

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE

« HOUARI BOUMEDIENNE »

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'ALGER

Département Mines et Métallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES

المكنة  
.....  
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
BIBLIOTHEQUE

**THEME**

**Etude de l'évolution de la taille du Grain  
Austénitique en fonction du Traitement  
de Haute Température  
Cas d'un Acier A 0,27% C et 1,05% Mn**

Sujet proposé par :  
Mr B. SCHMITT

Etudié par :  
HELLAL Fatah

Dirigé par :  
Mr K.V. SATHYARAJ



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE  
« HOUARI BOUMEDIENNE »

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'ALGER  
Département Mines et Métallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES

**THEME**

*Etude de l'évolution de la taille du Grain  
Austénitique en fonction du Traitement  
de Haute Température  
Cas d'un Acier A 0,27% C et 1,05% Mn*

Sujet proposé par :  
**Mr B. SCHMITT**

Etudié par :  
**HELLAL Fatah**

Dirigé par :  
**Mr K.V. SATHYARAJ**

A mes parents

A mes frères et soeurs

A toute ma famille

A mes amis

### Remerciements

Je tiens avant tout à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur SALHI, chef de notre département, qui n'a ménagé aucun effort tout le long du semestre, pour nous permettre d'accomplir ce travail dans de bonnes conditions.

Je remercie Messieurs SCHMITT et SATHY pour les multiples conseils qu'ils nous ont prodigué dans cette étude.

J'exprime ma profonde gratitude aux responsables du laboratoire de Mécanique de l'unité C V I de la SONACOME, à Rouiba, pour l'aide et la disponibilité dont ils ont fait preuve.

Je tiens également à remercier tous ceux qui ont contribué à cet ouvrage, le personnel et les enseignants du département qui nous ont beaucoup aidé ainsi que tous les amis qui m'ont soutenu sans relâche durant ce travail.

Je n'oublierai certainement pas de remercier Mr- LALLAMA Mohamed pour l'effort déployé pour la frappe de ce mémoire.

## S O M M A I R E.

Introduction. . . . .	1
Chapitre I . . . . .	3
I 1- Transformations dans les aciers hypoeutectoïdes au chauffage. . . . .	4
I 11. Transformations dans les conditions d'équilibre. . . . .	4
I 111. Cas des alliages Fe-C. . . . .	4
I 112. Cas des alliages Fe-C-X. . . . .	6
I 12. Transformations hors équilibre. . . . .	8
I 121. Chauffage en conditions isothermes. . . . .	9
I 122. Chauffage continu. . . . .	11
I 13. Croissance du grain d'austénite au chauffage. . . . .	13
I 2- Influence des facteurs métallurgiques sur l'état de l'austénite, en particulier la grosseur du grain. . . . .	17
I 21. Conditions d'austénitisation. . . . .	17
I 211. Vitesse de chauffage. . . . .	17
I 212. Température de chauffage et durée de séjour à cette température. . . . .	17
I 22. Etat initial de l'acier. . . . .	18
I 221. Influence de la composition chimique. . . . .	18
I 222. Influence des ségrégations. . . . .	19
I 223. Influence du mode d'élaboration. . . . .	20
I 3- Grain austénitique et propriétés de l'acier. . . . .	22
I 4 - Incidents se produisant au cours des traitements de haute température. . . . .	26
I 41. Surchauffe. . . . .	26
I 42. Brûlure. . . . .	29
I 43. Décarburation. . . . .	29
I 5 - Cas du soudage. . . . .	31
I 51. Transformation à l'échauffement et grossissement du grain austénitique. . . . .	31

.../...

I 52. Structure de la soudure et de l'acier de base influencé par le cycle thermique du soudage. ....	31
I 53 Propriétés mécaniques. ....	33
<u>Chapitre II</u> . Méthodes et techniques Expérimentales. ....	34
II 1- Méthodes de mise en évidence du grain austénitique. ....	35
II 2- Mesure de la grosseur du grain austénitique. ....	38
II 3- Mode opératoire. ....	41
II 3 1. Matériaux. ....	41
II 3 2. Choix des conditions de traitement. ....	41
II 3 3. Description du traitement. ....	42
II 3 3 1. Traitement thermique. ....	42
II 3 3 2. Préparation des éprouvettes micrographiques. ....	44
II 3 3 3. Mesure de la grosseur du grain. ....	45
II 3 3 4. Mesure de la dureté. ....	45
<u>Chapitre III</u> . Résultats et discussions. ....	47
III 1 - Evolution de la taille du grain en fonction des conditions d'austénitisation. ....	48
III 11 - Etude isochrone. ....	48
III 12 - Etude isotherme. ....	52
Conclusion sur les 2 études. ....	54
III 2 - Essais complémentaires. ....	54
III 3 - Comparaison avec une autre nuance d'acier : Influence de la composition chimique. ....	56
III 4 - Micrographies. ....	59
Conclusion. ....	60
Bibliographie. ....	62
Annexe. ....	63

## INTRODUCTION

L'acier est constitué d'un agrégat de grains plus ou moins gros.

La taille de tous les produits de transformation de l'austénite: grain ferritique, colonie de perlite, paquet de lattes bainitique ou martensitique, dépend étroitement de la grosseur du grain austénitique avant transformation, en raison soit de la très forte tendance de ces constituants à germer à partir des joints de grains-austénitiques, soit du fait qu'ils se forment à partir même du grain austénitique par transformation in situ de ce grain comme c'est le cas pour la martensite.

La dimension des grains de l'austénite, phase stable à haute température, tant dans les aciers au carbone que dans les aciers alliés, influence la structure formée à partir de cette austénite, et dès lors les propriétés mécaniques de l'acier. La température et le temps de chauffage dans le domaine austénitique, et plus généralement tous les traitements subis par l'acier ( trempe, normalisation, écrouissage à chaud ou à froid, ...) agissent sur la dimension des grains de l'austénite.

L'état de l'austénite à la fin du traitement d'austénitisation ( mise en solution des précipités plus ou moins complète, homogénéisation plus ou moins complète, grosseur de grain de l'austénite) est important pour ses conséquences, non seulement sur le déroulement de la transformation au cours du refroidissement, mais aussi sur les phénomènes de précipitation de carbures, de carbonitrures ou de nitrures qui peuvent avoir lieu soit au cours du refroidissement, soit au cours des traitements ultérieurs de revenu ou de recuit, à partir des éléments mis en solution au cours de l'austénitisation.

L'intérêt de la connaissance de la taille du grain réside lors du réchauffage par forgeage, lors de la cémentation ( maintien prolongé), lors de l'austénitisation des aciers extra-durs d'outillages, de roulements, de ressorts, lors de la trempe HF et lors du soudage.

Le grain austénitique, qui nous intéresse, est celui existant à chaud, au dessus de A3, et l'on est conduit tout naturellement à considérer les grains existant à froid, comme ayant des caractères de dépendance héréditaire vis à vis du "grain  $\gamma$ ", ce qui a conduit à mettre au point de nombreuses méthodes visant à faire apparaître à travers la structure stable à la température ambiante, la dimension du grain de l'austénite mère.

.../...

L'aptitude au grossissement du grain, plus que la grosseur du grain, constitue la qualité intrinsèque d'un acier.

Notre étude va porter sur l'évolution de la taille du grain austénitique en fonction du traitement de haute température, pour un acier hypoeutectoïde faiblement allié au manganèse. Les paramètres que l'on fera varier sont la température de chauffage et la durée de maintien qui déterminent les conditions de chauffage et, par suite, l'état de l'austénite à haute température.

Nous en déduirons la tendance au grossissement du grain de notre acier ainsi que les cinétiques de grossissement à diverses températures.

Des essais de dureté viendront compléter l'étude, en montrant la relation grosseur de grain - dureté, ils seront faits sur des échantillons qui auront subi les mêmes conditions d'austénitisation mais qui seront trempés à l'eau.

Dans la partie rédaction, nous parlerons des transformations qui ont lieu au chauffage des aciers hypoeutectoïdes et ceci en conditions d'équilibre, et hors équilibre. Pour ces dernières conditions, nous verrons les transformations en chauffage continu et en conditions isothermes.

Nous parlerons ensuite de l'influence de divers facteurs sur l'état de l'austénite et la grosseur du grain, en particulier.

Par une suite logique, nous verrons l'influence de la grosseur du grain austénitique sur les propriétés de l'acier lors de son utilisation ultérieure, ainsi que les incidents se produisant au cours des traitements thermiques avec leurs remèdes éventuels. Le cas de la soudure est traité à part.

Dans une deuxième partie, nous traiterons les méthodes et techniques expérimentales, concernant les méthodes de mise en évidence ainsi que la mesure de la grosseur du grain austénitique.

Nous détaillerons le mode opératoire de l'étude, en décrivant matériaux, paramètres et conditions de travail.

Cette seconde partie sera suivie de la présentation des différents résultats obtenus ainsi que leur interprétation et discussion.

Un paragraphe sera consacré à la comparaison de notre étude avec une autre qui a porté sur un acier différent. On axera la comparaison sur l'influence de la composition chimique sur l'aptitude au grossissement des aciers.

Une conclusion finale récapitulera l'ensemble du travail, et mettra en exergue l'intérêt de cette étude.

.../...

## C H A P I T R E I .

- Transformations dans les aciers hypoeutectoïdes au chauffage.
- Influence des facteurs métallurgiques sur l'état de l'austénite, en particulier la grosseur de grain.
- Grain austénitique et propriétés de l'acier.
- Incidents se produisant au cours des traitements de haute température.
- Cas du soudage.

Les transformations Ac tendent au remplacement de la structure diphasée ferrite-cémentite( ou ferrite-carbures dans les alliés) par une structure monophasée austénitique. Pour le succès du traitement ultérieur, il est d'ailleurs nécessaire en général que cette structure austénitique soit chimiquement homogène.

Une austénite homogène et correctement cristallisée n'est finalement obtenue que par un processus de diffusion à haute température, dit austénitisation. Nous allons distinguer d'abord les transformations selon les diagrammes d'équilibre(chauffage lents), ensuite hors'équilibres.

#### I 1.1. Transformations dans les conditions d'équilibre.

Dans la pratique industrielle, les cycles thermiques utilisés ne respectent pas en général les exigences imposées par le tracé des diagramme d'équilibre. Pour approcher les condition d'équilibre, l'acier doit-être chauffé très lentement.

#### I 111. Cas des alliages Fe-C.(fig.1)

Dans les aciers hypo et eutectoïdes, les grains perlitiques de composition e<sub>U</sub>tectoïde se transforment d'abord en austénite à une température Ac<sub>1</sub>, légèrement à A<sub>1</sub>(chauffage très lent). Pour les températures supérieures à Ac<sub>1</sub>, la proportion d'austénite augmente progressivement aux dépens de la ferrite jusqu'à la température Ac<sub>3</sub>( très légèrement supérieur à A<sub>3</sub>) qui marque la fin de la transformation.( fig. 2)

Dans l'intervalle Ac<sub>1</sub>- Ac<sub>3</sub> la ferrite non transformée se trouve en présence de l'austénite qui contient la presque totalité du carbone. Au-delà de la limite de Ac<sub>3</sub>, seul se manifeste le grossissement de grain austénitique.

Entre la température ambiante et Ac<sub>1</sub>, la ferrite s'enrichit légèrement et progressivement en carbone par mise en solution d'une partie de la cémentite présente. Cet enrichissement très limité ne dépasse pas 0,0218% ( pourcentage pondéral).

.../...

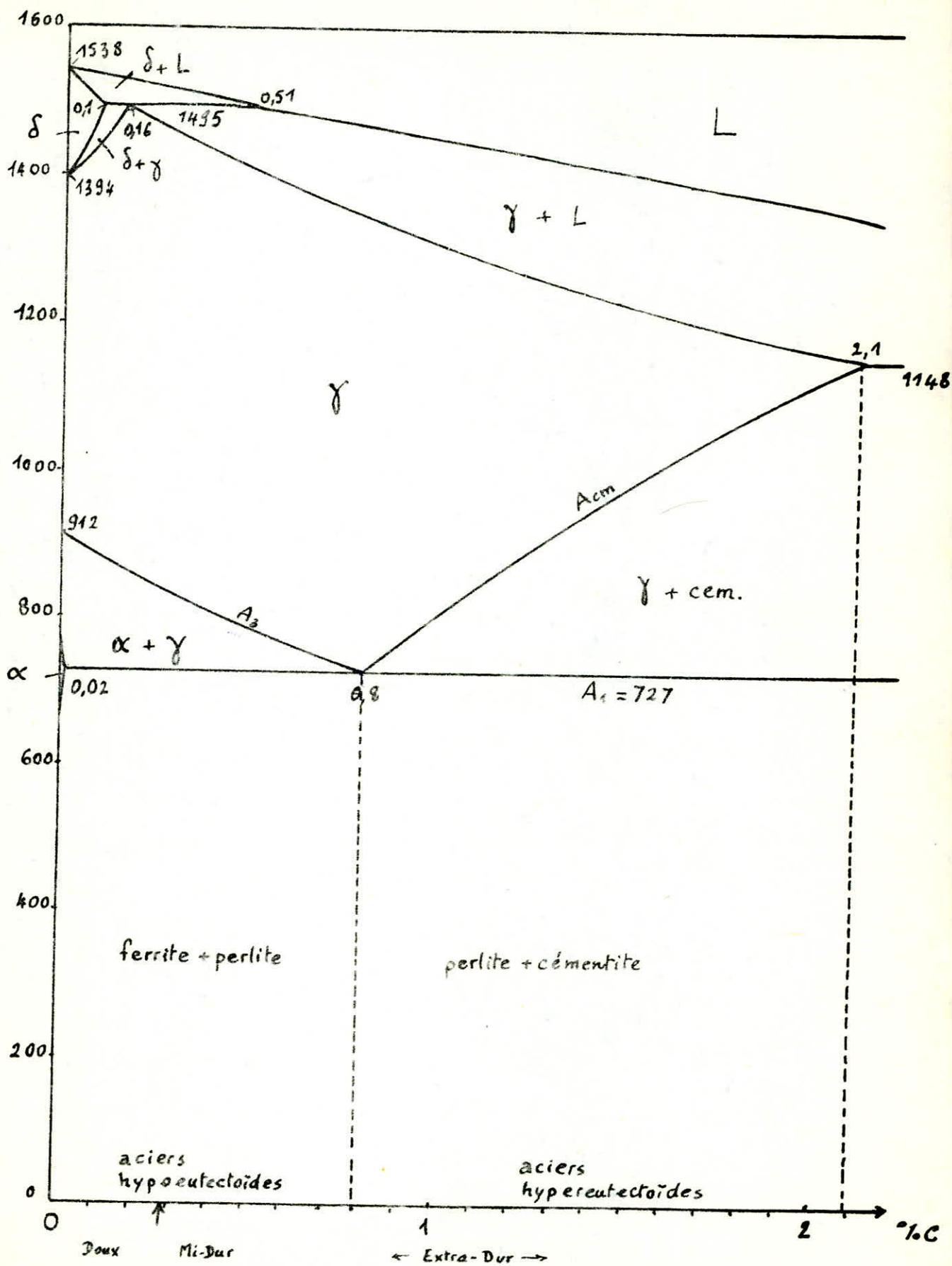


Fig 1 - Partie Aciers du diagramme d'équilibre Fe-C.

A 727 °C, on assiste à la transformation eutectoïde: cémentite+ferrite austénite, qui intéresse toute la cémentite présente et la quantité de ferrite nécessaire pour que l'austénite formée contienne 0,77 % de carbone (quand il y a de la perlite formée par transformation eutectoïde à l'équilibre, la ferrite nécessaire à la formation de l'austénite provient exclusivement de la transformation de cette perlite; la ferrite primaire ne participe pas à cette transformation).

Entre 727 °C et une température variable avec la teneur en carbone mais comprise entre 727 °C et 900 °C, la ferrite restante se transforme en austénite. **p rogressivement**

Au moment de sa formation, cette austénite a la teneur en carbone de la ferrite, c'est-à-dire au maximum 0,0218 %; ce n'est que par la suite que, par diffusion, l'homogénéisation de la répartition du carbone se fait dans toute l'austénite.

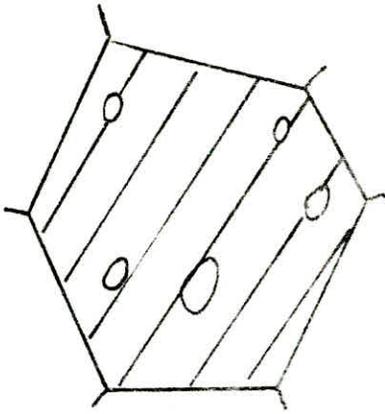
Au dessus de la limite de température à laquelle disparaissent les dernières traces de Fe<sub>3</sub>C, seul se manifestera le grossissement des grains d'austénite dans la mesure où l'on n'atteindra pas la température de début de fusion ( aciers à % C > 0,17 % ).

#### I 112. Cas des alliages Fe - C - X .

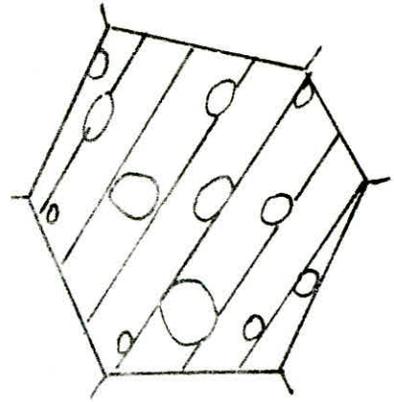
Si l'acier contient un élément d'alliage X, soit celui-ci est carburigène soit il ne l'est pas. Un acier hypoeutectoïde contiendra d'autant plus de perlite qu'il sera plus allié.

Si l'élément X n'est pas carburigène, les différentes étapes des transformations au chauffage en conditions d'équilibre restent semblables à celles décrites pour les alliages Fe-C, mais les limites de teneur en carbone et de température subissent l'influence de la présence de l'élément d'alliage ( modification du point eutectoïde .. ).

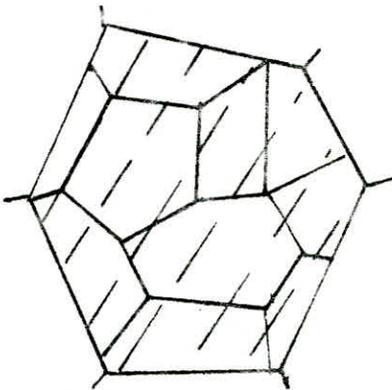
.../...



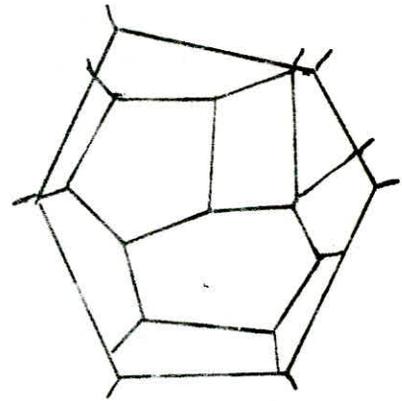
1. début de formation de l'austénite.



2. fin de la transformation de la perlite en austénite.



3. dissolution complète des carbures.



4. homogénéisation de l'austénite.

Fig 2 - Schéma des transformations structurales au chauffage.  
(acier eutectoïde).

(d'après I. LAKHTINE).

Si l'élément X est carburigène, l'état initial est constitué par un agrégat de ferrite et de carbures précipités dont la composition peut-être variable suivant celle de l'alliage; lors du chauffage. Ces carbures se mettent généralement en solution dans un certain domaine de température, mais cette mise en solution peut-être précédée d'un changement de composition du carbure qui se produit dans un autre intervalle de température.

I 12. Transformation hors équilibre.

Dès-que les conditions de chauffage sont telles que les réactions ne se développent plus dans les conditions d'équilibre, le facteur temps prend une importance particulière.

En effet, les cinétiques propres des processus de germination et de croissance de l'austénite, comme ceux de mise en solution des carbures, vont contrôler le déroulement de la transformation. De même, les températures de début et de fin de transformation, l'homogénéisation de l'austénite et le grossissement du grain austénitique sont plus ou moins affectés selon la vitesse de variation de la température.

Comme pour tout phénomène régi par la diffusion, les deux facteurs principaux de l'austénitisation sont le temps et la température et, entre ces deux facteurs, une certaine équivalence peut-être exprimée à l'aide du paramètre P.

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

T, Température absolue.

n, Logarithme népérien de 10.

R, Constante des gaz parfaits.

Q, Energie d'activation.

$\frac{t}{t_0}$ , Temps rapporté au temps de référence

Ce paramètre représente la température pour laquelle la durée du phénomène est égale au temps de référence.

Le paramètre P s'entend en conditions isothermes, il cesse donc d'être utilisable en chauffage continu.

.../...

## I 121. Chauffage en conditions isothermes.

Les traitements d'austénitisation réalisés en pratique comportent un chauffage (pas très rapide, et parfois assez lent si les pièces sont très grosses) jusqu'à une température  $\gg A_{c3}$ , suivi d'un maintien plus ou moins long à cette température. Comme les réactions sont d'autant plus rapides et plus complètes que la température est plus élevée, la phase de maintien à température est particulièrement importante.

L'ensemble des courbes du diagramme, dont nous donnons un exemple qualitatif, décrit la cinétique de l'austénitisation en conditions isothermes. Il définit pour chaque niveau de température, les instants auxquels commence et s'achève la transformation en austénite de la phase stable à température ambiante. Des courbes complémentaires définissent (fig.4)

- La durée de maintien nécessaire pour que l'austénite soit homogène,
- La durée de maintien à la fin de laquelle la grosseur des grains d'austénite correspond à certaines valeurs de l'indice caractéristique.

Les courbes du diagramme tendent toutes, pour les durées courtes, vers les niveaux de température auxquels se produisent les phénomènes correspondants au cours du chauffage continu.

Un tel diagramme montre que, à partir des conditions de chauffage que l'on a adoptées pour le tracer:

- Les transformations, si elles sont pas achevées à la température d'arrêt du chauffage, se poursuivent au cours du maintien et se terminent pour les durées de ce dernier d'autant plus courtes que la température est plus élevée;
- Le processus d'homogénéisation de l'austénite comme le grossissement des grains d'austénite se poursuivent eux aussi au cours des maintiens, et ce d'autant plus longtemps que la température est plus basse.
- Un très court maintien peut permettre de réaliser l'homogénéisation de l'austénite et donc éviter de porter le métal à une température trop élevée.

.../...

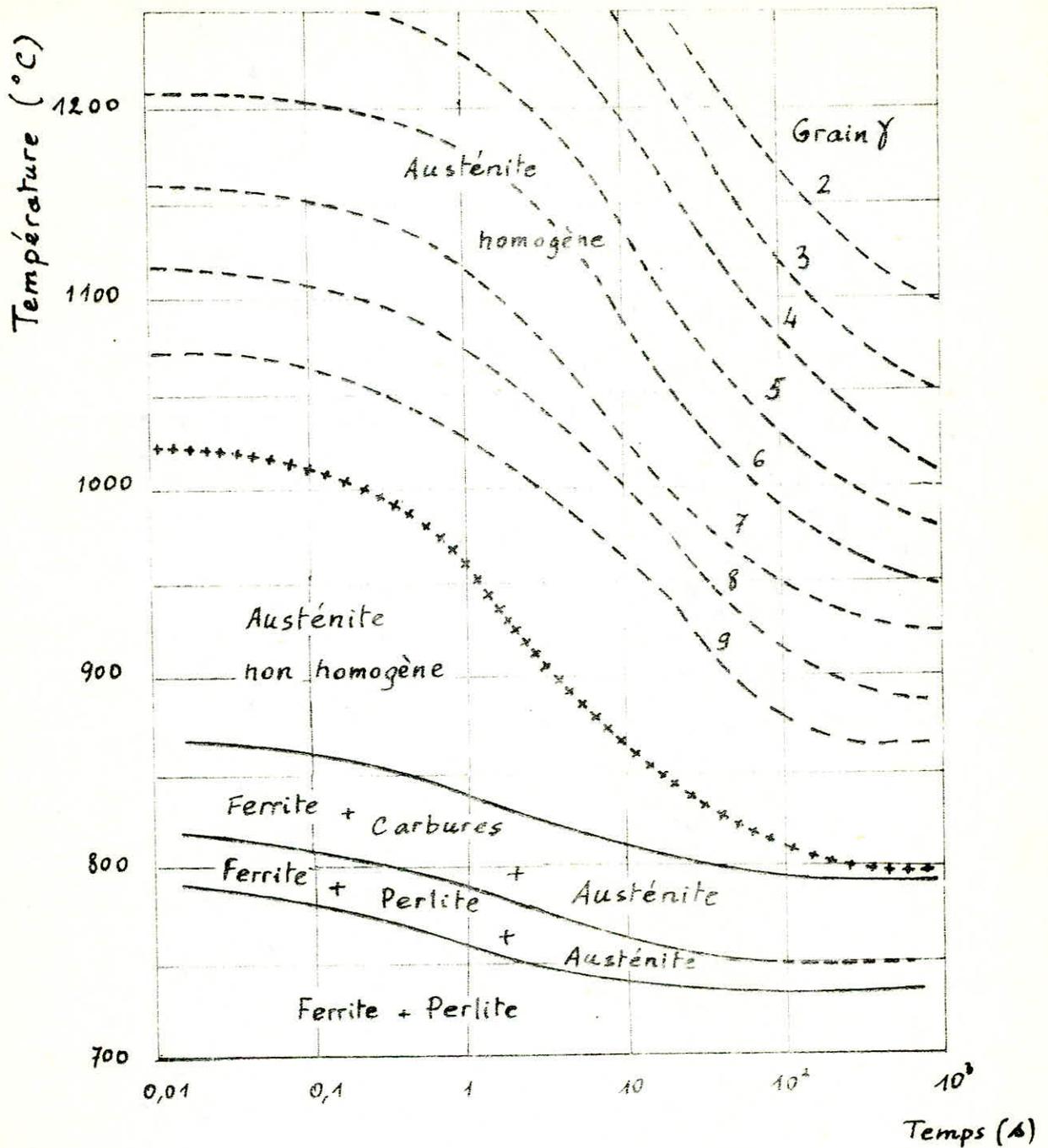


Fig 4 - Diagramme d'austénitisation en conditions isothermes d'un acier peu allié du type 35 CD 4 (0,35% C, 1,07% Cr ; 0,17% Mo). (d'après ORLICH, ROSE et WIEST).

Les conditions d'équilibre ne sont pas obtenues quand l'austénite est devenue homogène, puisque le grain austénitique continue à grossir et que la grosseur de grain ne tend vers des valeurs asymptotiques que pour des durées de plus en plus longues quand la température de maintien croît.

#### I 122. Chauffage continu. (fig. 3)

En chauffage continu, la transformation de la perlite se développe sur tout l'intervalle de transformation; elle a donc perdu son caractère de transformation eutectoïde isotherme.

L'augmentation de la vitesse de chauffage déplace la zone de transformation vers les hautes températures en agissant beaucoup plus sur  $Ac_3$  (fin de transformation) que sur  $Ac_1$  (début).

L'intervalle de température de la transformation perlite  $\rightarrow$  austénite est d'autant plus grand que le chauffage est plus rapide.

Pour les vitesses de chauffage considérées, l'austénite n'a pas encore atteint à la température  $Ac_3$  sa composition homogène d'équilibre (carbone, éléments d'alliages ségrégués dans les carbures). Lorsqu'elle se forme entre  $Ac_1$  et  $Ac_3$  elle présente d'importants gradients de concentration en carbone; en particulier à un moment donné, sa teneur en cet élément est élevée au voisinage des particules de carbures en cours de dissolution et elle est au contraire très faible au contact de la ferrite restante.

Les éléments d'addition non carburigènes (Si, Al, Cu, Ni) retardent moins l'homogénéisation de l'austénite que les éléments carburigènes (Mn, Cr, Mo, Ti, Nb, V ...) qui ont une faible vitesse de diffusion et qui sont substitués dans la cémentite ou localisés dans les carbures alliés, thermodynamiquement plus stables que la cémentite seule présente dans le premier cas.

La limite entre austénite homogène et austénite non homogène est déterminée par l'étude la variation de la température  $M_s$  de début de transformation martensitique au cours d'une trempe rapide en fonction de la vitesse de

.../...

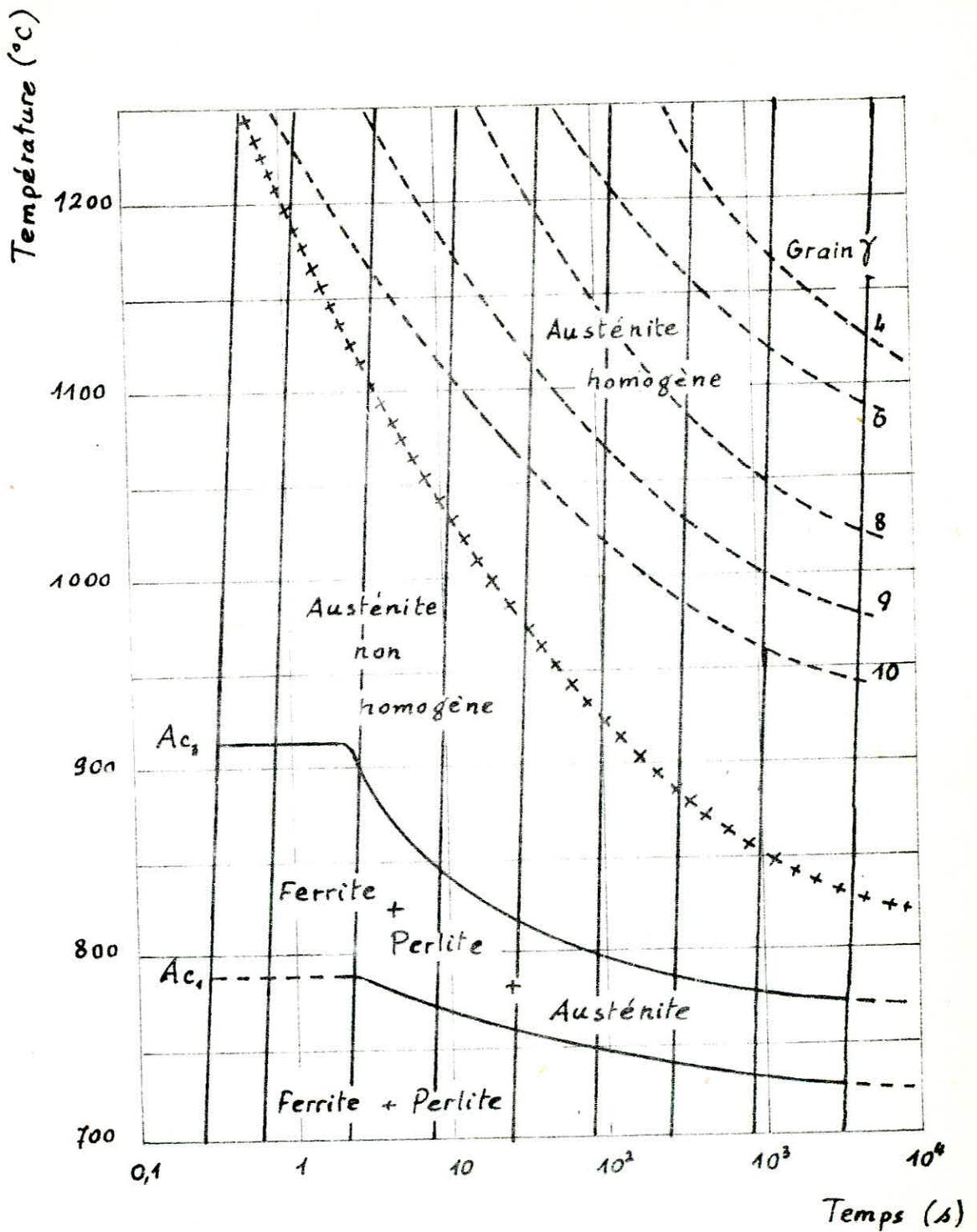


Fig 3 - Diagramme de transformation en chauffage continu d'un acier non allié du type XC 48 (0,49% de carbone), calmé à l'aluminium. (d'après ORLICH, ROSE et WIEST).

chauffage et de la température atteinte. En effet, le point  $M_s$  se déplace vers des températures plus basses à mesure que s'effectue la mise en solution des carbures et que s'homogénéise la teneur en carbone et en éléments d'alliage de l'austénite, pour atteindre une valeur minimale constante lorsque l'homogénéisation est achevée. La température d'austénitisation correspond à cette température  $M_s$  minimale constitue la limite entre l'austénite homogène et l'austénite non homogène.

Le grossissement du grain n'intervient qu'à des températures de plus en plus élevées lorsque la vitesse de chauffage augmente, On peut ainsi, lors de chauffages rapides, atteindre une zone de température où l'austénite est homogène, sans pour autant provoquer un grossissement important du grain d'austénite.

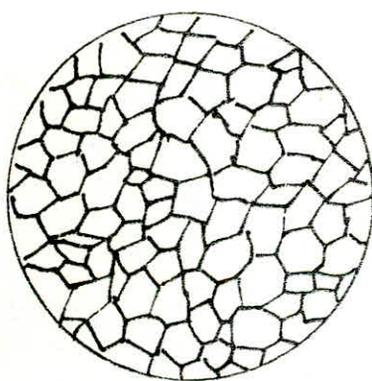
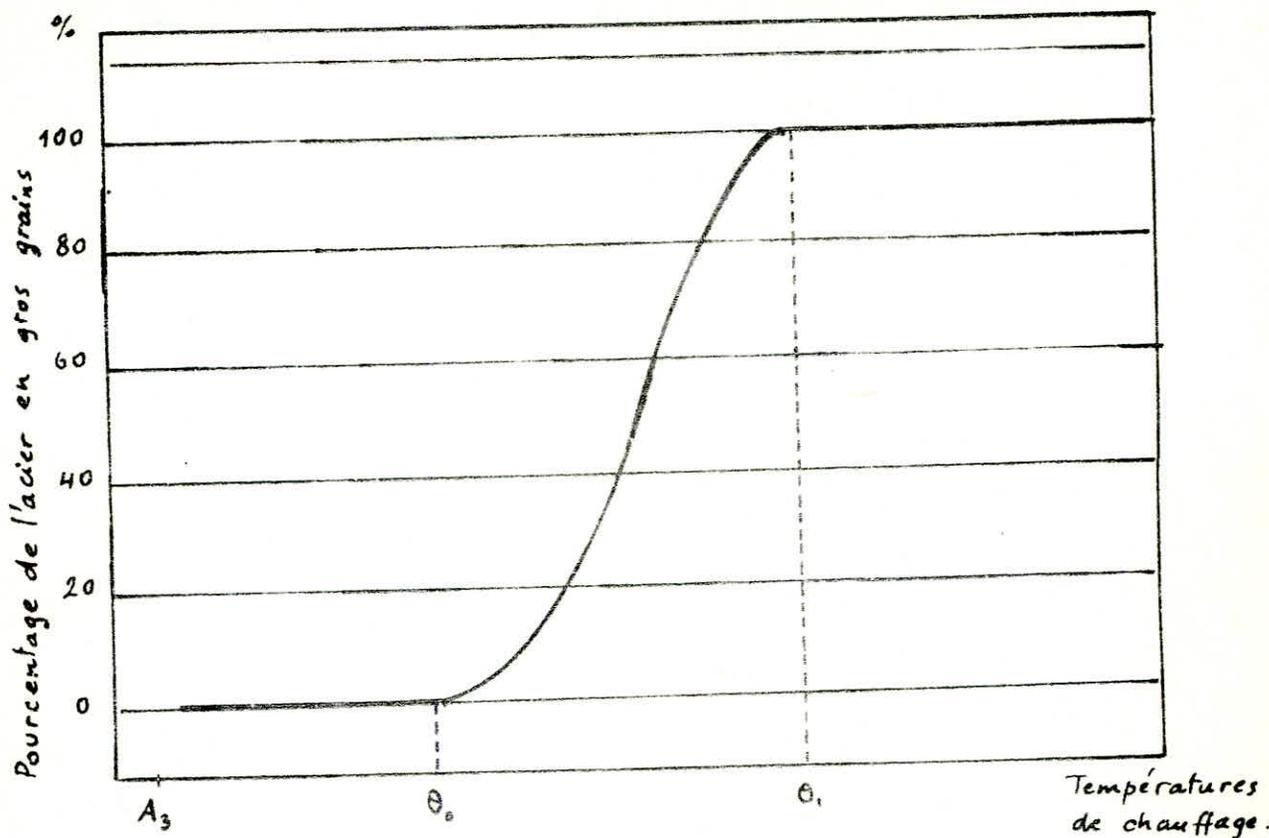
#### I 13. Croissance du grain d'austénite au chauffage.

La structure de l'austénite-solution solide de carbone- comme celle des métaux purs et tout alliage à un seul constituant, est une juxtaposition de "grains" qui, lors de la transformation Ac ou de la solidification, ont pris naissance à partir d'un germe, ont grossi et ont limité mutuellement leur grossissement. On peut assimiler une transformation à une cristallisation et on conçoit aisément la notion de "grosseur de grain de l'austénite".

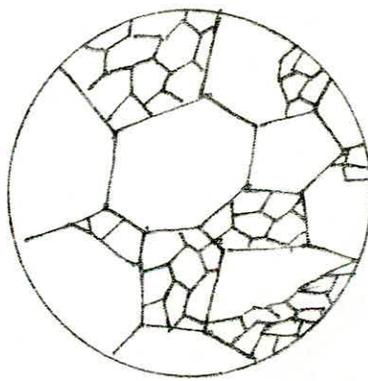
On comprend aussi que cette grosseur de grain soit en relation avec le nombre de germes à partir desquels s'est produite la transformation, les grains étant plus petits lorsque ces germes sont nombreux.

Lors de la transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  au chauffage, la cristallisation de l'austénite se fait à partir d'un certain nombre de germes qui se forment à l'interface ferrite-carbures; autour de ces germes, elle se développe avec une certaine vitesse. Les deux facteurs germination et croissance se retrouvent donc ici comme dans la transformation inverse.

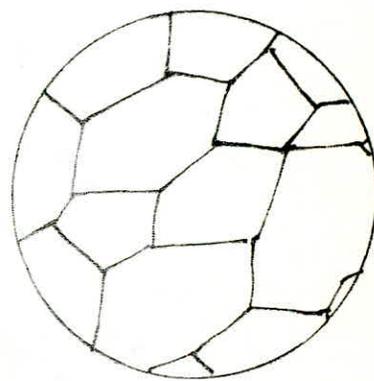
.../...



Grains fins



Grains mixtes



Gros grains.

Fig 5 - Représentation schématique du grossissement du grain d'austénite dans un acier surchauffé; structure à grains fins, à grains mixtes et à gros grains. (d'après BASTIEN).

De leur importance relative, à la température de transformation, va dépendre la grosseur de grain initial de l'austénite.

En élevant encore la température, ou en prolongeant la durée de séjour à la température donnée, on déclenche une cristallisation accumulative qui grossit le grain. Ce grossissement se fait par le processus habituel de déplacement des joints, dans le sens d'une absorption des petits grains par les plus gros.

Cette croissance est spontanée et a à l'origine la tendance du système à diminuer l'énergie libre en réduisant la surface des grains (tout polyèdre tend à la forme sphérique qui comporte la surface extérieure minimale pour un volume donné). Aux points triples, les joints ont tendance à former la configuration stable avec des angles de  $120^\circ$ , ce qui provoque une courbure de ces joints. Mais ceci accroît leur longueur. L'énergie interfaciale ne peut-être réduite, par diminution de longueur de joints, que par le mouvement des points triples. Le mouvement des joints a lieu dans direction de leur centre de courbure.

La force motrice étant l'énergie interfaciale, dès qu'un grain atteint une certaine taille critique, il croît catastrophiquement en dévorant tous les grains plus petits, et donc moins stables du point de vue thermodynamique, qui l'entourent.

Ceci est possible si la croissance des grains est difficile pour la majorité d'entre eux, lorsque des précipités fins dispersés bloquent les joints.

La migration des joints et donc la croissance des grains peut-être ralentie très fortement, ou arrêtée par la présence d'impuretés, en solution ou sous forme de précipités dispersés. L'énergie interfaciale se trouve modifiée.

La différence de taille des grains et donc d'énergie interfaciale est due en particulier à la distribution, donc la dissolution non uniforme des particules dispersées. Les grains les plus larges apparaissent aux régions les moins contaminées. Le mode de grossissement du grain est assez variable d'un acier à l'autre.

.../...

Dans certains cas, on observe à partir de la fine granulation initiale et à mesure que la température monte, d'abord une conservation du grain puis à partir d'une certaine température  $\theta_0$ , l'apparition de gros grains coexistant avec des grains fins; au delà d'une autre température  $\theta_1$ , le métal n'est constitué que par de gros grains. Il y aurait ainsi trois stades: en dessous de  $\theta_0$  grains fins, entre  $\theta_0$  et  $\theta_1$ , grains mélangés; au dessus de  $\theta_1$ , grains gros. (fi. 5) Dans d'autres cas, on observe un grossissement progressif des grains, qui passent par tous les intermédiaires entre grains fins et gros la vitesse de croissance du grain varie selon la loi d'Arrhénius.

$$V = V_0 \exp \left( - Q_G / RT \right)$$

où  $Q_G$  est l'énergie d'activation de croissance du grain.

Cette énergie dépend fortement de la pureté du métal.

Durant un recuit isotherme, la vitesse de croissance est constante. On attribue à la croissance une loi de la forme:

$$S = k t^n .$$

où  $S$  est la surface moyenne des grains.

$t$ , temps.

$n$ , est en général inférieur à  $1/2$ , mais  $y$  tend lorsque la température croît.

A plus haute température, la vitesse de croissance augmente plus vite que prévu par la valeur de l'énergie d'activation, autrement dit, l'énergie  $Q_G$  diminue. Ce qui est expliqué par la présence de phases dispersés aux joints de grains et de leur dissolution dans certains intervalles de température.

I 2. Influence des différents facteurs métallurgiques sur l'état de l'austénite en particulier la grosseur du grain.

Les facteurs qui conditionnent l'état de l'austénite à la fin du traitement d'austénitisation sont:

- Les conditions de chauffage: vitesse de chauffage, température atteinte et durée de maintien à cette température.
- L'état initial de l'acier: composition chimique, ségrégations, mode d'élaboration.

I 21. Conditions d'austénitisation.

La formation de l'austénite au chauffage est un processus de diffusion régi par les lois principales de la théorie de la recristallisation. Les deux facteurs principaux de cette austénitisation sont le temps et la température, entre lesquels existe une certaine équivalence.

I 211. Vitesse de chauffage.

On constate généralement, qu'en moyenne, il faut que la vitesse de chauffage augmente au dessus d'une valeur assez élevée pour que les températures de début et de fin de transformation, de même que la grosseur du grain austénitique, soient notablement affectées.

En pratique, on ne prendra en considération l'influence de la vitesse de chauffage sur les transformations que dans des cas particuliers où des chauffages très rapides sont mis en oeuvre ( chauffage avec induction, au chalumeau, patentage de fils, à la rigueur soudage).

I 212. Température de chauffage et durée de séjour à cette température.

Dans le cas des aciers hypoeutectoïdes, une élévation de la température d'austénitisation se traduit principalement par une modification éventuelle de la composition chimique de la solution solide, du fait d'une remise en solution plus complète des carbures, et par un grossissement du grain austénitique plus ou moins freiné par la présence éventuelle de fins précipités (nitride d'aluminium, carbonitures de niobium ...) qui entrent progressivement en solution et perdent donc leur effet quand la température croît.

Une durée d'austénitisation prolongée peut contribuer au grossissement du grain avec, par ailleurs, le risque d'une décarburation superficielle en l'absence d'atmosphère protectrice.

Le grossissement des grains d'austénite intervient lorsque les conditions sont telles que l'énergie libre peut-être diminuée par une réduction de la surface des joints de grains. Les conditions favorables sont réunies lorsque le métal est porté à haute température et qu'aucun ne vient freiner la migration des joints.

obstacle

.../...

Dans ces conditions de traitement thermique, les processus de transformation se produisent partiellement pendant le chauffage jusqu'à la température de maintien ; ils se poursuivent pendant le maintien et évoluent d'autant plus rapidement vers une structure austénitique homogène que la température de maintien est plus élevée. Un grossissement exagéré des grains d'austénite peut provenir soit d'un chauffage à une température trop élevée accentué d'un maintien trop long, soit d'un maintien trop long à la température d'austénitisation: c'est la surchauffe.

#### I 22. Etat initial de l'acier.

L'état de l'austénite après traitement et le grosseur du grain austénitique sont fortement influencés par la composition chimique: nature des éléments d'alliage, des précipités présents, par les ségrégations diverses ainsi par le mode que d'élaboration de l'acier.

#### I 221. Influence de la composition chimique.

Par composition, nous entendons ici non seulement les teneurs en éléments dominants existant dans tous les aciers ou ajoutés volontairement, mais encore tous les éléments mineurs, toutes les impuretés introduites au cours de l'élaboration et qui réagissent profondément sur les propriétés de l'acier.

Comme les phénomènes qui se produisent au cours du chauffage ou du maintien à température d'austénitisation font intervenir des mises en solution de précipités de carbures et des diffusions d'éléments divers, on peut donc s'attendre à ce qu'ils soient fortement influencés par la nature, la forme et les dimensions des particules présentes à l'état initial.

La mise en solution des phases précipitées dans les aciers apparaît donc comme un aspect particulièrement important pour les traitement thermiques de ces matériaux. La cinétique de ce processus conditionne l'évolution de la température ainsi que l'homogénéisation de l'austénite et elle a des répercussions importantes sur le grossissement du grain austénitique..

Outre la température ( aspect thermodynamique), la vitesse de dissolution des carbures dépend:

- de leur morphologie; une perlite fine à forte aire spécifique d'interface ferrite-carbure se transforme plus rapidement qu'une perlite grossière et globulisée.

- de la nature et de la teneur des éléments d'alliage, éventuellement présents dans l'acier, de leur vitesse de diffusion et de leur tendance à donner des carbures ou à former des interfaces de transformation.

Ce sont les particules fines de nitrures et carbonitrures qui ont une influence importante sur le grossissement du grain austénitique. Ces particules se forment, en présence de certains éléments à faibles teneurs, par un phénomène de précipitation très fine lorsque la limite de solubilité est dépassée.

.../...

Il faut que les précipités soient très fins et se mettent en solution le plus tard possible pour s'opposer efficacement au grossissement du grain austénitique. La mise en solution des carbures étant le processus dont la cinétique conditionne l'évolution de la température en fin de transformation, on conçoit que l'état structural initial de l'acier a une influence très sensible sur la position des courbes du diagramme de transformation en chauffage continu. Pour des conditions de chauffage données, le décalage vers de hautes températures est d'autant plus important que les carbures, à l'état initial, sont plus gros et plus globulaires et ont une composition plus proche de l'état d'équilibre.

L'addition du Cr, Mo, W, V et d'autres éléments carburigènes freine l'austénitisation par suite de la formation d'une cémentite alliée ou des carbures des éléments d'alliage difficilement solubles dans l'austénite. Dans ces conditions, l'homogénéisation de l'austénite demande plus de temps. La distribution des éléments d'alliage entre la ferrite et les carbures est irrégulière; il s'ensuit que la teneur de l'austénite en éléments d'alliage varie suivant le volume.

L'homogénéisation de l'austénite suivant la teneur en éléments d'alliage demande plus de temps, la mobilité des éléments d'alliage due à la diffusion dans le réseau de la phase  $\gamma$  étant bien plus faible que celle du carbure.

Les éléments d'alliage, surtout les éléments carburigènes, qui ralentissent la cristallisation accumulative, freinent la croissance du grain austénitique. Dans ce sens, l'action la plus forte est exercée par Ti, V, Zr, Nb, W et Mo qui forment des carbures difficilement solubles dans l'austénite et servent de barrière.

Le Mn, Si et P contribuent à la croissance du grain austénitique.

#### I 222. Influence des ségrégations.

A l'hétérogénéité micrographique, seule envisagée jusqu'ici, peut encore se superposer une hétérogénéité à plus grande distance, héritée de la solidification; l'austénitisation, n'étant généralement pas conduite de manière à valoir recuit d'homogénéisation, n'efface pas cette hétérogénéité.

Le processus de solidification engendre, dans un volume d'acier, des ségrégations qui se traduisent par des irrégularités dans la répartition des éléments d'alliage. La composition chimique du métal évolue alors, d'un point à un autre, autour de la valeur moyenne donnée par l'analyse globale en chaque point, pour un cycle thermique donné, la cinétique de la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  variera donc avec la teneur en éléments d'alliage.

Ainsi, par rapport à ce qui serait la transformation de l'acier homogène, on trouvera:

- Des zones plus ou moins appauvries dont la transformation débutera et s'achèvera plus ou moins tôt,

.../...

- des zones plus ou moins enrichies dont la transformation débutera et s'achèvera plus ou moins tard.

La plupart des produits forgés ou laminés conservent généralement des traces très nettes des microségrégations qui se sont produites au cours de la solidification. Dans ce dernier cas, les microségrégations sont responsables de l'apparition des structures en bandes. Dans les aciers, les éléments ségrégeant sont, par ordre d'importance:  $A_3$ , P, Mo, Cr, Mn, Ni. Les microségrégations s'atténuent sans disparaître totalement au cours des transformations subies par les produits, les plages perlitiques étant nettement plus riches en éléments d'alliage que les plages ferritiques.

Les microségrégations sont susceptibles de conduire à un étalement notable de la décomposition de l'austénite et à un empiètement plus marqué des domaines de transformations successifs: elles peuvent également se traduire par l'apparition d'une structure d'apparence fibreuse constituée par des bandes alternées de deux constituants ( structure en bande ), (voir micrographie 14)

Le mécanisme essentiel de la formation de la structure en bandes est du à la ségrégation dendritique produite au cours de la solidification de l'acier. Les dendrites qui se forment initialement sont constituées d'un métal plus pauvre en éléments d'alliage et en impuretés que les espaces interdendritiques solidifiés en dernier. Ce phénomène est appelé la ségrégation mineure interdendritique.

Au cours du forgeage à chaud ultérieur, par la minage ou forgeage, ces hétérogénéités chimiques sont étirées en fibrage et si le métal subit par la suite un traitement thermique, les éléments ségrévés vont intervenir dans le déroulement de la transformation. Certains sont alphagènes ( P, Mo) et favorisent la formation de ferrite en élevant la température  $AC_3$ , d'autres sont gammagènes ( Mn + Ni ) et ont un effet contraire.

Dans le cas du Mn, celui-ci abaisse le point de transformation  $AC_3$ : la ferrite proeutectoïde se formera d'abord dans les dendrites pauvres en Mn, tandis que la perlite se formera plutôt dans les espaces interdendritiques riches en Mn.

#### I 223. Influence du mode d'élaboration.

La tendance au grossissement du grain en fonction de la température autant que sa grosseur initiale, est une des caractéristiques fondamentales d'un acier. Elle est liée très étroitement à la pureté du métal et par là à son mode d'élaboration. Comme d'un autre côté, les propriétés de l'acier à la température ordinaires, dépendent des produits de décomposition de l'austénite, donc des propriétés de celle-ci, on conçoit que c'est, pour une part, par son action sur le grain d'austénite que l'élaboration réagira sur les propriétés utilisables du métal.

.../...

Il est bien connu que certains aciers ont un grain austénitique qui grossit dès un léger dépassement au dessus de  $A_3$ . D'autres aciers, au contraire, ont un grain fin, malgré des chauffages à des températures élevées.

L'aptitude du grain austénitique à la croissance varie suivant les conditions de fusion même, pour des aciers de composition identique. Il existe donc deux types d'aciers: à grains fins et à grains <sup>gros</sup> par hérédité.

Dans un acier à grains fins par hérédité, même à la température poussée à  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  ou  $1050\text{ }^\circ\text{C}$ , la croissance du grain reste négligeable; mais <sup>si</sup> l'échauffement est poussé encore plus, il provoque un brusque grossissement du grain.

Dans un acier à gros grains par hérédité c'est l'inverse, un fort développement s'observe même lorsque l'échauffement dépasse  $A_1$  d'une valeur négligeable.

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

Les aciers désoxydés par de l'aluminium sont à grains fins par hérédité puisqu'ils sont le siège de formation de particules dispersées de  $\text{AlN}$  qui ralentissent la croissance du grain austénitique. La dissolution de ces particules entraîne une croissance rapide des grains.

L'élévation de la température n'entraîne pas de modification notable de la taille du grain jusqu'à ce qu'on atteigne une température de grossissement brutal. Au dessus, un court maintien suffit pour déclencher le grossissement; la prolongation du maintien uniformise la grosseur de grain. Si l'on chauffe l'acier dans des conditions de temps ou de température insuffisantes pour amener à son terme le processus de grossissement, on obtient des structures mixtes.

Si les particules interférant avec la croissance du grain se dissolvent ou coalescent progressivement, le grossissement du grain est progressif. Si les particules restent, les forces de croissance dépassent brutalement les forces opposées dues aux particules.

La grosseur <sup>d'</sup> initiale du grain austénite n'est pas modifiée par le corroyage à chaud ou l'action de la température de fin de forgeage. En pratique, en dessous de la température de début de grossissement de grain, le grain

.../...

d'austénite est indépendant des traitements mécaniques à chaud ou à froid

### I 3. Grain austénitique et propriétés de l'acier.

L'objectif principal du traitement d'austénitisation est d'obtenir une solution solide de carbone et des autres éléments présents dans le fer aussi homogène que possible, tout en conservant un grain austénitique fin grâce à la maîtrise de l'action de fines particules de nitrures et de carbonitures. Les structures finales optimales ayant les meilleures propriétés, notamment au point de vue limite élastique et résistance à la rupture fragile, ... sont toujours des structures à grains fins obtenues à partir d'un grain austénitique fin.

Il existe des différences entre les propriétés de deux pièces de composition identique mais présentant des grosseurs de grain austénitique différentes.

A composition chimique constante, les dimensions et la forme des grains de métal sont primordiales et influencent nettement les caractéristiques mécaniques (limite élastique, charge de rupture, allongement). Ainsi plus les grains sont petits, plus la limite élastique et la charge de rupture sont élevées. Au contraire, l'allongement est proportionnel à la dimension des grains.

Plus le grain est gros, plus l'aptitude de l'acier aux trempes et aux déformations de trempe est grande, conséquence d'une plus forte capacité de trempe et d'une <sup>n</sup>meilleure ténacité. (fig.6)

La température de transition (rupture fragile-rupture ductile) décroît d'une manière quasi-linéaire quand la grosseur du grain passe de 1 à 5 (grosseur AFNOR).

La dureté étant la même, un acier à gros grain ayant subi le recuit ou la normalisation se prête mieux à l'usage, par suite de la diminution de la plasticité.

.../...

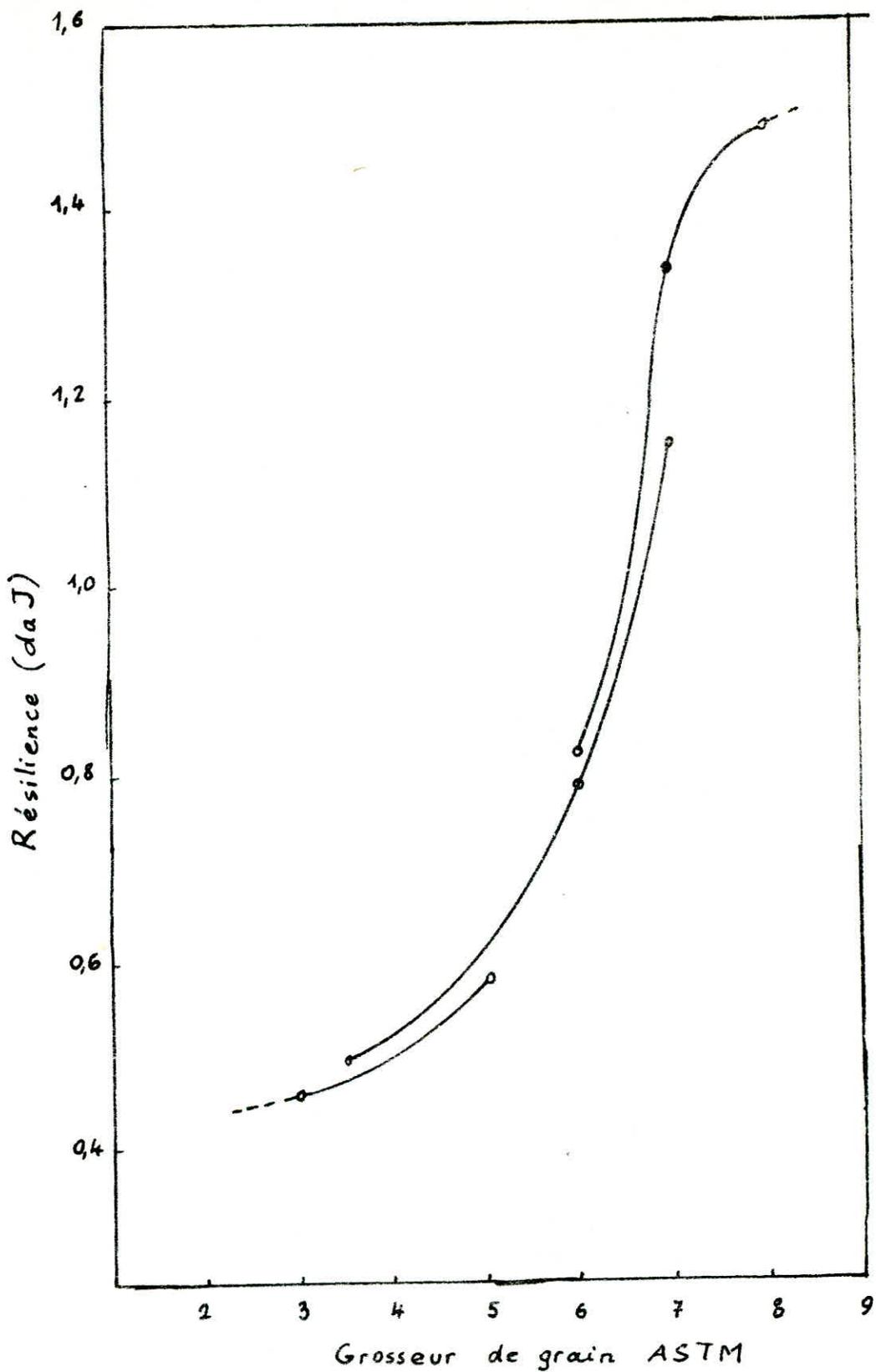


Fig 6 - Relation entre la grosseur du grain austénitique et la résilience d'un acier eutectoïde traité thermiquement à 50 Rockwell C. (d'après E.C. BAIN - H.W. PAXTON).

Lors de la coalescence des grains qui correspond au développement de certains grains au détriment d'autres, on note une diminution de la dureté. La dureté et la résistance à la traction sont étroitement associées, de sorte que tout facteur qui interviendra sur l'augmentation de dureté, tendra à augmenter la résistance (  $HB \approx 3R_m$  ).

La dépendance entre la taille du grain et la limite élastique est exprimée par la relation de Hall et Petch:

$$\sigma_{et} = \sigma_0 + k_y / \sqrt{d}$$

$\sigma_0$ ,  $k_y$  - constantes fonctions de la température.

$\sigma_0$  est dite force de frottement.

$d$  - diamètre moyen des grains.

- La grosseur de grain intervient en modifiant la cinétique de la transformation  $\chi \rightarrow \alpha$ . On peut dire que la décomposition de l'austénite est une fonction directe de la surface des grains. Plus les grains sont petits, plus l'ensemble de leur surface est grande donc plus <sup>est</sup> rapide la transformation de l'austénite, et moindre la tendance à la formation de constituants du domaine inférieur.

Le grossissement du grain augmente la stabilité de l'austénite, diminue la surface des joints, ce qui a pour conséquence la réduction du nombre de sites sur lesquels les grains de ferrite peuvent germer; cette germination est ainsi plus difficile et le temps d'incubation de la transformation  $\chi \rightarrow \alpha$  est augmenté. Les courbes constituant les diagrammes de transformation se déplacent donc vers les longues durées ( vers la droite ), parallèlement à l'axe des abscisses. Cet effet est plus ample sur le domaine supérieur (formation de ferrite) que sur le domaine bainitique. La vitesse critique de trempe est réduite et la formation de constituants du type aciculaire au cours du refroidissement favorisée.

Cette influence du grossissement du grain sur la position et la forme de la courbe de refroidissement permet de comprendre pourquoi la surchauffe d'un

.../...

acier hypoeutectoïde donne le plus souvent des structures à prédominance aciculaire dites structures de Widmanstätten.

En faisant grossir le grain austénitique, on passe d'une ferrite-perlite assez fine à de la ferrite de Widmanstätten, accompagnée d'agrégats carburés allant de la perlite fine à la bainite.

I 4. Incidents se produisant au cours des traitements de haute température.

I 41. Surchauffe.

Le développement des structures de surchauffe prolonge vers les hautes températures le grossissement du grain austénitique; mais à l'augmentation des dimensions des cellules ferrite-perlite dérivant de ce grain s'ajoutent des manifestations particulières concernant les joints entre ces cellules.

I 411. Caractère de ces structures.

Par voie micrographique, c'est l'apparition de larges bandes de ferrite aux joints de grains qui caractérise d'abord la surchauffe. 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 traduisent en fait une fusion partielle. On dit alors que l'acier est brûlé.

L'acier surchauffé offre une tendance accusée aux ruptures intergranulaires.

Si la limite élastique et la résistance ne changent guère, du moins tant que l'acier n'est pas brûlé, l'allongement, la striction et la résilience diminuent sensiblement dès que ces ruptures intergranulaires se produisent en proportion notable.

I 412 Facteurs favorisant leur apparition.

Le principal est naturellement le cycle thermique subi par l'acier. A cet égard la durée de maintien en température joue beaucoup moins que le degré de cette température et même en pratique c'est par les alternations de températures, liées aux chaudes successives, que sont obtenues les structures de surchauffe les plus caractérisées.

En pratique, la surchauffe des aciers peut se produire pendant un forgeage, un forage à chaud, ou d'une manière localisée, pendant le soudage (Z AT, zone affectée thermiquement).

Quant au refroidissement, une vitesse très lente atténue les structures

.../...

de surchauffe, qu'une vitesse intermédiaire met au contraire bien en évidence. En ce qui concerne la composition, l'augmentation de la teneur en C favorise l'apparition des structures de surchauffe, que la présence d'éléments tels que le Ni, le Cr ou le Mo, freinant la diffusion, rend plus difficiles à effacer par les traitements de régénération. Suivant leur mode d'élaboration, les aciers sont inégalement sujets à la surchauffe, leur susceptibilité croissant à peu près dans l'ordre de pureté croissante. En fait, l'influence des impuretés est variable de l'une à l'autre. L'apparition des structures de surchauffe est d'autant plus facile que la teneur en soufre est basse, que les teneurs en Al, P et Si sont élevées et que la proportion d'inclusions est faible.

#### I 4 13. Mécanisme conduisant aux structures de surchauffe.

On admet généralement que, lors des phénomènes de surchauffe, il se superpose au grossissement du grain austénitique une déshomogénéisation, certains éléments dissous diffusant vers le centre des grains, d'autres, dont le S et le P, 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.

Lorsque le chauffage est hétérogène, comme dans le soudage, il faut tenir compte en outre de la diffusion qui, sous l'effet des différences de température, affecte d'autres éléments en solution. Ainsi l'Al dissous diffuse très rapidement vers les régions froides.

On ne peut donc compter sur lui pour protéger le métal fondu contre l'oxydation: il arrive alors que celle-ci se porte sur le Mn, décomposant le cas échéant le sulfure MnS, dont le S forme finalement le sulfure Fe S.

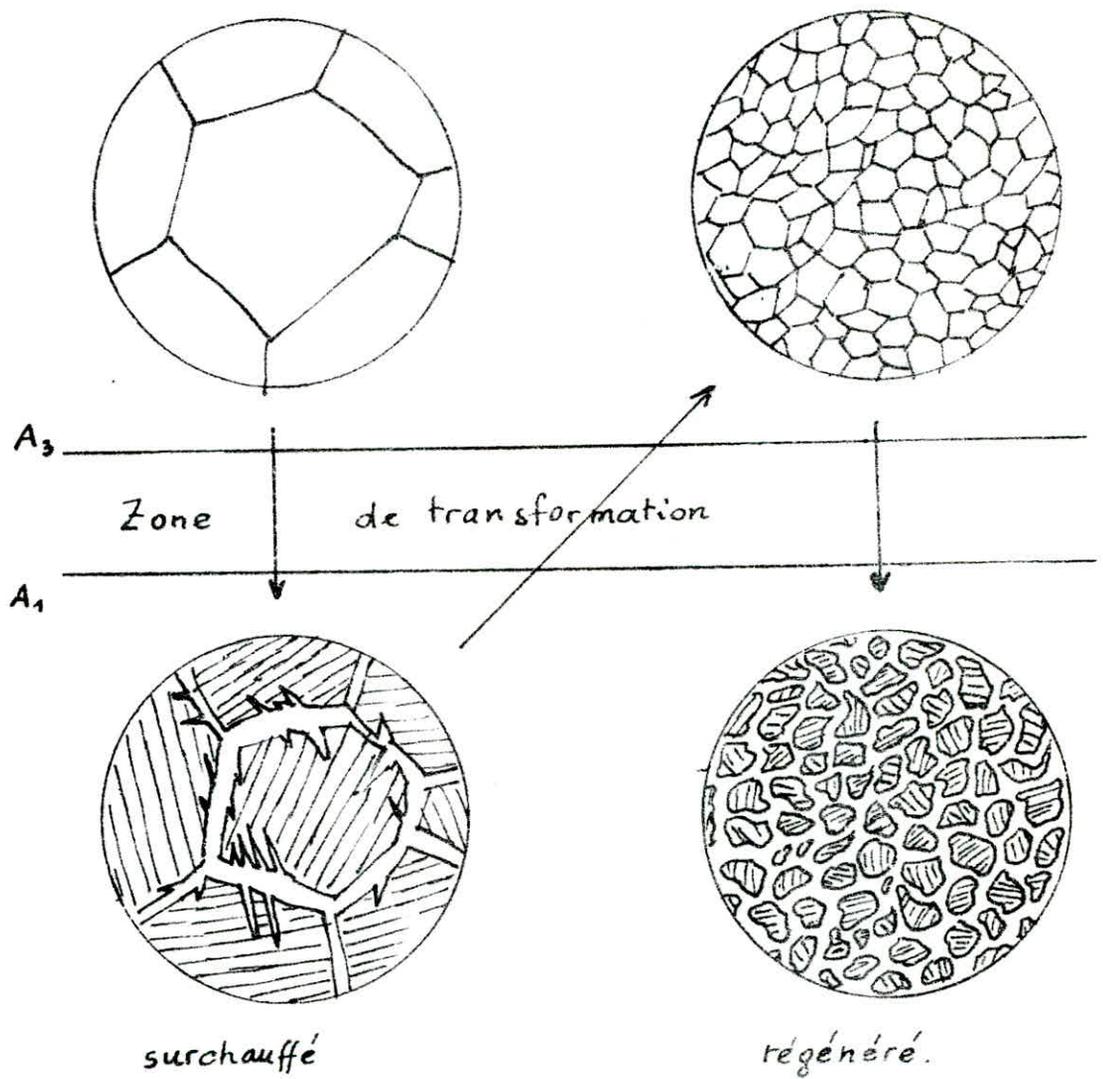


Fig 7 - Acier surchauffé et régénéré (d'après PORTEVIN)

#### I 414. Prévention de la surchauffe et régénération de l'acier surchauffé.

La prévention contre l'apparition des structures de surchauffe implique essentiellement le recours à des conditions de chauffage assurant une excellente homogénéité de la température et la limitation de celle-ci à une valeur appropriée.

Un métal surchauffé sera régénéré par un traitement d'affinage structural ( au besoin répété à plusieurs reprises ) qui tend tout à la fois à homogénéiser l'austénite et à affiner la microstructure.

Le recuit de régénération comprend un chauffage à température juste suffisante pour l'obtention aisée d'une austénite homogène, suivi aussitôt d'un refroidissement à vitesse convenable (si le refroidissement se fait à l'air calme, le recuit est de normalisation). En pratique un écart de  $50^{\circ}\text{C}$  entre la température de recuit et  $\text{Ac}_3$  suffit pour assurer dans un temps convenable une homogénéité acceptable de l'austénite, sans entraîner une tendance trop marquée au grossissement du grain d'austénite.

#### I 42. Brûlure.

La brûlure n'est pas séparée de la simple surchauffe aussi nettement que celle-ci du grossissement du grain austénitique.

C'est une surchauffe aggravée par un début de fusion se produisant aux joints des grains et notamment aux points triples. Elle résulte d'un chauffage à trop haute température.

Un métal brûlé a subi une altération irréversible qui le rend inapte à son emploi. Il n'est plus bon qu'à être refondu.

#### I 43. Décarburation.

Elle se traduit par un appauvrissement en carbone de la couche superficielle d'une pièce en acier. Elle résulte d'une réaction avec l'environnement du métal et notamment avec l'air ou les gaz de combustion.

.../...

Il y a création d'un gradient de teneur en carbone au voisinage de la peau de la pièce (voir micrographe n° 16).

Les conséquences de la décarburation sont l'altération de la forme et des dimensions de la pièce, l'insuffisance des propriétés mécaniques en peau après traitement thermique ( par suite du manque de C ).

Comme remèdes on peut citer

- La modification de la composition de l'atmosphère avec laquelle le métal est en contact, par utilisation alors d'atmosphères protectrices dans des fours à moufle.
- L'élimination totale des gaz qui sont au contact de l'acier; on utilisera alors un four sous vide.
- La substitution de l'atmosphère gazeuse par un bain liquide constitué de sels fondus.

I 5. Cas du soudage.

I 51. Transformation à l'échauffement et grossissement du grain austénitique .

La réaction ferrite + cémentite à l'échauffement engendre l'apparition, de part et d'autre du joint soudé, d'une zone de transformation, dans laquelle le cycle de soudage provoque l'austénitisation. Le nouveau réseau des grains austénitiques détermine héréditairement le réseau ferritique au refroidissement.

A l'approche de la zone de liaison, l'austénite subit le phénomène de grossissement du grain et de surchauffe, d'une manière plus ou moins marquée selon le procédé et le mode opératoire de soudage ( température maximale atteinte et temps de maintien à cette température). C'est cette austénite surchauffée qui se transformera au refroidissement, déterminant, par hérédité et structurale, une structure grossière, qu'elle soit trempée (martensite) ou non (structure de Widmanstätten). D'effet global de la surchauffe est moins préoccupant que ne peut le laisser supposer la fragilisation constatée par des essais locaux tels que l'essai de résilience; toutefois l'existence de ce phénomène a conduit à limiter la teneur en carbone des aciers non alliés dits soudables. Cette considération ne vaut d'ailleurs que pour les soudures en une seule passe non recuite, par le traitement de recuit, comme le soudage en plusieurs passes, provoque la régénération structurale. Pour réduire la fragilisation associée à la structure de surchauffe, on tend aussi à limiter la teneur en P, ce qui contribue d'ailleurs à la qualité générale de l'acier.

I 52. Structure de la soudure et de l'acier de base influencé par le cycle thermique du soudage.

La soudure est un mélange obtenu par fusion du métal provenant de l'électrode et du métal de base.

La soudure présente toujours une structure basaltique et à caractère de Widmanstätten plus ou moins prononcé, selon l'intensité du gradient de température.

.../...

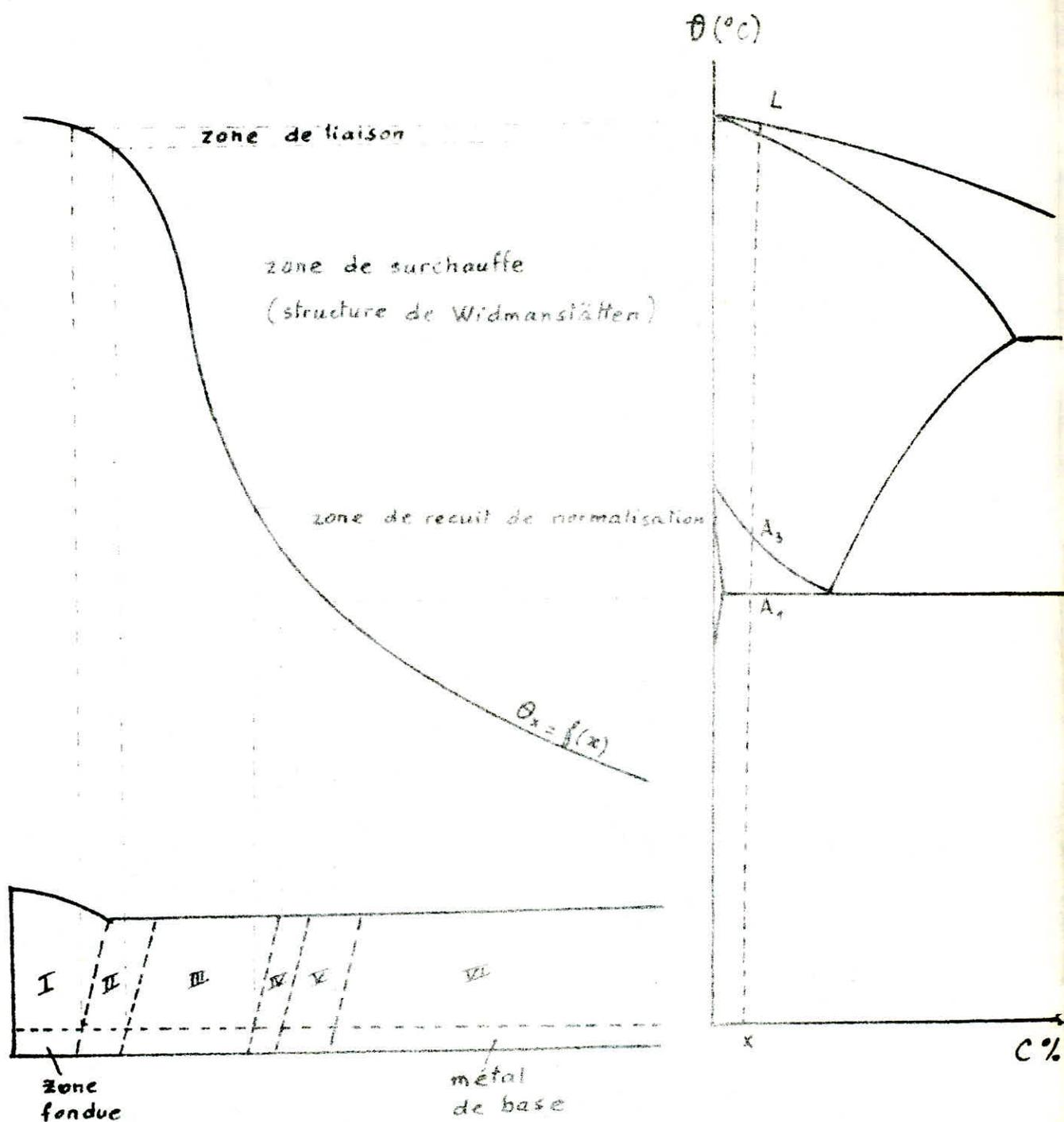


Fig 8 - Répartition des différentes zones caractéristiques.

Eprouvette d'acier à faible teneur en carbone soudée par fusion.

A droite, diagramme fer-carbone simplifié.

L'étendue de la zone soumise à l'échauffement ( zone de transition) est minimum pour le soudage de pièces massives par le procédé électrique; elle est au contraire maximum pour le soudage de tôles minces par le procédé oxy-acétylénique. Les structures typiques qu'on peut observer dans la zone de transition, c'est-à-dire entre le cordon de soudure et le métal de base non influencé, sont: (fig. 8-

Zone I : Le cordon : structure basaltique, avec bandes orientées de ferrite, la soudure s'étant très vite solidifiée et refroidie.

Zone II : Bande très étroite de l'acier de base qui a été réchauffé jusque dans le domaine  $\delta$  et qui a subi, au début du refroidissement, la transformation  $\delta \rightarrow \gamma$

Zone III: Structure de Widmanstätten grossière: La structure grossière résulte de la croissance du grain d'austénite par surchauffe dans le domaine  $\delta$ ; la structure de Widmanstätten s'est formée du refroidissement rapide à travers l'intervalle de transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ . La structure  $\gamma$  devient plus fine, en s'éloignant de la zone II, selon la décroissance de surchauffe (voir micro. 12)

Zone IV : Structure très fine et homogène de l'acier de base qui a été normalisé par un bref réchauffage juste au dessus de  $A_{c3}$ , suivi d'un refroidissement rapide à travers le domaine de transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ , ce sont les conditions idéales de l'affinage du grain.

Zone V : Structure confuse dans cette zone qui a été austénitisée partiellement.

Zone VI : Zone apparemment non influencée, métal de base non austénitisé.

### I 53: Propriétés mécaniques.

La soudure proprement dite, en raison de la grande vitesse de solidification et après coulée, présente évidemment une ségrégation cristalline très accentuée, ce qui constitue un risque de fissuration vers la fin de l'intervalle de solidification. A composition identique la dureté et la résistance de la soudure sont plus élevées, que celles du métal de base non influencé, la ductilité et la tenacité étant au contraire plus basses.

Ce qui est plus dangereux pour la construction soudée, c'est plutôt le risque de rupture fragile dans la soudure même et dans la zone de transition.

C A P I T R E I I

Méthodes et Techniques Expérimentales.

L'étude de l'évolution de la taille du grain austénitique a été effectuée:

- par micrographie: méthode optique d'examen direct de la surface du métal.
- par un essai mécanique: la dureté, caractéristique en relation directe avec la structure du métal.

Avant de décrire le mode opératoire, nous allons citer en deux paragraphes les diverses méthodes de mise en évidence du grain austénitique et de détermination de la grosseur de ce grain.

### II.1. Méthodes de mise en évidence du grain austénitique.

Les procédés utilisés mettent à profit la différence de comportement physicochimique de la matière entre le voisinage immédiat du joint de grain et le coeur de la masse du grain.

La difficulté est d'observer à la température ambiante la dimension d'un grain qui a disparu, puisque, dans la plupart des aciers, l'austénite n'est plus stable à cette température. De nombreuses méthodes ont été mises au point, qui visent à faire apparaître, à travers la structure stable à la température ambiante, la dimension du grain de l'austénite mère.

Une classification ( A. KOHN ) distingue entre:

- a) méthodes basées sur la formation d'un constituant particulier aux joints des grains  $\gamma$  par refroidissement.
- b) méthode d'attaque martensitique et coloration <sup>différentielle</sup> ( les joints ne sont pas révélés )
- c) les méthodes basées sur la diffusion d'un élément étranger au métal qui s'insinue préférentiellement le long des joints de grains et provoque la formation d'un constituant qui permet de reconnaître la position des joints.

Citons-en plusieurs:

- Précipitation isotherme de ferrite ou de cémentite ( Crossman ):

Après austénitisation et maintien isotherme en dessous du point de transformation, il y a rejet préférentiel de ferrite ou de cémentite aux frontières des grains d'austénite, et donc formation d'un réseau assez complet. Le traitement est suivi d'une trempe et d'un revenu. La méthode ne convient pas aux aciers doux et extra-doux.

- Trempe martensitique incomplète:

.../...

Par refroidissement à une vitesse légèrement inférieure à la vitesse critique de trempe, on obtient aux joints de grains de l'austénite primaire de la troostite. La méthode est délicate car il faut des conditions convenables de refroidissement.

- Trempe martensitique et attaque chimique du joint de grain primaire (Béchet et Beaujard).

On emploie un réactif spécifique (solution d'acide picrique aqueuse saturée + 0,5% de Teepol, agent mouillant), réactif qui attaque les joints de grains primitifs de l'austénite.

Si le grain est assez gros, on peut le visualiser par coloration différentielle des grains l'acier trempé et revenu.

- Cémentation (Mac Quaid-Ehn).

Par chauffage dans un ciment énergique à 925°C, 8h durant, il y a formation d'une couche hypereutectoïde sur l'échantillon qui, par refroidissement lent donne un réseau de cémentite sur une matrice perlitique. Ce réseau dessine le grain d'austénite primaire.

Cette méthode ne peut fournir la grosseur de grain à toute température. De plus, il peut y avoir changement de composition chimique de l'acier d'où modification de l'aptitude au grossissement du grain.

- Condensation d'alliage syncristallisable (Pomey-Vigneron).

Sur l'échantillon austénitisé sous vide, on dépose un métal syncristallin sur l'acier. (deux métaux ou alliages sont dits syncristallisables à une température considérée lorsqu'ils présentent à cette température une série continue de solution solide, exemple: cas du Ni avec l'acier extra-dur au Cr).

Ainsi sans repolissage ni attaque, on peut déterminer le réseau austénitique, y compris les macles.

- Oxydation sélective (Kohn)

Les échantillons, préalablement polis, sont austénitisés sous vide. Juste à la fin de l'austénitisation, pendant une courte durée, on envoie un jet d'air comprimé.

L'oxydation préférentielle des joints fait apparaître le grain.

- Cassure intergranulaire:

On peut faire l'examen de la cassure de l'acier (brut de trempe); cette cassure intergranulaire passe par les joints du grain d'austénite.

Disons, pour conclure, que la méthode à adopter dépend beaucoup de la nature de l'acier.

Pour notre étude qui concerne un acier hypoeutectoïde, nous avons opéré autrement. Après austénitisation, les échantillons sont refroidis à des vitesses assurant la constitution d'un réseau de ferrite. En effet, sur un fond de perlite, le dépôt d'un liseré de ferrite dessinant le contour du grain austénitique mère permet de

.../...

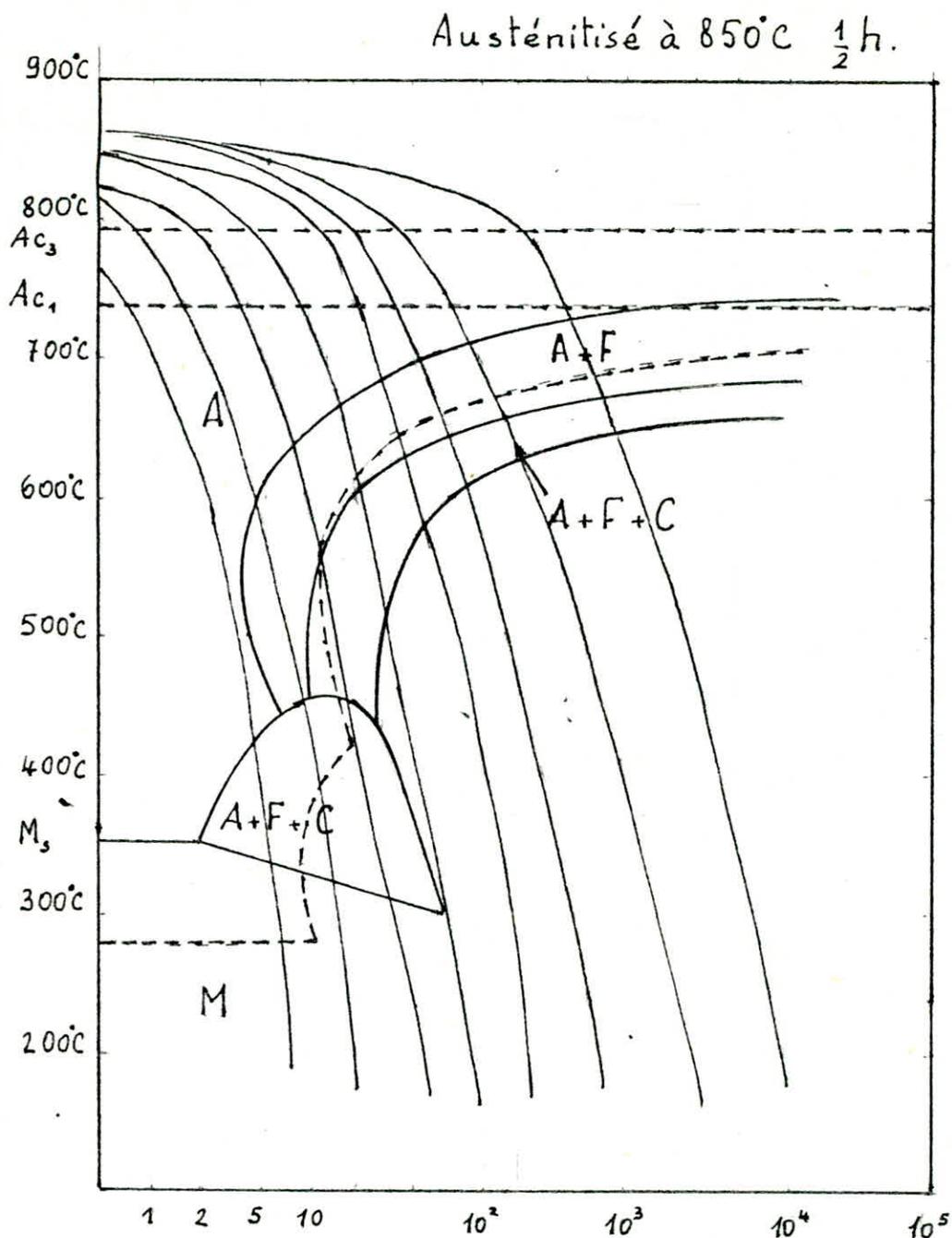


Fig 12. - Diagramme TRC d'un acier (32 M5) de composition voisine de celle du 55A.

La bande hachurée représente les vitesses de refroidissement recherchées dans l'expérience.

décélérer la cristallisation. La vitesse de refroidissement prise est telle que dans le diagramme TRC ( TRANSFORMATION en refroidissement continu ) relatif à l'acier, pour les différentes températures d'austénitisation, on passe à chaque fois par le domaine ferritique. Chose nécessaire pour avoir le liseré de ferrite.(fig.12)

## II 2. Mesure de la grosseur du grain austénitique.

Le grain est mis en évidence par projection, sur le verre dépoli d'un microscope métallographique, d'une surface de l'éprouvette préalablement préparée par une méthode appropriée à l'apparition des joints de grains. On peut utiliser directement cette image ou travailler sur une éprouve photographique de l'image. Cette image étant obtenue, on peut utiliser soit:

- La méthode par comptage: on compte le nombre de grains dénombrables dans une superficie connue et on en déduit le nombre de grains par unité d'aire.
- La méthode par comparaison à des images-types: on compare l'aspect de l'image observée à l'aspect de plusieurs images-types pour chacune desquelles la grosseur du grain a été déterminée.

La détermination de la grosseur de grain ne peut être qu'une estimation car, même si tous les cristaux étaient identiques en taille et en forme, la section des cristaux par la surface plane d'observation montrerait une distribution des surfaces des grains dépendant de l'endroit où le plan observé couperait chaque cristal.

L'indice conventionnel AFNOR de grosseur de grain  $G$  est un nombre sans dimension relié au nombre de grain au  $mm^2$ ,  $m$ , par une relation mathématique:

$$m = 8 \times 2^G.$$

De cette égalité on tire:

$$G = \frac{\log m}{0,301} - 0,3.$$

Cette norme AFNOR ( A 04-102 ) permet l'évaluation de la grosseur de grain par comparaison à des images-types au grossissement 100 ( ce grossissement permet un comptage facile ), dont le numéro correspond à l'indice de grosseur.

L'indice  $G$  varie de -7 à + 17 quand le diamètre moyen d'un grain diminue de 4 mm à 0,0010 mm, c'est-à-dire 10  $\mu m$ .

La norme ASTM, très utilisée à l'étranger pour la mesure de la grosseur de grain, donne des indices qui, en pratique, peuvent être assimilés aux indices AFNOR. En effet l'indice ASTM définit un grain légèrement plus gros que celui qui est défini par la norme AFNOR, mais la différence n'atteint pas le vingtième d'unité d'indice, ce qui est négligeable car l'estimation de la grosseur du grain n'est généralement possible qu'à la demi-unité près, dans les conditions les plus favorables.

.../...

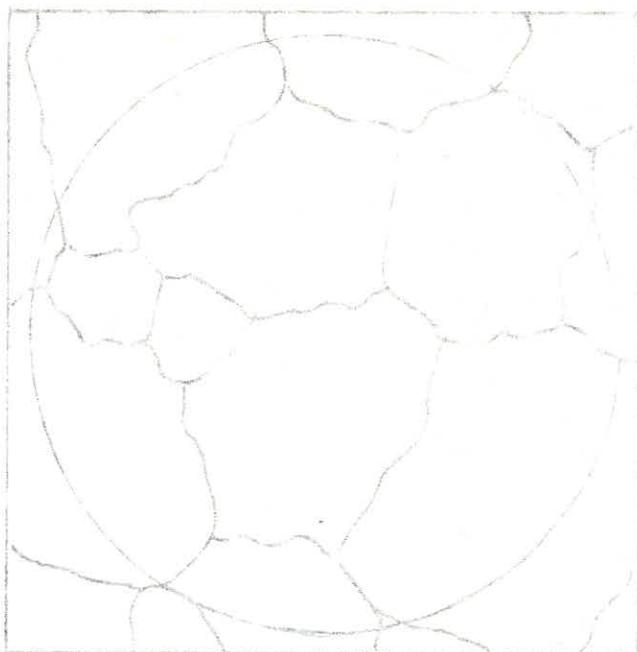


IMAGE-type  
n° I

Indice de grain pour un grossissement de	- 2	- 4	0	3	5	7
	25	50	100	200	400	800

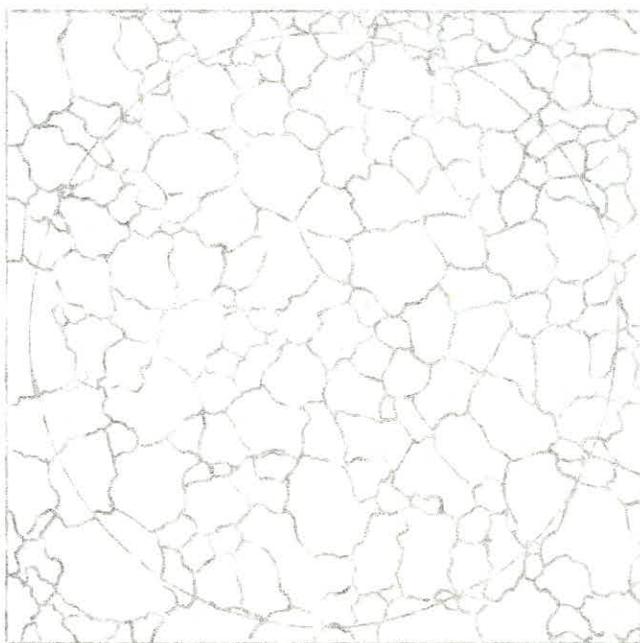


IMAGE-type  
n° V

Indice de grain pour un grossissement de	1	3	5	7	9	14
	25	50	100	200	400	800

Fig 2 - Exemples d'images-types AFNOR. (NF A 04-102).

Les aciers cotés de 1 à 5 sont rangés dans le groupe à grains gros, et, ceux cotés de 6 à 10 dans le groupe à grains fins.

Le tableau placé au bas de chaque image-type donne la correspondance entre l'indice du grain et les principales valeurs du grossissement.

II 3. Mode Opératoire.

II 31. Matériaux.

L'acier sujet de notre étude est élaborée à l'usine sidérurgique d'El-Hadjar à Annaba ( S N S ). Cette nuance d'acier est destinée à la fabrication de tubes sans soudure.

L'échantillon initial a été prélevé sur un tube et se présente sous forme d'un plat d'environ 12 mm d'épaisseur.

Notre acier ( 55 A ) a la composition chimique suivante:

Elément	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr
%	0,27	1,05	0,29	0,021	0,023	0,026	0,032

Elément	Mo	V	Al	Cu	Sn	Hb	Ti
%	0,022	0,015	0,019	0,047	0,006	0,034	0,020

L'échantillon initial est ensuite découpé en petits échantillons d'environ  $1\text{cm}^3$  de volume pour la suite des opérations.

L'examen de la texture de l'acier de départ confirme le traitement qui lui a été appliqué pour l'obtention des tubes, à savoir un laminage à chaud. En effet dans le sens longitudinal, parallèle à l'axe principal du matériau, on observe sur une coupe la présence de structure en bandes. Comme dit précédemment, cette structure provient des microségrégations produites lors de la solidification; ces hétérogénéités chimiques sont étirées en fibrage lors du formage à chaud ( laminage ) et interviennent ensuite dans la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  (voir micrographics 16,15)

II32. Choix des conditions de traitement

Les deux facteurs principaux agissant sur l'austénitisation et la taille du grain sont la température et la durée de maintien.

.../...

Notre étude va ainsi comporter deux parties:

- Une étude isochrone: où en maintenant le temps d'austénitisation, on fait varier la température.
- Une étude isotherme: où on travaille à une seule température, mais en jouant sur le facteur temps.

En pratique pour la première étude, nous avons pris une durée de 20 minutes largement suffisante pour qu'il y ait austénitisation complète de l'échantillon. Les températures de travail sont prises entre 850 °C et 1350 °C, en allant de 50 en 50 degrés; la température de 850 °C est supérieure à Ac<sub>3</sub> :

en effet Ac<sub>3</sub> calculée empiriquement par la formule d'Andrews:

$$Ac_3 = 910 - 203 C - 15,2 Ni - 44,7 Si + 104 V + 31,5 Mo + 13,1 W \\ - 30 Mn - 11 Cr + 20 Cu + 700 P + 400 Al - 120 As + 400 Ti,$$

prend la valeur de 843 °C .

On fait ainsi onze expériences.

Pour la seconde étude, on considère deux températures 1100 °C et 1200 °C choisies selon les résultats de la première étude (dans le domaine du grossissement brutal du grain d'austénite).

Pour chacune de ces températures, on a pris différents temps de maintien, allant de 5 mn à 3 h, en doublant à chaque fois la durée.

Ce qui fait 12 expériences au total.

## II 33. Description du traitement.

### II 331. Traitement d'austénitisation. (fig. 10)

La taille des échantillons a été choisie de façon à limiter les effets de la décarburation superficielle, obligatoire vu que l'atmosphère du four de traitement n'est pas contrôlable.

L'échantillon à traiter est mis à l'intérieur du four qui se trouve déjà à la température d'austénitisation. Le four utilisé est du type HERAEUS à chambre. Le chauffage de l'échantillon se fait selon les valeurs des paramètres température et temps fixés par l'étude (isotherme ou isochrone) .../...

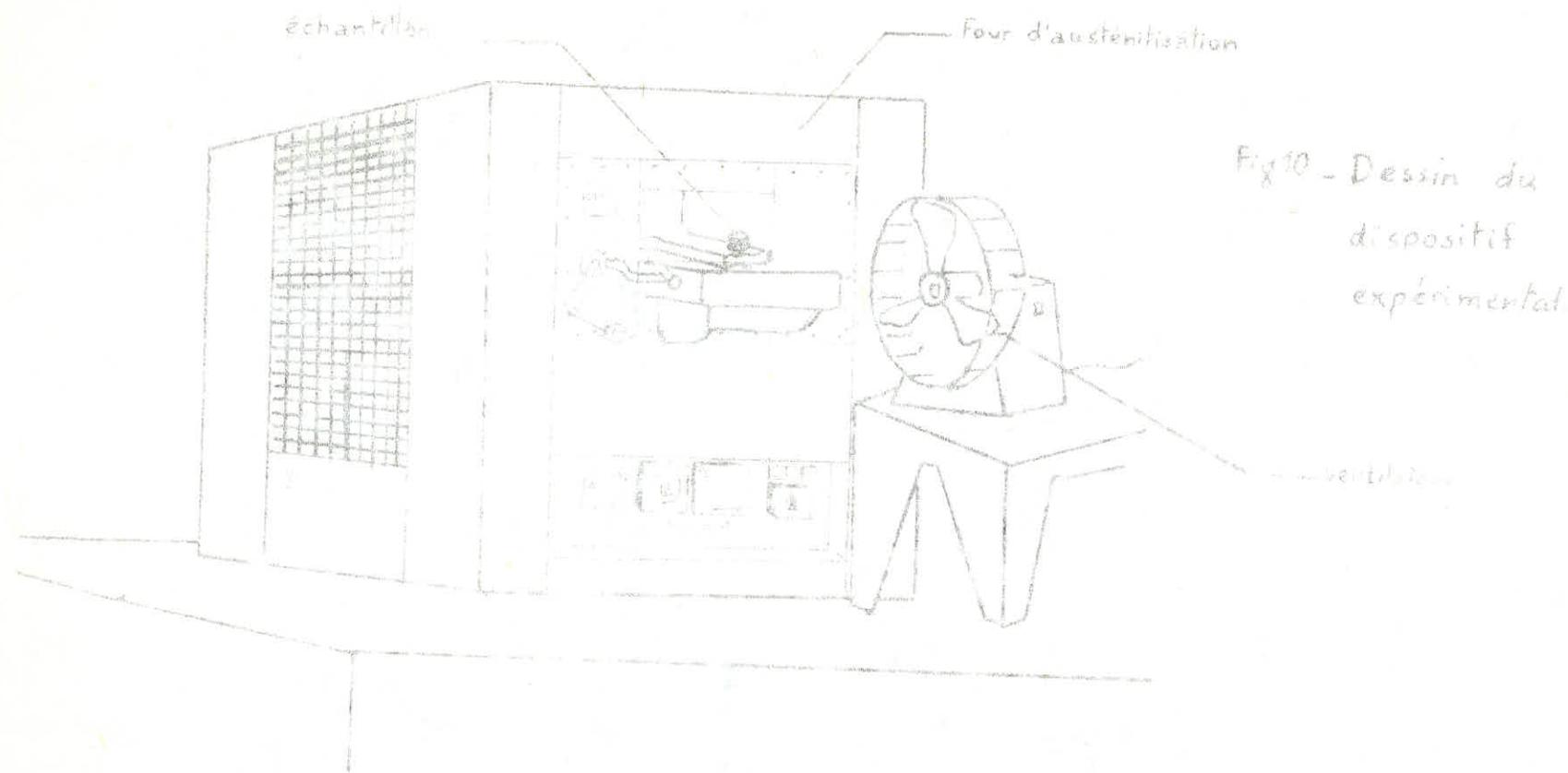


Fig 10 - Dessin du  
dispositif  
expérimental

L'échantillon d'acier, après austénitisation, est placé à la porte du four ouvert. Il refroidit sous l'action combinée de l'air chaud (four) et de l'air frais (ventilateur).

Le refroidissement de l'échantillon est une étape de grande importance pour pouvoir aboutir à la structure voulue, c'est-à-dire un liseré de ferrite dessinant le contour des grains.

En se basant sur le diagramme TRC, nous avons déterminé la bande de vitesses de refroidissement nécessaires pour se trouver dans le domaine structural voulu. Les vitesses doivent être comprises entre 5 et 10°C/s.

Pour cela un dispositif de ventilation (ventilateur à triple vitesse) est mis juste en face de la porte du four. A la fin du chauffage, on ouvre la porte du four, puis on ramène l'échantillon depuis l'intérieur du four vers la porte. L'échantillon est alors refroidi par le courant d'air tiède (résultat du courant froid de l'air ambiant provenant du ventilateur et du courant chaud provenant du four).

La vitesse de refroidissement a été préalablement établie par lecture de la tension d'un thermocouple-mis exactement à la place de l'échantillon lors de la phase de refroidissement- en fonction du temps.

Le refroidissement se déroule pendant un temps suffisant pour passer, dans le diagramme TRC, par les différents domaines voulus. Ce temps est de 2 à 3 minutes.

L'échantillon est ensuite refroidi jusqu'à la température ambiante par exposition directe au ventilateur.

## II 332. Préparation des éprouvettes micrographiques.

Après traitement, l'échantillon est nettoyé de la calamine qui s'est formée à sa surface.

Puis un tronçonnage de l'échantillon est fait de telle façon à pouvoir observer toujours la même face par rapport à l'axe principal du matériau, c'est-à-dire dans le sens transversal. D'autre part, on évite le problème ainsi inévitable de l'oxydation et le décarburation.

.../...

L'échantillon est ensuite enrobé dans une résine polymérisable à chaud. Notons que la température de chauffage de la résine est insuffisante pour provoquer un revenu de l'acier.

L'examen métallographique nécessite une surface polie spéculairement.

Pour cela l'échantillon est passé successivement sur différents papiers dont les grains ont une finesse décroissante: 120, 320, 600 et 1000. Le polissage s'y fait sous l'eau.

Pour le finissage, on utilise de la pâte diamantée 0,3 et 1  $\mu$ .

Entre les différents stades de polissage, toutes les particules solides retenues par le métal sont éliminées par nettoyage de l'échantillon aux ultrasons.

L'attaque chimique est faite au nital 4% ( 4ml d'acide nitrique  $HNO_3$  - 100 ml d'éthanol  $C_2H_5OH$  ). La cémentite, plus dure que la ferrite, demeure en relief alors que la ferrite est attaquée profondément. La perlite apparait sous forme de plages grises plus ou moins teintées. L'attaque est faite à la température ambiante, pendant une dizaine de secondes.

### II 333. Mesure de la grosseur de grain.

Les mesures de grosseur ont été faites à l'unité de la SONACOME de Rouiba, par comparaison à des images-types au grossissement 100.

### II 334. Mesure de la dureté.

Pour corroborer l'étude de l'évolution de la taille du grain d'austénite en fonction du traitement de haute température, nous avons procédé à des essais de dureté sur des échantillons ayant subi exactement les mêmes conditions d'austénitisation mais qui ont été trempés énergiquement à l'eau.

Ainsi c'est la dureté de la martensite qui sera étudiée.

Les essais sont faits à la SONACOME de Rouiba toujours, et c'est la dureté Vickers que l'on a mesuré. Les charges appliquées sont de 50 daN, pendant la durée normale de 15<sup>e</sup>. secondes.

Auparavant les échantillons après trempe, sont sciés en deux, de la même façon que pour les premiers non trempés, puis enrobés, polis car une surface lisse et plane est

.../...

nécessaire pour l'essai, et de plus, la face opposée doit être parallèle  
à la face soumise aux mesures.

C h a p i t r e I I I

Résultats et Discussions.

III Résultats et discussions.

III 1. Evolution de la taille du grain en fonction des conditions d'austénitisation.

III 1.1. Etude isochrone.

Après maintien pendant 20 minutes depuis la température de 850 °C jusqu'à 1350 °C, les résultats obtenus sont les suivants.

Tableau I (courbe I)

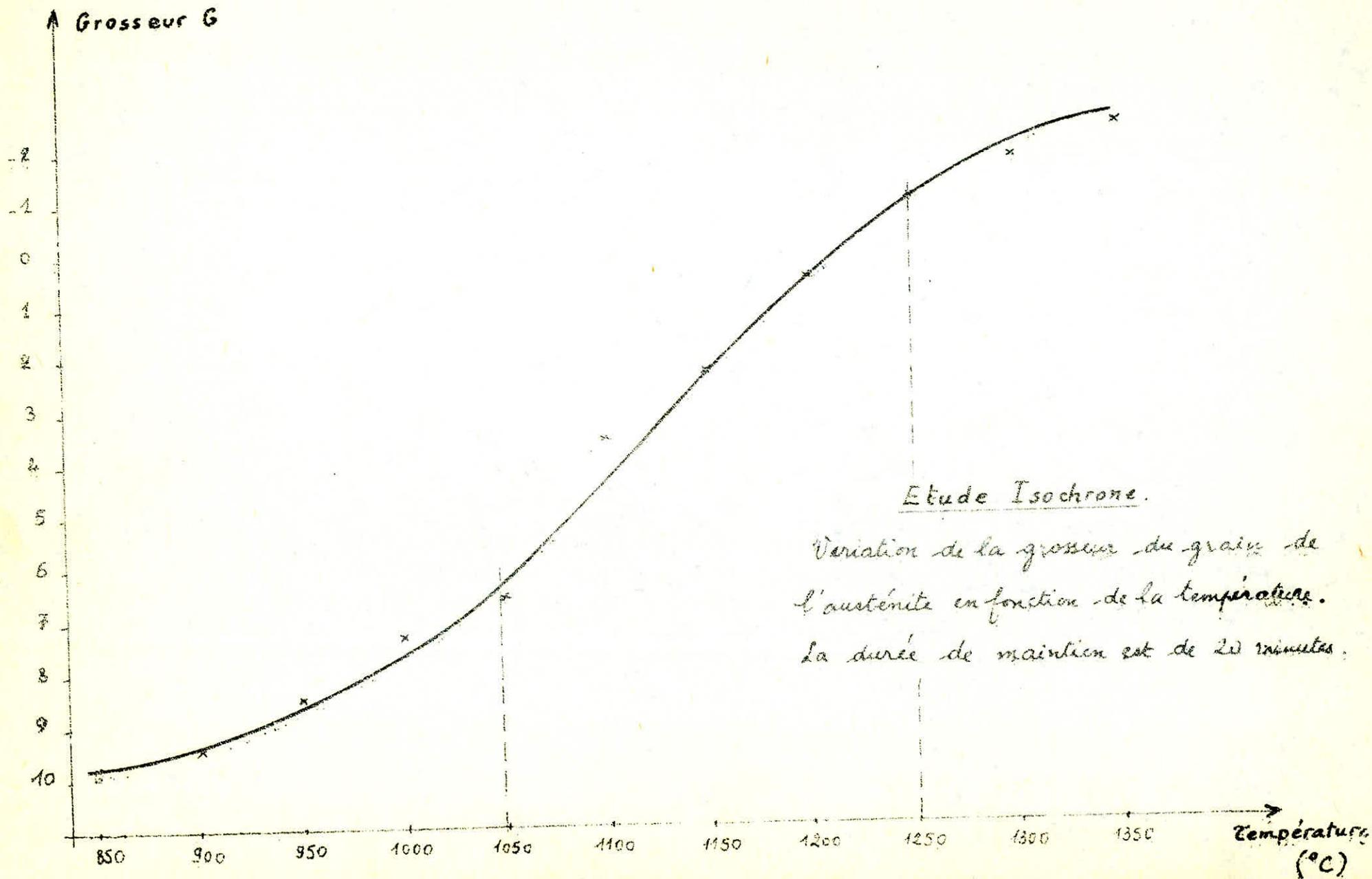
Température ( °C)	Grosseurs								grosseur moyenne G
	G1	G2	G3	G4	G5	G6	G7	G8	
850	9	10	9	10	10	10	10	10	~ 10
900	10	10	9	10	9	9	10	9	9-10
950	9	8	10	8	8	8	7	8	8
1000	7	7	8	7	8	8	7	8	7-8
1050	6	6	6	8	7	7	6	7	6-7
1100	3	4	4	3	4	3	4	3	3-4
1150	3	2	2	2	3	2	3	2	2
1200	1	0	1	2	0	1	0	1	0-1
1250	-1	-1	-1	-1	0	-1	-1	-1	- 1
1300	-1	-1	-2	-2	-2	-2	-1	-2	-1, - 2
1350	-2	-2	-3	-2	-2	-2	-2	-3	- 2

La courbe obtenue est une courbe sigmoïde classique entre 1050 et 1250°C,

la croissance de la taille du grain est rapide (micrographies 1;2,3,4,5)

.../...

courbe I



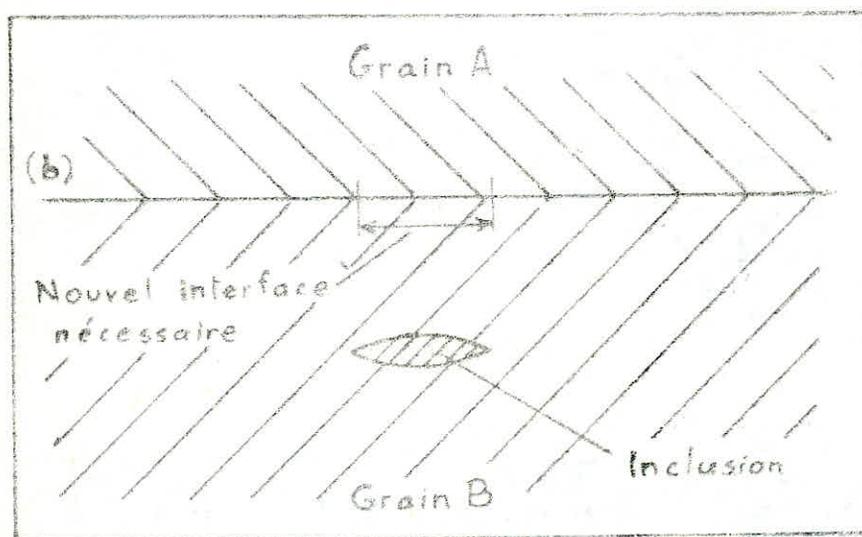
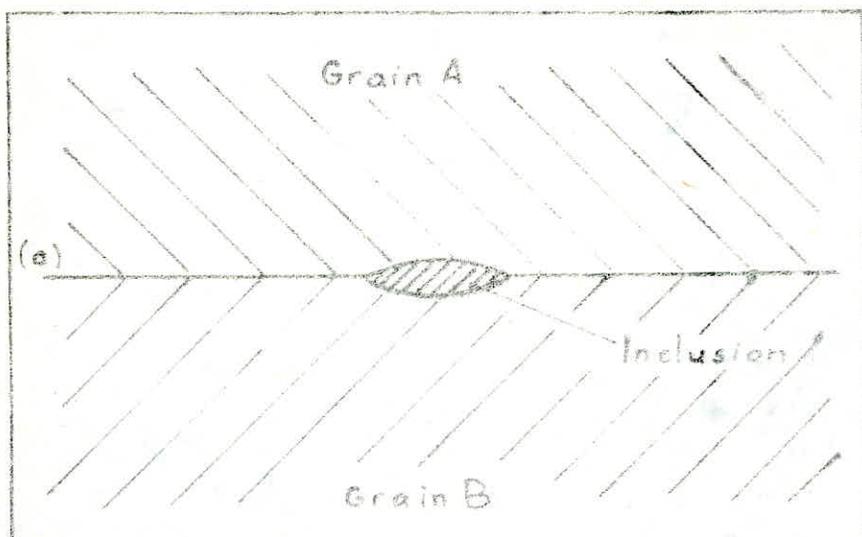


Fig 11 - Représentation schématique d'un joint de grain sur détachant d'une inclusion. Comme il est nécessaire de fournir une certaine énergie, généralement grâce aux fluctuations thermiques, pour former le nouvel interface, le joint peut éprouver beaucoup de difficulté à se libérer. (d'après C.S. SMITH).

Le grain austénitique subit un grossissement progressif et lent jusqu'à la température de 1050 °C. A partir de cette température survient un grossissement brutal qui s'atténue à la température de 1250 °C, pour évoluer de façon lente par la suite.

Notons que dans la première phase du grossissement, le grain est fin. Dans le domaine d'accroissement sensible de la taille des grains, on rencontre des grains mixtes. Dans la troisième phase, le grain est vraiment gros à très gros ( jusqu'à une grosseur AFNOR de -2 ).

On voit donc que le grain initial de notre acier est fin. Le grossissement brutal correspond en fait à la mise en solution de tous les précipités et donc l'homogénéisation de l'austénite. Dans la troisième phase, l'élévation de température uniformise la grosseur de grain et le métal n'est constitué que par des gros grains.

C'est surtout la présence de l'aluminium, en teneur de 0,019 % qui a influé sur le mode de grossissement du grain. En effet, le nitrure d'aluminium ancre les joints austénitiques, sous forme de particules insolubles, jusqu'à ce qu'on atteigne une température de dissolution brutale, ici de 1050 °C.

Pour comprendre l'efficacité des inclusions dans l'ancrage des joints de grains, on fait appel à la notion d'énergie interfaciale. Chaque joint possède une énergie superficielle caractéristique. Pour dissocier un joint d'une particule, il faut apporter l'énergie requise pour former une nouvelle surface de joint. Cette énergie provient des fluctuations thermiques; il faut donc atteindre des températures élevées pour entraîner la migration des joints. (fig.11)

Par ailleurs, les éléments carburigènes (Mn, Cr, Mo, V, Nb, Ti) retardent l'homogénéisation de l'austénite et par suite, le grossissement du grain. Pour revenir à la grosseur initiale de l'acier, elle est également due à l'aluminium: il y a formation de nitrure Al N à l'état solide, sa

.../...

coalescence est presque impossible par suite de la faible diffusion de l'aluminium.

III 12. Etude isotherme.

D'après la courbe isochrone, nous avons défini les températures de l'étude isotherme. Les températures choisies pour les traitements de durées croissantes sont 1100 °C et 1200 °C.

Les résultats obtenus sont groupés dans les tableaux II et III.

Tableau II ; température 1100 °C .(courbe II)

Temps (mn)	grosseurs								grosseur moyenne
	G <sub>1</sub>	G <sub>2</sub>	G <sub>3</sub>	G <sub>4</sub>	G <sub>5</sub>	G <sub>6</sub>	G <sub>7</sub>	G <sub>8</sub>	
5	5	5	4	5	4	5	5	5	5
10	4	4	3	4	3	4	4	4	3-4
20	4	3	3	4	4	3	3	3	3-4
45	3	3	3	3	3	3	3	3	3
90	2	2	3	2	2	2	2	2	2
180	2	2	1	2	2	1	2	2	2

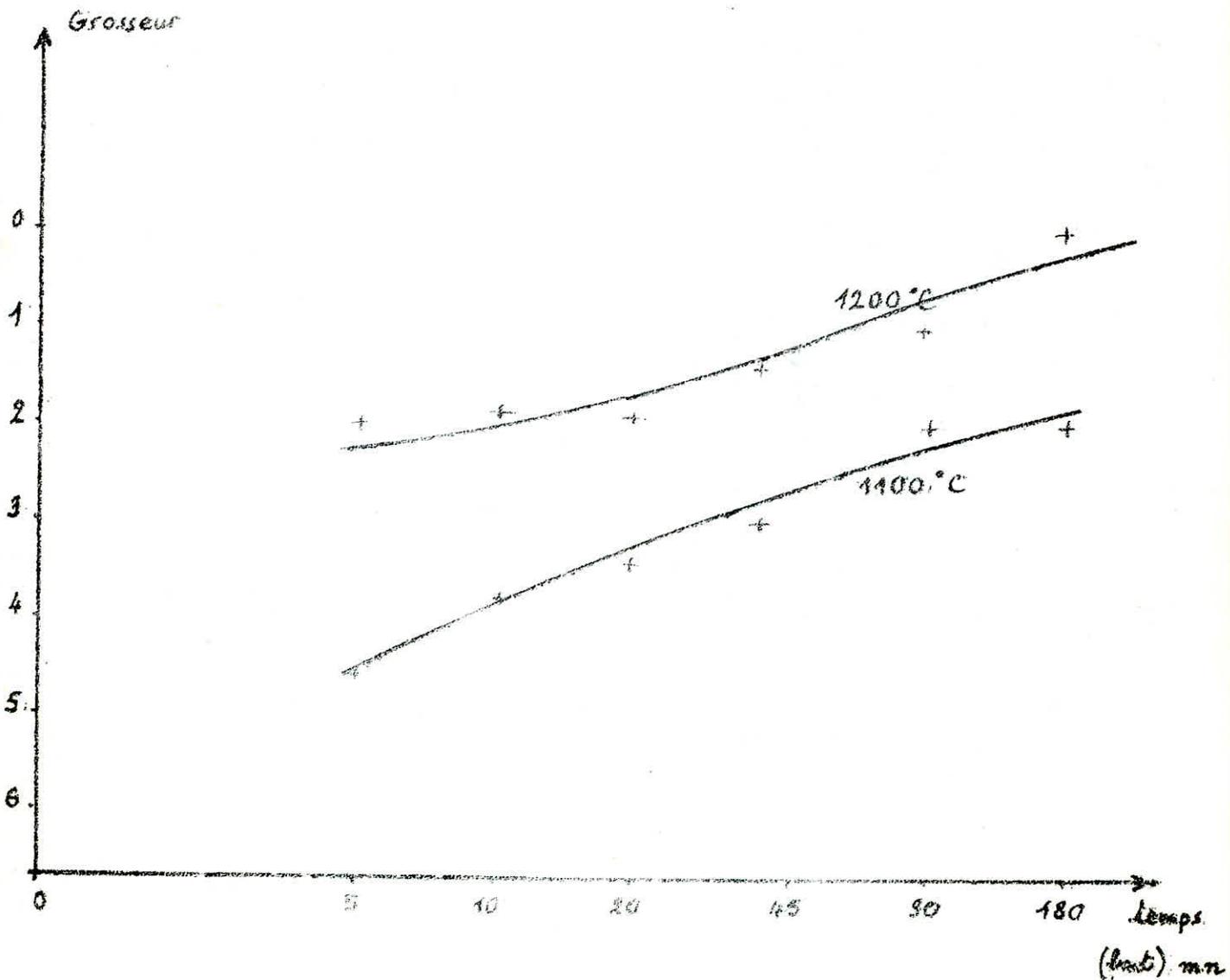
Tableau III: température 1200 °C. (courbe II)

Temps (mn)	grosseurs								grosseur moyenne
	G <sub>1</sub>	G <sub>2</sub>	G <sub>3</sub>	G <sub>4</sub>	G <sub>5</sub>	G <sub>6</sub>	G <sub>7</sub>	G <sub>8</sub>	
5	2	2	2	3	2	2	2	3	2
10	2	2	1	2	1	2	2	2	2
20	2	2	2	2	1	1	2	2	1-2
45	1	1	2	1	2	2	1	1	1-2
90	1	1	1	1	2	1	1	1	1
180	0	0	1	0	0	0	0	0	0

.../...

Etude Isotherme

Variation de la grosseur du grain  
en fonction de la durée de maintien.



Nous avons tracé les courbes grosseur du grain-log<sup>t</sup>(temps en minutes).  
Ces courbes sont quasi-linéaires.

On remarque que, globalement, les grosseurs de grain obtenues après austénitisation à 1200 °C sont supérieures à celles obtenues à 1100 °C.

Mais pour une température, on ne note pas un grossissement excessif en doublant la durée de maintien. (voir micrographies 6,7,8)

Le maintien progressif durant l'austénitisation permet la mise en solution progressive des carbures et précipités dans l'austénite, donc une homogénéisation de celle-ci et ensuite un grossissement du grain austénitique.

De plus, on voit que la grosseur de grain ne tend vers des valeurs asymptotiques que pour des durées de plus en plus longues quand la température de maintien croît.

( on se trouve au début de l'évolution exponentielle de la grosseur

$$S = k t^n = k e^{n \ln t} ).$$

Conclusion sur les deux études.

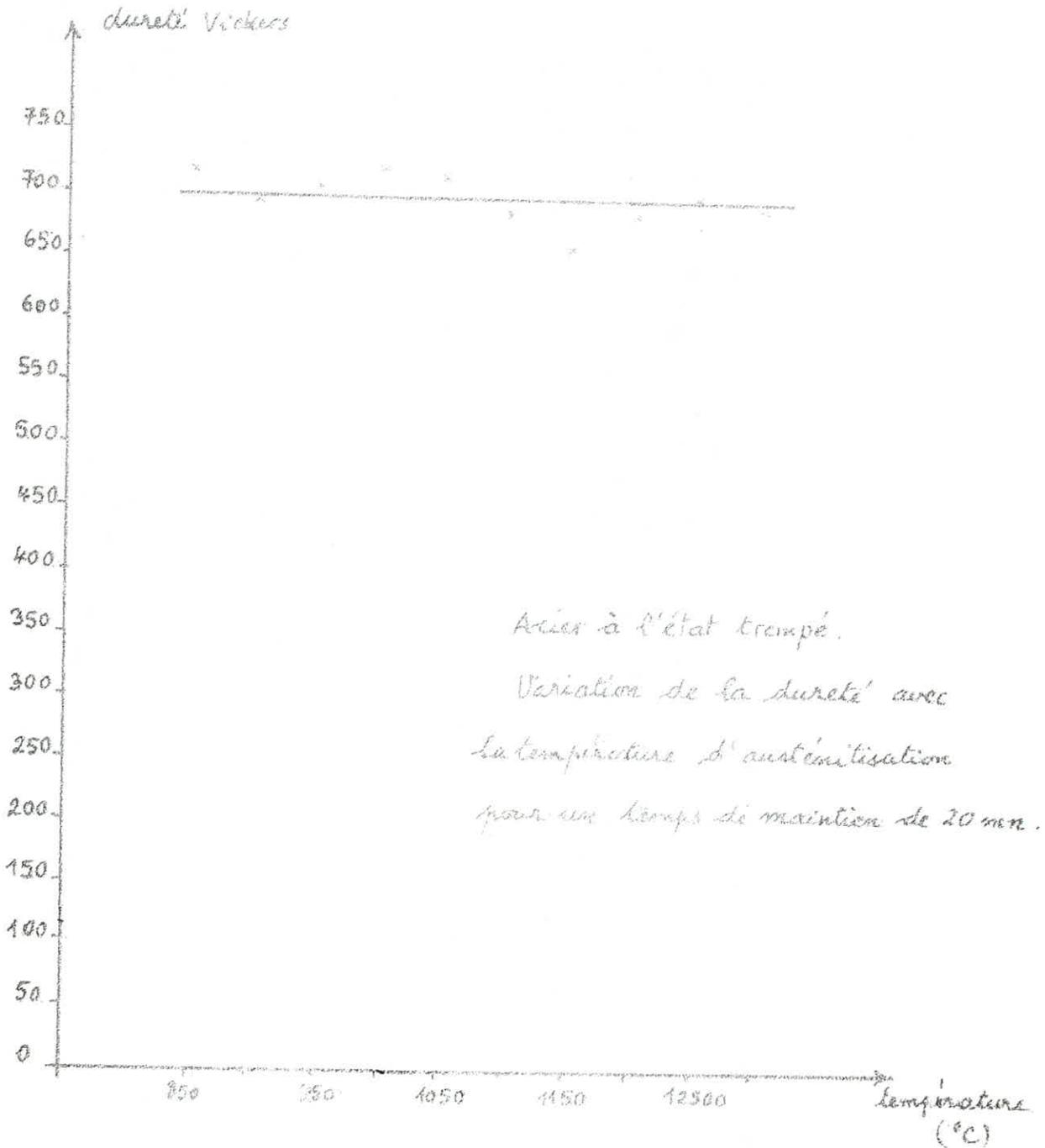
Les facteurs température et temps, conditionnant l'austénitisation agissant d'une façon équivalente sur la grosseur du grain. On remarque également l'importance de la composition chimique de l'acier, les éléments d'alliage peuvent contribuer à la croissance du grain ou l'inhiber, en diffusant rapidement dans l'austénite ou, au contraire, en retardant son homogénéisation. De même le mode d'élaboration induit l'aptitude au grossissement du grain de l'acier, selon que celui-ci est désoxydé ou non. On aura un grossissement progressif, ou un grossissement brutal après un certain intervalle de conservation de la grosseur initiale du grain.

### III 2. Essais complémentaires.

Des essais mécaniques de dureté Vickers ont été entrepris sur des échantillons austénitisés puis trempés à l'eau.

.../...

courbe III



Les résultats sont les suivants ( courbe III ):

étude isochrone ( maintien pendant 20 mn ).

Température °C	850	900	950	1000	1050	1100	1150	1200	1250	1300
dureté Vickers moyenne	716	695	705	721	713	680	654	683	697	687

La variation de la dureté est donc contenue dans une bande mince (720-680) Hv.

On peut dire que la dureté est pratiquement constante sur tout le long des températures pour une même durée de maintien.

De plus cette valeur constante de la dureté, correspond au maximum de durcissement obtenu lorsque l'homogénéisation de l'austénite est achevée.

### III 3. Comparaison avec une autre nuance d'acier, influence de la composition chimique.

Nous avons voulu faire ressortir l'un des facteurs primordiaux dans le phénomène du grossissement du grain austénitique, à savoir la composition chimique. Pour cela, une étude analogue portant sur un acier également élaboré à la SNS d'El-Hadjar est menée conjointement.

La composition de cet acier (110 F) est la suivante:

Elément	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr
%	0,31	1,215	0,26	0,0175	0,019	0,023	0,57

Elément	Mo	V	Al	Cu	Su	Nb	Ti
%	0,00	0,032	0,0255	0,044	0,005	0,035	0,013

Si le pourcentage de carbone est le même, par contre la teneur en Cr est nettement plus élevée dans cet acier. On y note également plus

.../...

d'éléments dispersoïdes ( Al, Nb et V ) et globalement une plus grande teneur en éléments carburigènes ( Mn, Cr, Mo, V, Ti et Nb ).

L'étude isochrone a été dans les mêmes conditions de températures et de durée de maintien.

La température choisie pour le premier essai, 850 °C, sied bien à cet acier également, car on se trouve dans le domaine austénitique: en effet, la température de  $Ac_3$  calculée empiriquement par la formule d'Andrews donne une valeur de 824 °C. Alors que pour l'acier 55 A,  $Ac_3$  vaut 843 °C.

La différence dans l'expérience se situe au niveau du refroidissement, où il s'est avéré qu'un refroidissement un peu plus rapide de l'échantillon était nécessaire pour obtenir la structure voulue, c'est-à-dire de la ferrite dessinant le contour du grain.

Pour l'étude isotherme, le choix des températures, selon les mêmes critères que pour l'acier 55 A a donné deux autres températures (1250 °C et 1300 °C).

#### Interprétation des résultats. (courbe III)

L'acier 110 F présente la même allure d'évolution de la grosseur du grain en fonction de la température d'austénitisation ( voir courbe IV ), pour une même durée de traitement . Seulement, cette fois-ci, le grossissement brutal n'intervient que plus tard( de 200 °C environ), après un grossissement progressif du grain austénitique.

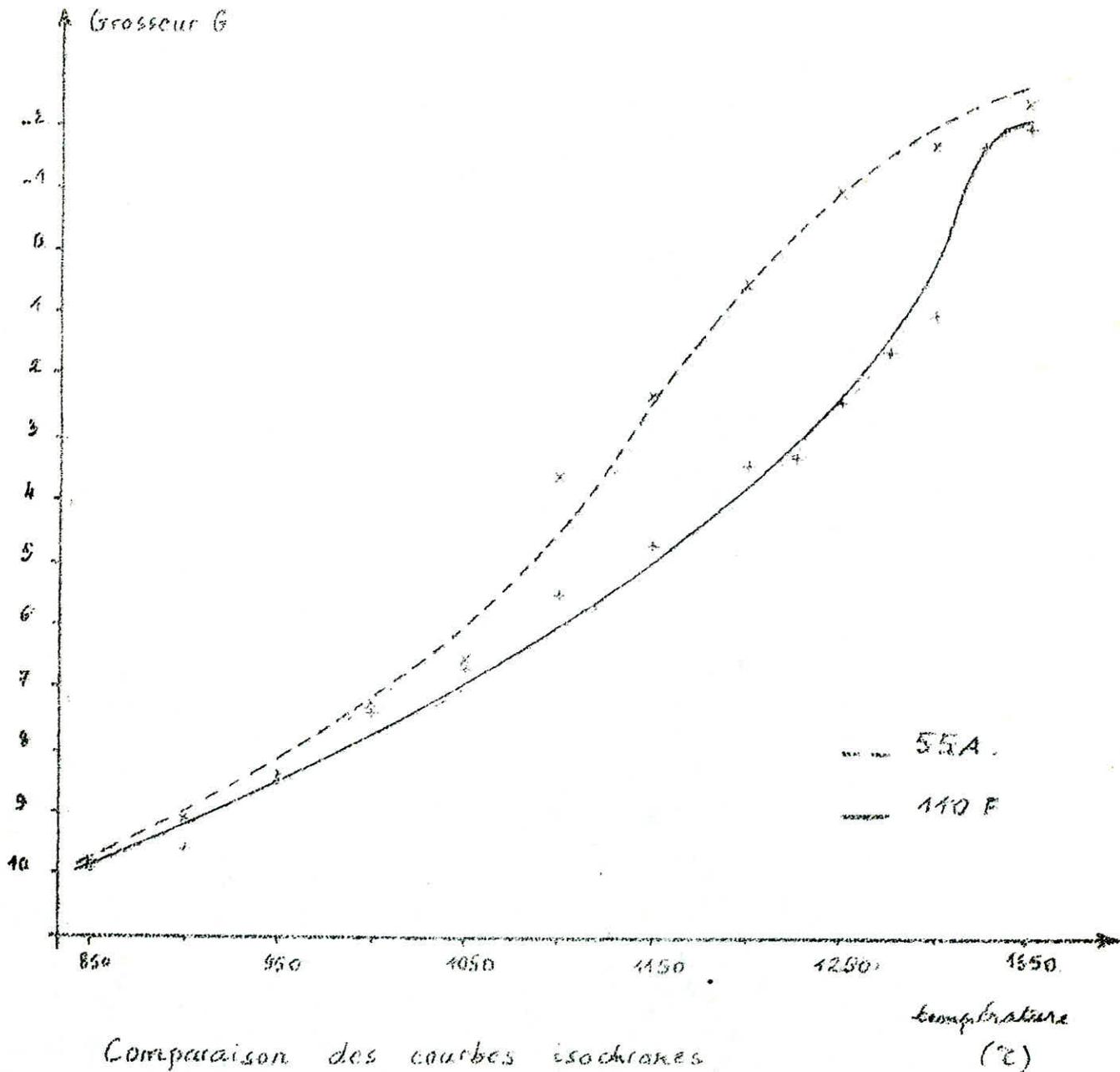
L'intervalle sensible se poursuit par un grossissement plus atténué, aux hautes températures.

Cette allure s'explique par la plus grande teneur en éléments dispersoïdes ( Al, Nb, V ) qui retardent la croissance du grain à cause de leur dispersion fine dans l'austénite. Elle s'explique également par le retard à l'homogénéisation dû à la dissolution d'une plus grande quantité de carbures.

Il faut aller jusqu'à 1225 °C pour observer l'évolution nette vers de grandes valeurs de taille du grain.

.../...

courbe IV



Comparaison des courbes isochrones  
 $G = f(\text{température})$  des aciers 55A et 110F.

III 4. Micrographies:

Les vues micrographiques ont été effectuées à la SONACOME de Rouiba.

Elles sont regroupées à la fin de l'ouvrage, où elles y sont commentées.

## C o n c l u s i o n

Par son influence sur les propriétés de l'acier, la taille des grains <sup>méca niques</sup> de l'austénite revêt une importance particulière, elle-même étant fonction du traitement appliqué à l'acier, surtout à haute température.

Le mécanisme du grossissement du grain, qui contrôle son évolution est sensible à la structure micrographique des phases.

L'étude présente a permis de déterminer l'aptitude au grossissement du grain de l'acier 55 A.

Nous avons fait varier successivement les paramètres température et temps de maintien.

L'échantillon d'acier est chauffé dans les conditions de température et de temps définies à l'avance, puis refroidi à une vitesse telle que l'on puisse avoir, sur la microstructure, d'un liseré de ferrite dessinant le contour du grain.

La grosseur du grain est déterminée alors par comparaison avec des images-types au grossissement 100.

Nous avons vu, dans l'étude isochrone, que le grain après une évolution lente au dessus de  $A_{c3}$ , subissait un grossissement brutal entre  $1050^{\circ}\text{C}$  et  $1250^{\circ}\text{C}$ , consécutif à la mise en solution de tous les précipités qui gênaient la croissance du grain par leur dispersion dans l'austénite.

Ces résultats sont en accord avec ceux de Bain et Paxton (bib. 6)

L'étude menée conjointement sur un autre acier (110 F, élaboré aussi à la SMS), confirme d'ailleurs nos résultats dans la mesure où le grossissement du grain de l'acier n'intervient qu'à bien plus haute température, celui-ci ayant bien plus d'éléments dispersoïdes et carburigènes.

Nous avons effectué des essais complémentaires de dureté sur des échantillons ayant subi les mêmes traitements d'austénitisation, mais qui ont été trempés à l'eau.

.../...

Nous avons vu alors que la pleine capacité de durcissement par trempe a été obtenue lorsque l'austénite est devenue homogène, la dureté gardant ensuite une valeur constante.

Il n'existe généralement pas d'équations de base, pour traiter théoriquement dans son ensemble l'étude des mécanismes structuraux intervenant sur les propriétés, les paramètres et les mécanismes étant trop nombreux. Néanmoins, le support de certaines équations est parfois une aide appréciable pour prévoir le sens de variation des propriétés, leur ordre de grandeur mais rarement leur valeur précise. Tel est le cas de la loi de Hall-Petch, montrant le rôle de la taille du grain sur la limite d'élasticité.

Dans l'étude isotherme, la croissance du grain est quasi-linéaire en fonction du logarithme du temps. On est au début de l'évolution exponentielle de la grosseur ( $S = k t^n = k e^{n \ln t}$ ). Il faudrait attendre assez longtemps pour voir évoluer notablement la taille du grain.

En conclusion, on peut dire que cette étude est perfectible, par application d'une méthode de mise en évidence du grain austénitique plus précise et plus sûre, par oxydation ménagée sélective par exemple.

De plus des essais de résilience et de traction apporteront des renseignements meilleurs sur le comportement de l'acier après traitement, et permettront ainsi de délimiter le domaine de travail à haute température.

Le travail que nous venons d'accomplir, consiste surtout en un test de contrôle d'un des aciers élaborés par la SMS et utilisé dans la construction de tubes.

Il avait pour objectif un complément de formation, tant au point de vue travail au laboratoire que recherche bibliographique.

Bibliographie.

- 1- Revue du traitement thermique. Série d'articles sur " les principes de base du traitement thermique des aciers " No 150, 151, 152, 154.
- 2- Techniques de l'Ingénieur - M4, transformations dans les aciers M 1115, M 1116.
- 3- I. LAKHTINE . Métallographie et traitements thermiques des métaux.
- 4- A. de SY et VIDTS . Métallurgie structurale.
- 5- H. de LEIRIS tome II . Fers, Aciers et Fontes.
- 6- E.C. BAIN et H.W. PAYTON . Les éléments d'addition dans l'acier.
- 7- G. de SMET. La pratique des traitements thermiques des métaux industriels.
- 8- A. ROOS . Précis de métallographie appliquée.
- 9 - C. CHAUSSIN et G. HILLY . métallurgie, tome I. Alliages métalliques.
- 10- J. LIENON et R. MAILLEBUAU. Métaux ferreux.
- 11- J. BENARD, A. MICHEL, J. PHILIBERT et J. TALBOT. La métallurgie générale.
- 12- C. BOUCHY et F. COBIN. 1. Métallurgie structurale.
- 13- DI FERRI METALLOGRAPHIA. tome I.
- 14- L. COLOMBIER. Métallurgie du fer.
- 15- POKORNY. Album de métallographie.
- 16- S.G. GORELIV. Recrystallization in metals and alloys.
- 17- Revue de la métallurgie. No 2 - 54.
- 18- Mémoires Scientifiques de la métallurgie. No 2 - 68 et 10- 70.
- 19- G. VIGNERON. Méthodes de mise en évidence du grain gamma.

Mémoire pour le diplôme d'ingénieur métallurgiste D.P.E.

A n n e r e

## Micrographies.

- 1,2,3,4,5. Evolution isochrone de la taille du grain austénitique.
- 6,7,8. Evolution isotherme de la taille du grain austénitique.
- 9,10,11. Evolution de la structure de la martensite pour des échantillons trempés après austénitisation.

La structure martensitique apparait composée d'aiguilles enchevêtrées, qui épousent des plans cristallographiques définis. Pour un grain austénitique fin, les aiguilles sont courtes et fines. Les gros grains donnent une structure à aiguilles grossières.

- 12. Structure de Widmanstätten.

Réseau et aiguilles blanches de ferrite découpant le fond gris de perlite fine.

Les aiguilles suivent certaines orientation définies. Ces orientations sont différentes d'un grain à l'autre.

Une telle structure, due à la faible diffusibilité du carbone, apparait lorsque le grain de départ est gros et le refroidissement assez rapide (c'est un refroidissement anisotherme; la transformation ferritique est alors suivie d'une transformation perlitique).

- 13. Structure d'équilibre (  $1250^{\circ}\text{C}$  pendant 20 mn - refroidissement dans le four).

La structure est constituée de plages de perlite entourées de zones ferritiques blanches. Toute l'austénite s'est transformée dans la zone ferrite-perlite du diagramme anisotherme.

La ferrite libre déposée lentement entre  $A_{r3}$  et  $A_{r1}$  est granulaire. Le carbone en solution solide dans l'austénite a eu le temps de se rassembler en certains points, par diffusion, pour donner les amas perlitiques noirs, au passage du point  $A_{r1}$ .

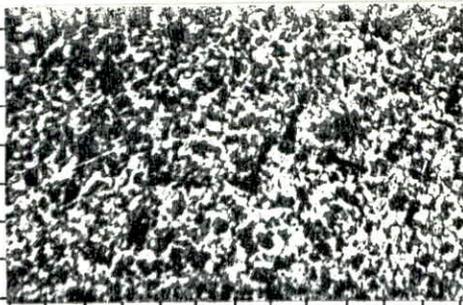
.../...

- 14. Structure en bande.

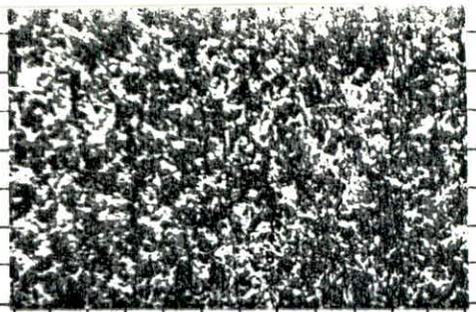
Pendant le refroidissement lent les fibres ségrégés se transforment les premières en ferrite et chassent le carbone dans les fibres moins ségrégés qui sont encore à l'état austénitique.

- 15. Sens travers. ( on note la régularité du grain).
- 16. Structure décarburrée.

On note l'existence d'une bande blanche ferritique et, vers l'intérieur, une zone noire perlitique.



1.  $T = 850^{\circ}\text{C}$  x100  
Grosseur 9-10



2.  $T = 950^{\circ}\text{C}$  x100  
Grosseur 8



3.  $T = 1150^{\circ}\text{C}$  x100  
Grosseur 2

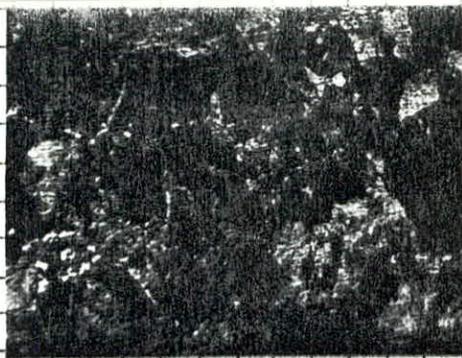


4.  $T = 1250^{\circ}\text{C}$  x100  
Grosseur -1

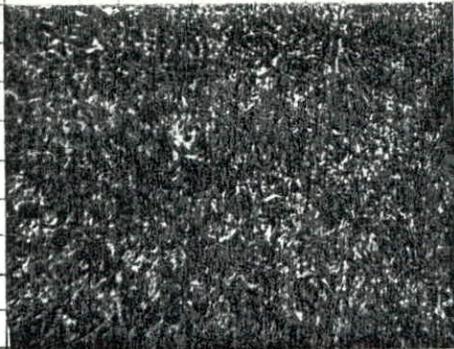


5.  $T = 1350^{\circ}\text{C}$  Grosseur -2 x100

Evolution isochrone de la grosseur du grain austénitique  $t = 20\text{mn}$ .



6.  $t = 10 \text{ mn}$  x100  
Grosseur 9.



9.  $T = 900^\circ\text{C}$  x500



7.  $t = 20 \text{ mn}$  x100  
Grosseur 1-2.



10.  $T = 1100^\circ\text{C}$  x500



8.  $t = 45 \text{ mn}$  x100.  
Grosseur 1.



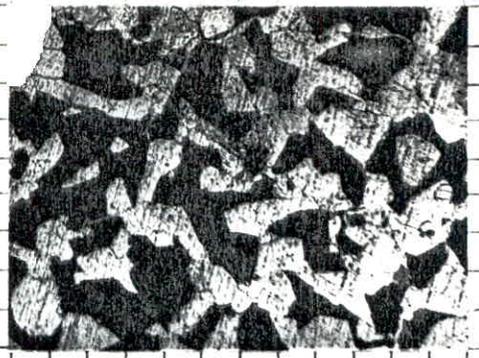
11.  $T = 1250^\circ\text{C}$  x500

Evolution isotherme de  
la grosseur de grain de  
l'austénite.  $T = 1200^\circ\text{C}$ .

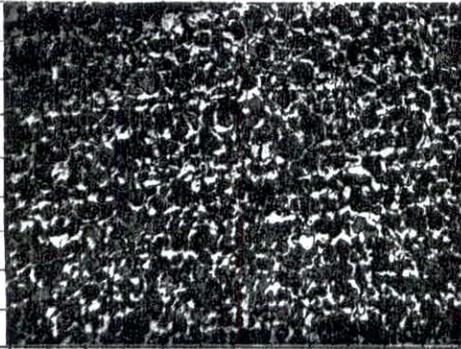
Evolution isochrone  
de la martensite  
 $t = 20 \text{ mn}$



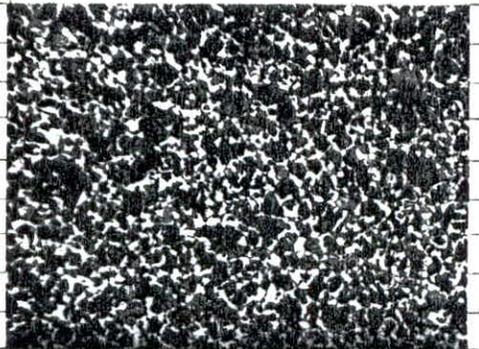
12. Structure de  
Widmanstätten. x500  
(1100°C - 20 mn)



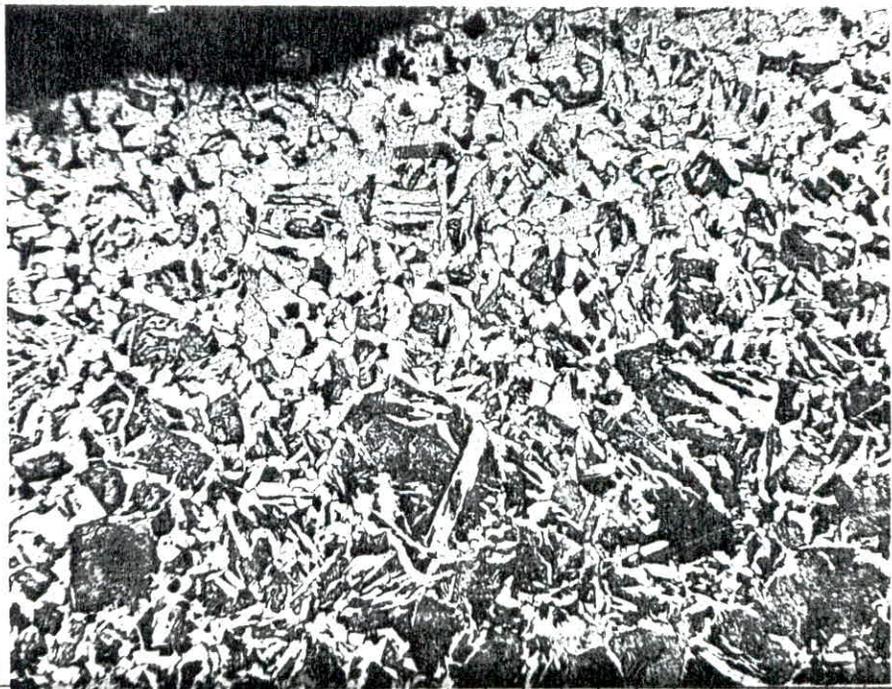
13. Structure d'équilibre  
x100



14. Structure en bande  
sens long de la structure  
de départ. x100



15. Sens travers de la  
structure de départ.  
x100



16. Structure de décarburation  
x250.  
(1000°C - 20 mn)

