m}$ pour un intervalle de 765°C il est équivalent à 100% de $u_{Rep_{\Delta L}}$ de la phase initiale.
- $d_{Austénite} = 3.1 \mu\text{m}$ pour un intervalle de 465°C il est équivalent à 185% de $u_{Rep_{\Delta L}}$ de la phase initiale.
- $d_{Martensite} = 1 \mu\text{m}$ pour un intervalle de 265°C il est équivalent à 105% de $u_{Rep_{\Delta L}}$ de la phase initiale.

Finalement on applique les facteurs de corrections suivants :

$$u_{Rep_{\Delta L},Austénite}^2(T) = 1.85 \cdot u_{Rep_{\Delta L},Phase\ Initial}^2 \quad (3.5)$$

$$u_{Rep_{\Delta L},Martensite}^2(T) = 1.05 \cdot u_{Rep_{\Delta L},Phase\ Initial}^2 \quad (3.6)$$

La limite de cette technique est que l'erreur de $u_{Rep_{\Delta L}}$ pour l'austénite et la martensite se retrouve être d'ordre 4 au lieu de l'ordre 2, il faut donc le garder en tête. Néanmoins après une analyse de sensibilité par rapport à un ordre 2 pour tous les $u_{Rep_{\Delta L}}$, la différence est infime et donc acceptable si l'on met de côté le sens physique de ce raccourci. Finalement cela reste la méthode la plus précise pour déterminer le $u_{Rep_{\Delta L}}$ de toutes les phases.

Pour terminer avec les incertitudes liées à ΔL , la dernière est une incertitude d'intervalle de confiance directement liée au modèle choisi. L'erreur de détermination de la valeur de référence ΔL_{Ref} , $u_{\Delta L_{Ref}}$, est calculée simplement comme suit.

$$u_{\Delta L_{Ref}}^2(T) = \left(\frac{IP(95\%)}{2} \right)^2 \quad (3.7)$$

Avec IP l'Intervalle de Pari au risque 0,05 que la valeur se trouve bien à l'intérieur.

Toutes les incertitudes liées à ΔL sont finalement obtenues aux équations 3.2, 3.4, 3.5, 3.6 et 3.7.

3.3.3 Résultats de densité

Les résultats de la densité en fonction de la température sont les plus simples à obtenir car il suffit d'appliquer la formule de masse volumique de la littérature (équation 3.8) en prenant les données expérimentales brutes puis de diviser ce résultat par la masse volumique de l'eau (1000 kg/m^3) :

$$\rho(T_n) = \frac{\frac{M_0}{L_0 \cdot \pi \cdot \left(\frac{D_0}{2}\right)^2}}{1 + 3 \cdot \frac{L(T = T_n) - L_0}{L_0}} \text{ (kg.m}^{-3}) \quad (3.8)$$

Avec ρ qui désigne la masse volumique, T_n la température de la n ème acquisition, M_0 la masse initiale, D_0 le diamètre initial, L_0 la longueur initiale et $L(T = T_n) - L_0$ la variation de longueur ΔL à la température T_n . Si on trace la masse volumique en fonction de la température pour un essai quelconque (identique aux données de la figure 3.2), on obtient finalement la même forme mais inversée sur l'axe des ordonnées.

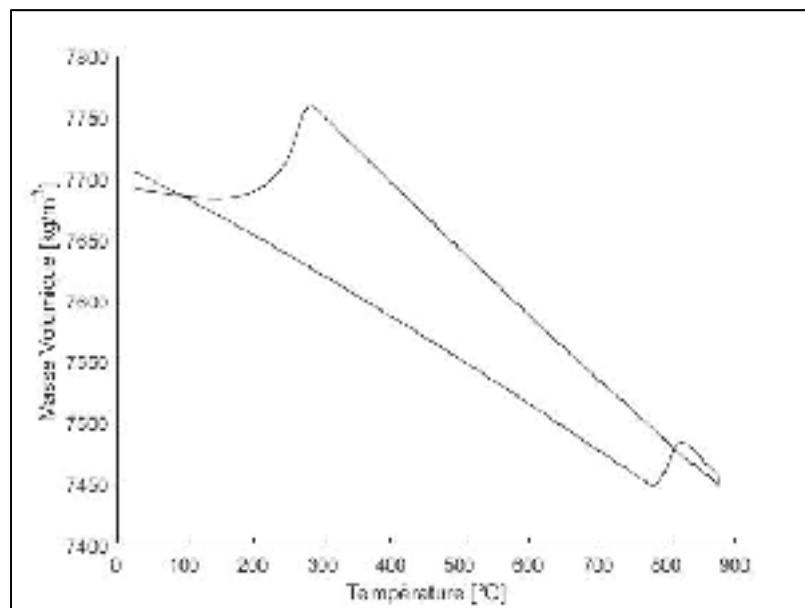


Figure 3.9 Masse volumique en fonction de la température pour un essai quelconque

3.3.3.1 Calcul des incertitudes sur la densité

Le calcul de la masse volumique vient avec son lot de nombreuses incertitudes. Bien que l'apparence de l'évolution de la masse volumique en fonction de la température soit correcte à la figure 3.9, les valeurs affichées sur l'axe des ordonnées sont incertaines. Si on se réfère à l'équation 3.8, on peut d'ores et déjà remarquer trois incertitudes : l'incertitude sur la mesure

de la masse initiale u_{M_0} , l'incertitude sur la mesure de la longueur initiale u_{L_0} et l'incertitude sur la mesure du diamètre initial u_{D_0} . A cela s'ajoute les incertitudes déjà connue de u_{DIL} et $u_{Rep_{\Delta L}}(T)$.

Toutes les incertitudes u_{M_0} , u_{L_0} et u_{D_0} sont des incertitudes reliées à l'instrument de mesure et sa résolution. C'est donc une incertitude de l'indicateur $u(i_{k,x_i})$. On applique donc l'équation 3.1. et on obtient les équations suivantes.

$$u_{M_0}^2 = \frac{(1.10^{-4})^2}{12} \quad (3.9)$$

$$u_{L_0}^2 = u_{D_0}^2 = \frac{(1.10^{-6})^2}{12} \quad (3.10)$$

On calcul au préalable la masse volumique initiale ρ_0 avec M_0 , L_0 et D_0 et son incertitude associée.

$$\rho_0 = \frac{M_0}{L_0 \cdot \pi \cdot \left(\frac{D_0}{2}\right)^2} \quad (3.11)$$

$$u_{\rho_0}^2 = \left(\frac{\partial \rho_0}{\partial M_0}\right)^2 \cdot u_{M_0}^2 + \left(\frac{\partial \rho_0}{\partial L_0}\right)^2 \cdot u_{L_0}^2 + \left(\frac{\partial \rho_0}{\partial D_0}\right)^2 \cdot u_{D_0}^2 \quad (3.12)$$

$$\begin{aligned} u_{\rho_0}^2 &= \left(\frac{4}{\pi * L_0 * D_0^2}\right)^2 \cdot u_{M_0}^2 + \left(-\frac{4 * M_0}{\pi * D_0^2 * L_0^2}\right)^2 \cdot u_{L_0}^2 \\ &\quad + \left(-\frac{8 * M_0}{\pi * L_0 * D_0^3}\right)^2 \cdot u_{D_0}^2 \end{aligned} \quad (3.13)$$

Ensute on injecte l'équation de la masse volumique initiale ρ_0 dans l'équation globale de la masse volumique ρ .

$$\rho(T) = \frac{\rho_0}{1 + 3 \cdot \frac{\Delta L(T)}{L_0}} \text{ (kg.m}^{-3}) \quad (3.14)$$

Puisque les variables sont toutes indépendantes les unes des autres on peut exprimer l'incertitude de la masse volumique ρ avec l'équation 3.15 :

$$u_{\rho}^2(T) = \left(\frac{\partial \rho}{\partial \rho_0} \right)^2 \cdot u_{\rho_0}^2 + \left(\frac{\partial \rho}{\partial L_0} \right)^2 \cdot u_{L_0}^2 + \left(\frac{\partial \rho}{\partial \Delta L(T)} \right)^2 \cdot u_{\Delta L(T)}^2(T) \quad (3.15)$$

Sachant que :

$$u_{\Delta L(T)}^2(T) = u_{DIL}^2 + u_{Rep_{\Delta L}}^2(T) \quad (3.16)$$

Finalement on obtient l'incertitude suivante pour la masse volumique ρ .

$$\begin{aligned} u_{\rho}^2(T) &= \left(\frac{1}{1 + 3 * \frac{\Delta L}{L_0}} \right)^2 \cdot u_{\rho_0}^2 + \left(\frac{3\rho_0 \Delta L}{(3\Delta L + L_0)^2} \right)^2 \cdot u_{L_0}^2 \\ &\quad + \left(-\frac{3\rho_0 L_0}{(L_0 + 3\Delta L)^2} \right)^2 \cdot u_{\Delta L(T)}^2(T) \end{aligned} \quad (3.17)$$

En appliquant l'incertitude de la masse volumique aux résultats de la figure 3.9, on obtient finalement la courbe suivante avec les bornes d'incertitudes de mesure en traits discontinus.

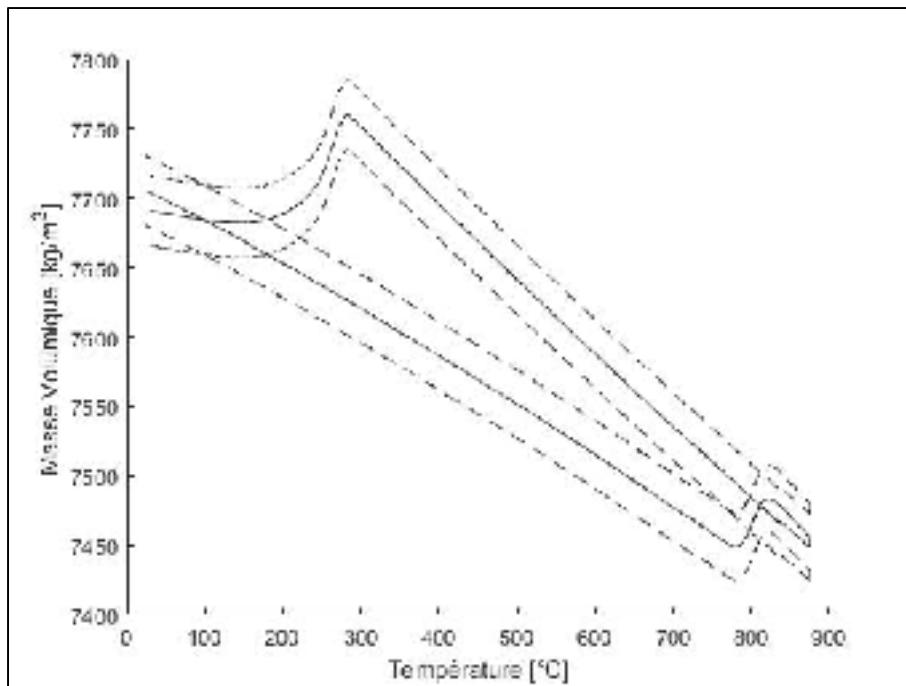


Figure 3.10 Masse volumique en fonction de la température pour un essai quelconque avec les bornes d'incertitudes maximum et minimum

On remarque que la variation de l'incertitude en fonction de la température n'est pas très importante. Après une étude de sensibilité il s'avère que le terme de $u_{\rho_0}^2$ est 100 fois plus grand que les autres termes. Si l'on souhaite réduire l'incertitude de la masse volumique il faut donc tout d'abord réduire l'incertitude sur la masse volumique initiale ρ_0 .

3.3.3.2 Modélisation des résultats de la masse volumique ρ en fonction de la température T

La masse-volumique ρ est donc définie le plus simplement par l'équation 3.14. La modéliser revient à injecter l'équation des modèles de $\Delta L = f(T)$ à la place du terme $\Delta L(T)$ dans l'équation de la masse volumique. Dans la suite de l'étude on s'intéressera donc uniquement aux modèles de la variation de longueur ΔL puisque cela revient à parler de l'inverse des modèles de la masse volumique ρ et donc de la densité.

En annexe III se trouvent tous les coefficients des modélisations de ΔL pour chacune des phases des 30 échantillons.

3.3.3.3 Observation des résultats et influence des vitesses de chauffage et refroidissement β sur $\rho = f(T)$

D'après la littérature, on peut s'attendre à ce que la vitesse de chauffage et la vitesse de refroidissement aient un impact sur la formation des phases et donc sur la variation de longueur de l'échantillon.

Observons tout d'abord le comportement de ΔL au chauffage pour différente vitesse. On sélectionne trois essais qui ont respectivement été chauffés à 50°C/s , 1°C/s et 0.05°C/s de 25°C jusqu'à 875°C .

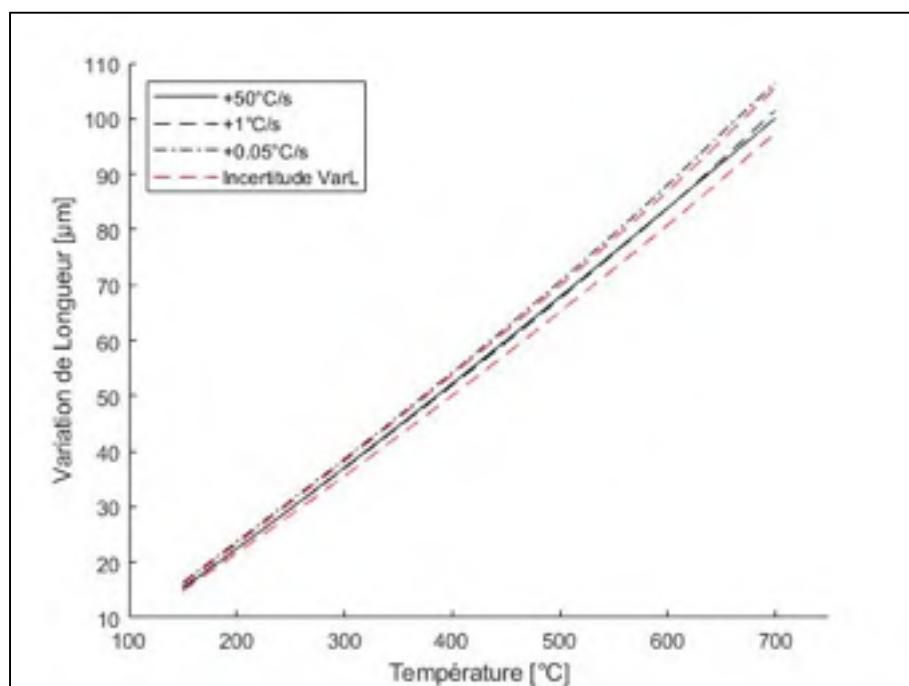


Figure 3.11 Résultats de la variation de longueur en μm au chauffage pour la phase initiale avec plusieurs vitesses différentes

La différence entre les vitesses de $+1^{\circ}\text{C/s}$ et $+50^{\circ}\text{C/s}$ est très minime, la variation est la même au détail près que pour le chauffage à $+1^{\circ}\text{C/s}$ l'évolution est moins linéaire. En revanche en ce qui concerne le chauffage à $+0.05^{\circ}\text{C/s}$, on observe une évolution vraiment différente de la variation de longueur avec un écart qui se creuse avec la température. Néanmoins, cet écart est pratiquement inclus dans l'incertitude sur la variation de longueur. Il est donc difficile de conclure quoi que ce soit par rapport au réel impact de la vitesse de chauffage sur la valeur de l'allongement en longueur.

Pour la phase d'austénite au refroidissement, on utilise les vitesses de refroidissement suivantes afin étudier l'impact sur l'allongement en longueur : -50°C/s , -8°C/s , -1°C/s , -0.3°C/s . Les quatre échantillons ont subi le même chauffage au préalable.

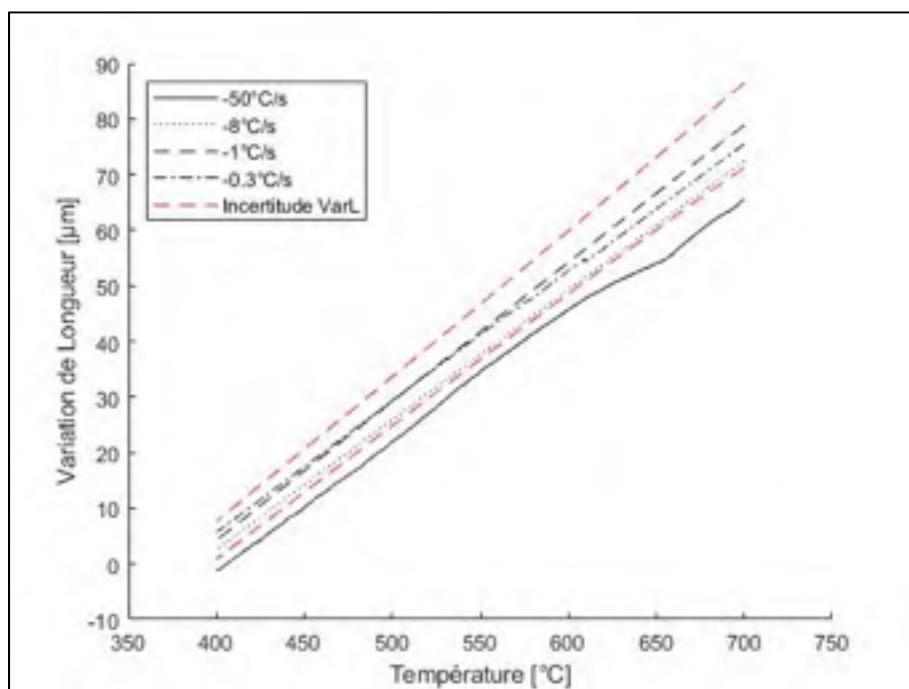


Figure 3.12 Résultats de la variation de longueur en μm au refroidissement pour l'austénite avec plusieurs vitesses différentes

Un profil de refroidissement se distingue des autres, il s'agit du refroidissement à -50°C/s . Il est très instable car à cette vitesse, on atteint les limites du refroidissement dans le dilatomètre par du gaz neutre. Il est donc normal d'obtenir autant de bruit. En revanche les trois autres vitesses sont relativement bien regroupées dans la même zone, les valeurs sont d'ailleurs toutes inclus dans l'incertitude de l'essai à -1°C/s . Leurs pentes respectives varient légèrement mais pas de façon caractéristique. La pente du refroidissement à -1°C/s est plus élevée que celle du -8°C/s qui est elle-même plus élevée que celle du -0.3°C/s . Le coefficient de dilatation thermique nous permettra certainement d'éclaircir ce point. Encore une fois il est difficile de dresser une quelconque conclusion sur l'évolution de l'allongement en fonction de la vitesse de refroidissement dans la phase d'austénite.

Finalement, pour la phase de martensite, les vitesses sont généralement plus faibles pour de petites températures. On sélectionne donc les vitesses de refroidissement : -8°C/s , -4°C/s , -1°C/s et -0.3°C/s .

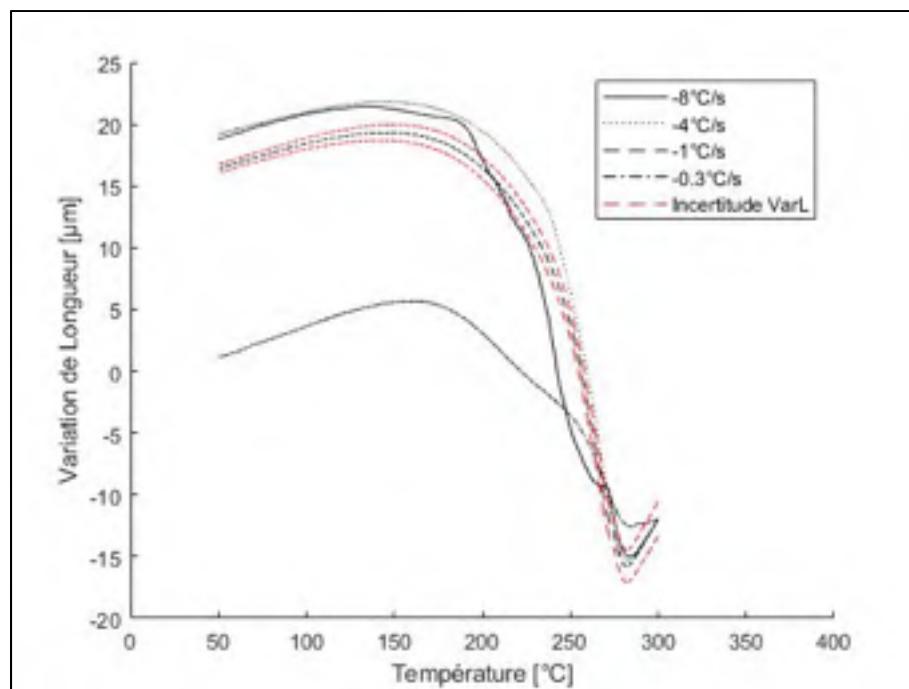


Figure 3.13 Résultats de la variation de longueur en μm au refroidissement pour la martensite avec plusieurs vitesses différentes et la transformation (même point d'origine)

Les trois échantillons ont subi le même chauffage et partent du même point lorsqu'ils commencent la transformation martensitique aux alentours de 300°C. Ils ont également cette même vitesse de refroidissement depuis 875°C. Les résultats sont illustrés en figure 3.13 pour toute la phase martensitique (transformation incluse) et leur point de départ similaire à 300°C et en figure 3.14 pour se concentrer seulement sur la zone stable de la martensite. Il est déjà possible de soupçonner la présence d'une autre phase à l'observation de la transformation pour une vitesse de -0.3°C/s. De plus, la vitesse de -1°C/s est elle aussi impactée par son passé de refroidissement avant les 300°C car le taux de martensite formée n'atteint pas celui des refroidissements à -4°C/s et -8°C/s.

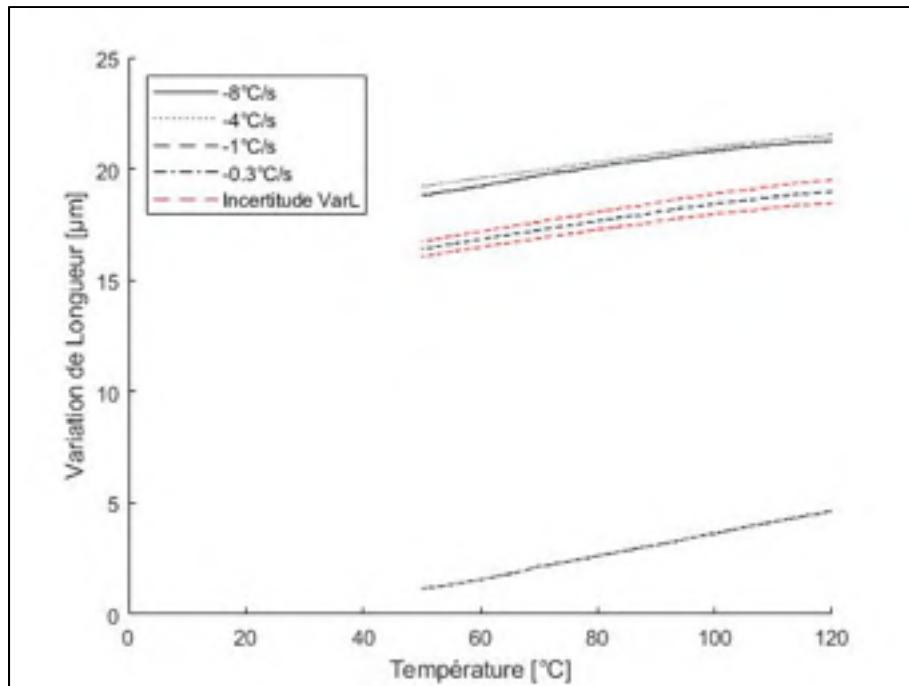


Figure 3.14 Résultats de la variation de longueur en μm au refroidissement pour la martensite avec plusieurs vitesses différentes

Cette fois ci la différence est flagrante, mise à part pour les vitesses de refroidissement à -4°C/s et -8°C/s aucune des variations ne correspond en termes de valeur. Plus la vitesse de refroidissement diminue et plus la valeur de l'allongement est faible. En revanche la pente de ces courbes ne semble pas être grandement affectée d'une vitesse à l'autre, le coefficient de dilatation thermique α nous le confirmera. En conclusion, la vitesse de refroidissement aurait

un impact non linéaire sur la valeur de l'allongement, très certainement relié au taux de martensite formée.

Pour conclure, il est difficile de soutenir que la vitesse de chauffage a une influence sur la variation de la longueur de la phase initiale. De même la vitesse de refroidissement n'a pas d'influence sur la variation de longueur de l'austénite. En revanche, il semble assez certain que les vitesses de refroidissements faibles aient un impact sur la variation de longueur de la martensite, cela s'expliquerait par la présence d'une autre phase formée lors du refroidissement entre 875°C et 300°C.

3.3.3.4 Modélisation surfacique des résultats de la masse volumique ρ en fonction de la température T et de la vitesse de chauffage/refroidissement β

Pour la modélisation surfacique des résultats de la masse volumique ρ en fonction de la température T et de la vitesse de chauffage ou de refroidissement β , on utilise les coefficients des équations des modèles détaillés dans le tableau 3.4. Le principe est d'exprimer la moyenne des coefficients d'une même phase en fonction de la vitesse β afin de les réinjecter dans l'équation de ρ et ainsi obtenir une équation en fonction de T et β .

Nous avons utilisé le logiciel MATLAB® et son outil de courbe d'ajustement avec tous les modèles possibles pour décrire l'évolution de ces coefficients en fonction de β : Interpolation cubique, Interpolation linéaire, Exponentiel 1 et 2, Polynôme (ordre 1, 2, 3 et 4), Fourier, Gauss, Rationnel (plusieurs ordres), Sinusoïdal. Ces modèles sont ensuite observés et les valeurs de la surface ainsi que les variations sont comparées aux points des courbes des coefficients, puis les surfaces absurdes sont rejetées. Si plusieurs modèles sont encore disponibles pour une même équation, le coefficient de corrélation R^2 le plus élevé et le RMS le plus faible est choisi.

Prenons par exemple le coefficient a_1 de la phase martensitique dont l'équation est la suivante.

$$\Delta L_{Martensite}(T, \beta) = a_1(\beta) \cdot T^2 + a_2(\beta) \cdot T + a_3(\beta) \quad (3.18)$$

Son évolution est représentée à la figure 3.15. Les barres d'erreur associées proviennent de l'écart-type sur la moyenne des coefficients a_1 pour chaque vitesse de refroidissement, elles sont relativement importantes par rapport à l'évolution du coefficient. Ce graphique représente l'ensemble des autres coefficients qui sont sensiblement dans le même cas de figure.

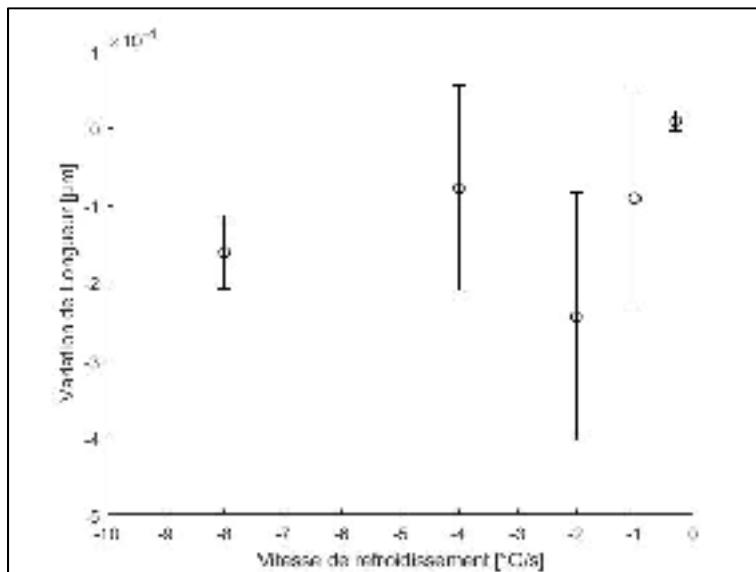


Figure 3.15 Évolution du coefficient a_1 de la phase de martensite en fonction de la vitesse de refroidissement β

L'objectif est maintenant de trouver un modèle unique qui permet de représenter cette évolution en fonction de β le plus fidèlement possible. Il s'avère que pour la grande majorité des coefficients, le meilleur modèle était un polynôme d'ordre 4. Étant donné qu'il y a 11 coefficients en tout et 21 modèles testés, nous ne présenterons pas les 231 résultats de modèles. En revanche les surfaces pour lesquelles β est modélisé par un polynôme d'ordre 4 ont été tracées et sont représentées à la figure 3.16.

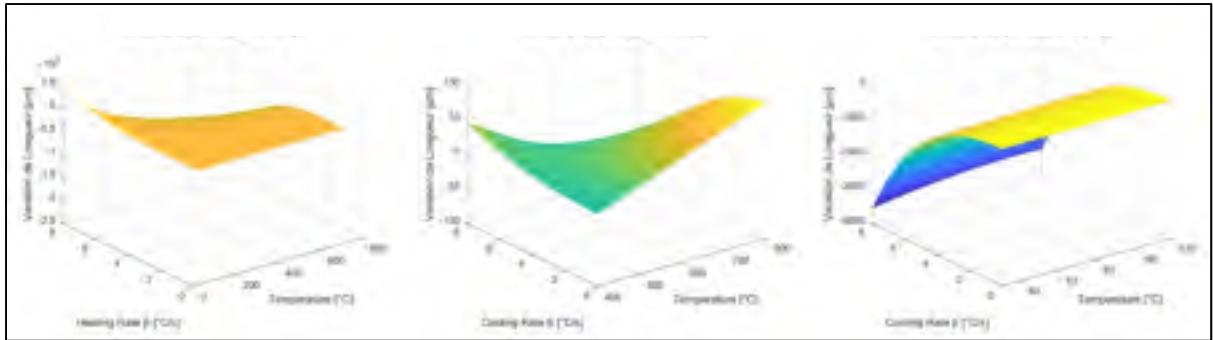


Figure 3.16 Représentation des surfaces pour lesquelles β est modélisé par un polynôme d'ordre 4. De gauche à droite : La phase initiale, l'austénite, la martensite.

Une analyse visuelle de l'axe des variations de longueurs ΔL en μm permet tout de suite d'écartier les modèles qui ne sont pas acceptables. En l'occurrence, bien que le modèle polynomial d'ordre 4 soit le meilleur modèle pour modéliser chacun des coefficients, il n'est pas pour autant le meilleur modèle pour la surface de la variation de longueur. En effet les valeurs sont complètement absurdes par rapport aux données que l'on trouve par l'expérience.

Une très grande majorité des modèles ont ainsi été rejetés, finalement seuls quelques un permettent une représentation surfacique acceptable, les modèles de β associés sont énumérés dans le tableau 3.5.

Tableau 3.4 Modèles de β pour lesquels la représentation surfacique de ρ est acceptable

Constante	Polynôme ordre 1	Polynôme ordre 2
$\Delta L_{Martensite}$	$\Delta L_{Initial}$	$\Delta L_{Austénite}$

Ces résultats sont en complète contradiction avec les observations faites à la partie précédente 3.3.3.3. La seule variation attendue était celle de la phase martensitique et c'est finalement la seule à être constante. Cela s'explique par le changement de comportement de ΔL pour la martensite qui se fait uniquement pour des vitesses de refroidissement inférieures à -1°C/s . Un

modèle polynomial est donc difficile à trouver et les modèles exponentiels et logarithmiques rendent les valeurs de ΔL complètement aberrantes pour des vitesses plus hautes.

De plus, la variation en fonction des taux de refroidissement et de chauffage est incluse dans les incertitudes, c'est le cas notamment de la phase initiale. L'équation n'est donc pas significative.

Pour conclure, après les modélisations des coefficients des équations de $\rho = f(T)$ en fonction de β , l'élimination des surfaces absurdes et la prise en compte des incertitudes sur ΔL : la modélisation surfacique ne semble pas être pertinente exceptée pour la phase d'austénite avec une modélisation de β par un polynôme d'ordre 2 représentée à la figure 3.17. Ce qui veut dire également qu'il est impossible de dire avec certitude que la vitesse de chauffage et de refroidissement a une réelle influence sur la valeur de ΔL .

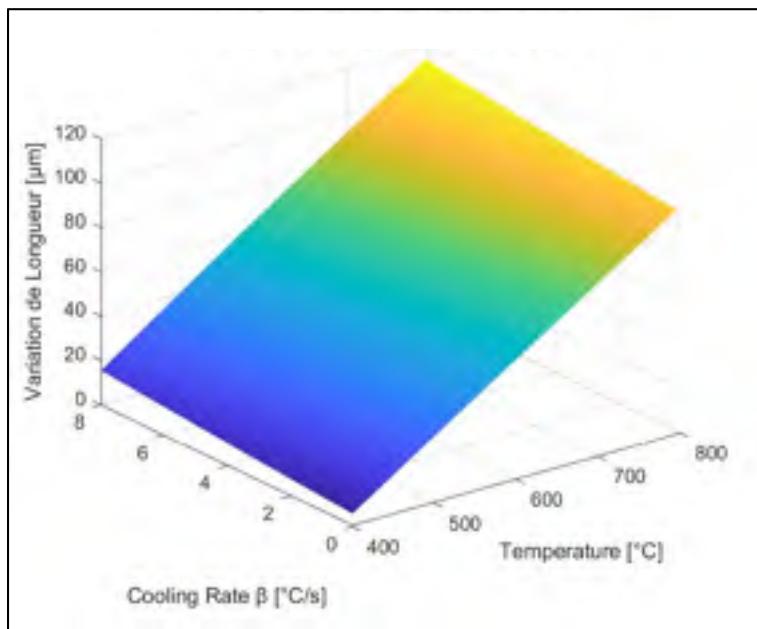


Figure 3.17 Représentation de la surface de la variation de longueur de l'austénite pour laquelle β est modélisé par un polynôme d'ordre 2

3.3.3.5 Équation de la masse volumique pour l'intégration à un logiciel de simulation

Cette partie est essentiellement consacrée à l'industriel SAFRAN LS car ce sont ces résultats qui sont les plus intéressants pour le développement de leur logiciel de simulation dans le cadre du projet NUSAQ. Seront présentées les équations optimales de la masse volumique en fonction de la température uniquement en négligeant l'influence des vitesses de chauffage et de refroidissement, ainsi que les versions simplifiées, en fonction de la température.

Puisque l'on néglige l'influence de β , on produit une modélisation de l'équation moyenne des 30 équations. Un écart-type moyen sera donné pour quantifier l'incertitude de ces équations. Les coefficients de corrélation et RMS de chaque modèle aux tableaux 3.2 et 3.3.

$$\rho(T) = \frac{\rho_{0,moy}}{1 + 3 \cdot \frac{a_1 \cdot T^4 + a_2 \cdot T^3 + a_3 \cdot T^2 + a_4 \cdot T + a_5}{L_{0,moy}}} \quad (3.19)$$

On obtient ainsi la masse volumique optimale en fonction de la phase avec les coefficients moyens suivants :

Tableau 3.5 Coefficients en fonction de la phase pour l'équation de masse volumique optimale de l'équation 3.19, unité : μm (case noire signifie nul)

Coefficients	a_1	a_2	a_3	a_4	a_5
Moyenne coef. Phase Initiale	2,30E-11	-2,07E-08	3,52E-05	1,31E-01	-4,50E+00
Écart-type moyen coef. Phase Initiale	6,31E-11 (275%)	9,62E-08 (464%)	5,35E-05 (152%)	1,23E-02 (9%)	1,03E+00 (23%)
Moyenne coef. Austénite			-1,70E-05	2,56E-01	-9,77E+01
Écart-type moyen coef. Austénite			3,90E-05 (229%)	4,10E-02 (16%)	9,86E+00 (10%)
Moyenne coef. Martensite			-1,13E-04	7,23E-02	2,87E+00
Écart-type moyen coef. Martensite			1,47E-04 (130%)	3,26E-02 (45%)	5,72E+00 (199%)

L'écart-type σ est assez élevé, néanmoins la variation de $\pm 2\sigma$ autour de la valeur de ΔL pour une température quelconque n'influe pas beaucoup sur l'allure de la courbe à la vue des ordres de grandeurs.

Les coefficients pour l'équation simplifiée de la masse volumique en fonction de la température sont disponibles dans le tableau 3.7.

Tableau 3.6 Coefficients en fonction de la phase pour l'équation de masse volumique simplifiée de l'équation 3.19, unité : μm (case noire signifie nul)

Coefficients	a_1	a_2	a_3	a_4	a_5
Moyenne coef. Phase Initiale			3,51E-05	1,28E-01	-3,94E+00
Écart-type moyen coef. Phase Initiale			5,43E-06 (15%)	3,87E-03 (3%)	6,15E-01 (16%)
Moyenne coef. Austénite				2,38E-01	-9,27E+01
Écart-type moyen coef. Austénite				6,13E-03 (3%)	4,75E+00 (5%)
Moyenne coef. Martensite				5,48E-02	3,50E+00
Écart-type moyen coef. Martensite				2,44E-02 (45%)	5,48E+00 (156%)

La masse volumique est enfin tracée par phase dans le graphique ci-dessous, en comparant la version optimale à la version simplifiée afin d'observer rapidement l'impact du choix de la version simplifiée.

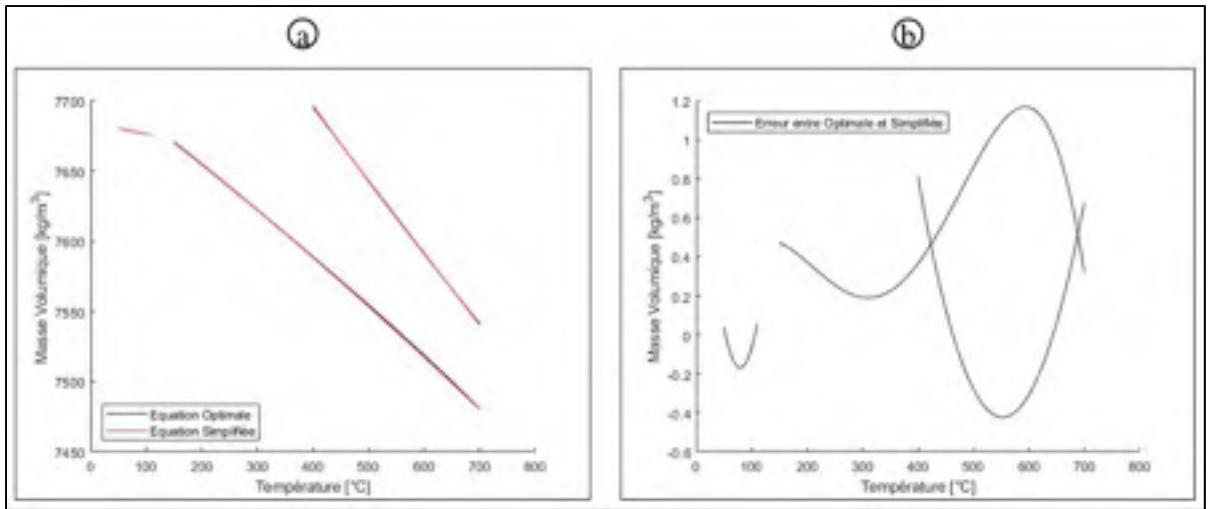


Figure 3.18 (a) Résultat de la masse volumique calculée avec l'équation optimale comparée à la version simplifiée (b) Quantification de l'erreur entre les deux

La quantification de l'erreur permet de soutenir l'utilisation de la version simplifiée de l'équation pour le logiciel de simulation : elle est presque égale à 0.1% de la valeur de la masse volumique. En revanche pour l'analyse détaillée du comportement et des petites variations, il est toujours plus intéressant de passer par l'équation optimale, simplement ces variations seront non significatives car inclus dans l'incertitude du modèle.

3.3.4 Résultats du coefficient de dilatation thermique α

Les résultats du coefficient de dilatation thermique sont un peu plus complexes à obtenir car ils nécessitent un traitement des modèles de la variation de la longueur en fonction de la température pour obtenir un des arguments de l'équation de CDT ci-dessous.

$$\alpha_{n(phase)} = \frac{L(T = T_n) - L_0 - (L(T = T_{ref})_{(phase)} - L_0)}{L_0 + (L(T = T_{ref})_{(phase)} - L_0)} \cdot \frac{1}{T_n - T_{ref}} \quad (3.20)$$

$$\alpha_{n(phase)} = \frac{\Delta L(T = T_n) - \Delta L_{ref}}{L_0 + \Delta L_{ref}} \cdot \frac{1}{T_n - T_{ref}} \quad (3.21)$$

Avec α le CDT, comme indiqué en indice, chaque CDT est unique à chaque phase car la valeur de $L(T = T_{ref})$ est effectivement unique à chacune des phases. Dans l'équation on retrouve à nouveau T_n la température de la nième acquisition, L_0 la longueur initiale et $L(T = T_n) - L_0$ la variation de longueur ΔL à la température T_n . Pour finir on retrouve $T_{ref} = 22.5^\circ C$ une constante correspondant à la température ambiante du laboratoire.

Le traitement des modèles de $\Delta L = f(T)$ permet d'obtenir $L(T = T_{ref})_{(phase)}$ pour chacune des phases afin de l'injecter dans l'équation 3.20 du CDT. Pour se faire on cherche la valeur $\Delta L = f(T_{ref} = 22.5^\circ C)$ pour chaque phase de chaque échantillon avec son erreur associée déterminée dans la partie 3.3.2.4.

Le principe de l'équation 3.21 est de calculer les pentes des droites entre le point de variation de longueur de référence d'une phase et la valeur de la variation de longueur à une température T_n quelconque. Le fonctionnement de cette équation est illustré à la figure suivante.

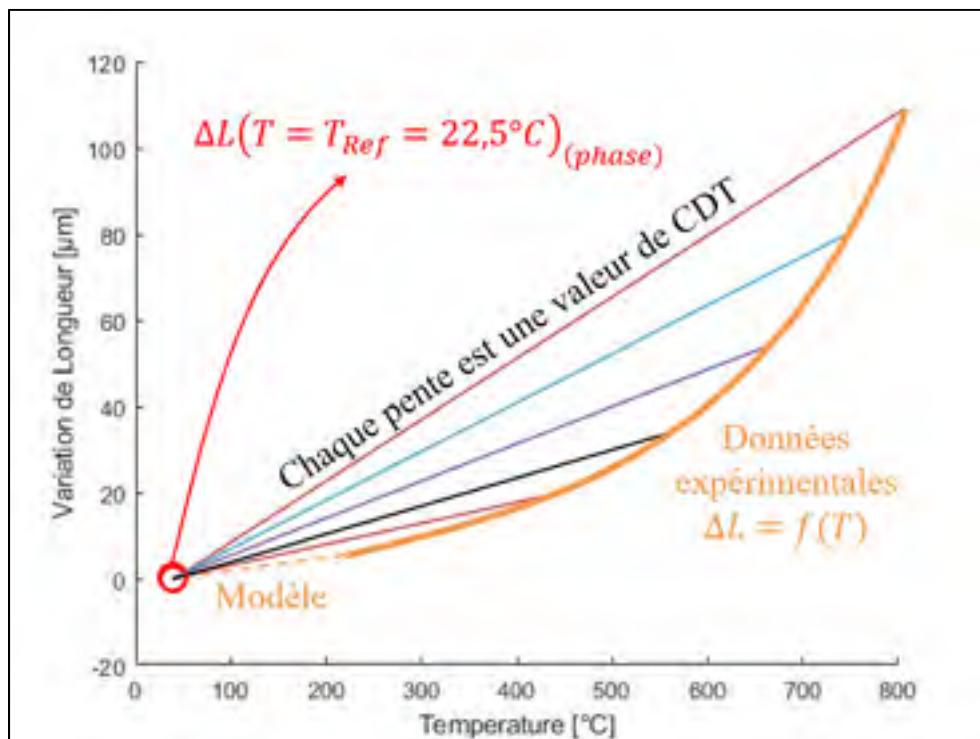


Figure 3.19 Principe de l'équation 3.21 expliqué schématiquement

Finalement on obtient le CDT pour chaque phase, en changeant à chaque fois le point de variation de longueur de référence.

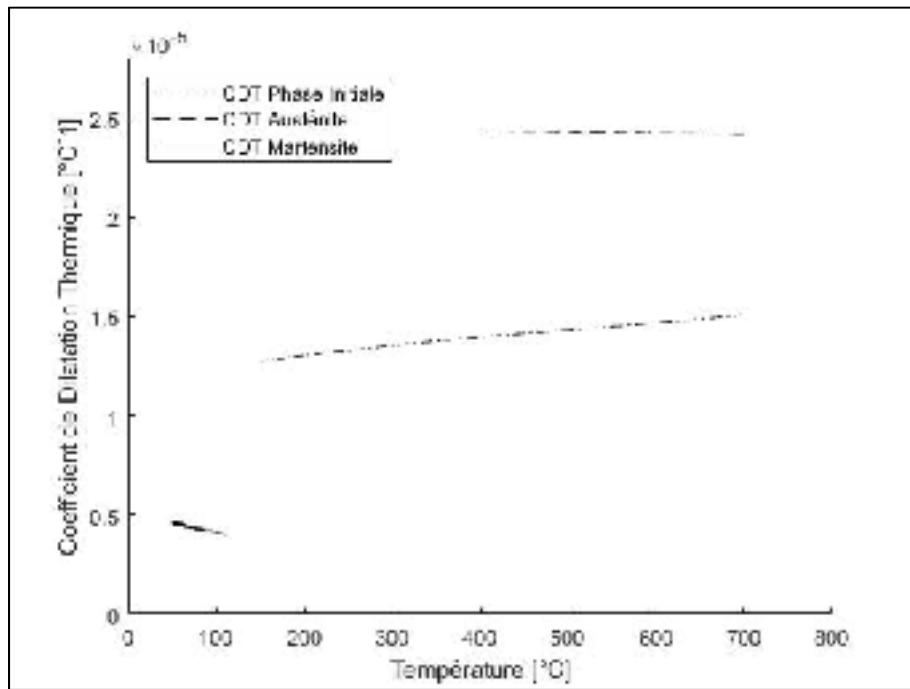


Figure 3.20 Coefficient de dilatation thermique en fonction de la température pour un essai quelconque

3.3.4.1 Calcul des incertitudes sur le coefficient de dilatation thermique α

Ce calcul complexe du coefficient de dilatation thermique est accompagné de nombreuses incertitudes dont plusieurs sont déjà connues des parties précédentes. En se référant à l'équation 3.21 on retrouve l'incertitude sur la mesure de la longueur initiale u_{L_0} , les incertitudes de ΔL : u_{DIL} et $u_{Rep_{\Delta L}}(T)$ formant $u_{\Delta L(T)}(T)$ (équation 3.16), et $u_{\Delta L_{Ref}}$. Finalement il faudra simplement déterminer l'incertitude sur l'acquisition de la température T_n que l'on appellera u_{T_n} .

L'incertitude sur l'acquisition de la température T_n est une incertitude reliée à l'instrument de mesure et sa graduation. C'est donc une incertitude de l'indicateur $u^2(i_{k,X_i})$. On obtient conformément à la partie de procédé expérimental du dilatomètre :

$$u_{T_n}^2 = \frac{(0.05)^2}{12} \quad (3.22)$$

On peut ainsi exprimer directement l'incertitude composées du coefficient de dilatation thermique α .

$$\begin{aligned} u_\alpha^2(T) &= \left(\frac{\partial \alpha}{\partial \Delta L(T)} \right)^2 \cdot u_{\Delta L(T)}^2(T) + \left(\frac{\partial \alpha}{\partial \Delta L_{ref}} \right)^2 \cdot u_{\Delta L_{ref}}^2 + \left(\frac{\partial \alpha}{\partial L_0} \right)^2 \cdot u_{L_0}^2 \\ &\quad + \left(\frac{\partial \alpha}{\partial T_n} \right)^2 \cdot u_{T_n}^2 \end{aligned} \quad (3.23)$$

Finalement on obtient l'incertitude suivante pour le coefficient de dilatation thermique α .

$$\begin{aligned} u_\alpha^2(T) &= \frac{1}{(T_n - T)^2} \\ &\cdot \left[\left(\frac{1}{(\Delta L_{ref} + L_0)} \right)^2 \cdot u_{\Delta L(T)}^2(T) + \left(-\frac{L_0 + \Delta L}{(\Delta L_{ref} + L_0)^2} \right)^2 \right. \\ &\quad \cdot u_{\Delta L_{ref}}^2 + \left(\frac{\Delta L_{ref} - \Delta L}{(\Delta L_{ref} + L_0)^2} \right)^2 \cdot u_{L_0}^2 \\ &\quad \left. + \left(\frac{\Delta L_{ref} - \Delta L}{(\Delta L_{ref} + L_0) \cdot (T_n - T)} \right)^2 \cdot u_{T_n}^2 \right] \end{aligned} \quad (3.24)$$

En appliquant l'incertitude du coefficient de dilatation thermique aux résultats de la figure 3.20, on obtient finalement la courbe suivante avec les bornes d'incertitudes de mesure en traits discontinus.

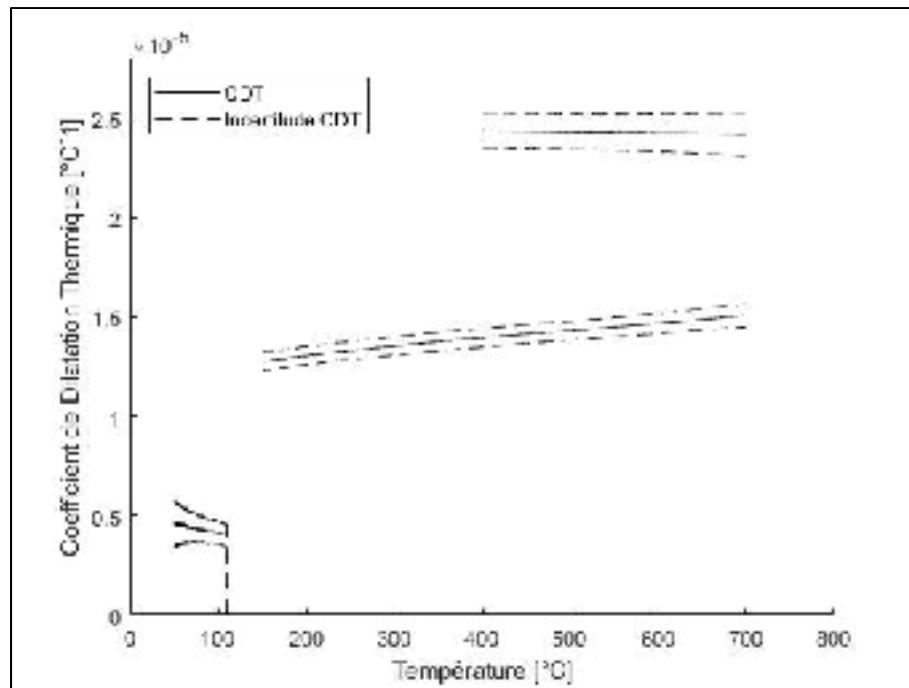


Figure 3.21 Coefficient de dilatation thermique en fonction de la température pour un essai quelconque avec les bornes d'incertitudes maximum et minimum

Une étude de sensibilité nous permet de déterminer les incertitudes secondaires à cibler pour réduire l'incertitude globale du coefficient de dilatation thermique. On remarque que le CDT est très sensible aux incertitudes liées à ΔL avec un rapport de 10^8 pour 1 par rapport aux autres incertitudes. Une observation visuelle de la figure 3.21 le laisse également paraître : les bornes d'incertitudes semblent être très sensibles à la température et seule l'incertitude $u_{Rep_{\Delta L}}(T)$ dépend de la température.

3.3.4.2 Modélisation des résultats du coefficient de dilatation thermique α en fonction de la température T

De façon très similaire à la partie 3.3.3.2, pour obtenir les modèles de CDT en fonction de la température il suffit d'injecter les modèles de $\Delta L = f(T)$ dans l'équation 3.21 du CDT. On injecte ensuite les coefficients donnés au tableau 3.4 de la même façon que pour la masse volumique.

Autrement il est possible de déterminer des modèles pour chaque CDT de chaque phase pour chaque échantillon en se basant sur les ordres des polynômes utilisés pour la modélisation de ΔL et en les réduisant de 1. Cela permet de simplifier l'équation de la modélisation du CDT, notamment pour l'implantation dans un logiciel de simulation. On utilise le même procédé qui a été développé à la partie 3.3.2.2 pour vérifier que l'ordre choisi pour ΔL corrèle bien avec l'ordre trouvé pour le CDT.

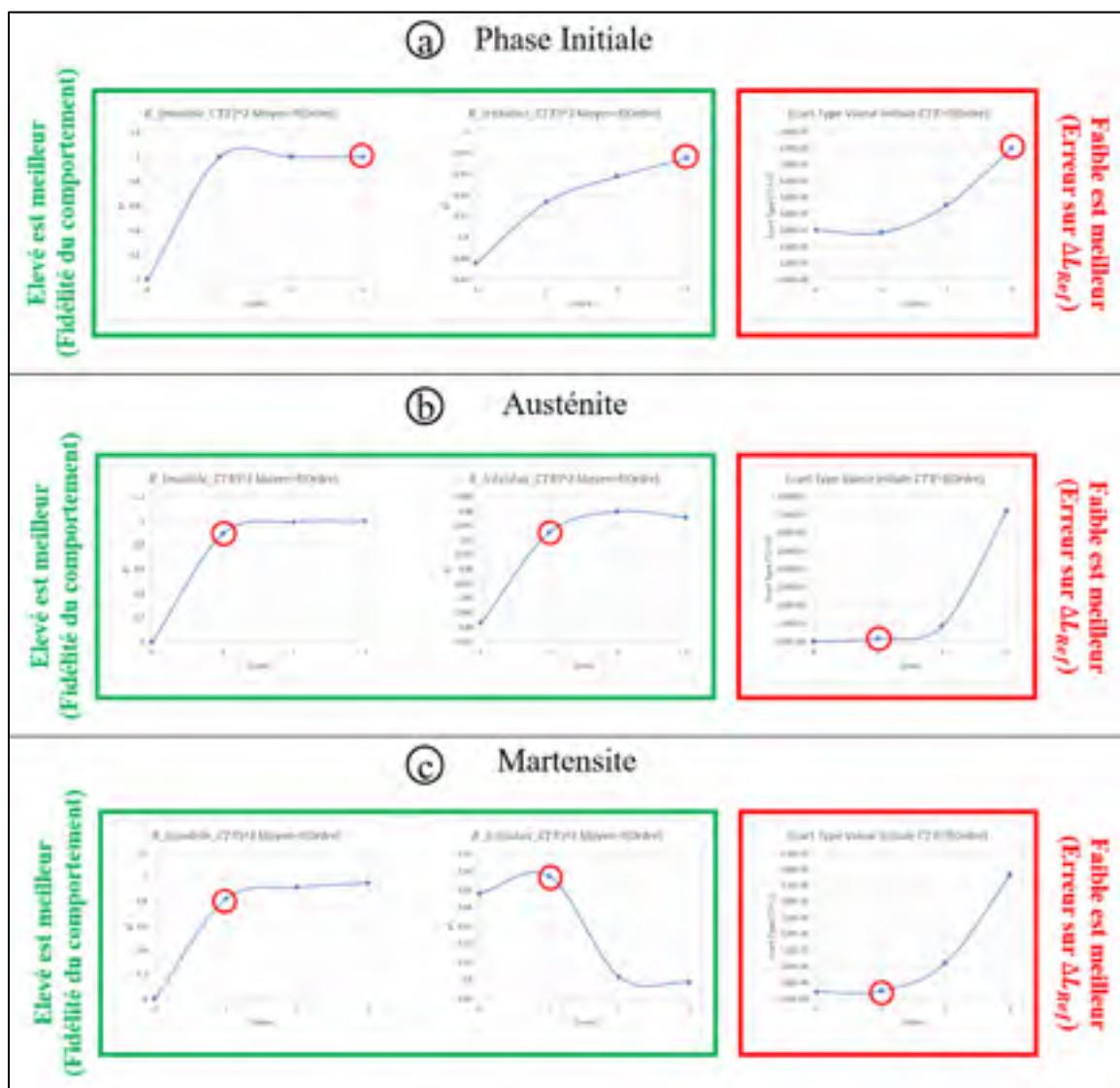


Figure 3.22 Résultats des coefficients de corrélation et de l'écart-type sur la valeur initiale pour les modèles polynomiaux de : (a) la phase initiale, (b) l'austénite, (c) la martensite

Les graphiques confirment que l'ordre choisi pour la modélisation de ΔL convient à la modélisation du CDT à l'ordre inférieur, les justifications sont exactement les mêmes, je renvoie donc à cette partie pour les relire. On obtient finalement le tableau suivant pour l'ordre des modèles. Tous les coefficients de chaque échantillon sont disponibles en Annexe IV. Pour le calcul du RMS on utilise les valeurs 1.5^E-05 pour la phase initiale, $2,45^E-05$ pour l'austénite et $0,5^E-05$ pour la martensite.

Tableau 3.7 Récapitulatif des ordres polynomiaux de modélisation des différentes phases (CDT)

Phase	Ordre	R ²	RMS	RMS%
$CDT_{Initial}$	3	0,999	1,026E-08	0,068%
$CDT_{Austénite}$	1	0,999	1,501E-08	0,061%
$CDT_{Martensite}$	1	0,988	7,541E-08	1,5%

Une fois de plus, pour simplifier l'injection des modèles dans un logiciel de simulation, on peut diminuer l'ordre pour alléger conformément à ceux choisis précédemment pour ΔL . Ils sont récapitulés dans le tableau 3.9.

Tableau 3.8 Récapitulatif des ordres polynomiaux de modélisation allégés pour la simulation des différentes phases (CDT)

Phase	Ordre	R ²	RMS	RMS%
$CDT_{Initial}$	1	0,997	2,754E-08	0,184%
$CDT_{Austénite}$	0 (Constante)	-	5,520E-09	0,022%
$CDT_{Martensite}$	0 (Constant)	-	4,976E-08	0,995%

3.3.4.3 Observation des résultats et influence des vitesses de chauffage et refroidissement β sur $\alpha = f(T)$

D'après la littérature et la partie précédente sur la variation de longueur on peut s'attendre à ce que la vitesse de chauffage et de refroidissement ait une influence sur la valeur du CDT mais pas de façon très significative. L'observation de ces résultats pour différentes vitesses va nous

permettre de quantifier cette influence. Nous utiliserons les modèles optimaux afin d'observer un maximum de petites variations.

Commençons par le comportement du CDT au chauffage pour différentes vitesses. On sélectionne trois essais qui ont respectivement été chauffés à 50°C/s , 1°C/s et 0.05°C/s de 25°C jusqu'à 875°C . Les résultats sont visibles à la figure suivante.

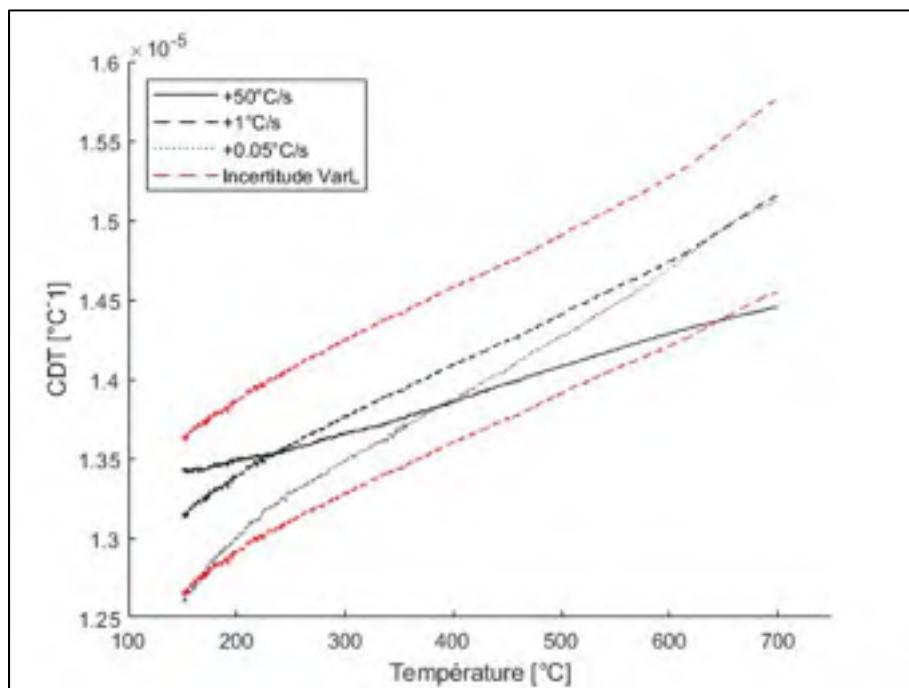


Figure 3.23 Résultats du CDT au chauffage pour la phase initiale avec plusieurs vitesses différentes

Aucun des trois résultats n'est similaire et aucun lien logique ne peut être dressé pour expliquer l'influence de la vitesse de chauffage sur la valeur du CDT. On observe en revanche que la variation de la pente du CDT est d'autant plus grande que la vitesse est faible : pour un chauffage de 50°C/s le CDT trace pratiquement une ligne droite sans grande variation, son amplitude de variation est de $0.10^{\circ}\text{C}^{-1}$. A 1°C/s on commence à observer une forme de variation polynomiale d'ordre 3 comme le choix qui a été fait pour les modélisations, et la pente du CDT est plus importante : son amplitude est de $0.20^{\circ}\text{C}^{-1}$. Pour finir la pente de l'essai chauffé à $+0.05^{\circ}\text{C/s}$ (celle qui se rapproche le plus du cas réel industriel) est encore

plus importante avec une amplitude de $0.25 \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, et la variation polynomiale d'ordre 3 est également plus marquée. En revanche toutes les valeurs de CDT obtenues sont incluses dans l'incertitude du CDT autour de l'essais à $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, on ne peut donc pas certifier avec certitude que la différence sur la pente est significative.

Nous avons également cherché à déterminer la raison pour laquelle la variation se fait de façon polynomiale d'ordre 3 et non pas linéairement voire égale à une constante. Une analyse cherchant les points d'inflexions pour séparer la courbe en trois parties a été menée. L'amplitude en température de ces parties dépend d'ailleurs de la vitesse de chauffage. Entre 150 et $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ se trouve la première phase que l'on a associée à la ségrégation et regroupement des carbones. Ensuite la zone entre 250 et $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ est une évolution quasi-linéaire du CDT, on l'associe à la précipitation de la cémentite. Entre 600 et $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, la pente augmente à nouveau, nous l'avons associé au grossissement des carbures. Finalement après les $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ en moyenne, le CDT commence à être affecté par la transformation austénitique.

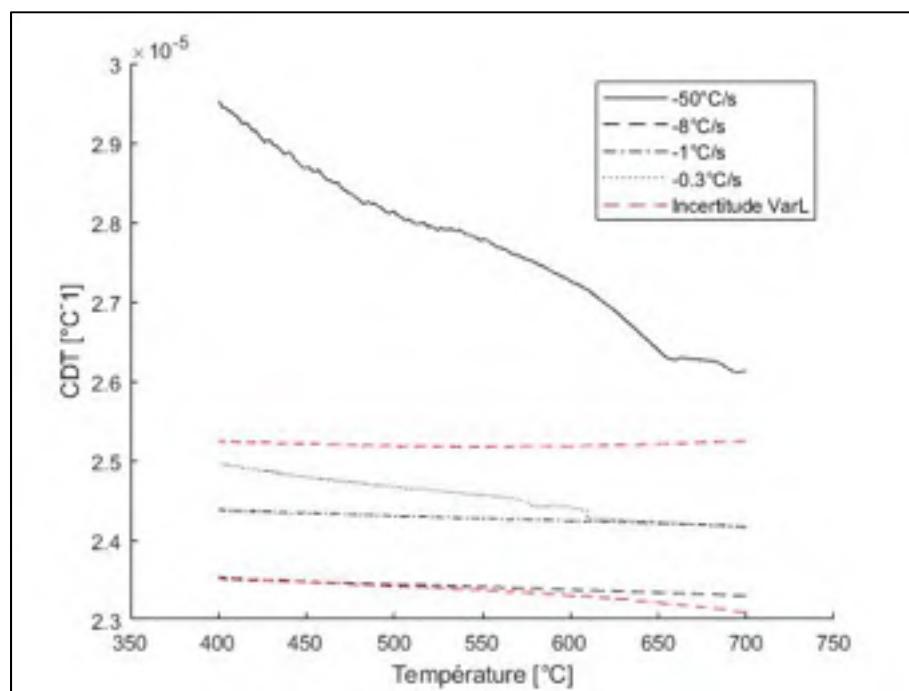


Figure 3.24 Résultats du CDT au refroidissement pour l'austénite avec plusieurs vitesses différentes

Pour la phase d'austénite au refroidissement, on utilise les vitesses de refroidissement suivantes afin étudier l'impact sur l'allongement en longueur : -50°C/s , -8°C/s , -1°C/s , -0.3°C/s . Les trois échantillons ont subi le même chauffage au préalable. Les résultats sont illustrés à la figure 3.24 .

Pour la phase d'austénite au refroidissement, il est assez évident que l'essai refroidi à -50°C/s est très instable, les valeurs et les variations ne correspondent avec aucun autre essai réalisé. Puisque les limites de la machine sont atteintes on associera cette courbe à des données aberrantes. En revanche même si une nouvelles fois toutes les valeurs des autres courbes sont incluses dans l'incertitude autour de l'essais refroidit à -1°C/s , seule l'essais à -0.3°C/s semble se distinguer des deux autres. A partir de 615°C , le CDT est perturbé brusquement et perd son comportement constant pour adopter un comportement linéaire. Cette perturbation est certainement causée par le début de l'apparition d'une nouvelle phase.

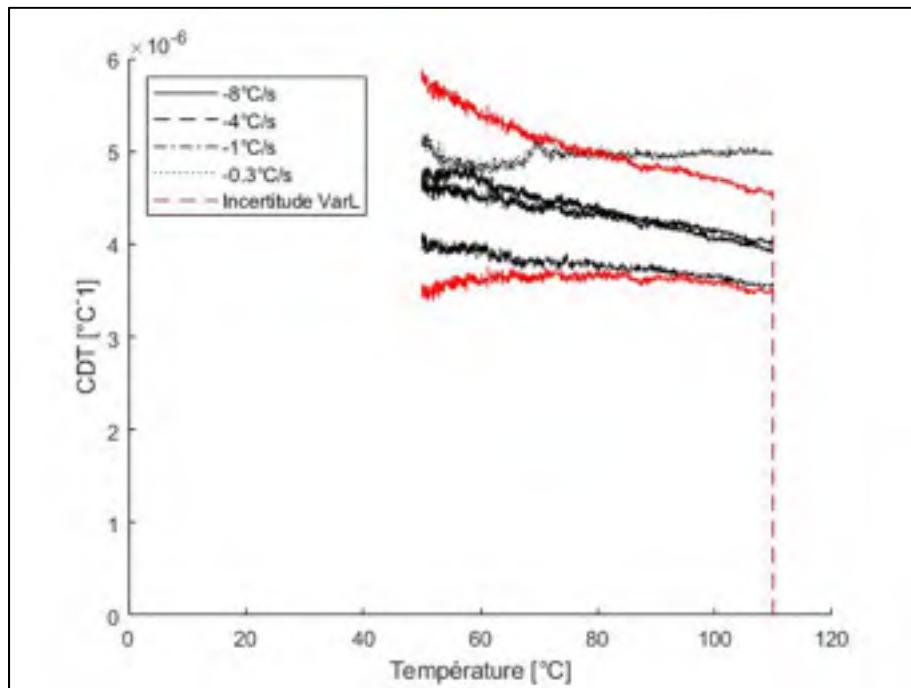


Figure 3.25 Résultats du CDT au refroidissement pour la martensite avec plusieurs vitesses différentes

Finalement pour la phase de martensite, on utilise encore une fois les mêmes vitesses de refroidissement que pour la variation de longueur. On sélectionne donc : -8°C/s, -4°C/s, -1°C/s et -0.3°C/s. Ils ont cette même vitesse de refroidissement depuis 875°C. Les résultats sont illustrés en figure 3.25.

Les essais réalisés aux vitesses -8°C/s, -4°C/s et -1°C/s sont sensiblement similaires : une évolution linéaire faible et leurs valeurs sont incluses dans la même incertitude du CDT. En revanche pour l'essai réalisé à la vitesse de -0.3°C/s on observe une pente quasi-nulle et certaines valeurs ne sont plus à l'intérieur de l'incertitude, la supposée bainite formée précédemment semble avoir un impact sur le CDT de la martensite.

Pour conclure sur ces observations, la majorité des variations sont incluses dans des incertitudes liées au calcul et aux mesures réalisées, il est donc difficile de soutenir une quelconque influence de β . En revanche, il est possible d'affirmer que le refroidissement à un taux constant de -0.3°C/s a un réel impact sur le matériau et sa microstructure, on l'observe pour le CDT tout aussi bien que pour l'allongement ΔL . On soupçonne donc l'apparition d'une nouvelle phase (certainement bainitique) qui se ferait aux alentours de 615°C. De plus la vitesse de chauffage a également une influence sur la pente du CDT et donc sur l'accélération de l'allongement du matériau.

3.3.4.4 Modélisation surfacique des résultats du coefficient de dilatation thermique α en fonction de la température T et de la vitesse de chauffage/refroidissement β

En utilisant les mêmes méthodes qu'à la partie 3.3.3.4, il est possible d'obtenir rapidement les meilleurs modèles de β pour la modélisation surfacique de α . Il suffit de réduire d'un ordre 1 les modèles polynomiaux utilisés pour la modélisation de β pour ΔL .

Tableau 3.9 Modèles de β pour lesquels la représentation surfacique de α est acceptable

Nul	Constant	Polynôme ordre 1
$CDT_{Martensite}$	$CDT_{Initial}$	$CDT_{Austénite}$

Néanmoins, la variation en fonction des taux de refroidissement et de chauffage est une fois encore incluse dans les incertitudes du CDT. Puisque c'est le cas pour toutes les phases on peut affirmer que les équations surfaciques ne sont pas significatives.

A titre informatif seulement, on représente la surface du CDT pour la phase de l'austénite selon les modèles choisis.

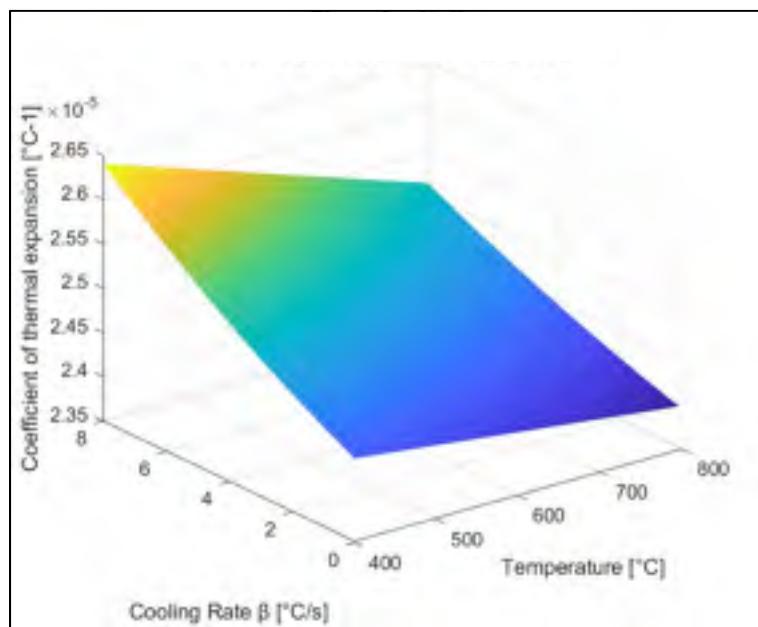


Figure 3.26 Représentation de la surface du CDT de l'austénite pour laquelle β est modélisé par un polynôme d'ordre 1

3.3.4.5 Équation du coefficient de dilatation thermique pour l'intégration à un logiciel de simulation

Cette partie est à nouveau essentiellement consacrée à l'industriel car ce sont ces résultats qui sont les plus intéressants. De la même façon que dans la partie 3.3.3.5, seront présentées les équations optimales du CDT en fonction de la température uniquement en négligeant l'influence des vitesses de chauffage et de refroidissement, ainsi que les versions simplifiées, en fonction de la température. Puisque l'on néglige l'influence de β , on produit une modélisation de l'équation moyenne des 30 équations. Un écart-type moyen est donné pour quantifier l'incertitude de ces équations. Les coefficients de corrélation et RMS de chaque modèle aux tableaux 3.8 et 3.9.

$$\alpha(T) = a_1 \cdot T^3 + a_2 \cdot T^2 + a_3 \cdot T + a_4 \text{ } (\text{ } ^\circ\text{C}^{-1}) \quad (3.25)$$

On obtient ainsi le CDT optimal en fonction de la phase avec les coefficients moyens suivants.

Tableau 3.10 Coefficients en fonction de la phase pour l'équation du CDT optimale de l'équation 3.25, unité : $\text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (case noire signifie nul)

Coefficients	a_1	a_2	a_3	a_4
Moyenne coef. Phase Initiale	2,24E-15	-1,98E-12	3,40E-09	1,28E-05
Écart-type moyen coef. Phase Initiale	6,32E-15 (282%)	9,46E-12 (478%)	5,11E-09 (150%)	1,03E-06 (8%)
Moyenne coef. Austénite			-1,69E-09	2,52E-05
Écart-type moyen coef. Austénite			3,90E-09 (231%)	4,06E-06 (16%)
Moyenne coef. Martensite			-1,10E-08	6,80E-06
Écart-type moyen coef. Martensite			1,43E-08 (130%)	3,00E-06 (44%)

On observe que l'écart-type σ sur les coefficients est relativement élevé. On évalue donc les coefficients pour l'équation simplifiée du CDT en fonction de la température (tableau 3.12).

Tableau 3.11 Coefficients en fonction de la phase pour l'équation du CDT simplifiée de l'équation 3.25, unité : $^{\circ}\text{C}^{-1}$ (case noire signifie nul)

Coefficients	a_1	a_2	a_3	a_4
Moyenne coef. Phase Initiale			3,44E-09	1,25E-05
Écart-type moyen coef. Phase Initiale			5,47E-10 (16%)	3,78E-07 (3%)
Moyenne coef. Austénite				2,34E-05
Écart-type moyen coef. Austénite				5,53E-07 (2%)
Moyenne coef. Martensite				5,34E-06
Écart-type moyen coef. Martensite				2,40E-06 (45%)

Cette fois-ci, les écart-types sont beaucoup plus acceptables. Le CDT est tracé par phase dans le graphique ci-dessous, en comparant la version optimale à la version simplifiée afin d'observer rapidement l'impact du choix de la version simplifiée.

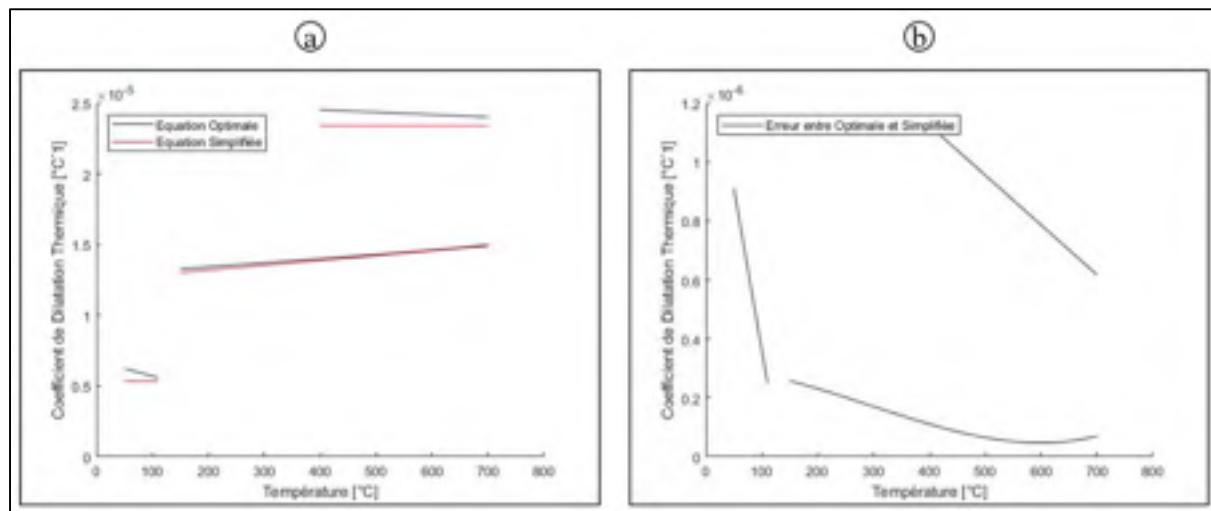


Figure 3.27 (a) Résultat du CDT calculé avec l'équation optimale comparée à la version simplifiée ; (b) Quantification de l'erreur entre les deux

La quantification de l'erreur permet de soutenir l'utilisation de la version simplifiée de l'équation pour le logiciel de simulation pour la phase initiale et l'austénite car l'erreur est inférieure à 5% par rapport à la valeur du CDT. En revanche pour la martensite on a une erreur qui va de 4 à 15%, l'utilisation de la version simplifiée est donc non recommandée mais tout de même acceptable car elle reste incluse dans l'incertitude du CDT. Finalement si le choix est fait de conserver la version optimale pour le CDT de la martensite il faut également la conserver pour la masse volumique de la martensite (ordre 2).

3.4 Comparaison avec les résultats de la simulation numérique

Les modèles qui ont été trouvés expérimentalement doivent désormais être confrontés aux simulations numériques du logiciel JMatPro® et celles de DANTE. Nous allons donc les représenter ensemble dans la limite du possible puis nous quantifierons l'erreur entre l'expérience et les simulations numériques.

3.4.1 Masse volumique et coefficient de dilatation thermique

Pour comparer la masse volumique et le coefficient de dilatation thermique il faut simplement comparer la variation de longueur obtenue expérimentalement avec celle simulée. Nos modèles de variation de longueur ont une corrélation de 99% avec les données brutes d'expérience, le résidu est inférieur à 1% et ils suivent une distribution normale. On peut donc faire le choix d'utiliser les données brutes d'expériences ou les modèles calculés pour comparer avec les simulations numériques sans se soucier de l'impact que cela aura. Pour quantifier l'écart entre simulation et nos résultats nous serons obligés de passer par nos modèles pour faire correspondre chaque valeur à une température donnée.

3.4.1.1 Comparaison de nos modèles de ρ et du CDT avec JMatPro®

Le modèle numérique de la variation de longueur par JMatPro® ne prend pas en compte la phase de chauffage et donc la transformation austénitique. La comparaison avec JMatPro® utilise d'abord les données d'expériences brutes de refroidissement pour être en mesure de

comparer les transformations martensitiques. Nous utiliserons ensuite les modèles pour quantifier cet écart hors transformation de phase. Les simulations pour les mêmes vitesses de refroidissement que le plan d'expérience ont été effectuées.

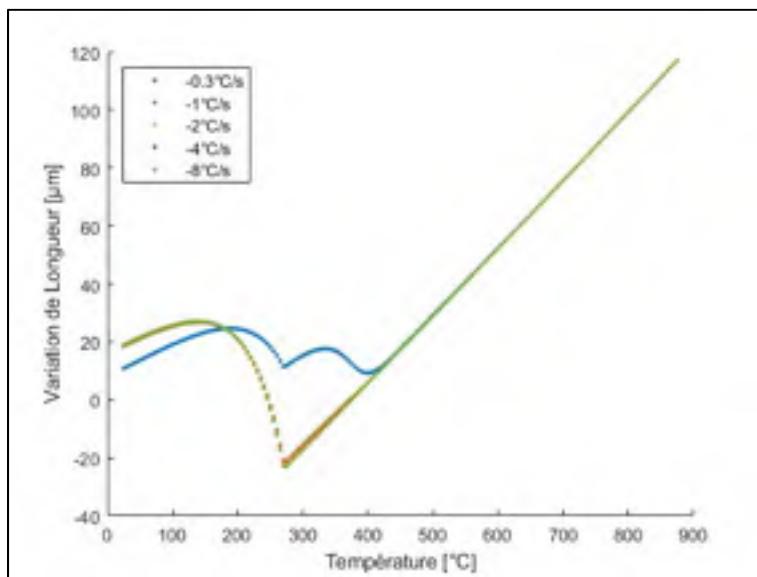


Figure 3.28 Résultats de simulation de la variation de longueur au refroidissement sur JMatPro®

Seule la vitesse à $-0.3^{\circ}\text{C}/\text{s}$ est différente de toutes les autres simulations, notamment à cause du début de transformation bainitique à 450°C .

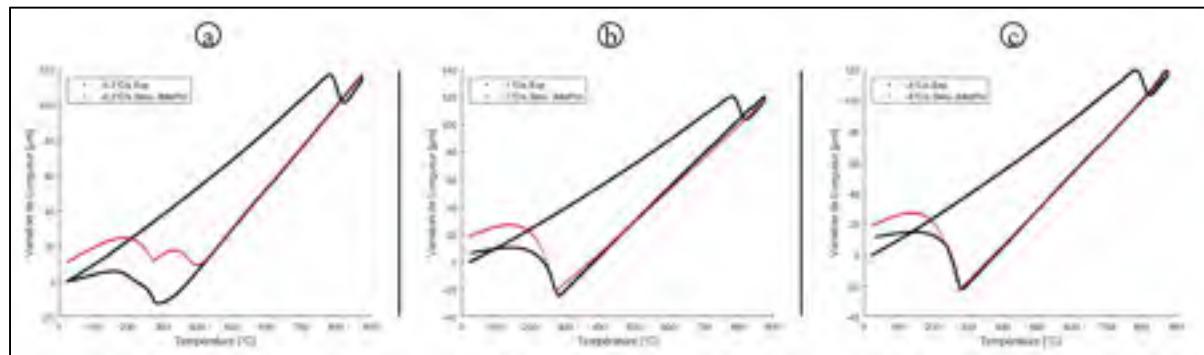


Figure 3.29 Résultats de la variation de longueur simulée sur JMatPro® comparés aux résultats expérimentaux : (a) $-0.3^{\circ}\text{C}/\text{s}$, (b) $-1^{\circ}\text{C}/\text{s}$, (c) $-4^{\circ}\text{C}/\text{s}$

On trace ces simulations en même temps que les données d'expériences. La phase de refroidissement correspond relativement bien pour chaque vitesse de refroidissement. Néanmoins on observe que la transformation martensitique déforme moins le matériau que la simulation laisse paraître. Enfin, expérimentalement le refroidissement à -0.3°C/s n'engage pas de transformation bainitique ou très peu aux alentours de 300°C , tandis qu'elle est très marquée dans la simulation vers 450°C . On utilise les modèles pour quantifier l'erreur entre les deux, ne faisant que confirmer avec des chiffres les observations précédentes.

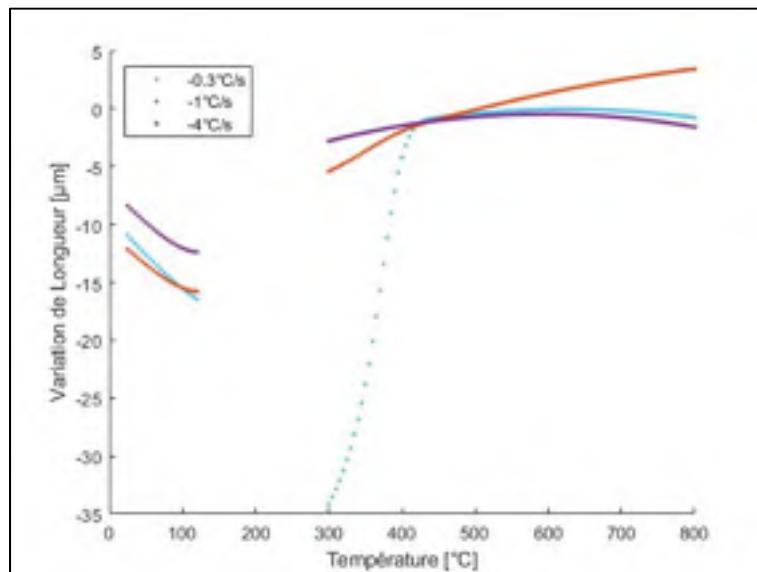


Figure 3.30 Quantification de l'erreur entre la variation de longueur simulée sur JMatPro® et les résultats expérimentaux

3.4.1.2 Comparaison de nos modèles de ρ et du CDT avec DANTE

Les équations de simulation de DANTE sont comparées directement aux modèles calculés à partir des données d'expériences car les simulations ne prennent pas en compte les transformations de phase. De plus les équations de simulations par DANTE n'incluent pas la vitesse de chauffage et de refroidissement. On obtient donc le résultat suivant.

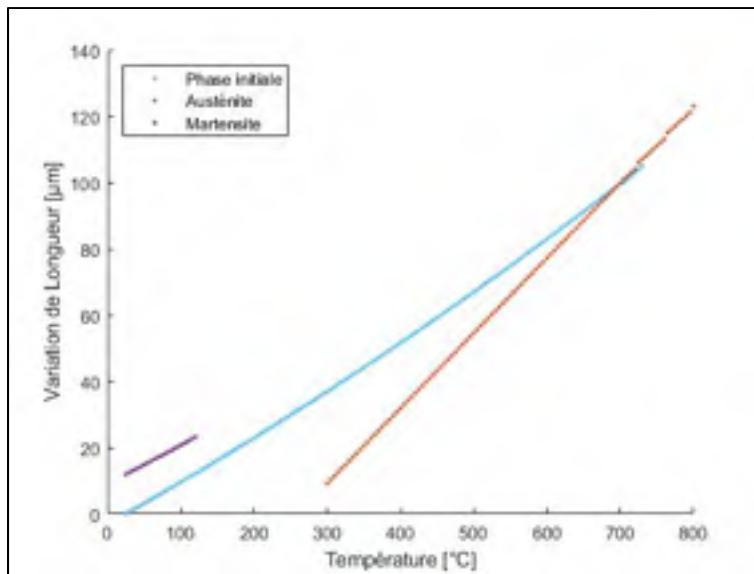


Figure 3.31 Résultats de simulation de la variation de longueur selon DANTE

Cette simulation est comparée par phase avec les différents modèles expérimentaux de plusieurs vitesses de chauffage et refroidissement que nous avons calculé.

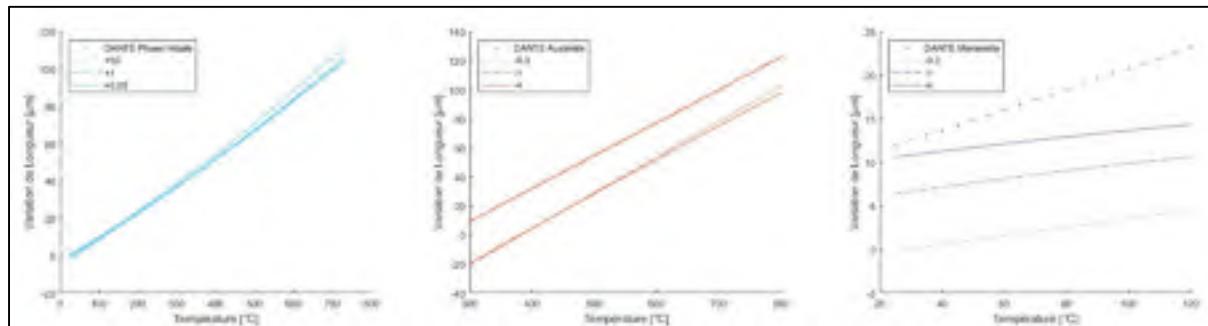


Figure 3.32 Résultats de la variation de longueur simulée selon DANTE comparés aux résultats expérimentaux, de gauche à droite : Phase Initiale, Austénite, Martensite

On finit par quantifier l'erreur entre la variation de longueur simulée selon DANTE et les mêmes modèles expérimentaux utilisés précédemment, toujours par phase.

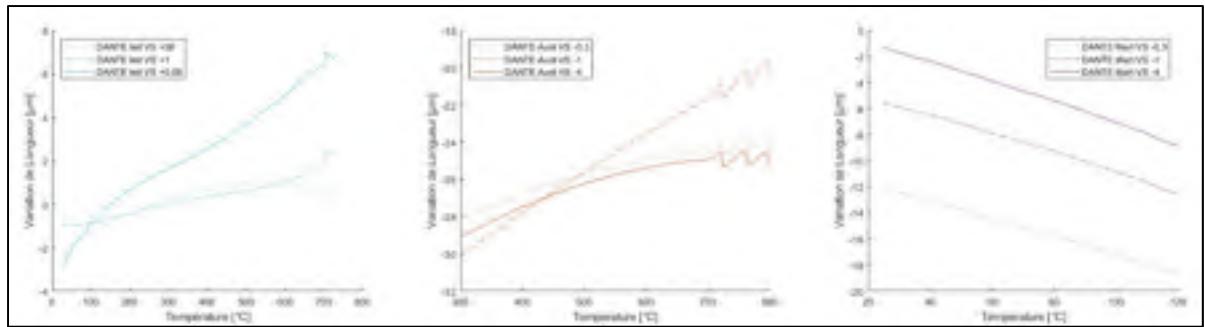


Figure 3.33 Quantification de l'erreur entre la variation de longueur simulée selon DANTE et les résultats expérimentaux, de gauche à droite : Phase Initiale, Austénite, Martensite

Ces graphiques permettent de mesurer le fossé qui sépare les modèles utilisés actuellement pour la simulation de la dilatation et les résultats expérimentaux que nous obtenons. La différence pour la phase initiale n'est pas très grande : 5 à 10%, en revanche pour les autres phases (austénite et martensite) on obtient des valeurs d'erreur très grande, jusqu'à 25% de la variation de longueur, ce qui n'est en aucun cas acceptable.

3.5 Microstructure de l'acier 300M

Cette partie étudie les résultats de microstructure obtenues avec le microscope LEXT. Le but est d'identifier l'impact des différents cycles thermiques de tous les échantillons sur cette microstructure.

3.5.1 Identification des phases en fonction des vitesses de refroidissement

En se basant sur les résultats précédents que l'on a obtenu, il n'est pas nécessaire de comparer les vitesses de refroidissement constantes plus rapide que -2°C/s . Nous confronterons donc les échantillons refroidis à -2°C/s , -1°C/s et -0.3°C/s , les autres microstructures sont disponibles en Annexe V.

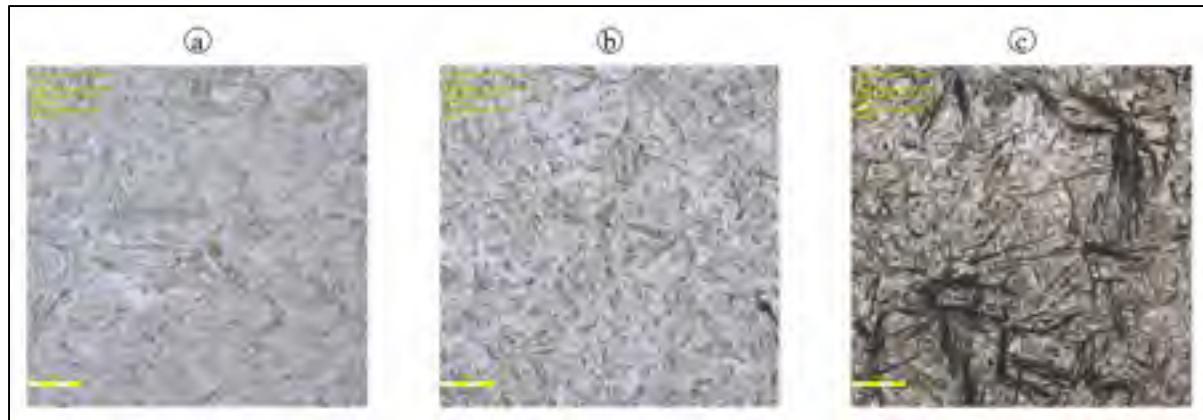


Figure 3.34 Microstructures des échantillons refroidis à vitesse constante : (a) -2°C/s , (b) -1°C/s , (c) -0.3°C/s ; Zoom 100x, taille : $130 \mu\text{m} \times 130 \mu\text{m}$

L’observation visuelle permet de constater l’homogénéité de la microstructure martensitique en (a) et son omniprésence en (b). En revanche la microstructure (c) montre une phase supplémentaire sous forme de latte. Si on se réfère à la littérature de la figure 1.26, il semblerait bien que ces lattes indiquent la présence de bainite (supérieure). En observant en détail, on remarque que l’apparition de ses lattes de bainite commence dès le refroidissement à -1°C/s de façon raisonnable. Les vitesses plus lentes que -0.3°C/s entre 875°C et 300°C sont donc fortement susceptibles de former de la bainite.

3.6 Dureté de l’acier 300M

Des essais de dureté ont été menés pour vérifier la phase qui est obtenue à la fin de chaque cycle thermique. La forme circulaire des échantillons nous a permis de réaliser une topographie de la dureté du matériau et ainsi vérifier l’homogénéité de la phase que l’on trouve.

3.6.1 Calcul des valeurs de dureté à partir des indentations

Le principe de cette partie est de comparer les résultats calculés avec l’équation 2.1 à partir de la mesure des diamètres d’indentations avec la machine de microdureté et ceux avec le microscope LEXT. Pour rappel l’équation de calcul de dureté Vickers est :

$$HV \cong 0.1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (3.26)$$

Sur 33 mesures de moyennes du diamètre des indentations, on obtient une différence de 1.99 mm en moyenne entre la machine de microdureté et le LEXT et les valeurs de cette différence sont réparties de façons normale autour de la moyenne. Toutes les mesures effectuées sur la machine de microdureté seront donc ajustées de 1.99 mm car le LEXT est la méthode la plus précise pour la mesure du diamètre de l'indentation. De plus, nous n'avons malheureusement plus de temps dans ce projet pour effectuer toutes les mesures individuellement sur le LEXT compte tenu de la situation liée au virus COVID-19.

3.6.2 Incertitude sur les valeurs de dureté

La mesure du diamètre de l'indentation pour le calcul de la dureté est soumise à une incertitude de mesure que l'on appellera u_d . Puisque c'est une incertitude reliée à l'instrument de mesure et sa graduation. C'est donc une incertitude de l'indicateur $u^2(i_{k,X_i})$. On obtient conformément à la partie de procédé expérimental du dilatomètre :

$$u_d^2 = \frac{(0.001)^2}{12} \quad (3.27)$$

On peut ainsi exprimer directement l'incertitude composée de la dureté Vickers HV .

$$u_{HV}^2 = \left(\frac{\partial \alpha}{\partial d} \right)^2 \cdot u_d^2 \quad (3.28)$$

$$u_{HV}^2 = \left(-\frac{2 \cdot (0.1891 \cdot \frac{9.81 \cdot Charge}{1000})}{d^3} \right)^2 \cdot u_d^2 \quad (3.29)$$

La valeur de cette incertitude est très petite devant la valeur de la dureté Vickers à cause de la précision donnée par le LEXT. Dans la suite de l'étude, les résultats seront donc représentés sans incertitude.

3.6.3 Représentation topographique des résultats

À partir d'un code MATLAB® récupéré en open source et présent dans la bibliographie (Cheynet, E.), nous avons réalisé la topographie des résultats de microdureté. La présentation des résultats et l'analyse de ceux-ci sont présentés dans cette partie.

3.6.3.1 Extension de la matrice de résultats par régression linéaire

Initialement, comme présenté dans la partie des méthodes expérimentales, il y a 52 indentations qui sont réalisées par échantillons. Une topographie composée de seulement 52 indentations est pratiquement illisible. La figure 3.35 illustre les résultats bruts.

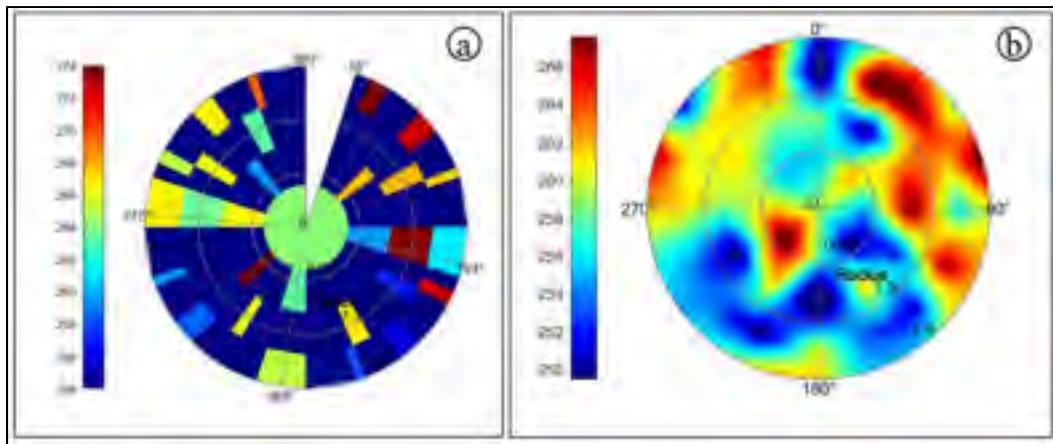


Figure 3.35 Résultats de dureté topographiques bruts : (a) 52 valeurs de dureté,
(b) 7839 valeurs de dureté

Chaque carré de couleur représente une valeur de dureté. Pour alléger la lecture et obtenir une topographie avec des transitions entre chaque valeur on agrandit la matrice de résultats en passant de 40×5 comprenant seulement 52 valeurs (il n'y a pas une valeur pour chaque angle

à tous les rayons) à une matrice 200x39 comprenant 7839 valeurs. Cette extension de matrice est rendue possible en calculant la régression linéaire entre chaque point de la matrice d'origine. On obtient finalement la topographie correspondante à la figure 3.35 (b).

3.6.3.2 Influence de l'épaisseur de l'échantillon sur la dureté de l'acier 300M

On étudie l'influence de l'épaisseur de l'échantillon en analysant la moyenne des mesures pour chaque rayon. Puisqu'on étudie 11 échantillons sensiblement pareils, on fait la moyenne sur tous les échantillons puis on trace un graphique pour observer la moyenne de dureté en fonction du rayon.

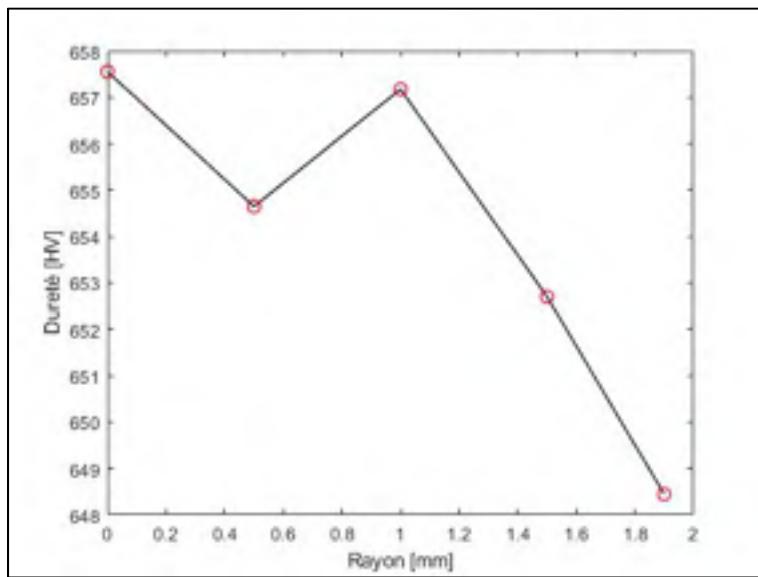


Figure 3.36 Évolution moyenne de la dureté HV en fonction du rayon de l'échantillon

Il semblerait que la dureté diminue lorsque l'on s'approche de la surface de l'échantillon. Ce résultat est étonnant car pour une trempe les surfaces sont les zones les plus dures (elles refroidissent le plus rapidement car elles sont en contact directes avec le milieu de trempe). Les expériences dans le dilatomètre sont censées reproduire ces mêmes conditions puisque le gaz est projeté directement sur la surface du cylindre. Néanmoins, la variation de la dureté sur l'axe des ordonnées est extrêmement faible et peut être considérée comme non significative.

3.6.3.3 Influence de la vitesse de refroidissement sur la dureté de l'acier 300M

La vitesse de refroidissement entre 875°C et 25°C a une influence très certaine sur les phases de l'acier : austénite, bainite, martensite, austénite résiduelle. La dureté permet d'apporter plus de clarté sur la phase obtenue car chacune de ces phases possède des duretés bien différentes que l'on devrait pouvoir retrouver facilement. Dans la figure ci-dessous sont représentés trois résultats topographiques, l'ensemble des résultats est disponible en Annexe VI.

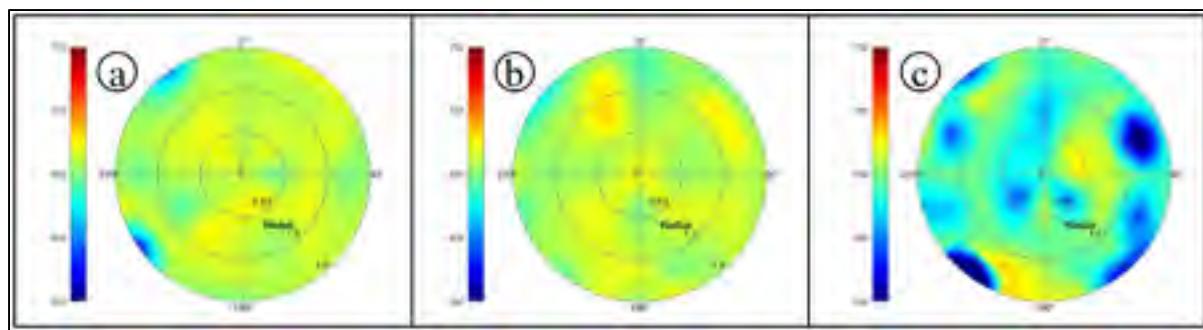


Figure 3.37 Résultats de dureté de l'acier 300M sur la même échelle : (a) Traité à -2°C/s ; (b) Traité à -1°C/s ; (c) Traité à -0.3°C/s

Une première observation visuelle permet de voir facilement que la vitesse de refroidissement a un effet sur la dureté, plus on refroidit lentement et plus le matériau est mou. L'analyse suivante a permis de quantifier cette influence à la figure 3.38. La valeur de dureté diminue donc bien avec la vitesse de refroidissement, néanmoins on remarque également que l'écart-type entre les valeurs augmente pour des refroidissements lents. Cette augmentation est le signe que l'homogénéité dans la martensite est perturbée dans les faibles vitesses, très certainement causée par l'apparition de bainite.

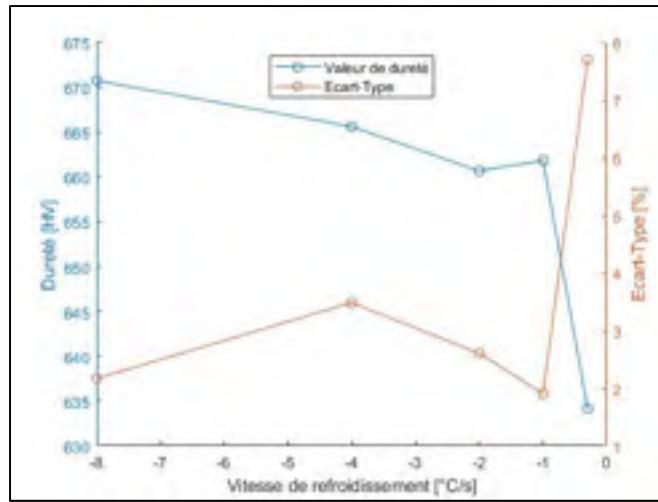


Figure 3.38 Évolution de la valeur de dureté et de l'écart-type entre les valeurs en fonction de la vitesse de refroidissement de 875°C à 25°C

Maintenant que nous savons que la vitesse de refroidissement entre les températures 875°C et 300°C a une influence certaine sur la dureté, voyons si la vitesse entre 300°C et 120°C a également un impact pour une même vitesse entre 875°C et 300°C.

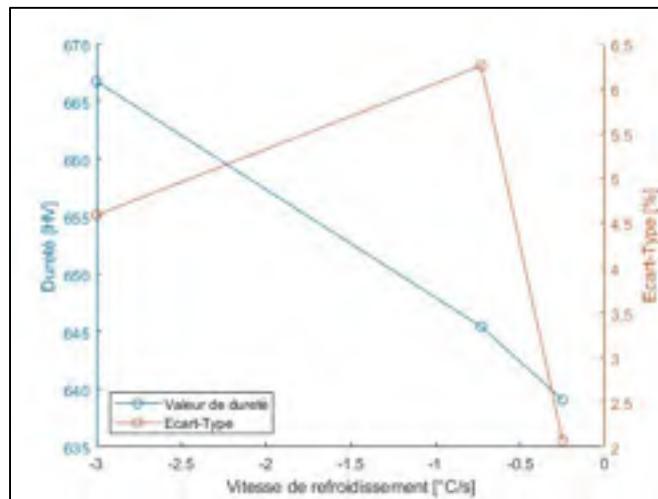


Figure 3.39 Évolution de la valeur de dureté et de l'écart-type entre les valeurs en fonction de la vitesse de refroidissement de 300°C à 120°C après un refroidissement identique à -5.16°C/s entre 875 et 300°C

Les résultats nous indiquent une fois de plus que la vitesse de refroidissement a une influence sur la dureté, plus on refroidit lentement et plus le matériau est mou. En revanche l'écart-type semble meilleur pour une vitesse lente, indiquant que l'homogénéité de la phase du matériau n'est cette fois pas impactée. Cela confirme ainsi une fois encore que ce qui impacte si fortement le refroidissement à -0.3°C/s est l'apparition d'une nouvelle phase avant 300°C .

Pour finir, la vitesse de chauffage n'a pas l'air d'avoir une influence sur la valeur globale de la dureté, en revanche elle pourrait avoir une influence sur l'écart-type et donc l'homogénéité. Un échantillon qui a chauffé plus longtemps semble obtenir une microstructure plus homogène.

3.6.3.4 Identification des valeurs remarquables de duretés

Les résultats nous ont permis d'identifier trois valeurs remarquables de dureté qui reviennent souvent. Ces trois valeurs correspondent à la martensite, la bainite, et très certainement de l'austénite résiduelle. Dans le graphique ci-dessous, on trace la fréquence d'apparition des valeurs en excluant l'échantillon non traité thermiquement.

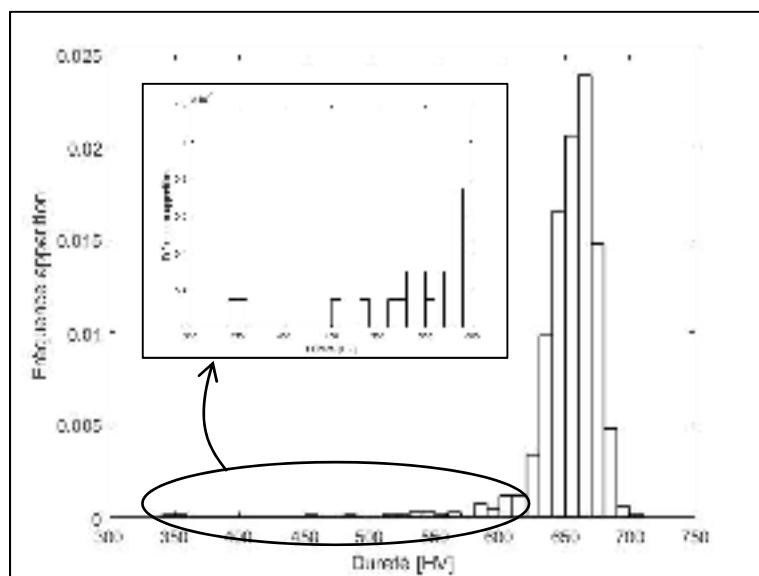


Figure 3.40 Fréquence d'apparition des valeurs de duretés.
Bis : Zoom pour les valeurs entre 300 et 600 HV

Bien entendu, les résultats de duretés dominant autour de 660 HV puisque l'on s'attend à observer de la martensite pour la grande majorité des cas. Néanmoins, on observe deux autres groupes de valeurs, bien plus petits, mais qui se révèlent une fois les valeurs au-delà de 600 HV retirées. Finalement on retrouve bien par rapport à la littérature :

- La martensite : autour de 660 HV.
- La martensite + bainite : autour de 540 HV.
- L'austénite résiduelle / bainite / carbures : autour de 350 HV.

3.6.3.5 Limite de la représentation topographique

Cette représentation graphique est un excellent moyen visuel pour repérer l'influence de la température sur les phases obtenues par le biais de leur dureté. En revanche elle ne reflète pas la pure réalité. La régression linéaire qui a été calculée entre chaque valeur de dureté parcourt une large amplitude du rayon et de l'angle, pourtant certaines valeurs de duretés sont locales. Pour les valeurs très faibles de dureté que l'on est capable d'observer, elles se limitent dans la réalité à de simples points et ne s'étalent pas sur plusieurs centaines de millimètres. Pour prouver cette limite expérimentale, nous avons réalisés des indentations autour de ces points « aberrants », à quelques μm en s'assurant de conserver une distance confortable entre chaque pour ne pas fausser l'indentation. Il s'avère que les valeurs autour sont conformes à la moyenne et confirment que les valeurs de dureté très basse devraient être de simples points sur les graphiques ou bien être assimilées à des valeurs aberrantes.

3.6.4 Corrélation avec les microstructures

Les échantillons ont tous été marqués de repères pour les faire correspondre entre la microstructure et la topographie afin d'apporter plus de crédibilité aux résultats et montrer leur corrélation. Ci-dessous un exemple de superposition sur l'échantillon refroidis à -0.3°C/s constant entre 875°C et 25°C .

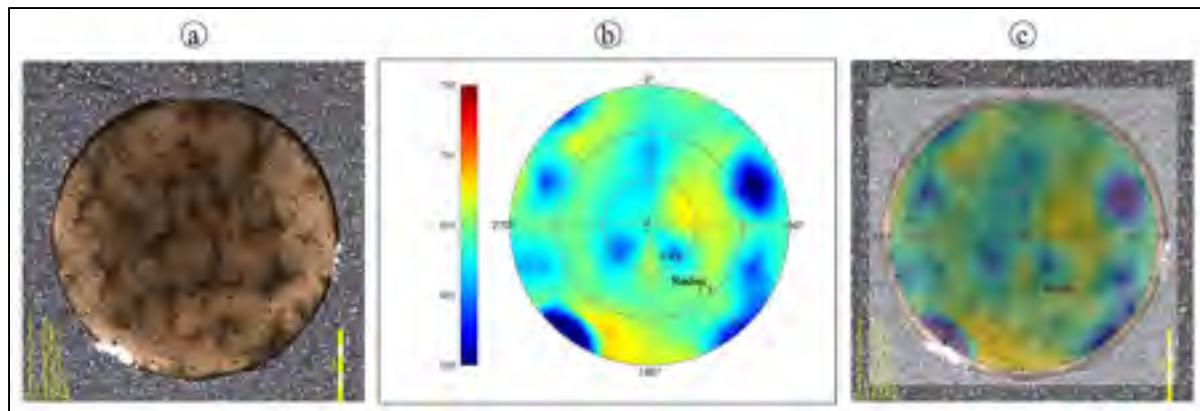


Figure 3.41 Superposition de la microstructure et de la topographie de l'échantillon refroidit à -0.3°C/s constant : (a) Microstructure, (b) Topographie, (c) Superposition

La superposition des deux permet de voir que les zones de dureté différentes correspondent relativement bien avec les zones remarquables de la microstructure. Avec beaucoup plus d'indentations il serait possible de faire une cartographie quasi-parfaite de chaque échantillon.

3.7 Conclusion partielle

Cette partie de résultats et discussion a développé et validé les modèles de la variation de longueur et du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température. La méthode de calcul à partir des données brutes a été expliquée en détail pour comprendre chaque étape menant à ces équations. En revanche, l'influence de la vitesse de chauffage et de refroidissement a été écartée par l'incertitude de mesure et de calcul.

De plus, les modèles une fois déterminés, nous les avons confrontés à la littérature pour mettre en évidence et quantifier l'écart qu'il existe actuellement, et justifier par la même occasion l'importance de ce travail sur l'acier 300M.

La caractérisation de l'acier 300M en fonction de la vitesse de refroidissement a tout de même été menée, notamment l'identification de la phase initiale, par le biais de microstructure et mesures de dureté. Les résultats ont permis de conclure qu'une phase, certainement la bainite, apparaît pour une vitesse constante de refroidissement inférieure ou égale à -0.3°C/s .

CONCLUSION

Cette étude a permis de faire le lien entre les propriétés thermique de l'acier 300M en fonction de la température et de la vitesse de refroidissement qui sont deux paramètres du procédé de trempe. Les modèles ainsi développés viennent compléter la littérature qui se voyait privée jusqu'à maintenant de donnée expérimentale sur cette famille d'acier et utilise des modèles composés d'autres familles. L'allongement de l'acier, le flux de chaleur et la masse ont été déterminés expérimentalement en fonction de plusieurs cycles thermiques différents avant d'être analysés pour calculer les différentes propriétés physiques.

Deux modèles de la densité ont été développés en fonction de la température à partir de polynôme allant de l'ordre 1 à 4 : un étant le plus fidèle possible aux données expérimentales pour l'analyse détaillée et un simplifié pour être utilisé dans le logiciel de simulation.

De façon très similaire, deux modèles ont été développés pour le coefficient de dilatation thermique en fonction de la température : un fidèle et un simplifié. On remarque qu'au même titre que la densité, l'influence de la vitesse de refroidissement a été écartée pour l'équation. Bien qu'elle soit visible, elle n'est pas significative par rapport aux incertitudes que nous avons formulé.

Finalement une discussion a été menée par rapport à la caractérisation de l'acier en fonction de la vitesse de chauffage et de refroidissement qu'il a subi lors du cycle thermique. Les microstructures et les résultats de dureté ont permis d'identifier une vitesse critique de trempe avant l'apparition de bainite.

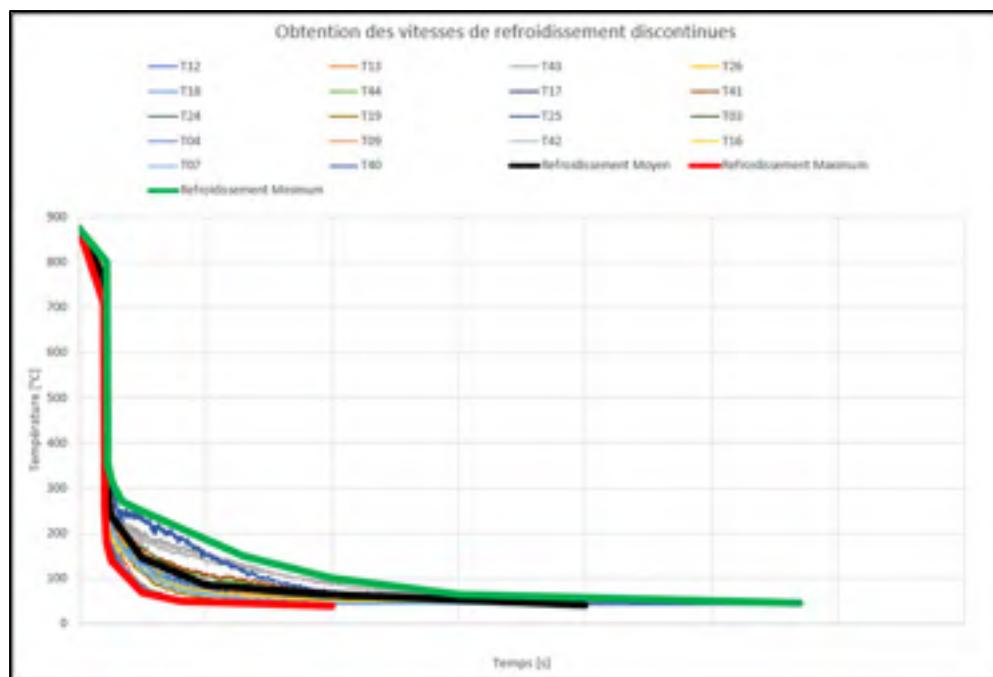
RECOMMANDATIONS

Les recommandations suivantes sont formulées afin de continuer ce travail sur les propriétés thermomécaniques de l'acier 300M.

- Comme décrit précédemment, la détermination de la diffusivité thermique et donc à fortiori de la conductivité thermique a été la plus impacté dans ce projet. Il faut encore prétraité thermiquement certains échantillons et réaliser des essais avec un flash laser pour obtenir les données expérimentales sur la diffusivité thermique. Un traitement par calcul sera nécessaire afin d'obtenir ultimement la conductivité thermique. Tout le procédé expérimental est tout de même décrit à la section 2.4.4. de ce mémoire.
- Les modèles de la densité trouvés souffrent du manque de transition entre chaque phase, le développement d'une loi de mélange pour les lier serait optimal.
- Le refroidissement continu le plus lent qui a été utilisé est $-0,3^{\circ}\text{C/s}$. Des essais encore plus lents pourraient être intéressants à mener afin de déterminer si l'apparition de bainite se fait bien à la température prévue. On peut également associer l'étude du taux de martensite formé en fonction de la vitesse de refroidissement afin de former un diagramme TRC complet.
- Une étude plus appliquée de la taille des grains pourrait être intéressante pour observer l'influence de la vitesse de chauffage.
- Finalement, bien que le défi technique que cela impose soit très complexe, le développement d'un analyseur thermique et d'un flash laser permettant des vitesses de refroidissements plus importantes serait très intéressant. La littérature des matériaux dans le cadre d'une trempe est relativement pauvre à ce sujet aujourd'hui à cause de la limitation technique des appareils de mesure.

ANNEXE I

Coordonnées et pentes par section de chaque courbe de refroidissement, expériences réalisées par SAFRAN LS



Refroidissement Minimum			Refroidissement Moyenne			Refroidissement Maximum		
Time	Temp	Pente	Time	Temp	Pente	Time	Temp	Pente
0	875		0	875		0	875	
109	800	-0,688	103	760	-1,117	98	710	-1,684
111	400	-200	104,5	430	-220	100	325	-192,5
111,5	380	-40	105	390	-80	103	260	-21,667
114	350	-12	107,5	320	-28	110	180	-11,429
130	310	-2,5	123,5	240	-5	126	140	-2,5
170	270	-1	250	145	-0,751	250	70	-0,565
250	250	-0,25	500	87	-0,232	400	50	-0,133
650	150	-0,25	1000	65	-0,044	1000	40	-0,017
1000	100	-0,143	2000	42	-0,023			
1500	65	-0,07						
2850	45	-0,0148						

ANNEXE II

Valeurs des paramètres de validation des modèles de la variation de longueur pour tous les échantillons et chaque phase

Les valeurs non acceptables sont automatiquement surlignées en rouge.

Martensite

ANNEXE III

Coefficients des modèles trouvés pour chaque itérations et chaque phase

En utilisant les modèles dit « optimaux » pour chaque phase, on trouve les coefficients associés aux modèles polynomiaux pour chacun des essais effectués.

Initial							Austenite						
DeltaL=a1*T^4+a2*T^3+a3*T^2+a4*T+a5							DeltaL=a1*T^2+a2*T+a3						
Nombre	Seul	a1	a2	a3	a4	a5	Nombre	Seul	a1	a2	a3		
1	5,418	5,27E-13	-4,28E-07	9,13E-05	1,19E-01	-1,18E+03	3	-4	-2,35E-05	2,60E-01	-9,55E+01		
2	5,418	4,67E-13	6,47E-08	8,89E-05	1,12E-01	-1,28E+03	3	-4	-2,25E-05	2,63E-01	-9,68E+01		
3	5,418	7,20E-13	-1,02E-07	7,98E-05	1,13E-01	-1,18E+03	3	-4	-1,41E-05	2,31E-01	-9,42E+01		
4	5,418	7,29E-13	1,04E-07	8,43E-05	1,18E-01	-1,18E+03	4	-4	-1,85E-05	2,38E-01	9,42E+01		
5	5,418	-1,28E-13	1,78E-07	-5,93E-05	1,08E-01	-1,08E+03	5	-4	-1,33E-05	2,35E-01	-1,02E+02		
6	5,418	7,19E-13	-6,94E-08	3,58E-05	1,15E-01	-1,15E+03	6	-4	-2,62E-05	2,43E-01	-9,51E+01		
7	5,418	6,88E-13	-6,89E-08	2,42E-05	1,08E-01	-1,15E+03	7	-4	-2,62E-05	2,43E-01	-9,51E+01		
8	5,418	6,18E-13	-1,26E-07	1,37E-04	1,11E-01	-1,18E+03	8	-4	2,58E-05	2,38E-01	-8,87E+01		
9	5,418	6,18E-13	-1,26E-07	1,37E-04	1,11E-01	-1,18E+03	9	-1	-6,94E-06	2,37E-01	-9,38E+01		
10	5,418	6,18E-13	-1,18E-07	8,44E-05	1,13E-01	-1,18E+03	10	-1	-6,12E-06	2,32E-01	-9,38E+01		
11	5,418	4,28E-13	-4,18E-08	2,18E-05	1,12E-01	-1,18E+03	11	-1	1,88E-06	2,49E-01	-9,32E+01		
12	5,418	5,11E-13	-6,72E-08	3,37E-05	1,17E-01	-1,17E+03	12	-1	-3,34E-06	2,44E-01	-9,44E+01		
13	5,418	7,03E-13	-1,19E-07	8,68E-05	1,18E-01	-1,18E+03	13	5,18	1,15E-05	3,38E-01	-8,87E+01		
14	5,418	2,21E-13	9,61E-08	5,48E-05	1,12E-01	-1,18E+03	14	5,18	5,25E-06	2,29E-01	-8,88E+01		
15	5,418	5,07E-13	-1,25E-07	3,21E-05	1,11E-01	-1,18E+03	15	5,18	-4,78E-06	2,13E-01	-8,78E+01		
16	5,418	1,02E-13	1,26E-07	1,23E-05	1,23E-01	-1,18E+03	16	5,18	2,04E-06	2,32E-01	-8,58E+01		
17	5,418	1,40E-13	1,46E-07	2,14E-05	1,46E-01	-1,18E+03	17	5,18	7,42E-06	2,44E-01	-8,68E+01		
18	5,418	2,17E-13	-4,03E-08	8,39E-05	1,27E-01	-1,17E+03	18	-2,28	1,38E-06	2,34E-01	-9,12E+01		
19	5,418	5,09E-13	-1,00E-08	5,33E-05	1,28E-01	-1,18E+03	19	-2,28	-1,78E-06	4,23E-01	-1,13E+02		
20	5,418	1,03E-12	2,07E-07	-4,39E-05	1,46E-01	-1,18E+03	20	5,18	2,88E-05	2,48E-01	-8,99E+01		
21	5,418	7,04E-13	3,01E-07	-4,25E-05	1,46E-01	-1,18E+03	21	-4	-4,52E-06	2,43E-01	-9,75E+01		
22	5,418	9,03E-13	6,11E-08	2,26E-05	1,17E-01	-1,18E+03	22	-2	-1,48E-05	2,34E-01	-9,88E+01		
23	5,418	7,20E-12	2,45E-08	4,75E-05	1,17E-01	-1,17E+03	23	-4	-7,23E-06	2,43E-01	-9,73E+01		
24	5,418	-1,02E-12	6,31E-08	-1,03E-05	1,46E-01	-1,17E+03	24	-24	-1,12E-06	2,44E-01	-1,13E+02		
25	5,418	-4,08E-13	4,57E-08	-4,15E-05	1,46E-01	-1,17E+03	25	-4	-1,27E-05	2,43E-01	-9,82E+01		
26	5,418	1	7,04E-13	9,31E-08	3,19E-05	1,41E-01	-1,18E+03	26	-4	-6,88E-06	2,44E-01	-9,12E+01	
27	5,418	-1,26E-12	2,26E-08	7,38E-05	1,46E-01	-1,17E+03	27	4	7,47E-06	2,38E-01	-1,07E+02		
28	5,418	-6,18E-13	1,08E-07	5,44E-05	1,54E-01	-1,18E+03	28	-4	-1,08E-05	2,45E-01	-9,88E+01		
29	5,418	-6,18E-13	1,08E-07	5,44E-05	1,54E-01	-1,18E+03	29	-4	-1,08E-05	2,45E-01	-9,88E+01		
30	5,418	-6,18E-13	1,08E-07	5,44E-05	1,54E-01	-1,18E+03	30	-4	-1,08E-05	2,45E-01	-9,88E+01		

Martensite				
DeltaL=a1*T^2+a2*T+a3				
Number	Step	a1	a2	a3
1	-1	-1.07E-04	5.34E-03	9.40E+00
2	-1	-7.14E-05	4.61E-02	5.30E+01
3	-1	0.61E-03	5.33E-02	8.48E+00
4	-1	-6.41E-05	4.64E-02	9.42E+00
5	-1	-2.40E-04	8.63E-02	-2.75E+00
6	-2.1	1.51E-05	4.67E-02	-1.18E+00
7	-2.1	1.86E-05	4.67E-02	-1.12E+00
8	-1	-1.02E-04	5.34E-02	4.81E+00
9	-1	-7.96E-05	5.34E-02	5.13E+00
10	-2	2.85E-04	8.33E-02	8.70E+00
11	-2	-2.57E-04	8.12E-02	5.39E+00
12	-2	-4.51E-05	8.40E-02	2.49E+00
13	-2.1	8.38E-05	8.13E-02	4.65E+00
14	-0.6	1.69E-04	5.23E-02	-3.53E+00
15	0.05	-8.64E-05	5.11E-02	-3.39E+00
16	-0.04	-4.07E-04	5.27E-02	-7.19E+00
17	-0.04	-5.79E-04	5.47E-02	-3.79E+00
18	0.02	3.41E-04	5.73E-02	8.42E+00
19	-0.05	-6.67E-05	5.30E-02	4.37E+00
20	-0	-1.33E-04	5.24E-02	2.23E+00
21	-2	-2.27E-04	5.04E-02	2.55E+00
22	-2	-2.50E-04	6.00E-02	7.59E+00
23	-0.05	-2.27E-04	7.27E-02	9.37E-01
24	-0.05	-4.10E-04	5.18E-02	8.42E+00
25	-1	3.19E-04	5.29E-02	8.87E+00
26	-1	1.37E-04	5.55E-02	-6.79E+01
27	-1	-2.00E-05	5.54E-02	6.70E+00

ANNEXE IV

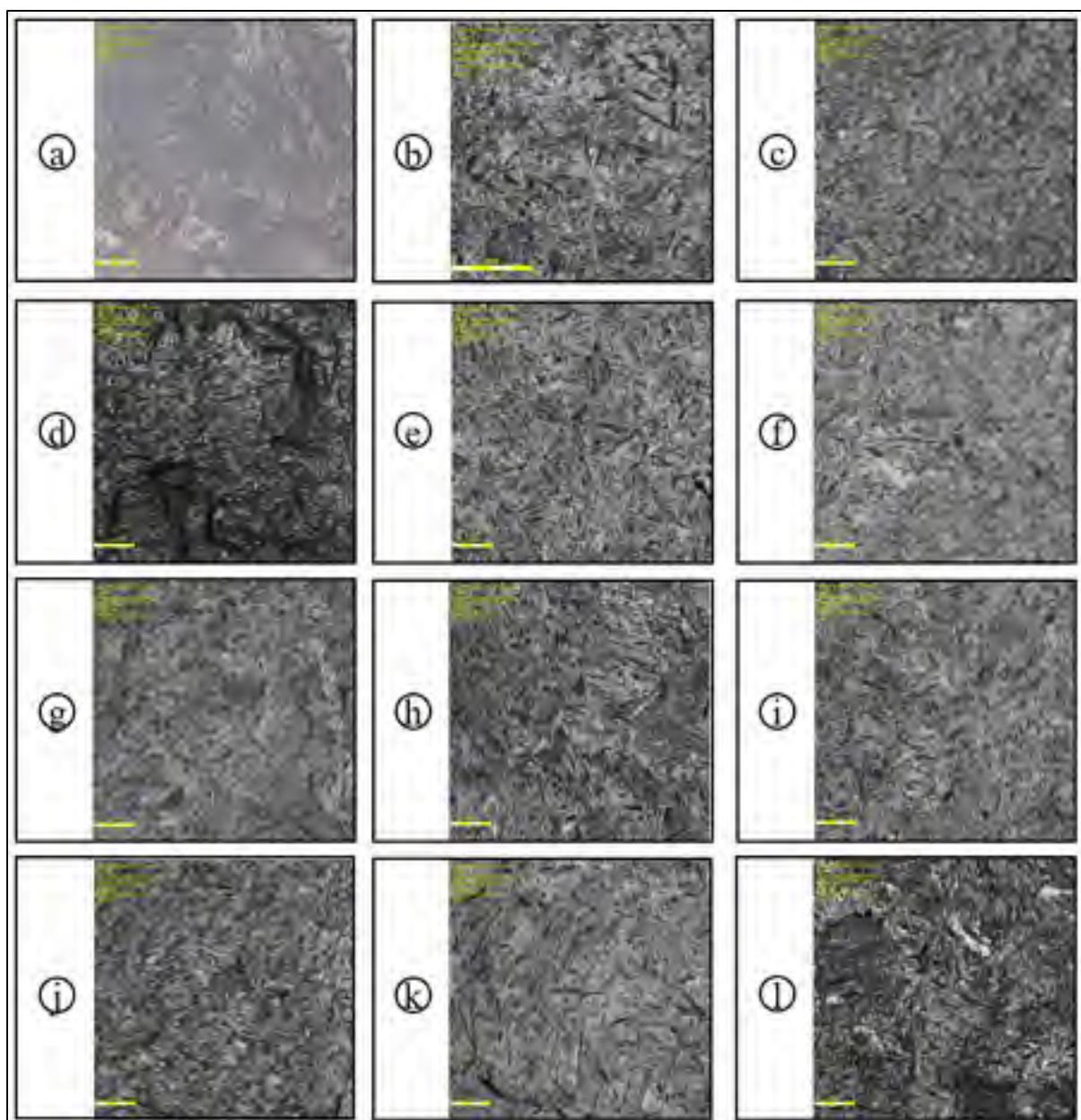
Valeurs des paramètres de validation des modèles du coefficient de dilatation thermique pour tous les échantillons et chaque phase

Les valeurs non acceptables sont automatiquement surlignées en rouge.

ANNEXE V

Micrographies de l'acier 300M en fonction des vitesses de refroidissement

Les micrographies sont identifiées par des lettres. On retrouve la correspondance de leur cycle thermique dans le tableau suivant. Tous les grossissements sont fixés à 100 fois, sauf pour le (a) fixé à 20 fois.

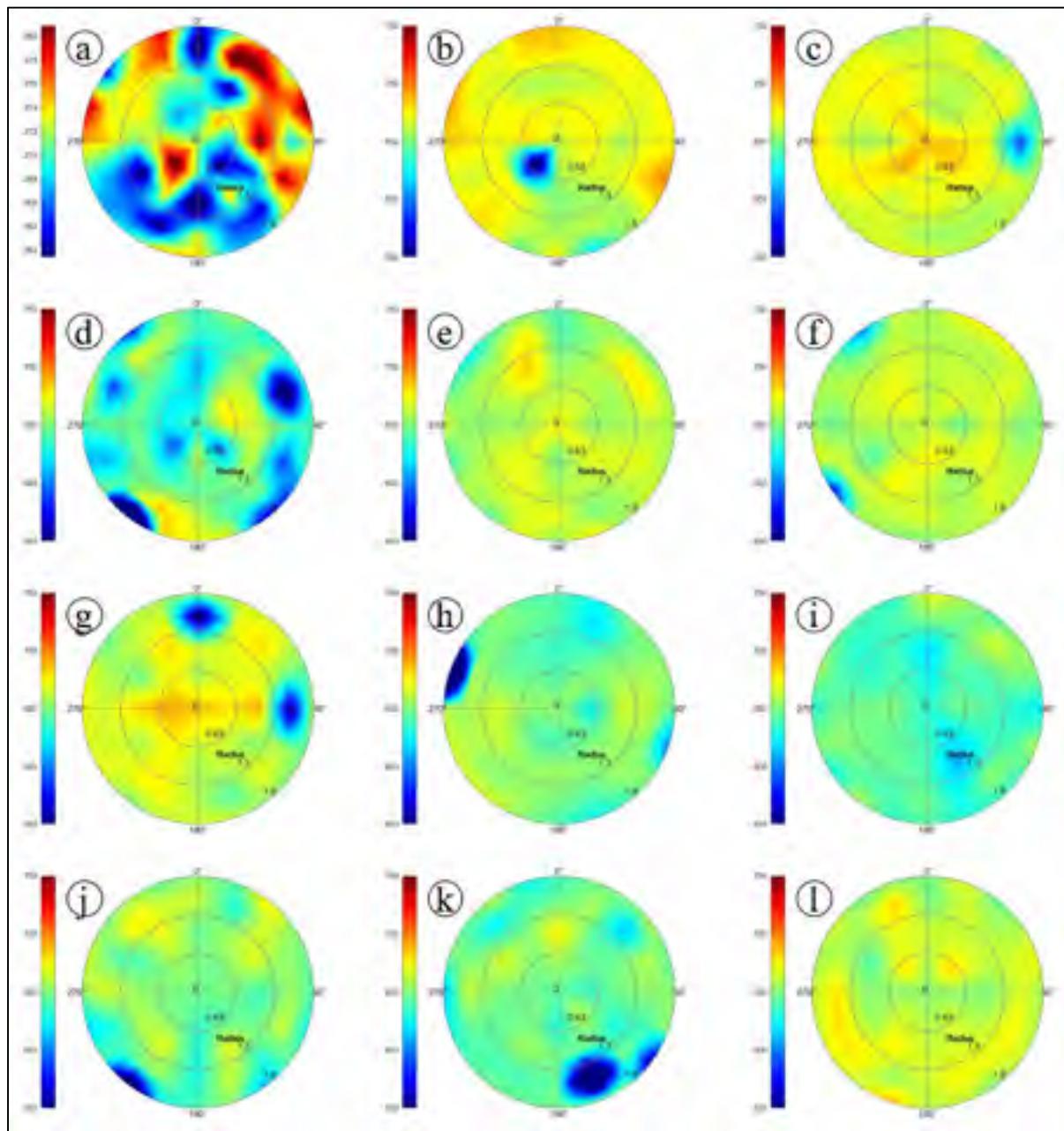


ID	Chauffage (°C/s) [25°C 875°C]	Refroidissement (°C/s) [875°C 300°C]	Refroidissement (°C/s) [300°C 120°C]	Refroidissement (°C/s) [120°C 25°C]
a	(Non traité)	(Non traité)	(Non traité)	(Non traité)
b	1,416	-4	-4	-4
c	1,416	-8	-8	-8
d	1,416	-0,3	-0,3	-0,3
e	1,416	-1	-1	-1
f	1,416	-2	-2	-2
g	1,416	-5,16	-3	-0,1
h	1,416	-5,16	-0,73	-0,05
i	1,416	-5,16	-0,25	-0,04
j	1,416	-50	-0,73	-0,05
k	0,0567	-5,16	-0,73	-0,05
l	0,0567	-50	-0,73	-0,05

ANNEXE VI

Dureté de l'acier 300M en fonction des vitesses de refroidissement

L'identification de chaque échantillon mesuré est indiquée au tableau de l'annexe V.



LISTE DES RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Apple, C. A., Caron, R. N. et Krausspacket, G. 1974. « Microstructure in Fe-0.2 pct C Martensite ». *Metalurgical Transaction*, vol. 5, p. 593-599.
- Bhadeshia, H. K. D. H. (189-200). 2001. Bainite in steels: Upper and lower bainite, 6, 2nd Edition. Institute of Materials.
- Bhadeshia, H.K.D.H., Honeycombe, R.W.K. (2017). Steels: Microstructure and Properties (4th Edition). Amsterdam, Butterworth-Heinemann.
- Baillon, J.-P., Dorlot, J.-M. (2000). Des matériaux (3e édition). Presses Internationales Polytechnique.
- Ben Fredj, E. (2019). Évolution de la microstructure des aciers à haute résistance mécanique durant le traitement thermique de trempe. (Thèse de doctorat, École de Technologie Supérieure, Montréal).
- Bleckmann, M., et al. (2015). Effect of cooling rate on the microstructure and properties of FeCrVC. *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 634, p. 200-207.
- Brionne, G. (2018). Influence de la vitesse de refroidissement sur l'évolution de la macroségrégation dans les lingots de grande taille. (Mémoire, École de Technologie Supérieure, Montréal).
- Capdevila, C., Caballero, F. et García de Andrés, C. (2003). « Analysis of the Effect of Alloying Elements on the Martensite-start Temperature of the Steels ». *Materials Science and Technology*, vol. 19, p. 581-586.
- Cheynet, E. (2019). Algorithme MATLAB® PolarPColor. *University of Stavanger, Norway*.
- Çopuroğlu, E., et al. (2017). Analytical evaluation of heat capacities of structural stainless steels by using n -dimensional integer and noninteger Debye functions. *International Journal of Steel Structures*, vol. 17, p. 739-742.
- Fakir, R., Barka, N., Brousseau, J. (2018). « Optimization of the case depth of a cylinder made with 4340 steel by a control of the laser heat treatment parameters ». *Metals and Materials International*, vol. 24, p. 981–991.
- Fanchon, J.-L. (2019). Guide des sciences et technologies industrielles. Afnor Editions.
- García de Andrés, C., et al. (2002). « Application of dilatometric analysis to the study of solid-solid phase transformations in steels ». *Materials Characterization*, vol. 48, p. 101-111.

- Hantcherli, M. (2010). Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés. (Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Saint-Etienne).
- Hasan, H., et al. (2011). Heat transfer coefficients during quenching of steels. *Heat and Mass Transfer*, vol. 47, p. 315-321.
- Holman, J. P. (2010). Heat transfer. New York, McGraw-Hill.
- JCGM. (2008). Évaluation des données de mesure — Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (1^{ère} édition).
- Krauss, G. 2001. « Deformation and fracture in martensitic carbon steels tempered at low temperatures ». *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 32A, p. 861-876.
- Krauss, G. 2014. « Quench and Tempered Martensitic Steels: Microstructures and Performance ». *Comprehensive Materials Processing*, vol. 12, p. 363-378.
- Latrobe specialty steel company. Lescalloy 300M VAC-ARC High strength alloy steel.
- Lee, S.-J., et Y.-K. Lee. 2008 « Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels ». *Materials and Design*, vol. 29, p. 1840–1844.
- Lee, W.-S., et Su, T.-T. 1997 « Mechanical properties and microstructural features of AISI 4340 high-strength alloy steel under quenched and tempered conditions ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 87, p. 198–206.
- Lemyre-Baron, J.-S. 2017 « Heat Treatment Distortion Prediction under ABAQUS-DANTE of the 300M ». Safran Landing Systems, Mirabel, Québec, Canada.
- Maki, T., Tsuzaki K. et Tamura, I. 1980. « The Morphology of Microstructure Composed of Lath Martensites in Steels ». *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 4, p. 207-214.
- Maki, T. 2012. Morphology and substructure of martensite in steels. *Phase Transformations in Steels: Diffusionless Transformations High Strength Steels Modelling and Advanced Analytical Techniques*, vol. 2.
- Matskevich, N. I., et al. 2017. « Heat capacity by differential scanning calorimetry and thermodynamic functions of BaCe0.8Gd0.1Y0.1O2.9 in the temperature range of 166–790 K ». *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 134, p. 1123–1128.
- Metal Suppliers Online. Alloy Steels 300M Material Property Data.

- Mondellin, A. (2012). Modélisation de l'intégrité des surfaces usinées : Application au cas du tournage finition de l'acier inoxydable 15-5PH. (Thèse de doctorat, Université de Lyon, Lyon).
- Murry, Guy (1998) Technique de l'ingénieur: Transformations dans les aciers. Transformations dans les aciers, Doc M 1115. Coll. « Technique de l'ingénieur ». p. 2-49.
- Neil Forman Photography (2019) [Photographie d'une trempe industrielle d'un acier dans un bain]. Données brutes inédites.
- Obasi, G. 2019. « Measurement and Prediction of Phase Transformation Kinetics in a Nuclear Steel During Rapid Thermal Cycles ». *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 50, p. 1715-1731.
- Oliveira, F. L. G., M. S. Andrade et A. B. Cota. 2007. « Kinetics of austenite formation during continuous heating in a low carbon steel ». *Materials Characterization*, vol. 58, no 3, p. 256-261.
- Peet, M. J., et al. (2011). Prediction of thermal conductivity of steel. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 54, p. 2602-2608.
- Pistochini, T. E. et Hill, M. R. 2011. « Effect of laser peening on fatigue performance in 300M steel ». *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 34, no 4, p. 521-533.
- Porter, D.A. , et Easterling, K.E. (110-184). 2004. Phase transformations in metals and alloys: crystal interfaces and microstructure, 3.
- Porter, D.A., Easterling, K.E. (2004). Phase transformations in metals and alloys (2nd Edition). Boca Raton, Flor.
- Rongchuang, C., Zhizhen, Z., Ning, L., Jianjun, L., Fei, F. (2018). In-situ investigation of phase transformation behaviors of 300M steel in continuous cooling process. *Materials Characterization*, vol. 144, p. 400-410.
- Roux, G., (2007). Prévision des contraintes résiduelles induites par le soudage TIG d'un acier martensitique (X10CrMoVNb9-1). (Thèse de Doctorat, LMT, Université Paris 6).
- Saeidi, N., et Ekrami, A. 2009. « Comparison of mechanical properties of martensite/ferrite and bainite/ferrite dual phase 4340 steels ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 523, p. 125-129.
- Saunders, N., Guo, Z., Li, X., Miodownik, A.P. et Schillé, J.-Ph. 2003. « Using JMatPro® to Model Materials Properties and Behavior ». *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, vol. 55, p. 60-65.

- Schick, C. 2009. « Differential scanning calorimetry (DSC) of semicrystalline polymers ». *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, vol. 395.
- Shi, Y., et Han, Z. 2008. « Effect of weld thermal cycle on microstructure and fracture toughness of simulated heat-affected zone for a 800 MPa grade high strength low alloy steel ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 207, p. 30-39.
- Şimşir, C. et Gür, C. H. (2018). « A Mathematical Framework for Simulation of Thermal Processing of Materials: Application to Steel Quenching ». *Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences*, vol. 32, p. 85-100.
- Skubisz, P. and J. Sinczak (2018). « Properties of direct-quenched aircraft forged component made of ultrahigh-strength steel 300M ». *Aircraft Engineering and Aerospace Technology*, vol. 90, p. 713-719.
- TW Metals. 300M ALLOY STEEL (4340M).
- Zajac, S., Schwinn, V. et Tacke, K.-H. 2005. « Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels ». *Materials Science Forum*, vol. 500-501, p. 387-394.
- Zhao, R., Liu, T. et Zhao, X. 2013. « Effect of Q-P-T Process on the Microstructure and Mechanical Properties of 300M Steel ». *Materials Science Forum*, vol. 749, p. 287-293.

