

Interaction entre précipités et recristallisation dynamique dans  
un acier médium carbone au vanadium pendant le forgeage

par

Makarim KHAN

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

MONTRÉAL, LE 19 JANVIER 2022

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

©Tous droits réservés

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

**PRÉSENTATION DU JURY**

CETTE THÈSE A ÉTÉ ÉVALUÉE

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

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

Mme. Ruxandra Botez, présidente du jury  
Département de génie des systèmes à l'École de technologie supérieure

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

M. Louis-Philippe Lapierre, examinateur externe  
FINKL STEEL

M. Mousa Javidani, examinateur externe  
Département de physique appliquée à l'Université du Québec à Chicoutimi

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

LE 15 DECEMBRE 2021

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE



## AVANT-PROPOS

Cette recherche a pour objectif de mieux comprendre l'évolution de la microstructure d'un acier en cours de déformation afin d'affiner les paramètres procédés et optimiser la qualité de la microstructure. Ceci a également pour conséquence des économies en matière de coûts énergétiques et de main-d'œuvre. On peut également compter une économie en termes d'émission de CO<sub>2</sub> et donc d'être plus en accord avec les politiques environnementales du Québec et du Canada.

Nous avons privilégié les tests de compressions car ils paraissaient être le plus en accord avec le procédé de forgeage libre de nos partenaires industriels. De plus, beaucoup de données sont disponibles dans la littérature concernant les tests de compressions permettant ainsi de mieux comparer et valider les résultats obtenus dans cette recherche.

Du point de vue expérimental, la principale difficulté de cette recherche résidait à bien révéler la microstructure de déformation. Les techniques de métallographie conventionnelle n'ont pas réussi à révéler la microstructure comme souhaité. L'idée pour révéler les joints de grains était de faire du thermal etching sur les échantillons cependant cela aurait eu pour conséquence de détruire la structure de déformation intrinsèque.

Plusieurs phénomènes se produisent lors du forgeage haute température, à savoir la recristallisation (statique et/ou dynamique), la précipitation (statique ou dynamique) et la transformation dynamique. Les interactions entre ces différents phénomènes surviennent et la dominance de l'un par rapport à l'autre peut drastiquement changer l'évolution de la microstructure. En conséquence, il est très important d'étudier ces interactions et de *quantifier* l'effet des paramètres du procédé sur la microstructure finale. Il est à noter que les propriétés en service sont en très grandes parties dépendantes de l'état de la microstructure obtenue à la fin du forgeage.



## REMERCIEMENTS

Je tiens tous d'abord à remercier l'École de Technologie Supérieure (ÉTS) dans sa globalité, plus particulièrement le département de génie mécanique sans qui je n'aurais pas pu faire cette thèse ainsi que le bureau du registraire. Je les remercie de m'avoir soutenu administrativement quand j'arpentais les couloirs de l'ÉTS.

Je remercie tous mes partenaires qui m'ont aidé dans mon projet. Je compte particulièrement nos partenaires industriels de chez FINKL STEEL à Sorel, CANADA. Je les remercie d'avoir permis cette recherche en fournissant les échantillons et en partageant leurs connaissances sur les aciers. Je remercie aussi le département de microscopie de l'École Polytechnique de Montréal pour avoir collaboré avec moi et pour avoir partagé leurs connaissances en microstructure.

Je tiens absolument à remercier ma famille pour le soutien affectif et moral nécessaire à l'obtention de ce diplôme effectué loin de ma maison natale. Je finalise ici une longue tradition familiale de chercheur et de docteur en science.

Je remercie très largement mes collègues et amis en générales pour le partage de connaissances et pour m'avoir épaulé lorsque j'en avais besoin. Ceux du CM2P, mais aussi des post-docs et autres chercheurs d'autres équipes. Je leur souhaite beaucoup de courage pour la suite en espérant que leurs diplômes les amèneront loin.

Je remercie chaleureusement mon directeur de thèse, le professeur Mohammad Jahazi sans qui cette thèse n'aurait pas été faite. Je le remercie pour son soutien inconditionnel en terme logistique, pour sa patience et sa pédagogie. Je le félicite pour son management du CM2P.

Qu'il veuille bien accepter ma profonde reconnaissance pour tout ce qu'il m'a apporté tant sur le plan scientifique que sur le plan humain. Je lui exprime toute ma gratitude.



# **Interaction entre précipités et recristallisation dynamique dans un acier médium carbone au vanadium pendant le forgeage**

Makarim KHAN

## **RÉSUMÉ**

Des tests de compression sont effectués sur un acier médium carbone au vanadium dans le but de simuler le forgeage libre d'un lingot de grande taille. Plusieurs températures sont utilisées en vue de prendre en considération le gradient de température d'un lingot et son évolution microstructurale. En effet, de multiples phénomènes microstructuraux se produisent lors du forgeage selon les paramètres procédés. Les courbes de contraintes déformations sont ainsi générées à partir des tests de compression. On considère quatre vitesses de déformation disponible sur une presse hydraulique et des niveaux de déformations représentant les conditions du forgeage libre. Les effets de friction et chauffage adiabatiques sont pris en compte et, si nécessaire, les courbes contrainte-déformation sont ajustées en conséquence. Les cinétiques de recristallisation dynamique ont été ensuite déterminées et les lois de comportement, décrivant de façon précise l'évolution de la microstructure, sont proposées. L'application de la loi de comportement a permis de déterminer une énergie de déformation de 374 kJ pour l'alliage étudié.

Pour le domaine industriel, cette étude a pour but de récolter des données sur la déformation d'un acier afin de pouvoir les appliquer sur des logiciels de calculs en éléments finis et donc, prédire l'évolution de la microstructure sous l'action d'une déformation pour l'ensemble d'un lingot de 40 tonnes. D'un point de vue scientifique, l'idée est de quantifier les énergies d'interaction entre la recristallisation dynamique et les précipités et de les comparer. Ce faisant, il est possible de prédire si le système possède assez d'énergie pour amorcer une recristallisation dynamique.

Les résultats ont démontré que la cinétique de recristallisation dynamique était accélérée par les hautes températures ainsi que par l'augmentation de la vitesse de déformation. Au-delà d'une certaine vitesse de déformation, la cinétique de recristallisation dynamique devient très lente. Les analyses microscopiques (optiques et électroniques (à balayage et à transmission)) ont démontré qu'il y avait bien de la recristallisation dynamique dans les microstructures. L'analyse au microscope électronique à balayage a également révélé la présence de précipité de vanadium interagissant avec la recristallisation dynamique d'après la comparaison entre les forces de Zener et les forces de recristallisation dynamique.

**Mots-clés:** recristallisation dynamique, modèle constitutif, précipitation, interaction, déformation à chaud



## **Interaction between precipitates and dynamic recrystallization of a medium carbon vanadium steel during forging step**

Makarim KHAN

### **ABSTRACT**

Compression tests were made on a medium carbon vanadium steel to simulate the open die forging process of a 40-tons ingot. Several temperatures were used to consider the temperature gradient and the subsequent microstructural evolution. Indeed, multiple microstructural phenomena happened during forging step. Stress strain curves were generated from compression tests. We consider here four strain rates available on a hydraulic press and the deformation level that represent open die forging conditions. Friction and adiabatic heating were considered and corrected. Kinetic of DRX was analyzed and a hyperbolic sine Arrhenius type equation is proposed. Application of the constitutive modeling allowed us to find the deformation energy that is about 374kJ.

For the industrial field, this study has for purpose to harvest datas on a deformed steel. These datas are used in finite element analysis method to predict the evolution of the deformed microstructure in a whole 40 tons ingot. The scientist goal is to quantify the interaction between precipitates and dynamic recrystallization. It is then possible to predict if the matrix has enough energy to initiate dynamic recrystallization.

Results demonstrated that the kinetic of dynamic recrystallization is accelerated with increasing temperatures as well as increasing strain rate. Above a certain strain rate, the kinetics of dynamic recrystallization is rendered difficult. Micrographies show that dynamic recrystallization occurs in the microstructure which presented a peak in its flow curve. Analysis with scanning electron microscope revealed the presence of precipitate. These precipitates are interacting with dynamic recrystallization according to the comparison between the Zener pinning force and the dynamic recrystallization forces.

**Keywords:** dynamic recrystallization, constitutive modeling, precipitation, interaction hot deformation



## TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 1 ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....	3
1.1 Introduction .....	
1.1 Les aciers : généralités et tendances microalliés .....	3
1.2 Phénomènes microstructuraux .....	6
1.2.1 La restauration dynamique (DRV) .....	6
1.2.2 La recristallisation dynamique (DRX) .....	7
1.2.3 La transformation dynamique (DT) .....	8
1.2.4 Phénomène de précipitation .....	10
1.3 Les éléments d'alliages .....	12
1.4 La morphologie bainitique .....	14
1.5 La déformation de l'austénite .....	15
1.6 Résumé et conclusion .....	15
CHAPITRE 2 MÉTHODE EXPÉRIMENTALE .....	17
2.1 Test de compression à chaud .....	17
2.2 Réduction de friction .....	21
2.3 Métallographie .....	22
2.3.1 Polissage .....	22
2.3.2 Microscopie .....	23
2.4 Résumé et conclusion .....	27
CHAPITRE 3 RÉSULTATS ET DISCUSSION .....	29
3.1 Courbes de contraintes déformations .....	29
3.2 Cinétique de recristallisation dynamique .....	30
3.3 Modèle constitutif .....	29
3.4 Présence des éléments d'alliages .....	34
3.5 Corrélation de l'énergie de déformation vs paramètre de Zener-Hollomon .....	39
3.6 Interaction précipité/recristallisation dynamique .....	40
3.7 Validation microstructurale .....	43
3.8 Résumé et conclusion .....	48
CONCLUSION GÉNÉRALE .....	51
ANNEXE I ENSEMBLE DE DONNÉES MÉCANIQUES .....	55
ANNEXE II MICROGRAPHIES COMPLÉMENTAIRES .....	57
ANNEXE III MET .....	61

ANNEXE IV	MET STEM .....	65
ANNEXE V	PRÉDICTION DU MODÈLE CONSTITUTIF.....	67
ANNEXE VI	TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION.....	69
ANNEXE VII	INTERACTION BETWEEN DYNAMIC SOFTENING AND STRENGTHENING MECHANISMS DURING HOT FORGING OF A HIGH STRENGTH STEEL.....	79
	LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	109

## LISTE DES FIGURES

		Page
Figure 1.1	Diagramme fer-carbone de l'acier.....	4
Figure 1.2	Lingot en forgeage sous la presse hydraulique aux forges de SOREL Canada.....	5
Figure 1.3	Courbe de restauration dynamique .....	6
Figure 1.4	Courbe de recristallisation dynamique.....	7
Figure 1.5	Raies de diffraction d'un acier bas carbone au nickel dans l'état a) avant réchauffage b) austenitisé à 790 °C puis refroidi et maintenu à 640 °C c) d) e) respectivement l'acier refroidi et déformé à 640 680 720 °C .....	9
Figure 1.6	Micrographie EBSD de ferrite de Widmanstätten d'un acier déformé (a) (b) sont les IPF map (c) est la détection de phase de martensite (d) misorientation map des joints de grains.....	10
Figure 1.7	Évolution de limites mécaniques en fonction de la teneur en différents éléments Tirée de Murry (1993, p. 7) .....	13
Figure 1.8	Évolution de la dureté Brinell en fonction des teneurs en différents éléments .....	13
Figure 1.9	Croissance de bainite le long d'un joint de grain .....	14
Figure 2.1	Appareillage pour les essais de compressions a) appareil de soudage de thermocouple b) Gleeble 3800.....	18
Figure 2.2	Échantillon de compression .....	18

Figure 2.3	Schéma thermomécanique des essais de compressions .....	19
Figure 2.4	Imagerie thermique d'un lingot d'acier en forgeage pour la sélection des températures d'essais .....	20
Figure 2.5	Charte de presse d'un lingot pour la sélection des vitesses de déformation des essais .....	20
Figure 2.6	a) et b) échantillon de compression c) échantillon comprimé .....	22
Figure 2.7	Ensemble des composants pour polissage a) échantillon enrobé b) et c) disques de polissages d) enrobeuse Struers e) polisseuse Dace Technologie.....	23
Figure 2.8	Microscope laser confocal LEXT410 .....	24
Figure 2.9	a) microscope électronique à balayage b) détecteur EBSD c) détecteur EDX .....	25
Figure 2.10	Préparation de l'échantillon pour observation au microscope électronique en transmission.....	26
Figure 2.11	Microscope électronique en transmission et accessoire a) microscope b) FIB (Focused ion beam) c) electropolisseuse .....	26
Figure 3.1	Courbes de contrainte déformation aux vitesses de déformation .....	29
Figure 3.2	Méthode de dérivée double appliquée sur diverses températures pour $0.01s^{-1}$ .....	31

Figure 3.3	Superposition de la courbe expérimentale ( $\sigma_{DRX}$ ) avec la courbe construite mathématiquement ( $\sigma_{DRV}$ ) représentant la courbe de restauration.....	33
Figure 3.4	Cinétique de recristallisation à diverses températures a) $0.01 \text{ s}^{-1}$ b) $0.1$ et $0.05 \text{ s}^{-1}$ .....	34
Figure 3.5	Pour calculer les constantes matériaux déformation de 0.2 a) $\text{Ln}\sigma$ vs $\text{Ln}\epsilon$ pour trouver $n_1$ b) $\sigma$ vs $\text{Ln}\epsilon$ pour trouver $\beta$ c) $\text{Ln}(\sinh(\alpha\sigma))$ vs $\text{Ln}\epsilon$ pour trouver $n$ d) $\text{Ln}(\sinh(\alpha\sigma))$ vs $1/T$ pour trouver $Q$ .....	36
Figure 3.6	État de précipitation selon ThermoCalc en fonction de la température.....	38
Figure 3.7	Énergie de déformation vs $Z$ pour le AISI 6140 modifié .....	40
Figure 3.8	Précipités de vanadium dans l'acier à $950^\circ\text{C}$ .....	41
Figure 3.9	Comparaison entre $Z_p$ et $F_{DRX}$ .....	42
Figure 3.10	Micrographie optique de .....	44
Figure 3.11	Micrographie MEB de a) matériaux initial b) déformé à $950^\circ\text{C}$ $1\text{s}^{-1}$ c) déformé à $1050^\circ\text{C}$ $0.01\text{s}^{-1}$ d) déformé à $1250^\circ\text{C}$ $0.01\text{s}^{-1}$ .....	46
Figure 3.12	a) précipité de sulfure de manganèse à $1250^\circ\text{C}$ b) carte EDX Mn de a) c) précipité de vanadium à $950^\circ\text{C}$ d) carte EDX V de c).....	47
Figure 3.13	Cartographie EBSD de la structure déformée à $1250^\circ\text{C}$ $0.01\text{s}^{-1}$ .....	48



## LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

CCT	Continous cooling transformation ; Transformation en refroidissement continu
DP	Dynamic precipitation ; précipitation dynamique
DRV	Dynamic recovery ; restauration dynamique.
DRX	Dyamic recrystallisation ; recristallisation dynamique
DT	Dynamic transformation ; transformation dynamique
EBSD	Electron backscattered diffraction; diffraction des électrons rétrodiffusés
EDX ou EDS	Énergie dispersive à rayon X
FIB	Focused Ion Beam
MEB	Microscope électronique à balayage
MET	Microscope électronique en transmission
TKD	Transmission Kikuchi Diffraction
TTT	Time-temperature-transformation ; Temps-température-transformation



## LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

---

### UNITÉS DE BASE

m mètre (unité de longueur)  
kg kilogramme (unité de masse)  
s seconde (unité de temps)  
K kelvin (unité de température)  
mol mole (unité de quantité de matière)  
 $\varepsilon$  : déformation vraie (adimensionné)

---

### SYMBOLES MÉCANIQUES

$\sigma$  contrainte (en megapascals, MPa)  
 $\sigma_c$  contrainte critique (MPa)  
 $\sigma_0$  contrainte élastique (MPa)  
 $\sigma_{SS}$  la contrainte en régime permanent de la courbe expérimentale (MPa)  
 $\sigma_{SAT}$  la contrainte à saturation de la courbe sans DRX (MPa)  
 $\sigma_{DRX}$  la contrainte expérimentale (MPa)  
 $\sigma_{DRV}$  la contrainte sans recristallisation dynamique (MPa)  
 $\sigma^*$  contrainte avec friction corrigée (MPa)  
 $\mu$  module de cisaillement (MPa)  
 $\varepsilon_c$  déformation critique  
 $\beta$  constante matérielle du modèle constitutif  
 $\alpha$  multiplicateur de contrainte (MPa<sup>-1</sup>)  
Z paramètre de Zener-Hollomon (s<sup>-1</sup>)  
 $n_1$  constante matériel du modèle constitutif

n exposant de contrainte  
M factor de Taylor  
b vecteur de Burger  
B facteur de tonnage  
A material constant (s<sup>-1</sup>)

---

### SYMBOLES TEMPORELS

$t_{50}$  : temps à 50% de recristallisation  
t : temps (s)

---

### SYMBOLES THERMODYNAMIQUES

T : température (K)  
Q : énergie de déformation (J.mol<sup>-1</sup>)

---

### SYMBOLES GÉOMÉTRIQUES

$r_0$  rayon initial (mètre)  
 $h_0$  hauteur initiale (mètre)  
r rayon final (mètre)  
h hauteur finale (mètre)  
 $\Delta R$  différence entre rayon max et rayon min (mètre)  
 $\Delta h$  différence entre la hauteur initiale et la hauteur finale (mètre)



## INTRODUCTION

Les aciers à hautes résistances mécaniques sont largement répandus dans l'industrie d'aujourd'hui. Ces aciers sont produits en très grande partie par la coulée en lingotière et forgés librement en forme de barres ou de brames. Pour des lingots d'aciers de grande taille, la présence d'un gradient de température entre la surface et le cœur induit des inhomogénéités dans la microstructure du lingot entre le centre et l'extérieur. Ces inhomogénéités en taille de grain, morphologie et distribution des carbures, etc. résultent en des variabilités dans les propriétés mécaniques qui peuvent conduire au rejet de la pièce. L'industrie d'aujourd'hui cherche à quantifier ces inhomogénéités par des tests en laboratoire pour appliquer les données aux logiciels de calculs en éléments finis. Cette manœuvre permet de prédire l'évolution de la microstructure sous l'effet de la déformation évitant ainsi des tests coûteux d'essai-erreur sur des lingots de 40 tonnes.

De nombreux phénomènes se produisent lors de la déformation d'un acier. On trouve le durcissement par accumulation de dislocations (écrouissage) et aussi des phénomènes d'adoucissements comme la recristallisation dynamique (DRX) et la restauration dynamique (DRV). Sous certaines conditions de déformation, on retrouve de la ferrite de Widmanstätten formée dynamiquement. On appelle une telle transformation, la transformation dynamique (DT).

En laboratoire, les tests de compression sont les moyens les plus utilisés pour étudier le comportement des aciers sous contrainte. L'objectif étant de simuler le forgeage libre d'un acier et d'en quantifier l'impact microstructural. Les tests ont été effectués par une machine de thermocompression Gleeble 3800. Un taux de compression de 0.8 (true strain en anglais) a été appliqué. Après déformation, les échantillons ont été coupés en deux puis polis au micromètre près pour observation au microscope. L'établissement des tests en laboratoire permet d'obtenir les courbes de contraintes-déformations qui sont utilisables pour l'application de divers modèles. On retrouve notamment les équations constitutives, mais aussi d'autres modèles comme ceux de la cinétique de recristallisation dynamique et la méthode de dérivé double. La friction sera d'abord retirée des courbes par un calcul de coefficient de friction moyen, le

modèle d'équation constitutive sinus hyperbolique sera développé à partir des courbes de contrainte déformation.

Les précipités ont une grande part de responsabilité dans la dureté finale d'un acier allié, c'est-à-dire, un acier avec des éléments d'alliage tels que le vanadium, le molybdène, le chrome, etc. Ceux-ci gênent le mouvement des dislocations. La formation et les caractéristiques de tels précipités sont importantes pour le choix optimal des températures de forgeage des lingots. Un certain nombre d'ouvrages traitent de l'interaction entre la recristallisation et les précipités de titane et de niobium, mais très peu traitent de l'interaction entre la DRX et les précipités de vanadium. Cette interaction fait intervenir deux paramètres principaux : la force de Zener qui détermine l'efficacité d'un précipité pour bloquer le mouvement d'un joint de grain et le paramètre de Zener-Hollomon qui détermine la cinétique de la recristallisation.

Dans cet ouvrage, nous nous proposons de surveiller l'évolution de la microstructure d'un acier faible carbone allié au vanadium sous l'action d'une déformation pour répondre à une question : Est-ce que les précipités de vanadium ont une énergie de Zener suffisante pour interagir avec le phénomène de recristallisation dynamique? La première partie concernera la recherche bibliographique. Puis nous reverrons les travaux expérimentaux effectués. Il s'agira d'analyser des courbes de contraintes déformations issues de tests de compression effectués sur un acier doux au vanadium. Un modèle visant à prédire les courbes de contraintes-déformations est proposé et une analyse de la cinétique de DRX est effectuée. Une analyse plus poussée de l'interaction entre les précipités et la recristallisation est également proposée. L'idée étant de quantifier les énergies de ces deux phénomènes en prenant en compte les conditions critiques d'initiation de la DRX afin de les comparer. Pour finir, un modèle de prédiction de l'énergie de déformation en fonction du paramètre de Zener-Hollomon est proposé.

# CHAPITRE 1

## ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

### 1.1 Introduction

La déformation d'un acier induit de nombreuses variations à l'échelle microstructurale. En plus de la création de dislocations, il y a réorganisation des grains déformés et des phénomènes de transformation de phase sous certaines conditions. Bien sûr, les températures de forgeage sont supérieures à  $A_{e3}$ , c'est-à-dire la température au-dessus de laquelle, l'acier est sous forme austénitique. Ces phénomènes ont longtemps été étudié autant sur un plan cinétique que thermodynamique.

Dans cette section, nous nous proposons tout d'abord d'étudier l'état de l'art sur les aciers dans leurs généralités avant d'aborder les phénomènes microstructuraux plus précis induits lors du forgeage. À partir de cette recherche bibliographique, il a été possible de déduire les lacunes scientifiques qui nous ont guidé à l'étude de l'interaction entre les précipités et la DRX.

#### **Les aciers : généralités et tendances microalliés**

L'acier est un alliage à base de fer et de carbone. Sa structure varie suivant la température. Au-dessus de la température  $A_{e3}$ , la structure est austénitique et donc cubique faces centrées (CFC) (Bhadeshia et al., 2006). En dessous de  $A_{e1}$  la structure est ferritique (de structure cubique centrée, CC) et peut prendre différentes morphologies. Entre  $A_{e1}$  et  $A_{e3}$ , les deux phases, austénitique et ferritique, coexistent (Figure 1.1) (Gilmas., 2016). Étant donné le forgeage à chaud (1250-950°C) la structure déformée sera principalement austénitique. L'acier industriel visé est d'une structure bainitique cependant pour des raisons de conservation de l'effet de déformation la structure refroidie se montre d'une mixité de bainite et de martensite. La perlite, la ferrite, la cémentite ainsi que la bainite et la martensite se forment lors du refroidissement d'un acier. La perlite est une phase entremêlée de ferrite et de cémentite. La ferrite est une

phase constituée exclusivement de fer  $\alpha$ . L'austénite est la phase  $\gamma$  (cubique faces centrées). La cémentite a une composition  $\text{Fe}_3\text{C}$ . La bainite a une structure ferritique particulière enrichie de carbures qui sera développée en plus de détail ci-dessous. La martensite se présente sous la forme d'aiguilles ayant une structure austénitique déformée qui passe de CFC à une structure tétragonale centrée.

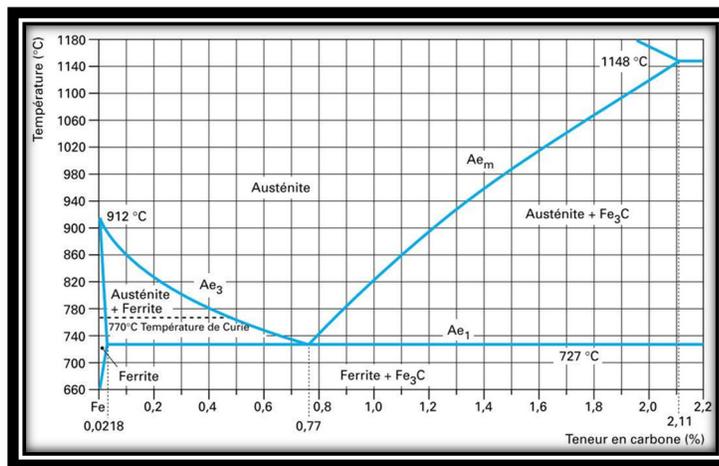


Figure 1.1 Diagramme fer-carbone de l'acier  
Tirée de Gilmas (2016, p.6)

Les aciers à haute résistance mécanique (Bailon et al., 2000; Murry et al., 2010; Grumbach, 2000 ; Grumbach, 2008) ou aciers alliés sont des aciers très répandus dans le domaine automobile, aéronautique et énergétique pour leurs caractéristiques mécaniques élevées (résistance élastique  $R_e$  comprise entre 400 et 650MPa) ainsi que leur résistance élevée en fatigue. Ces aciers contiennent généralement du niobium, du titane ou du vanadium dans des proportions inférieures ou avoisinant les 0.1% en masse. L'ajout de ces éléments d'alliage permet un durcissement par précipitation de nitrure, de carbure et de carbonitrure sous forme de fine dispersion. Ces précipités sont à l'origine de l'épinglage des joints de grains qui limitent la croissance des grains pendant le maintien à haute température, et donc augmentent les caractéristiques mécaniques de l'acier.

Les aciers alliés avec les éléments carburigènes sont généralement produits par la coulée en lingotière (en opposition à la coulée continue) puis forgés par des presses hydrauliques. Ils sont ensuite soumis à des traitements de trempe-revenu avant d'être usinés en formes finales (arbres

de turbines) ou semi finale (brames pour moules d'injection de plastique pour l'industrie automobile). La demande industrielle pour des pièces de dimensions de plus en plus grandes a conduit à la production des lingots de très grandes tailles (pouvant aller jusqu'à 40 tonnes). Bien que des presses hydrauliques peuvent forger de telles géométries (ASM METAL HANDBOOK., 1993), il n'en reste pas moins qu'à cause des grandes dimensions de la pièce des gradients de température et de déformation se produisent entre la surface et le cœur des pièces, produisant ainsi des hétérogénéités microstructurales. Ces défauts peuvent dans certains cas prendre des proportions telles que la pièce forgée doit être rejetée. Il est donc très important de pouvoir correctement analyser, quantifier, et prédire les interactions entre les différents phénomènes métallurgiques en considérant les gradients de température, déformation et vitesses de déformation, ainsi que la composition de l'acier en question pour obtenir des pièces de bonne qualité et minimiser ou éviter des pertes. Dans ce qui suit, nous allons discuter en plus de détails les différents phénomènes microstructuraux qui sont produits lors du forgeage de ces aciers.



Figure 1.2 Lingot en forgeage sous la presse hydraulique aux forges de SOREL Canada

## 1.2 Phénomènes microstructuraux

### 1.2.1 La restauration dynamique (DRV)

La restauration dynamique est intimement liée au mouvement des dislocations induit par la déformation sous l'action de la température généralement au-dessus de 400°C (Grumbach, 2000). Ces dislocations s'accumulent pendant la déformation jusqu'à un certain stade critique au-delà duquel le métal se fissure. Pour pouvoir continuer la déformation, il faut que l'acier soit recuit, ce qui permet à la matrice de remplacer les grains déformés par de nouveaux grains avec très peu de dislocations. Ce qui permet d'autres déformations successives et donc un meilleur raffinement de grain.

La restauration dynamique se caractérise sur une courbe de contrainte déformation par une phase d'écroissage avant d'atteindre un régime permanent (Figure 1.3). Ce phénomène se caractérise par la minimisation de l'énergie du système par annihilation et réarrangement des dislocations (Grumbach, 2008 ; Ashby et al., 2014).

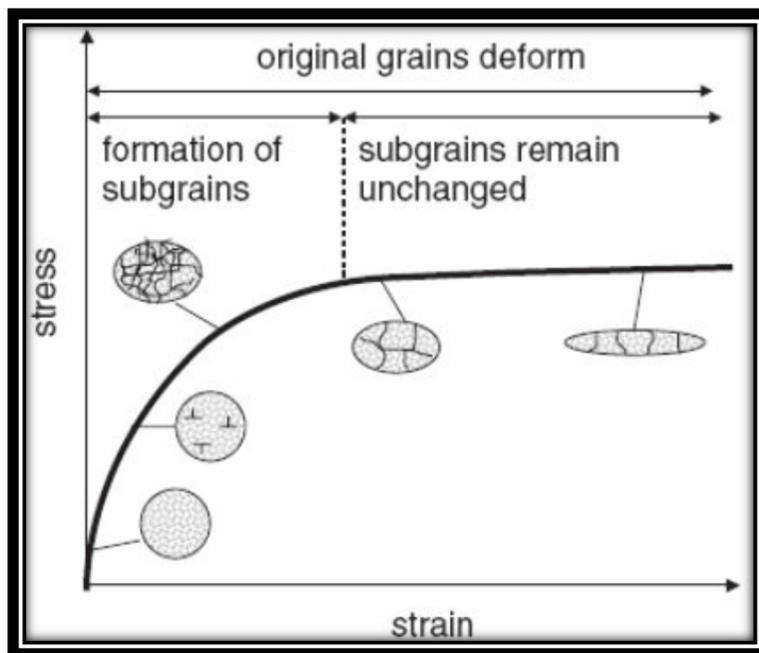


Figure 1.3 Courbe de restauration dynamique  
Tirée de Wilson (2013, p. 64)

### 1.2.2 La recristallisation dynamique (DRX)

La recristallisation dynamique (Raabe et al., 2014 ; Humphrey et al., 2004 ; Huang et al., 2016 ; Zhu et al., 2015 ; Wang et al., 2005 ; Ebrahimi et al., 2011 ; Wei et al., 2013 ; Zhang et al., 2016) est un phénomène d'adoucissement qui se produit sous certaines conditions de déformation de l'austénite. Elle se produit généralement pour les températures de déformation élevées et de faibles vitesses de déformation. La recristallisation dynamique se matérialise sur les courbes de contraintes déformation par la présence d'un pic précède l'établissement d'un régime permanent. Comme mentionné précédemment, il faut qu'une densité de dislocation critique soit atteinte pour l'activation de la recristallisation dynamique. Cette condition critique est déterminée par la méthode de double dérivative (Poliak et al., 1996)

Cette évolution de la microstructure se caractérise par un trop-plein d'énergie de déformation pendant la forge. Ce qui pousse la microstructure à se réorganiser en réinitialisant les effets de déformation sous forme de germination de nouveaux grains (Figure 1.4). Les nouveaux grains recristallisés sont donc dépourvus de dislocations. On assiste ici au raffinement dynamique des grains.

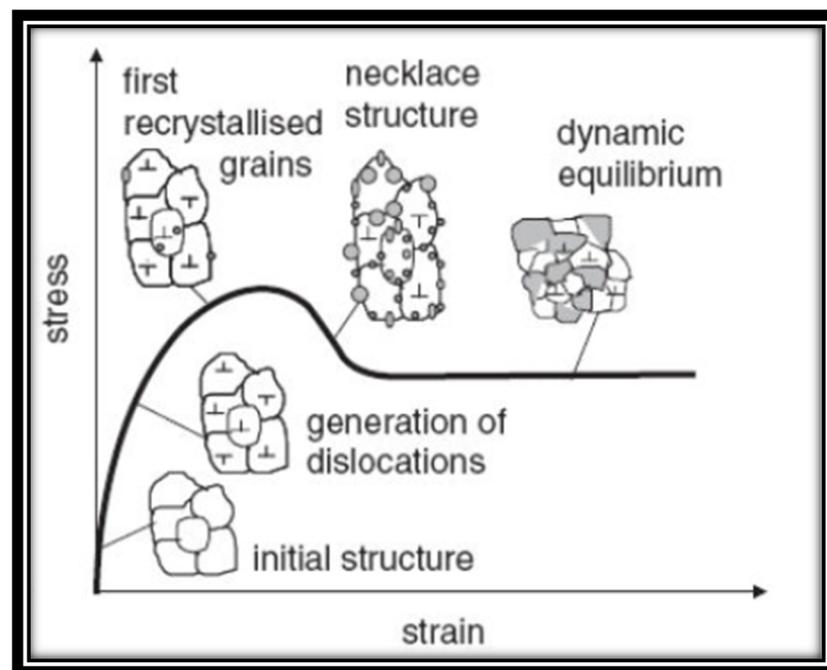


Figure 1.4 Courbe de recristallisation dynamique  
Tirée de Wilson (2013, p. 64)

La recristallisation dynamique est généralement modélisée par sa cinétique. On trouve de nombreux modèles de cinétique de DRX (Yang et al., 2019). Dans tous les cas, il faut dissocier les deux phénomènes d'adoucissements (DRV et DRX) et pour cela, construire théoriquement la courbe de DRV correspondant à la courbe DRX expérimentale (Jonas et al., 2009 ; Queleu et al., 2010). La modélisation mathématique est développée dans la partie résultats et discussion. Chen (Chen et al., 2012) a étudié la cinétique de DRX d'un acier 42 CrMo et a utilisé la déformation et la déformation critique et a rapporté que la cinétique de DRX était accélérée avec les hautes températures et les vitesses de déformation basses. Kim (Kim et al., 2015) a étudié la cinétique de DRX d'un acier à faible carbone au vanadium et a montré qu'en utilisant le paramètre  $\varepsilon_{1/2}$  (déformation à 50% de DRX), on pouvait modéliser les courbes de contrainte déformation et la cinétique de DRX avec le paramètre de Zener-Hollomon. Ce dernier paramètre permet de considérer la vitesse de déformation et la température en même temps.

### **1.2.3 La transformation dynamique (DT)**

La transformation dynamique est un phénomène mis en évidence par les recherches de Yada (Yada et al., 2000). À l'origine, Yada a effectué une déformation sur un acier dans le domaine austénitique avec mesure in-situ de diffraction des rayons X. Ses recherches ont mis en évidence l'apparition d'une raie caractéristique de la ferrite dans le domaine austénitique lors de la déformation. Cette ferrite a été identifiée comme étant de la ferrite de Widmanstätten. Elle se forme dynamiquement au-dessus de  $A_{e3}$ , parfois à plus de 150°C au-dessus de  $A_{e3}$ . On appelle cette transformation, la transformation dynamique de l'austénite en ferrite ou DT en anglais. D'autres chercheurs ont également étudié la cinétique de retransformation de la ferrite en austénite dans le domaine austénitique (transformation inverse) (Aranas et al., 2017, Chen et al., 2017 ; Grewal et al., 2016) et le rôle des éléments d'alliage sur le phénomène de transformation dynamique directe ou inverse. Par exemple, Aranas a ainsi montré que le Nb retarde la retransformation de la ferrite en austénite et il reporte aussi que la retransformation totale prend 200-1000s pour un acier bas carbone contenant du manganèse aux températures avoisinant les 900 °C. Plus la température augmente, plus la cinétique de retransformation est

rapide. En effet la ferrite est d'autant plus instable que nous sommes dans le champ de phase de l'austénite. Ces observations ont été faites à partir de données dilatométriques.

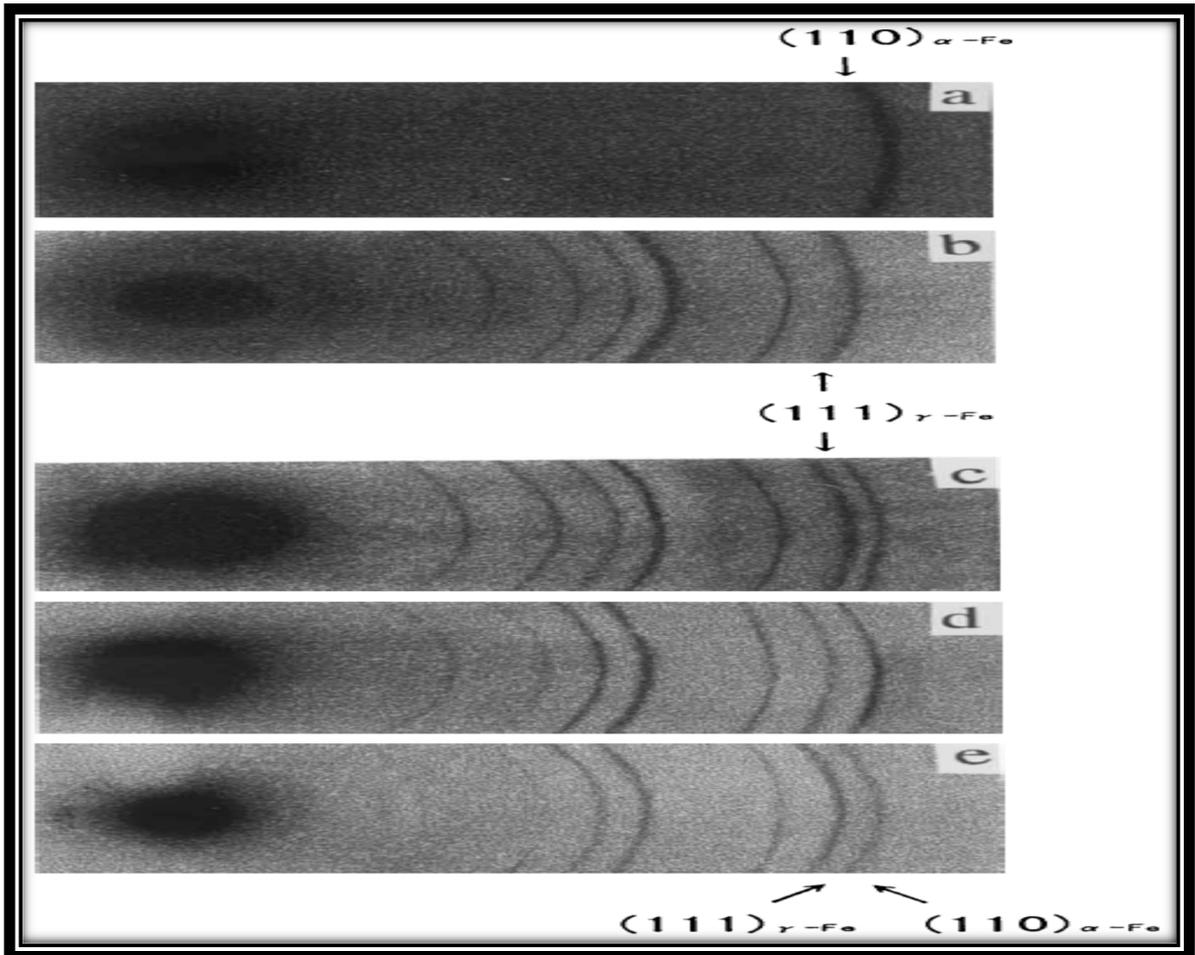


Figure 1.5 Raies de diffraction d'un acier bas carbone au nickel dans l'état a) avant réchauffage b) austenitisé à 790 °C puis refroidi et maintenu à 640 °C c) d) e) respectivement l'acier refroidi et déformé à 640 680 720 °C

Tirée de Yada (2000, p. 202)

La plupart des recherches sur le sujet de la DT ont été faites par Jonas dans les années 2010 (Jonas et al., 2016). Il y montre notamment par le biais de la méthode de double différentiation (Poliak et al., 1996) que la transformation dynamique a besoin d'une condition critique de déformation pour s'initier. Cette ferrite se formant dynamiquement est sensible aux conditions de forgeage et donc aux températures et à la déformation. La proportion de ferrite de Widmanstätten formée augmente avec la déformation. Le mécanisme de formation de la ferrite

est considéré comme étant une transformation displacive suivie d'une diffusion du carbone en excès dans la ferrite. La détection de la ferrite de Widmanstätten se fait principalement par des méthodes d'observation modernes telles que la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).

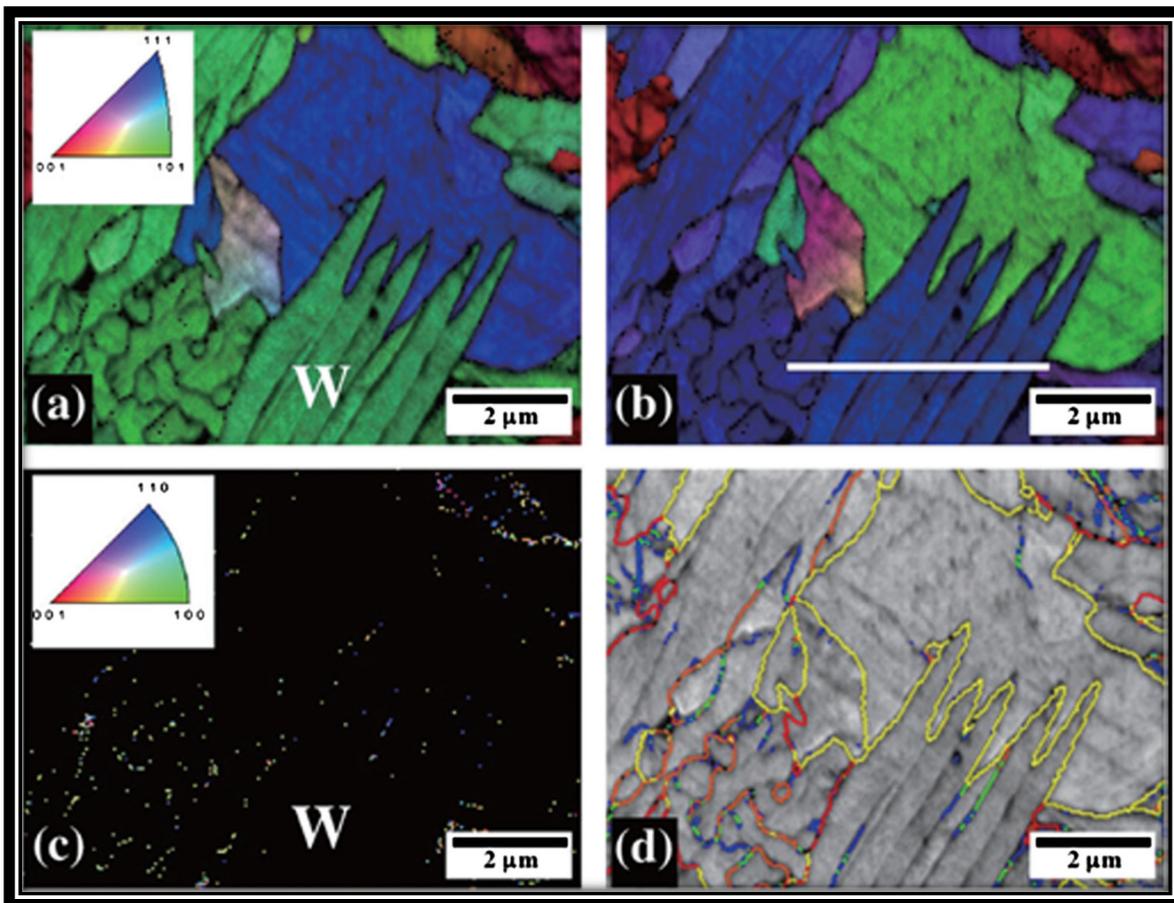


Figure 1.6 Micrographie EBSD de ferrite de Widmanstätten d'un acier déformé (a) et (b) sont les IPF map (c) est la détection de phase de martensite (d) misorientation map des joints de grains

Tirée de Jonas (2016, p. 178)

#### 1.2.4 Phénomène de précipitation

L'utilisation d'éléments d'alliages, induit la formation de précipités dans la matrice ferritique des aciers. Ces précipités sont des carbures, nitrures ou carbonitrures dépendant des proportions d'éléments d'alliage ajoutés (Porter et al., 1992). La précipitation peut se faire de

manière statique lors du refroidissement de l'acier, mais elle peut aussi se présenter sous forme dynamique pendant le forgeage (Weiss et al., 1980 ; Ebrahimi et al., 2017; Vervynkt et al., 2011). Ces deux modes de précipitations se caractérisent par une différence en termes de tailles de précipités. On peut retrouver des tailles allant de plusieurs centaines de nanomètres dans le cas statique à quelques nanomètres dans le cas dynamique.

La principale différence entre ces deux types de précipités réside dans leur efficacité à épingler les joints de grain, empêchant ainsi la croissance de grain et donc augmentant les caractéristiques mécaniques. Zener (Rohrer et al., 2010) a étudié ce phénomène et en a déduit une force d'épinglage (force de Zener ( $Z_p$ )). Cette formulation se présente sous la forme :

$$Z_p = \frac{3\gamma f}{2r} \quad (1.1)$$

où  $\gamma$  est l'énergie des joints de grains (environ 0.75 J/mol dans l'austénite),  $f$  est la fraction volumique des précipités et  $r$  le rayon des précipités. Cette formulation démontre que plus le précipité est petit plus fort est la force de Zener. On peut donc affirmer que la précipitation dynamique produit une force de Zener plus importante que la précipitation statique.

Vervynkt et al (Vervynkt et al., 2011) a étudié l'interaction entre la recristallisation et la précipitation d'un acier au niobium. Ils ont montré que le niobium raffinaient les grains et qu'il retardait la recristallisation. Wu et al (Wu et al., 2011) ont étudié l'interaction entre la DRX et la précipitation dynamique, DP, d'un acier Mn-Cu-V. Ils ont remarqué que les précipités grossissaient avec la déformation, que les précipités induits par la déformation faisaient une dizaine de nanomètres et que les précipités pouvaient retarder la DRX. Ils ont aussi montré la formation de précipité de vanadium V(C,N). Vervynkt et Wu ont, tous les deux, utilisé la formule de Dutta (Dutta et al., 2001) pour quantifier la force de DRX, mais aucun n'a intégré les conditions critiques de déformation dans la formule pour quantifier cette force. L'intégration des conditions critiques dans la formule de Dutta a été faite dans le cadre de cette recherche et sera présentée dans la partie résultats et discussion.

### 1.3 Les éléments d'alliages

Chaque élément d'alliage possède ses propres caractéristiques. Certains se comportent comme piège à impuretés, d'autres sont carburigènes et forment des précipités. On retrouve donc des éléments d'alliage substitutionnels et des éléments d'alliage formant une deuxième phase. Nous verrons ici les principaux éléments d'alliage ainsi que leurs diverses interactions avec la recristallisation dynamique et la transformation dynamique.

L'aluminium : piège l'azote pour former des nitrures d'aluminium (AlN). Ces précipités sont néfastes pour la microstructure et peuvent être à l'origine de fissures. (Radis et al., 2010 ; Mintz, 1999). Le Chrome : forme des carbures de chrome et augmente la résistance à la corrosion (Kim et al., 2020). Le molybdène : forme des carbures de molybdène et peut bloquer le mouvement des joints de grain (L'Écuyer et al., 1989). Le niobium : forme des carbonitrures de niobium et raffine la taille de grain (Vervynkt et al., 2011), retarde la recristallisation (Knyazyuk et al., 2020), et retarde la transformation dynamique inverse (Aranas et al., 2017). Le titane : forme des carbures de titane sous forme de fine dispersion et raffine la taille de grain (Fang et al., 2020). Le vanadium : permet la formation de carbonitride V(C,N) durcissant et augmentant la résistance mécanique. Garcia Matéo (Garcia-Matéo et al., 2001) montre une augmentation de 100 MPa de la limite élastique pour une addition de 0.16% de vanadium. Les carbonitrures de vanadium contribuent aussi au raffinement du grain (Fang et al., 2020). Ils retardent aussi la recristallisation lorsqu'ils se trouvent sous forme de fines précipités (Wu et al., 2011).

Bien sûr les éléments d'alliage ont des effets notables sur les caractéristiques mécaniques. Ainsi sur les figures 1.7 et 1.8 on retrouve l'évolution de certaines caractéristiques mécaniques. On y constate qu'à de très faibles concentrations, le carbone et l'azote en insertion augmentent considérablement la limite élastique. Le vanadium et le chrome augmentent la dureté pour les hautes teneurs en concentration. Le molybdène se comporte de la même manière. Le silicium semble être un bon compromis dans tous les cas. Il augmente la dureté, la résistance à la traction et la résistance élastique pour des concentrations raisonnables.

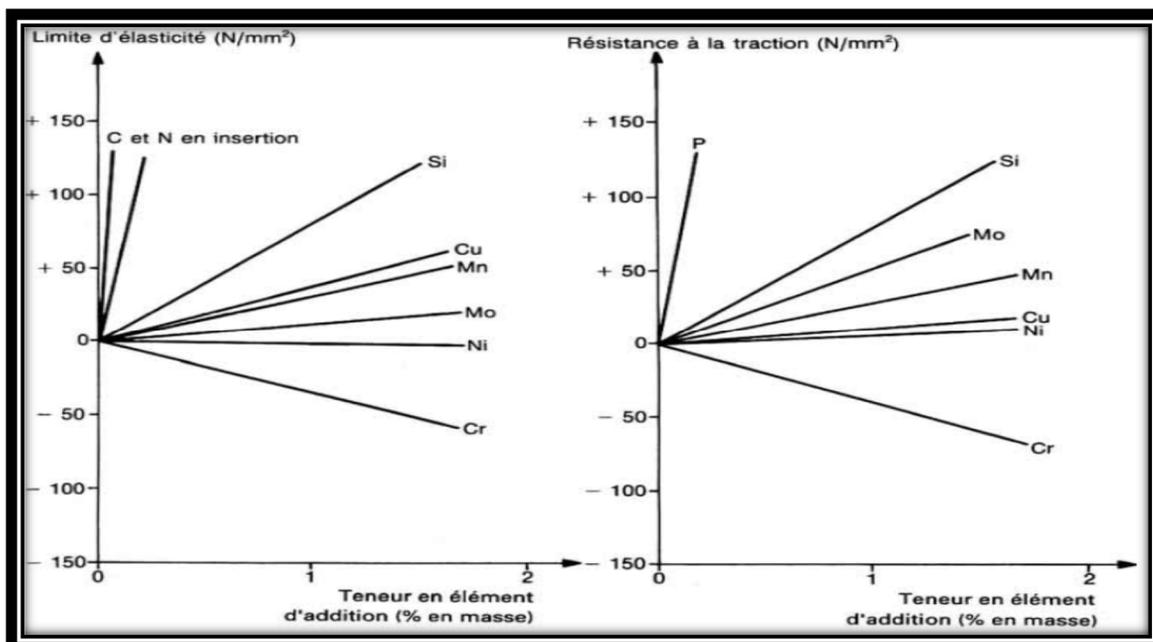


Figure 1.7 Évolution de limites mécaniques en fonction de la teneur en différents éléments  
Tirée de Murry (1993, p. 7)

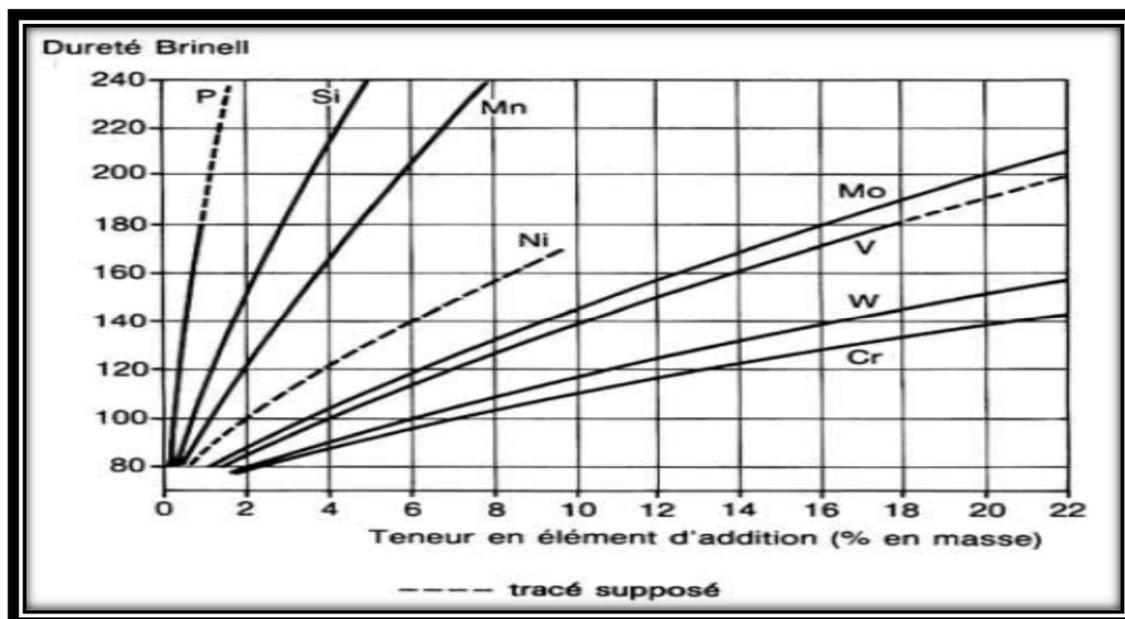


Figure 1.8 Évolution de la dureté Brinell en fonction des teneurs en différents éléments  
Tirée de Murry (1993, p. 6)

#### 1.4 La morphologie bainitique

La bainite est une des morphologies que peut prendre l'acier sous certaines conditions de refroidissement. On constate deux types de bainite : la bainite supérieure et la bainite inférieure. Dans les deux cas, cette morphologie consiste en un agrégat de plaques de ferrite séparées par de l'austénite non transformée, de la martensite ou de la cémentite. La bainite supérieure se forme à des températures relativement hautes et la bainite inférieure à des températures plus basses où la précipitation de la cémentite dans les plaques de ferrite devient possible. La principale différence entre ces deux morphologies est la présence de cémentites dans la phase ferritique de la bainite. Ceci induit de meilleures caractéristiques mécaniques dans la bainite inférieure (Bhadeshia, 2001).

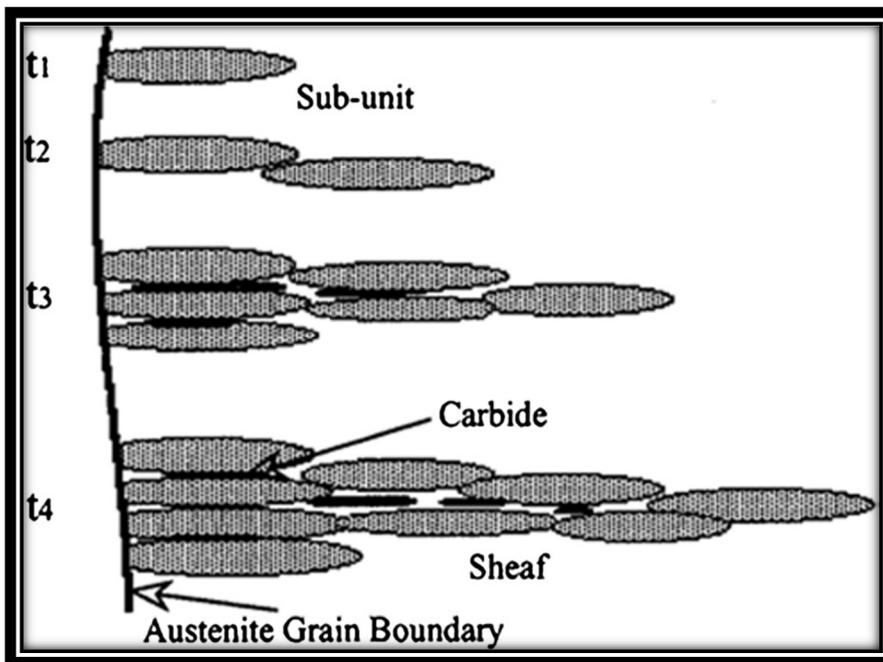


Figure 1.9 Croissance de bainite le long d'un joint de grain  
Tirée de Jonas (2016, p. 178)

## 1.5 La déformation de l'austénite

L'austénite est la phase stable de l'acier pour les hautes températures. Elle est de structure cubique faces centrées (CFC). Sa déformation a été largement étudiée et on retrouve en grandes lignes les phénomènes microstructuraux qui ont été décrits plus haut tels que la restauration dynamique, la recristallisation dynamique et la transformation dynamique. Nous traiterons ici rapidement du paramètre d'énergie de défauts d'empilement (SFE). SFE est une énergie qui caractérise les défauts présents dans la structure cristalline. Une bonne formabilité est définie comme étant la capacité à atteindre la recristallisation dynamique. La cinétique de DRX est généralement favorisée par les faibles valeurs d'énergie de défauts d'empilement, ce qui est le cas de l'austénite. (Bitterlin et al., 2018 ; Zhang et al., 2016 ; Sajadifar et al., 2013). Cette énergie de défaut d'empilement peut varier selon la présence d'éléments d'alliage (Bitterlin et al., 2018 ; Mcqueen et al., 2002).

## 1.6 Résumé et conclusion

Dans cette partie nous nous sommes proposés de présenter des généralités sur les aciers alliés. Nous avons énuméré les différents phénomènes microstructuraux que sont la restauration dynamique, la recristallisation dynamique et la transformation dynamique. Tous ces phénomènes sont des phénomènes d'adoucissement qui se mettent en place lors du forgeage et induisent une minimisation d'énergie du système. Ils ont besoin d'une certaine quantité de déformation pour s'enclencher. Cette quantité de déformation est calculée par la méthode de dérivé double. Nous avons également survolé les différents éléments d'alliage présents dans la matrice ferritique d'un acier allié. La plupart de ces éléments d'alliage ont pour objectif de former des carbonitrides, renforçant les propriétés mécaniques de l'acier et modifiant la cinétique des phénomènes d'adoucissement.



## CHAPITRE 2

### MÉTHODE EXPÉRIMENTALE

#### 2.1 Test de compression à chaud

La composition chimique de l'acier étudié est montrée dans le tableau 2.1. Les tests de compressions sont les tests les plus couramment utilisés pour étudier le comportement à chaud des aciers. Pour ce faire, on utilise des machines de compressions thermiques comme la Gleeble 3800 (DSI) (Figure 2.1) (Manuel Gleeble 3800). Ce type d'appareils permet de simuler le forgeage libre par des essais mécaniques sur des échantillons de petite taille. Le principe est de réchauffer l'échantillon à des températures d'homogénéisation (1250 °C pour l'acier étudié) puis de refroidir doucement (1 °C/s) (afin de conserver l'équilibre thermodynamique) aux températures de forge (1250-1150-1050-950 °C) afin d'y imposer une déformation de 0.8 (déformation vraie) soit environ 60% de réduction ce qui correspond à la première étape de forgeage libre (upset en anglais). Cette étape est la plus importante dans le procédé, car la plupart des phénomènes d'écrouissage et de restauration s'y produisent. Le schéma thermomécanique de la simulation du forgeage libre est montré en figure 2.3.

Tableau 2.1 Composition chimique de l'acier étudié composition en pourcentage  
massique

<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>Ni</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>V</b>	<b>Cu</b>
0,39	0,94	0,39	0,53	1,79	0,48	0,16	0,15

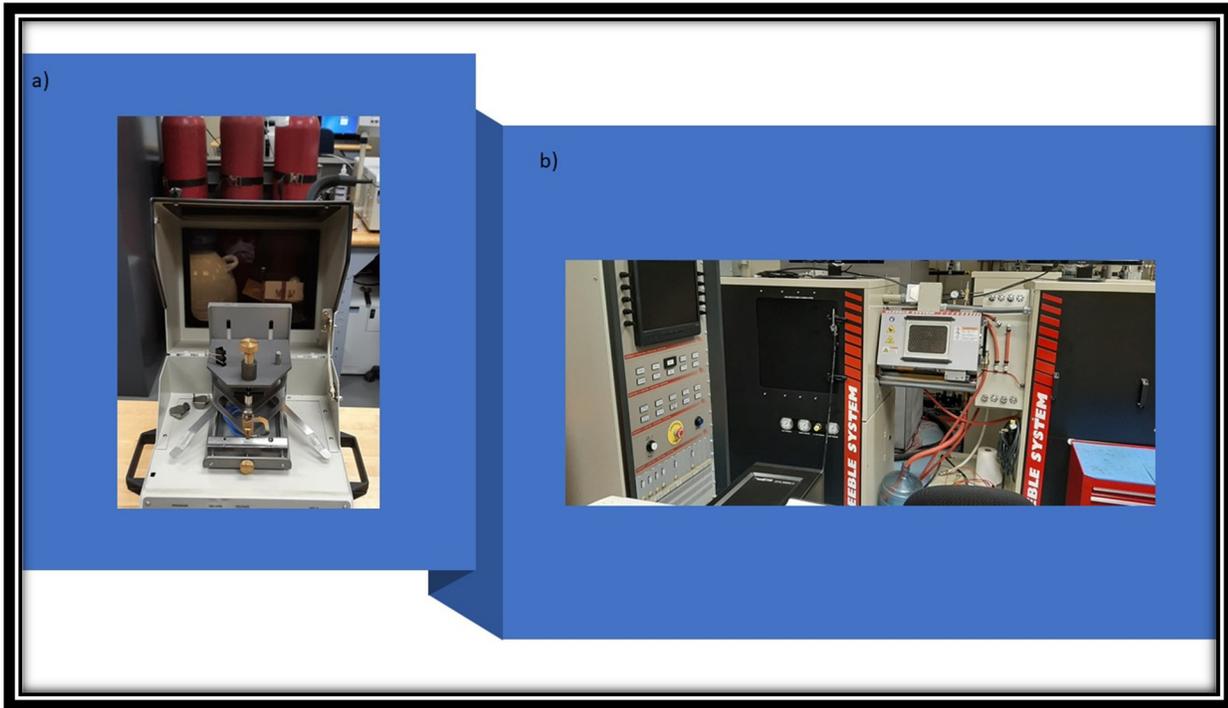


Figure 2.1 Appareillage pour les essais de compressions a) appareil de soudage de thermocouple b) Gleeble 3800

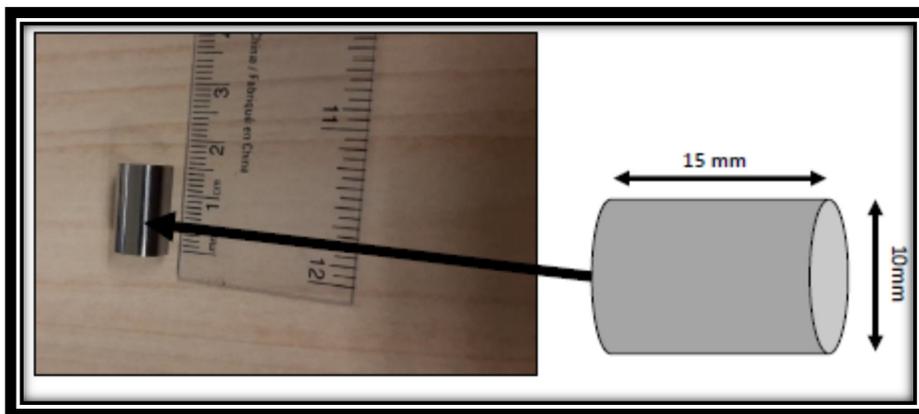


Figure 2.2 Échantillon de compression

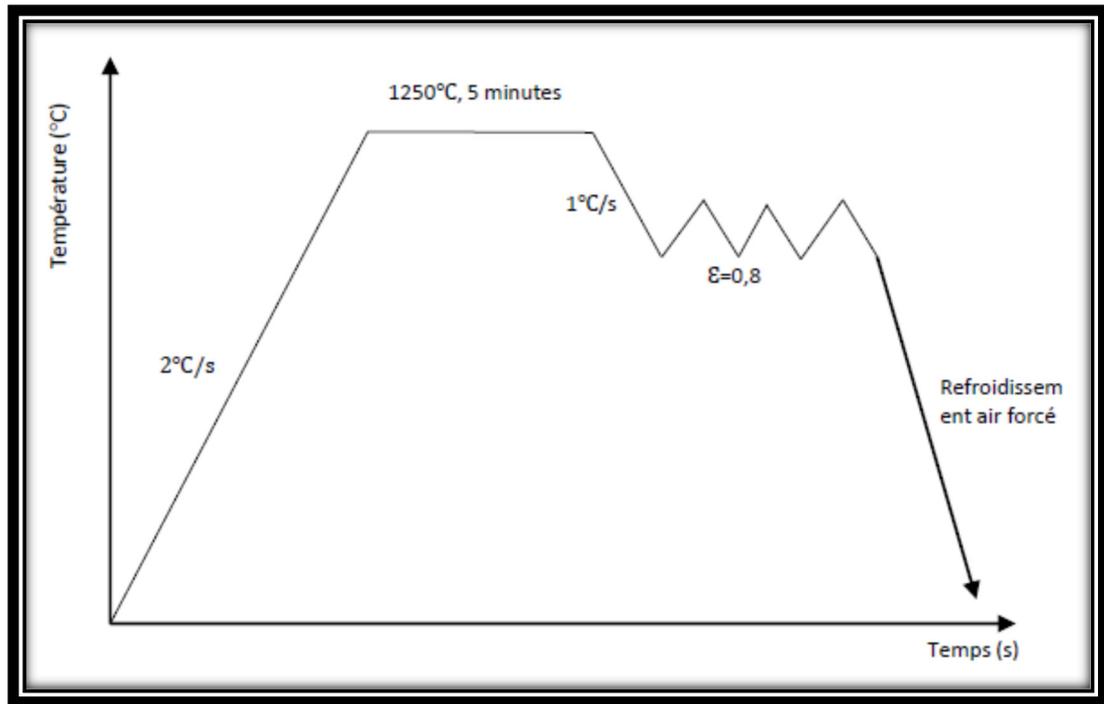


Figure 2.3 Schéma thermomécanique des essais de compressions

Le choix des paramètres de forgeage s'est fait en fonction des données de forge issues de Finkl Steel, Sorel forge. Les températures de forgeage ont été déduites de la littérature (Chadha et al., 2015 ; Bitterlin et al., 2018) et d'imageries thermiques effectuées sur des lingots en forge (Figure 2.4). Les vitesses de déformation ont été déduites du plan de forge fourni par Finkl Steel. L'analyse des chartes (Figure 2.5) de forge nous a amené à des vitesses de déformations de l'ordre de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Pour couvrir l'ensemble des vitesses de déformation possible pour le développement des lois de comportement et couvrir l'ensemble des cas de figure possibles, le choix des vitesses s'est porté sur  $0.01-0.1-0.5-1 \text{ s}^{-1}$ .

L'échantillon est de forme cylindrique  $10 \times 15 \text{ mm}$  (Figure 2.2). Pour limiter la friction (traité plus en détail dans la partie 2.2), des feuilles de tantales et un lubrifiant base nickel ont été appliqués sur l'échantillon. Des thermocouples de type K ont été soudés sur la face externe de l'échantillon pour surveiller l'évolution de la température et de la relier au système d'acquisition de la Gleeble 3800. Les thermocouples ont une précision de 0.75% pour les températures a chauds.

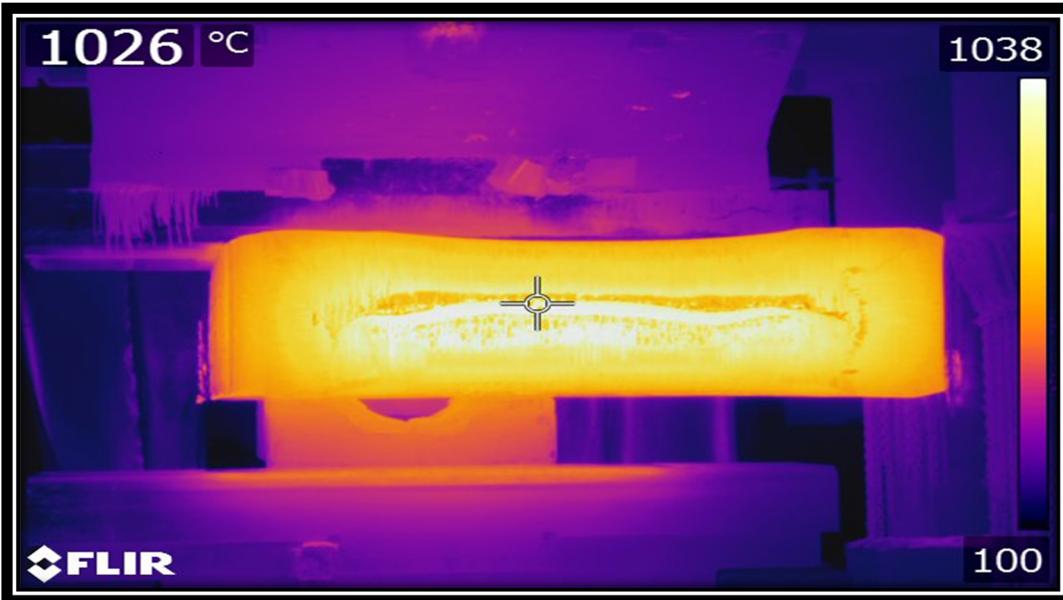


Figure 2.4 Imagerie thermique d'un lingot d'acier en forgeage pour la sélection des températures d'essais

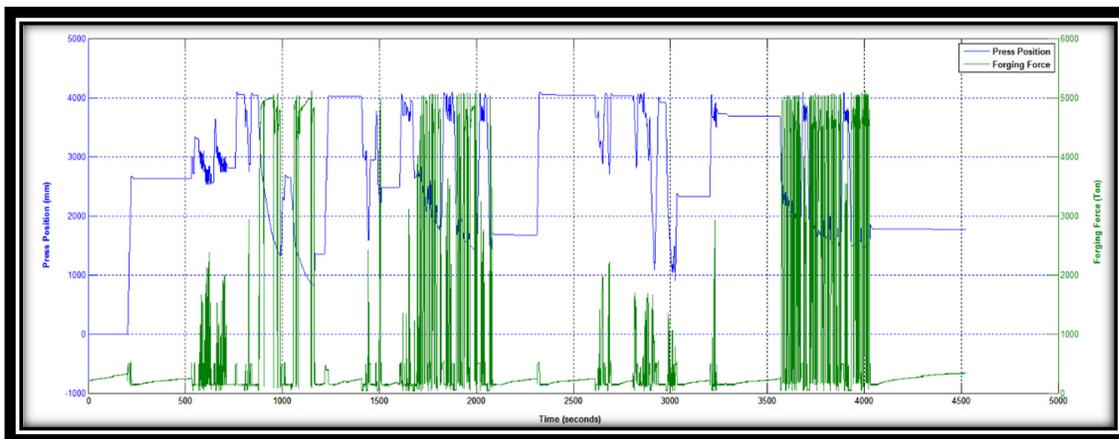


Figure 2.5 Charte de presse d'un lingot pour la sélection des vitesses de déformation des essais

## 2.2 Réduction de friction

La friction est un phénomène de frottement se produisant entre les enclumes de la machine et l'échantillon comprimé (en industrie ce phénomène se produit entre les mors de la matrice et le bloc à forger). Elle se caractérise par une augmentation de la résistance lors de la déformation. Cependant, pour isoler plus proprement le comportement du matériau étudié il convient de corriger cette friction en la retirant de la courbe de contrainte-déformation. La méthodologie suivante a été utilisée pour corriger les courbes contrainte-déformation pour l'effet de friction :

les dimensions des échantillons comprimés sont mesurées avant et après compression avec un micromètre de précision  $\pm 1 \mu\text{m}$ . De ce fait, on peut relier des mesures géométriques avec les données issues de la machine de compression thermique. Li a effectué des recherches en 2009 (Li et al., 2009) indiquant que l'utilisation de lubrifiant diminuait l'effet de friction. Cette friction a été corrigée physiquement, mais aussi mathématiquement avec les mesures géométriques par la formule (Han et al., 2015):

$$\sigma^* = \frac{\sigma}{\left(1 + \frac{2}{3\sqrt{3}} \mu \frac{r_0}{h_0} \exp\left(\frac{3\epsilon}{2}\right)\right)} \quad (2.1)$$

où  $\sigma^*$  est la friction corrigée,  $\sigma$  la friction non corrigée,  $\mu$  le coefficient de friction et  $\epsilon$  la déformation en engineering strain (adimensionné),  $r_0$  et  $h_0$  sont respectivement le rayon et la hauteur initiale de l'échantillon. Le coefficient  $\mu$  est calculé par la formule (Han et al., 2015):

$$\mu = \frac{\frac{r}{h} B}{\frac{4}{\sqrt{3}} \frac{2B}{3\sqrt{3}}} \quad (2.2)$$

Où  $r$  et  $h$  sont respectivement le rayon final et la hauteur finale après compression de l'échantillon.  $B$  est le facteur représentant la sévérité de forme en tonneau (barreling factor) (Li et al., 2009; manuel Gleeble 3800) donné par la formule :

$$B = 4 \frac{\Delta R}{R} \frac{h}{\Delta h} \quad (2.3)$$

Où  $\Delta R$  est la différence entre le rayon maximum et le rayon minimum et  $\Delta h$  la différence entre la hauteur initiale et la hauteur finale.

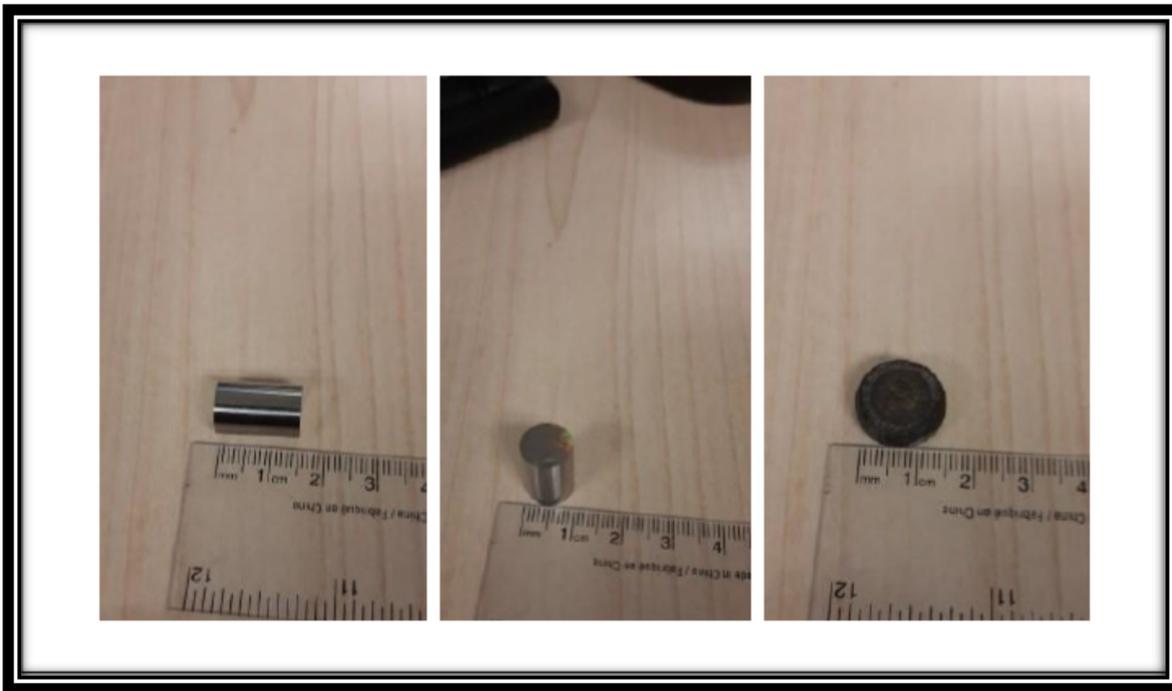


Figure 2.6 a) et b) échantillon de compression c) échantillon comprimé

## 2.3 Métallographie

### 2.3.1 Polissage

Le polissage manuel est une étape importante dans le domaine de la métallographie. Après enrobage de l'échantillon dans une résine, l'acier est prêt à être poli. Il s'agit dans cette étape de polir au micromètre près l'échantillon à analyser dans le but d'en observer la microstructure. Pour polir un échantillon, on utilise des disques de meulage en carbure de silicium en guise de papier abrasif. Le but est d'éroder mécaniquement la surface de l'échantillon jusqu'à alignement total des rayures d'abrasion indiquant le passage à un disque de grade supérieur. Il

existe plusieurs granulométries qui sont utilisées lors des étapes de polissage. On passe du grade 120 au grade 1200. Pour la finalisation miroir du polissage on utilise souvent une solution diamant pour le polissage au micromètre près.

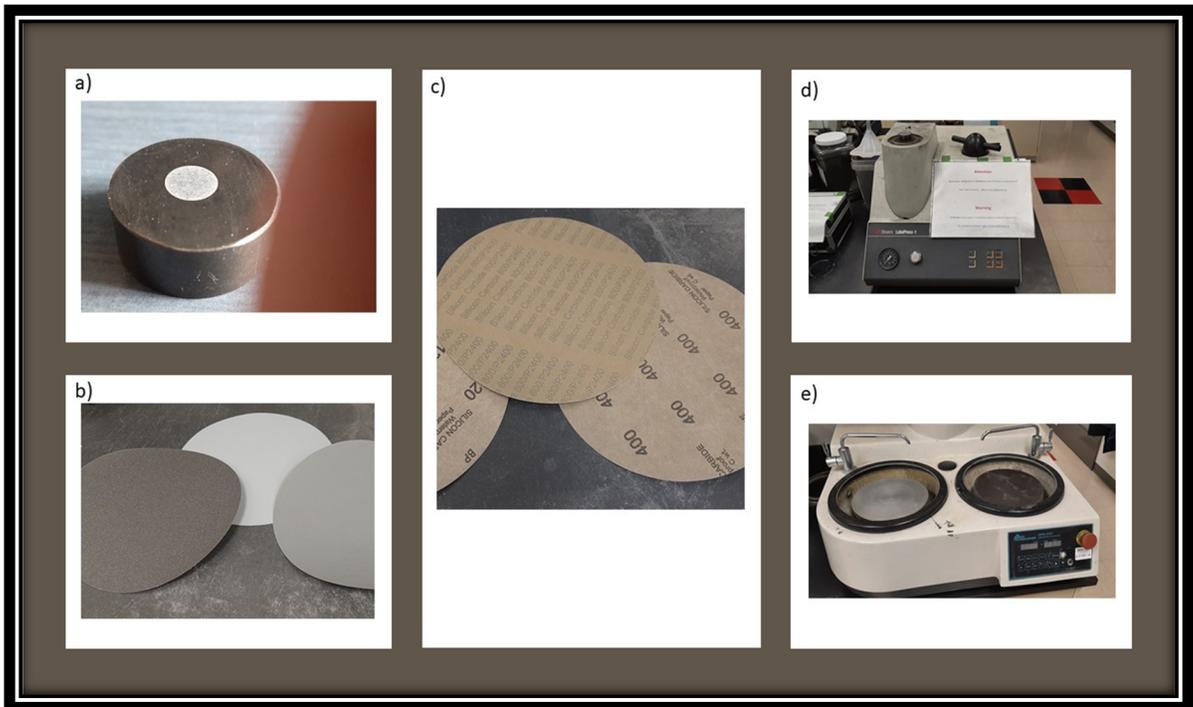


Figure 2.7 Ensemble des composants pour polissage a) échantillon enrobé b) et c) les disques de polissages d) enrobeuse Struers e) polisseuse Dace Technologie

### 2.3.2 Microscopie

Les techniques de microscopie sont incontournables dans le domaine de la science des matériaux. Ils permettent l'analyse de la microstructure et permettent donc de déterminer le caractère ferritique, perlitique, bainitique ou martensitique de la microstructure de l'échantillon. Nous verrons ici les appareils utilisés.

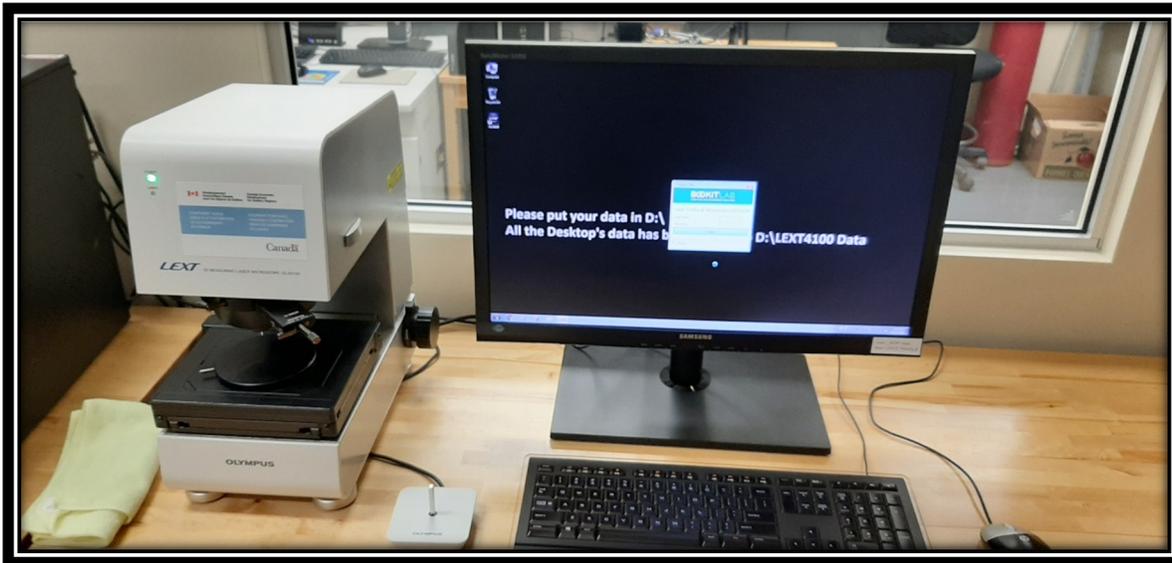


Figure 2.8 Microscope laser confocal LEXT410

Pour révéler la microstructure des aciers déformés, on utilise deux attaquants acides principalement. Ces deux attaquants sont le Nital 3% et le Villella. Le Nital est un mélange de 97% d'éthanol et de 3% d'acide nitrique. Le Villella est composé d'1 g d'acide Picrique 5 mL d'acide chlorhydrique et 100 mL d'éthanol. Dans le cas du matériau initial (forgé et traité thermiquement) l'acide picrique à chaud à 80 °C a permis de révéler les joints de grain et de nous indiquer une taille de grain initiale de 130 micromètres.

Le microscope optique Lext (Figure 2.8) a permis de révéler la nature bainitique et martensitique de la microstructure de l'acier déformé. Les joints de grain sur les échantillons déformés ne sont pas clairement observables, à moins d'effectuer un thermal etching (Garcia de Andrés et al., 2003 ; Ghasemi Banadkouki et al., 2018 ; Soshina et al., 2013) sur les échantillons déformés. Cependant une telle manœuvre détruit la structure de déformation. Ce qu'on ne veut pas dans ce projet.

La microscopie électronique à balayage (MEB) a offert un plus large panel de caractérisation, car on utilise un détecteur EBSD (Electron BackScatter Diffraction) et un détecteur EDX (Énergie dispersive à rayons X). La taille de grain n'a toujours pas pu être investiguée car le pouvoir de résolution du MEB est bien trop supérieur pour l'observation de plusieurs grains nécessaire à l'application de la norme ASTM E112 pour la mesure de taille de grain. Le détecteur EBSD nous renseigne sur l'orientation. La forte désorientation dans la structure

analysée ne permet pas d'utiliser le détecteur à son plein potentiel. Les grains maps et les phases maps ne peuvent pas être générés à cause de la désorientation des lamelles de bainite ou martensite. Les mesures effectuées avec le détecteur EDX ont permis la mise en lumière de certains précipités comme le sulfure de manganèse ou les précipités de vanadium. Le MEB SU8230 est présenté sur la figure 2.9, avec les détecteurs EBSD et EDX. L'échantillon ne nécessite pas de préparation particulière à part l'enrobage et le polissage.



Figure 2.9 a) microscope électronique à balayage b) détecteur EBSD c) détecteur EDX

La technologie du MET (Microscope électronique en transmission) a aussi été appliquée sur un échantillon déformé. L'objectif était d'effectuer du TKD (Transmission Kikuchi Diffraction) sur des précipités de vanadium pour en extraire des informations sur la relation d'orientation précipité/matrice. Pour ce faire une tranche de 1 mm d'épaisseur a été découpée dans l'enrobage. À partir de là, deux cas de figures apparaissent. L'échantillon est préparé pour le TWIN Jet Polishing ou il est préparé pour le FIB (Focused Ion Beam). Pour le twin jet Polishing, l'épaisseur de l'échantillon est réduite à l'aide d'un disc grinder GATAN (Figure 2.10) et son épaisseur est surveillée avec l'aide d'un micromètre. L'échantillon est poli jusqu'à obtenir une épaisseur de 50 micromètres puis des disques de 3 mm de diamètre sont emboutis et ensuite utilisés pour le TWIN Jet. Dans le cas de la préparation au FIB, des cubes de 3\*3\*3 mm<sup>3</sup> ont été découpés puis envoyés au FIB.



Figure 2.10 Préparation de l'échantillon pour observation au microscope électronique en transmission

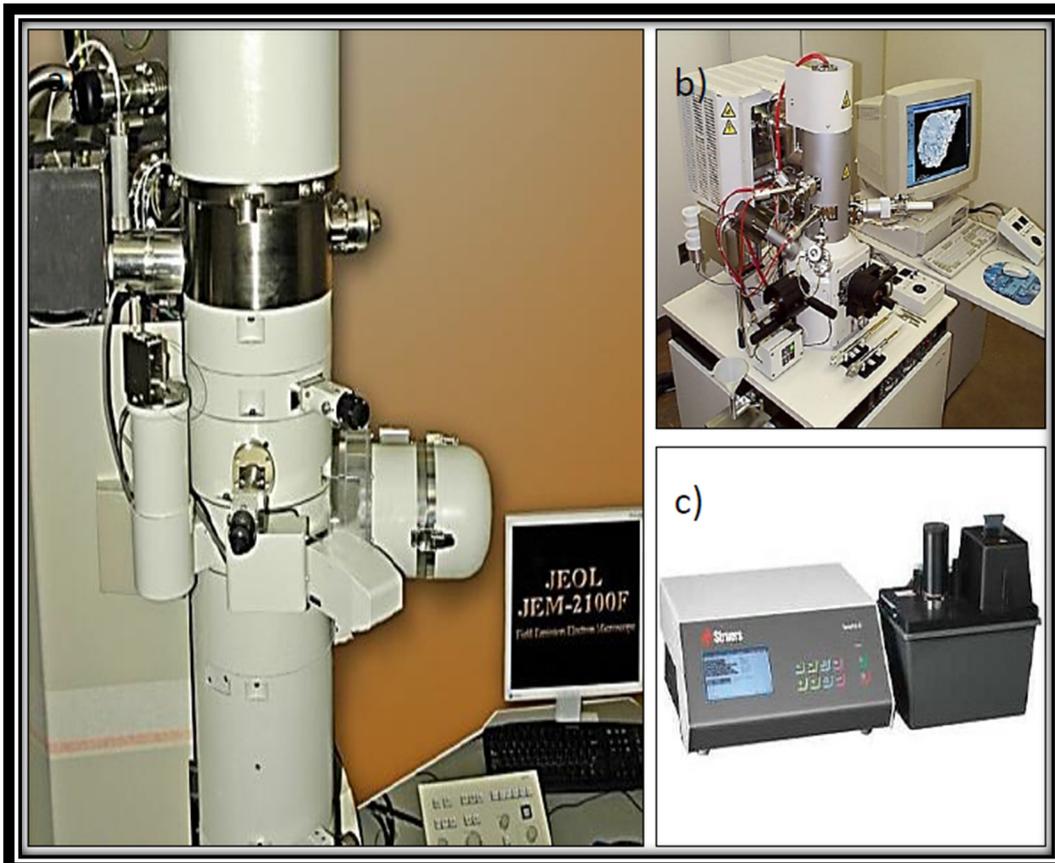


Figure 2.11 Microscope électronique en transmission et accessoire a) microscope b) FIB (Focused ion beam) c) électropolisseuse

## 2.4 Résumé et conclusion

Les tests de compression à chaud sont un excellent moyen de simuler le forgeage libre des lingots d'acier. Ces tests de compression ont été effectués sur une machine Gleeble 3800. En fonction de la température et les vitesses de déformation, il est possible de récupérer les courbes de contraintes déformation et donc, d'étudier le comportement à chaud de l'acier étudié. Dans un premier temps, les courbes ont été lissées pour limiter le bruit, puis l'algorithme de correction de friction a été appliqué. Les modèle d'équation constitutive et de cinétique de recristallisation dynamique seront développés dans le prochain chapitre. Les échantillons ont été traités selon les méthodes de préparation métallographie conventionnelle (i.e., découpage, enrobage, polissage...). Trois attaques chimiques ont été utilisées sur les échantillons. Le Nital 3%, Le Villella et l'acide picrique à chaud. Les échantillons attaqués ont été observés au microscope optique. Les échantillons observés au MEB sont presque tous à l'état poli (sans attaque chimique), le but étant d'observer des précipités. Les précipités sont identifiés par EDX et des mesures EBSD sont aussi effectuées pour analyser l'orientation des grains sous déformation.



## CHAPITRE 3

### RÉSULTATS ET DISCUSSION

#### 3.1 Courbes de contraintes déformations

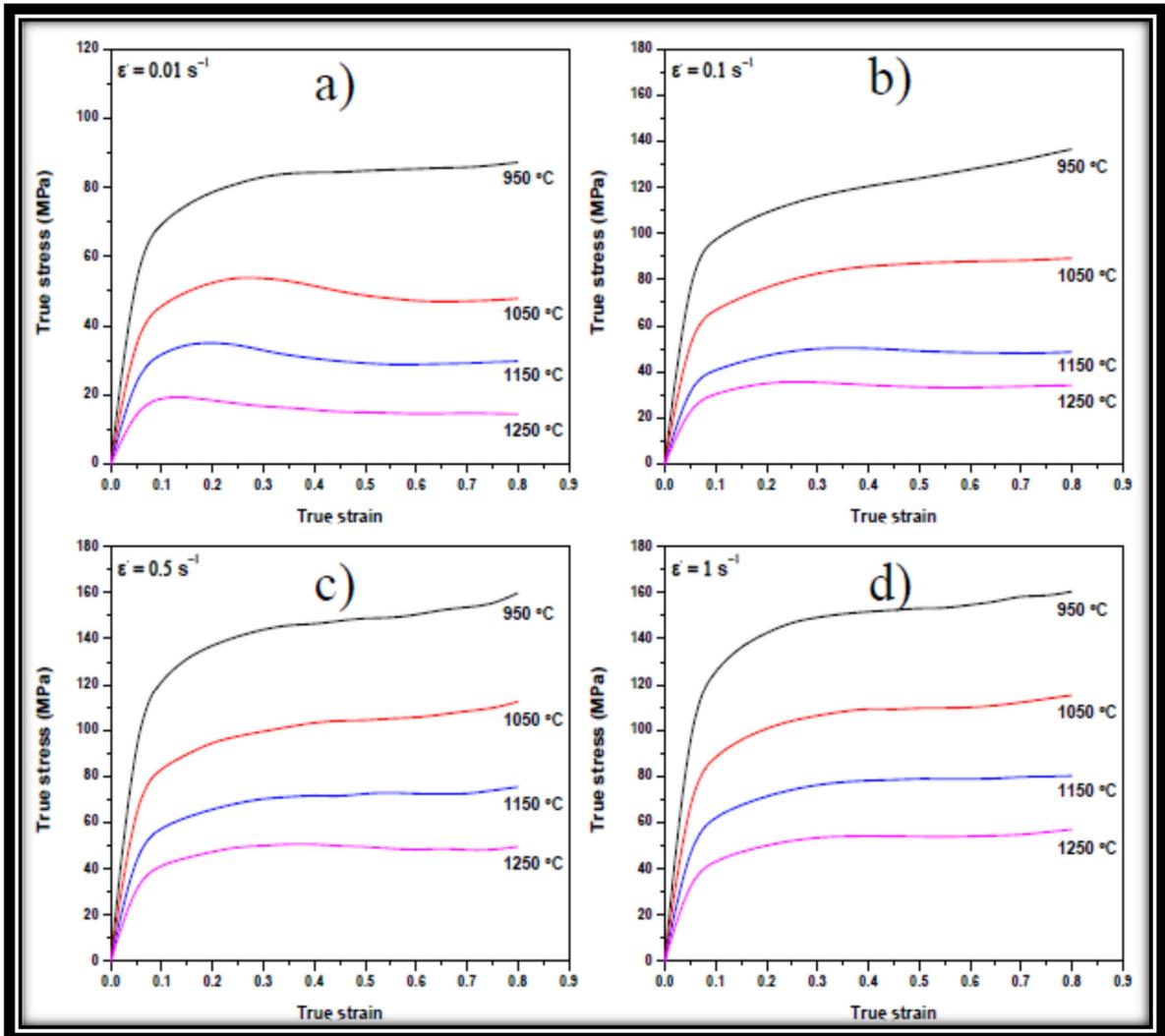


Figure 3.1 Courbes de contrainte déformation aux vitesses de déformation  
a) 0.01 b) 0.1 c) 0.5 d) 1  $\text{s}^{-1}$

Les courbes de contrainte déformation sont représentées sur la figure 3.1. Le comportement en termes de microstructure montre des courbes de restauration dynamique et des courbes de recristallisation dynamique. Les courbes de recristallisation dynamique sont cependant limitées aux hautes températures et aux basses vitesses de déformation. Les courbes de restaurations dynamiques sont privilégiées par les hautes vitesses de déformations et les températures les plus basses. Les courbes de contraintes déformations à  $0.5 \text{ s}^{-1}$  et  $1 \text{ s}^{-1}$  sont très similaires en contrainte indiquant qu'une saturation en termes de dislocation est atteinte au-dessus de  $0.5 \text{ s}^{-1}$ .

Une bonne formabilité du matériau peut être définie comme étant la capacité à atteindre la DRX pendant le forgeage sans présence d'instabilités comme les fissures. Étant donné les courbes de contrainte- déformation l'acier présente un fort intérêt à être forgé à haute température et basse vitesse de déformation. Il s'agit des paramètres procédés optimaux pour le forgeage du 6140 modifié. L'application du modèle des équations constitutives permet de calculer l'énergie de déformation. Ce qui ouvre la voie à des comparaisons vers d'autres aciers. Han (Han et al., 2015) a calculé une énergie de déformation de 577 kJ/mol pour un acier inoxydable super-austénitique, Sanrutsadakorn (Sanrutsadakorn et al., 2013) a calculé une énergie de déformation de 348 kJ/mol pour un 4340 et Bitterlin (Bitterlin et al., 2018) a trouvé une énergie de 367 kJ/mol pour un 4330. Le modèle d'Arrhenius nous donne une énergie de déformation de 374 kJ/mol pour notre acier. L'acier étudié montre une meilleure formabilité que les aciers inoxydables, mais une énergie de déformation plus élevée que pour le 4340 et le 4330. Cette observation mène à croire que le vanadium affecte l'énergie de déformation en l'augmentant.

### 3.2 Cinétique de recristallisation dynamique

La cinétique de recristallisation dynamique se calcule à partir des données issues des courbes de contrainte-déformation. La fraction recristallisée  $X$  est définie par :

$$X = (\sigma_{DRV} - \sigma_{DRX}) / (\sigma_{SAT} - \sigma_{SS}) \quad (3.1)$$

où  $\sigma_{DRV}$  est la contrainte sans recristallisation dynamique,  $\sigma_{DRX}$  est la contrainte expérimentale,  $\sigma_{SAT}$  est la contrainte à saturation de la courbe sans DRX et  $\sigma_{SS}$  est la contrainte en régime permanent de la courbe expérimentale. La condition critique de DRX est le point de séparation entre  $\sigma_{DRV}$  et  $\sigma_{DRX}$ . Il est donc nécessaire de déterminer précisément la déformation critique de DRX. Pour cela on utilise la méthode de double dérivée développée par Poliak et collaborateurs (Poliak et al., 1996). Cette méthode est illustrée sur la figure 3.2. La figure présente plusieurs courbes contenant plusieurs points d'inflexion. Lorsqu'il y a un point d'inflexion, celui-ci est identifié comme étant la condition critique de DRX. Lors de la présence de trois points d'inflexion, le premier point correspond au point critique de transformation dynamique. Le second point correspond à la décroissance de la vitesse de DRV. Le troisième point est associé à la contrainte critique nécessaire au début de recristallisation dynamique (Jonas et al., 2013).

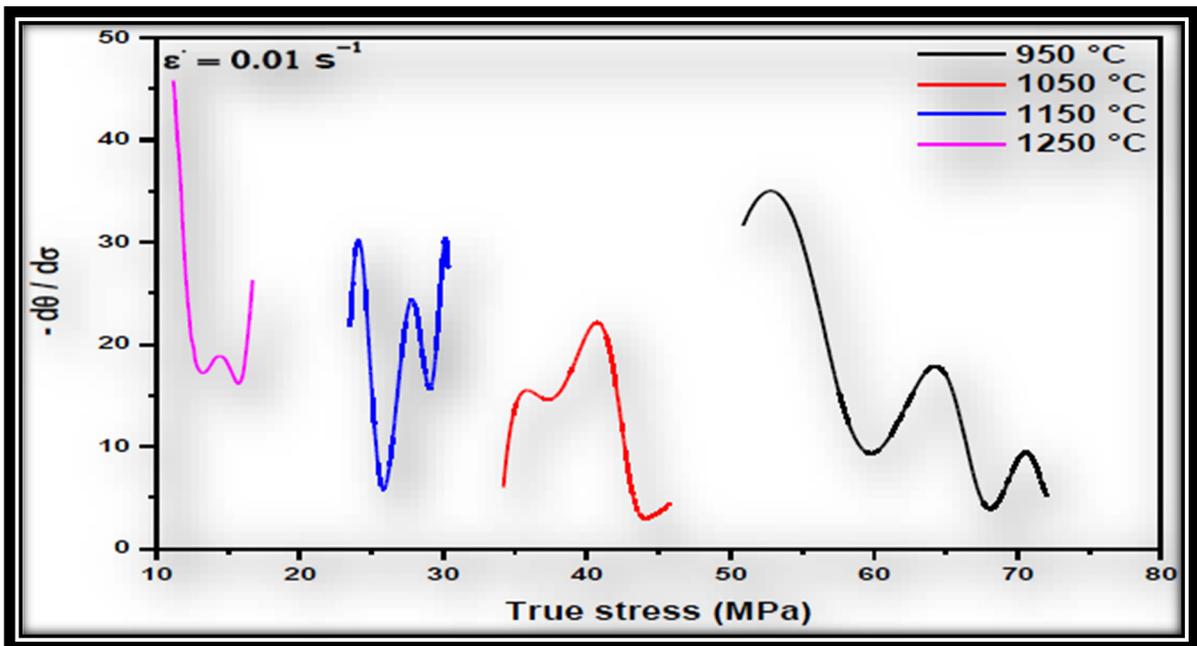


Figure 3.2 Méthode de dérivée double appliquée sur diverses températures pour  $0.01 \text{ s}^{-1}$

Cette déformation critique correspond au point  $X = 0 \%$  de matière recristallisée. Il faut encore déterminer  $\sigma_{SAT}$  et  $\sigma_{SS}$ .

Les courbes de restauration ont été construites sous l'hypothèse que les régions non recristallisées peuvent être décrites par l'équation (Jonas et al., 2009 ; Queleuennec et al., 2010 ; Jonas et al., 2012):

$$\frac{d\rho}{d\epsilon} = a - r \times \sqrt{\rho} \quad (3.2)$$

$\rho$  est la densité de dislocation,  $\epsilon$  la déformation,  $a$  la vitesse d'écrouissage athermique et  $r$  la vitesse de restauration. Par intégration de l'équation précédente, on obtient l'équation suivante qui décrit les courbes restaurées dynamiquement :

$$\sigma_{DRV} = \sqrt{(\sigma_{sat}^2 - (\sigma_{sat}^2 - \sigma_0^2) \times \exp(-r \times \epsilon))} \quad (3.3)$$

où  $\sigma_0$  est la contrainte élastique.  $\sigma_{SAT}$  est donné par la formule :

$$\sigma_{sat} = M \times \alpha \times \mu \times b \times \sqrt{\frac{a}{r}} \quad (3.4)$$

où  $M$  est le facteur de Taylor et pris pour égale à 3 dans l'austenite,  $\alpha$  est une constante matériau fixée à 0.5,  $\mu$  est le module de cisaillement et  $b$  est le vecteur de burger.  $\mu$  et  $b$  sont dépendants en température. En utilisant la relation  $\sigma = M \times \alpha \times \mu \times b \times \sqrt{\rho}$  et en rajoutant que :

$$\frac{d\rho}{d\epsilon} = (M\alpha\mu b)^{-2} \times \frac{d\sigma^2}{d\epsilon} = 2(M\alpha\mu b)^{-2} \sigma \frac{d\sigma}{d\epsilon} \quad (3.5)$$

L'équation (3.2) peut s'écrire sous la forme ;

$$2 \times \sigma \times \theta = r \times \sigma_{sat}^2 - r \times \sigma^2 \quad (3.6)$$

Avec  $\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ . En traçant  $2 \times \theta \times \sigma$  vs  $\sigma^2$ , on retrouve la pente de  $-r$  et  $a$  est l'ordonnée à l'origine et  $r \times \sigma_{sat}^2 = a$ .

Tous les éléments précédents nous permettent de reconstruire la courbe de restauration dynamique et de la superposer avec la courbe expérimentale (Figure 3.3).

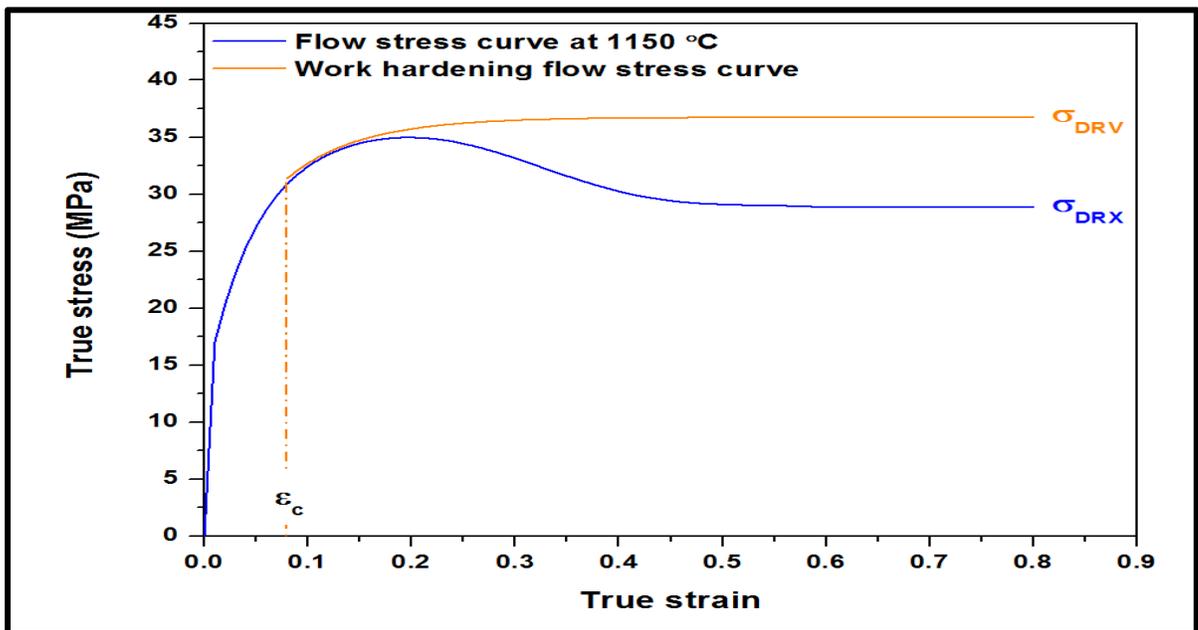


Figure 3.3 Superposition de la courbe expérimentale ( $\sigma_{DRX}$ ) avec la courbe construite mathématiquement ( $\sigma_{DRV}$ ) représentant la courbe de restauration

La cinétique de DRX est représentée sur la figure 3.4. Les résultats montrent que l'élévation de la température accélère la cinétique de DRX, mais la vitesse de déformation a une plus grande influence sur le temps  $t_{50}$ , qui représente le temps nécessaire à atteindre 50% de recristallisation, que la température. La figure 3.4 a) montre qu'une élévation de 200°C mène à une diminution du temps de  $t_{50}$  de 10s. Alors que la figure 3.4 b) nous montre qu'une augmentation de la vitesse de déformation d'un facteur 10 augmente grandement la cinétique de DRX. Il faut noter cependant que le modèle prédit des microstructures entièrement recristallisées pour les faibles vitesses de déformation, mais pour de plus hautes vitesses, des structures partiellement recristallisées sont favorisées.

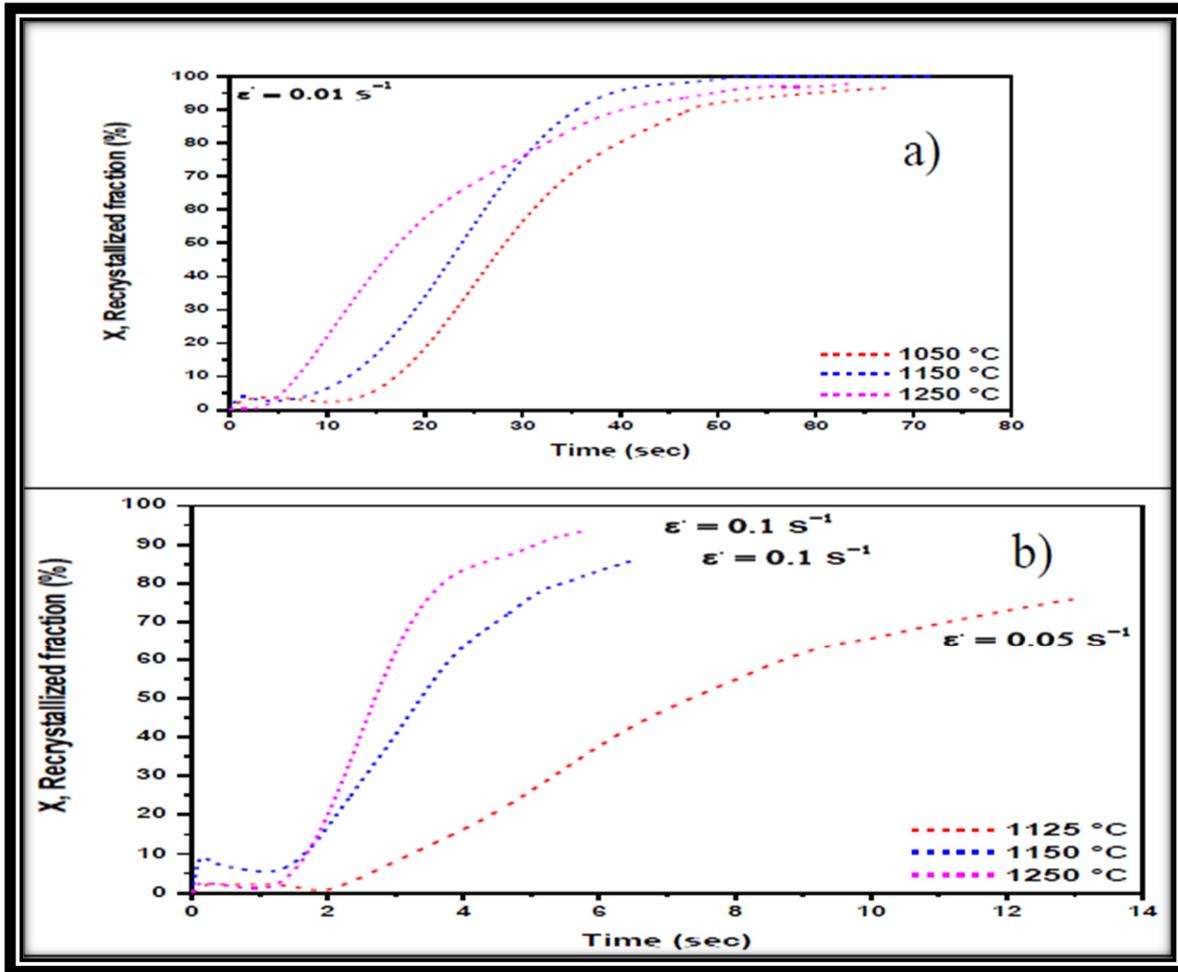


Figure 3.4 Cinétique de recristallisation dynamique à diverses températures a) vitesse de déformation  $0.01 \text{ s}^{-1}$  b) vitesse de déformation  $0.1$  et  $0.05 \text{ s}^{-1}$

### 3.3 Modèle constitutif

Dans un modèle constitutif, il convient de relier la température, déformation et vitesse de déformation sous l'égide d'une seule et même équation. Ceci se fait grâce à l'utilisation du paramètre de Zener-Hollomon (Chadha et al., 2015):

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (3.7)$$

où  $\dot{\epsilon}$  est la vitesse de déformation,  $Q$  l'énergie d'activation de la déformation,  $R$  la constante des gaz parfaits et  $T$  la température de travail en K. Pour relier la contrainte, la vitesse et la température de déformation on utilise le modèle d'Arrhenius donnée par (Momeni et al., 2013 ; Chadha et al., 2015 ; Han et al., 2015 ; Wang et al., 2014 ; Sanrutsadakorn et al 2013 ; Bitterlin et al., 2018)

$$\dot{\epsilon} = AF(\sigma) \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (3.8)$$

Avec

$$F(\sigma) = \sigma^{n_1} \quad (\alpha\sigma \leq 0.8) \quad (3.8.1)$$

$$F(\sigma) = \exp(\beta\sigma) \quad (\alpha\sigma \leq 1.2) \quad (3.8.2)$$

$$F(\sigma) = \text{Sinh}(\alpha\sigma)^n \quad (\text{pour tout } \sigma) \quad (3.8.3)$$

Où  $A$ ,  $n_1$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$  et  $n$  sont des constantes du matériau.

En utilisant l'opérateur logarithmique, l'équation précédente s'écrit :

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln \sinh(\alpha\sigma) - \frac{Q}{RT} \quad (3.9)$$

Par régression linéaire, il est possible de déterminer les différentes constantes matérielles.  $n_1$  et  $\beta$  sont déterminés en traçant  $\ln \sigma$  vs  $\ln \dot{\epsilon}$  et  $\sigma$  vs  $\ln \dot{\epsilon}$  (Figure 3.5 a) et c)) respectivement. La constante  $\alpha$  est calculée par la formule  $\alpha = \frac{\beta}{n_1}$ . Les équations suivantes donnent les valeurs de  $n$  et de  $Q$

$$n = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sinh(\alpha\sigma)} \quad (3.10)$$

$$Q = nR \frac{\partial \ln \sinh(\alpha\sigma)}{\partial (1/T)} \quad (3.11)$$

En traçant  $\ln(\sinh(\alpha\sigma))$  vs  $\ln \dot{\epsilon}$  et  $\ln(\sinh(\alpha\sigma))$  vs  $1/T$  (Figure 3.5 b) et d)), on obtient respectivement les valeurs de  $n$  et de  $Q$ .

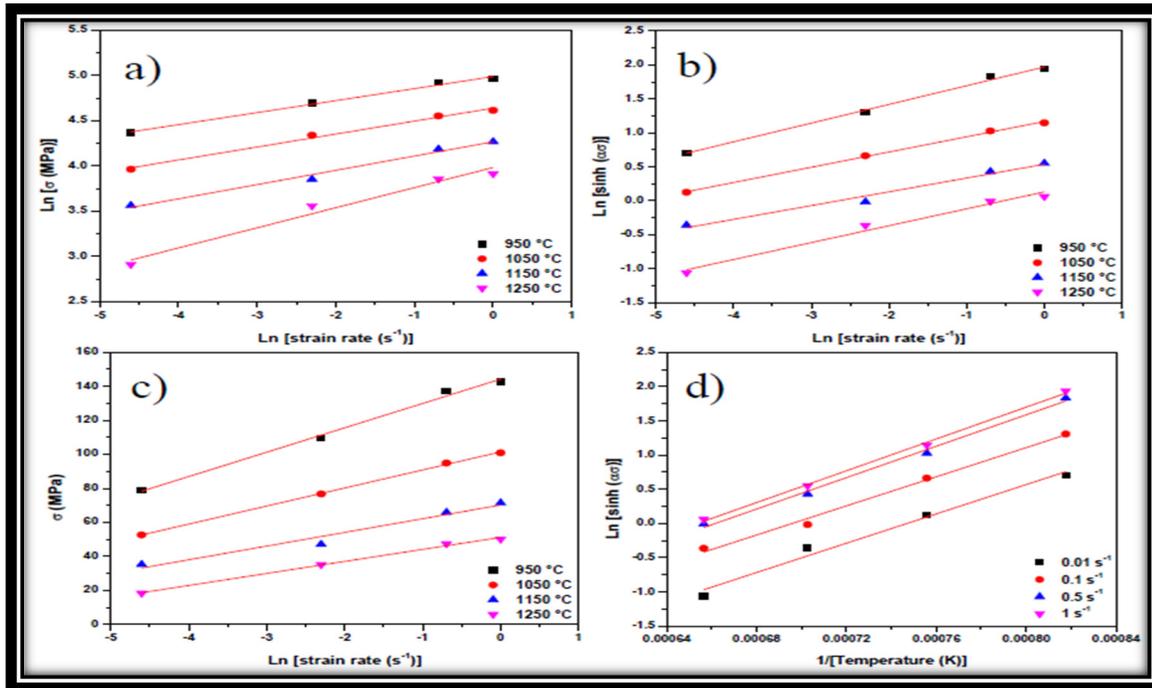


Figure 3.5 Courbes pour calculer les constantes matériaux déformation de 0.2 a)  $\ln\sigma$  vs  $\ln\dot{\epsilon}$  pour trouver  $n_1$  b)  $\sigma$  vs  $\ln \dot{\epsilon}$  pour trouver  $\beta$  c)  $\ln(\sinh(\alpha\sigma))$  vs  $\ln \dot{\epsilon}$  pour trouver  $n$  d)  $\ln(\sinh(\alpha\sigma))$  vs  $1/T$  pour trouver  $Q$

Pour vérifier la capacité de prédiction du modèle hyperbolique, nous avons prédit les courbes de contrainte déformation des conditions 975 °C à 2 s<sup>-1</sup> et 1125 °C à 0.05 s<sup>-1</sup> et nous les avons comparés aux courbes expérimentales (voir annexe V)

### 3.4 Présence des éléments d'alliages

La présence des éléments d'alliage a été analysée par le logiciel de simulation thermodynamique ThermoCalc. On rappelle que la matrice est le fer. La figure 3.6 a) représente l'acier à 600 °C représentant la microstructure à température ambiante. On remarque une forte présence de précipités identifiés comme étant du  $M_7C_3$  (principalement du chrome et du fer comme métal) et une présence plus faible de  $(Mo, V)C$  et de  $M_{23}C_6$  (également principalement constitué de fer et de chrome). La composition aux températures de 1250 °C et 1150 °C est exactement la même avec seulement 1% en masse de sulfure de manganèse présent. Cette analyse thermodynamique nous montre que seuls les précipités de vanadium sont des candidats sérieux pour s'opposer aux fronts de migration de la recristallisation. Nous analyserons cette interaction plus en détail dans la partie 3.2. L'effet de la présence des éléments d'alliage sur la microstructure a été discuté dans le chapitre 1.

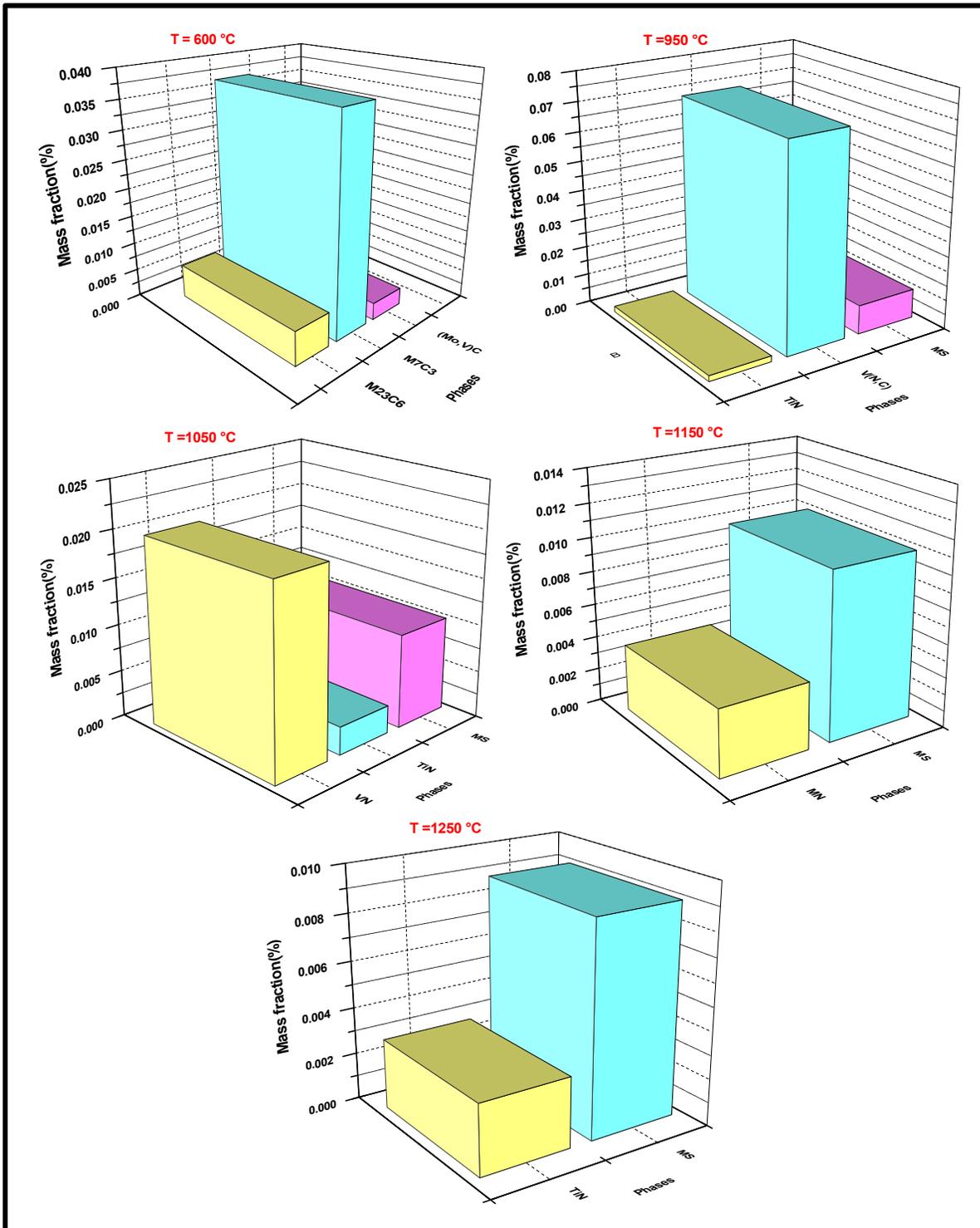


Figure 3.6 État de précipitation selon ThermoCalc en fonction de la température  
 a) 600 °C b) 950 °C c) 1050 °C d) 1150 °C e) 1250 °C

### 3.5 Corrélation de l'énergie de déformation vs paramètre de Zener-Hollomon

De nombreux paramètres sont tracés en fonction du paramètre de Zener-Hollomon ( $Z$ ). Le paramètre de Zener-Hollomon reliant les deux paramètres procédés principaux, à savoir la vitesse de déformation et la température. Nous nous proposons ici de calculer l'énergie de déformation et de la comparer à  $Z$ . L'énergie de déformation est calculée d'après la recherche de Poliak et collaborateurs (Poliak et al., 1996) où ils démontrent que l'énergie de déformation  $W_{\text{def}}$  est :

$$-W_{\text{def}} = \int_0^{\epsilon} \sigma d\epsilon \quad (3.12)$$

ce qui signifie mathématiquement que l'énergie de déformation est donnée par l'aire des courbes de contrainte déformation. Toutes les courbes sont ajustées avec un ordre polynomial de 12. Puis les aires de ces polynômes sont calculées sur l'ensemble de la plage de déformation (0-0.8). Pour finir, les aires sont tracées en fonction de  $Z$  sur la figure 3.7. Cette figure nous démontre une certaine linéarité entre  $W_{\text{def}}$  et  $Z$ . Un tel constat peut avoir des conséquences sur le choix des paramètres du procédé industriel à appliquer, car il est possible de prédire l'énergie de déformation en fonction de la vitesse de déformation ou de la température.

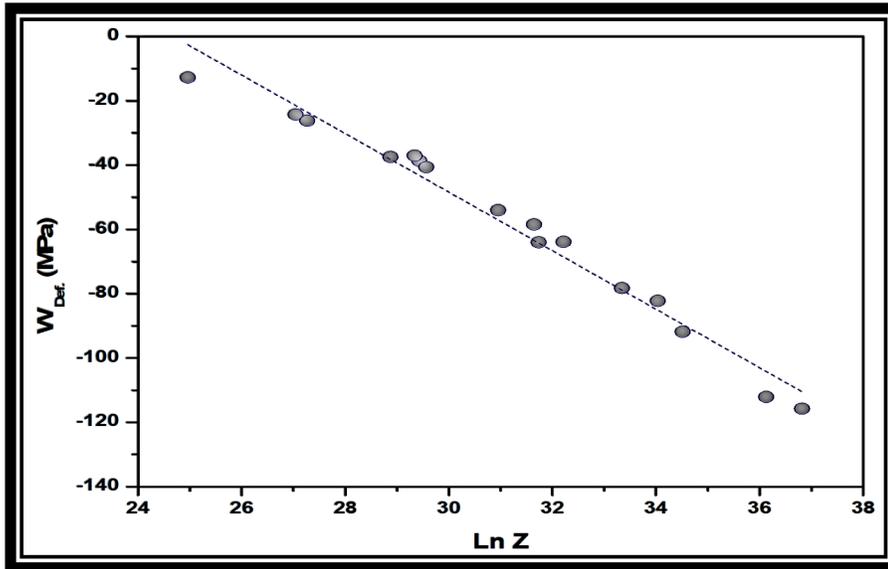


Figure 3.7 Énergie de déformation vs Z pour le AISI 6140 modifié

### 3.6 Interaction précipité/recristallisation dynamique

L'interaction entre les précipités et la recristallisation dynamique est étudiée. Pour ce faire nous ferons intervenir la force de Zener  $Z_p$  et la force de recristallisation dynamique  $F_{DRX}$ . Nous utiliserons la formule de Dutta (Dutta et al., 2001) et nous l'adapterons pour y intégrer les contraintes critiques de recristallisation dynamique calculées par la méthode de double dérivative. Nous comparerons les deux valeurs pour voir s'il y a interaction entre précipités et le front de migration de la recristallisation.

Nous ne considérerons ici que la structure déformée à 950 °C car seule celle-ci présente des traces de précipités de vanadium **en proportion raisonnable (Figure 3.8)**. La force de Zener exercée par une fraction volumique  $f$  (calculée par ThermoCalc) de précipités de rayon  $r$  (déterminée sur les micrographies MEB) est donnée par :

$$Z_p = \frac{3\gamma f}{2r} \quad (3.13)$$

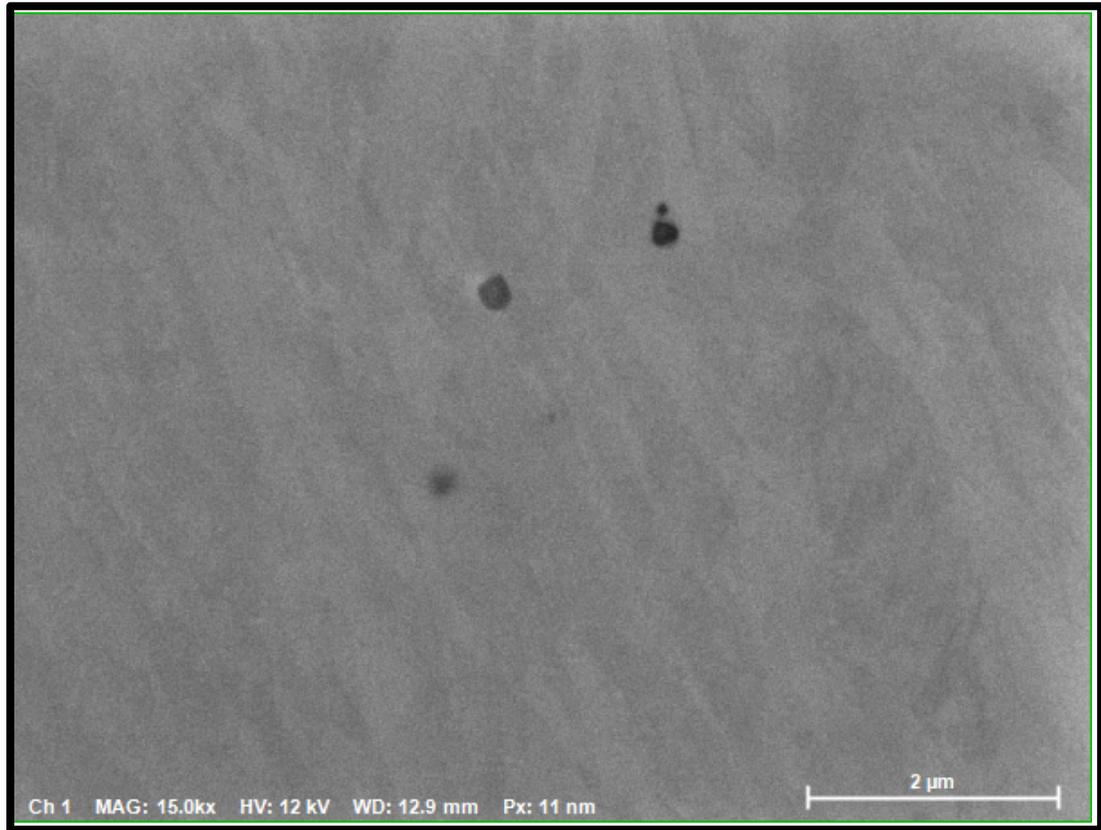


Figure 3.8 Précipités de vanadium dans l'acier à 950°C

où  $\gamma$  est l'énergie des joints de grains (0.75 J/mol dans l'austénite). Cette valeur est à comparer avec la valeur de  $F_{DRX}$  donnée par (Vervynkt et al., 2011 ; Wu et al., 2011) :

$$F_{DRX} = \frac{1}{2} \mu b^2 \Delta\rho \quad (3.14)$$

où  $\mu$  est le module de cisaillement de  $4 \cdot 10^4$  MPa pour l'acier,  $b$  est le vecteur de Burger dépendant de la température et  $\Delta\rho$  est donnée par la formule dérivée de Dutta :

$$\Delta\rho = \frac{\sigma - \sigma_c}{M\alpha\mu b} \quad (3.15)$$

$\sigma$  est la contrainte,  $\sigma_c$  est la contrainte critique de recristallisation dynamique.  $M$  est le facteur le Taylor (3 dans les structures CFC) et  $\alpha$  est une constante matérielle prise égale à 0.15. Sur la figure 3.9 les deux valeurs sont comparées en fonction du temps de recristallisation.

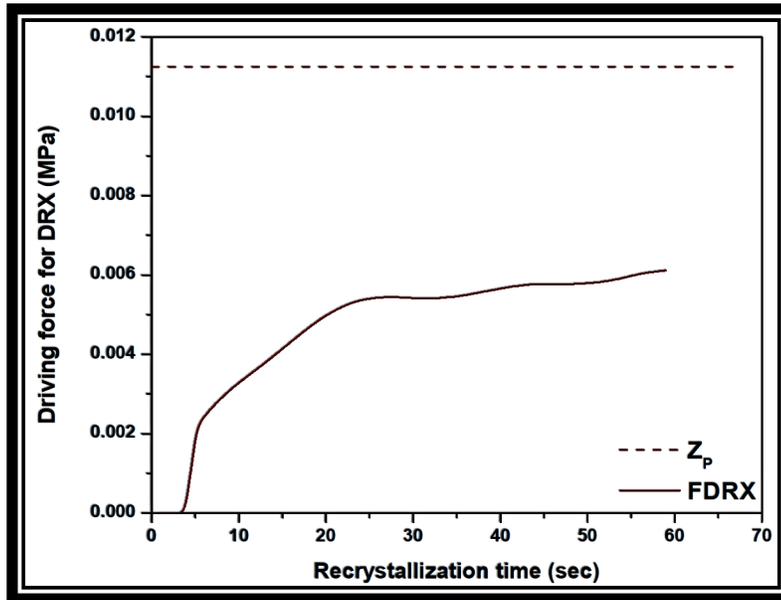


Figure 3.9 Comparaison entre  $Z_p$  et FDRX

L'hypothèse de l'équilibre thermodynamique étant établie, la force de Zener est constante. Seule la force de recristallisation varie au cours du temps. Celle-ci augmente au cours du temps après une période d'incubation de quelques secondes. Cependant, la force de recristallisation n'excède à aucun moment la valeur de la force de Zener et ceci nous permet de conclure qu'il y a une interaction entre le front de migration de recristallisation et les précipités. Les précipités retardent au moins la recristallisation. On ne peut pas conclure si les précipités empêchent la recristallisation, car la méthode de double dérivée prédit qu'il y a au moins un début de DRX pour l'ensemble des essais. Le développement qui précède nous explique la raison pour laquelle les courbes à 950 °C ne présentent pas de pic caractéristique de la DRX sur les courbes de contrainte-déformation. La microstructure à 950 °C peut difficilement recristalliser dynamiquement à cause de la présence de précipités dans la

matrice. Il faudrait aller plus loin dans le taux de déformation pour observer un pic de recristallisation suivi d'un plateau en contrainte.

### **3.7 Validation microstructurale**

Dans cette partie on présentera l'étude détaillée de la microstructure grâce à différentes méthodes métallographiques. La première partie concerne la microscopie optique comme illustrée sur la figure 3.10. Après la procédure de polissage décrite dans la partie expérimentale, les échantillons ont été attaqués par le réactif nital 3 % (3 g d'acide nitrique, 100 mL d'éthanol). Ce réactif s'est révélé très efficace pour montrer la structure bainitique mais moins efficace pour la structure martensitique de déformation. On note cependant que les joints de grain ont été révélés grâce à l'acide picrique à chaud à 80 °C pour la structure initiale forgée et traitée thermiquement. La structure s'avère originellement être de morphologie bainitique comme le révèle la figure 3.10 a). Pour des températures de forgeage de 950°C les grains se présentent sous la forme de grains allongés et aucun signe de recristallisation n'est présent. Faits confirmés par les courbes de contrainte- déformation ne présentant que de la restauration dynamique. Pour des températures supérieures à 1000 °C, la microstructure est plus raffinée et est en accord avec le phénomène de recristallisation dynamique lu sur les courbes de contrainte- déformation.

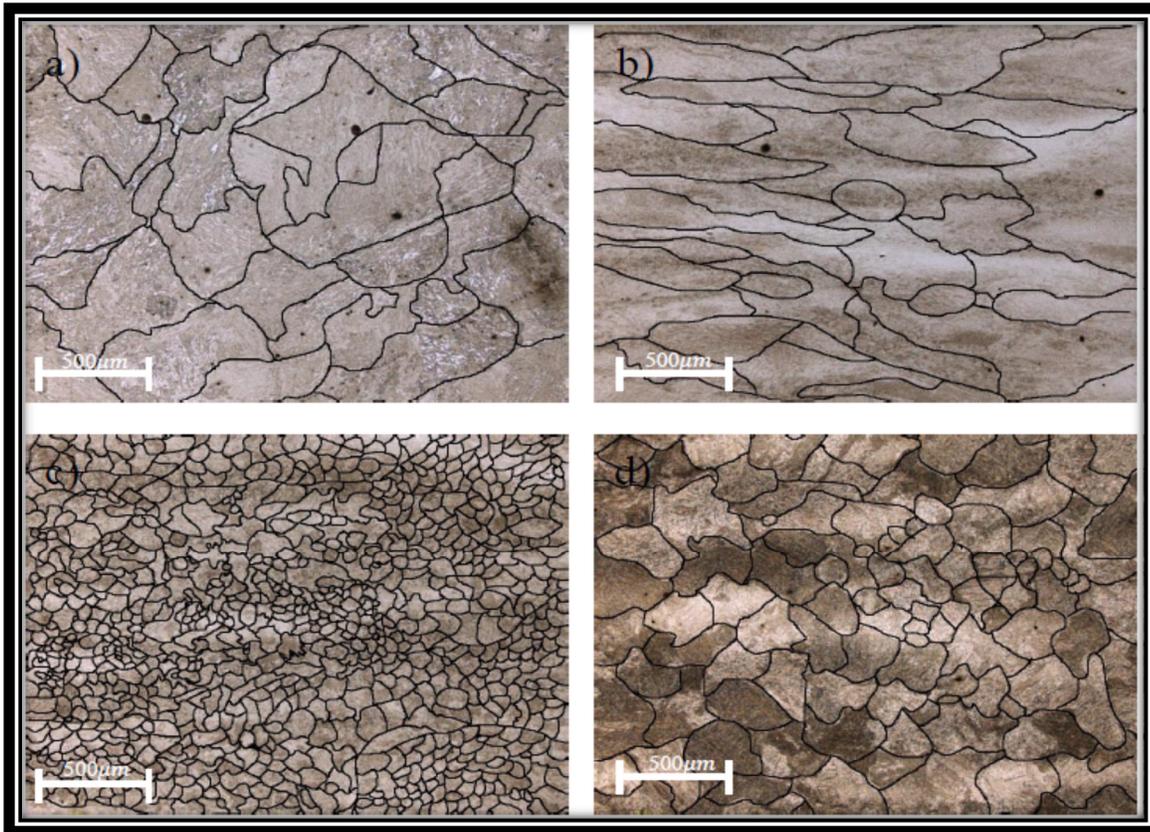


Figure 3.10 Micrographie optique de  
 a) matériaux initial b) déformé à 950 °C 0.01s<sup>-1</sup> c) déformé à 1050 °C 0.01s<sup>-1</sup> d) déformé à 1250 °C 0.01s<sup>-1</sup>

Les résultats de l'analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) et l'analyse chimique sont rapportés dans les figures 3.11 à 3.13. Les micrographies MEB montrent une forte présence de précipités dans la structure de départ représentant une structure forgée et traitée thermiquement. Les microstructures déformées à 1150 °C et à 1250 °C ne présentent pas de trace de précipité. La phase est entièrement austénitique à l'exception de la présence de ferrites de Widmanstätten dans certains cas, comme le montre l'image de l'acier forgé à 1050 °C 0.01s<sup>-1</sup>. La présence de cette phase est confirmée par l'application de la méthode de double dérivative. Le spectromètre à énergie de dispersion (EDS) est couplé à la microscopie électronique à balayage et permet l'identification chimique des précipités observés. Cette analyse a permis de mettre en évidence la présence de précipités de vanadium pour la

température de 950 °C. Cette observation est également prédite par les calculs thermodynamiques sur ThermoCalc. Cependant contrairement à ThermoCalc, nous n'avons pas pu détecter de trace de M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> ou de M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. L'autre précipité à signaler est la présence de sulfures de manganèse en faible proportion également prédit par ThermoCalc. L'analyse EBSD (diffraction des électrons rétrodiffusés) a été également effectuée sur une structure dynamiquement recristallisée et un exemple est illustré sur la figure 3.13. Cette analyse a révélé que la structure recristallisée n'avait pas d'orientation cristallographique privilégiée. On note aussi que la désorientation entre lattes de martensite est supérieure à 15 degrés. Ce qui ne permet pas de générer des cartes de grain (grain map) pour déterminer la taille de grain. Enfin, sur la figure représentant les mesures d'orientations, on remarque la présence d'une phase ferritique apparaissant en violet. Cette phase est considérée être de la ferrite de Widmanstätten ayant coalescée sous l'impact de la déformation. Comme indiqué dans la partie revue de littérature, la présence de ferrites de Widmanstätten formées au sein de l'austénite déformée à haute température a déjà été rapportée et nos résultats confirment sa formation.

Des échantillons ont également été préparés pour une observation plus poussée au MET. L'objectif était d'investiguer sur la relation d'orientation entre les précipités et leur matrice. Cependant, au vu du faible taux de présence des précipités par rapport au pouvoir de résolution du MET, aucun précipité n'a pu être observé. D'autres perspectives concernant l'utilisation du MET sont développées dans les annexes. Les micrographies prises au MET sont disponibles dans la section annexe.

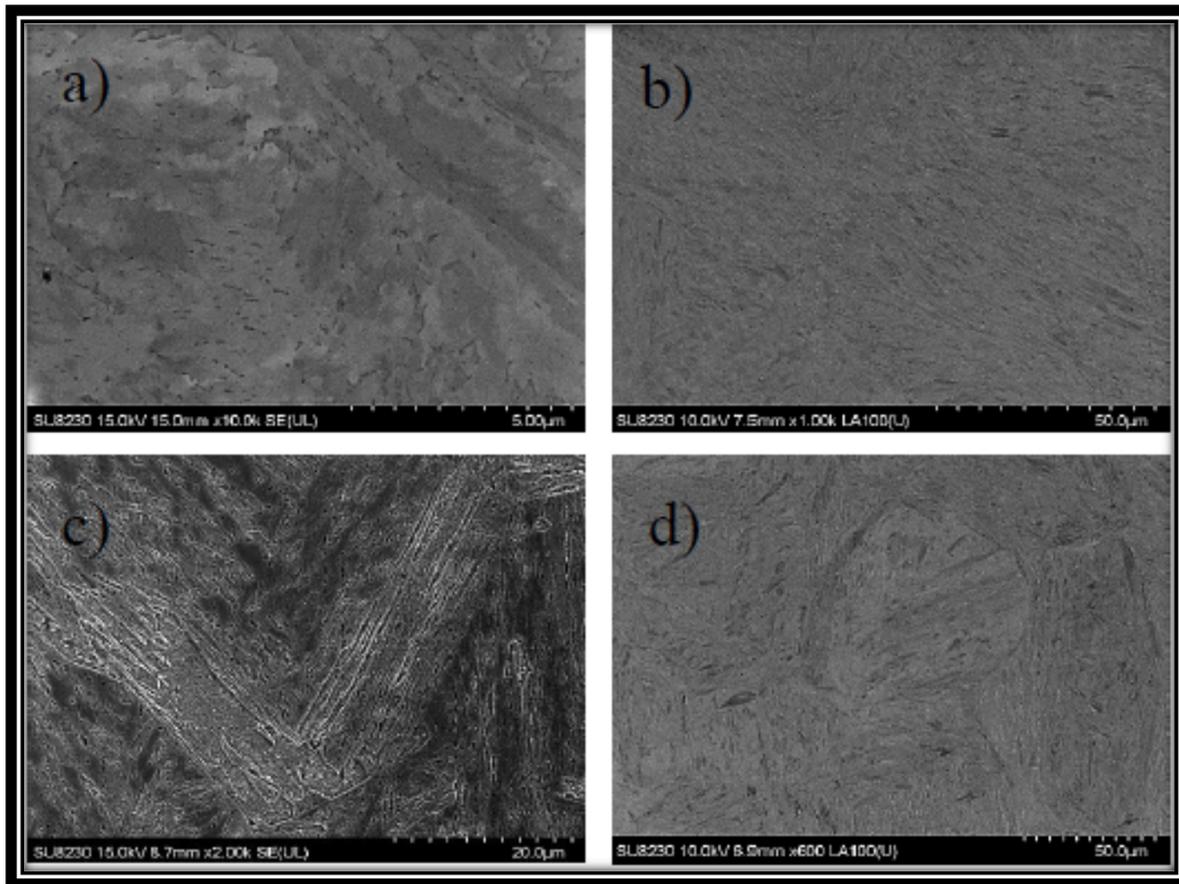


Figure 3.11 Micrographie MEB de a) matériaux initial b) déformé à  $950^{\circ}\text{C}$   $1\text{s}^{-1}$  c) déformé à  $1050^{\circ}\text{C}$   $0.01\text{s}^{-1}$  d) déformé à  $1250^{\circ}\text{C}$   $0.01\text{s}^{-1}$

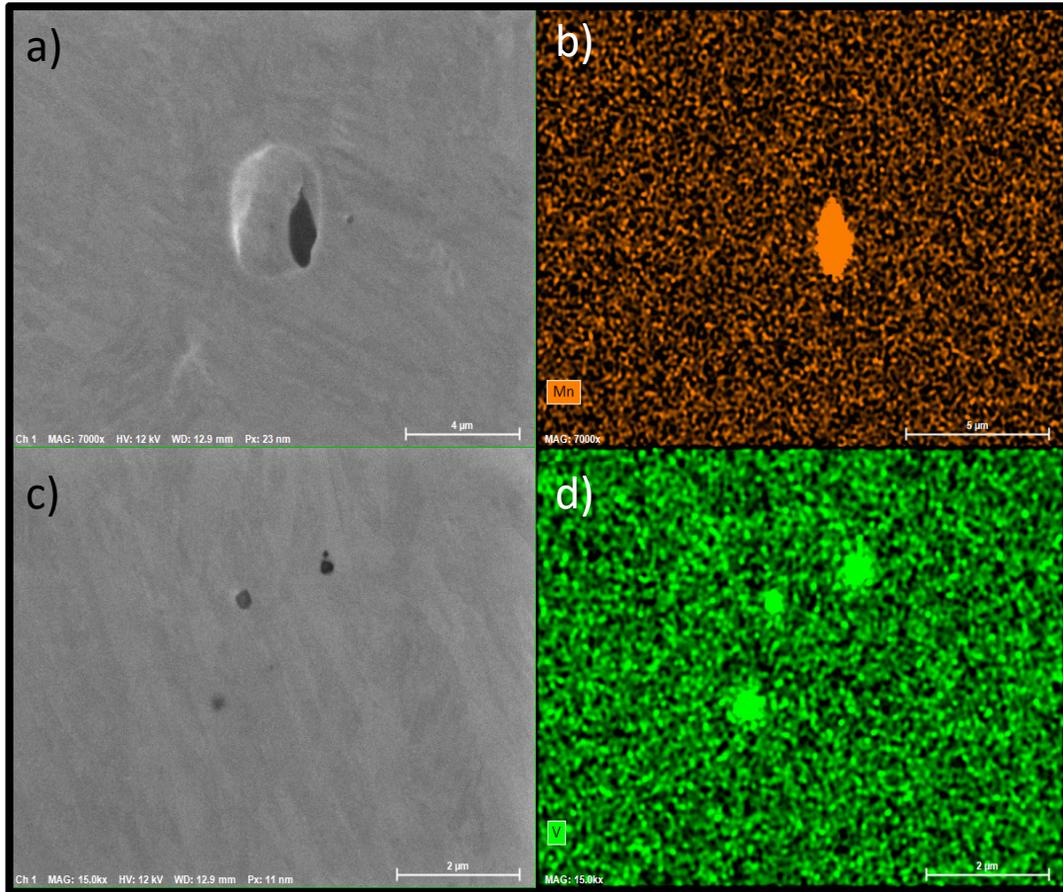


Figure 3.12 a) précipité de sulfure de manganèse à 1250°C b) carte EDX Mn de a)  
c) précipité de vanadium à 950°C d) carte EDX V de c)

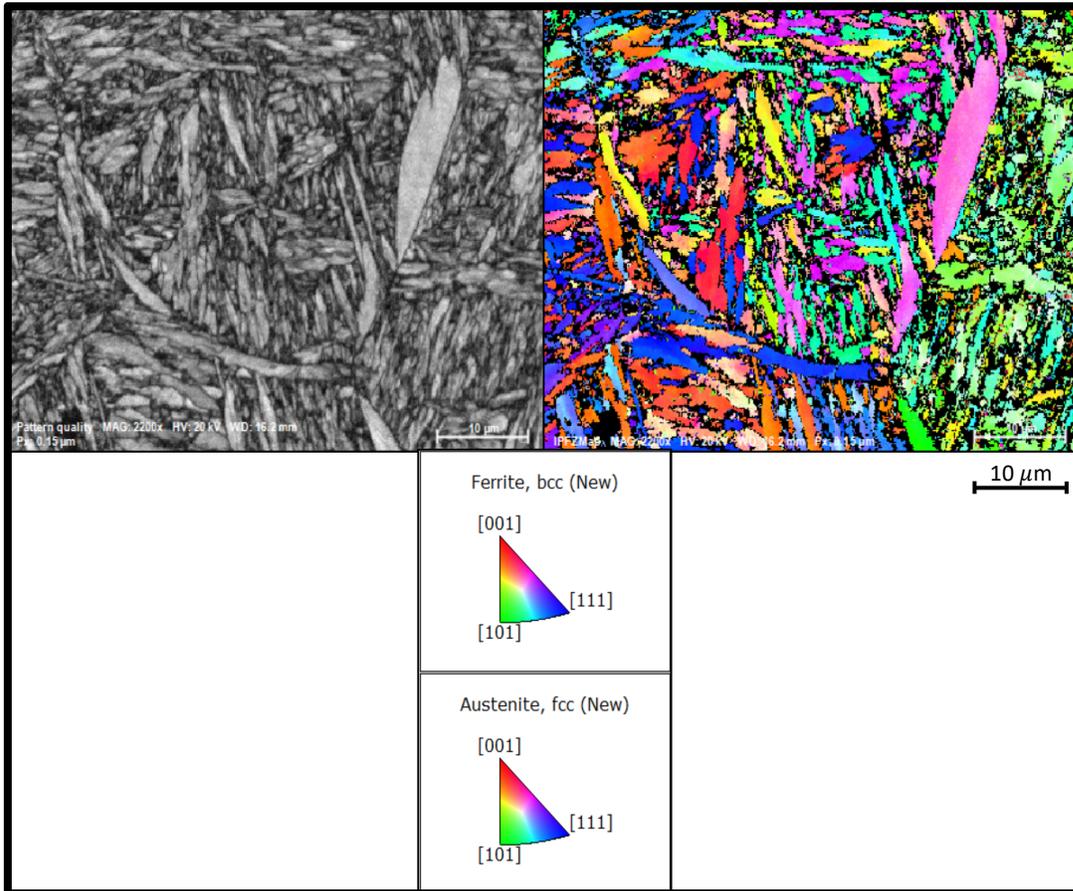


Figure 3.13 Cartographie EBSD de la structure déformée à 1250°C 0.01s<sup>-1</sup>

### 3.8 Résumé et conclusion

Dans ce chapitre nous avons traité des résultats obtenus par les tests de compressions. Nous avons établi le modèle constitutif, ce qui nous a permis de déterminer l'énergie de déformation (374 kJ) et ainsi le paramètre de Zener-Hollomon. La cinétique de recristallisation dynamique a été modélisée utilisant le modèle  $t_{50}$ . Les résultats obtenus ont montré des  $t_{50}$  de l'ordre de 15 à 20 secondes pour la vitesse de déformation de 0.01s<sup>-1</sup> contre des  $t_{50}$  de l'ordre de 2 à 3 secondes pour la vitesse de 0.1s<sup>-1</sup>. La tendance a démontré que la cinétique de DRX est favorisée par les basses valeurs de Z. Au-dessus d'une certaine valeur de Z, la DRX est plus difficile à s'accomplir. Les courbes de contrainte déformation ont montré à la fois la présence de DRX, de DRV et d'écrouissage. La présence des éléments d'alliage a été analysée par le

logiciel thermodynamique ThermoCalc. ThermoCalc nous montre qu'il y a une forte présence de précipités dans la microstructure initiale. Cet aspect a été confirmé par la validation microstructurale. Cependant pour les très hautes températures, la microstructure est dépourvue de précipités. Les micrographies confirment les simulations sur ThermoCalc. Aux plus basses températures de déformation, 950 et 1050°C, les simulations ont prédites une présence de respectivement 0.07 et 0.018 % (en masse) de précipités de vanadium. Seules les micrographies à 950°C ont révélé la présence de précipité de vanadium. La difficulté à observer des précipités dans les conditions à 1050°C est sûrement dûe à la très faible proportion prédite par ThermoCalc. Les interactions entre DRX et précipités de vanadium ont donc été étudiées dans les conditions de 950°C et nous avons démontré que les précipités de vanadium interagissaient avec le front de migration de la DRX et qu'ils retardaient la recristallisation.



## CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans cet ouvrage, nous nous sommes proposés de simuler le forgeage libre d'acier médium carbone au vanadium. Des tests de compression, simulant le forgeage libre, ont été effectués sur une Gleeble 3800. Une équation constitutive basée sur le modèle sinus hyperbolique a été développée qui prédit avec grande précision les courbes de contrainte-déformation de l'alliage considéré. De plus une énergie de déformation de 374 kJ a été déterminée pour la première fois pour cet acier. Nous avons également appliqué un modèle de correction de friction avec un coefficient de friction moyen pour corriger celle-ci sur les courbes de contraintes déformation.

La cinétique de recristallisation dynamique a été quantifiée en utilisant le modèle d'Avrami. Cette cinétique est courte pour les hautes températures et elle s'allonge au fur et à mesure que l'on diminue la température. L'augmentation de la vitesse de déformation a également un impact positif sur la recristallisation dynamique, cependant, une augmentation trop grande implique que la recristallisation dynamique ne se produit pas. Ces données sont des outils importants pour le partenaire industriel pour optimiser le processus de forge actuel et développer des modèles de simulation numériques de tout le procédé de forgeage des lingots de grandes dimensions. Pour détecter la condition critique de déformation, la technique de double dérivée a été utilisée sur les courbes de contrainte-déformation. La contrainte critique est généralement réduite pour les hautes températures indiquant que la recristallisation dynamique est un processus thermiquement activé. La contrainte critique de recristallisation augmente avec la diminution de la température, toutefois pour une température donnée, la contrainte nécessaire à la recristallisation augmente.

La contribution des précipités au durcissement de l'alliage étudié et à la cinétique de recristallisation a aussi été étudiée dans cette thèse. En particulier le rôle du vanadium a été investigué, car très peu de données étaient disponibles sur le rôle de cet élément dans ces alliages. Nos résultats ont montré que la présence de précipités de vanadium à la température de forge de 950 °C induisent une force de Zener qui peut affecter la cinétique de DRX en fonction des conditions thermomécaniques appliquées. Spécifiquement, on a pu montrer que

si la forge est conduite à des températures proches de 950 °C les précipités riches en vanadium vont retarder ou même arrêter la recristallisation.

Les perspectives de cette recherche sont les suivantes :

une étude microscopique plus avancée des précipités dans la matrice pour permettre de mieux déterminer la nature de leurs relations d'orientation avec la matrice. Notre tentative d'étude au MET (Microscope Électronique en Transmission) n'a pas abouti, car aucun précipité n'a pu être observé. Cependant, les techniques EBSD (Diffraction des électrons rétrodiffusés) et, plus récemment, la TKD (Transmission Kikuchi Diffraction) peuvent nous renseigner sur la relation d'orientation précipité/matrice. Nos mesures d'orientations d'une structure recristallisée dynamiquement ont abouti à la conclusion qu'il n'y a pas d'orientation privilégiée.

L'autre perspective de cette recherche est dans la détection et la mise en lumière des précipités. En effet, nous avons observé des précipités de plusieurs centaines de nanomètres. Ceci nécessitera l'utilisation de la méthode des répliques de carbone pour l'observation au MET de tels précipités. Cependant l'on peut s'attendre à des précipités de l'ordre de la dizaine de nanomètres dû au phénomène de précipitation.

Nous avons considéré ici des précipités thermodynamiquement stables impliquant une force de Zener constante en fonction de la déformation. Enfin on peut s'attendre à ce que cette force augmente de plusieurs ordres de grandeur et évolue avec la déformation induisant une plus grande résistance à la force de recristallisation dynamique. Donc une détermination précise de l'évolution de la taille des précipités dynamique permettra d'estimer avec plus de précision l'évolution de la force de Zener au cours de la forge et son influence sur la taille des grains. Cette information sera très utile pour la sélection des paramètres de forge des grands lingots où on observe de gros grains au centre des brames forgées indiquant que la recristallisation et croissance de grain a eu lieu sans être ralentie par les précipités.





## ANNEXE I

### ENSEMBLE DE DONNÉES MÉCANIQUES

La Figure- AI.1, on y retrouve toutes les conditions critiques. On y voit notamment que la méthode de double dérivative prédit au moins un début de DRX dans chaque condition. La DT est-elle, favorisée par les hautes vitesses et les basses températures. La Figure- AI.2 nous montre la relation de linéarité qu'il y a entre la déformation critique et le pic de déformation. La Figure- AI.3 nous montre la linéarité entre la contrainte critique et la contrainte du pic.

Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	TEMPÉRATURE (K)	Z s <sup>-1</sup>	ε <sub>c</sub> DT	ε <sub>c</sub> DRX	ε <sub>p</sub>	σ <sub>p</sub> (MPa)
0.01	1523	6.94E+10	N/C	0.06	0.12	19.71
	1423	5.54E+11	0.02	0.06	0.2	35.39
	1323	6.06E+12	0.04	0.13	0.27	54.19
	1223	9.79E+13	0.14	0.26	N/C	N/C
0.1	1523	6.94E+11	N/C	0.13	0.26	35.78
	1423	5.54E+12	N/C	0.17	0.34	50.39
	1323	6.06E+13	0.17	0.31	N/C	N/C
	1223	9.79E+14	0.18	0.31	N/C	N/C
0.5	1523	3.47E+12	0.05	0.14	N/C	N/C
	1423	2.77E+13	0.09	0.22	N/C	N/C
	1323	3.03E+14	0.09	0.2	N/C	N/C
	1223	4.90E+15	0.11	0.26	N/C	N/C
1	1523	6.94E+12	0.12	0.32	N/C	N/C
	1423	5.54E+13	0.09	0.23	N/C	N/C
	1323	6.06E+14	0.12	0.32	N/C	N/C
	1223	9.79E+15	0.1	0.21	N/C	N/C

Figure- AI.1 Ensemble de données mécaniques expérimentales sur le AISI 6140

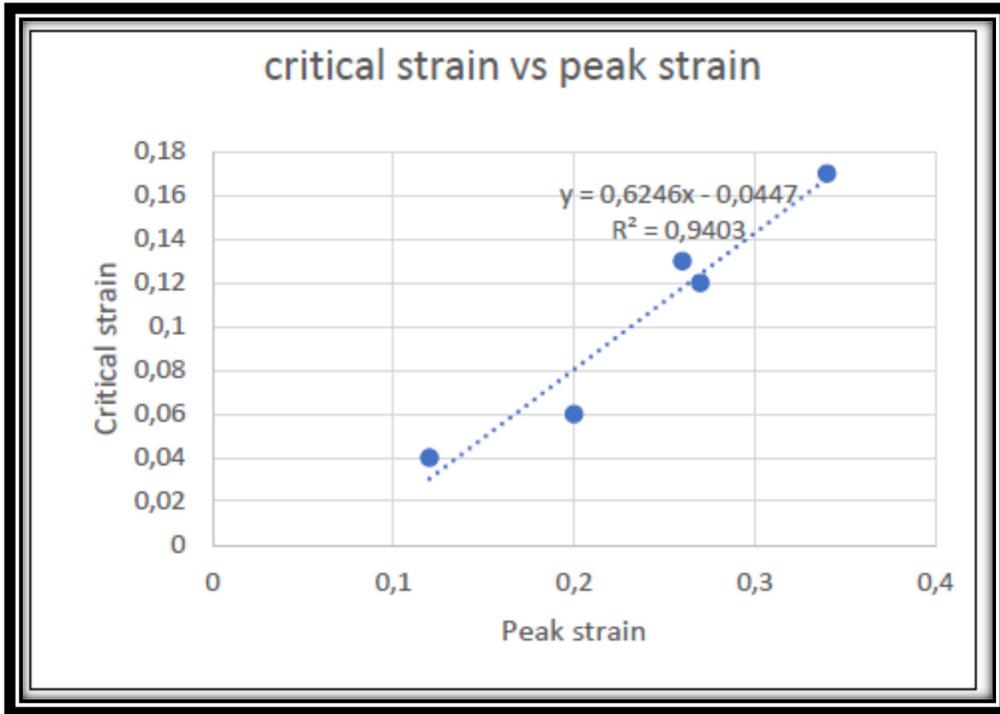


Figure- AI.2 Déformation critique VS pic de déformation

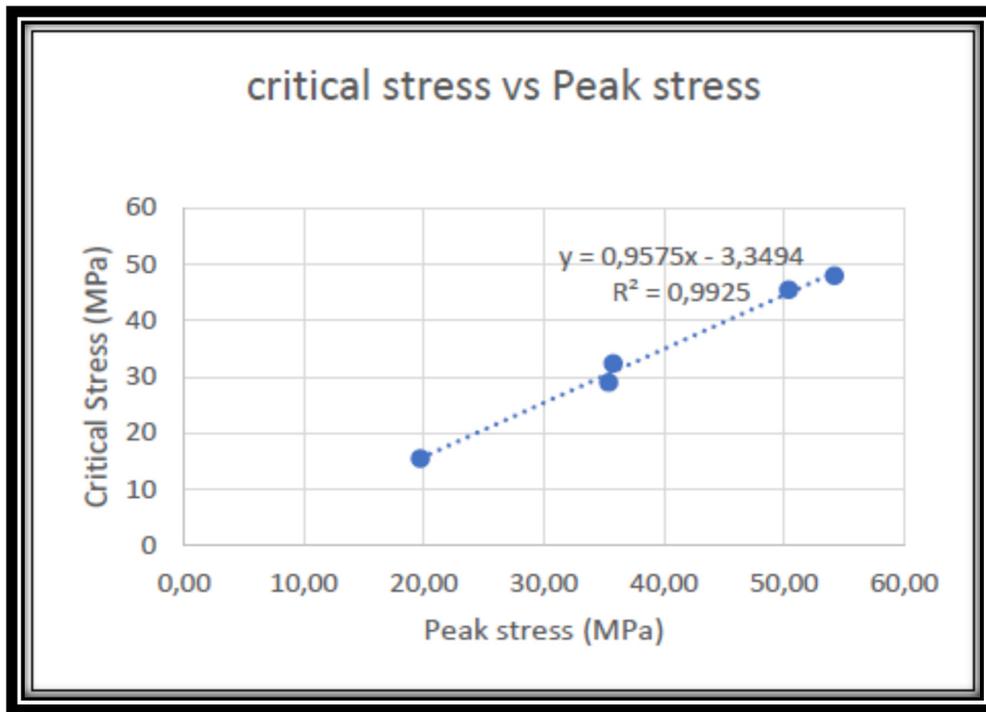


Figure- AI.3 Contrainte critique VS contrainte du pic

## ANNEXE II

### MICROGRAPHIES COMPLÉMENTAIRES

Les Figures- AII.1, AII.2, AII.3 sont les microstructures attaquées respectivement à l'acide picrique, le Vilella et l'acide nitro-sulfurique. On y constate que les microstructures sont mal révélées et qu'il est difficile, voire impossible, de voir les joints de grains. C'est la raison pour laquelle les grains n'ont pas été redessinés. Seul le Nital a pu nous aider à les révéler.

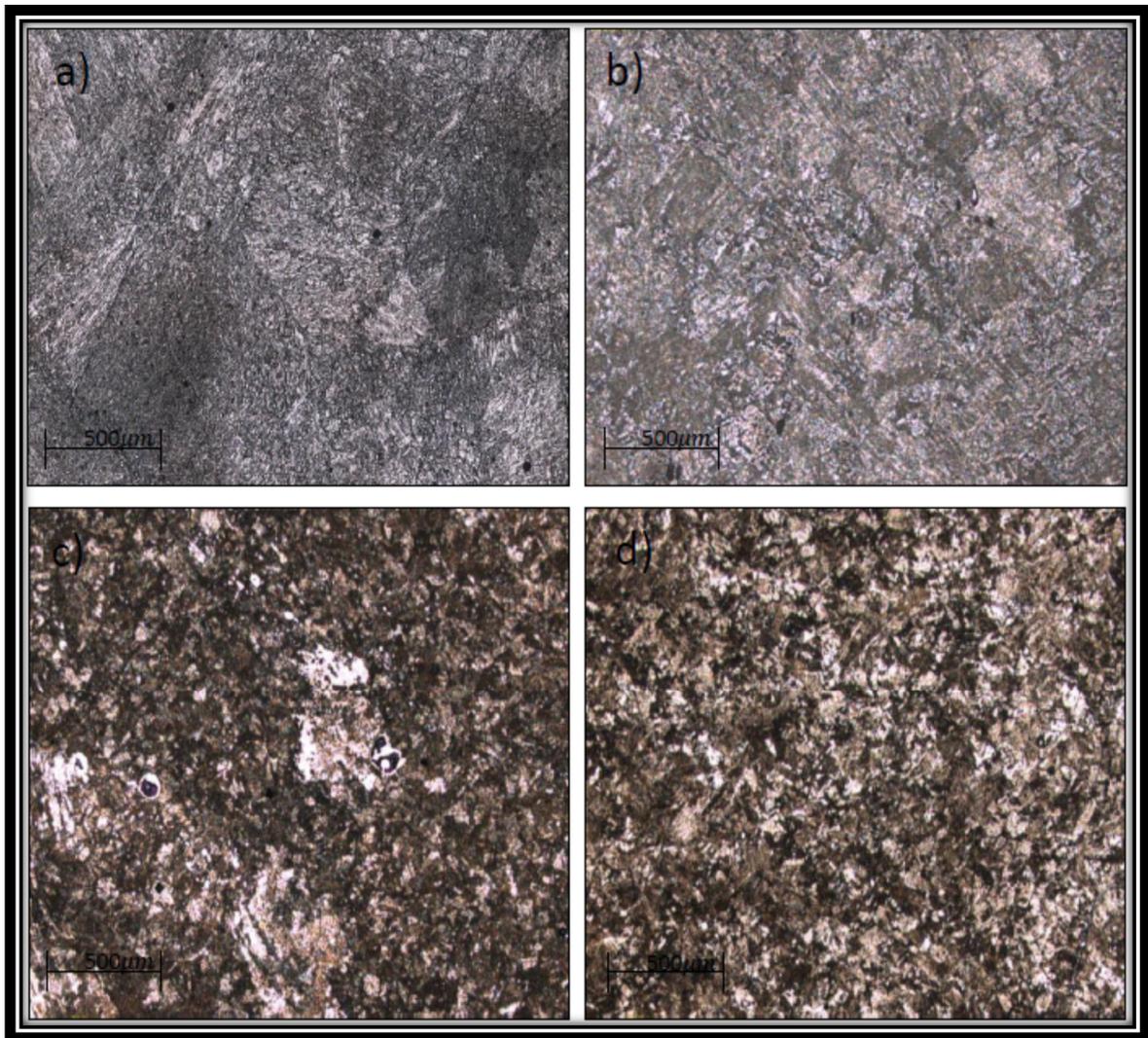


Figure- AII.1 Microstructure attaqué à l'acide picrique 10 %  
a) Matériau initial b) 1250 °C 0.01s<sup>-1</sup> c) 1150 °C 0.1s<sup>-1</sup> d) 1150 °C 0.01s<sup>-1</sup>

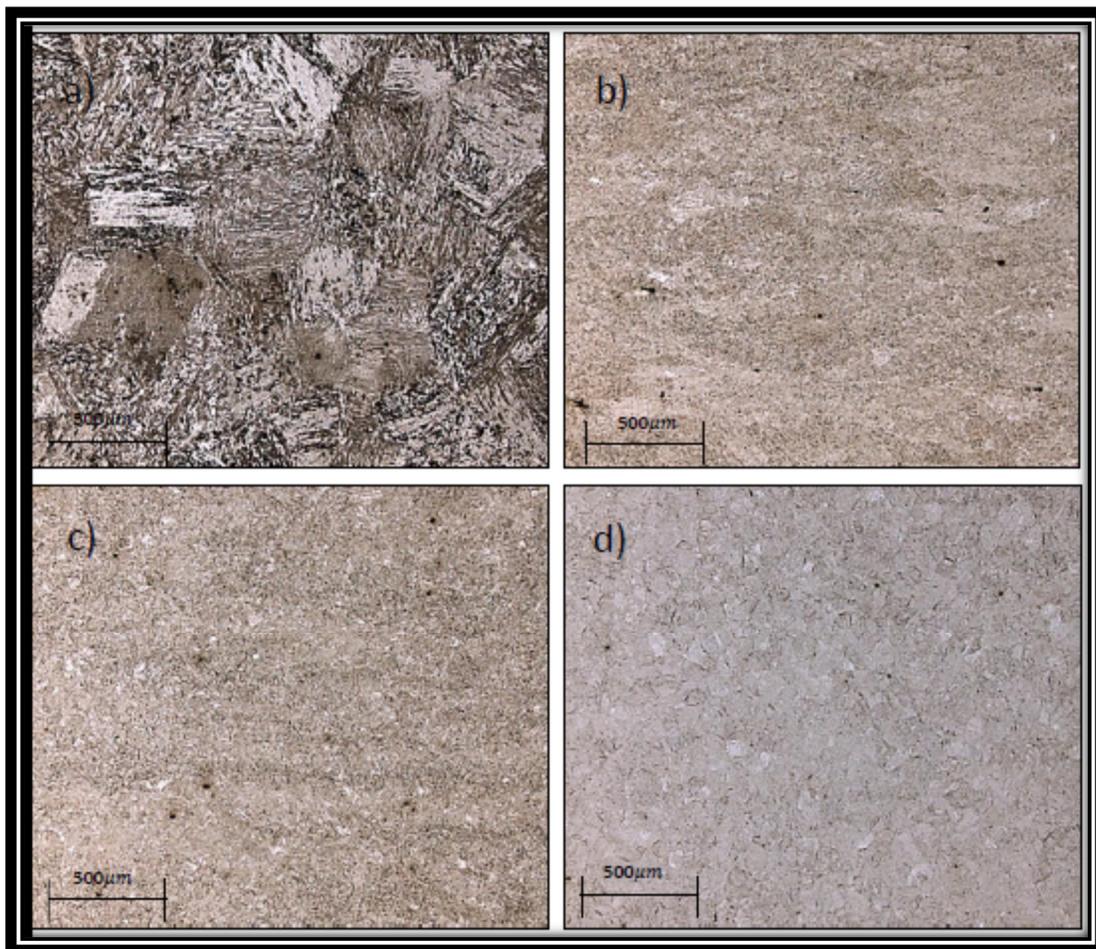


Figure- AII.2 Microstructure attaquée au Villela  
a) Matériau initial b) 1250 0.01s<sup>-1</sup> c) 950 0.01s<sup>-1</sup> d) 1050 °C 0.01s<sup>-1</sup>

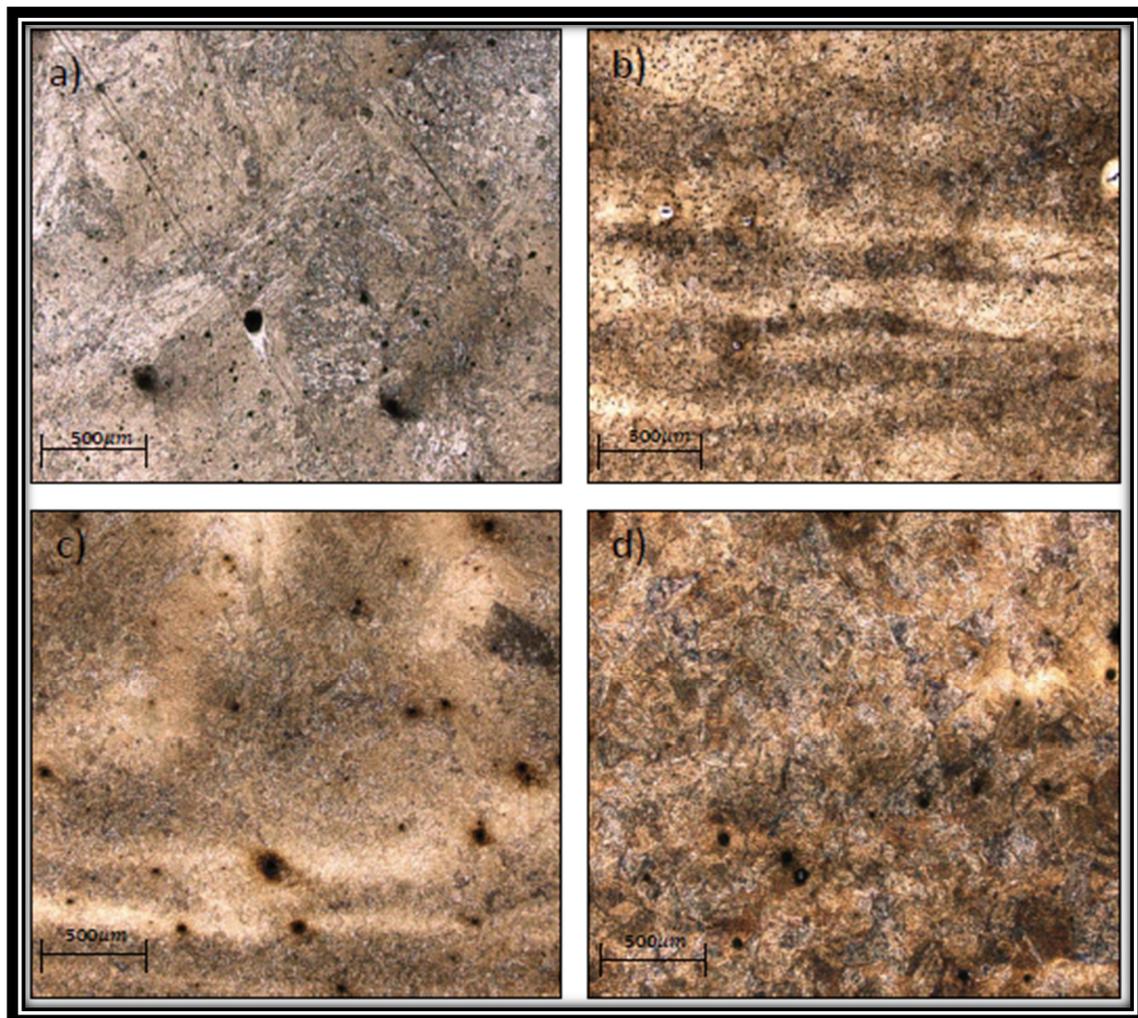


Figure- AII.3 Microstructures attaquées avec un mélange d'acide sulfurique et nitrique  
a) matériau initial b) 1250 °C 0.01s<sup>-1</sup> c) 1050°C 0.01s<sup>-1</sup> d) 1050°C 0.1s<sup>-1</sup>



### ANNEXE III

#### MET

Investigation au microscope électronique en transmission de l'échantillon déformé à 950°C 0.01s<sup>-1</sup>. L'objectif étant d'investiguer sur les précipités présents dans la matrice. Cependant comme nous le montrent les Figures- AIII.2 et AIII.4 aucun précipité n'a pu être identifié.

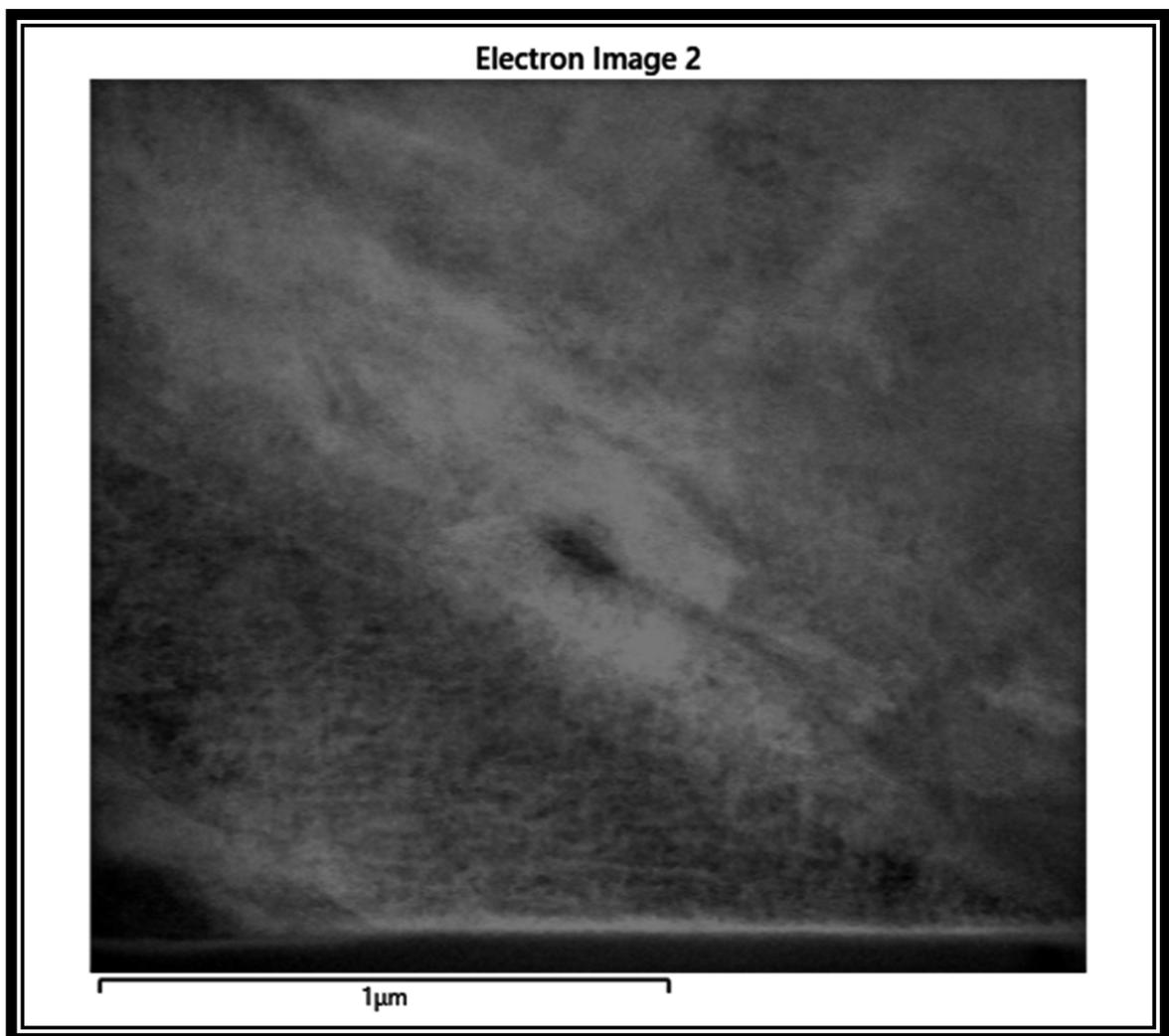


Figure- AIII.1 Micrographie MET à 950 °C 0.01s<sup>-1</sup>

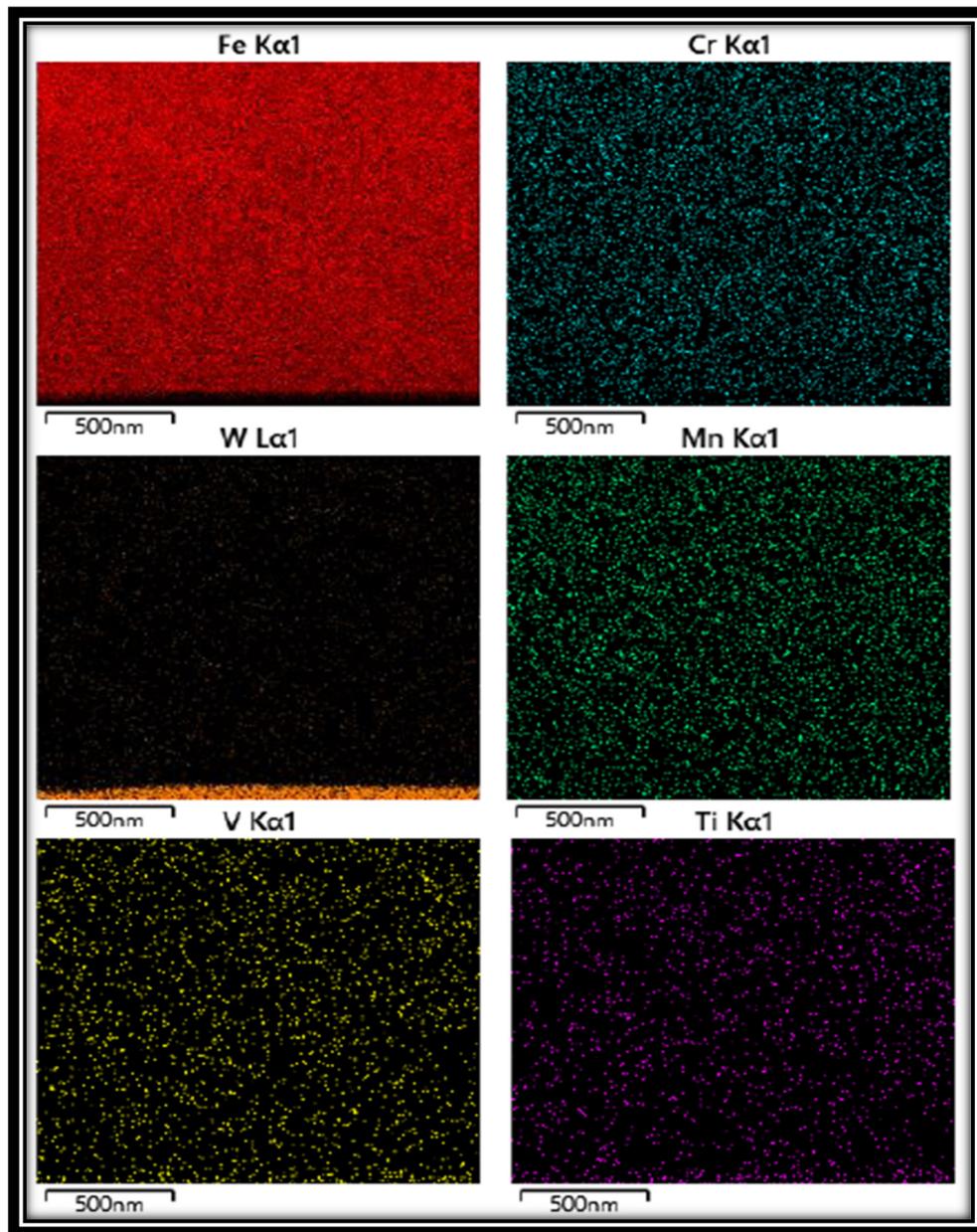


Figure- AIII.2 Micrographies EDX de l'échantillon déformé à 950 °C 0.01s<sup>-1</sup>

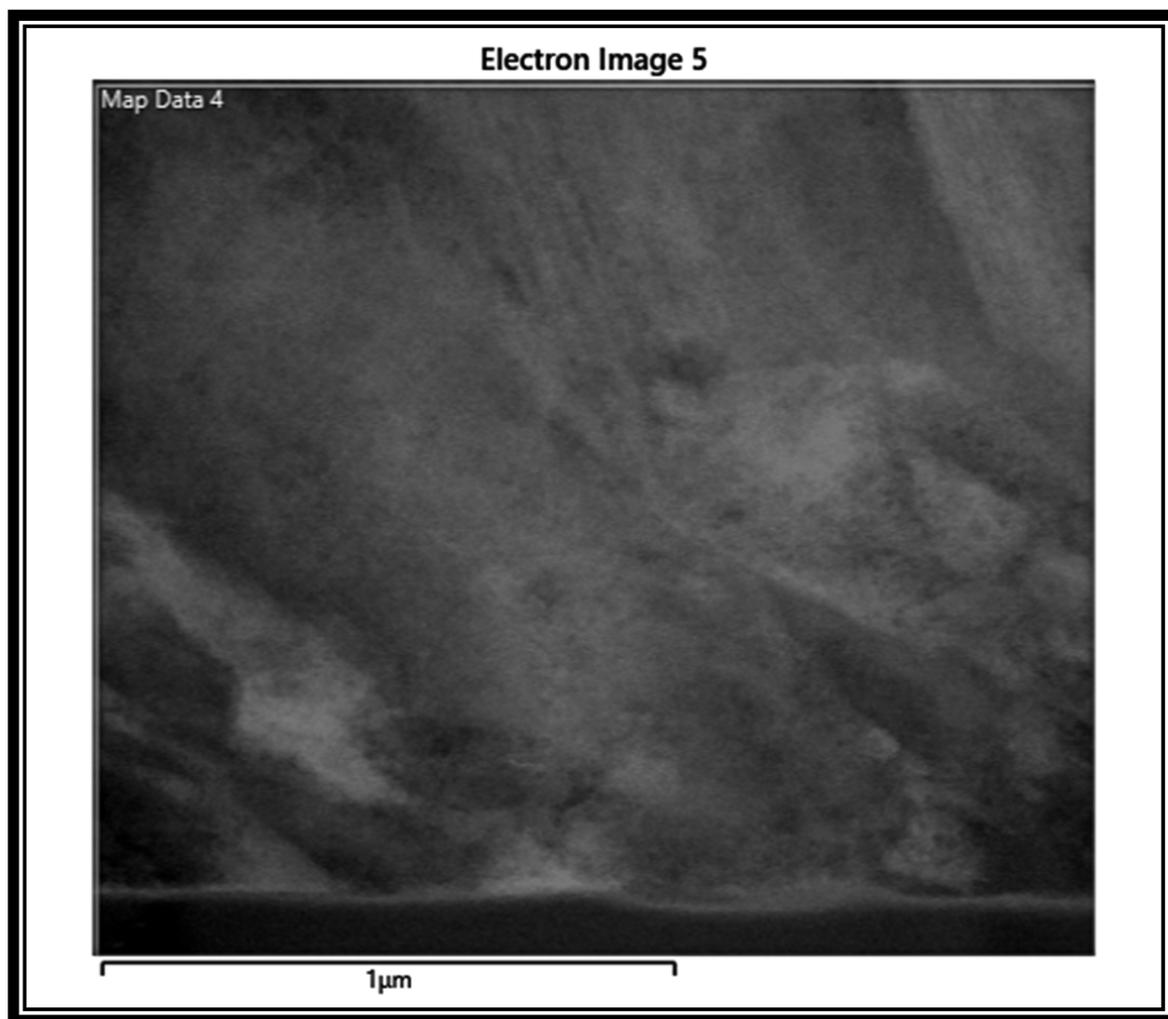


Figure- AIII.3 Micrographie MET à 950 °C  $0.01s^{-1}$

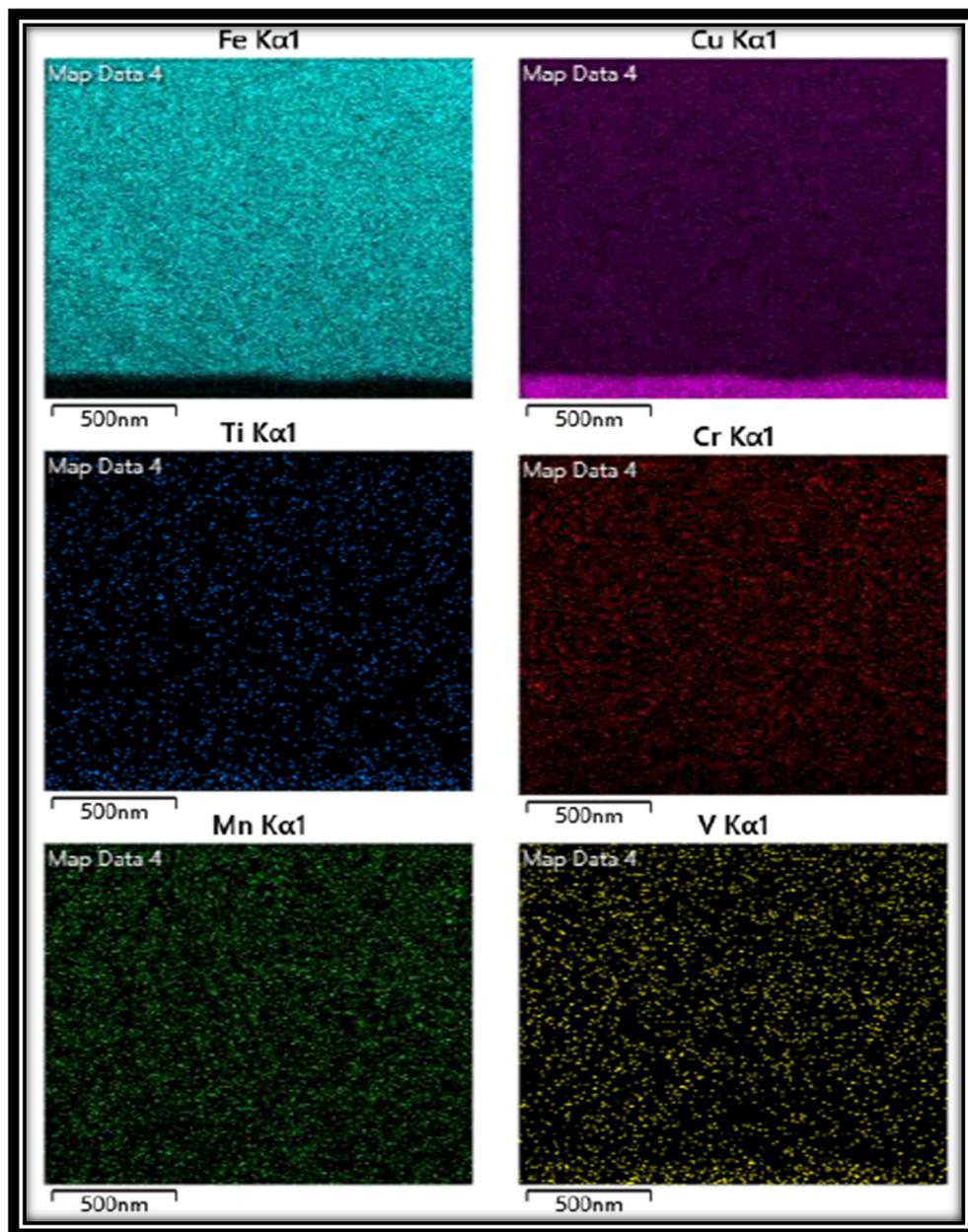


Figure- AIII.4 Micrographie EDX de l'échantillon déformé à 950 °C 0.01s<sup>-1</sup>

## ANNEXE IV

### MET STEM

Investigation au MET à une résolution plus élevée en utilisant le système STEM. L'imagerie n'as toujours pas révélé de trace de précipités.

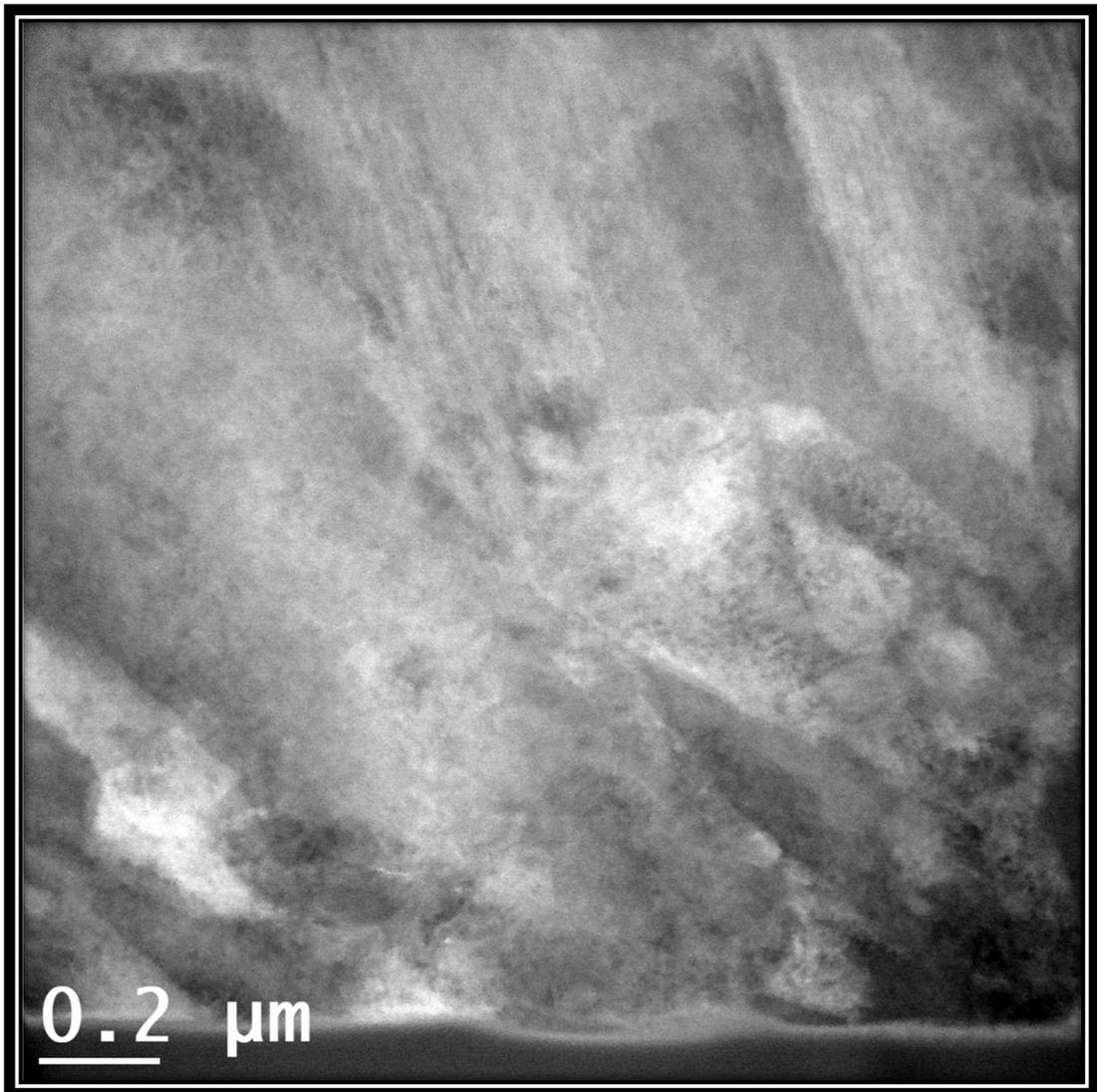


Figure- AIV.1 Micrographie MET en mode STEM à 950 °C 0.01s<sup>-1</sup>

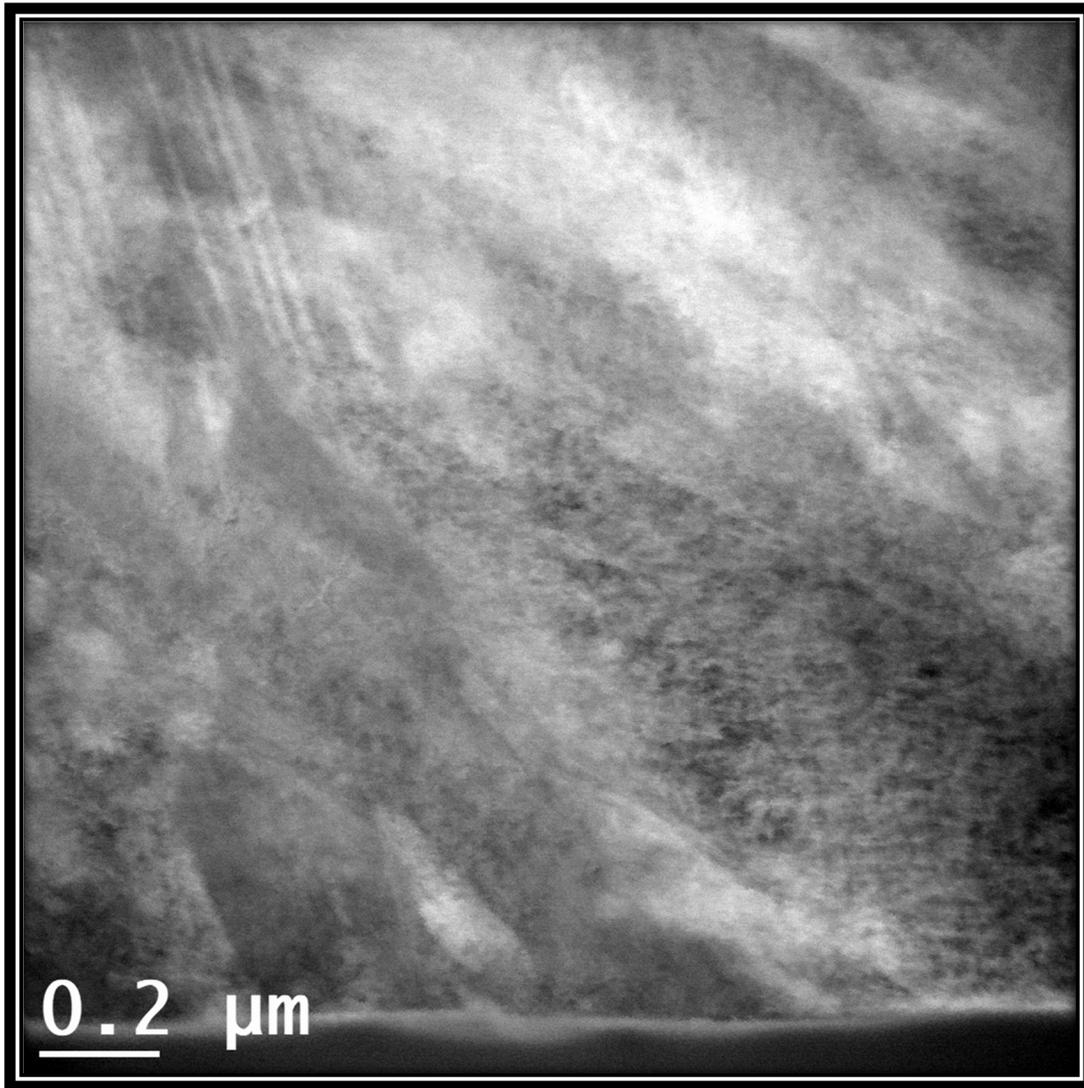


Figure- AIV.2 Micrographie MET en mode STEM à 950 °C 0.01s-1

## ANNEXE V

### PRÉDICTION DU MODÈLE CONSTITUTIF

Pour valider le modèle constitutif, nous avons procédé à des tests de compressions complémentaires. La Figure- AV.1 superpose à la fois les courbes prédites par le modèle et les courbes expérimentales. On y constate la grande précision qu'a le modèle. Les coefficients de corrélation varient de 97 à 99 %.

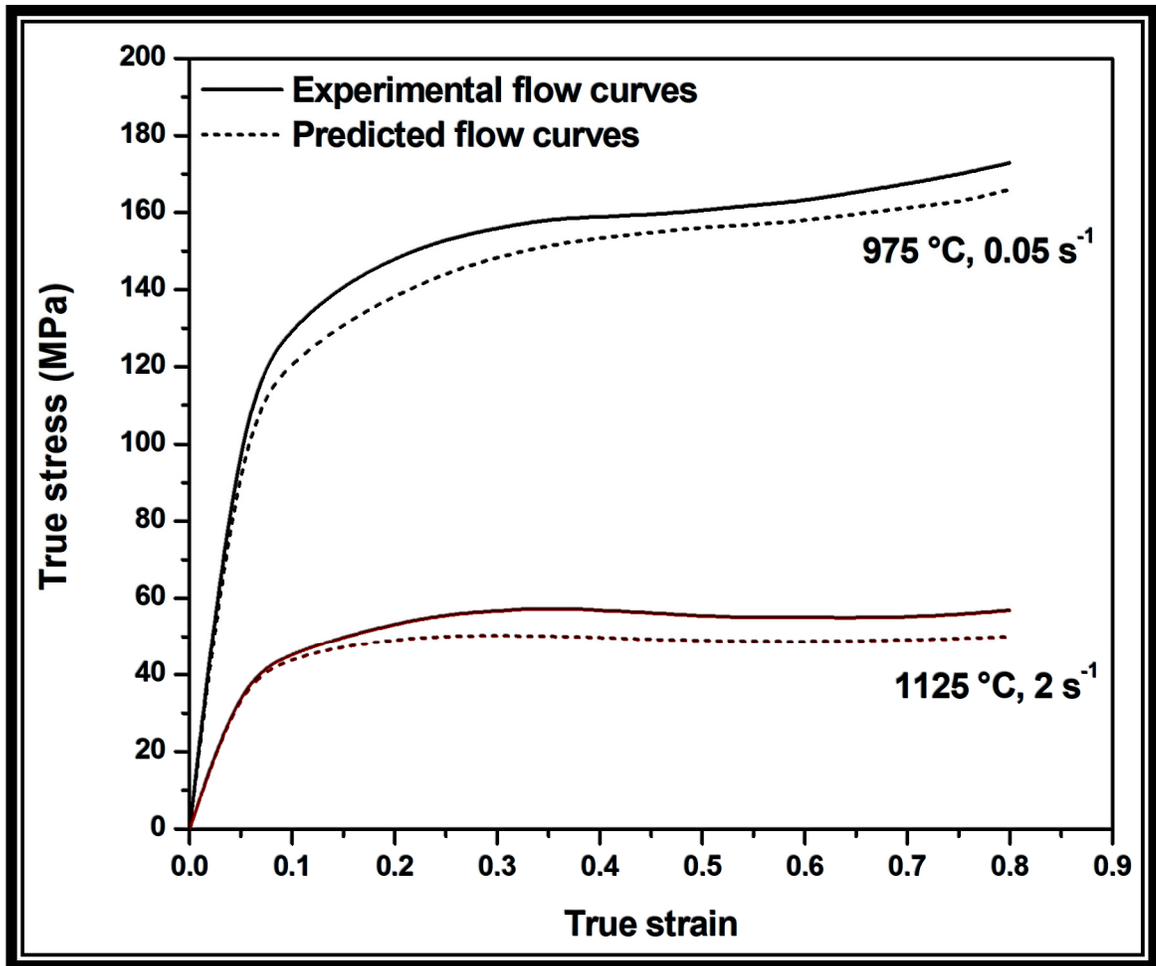


Figure- AV.1 Courbe de validation du modèle constitutif



## ANNEXE VI

### TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

L'annexe qui suit a pour but de donner différents points théoriques sur les techniques de caractérisation utilisées pendant cette recherche.

#### **Caractérisation thermomécanique**

Les méthodes de caractérisation thermomécanique sont largement répandues dans le domaine de la mécanique. Elles permettent de simuler de nombreuses formes de déformation (compression, torsion, tension) pour un large intervalle de vitesses de déformation et de températures. Les forces de déformation peuvent varier de 10 à 20 tonnes selon l'appareil et le mode de déformation sélectionné. On peut résumer les spécificités de la Gleeble 3800 (Figure-AVI.1) par les paramètres suivants :

- Vitesse de chauffage maximum 10000 °C/s
- Vitesse de déformation maximum 2000 mm.s<sup>-1</sup> (environ 100 s<sup>-1</sup>)
- Déformation maximum de 100 mm

Ces spécificités permettent à la Gleeble 3800 de simuler le forgeage libre et le laminage en laboratoire, mais aussi de nombreux autres procédés de fabrication comme la fatigue ou la coulée continue. Un autre module permet les mesures de dilatation et donc l'élaboration des courbes de transformation en refroidissement continu (CCT) ou les courbes de temps-températures-transformations (TTT).

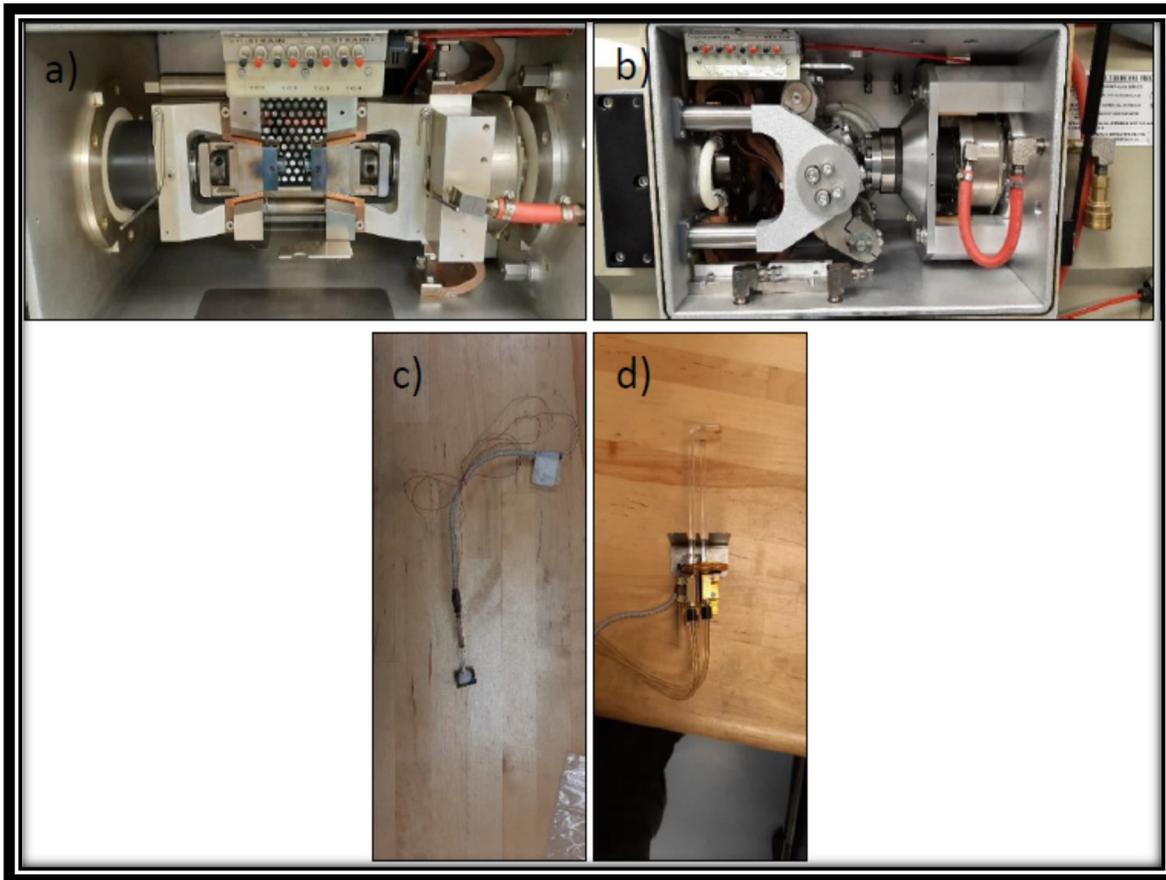


Figure- AVI.1 Modules présent sur la Gleeble 3800 :

a) module de compression ; b) module de rotation ; c) échantillon avec les thermocouples soudés ; d) appareil de mesure de dilatation

## Microscopie

### Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est comme son nom l'indique une technique de microscopie et donc d'observation d'échantillons. Contrairement à la microscopie optique qui utilise un faisceau de lumière, le microscope électronique à balayage utilise un faisceau d'électrons accélérés. Ce type de microscopie utilise le principe de dualité onde-corpuscule pour effectuer l'observation voulue. Elle permet d'accéder à des pouvoirs de résolution et de

grossissement plus important que ce que la microscopie optique peut offrir. L'interaction du faisceau avec l'échantillon permet la reconstitution de l'image.

Le principe de fonctionnement d'un MEB est schématisé sur la Figure- AVI.2. Le MEB est constitué d'un filament d'où est issu le faisceau d'électrons, d'un condenseur d'une lentille objectif et de lentille électromagnétique ; le tout relié au système d'acquisition. Le faisceau d'électrons est ainsi balayé sur la surface de l'échantillon grâce à la lentille électromagnétique. La réponse de la surface étudiée au faisceau d'électrons est à l'origine de la reconstitution de l'image de l'échantillon. En effet, l'interaction du faisceau d'électrons avec la surface de l'échantillon induit une réémission d'électrons qui est caractéristique de l'orientation et de la composition de la surface analysée. Ces électrons sont ensuite collectés sur un scintillateur puis traités informatiquement pour l'obtention de l'image.

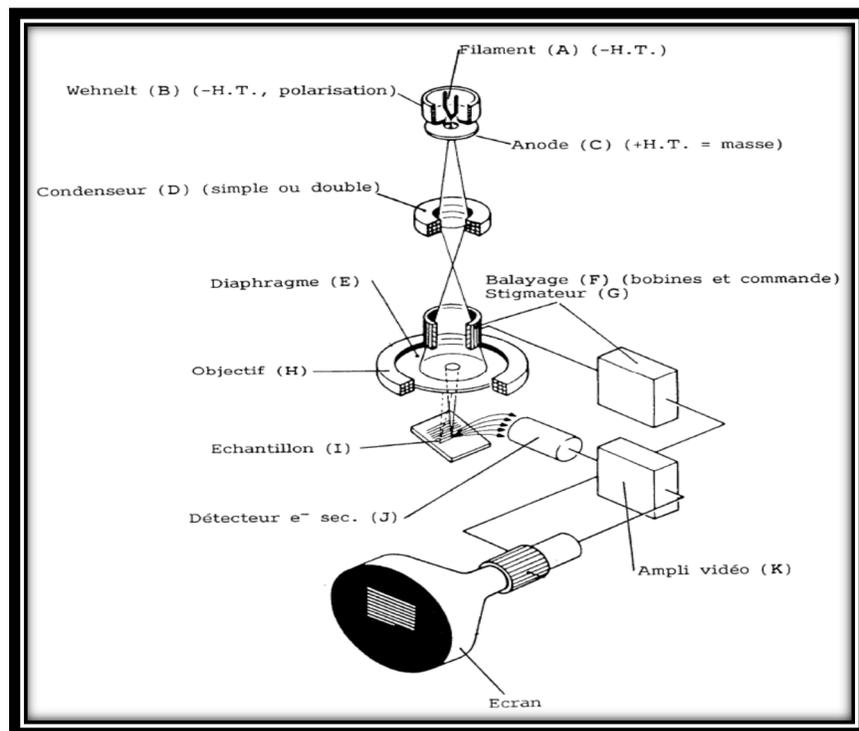


Figure- AVI.2 Schéma de fonctionnement d'un microscope électronique à balayage  
Tirée de Faerber (2004, p. 4)

Le MEB fonctionne dans un vide poussé entre  $10^{-5}$  à  $10^{-6}$  mbar de façon conventionnelle cependant dans certains cas, on peut l'utiliser sous pression contrôlée (jusqu'à 30 mbar), ce qui permet l'observation d'échantillon isolant sans métallisation préalable. Selon le type d'électron (secondaire ou rétrodiffusé) détecté, la résolution du MEB peut varier de quelques micromètres à 5 nm ce qui permet des grossissements de l'ordre de 50 000 voire jusqu'à 500 000 dans le cas de haute résolution.

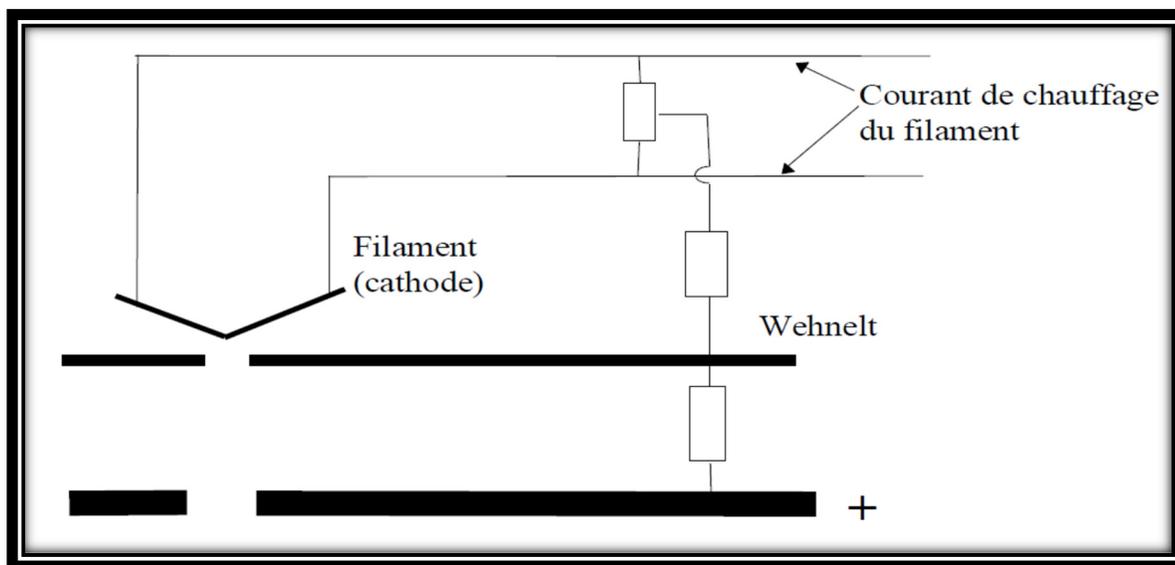


Figure- A VI.3 Principe du canon à électrons  
Tirée de Lecompte (2016, p. 9)

Sous l'effet du faisceau d'électrons, la surface réémet plusieurs types de signaux. On distingue donc :

Les électrons rétrodiffusés : Ce sont les électrons du faisceau incident ayant interagi avec la matière et ayant subi une interaction élastique. La détection de ce type d'électron permet la reconstruction d'image en relief et en contraste chimique.

Les électrons secondaires : Ce sont des électrons produits par l'interaction du faisceau primaire avec la couche de valence des atomes de l'échantillon. Leur détection permet une reconstitution de l'image en contraste topographique et permet une résolution spatiale de l'ordre du nanomètre.

Les rayons X : Ils sont produits suite à l'interaction du faisceau primaire avec les électrons de cœur des atomes de l'échantillon. Couplés à un spectromètre, ces rayons X peuvent servir de référence pour analyser la composition chimique de l'échantillon cible.

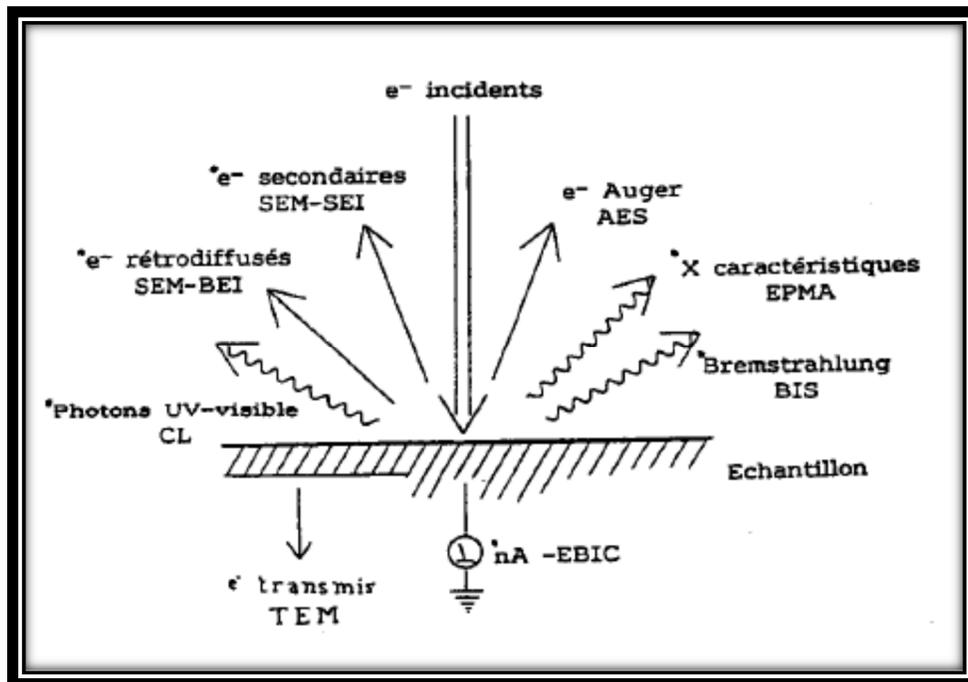


Figure- AVI.4 Schéma des signaux réémis sous l'impulsion d'un faisceau incident d'électrons  
Tirée de Faerber (2004, p. 13)

Le principal avantage du MEB est dans la préparation de l'échantillon. En effet, aucune préparation spécifique n'est requise pour l'observation, en particulier pour les échantillons conducteurs. La profondeur de champ qu'offre le MEB permet l'observation de relief et donc de faciès de rupture.

Dans le cadre de matériaux isolants, une métallisation est effectuée afin de rendre l'échantillon conducteur. Ceci se fait par le dépôt d'une couche d'or ou de carbone (quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur). Ça permet de rendre l'échantillon conducteur et donc observable au microscope électronique.

## Microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission (MET) peut paraître identique au MEB dans son utilisation d'un faisceau électronique, cependant, le MET reconstitue l'image à partir des électrons transmis. Bien que le MET utilise un faisceau d'électrons, son principe de fonctionnement est davantage similaire à celui de la microscopie optique. Le type de canon à électron utilisé est le même que pour le MEB. On retrouve les sources à champs froids et les sources thermoioniques.

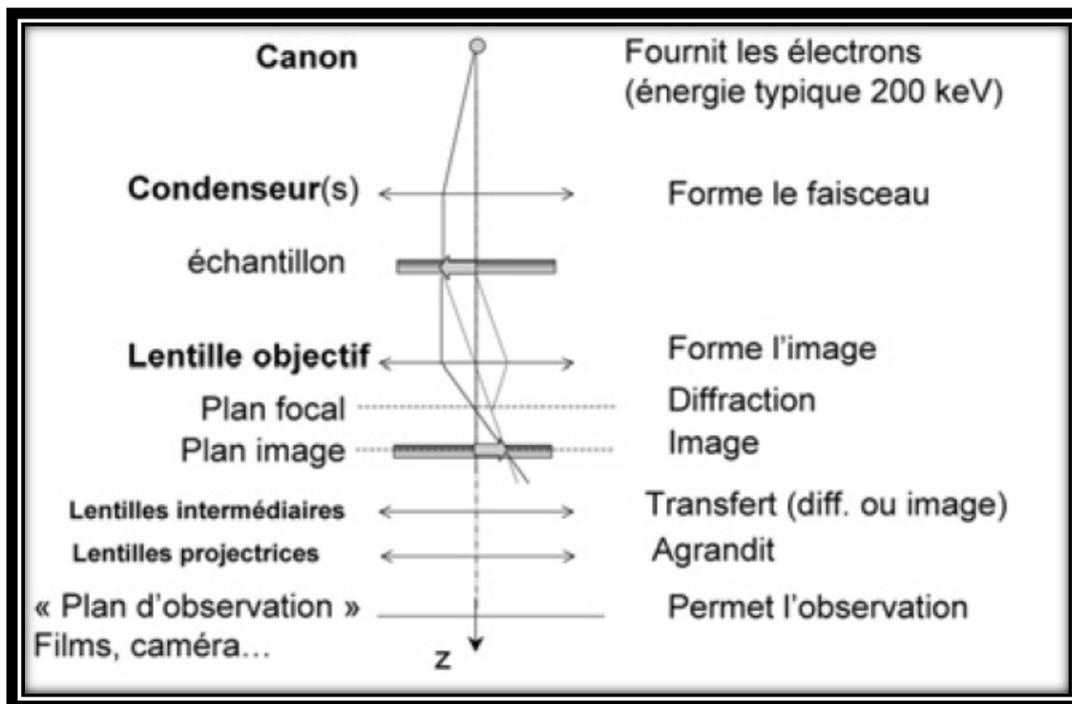


Figure- AVI.5 Principe du MET  
Tirée de Kociak (2007, p. 64)

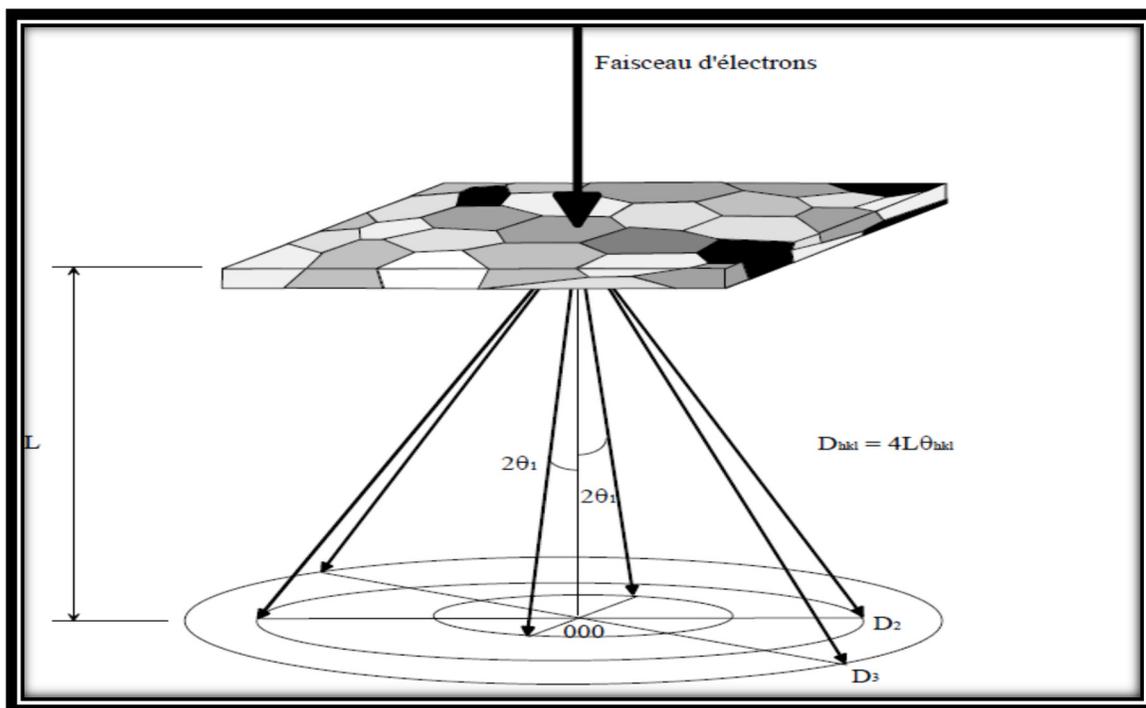


Figure- A VI.6 Transmission des électrons diffractés et leur collecte sur l'écran fluorescent  
Tirée de Lecompte (2016, p. 52)

	W	LaB <sub>6</sub>	CeB <sub>6</sub>	CFEG	TCFEG	Schottky
Température (K)	2700	2000	2000	300	1800	1800
Dispersion énergétique (eV)	3-4	1,5-3	1,5-3	0,4-0,8	0,8-1,5	0,6-1,2
Brillance réduite ( $\beta^*$ )	1	10-30	10-30	500-5000	500-5000	2500
Taille source (nm)	$3 \cdot 10^4$	$5 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^3$	3	3	20
Courant maxi (nA)	1000	500	500	30	30	300
Stabilité (%)	< 0,1	< 0,1	< 0,1	2-10	1-5	0,1

CFEG = Cold Field Emission Gun  
TCFEG = Thermal Controlled Field Emission Gun

Figure- AVI.7 Ensemble de données propre aux sources utilisées  
Tirée de Lecompte (2016, p. 7)

La résolution théorique du MET est de l'ordre du pm (picomètre), cependant, les aberrations chromatiques, sphériques et l'astigmatisme diminuent la résolution jusqu'à l'ordre d'une dizaine de nanomètres.

Il existe plusieurs modes d'imageries, le mode diffraction, le mode champ clair et le mode champ sombre :

-Le mode diffraction consiste à se placer dans le plan focal du faisceau. Ce faisant on obtient les clichés de diffraction des électrons ouvrant la voie vers de la caractérisation sur la structure cristalline.

-Le mode champs clair consiste à se placer dans le plan image du faisceau. On utilise un diaphragme pour ne sélectionner que les électrons transmis. Cependant il existe aussi un mode sans diaphragme où tous les électrons transmis et diffractés sont utilisés pour former l'image. Ce mode est efficace en analyse chimique, car elle fait apparaître les composés lourds plus sombres que les éléments légers.

-Le mode champ sombre consiste à utiliser un diaphragme pour ne sélectionner que les électrons qui diffractent. Les zones de l'image qui diffractent induisent le contraste de l'image. On compte aussi sur certains microscopes la technique STEM (Scanning Transmission Electron Microscope). Cette technologie permet d'atteindre des résolutions d'ordre supérieur.

## **Conclusion annexe VI**

Nous avons ici détaillé les différentes techniques de caractérisation utilisées lors de cette recherche. Le principal outil de caractérisation est la machine de thermocompression Gleeble 3800 qui a permis de simuler le procédé de forgeage libre. De plus l'acquisition des courbes de contrainte déformation nous a permis d'élaborer et d'établir de nombreux modèles. L'observation au microscope est incontournable pour surveiller la microstructure. Le MEB et son principe d'interaction onde corpuscule s'est révélé très efficace pour montrer la présence de précipités et d'autres fonctionnalités dans la microstructure. Son efficacité est d'autant plus accentuée par la présence de détecteurs EBSD et EDX permettant respectivement l'analyse de texture et l'analyse chimique. La préparation des échantillons est aussi un avantage pour le MEB, car peu d'actions sont nécessaires à l'élaboration des échantillons. Le TEM est

également un choix pour l'analyse de microstructure son haut pouvoir de résolution et son pouvoir de grossissement nous permettent des analyses au niveau atomique. Le TEM permet aussi de faire l'analyse chimique par EDX et des analyses de textures par TKD. L'inconvénient majeur du TEM est dans une élaboration complexe de l'échantillon pour l'observation.



## ANNEXE VII

### INTERACTION BETWEEN DYNAMIC SOFTENING AND STRENGTHENING MECHANISMS DURING HOT FORGING OF A HIGH STRENGTH STEEL

Makarim Khan<sup>a</sup>, Davood Shahriari<sup>a</sup>, Mohammad Jahazi<sup>a</sup>, Jean-Benoit Morin<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Département de génie mécanique, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K3

<sup>b</sup>Finkl Steel, 100 Rue McCarthy, Saint-Joseph-de-Sorel, Québec, Canada

Article soumis pour publication dans « Frontier in material science », juillet 2021

**Abstract:** Open die forging is a critical step in the manufacturing of large numbers of components used in transportation and energy industries. Dynamic recrystallization, dynamic transformation and dynamic precipitation take place during the hot deformation process and that significantly affect microstructure conditioning which ultimately influence the service properties of the component. In the present work, using a Gleeble 3800 thermomechanical simulator, the open die forging of a large size ingot made of a modified AISI 6140 medium carbon high strength steel was investigated. Deformation temperatures from 950 to 1250°C and strain rates from 0.01 to 1 s<sup>-1</sup> representative of the actual process were considered in the analysis. The generated true stress-true strain curves were used as a basis for the development of a constitutive model predicting the occurrence of softening and strengthening phenomena as a function of thermomechanical conditions. The corresponding activation energy was determined to be about 374 kJ.mol<sup>-1</sup> and compared with the values reported in the literature for other high strength steels. Dynamic recrystallization kinetics was studied using the t<sub>50</sub> model and the influence of temperature and strain rate are quantified and discussed. Interaction between dynamic precipitation and dynamic recrystallization is discussed and the deformation conditions where such interactions occur were determined. The thermomechanical results were validated by microstructure examination including laser confocal, field emission scanning electron microscopy, transmission electron microscopy and energy dispersive spectroscopy.

The main finding of the present study is in simulating the open die forging process of a vanadium containing high strength steel used in industry. The present study also contributes to a better understanding of the interaction between fundamental metallurgical processes of dynamic recrystallization and precipitation.

#### **4.1 Introduction**

High strength medium carbon steels are characterized by their excellent mechanical properties along with good formability and low cost (Titov et al., 2017; Ebrahimi et al., 2017). Turbine and transmission shafts are good examples of the direct applications of these types of steels. They are produced through ingot casting followed by open die forging and quench and temper processes. The cast ingots are generally reheated to temperatures above 1200°C before open die forging operations. The latter consists in a series of bi-axial compression hits that form the final geometry of the component. Major microstructural changes are also produced during the open die forging process. These include the closing down of the solidification porosities as well as the breakdown of the coarse columnar dendritic as-cast structure into much finer equiaxed grains through the recrystallization process (Chadha et al., 2016; Han et al., 2015). However, these steels are also characterized by their high strength which is mostly obtained through a judicious control of their composition and the formation of very fine precipitates that control grain size and provide strong work hardening properties. The open die forging process is fundamentally a thermomechanical process where temperature, strain and strain rate are key processing parameters that determine the evolution of the microstructure and particularly recrystallization, precipitation and phase transformations processes in these steels.

In recent years, the demand for ever larger components has been steadily increasing resulting in non-uniform microstructures from the surface to the center of the forged component. Such gradients of microstructure bring variabilities in the properties that sometimes may result in scrapping of the whole component (Bouissa et al., 2020). Therefore, it is important to quantify the impact of hot forging parameters on microstructural changes and optimize the thermomechanical processing parameters. The determination of constitutive equations relating the above processing parameters to microstructure evolution phenomena is a critical step in the

development of microstructure based numerical simulation models of large size forgings (Han et al., 2015; Sanrutsadakorn et al., 2013; Bitterlin et al., 2018; Chadha et al., 2016; Wang et al., 2014).

Constitutive modeling of the flow curve is the first and most important step to quantify microstructure evolution through mathematical formulations. Recrystallization, precipitation and phase transformation occurring at high temperatures are generally diffusion-controlled processes and as a result exponential or hyperbolic sine equations have been used to model different alloys (Sanrutsadakorn et al., 2013; Bitterlin et al., 2018; Chadha et al., 2016; Wang et al. 2014). Specifically, through the determination of the deformation activation energy, and the Zener-Hollomon parameter ( $Z$ ), it is possible to compare the workability of various steels and use it as a tool for optimum material selection for intended applications. In addition to flow curve modeling, the kinetics of phase transformation, static recovery (SRV) and recrystallization (SRX) as well as dynamic recovery (DRV) and dynamic recrystallization (DRX) under different hot working conditions could be modeled using Avrami formalism (Kim et al., 2015; Chen et al., 2012; Jonas et al., 2009; Queleynec et al., 2010; Yang et al., 2019). Furthermore, the kinetics of all the above phenomena, in particular DRV and DRX, could be significantly influenced by the presence of titanium, niobium or vanadium. These elements induce the formation of very fine precipitates pin the boundary and avoid the grain growth. It is very important to mention that although, the influences of titanium and niobium on DRX and DRV have been extensively studied (Vervynckt et al., 2011; Knyazyuk et al., 2020; Gramlich et al., 2020), however, much less data is available on the influence of vanadium carbonitride precipitation on phase transformation and recrystallization kinetics and their mutual interactions during high temperature deformation of medium carbon low alloy steels (Wu et al., 2011). The main reason could be that titanium and niobium are mostly used in rolled products while vanadium is mostly used in forged specialty steels.

Using thermodynamic modeling software, ThermoCalc, a strong affinity of vanadium for carbon and nitrogen was revealed that resulted in the formation of vanadium carbo-nitrides (V(C, N)) that strengthen the matrix and increases yield strength. Phase transformation and DRX have also been reported being accelerated and delayed, respectively because of the presence of vanadium in the chemical composition (Sourmail et al., 2017). Other researchers

have also reported dynamic precipitation of vanadium carbonitrides at the grain boundaries and sub grain boundaries of austenite under specific hot deformation conditions (Xiao et al., 2015; Mirzaee et al., 2012). Such precipitation could have a delaying effect on the mobility of austenite grains and, therefore, slowing the kinetics of DRX (Humphreys et al., 2012). Vervynckt and co-workers (Vervynckt et al., 2011) quantified the Zener pinning force and compared it with the recrystallisation force and discussed the interaction between both forces on microstructure evolution. Furthermore, as reported very recently by Sourmail (Sourmail et al., 2021), the presence of vanadium influences the evolution of the retained austenite and carbides during the tempering process of such steels and therefore, a better understanding of the role played by this element during hot deformation is of critical importance.

The kinetics of DRX has been analyzed by different methods; but the general practice in the literature (Jonas et al., 2009; Queleennec et al., 2010) is in building mathematically the associated dynamic recovery curve from the experimental curve and to separate both softening mechanisms in order to quantify the DRX-ed curves. Specifically, a  $t_{50}$  constant, representing the time required to reach 50% of recrystallization according to the processing parameter in the Avrami model. Chen et al. studied the kinetics of dynamic recrystallization in a 42CrMo steel (Chen et al., 2012) and used true strain and critical strain instead of time to model DRX. They found that DRX was accelerated when higher temperatures and/or low strain rates were employed. Kim et al. (Kim et al., 2015) studied the DRX kinetics of a vanadium microalloyed steel and used the  $\epsilon_{1/2}$  method (strain at which 50% of recrystallization is reached), to model the flow curve. Therefore, the determination of the critical deformation conditions for the initiation of DRX is an important step in the development of a kinetic model. These conditions are mostly found by using the double derivative method developed (Jonas et al., 2013). Specifically, this method allows to find the critical strain necessary to activate the DRX softening mechanism. It was later reported (Ghosh et al., 2013) that the double derivation method could also be used to find the critical condition for the formation of Widmanstätten ferrite in hot deformed austenite at temperatures well above  $Ae_3$ . This phenomenon is known as dynamic transformation (DT) and was originally reported by Yada and coworkers (Yada et al., 2000).

The present work inscribes in the above context and aims at determining the constitutive behavior of a vanadium containing medium carbon steel simulating the open die forging operations of components used in transportation industry. Flow curves were analyzed and corrected for adiabatic heating and frictional effects to increase the accuracy of the constitutive equations. The kinetics of DRX was determined and the interaction between DRX and vanadium precipitates was studied using the critical stress,  $\sigma_c$ , for DRX. This value was then used to estimate the DRX force and was compared to the Zener pinning force. Furthermore, the deformation energy was determined and correlated with the Zener-Hollomon parameter. The results of the present work will contribute to a better understanding of the role of vanadium in microstructure evolution during forming and heat treatment of these alloys.

## 4.2 Experimental procedure

The AISI 6140 steel was provided by Finkl Steel, Québec, Canada. The chemical composition of the steel is given in figure AVII.1.  $A_{e3}$  was calculated with ThermoCalc and is 787 °C. Samples were cut from a slice of a 40 metric tons heat treated ingot. The geometry of the samples was cylindrical with a height of 15 mm and a diameter of 10 mm. Isothermal compression tests were carried out on a DSI Gleeble 3800 thermomechanical simulator. Four temperatures of deformation were used: 1250, 1150, 1050, and 950 °C and four different strain rates: 0.01, 0.1, 0.5, 1 s<sup>-1</sup>. Thermocouples were welded to monitor the temperature evolution during tests and nickel-based paste was applied on the two ends of the samples to reduce friction. The samples were heated at a rate of 2 °C/s until the austenitization temperature of 1250 °C and then held for 5 minutes for homogenization after which a cooling rate of 1 °C/s was used until the deformation temperature. A deformation of 0.8 was then applied and the specimen was immediately air quenched (Figure AVII.2). The diameter and height of the specimens were measured in different locations after deformation in order to determine the barreling severity and correct the stress strain curves for the frictional effect. The samples were then cut in half in the direction parallel to the deformation axis for metallographic preparation and microstructural examination purposes.

The surface of the sample was polished up to 1200-grit with silicon carbide paper. Polishing was then continued by 1  $\mu\text{m}$  diamond paste followed by a 0.05  $\mu\text{m}$  paste. Samples were etched with Vilella etchant (1 g of picric acid, 5 ml of HCl and 100 ml of ethanol). Etched microstructures were observed with laser confocal microscopy.

Figure- AVII.1 Chemical composition of the alloy in % weight

<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>Ni</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>V</b>	<b>Cu</b>
0,39	0,94	0,39	0,53	1,79	0,48	0,16	0,15

### 4.3 Results and discussion

#### 4.3.1 Constitutive modeling

In order to predict the flow curves, the Zener-Hollomon parameter which considers the variations of both strain rate and temperature, was used: (Chadha et al., 2016):

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{VII.1})$$

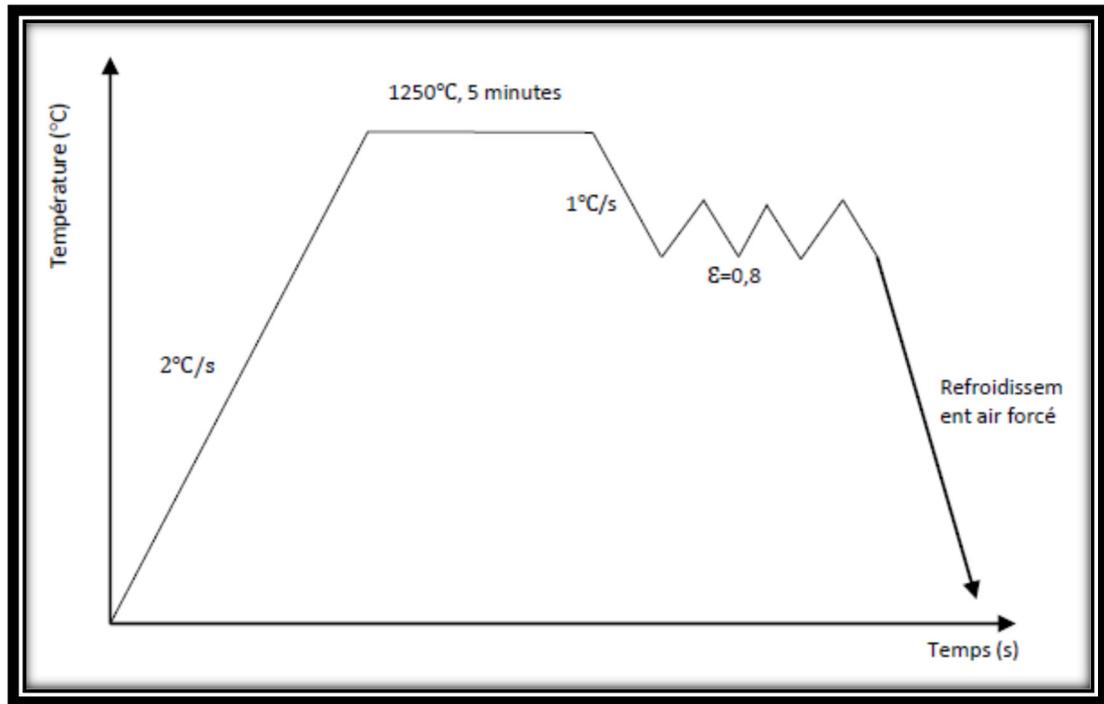


Figure- AVII.2 Thermomechanical scheme of the experimental procedure

where  $\dot{\epsilon}$  is the strain rate,  $Q$  is the activation energy of deformation ( $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) and  $R$  the universal gas constant ( $8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ). The activation energy  $Q$  was determined using Arrhenius constitutive equation. The Arrhenius model is used to relate the flow stress, strain rate and deformation temperature during hot deformation (Chadha et al., 2016; Wang et al., 2014; Bitterlin et al., 2018; Han et al., 2015):

$$\dot{\epsilon} = AF(\sigma) \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (\text{VII.2})$$

with:

$$F(\sigma) = \sigma^{n1} \quad (\alpha\sigma \leq 0.8) \quad (\text{VII.2.1})$$

$$F(\sigma) = \exp(\beta\sigma) \quad (\alpha\sigma \leq 1.2) \quad (\text{VII.2.2})$$

$$F(\sigma) = \text{Sinh}(\alpha\sigma)^n \quad (\text{for all } \sigma) \quad (\text{VII.2.3})$$

where  $A$ ,  $n_1$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$  and  $n$  are material constants.

For the sake of simplicity, the hyperbolic-sine equation is used in the present work as it provides very good accuracy for all stress values. Then, taking the logarithm of equation (VII.2) from both sides leads to:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln \sinh(\alpha \sigma) + \frac{Q}{RT} \tag{VII.3}$$

From equation (VII.3) it is possible to find the above mentioned material constants using linear regression.  $n_1$  and  $\beta$  are provided by plotting  $\ln \sigma$  vs  $\ln \dot{\epsilon}$  and  $\sigma$  vs  $\ln \dot{\epsilon}$  graph.  $\alpha$  can then be calculated by using  $\alpha = \frac{\beta}{n_1}$  (Chadha et al., 2016; Bitterlin et al., 2018).

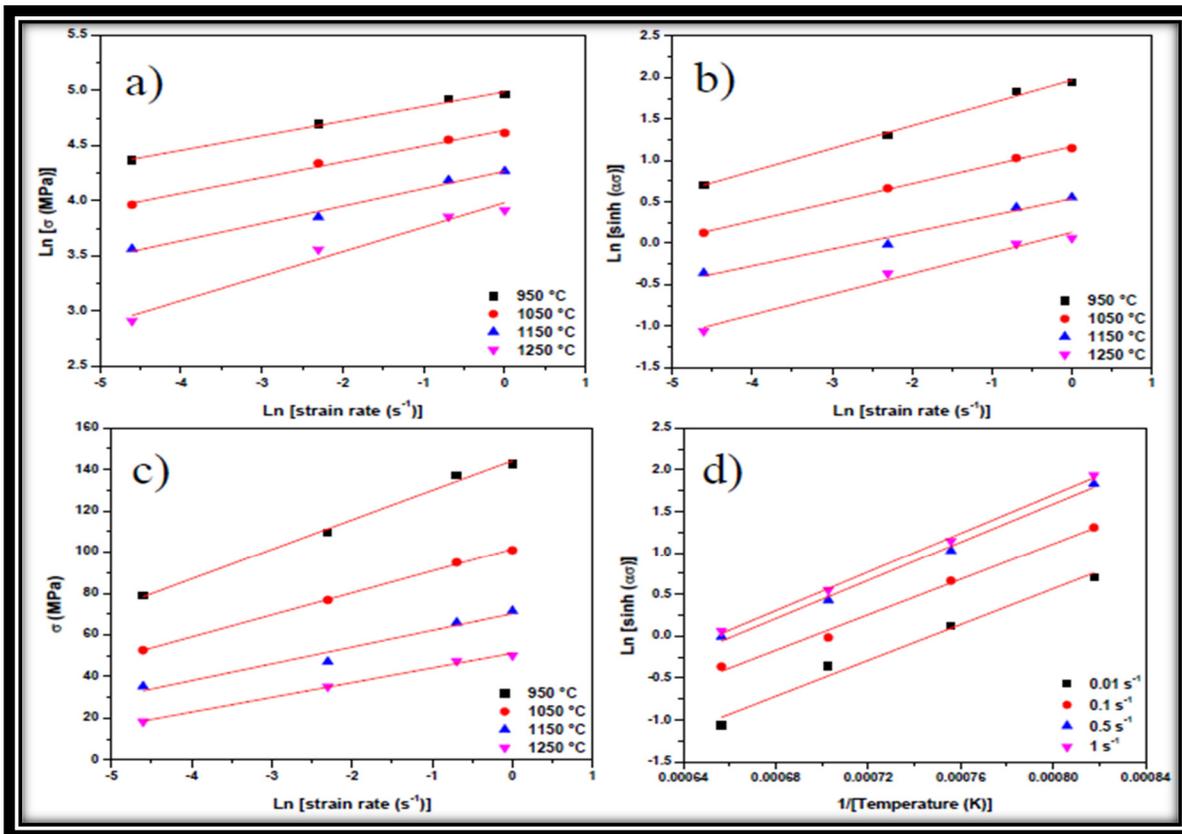


Figure- AVII.3 Type of curves used to calculate constants of the hyperbolic sine constitutive equations for strain = 0,2

By derivation of equation (3)  $n$  and  $Q$  could be determined:

$$n = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sinh(\alpha\sigma)} \quad (\text{VII.4})$$

$$Q = nR \frac{\partial \ln \sinh(\alpha\sigma)}{\partial (1/T)} \quad (\text{VII.5})$$

Hence, by plotting  $\ln(\sinh(\alpha\sigma))$  vs  $\ln \dot{\epsilon}$  and  $\ln(\sinh(\alpha\sigma))$  vs  $1/T$ , the values of  $n$  and  $Q$  could be determined from the slopes of the curves. To increase the level of accuracy and cover the entire spectrum of flow curves, a 0.05 step was considered from 0 to 0.8 strain.

Finally, the combination of the Zener-Hollomon (VII.1) parameter and the hyperbolic sine equation (VII.2) gives the flow stress as:

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \left( \ln\left(\frac{Z}{A}\right)^{1/n} + \left(\left(\frac{Z}{A}\right)^{2/n} + 1\right)^{1/2} \right) \quad (\text{VII.6})$$

Figure AVII.3 summarizes the type of curves obtained to determine the constants  $n_1$ ,  $\beta$ ,  $n$  and  $Q$  for a strain of 0.2.

Based on the above analysis, the constant  $\alpha$  was determined to be  $0.018 \text{ MPa}^{-1}$ . It is higher than the one reported for a superaustenitic stainless steel with  $0.012 \text{ MPa}^{-1}$  (Han et al., 2015) and a nickel modified 4330 with  $0.015 \text{ MPa}^{-1}$  (Bitterlin et al., 2018), meaning that the presence of vanadium increases the value of the stress multiplier  $\alpha$ . The opposite tendency is observed for the exponent  $n$ , as it is equal to 3.72 for the studied steel and lays between 4.2 to 4.6 for the 4330 and the superaustenitic stainless steel, respectively. In order to validate the developed constitutive model, two more compression tests:  $975 \text{ }^\circ\text{C}$  with a strain rate of  $2 \text{ s}^{-1}$  and  $1125 \text{ }^\circ\text{C}$  and strain rate of  $0.05 \text{ s}^{-1}$  were conducted and the results are shown in Figure AVII.4. A variation of 5 to 10 MPa between experimental curves and the predicted ones is observed which indicates that the developed model accurately predicts the behavior of the AISI 6140 flow behavior (Figure AVII.4).

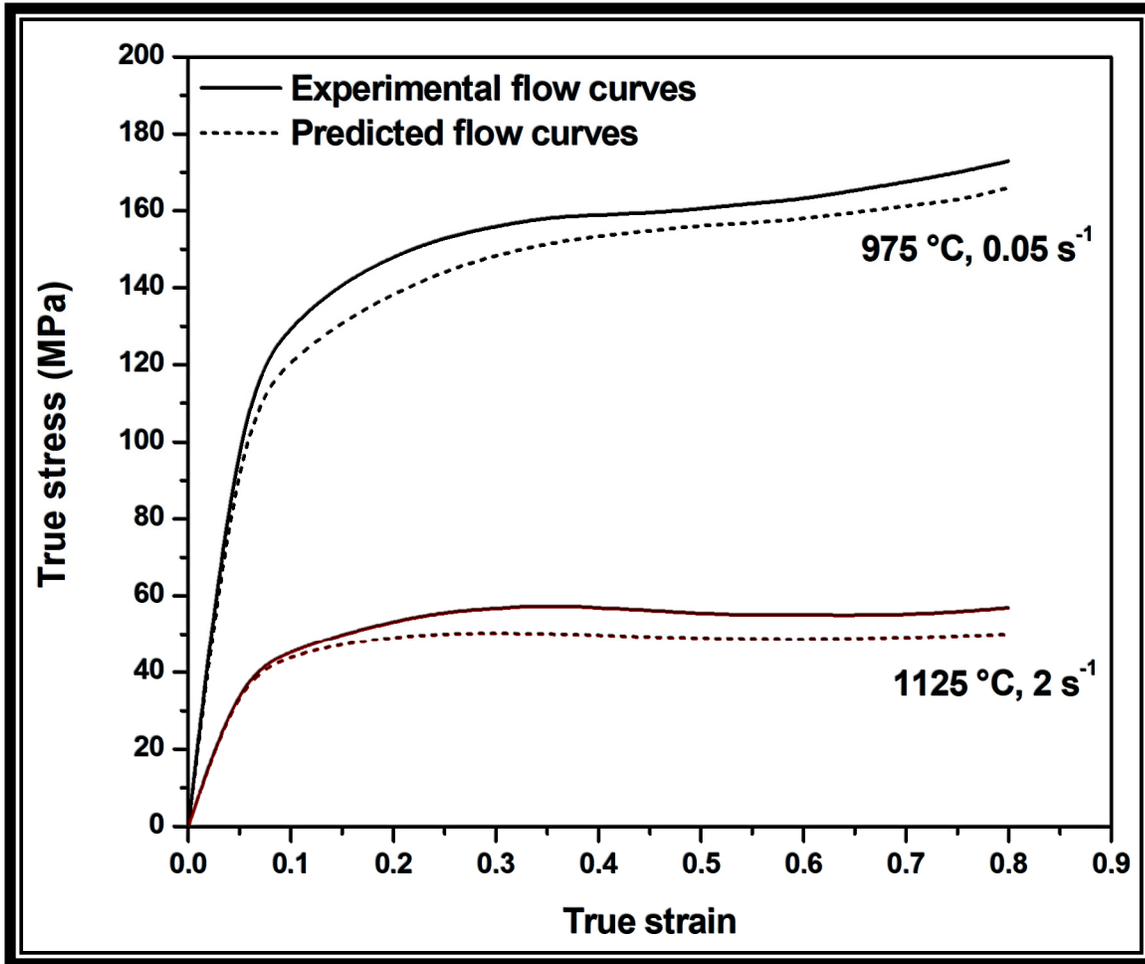


Figure- AVII.4 Comparison of predicted and experimental flow curves

#### 4.3.2 Friction correction

In order to minimise the friction effect, a nickel-based lubricant and tungsten thin foil were used between the dies and the samples. As reported by Li (Li et al., 2009), despite optimizing the lubricant application and effect during hot compression, the friction cannot be totally eliminated, and the stress-strain curves need to be corrected accordingly to avoid the introduction of errors in development of the constitutive equations. In the present study, a mathematical model involving geometrical features of the sample was used to reveal a much clearer steady state on the flow curves and to isolate the pure material effect. The friction was corrected using (Han et al., 2015):

$$\sigma^* = \frac{\sigma}{\left(1 + \frac{2}{3\sqrt{3}} \mu \frac{r_0}{h_0} \exp\left(\frac{3\varepsilon}{2}\right)\right)} \quad (\text{VII.7})$$

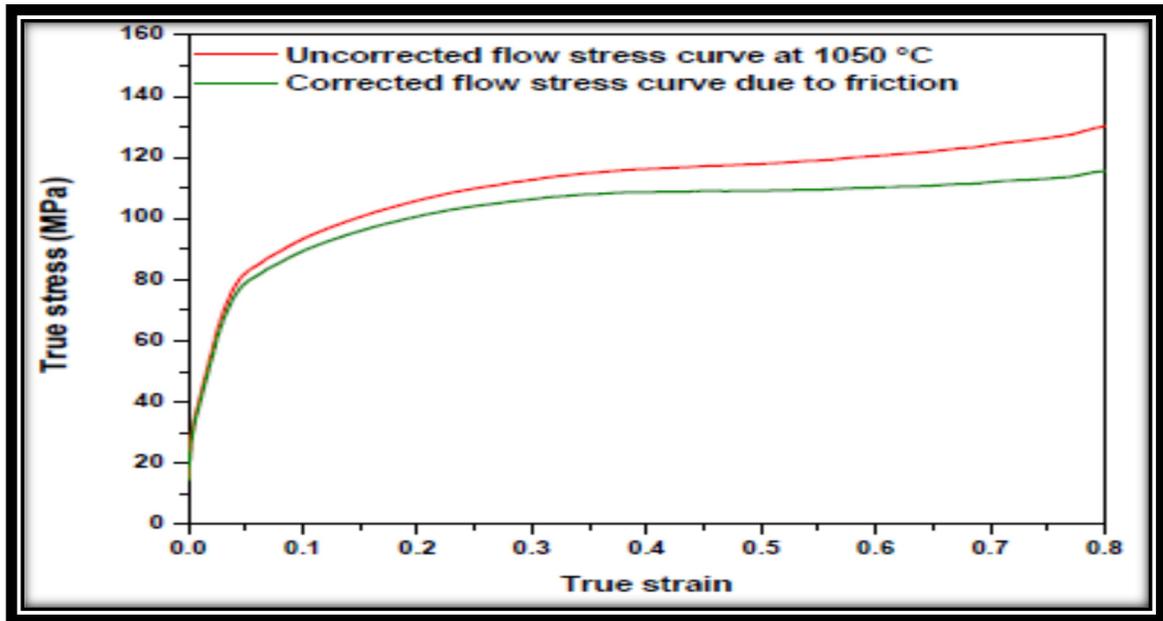


Figure- A VII.5 Effect of the application of the average friction coefficient model. The curve showing lower stress is friction corrected curve whereas the curve showing higher stress is the experimental raw curve

where  $\sigma^*$  is the stress without friction,  $\sigma$  is the stress with friction,  $r_0$  and  $h_0$  are respectively the initial radius and height of the sample and  $\mu$  is the friction coefficient which represents the resistance of the material to the deformation; it is calculated by

$$\mu = \frac{\frac{r}{h} B}{\frac{4}{\sqrt{3}} - \frac{2B}{3\sqrt{3}}} \quad (\text{VII.8})$$

where  $r$  and  $h$  are the final radius and height of the sample after compression and  $B$  is the barreling factor considering the barreling effect of the deformation on the sample and is given by:

$$B = 4 \frac{\Delta R}{R} \frac{h}{\Delta h} \quad (\text{VII.9})$$

where  $\Delta R$  is the difference between the maximum radius and the minimum radius and  $\Delta h$  the difference between the initial height and the final height of the sample.

Figure AVII.5 shows the effect of friction correction using the above equations. The application of a friction correction model translates into a drop in the stress values and leads to a clearer steady-states and a more precise prediction of material behavior. It must be noted that, the influence of deformation conditions in increasing the specimen temperature (i.e., adiabatic heating) was also calculated during the present study. The methodology was similar to the one reported by Chadha (Chadha et al., 2016) and it was found that for the deformation conditions used in the present study adiabatic heating had a very minor incidence on the deformation temperature.

### 4.3.3 Flow curve analysis

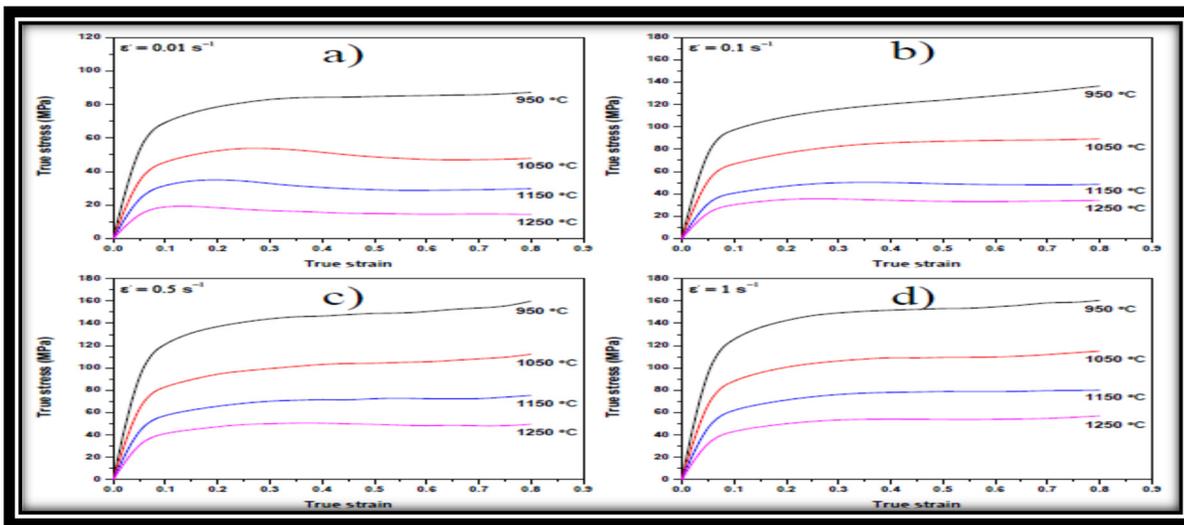


Figure- AVII.6 Flow curves of 6140 under hot compression process a) strain rate 0.01s-1 b) strain rate 0.1s-1 c) strain rate 0.5s-1 d) Strain rate 1s-1

Experimental flow curves show both work hardening and softening behaviors. The softening behaviors are identified as being DRV and DRX because flow curves show a maximum before a drop in the stress values. The typical behavior of the dynamically recrystallized curve of a steel is composed of a linear elastic portion followed by plastic deformation work hardening zone until reaching a maximum value. Then a drop in the stress occurs indicating that a softening mechanism has become macroscopically visible and finally the steady-state where each of the previous mentioned mechanisms are in equilibrium and balance each other. Low temperatures and high deformation rates promote the work hardening behavior whereas high temperature and low strain rate promote dynamic recrystallization, as shown in figure AVII.6. The maximum in stress ( $\sigma_p$ ) is also affected by the processing conditions and decreases with increasing temperature and increases with increasing strain rate.

Good workability can be defined as the ability to reach recrystallisation during deformation without the presence of instability such as cracks. The above results also reveal that the investigated material is more adapted to be hot worked than cold worked as lower testing temperatures show strong work hardening behavior and the need to use low strain rates. Application of the constitutive modeling model allows the calculation of deformation energy which is an indication for the steel workability. Han (Han et al., 2015) calculated a deformation energy of 577.8 kJ/mol for a super-austenitic stainless steel; Sanrutsadakorn (Sanrutsadakorn et al., 2013) calculated it as 348.1 kJ/mol for an AISI 4340; Bitterlin (Bitterlin et al., 2018) reported a deformation energy of 367.9 kJ/mol for an AISI 4330 modified with nickel. In our case, a deformation energy of 374 kJ/mol was determined based on the above reported hot deformation results showing a much better workability than a stainless steel but a little higher deformation energy than the 4330 and the 4340. This indicates that the presence of vanadium decreases the high temperature workability of this steel. This information is quite important from an industrial point of view for designing optimum open die forging schedules for large size ingots made of this steel.

#### 4.3.4 DRX kinetics

From all the experiments, only those made at higher temperature and lower strain rate present characteristic of DRX occurrence. This is because DRX is a thermally activated softening mechanism. The calculation of the kinetics of DRX involve the theoretical construction of the dynamically recovered (DRV-ed) curve as point of reference to quantify the kinetics of recrystallization. The amount of softening is defined as:

$$X = (\sigma_{DRV} - \sigma_{DRX}) / (\sigma_{SAT} - \sigma_{SS}) \quad (\text{VII.10})$$

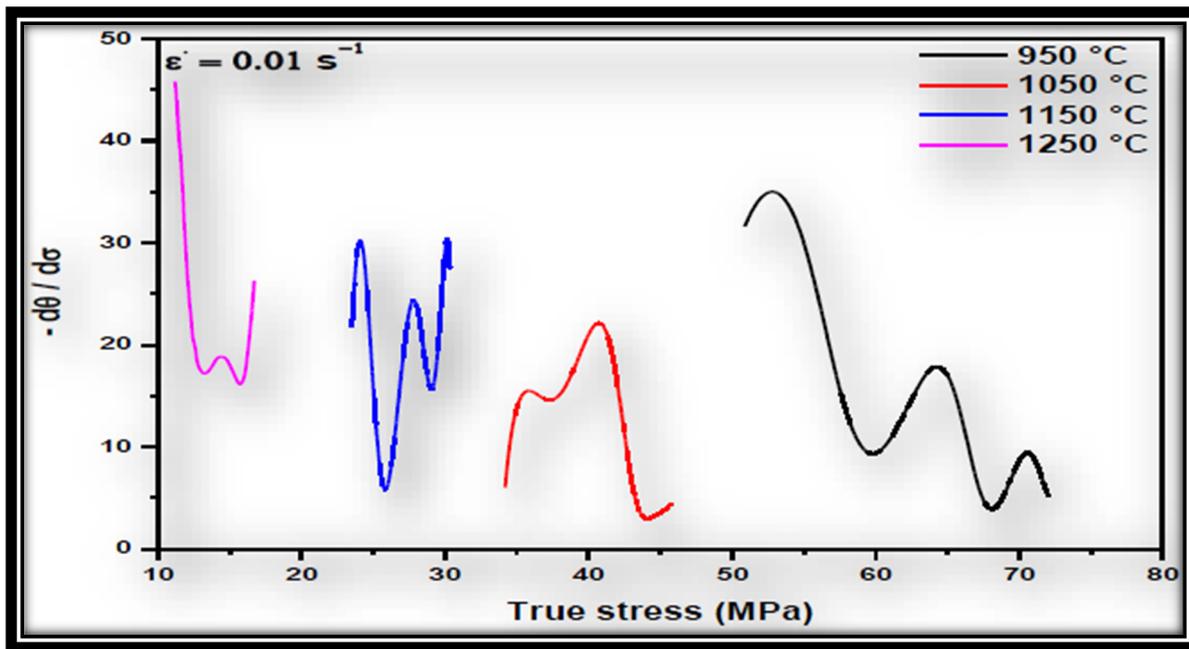


Figure- AVII.7 Double derivative method for the 6140

where  $\sigma_{DRV}$  is the mathematically calculated stress,  $\sigma_{DRX}$  is the experimental stress,  $\sigma_{SAT}$  is the saturation state of the recovered curve and  $\sigma_{SS}$  is the steady state stress in the experimental curve. Critical conditions for dynamic recrystallization must be calculated in order to apply the kinetic model. For this purpose, the double derivative method was used (Jonas et al., 2013) and the results indicate that both dynamic recrystallization and dynamic transformation (DT)

occurs during open die forging of the investigated alloy. The double minima shown in figure AVII.7 are representative of the critical condition to reach DRX and DT. The first minimum is identified as the onset of DT and the second one is indicative of the occurrence of DRX (Ghosh et al., 2013). Analyses of the critical conditions calculated with the double derivative method shows that a true strain of 0.1 is needed to activate dynamic transformation and a true strain of 0.2 for DRX. The analysis also show that the critical condition for the onset of DT is constant over the temperatures and strain rate used in the present investigation. Moreover, the critical condition for DRX decreases while increasing temperature. A comparison of the results with those reported by Ghosh et al. (Ghosh et al., 2013) on four different steels showed a similar tendency for the critical strains thereby confirming that the investigated AISI 6140 vanadium alloy is influenced by the same tendency. With regard to the influence of deformation conditions on the impact of DT, Jonas et al. (Jonas et al., 2016) studied the effect of DT on the mean flow stress at several temperatures. As ferrite is softer than austenite, its formation through the DT mechanism naturally leads to the softening of the material. In their research, Jonas et al concluded that 0.2 to 0.4 MPa of softening is produced per percentage of ferrite. They also showed that at least 35% of ferrite is needed to detect a drop in the required load. In our study, we have only detected presence of Widmanstätten ferrite in the matrix indicating that the presence of vanadium seems to have promoted the formation of this type of ferrite instead of the allotriomorphic one as observed in C-Mn steels.

In order to determine the DRX kinetics, the critical condition is set to be as 0% of recrystallization and the progress of recrystallization is calculated as the difference between DRV and DRX curves. This method requires also the calculation of  $\sigma_{sat}$  and  $\sigma_{ss}$ . The recovery curve was constructed by assuming that the flow curves of *non-recrystallized* regions can be described by the following equation (Jonas et al., 2009; Quelellenc et al., 2010):

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = a - r\sqrt{\rho} \quad (\text{VII.11})$$

In the above equation  $\rho$  is the dislocation density,  $\varepsilon$  is the strain,  $a$  is the athermal work hardening rate and  $r$  the recovery rate. By integration of (VII.11) the following equation is obtained that describes the dynamically recovered curve:

$$\sigma = \sqrt{(\sigma_{sat}^2 - (\sigma_{sat}^2 - \sigma_0^2)exp(-r\varepsilon))} \quad (VII.12)$$

where  $\sigma_0$  is the yield stress and  $\sigma_{sat}$  is the saturation stress of the recovery curve and is given by;

$$\sigma_{sat} = M\alpha\mu b \sqrt{\frac{\bar{a}}{r}} \quad (VII.13)$$

where  $M$  is the Taylor factor,  $\alpha$  is a material constant and set to 0.5,  $\mu$  is the shear modulus and  $b$  the Burgers vector.  $\mu$  and  $b$  are temperature dependant (Ghosh et al., 2013).

By employing  $\sigma = M\alpha\mu b\sqrt{\rho}$ , and taking into consideration that:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = (M\alpha\mu b)^{-2} \frac{d\sigma^2}{d\varepsilon} = 2(M\alpha\mu b)^{-2} \sigma \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad (VII.14)$$

(VII.12) can be rewritten as:

$$2\sigma\theta = r\sigma_{sat}^2 - r\sigma^2 \quad (VII.15)$$

with  $\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ . Plotting  $2\sigma\theta$  vs  $\sigma^2$  gives the values of ‘-r’ as the slope of the curve and with ‘a’ as the vertical intercept as  $r\sigma_{sat}^2 = a$ .

By applying the above methodology, all the parameters of the model were determined and the recovery curve, reconstituted using equation VII.12, was separated from the stress-strain curve in order to quantify just the DRX kinetics. An illustrative example is presented in figure AVII.8 for the tests carried out at 1150 °C. On the basis of the above analysis the DRX kinetics were extracted from the stress-strain curves and the results are shown in figure AVII.9 a) and b). It

can be seen, that increasing forging temperature accelerates DRX kinetics. A similar tendency is observed for strain rate although strain rate seems to have a more important impact on the DRX kinetic promotion than the temperature parameter. Bitterlin (Bitterlin et al., 2018) reported that increasing strain rate had a negative impact on the kinetics for a similar steel. The main difference in chemical composition between the investigated steel and the one by Bitterlin et al. is the presence of a higher amount of vanadium. The presence of vanadium is probably the main reason for the observed behavior indicating a possible occurrence of dynamic precipitation (Mirzaee et al., 2012) in the present steel.

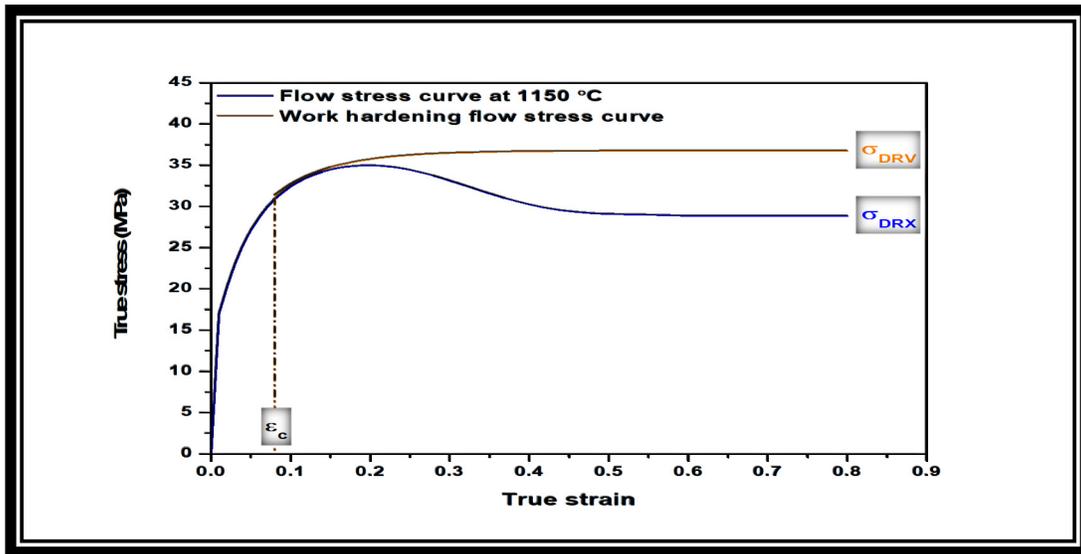


Figure- AVII.8 Calculated recovery curve superimposed with experimental curve

In order to model the evolution of the recrystallized fraction, the Avrami model was used: (Jonas et al., 2009; Queleennec et al., 2010):

$$X = 1 - \exp(-kt^{n_{DRX}}) = 1 - \exp\left(-0.693\left(\frac{t}{t_{50}}\right)^{n_{DRX}}\right) \quad (\text{VII.16})$$

where  $X$  is the fraction of recrystallization,  $k$  is the Avrami constant and  $n$  is the Avrami exponent.

DRX kinetics for a strain rate of  $0.01 \text{ s}^{-1}$  shows a  $t_{50}$  value neighboring 20 s. In contrast, with a strain rate of  $0.1 \text{ s}^{-1}$ ,  $t_{50}$  drops to values around 3 s. Based on the results reported in figure AVII.9, increasing the strain rate and decreasing the forging temperature lead to partially recrystallized microstructure as shown in figure AVII.9 b) for the samples deformed at  $1150 \text{ °C}$  and a strain rate of  $0.1 \text{ s}^{-1}$ . Similar results were reported by Jonas et al. (Jonas et al., 2009) and confirm that the presence of vanadium delayed DRX by about one-third of an order of magnitude. The incubation time for DRX increased with decreasing temperature and increasing strain rate, further confirming that DRX is a thermally activated process.

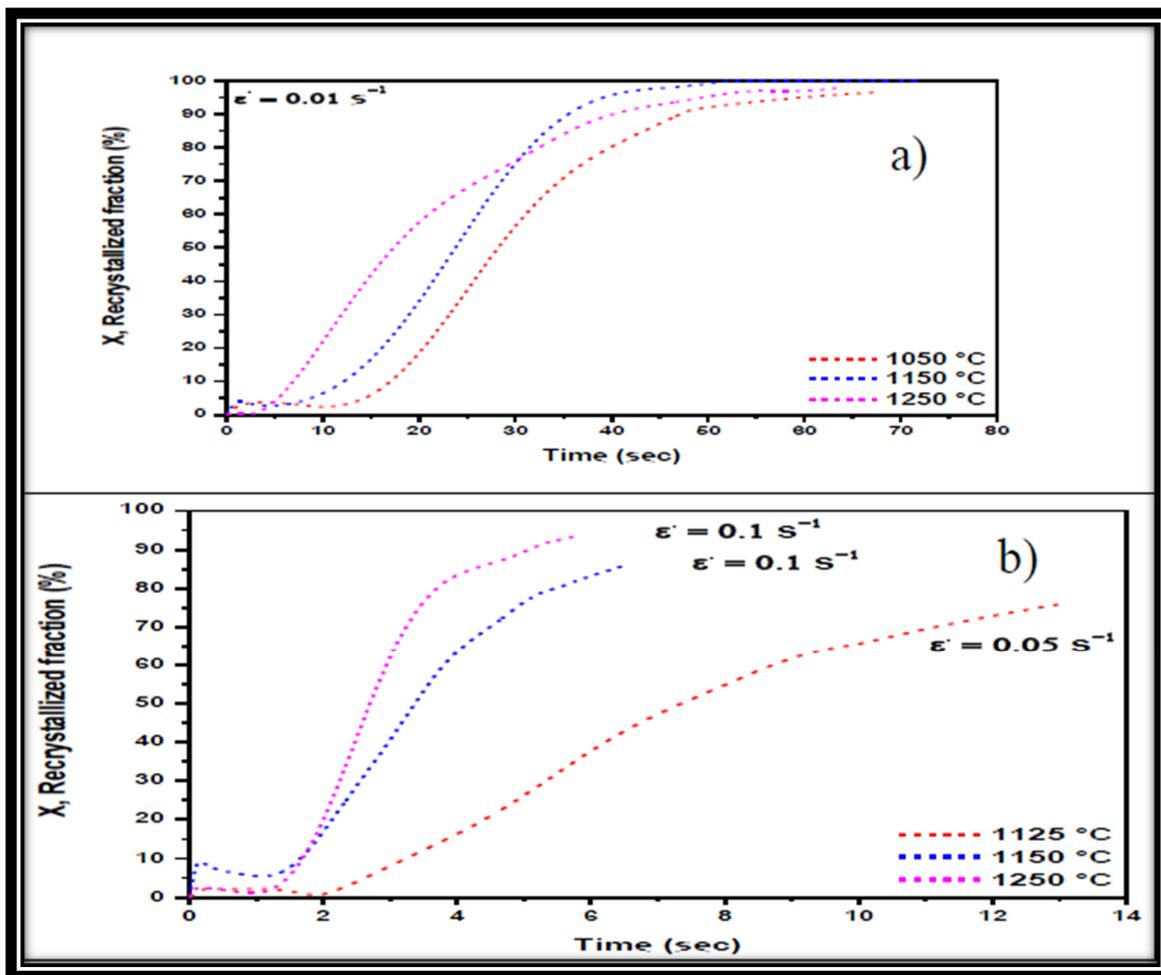


Figure- AVII.9 Kinetic of dynamic recrystallization for AISI 6140 a) strain rate  $0.01 \text{ s}^{-1}$  b) strain rate  $0.1$  and  $0.05 \text{ s}^{-1}$

### 4.3.5 Modeling deformation energy

The deformation energy was considered as the area under the flow curve (Poliak et al., 1996):

$$-W_{\text{def}} = \int_0^{\epsilon} \sigma d\epsilon \quad (\text{VII.17})$$

The scale of  $W_{\text{def}}$  is in MPa. Each curve was fitted with a 12<sup>th</sup> order polynomial and the area under the curve was evaluated using Matlab. Figure AVII.10 shows the evolution of  $W_{\text{def}}$  with  $\text{Ln}(Z)$  where a linear correlation between the deformation energy and the Zener-Hollomon parameter can be observed. Using regression analysis, the following relation was determined with an  $R^2$  value of 97.5%:

$$W_{\text{def}} = -9.1035 \text{Ln}(Z) + 224.7 \quad (\text{VII.18})$$

The above finding is an interesting practical tool for comparison between hot forging process parameters and the Zener-Hollomon parameter.

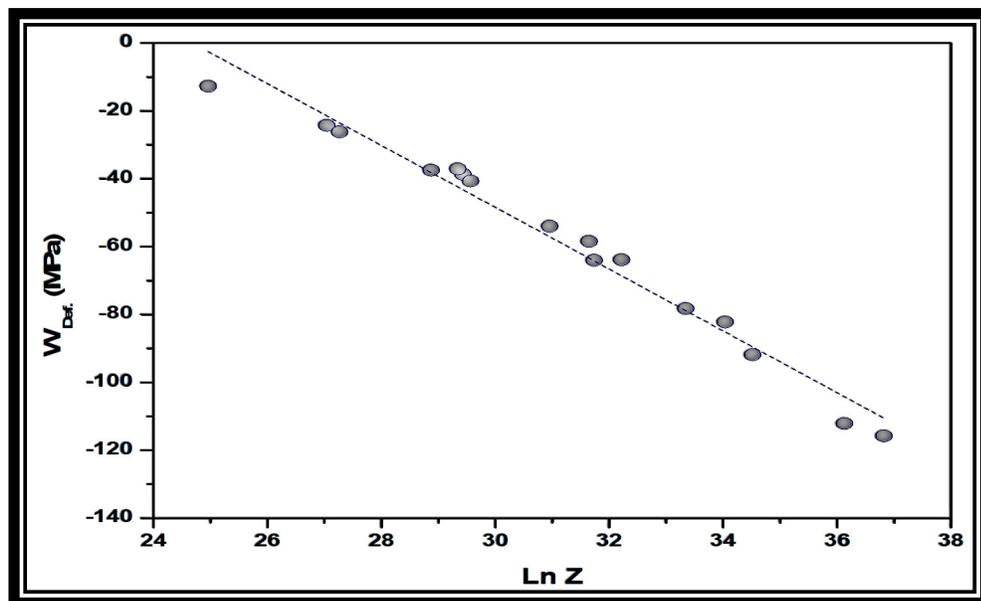


Figure- A VII.10 Deformation energy versus the Zener-Hollomon parameter

#### 4.3.6 Interaction between DRX and precipitates

DRX driving force is given by the relation: (Vervynckt et al., 2011)

$$F_{\text{DRX}} = \frac{1}{2} \mu_i b^2 \Delta \rho \quad (\text{VII.19})$$

where  $\mu_i$  is the shear modulus, which is  $4.10^4$  MPa for steel (Vervynckt et al., 2011; Wu et al., 2011).  $b$  is the temperature dependant burger vector (Ghosh et al., 2013).  $\Delta \rho$  which represents the dislocation density can be estimated using the following equation proposed by Dutta (Dutta et al., 2001) :

$$\Delta \rho = \frac{\sigma - \sigma_c}{M \alpha_i \mu_i b} \quad (\text{VII.20})$$

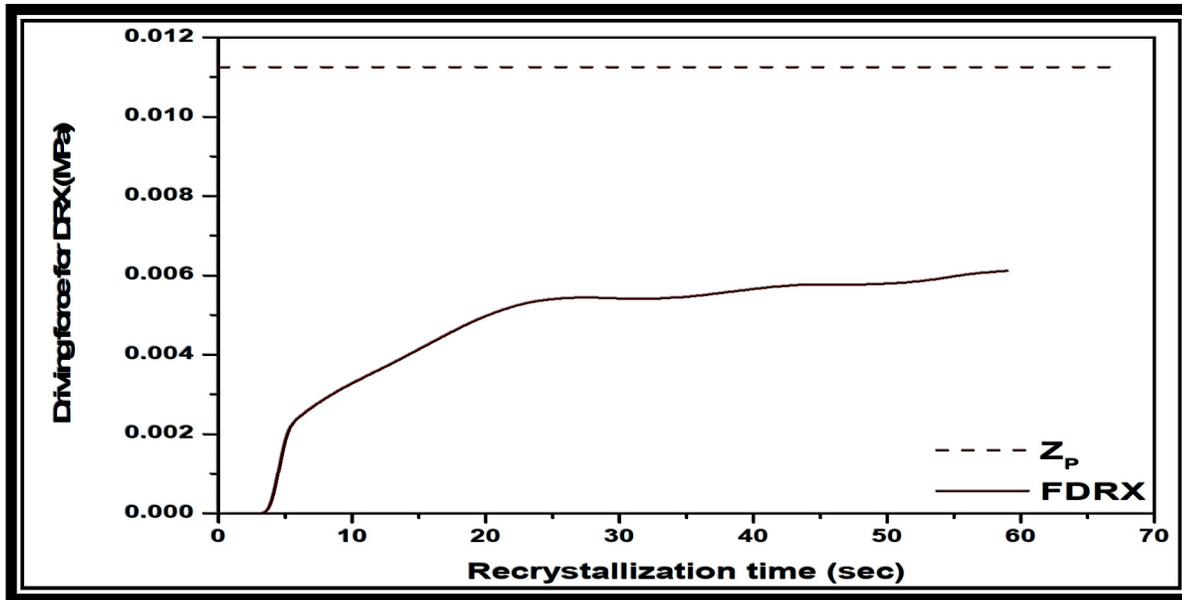


Figure- AVII.11 Comparison between Zener Force and DRX force for 950°C strain rate 0.01s-1

where  $\sigma$  is the applied stress,  $\sigma_c$  is the critical stress for the onset of DRX,  $M$  is the Taylor factor which is 3.1 for austenite and  $\alpha_i$  is a constant taken as 0.15 (Vervynckt et al., 2011; Wu et al., 2011; Dutta et al., 2001). Initially,  $\sigma_c$  was taken as  $\sigma_0$  (Yield Stress) by Wu, Vervynckt and Dutta but here we take  $\sigma_c$  to isolate more properly the dislocation density responsible for the DRX.

To study the interaction between DRX and precipitate it is important to quantify the Zener pinning force due to the presence of the precipitates. As reported by Vervynckt et al. (Vervynckt et al., 2011), the presence of precipitates hinders the movement of the grain boundaries and as a result delays or could even stop the recrystallization process. Under these conditions, the Zener pinning force  $Z_p$  could be estimated using equation VII.21:

$$Z_p = \frac{3\gamma f}{2r} \quad (\text{VII.21})$$

where  $\gamma$  is the grain boundary energy (0.75 J/mol in austenite),  $f$  is the precipitate volume fraction estimated with ThermoCalc thermodynamic database and  $r$  is the average precipitate radius that was estimated with the Hitachi SU8230FEG-SEM at very high magnification (Figure AVII.13) and was found to be about 100 nm.

For 950 °C and strain rate of 0.01/s, the calculation was made and a  $Z_p$  value of 0.0112 MPa was determined. In comparison with a Mn-Cu-V weathering steel, Wu (Wu et al., 2011) calculated a  $Z_p$  value of 1.46 MPa for 950 °C 0.1s<sup>-1</sup>. It means according to equation (VII.21) that either the volume fraction increases with increasing strain rate or the radius of the particles decrease with increasing strain rate. Research on a magnesium alloy showed that increasing strain rate was increasing precipitate size and decreasing its volume fraction (Wu et al., 2020). Liu (Liu et al., 2020) reported that increasing deformation was increasing carbide size. It must be also noted that  $Z_p$  is constant for a given temperature and strain rate. A comparison between  $Z_p$  and the recrystallization driving force plotted based on the combination is reported in figure AVII.11. It can be seen that, under the considered experimental conditions the Zener pinning force is far above the recrystallization driving force. This finding explains the absence of any apparent DRX behavior on the flow stress curve with only the presence of work hardening behavior. Hence, forging at 950 °C and strain rate of 0.01/s would not result in grain refinement

in the investigated steel further confirming the role played by the presence of vanadium. Finally, equation (VII.21) shows also that increasing the volume fraction of precipitates and reducing the precipitate radius would both increase the Zener pinning force and, therefore, increase the grain boundary pinning process. The above analyses are in agreement with those reported Singh et al. and Springer et al. who reported that  $Z_p$  increased with deformation and related it to a more homogeneously distributed precipitation under deformation (Singh et al., 2019) (Springer et al., 2018).

#### 4.3.7 Microstructural validation

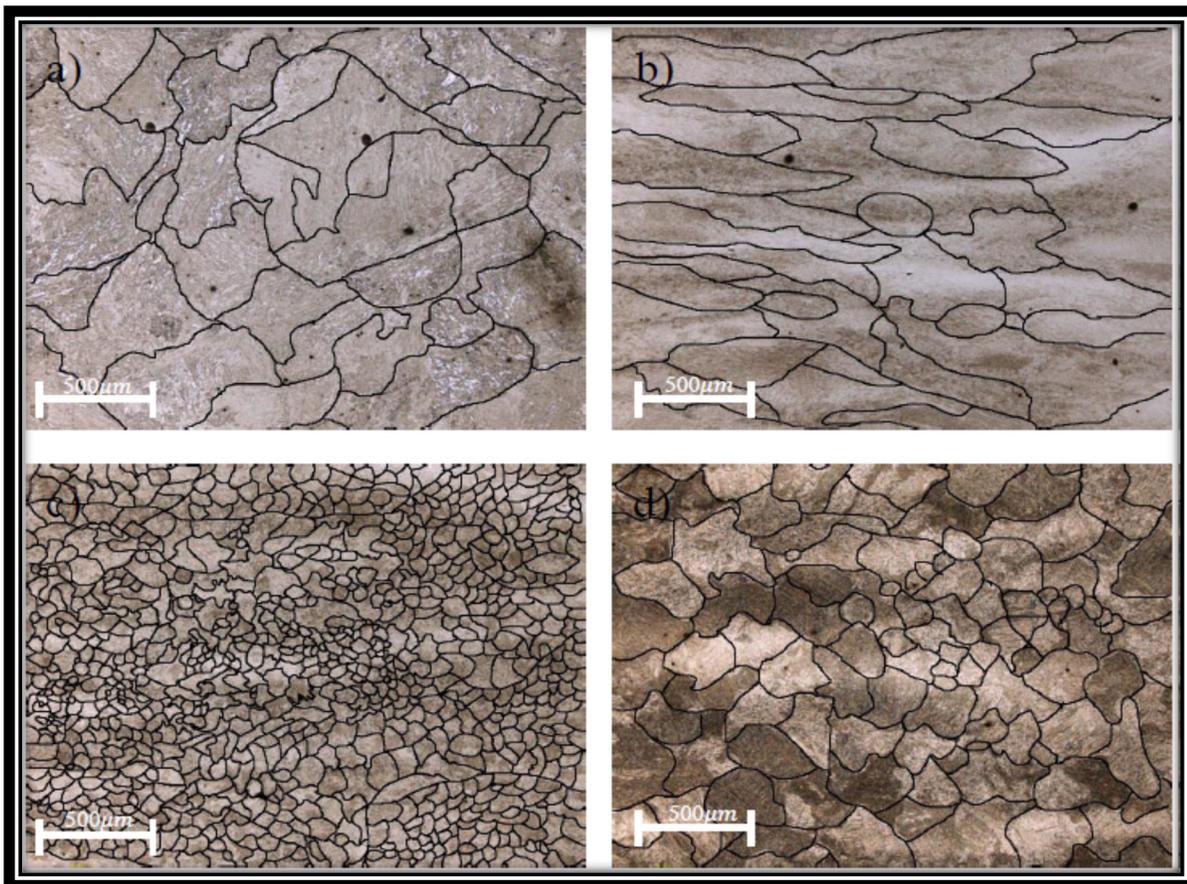


Figure- AVII.12 Optical micrography of a) as-recieved material b) deformed at 950°C 0.01s-1 c) deformed at 1050°C 0.01s-1 d) deformed at 1250°C 0.01s-1 Etched with Nital 3 %

In order to validate and confirm the hot deformation results with regard to the occurrence or absence of recrystallization, dynamic transformation and also presence of fine precipitates, a combination of optical microscopy, FEG-SEM, and EBSD were used and the findings are discussed in the following paragraphs. Optical metallographic examination of the as received material revealed a bainitic microstructure (Figure AVII.12 a)) with homogeneously distributed precipitates (Figure AVII.13 a)). In the case of the sample deformed at 950 °C 1 s<sup>-1</sup> (Figure AVII.12 b)) where the material shows only work hardening behavior, microstructure shows elongated grain and there were no traces of recrystallization. It must be noted that revealing the microstructure of the deformed sample was quite tedious due to the presence of a large number of dislocations and deformation bands. In contrast, for samples deformed at 1250 °C and 1050 °C and strain rate of 0.01 s<sup>-1</sup> DRX occur and as shown in Figure AVII.12 c) and d), fine recrystallized grains could be seen in agreement with the flow curves (Figure AVII.6 a)). The main difference between these two deformed microstructures is on the grain refinement level. For 1050 °C the grain is more refined than for 1250 °C. This is mainly due to the fact that at 1250 °C, the grain growth occurs very fast and actually could take place during deformation (Liu et al., 2020). Figures AVII.13 and AVII.14 show illustrative examples of the SEM and EBSD images of samples deformed under

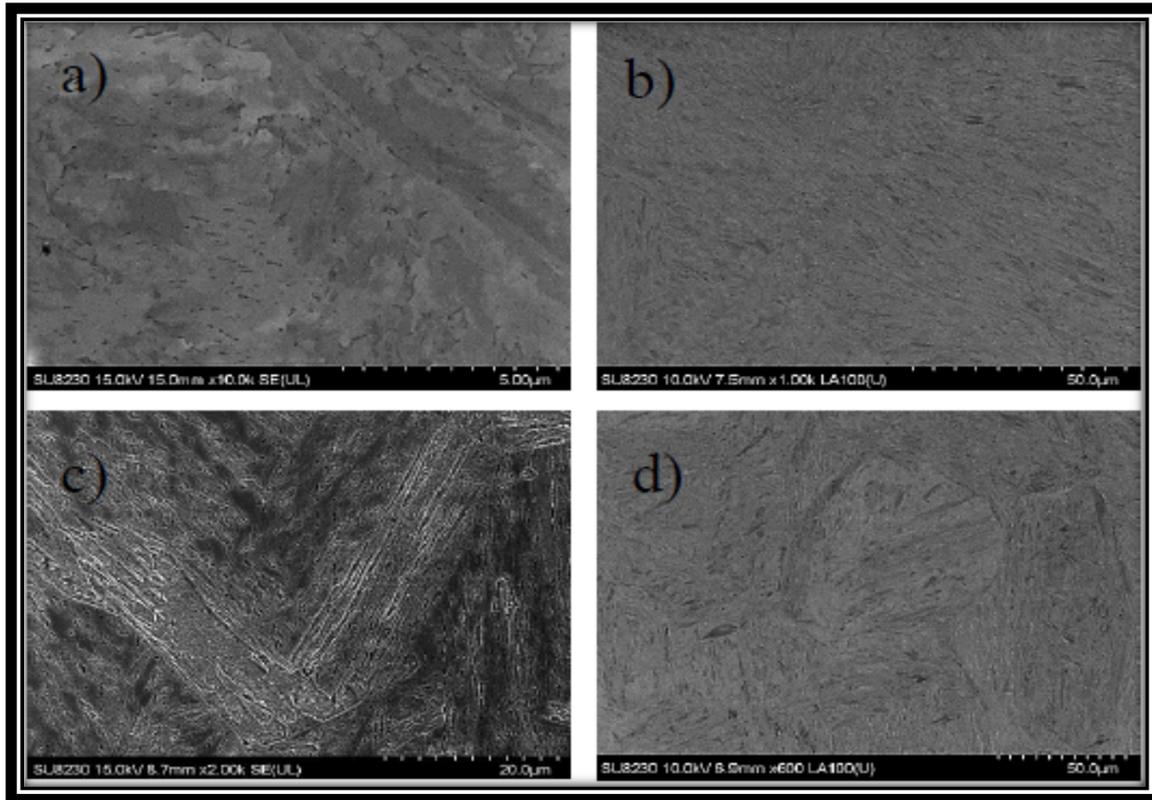


Figure- AVII.13 SEM micrography a) as-recieved material b) deformed at 950°C 1s-1 c) deformed at 1050°C 0.01s-1 d) deformed at 1250°C 0.01s-1

different deformation conditions. The analysis of the results using the double derivative method (Figure AVII.7) indicated that dynamic transformation (DT) could occur under specific deformation conditions. From a microstructural perspective, the results, reported in figure AVII.13 c), for the sample deformed at 1050°C 0.01 s<sup>-1</sup> show the presence of very fine ferrite needles originating from austenite grain boundaries. These needles are characteristic of Widmanstätten ferrite as also reported by other researchers (Ghosh et al., 2016, Grewal et al., 2016) thereby, confirming the formation of dynamically transformed austenite at temperatures well above Ae<sub>3</sub> in the present investigation. In contrast, no presence of Widmanstätten ferrite was observed at 950 or 1250 °C, as shown in Figures AVII.13.b and .d For comparison purposes, the SEM image of the as received material is also shown in Figure AVII.12 a.

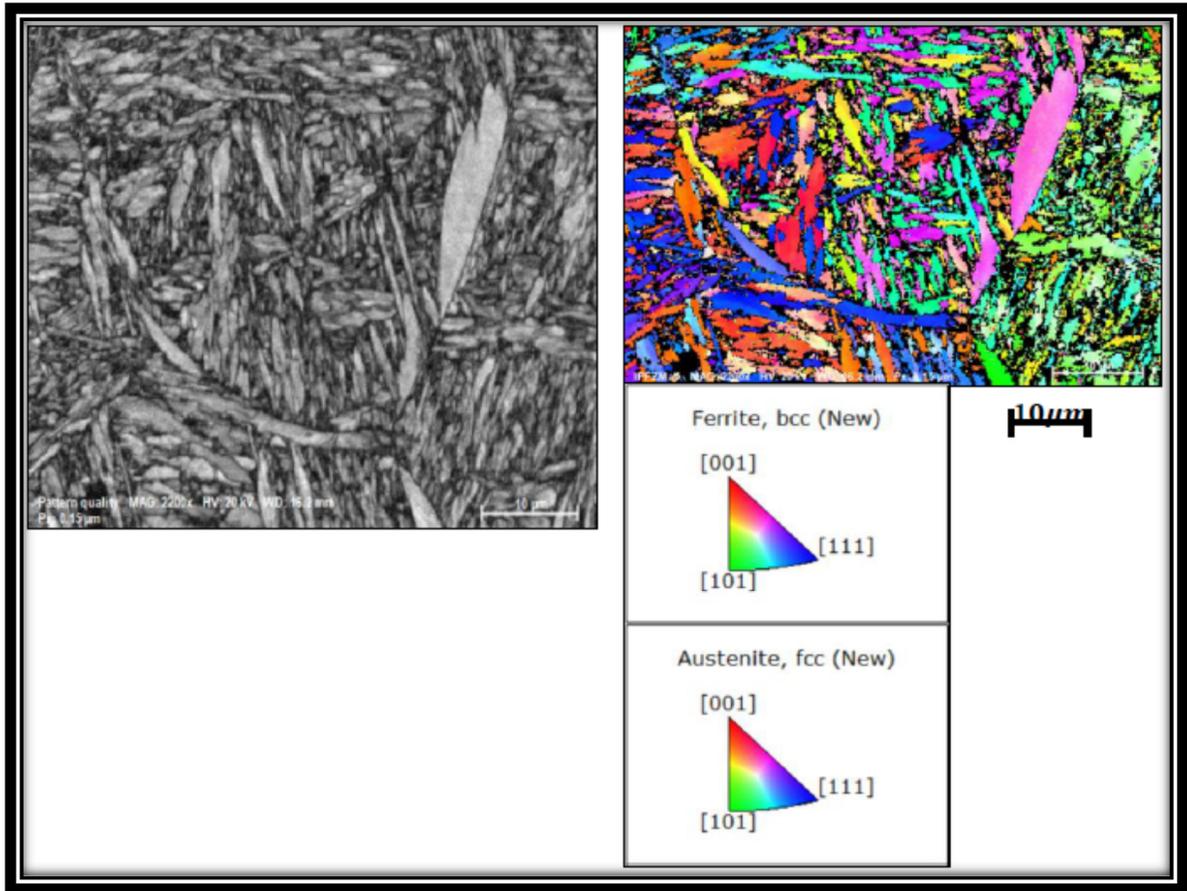


Figure- AVII.14 EBSD measurement of specimen deformed at 1250°C 0.01s-1

The SEM analysis (Figure AVII.15) of the samples deformed at 950 °C clearly revealed the presence of very fine vanadium rich precipitates which in accordance with the thermodynamic modeling (Figure AVII.16) and mechanical testing results confirm that the presence of precipitates at 950 °C will result in considerable delay in recrystallization as already discussed in the above section. Finally, the microstructure of the samples deformed at 1250 °C 0.01 s<sup>-1</sup> show precipitate-free recrystallized features and the EBSD measurement indicates random textures of deformed austenite (Figure AVII.14) which further confirm the mechanical testing results.

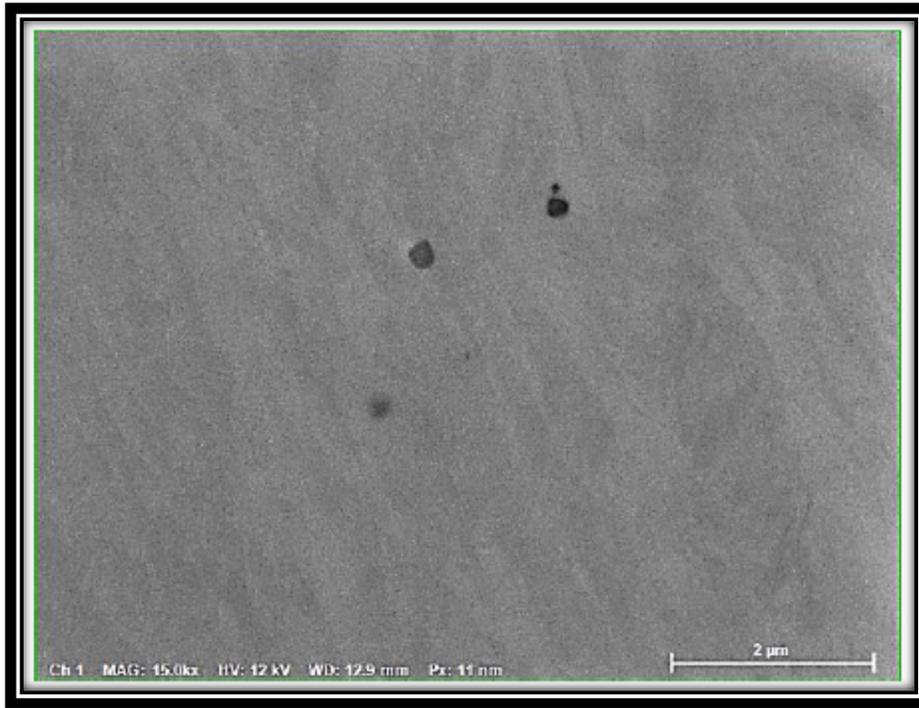


Figure- A VII.15 Vanadium precipitates in sample 950°C 0.01s-1

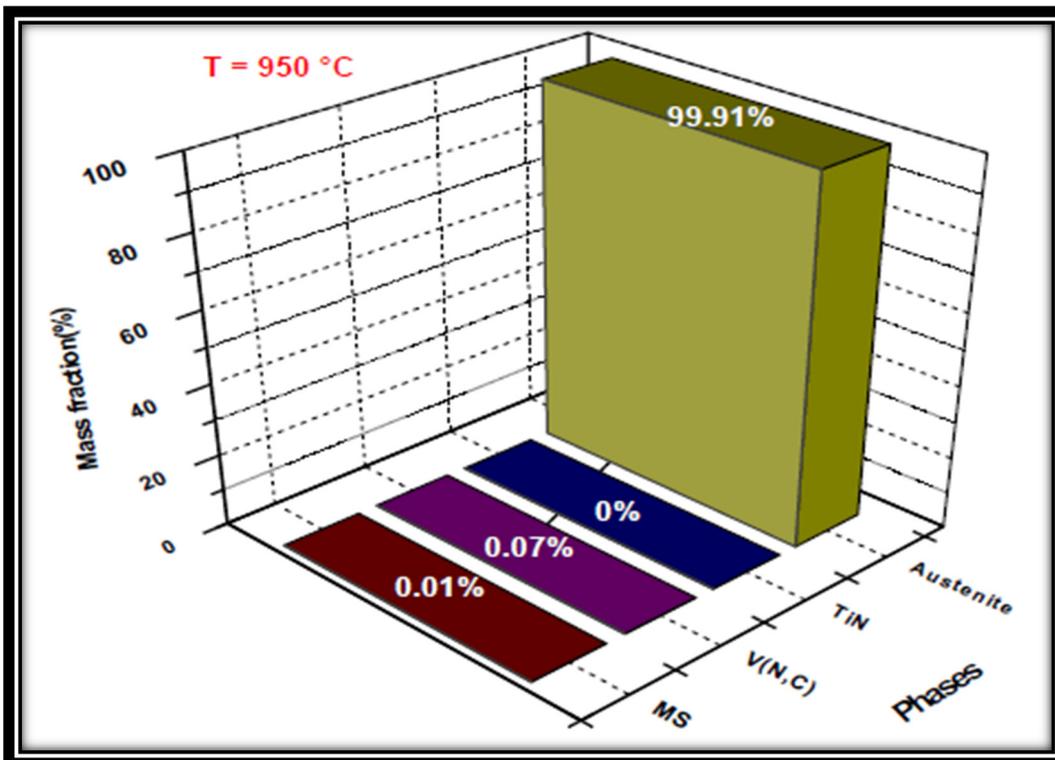


Figure- A VII.16 Thermocalc result of sample at 950°C for single point equilibrium

#### 4.4 Summary and Conclusions

The evolution of the microstructure of a vanadium alloyed medium carbon steel (modified AISI 6140) was investigated to simulate the open die forging process of large size components. Specifically, the study focused on interactions between recrystallization, phase transformation, and precipitation. A combination of mechanical testing, thermodynamic analysis, and microstructural examination was used for the analysis. The results show that both work hardening and DRX softening mechanism occur under conditions representing the open die forging of large size blocks. A constitutive model was developed using hyperbolic sine Arrhenius type equation and a deformation energy of 374 kJ was determined for the investigated steel. Comparison with other steel deformation energy leads to the conclusion that *vanadium* decreases the workability of the ingot. The deformation energy was correlated with the Zener-Hollomon parameter and a relationship was determined between deformation energy and Z. The deformation energy was then directly linked to the strain rate and the temperature. DRX kinetics was studied using  $t_{50}$  method and it was shown that the kinetics was promoted by high temperatures and high strain rate. It also shows that up to a strain rate limit, there is no efficient recrystallization. The obtained results also revealed that under some forging conditions, the Zener Pinning force was higher than the DRX force meaning that precipitates interact with DRX by delaying it. The deformation conditions for the operation of each mechanism were determined and microstructure investigation confirmed the occurrence of dynamic transformation, dynamic recrystallization and precipitation for specific forging conditions.

#### References

- Bitterlin, Matthieu, Shahriari, Davood, lapierre-boire, Louis-Philippe, et al. Hot deformation behavior of a nickel-modified AISI 4330 steel. *ISIJ International*, 2018, vol. 58, no 9, p. 1711-1720.
- Bouissa, Y., Bohlooli, N., Shahriari, D., et al. FEM modeling and experimental validation of quench-induced distortions of large size steel forgings. *Journal of Manufacturing Processes*, 2020, vol. 58, p. 592-605.

- Chadha, K., Shahriari, D., et Jahazi, M. Constitutive modelling of ingot breakdown process of low alloy steels. *Int. J. Ital. Assoc. Metall*, 2016, vol. 4, p. 5-12.
- Chen, Ming-Song, Lin, Y. C., et Ma, Xue-Song. The kinetics of dynamic recrystallization of 42CrMo steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, vol. 556, p. 260-266.
- Dutta, B., Palmiere, Eric J., et Sellars, Christopher Michael. Modelling the kinetics of strain induced precipitation in Nb microalloyed steels. *Acta Materialia*, 2001, vol. 49, no 5, p. 785-794.
- Ebrahimi, G. R., Momeni, A., Kazemi, Sh, et al. Flow curves, dynamic recrystallization and precipitation in a medium carbon low alloy steel. *Vacuum*, 2017, vol. 142, p. 135-145.
- Ghosh, Chiradeep, Aranas JR, Clodualdo, et Jonas, John J. Dynamic transformation of deformed austenite at temperatures above the Ae<sub>3</sub>. *Progress in Materials Science*, 2016, vol. 82, p. 151-233.
- Ghosh, Chiradeep, Basabe, Vladimir V., et Jonas, John J. Determination of the critical strains for the initiation of dynamic transformation and dynamic recrystallization in four steels of increasing carbon contents. *steel research international*, 2013, vol. 84, no 5, p. 490-494.
- Ghosh, Chiradeep, Basabe, Vladimir V., Jonas, John J., et al. The dynamic transformation of deformed austenite at temperatures above the Ae<sub>3</sub>. *Acta Materialia*, 2013, vol. 61, no 7, p. 2348-2362.
- Gramlich, Alexander, Schäfers, Hanne, et Krupp, Ulrich. Influence of Alloying Elements on the Dynamic Recrystallization of 4 wt.-% Medium Manganese Steels. *Materials*, 2020, vol. 13, no 22, p. 5178.
- Grewal, Rupanjit, Aranas JR, Clodualdo, Chadha, Kanwal, et al. Formation of Widmanstätten ferrite at very high temperatures in the austenite phase field. *Acta Materialia*, 2016, vol. 109, p. 23-31.
- Han, Ying, Wu, Hua, Zhang, Wei, et al. Constitutive equation and dynamic recrystallization behavior of as-cast 254SMO super-austenitic stainless steel. *Materials & Design*, 2015, vol. 69, p. 230-240.
- Humphreys, Frederick John et Hatherly, Max. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Elsevier, 2012
- Jonas, John J., Ghosh, Chiradeep, Queleñec, Xavier, et al. The critical strain for dynamic transformation in hot deformed austenite. *ISIJ international*, 2013, vol. 53, no 1, p. 145-151.
- Jonas, John J., Queleñec, Xavier, Jiang, Lan, et al. The Avrami kinetics of dynamic recrystallization. *Acta materialia*, 2009, vol. 57, no 9, p. 2748-2756.

- Kim, K. W. et Park, Joong-Keun. A study of the dynamic recrystallization kinetics of V-microalloyed medium carbon steel. *Journal of materials science*, 2015, vol. 50, no 18, p. 6142-6153.
- Knyazyuk, T. V., Novoskoltsev, N. S., Zisman, A. A., et al. Influence of Niobium Microalloying on the Kinetics of Static and Dynamic Recrystallization during Hot Rolling of Medium-Carbon High-Strength Steels. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2020, vol. 11, no 6, p. 1325-1332.
- Li, Y. P., Onodera, E., Matsumoto, H., et al. Correcting the stress-strain curve in hot compression process to high strain level. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2009, vol. 40, no 4, p. 982-990.
- Liu, Zhen-bao, Tu, Xin, Wang, Xiao-hui, et al. Carbide dissolution and austenite grain growth behavior of a new ultrahigh-strength stainless steel. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2020, vol. 27, p. 732-741.
- Mirzaee, Masoud, Keshmiri, Hamid, Ebrahimi, Golam Reza, et al. Dynamic recrystallization and precipitation in low carbon low alloy steel 26NiCrMoV 14-5. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, vol. 551, p. 25-31.
- Poliak, E. I. et Jonas, J. J. A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization. *Acta Materialia*, 1996, vol. 44, no 1, p. 127-136.
- Queleuennec, X., Martin, E., Jiang, L., et al. Work hardening and kinetics of dynamic recrystallization in hot deformed austenite. In : *Journal of Physics: Conference series*. IOP Publishing, 2010. p. 012082.
- Sanrutsadakorn, Apichat, Uthaisangsuk, Vitoon, Suranuntchai, Surasak, et al. Constitutive Modeling of Flow Behaviour of AISI 4340 Steel under Hot Working Conditions. In : *Applied Mechanics and Materials*. Trans Tech Publications, 2013. p. 863-869.
- Sourmail, T., Otter, L., Collin, S., et al. Direct and indirect decomposition of retained austenite in continuously cooled bainitic steels: Influence of vanadium. *Materials Characterization*, 2021, p. 110922.
- Sourmail, Thomas, Garcia-mateo, Carlos, Caballero, F. G., et al. The Influence of Vanadium on Ferrite and Bainite Formation in a Medium Carbon Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2017, vol. 48, no 9, p. 3985-3996.
- Titov, V. I., Tarasenko, L. V., et Utkina, A. N. Effect of alloying elements on the composition of carbide phases and mechanical properties of the matrix of high-carbon chromium-vanadium steel. *Physics of Metals and Metallography*, 2017, vol. 118, no 1, p. 81-86.

- Vervynckt, Stephanie, Verbeken, Kim, Thibaux, P., et al. Recrystallization–precipitation interaction during austenite hot deformation of a Nb microalloyed steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, vol. 528, no 16-17, p. 5519-5528.
- Wang, Jin, Ma, Wen-long, Chu, Zhong, et al. Constitutive model for F45V microalloyed forging steel at high temperature. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2014, vol. 21, no 4, p. 464-468.
- Wu, Hongyan, Du, Linxiu, et Liu, Xianghua. Dynamic recrystallization and precipitation behavior of Mn-Cu-V weathering steel. *Journal of Materials Science & Technology*, 2011, vol. 27, no 12, p. 1131-1138.
- Wu, Qin, Yan, Hongge, Chen, Jihua, *et al.* The interactions between dynamic precipitates and dynamic recrystallization in Mg-5Zn-1Mn alloys during hot compression. *Materials Characterization*, 2020, vol. 160, p. 110131.
- Xiao, Hongchao, Tang, Bei, Liu, Chuming, et al. Dynamic precipitation in a Mg–Gd–Y–Zr alloy during hot compression. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, vol. 645, p. 241-247.
- Yada, Hiroshi, Li, Chun-Ming, et Yamagata, Hiroshi. Dynamic  $\gamma \rightarrow \alpha$  transformation during hot deformation in iron–nickel–carbon alloys. *ISIJ international*, 2000, vol. 40, no 2, p. 200-206
- Yang, Qi, Ji, Cheng, et Zhu, Miaoyong. Modeling of the Dynamic Recrystallization Kinetics of a Continuous Casting Slab Under Heavy Reduction. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2019, vol. 50, no 1, p. 357-376.
- Singh, Ashutosh Pratap, Singh, Bharat, et Saxena, Kuldeep K. Precipitation behaviour of microalloyed steel during hot deformation. *Materials Today: Proceedings*, 2019, vol. 18, p. 4821-4825.
- Liu, Degang, Ding, Hua, Hu, Xiao, et al. Dynamic recrystallization and precipitation behaviors during hot deformation of a  $\kappa$ -carbide-bearing multiphase Fe–11Mn–10Al–0.9 C lightweight steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 772, p. 138682.
- Springer, P. et Prah, U. Pinning effect of strain induced Nb (C, N) on case hardening steel under warm forging conditions. *Journal of Materials Processing Technology*, 2018, vol. 253, p. 121-133.

## LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Ashby, Michael F. et Jones, David Rayner Hunkin. *Matériaux: cours et exercices, licence 3, master, écoles d'ingénieurs. Microstructures et procédés de mise en oeuvre*. Dunod, 2014.
- Baïlon, Jean-Paul et Dorlot, Jean-Marie. *Des matériaux*. Presses inter Polytechnique, 2000.
- Banadkouki, Seyed Sadegh Ghasemi et Anari, Misagh Ghadiri. Prior Austenite Grain Boundary Detection in an Ultra-Cleaned Cr Bearing Microalloyed Steel. *ISIJ International*, 2018, vol. 58, no 10, p. 1868-1874.
- Bhadeshia, Harry. Bainite in steels: transformation, microstructure and properties. *London: IOM*, 2001, p. 237-276.
- Bhadeshia, Harry et Honeycombe, Robert. *Steels: microstructure and properties*. Butterworth-Heinemann, 2006.
- Bitterlin, Matthieu, Shahriari, Davood, Lapierre-boire, Louis-Philippe, *et al.* Hot deformation behavior of a nickel-modified AISI 4330 steel. *ISIJ International*, 2018, vol. 58, no 9, p. 1711-1720.
- Bouissa, Yassine, Bohlooli, Nima, Shahriari, Davood, *et al.* FEM modeling and experimental validation of quench-induced distortions of large size steel forgings. *Journal of Manufacturing Processes*, 2020, vol. 58, p. 592-605.
- Chadha, Kanwal, Shahriari, Davood, *et al.* Constitutive modelling of ingot breakdown process of low alloy steels. *Int. J. Ital. Assoc. Metall*, 2016, vol. 4, p. 5-12.
- Chen, Ming-Song *et al.* The kinetics of dynamic recrystallization of 42CrMo steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, vol. 556, p. 260-266.
- De andrés, García, Capdevila, Carlos, *et al.* Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages. *Materials Characterization*, 2002, vol. 49, no 2, p. 121-127.
- Dutta, B., Palmiere, Eric, *et al.* Modelling the kinetics of strain induced precipitation in Nb microalloyed steels. *Acta materialia*, 2001, vol. 49, no 5, p. 785-794.
- Ebrahimi, G. R., Keshmiri, H., Momeni, A., *et al.* Dynamic recrystallization behavior of a superaustenitic stainless steel containing 16% Cr and 25% Ni. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, vol. 528, no 25-26, p. 7488-7493.

- Ebrahimi, G. R., Momeni, A., Kazemi, Sh, *et al.* Flow curves, dynamic recrystallization and precipitation in a medium carbon low alloy steel. *Vacuum*, 2017, vol. 142, p. 135-145.
- Faerber, Jacques, Microscopie électronique à balayage Microanalyse X par sonde électronique, IPCMS, 2004
- García-mateo, C., Lopez, B., et Rodriguez-ibabe, J. M. Static recrystallization kinetics in warm worked vanadium microalloyed steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2001, vol. 303, no 1-2, p. 216-225.
- Ghosh, Chiradeep, Basabe, Vladimir, Jonas, John J., *et al.* The dynamic transformation of deformed austenite at temperatures above the  $Ae_3$ . *Acta Materialia*, 2013, vol. 61, no 7, p. 2348-2362.
- Gilmas, Margaux, Endommagement des aciers frittés utilisés dans la conception automobile, thèse, researchgate, 2016.
- Grewal, Rupanjit, Aranas, Clodualdo, Chadha, Kanwal, *et al.* Formation of Widmanstätten ferrite at very high temperatures in the austenite phase field. *Acta Materialia*, 2016, vol. 109, p. 23-31.
- Grumbach, Marc. Aciers d'usage général-Calcul des caractéristiques mécaniques. 2008.
- Grumbach, Marc. *Aciers microalliés*. Ed. Techniques Ingénieur, 2000.
- Han, Ying, Wu, Hua, Zhang, Wei, *et al.* Constitutive equation and dynamic recrystallization behavior of as-cast 254SMO super-austenitic stainless steel. *Materials & Design*, 2015, vol. 69, p. 230-240.
- Handbook, ASM Metals. Vol. 14 Forming and Forging. *ASM international*, 1993.
- Huang, Ke et Logé, R. E. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Materials & Design*, 2016, vol. 111, p. 548-574.
- Humphrey, F. J. et Hatherly, M. Recrystallization and related annealing phenomena. *capítulos*, 2004, vol. 2, no 5, p. 6.
- Jonas, John J., Ghosh, Chiradeep, Quelennec, Xavier, *et al.* The critical strain for dynamic transformation in hot deformed austenite. *ISIJ international*, 2013, vol. 53, no 1, p. 145-151.
- Jonas, John J., Quelennec, Xavier, et Jiang, Lan. Modeling the flow curve of hot deformed austenite. In : *Materials Science Forum*. Trans Tech Publications Ltd, 2012. p. 81-88.

- Kim, K. W. et Park, Joong-Keun. A study of the dynamic recrystallization kinetics of V-microalloyed medium carbon steel. *Journal of materials science*, 2015, vol. 50, no 18, p. 6142-6153.
- Kim, Myung-Yeon, Chu, Dong-Ju, Lee, Young-Su, *et al.* Mechanical property change and precipitate evolution during long-term aging of 1.25 Cr-0.5 Mo steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 789, p. 139663.
- Knyazyuk, T. V., Novoskoltsev, N. S., Zisman, A. A., *et al.* Influence of Niobium Microalloying on the Kinetics of Static and Dynamic Recrystallization during Hot Rolling of Medium-Carbon High-Strength Steels. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2020, vol. 11, no 6, p. 1325-1332.
- Kociak, M. Introduction à la microscopie électronique. In : *Collection de la Société Française de la Neutronique*. EDP Sciences, 2007. p. 61-74.
- Lecomte, J-S. Introduction à la microscopie électronique à transmission. ResearchGate, 2016
- L'Ecuyer, J. D. et L'Espérance, G. Precipitation interactions with dynamic recrystallization of a HSLA steel. *Acta Metallurgica*, 1989, vol. 37, no 4, p. 1023-1031.
- Li, Y. P., Onodera, E., Matsumoto, H., *et al.* Correcting the stress-strain curve in hot compression process to high strain level. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2009, vol. 40, no 4, p. 982-990.
- Mcqueen, H. J. et Ryan, N. D. Constitutive analysis in hot working. *Materials Science and Engineering: A*, 2002, vol. 322, no 1-2, p. 43-63.
- Mintz, Barrie. The influence of composition on the hot ductility of steels and to the problem of transverse cracking. *ISIJ international*, 1999, vol. 39, no 9, p. 833-855.
- Mirzaee, Masoud, Keshmiri, Hamid, Ebrahimi, Golam Reza, *et al.* Dynamic recrystallization and precipitation in low carbon low alloy steel 26NiCrMoV 14-5. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, vol. 551, p. 25-31.
- Momeni, Amir, Dehghani, Kamran, Ebrahimi, Golam Reza, *et al.* Developing the processing maps using the hyperbolic sine constitutive equation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2013, vol. 44, no 12, p. 5567-5576.
- Murry, Guy. Aciers. généralités. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, 1993, no M300, p. M300. 1-M300. 30.
- Murry, Guy. Aide-mémoire de Métallurgie. *Usine nouvelle Edition DUNOD, Paris*, 2010.
- Porter, D. A. et Easterling, K. E. Phase transformations in metals and alloys, Chapman & Hall. *London, England*, 1992.

- Raabe, Dierk. Recovery and recrystallization: phenomena, physics, models, simulation. *Physical Metallurgy*, 2014, p. 2291-2397.
- Radis, Rene et Kozeschnik, Ernst. Kinetics of AlN precipitation in microalloyed steel. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 2010, vol. 18, no 5, p. 055003
- Rohrer, Gregory S. "Introduction to Grains, Phases, and Interfaces—an Interpretation of Microstructure," Trans. AIME, 1948, vol. 175, pp. 15–51, by CS Smith. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2010, vol. 41, no 3, p. 457-494.
- Sajadifar, Seyed Vahid, Yapici, G. G., Ketabchi, M., *et al.* High temperature deformation behavior of 4340 steel: activation energy calculation and modeling of flow response. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 2013, vol. 20, no 12, p. 133-139.
- Sanrutsadakorn, Apichat, Uthaisangsuk, Vitoon, Suranuntchai, Surasak, *et al.* Constitutive Modeling of Flow Behaviour of AISI 4340 Steel under Hot Working Conditions. In : *Applied Mechanics and Materials*. Trans Tech Publications, 2013. p. 863-869.
- Soshina, T. V., Zisman, A. A., et Khlusova, E. I. Revelation of former austenite grains by thermal etching in a vacuum with low-carbon steel TMT simulation. *Metallurgist*, 2013, vol. 57, no 1, p. 128-136.
- Vervynckt, Stephanie, Verbeken, Kim, Thibaux, P., et al. Recrystallization–precipitation interaction during austenite hot deformation of a Nb microalloyed steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, vol. 528, no 16-17, p. 5519-5528.
- Wang, B. X., Liu, X. H., et Wang, G. D. Dynamic recrystallization behavior and microstructural evolution in a Mn–Cr gear steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, vol. 393, no 1-2, p. 102-108.
- Wang, Jin, Ma, Wen-long, Chu, Zhong, *et al.* Constitutive model for F45V microalloyed forging steel at high temperature. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2014, vol. 21, no 4, p. 464-468.
- Wei, Hai-lian, Liu, Guo-quan, Xiao, Xiang, *et al.* Dynamic recrystallization behavior of a medium carbon vanadium microalloyed steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, vol. 573, p. 215-221.
- Weiss, I. et Jonas, J. J. Dynamic precipitation and coarsening of niobium carbonitrides during the hot compression of HSLA steels. *Metallurgical transactions A*, 1980, vol. 11, no 3, p. 403-410.
- Wilson, Peter (ed.). *Recent developments in the study of recrystallization*. BoD–Books on Demand, 2013.

- Wu, Hongyan, Du, Linxiu, et Liu, Xianghua. Dynamic recrystallization and precipitation behavior of Mn-Cu-V weathering steel. *Journal of Materials Science & Technology*, 2011, vol. 27, no 12, p. 1131-1138.
- Yang, Qi, Ji, Cheng, et Zhu, Miaoyong. Modeling of the dynamic recrystallization kinetics of a continuous casting slab under heavy reduction. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2019, vol. 50, no 1, p. 357-376.
- Zhang, Chi, Zhang, Liwen, Xu, Qianhong, *et al.* The kinetics and cellular automaton modeling of dynamic recrystallization behavior of a medium carbon Cr-Ni-Mo alloyed steel in hot working process. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 678, p. 33-43.
- Zhu, Shi-li, Cao, Hua-zhen, Ye, Jian-song, *et al.* Dynamic recrystallization behavior of medium carbon Cr-Ni-Mo-Nb steel during hot deformation. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2015, vol. 22, no 3, p. 26