



Département de Métallurgie

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Mémoire de Magister

Étude de la dissolution de la cémentite lors de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ d'un acier eutectoïde

Présenté par :
Djillali KADDOUR

Dirigé par :
Fatah HELLAL

2001/2002

Dédicaces

Je dédie ce travail :

A la mémoire de ma grand-mère en souvenir de son amour et son attachement.

A ma mère et mon père qui m'ont tant donné.

A mes frères et sœurs en particulier mon petit frère Mounir.

A mes grands-parents.

A mes amis.

Djillali

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier vivement mon responsable de thèse Monsieur F. HELLAL, maître de conférence à l'ENP, et mon responsable de stage Monsieur A. HAZOTTE, chargé de recherche au CNRS, pour leur disponibilité, leur intérêt et leurs conseils précieux tout au long de mon étude.

Je remercie l'ensemble des enseignants du département de Métallurgie ainsi que les membres du jury qui ont accepté d'examiner ce travail.

Je remercie V. BRIEN, chargé de recherche au CNRS, pour sa disponibilité et pour les nombreuses heures qu'elle m'a consacrées.

Je remercie Monsieur A. SIMON, directeur du LSG2M, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et pour l'intérêt qui a porté à mon travail ainsi que les nombreuses heures de discussion qu'il m'a accordées.

Je remercie Madame E. GAUTIER, directrice de recherche au CNRS, pour m'avoir accueilli dans son équipe de recherche.

Je tiens à remercier enfin les thésards, le personnel technique, et le personnel administratif de LSG2M qui m'ont aidé tout au long de mon étude.

Sommaire

Introduction générale.....	3
----------------------------	---

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.1 Introduction.....	4
I.2 Les transformations de phase : concepts de base et définitions.....	6
I.2.1 Energie motrice des transformations de phase.....	6
I.2.2 Transformations hétérogènes.....	6
I.2.3 Germination hétérogène.....	7
I.2.4 Croissance gouvernée par la diffusion.....	7
I.2.5 Expression générale du volume transformé.....	7
I.3 Transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ dans les aciers.....	8
I.3.1 Généralités.....	8
I.3.2 Dissolution des carbures durant l'austénitisation.....	11
I.3.3 Modèle pour la dissolution de la cémentite.....	12
I.3.4 Calcul théorique de la cinétique d'austénitisation.....	16
I.3.4.1 Suppositions générales.....	16
I.3.4.2 Le modèle sphérique.....	18
I.3.5 Modélisation de la transformation dans le cas d'un alliage Fe-C.....	20
I.4 Notions cristallographiques et relations d'orientation.....	23

Chapitre II : Techniques expérimentales

II.1 Présentation du matériau étudié.....	25
II.2 Traitement de globulisation.....	25
II.3 Traitements d'austénitisation et étude dilatométrique.....	25
II.4 Analyse par diffractométrie X.....	27
II.5 Étude métallographique.....	28
II.5.1 Polissage.....	28
II.5.2 Attaque chimique.....	28
II.5.3 Préparation des lames minces.....	28
II.5.4 Observation microscopique.....	29
II.6 Analyse d'images.....	29

Chapitre III : Résultats et interprétations

III.1 Résultats de l'étude métallographique et dilatométrique.....	30
III.1.1 Microstructure de l'acier globulisé.....	30
III.1.2 Premiers résultats de l'étude dilatométrique et métallographique.....	30
III.1.3 Résultats des nouvelles investigations expérimentales.....	38
III.1.4 Résultats de l'observation en microscopie électronique en transmission.....	51
III.2 Résultats de l'analyse quantitative et de la simulation numérique.....	54
Conclusion générale et perspectives.....	61
Annexel : présentation du dilatomètre.....	62
Annexe2 : présentation du logiciel DICTRA.....	66
Références bibliographiques.....	70

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction générale

Les transformations de phase lors de la transformation ferrite-austénite au chauffage dans les aciers ont été essentiellement étudiées pour des températures d'austénitisation élevées (à partir de 800 °C).

Cependant peu d'études ont été faites sur l'austénitisation des aciers pour des températures juste au-dessus du point de transformation A_{C3} [1].

Aussi le but de cette étude est de suivre les transformations de phase qui ont lieu lors de la transformation ferrite-austénite d'un acier eutectoïde austénitisé à 750 °C (juste au-dessus du point A_{C3}), pour des durées d'austénitisation et des conditions de refroidissement différentes, ainsi que de situer ce travail par rapport à des études faites sur le couplage mécanique-chimie dans le système Fe-C [2].

Des études faites sur la fonte GS pendant le stade initial de ferritisation [2] avaient montré l'existence d'un champ de contraintes internes associé à la désaturation de l'austénite, l'idée était de montrer un effet comparable sur un acier eutectoïde en cours d'austénitisation, vu la similitude des microstructures et de l'élément principal diffusant.

Nous comparerons nos résultats expérimentaux à des résultats obtenus par simulation numérique faite sur le code Dictra.

Ce rapport est présenté sous forme de trois chapitres :

- **chapitre I** : consacré à l'étude bibliographique portant tant sur des généralités sur les transformations de phase, que sur la dissolution de la cémentite et la croissance de l'austénite lors de la transformation ferrite-austénite dans les aciers, ainsi que sur une modélisation de la transformation dans le cas d'un alliage Fe-C ;
- **chapitre II** : consacré à la partie expérimentale, où nous rapportons les différentes méthodes d'investigation utilisées au cours de notre étude ;
- **chapitre III** : dans ce chapitre sont présentés les différents résultats obtenus ainsi que leur interprétation.

Nous clôturerons notre étude par une conclusion générale et nous évoquerons les perspectives futures.

Nous présenterons en annexe le dilatomètre utilisé et le logiciel DICTRA.

CHAPITRE I

ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Introduction

Les traitements thermiques effectués dans le but de conférer aux aciers leurs propriétés d'emploi comportent généralement un chauffage au-dessus du point de transformation A_{C3} , dans le domaine austénitique suivi d'un refroidissement dans des conditions appropriées. C'est précisément parce que la première étape de ce traitement conduit à la formation de l'austénite qu'elle est appelée austénitisation. Elle consiste à chauffer l'acier de la température ambiante où il est à l'état α , à une température du domaine γ et à faire à cette température un maintien d'une certaine durée permettant la transformation totale en austénite de la phase α , une mise en solution du carbone et des autres éléments présents, ainsi qu'une homogénéisation de l'austénite plus ou moins complète.

Dans un traitement d'austénitisation on part :

- soit d'une structure plus ou moins en équilibre à température ambiante, constituée d'un mélange de grains de ferrite et de grains de perlite dans le cas des aciers hypoeutectoïdes, ou de perlite dans le cas des aciers eutectoïdes, ou encore d'un mélange de carbures et de perlite dans le cas des aciers hypereutectoïdes ;
- soit d'une structure hors équilibre, par exemple une structure type bainitique ou martensitique ; dans ce dernier cas, le chauffage décompose la martensite en ferrite et carbures avant que le domaine austénitique ne soit atteint [1].

À la fin du traitement d'austénitisation, donc à partir du domaine austénitique, une deuxième étape du traitement thermique consiste à faire subir un refroidissement à vitesse déterminée, comportant ou non des maintiens à des températures intermédiaires, au cours duquel se produit la transformation de l'austénite. La nature, la morphologie et les propriétés des nouveaux constituants qui apparaissent au cours de cette transformation, dépendent essentiellement, à la fois, des conditions du refroidissement, de l'état de l'austénite avant refroidissement, de la vitesse de chauffage et de la température et du temps de maintien.

À titre d'exemple la figure I.1 montre les courbes d'austénitisation d'un acier eutectoïde. La première courbe à gauche représente le début de la disparition de la perlite, la seconde la fin de la disparition de la perlite ; la troisième la fin de la disparition du carbure et la quatrième la disparition totale des gradients de concentration du carbone, c'est-à-dire la limite entre austénite non homogène et austénite homogène. On voit ainsi que les transformations se poursuivent au cours du maintien et se terminent pour des temps de séjour d'autant plus courts que la température est plus élevée [1].

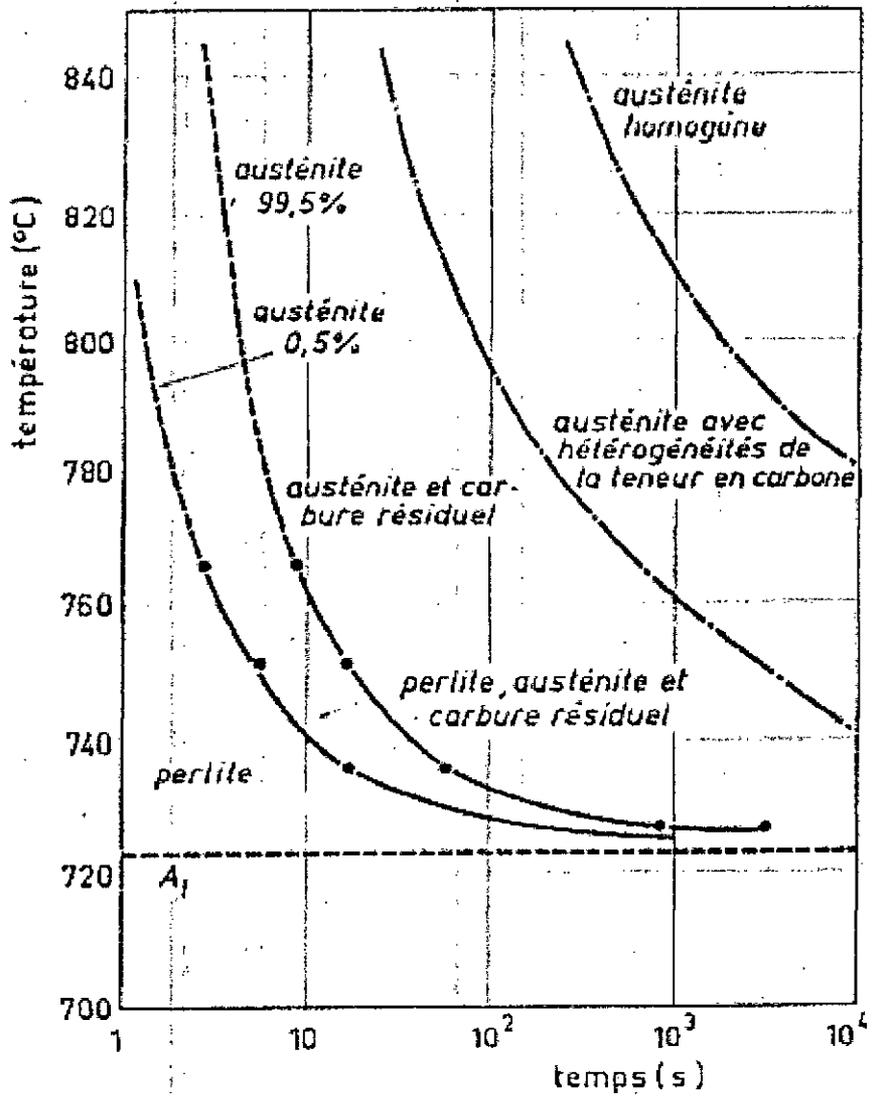


Figure I.1. Diagramme de transformation en conditions isothermes d'un acier au carbone eutectoïde [1].

I.2 Les transformations de phase : concepts de base et définitions

I.2.1 Energies motrices des transformations de phase

Tout changement de phase peut être considéré comme le passage d'un arrangement des atomes d'enthalpie libre G_I à un autre arrangement d'enthalpie libre G_F inférieur à G_I . Cette différence d'enthalpie libre ($G_F - G_I$) négative est indispensable à toute transformation ; elle en constitue l'énergie motrice et dépend de l'écart de température par rapport à la température d'équilibre T_E entre phase mère et produit. La figure I.2 représente la variation schématique des courbes d'enthalpie libre de deux structures α et β en fonction de la température au voisinage de T_E . la différence ΔG_α^β définit l'énergie motrice à la température T de la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ [3].

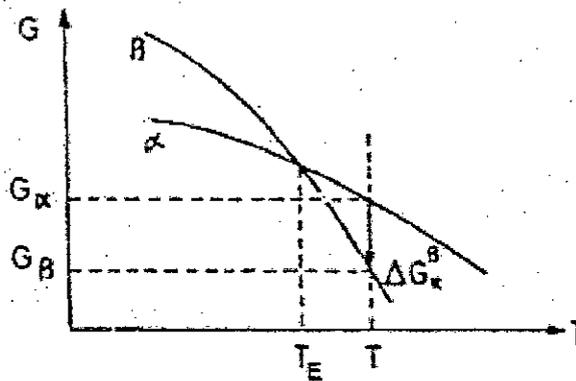


Figure I.2. Variation de l'enthalpie libre en fonction de la température au voisinage de T_E [3].

I.2.2 Transformations hétérogènes

- **Les transformations avec diffusion à longue distance** (réactions eutectoïdes, péritectoïdes, précipitations continue et discontinue). Elles sont gouvernées soit par diffusion en volume (précipitation continue, réactions proeutectoïdes), soit par diffusion des atomes au niveau des interfaces (transformations eutectoïdes, précipitation discontinue). La redistribution des atomes des constituants entre les deux phases produites s'effectue par diffusion à longue distance, au voisinage de l'interface, soit par diffusion en volume dans la phase mère, soit par diffusion interfaciale [3].

- **Rôle du flux de chaleur**

La chaleur de réaction est libérée à l'interface et elle doit s'écouler. Si les propriétés thermiques des phases sont très différentes, le flux de chaleur n'est pas isotrope et son écoulement préférentiel dans l'une des phases introduit un paramètre supplémentaire de

contrôle de la croissance. Pour un corps pur, la morphologie de l'interface dépend du rapport de la vitesse d'avance au gradient thermique. Pour un alliage, entrent en jeu les flux thermiques et chimiques [3].

I.2.3 Germination hétérogène

La germination démarre sur des hétérogénéités de la phase mère qui abaissent l'enthalpie libre de formation des germes en réduisant, soit l'énergie superficielle, soit l'énergie de déformation, soit encore les deux. Ces hétérogénéités peuvent être des impuretés, des inclusions, des dislocations, des surfaces, ou des joints de grains [3].

I.2.4 Croissance gouvernée par la diffusion

Si l'on suppose que le processus de diffusion en volume est lent par rapport à celui qui assure la traversée de l'interface, au fur et à mesure que la croissance progresse il s'établit au voisinage du précipité un gradient de concentration qui s'amortit au fil du temps. Si la phase β est plus riche que la phase mère, il se forme une zone appauvrie autour du précipité comme indiqué sur la figure I.3, et dans le cas inverse une zone enrichie [3].

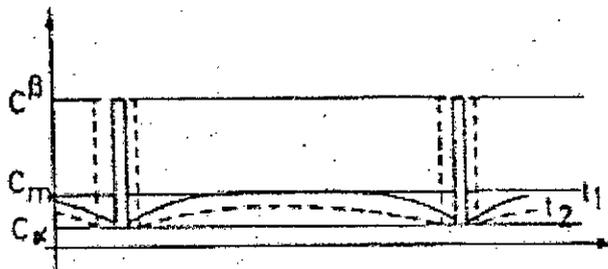


Figure I.3. Evolution de la concentration en soluté quand la croissance est contrôlée par la diffusion $t_2 > t_1$ [3].

I.2.5 Expression générale du volume transformé

D'une façon tout-à-fait générale une région transformée peut être caractérisée par ses trois dimensions R_1 , R_2 , R_3 et un facteur de forme η . Dans les transformations qui s'effectuent par germination et croissance, chacune de ces dimensions principales évolue au fil du temps. C'est-à-dire qu'au bout d'un certain temps d'incubation τ , qui peut être nul si le germe préexiste, la région apparaît puis se développe librement jusqu'à ce que sa croissance soit ralentie par celle des régions transformées voisines. Compte tenu de ce comportement, nous allons chercher à exprimer le volume total transformé en fonction du temps.

À l'instant t , une région transformée apparue à l'instant τ occupe un volume v

$$v(t, \tau) = \eta R_1 R_2 R_3 \quad (1)$$

$$\text{ou} \quad R_i = \int_{t=0}^{t=\tau} R_i^0(t) dt \quad (2)$$

or, si l'on suppose que la germination s'effectue au hasard, le nombre total de germes de phase transformée β qui apparaissent pendant un intervalle de temps infiniment petit $d\tau$ est proportionnel au volume v^α de phase non transformée :

$$dN^\beta = I_n^0 v^\alpha d\tau \quad (3)$$

où I_n^0 est le taux de germination de la phase β .

Le volume total de la phase transformée est donc à l'instant t [3] :

$$v^\beta = \int_{\tau=0}^{\tau=t} \eta R_1 R_2 R_3 I_n^0 v^\alpha d\tau \quad (4)$$

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

I.3.1 Généralités

Molinder [4], dans une étude de la formation de l'austénite et de la dissolution de la cémentite dans un acier à 1,27 % de carbone à 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.
La vitesse avec laquelle les carbures sont dissous est tellement grande que le taux de carbone dans l'austénite augmente bien que la quantité d'austénite augmente rapidement.
Pendant cette période la dureté augmente de 250 Vickers à environ 850 Vickers.
- **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 tout en s'approchant de la concentration d'équilibre, en accord avec la figure I.4.

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 courts.

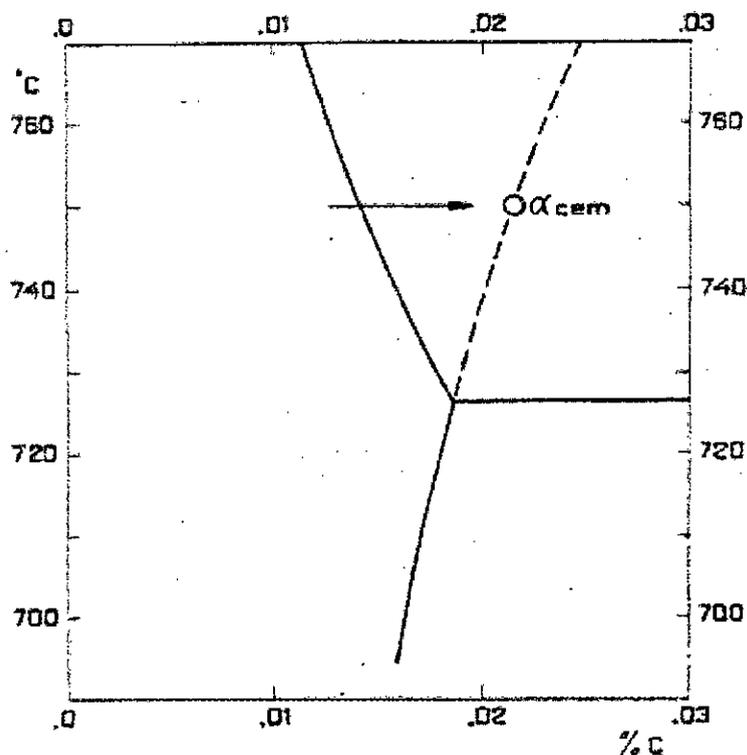


Figure I.4. Partie du diagramme Fe-C montrant la concentration du carbone dans les grains de ferrite en contact avec les grains de cémentite [4].

Période 2

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

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).

La concentration du carbone dans l'austénite formée en premier est naturellement supérieure à celle du point A₃ dans le diagramme Fe-C (figure I.5).

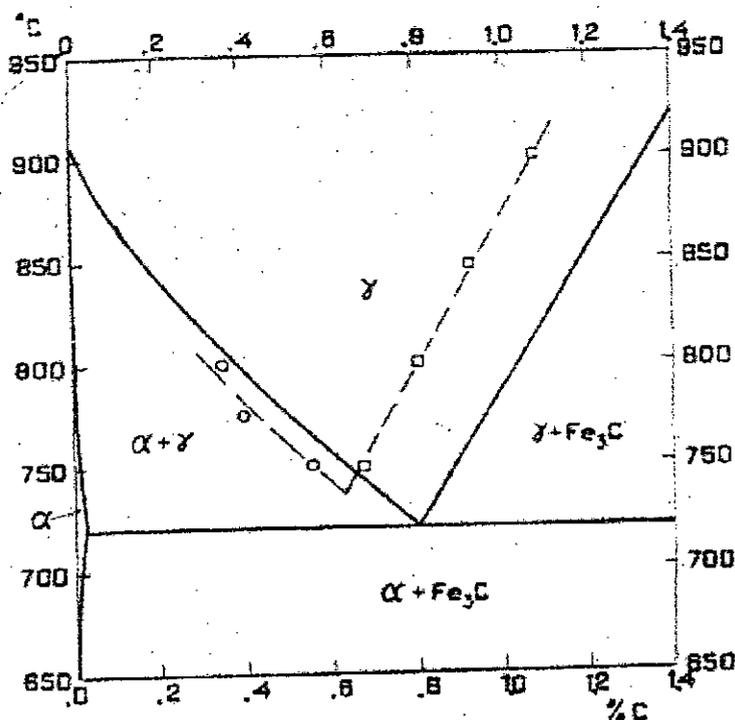


Figure I.5. Concentration du carbone dans l'austénite formée en premier lieu [4].

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%. À 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.

Molinder a conclu après cette étude que le facteur qui détermine avec quelle rapidité la dissolution de cémentite prend place n'est pas la vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite mais bien la vitesse de désintégration de la cémentite à la ligne de transformation.

Dans une autre étude de la transformation perlite-austénite dans un alliage Fe-2,6Cr-1C étudiée par Shtansky, Nakai, et Ohmori [5], les constatations suivantes ont été faites :

- L'austénite germe après un temps d'incubation de 8 s à 800 °C. Deux types de germination ont été distingués: aux joints de grains de la perlite et à l'interface ferrite/cémentite dans la perlite ;
- Les germes de l'austénite dans les joints des colonies de perlite croissent seulement dans un des grains adjacents et ne traversent pas les joints de colonies de perlite dans le grain opposé ;

- Plusieurs morphologies de la cémentite ont été observées près de l'interface α/γ et peuvent être expliquées par la cinétique ;
- La cinétique de croissance de l'austénite ne dépend plus de la diffusion contrôlée par le carbone mais plutôt de la diffusion contrôlée par le chrome ;
- L'évolution structurale de l'échantillon à l'interface α/γ a été entièrement étudiée. Aucune indication soit sur la diffusion du carbone, soit sur la diffusion du chrome en avant de l'interface α/γ n'a été trouvée ;
- La théorie de transformation de phase applicable à la détermination de la force motrice de diffusion a été développée. L'évolution structurale pendant la réaction peut être qualitativement comprise en supposant l'équilibre local aux interfaces . Cette approche prédit que les conditions de l'équilibre local sont variées à l'interface austénite/cémentite derrière l'interface α/γ et dépendent de la dissolution de la cémentite.

I.3.2 Dissolution des carbures durant l'austénitisation

La dissolution des carbures de fer pendant l'austénitisation des aciers a été le sujet d'études expérimentales et théoriques depuis de nombreuses années. En 1929, Hultgren [6] a trouvé que dans un acier au manganèse, la dissolution complète de la cémentite et la disparition de la ferrite n'ont pas lieu simultanément. Il a suggéré que le faible taux de dissolution pouvait être expliqué par la présence d'éléments d'alliage. La dissolution de la cémentite dans les alliages contenant du chrome a été examinée par Molinder [4] qui a conclu que le processus de la dissolution était contrôlé par l'interface. Plus tard Nilsson [7], dans une étude approfondie du processus de dissolution du composé chrome-cémentite dans l'austénite, a conclu que la diffusion du carbone est le premier pas dans ce processus. Cette diffusion du carbone est suivie par celle du chrome dans l'austénite, beaucoup plus lente. Ces idées ont été développées par Hillert et al [8] d'après le modèle de diffusion de l'équilibre local. L'hypothèse de l'équilibre local a été appliquée dans les études théoriques de la dissolution de la cémentite (par Ågren et Vassilev [9]) et du carbure $M_{23}C_6$ (Gulberg) dans les aciers alliés au chrome. Ces auteurs sont arrivés à la même conclusion que Molinder [4], mais ils ont divisé le processus de la dissolution en trois étapes: une première étape contrôlée par la diffusion du carbone dans l'austénite, une deuxième étape contrôlée par la diffusion du chrome dans les carbures et une troisième étape de diffusion du chrome dans l'austénite[10].

Beaucoup de chercheurs ont supposé que la ferrite commençait à se transformer en austénite avant que les carbures ne commencent à se dissoudre. Cependant, d'après HILLERT et al [8] le processus de dissolution des carbures pendant l'austénitisation peut prendre plusieurs formes selon la température, le carbone et les éléments d'alliage

contenus dans l'acier, Mais il est à signaler qu'il n'y a pas d'études expérimentales directes sur la dissolution de la cémentite dans la ferrite par diffusion du carbone dans l'austénite qui croît à certaines distances. Cependant, Nemoto [11] et grâce à des observations effectuées à l'aide d'un microscope électronique à haute résolution, a observé qu'une particule de cémentite est dissoute partiellement dans la ferrite quand on s'approchait de l'interface $\alpha \rightarrow \gamma$, et partiellement dans l'austénite après que l'interface eût pris contact avec la particule de cémentite. Des études récentes ont montré que dans les aciers alliés le processus de dissolution des carbures peut prendre parfois un caractère plus compliqué. Liu et al [12] ont observé la transformation de particules de cémentite dans l'austénite dans les alliages Fe-Cr-C par une réaction de type Widmanstätten ou dans les carbures M_7C_3 et l'austénite par une réaction eutectoïde. Ils ont expliqué les réactions observées en se basant sur l'équilibre local qui prédomine à l'interface de la phase pendant les réactions [10].

De l'analyse de la littérature disponible, il peut être conclu que les éléments d'alliage jouent un rôle important dans le mécanisme et la cinétique de dissolution des carbures. Dans la plupart des cas il est possible d'expliquer les réactions observées en supposant l'équilibre local aux interfaces. La plupart des chercheurs se sont concentrés sur la dissolution de la cémentite dans les systèmes Fe-Mn-C et Fe-Cr-C. Cependant, seulement une petite quantité de renseignements est disponible à propos de l'effet d'autres carbures sur la cinétique de la dissolution [10].

I.3.3 Modèle de dissolution de la cémentite

Un modèle a été proposé par R. R. Judd et H. W. Paxton [13] dans une étude faite sur un acier au manganèse à 0.5 %C.

La dissolution de la cémentite a été simulée par un modèle qui se rapproche des conditions expérimentales. Ce modèle postule un arrangement régulier des sphéroïdes identiques de cémentite qui ont un diamètre de 4 μm , réparties dans les joints de grains de la matrice ferritique.

L'analyse fournit une description détaillée de la dissolution d'un sphéroïde de cémentite, et la solution générale est obtenue par addition sur tous les nodules de cémentite dans le matériau étudié. Si les dimensions des cellules de cémentite sont plus grandes que le diamètre de la sphère de l'austénite qui résulte de la dissolution complète du carbure, et aucune interaction (à travers la diffusion dans la ferrite) n'a lieu entre cellules pendant le processus de dissolution, le modèle en question se rapporte seulement à une cellule, donc la solution dans chaque cellule est identique.

Dans le matériau étudié, les dimensions de la cellule, du carbure, et de la dernière sphère de l'austénite sont approximativement 24, 4, et 8 μm , respectivement ; l'utilisation d'une seule cellule est par conséquent justifiée.

Les observations expérimentales sont faites sur les nodules d'austénite qui se forment autour de chaque carbure pendant le processus de dissolution. Le modèle s'intéresse à l'augmentation de ces nodules d'austénite. Le présent rétrécissement du carbure peut être obtenu de la même façon par une extension des calculs.

Pour élaborer ce modèle, les suppositions suivantes ont été faites :

- 1- le processus est contrôlé par la diffusion de carbone dans l'austénite ;
- 2- l'équilibre local existe à toutes les interfaces;
- 3- les germes d'austénite qui se forment instantanément sur chaque carbure enveloppent ce dernier;
- 4- pendant le processus de croissance de l'austenite, le flux de la diffusion de carbone dans la ferrite est négligé;
- 5- un état quasi stable existe dans le champ de concentration de l'austenite, le gradient de concentration du carbone dans l'austenite se rapproche à tout instant de la solution du cas de l'état stable;
- 6- l'effet de capillarité sur la vitesse de dissolution des carbures peut être négligé.

En se référant à la figure I.6, une variation de masse à l'interface $\alpha \rightarrow \gamma$ pour un infinitésimal mouvement du joint donne:

$$4\pi r_b^2 dr_b^2 dr_b (C_1 - C_\alpha) = -(D_c^\gamma)_{r_b} \left(\frac{dC}{dr} \right)_{r_b} 4\pi r_b^2 dt \quad (5)$$

où r_b est le rayon externe de l'austenite, C_1 et C_α sont respectivement les concentrations du carbone à l'interface dans l'austénite et dans la ferrite (voir figure I.7), $(D_c^\gamma)_{r_b}$ est le coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite pour la concentration de carbone à l'interface, et t est le temps.

La cinquième supposition permet à la concentration du carbone dans l'austénite d'être approchée par la solution de Laplace pour le cas sphérique. Par conséquent,

$$C(t,r) = c(r) = \frac{A}{r} + B \quad (6)$$

où $C(r)$ est la concentration du carbone à r , et A et B sont des constantes. L'équilibre local à l'interface fixe les conditions limites pour le problème de diffusion. Elles sont:

$$C_2 = \frac{A}{r_a} + B \quad (7)$$

où C_2 est la concentration du carbone dans austénite à l'interface $\text{Fe}_3\text{C} - \gamma$ (r_a), et

$$C_1 = \frac{A}{r_b} + B \quad (8)$$

où C_1 est la concentration du carbone dans l'austénite à l'interface $\alpha - \gamma$ (r_b), (voir figures I.6 et I.7). Ces équations peuvent être utilisées pour évaluer les constantes dans la solution de Laplace. La dérivation de cette solution et sa substitution dans l'équation 1 donne :

$$dt = \frac{1}{(D_c^r)_b} \left(\frac{C_1 - C_\alpha}{C_2 - C_1} \right) \left(\frac{r_b - r_a}{r_a} \right) r_b dr_b \quad (9)$$

En utilisant l'expression $v = J/\Delta C$ pour les deux interfaces, où v est la vitesse de l'interface, J est le flux de carbone à ou loin de l'interface, et ΔC est la différence de concentration à travers lui, nous obtenons :

$$-v_a = -\frac{dr_a}{dt} = \frac{(D_c^r)_a \left(\frac{dc}{dr} \right)_{r_a}}{C_c - C_2} \quad (10)$$

et

$$v_b = -\frac{dr_b}{dt} = -(D_c^r)_b \left(\frac{dc}{dr} \right)_{r_b} \frac{1}{C_1 - C_\alpha} \quad (11)$$

En réarrangeant, substituant, et intégrant, nous obtenons l'expression de r_a en fonction de r_b :

$$r_a = [r_0^3(1+E) - r_b^3 E]^{1/3} \quad (12)$$

où r_0 est r à $t = 0$, et

$$E = (D_c^r)_a / (D_c^r)_b (C_1 - C_\alpha / C_c - C_2). \quad (13)$$

En substituant (12) dans (9) et en intégrant, nous obtenons le résultat définitif:

$$t = \frac{1}{2(D_c^r)_b} \left(\frac{C_1 - C_\alpha}{C_2 - C_1} \right) \left\{ r_0^2(1+1/E) - r_b^2 - \frac{1}{E} [r_0^3(1+E) - r_b^3 E]^{2/3} \right\} \quad (14)$$

Une solution typique de cette équation est reportée sur la figure I.8.

Si toutes les particules de l'austénite ne germent pas en même temps, il est possible d'utiliser l'équation (14) avec une vitesse de germination calculée ou mesurée pour donner la fraction totale d'austénite en fonction du temps.

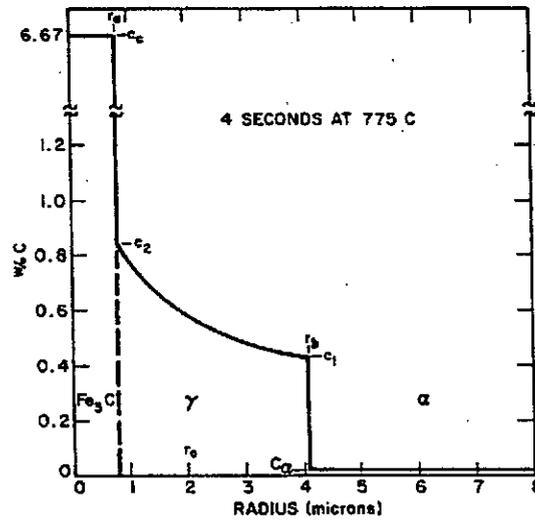


Figure I.6. Profil de concentration du carbone durant la dissolution de la cémentite [13].

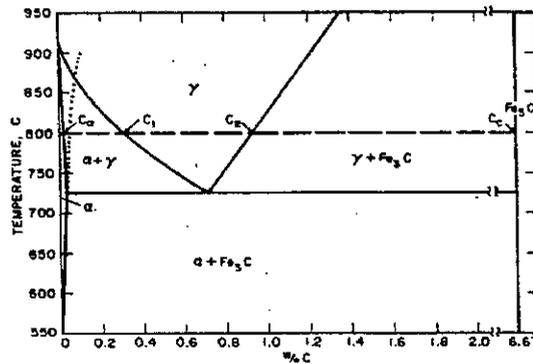


Figure I.7. Diagramme Fe-C montrant la concentration des différentes phases présentes [13].

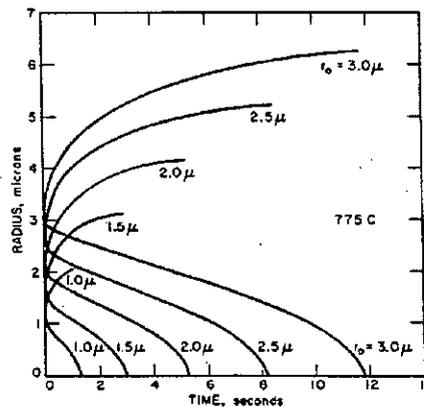


Figure I.8. La position calculée des interfaces $Fe_3C - \gamma$ et $\gamma - \alpha$ pendant la dissolution de la cémentite à $775\text{ }^\circ\text{C}$ [13].

I.3.4 Calcul théorique de la cinétique d'austénitisation

Ce modèle a été proposé par B. KARLSON [14] pour déterminer la cinétique de transformation pour la formation de l'austénite à partir d'une structure ferrito-perlitique.

I.3.4.1 Les suppositions générales

L'austénite croît par diffusion de carbone dans les régions antérieures de la perlite. Pour simplifier le problème de diffusion, un modèle géométrique simplifié de la microstructure doit être construit. Ce modèle est basé sur un arrangement régulier des régions perlitiques de dimensions constantes réparties sur les joints de grains ferritiques. Les régions perlitiques isolées sont représentées par une structure cellulaire et chaque cellule contient seulement une région perlitique à son centre.

Pendant la croissance de l'austénite, les interfaces ferrite/austénite se rapprochent des joints des cellules.

Le problème de la diffusion est si complexe que plusieurs hypothèses simplificatrices sont faites:

- 1- la perlite est instantanément austénitisée, après quoi les régions de l'austénite croissent aux dépens de la ferrite non transformée. D'après G. R. Speich et A. Szirmai, la formation de l'austénite à partir d'une perlite dans les alliages ordinaires Fe-C est bien achevée au bout d'un temps inférieur à une seconde à des températures au-dessus de 800°C. Une comparaison avec des données expérimentales concernant la formation de l'austénite justifie cette supposition ;
- 2- La réaction à l'interface austénite-ferrite est très rapide. L'équilibre thermodynamique local existe entre les deux phases, afin que les valeurs du taux de carbone dans les deux phases à l'interface puissent être prises à partir du diagramme d'équilibre de phase Fe-C, (figure I.9). Le profil de concentration du carbone mesuré, bien qu'incertain à l'interface γ/α , ne contredit pas cette supposition. La forme attendue du profil de concentration est montrée dans la figure I.10 ;
- 3- La solubilité maximale du carbone dans la ferrite à 885°C est nettement en dessous de 0.01%, le flux de carbone dans cette phase est négligé, le mouvement de l'interface austénite - ferrite est supposé contrôlé uniquement par la diffusion du carbone dans l'austénite ;
- 4- Le problème est simplifié en négligeant l'arrêt du profil de diffusion à l'interface γ/α (figure I.10). Le problème de la diffusion réelle dans un système biphasé avec un joint en mouvement est remplacé par un problème de diffusion monophasé bien connu, (figure I.11). Dans ce modèle simplifié, nous définissons la position du joint de la phase austénitique par x_γ qui correspond à une concentration c_γ . L'interaction de deux profils de concentration voisins, qui est la limitation principale du modèle, au joint de la cellule n'est pas prise en considération ;
- 5- La concentration qui dépend de la diffusion du carbone dans l'austénite est remplacée par une valeur constante convenable.

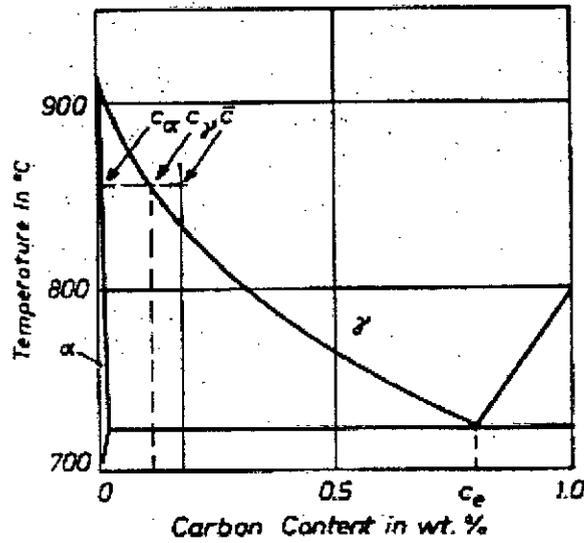


Figure I.9. Diagramme Fe-C montrant la concentration des différentes phases présentes [14].

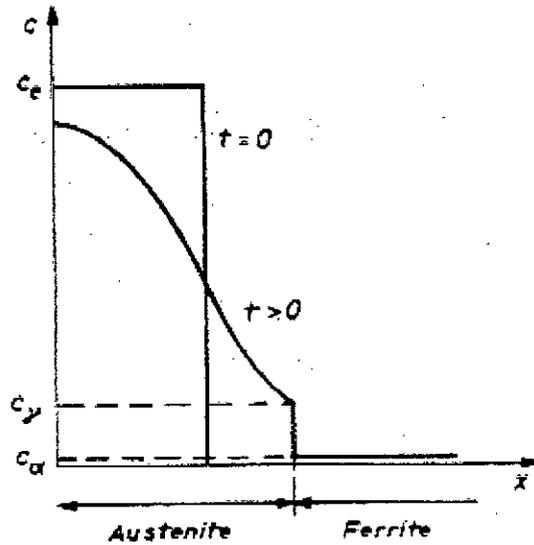


Figure I.10. Courbes de concentration dans le cas d'une diffusion biphasée [14].

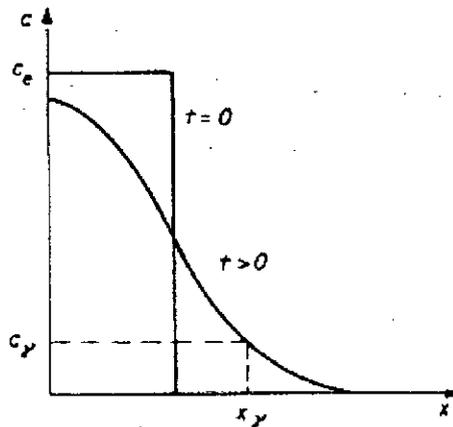


Figure I.11. Courbes de concentration dans le cas d'une diffusion monophasée [14].

Dans le traitement suivant nous considérons seulement le modèle sphérique.

I.3.4.2 Le modèle sphérique

La figure I.12 représente l'arrangement cubique de sphères de perlite dans l'état initial et les contours de la cellule quand la croissance de l'austénite est décrite. Les joints de phase se déplacent de $r = a$ à r_{cb} , quand les régions sphériques de l'austénite se touchent. En laissant chaque sphère d'austénite croître indépendamment pour occuper le même volume que la cellule cubique, l'austénite peut alors croître plus loin. La fraction du volume des régions perlitiques, f , est de 0.192. La simple géométrie donne alors $r_{cb} = 1.40a$, le rayon initial des régions perlitiques est : $r = a$. En prenant donc en considération la probabilité d'intercepter une sphère comme pour produire un intercepte de longueur donnée, on obtient:

$$a = \frac{3}{4} \times 27.8 \mu\text{m} = 20.8 \mu\text{m}. \quad (15)$$

Donc

$$r_{cb} = 1.40 \times 20.8 \mu\text{m} = 29.1 \mu\text{m}. \quad (16)$$

Pour une diffusion dans un milieu infini d'une source sphérique de concentration constante c_0 , la concentration c à rayon r et temps t est donnée par J. Crank:

$$c = \frac{1}{2} c_0 \left\{ \operatorname{erf} \left(\frac{a+r}{2\sqrt{Dt}} \right) + \operatorname{erf} \left(\frac{a-r}{2\sqrt{Dt}} \right) \right\} - \frac{c_0}{r} \sqrt{\frac{Dt}{\pi}} \left\{ e^{-\frac{(a-r)^2}{4Dt}} - e^{-\frac{(a+r)^2}{4Dt}} \right\} \quad (17)$$

où a est le rayon initial de la sphère. Les profils de concentration donnés par l'équation (1) sont maintenant connus, figure I.11.

La croissance des régions austénitiques définie par $x_y = x_y(t)$ peut maintenant être calculée. Une série de courbes $c = f(t)$ a été construite à partir de l'équation (17) pour différentes valeurs fixées de r en connaissant c_e , D , a , et le degré de transformation ont été déterminés à partir de ces courbes en fonction du temps (figure I.13).

Si nous avons laissé le coefficient de diffusion prendre d'autres valeurs entre les extrémités indiquées dans la figure I.14 (3.1×10^{-8} et $8.2 \times 10^{-8} \text{ cm}^2 / \text{sec}$), la courbe serait déplacé le long de l'axe du temps comme montré par les lignes horizontales. Donc la courbe qui correspond à une solution exacte du problème de la diffusion avec un coefficient de diffusion non - constant devrait se trouver dans la gamme entre ces limites, vraisemblablement plutôt près de la courbe estimée.

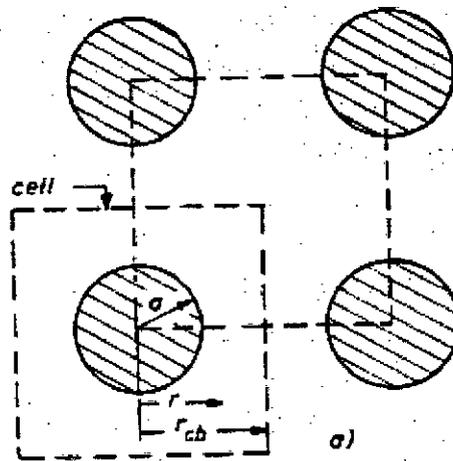


Figure I.12. Nodules sphériques de perlite [14].

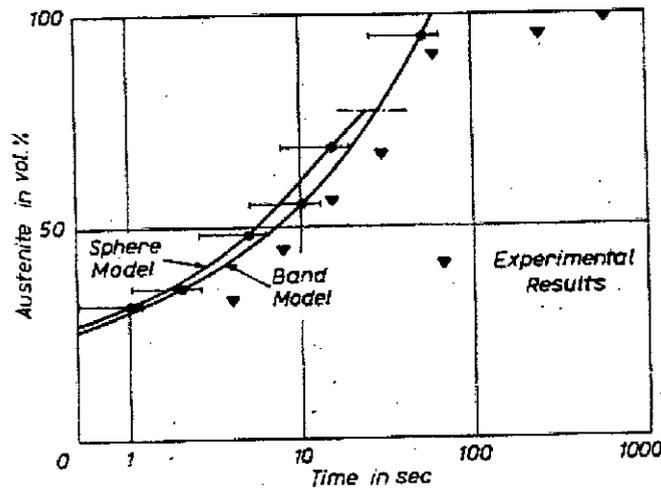


Figure I.13. Formation de l'austénite, à partir d'une structure ferrito-perlitique, calculée expérimentalement [14].

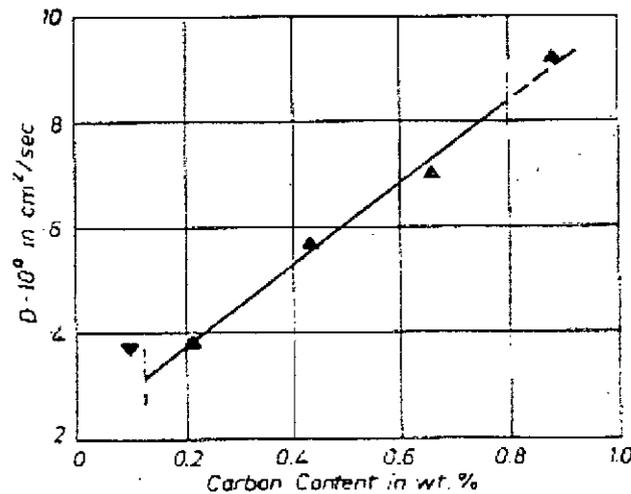


Figure I.14. Concentration du carbone en fonction du coefficient de diffusion de ce dernier dans l'austénite [14].

I.3.5 Modélisation de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ dans le cas d'un alliage Fe-C

Ce modèle a été proposé par T. Akbay, R. C. Reed et C. Atkinson [14].

Pour modéliser cette transformation, les suppositions simplificatrices suivantes ont été faites :

- l'équilibre local est supposé s'appliquer aux interfaces cémentite/austénite (θ/γ) et austénite/ferrite (γ/α);
- le système binaire Fe-C est considéré, pour éviter la complexité excessive due à la diffusion des éléments en substitution;
- la diffusion de carbone dans la cémentite est ignorée, puisque la cémentite est stoechiométriquement proche;
- la diffusion de carbone dans la ferrite est ignorée, puisque la solubilité de carbone dans la ferrite est faible;
- pour les géométries sphériques et cylindriques, l'effet de capillarité peut être ignoré;
- le coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite est supposé indépendant de la concentration ;
- la distribution de la cémentite dans la matrice ferritique est homogène.

La figure I.15 représente une illustration schématique de l'austénitisation d'une structure ferrite/cémentite.

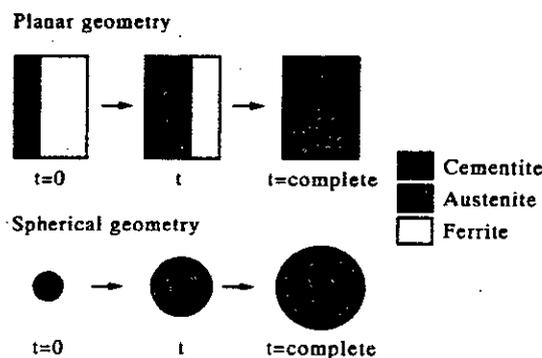


Figure I.15. Représentation schématique de la dissolution de la cémentite, austénitisation depuis un agrégat de ferrite et de cémentite [15].

La variation de la concentration de carbone dans l'austénite (C^{γ}), calculée en fonction du temps et de la distance r (mesurée depuis le centre de la sphère), est donnée par :

$$\frac{\partial C^{\gamma}}{\partial t} = \frac{D}{r^n} \frac{\partial}{\partial r} \left(r^n \frac{\partial C^{\gamma}}{\partial r} \right) \quad (18)$$

dans laquelle D est le coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite et n un entier valant 0 dans le cas d'une croissance de plaques, 1 pour une croissance de cylindres et 2 pour des sphères.

L'équation de flux à l'interface austénite / cémentite nous donne :

$$(C^\beta - C_0^{\gamma\beta}) \frac{dr^{\gamma\beta}}{dt} = D \left(\frac{\partial C^\gamma}{\partial r} \right)_{r=r^{\gamma\beta+}} \quad (19)$$

De même, du coté de la ferrite, on obtient :

$$(C_0^{\gamma\alpha} - C^\alpha) \frac{dr^{\gamma\alpha}}{dt} = D \left(\frac{\partial C^\gamma}{\partial r} \right)_{r=r^{\gamma\alpha-}} \quad (20)$$

dans lesquelles $r^{\gamma\beta}$ et $r^{\gamma\alpha}$ sont les positions respectives des interfaces austénite / cémentite et austénite / ferrite. $C_0^{\gamma\beta}$ et $C_0^{\gamma\alpha}$ sont les concentrations d'équilibre aux interfaces. Les conditions aux limites sont telles que, à $t = 0$, on a :

$$r_{\theta\gamma} = r_0 \quad (21)$$

$$r_{\gamma\alpha} = r_0 \quad (22)$$

et

$$C = C_\theta \quad \text{pour} \quad 0 \leq r \leq r_0 \quad (23)$$

$$C = C_0 \quad \text{pour} \quad r_0 \leq r \leq \infty \quad (24)$$

où R et r_0 sont respectivement la taille de la cellule et la taille initiale de la particule de cémentite. De plus, l'équilibre local impose :

$$C_\gamma = C_\gamma^{\gamma\theta} \quad \text{à} \quad r = r_{\theta\gamma} + \quad (25)$$

$$C_\gamma = C_\gamma^{\gamma\alpha} \quad \text{à} \quad r = r_{\gamma\alpha} - \quad (26)$$

Les auteurs ont montré qu'il était possible d'obtenir une solution exacte dans le cas d'une croissance de plaques. En effet, si on procède à un changement de variable, en posant $\eta = (r - r_0) \cdot t^{-1/2}$, on obtient une équation différentielle connue de la forme:

$$-\frac{\eta}{2} \frac{dC^\gamma}{d\eta} = D \frac{d^2 C^\gamma}{d\eta^2} \quad (27)$$

Cette solution exacte a été comparée à celle obtenue avec une hypothèse de régime permanent (comme utilisée par Hillert et al [8], Judd et Paxton [13]).

Les auteurs ont représenté les résultats sous forme d'isovaleurs du paramètre $(\eta_{\gamma\beta} - \eta_{\gamma\alpha})^2 / D$ en fonction de la sursaturation (figures I.16 et I.17). Ils montrent que les

sursaturations sont faibles, l'hypothèse du régime permanent est une bonne approximation alors que si les sursaturations augmentent, l'hypothèse de régime permanent surestime le déplacement des interfaces.

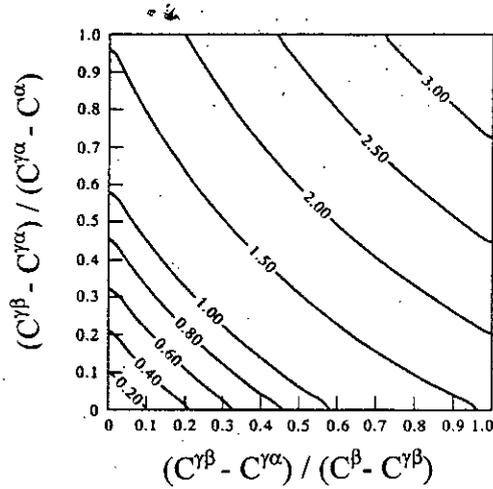


Figure I.16. Isovaleurs de $(\eta_{\gamma\beta} - \eta_{\gamma\alpha})^2 / D$ en fonction de la sursaturation. Calculs basés sur la solution exacte [15].

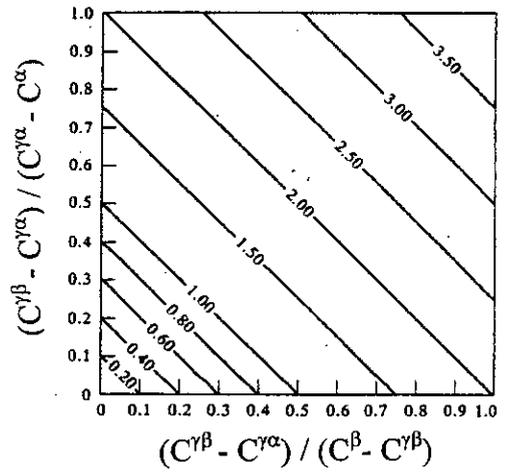


Figure I.17. Isovaleurs de $(\eta_{\gamma\beta} - \eta_{\gamma\alpha})^2 / D$ en fonction de la sursaturation. Calculs basés sur la solution de HILLERT et al [15].

Le temps nécessaire à la dissolution complète d'une particule de cémentite de taille r_0 sera, dans les deux approches, fonction de $\frac{Cr_0^2}{2D}$ où C est une constante fonction de la sursaturation. L'observation des figures I.18 et I.19, où sont représentées les courbes $C = \text{constante}$, montre que la solution exacte donne un résultat où le temps de dissolution sera plus court que dans le cas d'un régime permanent.

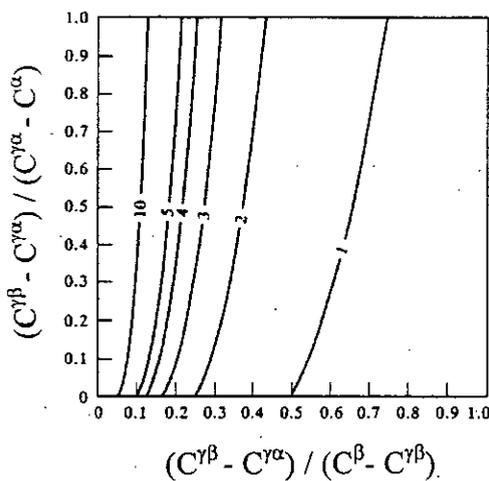


Figure I.18. Courbes $C = \text{cste}$ pour la solution exacte [15].

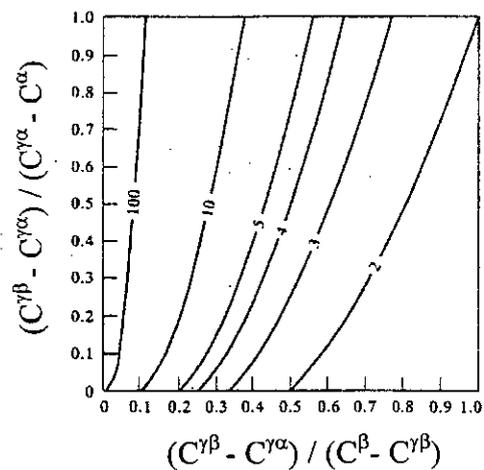


Figure I.19. Courbes $C = \text{cste}$ pour le calcul des états stables de HILLERT et al [15].

Les auteurs ont utilisé leur modèle pour calculer des diagrammes T.T.A. (temps – température – austénitisation). À titre d'exemple, la figure I.20 montre le diagramme T.T.A. calculé pour un acier Fe – 0,8 %C pour une taille de particule de cémentite de 1 μm .

Nous remarquons que le diagramme T.T.A. calculé correspond bien au diagramme T.T.A. expérimental obtenu par A.Constant, G. Henry [1] (figure I.1).

Nous pouvons noter qu'à 750 °C, l'austénitisation est complète au bout d'environ 5,6 s.

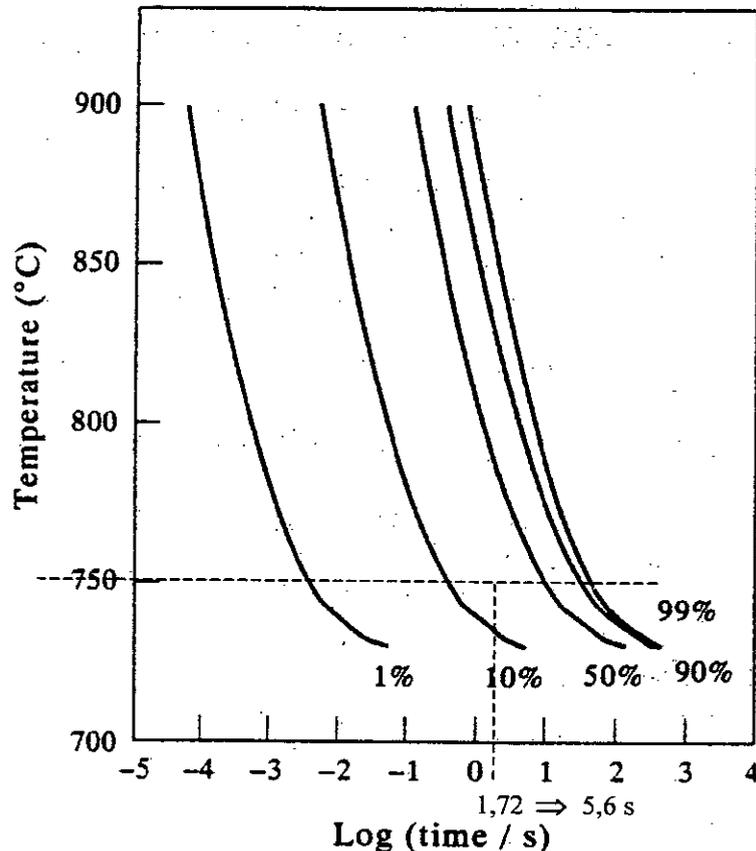


Figure I.20. Diagramme T.T.A. pour un acier Fe – 0,8 %C [15].

I.4 Notions cristallographiques et relations d'orientation

De toutes les interfaces de perlite, l'interface de croissance est celle qui est historiquement considérée la plus susceptible d'être cristallographiquement peu sensible, désordonnée ou incohérente.

Il existe trois relations d'orientation qui se produisent généralement entre le ferrite et les lamelles de cémentite: Pitsch-Petch, Bagaryatsky, et Isaichev, bien que seulement les deux premières sont souvent prises en compte. Chacun a également des plans atomiques d'habitat spécifiques qui sont maintenus pendant la croissance. Les rapports d'orientation

de Pitsch-Petch et de Bagaryatsky peuvent être montrés directement à travers l'imagerie réseau. Ce qui n'est pas le cas pour la relation d'Isaichev [16].

- . Relation d'orientation de Pitsch-Petch : $(215)_f // (001)_{cem}$
- . Relation d'orientation de Bagaryatsky : $(112)_f // (001)_{cem}$
- . Relation d'orientation de Isaichev : $(211)_f // (101)_{cem}$

Dippenaar et Honeycombe ont constaté que, pour une perlite possédant une relation d'orientation de Pitsch, la ferrite et la cémentite sont reliés au grain d'austénite dans lequel, ils ne croissent pas, tandis qu'ils n'ont aucune relation cristallographique avec le grain d'austénite en croissance. Cependant, pour une colonie de perlite ayant une relation d'orientation de Bagaryatsky, la ferrite perlitique n'a aucune relation d'orientation avec l'austénite. Hackney et Shiflet [17] ont trouvé des résultats similaires à ceux de Dippenaar et Honeycombe dans le cas d'un acier au manganèse.

CHAPITRE II

TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

II.1 Présentation du matériau étudié

L'acier étudié est un acier eutectoïde de type XC 82 dont la composition chimique est présentée dans le tableau II.1, il a été livré par la firme française SODETAL. Les échantillons d'acier en question ont une forme cylindrique. Ils ont un diamètre de 4mm et une longueur de 30mm.

Élément	Fe	C	Mn	Si	S, P, Cu, Cr
Composition (% pds)	98,5	0,8	0,5	0,2	< 0,01

Les investigations expérimentales qui vont suivre ont été réalisées au laboratoire de science et génie des matériaux métalliques (LSG2M) à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Nancy (ENSMN).

II.2 Traitement de globulisation

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

Le cycle thermique de globulisation est le suivant :

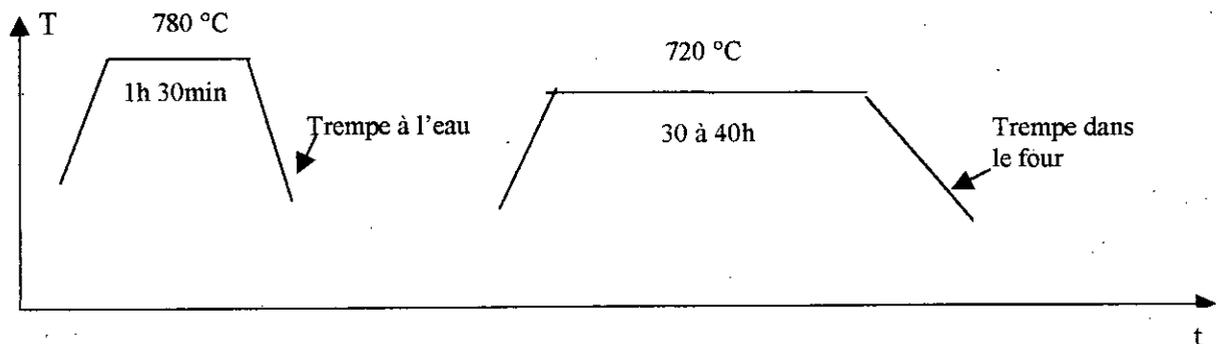


Figure II.1. Cycle thermique de globulisation

II.3 Traitements d'austénitisation et étude dilatométrique

Les différents traitements d'austénitisation ont été réalisés à l'aide d'un dilatomètre (voir annexe1) qui travaille sous un vide secondaire (de l'ordre de 10^{-5} mbar). Ce dilatomètre est piloté par deux logiciels : un pour construire les cycles thermiques désirés (DILRAP), et l'autre pour le traitement des résultats obtenus (KALEIDAGRAPH).

Le taux de transformation correspond à la variation dimensionnelle observée sur les différentes courbes dilatométriques.

La figure suivante illustre un cycle typique d'un traitement d'austénitisation

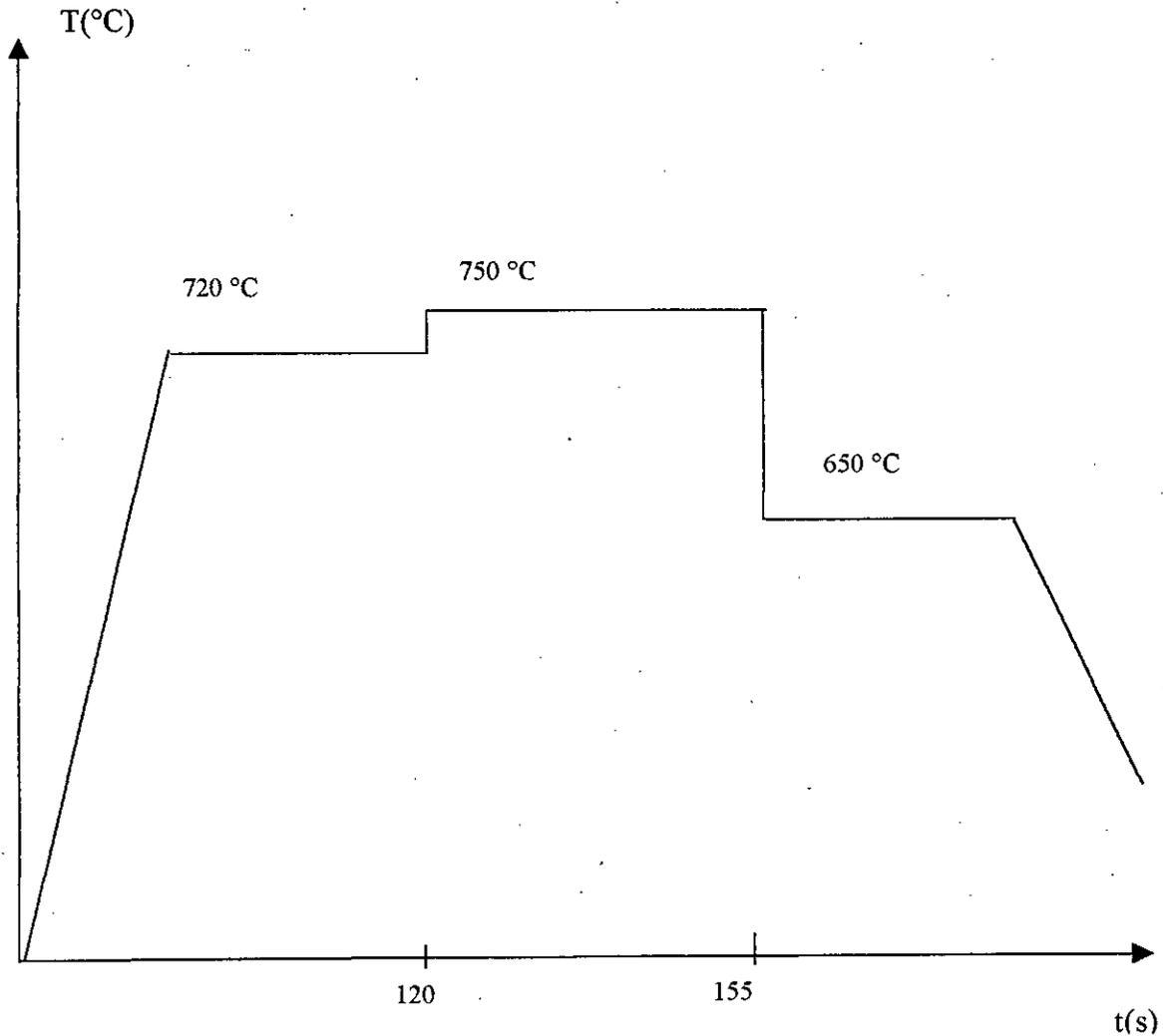


Figure II.2. Exemple d'un cycle thermique d'austénitisation

Les différents traitements d'austénitisation effectués sont reportés sur le tableau II.2

Tableau II.2. Traitements d'austénitisation réalisés sur l'acier XC 82			
Echantillon	Température de traitement ($^{\circ}\text{C}$)	Durée de traitement (s)	Taux de transformation(%)
B3	750	900	100
B4	750	10	10
B5	750	22	30
B6	750	35	50
B7	750	400	90
B8	750	10800	100
B9	750	35	50
B10	750	35	50
B11	750	10800	100
B12	750	35	50

- **Echantillons B3, B4, B5, B6, B7** : traitement d'austénitisation à 750 °C pendant des durées différentes (voir tableau 1), suivi d'une trempe rapide à l'hélium.
- **Echantillon B8** : traitement d'austénitisation à 750 °C pendant une durée de 3 heures suivi d'une trempe à four coupé.
- **Echantillon B9** : traitement d'austénitisation à 750 °C pendant 35 secondes suivi d'une trempe rapide à 650 °C à l'azote, ensuite nous effectuons un maintien de 10 minutes à cette température suivi d'une trempe à four coupé.
- **Echantillon B10** : traitement d'austénitisation à 750 °C pendant 35 secondes suivi d'une trempe rapide à 650 °C à l'azote, ensuite nous effectuons un maintien d'une heure à cette température suivi d'une trempe à four coupé.
- **Echantillon B11** : traitement d'austénitisation à 750 °C pendant 3 heures suivi d'une trempe rapide à 650 °C à l'azote, ensuite nous effectuons un maintien d'une heure à cette température suivi d'une trempe à four coupé.
- **Echantillon B12** : il a subi le même traitement que celui de B10 pour vérifier la reproductibilité de nos résultats.

II.4 Analyse par diffractométrie X

L'analyse par diffractométrie X a été réalisée sur un diffractomètre dont les spécifications sont les suivantes :

- diffractométrie à détecteur linéaire mobile ;
- rayonnement X primaire K_{α} , totalement monochromatique ;
- stockage et analyse des diffractogrammes par informatique avancée.

II.4 Étude métallographique

II.4.1 Polissage

◆ Pré-polissage

Il consiste à rendre la surface plane et brillante de façon à faire disparaître toutes rayures qui risqueraient de gêner l'examen ultérieur. Pour cela on frotte le métal avec des abrasifs de plus en plus fins (P120, 180, 320, 600, 800, 1200) ; et on prend soin de rayer l'échantillon dans un certain sens avec un abrasif, puis dans le sens perpendiculaire avec le suivant [18].

Nous utilisons une machine où le papier abrasif est fixé sur un disque tournant dans un plan horizontal avec une vitesse d'environ 300trs/min.

Durant l'opération de polissage, un filet d'eau coule sur le papier afin d'éviter l'échauffement du métal et d'éliminer les grains et particules arrachés.

◆ Polissage de finition

Ce polissage consiste à frotter les échantillons sur un disque de drap en soie, imbibé d'une suspension de pâte diamantée répartie à l'aide d'une huile spéciale sur le disque. Les granulométries utilisées successivement sont : 6 μ m, 3 μ m, 1 μ m.

II.4.2 Attaque chimique

L'attaque a pour but de révéler les constituants de la microstructure par dissolutions sélectives de ces constituants. Cette attaque est suivie d'un lavage soigneux à l'eau, puis d'un séchage à l'aide d'un sèche-cheveux et du coton.

Dans notre étude, nous avons utilisé deux réactifs d'attaque : le Nital, et le Picral.

L'attaque micrographique donne des différences de relief ou de coloration, entre les différentes phases ou entre les cristaux différemment orientés d'une même phase, ce qui permet de les observer.

II.4.3 Préparation des lames minces

Le but de cette préparation est de pouvoir observer les échantillons traités en microscopie électronique en transmission.

La préparation se fait en deux étapes :

- ◆ **Amincissement mécanique** : il consiste à polir mécaniquement des pastilles cylindriques de 3 mm de diamètre et de 500 μ m d'épaisseur jusqu'à une épaisseur d'environ 80 μ m.

CHAPITRE III

RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS

- ◆ **Amincissement électrochimique** : cet amincissement est réalisé à l'aide d'une cellule électrochimique (Tenupol-3 de Struers) contenant une solution chimique dont la composition est la suivante :

- 95% d'éther monobuthylique de l'éthylène glycol ;
- 5% acide perchlorique.

L'ensemble de la solution est refroidi dans un réfrigérateur pendant au moins 24 heures avant les amincissements.

L'amincissement est réalisé sous une tension de 65 V et un courant de 0.5 A.

Nous obtenons après cet amincissement des pastilles d'acier amincies en leur centre et seules les parties inférieures à 1000-2000 Å d'épaisseur sont transparentes aux électrons et seront observables.

II.5.4 Observation microscopique

Les observations microscopiques sont réalisées à l'aide d'un microscope optique (POLYVAR) équipé d'une caméra reliée à un logiciel d'analyse d'images (Aphélon), d'un microscope électronique à balayage à émission de champ (PHILIPS XL 30 SFEG), et d'un microscope électronique en transmission (PHILIPS CM 200).

II.6 Analyse d'images

L'étude quantitative de la transformation est réalisée à l'aide du logiciel d'analyse d'images Aphélon à partir d'une soixantaine de micrographies MEB correspondant à chaque échantillon.

L'étude est réalisé à l'aide d'une analyse semi-automatique à partir d'un programme informatique que nous avons écrit sur Aphélon. Le principe consiste à compter le nombre de fois qu'un nodule de cémentite est en intersection avec une grille.

La figure suivante schématise le principe de cette analyse semi-automatique.

Grille construite à partir d'un programme écrit sur Aphélon

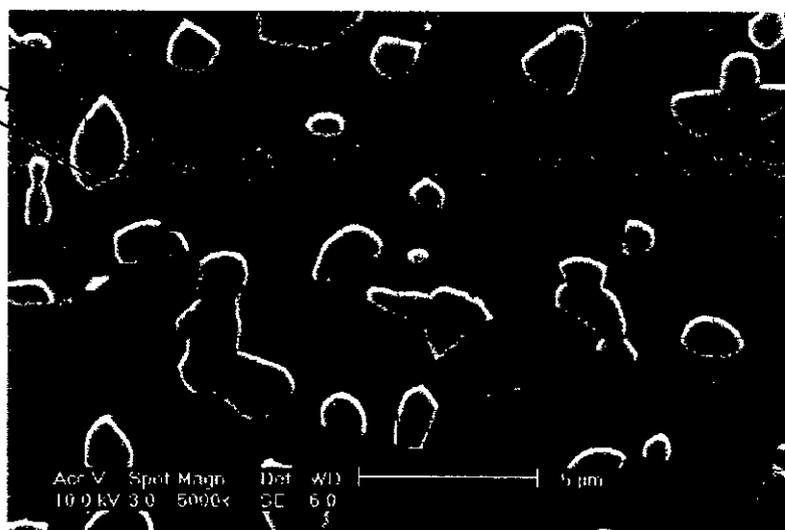


Figure II.3. Micrographie représentative de l'analyse semi-automatique.

III.1 Résultats de l'étude métallographique et dilatométrique

III.1.1 Microstructure de l'acier globulisé

La figure III.1 illustre une micrographie typique en microscopie électronique à balayage de l'acier XC82 globulisé. Cette micrographie montre clairement la forme globulaire des nodules de cémentite ainsi que leur taille et leur répartition dans la matrice. On peut y voir la position majoritairement intergranulaire des nodules de cémentite par rapport aux grains ferritiques, avec toutefois un certain nombre de nodules qui sont intragranulaires.

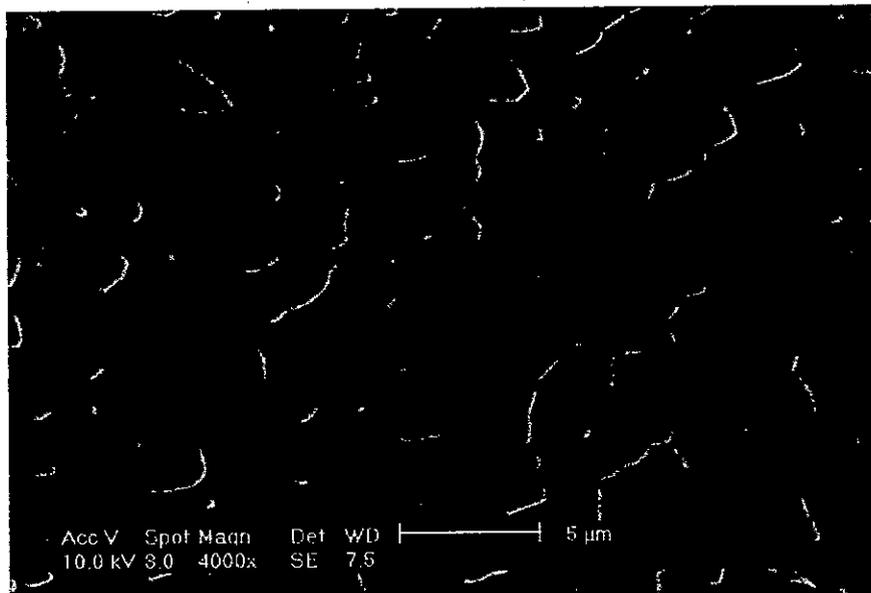


Figure III.1. Micrographie, obtenue par microscopie électronique à balayage, d'un acier XC82 globulisé.

III.1.2 Premiers résultats de l'étude dilatométrique et métallographique

Cette première étude est la suite d'une étude antérieure, faite au LSG2M par F. Hellal [2] sur le même acier, que nous avons pris le soin de compléter.

Les figures III.2 et III.3 représentent respectivement une dilatométrie totale ainsi que les détails de cette dilatométrie de l'acier XC82 maintenu à la température de 750 °C pendant 900 secondes, puis trempé à l'hélium.

Le signal dilatométrique obtenu nous permet de penser que la transformation de l'austénite est achevée et que tous les nodules de cémentite ont été ainsi dissous.

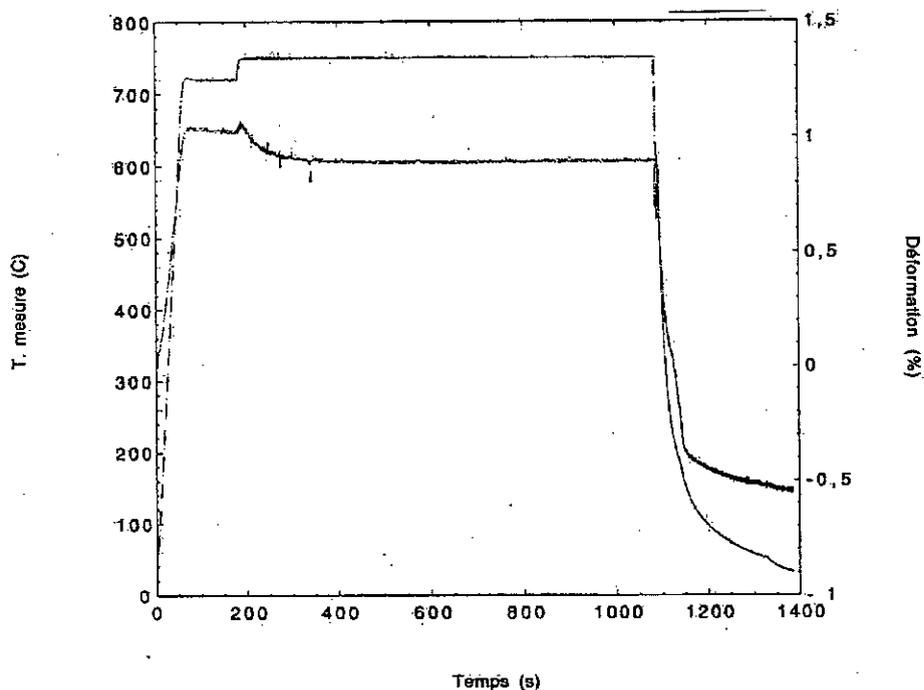


Figure III.2. Courbe dilatométrique de l'acier XC82 austénitisé à 750 °C pendant 900s (B3) [2].

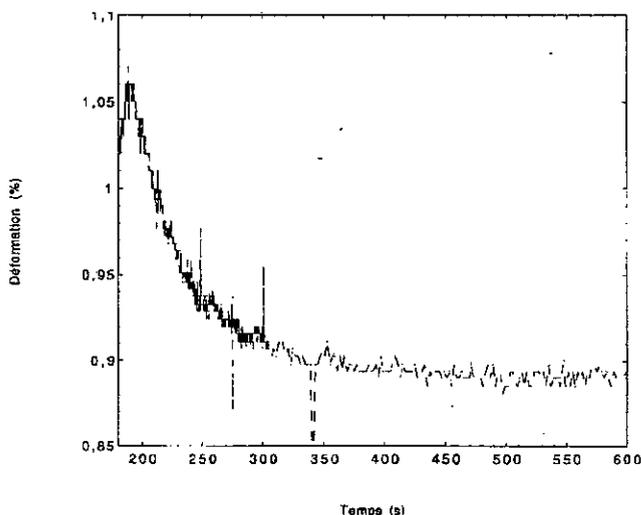


Figure III.3. Détail de la dilatométrie de l'acier XC82 austénitisé à 750 °C pendant 900s (B3) [2].

Cependant, les figures III.4 et III.5 qui illustrent respectivement les micrographies optique et électronique de l'acier XC82 austénitisé à 750 °C pendant 900 secondes montrent le contraire. En effet, et après 900 secondes de traitement, les nodules de cémentite ne sont toujours pas complètement dissous malgré que la contraction sur la courbe dilatométrique, qui correspond au taux de transformation, est de 100 %. Ces nodules sont répartis sur une matrice complètement hétérogène (ferrite + martensite + perlite + éventuellement de l'austénite résiduelle).

Pour confirmer l'existence ou non d'une austénite résiduelle, nous avons fait une analyse par diffraction des rayons X. La figure III.6 représentant une courbe de diffraction de l'échantillon B3 montre clairement qu'il n'y a pas d'austénite résiduelle dans notre échantillon et donc la microstructure de B3 est formée d'une martensite représentative de l'austénite riche en carbone, d'une perlite représentative de l'austénite pauvre en carbone ou bien d'une vitesse de trempe non suffisante pour éviter le nez perlitique, et enfin d'une ferrite non transformée.

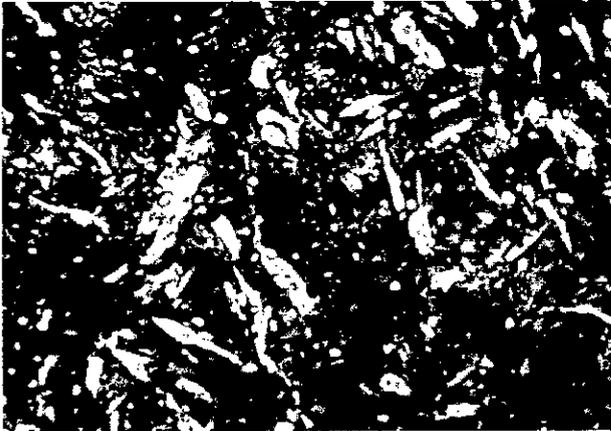


Figure III.4. Micrographie, obtenue par microscopie optique, après 900 s de traitement de l'acier XC82 (B3 $\times 1000$).



Figure III.5. Micrographie, obtenue par microscopie électronique à balayage, après 900 s de traitement de l'acier XC82 (B3).

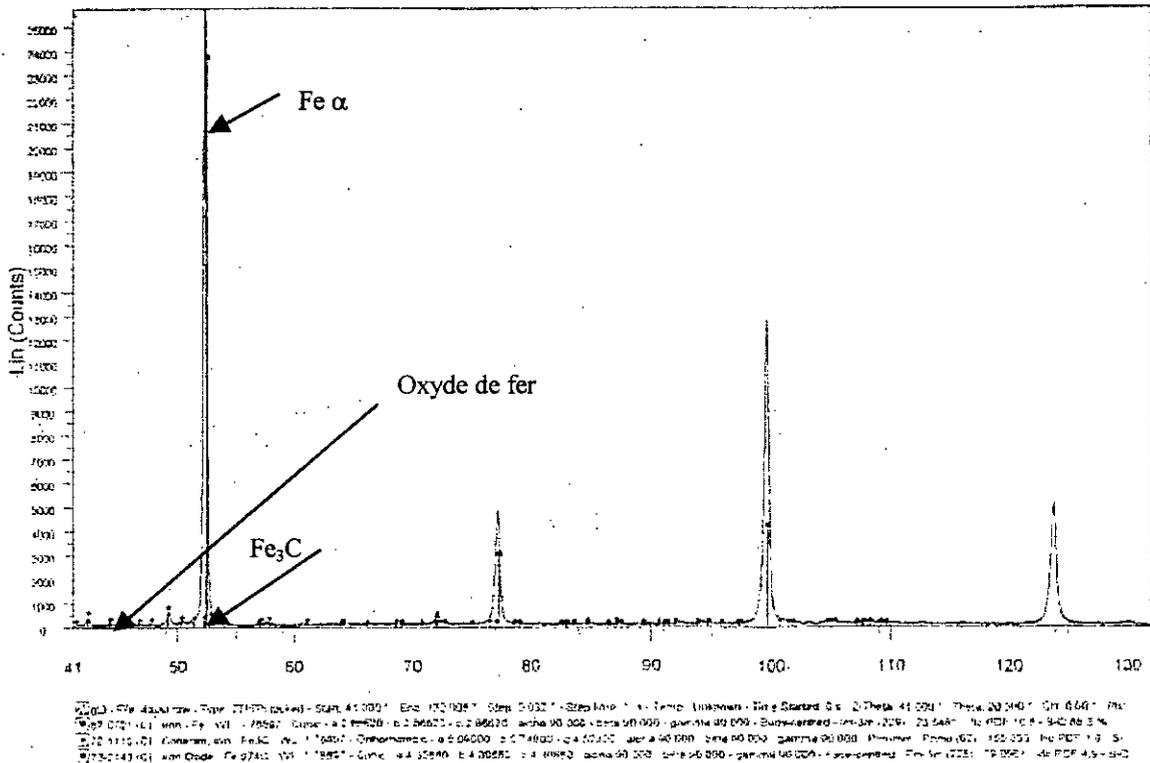


Figure III.6. Diffractogramme X de l'acier XC82 austénétisé à 750°C pendant 900s.

Nous avons ensuite entrepris le même traitement à différents temps de maintien : 10, 22, 35, et 400 secondes, correspondant respectivement à 10, 30, 50 et 90% de transformation (dilatométrique), pour pouvoir suivre l'évolution de la microstructure. On note que : C : température et D : déformation

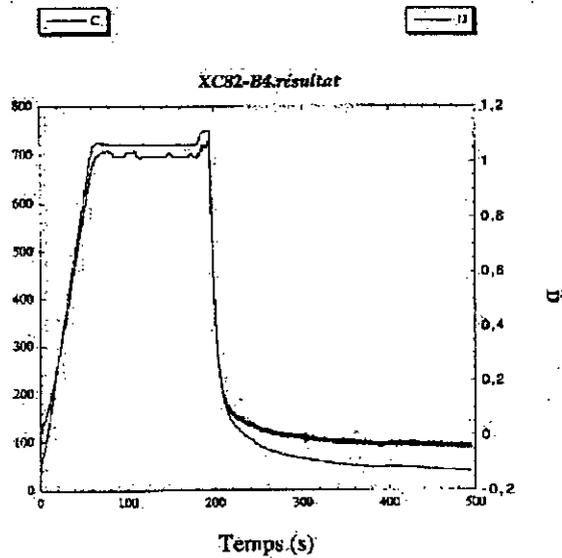


Figure III.7. Courbe dilatométrique de l'acier XC82 austénitisé à 750 °C pendant 10s (B4) [2].

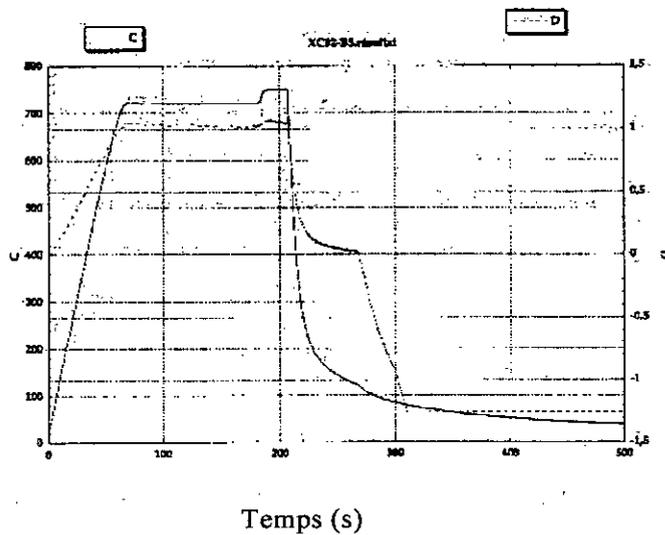


Figure III.8. Courbe dilatométrique de l'acier XC82 austénitisé à 750 °C pendant 22s (B5)

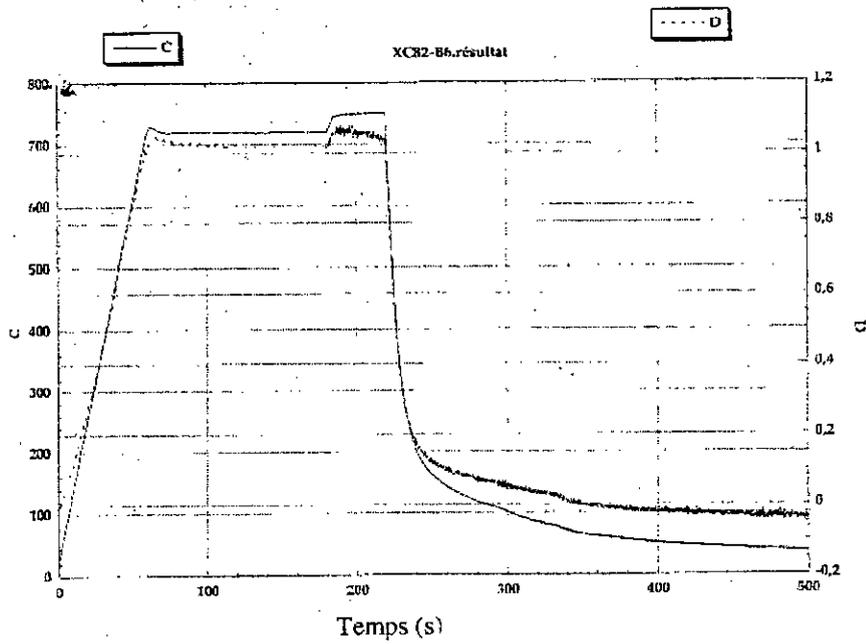


Figure III.9. Courbe dilatométrique de l'acier XC82 austénitisé à 750 °C pendant 35s

(B6)

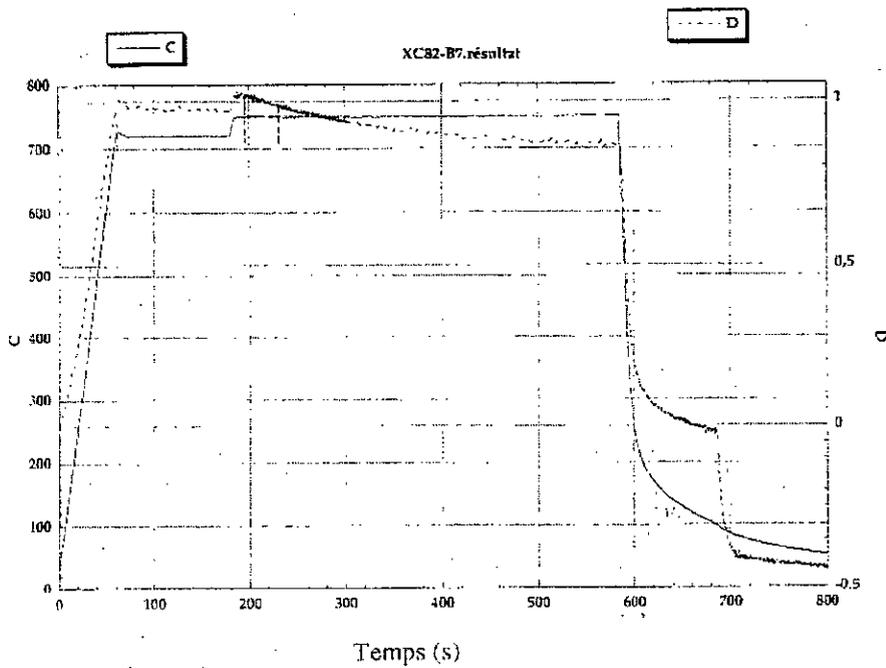


Figure III.10. Courbe dilatométrique de l'acier XC82 austénitisé à 750 °C pendant 400s (B7).

À partir des résultats obtenus par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage, nous avons constaté que :

- après 10 secondes (figures III.11 et III.12), le taux de nodules de cémentite non dissous est important, leur taille est grande, ils sont répartis dans une matrice globalement martensitique. Les nodules ne semblent pas affectés par le traitement;



Figure III.11. Micrographie, obtenue par microscopie optique, après 10 s de traitement de l'acier XC82 (B4 × 1000).



Figure III.12. Micrographie, obtenue par microscopie électronique à balayage, après 10 s de traitement de l'acier XC82 (B4).

- après 22 secondes (figures III.13 et III.14), le taux de nodules de cémentite non dissous et leur taille ont diminué par rapport au premier cas. Ils restent pourtant répartis dans toute la matrice. Concernant celle-ci, l'hétérogénéité est remarquable. Dans certaines zones, de l'austénite s'est formée (présence de martensite), dans d'autres quelques zones perlitiques sont visibles, signe de la présence d'une austénite localement pauvre en carbone ou d'une vitesse de trempe insuffisante pour éviter le nez perlitique, et enfin de la ferrite reste présente. Nous pouvons prétendre que les zones martensitiques sont celles où les nodules de cémentite se sont le plus dissous ;



Figure III.13. Micrographie, obtenue par microscopie optique, après 22 s de traitement de l'acier XC82 (B5 × 1000).

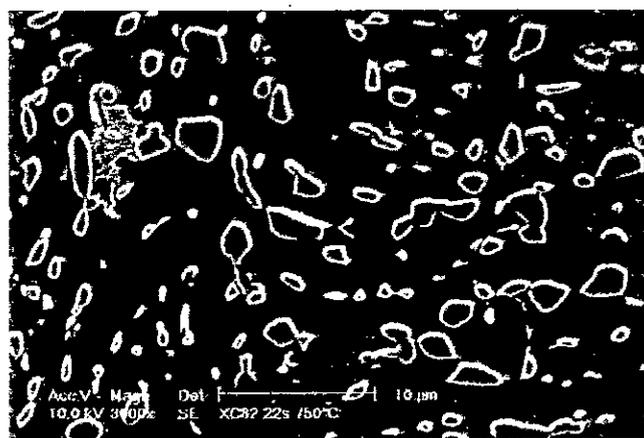


Figure III.14. Micrographie, obtenue par microscopie électronique à balayage, après 22 s de traitement de l'acier XC82 (B5).

D'autres auteurs, tel que A. ROSE et W. STRASSBURG [19], ont réalisé quelques expériences. Ils ont ainsi représenté leurs résultats sous forme de diagramme T.T.A. (figure III.19). Nous pouvons remarquer, en regardant cette figure, que les résultats que nous avons obtenu sont en bon accord avec ceux des auteurs, ainsi qu'avec les résultats de A. Constant et G. Henry [1] (voir figure I.1).

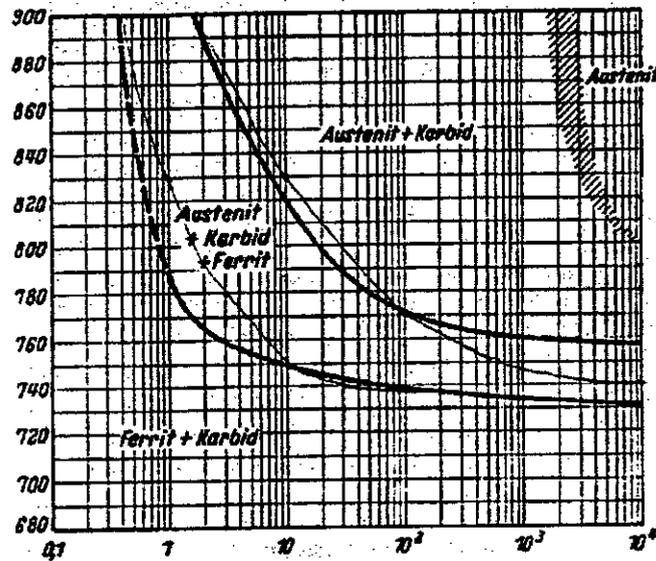


Figure III.19. Diagramme T.T.A. obtenu par ROSE et STRASSBURG [19].

En effet, nous remarquons que l'austénitisation est très lente (de l'ordre de 10000s à une température de 800°C). De plus, l'austénitisation ne sera totale que dans le cas où la température est supérieure à 800 °C. La transformation de la ferrite est également incomplète dans une gamme de température variant de 730 à 760°C. Nous pouvons également remarquer que l'austénite ne germe pas instantanément quelque soit la température. En effet, il existe un temps d'incubation pour la germination de l'austénite à l'interface ferrite – cémentite. Ce temps dépend de la température.

Les premières conclusions tirées de ces investigations expérimentales sont :

- la transformation est complètement hétérogène ;
- la difficulté de révéler et d'interpréter les structures obtenues.

Cependant et vu la complexité de la structure obtenue après traitement (difficulté de séparer la ferrite de la martensite), et la difficulté de quantifier l'austénite qui s'est transformée au chauffage à cause de la présence de la perlite et de la martensite en même temps, ainsi que la contradiction qu'il y a entre les signaux dilatométriques et les micrographies obtenues, nous avons décidé d'effectuer d'autres traitements d'austénitisation avec d'autres temps de maintien et d'autres modes de trempe (voir chapitre II : échantillons B8, B9, B10, B11, et B12).

III.1.3 Résultats des investigations expérimentales complémentaires

Les figures III.20 et III.21 illustrent respectivement la courbe dilatométrique totale, puis agrandie pour faire ressortir les détails, de l'échantillon B8 austénitisé à 750 °C pendant 3 heures (refroidissement four coupé).

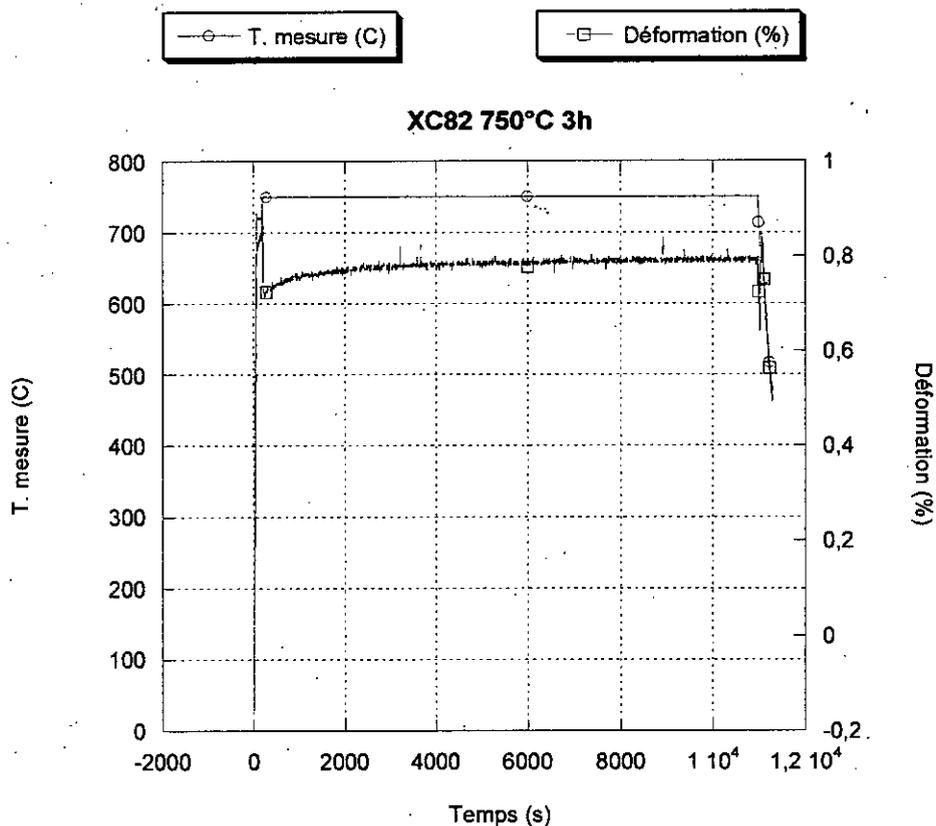


Figure III.20. Courbe dilatométrique totale de l'échantillon B8 austénitisé à 750 °C pendant 3 heures.

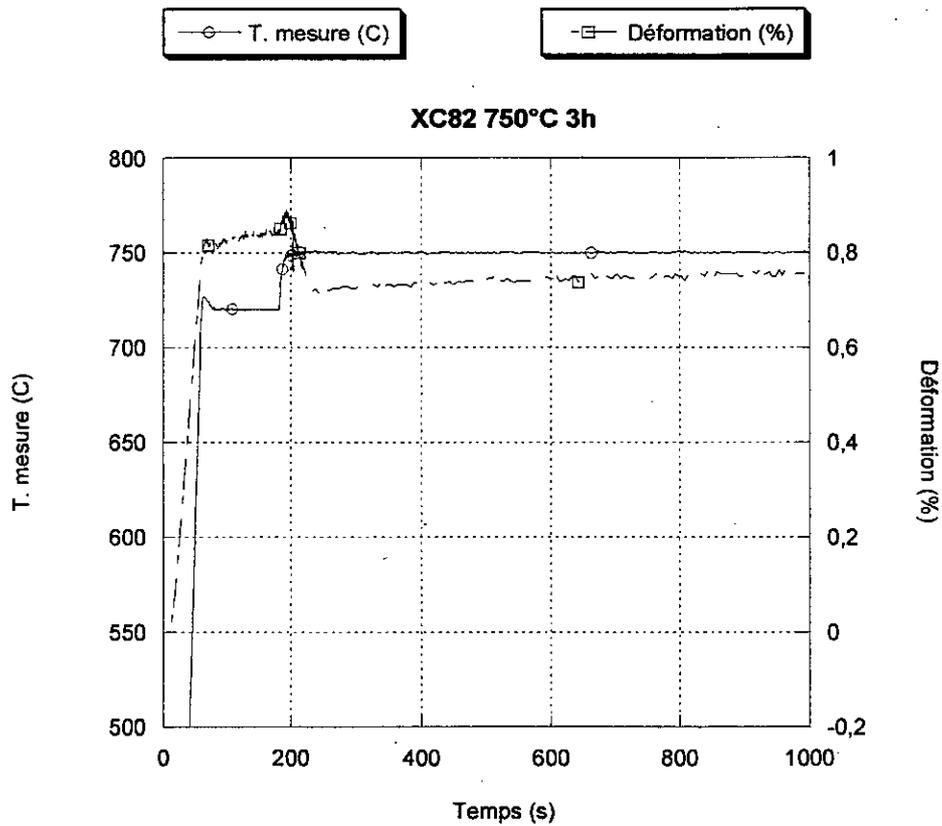


Figure III.21. Courbe dilatométrique agrandie de l'échantillon B8 austénitisé à 750 °C pendant 3 heures.

Les figures III.22 et III.23 montrent respectivement les micrographies optique, et électronique de l'échantillon B8 austénitisé à 750 °C pendant 3 heures.



Figure III.22. Micrographie, obtenue par microscopie optique, après 3heures de traitement de l'acier XC82 (B8 × 1000).

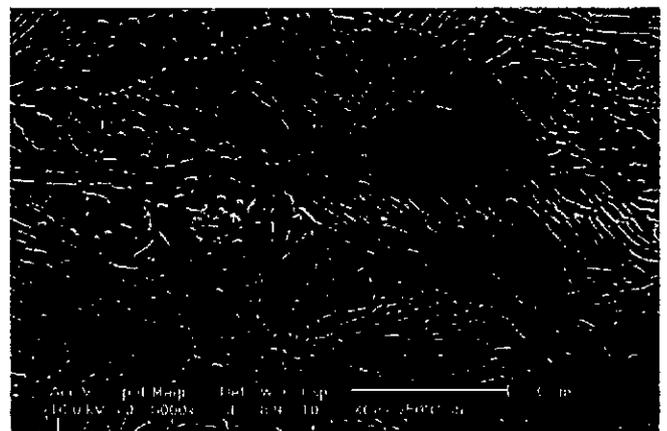


Figure III.23. Micrographie, obtenue par microscopie électronique à balayage, après 3heures de traitement de l'acier XC82 (B8).

À partir des résultats obtenus, nous constatons que même après trois heures de traitement d'austénitisation une petite quantité de nodules de cémentite reste non dissoute, ce qui prouve qu'il faut beaucoup de temps pour dissoudre tous les nodules de cémentite. En plus et à partir des microstructures obtenues, nous constatons que la matrice est presque totalement perlitique (la perlite est représentative de l'austénite qui s'est formée au chauffage) et du coup la quantification de la transformation est plus facile, d'où l'intérêt d'effectuer un refroidissement lent au lieu d'un refroidissement rapide.

Les figures III.24 et III.25 illustrent respectivement la courbe dilatométrique totale, puis agrandie pour faire ressortir les détails, de l'échantillon B9 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes, suivi d'un refroidissement rapide à 650 °C et un maintien de 10 minutes à cette température.

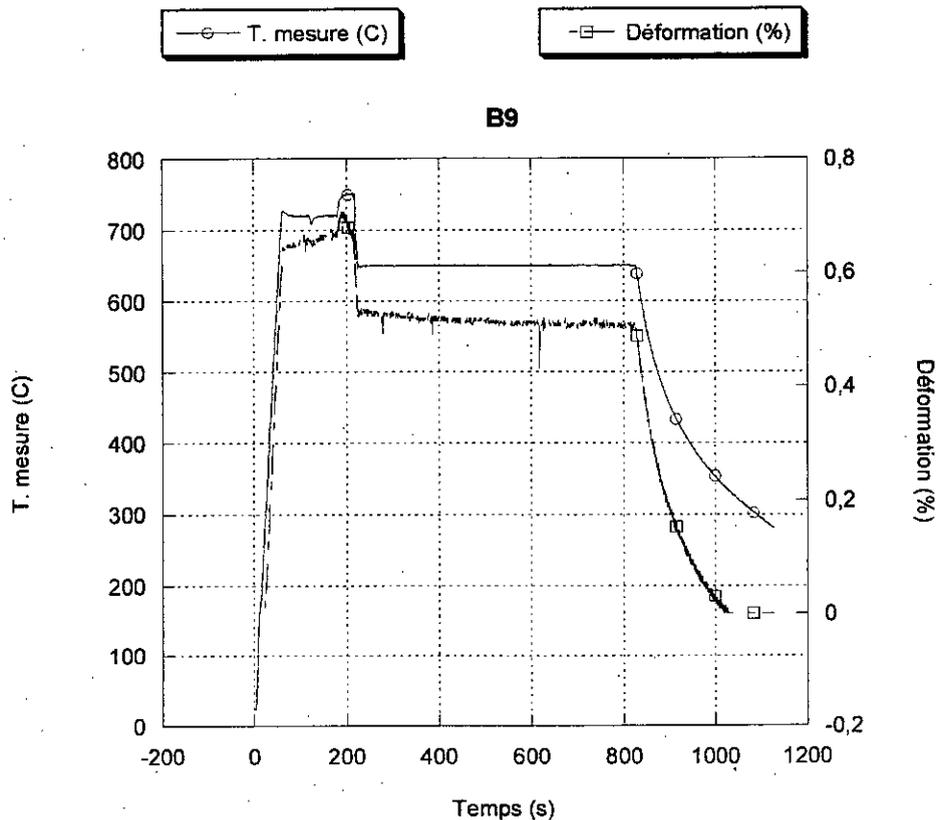


Figure III.24. Courbe dilatométrique totale de l'échantillon B9 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes et maintenu 10 minutes à 650°C.

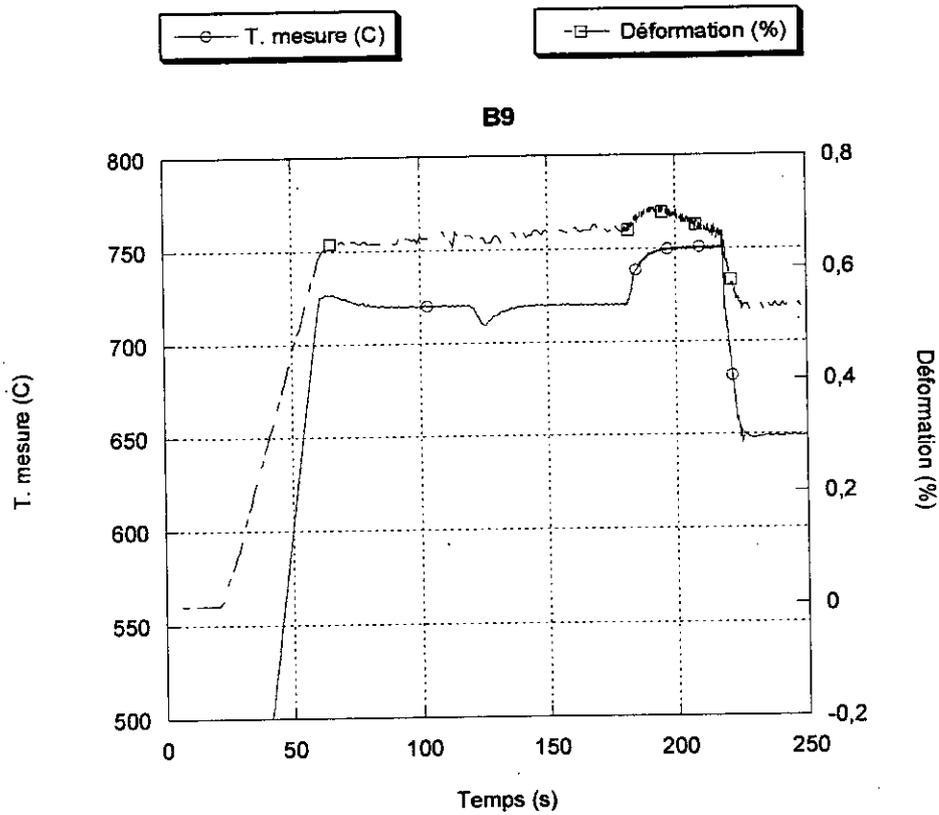


Figure III.25. Courbe dilatométrique agrandie de l'échantillon B9 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes et maintenu 10 minutes à 650°C.

Les figures III.26 et III.27 montrent respectivement les micrographies optique, et électronique de l'échantillon B9 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes, suivi d'un refroidissement rapide à 650 °C et un maintien de 10 minutes à cette température.

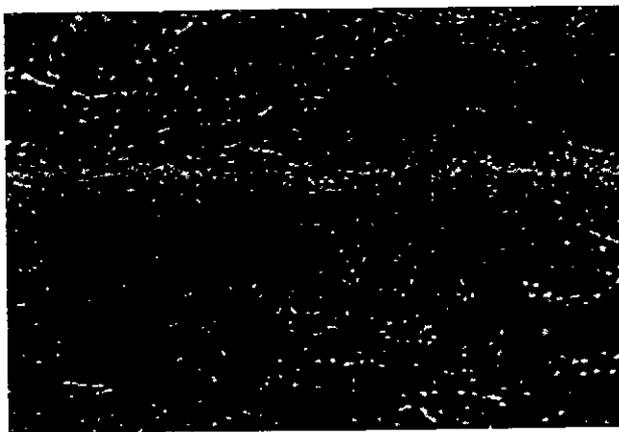


Figure III.26. Micrographie, obtenue par microscopie optique, de l'échantillon B9 (×1000).

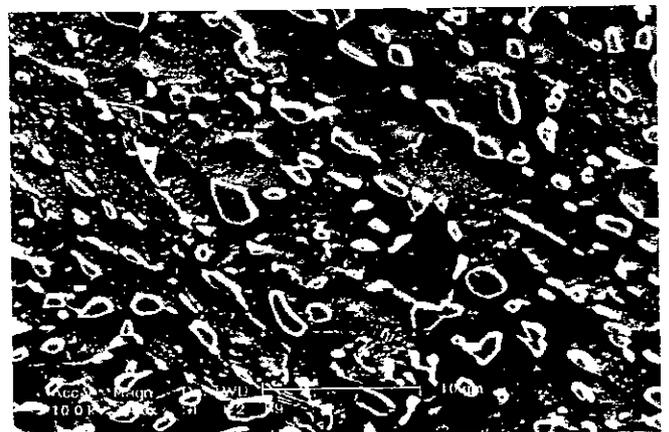


Figure III.27. Micrographie, obtenue par microscopie électronique à balayage, de l'échantillon B9.

D'après les microstructures et malgré que nous avons effectué une trempe rapide dans le domaine perlitique (650 °C) suivie d'un maintien de 10 minutes à cette température, nous constatons que la perlite commence à peine à apparaître même si la contraction sur la courbe dilatométrique, qui correspond au taux de transformation, est à peu près de 50 %. Pour remédier à ce problème, nous avons décidé de maintenir l'échantillon traité (B10) à 650 °C pendant une heure pour essayer de mettre en évidence la structure perlitique.

Les figures III.28 et III.29 illustrent respectivement la courbe dilatométrique totale, puis agrandie pour faire ressortir les détails, de l'échantillon B10 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes, suivi d'un refroidissement rapide à 650 °C et un maintien d'une heure à cette température.

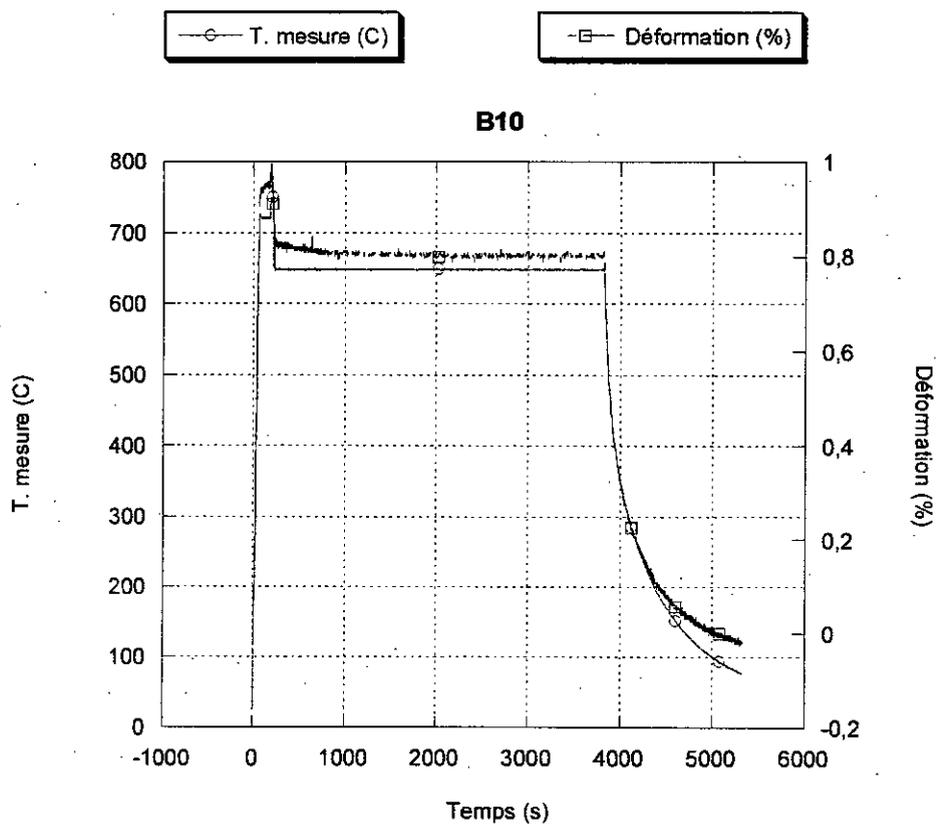


Figure III.28. Courbe dilatométrique totale de l'échantillon B10 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes et maintenu 1 heure à 650°C.

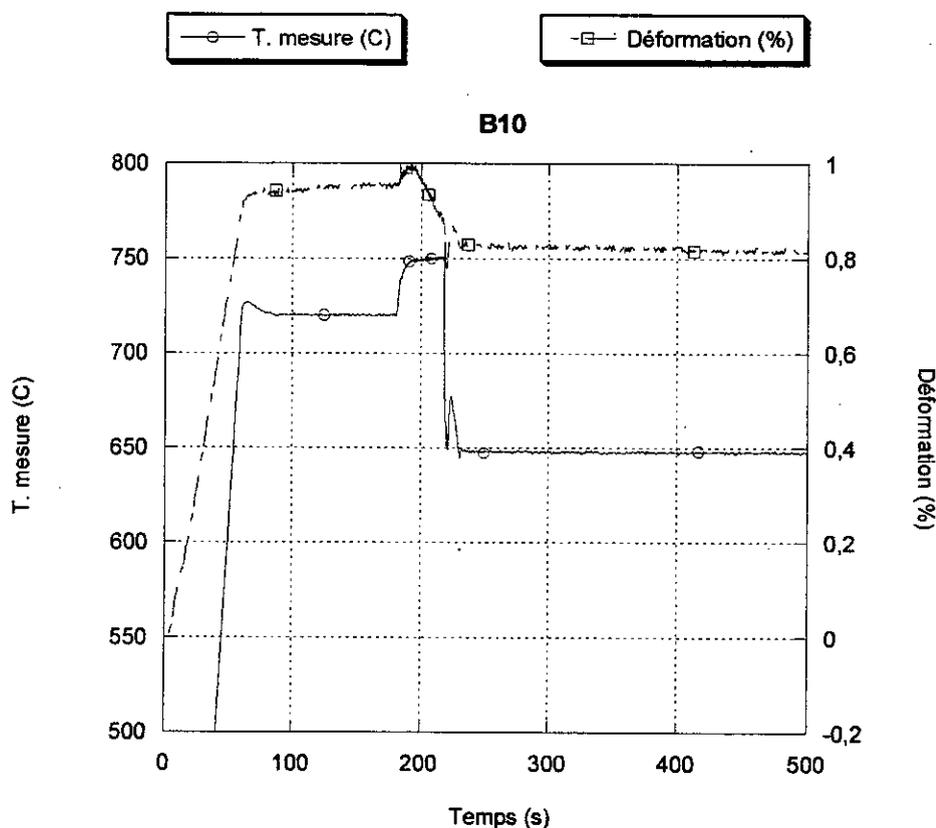


Figure III.29. Courbe dilatométrique agrandie de l'échantillon B10 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes et maintenu 1 heure à 650°C.

Les figures III.30 et III.31 montrent respectivement les micrographies optique, et électronique de l'échantillon B10 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes, suivi d'un refroidissement rapide à 650 °C et un maintien d'une heure à cette température.

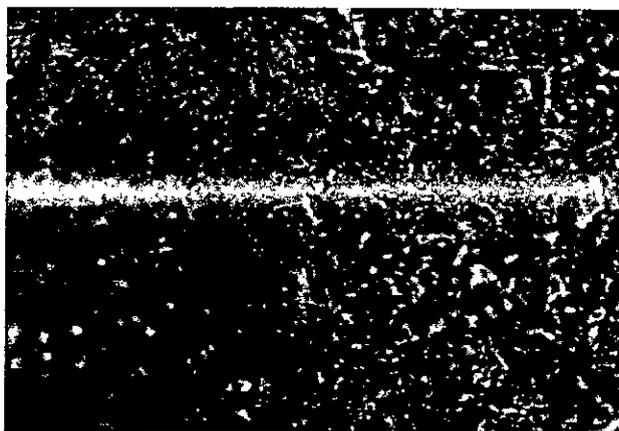


Figure III.30. Micrographie, obtenue par microscopie optique, de l'échantillon B10 (×1000)

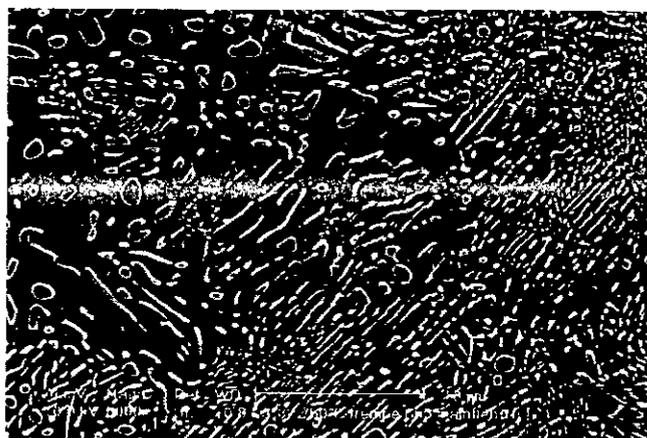


Figure III.31. Micrographie, obtenue par microscopie électronique à balayage, de l'échantillon B10.

Nous constatons qu'après un long maintien (1heure) à une température de 650 °C, la perlite est majoritaire et apparaît d'une façon plus nette que précédemment, signe de la formation d'une austénite à la température du traitement. Cependant cette transformation perlitique ne se traduit pas par une dilatation sur la courbe dilatométrique.

Pour confirmer que la non dilatation n'est pas due à des problèmes de manipulation, nous avons décidé de refaire le même traitement.

Les figures III.32 et III.33 illustrent respectivement la courbe dilatométrique totale, puis agrandie pour faire ressortir les détails, de l'échantillon B12 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes, suivi d'un refroidissement rapide à 650 °C et un maintien d'une heure à cette température.

Pour vérifier qu'on n'a pas de dilatation, nous avons comparé les courbes dilatométriques de nos échantillons avec celle du pyros (échantillon témoin).

Les figures III.34 et III.35 illustrent respectivement la courbe dilatométrique totale, puis agrandie pour faire ressortir les détails, du pyros austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes, suivi d'un refroidissement rapide à 650 °C et un maintien de 10 minutes à cette température.

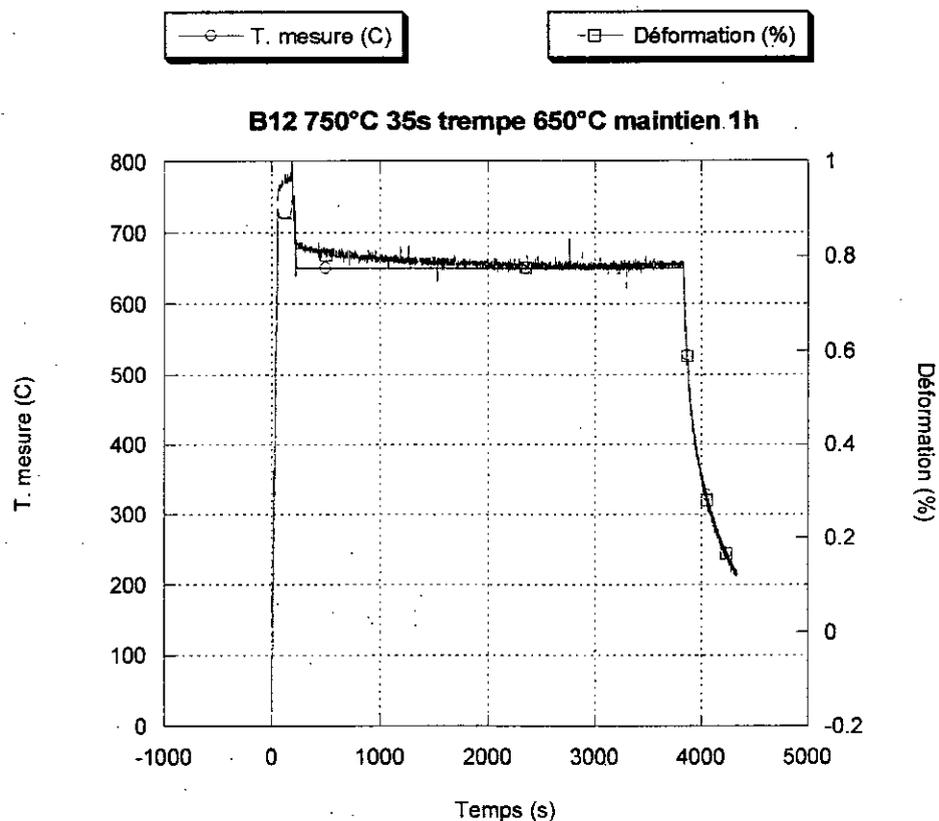


Figure III.32. Courbe dilatométrique totale de l'échantillon B12 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes et maintenu 1 heure à 650°C.

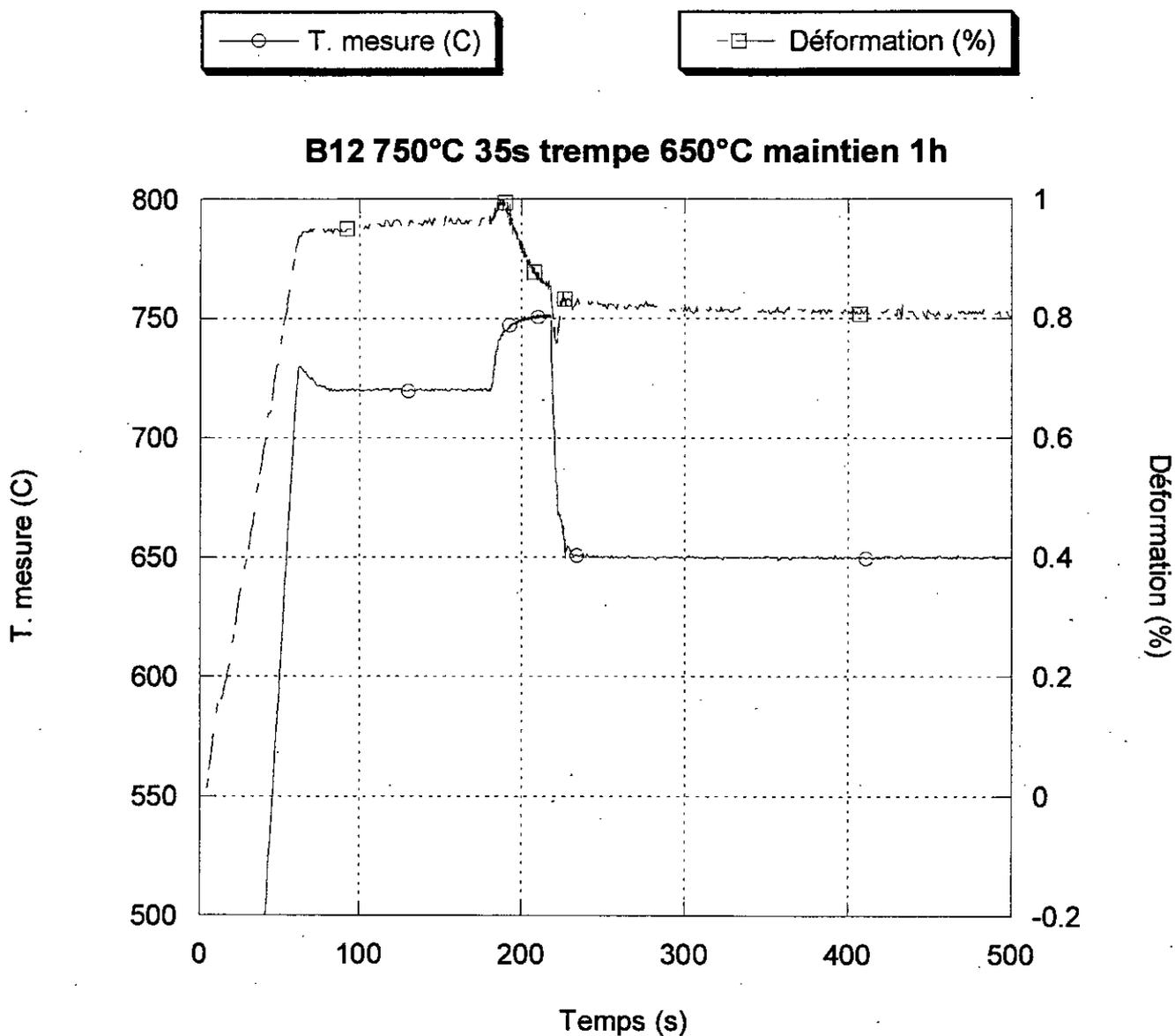


Figure III.33. Courbe dilatométrique agrandie de l'échantillon B12 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes et maintenu 1 heure à 650°C.

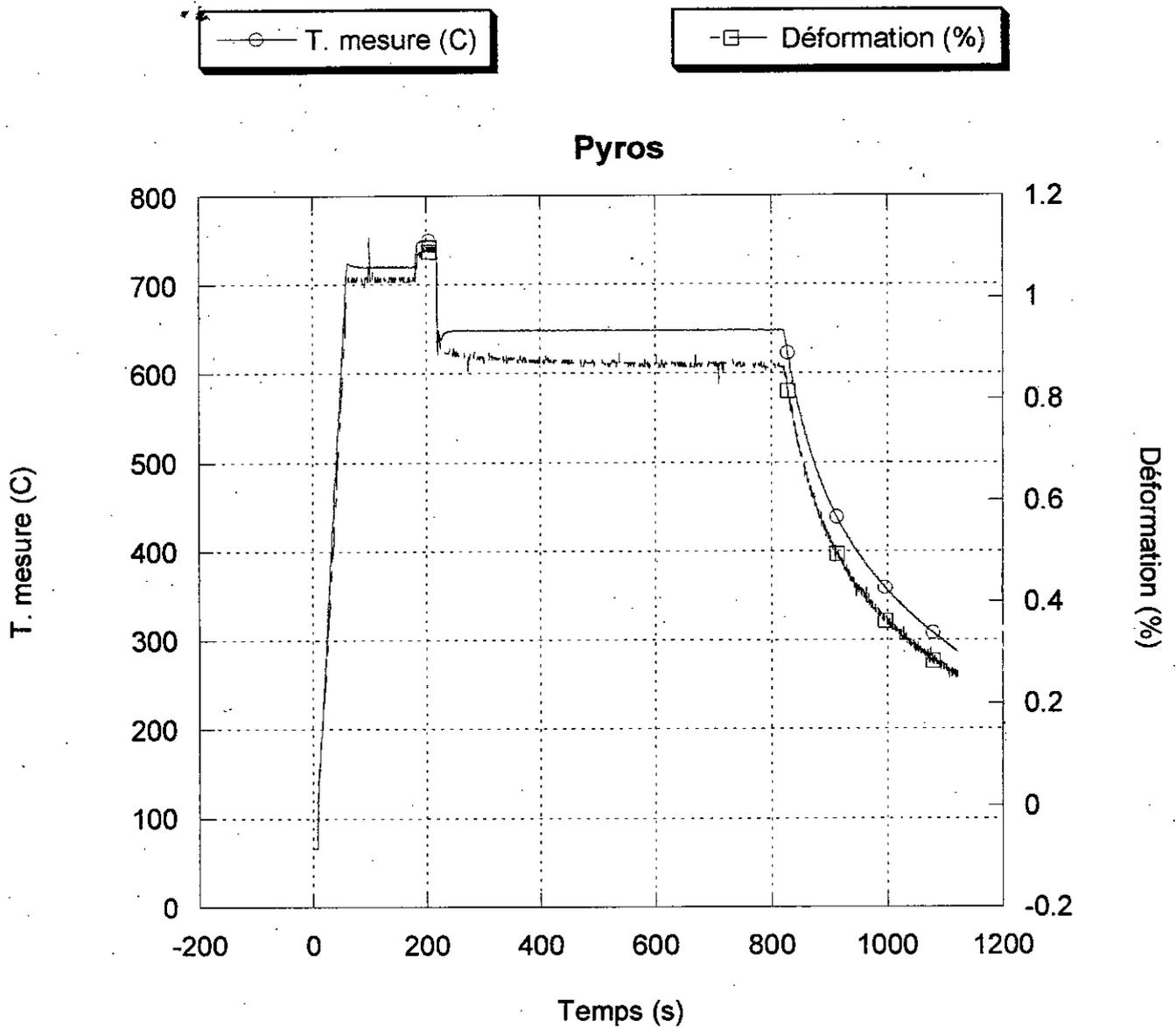


Figure III.34. Courbe dilatométrique totale du pyros austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes et maintenu 10 minutes à 650°C.

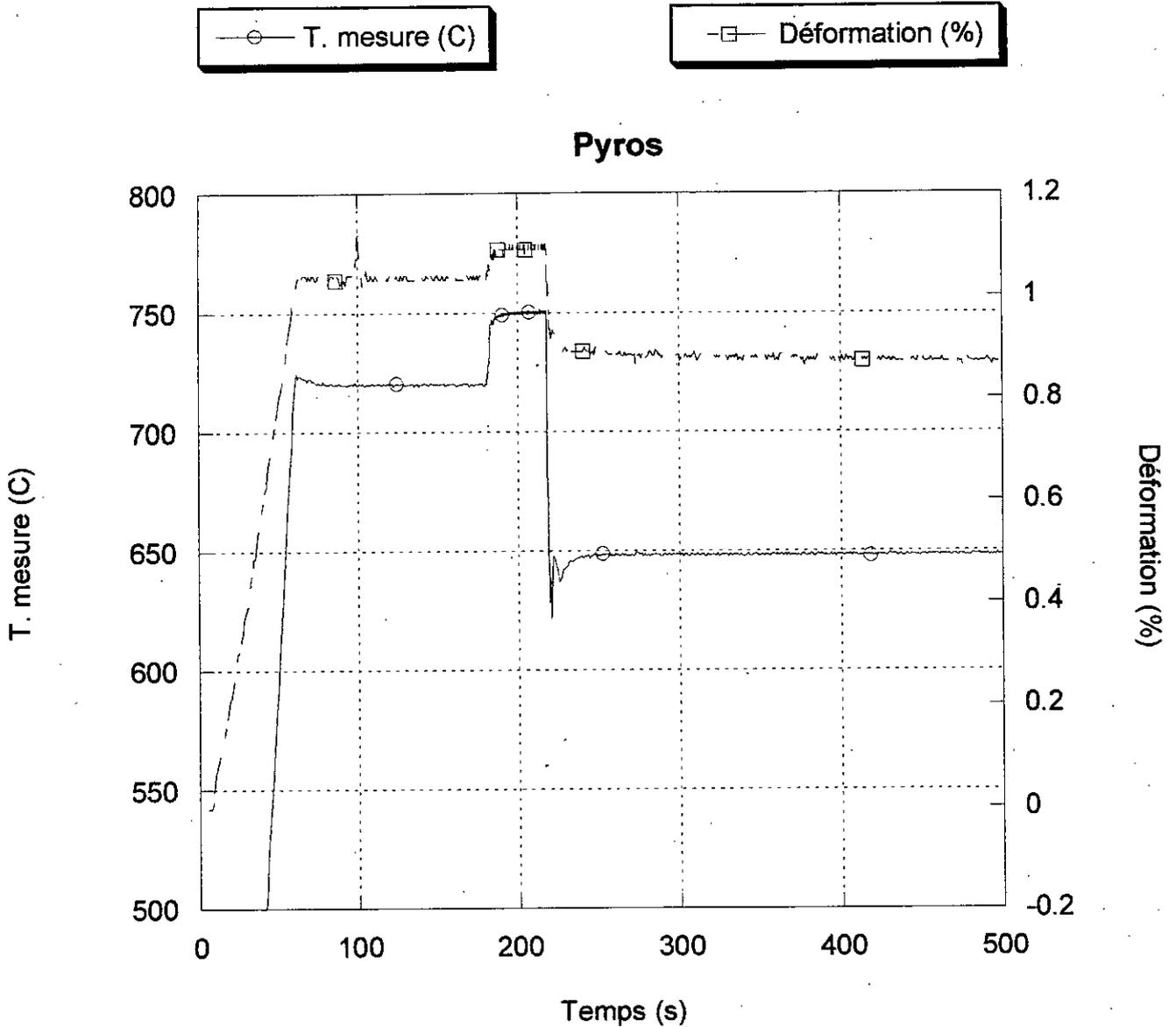


Figure III.35. Courbe dilatométrique agrandie du pyros austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes et maintenu 10 minutes à 650°C.

En comparant la courbe dilatométrique du Pyros avec celles de nos échantillon, nous remarquons bien qu'elles sont pratiquement les mêmes d'où la confirmation de la non dilatation même si la transformation austénite – perlite a bien lieu.

Pour expliquer la structure dégénérée de la perlite, nous avons effectué un traitement plus long à 750 °C (3 heures).

Les figures III.36 et III.37 illustrent respectivement la courbe dilatométrique totale, puis agrandie pour faire ressortir les détails, de l'échantillon B11 austénitisé à 750 °C pendant 3 heures, suivi d'un refroidissement rapide à 650 °C et un maintien d'une heure à cette température.

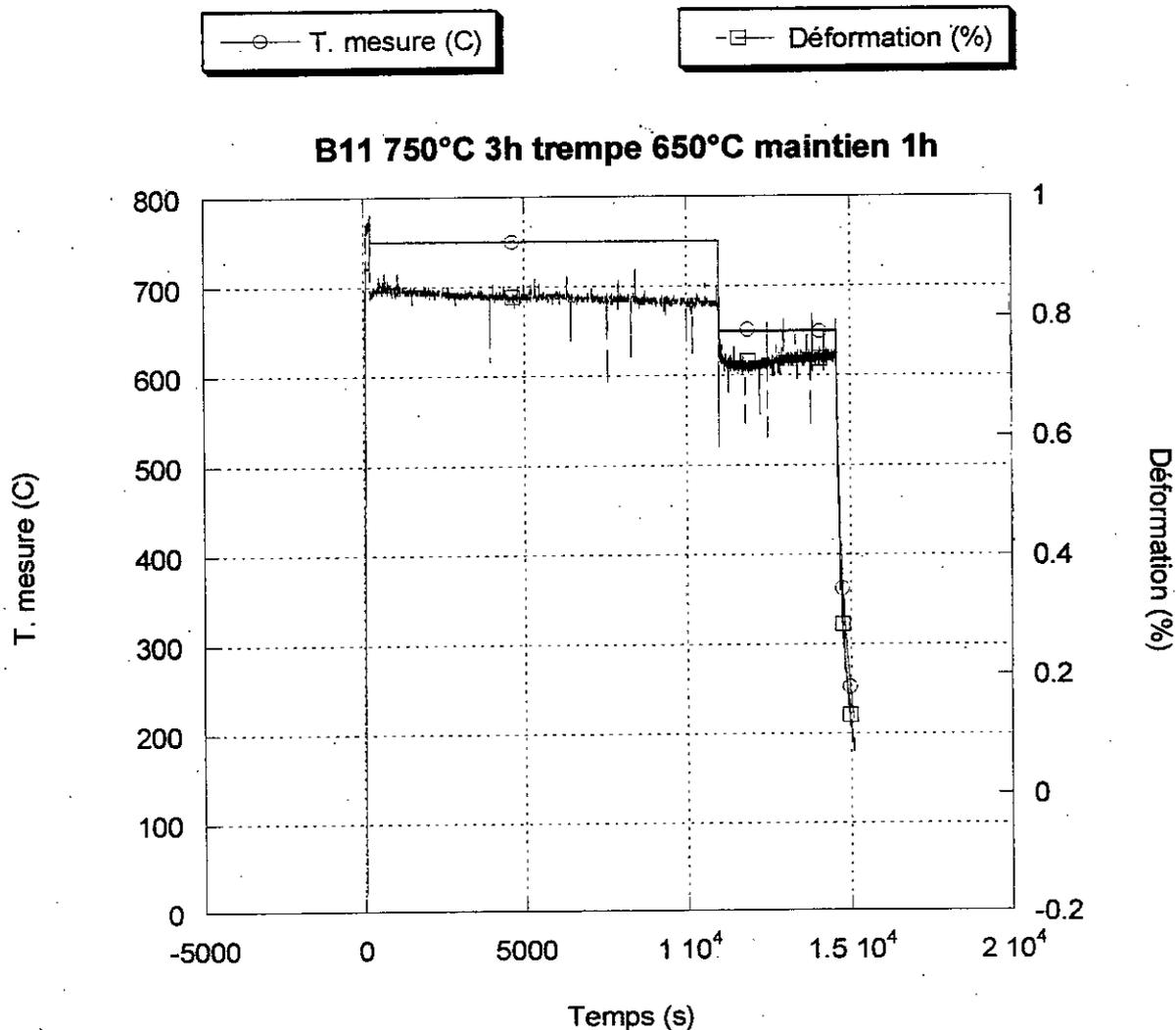


Figure III.36. Courbe dilatométrique totale de l'échantillon B11 austénitisé à 750 °C pendant 3 heures et maintenu 1 heure à 650°C.

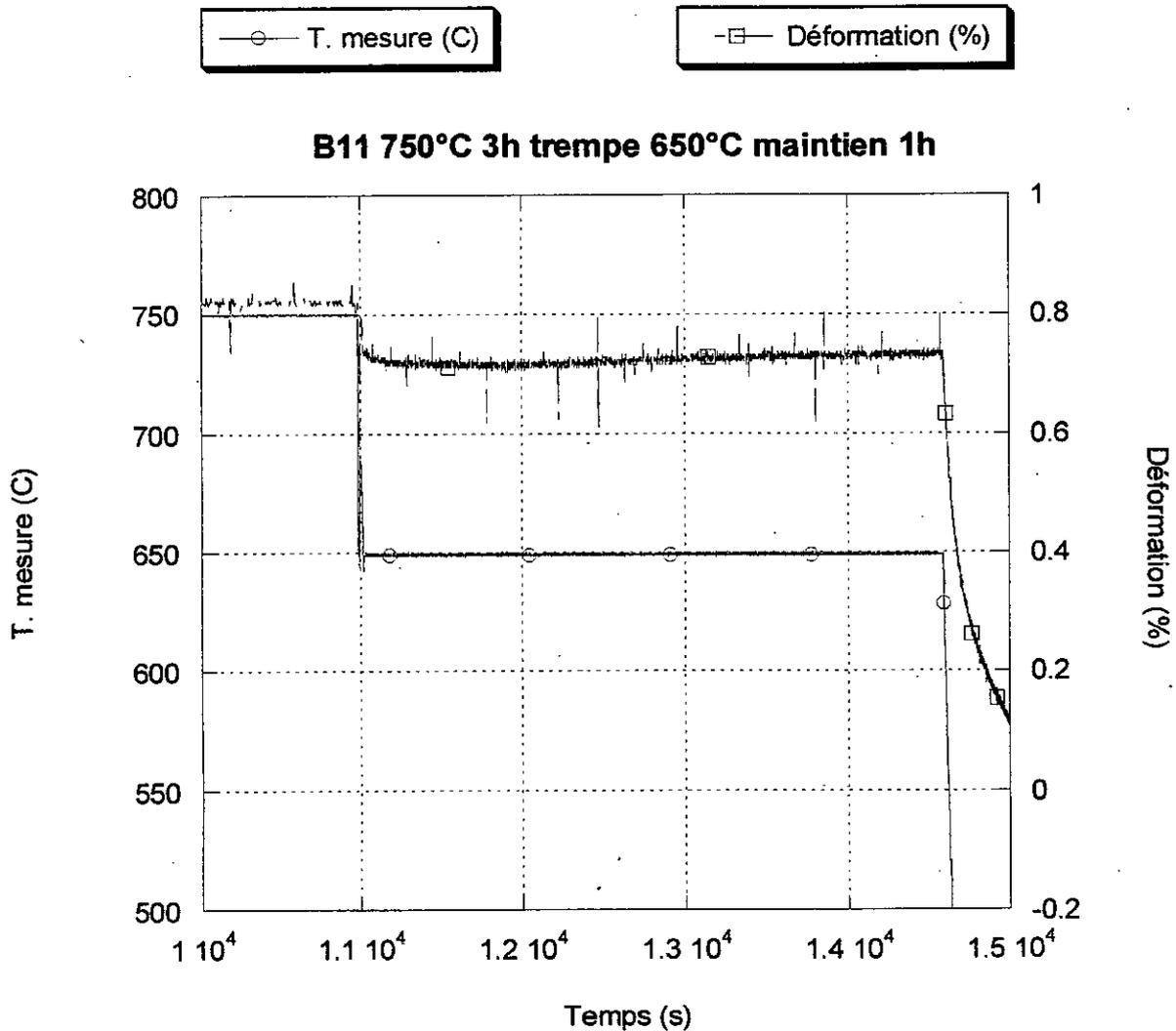


Figure III.37. Courbe dilatométrique agrandie de l'échantillon B11 austénitisé à 750 °C pendant 3 heures et maintenu 1 heure à 650°C.

Nous avons observé la structure de B11 en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage.

Les figures III.38 et III.39 montrent respectivement les micrographies optique, et électronique de l'échantillon B11 austénitisé à 750 °C pendant 3 heures et maintenu à 650 °C pendant 1 heure.

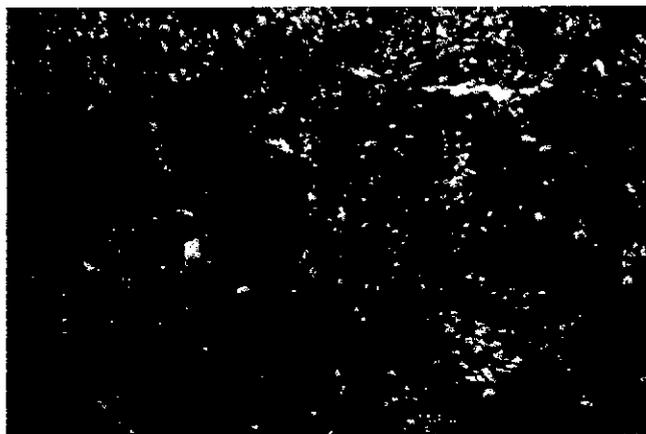


Figure III.38. Micrographie, obtenue par microscopie optique, de l'échantillon B11 ($\times 1000$)

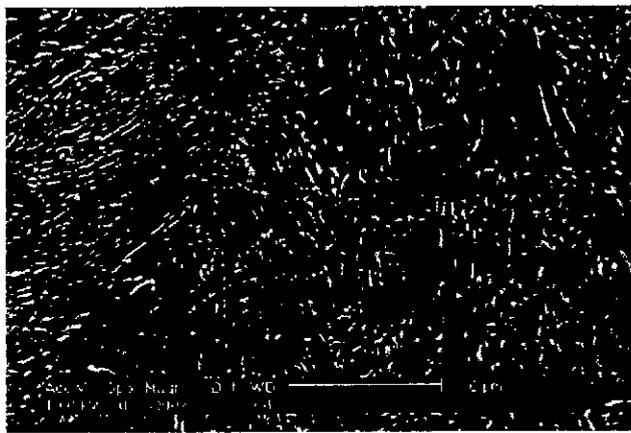


Figure III.39. Micrographie, obtenue par microscopie électronique à balayage, de l'échantillon B11.

Nous remarquons qu'après un traitement long, la transformation austénite – perlite observée en microscopie se traduit bien par une dilatation notable sur les courbes dilatométriques, ce qui n'est pas le cas de la transformation lors d'un maintien de 35 secondes à 750 °C.

Nous confirmons bien à partir de ces micrographies qu'après 3 heures de traitement la perlite est très régulière signe d'une formation d'une austénite homogène à 750°C.

En comparant les deux microstructures, celle du B12 et du B11, nous constatons que 35 secondes est un temps insuffisant pour que l'austénite qui se forme s'enrichisse en carbone et s'homogénéise et du coup elle donne naissance à une perlite dégénérée après trempe. Par contre et après 3heures de traitement l'austénite formée est riche en carbone et est donc homogène ce qui fait qu'elle donne naissance à une perlite parfaitement régulière après trempe.

En conclusion, nous pouvons dire que la perlite, qu'elle soit dégénérée ou bien régulière est due à l'austénite qui est respectivement soit hétérogène soit homogène.

Pour pouvoir voir la forme qu'a la perlite après différents traitements, nous avons décidé d'observer les échantillons B9, B11, et B12 en microscopie électronique en transmission.

III.1.4 Résultats de l'observation en microscopie électronique en transmission

Les figures III.40 et III.41 montrent deux micrographies en microscopie électronique en transmission de l'échantillon B9 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes et maintenu à 650 °C pendant 10 minutes.



Figure III.40. Micrographie, obtenue par microscopie électronique en transmission, de l'échantillon B9.



Figure III.41. Micrographie, obtenue par microscopie électronique en transmission, de l'échantillon B9.

Nous pouvons voir clairement la structure perlitique sur ces micrographies ce qui n'était pas le cas dans les micrographies MEB, et nous pouvons dire donc qu'après 10 minutes de maintien à 650 °C la perlite a eu assez du temps pour se former. Cependant, la perlite formée est dégénérée.

Les figures III.42 et III.43 montrent deux micrographies en microscopie électronique en transmission de l'échantillon B12 austénitisé à 750 °C pendant 35 secondes et maintenu à 650 °C pendant 1 heure.



Figure III.42. Micrographie, obtenue par microscopie électronique en transmission, de l'échantillon B12.



Figure III.43. Micrographie, obtenue par microscopie électronique en transmission, de l'échantillon B12.

Nous confirmons à partir de ces deux micrographies qu'après un traitement de 35 secondes à 750 °C suivi d'une trempe à 650 °C et un maintien d'une heure à cette température, la perlite représentative de l'austénite qui s'est formée à 750 °C est complètement dégénérée du fait de l'hétérogénéité de cette dernière.

Les figures III.44 et III.45 montrent deux micrographies en microscopie électronique en transmission de l'échantillon B11 austénitisé à 750 °C pendant 3 heures et maintenu à 650 °C pendant 1 heure.



Figure III.44. Micrographie, obtenue par microscopie électronique en transmission, de l'échantillon B11.



Figure III.45. Micrographie, obtenue par microscopie électronique en transmission, de l'échantillon B11.

Nous constatons qu'après un traitement de 3 heures à 750 °C suivi d'une trempe à 650 °C et un maintien d'une heure à cette température, la perlite formée à 650 °C est très régulière signe que l'austénite qui s'est formée à 750 °C est homogène.

III.2 Résultats de l'analyse quantitative et de la simulation numérique

Cette analyse consiste à calculer le taux de cémentite en fonction du temps de maintien à la température d'austénitisation, à l'aide d'un programme écrit sur le logiciel Aphélon.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau III.1

Echantillon	Temps de traitement (s)	Taux de cémentite f (%)
Acier globulisé		11.290 ± 1.428
B4	10	9.784 ± 1.352
B5	22	8.570 ± 1.276
B6	35	7.030 ± 1.155
B7	400	4.080 ± 0.900
B3	900	1.947 ± 0.632
B8	10800	1.060 ± 0.464

L'erreur σ a été calculée à partir de la formule :
$$\sigma = \sqrt{\frac{f^*(1-f^*)}{\text{nombre de points analysés}}}$$

f^* : taux de phase calculée.

Le résultat final est donné sous la forme $f = f^* \pm 2\sigma$.

La variation du taux de cémentite en fonction du temps d'austénitisation est illustrée par la figure III.46.

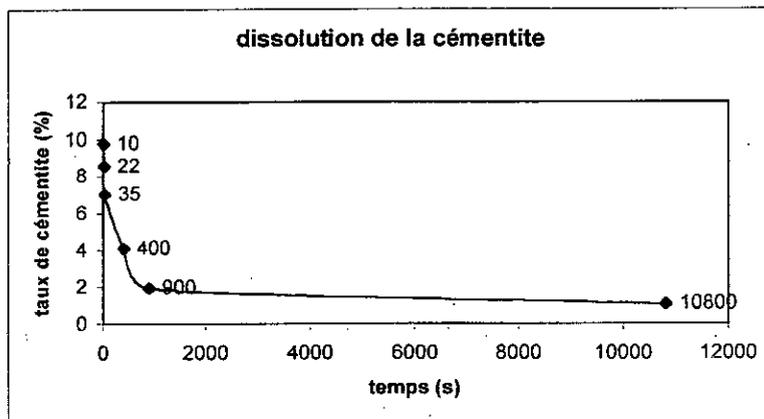


Figure III.46. Taux de dissolution de la cémentite en fonction du temps d'austénitisation.

Nous constatons que la dissolution de la cémentite est rapide dans les premiers stades de transformation. Par contre, elle est très lente après qu'on ait atteint 100% de transformation sur la courbe dilatométrique et il faut beaucoup du temps pour arriver à dissoudre tous les nodules de cémentite (c'est ce qui a été conclu par MOLINDER [4] lors de son étude, voir

chapitre I). En effet la cinétique de diffusion du carbone dans l'austénite est très rapide au début de la transformation. Cette cinétique est nettement ralentie au fur et à mesure que l'austénite s'enrichit en carbone provenant des nodules de cémentite.

La simulation numérique a été réalisée au laboratoire de science et génie des matériaux métallique (LSG2M) [19] à l'aide du logiciel DICTRA (annexe 2).

En premier lieu l'équilibre initial a été calculé à 715 °C à l'aide du logiciel THERMOCALC afin de connaître le taux de phase et la concentration de chaque phase en carbone et en manganèse. D'après THERMOCALC, la cémentite contient 6,68 % pds de C, l'austénite en contient 0,816 % pds du côté de la cémentite et 0,488 % pds du côté de la ferrite qui elle, en contient 0,012 % pds. De même pour le manganèse, la cémentite en contient 2,49 % pds, l'austénite en contient 0,5 % pds, et la ferrite 0,23 % pds.

Les calculs DICTRA sont effectués pour une cellule de taille 1,5 μm . les résultats obtenus sont représentés sur les figures III.47 à III.49 pour l'évolution des taux de phase en fonction du temps et de III.50 à III.53 pour les évolutions des profils de concentration en carbone et en manganèse en fonction du temps.

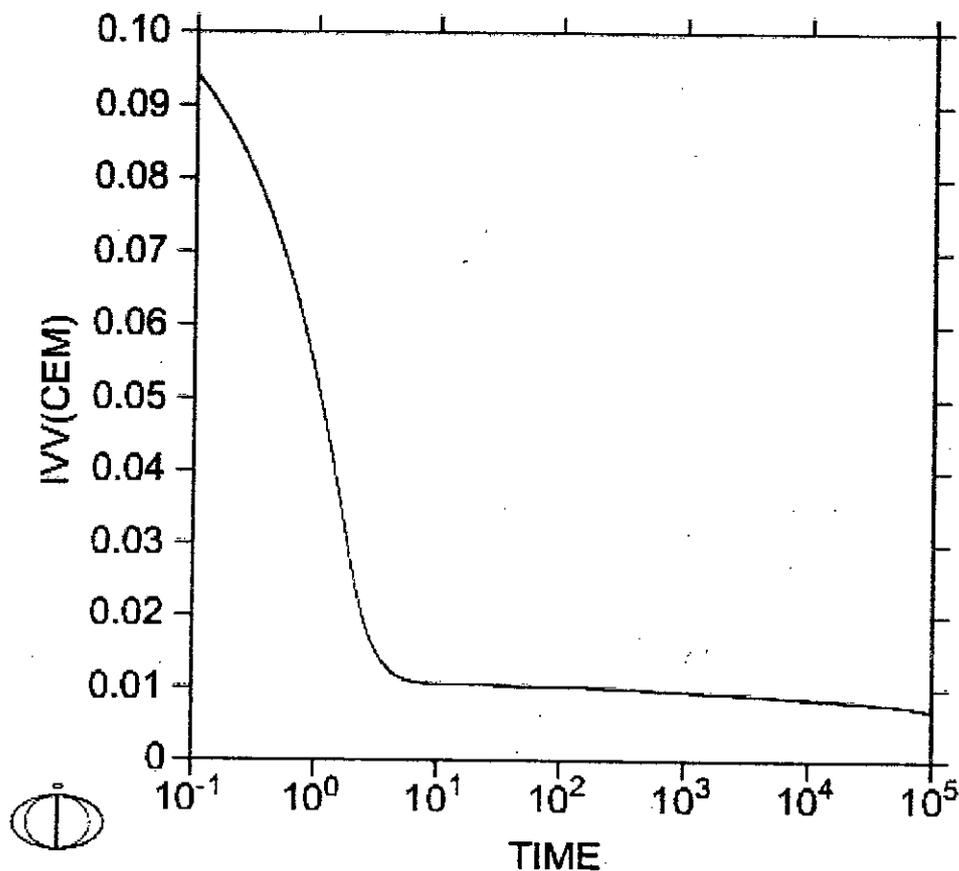


Figure III.47. Taux de cémentite en fonction du temps

Nous constatons que la dissolution de la cémentite est très rapide dans les premiers stades de transformation (moins de 2 secondes), cette dissolution est beaucoup plus rapide que celle dans le cas expérimental, cet écart peut provenir de la modélisation. En effet DICTRA suppose que la germination de l'austénite se fait instantanément sur l'ensemble des interfaces et que la croissance se produit de manière uniforme ce qui n'est pas le cas expérimentalement parce que l'austénite prends du temps pour germer. Après cette première étape de dissolution rapide, nous observons un fort ralentissement de la cinétique de dissolution ce qui est tout à fait en accord avec les résultats expérimentaux.

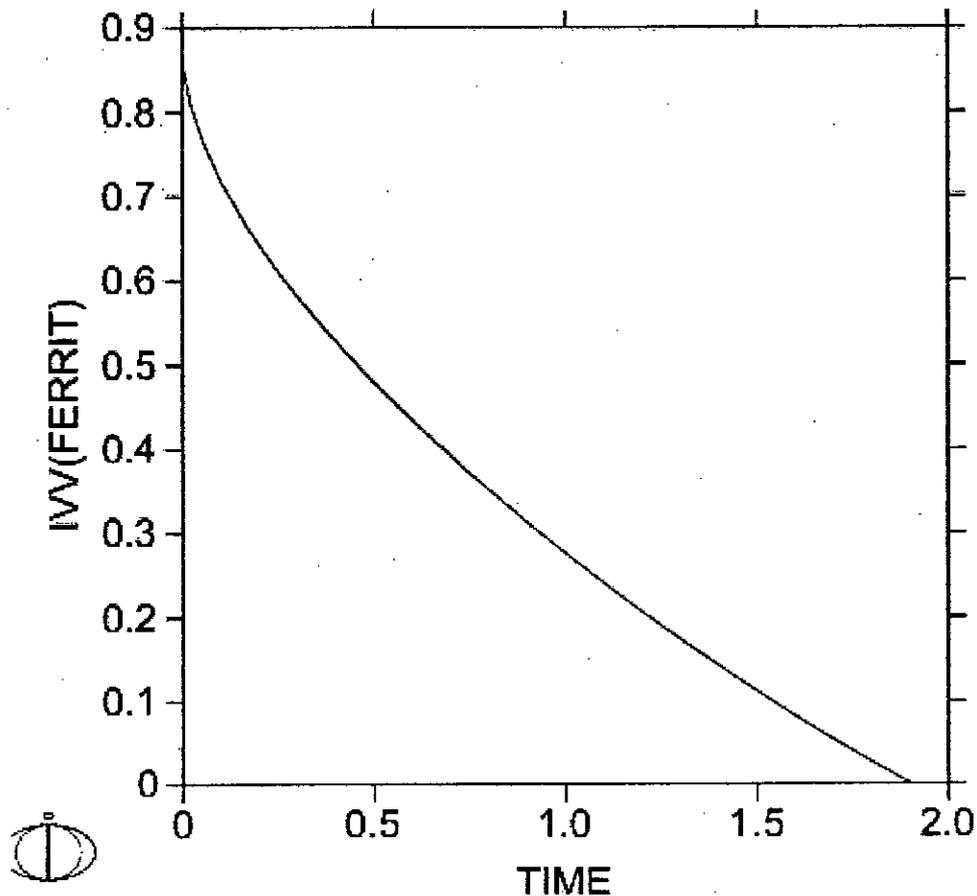


Figure III.48. Taux de ferrite en fonction du temps

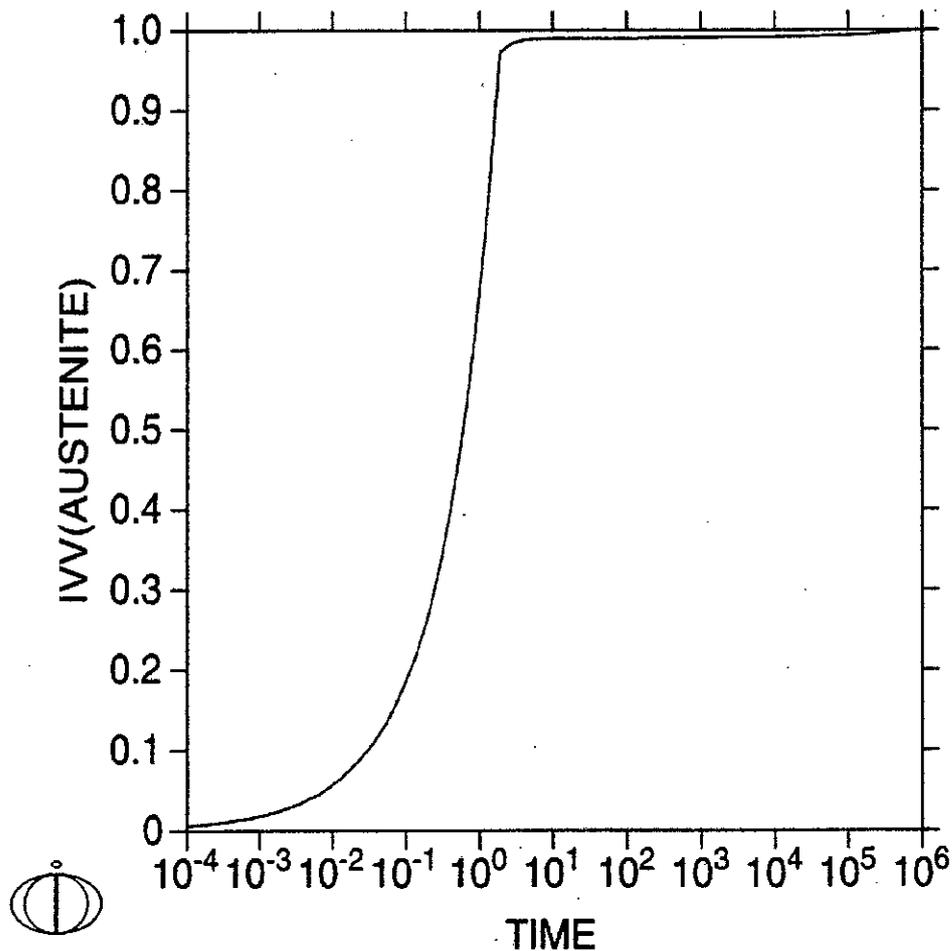


Figure III.49. Taux d'austénite en fonction du temps

Nous remarquons que la ferrite se dissout très rapidement (moins de deux secondes), la cinétique d'austénitisation est très rapide jusqu'à 98 % puis se ralentit fortement.

Comme l'ont remarqué certains auteurs [8, 9, 15, 21, 22], la croissance de l'austénite est d'abord contrôlée par la diffusion du carbone puis par la diffusion du manganèse qui est beaucoup plus lente. De même la dissolution de la cémentite se fait d'abord par diffusion du carbone puis par diffusion du manganèse dans la cémentite et dans l'austénite.

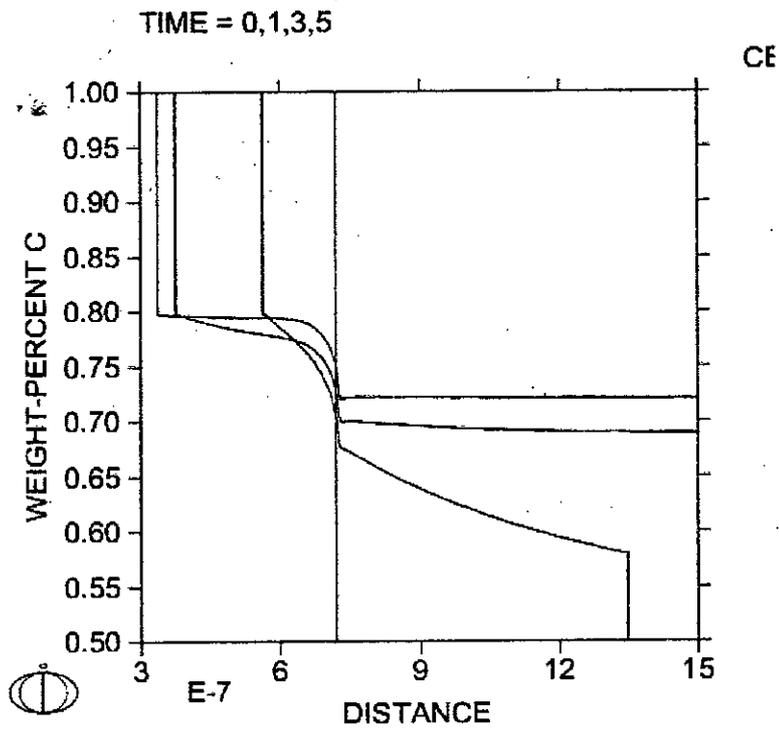


Figure III.50. Profil de carbone dans la cellule à divers instants ($t = 0, 1, 3, 5$ s).

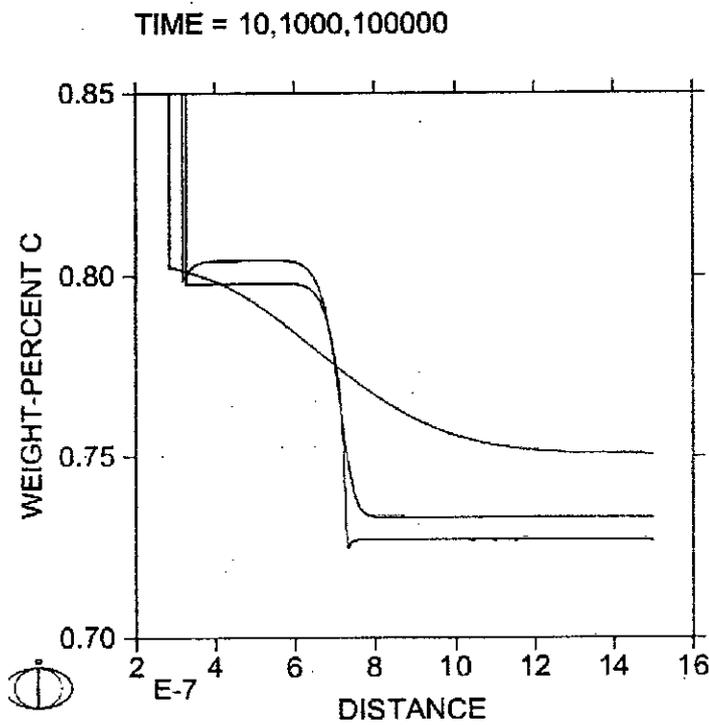


Figure III.51. Profil de carbone dans la cellule à divers instants ($t = 10, 1000, 100000$ s).

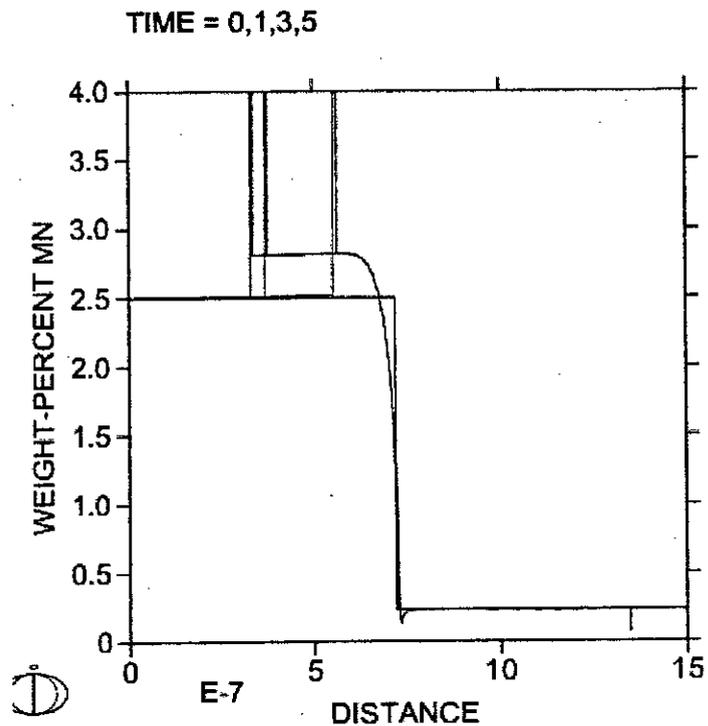


Figure III.52. Profil du manganèse dans la cellule à divers instants ($t = 0, 1, 3, 5s$).

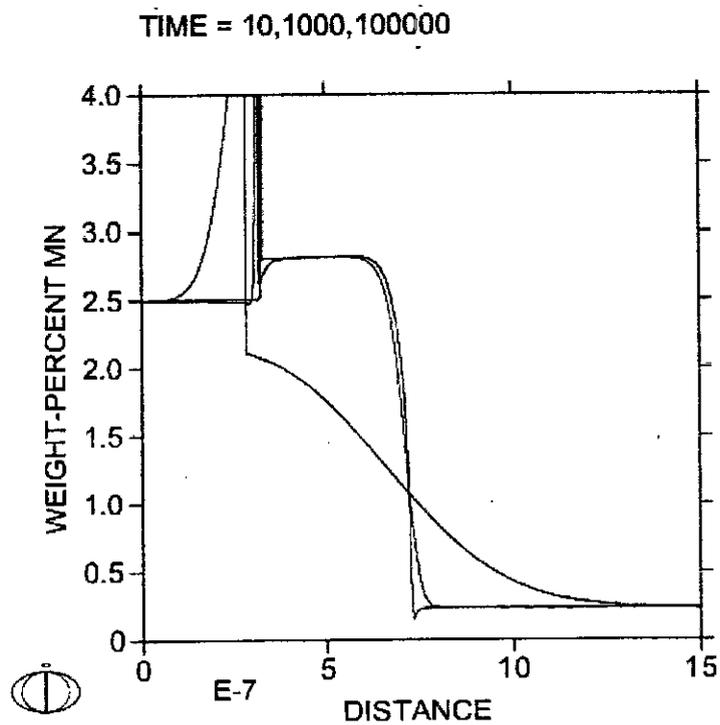


Figure III.53. Profil du manganèse dans la cellule à divers instants ($t = 10, 1000, 100000s$).

Nous constatons que le carbone est à l'équilibre local tout au long de la transformation. En effet, même lorsque la croissance est gouvernée par le Mn, le carbone a le temps de diffuser pour que l'équilibre local soit respecté.

Pour la teneur en manganèse, les profils ont une allure plus complexe. Nous observons un enrichissement en manganèse dans la cémentite, en avant de l'interface. Pour expliquer ces profils, nous avons repris l'analyse de Liu et al [11]. Les auteurs considèrent que dans les premiers instants de la transformation (contrôlée par la diffusion du carbone), il n'y a pas de temps suffisant pour une redistribution du manganèse et l'austénite hérite alors de la teneur en Mn de la cémentite.

**CONCLUSION GÉNÉRALE ET
PERSPECTIVES**

Conclusion générale et perspectives

Notre étude a porté sur la dissolution de la cémentite et les changements de phases lors de la transformation ferrite – austénite d'un acier eutectoïde austénitisé à 750 °C.

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

Nous avons enfin comparé les résultats obtenus aux résultats de la simulation numérique basée sur le calcul des cinétiques de transformation.

De cette étude, nous pouvons conclure que :

- ◆ à cette température très proche de A_{C3} , la transformation est pilotée par la germination de l'austénite ;
- ◆ les premiers stades de la transformation sont beaucoup plus lents que ce qui est prédit par DICTRA. Par contre, nos observations confirment bien la présence de plus d'un pour-cent de cémentite longtemps pendant le processus de dissolution, ce qui veut dire que la fin de la transformation est pilotée par l'homogénéisation du manganèse, comme prévu par DICTRA ;
- ◆ le système étudié (acier) est peu adapté pour l'étude de l'influence des contraintes sur les transformations par croissance et par diffusion. En effet, si les contraintes ont un effet sur la cinétique de croissance par diffusion, cet effet est largement masqué par le ralentissement de la cinétique globale du fait du blocage de la germination.
- ◆ une structure perlitique dégénérée apparaît, ce qui signifie que l'austénite formée à haute température est hétérogène (sous saturée en carbone).

Comme perspectives futures, nous suggérerons de répondre à ces deux points :

- ◆ Quelle est l'origine de l'hétérogénéité de germination de l'austénite ? est ce qu'elle est due aux orientations cristallographiques plus ou moins favorables ?
- ◆ Pourquoi l'apparition de la perlite dégénérée ne se traduit-elle pas par une dilatation ?

Nous suggérons de faire de l'EBSID sous MET pour expliquer ces orientations.

ANNEXES

Annex1 : présentation du dilatomètre

Description de l'installation

◆ Appareillage existant

La figure ci-dessous représente l'ensemble du dilatomètre



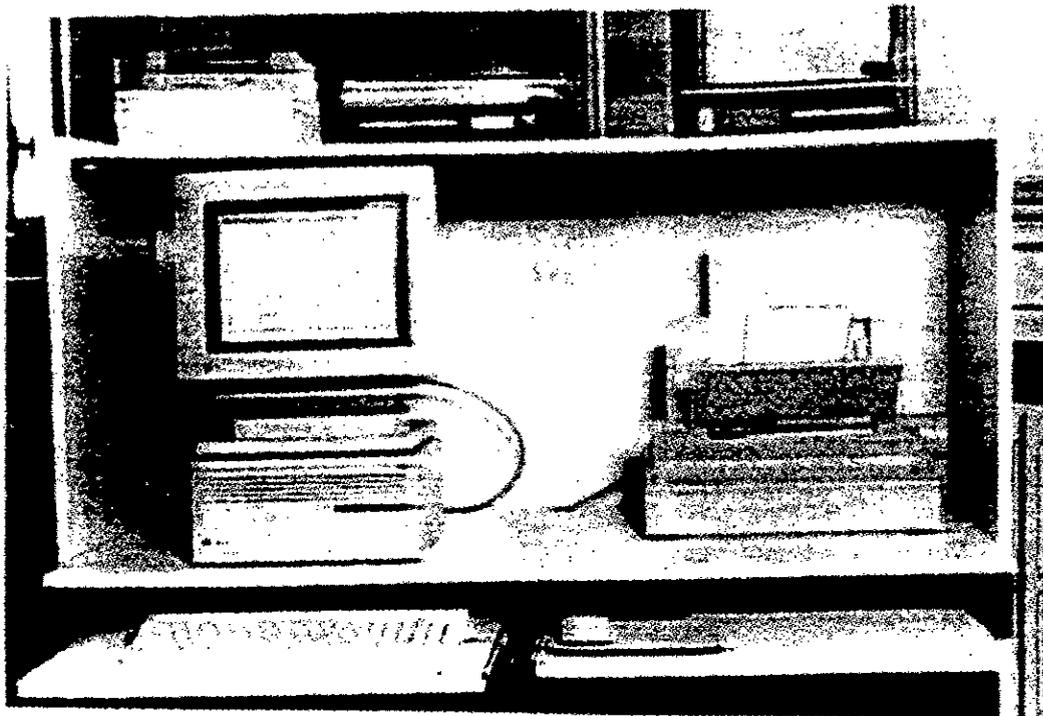
Ensemble du dilatomètre

Les différents organes peuvent être séparés en cinq groupes distincts :

- une partie commande représentée par le micro-ordinateur ;
- une partie interface comprenant les cartes d'entrées sorties digitales et analogiques ;
- une partie actionneur comprenant le four et les vannes pour la sélection et la régulation de l'injection de gaz pour le refroidissement ;
- une partie mesure regroupant tous les organes de mesure ;
- une partie mécanique.

1. Partie commande

La commande et le traitement sont gérés par un micro-ordinateur Macintosh II C. Il est composé d'un microprocesseur 68020 et d'un coprocesseur mathématique 68882, d'une mémoire vive de 8 MOctets et d'un disque dur de 80 MOctets.



Partie commande du dilatomètre

2. Partie interface

L'interface est composée de deux cartes implantées dans le Macintosh de chez « National Instrument »

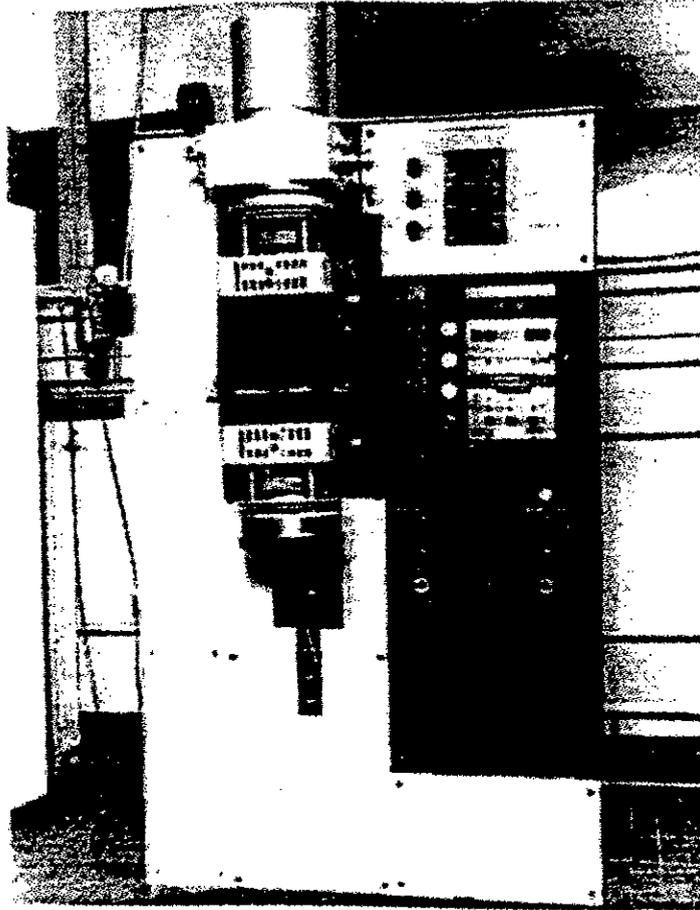
3. Partie actionneur

Cette partie est composée de tous les actionneurs commandés en automatique ou en manuel.

Cette partie est composée de :

- un four à rayonnement de 4 KW ;
- une unité de puissance connectée au four. Elle est pilotée par un signal analogique entre 0 et 5 V, et délivre une tension variable de 220 V ;
- une vanne de régulation proportionnelle qui aura pour fonction de réguler le débit de gaz dans les phases de refroidissement ;
- quatre vannes tout ou rien pour la sélection des différents types de gaz ;

- une vanne d'isolement pour la mise sous vide du four ;
- une pompe à vide (commandé en manuel) ;
- un vérin servant à fermer le four (commandé en manuel).

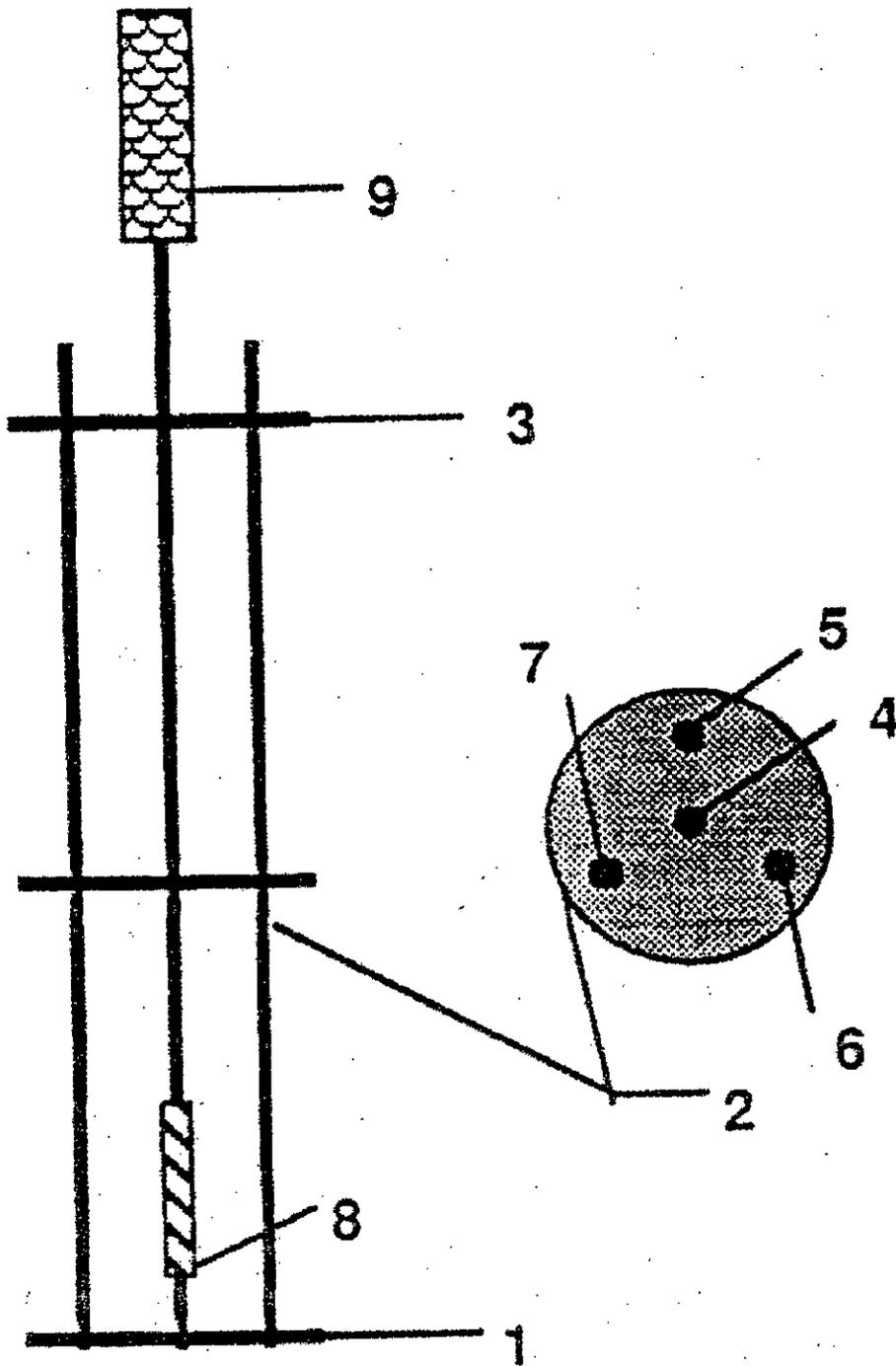


Partie actionneur du dilatomètre

4. Partie mécanique

Le dispositif de fixation de l'éprouvette est schématisé ci-dessous.

Le support est constitué de trois disques (1, 2, 3) et de trois tiges (5, 6, 7). (réalisé en silice). La tige (4) est le lien direct entre le capteur (9) et l'échantillon (8).



Partie mécanique du dilatomètre

Annexe2 : présentation du logiciel DICTRA

Le logiciel DICTRA est un module couplé au logiciel de calcul d'équilibres thermodynamiques ThermoCalc, logiciel qui permet de calculer les données thermodynamiques, diagramme de phase..., mais uniquement à l'équilibre thermodynamique. DICTRA est chargé de simuler les TRansformations de phase Contrôlée par la Diffusion.

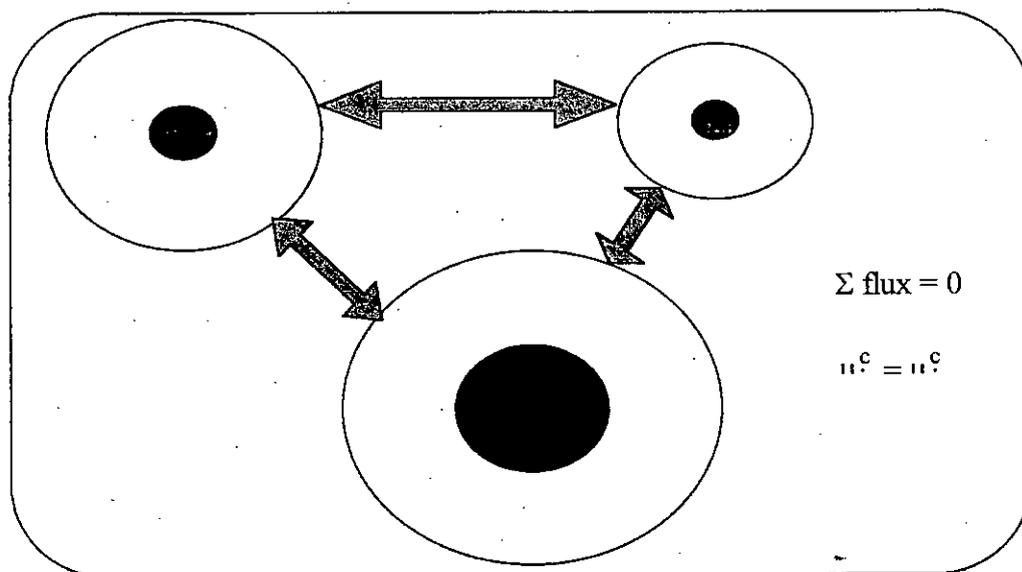
Ces deux logiciels ont été développés par le K.T.H. de Stockholm. Ils sont commercialisés par Thermocalc A.B.. Les personnes ayant développées ces logiciels sont celles qui ont répertorié les données thermodynamiques de beaucoup d'espèces chimiques, ce groupe est le S.G.T.E.

1. Généralités

DICTRA est un logiciel capable de simuler une transformation de phases mais également l'homogénéisation d'alliages, la solidification d'alliages, etc.. Avant de définir le système et de commencer la simulation, il nous faut définir un certain nombre de conditions telles que l'état initial du système, les conditions aux interfaces, c'est à dire la température, la pression.

2. Cellules, Régions et Interfaces

Le logiciel simule le système grâce à une ou plusieurs cellules. Le système le plus simple qui peut être simulé est le cas d'une seule cellule. Si le système est composée de plusieurs cellules, elles seront reliées entre elles par des conditions aux interfaces et le logiciel suppose que l'échange de matière est réalisable entre les cellules tout en respectant la conservation de matière, c'est à dire que la somme des flux est nulle. De même, le logiciel suppose que le potentiel chimique de chaque espèce est le même à l'interface de chaque Cellule.

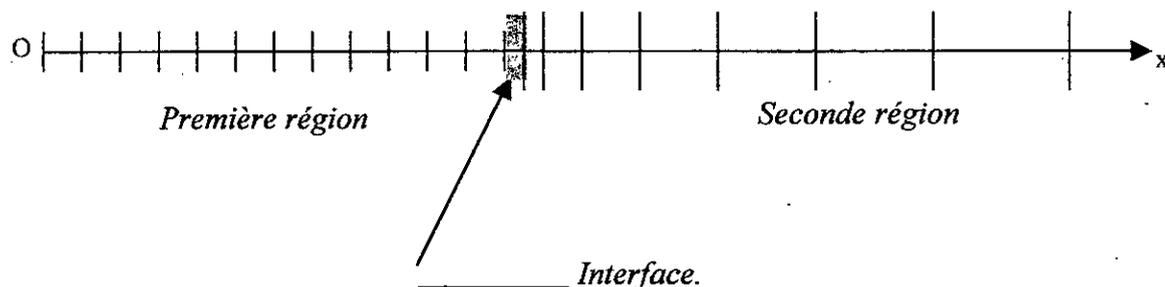


Système multi-cellules.

Dans chaque cellule constituant le système, il faut définir autant de régions qu'il n'y a de phases intervenant dans la transformation. C'est à l'intérieur de ces régions que les équations de diffusion seront résolues. La cellule représente "le système" que l'on simule, sa taille est fixée pour toute la transformation alors que la région, qui représente une phase ou deux phases dans le cas d'un eutectoïde, voit sa taille être modifiée durant la transformation. Deux régions en contact sont reliées par une interface mobile et les conditions à cette interface sont fixées par l'équilibre thermodynamique calculé via ThermoCalc.

3. Régions et Grilles

Le système est en fait défini à une dimension par une droite sur laquelle seront définies les différentes régions. Une région est discrétisée pour la simulation numérique en un certain nombre de points. La composition est connue uniquement sur ces points et le logiciel suppose une variation linéaire entre ces points.



Droite permettant de définir le système.

Les points définis sur cette droite peuvent être distribués de différentes manières. Dans la première région, les points sont distribués de manière régulière, et sont régulièrement espacés dans toute la région. Dans la seconde région, ils sont distribués selon une progression "géométrique" afin d'avoir plus de précision près de l'interface. Il existe une troisième possibilité, c'est la distribution "double - géométrique", on peut ainsi resserrer les points lorsqu'ils sont proches des DEUX interfaces ou au centre de la région.

On retrouve les mêmes types de distribution lorsque l'on définit la composition chimique d'une région. Elle peut être:

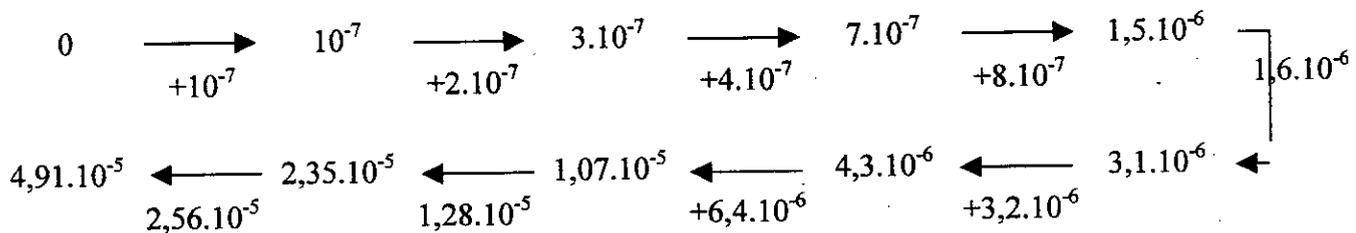
- homogène dans toute la région.
- variable dans toute la région (de façon linéaire, "géométrique", "double géométrique").
- définie points par points.

Les flèches sur la figure ci-dessus représentent la droite définie qui se répète dans l'espace afin d'obtenir la géométrie choisie. Nous avons donc défini totalement le système et nous pouvons maintenant passer à la définition des paramètres de la simulation.

5. Les paramètres de simulation

Lorsque le système est totalement défini, il nous faut encore définir le temps durant lequel le logiciel va effectuer la transformation ainsi que les incréments de temps. Nous devons définir le premier pas de temps, le plus petit pas de temps acceptable et le plus grand pas de temps acceptable. La simulation commence à $t = 0$ s puis les paramètres sont calculés pour le premier pas de temps. Le logiciel double (par défaut) le pas de temps précédent et recommence le calcul après avoir incrémenté le temps.

Par exemple, imaginons une transformation d'une demi seconde avec un premier pas de temps de 10^{-7} s et un pas de temps maximum de 10^{-4} s. Le logiciel va procéder de la manière suivante pour les pas de temps:



et ainsi de suite, jusqu'à arriver au temps final de transformation. A chaque pas de temps, DICTRA va calculer la diffusion, l'équation des flux, l'équilibre local aux interfaces... La simulation nécessite aussi des paramètres de convergence. Pour nos calculs, nous avons utilisé les paramètres prévus par défaut.

6. Autres informations concernant DICTRA

En général, les coefficients de diffusion pour chaque élément dans chaque phase sont recherchés par DICTRA qui fait appel à une base de mobilités qui serviront pour équilibrer le déplacement de l'interface afin que la masse du système soit conservée.

Le module de DICTRA concernant la croissance d'un eutectoïde (croissance de phases structurellement homogènes), donc d'une structure lamellaire, est un module bien particulier où de nombreux paramètres nous sont demandés tels que les énergies d'interface, la vitesse de croissance de l'interface (servant uniquement au premier pas de temps), les coefficients de diffusion de chaque élément.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

IV. Références bibliographiques

[1] – A. Constant, G. Henry, *Les principes de base du traitement thermique des aciers*, PYC édition, Paris, 1986.

[2] – F. Hellal, *Etude de l'interaction entre les transformations de phases par diffusion et les contraintes, dans le cas de quelques alliages fer – carbone*, Thèse de doctorat d'état (ENP), Alger, 2001.

[3] – J. W. Christian, *The theory of transformations in metals and alloys*, Oxford. Pergamon press, 1975.

[4] – G. Molinder, *A quantitative study of the formation of austenite and the solution of cementite at different austenitizing temperatures for a 1.27% carbon steel*, *Acta metall*, 4, 565. 1955.

[5] – D. V. Shtansky, K. Nakai & Y. Ohmori, *Pearlite to austenite transformation in an Fe-2.6Cr-1C*, *Acta mater*. Vol 47. N° 9, pp. 2619-2632. 1999.

[6] – A. Hultgren, *Trans. ASST*, 16, 227. 1929.

[7] – K. Nilsson, *Trans. Iron Steel Inst*, 11, 149. 1971, Japan.

[8] – M. Hillert, K. Nilson & LE. Torndahl, *Effect of alloying elements on the formation of austenite and dissolution of cementite*, *J. Iron Steel Inst*, pp. 49-66. 1971.

[9] – J. Ågren & G. Vassilev, *Computer Simulations of Cementite Dissolution in Austenite*, *Mater. Sci. Eng*, 64, 95. 1984.

[10] – D. V. Shtansky & G. Inden, *Phase transformation in Fe-Mo-C and Fe-W-C steels – Eutectoid reaction of $M_{23}C_6$ carbide decomposition during austenitization*, *Acta mater*. Vol 45. N° 7, 2879, 2880. 1997.

[11] – M. Nemoto, *The Formation of Austenite from Mixtures of Ferrite and Cementite as Observed by HVEM*, *Metal. Trans. A*, 8A, 431. 1977.

[12] – Z.-K. Liu, L. Högländ, B. Jönsson & J. Ågren, *An Experimental and Theoretical Study of Cementite Dissolution in an Fe-Cr-C Alloy*, *Trans. A*, 22A, 1745. 1991.

[13] – R. R. Judd & H. W. Paxton, *Kinetics of Austenite Formation from a Spheroidized Ferrite-Carbide Aggregate*, Transactions of the metallurgical society of AIME, volume 242, fevrier 1968.

[14] – B. Karlsson, *Transformation Kinetics for the Formation of Austenite from a Ferritic-Pearlitic Structure*, Z. Metallkunde, 1972.

[15] – T. Akbay, R. C. Reed & C. Atkinson, *Modelling Reaustenitisation from Ferrite/Cementite Mixtures in Fe-C Steels*, Acta metall. mater, 47, 1469. 1994.

[16] – D. S. ZHOU & G. J. SHIFLET, *Interfacial steps and growth mechanism in ferrous pearlitic*, Metal. Trans. A, 22A, pp. 1349-1365, 1991.

[17] – S. A. HACKNEY & G. J. SHIFLET, *The pearlite-austenite growth interface in an Fe-0.8 C-12 Mn Alloy*, Acta metall. Vol. 35, No. 5, pp. 1007-1017, 1989.

[18] – Norme française, AFNOR, NF A 05-150, 1985.

[19] – A. Rose & W. Strassburg, *darstellung der Austenitbildung untereutektoidischer stähle in zeit-temperatur-auflösungs-schaubildern*, stahl u. Eisen 76, 1956.

[20] – M. Serrière, *Simulation de la croissance perlitique, Austénitisation de microstructure ferrite – cémentite*, DEA de P'ENSMN, 2000.

[21] – W. B. LI, K. E. EASTERLING & M. F. ASHBY, *Laser transformation hardening of steel-II. Hypereutectoid steels*, Acta metall. Vol. 34, No. 8, pp. 1533-1543, 1986.

[22] – M. F. ASHBY & K. E. EASTERLING, *The transformation hardening of steel surfaces by laser beams-I. Hypoeutectoid steels*, Acta metall. Vol. 32, No. 11, pp. 1935-1948, 1984.

ملخص

هذه الدراسة هدفها اظهار التحولات في الأطوار الحادثة أثناء اجتياز مرحلة ما بين فريت-أستينيت لفلوادم الأكتوييدي الذي تمت عليه عملية تحول الى الأستينيت تحت درجة حرارة 750 م خلال أزمنة و ظروف تبريد مختلفتين. لقد سمحت هذه الدراسة بمشاهدة و تحليل و تكميم مختلف المكونات، و مقارنة النتائج التجريبية و الحسابية.

مفاتيح

تكوير، أستنة، تمديد، سمنتيت، مرتنسيت، أستينيت، فريت، برليت، مجهر الكتروني للمسح، صفائح رقيقة، مجهر الكتروني للاتصال، أفليون، ديكترا.

Summary

this study is devoted to phase transformations that take place at the time of ferrite - austenite transformation of an eutectoid steel austenitizing at 750 °C (just above the A_{C3} point), for the different periods of austenitisation and cooling conditions. She permitted to observe, analyze and quantify the different microstructures, as well as a comparison between the experimental and numerical results.

Key words : globulisation, austenitisation, quenching, dilatometry, cementite, martensite, austenite, ferrite, pearlite, , MEB, thin blades, MET, aphelion, dictra.

Résumé

cette étude est consacrée aux transformations de phase qui ont lieu lors de la transition ferrite-austénite d'un acier eutectoïde austénité à 750 °C (juste au-dessus du point A_{C3}), pour des durées d'austénitisation et des conditions de refroidissement différentes. Elle a permis d'observer, d'analyser et de quantifier les différentes microstructures, ainsi que de comparer les résultats expérimentaux et numériques.

Mots clés : globulisation, austénitisation, trempe, dilatométrie, cémentite, martensite, austénite, ferrite, perlite, , MEB, lames minces, MET, aphélie, dictra