

Ecole Nationale Polytechnique



1Eα

## PROJET DE FIN D'ÉTUDES

Étude de l'évolution de la taille du grain austénitique  
en fonction du traitement de haute température d'un  
acier A

0,31 % C , 1,215 % Mn , 0,57 % Cr

**Promoteur :** Dr. Ing. K.v. SATHYARAJ

**Étudié par :** AÏCHOUN NABIL

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE  
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT  
MINES ET METALLURGIE

## PROJET DE FIN D'ETUDES

Etude de l'évolution de la taille du grain austénitique  
en fonction du traitement de haute température d'un  
acier A

0,31 % C , 1,215 % Mn , 0,57 % Cr

Promoteur : Dr. Ing. K.v. SATHYARAJ

*K.v. Sathyaraj*

Etudié par : AICHOUN NABIL

\* R E M E R C I E M E N T S \*

Je tiens tout particulièrement à remercier Monsieur SALHI chef du département MINES et METALLURGIE , pour l'interêt constant qu'il a porté à la présente étude .

De même , je remercie Messieurs SCHMITT et SATHYARAJ , pour l'aide et les précieux conseils qu'ils m'ont apporté .

J'exprime également ma reconnaissance à l'ensemble du corps enseignant du département , ainsi qu'au personnel du laboratoire de la SONACOME-ROUIBA , pour son accueil chaleureux et son esprit de coopération .

\*  
\*

\*  
\*

\*  
\*

# TABLE DES MATIERES

---

RESUME . . . . .	1
INTRODUCTION . . . . .	2
CHAPITRE A . . . . .	2
A.a TRANSFORMATIONS : . . . . .	4
a.1 Austénitisation : . . . . .	5
1.1 Chauffage : . . . . .	5
1.1.1 Transformations hors équilibre au cours d'un chauffage continu : . . . . .	5
1.2 Maintien : . . . . .	8
1.2.1 Transformations hors équilibre au cours d'un chauffage en conditions isothermes : . . . . .	8
1.3 Relation d'équivalence entre le temps et la température : 10	
A.b TRANSFORMATIONS : . . . . .	11
b.1 Transformations hors équilibre en refroidissement continu : 11	
1.1 Influence de la vitesse de refroidissement sur la transformation : . . . . .	11
1.2 Transformation Austénite-Ferrite , structure de WIDMANSTATTEN : . . . . .	12
1.3 Influence des conditions d'austénitisation sur la cinétique de la transformation : . . . . .	13
A.c CROISSANCE DU GRAIN GAMMA : . . . . .	14
c.1 Croissance du grain d'austénite au chauffage : . . . . .	15
1.1 Effets de la tension interfaciale sur la croissance du grain : . . . . .	17
1.2 Lois de croissance du grain : . . . . .	20
A.d Influence des phases précipitées sur le grossissement du grain austénitique au chauffage : . . . . .	23
d.1 Cas des carbures et nitrures : . . . . .	23
1.1 Carbures : . . . . .	24

1.2 Nitrures et Carbonitrures :	24
d.2 Effets des phases précipitées sur la grossissement du grain	
gamma :	25
A.e INFLUENCE DE LA GROSSEUR DU GRAIN AUSTENITIQUE SUR LES PROPRIÉTÉS DE L'ACIER:	30
A.f INCIDENTS POUVANT SE PRODUIRE AU COURS DES TRAITEMENTS THERMIQUES DE HAUTE TEMPERATURE :	32
f.1 Surchauffe et Brûlure :	32
1.1 Mécanisme conduisant aux structures de surchauffe :	34
1.2 Cas du soudage :	34
A.g REGENERATION DES ACIERS SURCHAUFFES :	36
CHAPITRE B :	39
METHODES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	
B.a Rappel des méthodes préconisées pour mettre en évidence le grain d'austénite :	39
B.b MODE OPERATOIRE :	43
b.1 Matériau :	43
b.2 Préparation des échantillons avant traitement :	44
b.3 Traitements thermiques subis par les échantillons :	44
3.1 Réalisation de l'appareillage :	44
3.2 Traitement d'auténitisation :	46
3.2.1 Choix de la méthode de mise en évidence du grain gamma :	46
3.2.2 Etude isochrone :	47
3.2.3 Etude isotherme :	51
3.3 Préparation des éprouvettes micrographiques :	51
3.4 Mesure de la dureté :	52
b.4 Mesure de la grosseur du grain :	53
4.1 Evaluation par comparaison à des images types :	53
4.2 Remarque sur la reproductibilité des mesures et leur validité :	54

CHAPITRE C. ....	56
RESULTATS DES ESSAIS ET DISCUSSION .	
C.a EVOLUTION DE LA TAILLE DU GRAIN AUSTENITIQUE : .....	56
a.1 Etude isochrone : .....	56
a.2 Etude isotherme : .....	58
a.3 Conclusion : .....	60
C.b ESSAIS DE DURETE VICKERS : .....	61
C.c COMPARAISON A UN ACIER DE NUANCE DIFFERENTE , DONT L'ETUDE A ETE MENE E CONJOINTEMENT : .....	62
C.d MICROGRAPHIES : .....	65
CONCLUSION . .....	71

\* \* \* \*

R E S U M E

Nous avons étudié, pour un acier de construction faiblement allié en provenance de l'Acierie d'El-Hadjar, le grossissement du grain austénitique au cours du traitement de haute température, en tenant compte de deux paramètres d'étude, la température et le temps de maintien.

Nous en avons déduit, l'évolution de la taille du grain gamma en fonction de la température et du temps :  $G = F(T)$  ;  $G = F(t)$ .

\* \* \*

## I N T R O D U C T I O N

Les traitements thermiques effectués dans le but de conférer aux aciers leurs propriétés d'emploi, comportent généralement un chauffage au-dessus du point de transformation  $Ac_3$ , dans le domaine austénitique. Cette étape, qui conduit à la formation d'austénite, solution solide de carbone, dans le fer gamma, à partir de la phase stable à la température ambiante, s'appelle austénitisation.

On constate, qu'un chauffage à une température suffisamment élevée ou un maintien trop long au-dessus de  $Ac_3$  entraîne le grossissement du grain austénitique, Grossissement qui persiste lors du refroidissement ultérieur.

De plus, la taille des produits de décomposition de l'austénite lors du refroidissement, dépend étroitement de la grosseur du grain avant transformation, en raisons de la très forte tendance de ces constituants à germer à partir des joints de grains d'austénite, soit du fait qu'ils se forment à partir du grain même, par transformation in situ de ce grain comme c'est le cas pour la martensite.

Les structures ainsi obtenues sont d'autant plus grossières que la structure gamma de départ est elle-même plus grossière.

On en déduit, l'influence importante (aux températures élevées et à l'ambiante) de la grosseur du grain d'austénite de l'acier dans les essais mécaniques, sur la résistance au choc et au fluage par exemple, dans



le comportement aux traitements thermiques sur le pouvoir trempant, dans le comportement à l'usinage : tour, fraisage, rectification.

Il est de même très important d'éviter quelques incidents pouvant se traduire au cours des traitements thermiques.

Un échauffage à une température trop élevée ou un maintien trop long, particulièrement s'il se produit dans une atmosphère oxydante, peut causer la surchauffe de l'acier, qui se traduit par un grossissement exagéré des grains d'austénite, les propriétés mécaniques s'en trouvent détériorées.

Un tel traitement, peut même entraîner la brûlure de l'acier et le rendre inapte à toute utilisation.

On est donc appelé à connaître la grosseur du grain d'austénite aux températures rencontrées dans la pratique industrielle et plus encore, à étudier l'aptitude au grossissement du grain austénitique des aciers, ce qui a conduit les acieristes à élaborer des Aciers dits

" à dimension de grain réglée "

Les températures élevées aux quelles le grain peut grossir, concernant essentiellement le réchauffage pour forgeage de tous les aciers, les maintiens prolongés pour cémentation des aciers extra-doux ou spéciaux, l'austénitisation avant traitement des aciers extra-durs d'outillage, de roulements, de ressorts, la trempe haute fréquence et la soudure.

\* \*

## CHAPITRE. A

Afin de placer le phénomène qui nous intéresse, parmi ceux qui peuvent se produire au cours d'un traitement de haute température, nous rappellerons brièvement, les différentes transformations que l'acier subit à l'état solide lors du chauffage et du refroidissement.

### A.a. TRANSFORMATIONS $\alpha \rightarrow \gamma$ :

#### a.1. Austénitisation :

L'austénitisation, est l'opération qui conduit à la formation d'austénite par chauffage de l'acier, depuis la température ambiante où il se trouve à l'état  $\alpha$ , à une température du domaine  $\gamma$ . Puis à effectuer un maintien à cette température, dans le but de permettre, la transformation complète en austénite de la phase stable à la température ambiante.

Cette phase, peut être, soit une structure assez proche de l'équilibre à la température ambiante, constituée par un agrégat de ferrite et perlite, dans le cas des aciers hypoeutectoïdes.

Ou bien une structure hors équilibre, du type bainite ou martensite dans cas le chauffage aura pour effet de décomposer cette structure en ferrite et carbures avant d'atteindre le domaine  $\gamma$ .

Le maintien, à la température d'austénitisation à pour objet la mise en solution plus ou moins complète du carbone et autres éléments d'alliage, ainsi qu'une homogénéisation de l'austénite.

En résumé, l'austénitisation comprend deux phases distinctes, le chauffage et le maintien.

La première, a pour objet la transformation du  $Fe_{\alpha}$  en  $Fe_{\gamma}$ .

Tandis que la seconde, permet la mise en solution plus ou moins complète du carbone et des éléments d'alliage, qui précipitent à l'état de carbures ou de composés intermétalliques.

### 1.1 Chauffage .

Il est courant, lors de pratiques industrielles, que le chauffage ne réponde pas aux exigences imposés, par le tracé des diagrammes d'équilibres.

Diagrammes, qui tiennent uniquement compte, de l'aspect thermodynamique de la transformation.

Or il est évident que l'aspect cinétique est d'une extrême importance, dans la mesure les cinétiques propres des processus de germination et croissance de l'austenite ainsi que la mise en solution des carbures et composés intermétalliques, contrôlent la vitesse d'évolution de la transformation au cours du chauffage.

Les transformations  $\alpha \rightarrow \gamma$  hors équilibre, se déroulent différemment, suivant le mode de chauffage appliqué.

En général, le chauffage s'effectue, de façon continu, ou en conditions isothermes.

#### 1.1.1. Transformations hors équilibre au cours d'un chauffage continu.

Quand la vitesse de chauffage augmente, les transformations susceptibles d'avoir lieu subissent des modifications importantes.

Ces modifications peuvent être observées sur un diagramme de transformation en condition continu.

La figure 1 représente un diagramme de ce type, dans le cas d'un acier hypoeutectoïde, faiblement allié

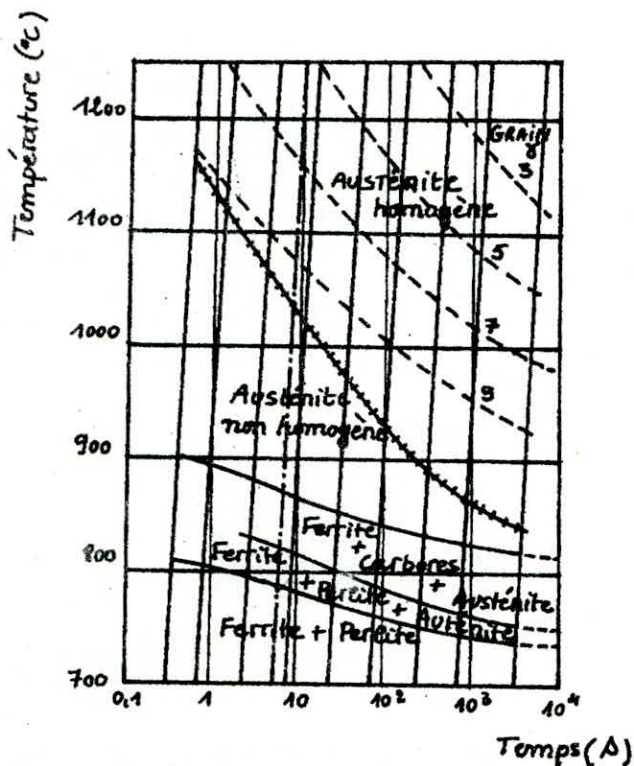


figure 1 : Diagramme de transformation en chauffage continu d'un acier peu allié du type 35CD4 ( 0,34% C-1,07% Cr-0,17% Mo )

L'analyse de ces diagrammes, démontre l'influence de la vitesse de chauffage sur :

- . Les températures de début et de fin de transformation
- . La mise en solution des phases précipitées
- . L'homogénéisation de l'austénite.

Les transformations débutent et se terminent à des températures supérieures à celles prévues par les diagrammes d'équilibres.

En s'éloignant des conditions d'équilibre, chauffage extrêmement lent, les transformations réelles présentent un retard par rapport aux transformations théoriques.

Cet effet retardateur s'explique par la lenteur de la diffusion du carbone lors de la transformation de la perlite, par exemple dans le cas d'un acier hypoeutectoïde.

Donc, plus l'échauffement est rapide, plus les points de transformations se déplacent vers les hautes températures.

Il en est de même, pour le passage en solution des carbures formés à partir d'éléments d'alliage à caractère carburigènes.

La température limite de mise en solution complète, sera également repoussée vers les hautes températures, au fur et à mesure que le chauffage deviendra plus rapide.

L'homogénéité de l'austénite est étroitement liée à la mise en solution des phases précipitées.

Lors de sa formation, l'austénite présente d'importants gradients de concentration en carbone.

La teneur en cet élément est élevée au voisinage des particules de carbures en cours de dissolution, elle est par contre très faible au contact de la ferrite restante.

Tout au long du chauffage d'un acier faiblement allié, il est important de tenir compte, en plus de la diffusion du carbone, de la diffusion des éléments d'addition, présents dans l'acier, dont la mobilité dans le réseau de la phase  $\gamma$  est beaucoup plus faible.

Particulièrement pour les éléments d'addition carburigènes dont l'effet retardateur sur l'homogénéisation de l'austénite est beaucoup plus marqué que les éléments non carburigènes.

Il est donc normal, afin d'assurer l'homogénéisation de l'austénite vis-à-vis du carbone et autres éléments d'alliages d'accélérer la diffusion de ces éléments dans la matrice austénitique, en élevant la

température, lorsque la vitesse de chauffage augmente dans des proportions notables.

Le grossissement du grain d'austénite peut être affecté par une augmentation de la vitesse de chauffage.

Il est observé en pratique, que le grossissement du grain austénitique n'apparaît qu'aux températures de plus en plus élevées, lorsque la vitesse de chauffage augmente.

Cela peut s'expliquer, dans la mesure où le phénomène de grossissement du grain est lié à la cinétique de dissolution des phases précipitées.

Cinétique qui conditionnent comme nous venons de le voir l'évolution des températures de début et de fin de transformation ainsi que l'homogénéisation de l'austénite.

Il est alors possible, lors d'un chauffage très rapide, cas de chauffage par induction, d'atteindre des zones de températures où l'austénite est homogène sans pour autant provoquer un grossissement important du grain.

## 1.2. Maintien :

### 1.2.1 Transformations hors équilibre au cours d'un chauffage en conditions isothermes .

Dans la pratique industrielle, les traitements d'austénitation comportent généralement un chauffage jusqu'à une température déterminée, suivi d'un maintien plus ou moins long à cette température.

Il a été vu précédemment, que les transformations susceptibles d'avoir lieu au cours du chauffage sont d'autant plus complètes que la température est plus élevée.

La phase de maintien est donc particulièrement importante dans la mesure où les réactions évoluent en conditions isothermes.

De même, qu'un court maintien, peut permettre de réaliser l'homogénéisation de l'austénite et éviter de cette façon de porter l'acier à une température trop élevée où le grain austénitique risquerait de grossir exagérément.

La progression des transformations lors d'un chauffage à température constante, peut s'observer sur un diagramme d'austénitisation en conditions isothermes.

La figure 2, en donne un exemple, dans le cas de l'acier 35 CD 4 déjà cité.

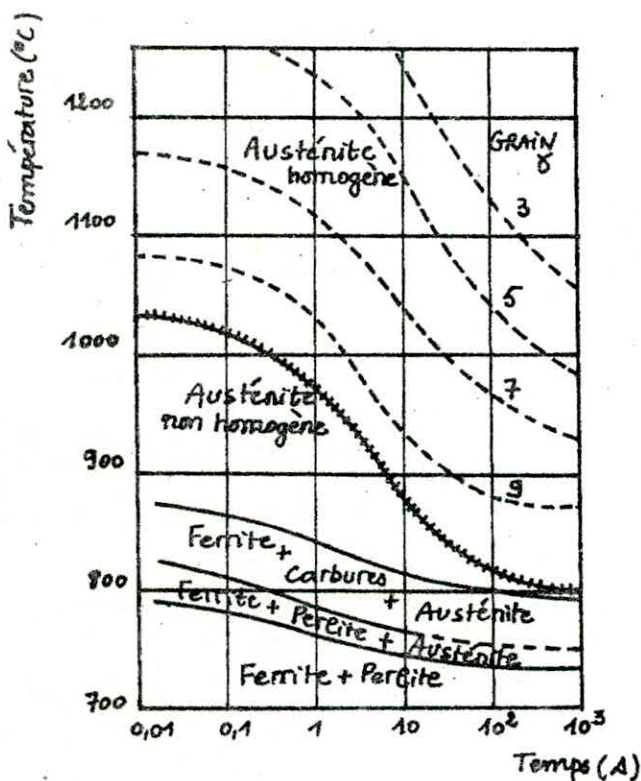


figure 2 : Diagramme d'austénitisation en condition isotherme d'un acier peu allié du type 35CD4 .

Chauffage initial à la vitesse de 130 °C/s .

Pendant le maintien, les transformations vont évoluer au cours du temps vers une structure austénitique homogène, et ce d'autant plus rapidement que la température de maintien est plus élevée.

Mais, il est à remarquer que l'équilibre n'est pas pour autant atteint, puisque le grain austénitique continu à grossir au cours du temps.

Le traitement d'austénitisation, conduit donc à un état entièrement austénitique caractérisé par deux facteurs essentiels :

- . La composition de l'austénite vis-à-vis du carbone et d'autres éléments.
- . La grosseur du grain austénitique.

Nous verrons ultérieurement, l'effet de ces facteurs sur le déroulement des transformations lors du refroidissement.

### 1.3. Relation d'équivalence entre le temps et la température :

Le temps et la température présentent certains effets similaires de telle sorte qu'il a pu être établi entre eux une certaine relation d'équivalence, qui peut s'exprimer par le paramètre P qui suit :

$$P = \left( \frac{1}{T} - \frac{hR}{Q} \log \frac{t}{t_0} \right)^{-1}$$

avec :

- T : température en degré Kelvin.
- Q : chaleur d'activation du phénomène
- R : constante des gaz parfaits
- h :  $\log 10 = 2,303$
- t : le temps
- t<sub>0</sub> : l'unité de temps

P est une température et représente la température du cycle qui équivaut pour lequel le temps de maintien est égal à l'unité de temps t<sub>0</sub>.

Cette équivalence d'effet, a pu quelque fois être reliée aux phénomènes fondamentaux de la diffusion. Or, sachant que l'austénitisation d'un acier est régie par un phénomène de diffusion; On en déduit que ce paramètre peut être d'une grande utilité dans l'étude de certains



phénomène susceptibles d'avoir lieu lors de l'austénitisation (homogénéisation de l'austénite, grossissement du grain austénitique ...)

Il est à remarquer que le paramètre P n'est utilisable qu'en conditions isothermes; il cesse donc d'être utilisable en chauffage continu, par exemple pour les cycles thermiques liés au soudage par fusion.

#### A.b. TRANSFORMATIONS $\delta \rightarrow \alpha$ :

##### b.1 Transformations hors équilibre en refroidissement continu :

Après maintien à la température d'austénitisation, l'acier subit un refroidissement jusqu'à la température ambiante, au cours duquel la solution solide d'austénite stable à hautes températures se décompose en constituants stables à la température ambiante.

##### 1.1. Influence de la vitesse de refroidissement sur la transformation $\delta \rightarrow \alpha$ :

L'augmentation de la vitesse de refroidissement, à pour effet d'abaisser les points de transformations.

Parallèlement, la morphologie et la proportion des différents constituants susceptibles de se former, lors de la décomposition de l'austénite sont amenés à évoluer.

La forme des cristaux de ferrite formés par exemple est fortement influencée par la vitesse de refroidissement adoptée.

Ces phénomènes observés sont encore plus accentués dans le cas des aciers alliés, étant donné que la diffusion du carbone et autres éléments d'alliage n'est pas instantanée.

La vitesse de refroidissement est donc le facteur essentiel, qui régit le processus de décomposition de l'austénite stable à haute température, lors d'un refroidissement continu.

La cinétique de la transformation  $\delta \rightarrow \alpha$ , se déroulant au cours du refroidissement continu, est décrite par les diagrammes de transformations en conditions continues, plus communément appelés diagrammes T.R.C.

## 1.2. Transformation Austénite--Ferrite, structure de WIDMANSTATTEN.

Les aciers à bas carbone donnent au refroidissement de la ferrite proeutectoïde dont les cristaux prennent naissance aux joints des grains d'austénite.

La vitesse de refroidissement, ainsi que la grosseur du grains austénitique sont parmi les facteurs essentiels dont dépend la morphologie des cristaux ferritiques.

Dans le cas d'un grains austénitique petit, ou lors d'un refroidissement lent, la ferrite se détache aux joints des grains d'austénite. La forme des cristaux formés est polyédrique, une telle structure est dite cellulaire.

Par contre, un grain grossier, ou un refroidissement rapide favorise l'apparition de cristaux ferritiques irréguliers d'aspect aciculaire.

La structure est alors connue, sous le nom de structure en aiguilles ou de WIDMANSTATTEN.

Ce type de structure est d'autant plus accusé, que le grains austénitique est grossier et la vitesse de refroidissement plus élevée.

Cet aspect particulier de la ferrite, est du au fait que la croissance des cristaux ferritiques dépend d'une part, de la vitesse de dégagement de la chaleur latente de la transformation, et d'autre part de la vitesse d'élimination du carbone en excès par rapport

à la limite de solubilité dans la ferrite en cours de croissance  
Par conséquent, lors d'un refroidissement rapide, une plus grande  
quantité de chaleur doit être évacuée par unité de temps à travers  
l'interface ferrite-austénite.

la croissance en aiguilles des cristaux ferritiques s'en trouve  
favorisée dans la mesure où la chaleur peut se dégager dans de  
multiples directions.

Cette remarque, s'applique également à la diffusion du carbone et  
autres éléments d'alliages expulsés par la ferrite dans l'austénite

L'observation d'une coupe métallographique laisse apparaître que les  
cristaux de ferrite en forme d'aiguilles ou de plaques épousent à  
l'intérieur du grain d'austénite des directions bien définies.

Il existe donc une relation d'orientation par rapport à l'ancien  
grain austénitique, qui est la suivante :

Les plans (111) de l'austénite correspondent aux plans (110) de  
la ferrite.

La structure de WIDMANNSTATTEN est donc caractéristique d'un chauff-  
fage à haute température, qui conduit à un grain austénitique  
grossier, suivi d'un refroidissement plus ou moins rapide.  
Cette structure est fréquemment rencontrée dans les soudures.

### 1.3. Influence des conditions d'austénitisation sur la cinétique de la transformation :

Les conditions d'austénitisation vont avoir une influence sur la  
cinétique des transformations au refroidissement en intervenant  
sur deux processus :

- . Le grossissement du grain austénitique.
- . La mise en solution des phases précipitées.

Le grossissement des grains d'austénite entraîne une diminution des joints de grains.

Cet effet se traduit par une réduction du nombre de sites sur lesquels les grains de ferrite peuvent germer.

La période d'incubation qui précède l'apparition de la ferrite est de ce fait augmentée.

Donc, à mesure que le grain grossit, les courbes de début et de fin de transformation des diagrammes TRC se déplacent vers la droite.

Ce phénomène est particulièrement amplifié dans le domaine supérieure, où l'aspect diffusionnel des transformations prédomine.

La mise en solution des phases précipitées, agit dans le même sens.

L'élévation de la température permet d'éliminer les particules de carbures susceptibles de freiner l'évolution du grain austénitique.

Il est à remarquer également que la mobilité des atomes de carbone dans l'austénite, ainsi que celle des atomes plus grands qui diffusent lentement, a une influence sensible sur la cinétique de la transformation  $\delta \rightarrow \alpha$ .

A.c. Croissance du grain gamma :

La formation de l'austénite au chauffage est un processus de diffusion régi par les lois principales de la théorie de cristallisation.

Dans le cas particulier de la transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$ , on parle de recristallisation, dans la mesure où le phénomène se développe à l'interface de deux phases solides.

La recristallisation peut être décrite comme un processus résultant de deux phénomènes :

La germination d'une nouvelle phase, dont la structure est différente de celle de la matrice, suivie par la croissance des nouveaux cristaux ainsi formés.

C'est cette dernière étape de croissance, qui se poursuit par l'absorption de certains grains par d'autres plus stables du point de vue thermodynamique, qui constitue en elle-même un processus de recristallisation.

Le chauffage de l'acier au-dessus du point de transformation  $A_{c1}$  produit la formation de germes d'austénite, qui apparaissent à la surface de séparation de la ferrite et de la cémentite, où la présence de défaut diminue le travail nécessaire à la germination.

Lorsque les germes ont atteint une taille suffisante, la recristallisation va se poursuivre par croissance des nouveaux cristaux ainsi formés.

En d'autres termes, les joints de chaque cristal vont migrer en s'éloignant de leur position initiale.

#### c.1. Croissance du grain d'austénite au chauffage :

Un chauffage à une température élevée ou une durée d'austénitisation prolongée, déclenche une cristallisation accumulative qui grossit le grain.

Certains grains croissent aux dépens d'autres qui disparaissent, de cette façon le nombre des grains diminue et leur taille moyenne augmente.

La croissance du grain intervient sous l'action d'une force de poussée qui est l'énergie de surface des joints de grains.

Quant la taille des grains augmente, leur nombre diminue et l'énergie totale de surface diminue également.

Les conditions favorables sont réunies, lorsque le métal est porté à haute température et qu'aucun obstacle ne vient freiner la migration des joints.

A l'extrême tous les grains devraient fusionner en un seul cristal, mais ceci n'arrive pas, car certaines différences d'orientation sont trop considérables.

Une élévation de la température aura pour effet d'augmenter rapidement la mobilité des atomes, d'une part le processus d'absorption est activé et d'autre part il devient possible de surmonter des différences d'orientation de plus en plus importantes.

De là, l'influence prédominante de la température sur le grossissement du grain.

Il est à noter également, le rôle important que joue la forme de l'interface dans la probabilité d'absorption d'un grain par un autre .

Une surface concave est plus stable qu'une surface convexe, puisque dans le premier cas les atomes du même réseau qui entourent un atome donné sont plus proches et par conséquent plus solidement liés à lui, l'atome considéré possède donc une moindre énergie libre.

De plus, il est observé que les parois migrent vers leur centre de courbure, ce qui a pour effet de favoriser l'évolution des grains à parois concaves.

Généralement, le grossissement du grain peut se produire de deux manières :

. Le grossissement des grains est parfois lent et homogène : c'est le grossissement continu du grain.

. On observe parfois, un développement exagéré d'un petit nombre de grains qui envahissent la matrice, aux dépens de leurs voisins dont la taille augmente peu, se sera la recristallisation secondaire.

Certains auteurs préfèrent parler de grossissement discontinu du grain.

Ce dernier type particulier de grossissement du grain est dû à différentes causes :

L'une des plus probables est la distribution non uniforme des phases précipitées au sein de la matrice.

Cela a pour effet d'entraîner la présence de zones à faibles concentrations en particules insolubles, où le grossissement du grain peut être favorisé à la suite d'un blocage insuffisant.

Les joints de grains peuvent ainsi migrer plus rapidement. On obtient de cette façon, le grossissement de seulement quelques grains qui peuvent atteindre des dimensions importantes.

Une autre cause probable est la présence de certains grains à orientation particulière, qui peuvent grossir de préférence aux autres.

### 1.1. Effets de la tension interfaciale sur la croissance des grains :

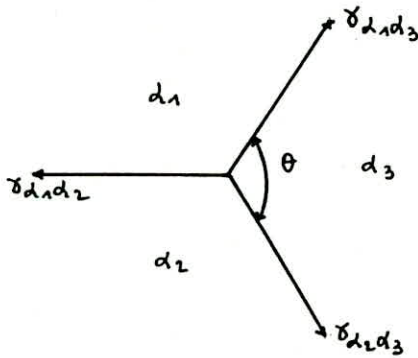
La croissance des grains en entraînant une réduction de la surface des joints, tend à diminuer l'énergie libre du système. Les joints des grains doivent être considérés comme des surfaces de séparation entre deux milieux sur lesquels règne une certaine tension superficielle.

Smith, Mc Lean et al, ont été les premiers à insister sur le rôle décisif joué par la tension interfaciale dans le processus de croissance des grains

L'équilibre structural ( forme à l'équilibre des grains) du métal ou de l'alliage peut s'expliquer par l'utilisation du concept de l'équilibre de la tension interfaciale aux joints de grain.

Dans le cas des polycristaux, la forme des grains tend vers l'équilibre si le vecteur somme des tensions interfaciales abaissé sur un même plan normal à l'intersection de trois prismes est nul.

Illustrons le phénomène en choisissant un exemple à deux dimensions, où les grains sont représentés par des cellules de forme polygonale. Et considérons, la jonction de 3 joints de grains.



$\sigma_{d_1d_3}$  : étant la tension interfaciale du joint  $d_1d_3$

$\sigma_{d_2d_3}$  : " "  $d_2d_3$

$\sigma_{d_1d_2}$  : " "  $d_1d_2$

$\theta$  : étant l'angle formé par les vecteurs  $\sigma_{d_1d_3}$  et  $\sigma_{d_2d_3}$

Déterminons à présent la valeur de l'angle  $\theta$  qui correspond à la position d'équilibre, c'est à dire pour laquelle le vecteur somme des tensions interfaciales est nul.

Pour ce, projetons l'ensemble des vecteurs le long de l'axe du joint  $d_1d_2$ .

Nous obtenons :  $\sigma_{d_1d_2} - \sigma_{d_1d_3} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) - \sigma_{d_2d_3} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) = 0$

Supposons que l'anisotropie de l'énergie de l'interface est faible, ce qui revient à supposer que la tension interfaciale est la même pour toutes les parois .

En réalité, il faut tenir compte du fait que le phénomène se produit dans un solide cristallisé où l'orientation des cristaux à son importance.



de là, on obtien :

$$\begin{aligned}\gamma_{d_1 d_3} &= \gamma_{d_2 d_3} = \gamma_{d_1 d_2} = \\ \gamma ( 1 - 2 \cos(\frac{\theta}{2}) ) &= 0 \\ \cos(\frac{\theta}{2}) &= 0,5, \text{ d'où } \theta = 120^\circ\end{aligned}$$

On en déduit, dans le cas d'un alliage isotrope, que les surfaces planes des grains d'équilibre d'une même phase devront se joindre en des angles de  $120^\circ$ .

Par conséquent, dans un alliage à phase unique présentant une isotropie d'énergie interfaciale et des joints de grains droits, les seuls grains en équilibre seront ceux dont le nombre de côtés équivaut à 6.

Les grains ayant moins de 6 côtés devront avoir des joints convexes afin de conserver des angles de  $120^\circ$  aux joints triples.

Par contre, ceux dont le nombre de côtés est supérieur à 6 auront des joints concaves.

Sachant qu'un interface concave est plus stable qu'un interface convexe et que les parois ont tendance à migrer vers leur centre de courbure. Il est aisé d'expliquer pourquoi les grains dont le nombre de côtés est supérieur à 6 doivent grossir durant la migration des joints. Tandis que ceux dont le nombre est inférieur à 6 sont amenés à disparaître.

Mis à part l'aspect angulaire, la croissance des grains peut être influencée par la valeur de la tension interfaciale unitaire  $\gamma_b$ .

La vitesse de migration des joints est d'autant plus élevée que la valeur de  $\gamma_b$  est grande/

Il est important de rappeler que la règle d'équilibre structural (  $\theta = 120^\circ$  et  $n = 6$  ), n'est applicable que pour les substances dont l'énergie interfaciale présente une anisotropie négligeable. Ce qui est par exemple le cas pour les matériaux à réseau cubique.

## 1.2. Lois de croissance du grain .

Si on suppose les écarts des joints de grains à la configuration d'équilibre comme négligeables . la force motrice de la croissance du grain sera égale à l'énergie interfaciale par unité de volume .

Sa valeur maximale peut être évaluée approximativement par ce qui suit:

Supposons de plus que les grains ont la forme d'un cube d'arête D .

L'énergie interfaciale d'un grain aura pour valeur

$$\gamma = \left( \frac{6D^2}{2} \right) \cdot \gamma_b = 3.D^2 \cdot \gamma_b$$

où  $\gamma_b$ : énergie interfaciale unitaire .

De là ; on en déduit la valeur de l'énergie interfaciale par unité de volume .

$$\gamma_u = \left( \frac{3 D^2}{D^3} \right) \gamma_b = 3 \cdot \gamma_b / D$$

Cependant il est à signaler que cette quantité ne représente que le potentiel dont dérive la force motrice de la croissance du grain .. dans la mesure où les conditions suivantes sont vérifiées :

. Les grains adjacents sont de tailles différentes .

.L'équilibre de la tension interfaciale aux joints de grains n'est pas vérifié .

Si les grains d'un polycristal sont de même taille et si les joints triples sont en équilibre , le système ainsi établi se trouve dans un état d'équilibre métastable , durera aussi longtemps qu'il demeurera à l'abrit des fluctuations susceptibles de rompre son équilibre .

Dans le c où les grains adjacents n'ont pas la même taille , la variation de l'énergie interfaciale par unité de temps correspond à la force motrice du processus de croissance des grains .

$$P_{M}^{gg} = \Delta \gamma_u = 3 \cdot \gamma_b \cdot \left( \frac{1}{D_1} - \frac{1}{D_2} \right) = 3 \cdot \gamma_b \cdot \frac{\Delta D}{D_1 \cdot D_2}$$

Cette relation montre que la force motrice est proportionnelle à la taille  $D$  des grains adjacents .

Elle est d'autant plus grande que la variation  $D$  est importante .

On déduit que plus la taille des grains diminue plus la vitesse d'absorption de ces grains par leurs voisins est grande .

Partant de considération d'ordre énergétique et en considérant selon Mott , Burke et Colin , la croissance du grain comme résultant de sauts individuels d'atomes d'un cristal au cristal adjacent , on obtien la formule simplifiée :

$$G = k \gamma_b \frac{V}{D} \exp ( - Q_g / RT )$$

où ;  $G$ : vitesse de migration du joint de grain .

$V$ : volume d'un atome .

$D$ : taille moyenne d'un grain .

$R$ : constante des gaz parfaits .

$k$ : constante .

$Q_g$ : énergie d'activation du processus .

$T$ : température (°K) .

Remplaçons  $G$  par  $\frac{dD}{dt}$  et intégrons ; on obtien :

$$D^2 - D_0^2 = k \exp ( - Q_g / RT ) \cdot \gamma_b \cdot V \cdot t$$

$D_0$  = taille du grain à l'instant  $t=0$ .

S'il est possible de négliger  $D_0^2$  devant  $D^2$  , dans le cas où  $D_0 \ll D$ , la relation qui lie la taille du grain à la température et au temps de chauffage est de la forme.

$$D = ( k \cdot \exp(-Q_g/RT) \cdot \gamma_b \cdot V \cdot t )^{1/2}$$

La dépendance de la taille moyenne du grain  $\bar{D}$  vis à vis du temps de chauffage en condition isotherme est donc de la forme :

$$\bar{D} = c \cdot t^n$$

où ; c et n sont deux paramètres indépendants du temps c dépend fortement de la température.

n vaut 0,5 pour les métaux purs.

Mais l'expérience montre que n est en général inférieur à 0,5 et peu varier de façon appréciable avec la température de l'isotherme.

D'une manière générale, n croît avec la température et tend vers 0,5.

L'équation ci-dessus n'est valable uniquement pour les valeurs de D comprises entre  $D_f$  et  $D_o$  :

$$D_f \gg D \gg D_o$$

où  $D_f$  est la taille maximale que le grain peut atteindre à une température donnée et dépend de la concentration de particules insolubles (phases précipités).

De manière identique , la relation qui lie la vitesse de croissance des grains à la température peut être mise sous la forme simplifiée suivante :

$$G = G_o \cdot \exp(-Q_g / RT)$$

où,  $G_o$  = constante.

L'énergie d'activation  $Q_g$  est voisine de l'énergie d'activation de la diffusion dans les joints de grains, elle dépend fortement de la pureté du métal (ou de l'alliage) et parfois même de l'intervalle de température de chauffage.

Cela peut s'expliquer par la présence de phases précipitées aux joints de grains, et par leur dissolution dans certains intervalles de température.

$Q_g$  diminue donc avec l'élévation de la température.

Autrement dit, l'énergie nécessaire pour activer le processus de croissance des grains diminue quand la température augmente.

#### A.d. Influence des phases précipitées sur le grossissement du grain austénitique au chauffage :

Le grossissement du grain austénitique au chauffage est parfois fortement retardé par la présence dans l'acier de phases précipitées.

Le grain des aciers dont la structure présente des carbures non dissous ne grossit qu'à température très élevée.

Dans de nombreux cas, la taille de grain se met à croître très rapidement lorsque la majorité des carbures passent en solution.

En plus de la cémentite et des carbures plus ou moins alliés qui sont toujours présents en plus ou moins grandes proportions dans les aciers, d'autres précipités sont susceptibles de se former en fonction des éléments ajoutés au cours de l'élaboration ou des impuretés présentes.

La mise en solution des phases précipitées dans les aciers apparaît donc comme un aspect particulièrement important dans la mesure où ce processus conditionne la cinétique d'évolution de la taille du grain gamma.

Il est aussi important de signaler l'influence de la nature et de la morphologie des précipités présents à l'état initial.

Les grosses particules tout en retardant le grossissement du grain ne sont cependant pas très efficaces, par contre les particules finement dispersées présentent un effet retardateur très marqué.

De manière générale, toute dispersion de particules fines peut inhiber la croissance du grain au chauffage, mais certaines inclusions sont plus efficaces que d'autres.

##### d.1. Cas des carbures et nitrures.

Nous examinerons successivement le cas des carbures puis celui d'autres précipités tels que les nitrures et carbonitrures.

### 1.1. Carbures

Pour des conditions de chauffage données, la vitesse de dissolution des carbures dépend fortement de l'état structural initial de l'acier.

La vitesse de dissolution sera d'autant plus lente que les carbures seront gros et globulaires et qu'ils auront une composition proches de l'équilibre.

Le traitement d'austénitisation des aciers à haute teneur en carbone n'entraîne pas la dissolution complète des carbures.

Certaines particules peuvent demeurer à l'état précipité et gêner la croissance du grain austénitique, cependant elles ne sont pas très efficace parceque trop grossière.

Pour les aciers de construction à bas carbone, les carbures sont généralement assez facilement solubles dans l'austénite à haute température et n'ont donc qu'une influence assez faible sur le retard au grossissement du grain gamma.

### 2.2. Nitrures et carbonitrures :

Ces particules très fines sont particulièrement importantes pour les traitements thermiques des aciers, dans la mesure où leur influence sur le retard au grossissement du grain est grande.

En présence de certains éléments à faibles teneurs, ces particules se forment par un phénomène de précipitation très fine lorsque la limite de solubilité est dépassée.

Citons l'exemple du calmage à l'aluminium d'un acier, cet élément tend à former avec l'azote présent des fins précipités de nitrures d'aluminium qui sont de très efficaces obstacles au grossissement des grains austénitiques .

Seule une surchauffe à une température telle que ces nitrures soient mis en solution peut permettre de faire disparaître ces obstacles et laisser alors grossir les grains .

D'autres composés comme le nitrure de vanadium , le carbonitrure de niobium , le nitrure et le carbure de titane , le nitrure de bore , sont également très efficaces et sont fréquemment employés à cet effet .

#### d.2. Effets des phases précipitées sur le grossissement du grain gamma .

Examinons à présent l'évolution de la croissance du grain austénitique au chauffage .

L'aptitude à la croissance du grain est déterminée par le caractère de la désoxydation et par la composition de l'acier .

Dans la pratique courante , on distingue deux type d'aciers :

Les aciers à grains fins et les aciers à gros grains .

Les aciers à gros présentent un type de croissance progressive qui correspond à un grossissement continu du grain austénitique .

Au microscope on observe que la taille des grains est uniforme quelle que soit la température de chauffage .

Par contre les aciers à grains fins présentent un schéma de croissance de grain différent.

L'élévation de température n'entraîne pas de modifications notables de la taille du grain jusqu'à ce qu'on atteigne une température de grossissement brutal.

Le degré de croissance brutale est d'autant plus marquée que l'inhibition à basse température est plus forte.

Au-dessus, un cours maintien suffit pour déclencher le grossissement du grain.

A titre d'exemple, les aciers désoxydés par de l'aluminium sont à grains fins, puisqu'ils sont le siège de formation des particules dispersées de ALN qui ralentissent la croissance du grain austénitique.

L'aluminium est particulièrement indiqué pour le traitement des aciers, dans la mesure où il sert à produire des dispersions submicroscopiques très fines.

De plus la coalescence du nitrure est rendu impossible par suite de la faible diffusion des atomes d'aluminium.

Ces deux modes de croissance du grain d'austénite sont illustré par la figure 3 tirée d'un rapport du M.P.I de Düsseldorf.

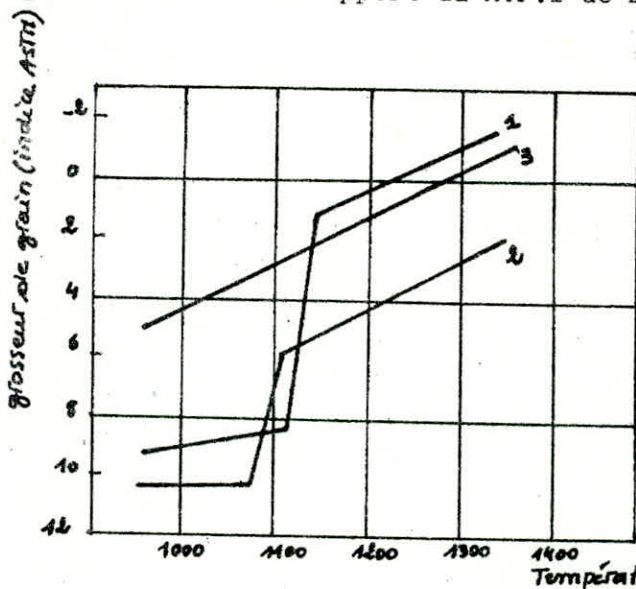


figure. 3: grosseur du grain d'austénite en fonction de la température et en fonction de particules précipitées finement dispersées.

Acier à 0,18%C, 1,30%Mn, 0,35%Si

Acier1: avec azote et aluminium  
Acier2: avec azote, aluminium et titane.

Acier3: sans éléments dispersés.

Elle montre l'influence des nitrures d'aluminium seuls, ainsi que celle des nitrures d'aluminium et de titane sur la courbe de grossissement du grain austénitique en fonction de la température pour un temps de maintien de 30 mn.

En résumé, pour s'opposer efficacement au grossissement du grain austénitique, il est nécessaire que les précipités formés soient très fins et passent en solution le plus tard possible.



La figure 4 représente en fonction de la température, les variations de la grosseur du grain d'austénite et du nombre de particules de taille inférieure à  $100 \text{ \AA}$ .

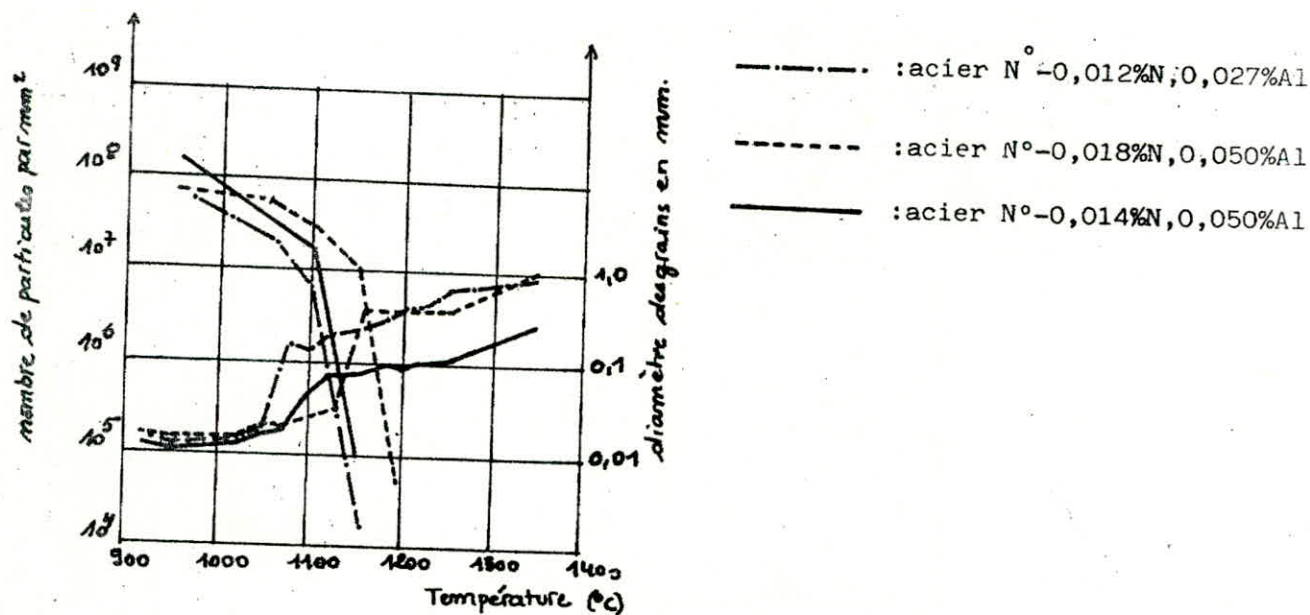


figure.4: variations en fonction de la température de maintien, de la grosseur du grain austénitique et du nombre de particules de taille inférieure à  $100 \text{ \AA}$ .

On remarque aisément à l'allure des courbes ; l'existence d'une relation inverse entre ces deux grandeurs.

La grosseur du grain augmente avec la température au fur et à mesure que les précipités entrent en solution.

On conclut que le contrôle de la grosseur du grain austénitique dépend essentiellement de la présence en nombre suffisamment élevé de très fines particules de rayon inférieur à  $100 \text{ \AA}$  et de leur évolution en fonction des conditions de chauffage et de maintien à température des aciers.

L'effet retardateur des particules insolubles sur la croissance du grain peut s'expliquer par le fait, que l'apparition de ces particules aux joints de grains réduit l'énergie du système.

Chaque joint possède une énergie superficielle caractéristique .  
 Pour dissocier un joint d'une particule , il faut donc apporter l'énergie  
 requise pour former une nouvelle surface de joint ( figure 5) .

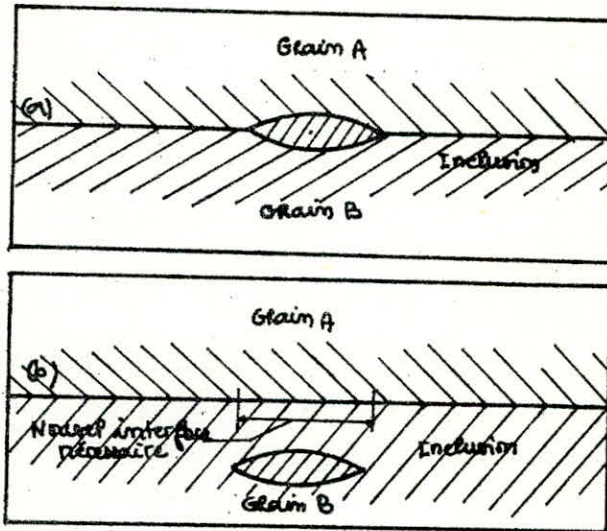


figure.5: représentation  
 schématique d'un joint  
 de grain se détachant  
 d'une inclusion .

Cette énergie peut provenir des fluctuations thermiques .

Il faut par conséquent atteindre des températures élevées pour entraîner  
 la migration des joints .

Une concentration élevée de particules fines entraîne la diminution  
 des valeurs de  $n$  et  $c$  de la relation  $D = c \cdot t^n$

$n$  peut parfois être très proche de zéro .

Afin de bien comprendre l'efficacité des inclusions dans l'ancrage  
 des joints de grains , il est nécessaire de faire appel une fois de plus ,  
 à la notion d'énergie interfaciale .

Supposons pour simplifier que les particules sont sphériques et ont un  
 même rayon  $r_0$  .

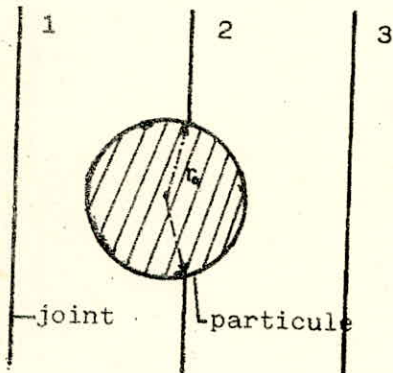
Chaque particule pourra diminuer la surface du joint de grain d'une  
 valeur maximale de  $\pi r_0^2$  .

Par conséquent l'énergie de surface aux joints de grains se trouvera diminuée de  $\pi r_0^2 \gamma_b$ .

$\gamma_b$ : énergie interfaciale unitaire.

Il est clair, que si le joint se déplace d'une distance de  $r_0$  pour se libérer d'une particule son énergie augmentera de  $\pi r_0^2 \gamma_b$ .

La figure 6 montre les trois stades de la traversée d'une particule par un joint de grain.



Le déplacement du joint de la position 1 à 2 réduit la surface du joint donc par conséquent l'énergie interfaciale. Cet effet, est d'autant plus important que l'énergie interfaciale unitaire est élevée.

Par contre la séparation du joint de la particule n'est pas favorable du point de vue énergétique car il équivaut à un retour à la position 1 donc à une élévation de l'énergie du joint.

La présence de particules aux joints de grains crée une force de freinage qui s'oppose à la croissance du grain.

Soit une concentration de particule donnée  $N_v$  par unité de volume.

La force de freinage par unité de surface du joint est de la forme:  $\pi r_0^2 \gamma_b \cdot N_v$  ou bien encore, considérant la concentration volumique en particule,  $f = 4 \cdot \pi \cdot r_0^3 \cdot N_v / 3$

$$P_{fr} = 3 \cdot f \cdot \gamma_b \cdot / d \quad (\text{formule de Zener})$$

où ; d: diamètre d'une particule.

Il s'ensuit de la formule de Zener, que l'effet retardateur est d'autant plus important que la concentration volumique en particules est élevée et que la taille des particules est petite.

Il est à remarquer également que la force de freinage  $P_{fr}$  est d'autant plus importante que  $\gamma_b$  est élevée .

Tout calcul fait , l'expression de la migration du joint de grain peut prendre la forme suivante :

$$v = M ( P_M - P_{fr} )$$

où;  $P_M$  est la force motrice de la croissance du grain . On en déduit que le joint ne pourra migrer que dans le cas où  $P_M$  sera strictement supérieur à  $P_{fr}$ .

$$P_M > P_{fr}$$

Or , la force motrice  $P_M$  est variable au cours du processus de croissance du grain .

Par conséquent , les valeurs de  $f$  et  $d$  seront aussi variables ( mise en solution des phases précipitées ) .

#### A.e Influence de la grosseur du grain austénitique sur les propriétés de l'acier .

Les propriétés mécaniques des aciers sont influencées par la grosseur du grain d'austénite , dans la mesure où les produits de décomposition de l'austénite sont d'autant plus grossiers que la structure gamma de départ est elle même plus grossière .

Les essais sur les aciers de différents types ont montré que la grosseur du grain austénitique influée peu sur la dureté et sur les propriétés mécaniques obtenues par essais à la traction statique .

De manière générale et particulièrement dans le cas des aciers normalisés , une structure à grains fins présente de meilleures caractéristiques mécaniques qu'une structure à gros grains .

Les valeurs de la dureté et de la charge à la rupture augmentent tandis que l'allongement diminue .

A l'état martensitique, de tels changements dans la taille du grain d'austénite n'entraînent pas nécessairement de modifications à la dureté maximale car la dureté à l'état martensitique dépend d'autres facteurs et avant tout de la teneur en carbone.

La dureté étant la même, un acier à gros grains normalisé se prête mieux à l'usinage par suite à la diminution de la plasticité. Un grain fin est généralement recherché car il donne une limite élastique plus élevée. En effet, la limite élastique dépend du diamètre moyen des grains  $\bar{D}$ , suivant une relation de la forme (Hall - Petch) :

$$E = E_0 + K \cdot \bar{D}^{-1/2}$$

qui montre que la limite élastique est d'autant plus grande que le grain est fin.

Par contre, il est important de signaler que la croissance du grain diminue brusquement la résilience surtout dans le cas d'une dureté élevée.

La figure 6 indique comment la résilience varie avec la grosseur du grain austénitique.

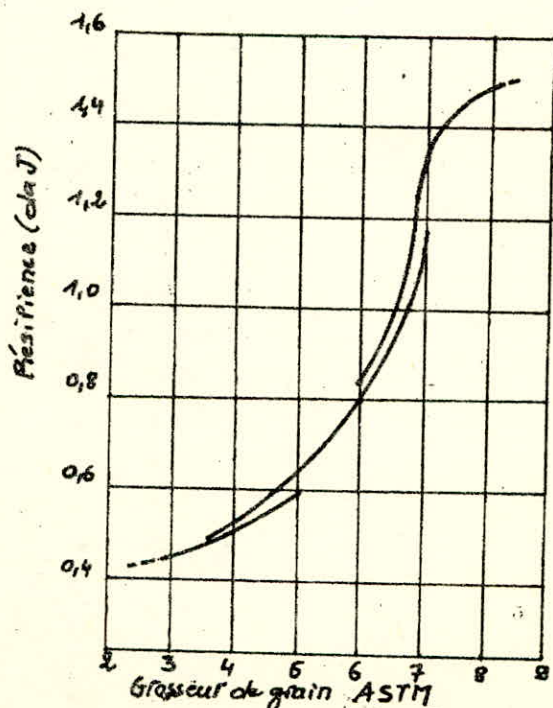


figure 6 : relation entre la grosseur du grain austénitique et la résilience d'un acier eutéctoïde traité thermiquement à 50 Rockwell C.

Il apparaît donc que la diminution de la grosseur du grain d'austénite améliore la résilience et abaisse le seuil de fragilité à froid.

La figure 7 montre l'effet défavorable de ce point de vue d'un gros grain austénitique .

L'aptitude de l'acier aux tapures et déformations de trempe est d'autant plus élevée que le grain austénitique est grossier .

De plus l'accroissement de la grosseur du grain austénitique augmente la trempabilité de l'acier .

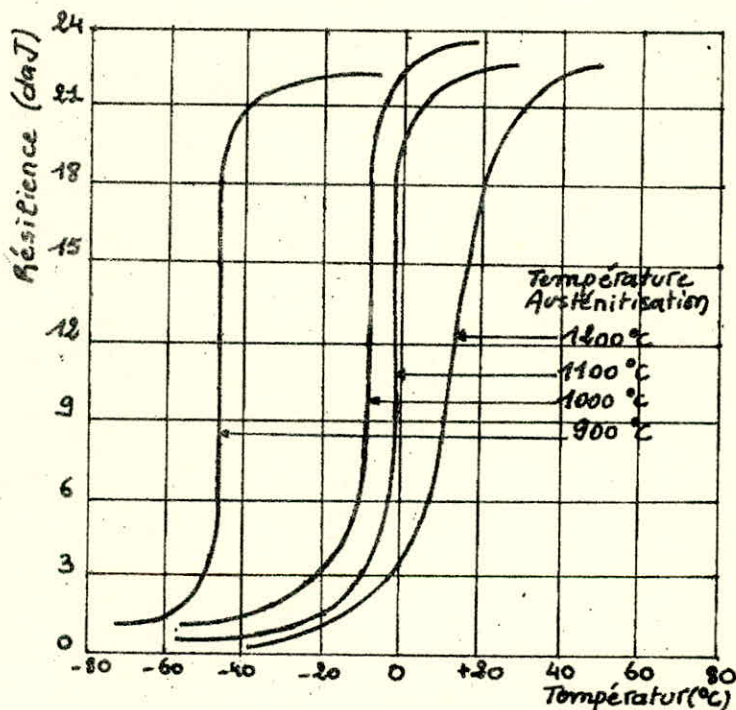


figure 7 : influence de la température d'austénitisation, donc de la grosseur du grain austénitique, sur la résilience Charpy V d'un acier à 0,11%C, 0,49%Mn, et 0,3%Si. ( Irvine et Pickering )

#### A.f Incidents pouvant se produire au cours des traitements thermiques de haute température .

##### f .1 Surchauffe et brûlure .

La surchauffe se traduit par un grossissement exagéré du grain d'austénite.

Elle peut être la conséquence :

- .d'un chauffage à une température trop élevée .
- .d'un chauffage trop long à la température d'austénitisation .
- .d'un maintien trop long à une température trop élevée .

La surchauffe d'un acier hypoeutectoïde donne le plus souvent des structures à prédominance aciculaire dites de WIDMANNSTATTEN.

Il est reconnu que ce type de structures , comme d'ailleurs toute structure présentant des orientations ou des alignements , est très nuisible aux propriétés de ductibilité et de tenacité .

Un acier surchauffé offre une tendance accusée aux ruptures intergranulaires , si bien qu'après durcissement par trempe il présente un gros grain de cassure .

On constate que la rupture se propage suivant les joints de l'ancien grain d'austénite .

L'explication de ce phénomène est simple . Il est clair , que le grain grossissant lorsque la température s'élève , la longueur totale des joints diminue , donc la concentration des éléments qui s'y accumulent s'accroît : la fragilité qu'ils provoquent est par conséquent augmentée.

Si nous cassons une série d'éprouvettes d'acier trempé à des températures croissantes nous obtenons des cassures de plus en plus grossières. En comparant avec une collection de cassures-types échelonnées par indice de grain ; il nous est possible de tracer la courbe de grosseur de grain-température .

Les structures de surchauffe sont caractérisées par l'apparition de larges bandes de ferrite aux joints de grains austénitiques .

Ensuite dans l'axe de ces bandes se montrent des inclusions , au début sphériques et espacées , puis se rapprochant jusqu'à former des films plus ou moins continus .

Ces films traduisant en fait une fusion partielle de la matière des joints de grains : on dit alors que l'acier est brûlé .

La brûlure d'un acier peut être considérée comme une surchauffe aggravée par un début de fusion se produisant aux joints triples .

Elle résulte d'un chauffage à trop haute température .

### 1.1 Mécanisme conduisant aux structures de surchauffe :

Lors du phénomène de surchauffe , il se superpose au grossissement du grain austénitique une déshomogénéisation du métal .

On émet l'hypothèse que les joints de grains en plus d'une hétérogénéité physique constituent également une hétérogénéité chimique qu'il y a accumulation ( ou , au contraire appauvrissement ) aux joints de grains de certaines substances dissoutes .

Certains éléments dissous diffusent vers le centre des grains , d'autres dont le soufre et le phosphore , vers la périphérie de ces grains , entraînant ainsi un comportement ultérieur particulier des régions des joints , et notamment la précipitation dans ces joints de sulfures , voire de phosphures .

Dans le cas particulier des aciers , cette déshomogénéisation se révèle capable d'expliquer un certain nombre de faits , parmi lesquels précisément la persistance des joints de grains d'austénite à la température ordinaire et leur influence profonde sur les propriétés.

### 1.2 Cas du soudage .

En pratique la surchauffe des aciers peut se produire pendant un forgeage , un formage à chaud ou d'une manière localisée , pendant le soudage ( Zone Affectée Thermiquement , Z.A.T ) .

Le cycle thermique relativement lent appliqué à un acier pendant le soudage sous laitier électroconducteur entraîne la formation



dans le métal de base d'une zone surchauffée particulièrement importante . Par conséquent un acier ayant subit le cycle thermique du soudage présente toujours au niveau de la zone affectée thermiquement, une structure aciculaire du type de WIDMANNSTATTEN plus ou moins prononcée , selon la composition et l'intensité du gradient thermique .

La figure 8 représente schématiquement les structures typiques qu'on peut observer dans une zone de transition , c'est à dire entre le cordon de soudure et le métal de base non influencé .

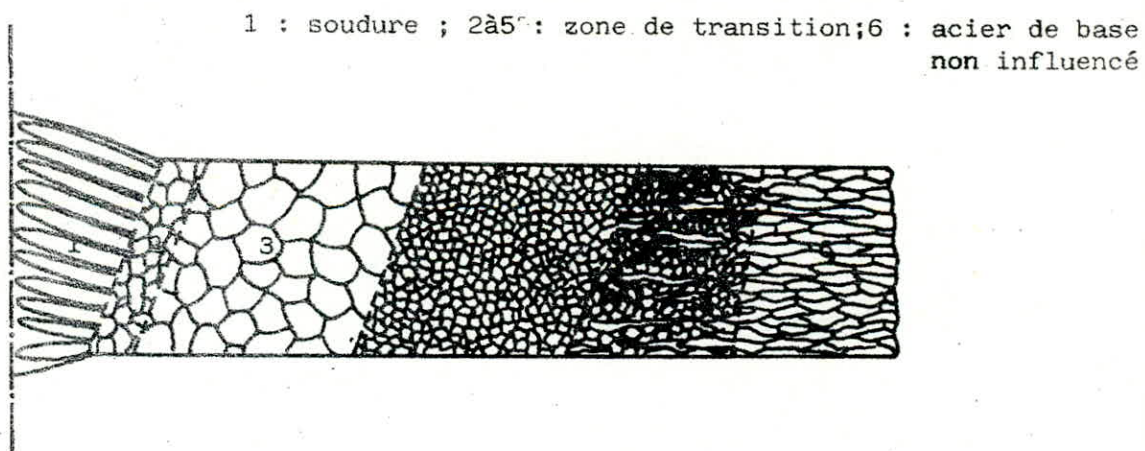


figure 8 : structures de la soudure et de l'acier soudé influencé par le cycle thermique du soudage ( représentation schématique avec des transitions abruptes et irréelles )

La structure grossière de la zone 3 résulte du grossissement du grain austénitique par surchauffe. :

Lors du soudage , le rapide refroidissement qui suit la fusion , laisse parfois subsister dans la Z.A.T des inclusions intergranulaires de phosphures, qui favorisent la fissuration à chaud .

Lorsque le chauffage est hétérogène , comme dans le cas du soudage il est nécessaire de tenir compte en plus du grossissement du grain et de la déshomogénéisation du metal , de la diffusion qui sous l'effet des différences de température , affecte d'autres éléments en solution .

Ainsi l'aluminium dissous diffuse très rapidement vers les régions froides.

Les conditions du soudage par points dépendent de la grosseur du grain de l'acier .

Un gros grain correspond à une moindre résistance au cisaillement des points de soudure .

En effet il est observé que la conductibilité thermique est d'autant plus élevée que le grain est gros .

#### A.g Régénération des aciers surchauffés :

Tant que la fusion locale , caractérisant l'acier brûlé n'est pas intervenue , l'acier surchauffé peut être régénéré par un traitement d'affinage structural , appelé également recuit de régénération.

Par contre , l'altération subi par un acier brûlé est irréversible et le rend inapte à son emploi.

L'affinement des grains de l'acier ( à condition que ce dernier soit capable de la transformation  $\alpha \leftrightarrow \delta$  ) peut être obtenue grâce au processus de germination et de croissance de l'austénite .

En effet , les transformations de phase qui se déroulent au chauffage

comme au refroidissement , entraînent une recristallisation et un affinage du grain qui peut même être réglé.

Le traitement d'affinage comprend donc un chauffage à température juste suffisante pour l'obtention aisée d'une austénite homogène ( légèrement supérieur à  $Ac_3$  dans le cas d'un acier hypoeutectoïde). Tout chauffage à une température supérieure , entraînerait un grossissement du grain d'austénite , qui réduirait d'autant l'efficacité du traitement .

Lors du chauffage au-dessus de  $Ac_3$  , les grains de ferrite et de perlite se transforment en grains d'austénite plus petits , dont le nombre est principalement déterminé par la germination , donc par conséquent de la vitesse à laquelle la température de transformation est franchie . Il est clair que l'affinage du grain est fortement influencé par les vitesses de chauffage et de refroidissement .

Sadovsky , Bogacheva et Sokolov ont clairement montré qu'en réalité l'affinement ne se produisait que si la vitesse de chauffage au cours du nouveau traitement d'austénitisation est comprise entre deux valeurs critiques  $v_1$  et  $v_2$ , si la vitesse de réchauffage est inférieure à  $v_1$  ou supérieure à  $v_2$ ; on observe la conservation de l'ancien grain d'austénitique de surchauffe .

Le refroidissement qui suit le chauffage doit être réaliser de manière à obtenir au retour à l'ambiante, une structure de l'acier constituée de ferrite et perlite ( cas d'un acier hypoeutectoïde) En augmentant la vitesse de refroidissement, on aboutit à une structure ferrito-perlitique plus fine, présentant de meilleures propriétés mécaniques.

Il est évident que les opérations de chauffage et de refroidissement peuvent être répétées plusieurs fois lorsqu'on veut obtenir une structure très fine ou si l'on part d'une structure primaire trop grossière.

La régénération des aciers surchauffés est donc un phénomène beaucoup plus complexe que ne le laisse suggérer une analyse sommaire des principes de transformation des aciers.

\* \* \*

## CHAPITRE B.

### METHODES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES.

#### B. a RAPPEL DES METHODES PRECONISEES POUR METTRE EN EVIDENCE LE GRAIN D'AUSTENITE.

Les aciers subissant au refroidissement la transformation  $\delta \rightarrow \alpha$ , le grain gamma ne peut être observé à la température ambiante que dans la mesure où la structure gamma laisse des traces visibles, ce qui exige que celle-ci ait, en quelque sorte, été figée morphologiquement par un procédé approprié.

La plupart des procédés utilisés dans ce but, mettent à profit la différence de comportement physico-chimique de la matière entre le voisinage immédiat du joint de grain et le coeur de la masse du grain.

Ces méthodes peuvent se diviser en trois groupes :

1) Les méthodes basés sur la formation d'un constituant particulier (ferrite, cémentite, troostite, etc...), qui prend naissance à partir des joints de grains d'austénite au cours d'un refroidissement dans des conditions données ( refroidissement continu avec une certaine vitesse, trempe étagée, trempe interrompue, etc...) tandis que le centre des grains se transforme en un autre constituant.

2) La méthode d'attaque martensitique due à VILLELA qui colore de façon différente la martensite d'un acier trempé suivant l'orientation cristalline du grain de fer qui lui a donné naissance ( cette attaque ne révéle pas les joints, mais permet de distinguer la forme générale des grains.)

3) Les méthodes basées sur la diffusion d'un élément étranger au métal (carbone ou oxygène) qui s'insinue préférentiellement le long des joints et permet ensuite de reconnaître la position de ces derniers par les constituants dont ils provoquent la formation (cémentite, oxyde de fer).

Vue la diversité des méthodes proposées, nous ne citerons que les plus importantes à usage courant.

Parmi ces méthodes on distingue :

. La précipitation isotherme de ferrite ou de cémentite.

Cette méthode préconisée par GROSSMAN est basée sur le rejet proeutectoïde de ferrite (acier hypoeutectoïde) ou de cémentite (acier hypereutectoïde) aux frontières des grains d'austénite, formant ainsi un réseau plus ou moins complet.

Elle consiste donc en une austénitisation dans des conditions définies, suivie d'un maintien suffisant pour avoir un début de précipitation de ferrite ou de cémentite et enfin d'une trempe pour conserver à la matrice un aspect homogène.

. Trempe martensitique incomplète.

Cette méthode est basée sur la formation de troostite prenant naissance aux joints des grains de l'austénite primaire, au cours d'un refroidissement à une vitesse légèrement inférieure à celle de la vitesse critique de trempe.

. Trempe martensitique et attaque chimique du joint de grains primaire. Cette méthode, mise au point par Mme S. Béchet et L. Beaujard, est basée sur l'emploi d'un réactif micrographique composé d'une solution aqueuse saturée d'acide picrique additionnée de 0,5% d'agent mouillant (alkylsulfonate de sodium : Teepol).

Ce réactif à la particularité d'attaquer les joints de grains primitifs de l'austénite de la majorité des aciers trempés ou trempés et revenus.

. Trempemartensitique, revenu, attaque chimique différentielle.  
La relation étroite existant entre les grains d'austénite et les grosseurs des structures martensitiques qui en sont issues, permet par mesure directe et l'emploi d'un réactif approprié, de connaître les dimensions du grain gamma dans les aciers trempés ou trempés et revenu dans la zone de fragilité. On obtient ainsi une coloration différentielle d'un grain à l'autre.

. Méthode Mc QUAIN EHN par cémentation à 925°C.  
Cette méthode est basée sur la séparation de la cémentite dans les joints des grains gamma au début du refroidissement de la solution saturée en carbone après une cémentation.

L'échantillon est donc chauffé à 925°C pendant 8h dans un ciment énergique; il se développe alors sur toutes les parties extérieures de l'échantillon une couche hypereutectoïde qui, par refroidissement lent, donne un réseau de cémentite sur matrice perlitique qui dessine le grain d'austénite à 925°C.

. Oxydation sélective (A.Kohn).

La méthode proposée consiste à austénitiser l'échantillon préalablement poli dans une atmosphère neutre (argon, azote, par exemple) et à réaliser en fin d'opération une oxydation de très courte durée. Après trempe et repolissage une attaque par un réactif convenable révèle les joints de grains qui sont d'avantage creusés que la matrice.

. Condensation d'alliage syncristallisable (Pomey-Vigneron)  
Cette méthode consiste, sur la surface préalablement polie d'un échantillon austénitisé sous vide élevé, à effectuer un dépôt métallique syncristallin et exempt de transformations au refroidissement.

. Methodes par fractures .

Cette methode repose sur le fait qu'il y a dans de nombreux cas une relation étroite entre l'apparance de la cassure d'un acier trempé énergiquement et la grosseur du grain primaire d'austénite . Elle consiste donc en une austénitisation à la température désirée pendant le temps voulu , avec finalement une trempe énergétique . L'échantillon ( préalablement entaillé avant traitement ) est alors cassé et la fracture de la zone martensitique est comparée avec une échelle standard de cassures .

Bien, que l'examen des résultats obtenus à l'aide de ces différentes méthodes montre une certaine concordance dans l'évaluation de la taille du grain austénitique . Il est cependant utile de signaler qu'elles présentent pour la plupart des avantages et des inconvénients qui ont pour effet de limiter leur champ d'application.

. les méthodes du premier groupe ne sont applicables qu'à certaines nuances d'aciers , et il est parfois délicat de reproduire correctement les conditions de refroidissement voulues.

. La méthode d'attaque martensitique , valable lorsque les grains sont grossiers , donne des images confuses avec les aciers à grains fins .

. Les méthodes du troisième groupe ont l'inconvénient de faire intervenir un élément étranger à l'acier susceptible d'influencer fortement la cinétique de croissance des grains de Fer lors de l'austénitisation .

De manière générale , les méthodes d'oxydation sélective à chaud et de dépôt métallique syncristallin ne présentent pas de contre-indication et permettent une exploitation précise du grain en température et dans le temps .



De plus , on peut considérer la méthode par dépôt métallique syncristallin comme la plus générale dans la mesure où elle permet d'obtenir les joints et les macles de l'austénite sans repolissage ni attaque.

## B.b Mode opératoire .

### b.1 Matériau .

Notre étude a porté sur un acier de construction faiblement allié , en provenance de l'Acierie d'El-Hadjar , désigné par la notation 110F.

Ce type d'acier est destiné à la fabrication de tubes sans soudure.

L'échantillon de base nous a été remis sous forme de tôle légèrement ondulée d'environ 12mm d'épaisseure , prélevée dans un tube .

La composition de l'acier est la suivante :

C : 0,31 %	Mo : 0,00
Mn: 1,215	V : 0,032
Si: 0,26	Al : 0,0255
P : 0,0175	Cu : 0,044
S : 0,019	Sn : 0,005
Ni: 0,023	Nb : 0,035
Cr: 0,57	Ti : 0,013

Elle est assez proche de la nuance ( 35 MC 5 ou 35 M 5 ) de la norme Française AFNOR .

L'examen au microscope de deux coupes métallographiques de notre acier ( l'une prélevée dans le sens du laminage , l'autre dans le sens transversal ) démontre l'existence d'une structure d'apparence fibreuse , constituée par des bandes alternées de ferrite et perlite appelée "structure en bandes"

Les micrographies 1a et 1b ( voir MICROGRAPHIES ) relatives à ces coupes métallographiques montrent que les bandes de ferrite et perlite se présentent parallèlement à la direction de laminage.

Ce type de structure est principalement dû aux microségrégations apparues lors de la solidification de l'acier et qui ne se sont que partiellement atténuées au cours des transformations et traitements thermiques ultérieurs.

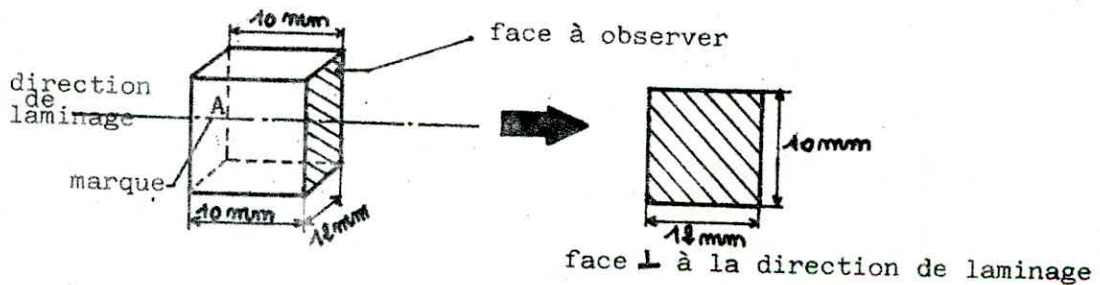
On remarque de plus que la structure présente des grains de ferrite et perlite très fins qui laissent supposer que l'acier ait subi un traitement visant à affiner le grain

### b.2 Préparation des échantillons avant traitement .

L'acier à étudier est découpé à la tronçonneuse de façon à obtenir des échantillons cubiques de  $1 \text{ cm}^3$  environ .

Chaque échantillon ainsi obtenu est marqué à l'aide d'un poinçon de manière à pouvoir examiner après traitement la même face pour l'ensemble des échantillons .

On se fixera pour l'observation la face perpendiculaire à la direction de laminage .



représentation schématique d'un échantillon et de la partie à examiner .

### b.3 Traitements thermiques subis par les échantillons :

#### 3.1 Réalisation de l'appareillage .

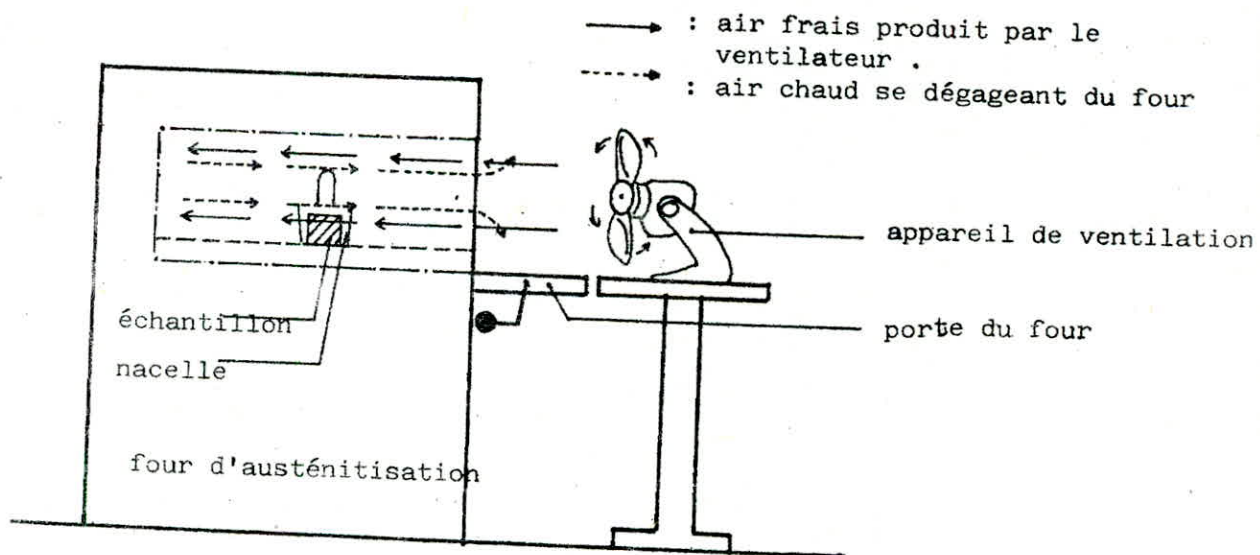
Les traitements d'austénitisation ont été effectués dans un four de laboratoire classique ( four électrique à résistance EURAEUS ) sans contrôle d'atmosphère .

Afin de moduler la vitesse de refroidissement , nous avons eu recours à un appareil de ventilation à vitesse variable .

L'appareil est placé en face de la porte du four maintenue ouverte. De cette manière le refroidissement de l'échantillon à l'intérieur du four éteint , s'effectuera sous l'action combinée de l'atmosphère du four et de l'air frais produit par le ventilateur .

On peut également déplacer l'échantillon vers la porte du four diminuant de la sorte l'effet des éléments chauffants qui se refroidissent plus lentement .

On peut ainsi produire plusieurs vitesses de refroidissement.



Dispositif expérimental de refroidissement continu

### 3.2 Traitement d'austénisation.

Notre étude sur le grossissement du grain d'austénite comporte deux parties distinctes :

- . une étude Isochrone où on fera varier uniquement la température , le temps de maintien étant fixé .
- . une étude Isotherme où c'est le temps de maintien qui variera , la température étant fixée.

Il va de soit , que la seconde partie est étroitement liée à la première dans la mesure où les températures de traitement de l'étude isotherme en sont déduites .

Nous obtiendrons ainsi les d'évolution du grain austénitique de notre acier en fonction des deux facteurs les plus influents sur le phénomène , la température et le temps de maintien .

#### 3.2.1 Choix de la <sup>Méthode</sup>~~température~~ de mise en évidence du grain gamma .

Nous avons opté sur la méthode de précipitation de ferrite protectoïdeaux joints de grains d'austénité lors d'un refroidissement continu .

Après polissage et attaque chimique au nital d'une coupe métallographique , on peut observer au microscope un fin liseré de ferrite de couleur blanchâtre dessinant les joints de grains de l'ancien réseau gamma .

Tandis que le fond apparaît de couleur sombre constitué de perlite ou de bainite , ou bien encore par une structure mixte perlite-bainite

Cette méthode très commode ne nécessite aucun appareillage particulier et convient parfaitement au type de matériel dont nous disposons .

De plus , elle a l'avantage de ne faire intervenir aucun élément étranger au métal .

Le seul inconvénient de cette méthode est la nécessité de la définition précise et délicate des conditions convenables de refroidissement.

### 3.2.2 Etude isochrone .

Le traitement d'austénitisation proprement dit comporte un chauffage isotherme à la température désirée , suivi par un refroidissement continu assez lent .

On effectue des maintiens de 20 mn dans une gamme de température allant de 850° à 1350°C .

Le temps de maintien a été fixé à 20mn de manière à permettre une homogénéisation complète de l'austénite .

L'intervalle de température a été choisi en tenant compte de deux considérations :

On a pu évaluer les températures de transformation  $Ac_1$  et  $Ac_3$  à l'aide des formules empiriques proposées par ANDREWS valables dans le cas d'aciers faiblement alliés.

$$Ac_1 = 723 - 10,7Mn - 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 6,38W + 290 As$$

$$Ac_3 = 910 - 203C - 15,2Ni - 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W - 11Cr + 20Cu + ( 700P + 400Al - 120As + 400Ti ) .$$

On a obtenu pour valeurs respectives de  $Ac_1$  et  $Ac_3$  :

$$Ac_1 = 737,51^\circ c$$

$$Ac_3 = 824,24^\circ c$$

De là, on fixe comme première température de traitement  $850^{\circ}\text{C}$ , de manière à se situer au-dessus de la limite inférieure du domaine  $\gamma$ .

D'autre part, des essais effectués à  $1325^{\circ}\text{C}$  et  $1350^{\circ}\text{C}$  ont laissé apparaître un début de fusion de nos échantillons.

Nous avons donc tenu à inclure ces deux températures dans notre étude, afin de pouvoir observer les altérations occasionnées par certains phénomènes susceptibles d'avoir lieu à très haute température (brûlure de l'acier).

Au début du traitement, les échantillons sont introduits rapidement dans le four déjà chauffé à la température d'austénitisation. Dans ce cas la mise en température des échantillons ne demande qu'un temps particulièrement court.

Les temps de maintien ont été comptés à partir du moment où la température du four s'est à nouveau stabilisée.

Il est à remarquer que chaque échantillon a été placé dans une nacelle ; ceci afin de ne pas avoir à toucher directement les échantillons avec des pinces froides.

Des mesures directes ont montré que la température de la surface de notre échantillon était inférieure d'environ  $50^{\circ}\text{C}$  à la température indiquée par le thermocouple du four.

Pour y remédier à cela nous avons eu recours à un thermocouple du type Pt-Pt.Rh placé à proximité de la surface de l'échantillon.

De cette façon la température de ce dernier nous est indiquée de manière précise tout au long du maintien.

Une fois la durée de maintien achevée l'échantillon est refroidi à l'aide du dispositif cité précédemment jusqu'à la température ambiante.

Les renseignements nécessaires sur les lois de refroidissement qui conduisent à la structure recherchée sont contenus dans les diagrammes du type T.R.C de notre acier.

Les figures 9 et 10 représentent deux de ces diagrammes établis pour des températures d'austénitisation de 925°C et 1000°C.

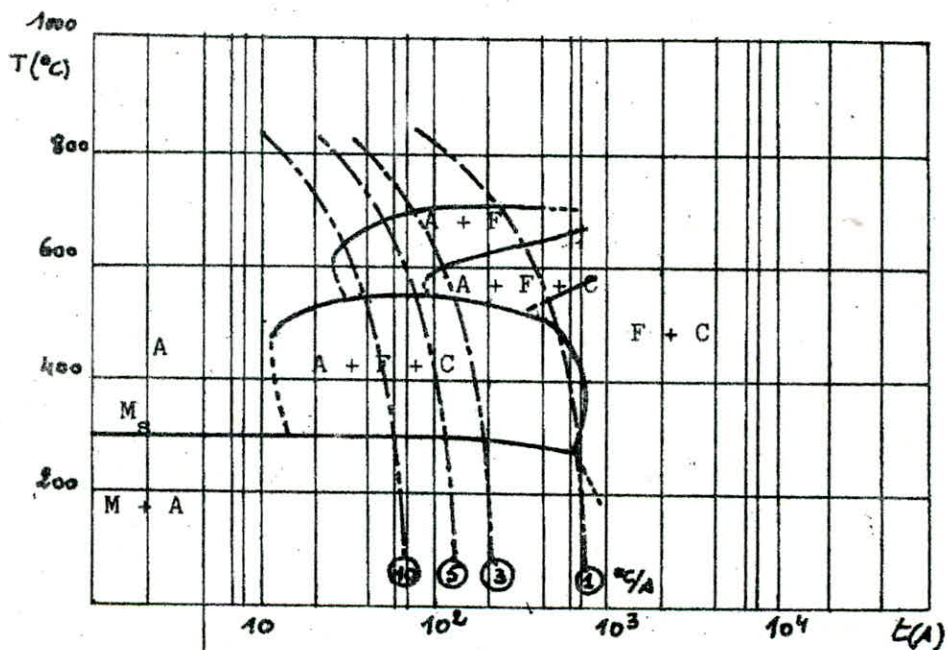


figure 9 :  
diagramme T.R.C  
à 925°C

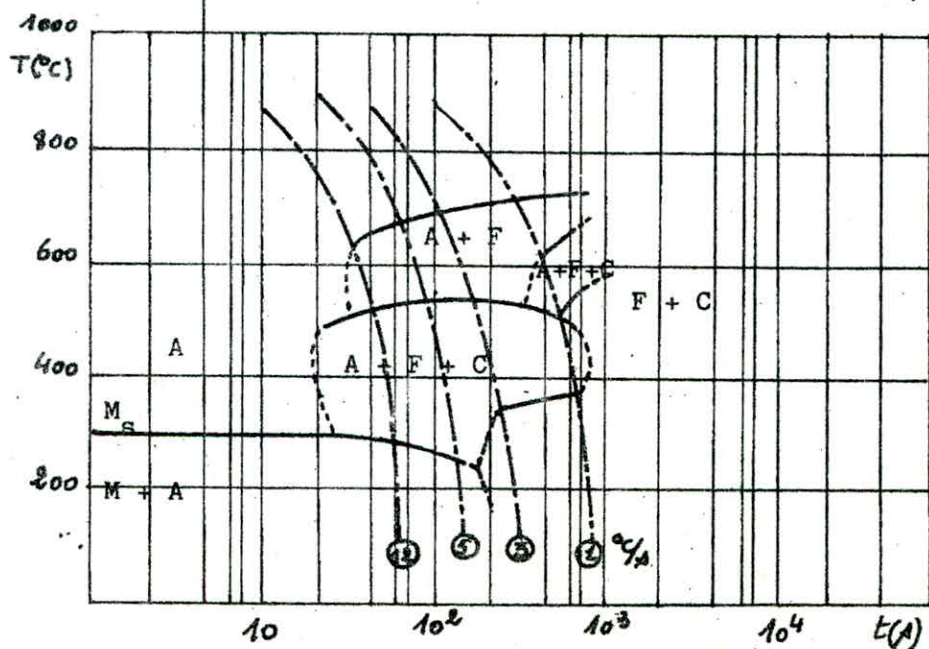


figure 10 :  
diagramme T.R.C  
à 1000°C

On en déduit à l'examen de ces courbes que lorsque la température d'austénitisation augmente, les courbes de début et de fin de transformation subissent un léger décalage vers la droite.

On remarque également un étalement des différents domaines et plus particulièrement du domaine supérieur A+F.

Il nous est à présent assez aisé de retrouver les différentes lois de refroidissement relatives à chaque température de traitement.

On adoptera donc des vitesses de refroidissement allant de 1 à 5°C/s, de manière à pouvoir traverser le domaine A+F, où la ferrite prend naissance aux joints des grains d'austénite.

Les vitesses de refroidissements étant connues, il nous reste à présent à déterminer l'emplacement exact de l'échantillon à l'intérieur du four, qui lui fera correspondre une vitesse de refroidissement convenable.

Il est clair, lors du refroidissement, que plus l'échantillon sera proche de la porte du four (moindre influence des éléments chauffants) plus il se refroidira rapidement.

En plaçant l'extrémité d'un thermocouple (Pt-Pt.Rh) en différents endroits de la plate forme du four et en suivant le refroidissement de ce dernier, on peut déterminer approximativement la position de notre échantillon.

Une fois que tous les paramètres sont fixés :

- . emplacement de l'échantillon.
- . vitesse et position (distance par rapport à la porte du four) du ventilateur.



On entreprend les traitements d'austénitisation.

A chaque température on effectue plusieurs essais. Tous les échantillons sont polis, attaqués et observés au microscope.

L'essai est considéré comme concluant, dès que la trace de l'ancien grain d'austénite est visualisé par un réseau ferritique net et continu sur fond sombre de perlite ou d'un tout autre constituant.

### 3.2.3. Etude isotherme :

A partir de la courbe isochrone  $G=f(T)$  (déduite de l'étude isochrone) tracée à l'aide des mesures de grosseurs de grains. On définit un domaine de température pour l'étude isotherme.

Puis on procède à chaque température, à des maintiens de durées croissantes.

On a choisi pour temps de maintien : 5, 10, 20, 45, 90, 180 mn

De là, connaissant la température d'austénitisation et le temps de maintien, on procédera de la même manière que l'étude isochrone.

### 3.3. Préparation des éprouvettes micrographiques.

Après traitement thermique les échantillons sont découpés en deux à la tronçonneuse.

Les observations ultérieures porteront sur l'une des faces nouvellement formés.

On évite de cette façon les altérations occasionnées par l'oxydation superficielle et par une éventuelle décarburation en surface de l'acier, en contact avec l'atmosphère du four.

Les échantillons sont ensuite enrobés à l'aide d'une résine thermosable à chaud.

Les surfaces à examiner subissent un polissage mécanique sur une série de papiers Eméri (120, 320, 600, 1000). La finition est réalisée sur drap et feutre à la pâte diamantée.

Une fois le polissage terminé les échantillons sont attaqués au Nital ( $\text{HNO}_3$  : 4ml et  $\text{C}_2\text{H}_5\text{O} \cdot \text{H}$  : 100 ml) puis observés au microscope.

### 3.4. Mesure de la dureté.

Nous avons effectué des essais de dureté Vickers sur nos échantillons à l'état trempé.

Etant donné que plus le grain d'austénite de départ est gros, plus les aiguilles de martensite sont grossières; on a pensé que l'évolution de la dureté Vickers en fonction de la température d'austénitisation, à l'état trempé serait significative.

Nous avons donc réalisé les mêmes traitements que pour les études précédentes, mais dans ce cas les échantillons en fin de traitement subissent une trempe énergique à l'eau. On obtient ainsi une structure entièrement martensitique.

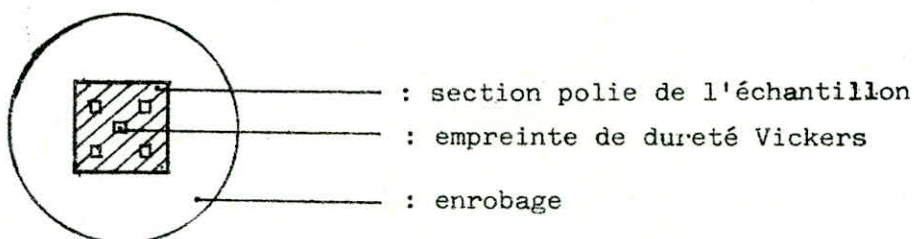
Vue la petite taille de nos échantillons et de la difficulté d'obtention de deux faces parallèles par découpage à la tronçonneuse, nous avons été contraint de procéder aux essais sur des échantillons enrobés.

Des essais effectués antérieurement sur un échantillon enrobé et non enrobé n'ont pas montré de variation sensibles de la valeur absolue de la dureté.

De façon à rendre négligeable l'influence de la résine sur les valeurs de la dureté nous avons retenu une charge assez faible de 10 kgf.

Cette charge est par ailleurs parfaitement compatible avec la surface de la section considérée de l'échantillon et le nombre de mesures ( dimensions de l'empreinte )

La dureté de l'échantillon nous est donnée par la moyenne arithmétique de cinq mesures disposées de la manière suivante .



La valeur ainsi obtenue est assez représentative de la dureté .

#### b.4 Mesure de la grosseur du grain :

##### 4.1 Evaluation par comparaison à des images types :

L'examen micrographique d'une coupe polie de l'échantillon met en évidence la grosseur du grain austénitique ( réseau de ferrite proeutectique clair sur fond sombre )

Par comparaison avec des images types pour la grosseur du grain ( Norme AFNOR A.04-102 ) , on évalue approximativement la taille du grain austénitique de l'échantillon considéré .

Chaque grosseur de grain est caractérisée par un indice noté G . La relation qui existe entre l'indice G d'un grain et le nombre de grains m dénombrables sur  $1 \text{ mm}^2$  de surface de la coupe , dans la région examinée s'écrit :

$$m = 8 \cdot 2^G$$

Par conséquent , après polissage et attaque chimique , les échantillons sont observés au microscope .

Les vues obtenues sur le verre dépoli au grossissement de 100 sont comparées à la série d'images-types .

L'indice de la grosseur du grain austénitique relatif à chaque échantillon , nous est donné par l'image dont la grosseur de grain est la plus voisine de celle de l'échantillon observé.

#### 4.2 Remarque sur la reproductibilité des mesures et leur validité:

L'estimation de la grosseur de grain par comparaison à des images types présente une précision de mesures rarement meilleure que la demi-unité .

Les mesures ont porté sur huit plages différentes de la surface de l'échantillon .

Nous avons pu constater que la reproductibilité des mesures d'une plage à l'autre , était assez satisfaisante , tant que la croissance du grain austénitique s'effectuait dans le domaine de température relatif à la croissance uniforme du grain .

Par contre , les écarts de mesures devenaient importants dans le domaine de croissance discontinu du grain ( apparition d'un certain nombre de grains de dimensions notablement différentes de celles de l'ensemble)

On obtient pour chaque échantillon en regroupant les mesures prises aux différentes plages examinées , une grosseur moyenne assez proche de la grosseur réelle du grain .

Afin d'obtenir une plus grande précision dans l'évaluation de la grosseur du grain , les mesures ont été effectuées par deux observateurs.

L'indice du grain n'est retenu que dans le cas où la différence des indices obtenus par ces observateurs n'excède pas une demi-unité. De plus l'estimation de la grosseur du grain d'austénite est rendue difficile, car la zone de l'échantillon où l'on peut nettement distinguer un réseau complet de ferrite est en général limitée. Par conséquent les mesures ont le plus souvent porté sur les zones périphériques de l'échantillon.

C H A P I T R E . C .

RESULTATS DES ESSAIS ET DISCUSSION

C.a .EVOLUTION DE LA TAILLE DU GRAIN AUSTENITIQUE.

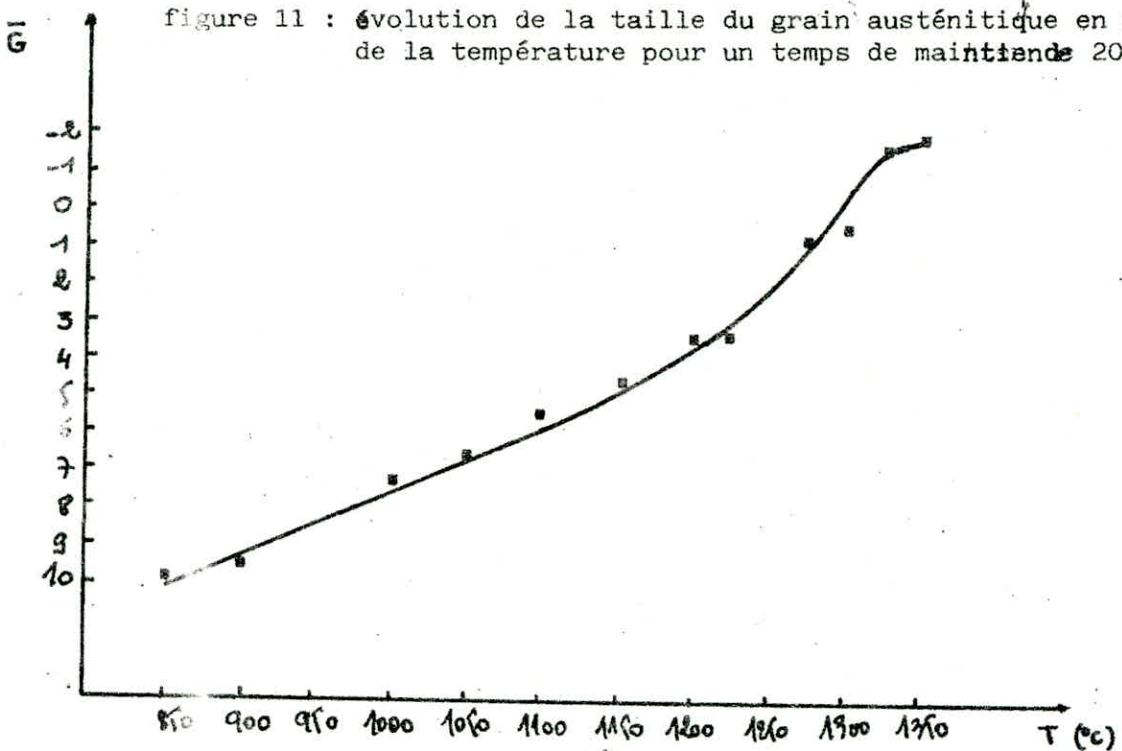
a.1 Etude isochrone.

Les traitements d'austénitisation de même durée à température croissantes, définis plus haut, permettent à partir des mesures de grosseur du grain, de tracer la courbe isochrone suivante ( figure 11 )

Les mesures sont consignées dans le tableau 1 .

tableau 1 :

température (°c)	850	900	950	1000	1050	1100	1150	1200	1225	1250	1275	1300	1325	1350
grosseur moyenne du grain G	10	10-9	9-8	8-7	7-6	6-5	5-4	4-3	4-3	2-2	1-0	1-0	1-1	-2



La courbe obtenue est une courbe sigmoïde classique .

La croissance du grain est rapide aux températures élevées , entre 1200 et 1300 °c .

L'examen de cette courbe permet de dégager trois domaines de température , plus ou moins distincts l'un de l'autre .

Dans le premier domaine , le grain austénitique présente un grossissement progressif assez lent , jusqu'aux environs de la température de 1200°c .

Les micrographies ont montré que la taille du grain gamma était uniforme sur toute la surface observée de l'échantillon .

On se trouve donc , dans le domaine de grossissement continu du grain. De plus on remarque que le grain initial de l'acier est fin , vue le faible grossissement obtenu après maintien de 20mn à 850°c .

Au -delà de 1200°c ( deuxième domaine ) , apparaît un grossissement brutal du grain austénitique , qui se poursuit jusqu'aux environs de 1300°c

Dans ce cas , l'examen des micrographies montre la présence de grains mixtes .

On se trouve donc dans le domaine de croissance discontinu du grain, caractérisé par la présence de certains grains de dimensions notablement supérieures à celles de l'ensemble .

Au températures supérieures à 1300°c ( troisième domaine), la croissance du grain tend à se stabiliser pour n'évoluer que lentement par la suite .

On note sur les micrographies l'existence de très gros grains pouvant atteindre la grosseur AFNOR de -2 à la température de 1350°c .

On explique le grossissement rapide du grain austénitique au-delà de 1200°C par la mise en solution des phases précipitées aux joints de grains.

En effet, la composition de l'acier étudié dénote la présence de certains éléments susceptibles de donner de très fines dispersions par suite de leur précipitation sous forme de carbures, carbonitrides ou nitrides.

Citons pour exemple le cas particulièrement important de l'aluminium (présent dans l'acier en une teneur de 0,0255%). Cet élément en ce combinant à l'azote donne de très fines particules de ALN qui ralentissent la croissance du grain d'austénite.

Seule une élévation de température peut entraîner la dissolution de ces particules et permettre une croissance rapide du grain austénitique. Une fois la croissance du grain stabilisée, l'élévation de température uniformise la grosseur du grain d'austénite et l'acier n'est plus constitué que par de très gros grains.

De manière identique, Nb et V retardent aussi le grossissement du grain  $\gamma$ , vue leur grande aptitude à former des nitrides et carbonitrides de haute stabilité thermique.

Il est à noter également, le rôle non négligeable des éléments carburigènes (Ti, Mo, Cr) dont l'effet est moindre, mais qui en donnant des carbures assez stables contribuent à entraver la croissance du grain austénitique.

#### a.2 Etude isotherme.

D'après la courbe isochrone, nous avons défini les températures de l'étude isotherme.

Nous avons choisi les températures suivantes : 1250 et 1300°C.

Apartir des mesures de grosseur de grain contenues dans les tableaux 2 et 3



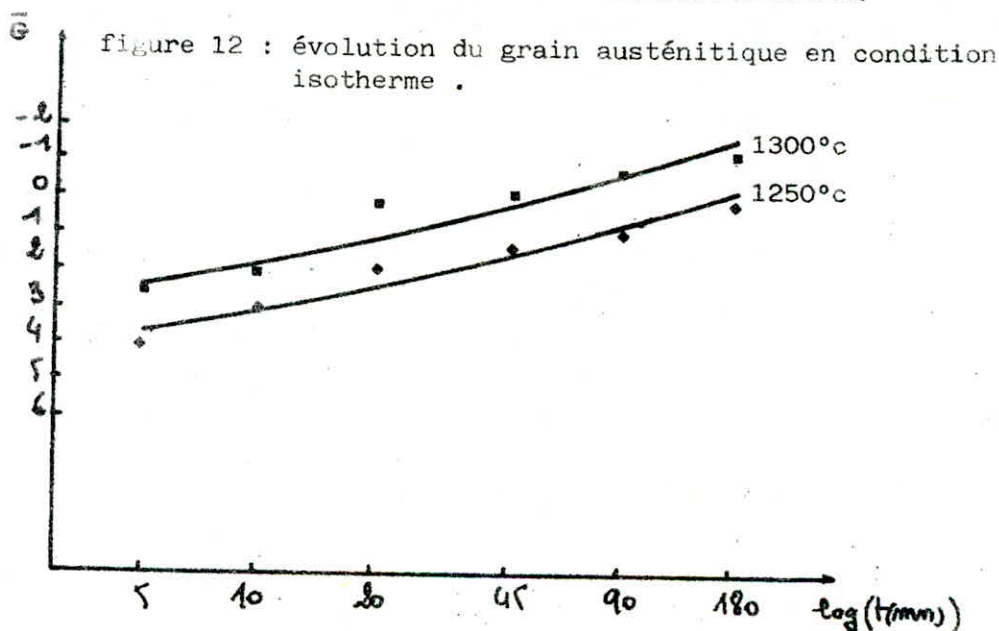
nous avons tracé les courbes d'évolution de la taille du grain austénitique en fonction du temps de maintien , en condition isotherme ( figure 12 ). Plus précisément , la grosseur du grain d'austénite en fonction du logarithme du temps  $\log t$  compté en minutes .

tableau 2

température 1250°C						
temps de maintien (min)	5	10	20	45	90	180
grosseur moyenne du grain G	5-4	4-3	2	2-1	2-1	1-0

tableau 3

température 1300°C						
temps de maintien (min)	5	10	20	45	90	180
grosseur moyenne du grain G	3-2	3-2	1-0	0	0-(-1)	-1



Les courbes obtenues peuvent être assimilées à des droites  
Le grossissement du grain austénitique présente donc une évolution  
linéaire en fonction du  $\log t$  , pour des durées de maintien n'excédent  
pas 180mn .

On remarque qu'un court maintien (5mn) à de telles températures entr-  
aîne un grossissement considérable du grain austénitique .

Les valeurs de grosseur de grain à 1300°C sont supérieures à celles  
obtenues à 1250°C. Ceci était prévisible dans la mesure où le grain  
austénitique est d'autant plus gros que la température est plus élevée .

De plus , il est à remarquer que les pentes des deux courbes sont  
sensiblement égales , ce qui démontre que la cinétique de croissance  
du grain austénitique ne subit pas de modifications notables entre  
1250 et 1300°C .

De manière générale un maintien isotherme entraîne une mise en solution  
progressive des phases précipitées , favorisant ainsi l'homogénéisa-  
tion de l'austénite et par suite un grossissement du grain gamma.

### a.3 Conclusion .

La température et le temps de maintien sont donc les deux facteurs  
principaux qui conditionnent la croissance du grain austénitique .  
Cependant , il est bon à signaler que le facteur "temps" présente  
un effet moindre que le facteur température .

L'état initial de l'acier , particulièrement sa composition peut  
avoir une influence marquée sur le grossissement du grain d'austénite.  
En effet , les éléments d'alliages présents dans l'acier peuvent  
contribuer à la croissance du grain gamma , ou au contraire , l'inhiber  
suivant qu'ils diffusent rapidement dans l'austénite ou qu'ils se

fixent sous forme de précipités insolubles aux joints de grains .

De , plus le mode d'élaboration de l'acier , selon qu'il ait été désoxydé ou non influe fortement sur l'évolution du grain d'austénite au chauffage . . .

Les aciers désoxydés seront à grains fins présentant une croissance progressive et lente jusqu'à atteindre un seuil critique de température où la croissance est brutale .

Par contre pour les aciers non désoxydés à gros grains , un fort développement s'observe même à des températures relativement basses .

#### c.b Essais de dureté vickers .

Des essais de dureté vickers ont été effectués sur des échantillons austénitisés à températures croissantes pour une durée de maintien constante (20mn) , puis trempés énergiquement à l'eau .

Les valeurs obtenues sont regroupées dans le tableau 4 .

tableau 4 .

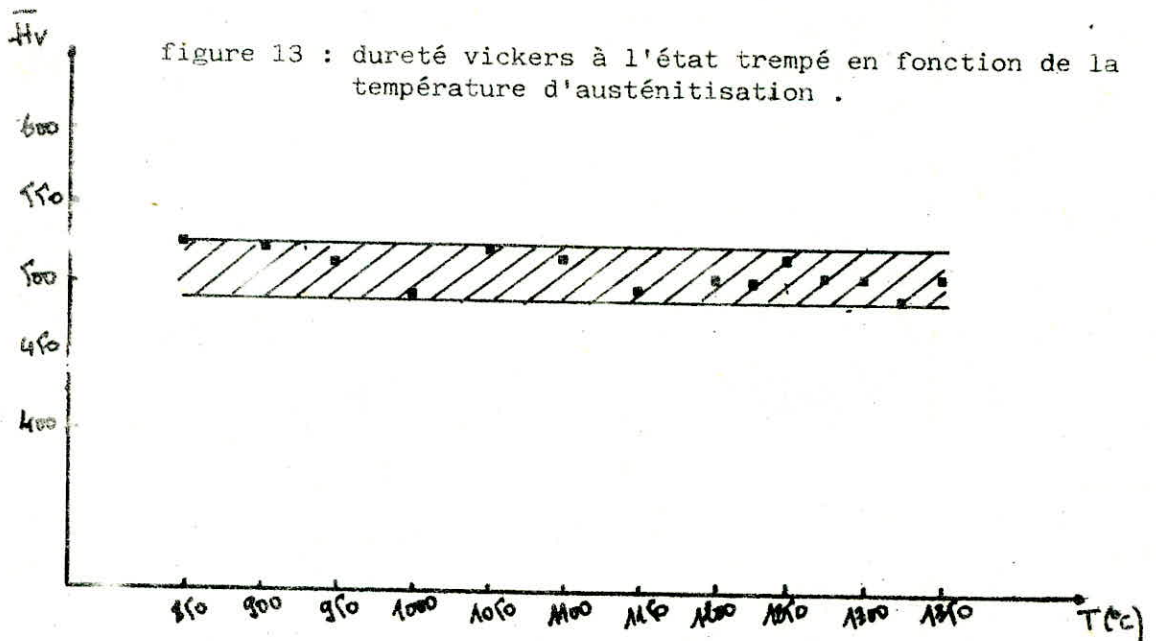
températures (°c)	970	900	970	1000	1070	1100	1170	1200	1225	1250	1275	1300	1325	1350
dureté vickers moyenne Hv	525	523	512	493	522	516	497	508	502	519	507	502	490	502

A partir de ces valeurs on trace la courbe dureté vickers-température d'austénisation . ( figure 13)

On remarque que la courbe ne présente pas d'évolution particulière.

Les valeurs de dureté sont contenues globalement dans une bande comprise dans l'intervalle ( 475 - 525Hv ) .

La dureté à l'état trempé est donc sensiblement constante qu'elle que soit la température d'austénitisation considérée .



On en déduit que les changements , dans la taille du grain d'austénite, n'entraînent pas nécessairement de modifications à la dureté maximale. Car la dureté à l'état martensitique dépend d'autres facteurs ,qui ont tendance à masquer l'effet de la grosseur du grain gamma .

Il est intéressant à remarquer que la valeur de la dureté ainsi obtenue correspond au maximum de durcissement lorsque , l'homogénéisation de l'austénite est achevée .

C.c Comparaison à un acier de nuance différente , dont l'étude a été menée conjointement .

Nous avons tenu à faire ressortir l'effet important de la composition chimique de l'acier sur le processus de croissance du grain austénitique au chauffage .

En d'autres termes à mettre en évidence le rôle de certains éléments susceptibles de former des dispersions très fines , qui se fixent aux joints des grains et freinent le grossissement du grain d'austénite .

Une étude parallèle à donc été menée sur un acier de construction destiné également à la fabrication de tubes sans soudure , élaboré à l'aciérie d'El-Hadjar , noté 55A .

La composition de cet acier est la suivante :

C : 0,27%	Mo: 0,022%
Mn : 1,05	V : 0,015
Si : 0,23	Al: 0,019
P : 0,021	Cu: 0,047
S : 0,023	Sn: 0,006
Ni : 0,026	Nb: 0,034
Cr : 0,032	Ti: 0,020

On dénote la présence d'une moindre quantité d'éléments dispersoïdes ( Al, Nb et V ) .

De plus la teneur globale en éléments carburigènes est moins importante ( Ti, Mo, Cr et Mn ).

On a procédé de manière rigoureusement identique , afin que les résultats obtenus soient assez représentatifs .

Nous avons adopté pour l'étude isochrone la même gamme de températures (850-1350°C), pour un même temps de maintien de 20mn .

La température de 850°C convient parfaitement à ce type d'acier.

Un calcul à l'aide de la formule empirique d'ENDREWS donne une valeur de  $Ac_3 = 843^\circ C$  .

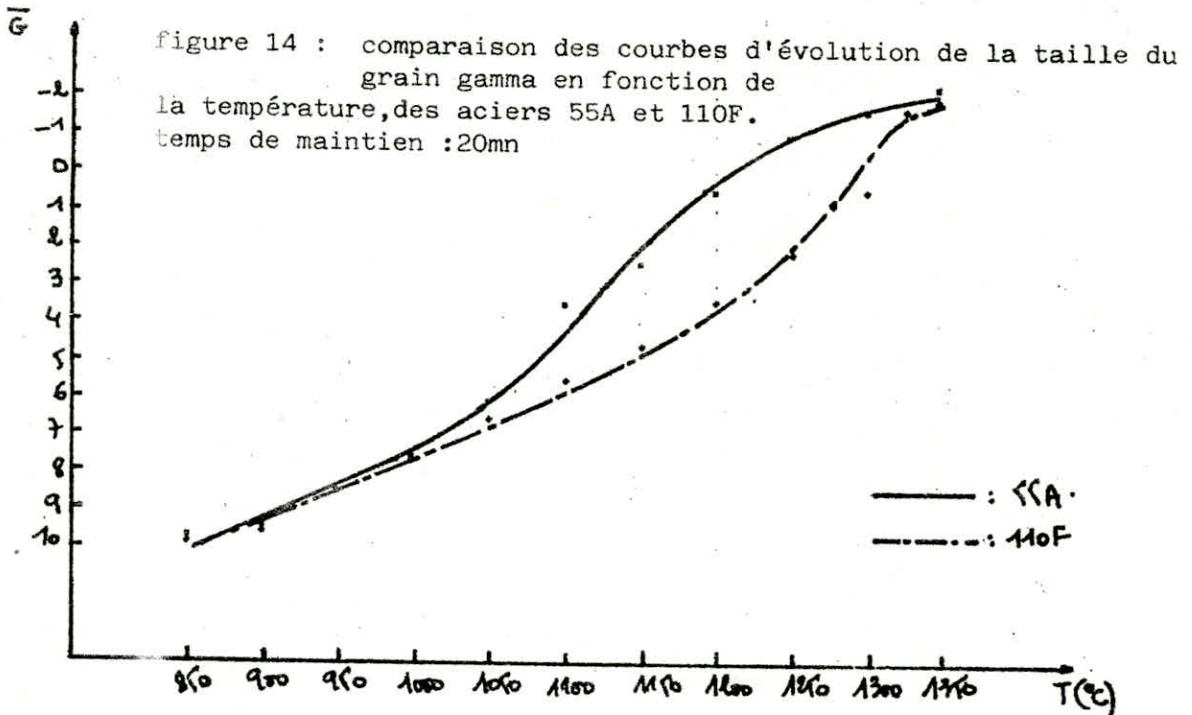
Par conséquent , on se situe bien dans le domaine austénitique .

Une fois l'austénitisation achevée , les échantillons subissent un refroidissement continu jusqu'à l'ambiante .

Un refroidissement plus rapide que dans le cas de notre acier , est néanmoins nécessaire afin de faire apparaître la ferrite proeutectoïde aux joints des grains d'austénite .

Ce qui était prévisible vue la plus faible teneur en éléments d'alliage.

La courbe Grossissement du grain-Température obtenue par mesure de la grosseur de grain , présente une allure semblable à celle de notre acier ( sigmoïde classique , figure 14 )



Mais dans ce cas le domaine de croissance rapide est décalé vers la gauche .

On remarque que l'acier présente sensiblement les mêmes grosseurs de grains aux basses températures , où le grossissement s'effectue de façon progressive et lente .

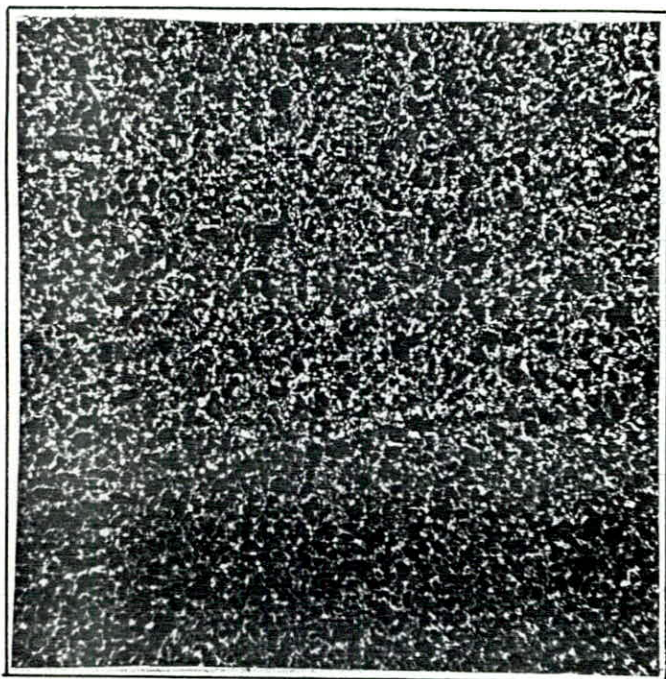
Il se poursuit jusqu'aux environs de 1050°C , où le grain grossit rapidement pour atteindre un indice de 0,5 ( Norme AFNOR ) à 1200°C .

La croissance se stabilise par la suite et tend à rejoindre celle de notre acier .

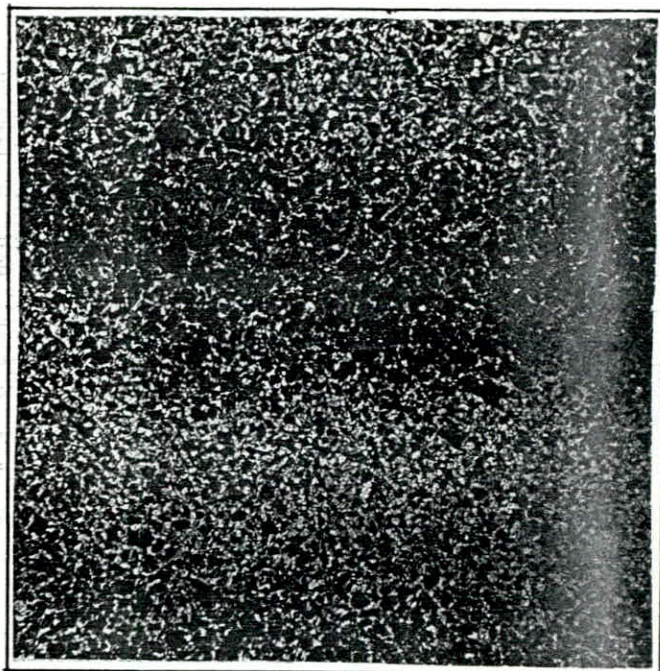
Ainsi la présence d'une plus grande quantité d'éléments susceptibles de former des nitrures, carbonitrures ou carbures , se traduit non seulement par un affinage supplémentaire du grain initial mais aussi par un freinage important du grossissement du grain aux hautes températures .

C.d MICROGRAPHIES .

Micrographies a .

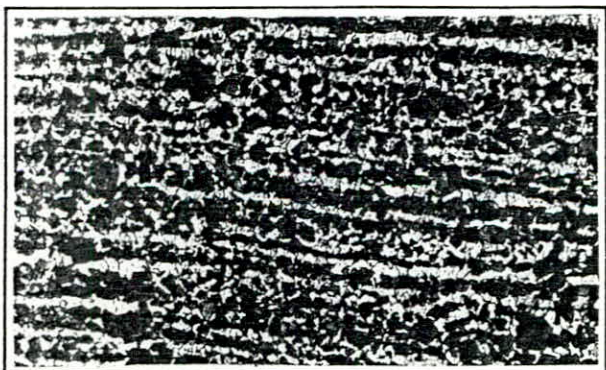


1. G= X 200  
coupe perpendiculaire à la  
direction de laminage .  
structure ferrite- perlite à  
grains très fins sans dispo-  
sition en bandes .

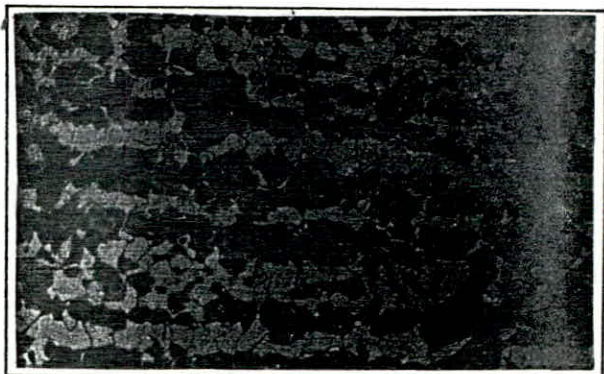


2. G= X 200  
coupe parallèle à la direction de  
laminage .  
structure ferrite-perlite .  
la structure en bandes est à peine  
visible .

structure initiale de l'acier avant traitement .



3 . G= X 200  
950°-20mn/RC lent

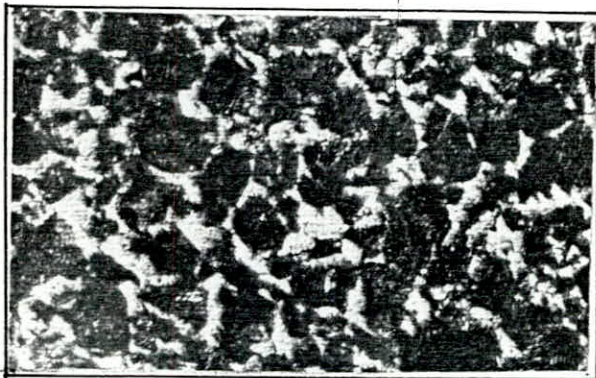


4 . G= X 500  
950°-20mn/RC lent

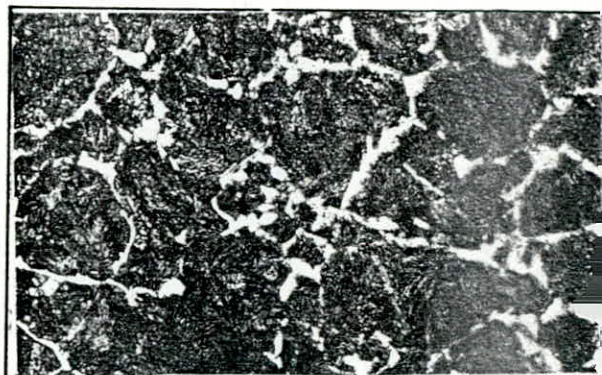
structure ferrite-perlite en bandes.

On remarque que les grains de ferrite sont un peu plus grossiers dans les bandes sans perlite que dans les bandes perlitiques .

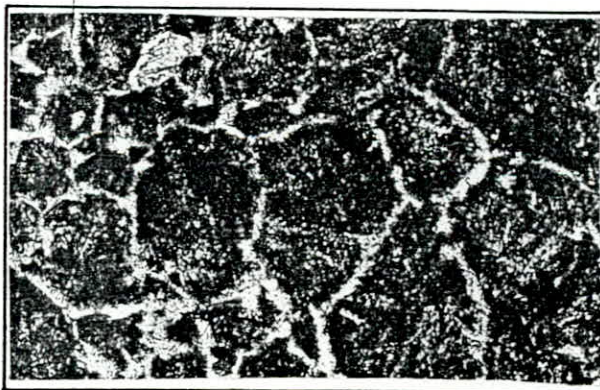
Micrographies b .



1.G= X 500  
850°-20mn/RC lent



2.G= X 500  
950°-20/RC lent



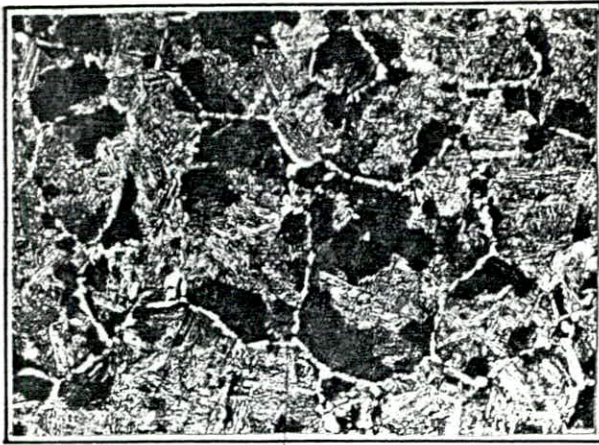
3.G= X 500  
1000°-20/RC lent

ferrite disposée en réseau aux anciens joints des grains austénitiques sur fond de perlite .

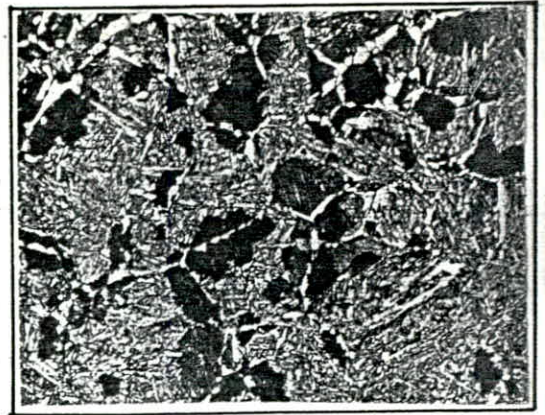
les cristaux de ferrite présentent une forme cellulaire .

la taille des grains d'austénite est uniforme .

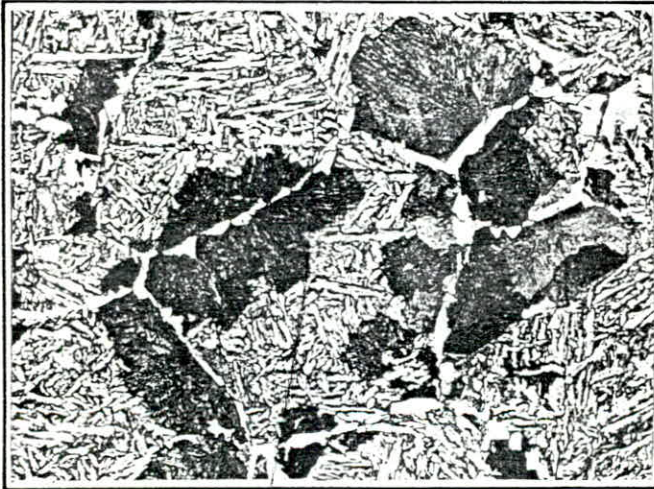




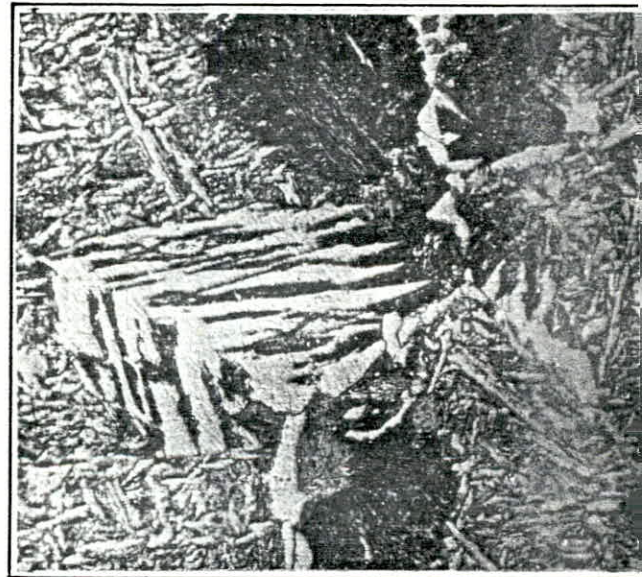
4.G= X 200  
1150°-20mn/RC lent



5.G= X 200  
1200°-20mn/RC lent



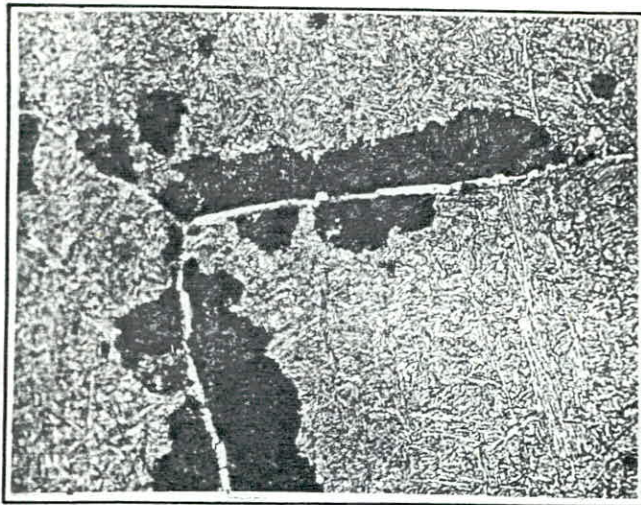
6.G= X 500  
1200°-20mn/RC lent



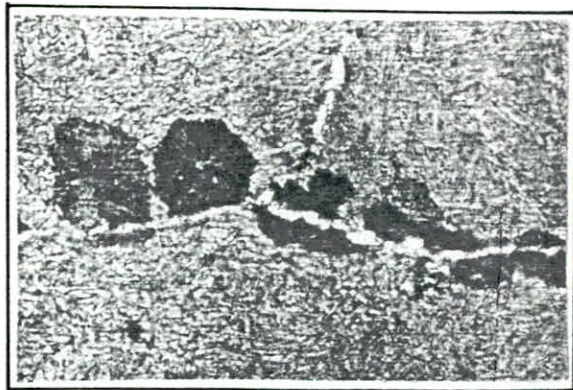
7.G= X 1000  
1300°-20mn/RC lent

la taille du grain d'austénite n'est pas uniforme , on observe la presence de certains grains dont les dimensions sont notablement supérieures par rapport à celles de l'ensemble .

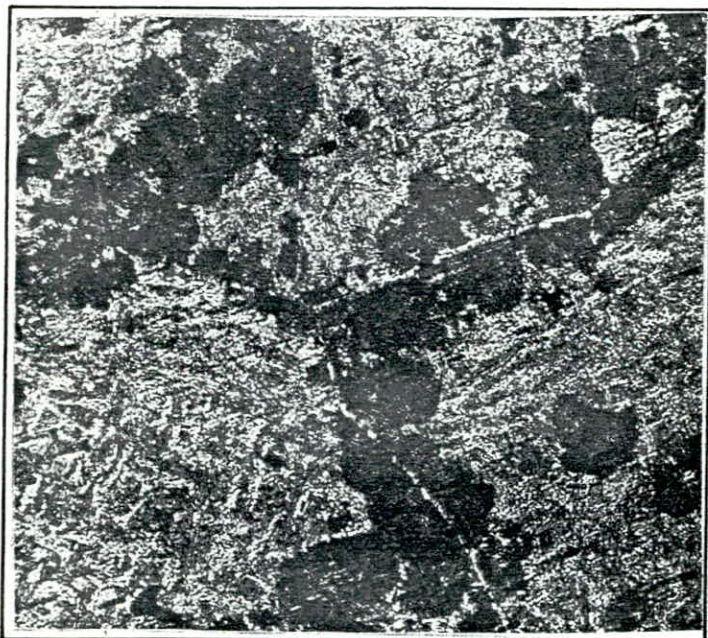
la figure 7 montre des aiguilles de ferrite parallèles qui s'enfoncent à l'intérieur du grain . cet aspect aciculaire des cristaux de ferrite est caractéristique de la structure de WIDMANNSTATTEN . de plus , il y a apparition de perlite très fine ( troostite ) sous forme de chapelet aux joints des anciens grains d'austénite .



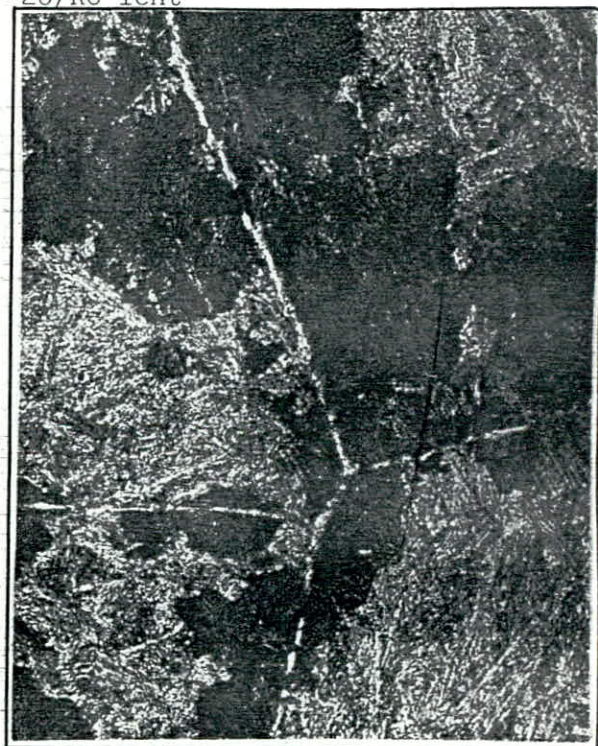
1.G= X500  
1325°-20/RC lent



2.G= X500  
1325°-20/RC lent



3.G= X200  
1350°-20mn/RC lent



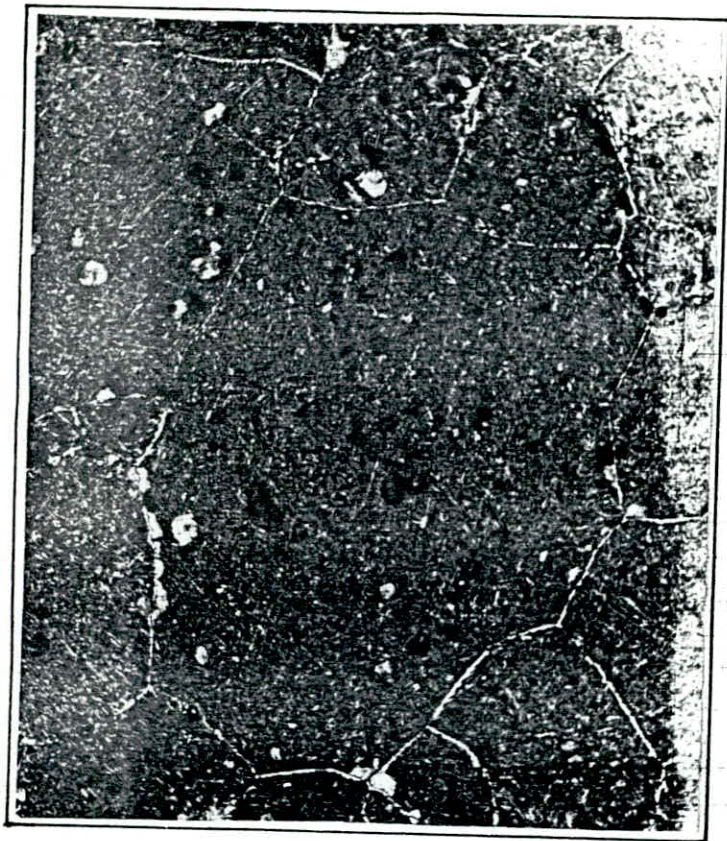
4.G= X500  
1350°-20mn/RC lent

la ferrite apparaît en une large bande aux joints des grains d'austénite. la quantité de perlite fine ( troostite ) est bien plus importante que lors des observations précédentes .

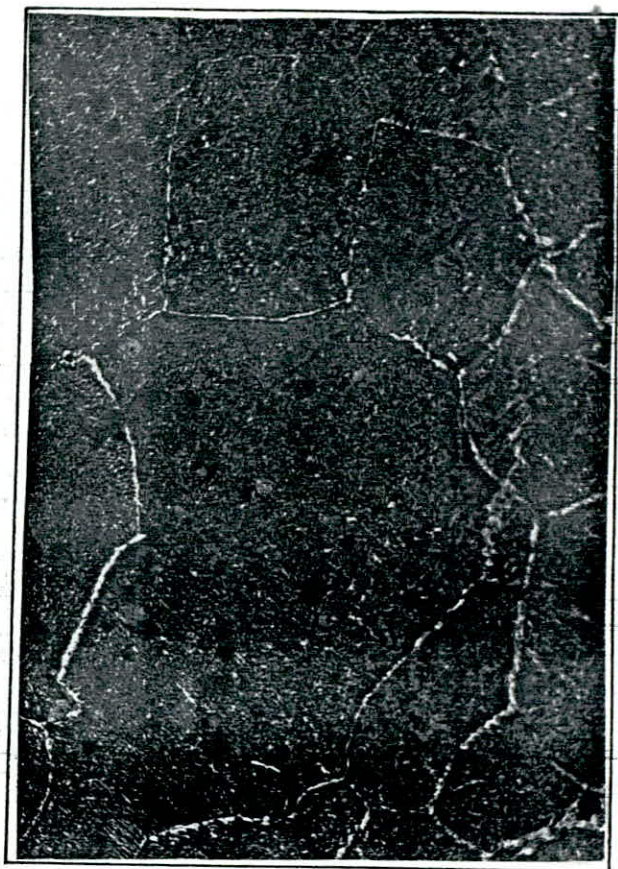
un grossissement plus poussé nous aurait permis d'apercevoir la présence de précipités aux joints de grains (soufflures) .

ces structures sont caractéristiques de la brûlure de l'acier .

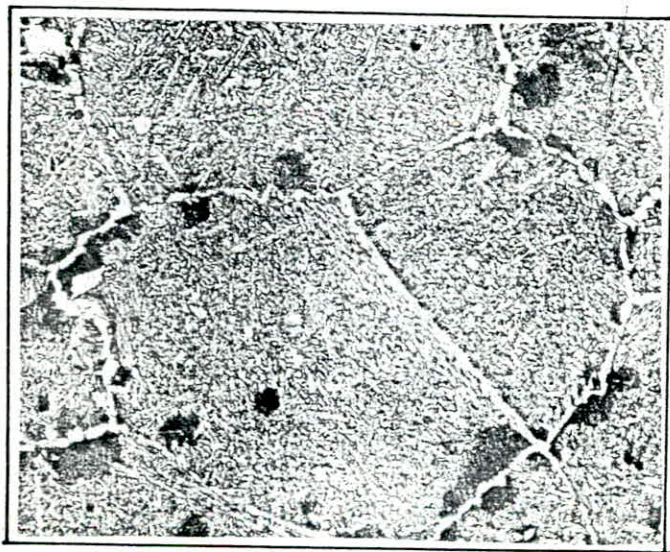
Micrographies d.



1.G= X 100  
1300°-45mn/RC lent



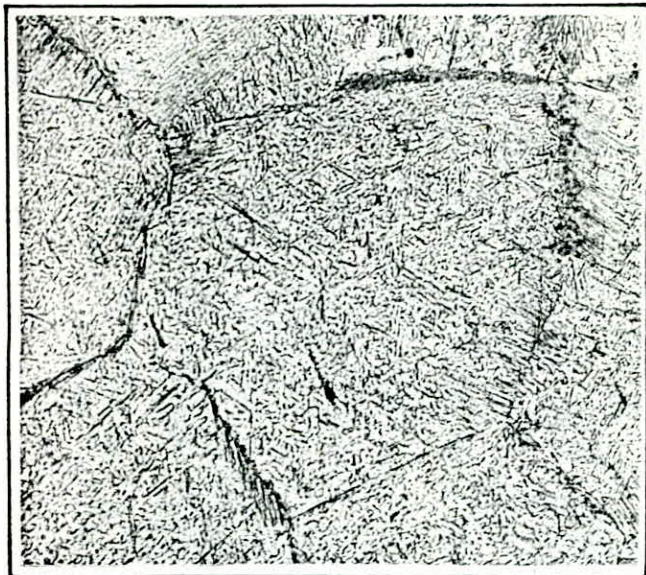
2.G= X 100  
1300°-45/RC lent



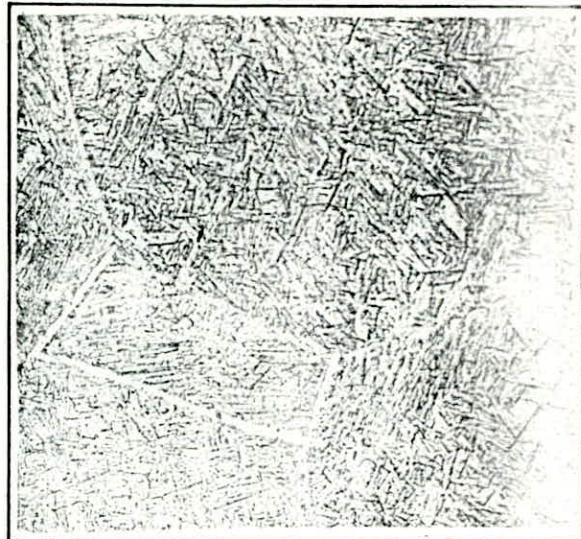
3.G= X 200  
1300°-180mn/RC lent

les micrographies 1 et 2 visualisent un gros grain d'austénite à parois concaves entouré par de petits grain à parois convexes .

par contre la figure 3 visualisent des grains de tailles sensiblement idéhtiques .



1.G= X 100  
1300°-90mn/RC lent



2.G= X 100  
1300°-180mn/RC lent

les micrographies 1 et 2 mettent en évidence la relation étroite qui existe entre le grain d'austénite et la grosseur des structures martensitiques qui en sont issues.

les aiguilles de martensite de la micro 2 sont plus grossières que celles de la micro 1 , donc pour un grain austénitique plus gros correspond de plus grosses aiguilles de martensite .

de plus les relations qui existent entre l'austénite et la martensite , permettent de visualiser la taille du grain gamma à l'état trempé .

## CONCLUSION

---

Nous avons étudié l'évolution de la taille du grain austénitique de l'acier 110F, en fonction du traitement de haute température .

Deux paramètres ont été retenus , la température et le temps de maintien . Etant donnée , la liaison étroite qui lie la température et le temps , nous avons tenu à séparer notre étude en deux parties distinctes.

- une étude isochrone où on fait varier la température , le temps étant maintenu fixe.

- une étude isotherme où c'est le temps qui varie , tandis que la température demeure constante .

De cette manière , l'effet de chaque paramètre sur le processus de croissance du grain d'austénite apparaît clairement .

Nous avons donc fait subir à chaque échantillon une austénitisation à température et temps fixés , de façon à lui faire correspondre une certaine grosseur de grain gamma .

Une fois le maintien achevé , un refroidissement de manière à faire apparaître la ferrite proeutectoïde en fin réseau blanc , permet de visualiser la trace de l'ancien grain austénitique .

On peut ainsi évaluer la grosseur du grain gamma par comparaison avec une série d'images-types au grossissement de 100;

De-là on a pu tracer les courbes d'évolution Grossissement de grain-Température et Grossissement de grain-temps de maintien .

La courbe relative à l'étude isochrone montre que le grain subit une croissance lente et progressive jusqu'à une certaine valeur de la température où il croît rapidement pour se stabiliser par la suite.

Nous avons vu que le grossissement brutal est dû à une mise en solution des phases précipitées déssiminées en fines particules dans l'austénite , plus précisément aux joints de grains.

Ces résultats sont en accord avec ceux de BAIN et PAXTON ( bibliographie )

De même , une étude menée conjointement sur un acier de nuance différente (55A) confirme l'effet retardateur des particules insolubles sur le grossissement du grain austénitique .

En effet , la courbe grossissement du grain-température qui lui correspond laisse apparaître que la croissance rapide s'effectue à plus basses températures . Ceci s'explique par une teneur moindre en éléments dispersoïdes et carburigènes .

Des essais de dureté vickers effectués sur des échantillons à l'état trempés , ayant subis les conditions d'austénitisation de l'étude isochrone , n'ont montré aucune évolution particulière de la dureté en fonction de la température d'austénitisation .

Nous avons pu constater , que l'état de durcissement maximal était obtenu une fois que l'austénite est devenue homogène , la dureté gardant par la suite une valeur constante , indépendante de la grosseur du grain austénitique.

Dans le cas de l'étude isotherme, la croissance est plus régulière, elle présente une allure linéaire en fonction du logarithme décimal du temps.

On se trouve donc au début de l'évolution exponentielle de la grosseur en condition isotherme (  $D=c.t^n=c.e^{n \log t}$  ).

De longues durées de maintien sont nécessaires pour entraîner un grossissement notable du grain gamma.

En conclusion , la présente étude aurait pu donner de meilleurs résultats, plus fiables par application d'une méthode de mise en évidence du grain

gamma plus précise , qui permet d'obtenir la taille réelle du grain et non une valeur approchée due à de vagues répercussions morphologiques. De plus des essais de résilience et de traction auraient été plus démonstratifs .Dans la mesure où l'influence de la grosseur du grain d'austénite apparaîtrait clairement.

L'étude présente avait pour objectif d'apporter un complément d'information sur un type d'acier élaboré par la S.N.S , tant du point de vue travaux expérimentaux que recherche bibliographique.

\* \* \* \*

## BIBLIOGRAPHIE

---

- B. CHALMERS . métallurgie physique .
- H. DE LEIRIS ; métaux et alliages .
- I. LAKHTINE . métallographie et traitements thermiques des métaux .
- A. DE SY ET J. VIDTS . métallurgie structurale .
- E. C. BAIN ET H. W. PAXTON . les éléments d'addition dans l'acier .
- L. GUILLET ET P. POUPEAU . théorie des transformations dans l'état solide des métaux .
- J. BENARD; A. MICHEL; J. PHILIBERT ET J. TALBOT . métallurgie générale .
- L. COLOMBIER . métallurgie du fer .
- TECHNIQUES DE L'INGENIEUR . traitements thermiques .
- S. S. GORELIK . recristallisation in metals and alloys .
- REVUES TRAITEMENTS THERMIQUES ( 152-81; 154-81; 155-81; 157-81; 164-82 )  
les principes de base du traitement des aciers
- A. KOHN . revue de métallurgie N°2, 1954.  
perfectionnement de la méthode par oxydation permettant la mise  
en évidence du grain réel d'austénite des aciers .
- G. VIGNERON . méthodes de mise en évidence du grain gamma .
- E. MONTARIOL; P. MAGNIER ET C. BOUCHERON . mémoires scientifiques, rev. métallurg.  
N°10, 1970.  
étude du grossissement du grain de  
magnésium pur déformé par laminage.
- C. LEYMONIE . recherches sur la régénération des aciers surchauffés .  
mémoires scientifiques, rev. métallurg. N°2, 1968.
- P. B. MAYNIER; P. F. MARTIEN; P. BASTIEN ET J. SEBILLE . mémoires scientifiques, rev.  
métallurg. N°12, 1966.  
établissement d'une équivalence  
entre le temps et la température  
d'austénitisation .



