### الجممورية الجزائرية الديمتراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

### **Ecole Nationale Polytechnique**



Département de Métallurgie

Mémoire de fin d'études

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

# AMELIORATION DE LA DUREE DE VIE DES OUTILS DE DECOUPAGE DE TYPE X155CrVMo 12 1

Proposé par :

Dirigé par :

Réaliser par :

Mr. A.ZOUATI BCR-Bordi-Menail

BCR-Bordj-Menail, BOUMERDES Pr. E. SALHI

**SIAD** Ahcene

Promotion juin 2011

#### Résumé

Le but de cette étude est d'améliorer la durée de vie d'un outil de découpage à froid de type X155CrVMo 12 1 par traitement thermique. Pour cela, nous avons conçu un plan d'actions nous permettant de déterminer les températures de transformation et d'optimiser les paramètres de traitements thermiques. Les techniques de caractérisation utilisées sont: le microscope optique, le duromètre, le macro-duromètre et la diffraction des rayons X.

Mots clés : acier inoxydable, acier à outils, traitements thermiques, traitement thermochimique.

#### Abstract

The purpose of this study is to improve the life of a cutting tool type cold X155CrVMo 12-1 by heat treatment. This is why we have designed a plan of action allows us to determine the transformation temperatures and optimize parameters heat treatment. Characterization techniques used are the optical microscope, the durometer, the macrodurometer and X-ray diffraction.

Keywords: stainless steel, tool steel, heat treatment, thermo-chemical treatment.

#### الملخص

الغرض من هذه الدراسة هو تحسين حياة أداة القطع نوع الباردة 1 1 X155CrVMo 12 بواسطة المعالجة الحرارية. هذا هو السبب في أننا قد صممنا خطة عمل تسمح لنا بتحديد درجات الحرارة وتحول العلاج الأمثل عوامل الحرارة. التقنيات المستخدمة هي توصيف المجهر الضوئي، وجهاز القساوة،و جهاز الماكرو قساوة و والحيود بالأشعة السينية.

الكلمات المفتاحية

الفولاذ المقاوم للصدأ أداة الصلب المعالجة الحرارية العلاج الكيميوحراري.

# REMERCIEMENTS

Avant tout, merci à DIEU tout puissant pour sa bonté et sa clémence de m'avoir permis de mener à bien ce modeste travail.

Je suis particulièrement sensible à la confiance et l'honneur que le Professeur E.SALHI à l'Ecole Nationale Polytechnique, en acceptant de diriger ce travail, son attention, sa bienveillance et son appui sans faille ont été des encouragements décisifs pour mener à terme cette étude. Ses suggestions et son soutien m'ont été très précieux. Je lui exprime ma vive et respectueuse gratitude.

Nous remercions l'ensemble du personnel technique et administratif de l'entreprise

ORFEE SPA filiale BCR particulièrement son PDG, monsieur, Mr. A.ZOUATI, Mr. M.BALKHIR, Mr. H.LOUNES, Mr. R.RAHMANI, Mr. R.SADKAOUI, Mr. A.RAZAK, Mr. M.BOUAFFAD, Mr. MARWANE, Mr. A.SABEUR, Mr. A.ALLACHE qui ont été toujours disponibles malgré leurs nombreuses occupations.

Nous remercions Mr A.DAIMELLAH d'avoir accepté de présider le jury de notre thèse.

Nous remercions Mr. K.ABDLI et Mr. M.CHITROUB d'avoir accepté de juger notre travail.

Nous tenons à remercier Mr. BELKADI et Mr. NAOUI du CRD de Sonatrach pour son aide et leurs disponibilités.

*Més remerciements vont également à tous les enseignants du département de Métallurgie de l'ENP.* 

Nous tenons à exprimer nos sincères et profondes gratitudes à tous ceux qui ont contribué de prés ou de loin à ce travail.

Dédicace

Je dédie ce travail

A mes chers parents A mes chers frères A ma sœur A toute ma famille A tous mes collègues et mes amis A tous ceux qui par leur sourire, leur gentillesse et espoir, m'ont encouragé à poursuivre mes études.

# Sommaire

| Liste des figures<br>Liste des tableaux                      |    |
|--|----|
| Introduction générale  | 01 |
| Chapitre I. La partie bibliographie                          |    |
| I.1. Les aciers inoxydables                                  |    |
| I.1.1. Définition  | 03 |
| I.1.2 Les phases de référence                                | 03 |
| I.1.3. Les éléments d'addition                               | 03 |
| I.1.4 Action du carbone, système Fe-C-Cr                     | 05 |
| I.1.5. Diagramme à teneur constante en élément allié         | 05 |
| I.1.6. Diagramme à température constante                     | 06 |
| I.1.7. Classification des aciers inoxydables                 | 07 |
| I.1.6.1. Aciers inoxydables ferritiques                      | 07 |
| I.1.6.2. Aciers inoxydables martensitiques                   |    |
| I.1.6.3. Aciers inoxydables austénitiques                    |    |
| I.1.6.4. Aciers inoxydables austéno-ferritiques              |    |
| I.1.6.5. Aciers inoxydables à durcissement par précipitation | 09 |
| I.2. Les aciers à outils                                     |    |

| I.2.1. Définition  |    |
|--|----|
| I.2.2. Les caractéristiques des aciers à outils              | 10 |
| I.2.3. Structure des aciers à outils                         | 10 |
| I.2.4. Classification des aciers à outils                    | 12 |
| I.2.4.1. Les aciers à outils non alliés pour travail à froid | 12 |
| I.2.4.2. Les aciers à outils alliés pour travail à froid     | 13 |
| I.2.4.3. Les aciers à outils alliés pour travail à chaud     | 13 |
| I.2.4.4. Les aciers rapides                                  | 14 |
|  |    |

## I.3. Traitements thermiques

| I.3.1. Généralités                  | 14 |
|-------------------------------------|----|
| I.3.2. Le recuit                    | 15 |
| I.3.3. L'austénitisation            | 15 |
| I.3.4. Le traitement hypertrempe    | 16 |
| I.3.5. La trempe                    | 16 |
| I.3.6. Le revenu                    | 16 |
| I.3.7. Fragilisation au revenu      | 17 |
| I.3.8. Transformation martensitique |    |
| I.3.9. Transformation bainitique    |    |
| I.3.10. Transformation perlitique   |    |
| I.3.11. Les diagrammes TTT et TRC   | 21 |
|                                     |    |

# Chapitre II. Techniques expérimentales

| II.1. Objectif et intérêt                                 | 25 |
|---|----|
| II.2. Les matériaux étudiés                               | 25 |
| II.2.1. Type A nuance X 5 Cr Ni 18-10                     | 25 |
| II.2.2. Type B nuance X 6 Cr 17                           | 25 |
| II.2.3. Type C nuance X155 CrVMo 12 1                     |    |
| II.3. Préparation des échantillons                        |    |
| II.4. L'électroérosion par fil                            | 27 |
| II.5. Traitement thermique                                |    |
| II.6. Déroulements des expériences                        | 29 |
| II.7. Technique de caractérisation                        |    |
| II.7.1. L'examen métallographie                           |    |
| II.7.1.1. L'enrobage à froid                              |    |
| II.7.1.2. Polissage                                       | 31 |
| II.7.1.3. Attaque micrographique                          | 32 |
| II.7.1.4. L'observation microscopique                     |    |
| II.7.1.5. Traitement d'image                              |    |
| II.7.2. Caractérisations mécaniques par l'essai de dureté | 35 |
| II.7.1. Essai Vickers                                     |    |
| II.7.2. Essai Rockwell                                    |    |
| II.7.3. Caractérisations par diffraction des rayons X     |    |
|   |    |

## Chapitre III. Résultats et discussions

| III.1. Caractérisation générale des matériaux étudiés à l'état brut               | 40       |
|---|----------|
| III.1.1 Etude de d'acier austénitique X5CrNi 18-10                                | 40       |
| III.1.2. Etude de l'acier ferritique X6Cr17                                       | 41       |
| III.1.3. Etude de l'acier à outil X155CrVMo12 1                                   | 41       |
| III.2. Traitement hypertrempe   | 43       |
| III.3. Optimisation de la température de trempe dans trois milieux de refroidisse | ment49   |
| III.3.1. Trempe à l'eau   | 51       |
| III.3.2. Trempe à l'huile   | 57       |
| III.3.3. Trempe à l'air   | 59       |
| III.4. Comparaison les trois modes de refroidissement (eau, huile et air)         | 61       |
| III.5. La cinétique de refroidissement en fonction des dimensions des pièces      | 61       |
| III.6. Optimisation le temps de maintien  | 65       |
| II.7. Etude de la comparaison entre la gamme de traitement thermique de la BC     | R et nos |
| propositions  | 66       |
| Conclusion générale   | 70       |
| Références bibliographiques   | 73       |

## Liste des figures

| Figure 1. Diagramme métastable Fe-Fe <sub>3</sub> C                                 | 4         |
|---|-----------|
| <b>Figure 2.</b> Coupes pseudo-binaire des ternaires Fe-C-Cr ( $K_1=M_{23}C_6$ )    | 5         |
| Figure 3. Coupe pseudo-binaire du diagramme à 12% Cr                                | 6         |
| Figure 4. Coupe ternaire Fe-C-Cr à 20°C   | 7         |
| Figure 5. Coupe ternaire Fe-C-Mo à 700°C  | 7         |
| Figure 6. Micro duretés comparées des carbures contenus dans les a                  | iciers à  |
| outils  | 12        |
| Figure 7. Diagramme de revenu de l'acier 40NiCrMo6. Évolution des propr             | iétés en  |
| fonction de la température de revenu (température de trempe 840°C)                  | 18        |
| <b>Figure 8.</b> Origine de la maille quadratique centrée α' selon Bain             | 19        |
| Figure 9. Morphologie et chronologie de formation (i, ii, iii, iv) de la bainite su | périeure  |
| et b) inférieure  | 20        |
| Figure 10. Les différentes étapes de la formation de perlite                        | 20        |
| Figure 11. Diagramme TTT de l'acier à outil pour travail à froid                    | 22        |
| Figure 12. Diagramme TRC de l'acier à outil pour travail à froid (KgM : Ma          | artensite |
| aux joints de grain)  | 22        |
| Figure 13. a) Tronçonneuse, b) Dimension des échantillons utilisés                  | 26        |
| Figure 14. La machine ROBOFIL 290P  | 27        |
| Figure 15. Les dimensions de l'échantillon  | 27        |
| Figure 16. Le processus d'étincelage  | 28        |
| Figure 17. Four à résistance  | 29        |
| Figure 18. Polisseuse   | 31        |
| Figure 19. a) Schéma de l'attaque électrolytique, b) Montage expérimentale          | 33        |
| Figure 20. Microscope optique de type OLYMPUS                                       | 33        |
| Figure 21. Traitement d'image par image J   | 34        |
| Figure 22. Machine d'essai Rockwell de type V-Testor 2 WESTERN                      | 35        |
| Figure 23. Procédure d'un essai de dureté Vickers                                   | 36        |
| Figure 24. Machine d'essai Rockwell de type Testor HT2000                           | 36        |
| Figure 25. Procédure d'un essai de dureté Rockwell                                  | 37        |
| Figure 26. Diffractomètre de type X'Pert PRO  | 37        |
| Figure 27. a) Dispositif pratique, b) Diffraction d'une onde incidente par une fa   | mille de  |
| plans atomiques d'un cristal  | 38        |
| Figure 28. Microstructure de l'acier X5CrNi 18-10 après une attaque électrol        | ytique à  |
| l'acide oxalique à 10% sous une tension de 10 volts pendant 4 minutes               | 40        |
| Figure 29. Microstructure de l'acier X6Cr17 après une attaque électrolytique à      | i l'acide |
| oxalique à 10% sous une tension de 10 volts pendant 4 minutes                       | 41        |
| Figure 30. Microstructure de l'acter X155CrVMo 12 1 à l'état de réceptions j        | orès une  |
| attaque electrolytique à l'aide d'un réactif de NaOH à 40% sous tension de          | 4 volts   |
| pendant 90 secondes.  | 42        |
| Figure 31. Microstructure de l'acter X155CrVMo 12 1 a l'état de réception aj        | pres une  |
| attaque chimique a l'aide d'un reactif d'attaque Vilella pendant 15 secondes        |           |
| Figure 32. Evolution de la durete HRC des échantillons en fonction de la tem        | perature  |
| ae trempe (800-900°C) de l'acter X155CrVMo12 1                                      | 44        |

Figure 33. Evolution de la macro-dureté Vickers des échantillons en fonction de la température de trempe (800-900°C) de l'acier X155CrVMo12 1......44 Figure 34. Evolution du taux des carbures des échantillons en fonction de la température de trempe (800-900°C) de l'acier X155CrVMo12 1......45 Figure 37. Spectre de Diffraction des rayons X de l'échantillon traité à température 840°C de l'acier X155CrVMo12 1......46 Figure 35. Métallographie des échantillons soumis au traitement d'hypertrempe à l'eau à différentes températures 800, 820, 840, 860, 880, et 900°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures (attaque chimique Vilella) de l'acier X155CrVMo12 1......47 Figure 36. Métallographie des échantillons soumis au traitement d'hypertrempe à l'eau à différentes températures 800, 820, 840, 860, 880, et 900°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures (attaque électrolytique) de l'acier X155CrVMo12 1......48 Figure 38. Evolution de la dureté HRC, la macro-dureté Vickers HV<sub>200g</sub> et le taux des carbures en fonction de la température de trempe à l'eau (900-1160°C) de l'acier Figure 39. Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon traité à température Figure 40. Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon traité à température 1160°C de l'acier X155CrVMo12 1......53 Figure 41. Métallographie soumis au traitement d'hypertrempe à l'eau dans différentes températures 970, 1040, 1080 et 1160°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures Figure 42. Métallographie soumis au traitement d'hypertrempe à l'eau dans différentes températures 970, 1040, 1080 et 1160°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures Figure 43. Comparaison les spectres de diffraction des rayons X des échantillons traités Figure 44. Evolution de la dureté HRC, macro-dureté Vickers et le taux des carbures en fonction de la température de trempe à l'huile (900-1160°C) de l'acier X155CrVMo12 Figure 45. Métallographie soumis au traitement d'hypertrempe à l'huile dans différentes températures 920, 1070 et 1160°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures Figure 46. Evolution de la dureté HRC, de la macro-dureté Vickers et du taux des carbures en fonction de la température de trempe à l'air (900-1170°C) de l'acier Figure 47. Métallographie soumis au traitement d'hypertrempe à l'air dans différentes températures 920, 1070 et 1160°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures de l'acier Figure 48. Evolution de dureté HRC en fonction de température de trempe dans trois modes de refroidissement de l'acier X155CrVMo12 1......61 Figure 49. Diagramme TRC d'écrit les différentes cinétiques de refroidissement à l'eau de l'acier X155CrVMo12 1.....62 Figure 50. Diagramme TRC d'écrit les différentes cinétiques de refroidissement à l'huile de l'acier X155CrVMo12 1.....63 Figure 51. Diagramme TRC d'écrit les différentes cinétiques de refroidissement à l'air de l'acier X155CrVMo12 1.....64

| Figure 52. Evolution de dureté HRC, la macro-dureté Vickers et le taux des carbures |
|---|
| des échantillons en X155CrVMo12 1 en fonction de temps de maintien (T=990°C,        |
| trempe à l'eau)65   |
| Figure 53. La gamme de traitement thermique de l'acier à outil X155CrVMo12 1 au     |
| niveau de la BCR  |
| Figure 54. Gamme de traitement thermique de l'acier à outil X155CrVMo12 1 (trempe   |
| l'eau)  |
| Figure 55. Gamme de traitement thermique de l'acier à outil X155CrVMo12 1 (trempe   |
| l'huile)  |
| Figure 56. Gamme de traitement thermique de l'acier à outil X155CrVMo12 1 (trempe   |
| l'air)  |
|   |

### Liste des tableaux

| Tableau I. Classification des aciers inoxydables ferritiques   |
|--|
| Tableau II. Classification des aciers inoxydables martensitiques   |
| Tableau III. Les différents types de recuit  |
| Tableau IV. La composition chimique de l'acier inoxydable austénitique X5CrNi 18-1025                          |
| Tableau V. La composition chimique de l'acier inoxydable ferritique X6 Cr 1725                                 |
| Tableau VI. La composition chimique de l'acier à outil X155 Cr V Mo 12 1                                       |
| Tableau VII. Les différentes températures et les milieux de refroidissement                                    |
| Tableau VIII. La désignation et la composition de notre solution d'attaque chimique32                          |
| Tableau IX. Réactifs d'attaque électrolytique  |
| Tableau X. Les valeurs de la dureté (HRC), la macro-dureté Vickers, et le taux des                             |
| carbures en fonction des températures de trempe de l'acier X155CrVMo 12 1<br>43                                |
| Tableau XI. Les valeurs de la dureté, la macro-dureté et taux des carbures en fonction des                     |
| températures de trempe et en fonction du mode de refroidissement (eau, huile et air) de l'acier X155CrVMo 12 1 |
| Tableau XII. Les valeurs de la dureté, macro-dureté, et le taux des carbures en fonction                       |
| de temps de maintien de l'acier X155CrVMo 12 165   |

# INTRODUCTION

#### **Introduction générale**

La tenue des outillages, peut se chiffrer par la durée de vie et la fréquence entre réaffûtages, ou le ratio-consommation d'aciers à outils sur quantité de produits mis en œuvre, ceci conditionné par un certain nombre de facteurs parmi lesquels on peut citer : le dessin et la conception des matrices de découpe, la nature et la qualité du matériau choisi, la qualité de l'usinage et de la finition (rectification par exemple), le traitement thermique et le traitement superficiel ainsi que les conditions d'utilisation en service.

Le choix de l'acier à outil et de son traitement thermique influent beaucoup plus fortement sur la durée de vie de l'outil et sur son coût total.

Dans ce domaine, l'expérience pratique est primordiale. Cependant, il est de plus en plus nécessaire que ce mode de jugement soit complété par une analyse aussi précise que possible des propriétés d'emploi requises pour le matériau. Ces propriétés obtenues par traitement thermique dépend essentiellement des conditions à savoir des paramètres de trempe, ou thermochimique de surface comme la nitruration. Le terme nitruration regroupe différents traitements thermochimiques faisant diffuser l'azote par différents procédés.

Bien que notre travail, dans le cadre du présent projet, soit axé principalement à l'étude du traitement thermique de l'acier à outil de découpage à froid de type X155CrVMo12 1, il est néanmoins important d'aborder d'abord les températures de transformation et l'optimisation les paramètres de traitements thermiques de cet acier.

La mémoire est rédigée selon le plan suivant :

Le premier chapitre, bibliographique, s'articule autour de trois points : une présentation générale sur les aciers inoxydables, puis quelques informations sur les différents types d'aciers à outils. Pour finir cette étude bibliographique, nous avons présenté les différents procédés de traitements thermiques et le traitement thermochimique de nitruration.

Le second chapitre comprend l'étude expérimentale tel que la procédure expérimentale dans laquelle est réalisée la présentation du matériau, la préparation des échantillons, la description de différentes expériences, et les différentes techniques expérimentales de caractérisation utilisées.

Le troisième chapitre, nous avons présenté et commenté les résultats liés aux différents tests de dureté, de la macro-dureté, ainsi que ceux liés aux méthodes de caractérisations effectuées à l'aide de la microscopie optique et la caractérisation par diffraction des rayons X de certains d'échantillons. Enfin, nous clôturons le document par une conclusion générale.

# CHAPITRE I Partie bibliographie

#### I.1. Les aciers inoxydables

#### I.1.1. Définition

Les aciers inoxydables constituent une vaste famille d'alliages métalliques qui ont tous en commun de contenir du fer et du chrome. Suivant leur teneur en chrome dont le seuil minimal est de 10,5 % [1]. Ces aciers sont rendus résistants à la corrosion par la création naturelle d'une couche dite de passivation. Or, en citant Baroux, " c'est là le paradoxe de la passivité, que les matériaux les plus oxydables sont les plus corrodables, et, que les matériaux les plus corrodables sont les plus passivables" [2]. Actuellement on dispose de nombreuses nuances dont les performances et les limites d'emploi sont bien connues. On retiendra que les aciers inoxydables sont à la fois des matériaux de fonction et des matériaux de structure [3].

#### I.1.2 Les phases de référence

Les aciers inoxydables sont formés sur la base des aciers [3], alliages Fe-C à teneur inférieure à 2 % C ont des microstructures qui correspondent toujours aux équilibres du diagramme Fe-Fe<sub>3</sub>C (Figure 1). Il est aussi de rappeler les variétés allotropiques du fer pur. A basse température et jusqu'à 912°C, la structure cristalline du fer est de type cubique centrée, c'est le fer  $\alpha$  (ferrite). A partir de 912°C, il se transforme en fer  $\gamma$  (austénite) dont la structure est cubique à faces centrées. Une troisième forme cristalline intervient au-delà de 1394°C pour fournir le fer  $\delta$  de type dont la structure est cubique centrée [5].

#### I.1.3. Les éléments d'addition

Les éléments d'addition présents dans les aciers inoxydables ont tendance à favoriser une structure au dépend d'une autre, suivant leur concentration. Ces éléments sont ajoutés à l'acier inoxydable de base afin d'en modifier ou d'en améliorer les propriétés physiques, chimiques et mécaniques [6].

Chrome : Cet élément est utilisé dans la plupart des aciers à outils, en quantité allant de 0,5 à 17 %. Cet élément alphagène joue un rôle essentiel dans l'augmentation de la trempabilité. Bien qu'ayant un pouvoir carburigéne inférieur à celui du tungstène, il forme des carbures, nitrures dont  $M_{23}C_6$ ,  $M_7C_3$  cependant l'affinité pour le carbone est moins grande que celle de Mo, Ti, V. Les carbures  $M_7C_3$  participent à la résistance à l'abrasion et s'opposent au grossissement du grain lors de l'austénitisation.

Vanadium : Il est utilisé essentiellement comme élément générateur de carbures et de carbonitrures type MC dont la solubilité est faible [2]. C'est un élément d'alliage important dans les aciers rapides pour l'obtention d'une bonne dureté à chaud et d'une bonne résistance à l'usure en raison de la présence de particules très dures de carbures de vanadium dont les propriétés tribologiques sont par ailleurs très intéressantes.

Nickel : A l'exception de certains aciers d'outillages à chaud, il se trouve simplement comme élément résiduel dans les aciers à outils, à des teneurs inférieures à 0,3 %.

En raison de son influence directe sur le taux d'austénite résiduelle après trempe. Cet élément entraîne des difficultés de traitement thermique au revenu dans les aciers à outils chargés en carbone et éléments carburigéne.

Molybdène : Dans les aciers à outils, cet élément possède un comportement analogue à celui du tungstène, il est très carburigène et se substitue au tungstène dans la proportion massique de 1,6 à 2 % de tungstène pour 1 % de molybdène, et forme des carbures de type Mo<sub>2</sub>C, Mo<sub>3</sub>Fe<sub>3</sub>C<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>MoC<sub>3</sub>. La vitesse de diffusion de cet élément dans le fer est quatre fois supérieure à celle du tungstène, ce qui entraîne une moins grande sensibilité de cet élément au phénomène de ségrégation.

Manganèse : Le manganèse possède, sur le comportement des aciers à outils, une influence analogue à celle du nickel. Il se trouve, en général, présent comme élément résiduel à des teneurs comprises entre 0,3 et 0,5 %. Il faut signaler toutefois que certains aciers à outils contiennent jusqu'à 2 % de manganèse pour des problèmes de trempabilité et, jusqu'à 1 % de cet élément lorsqu'ils sont résulfurés [7]. Le manganèse forme des carbures  $Mn_3C$  miscible avec  $Fe_3C$  [2].



Figure 1. Diagramme métastable Fe-Fe<sub>3</sub>C [8].

#### I.1.4. Action du carbone, système Fe-C-Cr

Le carbone agit par caractère nettement gammagène et entre ainsi en compétition avec le chrome, élément alphagène prépondérant, comme le montrent les coupes pseudo-binaires des ternaires Fe-C-Cr (figure 2). Il a également une action stabilisatrice sur l'austénite forme à haute température. Le carbone en présence d'un élément carburigéne comme le chrome, peut former des carbures. Le cas le plus typique est la précipitation des carbures de composition  $M_{23}C_6$  (fond à 1550°C) dans l'austénite 18-9, jouant un rôle particulier dans la corrosion intergranulaire [9].



Figure 2. Coupes pseudo-binaire des ternaires Fe-C-Cr (K<sub>1</sub>=M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>) [9].

I.1.5. Diagramme à teneur constante en élément allié

Il s'agit de diagrammes pseudo-binaires [11]. La teneur d'un des éléments est constante. La figure 3 est une coupe pseudo-binaire pour système Fe-C-Cr à 12% Cr [9].

En général, les lignes du diagramme Fe-C sont déplacées. Ainsi la température  $A_1$  est élevée par le chrome. Le point eutectoïde est toujours déplacé vers la gauche, et le titre en carbone correspondant à la perlite est modifié. Le titre en carbone d'un acier allié eutectoïde est d'autant plus faible que le titre en élément alliés est plus grand. A titre d'exemple, un acier allié peut donc être hypereutectoïde pour un taux en carbone, inférieur à 0,25% [11].

#### I.1.6. Diagramme à température constante

Dans le cas des aciers ternaires Fe-C-M, le fer est toujours en grande proportion, et, par conséquent, seule la région située autour du sommet représentant le fer mérite d'être représentée. Ainsi, qu'en général les sections isothermes des alliages ternaires sont des triangles équilatéraux, utilise-t-on un triangle rectangle incomplet, où les coordonnées portées par les côtés de l'angle droit sont les titres en C et en M [11]. En déterminant des coupes à des températures convenablement échelonnées. On peut avoir une idée assez précise de l'évolution de l'alliage. La figure 4 est une coupe isotherme à 20°C du ternaire Fe-C-Cr dans les coordonnées triangulaires rectangles [9].

A l'équilibre, 42Cr4 :  $\alpha$  + (Fe, Cr) <sub>3</sub>C.

X200Cr12:  $\alpha$  + (Fe, Cr) <sub>3</sub>C + (Cr, Fe) <sub>7</sub>C<sub>3</sub>.

Le molybdène et le tungstène en forment des deux types de carbure : des carbures cémentite alliées : Fe<sub>3</sub>C orthorhombique et des carbures spéciaux :  $M_xC_y$ , par exemple (Fe, Mo) <sub>3</sub>C, MoC, (Fe, Mo) <sub>6</sub>C apparaissent sur la figure 5 qui présente une coupe ternaire Fe-Mo-C à 700°C.



Figure 3. Coupe pseudo-binaire du diagramme à 12% Cr [11].



20°C [9].



#### I.1.7. Classification des aciers inoxydables

Afin d'améliorer la résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques, on ajoute, en plus du chrome, d'autres éléments d'alliages comme le nickel, le molybdène, le titane, le cuivre, l'azote ... Selon la teneur en éléments d'alliages et les différentes phases peuvent être créé. Il existe ainsi des aciers inoxydables à structure ferritique, martensitique, austénitique ou ferritique-austénitique. La plupart des normes relatives aux aciers inoxydables donne une classification en quatre groupes principaux :

- Acier s inoxydables ferritiques.
- Aciers inoxydables martensitiques.
- Aciers inoxydables austénitiques.
- Aciers inoxydables austéno-ferritiques.

En fait, il existe cinq groupes principaux d'aciers inoxydables. Dans la plupart des cas, les aciers inoxydables à durcissement par précipitation sont également considérés comme une catégorie séparée [4].

#### I.1.7.1. Aciers inoxydables ferritiques

Les alliages fer-chrome sont ferritiques à toutes températures, sous réserve de ne pas traverser la boucle  $\gamma$  définie précédemment. Pour une teneur en chrome donnée, il suffit pour cela que la concentration en carbone soit limitée [10].

Les nuances industrielles les plus utilisées peuvent, selon leur teneur en chrome (tableau I), être divisées en trois groupes [1].

| Groupe | Teneur en chrome | Teneur en    | Autres éléments                |
|--------|------------------|--------------|--------------------------------|
|        | (% en masse).    | carbone (%en | (dont stabilisants)            |
|        |                  | masse)       |                                |
| 1      | 10,5 à 13        | ≤0,080       | Stabilisant : Ti               |
| 2      | 16 à18           | ≤0,080       | Stabilisant : Ti, Nb, Zr, V    |
|        |                  |              | Résistance à la corrosion : Mo |
| 3      | >20              | ≤0,020       | Stabilisant : Ti, Nb           |
|        |                  |              | Résistance à la corrosion : Mo |

Tableau I. Classification des aciers inoxydables ferritiques [1].

#### I.1.7.2. Aciers inoxydables martensitiques

Pour obtenir une structure martensitique, il faut nécessairement, au contraire, entrer dans la boucle  $\gamma$  pour tremper la structure austénitique. Par conséquent, la teneur en carbone doit être d'autant plus forte que la concentration en chrome est élevée [10]. La teneur maximale en carbone est limitée à 1,2%. Leur teneur en chrome est comprise entre 11,5 et 18%, et ils peuvent contenir jusqu'à 6% de Nickel et jusqu'à 1,5% de molybdène [12]. Cela explique les trois premières familles de nuances martensitiques (tableau II), le premier est considéré comme bas de gamme en corrosion, le deuxième à une résistance moyenne, le troisième est haut de gamme. Par suite, le premier groupe évoqué sera relativement peu fragile, facile à mettre en œuvre, à souder ou à mouler.

Le deuxième sera beaucoup plus difficile à utiliser car plus fragile. Quant au dernier, très fragile, il est très difficile à mettre en œuvre et en particulier impossible à souder. Ces trois familles ne présentent donc pas de composition haut de gamme en corrosion, facile à mettre en œuvre. Cela explique la quatrième famille. On note une teneur en chrome élevée, et une faible concentration en carbone. Une addition de nickel remplace l'effet gammagène du carbone et agrandit la boucle  $\gamma$  [10].

| Groupe | Composition chimique (%en masse) |             |           |             |
|--------|----------------------------------|-------------|-----------|-------------|
|        | Carbone                          | Chrome      | Nickel    | Molybdène   |
| 1      | ≤0,15                            | 11,5 à 13,5 | ≤0,10     | ≤0,60       |
| 2      | 0,15 à 0,50                      | 12,0 à 14,5 | ≤0,10     | $\leq 0,80$ |
| 3      | 0,60 à 1,20                      | 14,0 à 18,0 | ≤0,10     | $\leq 0,80$ |
| 4      | ≤0,22                            | 12,0 à 18,0 | 1,5 à 6,0 | ≤1,50       |

**Tableau II.** Classification des aciers inoxydables martensitiques [1].

#### I.1.7.3. Aciers inoxydables austénitiques

La nuance de base est l'acier X5CrNi18-10 (AISI 304). Après élaboration la structure normale d'un tel acier est triphasée à température ambiante :  $\alpha + \gamma$  + carbures de formule voisine de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. On obtient un état austénitique métastable par un refroidissement rapide à partir de 1000-1100°C (traitement dit hypertrempe) [3]. Ces aciers inoxydables austénitiques contiennent généralement entre 0,02 et 0,10% de carbone, 17 à 20% de chrome, 7 à 25% de nickel et 2 à 5% de molybdène [12].

#### I.1.7.4. Aciers inoxydables austéno-ferritiques

Pour obtenir les aciers austénitiques, nous avons refroidi une composition du domaine austénitique à 1100°C. Supposons que l'on fasse la même opération à partir du domaine biphasé  $\alpha$ - $\gamma$  pour des compositions du même ordre. La phase  $\gamma$  reste métastable pour les mêmes raisons, la phase  $\alpha$  est inchangée. On obtient donc une structure mixte ( $\alpha + \gamma$ ) métastable identique à celle à l'équilibre à haute température [10]. Cet état confère à ces aciers d'excellentes performances comme la ductilité, la ténacité et la résistance à la corrosion [12].

#### I.1.7.5. Aciers inoxydables à durcissement par précipitation

Ces aciers inoxydables spéciaux sont un compromis entre la résistance et la dureté des aciers inoxydables martensitiques et la résistance à la corrosion des aciers inoxydables austénitiques. En plus du chrome (souvent 17%) et du nickel, des éléments comme le cuivre, l'aluminium, le titane, le niobium et le molybdène sont ajoutés pour obtenir un durcissement par précipitation dans la matrice martensitique ou austénitique. Un traitement thermique à température relativement élevée, après déformation à froid, entraîne une forte augmentation de la résistance mécanique et de la dureté et également de la résistance à la corrosion [4].

#### I.2. Les aciers à outils

#### I.2.1. Définition

Les aciers à outils sont des aciers au carbone et alliés à plus de 0,5% C, ils sont caractérisés par :

- Une dureté élevée (60-65 HRC)
- Une grande résistance à l'usure
- Une forte résistance mécanique.

Dans le cas général, ce sont des aciers hypereutectoïde et lédeburitiques, dont la structure après trempe et revenu à basse température se compose de martensite et de carbure. Pour les outils qui demandent une ductilité relativement élevée (matrices de formage à chaud), on emploie des aciers hypereutectoïdes. Après trempe et revenu à haute température [13]. Ces aciers sont utilisés dans la fabrication d'outils destinés :

- Soit à la mise en forme d'autres matériaux avec ou sans enlèvement de matière ;
- Soit à la préhension ou au mesurage d'objets. La diversité des problèmes posés dans ces domaines conduit à l'existence d'un très grand nombre de nuances d'aciers à outils [9].

#### I.2.2. Les caractéristiques des aciers à outils

Les aciers à outils doivent être durs avec une bonne ténacité et une bonne résistance à l'abrasion. Certaines nuances sont nommées aciers rapides à cause de leur capacité à rester dures même lors de la coupe de métaux avec une vitesse rapide, malgré l'échauffement de l'outil de coupe. La dureté de ces aciers peut atteindre 1000 HV. Ils sont durcis par la présence de carbures complexes, très durs, enchâssés dans une matrice suffisamment résistante. L'optimisation de ces aciers est la réponse à quatre questions :

- 1. Quels éléments d'alliage faut-il choisir pour former des carbures ou d'autres phases plus performantes que la cémentite ?
- 2. Quelle est la fourchette de composition pour obtenir une forte proportion de carbures ?
- 3. Comment leur conférer une morphologie qui ne rende pas l'acier fragile ?
- 4. Comment obtenir une matrice à la fois dure et tenace ? [2].

Toutes ces propriétés fonctionnelles ne sont pas forcément compatibles. Aussi, selon les cas de mise en œuvre, on utilise des classes d'aciers à outils adaptées, dont les propriétés superficielles et notamment mécaniques et tribologiques peuvent être améliorées par des traitements thermiques et thermochimiques superficiels, ainsi que par différentes familles de traitements de surface [10].

#### I.2.3. Structure des aciers à outils

Afin d'obtenir les caractéristiques nécessaires aux aciers d'outillage, il faut ajouter à l'acier de base un certain nombre d'éléments d'alliage comme le carbone pour donner la dureté et les éléments carburigènes (chrome, tungstène, molybdène, vanadium) pour avoir des carbures spéciaux aussi bien après une élaboration et une transformation à chaud (carbures primaires) qu'après un traitement thermique de qualité (carbures secondaires), ce qui donne une plus grande pénétration de trempe (cas du chrome notamment) [10].

#### CHAPITRE I. Partie bibliographie

Les carbures primaires, les carbures eutectiques ou les carbures lédéburitiques se forment lors de la solidification, en accord avec les diagrammes des phases. Ces carbures sont importants dans les aciers rapides mais aussi dans tous les aciers frottements alliés (X200Cr12). Ils sont interdendritiques et se retrouvent généralement alignés après forgeage. Les lignes de carbures primaires favorisent la propagation des éventuelles tapures de trempe. On ne peut faire disparaitre ces alignements que par des taux corroyage élevés et par contre-forgeage.

Les carbures secondaires précipitent au cours du refroidissement. Ils peuvent être remis en solution pendant l'austénitisation et on peut les refaire précipiter sous forme de carbures très fines au revenu. Pendant l'austénitisation, on a intérêt à dissoudre le maximum de carbures secondaires afin d'avoir une dureté suffisante. Il faut atteindre une température aussi élevée que possible sans provoquer la fusion de la phase eutectique. Pendant cette mise en solution, on ne risque pas trop de faire grossir le grain austénitique car la croissance de ces grains est bloquée par les nombreux carbures présents aux joints de grain. Cependant, on limite toutefois la durée de maintien à haute température au minimum [3].

La structure des aciers à outils à l'état recuit est constituée par un agrégat de ferrite plus ou moins alliée et de carbures dont la nature dépend de la composition chimique initiale de l'acier. Ces carbures sont :

—  $M_3C$ , cémentite plus ou moins substituée, dans le cas des aciers non alliés pour travail à froid, des aciers alliés pour travail à froid contenant peu d'éléments carburigènes (Cr, Mo, W et V) et des aciers alliés pour travail à chaud contenant du nickel (par exemple 55NiCrMoV7);

- M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> dans le cas des aciers à outils alliés pour travail à froid résistant à l'usure (X100 CrMoV5, X153CrMoV12 et X210Cr12);

—  $M_{23}C_6$  de structure cubique peut accepter des atomes de fer en remplacement des atomes de chrome jusqu'à 30% de fer, mais la phase (Cr, Fe)  $_{23}C_6$  devient instable si la teneur en fer est plus élevée. On le trouve dans le cas des aciers d'outillage à chaud alliés au chrome et au tungstène (par exemple X30WCrV9-3);

—  $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$  et MC dans le cas des aciers à coupe rapide et des quelques aciers d'outillage à chaud très alliés (X38CrMoV5-3,38CrCoWV18-17-17) [15].



Ces carbures sont donnés par ordre décroissant de dureté dans la figure 6.

Figure 6. Micro duretés comparées des carbures contenus dans les aciers à outils [15].

I.2.4. Classification des aciers à outils

Dans la mesure où les phénomènes de contact avec les matériaux mis en forme par déformation à froid ou à chaud ou par usinage peuvent entraîner des échauffements importants, il est nécessaire que l'acier constituant l'outillage ait en plus une résistance à chaud suffisante pour éviter un adoucissement trop important en service.

C'est cette dernière propriété qui permet de classer les aciers à outils en quatre groupes.

1. Les aciers à outils non alliés pour travail à froid,

2. Les aciers à outils alliés pour travail à froid (température de surface < à 200 °C),

3. Les aciers à outils alliés pour travail à chaud (température de surface > à 200 °C),

4. Les aciers rapides (température de surface pouvant atteindre, dépasser 600 °C) [10].

I.2.4.1. Les aciers à outils non alliés pour travail à froid

Cette classe d'aciers est utilisée pour l'outillage à main, dont la teneur en carbone est comprise entre 0,45 et 1,2% [10]. Ces aciers doivent assurer après trempe et revenu à basse température, une dureté élevée de l'arrête tranchante des outils (60-65) HRC, nettement supérieure à celle du métal usiné, ainsi qu'une bonne tenue à l'usure pour conserver l'état de l'arrête tranchante. La faible stabilité de l'austénite surfusionnée affaiblit la pénétration de la trempe des aciers à outils au carbone.

Dans le cas où les outils subissent en service des charges dynamiques, il est recommandé d'utiliser des aciers hypereutectoïdes et eutectoïdes traité thermiquement de manière à obtenir une structure de type perlite moyenne, pour les outils de coupe (fraises, forêts, scies, grattoirs,...). On emploie des aciers hypereutectoïdes (1,0 à 1,3%C) traites et à structure composée de martensite et de carbure [13].

#### I.2.4.2. Les aciers à outils alliés pour travail à froid

Ils sont caractérisés par des niveaux de dureté élevés à la température ambiante (entre 56 et 63 HRC), mais par une résistance à l'adoucissement faible. Ils ont des teneurs massiques en carbone élevées (> 0,6%), mais des teneurs massiques en éléments fortement carburigènes tels que le tungstène, le molybdène et le vanadium assez basses (W  $\leq 2\%$ , Mo  $\leq 1\%$ , V  $\leq 0,5\%$ ) [14].

Les aciers à outils alliés au chrome, vanadium, molybdène,... font preuve d'une grande stabilité de l'austénite surfusionnée et par suite d'une grande pénétration de trempe. Le traitement thermique comporte une trempe à huile et revenu à 200°C afin de réduire les déformations et gauchissements des outils [13].

Les aciers à outils pour travail à froid sont de plusieurs sortes :

- Les aciers résistant aux chocs mécaniques, caractérisés par des teneurs en carbone comprises entre 0,35 et 0,60% et des additions de chrome, de silicium, de nickel ou de tungstène (50WCrV8, 45NiCrMo16, 35CrMo7);
- Les aciers résistant à l'usure, caractérisés par des teneurs en carbone supérieures à 0,9%, avec des additions de manganèse, de chrome et de vanadium (102Cr6, 90MnCrV8, 95MnWCr5);
- Les aciers à très haute résistance à l'usure, caractérisés par des teneurs en carbone supérieures à 0,9% et des teneurs importantes en chrome, en molybdène et en vanadium (X100CrMoV5, X153CrMoV12, X210Cr12, X210CrW12);
- Les aciers résistant à certaines corrosions, caractérisés par des additions importantes de chrome et des teneurs en carbone voisines de 0,4% (X40Cr14, X38CrMo16) [10].

#### I.2.4.3. Les aciers à outils alliés pour travail à chaud

Ils sont caractérisés par des niveaux de dureté moyens à la température ambiante, compris entre 44 et 55 HRC, mais par une résistance à l'adoucissement relativement forte ; ils ont des teneurs massiques en carbone comprises entre 0,3 et 0,6%, avec des additions plus ou moins importantes d'éléments carburigènes tels que le chrome, le molybdène, le tungstène et le vanadium et, dans certains cas, une addition complémentaire de cobalt [14]. Ces aciers sont répartis en trois groupes :

 les aciers résistants aux chocs mécaniques, analogues aux aciers de construction à hautes caractéristiques, mais avec une teneur en carbone plus élevée et une addition de vanadium pour augmenter la résistance au revenu (55NiCrMoV7, 50CrMoV13-15); les aciers résistants aux chocs thermiques centrés sur les compositions chimiques à 3 et 5% de chrome, avec addition de molybdène, de tungstène, de vanadium, éventuellement de cobalt pour augmenter les propriétés mécaniques à chaud (32CrMoV12-28, X37CrMoV5-1, X38CrMoV5-3, X40CrMoV5-1, X35CrWMoV5);
les aciers résistant à l'usure aux températures élevées, comportant des nuances à forte addition de tungstène, avec du chrome, du molybdène et du cobalt pour augmenter la pénétration de trempe et les caractéristiques mécaniques (X30WCrV9-3, 38CrCoWV18-17-17) [10].

#### I.2.4.4. Les aciers rapides

Cette classe contient les aciers à coupe rapide. Les aciers à coupe rapide ou simplement les aciers rapides sont caractérisés par :

- Une bonne tenue à chaud,
- Une bonne dureté,
- Une résistance mécanique et tenue à l'usure élevée,
- La propriété de garder la structure martensitique à chaud jusqu'à 600°C.

L'utilisation des aciers de coupe par rapport aux aciers à outils ordinaires, permet d'augmenter sensiblement la vitesse de coupe de 2 à 4 fois et la tenue de l'outil de 10 à 30 fois. Ces aciers contiennent des carbures lédéburitiques à l'état recuit, ils sont constitués de ferrite alliée et de carbures de type  $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$ , MC et  $M_3C$ , dont le principal d'entre eux dans les aciers rapides est le  $M_6C$ . La ferrite comporte la plus grande partie dissoute de chrome [13].

#### I.3. Traitements thermiques

#### I.3.1. Généralités

Par traitement thermique, on désigne toute opération faite à chaud et qui est destinée à modifier la microstructure d'un métal pour lui donner de nouvelles caractéristiques. Pour les aciers d'amélioration, c'est-à-dire certains aciers au carbone et les aciers faiblement alliés, certains traitements sont quasi obligatoires pour obtenir une performance optimale. Ces traitements sont la trempe et le revenu. Ils permettent de modifier et d'ajuster les propriétés mécaniques de l'acier tel que la limite élasticité, la résistance à la traction, la ténacité, la dureté et la résilience pour les différents besoins de l'utilisation.

D'autres traitements, normalement désignés comme recuits, visent à amener le métal vers un équilibre structural. Ils ont donc pour but de faire disparaître les états hors équilibre résultant des traitements antérieurs [17].

#### I.3.2. Le recuit

Au cours de son histoire, un acier peut se trouver dans des états hors d'équilibre provoqués par des traitements thermiques ou mécaniques antérieurs. Exemples :

- Ségrégation au cours du processus de solidification ;
- Ecrouissage par déformation à froid ;
- Contraintes de soudage, ... etc.

Un certain nombre de traitement thermiques sont adaptés à l'élimination ou à la réduction des effets néfastes de tels états (tableau III), en vue d'opérations ultérieures sur le métal ou de l'utilisation correcte de l'acier [9]. Le tableau 1 présente les différents types de recuit.

| Traitement thermique   | Température de chauffage            | Le but de traitement               |  |
|--|-------------------------------------|------------------------------------|--|
| Recuit   | $T = Ac_3 + 200^{\circ}C$           | détruire l'hétérogénéité           |  |
| d'homogénéisation  | pendant des heures                  | chimique                           |  |
| Recuit de régénération   | $T > Ac_3$                          | affiner les grains                 |  |
|  | chauffage au cœur                   |                                    |  |
| Recuit de détente  | $T = 600-650^{\circ}C$              | faire disparaître les contraintes  |  |
|  | pendant ~1h                         | propres                            |  |
| Recuit de  | $T = 600^{\circ}C$                  | 3 stades : restauration,           |  |
| recristallisation (après   |                                     | recristallisation et grossissement |  |
| écrouissage)   |                                     | du grain                           |  |
| Recuit complet   | $T = Ac_3 + 50^{\circ}C \text{ ou}$ | la formation d'une structure de    |  |
|  | $Ac_1 + 50^{\circ}C$ ,              | dureté minimale favorable à        |  |
|  | chauffage au cœur,                  | l'usinage ou à la déformation à    |  |
|  | refroidissement au four             | froid                              |  |
| Recuit de normalisation = recuit complet mais avec un refroidissement à l'air. |                                     |                                    |  |

| Tableau III.  | Les différents | types | de recuit. |
|---------------|----------------|-------|------------|
| I avicau III. | Los unicionos  | types | uc recuit. |

#### I.3.3. L'austénitisation

L'austénitisation a pour objet de mettre en solution le carbone et, éventuellement, les éléments d'alliage précipités sous forme de carbures. Pour cela, il est nécessaire de se placer dans les conditions où le carbone est soluble dans le fer c'est-à-dire de provoquer, par chauffage, la transformation du fer  $\alpha$  en fer  $\gamma$  [22].

Dans l'austénitisation est nécessite d'avoir :

- une température uniforme dans toute la pièce ;

- un maintien en température assez long pour permettre une homogénéisation complète de l'austénite.

La température d'austénitisation dépend de la teneur en carbone et des éléments d'addition. La durée de maintien est variable, elle dépend beaucoup de la géométrie de la pièce. Elle se situe en général entre 15 et 30 minutes.

#### I.3.4. Le traitement hypertrempe

Ce type de traitement peut être classé dans les traitements d'homogénéisation. Il consiste en un maintien à haute température (de 1000 à 1150°C) suivi d'un refroidissement rapide. Ce traitement a pour but d'obtenir à température ambiante une phase austénitique homogène où tous les éléments se trouvent en solution solide.

Lors du chauffage de ces aciers permettant d'obtenir une phase homogène, on cherche à mettre en solution les carbures. Cette dissolution exige un couple tempstempérature minimal qui ne doit pas être franchi car cela pourrait générer une croissance des grains non souhaitable. Le refroidissement suffisamment rapide du métal permet de garder la phase austénitique à l'ambiante. Cette phase austénitique n'est pas stable thermodynamiquement, elle est dans un état dit métastable et peut se transformer en phase martensitique sous l'action d'une déformation plastique, et/ou d'un simple maintien à basse température [12].

#### I.3.5. La trempe

La trempe consiste en un refroidissement rapide d'un acier austénitisé et a pour but de donner à l'acier la plus grande dureté possible par formation de la martensite ou de la perlite fine. Il s'effectue en général à l'eau, à l'huile ou à l'air. Le milieu de trempe est choisi surtout en fonction de la trempabilité de l'acier. Le refroidissement rapide par trempe ne permet ni la germination ni la croissance des nouvelles phases. La diffusion à longue distance, nécessaire à la ségrégation du C et des éléments d'alliage, aurait besoin de plus de temps pour produire un effet notable. L'austénite n'étant pas stable à basse température et la ferrite n'étant pas capable de dissoudre suffisamment de carbone, ainsi la transformation martensitique se produit [21].

#### I.3.6. Le revenu

Le revenu est un traitement thermique subcritique pratiqué après trempe en continu. Il comprend :

- Un réchauffage à la température de revenu  $T_R < A_{C1}$ ;
- Un maintien de durée t<sub>R</sub> [9].

La martensite ne se décompose pas de façon continue quand on élève la température mais se transforme en suivant des stades qui correspondent à des états métastables successifs. Dans le cas d'un acier au carbone non allié on constate :

Premier stade du revenu (de 150 à  $250^{\circ}$ C) : Les atomes de carbone qui ont été forcés dans le réseau quadratique de la martensite cherchent à quitter leurs sites et vont s'accumuler sur les imperfections cristallines. La martensite s'appauvrit jusqu'à une teneur de 0,25% de carbone. La martensite est souvent appelée martensite  $\alpha$ '.

Le carbone libéré forme, avec le fer, un carbure non stœchiométrique, appelé carbure  $\varepsilon$ , de formule Fe<sub>2,4</sub>C.

#### CHAPITRE I. Partie bibliographie

Deuxième stade du revenu (de 200 à  $300^{\circ}$ C) : Dans ce domaine stade de température on assiste essentiellement à la décomposition de l'austénite résiduelle en ferrite et carbures alors que le carbure  $\varepsilon$  achève sa précipitation. Il semble apparaître un autre carbure appelé carbure  $\chi$  ou carbure de Hägg, de décomposition un peu plus riche en carbone que la cémentite. La martensite commence à évoluer vers une structure cubique, la résistance à la traction, la limite d'élasticité et la dureté continuent à la chuter comme au premier stade.

Troisième stade du revenu (de 300 à 400°C) : On assiste simultanément au retour complet de la martensite à une forme cubique, à l'apparition de la cémentite Fe<sub>3</sub>C et à la disparition des carbures intermédiaires qui se redissolvent. A partir de 400°C la cémentite commence à coalescer. La structure est constituée par de la cémentite globulaire à matrice ferritique. Une telle structure reste relativement fine est appelée également perlite fine de revenu.

Quatrième stade du revenu (de 450 à 600°C) : Ce stade ne concerne que les aciers alliés. En pratique les stades précédents ne sont pas modifiés par la présence des éléments d'addition sauf par de légers décalages des températures qui caractérisent ces stades.

Lorsque l'acier contient des éléments susceptibles de former des carbures et/ou certains composés intermétalliques, on peut obtenir, lors de revenus vers 500-600°C, un important durcissement secondaire. Ce phénomène, qui concerne les aciers à outils et plus exactement la classe des aciers rapides [3].

#### I.3.7. Fragilisation au revenu

Elle peut apparaître pour un revenu effectué entre 200 et 400°C, pendant le troisième stade du revenu. Elle est due à la transformation du carbure  $\varepsilon$  qui précipite sous forme de plaquettes de cémentite. La fragilisation dépend du temps de revenu. On observe cette fragilisation sur la courbe donnant l'évolution de la résilience en fonction de la température de revenu [3].

Le revenu permet de transformer graduellement l'état martensitique - métastable – vers un état d'équilibre, caractérisé par la coexistence de ferrite et de cémentite. L'augmentation de la température permet la germination et la croissance de la cémentite et, le cas échéant, des carbures. La martensite s'appauvrit ainsi en carbone et sa maille cristalline se transforme continuellement dans la maille cc de la ferrite. Les distorsions du réseau cristallin, caractéristiques des microstructures martensitiques, et les contraintes résiduelles, à l'origine de la fragilité, sont relâchées. Les propriétés mécaniques que l'on obtient après un revenu de 30 min sont représentées dans le diagramme de revenu et qui est normalement fourni par le fabricant de l'acier. Le diagramme montré en figure 7 correspond à celui d'un acier d'amélioration que l'on utilise pour la réalisation des pièces de construction fortement sollicitées (arbres, engrenages). En particulier il s'agit de l'acier 40NiCrMo6 qui a la composition : 0,4% C, 1,4% Ni, 0,8% Cr et 0,4% Mo [21].



**Figure 7.** Diagramme de revenu de l'acier 40NiCrMo6. Évolution des propriétés en fonction de la température de revenu (température de trempe 840°C) [21].

Certains aciers présentent une fragilité de revenu pour des traitements pratiqués dans la zone 450-525 °C. Elle se traduit par l'élévation importante de la température de transition ductile-fragile et par des ruptures intergranulaires. Les conséquences de la ségrégation aux joints de grains de l'austénite initiale est dû aux éléments tels que P, As, Sb, Sn. Ce type de fragilité est réversible. Cette fragilité est supprimée par un revenu ultérieur au-dessus de 550°C suivi d'un refroidissement rapide. Le molybdène diminue la sensibilité de l'acier à la fragilité de revenu réversible [9].

#### I.3.8. Transformation martensitique

Lors de la trempe, le carbone en solution dans l'austénite peut ne pas avoir le temps de diffuser d'une distance supérieure à la distance inter atomique. Dans ce cas, on obtient un constituant ferritique sursaturé en carbone, la martensite (fer  $\alpha$ '), de structure cristalline quadratique centrée. Cette maille martensitique se déduit de la maille cubique à faces centrées de l'austénite par une déformation de cisaillement couplée à une légère distorsion tel que la transformation de Bain (figure 8). Cette transformation induit un changement de volume qui conduit à l'apparition de contraintes internes autour des zones transformées. Il est à noter qu'une martensite hexagonale  $\varepsilon$  peut aussi exister, d'autant plus facilement en présence d'éléments d'alliage stabilisant la forme hexagonale de fer (Co, Mn, N,...) [24].



Figure 8. Origine de la maille quadratique centrée  $\alpha$ ' selon Bain [24].

La transformation martensitique étant une transformation par glissement donc sans diffusion, sa cinétique est quasiment indépendante du temps. Elle débute lorsque l'austénite instable passe en dessous d'une température seuil  $M_s$  et évolue uniquement en fonction de la température atteinte. L'austénite est entièrement transformée en martensite à la température  $M_f$ . Si la température ambiante est comprise entre  $M_s$  et  $M_f$ , il subsiste une certaine fraction d'austénite dite « austénite résiduelle » [24].

#### I.3.9. Transformation bainitique

La bainite est produite lors de refroidissements à vitesse légèrement plus faibles ou par maintien isotherme supérieur à Ms et inférieur à la limite de la transformation perlitique. Cette transformation est le résultat d'une succession de phénomènes par glissement (comme pour la martensite) et diffusionnels (comme pour la perlite). De part les phénomènes diffusifs, la transformation bainitique est dépendante du temps et nécessite un temps de germination. Les transformations par glissement imposent une plage de température en dehors de laquelle la bainite ne pourra se former. Cette plage de température débute à la température B<sub>s</sub> (environ 500°C dans les aciers au carbone) qui diminue avec la teneur en éléments d'alliage (C, Mn, Ni, Cr, Mo), et la température B<sub>f</sub> proche de M<sub>s</sub>.

De manière générale, les bainites sont constituées d'un fin mélange macroscopiquement non lamellaire de ferrite, carbure et/ou austénite. On distingue couramment deux arrangements typiques de bainite selon les températures de transformation : la bainite supérieure pour les températures les plus élevées, et la bainite inférieure pour des températures plus basses.

De façon générale, la transformation bainitique débute par la germination displacive d'une entitée ferritique au niveau des joints de grains de l'austénite mère. Dans un second temps apparaît la diffusion du carbone par précipitation de carbures. Celle-ci s'opère dans ou au contact de l'environnement austénitique enrichi par le carbone des germes.

#### CHAPITRE I. Partie bibliographie

La bainite supérieure se présente sous forme de groupe de lattes de ferrite parallèles et l'orientation cristallographique voisine, séparée de particules allongées de cémentite et/ou d'austénite retenue. La bainite inférieure est constituée de plaquettes de ferrite et de petits carbures inter ou intra plaquette. Les particules de cémentite intra plaquettes sont de très petites dimensions (épaisseur de quelques nanomètres). La figure 9 proposée par Foct et Taillard représente la morphologique de ces deux bainites [24].



**Figure 9**. Morphologie et chronologie de formation (i, ii, iii, iv) de la bainite supérieure et b) inférieure [24].

#### I.3.10. Transformation perlitique

Pour des températures de transformation entre 720°C et 450°C (phase perlitique), débute la transformation par la formation des premiers germes de cémentite sur les joints des cristaux de l'austénite, ces germes se développent à l'intérieur des cristaux  $\gamma$ et le voisinage des cristaux de cémentite s'appauvrit en carbone et se fustige en ferrite  $\alpha$ . La solubilité du carbone dans la ferrite est très faible, ce qui conduit à la précipitation du carbone se trouvant dans la ferrite dans le domaine de l'austénite voisin et ce qui donne la formation de la perlite (Fer  $\alpha$  + cémentite). La figure 10 donne les différentes étapes de la formation de la perlite (transformation austénite en perlite) [3].



Figure 10. Les différentes étapes de la formation de perlite [3].

La transformation perlitique a le caractère de diffusion, à première étape, elle est caractérisée par l'apparition des germes de cémentite sur les joints des grains de l'austénite. La deuxième étape montre le développement des germes de la cémentite tout en provoquant l'appauvrissement des places voisines en carbone et en se transformant en ferrite et enfin la troisième étape c'est la formation de la perlite [3].

#### I.3.11. Les diagrammes TTT et TRC

Ces cinétiques de réaction dépendent de la température. Ainsi, on est amené à mesurer cette vitesse en fonction de la température de transformation. Pour ce faire, on amène rapidement le métal à une température donnée par « trempe isotherme » ; on mesure alors le temps correspondant au début de réaction ou temps d'incubation et le temps de fin de réaction. On peut ainsi tracer dans un diagramme temps-température le lieu des points de début, de fin de transformation ou de 50% de transformation. Ces courbes sont appelées courbes TTT (Temps – Température – Transformation) et permettent de caractériser la cinétique de réaction en fonction de la température. La figure 11 présente une courbe TTT d'un acier à outil pour travail à froid de type X155CrVMo12 1, Les courbes obtenues ont toujours une forme en C. Cela s'explique par la compétition des deux mécanismes de germination et de croissance. Ces courbes permettent de prévoir, en fonction de la température de trempe:

- 1) la microstructure,
- 2) les propriétés mécaniques,
- 3) le temps de transformation.

A basse température, l'apparition de la transformation martensitique est caractérisée par deux horizontales aux températures  $M_S = 200^{\circ}C$  et  $M_F$ . Cette transformation martensitique se produit donc si l'on porte le métal en dessous de  $M_F$  [10]. La position de ces courbes, dans le diagramme temps-température, est fortement modifiée par les éléments d'alliage Cr, V et Mo. De façon tout à fait générale, l'augmentation de leurs concentrations repousse ces courbes vers la droite, favorise l'apparition des deux nez (perlitique et bainitique), l'augmentation des températures  $A_1$  et  $A_3$  et diminution la température de transformation martensitique Ms.



Figure 11. Diagramme TTT de l'acier à outil pour travail à froid [23].

La plupart des traitements thermiques industriels sont effectués en refroidissement continu. On est donc conduit à tracer les mêmes courbes, non pas en trempe isotherme, mais à des vitesses de refroidissement variables. La figure 12 présente une TRC d'un acier à outil pour travail à froid. Pour les mêmes raisons que précédemment, les courbes correspondant à la transformation par germination et croissance ont une forme en C ; la transformation martensitique est caractérisée par deux horizontales aux températures  $M_S$ et  $M_F$ . Le diagramme TRC caractérise par deux lignes de transformation  $A_{c1e}$  et  $A_{c1b}$ .



**Figure 12.** Diagramme TRC de l'acier à outil pour travail à froid (KgM : Martensite aux joints de grain) [23].

#### CHAPITRE I. Partie bibliographie

Le diagramme TRC représente le lieu des points (température, temps) qui correspondant à une structure donnée. Selon la vitesse de refroidissement, on peut suivre les transformations de l'austénite pendant la traversée des différents domaines. Les chiffres sur les courbes donnent la quantité (%poids) d'austénite qui s'est décomposée dans le domaine traversé [3].

# CHAPITRE II Techniques expérimentales

#### II.1. Objectif et intérêt

L'objectif général de cette étude est d'améliorer la durée de vie d'un outil de découpage à froid par traitements thermiques, et de faire une caractérisation des aciers de production des articles en inox.

Nous nous intéressons particulièrement dans notre étude à déterminer les températures de transformation par la méthode de traitements thermiques de l'acier à outil de découpage à froid de nuance X155 CrVMo 12 1. Pour cela, nous présenterons dans ce chapitre les différentes techniques de caractérisation structurale, microstructurale et mécanique.

#### II.2. Les matériaux étudiés

#### II.2.1. Type A nuance X 5 Cr Ni 18-10

La nuance X 5 Cr Ni 18-10 dénommé suivant la norme DIN 17440 (Z 6 CN18 09 selon la norme AFNOR, 304 selon la norme AISI). Cette nuance est correspondant un acier inoxydable austénitique d'emboutissage, leur emplois est dans les plats, terrines, couvert légèrement laminé pour les couteaux gravement décors. Il est disponible sous forme tôle de 3 mm d'épaisseur. Sa composition chimique est donnée dans le tableau IV.

Tableau IV. La composition chimique de l'acier inoxydable austénitique

#### X5Cr Ni 18-10.

| %C     | %Si  | %Mn  | %P      | %S      | %Cr       | %Ni         |
|--------|------|------|---------|---------|-----------|-------------|
| ≤ 0,07 | ≤1,0 | ≤2,0 | ≤ 0,045 | ≤ 0,015 | 17 à 19,5 | 8 à<br>10,5 |

II.2.2. Type B nuance X 6 Cr 17

La nuance X 6 Cr 17 dénommé suivant la norme DIN 17440 (Z 8 C 17 selon la norme AFNOR, 430 selon la norme AISI). Cette nuance correspond un acier inoxydable ferritique à 17% de chrome, caractérisé par une résistance correcte à la corrosion à l'atmosphère naturelle et aux eaux douces non agressives. Il est disponible sous forme des tôles de 0,8 d'épaisseur. Cet acier utilisé pour les articles de ménage, l'électroménager, et les éviers. Sa composition chimique est donnée sous forme de tableau V.

Tableau V. La composition chimique de l'acier inoxydable ferritique X6 Cr 17.

| %C          | %Si   | %Mn   | %P           | %S      | %Ni     |
|-------------|-------|-------|--------------|---------|---------|
| $\leq$ 0,08 | ≤ 1,0 | ≤ 1,0 | $\leq$ 0,040 | ≤ 0,015 | 16 à 18 |
II.2.3. Type C nuance X155 CrVMo 12 1

La nuance X155CrVMo 12 1 dénommé suivant la norme DIN 17350 (Z 160 CDV 12 selon la norme AFNOR, D2 selon la norme AISI Classe 430). Cet acier est un acier lédéburitique à haute teneur en carbone et en chrome, avec des additions de molybdène et de vanadium, nitrable après traitement thermique spécial. Il est recommandé pour les outils de découpage de matériaux plus épais et plus durs, ainsi que pour les outils de formage soumis à des efforts de flexion et ayant à subir des chocs. Il est disponible sous forme de tôle de 20 mm d'épaisseur. Sa composition chimique est présentée dans le tableau VI.

| %C     | %Si    | %Mn    | %P     | %S    | %Cr    | %Mo    | %V     |
|--------|--------|--------|--------|-------|--------|--------|--------|
| 1,50 à | 0,10 à | 0,15 à | $\leq$ | <     | 11,0 à | 0,60 à | 0,90 à |
| 1,60   | 0,40   | 0,45   | 0,030  | 0,030 | 12,0   | 0,80   | 1,10   |

**Tableau VI.** La composition chimique de l'acier à outil X155 Cr V Mo 12 1.

### II.3. Préparation des échantillons

Pour les aciers inoxydables et les aciers à outil de découpage à froid non traité, les échantillons ont été découpés à l'aide d'une tronçonneuse (figure 13-a) d'un disque de 2,5 mm d'épaisseur, relié à un système de refroidissement à l'eau pour n'apporter aucun échauffement local parce qu'un chauffage dénature la microstructure. Les dimensions de ces échantillons sont définies dans la figure 13-b.



Figure 13. a) Tronçonneuse, b) Dimension des échantillons utilisés.

Et pour découpé des échantillons en acier à outil de découpage à froid traité, il faut utiliser une machine adaptée au matériau. Et pour cela, on optait à travailler avec l'usinage par l'électroérosion par fil.

## II.4. L'électroérosion par fil

L'électroérosion (EDM) par fil découpe dans une pièce, à l'aide d'un fil métallique (électrode), un contour programmé. Une source de courant crée des impulsions électriques rapides qui engendrent une décharge entre la pièce à travailler et l'électrode. Dans la zone d'usinage, chaque décharge crée un cratère dans la pièce (enlèvement de matière) et un impact sur le fil (usure de l'outil-électrode). La machine utilisée dans notre travail est de modèle ROBOFIL 290P de marque CHARMILLE présenté à la figure 14.



Figure 14. La machine ROBOFIL 290P.

Le fil peut s'incliner permettant ainsi de créer des pièces avec dépouilles ou avec des profils différents en haut et en bas de la pièce. Il n'y a jamais de contact mécanique entre l'électrode et la pièce. Le fil est en alliage de cuivre (CuZn37) et mesure 0,25 mm de diamètre. Les dimensions de l'échantillon sont présentent sur la figure 15.



Figure 15. Les dimensions de l'échantillon.

## II.4.1. Principe physique de l'électroérosion

L'usinage par électroérosion s'effectue à travers le jaillissement d'étincelles électriques entre deux électrodes soumises à une tension électrique déterminée, toutes deux plongées dans un liquide isolant (liquide diélectrique). Sachant que les deux électrodes se trouvent dans un milieu diélectrique (isolant), la tension que l'on applique entre les deux doit être suffisante pour créer un champ électrique. On peut distinguer 6 phases dans ce processus (figure 16):

- Phase 1: Approche de l'électrode vers la pièce. Les deux éléments sont sous tension.
- **Phase 2:** Concentration du champ électrique vers le point où l'espace électrodepièce est le plus faible.
- Phase 3: Création d'un canal ionisé entre l'électrode et la pièce
- **Phase 4:** Claquage de l'étincelle. La matière de la pièce fusionne localement, se consume. L'électrode subit une faible usure.
- Phase 5: Coupure du courant. Implosion de l'étincelle.
- Phase 6: Evacuation des particules métalliques par un arrosage du diélectrique.



Figure 16. Le processus d'étincelage.

## II.5. Traitement thermique

Le traitement thermique des échantillons en acier X155CrVMo12 1 s'est effectué dans un four à résistance électrique (figure 17) qui peut atteindre une température maximale de 1300°C.



Figure 17. Four à résistance.

II.6. Déroulement des expériences

1<sup>er</sup> Expérience :

Cette expérience dans le but de déterminer les températures de transformation  $Ac_{1b}$  et  $Ac_{1e}$ . Elle consiste à :

- 1- Chauffer les échantillons à l'état brut jusqu'à une température donnée,
- 2- Maintenir à cette température pendant 30min,
- 3- Refroidira rapidement à l'eau.

Les températures sont les suivantes : 800°C, 820°C, 840°C, 860°C, 880°C, et 900°C.

Après ce traitement, les échantillons subissent un traitement de revenu qui consiste à mettre les échantillons dans un four chauffé à 200°C pendant 2h et refroidira à l'air.

2<sup>éme</sup> Expérience :

Dans le but d'optimiser les paramètres de traitement thermique de l'acier à outil de découpage à froid (X155CrVMo12 1). On a chauffé des échantillons à l'état brut dans des différentes températures pendant 30min, et on refroidit dans des milieux différents. Le tableau VII présente les températures et les milieux de trempe des échantillons étudié.

| Tableau VII. Les différentes températures et les milieux de refroidissement. |
|--|
|  |

| Milieux de | Températures  |  |  |  |
|------------|---|--|--|--|
| trempe     |   |  |  |  |
|            | 900, 910, 920, 930, 940, 950, 960, 970, 980, 990, 1000, 1010, 1020, |  |  |  |
| L'eau      | 1030, 1040, 1050, 1060, 1070, 1080, 1090, 1100, 1110, 1120, 1130,   |  |  |  |
|            | 1140, 1150, 1160.   |  |  |  |
| L'huile    | 900, 920, 940, 970, 980, 990, 1010, 1030, 1050, 1070, 1090,         |  |  |  |
| chauffée à | 1110,1130, 1150, 1170.  |  |  |  |
| 50°C       |   |  |  |  |
| L'air      | 900, 920, 940, 970, 980, 990, 1010, 1030, 1050, 1070, 1090,         |  |  |  |
|            | 1110,1130, 1150, 1170.  |  |  |  |

Les échantillons traités suivi d'un traitement de revenu à température 200°C pendant 2h.

3<sup>éme</sup> Expérience :

A partir de la deuxième expérience, on a fixé la température de trempe à l'eau de l'acier à outil de découpage à froid à 990°C.

La troisième expérience a pour but d'optimiser le temps de maintien, à travers un chauffage des échantillons jusqu'à une température 990°C, avec un maintien variable de 20, 30, 40, 60, 80, 100, 120, 140, et 160minutes, suivi d'un refroidissement à l'eau.

Les échantillons traités suivi d'un traitement de revenu à température 200°C pendant 2h.

II.7. Technique de caractérisation

Les caractérisations morphologique, structurale et mécanique de l'acier étudié ont été obtenues par différentes méthodes d'investigation telles que : le microscope optique, la diffraction de rayon X, la dureté et la macro-dureté. Nous donnons ci-après les principes de mise en œuvre et les caractéristiques des méthodes qui ont été utilisées pour notre étude.

II.7.1. L'examen métallographie

L'examen micrographique a pour but principal la mise en évidence de la structure de l'échantillon lors de l'observation au microscope optique. Ainsi il y a bien préparé la surface de l'échantillon selon les étapes suivantes :

## II.7.1.1. L'enrobage à froid

Après le prélèvement de l'échantillon, et vu sa taille relativement petite, on effectue un enrobage à froid, afin de permettre une manipulation plus aisée et d'assurer la planéité de la surface lors du polissage. Dans ce type d'enrobage, et tel son nom l'indique, il n'y a pas de chauffage, on place plutôt l'échantillon dans un moule qu'on rempli de résine en poudre à laquelle on ajoute du liquide (durcisseur) afin d'obtenir une solution visqueuse qui durcit en se refroidissant (polymérisation).

# II.7.1.2. Polissage

Le polissage proprement dit a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale, mais également l'élimination de la couche superficielle de l'échantillon dont la microstructure pourrait être non-représentative du matériau. Il s'effectue généralement en deux étapes :

# a) Pré-polissage

Il se fait par frottement de l'échantillon sur des papiers abrasifs de granulométrie décroissante de plus en plus fine (80, 120, 180, 240, 600, 800, 1000, et 1200), le papier déposé sur le plateau d'une polisseuse tournant à vitesse constante (figure 18). Le polissage se fait habituellement sous eau pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon. Le sens du polissage est changé de 90° après le polissage d'un papier.

# b) Polissage de finition

La dernière phase du polissage, de loin la plus longue et la plus délicate, se fait sur une meule de drap tournant. Cette meule est arrosée abondamment d'alumine très fine (3µm) en suspension dans l'eau. Cette étape permet d'obtenir un état de surface miroir.

Plusieurs facteurs jouent un rôle important dans le polissage, la chaine de papier, du tissu et de l'abrasif, la vitesse de rotation du disque, la pression de contact, le mouvement de l'échantillon, etc. Sans oublier l'habileté et l'expérience de la préparation qui ont grande influence sur la qualité du poli obtenu.



Figure 18. Polisseuse.

# II.7.1.3. Attaque micrographique

L'attaque a pour but de révéler les joints de cristaux, et de différencier les phases ou les constituants de l'alliage. La méthode la plus répandue consiste à tremper la face de l'échantillon à attaquer dans un réactif choisi pendant un temps convenable. L'attaque à lieu généralement à la température ambiante. Les méthodes d'attaque peuvent être classées en deux principales catégories:

# a) Attaque chimique

Elle a pour but d'attaquer la surface de l'échantillon poli à l'aide d'un réactif chimique approprié. Dans notre cas, on a utilisé le réactif présenté dans le tableau VIII.

| Désignation        | Composition                          | Domaine              |
|--------------------|--------------------------------------|----------------------|
|                    |                                      | d'application        |
| Solution           | - 1g d'acide picrique $C_6H_3N_3O_7$ | - Aciers inoxydables |
| alcoolique d'acide | - 5ml d'acide chlorhydrique HCl      | - Aciers au chrome à |
| picrique et acide  | $(\rho_{20}=1,19 \text{ g.ml}^{-1})$ | l'état trempé        |
| chlorhydrique      | - 100ml d'éthanol $C_2H_5$ -OH       |                      |
| (Vilella)          |                                      |                      |
|                    | Durée d'attaque 15secondes.          |                      |

Tableau VIII. La désignation et la composition de notre solution d'attaque chimique.

# b) Attaque électrolytique

Dans ce travail on a utilisée une deuxième technique qui est l'attaque électrolytique, qui consiste en corrosion par dissolution électrochimique qui est de même type que la dissolution chimique, mais elle bénéficie d'un paramètre supplémentaire qui est le facteur électrique imposé en présence d'un électrolyte approprié. Attaque électrolytique s'effectue avec un appareillage qui se compose d'un Becher et d'une génération à courant continu (figure 19) contenant l'électrolyte avec l'échantillon (anode) placé à quelques centimètres de la cathode en acier inoxydable. Les différents réactifs électrolytiques sont présentés dans le tableau IX.

| Tableau IX | K. Réactifs | d'attaque | électrolytique. |
|------------|-------------|-----------|-----------------|
|------------|-------------|-----------|-----------------|

| Désignation      | Composition                      | Domaine d'application   |
|------------------|----------------------------------|-------------------------|
| Solution aqueuse | 10g d'acide oxalique             |                         |
| d'acide          | 100ml d'eau                      | Examen de la structure  |
| Oxalique 10%     | Durée d'attaque 2-4min sous      | des aciers inoxydables  |
|                  | tension de 10V                   |                         |
|                  | 10g de soude NaOH                |                         |
| 40%NaOH          | 100ml d'eau distillée            | Coloration des carbures |
|                  | Durée d'attaque 90s sous tension | dans les aciers         |
|                  | 4V.                              |                         |



Figure 19. a) Schéma de l'attaque électrolytique, b) Montage expérimentale.

# II.7.1.4. L'observation microscopique

Un microscope optique de type OLYMPUS (figure 20) permet l'observation des échantillons avec un agrandissement qui varie de 50 à 1000. Ce microscope s'accompagne d'une caméra, d'un ordinateur avec utilisation d'un logiciel d'amélioration d'image. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.



Figure 20. Microscope optique de type OLYMPUS.

### II.7.1.5. Traitement d'image

Après observation par le microscope optique, nous prenons les images obtenues sur l'ordinateur puis on les traite avec un logiciel « image J ».

Image J (figure 21): est un logiciel libre de traitement et d'analyse d'images. Le J indique que le programme a été écrit en Java qui est un logiciel utilisable sur différents systèmes d'exploitation. Il permet de dénombrer des particules, de mesurer diverses grandeurs (distances, fraction, la taille de grain, ...) et d'extraire des coordonnées de contours. Dans notre cas on utilise ce logiciel pour mesurer la taille de grain ainsi que le taux des carbures.



Figure 21. Traitement d'image par image J.

II.7.2. Caractérisations mécaniques par l'essai de dureté

Pour définir la dureté d'un matériau, il faut obligatoirement raisonner en "procédés de mesure". A chacun correspond une définition spécifique de la dureté. Il s'agit en fait de mesurer l'aptitude d'un matériau à résister à la pénétration ou à la rayure d'une indentateur plus dur. L'hauteur de rebondissement d'une petite masse dure est également un moyen de définition de la dureté.

Le pénétrateur ou indentateur, de forme et de résistance appropriées (sphère, pyramide, cône...) est appliqué progressivement sous l'action d'une force "F" sur la surface et maintenu pendant un temps précis. Si le matériau est plastiquement déformable, une empreinte de surface latérale "S" et de profondeur "e" subsiste après retrait de la charge. La dureté s'exprime alors par : H=F/S

Dans notre cas, nous avons utilisé les essais suivants : a) Essai Vickers, b) Essai Rockwell

# II.7.2.1. Essai Vickers

Cette essai est réalisé avec une machine de type V-Testor 2 WESTERN (figure 22), qui permet de calculer la macro-dureté Vickers. Le but est de mesurer la dureté et d'identifier l'évolution de la dureté en fonction de la température de trempe.



Figure 22. Machine d'essai Rockwell de type V-Testor 2 WESTERN.

## II.7.2.1.1. Principe de l'essai

La macro-dureté Vickers consiste à enfoncer un pénétrateur en diamant de forme pyramidale de base carrée et d'angle 136° dans l'échantillon sous l'effet d'une charge, la figure 23 présente le principe de cette essai. On calcule les diagonales d'empreinte obtenu et on fait la moyenne puis en applique la loi. Nous avons fait trois essais pour chaque échantillon pour minimiser l'erreur. La dureté Vickers HV est donnée par relation suivante : HV=1,854x (F/d<sup>2</sup>)



Figure 23. Procédure d'un essai de dureté Vickers.

II.7.2.2. Essai Rockwell

La machine d'essai Rockwell présenté sur la figure 24 est de type Testor HT2000. Cet essai consiste à imprimer en deux temps la couche superficielle de la pièce à essayer. Un pénétrateur de type normalisé (bille) et à mesurer l'accroissement rémanente de la profondeur de pénétration (figure 35). Si "e" est l'enfoncement en millimètres du pénétrateur, la dureté Rockwell est donnée par la relation :

 $HRC = 100 - 5.10^2 e.$ 



Figure 24. Machine d'essai Rockwell de type Testor HT2000.



Figure 25. Procédure d'un essai de dureté Rockwell.

# II.7.3. Caractérisations par diffraction de rayon X

Les digrammes de diffraction des rayons X ont permis d'identifier les phases et calculer les paramètres des mailles. Pour cela, nous avons utilisé un diffractomètre de type X'Pert PRO (figure 26), équipé d'un tube radiogène céramique à anticathode de cuivre utilisant la radiation  $K_{\alpha}$  de longueur d'onde  $\lambda_{K\alpha} = 1,5418$ Å. Les conditions de travail sont U = 45 KV et I = 40 mA.



Figure 26. Diffractomètre de type X'Pert PRO.

## II.7.3.1. Principe de la méthode

Un faisceau de RX sort de la fente du tube prévu à cet effet, et tombe sur l'échantillon sous un angle  $\Omega$ . Il est diffracté suivant un angle 20 et rentre dans la fente du détecteur afin d'être mesuré. L'échantillon tourne autour de l'axe perpendiculaire au plan des angles, et passant par lui, avec une vitesse  $\omega$ . Pour rester géostationnaire par rapport à l'échantillon. Le dispositif comprend (figure 27-a):

- Un tube à rayons X pour la production de ces derniers.
- Un détecteur pour recueillir les rayons diffractés.
- Un goniomètre pour la mesure des angles.

Lorsqu'un rayonnement incident de longueur d'onde fixée rencontre un matériau cristallin, la périodicité des positions atomiques engendre des interférences alternativement constructives et destructives des ondes renvoyées par chacun des atomes (figure 27-b). Le résultat équivaut à des réflexions de l'onde incidente sur chacune des familles (h, k, l) de plans cristallins lorsque la condition exprimée par la loi de Bragg est satisfaite :  $2d_{hkl} . \sin \theta = n \lambda$ 

Où  $\lambda$  est la longueur d'onde du rayonnement incident,  $\theta$  l'angle d'incidence, d<sub>hkl</sub> la distance des plans (h, k, l) et n un nombre entier.

Pour chaque angle 2 $\theta$ , une intensité est mesurée par le détecteur, ce qui donne un diagramme I=f (2 $\theta$ ) appelé diffractogramme, que l'on dépouillera par la suite pour déterminer les différentes structures en présence, calculer le paramètre de maille des phases observées, et l'identification de la nature des carbures présentés.



**Figure 27.** a) Dispositif pratique, b) Diffraction d'une onde incidente par une famille de plans atomiques d'un cristal.

# CHPITRE III Résultats et discussions

Dans ce chapitre, nous exposerons les résultats de caractérisation des matériaux étudiés, particulièrement pour l'acier à matrice de découpe à froid des ustensiles de cuisine. Les différentes techniques expérimentales utilisées sont : l'analyse métallographique, l'évolution de la dureté (HRC) et la macro-dureté Vickers en fonction de la température. Nous avons sélectionné quelques échantillons pour leur faire subir une diffraction des rayons X. Ainsi, nous avons interprété l'ensemble des résultats.

#### III.1. Caractérisation générale des matériaux étudiés à l'état brut

#### III.1.1 Etude de d'acier austénitique X5CrNi 18-10

L'acier X5CrNi 18-10 est un acier inoxydable austénitique qui contient des teneurs en éléments d'addition de l'ordre de 18 % de chrome et 10 % de nickel et d'une faible teneur en carbone. Avant observation, l'échantillon de type A (X5CrNi18-10) a été poli jusqu'au drap de  $3\mu$ m puis a subit une attaque électrolytique à l'acide oxalique à 10% correspondant à 10g et 10ml d'eau distillée sous une tension de 10 volts pendant 4 minutes. La microstructure de la figure 28 montre l'acier inoxydable X5CrNi18-10 dans son état brut. Cette micrographie montre qu'à l'état initial, la structure est à 100% d'austénitique avec quelques macles dûs à la trempe qui peuvent peut être constatés. Les joints de grain austénitique prennent une nuance de gris plus foncée dûe à une probable présence d'inclusions ou des carbures de formule voisine de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. La taille moyenne du grain est de 56,1 $\mu$ m. La macro-dureté Vickers est de 184 HV10.



**Figure 28.** Microstructure de l'acier X5CrNi 18-10 après une attaque électrolytique à l'acide oxalique à 10% sous une tension de 10 volts pendant 4 minutes.

#### III.1.2. Etude de l'acier ferritique X6Cr17

Cet acier est un acier inoxydable ferritique à haut teneur de 17% de chrome, Pour examiner sa microstructure, la surface de l'acier X6Cr17 a subi une préparation métallographique, complétée par une finition à l'aide d'une suspension d'alumine de  $3\mu$ m. L'attaque électrolytique est faite à l'aide de l'acide oxalique à 10% sous tension de 10 volts durant 2 minutes. L'examen au microscope optique de l'acier montre la structure à 100% ferritique (figure 29). Les joints de grain ferritique prennent une nuance de gris plus foncée. La taille moyenne du grain est de 23,3 µm. La surface est parsemée de points sombres répartis sur toute la surface à l'intérieur des grains; ces tâches représentent des inclusions et des carbures de type  $Cr_{23}C_6$ . La dureté de cet acier est de 136 HV10.





III.1.3. Etude de l'acier à outil X155CrVMo12 1

La nuance X155CrVMo12 1 présente un acier lédéburitique à 12% de chrome. L'observation par microscope optique de la surface d'un échantillon après une préparation métallographie, ensuite une attaque électrolytique avec un réactif NaOH à 40% (10g de soude NaOH et 100ml d'eau distillée) sous tension de 4 volts durant 90 secondes, est représenté par la figure 30. La structure se présente sous forme d'une matrice ferritique très fine parsemée de points noirs, représentant des carbures, et de structure en bandes des carbures de chrome eutectique (Fe, Cr)  $_{23}C_6$  et des carbures M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (mis en évidence sur les diffractogramme figure 47).



Cette structure en bandes des carbures est bien distingue par la figure 31 suite à une attaque chimique (Vilella).

Figure 30. Microstructure de l'acier X155CrVMo 12 1 à l'état de réceptions près une attaque électrolytique à l'aide d'un réactif de NaOH à 40% sous tension de 4 volts pendant 90 secondes.



**Figure 31.** Microstructure de l'acier X155CrVMo 12 1 à l'état de réception après une attaque chimique à l'aide d'un réactif d'attaque Vilella pendant 15 secondes.

La dureté de l'acier à outil de découpage à froid est de 17 HRC.

#### III.2. Traitement hypertrempe

Le traitement d'hypertrempe de la première expérience est utilisé pour déterminer les températures de transformation  $Ac_{1e}$  et  $Ac_{1b}$  de l'acier à outil de découpage à froid X155CrVMo 12 1. Cela permet de connaitre la structure de l'acier avant la température  $Ac_{1b}$ , et la transformation qui se déroulent entre les deux températures  $Ac_{1b}$  et  $Ac_{1e}$  ainsi qu'au-delà de  $Ac_{1e}$ .

Partant du principe que le comportement mécanique de l'acier soit dicté principalement par les interactions entre les différentes phases composant sa microstructure, on a effectué des mesures de la dureté (HRC) et la macro-dureté  $HV_{200g}$ , ainsi que le traitement d'image qui permet de calcule du taux des carbures sur tous les échantillons soumis à un traitement d'hypertrempe. Le tableau I représente l'évolution des ces paramètres en fonction de la température de trempe à l'eau, après hypertrempe à l'eau et après le revenu à 200°C.

L'évolution de la dureté HRC en fonction de la température (figure 32) montre d'existence trois zones.

La première zone située entre la températures ambiante et 830°C. Cette zone correspond à une structure initiale de l'acier (ferrite + carbures). L'augmentation de la dureté est due à l'apparition de nouveaux carbures secondaires mis en évidence par l'analyse d'image (tableau X et figure 34).

La deuxième zone est caractérisée par une stabilisation de la dureté entre les températures 830 et 895°C, qui s'explique par une légère augmentation des carbures et par la formation de l'austénite qui s'est transformée en martensite et de l'austénite résiduelles (figure 33 et 34).

La trempe de l'austénite se traduit par la formation de la martensite et de l'austénite résiduelle qui provoque une augmentation de la dureté. Au delà de  $895^{\circ}$ C, une structure martensitique peut être également constatée. Donc les deux températures 830 et  $895^{\circ}$ C correspondantes aux deux lignes de la transformation Ac<sub>1b</sub>et Ac<sub>1e</sub>.

| Température | HRC           | HRC            | HV 200g        | Taux des |
|-------------|---------------|----------------|----------------|----------|
| de trempe   | (sans revenu) | (après revenu) | (après revenu) | carbures |
| (°C)        |               | _              | _              | (%)      |
| 800         | 17,87         | 17,34          | 214,34         | 09,78    |
| 820         | 36,20         | 31,50          | 419,00         | 10,51    |
| 840         | 51,43         | 51,04          | 420,67         | 10,92    |
| 860         | 50,47         | 50,34          | 431,67         | 10,88    |
| 880         | 55,30         | 53,67          | 474,34         | 11,05    |
| 900         | 56,97         | 52,34          | 516,00         | 11,24    |

**Tableau X.** Les valeurs de la dureté (HRC), la macro-dureté Vickers, et le taux des carbures en fonction des températures de trempe de l'acier X155CrVMo12 1.

Le traitement de revenu à 200°C appauvrir la martensite et l'austénite résiduelle en carbone qui s'accumule au niveau des imperfections cristallines. Le carbone libéré forme, avec le fer, un carbure non stœchiométrique, appelé carbure  $\varepsilon$ , de formule Fe<sub>x</sub>C<sub>y</sub>. Cette modification de la structure modifie légèrement l'allure de la courbe de dureté HRC.

Notons que la dureté après hypertrempe à 800°C et celle de l'acier réceptionné sont pratiquement identique.



Figure 32. Evolution de la dureté HRC des échantillons en fonction de la température de trempe (800-900°C) de l'acier X155CrVMo12 1.



Figure 33. Evolution de la macro-dureté Vickers des échantillons en fonction de la température de trempe (800-900°C) de l'acier X155CrVMo12 1.



**Figure 34.** Evolution du taux des carbures des échantillons en fonction de la température de trempe (800-900°C) de l'acier X155CrVMo12 1.

Les micrographies de la figure 35 représentent l'évolution de la structure à différentes températures de trempe des échantillons d'acier suivi d'un traitement de revenu à 200°C pendant 2heures. A la température 800°C, la micrographie est identique à celle de l'acier réceptionné. L'attaque au réactif Vilella masque les petits carbures. Pour cela, la présence des carbures sur les micrographies de la figure 35 n'est pas représentative, mais la matrice (martensite et austénite résiduelle) est bien mise en évidence qui n'est pas révélés par attaque électrolytique (figure 36).

D'après les micrographies des échantillons traités à la température 800, 820, et 840°C, on constate l'hétérogénéité présentée par la structure en bande des carbures de couleur blanche. Les différents types des carbures sont déterminés par la diffraction des rayons X pour l'échantillon traité à la température 840°C.

La diffraction des rayons X (DRX) permet l'analyse qualitative et quantitative des dimensions des mailles cristallines et le taux des phases. La forme des pics de diffraction peut être reliée à la microstructure cristalline fine. La connaissance des positions des pics de diffraction et les intensités de raies diffractées permettent l'identification des phases présentes. Les raies de diffraction sont comparées aux spectres des différentes phases compilées dans les fiches ASTM de référence N°= 00-023-113, 01-089-4185, 01-085-1410, 36-1482, et 35-783. A première vue, on constate une similitude qualitative dans les phases identifiées. On voit d'abord la présence de deux phases, une phase d'austénite résiduelle et celle de la martensite ( $\alpha$ '). Les carbures sont présentés en trois types M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, M<sub>3</sub>C, et M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>. Le paramètre de maille expérimental de chacun type de carbure a été calculé à partir des distances réticulaires mesurées par la relation (\*). Le tableau de la figure 37 présente les valeurs des paramètres des l'ensemble des mailles cristallines.

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$
(\*)

Une comparaison, cette fois-ci quantitative, par rapport à la surface des pics 'S' montre que le taux d'austénite résiduelle est majoritaire par une valeur de 66%, le taux des carbures est de 27%. Par contre, la quantité de la martensite reste faible ne dépasse pas de 7%, ce qu'explique par une transformation incomplète de la ferrite en austénite.

Mais au-delà de la température 895°C, l'observation microscopique de la surface des échantillons montre l'homogénéisation de la structure, qui s'explique par la fin de la transformation de la ferrite en austénite et une légère augmentation des carbures secondaires.



**Figure 37.** Spectre de Diffraction des rayons X de l'échantillon traité à température 840°C de l'acier X155CrVMo12 1.



**Figure 35.** Métallographie des échantillons soumis au traitement d'hypertrempe à l'eau à différentes températures 800, 820, 840, 860, 880, et 900°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures (attaque chimique Vilella) de l'acier X155CrVMo12 1.



**Figure 36.** Métallographie des échantillons soumis au traitement d'hypertrempe à l'eau à différentes températures 800, 820, 840, 860, 880, et 900°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures (attaque électrolytique) de l'acier X155CrVMo12 1.

III.3. Optimisation de la température de trempe dans trois milieux de refroidissement

D'après l'expérience, les résultats de test de la dureté HRC, la macro-dureté Vickers  $HV_{200g}$  et de traitement d'image sont présentés dans le tableau XI.

**Tableau XI**. Les valeurs de la dureté, la macro-dureté et taux des carbures en fonction des températures de trempe et en fonction du mode de refroidissement (eau, huile et air) de l'acier X155CrVMo12 1.

| Températures de   | Modes de        | Dureté | HV <sub>200g</sub> | Taux des     |
|-------------------|-----------------|--------|--------------------|--------------|
| trempe + revenu à | refroidissement | (HRC)  | 11 V 200g          | carbures (%) |
| 200°C             | Terroranssement | (1110) |                    |              |
|                   | eau             | 52.34  | 516.00             | 11.24        |
| 900               | huile           | 53.05  | 493.33             | 11.04        |
|                   | air             | 51.80  | 427.33             | 10.61        |
|                   | eau             | 52.93  | 585.67             | 11.50        |
| 910               | huile           |        |                    |              |
|                   | air             |        |                    |              |
|                   | eau             | 57.37  | 594.00             | 11.55        |
| 920               | huile           | 53.50  | 511.00             | 11.40        |
|                   | air             | 51.73  | 499.00             | 10.63        |
|                   | eau             | 60,24  | 636,34             | 11.95        |
| 930               | huile           |        |                    |              |
|                   | air             |        |                    |              |
|                   | eau             | 61,00  | 674,34             | 11.98        |
| 940               | huile           | 56.00  | 512.33             | 11.79        |
|                   | air             | 54.20  | 511.33             | 11.62        |
|                   | eau             | 59.30  | 681.67             | 11.73        |
| 950               | huile           |        |                    |              |
|                   | air             |        |                    |              |
|                   | eau             | 61.27  | 694.00             | 12.70        |
| 960               | huile           |        |                    |              |
|                   | air             |        |                    |              |
|                   | eau             | 62,17  | 805,00             | 12,88        |
| 970               | huile           | 58,40  | 527,67             | 11,86        |
|                   | air             | 56,40  | 518,00             | 11,75        |
|                   | eau             | 59,93  | 621,67             | 12,82        |
| 980               | huile           | 57,60  | 564,00             | 11,46        |
|                   | air             | 56,73  | 524,67             | 11,83        |
|                   | eau             | 62,67  | 566,67             | 13,40        |
| 990               | huile           | 57,43  | 579,33             | 11,15        |
|                   | air             | 59,57  | 553,67             | 11,90        |
|                   | eau             | 59,13  | 627,67             | 12,64        |
| 1000              | huile           |        |                    |              |
|                   | air             |        |                    |              |
|                   | eau             | 59,13  | 595,33             | 12,36        |
| 1010              | huile           | 60,64  | 654,00             | 12,74        |
|                   | air             | 61,28  | 644,67             | 12,19        |
|                   | eau             | 58,17  | 563,67             | 10,26        |
| 1020              | huile           |        |                    |              |
|                   | air             |        |                    |              |

| Températures de<br>trempe + revenu à<br>200°C | Modes de refroidissement | Dureté<br>(HRC) | HV <sub>200g</sub> | Taux des<br>carbures (%) |
|---|--------------------------|-----------------|--------------------|--------------------------|
|   | eau                      | 56,77           | 474,67             | 10,08                    |
| 1030  | huile                    | 62,54           | 662,67             | 13,53                    |
|   | air                      | 62,76           | 702,00             | 12,88                    |
|   | eau                      | 57,57           | 571.00             | 10,90                    |
| 1040  | huile                    |                 |                    |                          |
|   | air                      |                 |                    |                          |
|   | eau                      | 57,33           | 502,67             | 10,77                    |
| 1050  | huile                    | 61,30           | 714,00             | 13,02                    |
|   | air                      | 61,54           | 683,67             | 12,81                    |
|   | eau                      | 58,33           | 594,00             | 10,98                    |
| 1060  | huile                    |                 |                    |                          |
|   | air                      |                 |                    |                          |
|   | eau                      | 58.20           | 543.33             | 11.98                    |
| 1070  | huile                    | 61.40           | 743.00             | 12.73                    |
|   | air                      | 61.54           | 669.33             | 12.56                    |
|   | eau                      | 60.33           | 528.67             | 13.22                    |
| 1080  | huile                    |                 |                    |                          |
|   | air                      |                 |                    |                          |
|   | eau                      | 59.50           | 530.67             | 12.58                    |
| 1090  | huile                    | 61.32           | 769.00             | 12,13                    |
| 1070  | air                      | 61.18           | 663.67             | 12,13                    |
|   | eau                      | 58.33           | 635.33             | 10.62                    |
| 1100  | huile                    |                 |                    |                          |
|   | air                      |                 |                    |                          |
|   | eau                      | 52,70           | 666.00             | 10.36                    |
| 1110  | huile                    | 59.36           | 691.33             | 11.04                    |
| _   | air                      | 58.36           | 662.67             | 11.54                    |
|   | eau                      | 50.77           | 619.33             | 11.24                    |
| 1120  | huile                    |                 |                    |                          |
| _   | air                      |                 |                    |                          |
|   | eau                      | 47.57           | 627.00             | 12.65                    |
| 1130  | huile                    | 51.80           | 644.67             | 11.09                    |
|   | air                      | 50.04           | 645.67             | 11.56                    |
|   | eau                      | 43.30           | 615.33             | 11.67                    |
| 1140  | huile                    |                 |                    |                          |
| _   | air                      |                 |                    |                          |
|   | eau                      | 42.73           | 622.33             | 10.38                    |
| 1150  | huile                    | 48.54           | 644.67             | 13.14                    |
|   | air                      | 52.50           | 634.67             | 12.31                    |
|   | eau                      | 39.63           | 683.00             | 9,67                     |
| 1160  | huile                    |                 |                    |                          |
|   | air                      |                 |                    |                          |
|   | eau                      |                 |                    |                          |
| 1170  | huile                    | 36.13           | 521.67             | 13.41                    |
|   | air                      | 38.27           | 571.00             | 12.73                    |
|   |                          | ,               | ,0 0               | ,. 2                     |

Cette expérience est organisée en trois parties principales selon le mode du refroidissement des échantillons

#### III.3.1. Trempe à l'eau

L'évolution de la dureté HRC, la macro-dureté  $HV_{200g}$ , et le taux des carbures en fonction de la température de trempe présenté par la figure 38.



**Figure 38.** Evolution de la dureté HRC, la macro-dureté Vickers HV<sub>200g</sub> et le taux des carbures en fonction de la température de trempe à l'eau (900-1160°C) de l'acier X155CrVMo12 1.

D'après l'allure de la courbe de la dureté en fonction de la température de trempe, on peut constates quatre zones principales.

La première zone A est limitée par les deux températures 900 et 970°C, elle est caractérisée par une augmentation de la dureté, cette dureté est dû à la présence des carbures en grande quantité. L'analyse de diffraction de rayon X sur l'échantillon traité à la température 990°C (figure 39) montre que la quantité d'austénite résiduelle diminue vers une valeur de 55% par rapport à la température de 840°C. Par contre, le taux des carbures augmente de 40%, et le taux de la martensite diminue vers une valeur de 55%. D'où la valeur de la dureté est maximale. La courbe de figure 48 étant tracée par le logiciel Matlab (la commande polyfit : détermine les coefficients d'un polynôme P(x) de degré N tels que :  $P(X(i) \sim = Y(i)$  au sens des moindres carrées). Pour cela, le point maximal est de 970°C, mais en réalité il est à 990°C (tableau XI).

La deuxième zone B est comprise entre 970 et 1040°C, caractérise une dissolution des carbures qui se traduit par une diminution de la dureté.

L'intervalle de température de 1040 à 1080°C présente la troisième zone C qui caractérise une augmentation du taux d'austénite résiduelle par rapport aux taux des carbures ceci provoque une diminution de la dureté à partir de 1080°C.

Une chute de la dureté dans la quatrième zone D est dûe à la présence da la martensite et de l'austénite résiduelle en grand quantité par rapport à la troisième zone C, et une dissolution des carbures. L'analyse par diffraction des rayons X sur un échantillon traité à la température 1160°C (figure 40) montre que le taux austénite résiduelle est diminué jusqu'à une valeur de 34% par rapport à la température de 990°C qui étant de 55%. Par contre, il existe une augmentation du taux de martensite jusqu'à 65% et un taux de carbures faible de 0,7%.



**Figure 39.** Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon traité à température 990°C de l'acier X155CrVMo12 1.



**Figure 40.** Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon traité à température 1160°C de l'acier X155CrVMo12 1.

L'ensemble des micrographies présentes dans la figure 41, montrent l'évolution de la microstructure des échantillons traités à différentes températures 970, 1040, 1080 et 1160°C. A chaque micrographique relative aux zones A, B, C, et D. La quatrième zone D est illustrée par une micrographie traitée à température 1160°C. Cette micrographie montre l'état structural des carbures avec une matrice ( $\gamma$  résiduelle +  $\alpha$ '), la diminution de la dureté est dûe à la distribution hétérogène des carbures sur toute la surface de l'échantillon.

L'attaque au réactif Vilella masque les petits carbures. Pour cela, la présence des carbures sur les micrographies de la figure 41 n'est pas représentative, mais la matrice (martensite et austénite résiduelle) est bien mise en évidence qui n'est pas révélés par attaque électrolytique (figure 42).



**Figure 41.** Métallographie soumis au traitement d'hypertrempe à l'eau dans différentes températures 970, 1040, 1080 et 1160°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures (attaque chimique Vilella) de l'acier X155CrVMo12 1.



**Figure 42.** Métallographie soumis au traitement d'hypertrempe à l'eau dans différentes températures 970, 1040, 1080 et 1160°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures (attaque électrolytique) de l'acier X155CrVMo12 1.

Une comparaison quantitative a travers les trois spectres de diffraction des rayons X des l'échantillon traité à température 840, 990, et 1160°C (figure 43). A première vue, un déplacement des pics d'austénite de gauche vers la droite dû à une appauvrissement en carbone dans le cas des températures 990 et 1160°C. Le taux de carbures dans la martensite est plus élevé à la température de 1160°C. Pour ce qui est des températures 840 et 990°C, la concentration en carbone est identique de même que dans le cas de la martensite.



Figure 43. Comparaison les spectres de diffraction des rayons X des échantillons traités à température 840, 990, 1160°C de l'acier X155CrVMo12 1.

#### III.3.2. Trempe à l'huile

L'allure des courbes de la dureté HRC, la macro-dureté  $HV_{200g}$  et le taux des carbures des échantillons traités à différentes températures suivi d'un refroidissent dans un huile chauffé à 50°C, puis d'un revenu à 200°C pendant 2heures est présenté par la figure 44.

D'après l'allure de la courbe de dureté HRC, on constate une augmentation de la dureté en fonction de la température jusqu'à 1070°C, cette augmentation est dû à la présence d'une grande quantité des carbures. Au delà de 1090°C, une chute notable de dureté due à l'augmentation de la quantité de l'austénite résiduelle.





#### de l'acier X155CrVMo12 1.

L'ensemble des micrographies présentes dans la figure 45, montrent l'évolution de la microstructure des échantillons traités à différentes températures 920, 1070 et 1150°C. L'attaque au réactif Vilella masque les petits carbures et met en évidence la structure de la matrice (martensite et austénite résiduelle). Par contre, l'attaque électrolytique est bien mise en évidence les types des carbures et les joints des grains.



**Figure 45.** Métallographie soumis au traitement d'hypertrempe à l'huile dans différentes températures 920, 1070 et 1160°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures de l'acier X155CrVMo12 1.

#### III.3.3. Trempe à l'air

Les échantillons subissent un traitement d'hypertrempe à différentes températures, et d'un refroidissement à l'air, puis suivi d'un traitement de revenu à la température de 200°C pendant deux heures. L'évolution de la dureté, la macro-dureté et le taux des carbures en fonction de la température sont présenté par la figure 46.

La variation de la dureté HRC met en évidence une augmentation jusqu'à une température de 1070°C, puis une chute. Les valeurs les plus élevée de dureté HRC correspondent aux intervalles de 1030 à 1090°C. Ceci s'explique par une augmentation des carbures qui ne se dissoluent qu'à la température supérieure à 1090°C. Où on aurait une augmentation de l'austénite résiduelle enrichie en carbone.





L'ensemble des micrographies présentes dans la figure 47, montrent l'évolution de la microstructure des échantillons traités à différentes températures 920, 1070 et 1150°C. L'attaque au réactif Vilella masque les petits carbures et met en évidence la structure de la matrice (martensite et austénite résiduelle). Par contre, l'attaque électrolytique est bien mise en évidence les types des carbures et les joints des grains.



**Figure 47.** Métallographie soumis au traitement d'hypertrempe à l'air dans différentes températures 920, 1070 et 1160°C, suivi un revenu à 200°C pendant 2heures de l'acier X155CrVMo12 1.

III.4. Comparaison les trois modes de refroidissement (eau, huile et air)

D'après les différents modes de refroidissement, on a tracé les trois courbes de dureté en fonction de la température sur la même figure (figure 48). Pour obtenir une meilleure dureté, il est recommandé les intervalles de température ci dessous:

- 1. A l'eau entre 960 et 990°C (sous réserve d'arrêter le refroidissement à 300°C suivi d'un refroidissement à l'air).
- 2. A l'huile entre 1030 et 1090°C.
- 3. A l'air entre 1030 et 1090°C.



Figure 48. Evolution de dureté HRC en fonction de température de trempe dans trois modes de refroidissement de l'acier X155CrVMo12 1.

III.5. La cinétique de refroidissement en fonction des dimensions des pièces

D'après les diagrammes TRC (figure 49, 50 et 51) dans différentes milieux, il faut que l'épaisseurs des pièces soit inférieure ou égal à 120 mm dans le cas de l'eau, inférieure ou égal à 80 mm dans le cas de l'huile, et inférieure ou égal à 10 mm dans le cas de l'air. Toutes ces épaisseurs des pièces dans le but d'éviter la transformation perlitique et bainitique.


Figure 49. Diagramme TRC d'écrit les différentes cinétiques de refroidissement à l'eau de l'acier X155CrVMo12 1.



**Figure 50.** Diagramme TRC d'écrit les différentes cinétiques de refroidissement à l'huile de l'acier X155CrVMo12 1.



Figure 51. Diagramme TRC d'écrit les différentes cinétiques de refroidissement à l'air de l'acier X155CrVMo12 1.

III.6. Optimisation le temps de maintien

Cette nouvelle l'expérience a pour but d'optimiser le temps de maintien. Elle consiste à chauffer 9 échantillons à 990°C avec un maintien variable de 20, 30, 40, 60, 80, 100, 120, 140, et 160 minutes, suivi d'un refroidissement à l'eau. Un traitement de revenu à 200°C s'est effectué sur ces échantillons pendant 2heures.

Les résultats d'essai de dureté HRC, de macro-dureté Vickers et du taux des carbures sur les échantillons traités sont présentés sur le tableau XII.

| Temps (min) | Dureté (HRC) | HV 200g | Taux de carbures |
|-------------|--------------|---------|------------------|
| 20          | 57,80        | 431,67  | 11,09            |
| 30          | 62,67        | 566,67  | 13,40            |
| 40          | 58,57        | 476,00  | 12,17            |
| 60          | 53,94        | 423,00  | 10,09            |
| 80          | 53,10        | 409,34  | 09,89            |
| 100         | 52,10        | 407,67  | 09,81            |
| 120         | 51,73        | 403,34  | 09,47            |
| 140         | 51,00        | 395,67  | 09,34            |
| 160         | 50,43        | 387,34  | 08,28            |

**Tableau XII.** Les valeurs de la dureté, macro-dureté, et le taux des carbures en fonctionde temps de maintien de X155CrVMo12 1.

D'après la courbe de dureté HRC en fonction de différents temps de maintien (figure 52), on constate une augmentation en fonction du temps de maintien jusqu'à 30 minutes a cause de présence une grande quantité des carbures. Au delà de 30 minutes, la dissolution des carbures provoquent une diminution de cette propriété d'acier.



**Figure 52.** Evolution de dureté HRC, la macro-dureté Vickers et le taux des carbures des échantillons en X155CrVMo12 1 en fonction de temps de maintien (T=990°C, trempe à l'eau).

II.7. Etude de la comparaison entre la gamme de traitements thermiques de la BCR et nos propositions

Le traitement thermique de l'acier à outil de la BCR est basé sur différentes étapes. La figure 53 présente le diagramme de traitement thermique de l'acier X155CrVMo12 1 utilisé au niveau de la BCR.

D'après la figure 53, on ne peut constater aucun effet de recuit de détente sur l'acier à outil car aucune transformation ne se déroule à la température 650°C. Le début de la transformation de la ferrite en austénite ne se produit que si on dépassé la ligne de transformation  $Ac_{1e}$  ( $Ac_{1e} = 830$ °C). Et au cours du chauffage, le premier maintien à la température 650°C n'influe pas sur l'acier pour la même raison.

Par contre le deuxième maintien est justifié car il se situe au niveau de la transformation de phase indique du le diagramme TRC et nos investigation à travers la variation de la dureté HRC en fonction des températures de trempe à l'eau.

Le traitement de revenu de l'acier à outil à la température de 550°C à probablement provoqué une fragilisation de revenu à cause de la richesse de l'acier en éléments d'alliage (Cr, V, Mo,...). Ces éléments susceptibles de former des carbures et/ou certains composés intermétalliques, provoquent un important durcissement secondaire avec une matrice contenant un taux d'austénite élevée et une martensite appauvri en carbone par rapport à la trempe à l'eau du que les cinétique de refroidissement à l'huile chaude (50°C) traversent le nez bainitique.



**Figure 53.** La gamme de traitement thermique de l'acier à outil X155CrVMo12 1 au niveau de la BCR.

Notre proposition serait une trempe à l'eau à la température comprise entre 960 et 990°C (figure 52).



**Figure 54.** Gamme de traitement thermique de l'acier à outil X155CrVMo12 1 (trempe l'eau).

Le deuxième traitement serait une trempe à l'huile à la température comprise entre 1030 et 1060°C (figure 53).



**Figure 55**. Gamme de traitement thermique de l'acier à outil X155CrVMo12 1 (trempe l'huile).



Le troisième traitement serait une trempe à l'air à la température comprise entre 1030 et 1060°C (figure 64).

**Figure 56.** Gamme de traitement thermique de l'acier à outil X155CrVMo12 1 (trempe l'air).

## CONCLUSION GENERALE

## **Conclusion générale**

L'intérêt de notre travail a porté sur l'amélioration de la durée de vie des outils de découpage de l'acier inoxydable de type X155CrVMo12 1 par traitements thermiques.

Pour effectuer l'étude proprement dite, nous sommes obligé de déterminer les deux lignes de transformation, et de connaître le changement structural qui se produit au cours du chauffage. Ces températures de transformations sont Ac1b et Ac1e qui sont respectivement de 830°C et de 895°C. Le début de l'appariation de l'austénite est bien  $Ac_{1b} = 830$ °C. Par contre, Le taux maximal obtenu est à la température 895°C.

La variation des valeurs de dureté et du taux des carbures en fonction des températures utilisées, nous met on évidence trois zones :

- L'augmentation de la dureté est due à l'appariation des nouveaux carbures secondaires.
- La stabilisation de la dureté s'explique par une légère augmentation du taux des carbures, et de la présence de la martensite et de l'austénite résiduelle.
- L'augmentation de la dureté est due à présence une grande quantité d'austénite trempée qui se transforme en martensite et en l'austénite résiduelle.

L'analyse par diffraction des rayons X après chauffage à 840°C suivi d'une trempe à l'eau, puis un revenu à 200°C pendant 2heures a révélé la présence d'austénite à un taux de 66%, et du taux de 27% des carbures. Par contre, la martensite reste faible quantité qui ne dépasse pas de 7%.

L'attaque au réactif Vilella masque les petits carbures et révèle la structure martensitique. Par contre, l'attaque électrolytique met en évidence toutes les formes des carbures (secondaires ou coalescence).

La variation de la dureté et du taux des carbures en fonction des températures de trempe à l'eau, nous met en évidence quatre zones :

- L'augmentation de la dureté due à la présence de 40% des carbures obtenue par diffraction des rayons X et la diminution du taux de la martensite et d'austénite résiduelle vers des valeurs respective de 7% et 55%.
- La diminution de la dureté est due à la dissolution des carbures a partir de la température de 1000°C.
- Une légère augmentation de la température au-delà de 1040°C à cause d'une augmentation du taux d'austénite résiduelle par rapport au taux des carbures.
- La chute de la dureté est due à la dissolution et coalescence des carbures.

L'analyse par diffraction des rayons X d'un échantillon traité à la température de 1160°C montre la continuité de la diminution du taux d'austénite résiduelle vers une valeur de 34%, une diminution de taux des carbures vers une valeur de 0,7% et une augmentation du taux de la martensite de 65%.

La comparaison entre les raies de diffraction des rayons X, montre un déplacement des pics d'austénite de gauche ver la droite dû à l'appauvrissement en carbone dans le cas des températures 990 et 1160°C. Par contre, l'enrichissement en carbone dans la martensite est la même dans le cas des températures 840 et 990°C.

La variation de la dureté et du taux des carbures en fonction de la température de trempe à l'huile, montre l'existence de deux zones :

- Une augmentation de la dureté est due à la présence d'une grande quantité des carbures secondaires.
- Une chute de la dureté au delà de 1090°C est due à l'augmentation de taux d'austénite résiduelle.

La variation de la dureté et du taux des carbures en fonction de la température de trempe à l'air, montre l'existence de deux zones :

- Une augmentation de la dureté est due à l'appariation des nouveaux carbures secondaires.
- Une diminution de la dureté au delà de température 1070°C est due à l'augmentation d'austénite résiduelle enrichie en carbone.

D'après une simple comparaison des courbes de variation de la dureté et pour une meilleure valeur, il est recommandé les intervalles de température de trempe cidessous :

- 1. A l'eau entre 960 et 990°C
- 2. A l'huile entre 1030 et 1090°C.
- 3. A l'air entre 1030 et 1090°C.

D'après la cinétique de refroidissement, il est recommandé de tremper des pièces de l'épaisseur inférieure ou égale de 120 mm à l'eau, des pièces de l'épaisseur inférieure ou égale de 80 mm dans le cas à l'huile et des pièces de l'épaisseur inférieure ou égale de 10 mm dans le cas à l'air. Le temps de maintien des pièces de dimensions  $(15x15x10) \text{ mm}^3$  pour que la température de chauffage atteigne le cœur de la pièce est limité de 30 minutes.

Les valeurs de l'essai de la macro-dureté Vickers ne sont pas interprétées des raisons physiques (l'empreinte touche deux phases, les carbures et la matrice).

La gamme de traitement thermique de l'acier à outil de la BCR n'est plus valable, car elle constitue des étapes non nécessaires, et leur utilisation est une perte de temps et d'énergie.

Nous suggérons pour la continuité de ce travail et tirés d'autres conclusions les actions suivantes:

- Affiner l'analyse de diffraction des rayons X pour les six échantillons traités à 840, 990, et 1160°C dans le cas de refroidissements à l'huile et l'air.
- Etude de la nitruration de l'acier à outil X155CrVMo12 1.
- Cherche des aciers de production moins dure.



## **Références bibliographiques**

[1]. Pierre-Jean CUNAT. "Acier inoxydable'. technique de l'ingénieur, fasc. M4540 (2003).

[2]. Madeleine DURND-CHARRE. "La microstructure des aciers et des fontes" SIRPE éditeur. Paris(2003).

[3]. Alain CORNET, Françoise HLAWKA. "Métallurgie mécanique". Ellipses. Paris (2006).

[4]. Ir. Robert Vennekens. "Fiches d'information-aciers inoxydables". Métallerie98. Allemand (2007).

[5]. Michel Dupeux. "AIDE-MÉMOIRE Science des matériaux". Dunod. Paris(2004).

[6]. Fouzia GUENDOUZI. "Caractérisation par microscopie électronique et EDS de la corrosion d'un revêtement en acier inoxydable". Mémoire de PFE (2009).

[7]. ISLAM MOUSSAOUI. "Etude théorique de quelques combinaison chimiques dans les matériaux métalliques". Thèses doctorat. Université Mentouri de Constantine. Alger(2010).

[8]. Olivier Dezellus. "Matériaux Outillage". CNRS. Lyon(2008).

[9]. J.barralis, G.Maeder. "Précis de METALLURGIE". Nathan. Paris (2002).

[10]. Michel Colombié et coll. "Matériaux métalliques". Dunod. Paris(2008).

[**11]. C.Chaussin, G. Hiully. "métallurgie-alliages métalliques"**. Dunod. France(1967).

[12]. SHAIRA Maher. "Caractérisation non destructive de transformation martensitique de l'acier 304L induite par déformation cyclique". Thèses doctorat. INSA. (2006).

[13]. Nourredine BOUAOUADJA. "Matériaux métalliques ". OPU. Alger (1992).

[14]. Robert LÉVÊQUE. " Aciers à outils". Technique de l'ingénieur, fasc. M330 (2003).

[15]. Robert LÉVÊQUE. "Traitements thermiques dans la masse des aciers à outils". Technique de l'ingénieur, fasc. M1134 (2003).

[16]. Robert LÉVÊQUE. "Guide de choix des traitements des aciers à outils" Technique de l'ingénieur, fasc. M1137 (2003).

[17]. Christophe JACQ. "Limite d'endurance et durée de vie en fatigue de roulement du 34CrMoV13 nitruré en présence d'indentations ". Thèse doctorat. Lyon(2001).

## **Références bibliographiques**

[18]. Pierre VIGIER, Constantin IACOB, Daniel DAVID. "Microanalyse nucléaire d'aciers nitrurés". Fiche technique. France(1997).

[19]. Robert LÉVÊQUE. "Traitement superficiels des aciers à outils". Technique de l'ingénieur, fasc. M1135 (2003).

[20]. R. Fayolle. "Ateliers de traitement thermique". INRS. Paris(2001).

[21]. Frédéric Diologent. "F Traitement thermique". CUPS. Paris(2008).

[22]. Guy MURRY. "Traitements thermiques dans la masse des aciers .partie 1" Technique de l'ingénieur, fasc. M1126 (2003).

[23]. "Fiche technique fournie par la société OERLIKON.ZURICH".

[24]. David CARDINAUX. "Etude et modélisation numérique 3D par éléments finis procède de traitement thermique de tôles embouties âpres chauffage par induction". Thèses doctorat. MINES PrisTech. (2008).