

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique
Département de Métallurgie



Projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie

THÈME

Etude de la dissolution de la cémentite lors de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$
d'un Acier eutectoïde

Présenté par :
HADJI Abdeldjebar

Proposé et dirigé par :
Pr.F.HELLAL

Promotion juin 2013

ENP : 10, Avenue Hacène Badi, El Harrach, Alger

Tél : (021) 52 53 01/ 03 Fax : (012) 52 29 73 E-mail : ENP@IST.CERIST.DZ

هذه الدراسة هدفها إظهار التحولات الحادثة في الأطوار أثناء اجتياز مرحلة ما بين فريت-أستنيت لفولاذ أكتويدي تمت عليه عملية أستنة تحت درجات حرارة 740، 750 و 760 °م خلال أزمنة مختلفة. لقد سمحت هذه الدراسة بمشاهدة و تحليل و تكميم مختلف المكونات.

كلمات مفتاحية : تكوير ، أستنة ، تبريد ، تمديد ، سمنتيت ، أستنتيت ، برليت ، أفيليون.

Summary

This study is devoted to phase transformation that takes place at the time of ferrite-austenite transformation of an eutectoid steel austenitized at 740,750 and 760 °C ((just above the point A_{c3}), for different periods of austenitization. She permitted to observe, analyze and quantify the different microstructures.

Key words: globulisation, austenitization, quenching, dilatométry, cementite, austenite, pearlite, aphéllion.

Résumé

Cette élude est consacrée aux transformations de phase qui ont lieu lors de la transition ferrite-austénite d'un acier eutectoïde austénitisé à 740,750 et 760 °C (juste au dessus du point A_{c3}), pour des durées d'austénitisation différentes. Elle a permis d'observer, d'analyser et de quantifier les différentes microstructures.

Mots clés : globulisation, austénitisation, trempe, dilatométrie, dureté, cémentite, austénite, perlite, aphéllion.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail avec toute mon affection aux êtres,
qui me sont très chers au monde mes parents.

À mes chers frères : Mohammed amin, Abderrazak.

À mes chères sœurs : Hassiba, Chaimaa.

À tous mes oncles et tantes, cousins et cousines.

À tous mes amis.

À toute la promotion 2013 d'ingénieurs en Métallurgie de l'École
Nationale Polytechnique d'Alger.

À tous ceux qui par leur sourire, leur gentillesse et espoir, m'ont
encouragé à poursuivre mes études.

Abdeldjebar

Remerciements

Tout d'abord je remercie ALLAH le tout puissant de m'avoir donné le courage et la patience de mener à bien mon projet de fin d'études.

Mes sincères remerciements et ma profonde gratitude à Monsieur, F.HELAL mon encadreur, pour m'avoir dirigé et soutenu le long de ce travail. Ces qualités intellectuelles et sa modestie ont grandement contribué à l'aboutissement de ce mémoire ;

Je tiens à remercier également Mr CHITROUB pour m'avoir honoré en acceptant de présider le jury, Mr DAIMEALI et Mr KASSER d'avoir accepté d'examiner ce travail ;

Je n'oublie pas de remercier les enseignants du département de métallurgie à l'école nationale polytechnique pour m'avoir offert, ainsi qu'à tout mes camarades de la promotion, une bonne formation au bout des trois années qu'on a passé ensemble sous le toit de notre département ;

Je remercie aussi toutes les personnes qui ont pu m'aider un jour.

Abdeldjebar

Sommaire

Introduction générale.....	1
I. Les aciers	3
I.1.Introduction.....	3
I.2.Les aciers au carbone	3
I.2.1. Evolution de la microstructure en conditions de quasi-équilibre.....	3
I.2.2. Propriétés mécaniques d'un acier normalisé.....	9
II. Traitement thermique des aciers.....	10
II.1. L'austénitisation	10
II.2. Le traitement d'homogénéisation	10
II.3. La trempe	11
II.3.1. Les différents types de trempe.....	11
II.4. Les recuits.....	14
II.4.1. Les différents types de recuits	14
II.5. Le revenu	15
II.5.1. Les différents types de revenu après trempe	15
III. Transformations de phase.....	17
III.1.Germination et croissance	17
III.1.1.Introduction	17
III.1.2.Germination.....	17
III.1.3.Croissance	20
III.1.4.Différents types de transformations par germination et croissance	21
III.2.Cinétique des transformations de phases -Théorie d'Avrami :	22
III.3.Transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ dans les aciers	24
III.3.1. Périodes de transformation.....	24
III.3.2. Formation de l'austénite à partir d'une structure perlitique globulisée	26
IV. Techniques expérimentales	29
IV.1. Présentation du matériau étudié	29
IV.2.Traitement d'austénitisation et étude dilatométrique.....	29
IV.3. Examen métallographique des échantillons.....	32
IV.3.1. L'enrobage.....	33

IV.3.2. Polissage.....	33
IV.3.3. Attaque chimique	34
IV.3.4. Observation microscopique.....	34
IV.4. Analyse et traitement d'image.....	34
IV.5. Essai mécanique de microdureté	35
V. Résultats et interprétations	37
V.1.Présentation des résultats.....	37
V.1.1. Signal dilatométrique	37
V.1.2. Microstructures.....	39
V.1.3. La microdureté	41
V.2.Exploitation et interprétation des résultats	42
V.2.1.Analyse du signal dilatométrique	42
V.2.2.Evolution des propriétés mécanique de microdureté	45
V.2.3.Analyse morphologique	45
Conclusion générale et perspectives	52
Références bibliographiques	53

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

De tous les alliages métalliques, les aciers sont parmi ceux les plus couramment employés dans les applications industrielles. La grande diversité de leurs nuances et la possibilité de réaliser les traitements thermomécaniques conditionnant les propriétés mécaniques de ces aciers permettent de couvrir une gamme d'applications extrêmement large. Leurs propriétés mécaniques sont étroitement liées à la microstructure de l'alliage, donc à sa composition et aux traitements thermiques appliqués. Enfin, leurs faibles coûts présentent un grand intérêt pour leurs utilisations.

Le traitement thermique permet de faire apparaître et d'exploiter certaines propriétés de l'acier telles que dureté, résilience et résistance à la corrosion. En générale, il consiste en une opération de chauffage suivi d'un refroidissement contrôlé faisant apparaître les propriétés recherchées. Les traitements thermiques sont généralement liés à des transformations de phase à l'état solide. C'est le cas notamment des traitements par austénitisation, trempe et revenu, qui sont souvent appliqués aux aciers au carbone ou faiblement alliés. Le procédé consiste à chauffer la pièce jusqu'à l'obtention de la phase austénitique du fer (CFC), puis de la refroidir à température ambiante.

La compréhension des divers aspects des transformations des phases devient nécessaire pour la maîtrise de la technologie des matériaux métalliques. Parmi les transformations des phases à l'état solide les plus intéressants et qui ont longtemps attirés bon nombre des chercheurs c'est la précipitation qui se produit lors des traitements de vieillissement et représentant une transformation à l'état solide d'une solution sursaturée, et la dissolution qui est une opération inverse de la précipitation.

L'objectif de la présente étude est de suivre les transformations de phase qui ont lieu lors de la transformation ferrite-austénite d'un acier eutectoïde austénitisé à 740,750 et 760°C (juste au-dessus du point A_{C3}), pour des durées d'austénitisation et des conditions de refroidissement différentes.

Le présent mémoire comporte une introduction générale et cinq chapitres:

- Le premier chapitre s'intéresse à l'évolution de la microstructure des aciers au carbone.
- Le deuxième chapitre présente les différents traitements thermiques des aciers.
- Le troisième chapitre est un rappel sur le mécanisme de décomposition d'une solution solide sursaturée et sa cinétique de transformation, suivi d'une étude la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ dans l'acier.

- Le quatrième chapitre traite la procédure expérimentale dans où on présente la méthodologie et les techniques utilisées durant ce travail.
- Le cinquième chapitre présente enfin les résultats obtenus ainsi que leurs discussions et des interprétations.

CHAPITRE I

LES ACIERS

I. Les aciers

I.1.Introduction

Le fer est parmi les métaux les plus anciens et le plus abondant sur la planète terre. Ses méthodes d'extraction et d'utilisation sont pratiquées depuis des milliers d'années. Cependant, la production massive des aciers à grande échelle n'est développée qu'au dix-neuvième siècle.

Les aciers au carbone ordinaire, représentent un taux de production mondiale de 90%, suivi des aciers faiblement alliés, des aciers fortement alliés (contenant jusqu'à 6% de chrome, nickel, etc.), des aciers inoxydables (contenant typiquement 18% de chrome et 8% de nickel) et des aciers à outils avec de fortes additions de chrome, molybdène, tungstène, vanadium, et cobalt...etc.).

Nous connaissons déjà presque tout, au sujet des transformations qui ont lieu dans ces aciers et les microstructures qui en résultent. Dans ce chapitre nous réunissons toutes les informations nécessaires relatives aux traitements et la structure, pour montrer comment les instrumentaliser pour déterminer les propriétés mécaniques des aciers [1].

Les propriétés mécaniques dépendent de la teneur en carbone et du type de traitement thermique qu'a subi l'acier. Les aciers et les fontes peuvent être employés dans plusieurs applications.

I.2.Les aciers au carbone

I.2.1. Evolution de la microstructure en conditions de quasi-équilibre

Un chauffage à une température élevée, suivi d'un refroidissement lent jusqu'à la température ambiante, est un traitement de normalisation. La microstructure à la température ambiante devrait être près de l'équilibre, et peut être reconnue par le diagramme d'équilibre Fe-C pour un acier de nuance donnée comme le montre la figure I.1. Le tableau I.1 énumère les phases dans le diagramme Fe-Fe₃C et le tableau I.2 donne les détails sur la composition de l'eutectique et de l'eutectoïde ainsi que leurs structures pendant le refroidissement [1].

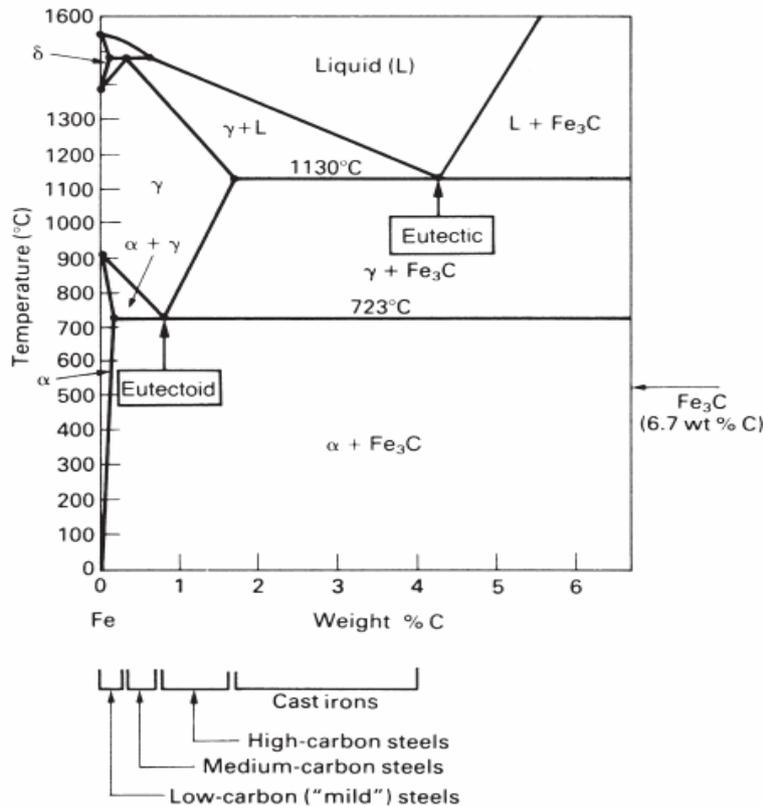


Figure I.1. Les différentes phases en présence dans le diagramme Fe-C (L, α, γ, δ, Fe₃C) [1].

Tableau I.1. Les différentes phases dans le système Fe-Fe₃C [1].

Phase	Structure atomique	Description
Liquide		La solution liquide de C dans le fer.
δ	CC	la substitution de la solution solide de C dans le fer CC. La limite de solubilité du C est 0,08 % en poids à 1492 °C. Le fer δ est Polymorphe stable entre 1391 et 1536°C.
γ (austénite)	CFC	C'est une solution solide de C dans le fer γ (CFC). La limite de solubilité du C est 1,7% C en poids à 1130°C. Le fer γ est polymorphe stable entre 914 et 1391°C.
α (ferrite)	CC	C'est une solution solide de C dans le fer α(CC). La limite de solubilité du C est 0,035% C en poids à 723°C. Le fer α est polymorphe stable au dessous de 914C.
Fe ₃ C (cémentite)	Complexe	Composition chimique dure et ductile du fer et carbone (6,7%C en poids).

Tableau I.2. La composition des structures durant le refroidissement lent des alliages Fe-C [1].	
Nom de structure	Description et commentaire
Perlite	La structure eutectoïde est composée de lamelles alternatives de α et Fe_3C , produites quand le fer γ contient 0.80% de C en poids puis refroidit au dessous de 723°C . La germination se produit aux joints de grains. On l'obtient aux aciers à bas, moyen et haut carbone. La perlite n'est pas proprement une phase, mais c'est une mixture entre deux phases α et Fe_3C dont les proportions sont de 88.5% de ferrite et 11,5% de cémentite Fe_3C . Puisque les grains sont des monocristaux, il serait donc incorrect de dire que la perlite est formée de grains mais plutôt de nodules.
Lédeburite	La structure eutectique est composée de plates alternatives de γ et de Fe_3C produites quand le liquide contenant 4,3 %C en poids, est refroidi au-dessous de 1130°C . Encore pas une phase, la lédeburite se produit seulement pendant la solidification des fontes. L'austénite dans la lédeburite se transformera en $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ à 723°C .

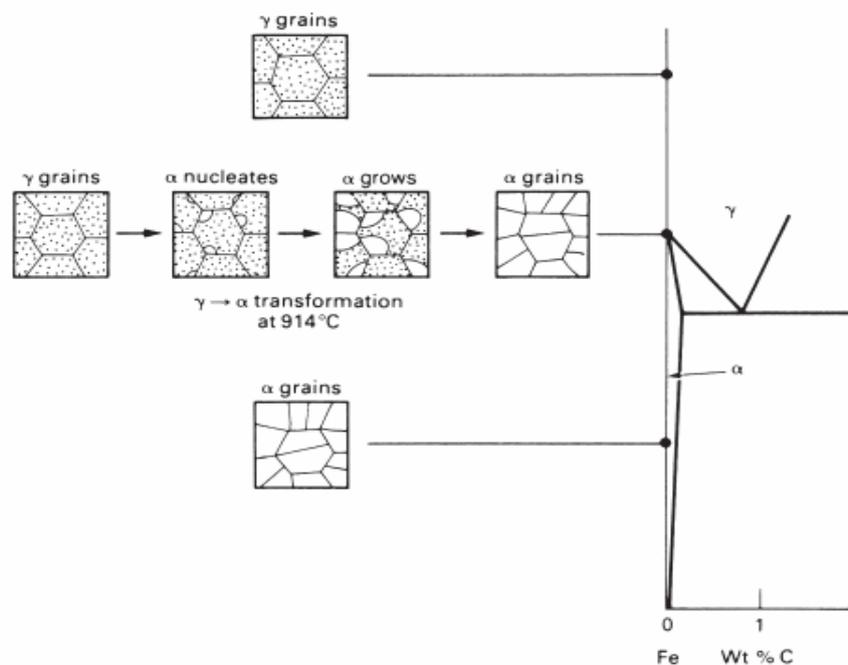


Figure I.2. Evolution structurale du fer pur chauffé à haute température, suivie d'un refroidissement lent [1].

Les figures I.2 à I.6 montrent comment la microstructure d'un acier à la température ambiante dépend de la teneur en C.

- Quand le fer γ à faible carbone est refroidit au dessous de 914°C , la germination de ferrite apparaît au niveau des joints de grains de l'austénite et la microstructure se transforme en ferrite comme le montre la figure I.2 ci-dessus.
- Quand on refroidit l'acier eutectoïde (0.80% C en poids) au dessous de 723°C , les nodules de perlite germent au niveau des joints de grains de l'austénite comme le montre la figure I.3 et la microstructure se transforme en perlite. Si l'acier contient moins de 0.80% C (acier hypoeutectoïde), une partie de l'austénite commence à se transformer en ferrite dès qu'on atteint 914°C donnant un mélange de $(\alpha + \gamma)$ tandis que l'autre partie de l'austénite se transformera plus tard au dessous de 723°C en cémentite. La germination de la ferrite dans les joints de grains de l'austénite se développe quand l'acier est refroidit au dessous de A_3 [1].

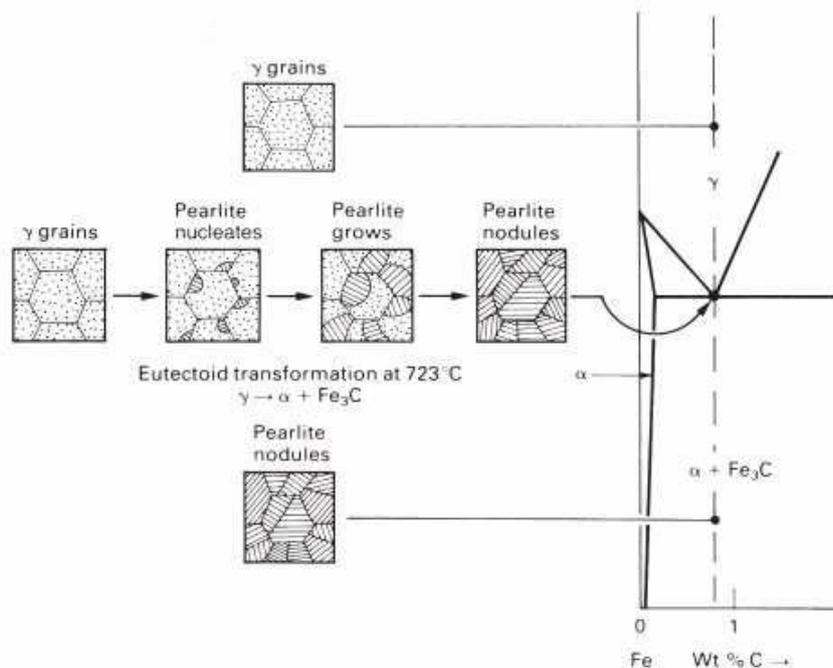


Figure I.3. Microstructure de l'acier eutectoïde chauffé à haute température puis refroidi lentement [1].

Un point de détail : quand la perlite est refroidit jusqu'à la température ambiante, sa concentration en carbone diminue légèrement. Le carbone en excès réagit avec du fer aux interfaces de $\alpha\text{-Fe}_3\text{C}$ pour former plus de lamelles de Fe_3C , en dehors et sur les surfaces des lamelles déjà existantes de Fe_3C qui deviennent ainsi très légèrement plus épaisses. La composition de Fe_3C est naturellement indépendante de la température [1].

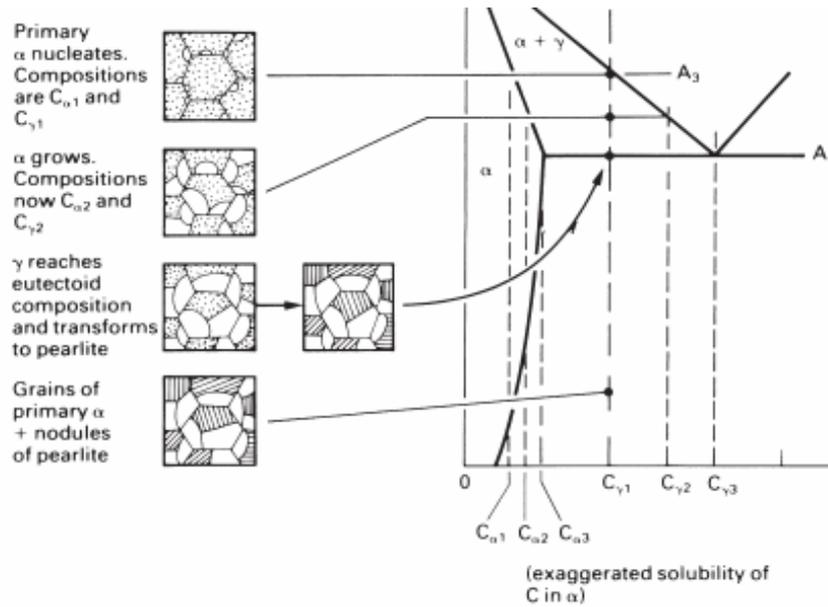


Figure I.4. Microstructure d'un acier hypoeutectoïde chauffé puis refroidit lentement [1].

Le point A_3 est une bande standard pour la température de la première apparition de la ferrite (α), et A_1 pour l'eutectoïde. L'acier hypoeutectoïde contient moins de carbone comparé à l'acier eutectoïde. La figure I.4 ci-dessus montre l'évolution structurale de l'acier lorsque l'austénite contenant moins de 0,8% C se décompose au refroidissement lent.

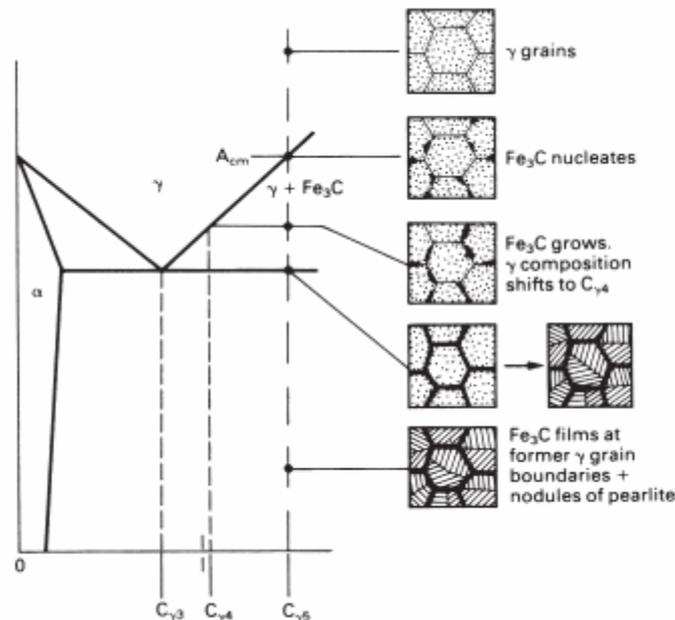


Figure I.5. Microstructure d'un acier hyper eutectoïde chauffé puis refroidit lentement [1].

Le point A_{cm} est une bande de température pour la première apparition de la cémentite Fe_3C . L'acier hyper eutectoïde contient évidemment plus de carbone par rapport à l'acier eutectoïde. La figure I.5 ci-dessus montre les phases en présence lors de la décomposition de l'austénite pendant un refroidissement lent de l'acier hyper eutectoïde.

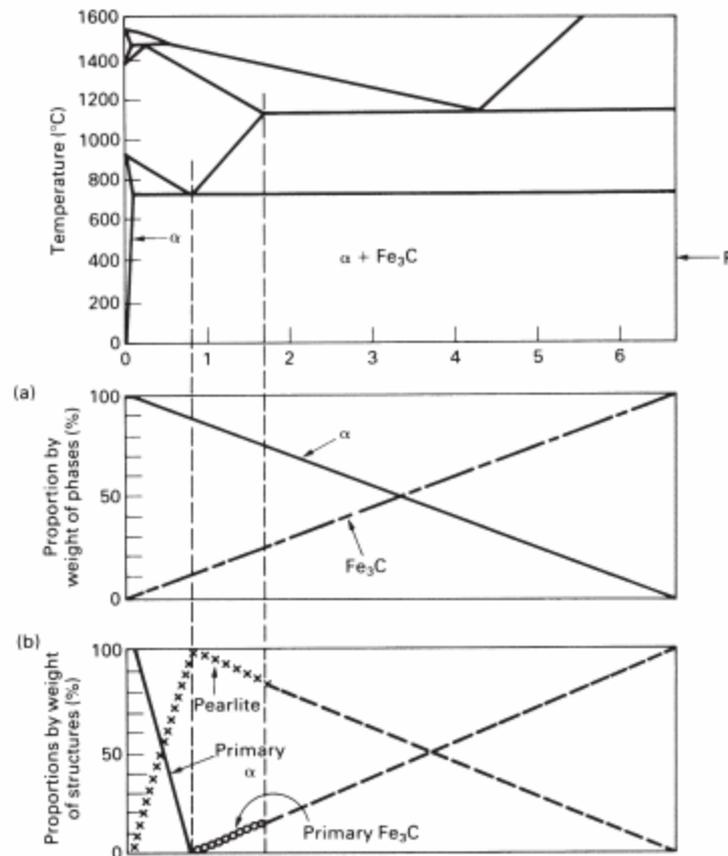


Figure I.6. Proportions de phases dans les aciers au carbone lors du refroidissement lent jusqu'à la température ambiante, pour les différentes teneurs en carbone [1].

Au point A_1 , le reste de l'austénite (dans le cas d'une composition eutectoïde) se transformera en général en perlite, et en (α + perlite) à la température ambiante. Si l'acier contient plus de 0.8% C en poids (aciers hypereutectoïdes) la structure de l'acier sera composée de ferrite et de cémentite Fe_3C (perlite) à la température ambiante. Ces différentes structures ainsi que leurs proportions comme fonction de la teneur en carbone sont récapitulées dans la figure .I.6 ci-dessus [1].

I.2.2. Propriétés mécaniques d'un acier normalisé

La Figure. I.7 montre comment certaines propriétés mécaniques des aciers au carbone normalisé, changent avec la teneur en carbone. La résistance à la traction augmente linéairement avec la teneur en carbone. La structure responsable de cette augmentation de résistance est probablement la cémentite (Fe_3C) plus dure que toutes les phases en présence. A l'opposé, la ductilité décroît quand la teneur en carbone augmente comme le montre la même figure. La phase responsable de cette diminution est probablement la ferrite qui est généralement la moins dure que toutes les phases en présence [1].

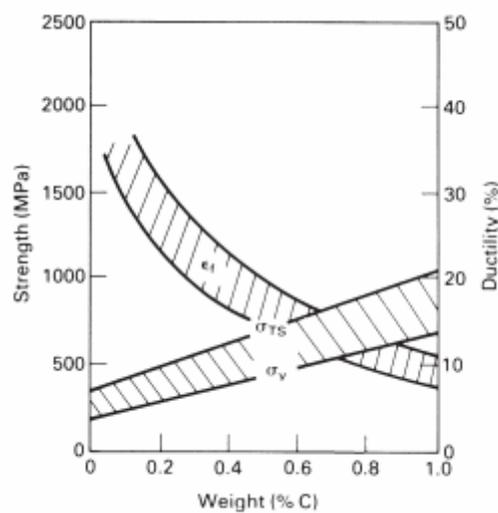


Figure I.7. Relation entre certaines propriétés mécaniques (résistance et ductilité) pour un acier au carbone normalisé [1].

CHAPITRE II
TRAITEMENTS
THERMIQUES DES ACIERS

II. Traitement thermique des aciers

II.1. L'austénitisation

L'austénitisation a pour objectif de mettre en solution le carbone et, éventuellement, les éléments d'alliage précipités sous forme de carbures. Pour ce faire, il est nécessaire de se placer dans les conditions où le carbone est soluble dans le fer c'est-à-dire de provoquer, par chauffage, la transformation du fer α en fer γ . Rappelons que l'examen des diagrammes d'équilibres, montre que les carbures précipités après solidification ou formage à chaud peuvent être de la cémentite (dans les aciers non alliés), de la cémentite substituée (dans les aciers peu alliés) ou être formés à partir d'éléments carburigènes (dans les aciers alliés) et qu'alors leurs conditions de mise en solution sont généralement fort différentes.

Dans le cadre des traitements thermiques en volume, l'austénitisation comporte deux étapes :

- un chauffage jusqu'à la température dite température d'austénitisation (et, de manière incorrecte, température de trempe) ;
- un maintien à cette température.

Les conditions dans lesquelles ces deux opérations doivent être réalisées peuvent être définies à l'aide des diagrammes de transformation, mais ici ce sont surtout ces diagrammes tracés en conditions isothermes qui sont utilisés puisque nous n'envisageons pas le cas des traitements thermiques avec chauffage superficiel.

La température d'austénitisation doit être choisie de telle sorte qu'après le maintien, non seulement le carbone nécessaire au durcissement soit en solution, mais aussi que cet élément d'alliage soit bien réparti dans l'austénite afin que puisse être acquis un durcissement homogène. Ce résultat peut être obtenu, si la température d'austénitisation est supérieure à A_{c3} tout en ne s'élevant pas trop pour éviter le risque de grossissement inutile des grains d'austénite [2].

II.2. Le traitement d'homogénéisation

Appelé aussi recuit d'homogénéisation, ce traitement est destiné à réduire plus ou moins les hétérogénéités de composition chimique engendrées par le processus de solidification. On sait, qu'un alliage brut de solidification ou peu corroyé n'a pas, en général, une composition chimique uniforme. Celle-ci fluctue localement avec les ségrégations apparues pendant la solidification.

Pour réduire ces hétérogénéités, on fait intervenir la diffusion en portant l'acier à haute température (en général au-dessus de 1100 °C), et en le maintenant à cette température pendant un temps nécessaire pour obtenir la dissolution totale et le résultat souhaité.

Ce traitement d'homogénéisation ne doit pas être confondu avec le traitement de diffusion, dont l'objet est de provoquer la diffusion dans l'épaisseur d'une pièce, d'éléments préalablement introduits dans la couche superficielle au cours d'un traitement thermo-chimique [3].

II.3. La trempe

Rappelons que, pour les aciers considérés ici, la trempe a pour objet d'empêcher la précipitation du carbone au cours du retour depuis la température d'austénitisation jusqu'à la température ambiante, et cela dans la plus grande partie possible de la section de la pièce trempée. La phase obtenue après une trempe d'un acier au carbone est appelée : martensite.

Pour des raisons économiques, on admet qu'une certaine proportion de bainite puisse se substituer à la martensite dans la mesure où le revenu après la trempe est réalisé à une température supérieure à 500°C.

Pour un acier donné, les deux facteurs qui vont conditionner le résultat de la trempe sont :
— la trempabilité de l'acier dans les conditions d'austénitisation adoptées;
— les conditions de refroidissement de l'austénite [2].

II.3.1. Les différents types de trempe

II.3.1.1. La trempe à l'eau

L'eau constitue le milieu de refroidissement le moins cher qui permette, dans la pratique de tous les jours, de réaliser les refroidissements les plus énergiques. Toutefois, il faut noter qu'au cours d'une trempe à l'eau la vitesse de refroidissement n'est pas constante et qu'elle est maximale lorsque la température de surface de la pièce est voisine de 300°C. L'eau a l'avantage de faire éclater la calamine au début du refroidissement et donc de nettoyer la surface et d'améliorer l'échange thermique. Si la température de l'eau s'élève, son pouvoir refroidissant diminue très sensiblement et la période de caléfaction est prolongée.

Ainsi donc, l'exécution d'une bonne trempe à l'eau exige le contrôle permanent :

- de la température de l'eau ;
- de l'agitation des pièces ;
- de la circulation de l'eau et de son renouvellement éventuel.

En revanche, il est possible de modifier volontairement le pouvoir refroidissant de l'eau en lui incorporant divers produits. Ainsi :

- On augmente sa sévérité de trempe en mettant en solution des sels comme NaCl, ou CaCl₂, par exemple. Une telle addition présente l'avantage de décaler vers le haut la température de 500 à 600°C. La concentration de la solution doit être régulièrement contrôlée et il est nécessaire de prendre des mesures de nettoyage et de protection de la surface pour éviter la corrosion des pièces à leur sortie du bain de trempe.
- On abaisse sa sévérité de trempe en lui ajoutant des polymères organiques dont la solubilité dans l'eau diminue quand la température s'élève. L'emploi de ce procédé exige le respect des précautions suivantes :
 1. Eviter l'échauffement du bain au-dessus de 40°C ;
 2. Sortir les pièces du bain après refroidissement total afin de permettre la redissolution de l'additif pour éviter d'entraîner celui-ci avec les pièces et, ainsi, d'appauvrir la solution;
 3. Contrôler régulièrement la concentration en additif (ou mesurer le pouvoir refroidissant du liquide) afin de faire les ajustements nécessaires à l'obtention de résultats constants [2].

II.3.1.2. La trempe à l'huile

Il existe une très grande variété d'huiles de trempe et qui peuvent différer dans leurs pouvoirs de trempe et donc du résultat final. Ainsi les huiles se distinguent :

- Par leurs natures (huile de base minérale ou synthétique) ;
- Par les additifs qu'elles contiennent. Additifs qui ont pour objet soit de modifier le pouvoir refroidissant, soit d'améliorer certaines propriétés (notamment la résistance à l'oxydation).

La viscosité de l'huile diminue quand sa température augmente. Ce phénomène provoque une augmentation du pouvoir refroidissant. Il est donc nécessaire de contrôler en permanence la température du bain et de mettre en œuvre un moyen de refroidissement. Il est important d'éviter l'introduction d'eau dans un bain d'huile. Cette eau diminue les vitesses de refroidissement à haute température, mais les augmente à basse température, c'est-à-dire dans les conditions les plus critiques pour l'apparition de tapures. Enfin, l'utilisation de la trempe à l'huile impose la mise en œuvre de moyens de prévention et de lutte contre les incendies [2].

II.3.1.3. La trempe au gaz

On parle de trempe par refroidissement à l'aide d'un gaz, quand les lois de refroidissement réalisées sont plus rapides que celles obtenues par refroidissement de la même pièce dans l'air calme. Les conditions de refroidissement dépendent ici :

- De la nature du gaz (et essentiellement de sa capacité thermique) ;
- De la température du gaz ;
- De la pression du gaz ;
- De la vitesse relative d'écoulement du gaz par rapport à la surface de la pièce.

L'utilisation d'un gaz neutre permet d'éviter toute altération chimique de la surface de la pièce. Ce mode de refroidissement connaît un grand développement dans le cadre de l'utilisation des fours à vide. Il permet, avec l'utilisation de gaz performant (azote, hélium, hydrogène) sous pression et le recours à une circulation intense, d'espérer la réalisation de conditions de refroidissement peu inférieures à celles obtenues avec la trempe à l'huile avec l'avantage d'une circulation plus maîtrisable du fluide de trempe. La réalisation de cette dernière dans une chambre froide permet d'améliorer encore les résultats [2].

II.3.1.4. La trempe au brouillard

La trempe au brouillard est réalisée en projetant à la surface de la pièce un fort courant d'air dans lequel de fines gouttelettes d'eau sont mises en suspension. Le refroidissement est dû à la fois au pouvoir refroidissant de l'air en circulation et à la vaporisation des gouttelettes d'eau lorsqu'elles entrent en contact avec la surface de la pièce. Le pouvoir refroidissant d'un tel brouillard peut être de quatre à cinq fois plus grand que celui de l'air utilisé. Les vitesses de refroidissement obtenues sont grandes lorsque la température de la surface de la pièce est peu élevée [2].

II.3.1.5. La trempe en bain fluidisé

Un bain fluidisé pour la trempe est constitué par de fines particules (généralement d'alumine) en suspension dans un courant gazeux. Un tel bain doit être refroidi afin d'extraire la chaleur apportée par la pièce. Il assure des refroidissements en des temps comparables à ceux obtenus dans les huiles, mais la vitesse de refroidissement décroît régulièrement au cours du temps (sans subir les conséquences de la vaporisation de l'huile). Un tel bain pourrait aussi être stabilisé à une température inférieure à l'ambiante si cela était jugé utile pour réaliser une trempe martensitique plus complète [2].

II.3.1.6. La trempe en bains fondus

De tels bains sont utilisés pour réaliser des trempes étagées. Les bains fondus peuvent être constitués par :

- Un ou plusieurs métaux ;
- Un ou plusieurs sels.

Pour la trempe en bain de sels fondus [4], une composition très souvent utilisée est la suivante (% massique) :

- ✓ 50 à 60 % de KNO_3 ;
- ✓ 40 à 50 % de NaNO_2 ;
- ✓ 0 à 10 % de NaNO_3 ;

Le mélange fond vers 140 °C et est utilisable entre 160 et 500 °C. La présence d'eau dans un bain de sels fondus, augmente très sensiblement son pouvoir refroidissant. Mais on doit veiller à éviter une telle introduction d'eau, car elle engendre un risque d'accident grave (projections, explosions). Après trempe dans un bain de sels fondus, les pièces doivent subir un lavage intense et être éventuellement protégées contre la rouille [2].

II.4. Les recuits

Globalement, un recuit comporte un chauffage et un maintien à une température telle que l'acier soit partiellement ou totalement porté à l'état austénitique, suivis d'un refroidissement réalisé dans des conditions telles que, après retour à la température ambiante, le métal soit dans un état structural proche de l'état d'équilibre stable. L'austénitisation obéit ici aux mêmes lois que l'austénitisation avant durcissement par trempe [2], mais on ne lui fixe pas toujours les mêmes objectifs. Ainsi, verrons-nous plus loin que, parfois, on ne réalise pas une austénitisation complète, ce qui conduit à effectuer le maintien à une température à celle qui est adoptée avant trempe [3].

II.4.1. Les différents types de recuits

- Le recuit que l'on pourrait qualifier de banal ou d'ordinaire, a pour objectif d'adoucir l'acier écroui en lui conférant une structure ferrito-perlitique (pour les aciers hypoeutectoïdes) ou perlitique avec des carbures dispersés (pour les aciers hypereutectoïdes) sans viser à obtenir une forme particulière de perlite.
- Le recuit pour usinage, a pour objectif de conférer à l'acier la structure qui facilite au mieux son usinage.
- Le recuit pour faciliter la mise en forme à froid, a pour objectif d'amener la dureté de l'acier à son plus faible niveau, afin de faciliter sa mise en forme par déformation plastique à la température ambiante.
- Le patentage est un recuit provoquant la formation de structures favorables au tréfilage de l'acier [3].

II.5. Le revenu

C'est un traitement thermique effectué sur un produit après durcissement par trempe. Il a pour objectif la modification de la structure de l'acier lui conférant les caractéristiques d'emploi désirées. Ce traitement provoque la formation d'une structure plus proche de l'état d'équilibre physico-chimique obtenue lors de la trempe. Le cycle thermique comporte successivement les étapes suivantes:

- Un réchauffage jusqu'à une température déterminée mais inférieure à celle de AC1.
- Un ou plusieurs maintiens à une ou plusieurs températures déterminées.
- Un ou des refroidissements jusqu'à la température ambiante par un mode approprié ou suivant une loi fixée [4].

On distingue les revenus à haute température et les revenus à basse température. La température couramment utilisée pour un revenu après trempe martensitique est de l'ordre de 500 à 600 °C. En règle générale et selon la nuance de l'acier, le revenu se traduit :

- ✓ soit par un adoucissement qui conduit à une amélioration des caractéristiques de ductilité.
- ✓ soit par un durcissement secondaire.

Au niveau de la microstructure, lorsqu'on effectue un revenu, les atomes de carbone qui sont dans la martensite sous forme de solution solide, vont pouvoir diffuser, car la cinétique de diffusion entre 500 et 600 °C est beaucoup plus rapide qu'à la température ambiante où elle est complètement négligeable. Ainsi, la propriété de résilience sera améliorée [2].

II.5.1. Les différents types de revenu après trempe

II.5.1.1. Le revenu dit de détente

Ce traitement est généralement réalisé à une température comprise entre 180 et 220°C. Il ne fait intervenir que le premier stade du revenu et n'est donc appliqué qu'à une structure totalement martensitique. Il provoque une précipitation généralement incomplète (suivant la température) du carbone. Un tel revenu, ne provoque qu'une baisse assez faible de la résistance à la traction et de la dureté. Par contre, il augmente très sensiblement la limite élastique et améliore un peu le niveau des caractéristiques de ductilité [4].

II.5.1.2. Le revenu habituel (ou banal)

Il est réalisé à une température comprise entre 500 et 575°C environ et provoque la précipitation complète du carbone sous forme de cémentite [4].

II.5.1.3. Le revenu de durcissement secondaire

Il est réalisé à une température comprise entre 600 et 675°C environ et provoque, dans les aciers contenant des éléments d'alliage carburigènes, la précipitation complète du carbone sous forme de carbures spéciaux. Ce type de revenu est particulièrement effectué sur les pièces devant travailler à haute température [4].

CHAPITRE III

LES TRANSFORMATIONS DE PHASE

III. Transformations de phase

III.1. Germination et croissance

III.1.1. Introduction

Pour qu'une transformation de phases puisse s'effectuer, il est nécessaire que l'enthalpie libre du système diminue lors de la transformation ($\Delta G < 0$). Cette condition est cependant loin d'être suffisante. En effet, la transformation d'une phase dans une autre se fait en général par un mécanisme de germination et de croissance. Lors de l'amorçage de la transformation, il y a formation de **germes** de la nouvelle phase, qui sont de petits éléments de volume qui ont la même structure que la phase en formation et qui sont séparés de la phase non transformée par une interface à énergie élevée. Ces germes, qui sont caractérisés par un rapport surface sur volume élevé, possèdent initialement une enthalpie libre de formation plus élevée que celle de la phase en transformation.

La transformation de phases qui s'effectue de préférence est celle qui est caractérisée par la cinétique la plus rapide, et la microstructure qui se forme est celle qui possède l'enthalpie libre la plus basse. C'est le cas pour la cristallisation qui constitue la transformation physique la plus importante pour l'étude des matériaux. Celle-ci donne naissance à une grande variété de microstructures, en particulier lorsqu'il se fait à des alliages et qu'il peut y avoir formation de plusieurs phases solides de structures différentes [5].

III.1.2. Germination

III.1.2.1. Germination homogène

Tout naturellement, la plupart des transformations se produisent à partir de germes de la nouvelle phase dans l'ancienne. C'est le cas de la solidification qui se propage par croissance des germes de solide aux dépens du liquide. Le mécanisme est du même type pour les réactions à l'état solide [6].

Supposons un germe sphérique de phase B apparaissant dans une phase A, lors de la réaction $A \rightarrow B$. Sa formation entraîne une variation d'enthalpie libre :

$$\Delta G_V = G_B - G_A \quad (1)$$

Si la température T est inférieure à la température d'équilibre T_e , $G_B < G_A$ et $\Delta G_V < 0$. La diminution d'enthalpie libre du système est proportionnelle au volume du germe soit :

$$\Delta G_1 = \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_V \quad (2)$$

Avec r , le rayon du germe.

Cependant, dans le bilan énergétique global, il faut tenir compte de l'énergie de la surface séparant le germe de la phase mère. Si γ_{AB} est l'énergie surfacique de cette interface, la présence du germe augmente l'enthalpie libre du système de :

$$\Delta G_2 = 4 \pi r^2 \gamma_{AB} \quad (3)$$

La variation totale d'enthalpie libre du système s'écrit donc :

$$\Delta G_1 + \Delta G_2 = \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_V + 4 \pi r^2 \gamma_{AB} \quad (4)$$

L'étude de cette fonction montre que ΔG passe par un maximum pour une valeur r_c du rayon telle que :

$$r_c = \frac{-2\gamma_{AB}}{\Delta G_V} \quad (5) \quad \text{et} \quad \Delta G_c = \frac{16\pi\gamma_{AB}^3}{3\Delta G_V} \quad (6)$$

La figure III.1 montre la courbe correspondante. Elle indique qu'un germe n'est stable que si son rayon est supérieur à r_c . Par conséquent, un germe de rayon supérieur à r_c aura tendance à croître ; inversement, si son rayon est inférieur à r_c , il tendra à se redissoudre [6]. Pour atteindre la taille critique, un germe doit donc franchir la barrière de potentiel ΔG_c . On montre que :

$$\Delta G_c = C^{te} \frac{T_e^2}{L^2(T_e - T)^2} \quad (7)$$

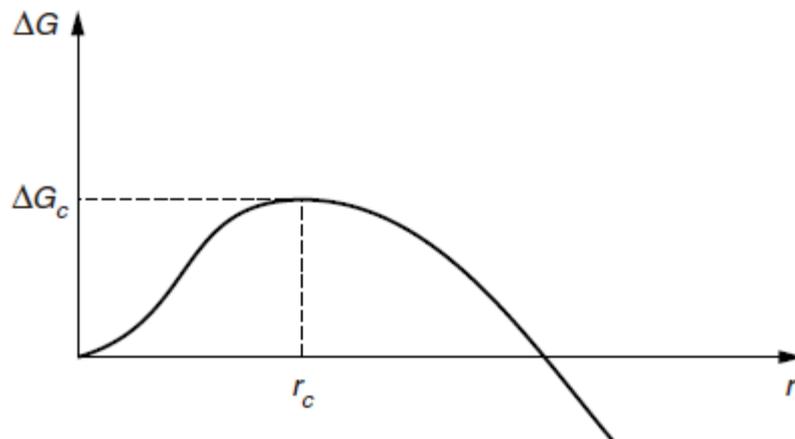


Figure III.1 : Germination homogène [6].

Avec T_e , la température d'équilibre de la transformation, T , la température réelle de la transformation et L , la chaleur latente de transformation.

La vitesse de germination est proportionnelle à $\exp\left(\frac{-\Delta G_c}{RT}\right)$; on constate qu'elle est nulle pour $T = T_e$ à la température d'équilibre et qu'elle augmente très rapidement si l'écart de température $T_e - T$ augmente.

Physiquement, cela signifie que sous l'effet de l'agitation thermique, les atomes peuvent se déplacer. Il peut alors se former des amas créant localement des de la phase B transformée. Ceux qui auront un diamètre supérieur à r_c seront seuls stables, les autres disparaîtront. On comprend donc que plus le volume critique des germes est faible, plus nombreux seront les amas de taille suffisante [5]. On vérifie bien en effet que le rayon critique r_c diminue si l'écart de température $T_e - T$ augmente et cela selon la loi hyperbolique :

$$r_c = \frac{-2\gamma_{AB}}{\Delta G_V} = \frac{2\gamma_{AB}T_e}{L(T_e - T)} \quad (8)$$

III.1.2.2. Germination hétérogène

Les remarques ci-dessus concernent le cas où les germes se forment naturellement au sein de la phase mère ; c'est ce que l'on appelle la germination homogène. Dans certaines conditions les germes peuvent apparaître sur des particularités de la structure, donnant lieu à un mécanisme de germination dite *hétérogène*. S'il s'agit d'un plan, le germe peut être assimilé à une calotte sphérique (figure III.2) ; l'angle de raccordement dépend des énergies de surface entre le substrat et les deux phases A et B. En particulier, si l'énergie de surface entre le germe et le substrat est faible, l'angle α est petit. Dans ce cas, pour un amas de même volume, la germination hétérogène entraîne un rayon plus grand, donc une plus grande stabilité. Ces remarques expliquent que lorsqu'il existe des germes hétérogènes d'énergie de surface favorable, ce mécanisme de germination hétérogène est plus rapide et remplace la germination homogène.

Les imperfections du réseau, joints de grains, dislocations, précipités, inclusions ou autres peuvent servir de germes hétérogènes ; cela explique que dans de nombreux cas, les transformations à l'état solide commencent aux joints de grains [6].

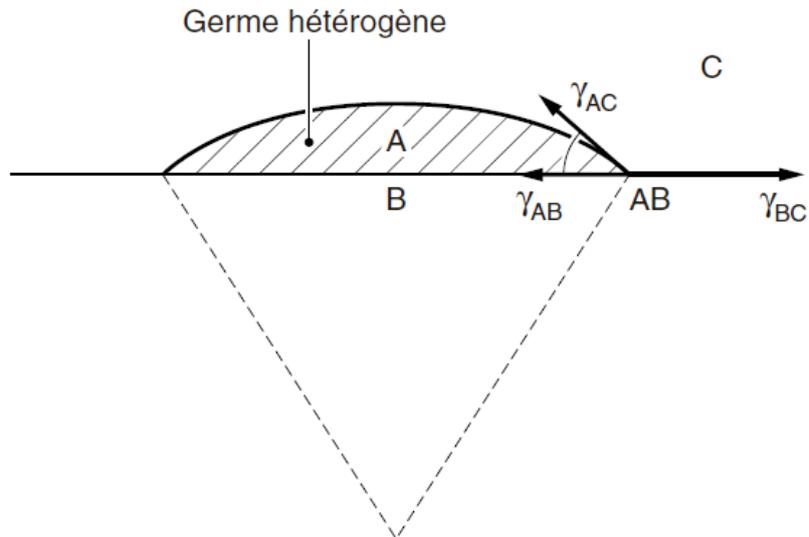


Figure III.2 : Germination hétérogène [6].

III.1.2.3. Cohérence

Les germes homogènes formés peuvent être ou non cohérents avec la matrice d'origine. Il y a germination cohérente, lorsque le plan cristallographique constituant l'interface est commun au cristal de la matrice et du germe. Cela nécessite que les deux systèmes cristallins possèdent des plans cristallographiques dans lesquels la configuration et l'espacement des atomes soient à peu près identiques ; on dit qu'il y a épitaxie.

Dans ce cas, il y a évidemment une relation d'orientation entre la matrice et le précipité.

La germination cohérente donne donc naissance à des structures en forme de plaquettes ou d'aiguilles orientées selon certains plans de la phase mère d'origine.

Dans le cas de germes cohérents, l'énergie interfaciale γ_{AB} est plus faible car la perturbation des deux réseaux est plus limitée. Par conséquent, l'énergie d'activation de la germination est plus basse ou le rayon r_c est plus petit [6].

III.1.3. Croissance

Les germes évoqués ci-dessus croissent ensuite par diffusion, la phase précipitée ayant en général une composition différente de celle de la phase mère. La vitesse de croissance est donc contrôlée par la diffusion et, à ce titre, c'est un phénomène activé thermiquement ; il est par conséquent fortement ralenti à basse température. Si cette dernière est trop faible, la

vitesse de diffusion est quasiment nulle et la transformation ne se produit pas malgré un grand nombre de germes ; le système reste alors à l'état métastable.

Chaque germe qui se développe donne lieu à la formation d'un monocristal de la nouvelle phase, qu'il s'agisse d'un précipité ou d'un grain ; son orientation cristalline est, bien entendu, celle du germe initial. L'intersection de ces nouveaux cristaux entre eux ou avec la phase mère constituent les joints de grains ; ce sont ces zones qui accommodent les désorientations entre les deux structures et qui correspondent donc à des défauts de forte énergie [6].

III.1.4. Différents types de transformations par germination et croissance

Selon la forme du diagramme d'équilibre, par exemple binaire, on peut rencontrer trois types de transformations au refroidissement.

III.1.4.1. Formation de précipités.

C'est le cas lorsque l'on passe d'un domaine monophasé α à un domaine biphasé constitué de la même phase α et d'un composé défini ; ce dernier peut être un carbure, un nitrure, un composé intermétallique, etc.

La quantité de précipité est en général faible et la composition de la phase α varie peu. Dans certains cas, la précipitation obéit à un mécanisme de germination homogène, mais on constate souvent des phénomènes de germination hétérogène sur les joints de grains, les dislocations, etc. Cela explique que, dans de nombreux cas, un écrouissage entraîne une précipitation plus fine et répartie, car il crée des dislocations qui servent de sites de germination [6].

III.1.4.2. Croissance d'une nouvelle phase dans une phase mère.

C'est le cas de la décomposition d'une phase α en un mélange $\alpha + \beta$. Les deux composés sont ici des solutions solides. Parallèlement à la formation de phase β , la composition de α varie.

III.1.4.3. Croissance simultanée de deux nouvelles phases dans une phase mère.

C'est le cas des transformations eutectoïdes ou péritectoïdes.

III.2. Cinétique des transformations de phases - Théorie d'Avrami :

Les cinétiques de transformation de phase qui procèdent par un mécanisme de germination obéissant généralement à une loi de transformation proposée par Avrami. Le traitement d'Avrami donne une équation qui permet de calculer le degré d'avancement de la transformation de phases en fonction du temps [5].

L'apparition et le développement d'une nouvelle phase β au sein d'une phase α préexistante peuvent être imaginés de la manière suivante : initialement, un germe apparaît au sein de la phase mère α . Ce germe constitue un élément de la phase β . Dans une deuxième étape, les germes croissent aux dépens de la phase α et contribuent à l'avancement de la transformation (Figure III.3).

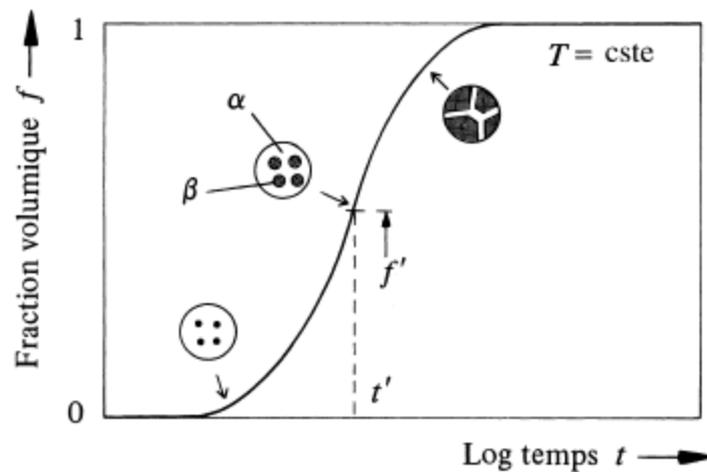


Figure III.3. Variation isotherme de la fraction volumique f de la phase transformée en fonction du logarithme du temps t selon l'équation (11) [5].

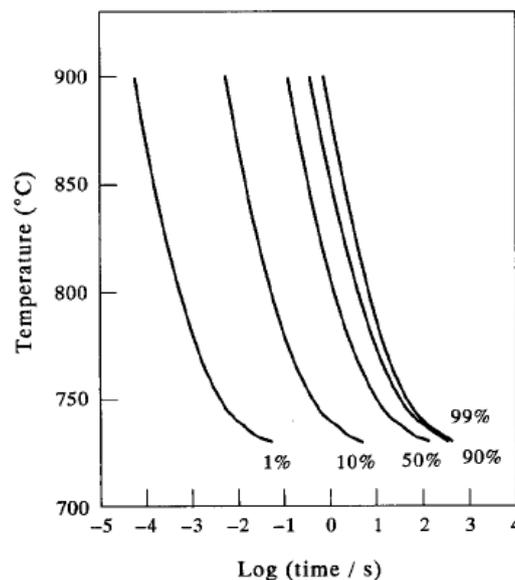


Figure III.4. Diagramme T.T.A. pour un acier Fe - 0.8 %C [7].

La croissance de la nouvelle phase ne procède pas nécessairement à la même vitesse dans toutes les directions de l'espace. Dans les cas les plus simples on peut imaginer une croissance uniforme (croissance sphérolithiques) suivant trois directions de l'espace. Un germe apparu à l'instant $t = 0$ aura atteint, au temps $t > 0$, un volume égal à :

$$V = \frac{4}{3}(vt)^3 = \frac{4}{3}v^3t^3 \dots\dots (9)$$

Où v est la vitesse de croissance et vt représente le rayon de la sphère au temps t . Un grain de la phase β qui commence à se développer après un temps $t = \tau$ aura atteint au temps $t > \tau$, un volume :

$$V = \frac{4}{3}\pi v^3(t - \tau)^3 \dots\dots (10)$$

La croissance de la nouvelle phase s'effectue librement durant les premiers temps de la transformation. Ce comportement se modifie à un certain taux de conversion, lorsque les phases en croissance entrent en contact les unes avec les autres. En tenant compte de cette caractéristique et en se basant sur les lois de germination et de croissance, on obtient une équation générale qui donne le taux de conversion (fraction volumique f) en fonction du temps de transformation :

$$y = 1 - \exp(-kt)^n \dots\dots (11)$$

Où k est la constante globale de vitesse de la transformation dans laquelle figurent les différents facteurs intervenant dans les équations décrivant la germination et la croissance.

Ainsi, dans le cas d'une croissance sphérolithiques amorcée par une germination homogène sporadique de vitesse I , l'exposant $n = 4$, et on calcul que :

$$k = \frac{\pi}{3}Iv^3$$

La relation est appelée équation d'Avrami et n varie suivant le type de transformation de 1 à 4, et k dépend des processus de germination et de croissance qui sont fortement dépendants de la température. Connaissant la loi de variation de k en fonction de la température, on peut calculer le temps nécessaire pour atteindre à une température donnée un taux de conversion déterminée (1, 50, 90%,.....)[5].

III.3. Transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ dans les aciers

III.3.1. Périodes de transformation

Molinder [8], dans une étude de la formation de l'austénite et de la dissolution de la cémentite dans un acier à 1,27% de carbone a différentes températures d'austénitisation, a divisé la transformation ferrite – agrégats de cémentite en austénite – cémentite en trois périodes :

- **Période 1** : la structure initiale reste sans se transformer. Pendant cette période les premiers germes d'austénite se forment.
- **Période 2** : la ferrite se transforme en austénite suivie en même temps par une dissolution rapide de la cémentite.
- **Période 3** : la cémentite est plus tard dissoute dans l'austénite jusqu'à ce que la concentration d'équilibre du carbone à la température d'austénitisation est atteinte.

Période 1 :

La période 1 a été seulement observée pour la température d'austénitisation de 750°C. Pendant cette période la germination de l'austénite dans la matrice ferritique commence. Il est probable que la concentration du carbone dans la ferrite en contact avec les grains de cémentite augmente toute en s'approchant de la concentration d'équilibre, en accord avec la Figure III.5.

Pour des températures d'austénitisation de 800°C, 850°C et 900°C la transformation ferrite – austénite a déjà commencé ou est parfois même achevée après des temps d'austénitisation très court [9].

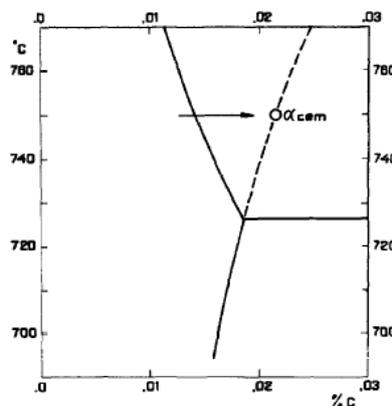


Figure III.5. Partie du diagramme Fe-C montrant la concentration du carbone dans les grains de ferrite en contact avec les grains de cémentite [8].

Période 2 :

La période 2 est observée à sa pleine ampleur à 750°C et 775°C est elle est presque achevée à 800 °C. A 850°C une petite variation du taux de ferrite est observée au bout d'un temps d'austénitisation très faible. A 900°C, la période 2 est déjà achevée après un temps d'austénitisation inférieur à 0.1seconde.

La formation de l'austénite à partir des particules de cémentite a lieu au moins pour des températures d'austénitisation de l'ordre de 750°C et 775°C.

L'austénite formée en premier lieu est pauvre en carbone, mais le taux de carbone augmente et quand les derniers grains de ferrite disparaissent, la concentration du carbone dans l'austénite varie de 0.55-0.60% pour toutes les températures d'austénitisation testées (excepté- peut- être à 900°C) [9].

La concentration du carbone dans l'austénite formée en premier est naturellement supérieure à celle du point A₃ dans le diagramme Fe-C (Figure III.6).

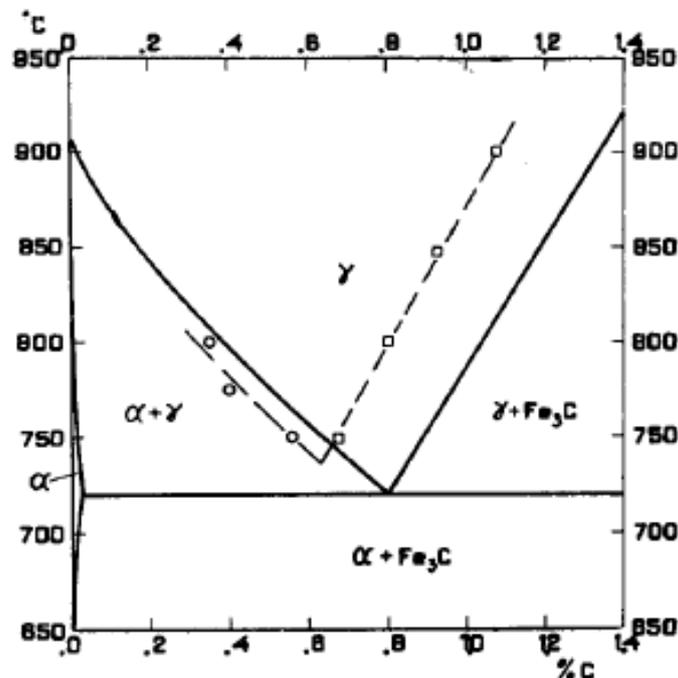


Figure III.6.concentration du carbone dans l'austénite formée en premier lieu [8].

Période 3 :

La période 3 débute quand les derniers grains de ferrite disparaissent. Le taux du carbone dans l'austénite est alors de 0.55-0.60%. A des durées d'austénitisation élevées, aux différentes températures, la dissolution graduelle des carbures dans l'austénite prend place et la concentration du carbone dans l'austénite s'approche de la valeur d'équilibre.

La vitesse de dissolution des carbures est beaucoup plus faible que celle observée pendant la période 2 [9].

III.3.2. Formation de l'austénite à partir d'une structure perlitique globulisée

Dans une structure perlitique globulisée, les germes d'austénite se forment au niveau des joints de grains carbure-ferrite. La microstructure de départ est représentée dans la fig.III.7. (a). l'acier était haut carbone (environ 1.2%C) et austénitisé à 746°C.

Les figures III.7. (b) et III.7. (c) montrent la formation progressive de l'austénite. Il se germe à l'interface carbure-ferrite puis le germe croit le long de l'interface jusqu'à ce que le carbure est entouré par une couche d'austénite. la formation continue de l'austénite se produit par l'austénite-ferrite et aussi par l'interface austénite-cémentite en mouvement. Ainsi, la particule de carbure est réduite en taille [9].

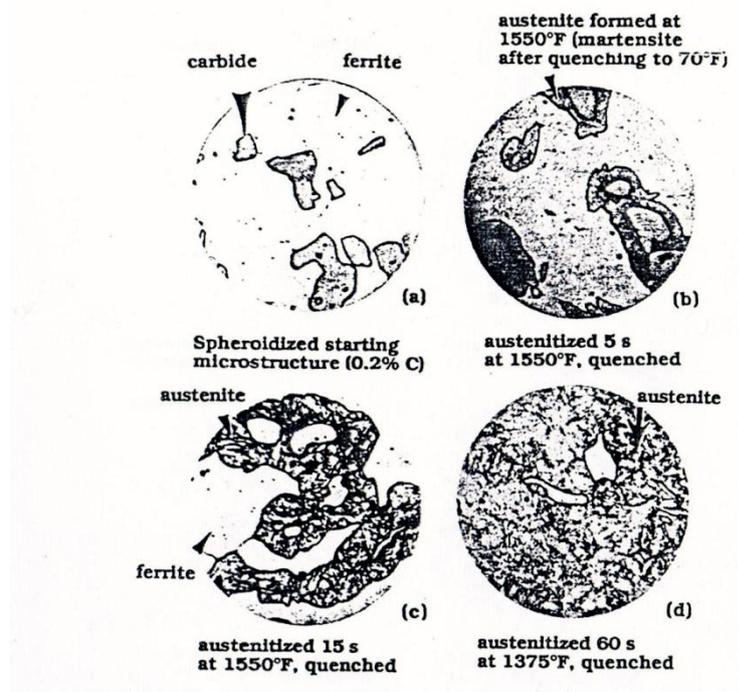


Figure III.7. Microstructures illustrant la formation de l'austénite à partir d'une structure de carbure sphéroïdisée d'un acier à 1.2% de C [10].

La formation d'austénite à partir d'une structure de carbure sphéroïdisée dans un acier à 0,2% C est illustrée à la figure III.8. La température d'austénitisation était de 845 ° C. Comme en acier à haute teneur en carbone décrit dans le paragraphe ci-dessus, l'austénite se germe à l'interface carbure-ferrite, et rapidement entoure le carbure avec une couche d'austénite. Puis les interfaces austénite-ferrite et austénite-carbure se déplacent. Finalement, les carbures disparaissent.

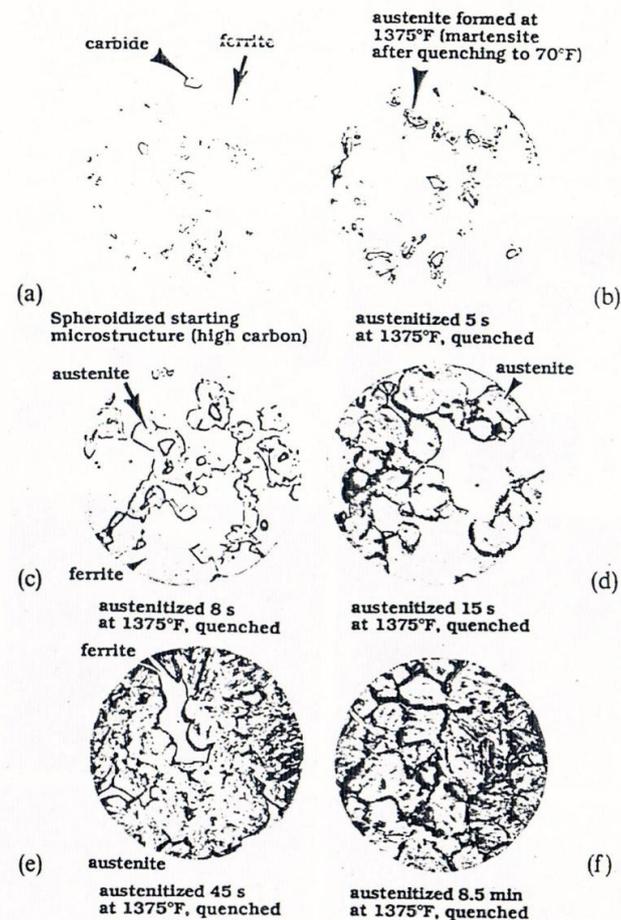


Figure III.8. Microstructures illustrant la formation de l'austénite à partir d'une structure de carbure sphéroïdisée d'un acier à 0.2% de C [10].

Dans la figure III.9 des microstructures illustrant le processus d'austénitisation pour un acier eutectoïde sont montrés. La microstructure de départ de carbures sphéroïdisées est représentée sur la figure III.9 (a). Comme mentionné plus haut la germination de l'austénite se produit à l'interface carbure-ferrite. Ceci est illustré dans la figure III.9 (i). Dans cet acier, l'austénitisation pendant 5 min produit une microstructure après trempe qui montre inégale gravure III.9 (g), traduisant l'absence d'homogénéité de carbone. La microstructure après 15 min d'austénitisation, figure III.9 (h) semble compatible avec une austénite homogène.

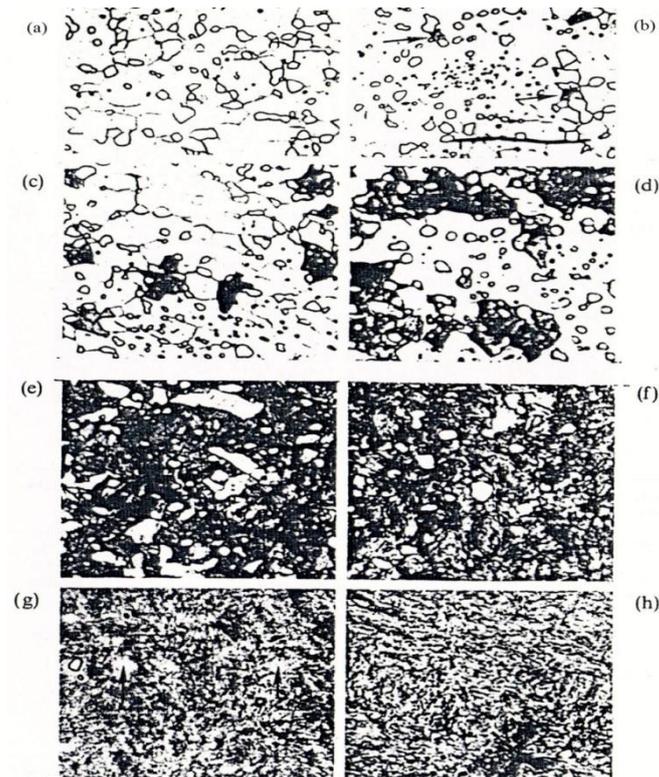


Figure III.9. Microstructures illustrant la formation de l'austénite à partir d'une structure de carbure sphéroïdisée d'un acier eutectoïde [10].

La figure III.10 montre des microstructures illustrant l'effet de la température d'austénitisation sur la formation d'une structure austénitique à partir d'une structure sphéroïdisée dans un acier à 1%C. L'austénitisation pendant 30 min à 850 ° C constitue la quasi-totalité austénitique, les régions blanches montrées à la figure III.10 (c) sont austénitiques. L'austénitisation pendant 30 min à 1000 ° C rend tout l'acier austénitique.

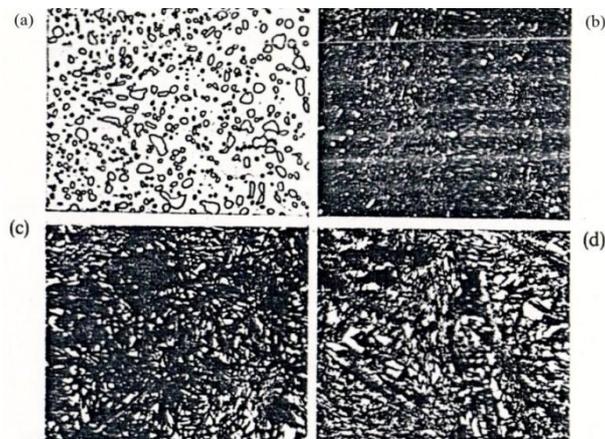


Figure III.10. Microstructures illustrant la formation de l'austénite à partir d'une structure de carbure sphéroïdisée d'un acier à 1% de C [10].

CHAPITRE IV
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES

IV. Techniques expérimentales

IV.1. Présentation du matériau étudié

L'acier étudié est un acier eutectoïde de type XC80 dont la composition chimique est présentée dans le tableau IV.1, les échantillons d'acier en question ont une forme cylindrique. Ils ont un diamètre de 4 mm et une longueur de 30 mm.

Elément	Fe	C	Mn	Si	S, P, Cu, Cr
Composition (% pds)	98.5	0.8	0.5	0.2	< 0.01

Ces échantillons ont subi préalablement un traitement de globulisation à une température de 720 °C pendant une durée allant de 30 à 40 heures.

IV.2. Traitement d'austénitisation et étude dilatométrique

Les différents traitements d'austénitisation ont été réalisés par Mr.D.Kaddour [9] à l'aide d'un dilatomètre qui travaille sous un vide secondaire (de l'ordre de 10^{-5} mbar).

- Analyse dilatométrique

Cette méthode consiste à enregistrer les variations de longueur d'une éprouvette en fonction de la température ou du temps.

Elle permet de détecter les changements de phase (transformation allotropique, phénomènes de précipitations), les points de curie, les transformations ordre-désordre des alliages.

Deux types d'analyse dilatométrique peuvent être effectués :

- L'analyse dilatométrique différentielle, qui consiste à amplifier la différence de dilatation entre un échantillon que l'on étudie et un étalon dont on connaît les propriétés ;
- L'analyse dilatométrique absolue, qui permet l'enregistrement direct de la dilatation de l'échantillon étudié [11].

1- Dilatomètre différentiel

La figure IV.1 présente un schéma du principe du fonctionnement d'un dilatomètre.

Le système d'amplification peut être de type mécanique, mais est plus souvent maintenant réalisé à l'aide d'un capteur de déplacement associé à un amplificateur électronique.

L'étalon est constitué le plus souvent par un échantillon en alliage « pyros » (Ni-Cr8W4Fe3Mn3) dont on connaît parfaitement les coefficients de dilatation. Mais il peut être remplacé par tout autre métal ou alliage connu.

Un exemple de courbe est donné sur la figure IV.2.

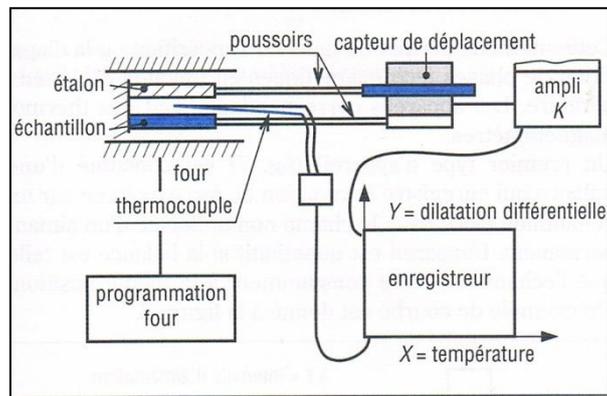


Figure IV.1. Dilatomètre différentiel [11].

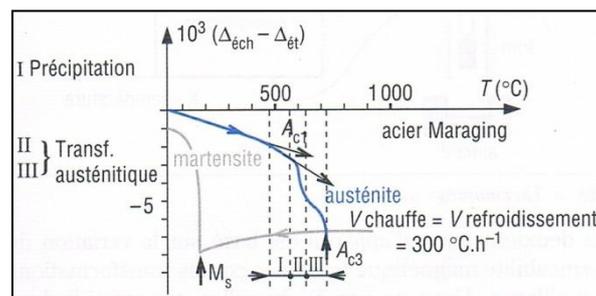


Figure IV.2. Courbe de dilatométrie différentielle [11].

2- Dilatomètre absolu

La figure IV.3 présente un schéma du principe de fonctionnement d'un tel dilatomètre.

Le système d'amplification est toujours du type électronique, mais il faut bien noter que la mesure de longueur reste différentielle par rapport au support (en général la silice).

Ce type d'appareillage est particulièrement adapté aux vitesses de chauffage ou de refroidissement rapides. Dans ce cas, la mesure de température est réalisée en soudant le thermocouple directement sur l'échantillon.

La dilatométrie absolue est très utilisée pour l'établissement des diagrammes TRC (transformation en refroidissement continu), ou TTT (transformation en fonction du temps pour une température donnée). Un exemple de courbe est donné sur la figure IV.4.

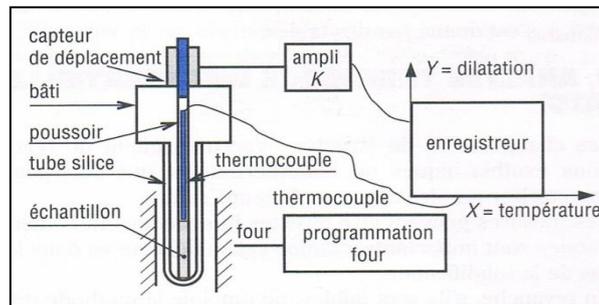


Figure IV.3. Dilatomètre absolu [11].

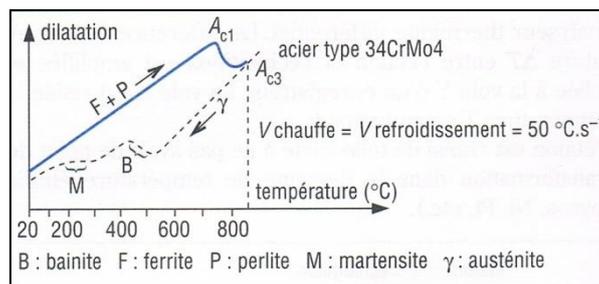


Figure IV.4. Courbe de dilatométrie absolue [11].

- Paramètre des traitements thermiques effectués

La figure IV.5 illustre un cycle d'un traitement d'austénitisation

Le traitement se décompose en deux périodes. La période d'homogénéisation thermique et la période de transformation.

La période d'homogénéisation thermique se fait à une température de 700 °C pendant 1 ou 2 min, le but de cette période est d'avoir des microstructures avant austénitisation qui sont comparables.

Après la période d'homogénéisation, la température est augmentée très rapidement (5 ou 10 s) jusqu'à la température d'austénitisation ou la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ débute.

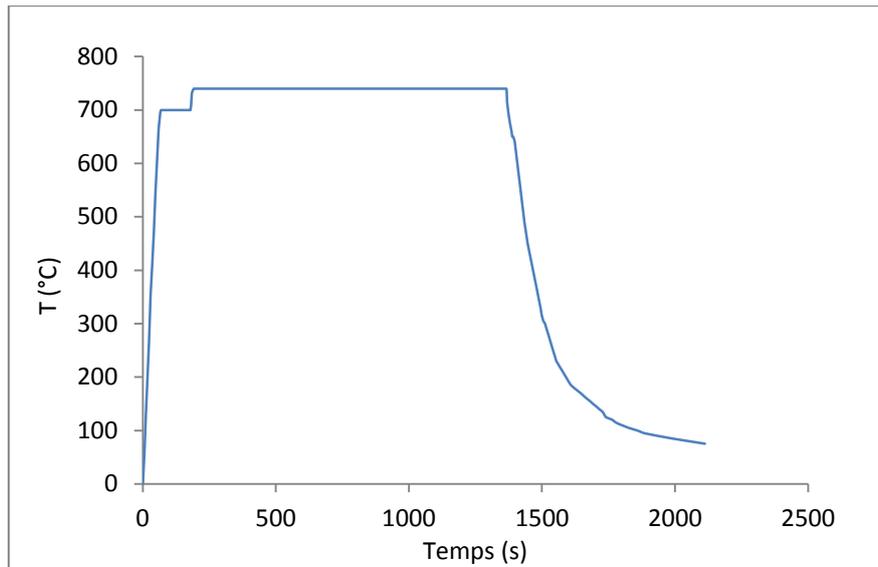


Figure IV.5. Exemple d'un cycle thermique d'austénitisation.

Les différents traitements d'austénitisation effectués sont reportés sur les tableaux IV.2 et IV.3

Tableau IV.2. Traitements d'austénitisation réalisés sur l'acier XC80.

Echantillon	Température d'austénitisation (°C)	Durée de traitement (s)
A1	740	1200
A2	750	40
A3	750	360
A4	760	360

Tableau IV.3. Traitements d'austénitisation réalisés sur l'acier XC80, à 750°C

Echantillon	Température d'austénitisation (°C)	Durée de traitement (s)
B4	750	10
B5	750	22
B6	750	35
B7	750	400
B3	750	900
B8	750	10800

IV.3. Examen métallographique des échantillons

Pour effectuer les examens métallographiques facilement, il faut préparer les échantillons selon divers étapes comme nous le précisons dans ce qui suit.

IV.3.1. L'enrobage

Après prélèvement des échantillons, nous procédons à l'enrobage à froid effectué manuellement à l'aide d'une résine qui se solidifie entre 20 et 25 minutes.

IV.3.2. Polissage

Le polissage contient deux étapes : le prépolissage et le polissage de finition.

a- Prépolissage

Il consiste à rendre la surface plane et brillante de façon à faire disparaître toutes rayures qui risqueraient de gêner l'observation microscopique ultérieure. Pour cela nous frottons le métal avec des abrasifs de plus en plus fins (P 120, 180, 400, 600, 800, 1000 et 1200) ; et on prend soin de rayer l'échantillon dans un certain sens avec un abrasif, puis dans le sens perpendiculaire avec le suivant pour effacer les raies précédentes de polissage.

Pour cela, nous utilisons une machine où le papier est fixé sur un disque tournant dans un plan horizontal. Durant l'opération de polissage, un filet d'eau coule sur le papier afin d'éviter l'échauffement du métal et d'en éliminer les grains et particules arrachés sur l'abrasif et le métal.

b- Polissage de finition :

Après avoir terminé l'opération de prépolissage nous avons fait subir aux échantillons un polissage de finition. Cette opération permet d'améliorer davantage l'état de surface en utilisant des feutres imbibés de suspensions d'alumine diluées dans l'eau. La granulométrie de la poudre d'alumine utilisée est de 0,05 μm . La figure VI-6 représente la polisseuse utilisée pour le polissage de finition avec une vitesse maximale de rotation de 600 tours/mn.



Figure IV.6. polisseuse utilisée pour le polissage de finition.

IV.3.3. Attaque chimique

Après le polissage de finition l'échantillon subit une attaque chimique afin de révéler sa microstructure. Le réactif utilisé est le Nital à 4% qui consiste en 100 ml d'éthanol et 4 ml d'acide nitrique (HNO_3). L'attaque chimique dure environ 7 secondes, après quoi, l'échantillon est immergé dans l'eau courante ensuite séché à l'aide d'un séchoir.

IV.3.4. Observation microscopique

L'observation microscopique est réalisée à l'aide d'un microscope optique de type OPTIKA à différents grossissements, allant de 50 à 500, équipé d'une camera numérique qui sert à prendre des photos vues au microscope optique. L'ensemble est connecté à un micro-ordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition des données (OPTIKA View 2) avec lequel nous pouvons transformer ces données numériques en images sur écran du microordinateur comme le montre la figure IV-7. Le grossissement utilisé pour nos échantillons est de 500 x.



Figure IV.7. Microscope optique utilisé.

IV.4. Analyse et traitement d'image

Le logiciel de traitement d'image utilisé est Aphelion v 3.0 qui met à la disposition de l'utilisateur un ensemble extrêmement complet d'outils de traitement d'images 2D et 3D, incluant des centaines d'opérateurs d'imagerie, les algorithmes de morphologie mathématique les plus récents du Centre de Morphologie Mathématique. Un interpréteur de commandes permet de développer des applications d'imagerie traitant une ou plusieurs images acquises par une caméra ou disponibles depuis le réseau.

Pour calculer le taux de cémentite, nous avons introduit trois photographies pour chaque échantillon, et nous avons choisi un grillage de (16*13) pour obtenir des bons résultats.

L'erreur σ a été calculée à partir de la formule :

$$\sigma = \sqrt{\frac{y^*(1-y^*)}{\text{nombre de points analysés}}} ; y^* : \text{taux de phase calculée}$$

IV.5. Essai mécanique de microdureté

A l'inverse des essais de dureté usuels, les essais de microdureté sont destinés à définir les propriétés à l'intérieur des grains, soit de la matrice, soit de ses divers constituants. L'essai décrit sur la figure IV.8, utilise un pénétrateur de type Vickers en diamant. Le diamant laisse une empreinte carrée et l'on mesure la longueur de la moyenne des deux diagonales de l'empreinte.

Les mesures de la microdureté moyenne Vickers ont été effectuées sur la surface des échantillons traités, polis mécaniquement et attaqués. La microdureté Vickers HV est liée à la diagonale moyenne (d) de l'empreinte mesurée en μm et à la charge pondérale appliquée (F) en grammes ; elle se calcule par la relation suivante :

$$HV = \frac{1854.4 \times F}{d^2} ; \text{ Avec } d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

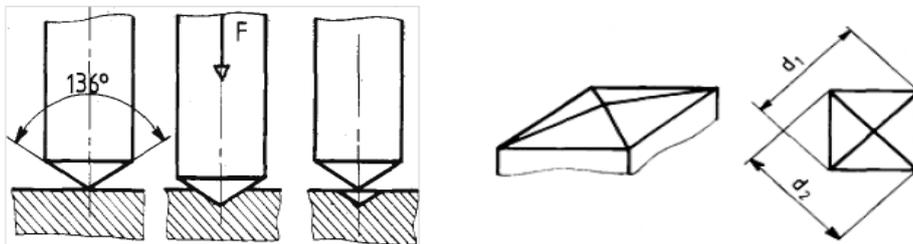


Figure IV.8. Exécution et mesures de l'essai de microdureté Vickers [11]

Pour des essais successifs, on choisira une distance entre les empreintes supérieure ou égale 2,5 fois le diamètre moyen. L'appareil utilisé est un microduremètre SIMADZU HMV-M3 muni d'un microenduteur de type Vickers et équipé d'un microscope aux grossissements 100 et 400. On utilise une charge pondérale de 300gr sur l'acier XC80; la durée de l'exécution de la charge est de 45 secondes. Les valeurs de dureté obtenues sont la résultante de la moyenne de trois essais réalisés par échantillon.



Figure IV.9. Microduromètre utilisé.

CHAPITRE V
RESULTATS ET
INTERPRETATIONS

V. Résultats et interprétations

V.1. Présentation des résultats

V.1.1. Signal dilatométrique

Le dépouillement des enregistrements du signal dilatométrique nous a permis d'obtenir les courbes représentées dans les figures (V.1-V.4).

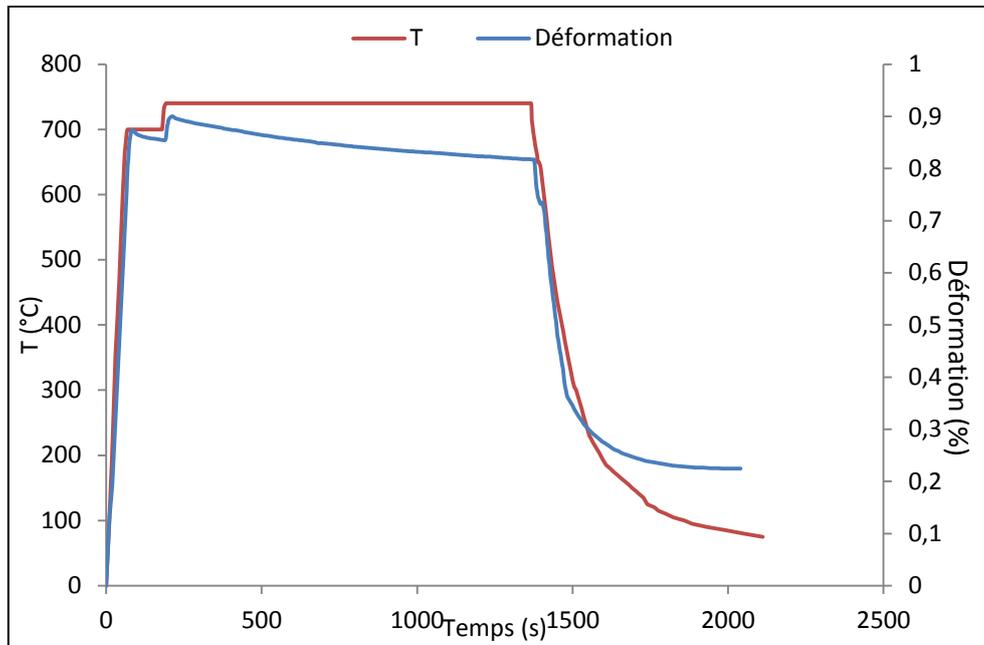


Figure V.1. Courbe dilatométrique de l'acier XC 80 austénitisé à 740 °C pendant 1200 s (A1).

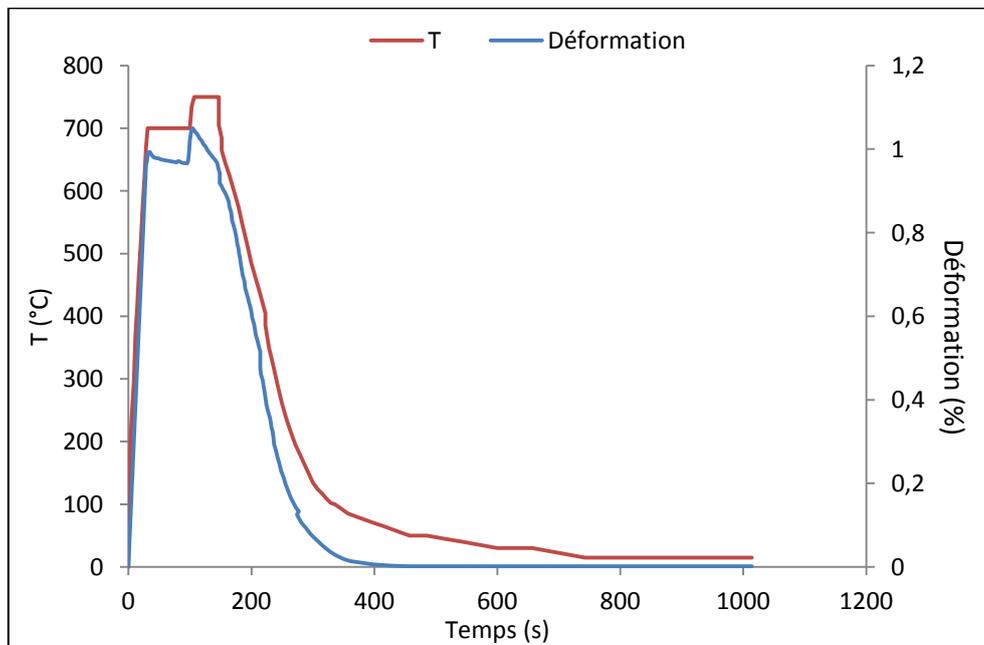


Figure V.2. Courbe dilatométrique de l'acier XC 80 austénitisé à 750 °C pendant 40 s (A2).

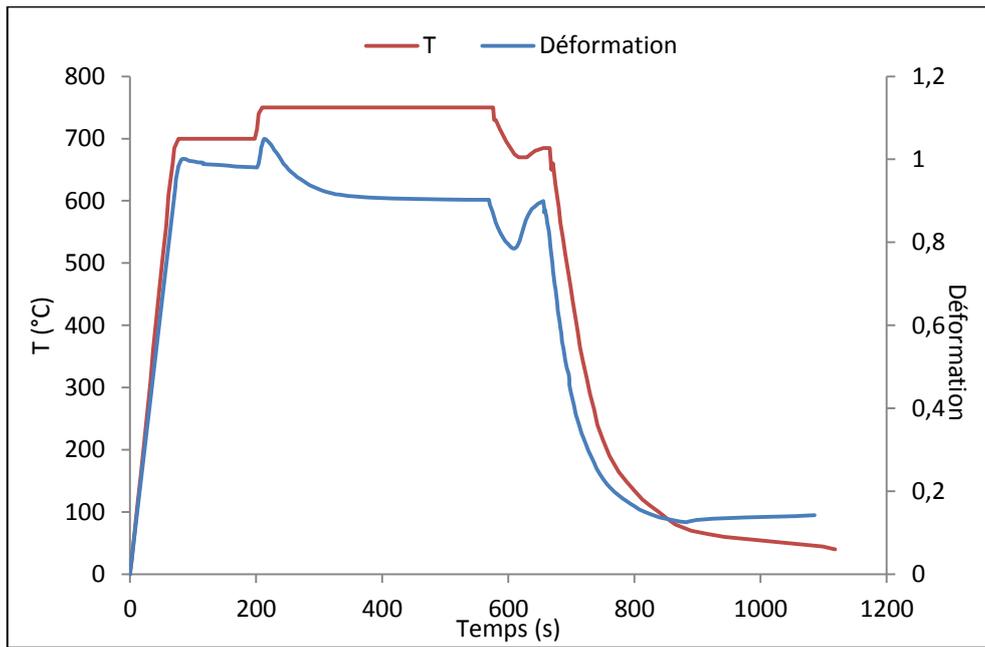


Figure V.3. Courbe dilatométrique de l'acier XC 80 austénitisé à 750 °C pendant 360 s (A3).

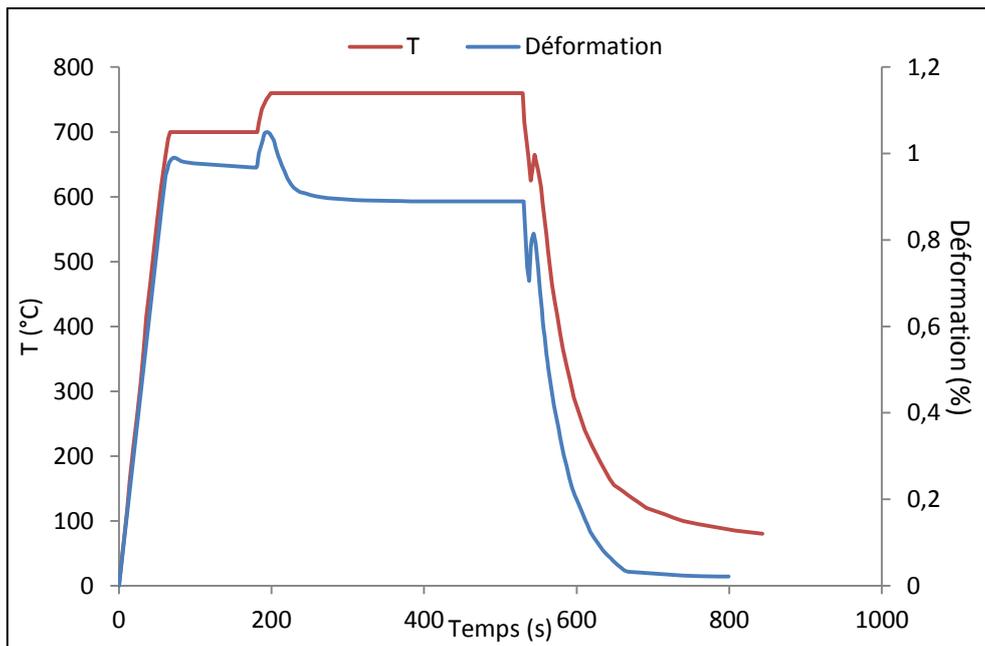


Figure V.4. Courbe dilatométrique de l'acier XC 80 austénitisé à 760 °C pendant 360 s (A4).

Les figures ci-dessus montrent une stabilisation du signal dilatométrique après un certain temps de traitement. Cela nous à permet de penser que la transformation de l'austénite est achevée et que tous les nodules de cémentite ont été dissous.

V.1.2. Microstructures

L'ensemble des figures V.5 – V.9 montre l'évolution de la microstructure après chaque traitement thermique.



Figure V.5. Micrographie de l'acier XC80 (brut).

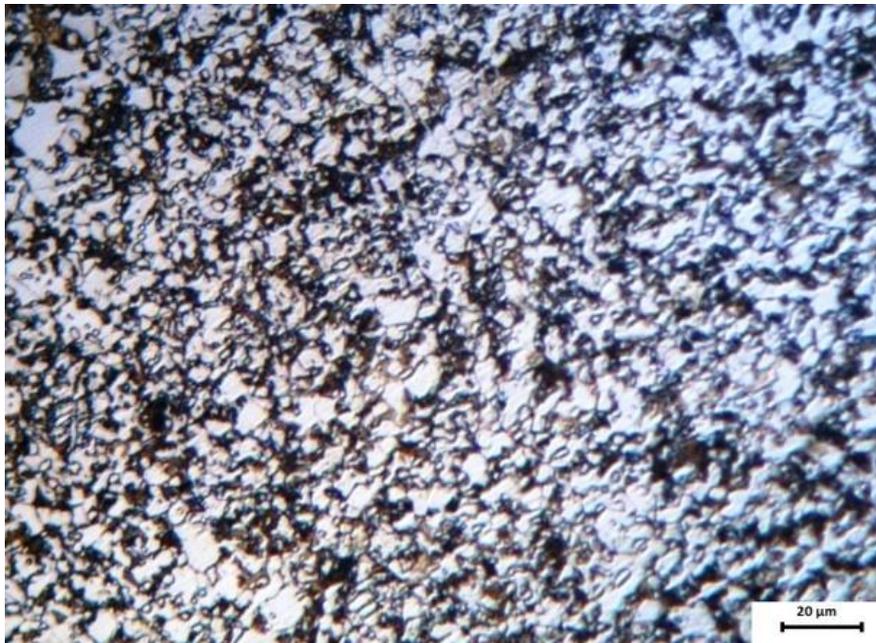


Figure V.6. Micrographie de l'acier XC80 austénitisé à 740 °C pendant 1200 s (A1).

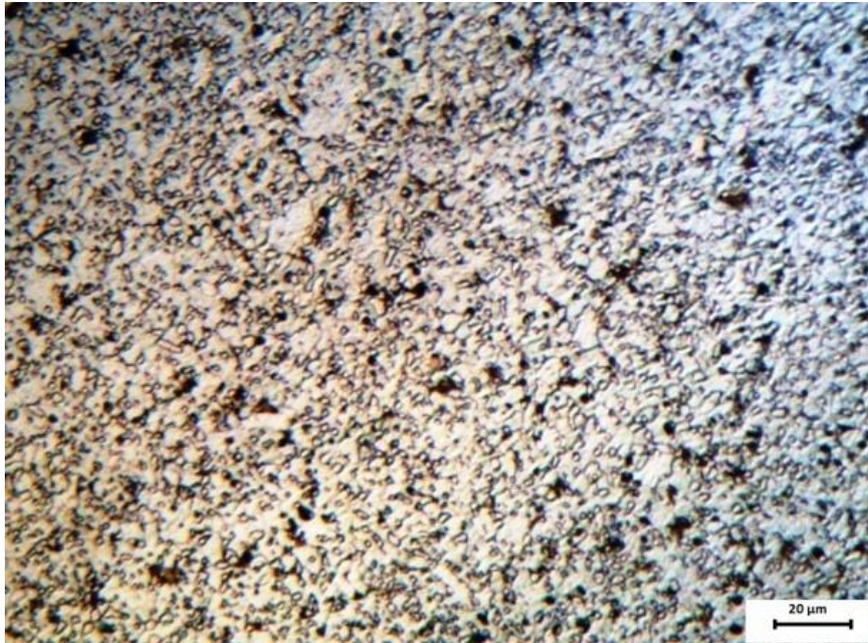


Figure V.7. Micrographie de l'acier XC80 austénitisé à 750 °C pendant 40 s (A2).



Figure V.8. Micrographie de l'acier XC80 austénitisé à 750 °C pendant 360 s (A3).



Figure V.9. Micrographie de l'acier XC80 austénitisé à 760 °C pendant 360 s (A4).

Les micrographies obtenues par microscope optique montrent une persistance de quelques nodules de la cémentite, même à la fin du signal dilatométrique.

V.1.3. La microdureté

Les résultats obtenus après le calcul de la microdureté moyenne pour chaque échantillon sont récapitulés dans le tableau V.1 puis représentés sur la figure V.10.

Tableau V.1. Microdureté moyenne					
Echantillon	Brut	A1 (740°C, 20mn)	A2 (750°C, 40s)	A3 (750°C, 6mn)	A4 (760°C, 6mn)
Hv (fin)	220	180	154	225	247

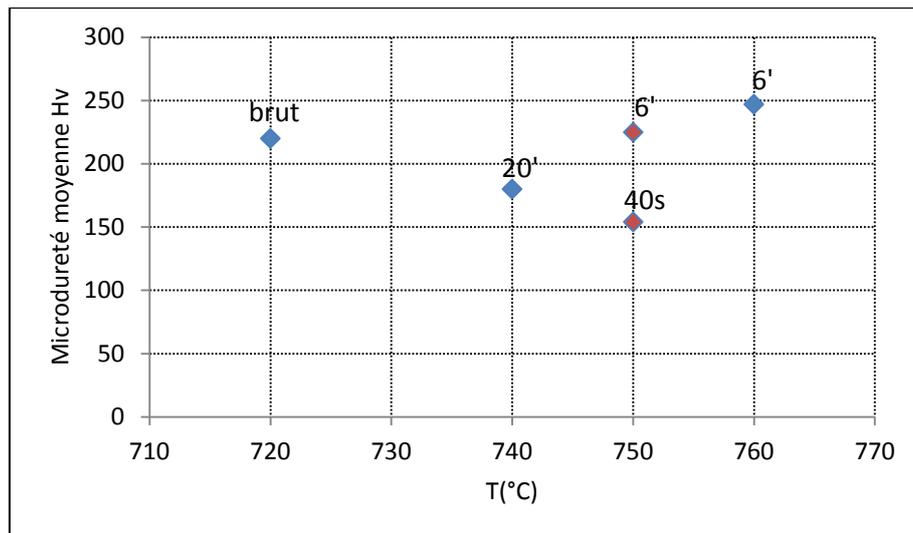


Figure V.10. Effet de la température d'austénitisation sur la microdureté.

Les résultats ci-dessus témoignent d'une augmentation de la microdureté moyenne après l'augmentation de la température d'austénitisation.

La microdureté moyenne augmente aussi en augmentant la durée de traitement.

V.2. Exploitation et interprétation des résultats

V.2.1. Analyse du signal dilatométrique.

Le tableau V.2 montre le calcul de différentes dilatations et contractions de chaque traitement thermique, pour cette période.

Tableau V.2. Différentes dilatations et contractions (Période d'homogénéisation).				
	A1 (740°C, 20mn)	A2 (750°C, 40s)	A3 (750°C, 6mn)	A4 (760°C, 6mn)
dilatation	0,05	0,03	0,09	0,1
contraction	-0,01	-0,02	-0,01	-0,02

On constate que pendant la période d'homogénéisation il n'y a pas une grande différence entre les différentes dilatations et contractions.

La période de transformation se traduit par des dilatations et contractions notables et on constate que plus la température augmente plus la dilatation et la contraction augmentent.

Le tableau V.3 montre le calcul de différentes dilatations et contractions de chaque traitement thermique.

Tableau V.3. Différentes dilatations et contractions (Période de transformation).				
	A1 (740°C, 20mn)	A2 (750°C, 40s)	A3 (750°C, 6mn)	A4 (760°C, 6mn)
dilatation	0,04	0,08	0,06	0,08
contraction	-0,07	-0,08	-0,14	-0,16

La contraction brutale est signe de fin de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ parce qu'on a un passage du fer α , de structure cubique centrée, compacité 0,68, en fer γ , cubique à faces centrées, plus dense, compacité 0,74.

En partant du principe que le signal dilatométrique est un signal global, donc il peut nous donner des informations sur la vitesse du processus, pour cela on a calculé les pentes au début de contraction pendant la période de transformation.

La figure V.11 illustre la superposition des courbes à leur début de transformation extraites à partir des courbes dilatométriques des échantillons austénitisés à différentes températures 740, 750 et 760 °C.

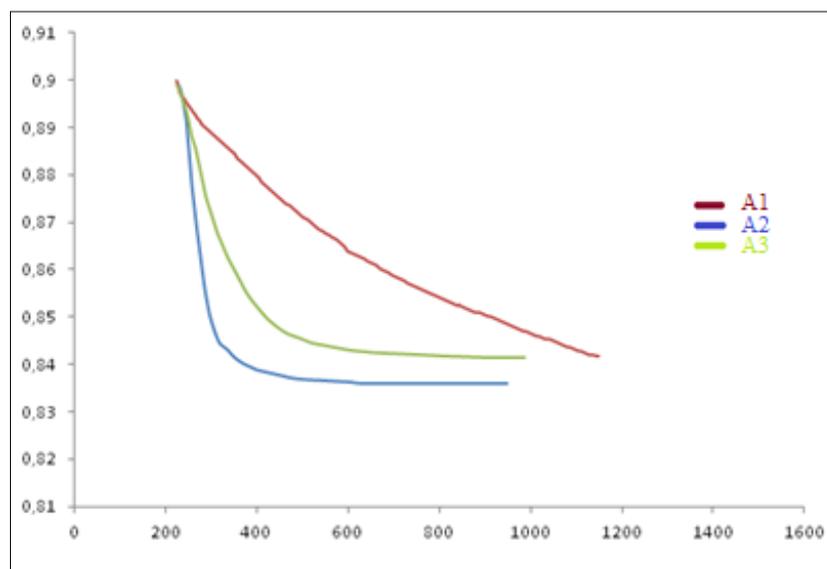


Figure V.11. Superposition des courbes au début de transformation.

Les calculs des pentes de début de maintien sont présentés dans le tableau V.4.

Tableau V.4. Pentes de début de maintien pour chaque transformation.

	A1 (740°C, 20mn)	A2 (750°C, 40s)	A3 (750°C, 6mn)	A4 (760°C, 6mn)
Pente en début de maintien	-2.10^{-4}	-21.10^{-4}	-19.10^{-4}	-37.10^{-4}

On a calculé le temps de demi-transformation pour chaque échantillon en partant du fait que la contraction pendant la période de transformation représente 100% de la transformation.

Le calcul du temps de demi-transformation est présenté dans le tableau V.5.

Tableau V.5. Temps de demi-transformation.

	A1 (740°C, 20mn)	A2 (750°C, 40s)	A3 (750°C, 6mn)	A4 (760°C, 6mn)
ΔT (50%) (s)	296.4	21,42	37,7	19,6

On remarque que à 760 °C (A4), les premiers stades de transformation sont beaucoup plus rapide que celle à 750 °C (A3) et à 740°C (A1), et on remarque que plus en augmentant la température d’austénitisation plus le temps de demi-transformation est petit.

A partir des résultats obtenus ci-dessus nous constatons que plus on augmentant la température d’austénitisation plus le système tend à s’équilibré le plus rapidement possible, cela est dû à l’augmentation de la force motrice de germination de l’austénite.

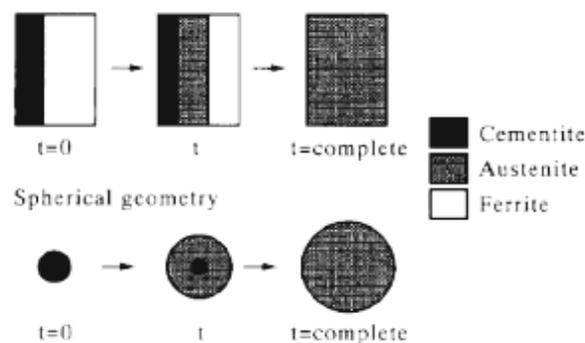


Figure V.12. Représentation schématique de l’austénitisation depuis un agrégat de ferrite et de cémentite [7].

V.2.2. Evolution des propriétés mécaniques de microdureté

L'augmentation de la température d'austénitisation et le temps du maintien fait que l'austénite qui se forme s'enrichisse en carbone et s'homogénéise ce qui donne naissance à une perlite régulière après trempe.

Cela explique les résultats obtenus après le calcul de la microdureté moyenne (figure V.10) qui montrent une augmentation de la microdureté après l'augmentation de la température d'austénitisation et le temps du maintien.

V.2.3. Analyse morphologique

Nous avons entamé l'étude microstructurale afin de la comparer à l'étude dilatométrique

À partir des résultats obtenus par microscopie optique, nous avons constaté que :

- À 740 °C (figure V.6), le taux de nodules de cémentite non dissous semble important, malgré un temps d'austénitisation de 1200s.
- À 750 °C (figure V.7), le taux de nodule de cémentite non dissous est plus grand que dans le premier cas (A1), malgré une température d'austénitisation plus élevée. Cela est dû au temps d'austénitisation.
- À 750 °C (figure V.8), le taux de nodule de cémentite non dissous et leur taille ont diminué considérablement par rapport aux deux premier cas (A1, A2).
- À 760 °C (figure V.9), le taux de nodule de cémentite non dissous a diminué par rapport au cas précédent (A3).

En comparant les 4 cas, on peut dire que la dissolution de la cémentite augmente en augmentant la température d'austénitisation (A1, A3 et A4 cas), et que la dissolution de la cémentite augmente aussi en augmentant la durée d'austénitisation (A2, A3).

Les micrographies obtenues montrent aussi une hétérogénéité dans la structure austénitique. Cette hétérogénéité est liée à la variabilité de déroulement des mécanismes dans le matériau ainsi qu'à la répartition non homogène des nodules de la cémentite (figure V.5).

L'application de la méthode décrite au paragraphe IV.4 sur les photographies nous a permis d'obtenir les résultats de tableau V.6 relativement au taux de cémentite en fonction du température d'austénitisation.

Echantillon	Température d'austénitisation (°C)	Durée de traitement (s)	Taux de cémentite (%)
A1	740	1200	4.96 ± 0.86
A2	750	40	6.57 ± 0.99
A3	750	360	3.71 ± 0.75
A4	760	360	2.42 ± 0.61

Les résultats du tableau V.6 sont représentés sur la figure V.13.

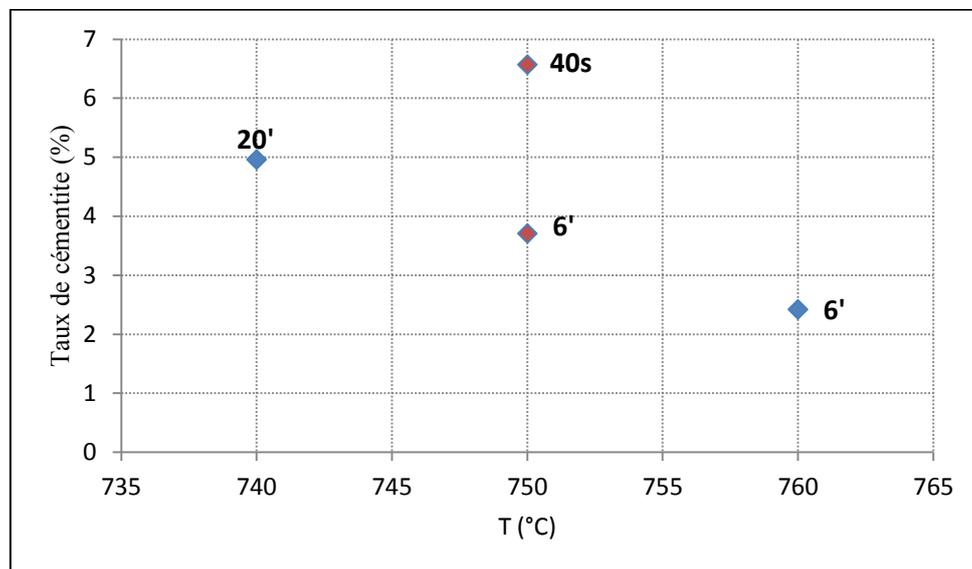


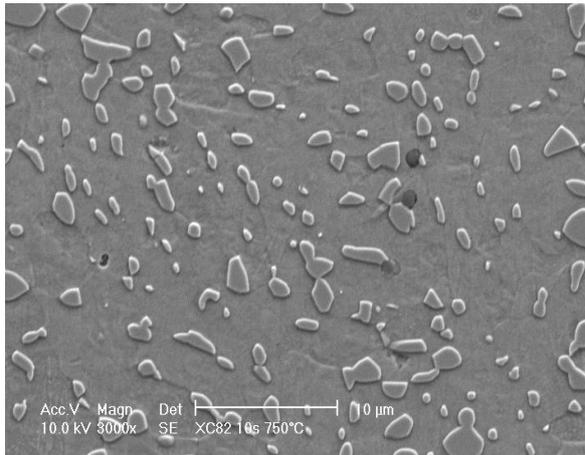
Figure V.13. Taux de cémentite en fonction de la température d'austénitisation.

Le taux de cémentite subit une diminution considérable en augmentant la température d'austénitisation. Ce qui met en évidence le rôle thermo-actif de la diffusion du carbone dans l'austénite.

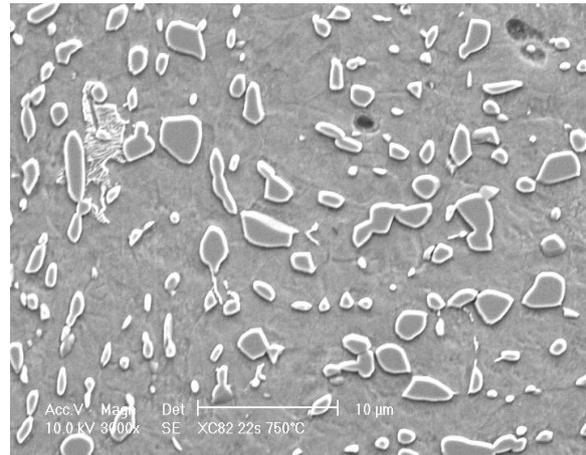
La figure V.14 présente des micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage de l'acier XC 80 austénitisé à 750 °C pendant des différentes durées de traitement [9].

Ces micrographies montrent l'évolution des nodules de la cémentite en fonction du temps.

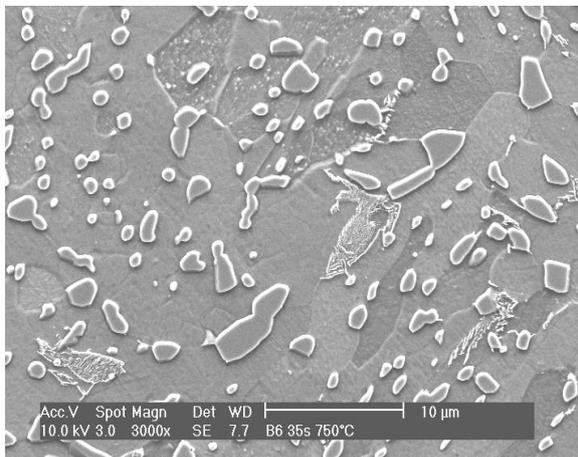
Les résultats de l'analyse d'image de ces échantillons sont présentés dans le tableau V.7.



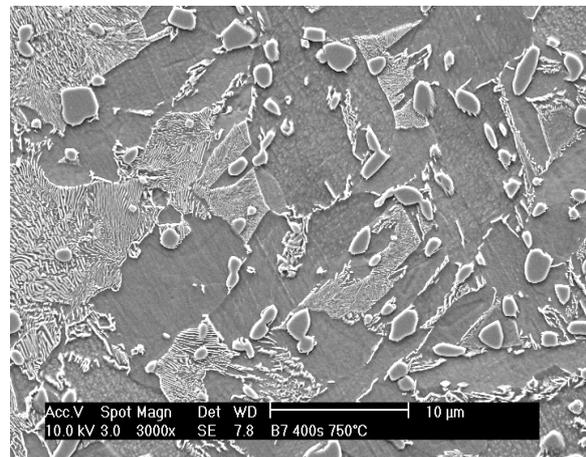
(a)-Austénitisé pendant 10 s (B4).



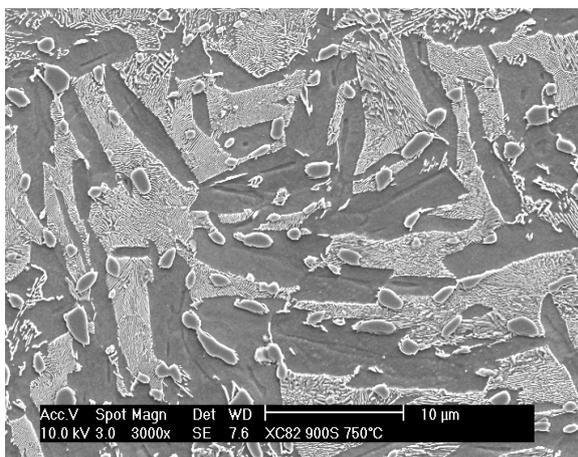
(b)-Austénitisé pendant 22 s (B5).



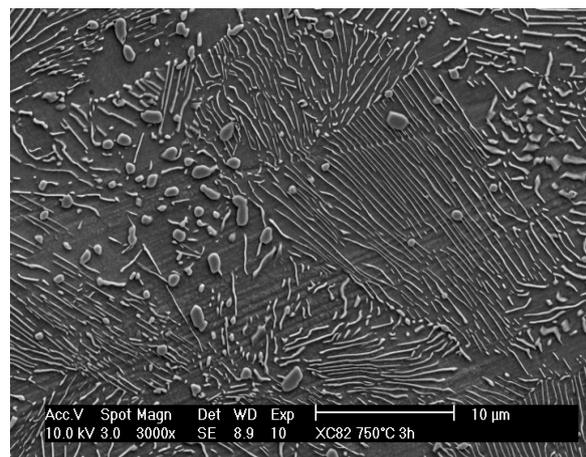
(c)-Austénitisé pendant 35 s (B6).



(d) -Austénitisé pendant 400 s (B7).



(e)-Austénitisé pendant 900 s (B3).



(f)-Austénitisé pendant 10800 s (B8).

Figure V.14. Évolution des nodules de la cémentite de l'acier XC 80 austénitisé à 750 °C en fonction du temps de traitement [9].

Tableau V.7. Taux de dissolution de cémentite.				
Echantillon	Température d'austénitisation (°C)	Durée de traitement (s)	Taux de cémentite (%)	% de dissolution de la cémentite
Acier globulisé			11.29 ± 1.42	0
B4	750	10	9.36 ± 1.16	19.3
B5	750	22	8.87 ± 1.13	24.2
B6	750	35	8.16 ± 1.09	31.3
B7	750	400	4.54 ± 0.83	67.5
B3	750	900	2.53 ± 0.62	87.6
B8	750	10800	1.43 ± 0.47	98.6

La figure V.15 illustre la variation du taux de cémentite en fonction du temps d'austénitisation.

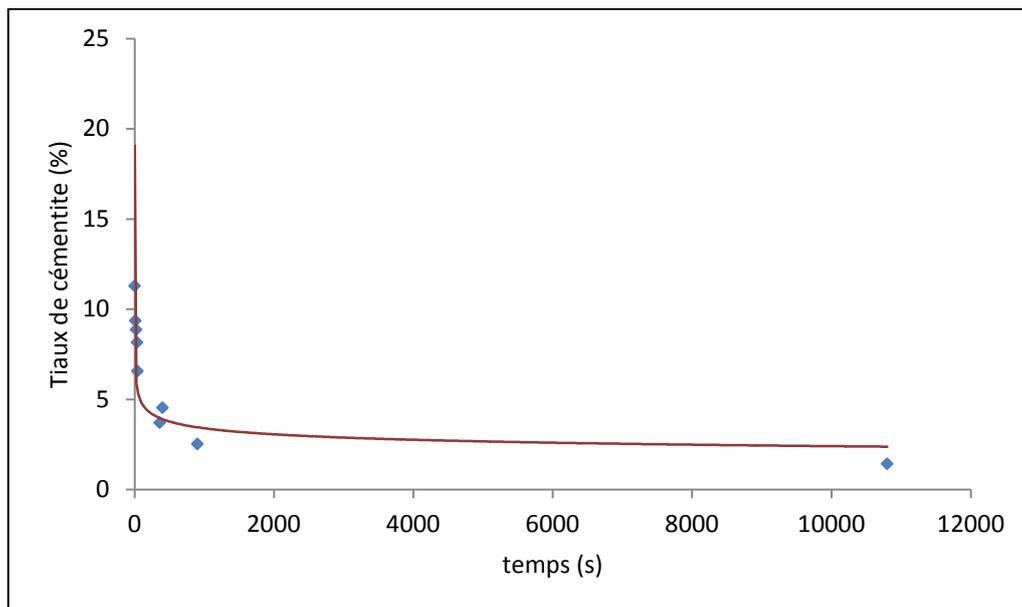


Figure V.15. Taux de cémentite en fonction du temps du maintien.

Pour pouvoir exprimer cette évolution sous la forme d'une transformation de phase classique, nous avons estimé l'état de départ sans aucune dissolution de la cémentite et l'état final comme dissolution maximale de cette cémentite.

La figure V.16 illustre le % de dissolution de la cémentite en fonction du temps d'austénitisation.

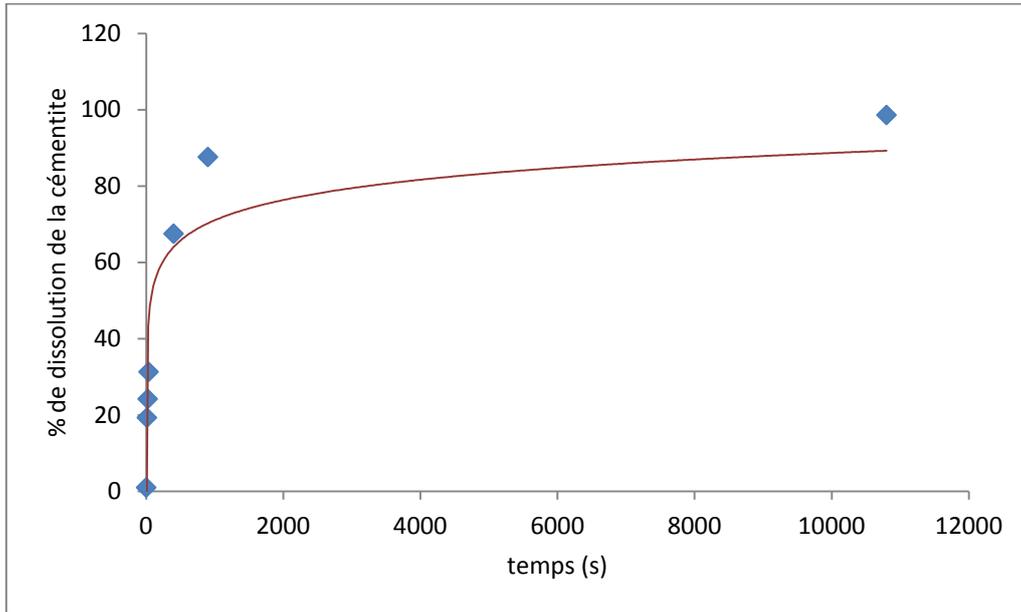


Figure V.16. Pourcentage de dissolution de la cémentite en fonction du temps d'austénitisation.

D'après les figures V.15 et V.16, on constate que la dissolution de la cémentite est rapide au début de transformation, par contre elle est très lente à la fin de transformation.

Pour calculer la vitesse de dissolution de la cémentite on doit déterminer l'équation de la transformation.

Selon l'équation de J.M.A on a :

$$y = 1 - \exp [-(kt)^n] \rightarrow \ln \left(\ln \left(\frac{1}{1-y} \right) \right) = n \ln(k) + n \ln(t)$$

On trace : $\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1-y} \right) \right) = f(\ln(t))$

Tableau V.8. Les coordonnées (x, y) de la fonction linéaire.			
T=750°C			
t	y	ln (ln (1/ (1-y)))	ln(t)
10	0,0936	-2,319989991	2,30258509
22	0,0887	-2,37641327	3,09104245
35	0,0816	-2,46366678	3,55534806
400	0,0454	-3,069101685	5,99146455
900	0,0253	-3,66416547	6,80239476
10800	0,0143	-4,24030277	9,28730141

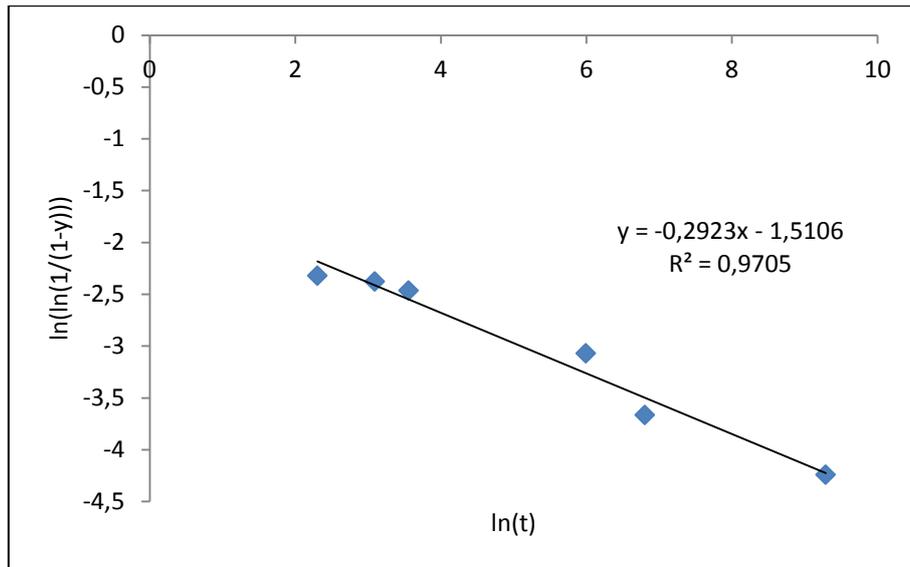


Figure V.17. Courbe représentant l'évolution de $\ln (\ln (1 / (1-y)))$ en fonction de $\ln (t)$.

L'équation de la courbe est : $y = -0,2923x - 1,5106$

Donc : $n = -0.2923$; $k = 175.56$

L'équation de J.M.A :

$$y = 1 - \exp[-(175.56 t)^{-0.2923}]$$

L'équation générale de la vitesse :

$$\frac{dy}{dt} = nk^n t^{n-1} (1 - y)$$

Après le calcul, les résultats sont illustrés dans les figures V.18 et V.19

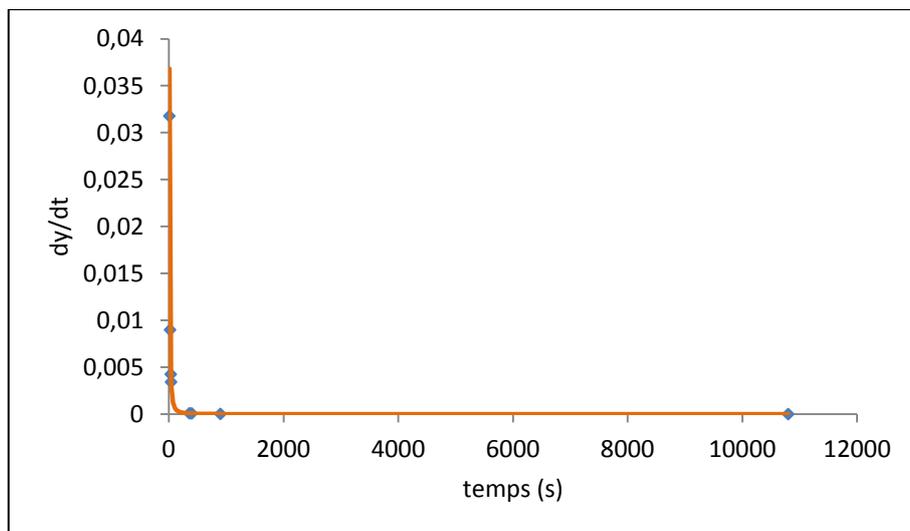


Figure V.18. vitesse de dissolution en fonction du temps.

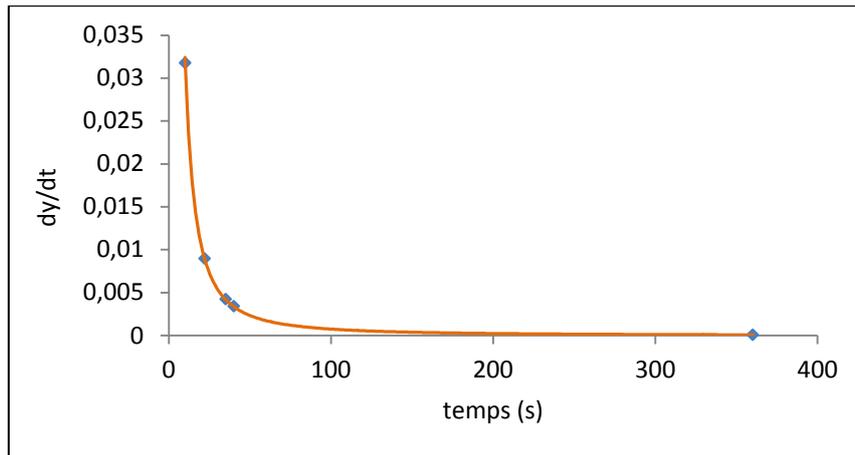


Figure V.19. Grossissement des premiers stades de la vitesse de dissolution.

Le calcul de la vitesse de dissolution de la cémentite montre que la cinétique de dissolution du carbone dans l'austénite est plus rapide dans les premiers stades de transformation par contre elle très lente qu'on ait atteint 100% de transformation sur la courbe dilatométrique ou la vitesse de transformation tend vers zéro cela est dû à l'enrichissement de l'austénite en carbone, donc il faut beaucoup de temps pour arriver à dissoudre toutes les nodules de cémentite.

Le ralentissement de la diffusion du carbone est probablement dû à l'effet du Mn. Ceci peut se justifier parce que les caractéristiques physiques de manganèse sont très semblables à ceux du fer (tableau V.9). En outre, le carbure de Mn_3C est isomorphe au carbure de Fe_3C et leurs paramètres de maille sont très semblables (tableau V.10) [12].

Tableau V.9. caractéristiques physiques de manganèse et du fer [12]

	Nombre atomique	Densité (g/cm^3)	Structure électronique
Mn	25	7.43	(A) $3d^5 4s^2$
Fe	26	7.85	(A) $3d^6 4s^2$

Tableau V.10. paramètres de la maille (Mn_3C , Fe_3C) [12]

	symétrie	Paramètres ($Å$)
Mn_3C	orthorhombique	$a = 4.530$; $b = 5.080$; $c = 6.772$
Fe_3C	orthorhombique	$a = 4.523$; $b = 5.088$; $c = 6.743$

On peut dire que la transformation est contrôlée d'abord par la diffusion du carbone puis par la diffusion du manganèse qui est plus lente.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale et perspectives

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à la dissolution de la cémentite lors de la transformation ferrite-austénite d'un acier eutectoïde austénitisé à 740, 750 et 760 °C. L'effet de la durée du traitement à 750°C a également été étudié.

Nous avons suivi cette transformation par dilatométrie, et nous l'avons quantifié par analyse d'image.

Les conclusions que nous pouvons tirer de cette étude sont :

- Après les traitements d'austénitisation nous avons trouvé que le taux de cémentite diminue avec l'augmentation de la température et du temps de maintien.
- Nous avons trouvé que la micro-dureté Vickers de l'acier augmente avec l'augmentation du temps et de la température d'austénitisation ce qui veut dire que la dissolution de la cémentite provoque un durcissement du matériau.
- L'étude de la cinétique de dissolution du carbone dans l'austénite montre qu'elle est très rapide au début de transformation. Cette cinétique est nettement ralentie au fur et à mesure que l'austénite s'enrichit en carbone provenant des nodules de cémentite.
- La transformation est ralentie à cause de l'effet de diffusion du manganèse.
- La formation d'une austénite homogène dans laquelle tous carbures sont dissous nécessite un temps beaucoup plus long.

En pratique, ce travail montre la corrélation entre les paramètres du traitement et les propriétés finales ou bien voulues du matériau.

Enfin, l'exploitation de la loi de Johnson-Mehl-Avrami, en tenant compte de l'évolution des différentes phases s'avère intéressante à l'avenir

Références bibliographiques

- [1]. **M.F.ASHBY, D.R.JONES.** « An Introduction to Microstructures, Processing and Design ». Butterworth Heinemann edition. (2006)
- [2]. **G.MURRY.** «Traitements thermiques dans la masse des aciers. Partie 1». M 1126. (1990)
- [3]. **G.MURRY.** «Traitements thermiques dans la masse des aciers. Partie 1». M 1127. (1990)
- [4]. **N.BOUAOUADJA.** « Matériaux tome 1 ». (Pages 217-221), Office des Publications Universitaires. (1992)
- [5].**JEAN P. MERCIER, G.ZAMBELL, W.KURZ.** «Introduction à la science des matériaux». Presses Polytechniques et universitaires Romandes. (2002).
- [6]. **M.COLOMBIE.** « Matériaux métalliques».Dunod.2ème_édition. (2008)
- [7]. **T. AKBAY, R. C. REED & C. ATKINSON.** «Modeling re-austenitisation from Ferrite/Cementite Mixtures in Fe-C steels». Acta metal. Mater. (1994)
- [8]. **G.MOLINDER.** «A quantitative study of the formation of austenite and the solution of cementite at different austenitizing temperatures for 1.27% carbon steel». Acta metal. (1955).
- [9]. **D. KADDOUR .**Etude de la dissolution de la cémentite lors de la transformation alpha-gamma d'un acier eutectoïde. Thèse de magister. ENP-Alger. (2002)
- [10]. **CHARLIE R. BROOKS.** «Principles of the austenitization of steels». Elsevier Applied Science ed. (1992)
- [11]. **BARRALIS J, MAEDER G.** «Précis de Métallurgie». AFNOR/NATHAN. (2005)
- [12]. **J. BRIKI, S. BEN SIIMA.** «Influence of Manganese Content on the Dissolution of the Fe₃C Iron Carbide Phase (Cementite) during a Graphitization Anneal of Spheroidal Graphite Cast Iron». Journal of Metallurgy. (2012).