

2/82

MINISTERE DE L'ENSEGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

.....

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

.....

DEPARTEMENT MINES ET METALLURGIE

الكلية الوطنية للعلوم الهندسية
.....

PROJET
DE FIN D'ETUDES
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
BIBLIOTHEQUE

determination des courbes de
Transformation en
Refroidissement
Continu
d'un acier à 0,380 % de carbone
et 1,825 % de manganèse

Proposé et dirigé par : BERNARD SCHMITT

Etudié par : BOUABDALLAH MABROUK

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

oooooooooooooooooooo

Je ne saurais présenter ce travail sans exprimer mes remerciements à toutes les personnes qui y ont contribué.

Mes remerciements vont particulièrement à :

- M. GUERRAK , chef du département Mines et Métallurgie.
- M. SCHMITT , mon professeur et promoteur.
- M. DESCHAMPS , qui nous a beaucoup aidé dans l'étude aux RX, ainsi que tous les autres enseignants, Mmes BIALON, METZLER et WESTFAL, MM. MAACHE , MENAS, MAZANEK, KALISKI, SALHI, SATHYARAJ , SLUCHTKIEWITCH , TAVERNIERE et ZMUDA .

- M. KOUADRIA et l'ensemble du personnel du laboratoire de la SONACOME de ROUIBA.

Ces remerciements seraient incomplets ci je ne citais pas le personnel du département, en l'occurrence, MM. DOUADI, TOUATI, BOUZEGHRANE et KHABABA .

Merci aussi à tous les amis qui m'ont soutenu durant ce travail .

-----o000o-----

T A B L E D E S M A T I E R E S
 ooo

INTRODUCTION	1	
Chapitre I		
ETUDE PRELIMINAIRE SUR LES TRANSFORMATIONS DE		
PHASE A L'ETAT SOLIDE DANS LES ACIERS		4
I.1. <u>DIAGRAMME D'EQUILIBRE</u>	5	
1.1. <u>DESCRIPTION GENERALE</u>	5	
1.2. <u>INFLUENCE DES ELEMENTS D'ALLIAGE SUR LES POINTS DE TRANSFORMATION</u>	7	
I.2. <u>TRANSFORMATION DANS L'ETAT SOLIDE DE L'AUSTENITE</u>	8	
2.1. <u>GERMINATION ET CROISSANCE</u>	8	
2.1.1. Germination	8	
2.1.2. Croissance	9	
2.2. <u>TRANSFORMATION PERLITIQUE</u>	9	
2.3. <u>TRANSFORMATION MARTENSITIQUE</u>	11	
2.4. <u>TRANSFORMATION BAINITIQUE</u>	13	
2.5. <u>INFLUENCE DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT</u>	14	
2.6. <u>INFLUENCE DES ELEMENTS D'ALLIAGE</u>	15	
I.3. <u>LES TRAITEMENTS THERMIQUES</u>	18	
3.1. <u>AUSTENISATION</u>	18	
3.2. <u>LE RECUIT</u>	19	
3.2.1. Recuit d'homogénéisation	19	
3.2.2. Recuit de coalescence	19	

3.2.3.	Recuit complet	19
3.2.4.	Recuit de régèneration	19
3.3.	<u>LES TRAITEMENTS ISOTHERMES</u>	20
3.3.1.	Diagramme TTT	20
3.4.	<u>LES TRAITEMENTS DE REFROIDISSEMENT</u>	21
3.4.1.	Fluide de trempe	21
3.4.2.	Trempabilité	21
3.4.3.	Diagramme TRC	22
3.5.	<u>LE REVENU</u>	22

Chapitre II

	MATERIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	24
II.1.	<u>LE MATERIAU</u>	25
II.2.	<u>TECHNIQUES EXPERIMENTALES</u>	27
2.1.	<u>FOUR DE TREMPE</u>	227
2.2.	<u>DILATOMETRIE DE TREMPE</u>	29
2.3.	<u>MICROSCOPIE OPTIQUE</u>	31
2.3.1.	Enrobage	31
2.3.2.	Polissage	31
2.3.4.	Attaque	32
2.4.	<u>RADIOCRISTALLOGRAPHIE</u>	32
2.5.	DURETE	33

III.1.	<u>ANALYSE DES COURBES DILATOMETRIQUES</u>	36
1.1.	<u>PRINCIPE DU DEPOUILLEMENT</u>	36
1.1.1.	Courbes absolues $l = f(0)$	36
1.1.2.	Courbes dérivées $dl / dt = f(0)$	36
III.2.	<u>INFLUENCE DES PARAMETRES DE L'AUSTENISATION</u>	38
2.1.	<u>VITESSE DE CHAUFFAGE</u>	38
2.2.	<u>TEMPERATURE D'AUSTENISATION</u>	38
2.3.	<u>TEMPS DE MAINTIEN</u>	41
III.3.	<u>RESULTATS EXPERIMENTAUX</u>	42
3.1.	<u>POINTS DE TRANSFORMATION</u>	42
3.2.	<u>CARACTERISATION STRUCTURALE DES EPROUVETTES</u> <u>DILATOMETRIQUES</u>	43
3.2.1.	Micrographie	43
3.2.2.	Dureté	43
3.3.	<u>LE DIAGRAMME TRC</u>	44
3.3.1.	Construction	44
3.3.2.	Interprétation	44
3.4.	<u>RESULTATS COMPLEMENTAIRES</u>	47
3.4.1.	Analyse radiocristallographique	47
3.4.2.	Micrographie et dureté	54
	 C O N C L U S I O N	 56
	 B I B L I O G R A P H I E	 58
	 A N N E X E	 59

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



Après la solidification, les métaux et les alliages métalliques sont souvent l'objet de transformations. Celles ci engendrent des structures que l'on ne peut comprendre que si on connaît bien les conditions de la solidification et du refroidissement ultérieur jusqu'à la température ambiante.

La connaissance des transformations dans l'état solide et leur mise en oeuvre a permis aux métallurgistes de mettre au point des alliages présentant des caractéristiques mécaniques très élevées. En effet, pour de nombreux alliages métalliques, le choix d'un traitement thermique approprié, peut conférer au matériau une structure qui répond aux exigences de l'utilisateur.

Dans les matériaux ferreux et plus particulièrement dans les aciers, les transformations dans l'état solide de l'austérite ont été facilitées par l'introduction sous l'impulsion de E.C. BAIN¹ des méthodes d'études en conditions isothermes.

Puisque les diagrammes d'équilibre ne rendent compte des transformations que lorsque le refroidissement est très lent, on a cherché à introduire le facteur temps dans les diagrammes de transformations. Cette démarche a conduit à construire des diagrammes donnant l'évolution de la transformation en fonction du temps et de la température.

Les courbes dites "T.R.C." sont obtenues à partir d'une étude en refroidissement continu. Les courbes en conditions isothermes aboutissent aux courbes "T.T.T." .

Les courbes "T.R.C." ou "T.T.T." aident l'utilisateur dans le choix de la nuance de l'acier et de son traitement thermique afin d'obtenir les caractéristiques mécaniques souhaitées.

Il est donc important de tracer ces courbes pour chaque nuance d'acier. C'est le but de mon travail pour un acier élaboré par la S.N.S. d'EL-HADJAR.

La nuance étudiée est un acier hypoeutectoïde contenant 0,38 % de carbone et 1,2% de manganèse.

Puisque notre travail est consacré à l'étude des transformations en refroidissement continu de l'acier, le premier chapitre est un bref rappel bibliographique et retrace les différentes transformations se produisant à l'état solide au cours du refroidissement, ainsi que l'influence de la vitesse de refroidissement et les éléments d'alliage.

Le second chapitre est consacré uniquement au matériau et les techniques expérimentales.

Dans le troisième chapitre nous avons regroupé les résultats obtenus après les études dilatométrique, micrographiques, diffractométriques et la dureté .

Un accent particulier a été mis sur la dilatométrie de trempe dans lequel nous avons indiqué la méthode de dépouillement des courbes dilatométriques, ainsi que la construction du diagramme TRC de l'acier étudié .

Enfin, nous avons exposé les résultats des expérience complémentaires obtenus sur des échantillons plus massifs et traités dans le four de trempe, afin de comparer avec ceux obtenus sur les éprouvettes dilatométriques .

—○○○○—

CHAPITRE I

ETUDE PRELIMINAIRE SUR LES
TRASFORMATIONS DE PHASES A
L'ETAT SOLIDE DANS LES ACIERS

I.1. DIAGRAMME D'EQUILIBRE

1.1. DESCRIPTION GENERALE

Le diagramme d'équilibre labile ou fer-cémentite permet de décrire les structures des aciers normalisés. Comme le montre la figure (1), on distingue sur ce diagramme restreint au domaine des aciers à l'état solide, des limites ou frontières délimitant dans le plan température-composition un certain nombre de domaines à l'intérieur desquels est stable à l'équilibre soit une seule phase, soit un mélange de deux phases. L'austénite, la ferrite et la cémentite sont les trois phases du diagramme labile.

- L'austénite (γ) représente la phase stable à haute température et dans laquelle le carbone se trouve en solution solide. Comme elle dérive du fer gamma, sa structure est cubique à faces centrées avec les atomes de carbone en insertion dans les sites octaédriques du réseau.

- La ferrite (α) apparaît au dessous de la ligne GS au refroidissement. Sa structure est celle du fer alpha cubique centré dans laquelle le carbone est très peu soluble. A la température ambiante, elle ne contient que 0,02 % de carbone.

- La cémentite de composition chimique Fe_3C cristallise dans le système orthorhombique. Elle constitue l'un des composés de la perlite ; mélange eutectoïde des aciers dans laquelle elle se trouve sous forme de lamelles intercalées avec la ferrite.

Conventionnellement, la ligne horizontale correspondant au palier eutectoïde est appelée A_1 et la ligne séparant le domaine biphasé du domaine monophasé est appelée A_3 . Au chauffage d'un acier hypoeutectoïde, les points de transformation correspondant aux lignes A_1 et A_3 sont appelés Ac_1 et Ac_3 et au refroidissement Ar_1 et Ar_3 .

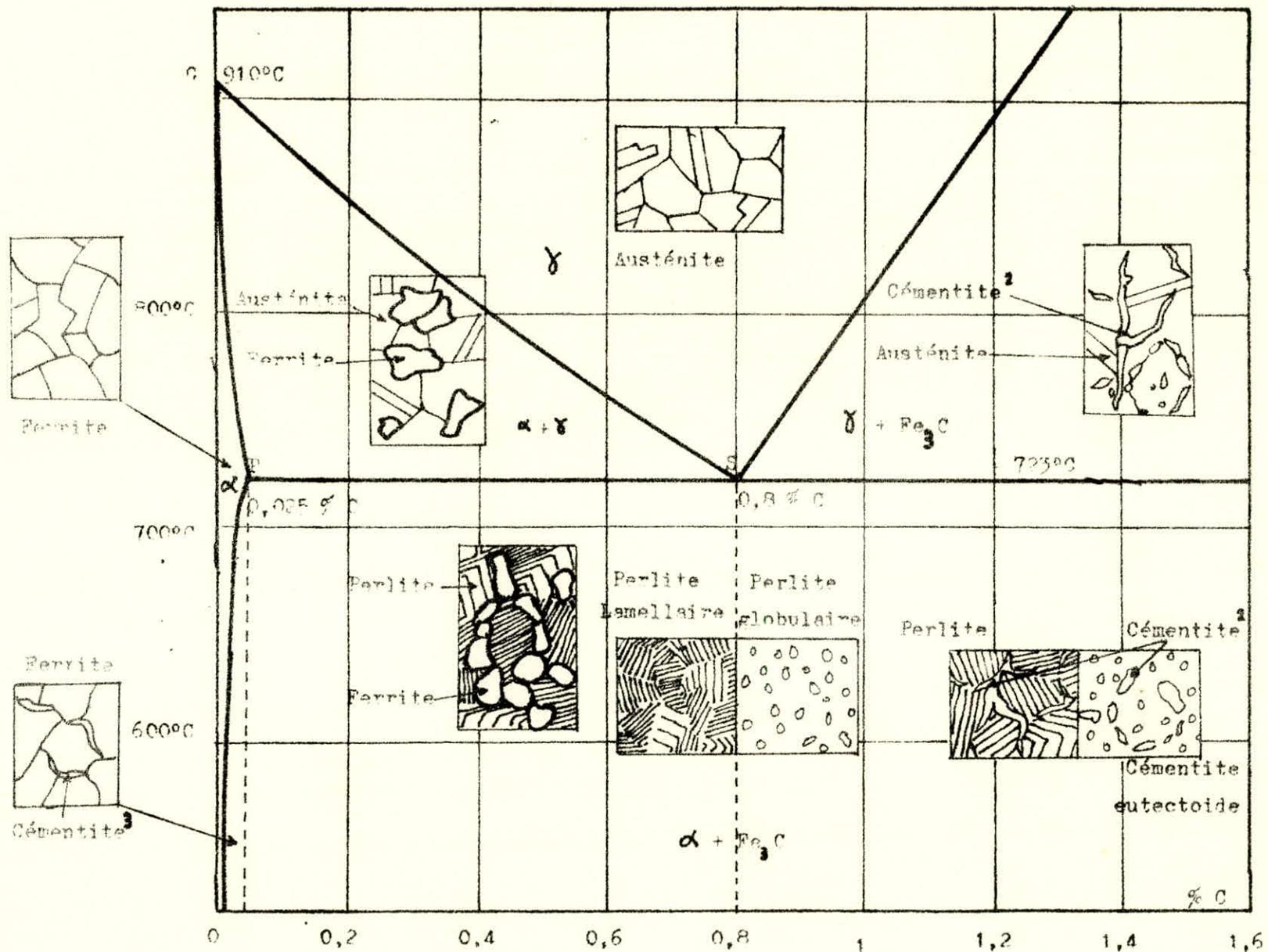


Fig (1) Diagramme d'équilibre Fe-Fe₃C dans le domaine des aciers

1.2. INFLUENCE DES ELEMENTS D'ALLIAGES SUR LES POINTS DE TRANSFORMATIONS

Les éléments d'alliages modifient le processus de la décomposition de l'austénite. Parmi les éléments d'alliages, on distingue les éléments stabilisateurs de l'austénite ou gammagènes et les éléments stabilisateurs de la ferrite ou alphagènes. Cette influence se manifeste par le déplacement des lignes séparant les domaines de stabilité des différentes phases dans le diagramme d'équilibre. Par exemple, le nickel et le manganèse, éléments gammagènes élargissent le domaine de stabilité de l'austénite en abaissant les températures du début A_1 et de fin A_3 de la décomposition de l'austénite. A l'inverse, le silicium ou le chrome éléments alphagènes élargissent le domaine de stabilité de la ferrite. Ces éléments élèvent la température Ac_1 et abaissent la température Ac_3 .

ANDREWS^e a proposé une formule empirique valable pour les aciers faiblement alliés et qui permet de déterminer les températures Ac_1 et Ac_3 en fonction des teneurs en différents éléments d'alliages.

$$Ac_1^{\text{e}} = 723 - 10,7 \text{ Mn} - 16,9 \text{ Ni} + 29,1 \text{ Si} + 16,9 \text{ Cr} + 6,38 \text{ W} + 290 \text{ As}$$

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

I.2. TRANSFORMATIONS DANS L'ETAT SOLIDE DE L'AUSTENITE

Le paramètre essentiel déterminant la nature de la transformation est la température.

- aux températures élevée, la transformation se fait par diffusion
- aux températures moyennes, la transformation est bainitique
- aux basses températures, la transformation est martensitique.

2.1. GERMINATION ET CROISSANCE

Les transformations par germination et croissance sont des transformations par diffusion dans lesquelles on distingue deux étapes distinctes : la germination et la croissance.

2.1.1. Germination

Pour expliquer le mécanisme de la germination, on a supposé que des atomes contenus dans un certain volume sont l'objet de fluctuations coopératives qui conduit à la formation du réseau qui définit la nouvelle phase. La phase mère a une composition chimique et une structure cristalline identique en tous ses points. La naissance des germes de la nouvelle phase implique la création d'interfaces dont l'énergie est très importante par rapport à l'énergie d'activation; les germes ne sont stables que lorsqu'ils ont atteint un volume critique suffisant pour que la diminution de l'énergie associée compense l'énergie d'interface.

De nombreux travaux montrent que la germination est hétérogène, c'est à dire qu'elle se produit de préférence là où se trouve des imperfections telles que : les joints intercrystallins, les dislocations isolées ou les défauts d'empilement. En effet, le niveau d'énergie des atomes dans ces régions est plus élevé, et l'énergie à mettre en jeu pour provoquer l'apparition d'une nouvelle phase est moindre, et se traduit par la diminution de la taille critique des germes.

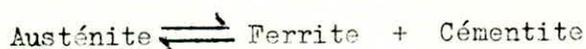
2.1.2. Croissance

La croissance des germes stables se fait par transfert d'atomes de haute énergie du réseau de la phase mère vers la nouvelle phase. Par exemple, dans le cas des aciers et à l'exclusion des transformations sans diffusion comme la transformation martensitique, la transformation correspondant au passage du point A_{r_3} se fait par germination et croissance de la ferrite⁴ dans le réseau mère de l'austénite γ .

La cinétique des transformations de phases dépend de la vitesse de diffusion des divers éléments dans l'alliage. La température intervient par son influence marquée sur les coefficients de diffusion, et agit sur la distance que les atomes peuvent traverser.

2.2. TRANSFORMATION PERLITIQUE

Dans les aciers, la transformation eutectoïde est une transformation au cours de laquelle la phase homogène γ donne naissance à un mélange de deux phases de compositions chimiques différentes . La réaction d'équilibre qui intervient à 723°C lorsque l'austénite atteint la composition eutectoïde (0,8 % de carbone) s'écrit:



à cette température, les trois phases se trouvent en équilibre et par conséquent, la force motrice de la transformation est nulle⁴ . A une température plus basse, la variation d'enthalpie libre de la réaction ci dessus rend la transformation possible. On montre que la vitesse reste constante pendant toute la transformation (figure 2 a et b). La réaction s'annule quand la phase mère est complètement épuisée et que les germes formés se rencontrent .

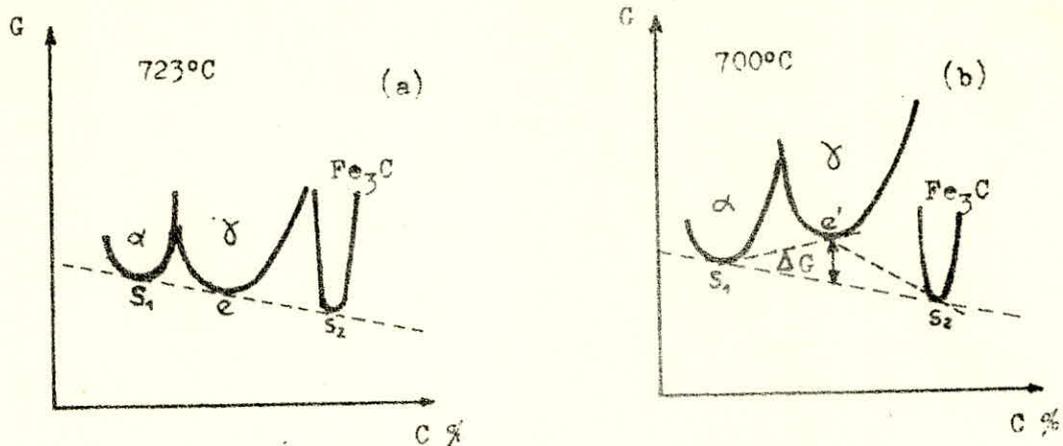


Figure: 2
 Courbes enthalpie- libre-composition
 a- $\Delta G = 0$
 b- $\Delta G = \text{cst.}$

Les résultats de nombreuses recherches réalisées pour expliquer le mécanisme de la germination et la croissance de la perlite permettent de distinguer trois étapes principales :

- Apparition aux joints des grains de l'austénite d'un germe de cémentite Fe_3C dont la croissance est sensiblement normale au joint
- Germination de la phase α dans la zone appauvrie en carbone autour du germe de cémentite et croissance parallèle des deux types de germes
- Apparition de nouveaux germes de cémentite dans les zones bordants les germes α en croissance; le carbone est refoulé en raison de sa faible solubilité dans la ferrite.

Les colonies perlitiques se développent ainsi de proche en proche (figure 3) .

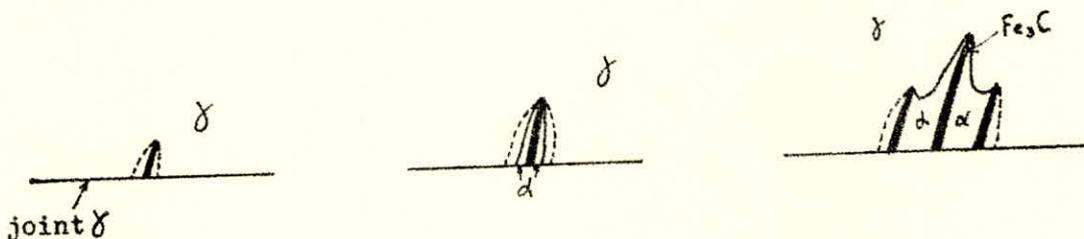


Figure : 3
 Représentation schématique du mécanisme de la formation de la perlite

Dans le cas d'un acier hypoeutectoïde (la teneur en carbone est inférieure à 0,8 %) ce qui est le cas de notre alliage, la ferrite apparaît d'abord en refoulant le carbone dans l'austénite qui s'enrichit jusqu'à 0,8 %. Ensuite, la croissance des plages ferritiques s'arrête et la transformation eutectoïde commence comme l'indique la figure 4 .

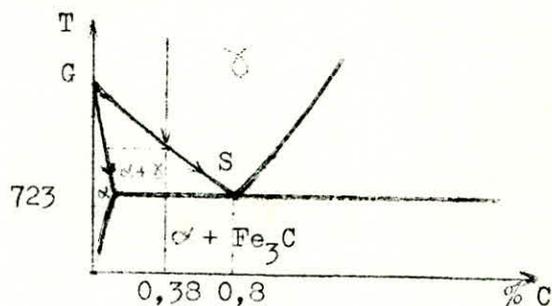


Figure: 4

domaine des transformations hypoeutectoïdes

2.3. TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

La transformation martensitique est une transformation sans diffusion et se distingue aussi bien sur le plan de la cinétique que sur celui de la structure.

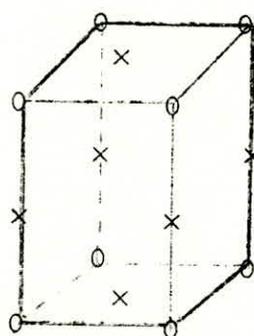
Du point de vue de la cinétique, la transformation martensitique apparaît rapidement dès que l'on dépasse par un refroidissement rapide une certaine température dite de début de transformation martensitique (M_s), mais elle ne se poursuit pas en conditions isothermes.

Du point de vue structural, la transformation martensitique est réalisée par un basculement coopératif des atomes qui participent à la formation d'une lentille ou plaquette de martensite. Dans ce mouvement, le déplacement de chaque atome est inférieure à une distance interatomique.

La maille de la martensite est une maille de ferrite légèrement déformée. Le réseau devient quadratique centré et les atomes de carbone y occupent quelques sites octaédriques⁵ (figure 5). les dimensions de la maille dépendent essentiellement de la teneur en carbone. Comme le montre la figure 6, le paramètre c croît avec la teneur en carbone alors que a décroît très légèrement et finalement, le rapport c/a augmente linéairement.

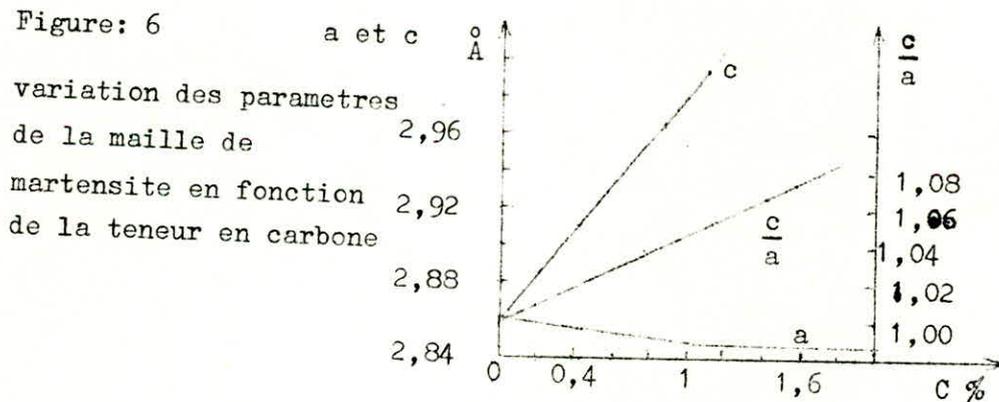
Figure: 5

0 positions des atomes de fer
 x positions possibles des atomes de carbones



Maille de la martensite

Figure: 6



Le changement de la forme du volume engendré par le cisaillement du volume initial donne naissance à des contraintes internes considérables. Ces contraintes sont accrues par la présence du carbone et confèrent à l'acier une forte dureté, mais aussi une grande fragilité que l'on peut atténuer par un traitement thermique ultérieur appelé revenu.

2.4. TRANSFORMATION BAINITIQUE

Les deux types de transformation cités auparavant sont des cas limites. La transformation par diffusion qui se produit à haute température se caractérise par une mobilité importante associée à une faible force motrice responsable de la période d'incubation précédant la transformation. La transformation sans diffusion se produit à basse température où la mobilité est négligeable mais la force motrice considérable.

La transformation bainitique prend place aux températures intermédiaires, et met en jeu des phénomènes de diffusion à courte distance. En effet, la ferrite se forme par cisaillement du réseau de la martensite car la mobilité des atomes est insuffisante pour permettre la diffusion. Les atomes de carbone, beaucoup plus petits peuvent encore se rassembler par diffusion dans le réseau austénitique et former une dispersion très fine de carbures.

Le schéma de la figure 7 montre que pendant la croissance des cristaux de ferrite, le carbone est refoulé au front de l'interface, puis précipite sous forme de carbures.

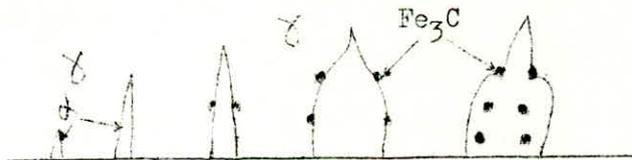


Figure: 7

représentation schématique de la formation de la bainite.

La structure bainitique est très recherchée en raison de l'état très dispersé des carbures qui confèrent à l'acier une grande résistance mécanique associée à une ductilité satisfaisante.

2.5. INFLUENCE DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT

Dans les aciers hypoeutectoides, les points Ar_3 et Ar_1 correspondent respectivement à la transformation $\gamma \rightarrow \alpha + \gamma$ et à la transformation perlitique sont d'autant plus abaissés que le refroidissement est rapide.

WIESTER a montré (figure 9) qu'au delà de la vitesse critique inférieure, les points Ar_3 et Ar_1 se rencontrent en un seul point de transformation Ar' . En même temps apparait un palier Ar'' correspondant à la transformation martensitique. Dans ce cas, la transformation se fait en deux étapes; la formation de la ferrite étant supprimée, une partie de l'austénite donne de la perlite ultra-fine, et le reste se transforme en martensite. A la vitesse critique supérieure la transformation est uniquement du type martensitique.

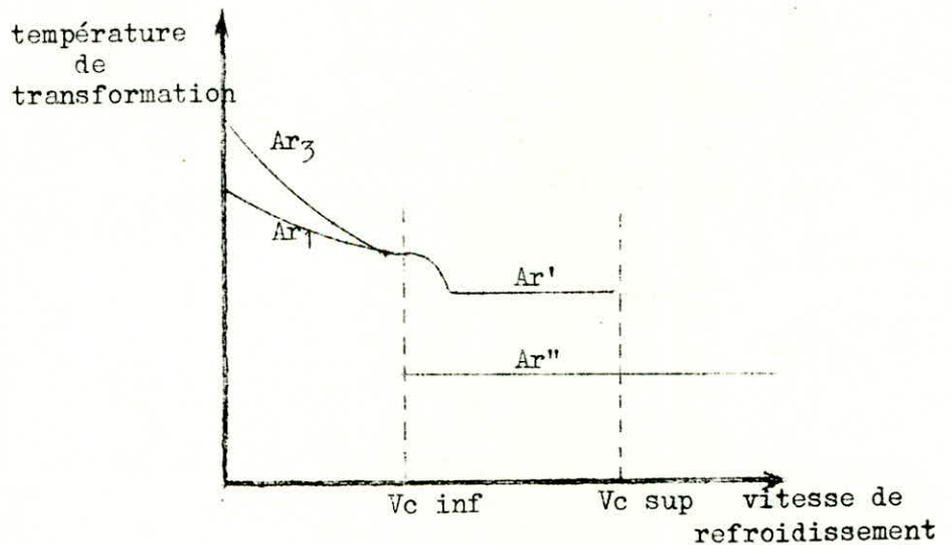


Figure : 8

Influence de la vitesse de refroidissement sur les points de transformation .

Morphologiquement, la ferrite obtenue dépend elle aussi de la vitesse de refroidissement. Aux faibles vitesses, la ferrite se forme aux joints des grains de l'austénite. Ces grains isotropes tendent vers la forme de polygones réguliers. Quand la vitesse de refroidissement est augmentée, les cristaux deviennent irréguliers et présentent des angles de plus en plus vifs. A la limite, la forme des cristaux de ferrite devient aiguillée on parle alors de "ferrite aciculaire".

Pour la transformation perlitique, une vitesse de refroidissement accrue ayant pour conséquence un abaissement du point Ar_1 correspond à un déplacement du point eutectoïde vers les basses teneurs en carbone. Ce phénomène affecte la transformation austénite \rightarrow perlite en provoquant une germination abondante. Les nombreux germes se développent dans ^{toutes} les directions augmentant ainsi la surface de contact austénite-perlite. La structure obtenue est très fine, et à la limite ne peut être résolue au microscope optique auquel cas on l'appelle "troostite".

2.6. INFLUENCE DES ELEMENTS D'ALLIAGE

A la température ambiante, et après un refroidissement lent, une certaine quantité des éléments d'alliage se trouve dissoute dans la ferrite, l'autre se trouve combinée dans les carbures. La proportion d'un élément dans l'une ou l'autre phase dépend de son caractère plus ou moins carburigène.

Par exemple, les éléments tels que: V, Ti, Zr, Ta et Nb sont fortement carburigènes et forment des carbures spéciaux. Le manganèse est moyennement carburigène mais ne forme pas de carbures spécifiques, il se substitue au fer dans la cémentite. La fraction d'un élément en solution dans la ferrite provoque sur celle-ci un durcissement structural très net.

4
 E.C. BAIN a montré que les éléments d'alliage n'ont pas quantitativement la même influence sur le durcissement de la ferrite. La figure 8 montre que le durcissement de la ferrite dû au manganèse et au chrome s'ajoute à celui dû au carbone.

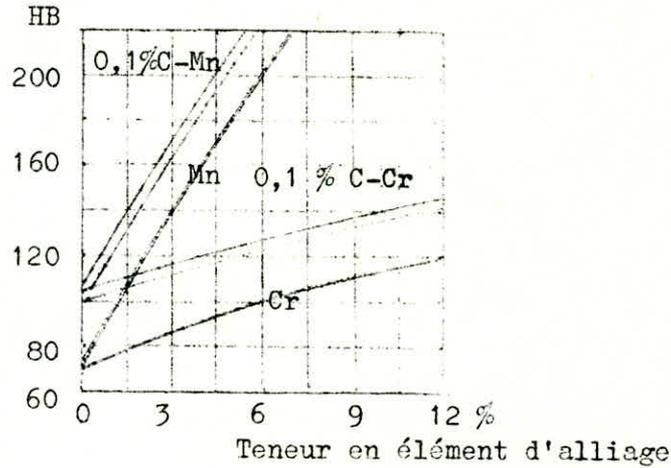


Figure : 9

durcissement par le manganèse et le chrome du fer pur et de l'acier recuit à 0,1 % de carbone.

Il est très important de connaître la répartition d'un élément entre la matrice et la phase carbure. Les travaux de BACKER⁸ ont conduit à définir un coefficient de répartition " \bar{f} ". Pour l'élément manganèse, ce coefficient est indépendant de la teneur en manganèse dans l'acier, mais dépend de la teneur en carbone et d'une grandeur K qui à la fois avec la température et avec la durée du traitement thermique.

L'expression de \bar{f}_{Mn} est la suivante:

$$\bar{f}_{Mn} = \frac{\% \text{ Mn dans la cémentite}}{\% \text{ Mn dans la ferrite}} = \frac{15 \cdot \%C \cdot K}{1 - 15 \cdot \%C \cdot K}$$

$$\text{avec } K = T (20 - \log t) - k_0 \cdot 10^{-5}$$

T : température de traitement

t : durée en heures

$$K = 13400$$

En ce qui concerne la transformation martensitique, tous les éléments d'alliage agissent sur la température M_s en l'abaissant. mais l'influence du carbone est de loin la plus importante.

Selon STEVEN et HAYNES, la formule suivante:

$$M_s (\text{°C}) = 561 - 474 C - 33 \text{ Mn} - 17 \text{ Ni} - 17 \text{ Cr} - 21 \text{ Mo}$$

s'adapte aux aciers dont les teneurs en éléments ne dépassent pas les limites suivantes :

$$C = 0,1 - 0,55 \%, \text{ Mn} = 0,2 - 0,7 \%, \text{ Ni } 5 \%, \text{ Si} = 0,1 - 0,35 \%, \\ \text{Cr } 3,5 \% \text{ et Mo } 1 \%$$

La relation d'ANDREWS est plus récente :

$$M_s (\text{°C}) = 539 - 423 C - 30,4 \text{ Mn} - 17,7 \text{ Ni} - 12,1 \text{ Cr} - 11 \text{ Si} - 7,5 \text{ Mo}$$

Elle s'applique aux aciers contenant moins de 0,6 % de carbone et moins de 5 % en chaque élément.

Ces deux relations empiriques conviennent à l'acier que nous étudions, et la valeur de M_s calculée par les deux formules sont très proches

-----8888-----

I.3. LES TRAITEMENTS THERMIQUES

Les traitements thermiques ont une importance considérable dans l'étude des aciers. Ils présentent une grande diversité. Certains traitements sont mis en oeuvre lorsque on veut éliminer les hétérogénéités structurale et chimique dans les pièces brutes de fonderie ou de forge. D'autres permettent d'obtenir les structures dont les caractéristiques mécaniques répondent de la manière la plus satisfaisante à l'utilisation.

Les traitements thermiques usuels sont des combinaisons des traitements élémentaires suivants: le recuit, la trempe et le revenu. Ces traitements comportent généralement un chauffage, un maintien isotherme à la température de traitement et un refroidissement.

3.1. AUSTENISATION

L'austénisation comporte un chauffage à une température correspondant au domaine monophasé de l'austénite, et un maintien isotherme pendant un temps assez long pour permettre l'homogénéisation de l'austénite.

Dans un acier allié, l'homogénéisation demande d'avantage de temps. Il faut parfois chauffer à plus haute température pour dissoudre tous les carbures. Généralement, la température d'austénisation choisie est la plus basse possible pour éviter le grossissement des grains. Elle est fixée habituellement à $A_{c3} + 50^{\circ}\text{C}$ environ.

La croissance des grains de l'austénite est bloquée tant que les carbures et les inclusions ne sont pas dissous. On se place parfois dans de telles conditions pour limiter la taille des grains qui garantit une structure finale ferritoperlitique très fine, pour laquelle on obtient d'excellentes caractéristiques mécaniques.

3.2. LE RECUIT

Selon que les pièces sont portées à une température supérieure ou inférieure à la température Ac_1 , on distingue plusieurs types de recuit :

3.2.1. Recuit d'homogénéisation :

Il est mis en oeuvre pour éliminer l'hétérogénéité chimique et structurale d'une pièce brute de coulée. Sa température élevée correspond au domaine austénitique .

3.2.2. Recuit de coalescence :

Par oscillation autour de la température eutectoïde (Ac_1), la structure d'un acier se trouve adoucie par la coalescence de la cémentite. En effet, au chauffage des lamelles de perlite se transforment en austénite, mais les quelques particules de cémentite non dissoutes, deviennent des centres de recristallisation au cours du refroidissement. L'agrégat ainsi obtenu s'appelle "perlite globulaire".

3.2.3. Recuit complet :

On parle de recuit complet lorsque le refroidissement est aussi long que le permet la pratique industrielle (refroidissement dans le four par exemple). On obtient un acier assez doux; la transformation de l'austénite se fait sensiblement selon le diagramme d'équilibre.

3.2.4. Recuit de régénération :

On l'appelle aussi "recuit d'affinement des grains". Ce traitement comprend un chauffage à une température juste suffisante pour obtenir une austénite homogène ($Ac_3 + 50\text{ °C}$), suivi aussitôt par un refroidissement à une vitesse convenable.

3.3. LES TRAITEMENTS ISOTHERMES

Les traitements isothermes ont l'avantage de permettre l'étude séparée des trois types de transformation : perlitique, bainitique et martensitique.

La réalisation de l'étude demande après austénisation préalable, un refroidissement brutal jusqu'à la température de traitement, un maintien isotherme pendant un temps déterminé puis un autre refroidissement brutal jusqu'à la température ambiante pour transformer toute l'austénite résiduelle en martensite.

L'évolution de la transformation est suivie par exemple par dilatométrie. BAIN et DAVENPORT ont constatés que la vitesse de décomposition de l'austénite croît d'abord en fonction du temps, diminue ensuite, et finalement tend asymptotiquement vers zéro.

3.3.1. Diagramme TTT

Le diagramme des courbes "Température-Temps-Taux de transformation" (TTT), qui est obtenu en reportant sur un même graphique les points de transformation pour différentes conditions isothermes.

Les courbes TTT indiquent le début et la fin de transformation ainsi que la proportion de chaque phase en présence. La lecture se fait selon une isotherme, c'est à dire une droite parallèle à l'axe des temps.

Nous avons choisi les deux nuances 32 M 5 et 45 M 5 pour montrer l'influence de la teneur en carbone sur l'allure des courbes et aussi parcequ'ils sont proches de l'acier que nous étudions. (figure 10 a et b).

On remarque que l'accroissement de la teneur en carbone se traduit par:

- un déplacement vers les temps longs des courbes de transformation
- une **separation** du domaine bainitique et perlitique
- un abaissement de la température Ms

3.4. LES TRAITEMENTS DE REFROIDISSEMENT

Le refroidissement est à la base de tous les traitements thermiques. La trempe des aciers est un mode de refroidissement depuis le domaine austénitique. Elle conduit souvent à des structures hors d'équilibre.

3.4.1. Fluide de trempe

Selon que l'on veut effectuer un refroidissement lent ou rapide, on utilise des fluides de conductibilité thermique appropriée. Les fluides habituellement utilisés dans les traitements thermiques industriels sont par sévérité de refroidissement croissante: l'air calme, l'air agité, l'huile et l'eau.

Le refroidissement est d'autant plus énergique que le contact entre le métal et le fluide est direct. Les courbes de refroidissement sont assimilables à des exponentielles car la vitesse de refroidissement diminue quand le gradient de température entre le métal et le fluide diminue .

3.4.2. Trempabilité

Le refroidissement mis en oeuvre pour réaliser une trempe est caractérisé par la vitesse critique de trempe. Elle dépend de la composition chimique de l'acier.

32M5

(a)

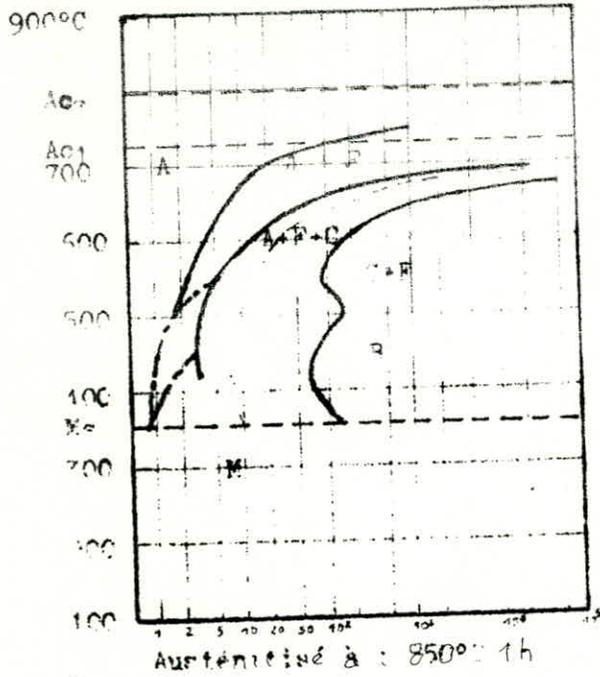
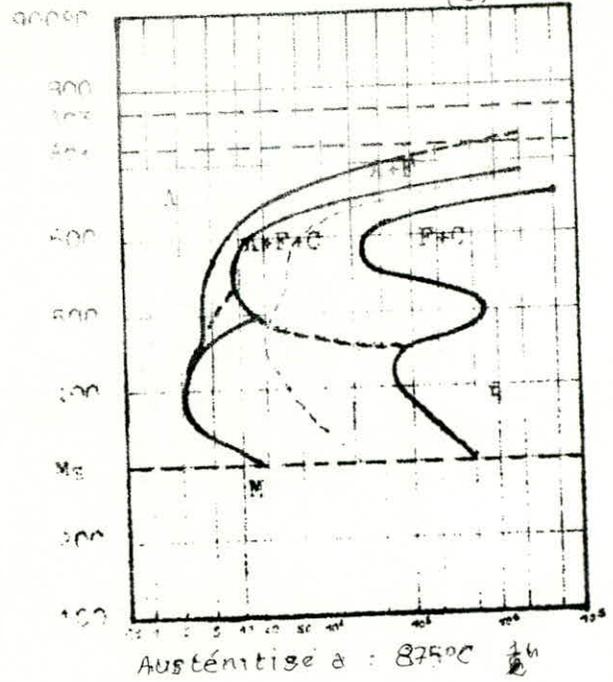


Figure 10 diagrammes TTT

45M5

(b)



32M5

(a)

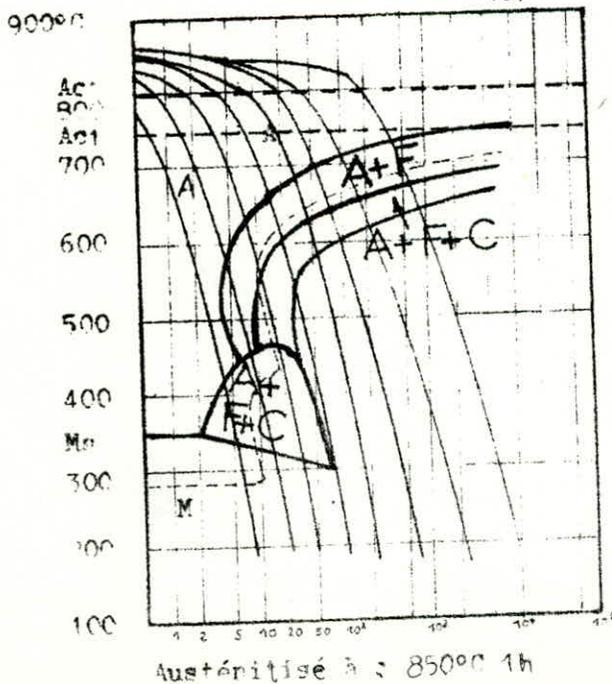
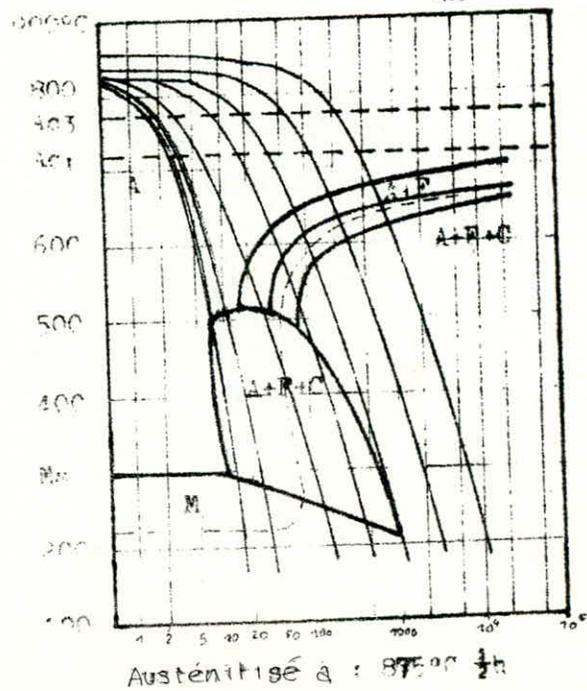


Figure 11 diagrammes TRC

45M5

(b)



Si les pièces à traiter sont volumineuses, une fine couche de quelques millimètres seulement est trempée, car l'échange de chaleur se fait de moins en moins vite à partir de la surface; le cœur de la pièce est refroidi plus lentement.

La trempabilité d'un acier se définit ainsi soit par la vitesse critique de trempe soit par la profondeur de trempe. Ainsi certains aciers trempent à l'eau, d'autres à l'huile, et d'autres enfin par simple refroidissement à l'air. Ces derniers sont dits autotrempeants.

Une trempe trop brutale peut engendrer des tapures. En effet, le gradient important de température ^{crée} entre la surface et le cœur de la pièce est à l'origine des contraintes considérables qui parfois dépassent la limite élastique et provoquent des déchirures au sein du métal. On choisit généralement le fluide de refroidissement de telle sorte que le risque de tapures soit écarté.

3.4.3. Diagramme TRC

Les méthodes dilatométriques complétées par la micrographie, permettent de suivre l'évolution de la transformation de l'austénite au cours d'un refroidissement continu. En rassemblant sur un même diagramme les points de transformation obtenus pour toute une gamme de vitesse de refroidissement, on obtient les courbes de Transformation en Refroidissement Continu (TRC).

Ces courbes mettent en évidence le début et la fin de transformation ferritique, perlitique ou martensitique. Complétées pour chaque courbe de refroidissement par des valeurs de dureté, elles renseignent sur la structure obtenue et permettent d'estimer la proportion de chacune des phases.

Les courbes TRC sont donc parfaitement adaptées pour prévoir les

caractéristiques mécaniques et structurales d'un acier à l'issue de n'importe quel traitement de refroidissement.

Les diagrammes de la figure 11 a et b sont un exemple de courbes TRC et représentent les différents domaines rencontrés lors de la décomposition de l'austénite instable .

La différence dû à l'augmentation de la teneur en carbone se manifeste par :

- le déplacement vers la droite des courbes de transformation
- un élargissement du domaine bainitique
- un abaissement de la température M_s .

3. . LE REVENU

Le revenu a pour rôle essentiel de faire évoluer une structure hors d'équilibre obtenue par trempe , vers un état proche de l'équilibre. La température de revenu est inférieure à celle de l'eutectoïde, et la durée de maintien limitée. Selon le cas, le refroidissement est lent ou accéléré .

Les phases obtenues sont de nature et de composition comparables à celles de l'état recuit, mais la structure micrographique est considérablement plus fine^{et} correspond à des caractéristiques mécaniques généralement élevées.

Dans le cas des aciers, le chauffage provoque la décomposition de la martensite et à la déstabilisation de l'austénite résiduelle. On obtient des structures ultrafines de ferrite, perlite et carbures.

CHAPITRE II

MATERIAU ET TECHNIQUES
EXPERIMENTALES

II.1. LE MATERIAU

L'influence des éléments d'alliage de l'acier sur les diagrammes TTT ou TRC n'est pas toujours prévisible. Souvent, pour une nuance donnée, de faibles variations de composition modifient de façon notable l'allure des courbes de transformation. De même, les traitements d'austénisation ou les traitements mécaniques préalables ont une incidence sur les diagrammes.

L'acier étudié provient de l'usine sidérurgique d'El-Hadjar à ANNABA . Cette nuance d'acier est destinée à la fabrication des tubes sans soudure. Les échantillons dont nous disposons ont été pris dans un tube et se présentent sous forme de plats d'environ 12 mm d'épaisseur.

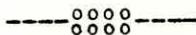
La composition chimique est la suivante:

- * C = 0,380 %
- * Mn = 1,255 %
- * Si = 0,220 %
- * P = 0,014 %
- * S = 0,010 %
- * Ni = 0,053 %
- * Cr = 0,170 %
- * Mo = 0,075 %
- * V = 0,015 %
- * Al = 0,033 %

L'observation de l'acier après recuit complet révèle la présence d'une structure en bandes intercalées de ferrite et de perlite. Les bandes sont parallèles à la surface de laminage. La figure 12 schématise la structure en bandes observée sur un échantillon dans les directions de l'espace.

Ce type de structure correspond à l'hétérogénéité chimique résultant de la ségrégation majeure qui n'est que partiellement atténuée par le laminage; les zones de concentrations différentes se sont allongées dans le sens du laminage de sorte que le gradient de concentration augmente dans le sens transversal.

Nous donnerons d'autre informations concernant la structure de laminage dans le chapitre III (4.2.) .



PLAN DE
LAMINAGE

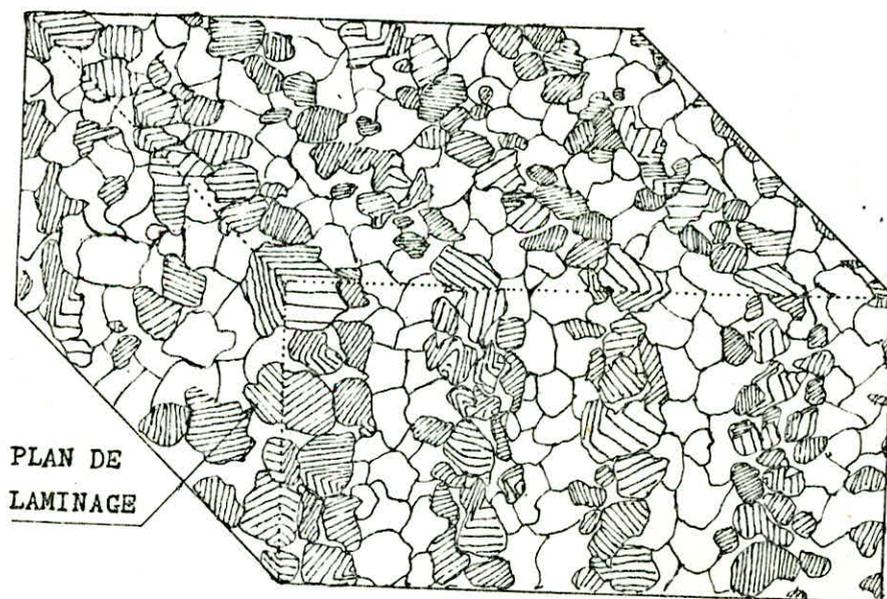
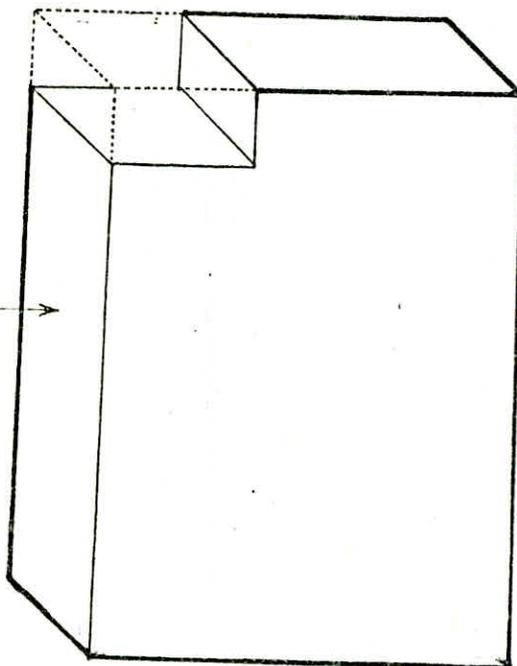


FIG: 12

Représentation schématique de la structure en bandes

II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Les techniques expérimentales mises en oeuvre pour étudier les transformations à l'état solide sont très diversifiées. Quelles soient appliquées à l'acier à différentes températures, ou à la température ambiante après refroidissement, les méthodes d'étude peuvent toujours se classer en deux groupes :

- Celles qui permettent la détermination directe des proportions des phases en présence, comme la micrographie ou la diffraction des R.X. , sont appelées " méthodes directes " .

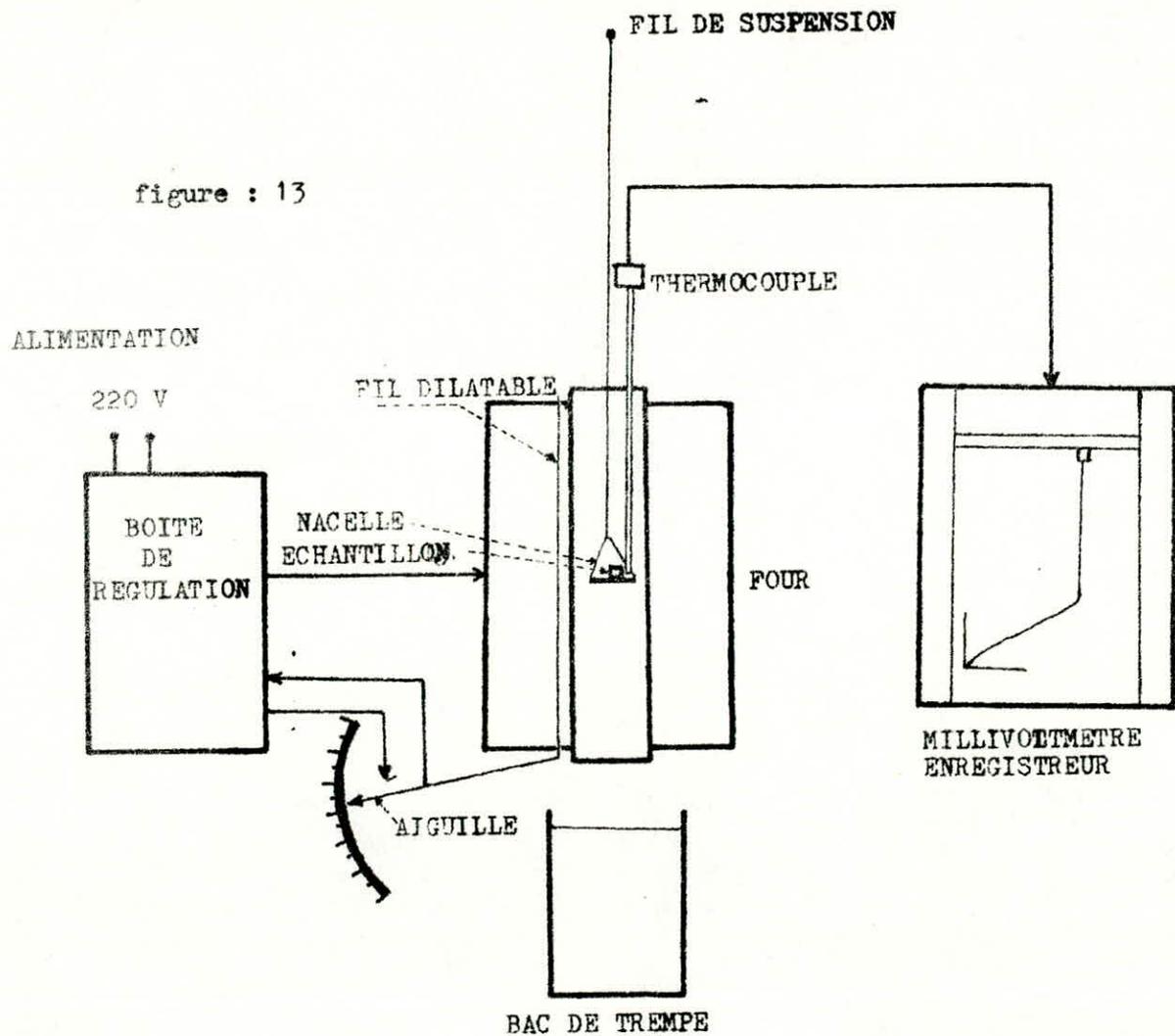
- Les autres méthodes dites "indirectes" fournissent seulement une information sur la variation d'une propriété physique au cours de la transformation. Cette propriété peut être par exemple le volume spécifique, le coefficient de dilatation, la susceptibilité magnétique ou la résistivité électrique.

2.1. FOUR DE TREMPE

Des traitements thermiques classiques ont été réalisés sur de petites éprouvettes de $3 \times 10 \times 25 \text{ mm}^3$ dans un four ADAMEL¹¹ du type RT.

Le four est monté verticalement sur une potence. l'échantillon est placé dans une nacelle qui, suspendue par un fil métallique , peut être détachée au moment voulu et tomber en chute libre dans le bain de trempe. La distance échantillon-bain de trempe est d'environ 30 cm. Ce dispositif permet de réaliser des trempes énergiques.

figure : 13



SCHEMA DE PRINCIPE DU FOUR DE TREMPE

L'efficacité du système de régulation propre au four est contrôlé par un thermocouple platine / platine rhodié à 10 % placé au voisinage immédiat de l'échantillon. Enfin, un millivoltmètre enregistreur, relié au thermocouple, indique les températures en fonction du temps. On peut ainsi vérifier la sensibilité de la régulation. Après stabilisation, la température reste constante à $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

La vitesse maximale de chauffage est de $13^{\circ}\text{C} / \text{mn}$. Le temps de stabilisation mesuré est de l'ordre de 2h au maximum pour une température fixée à 900°C (figure 13) :

2.2. DILATOMETRIE DE TREMPE

Des éprouvettes de 2 mm de diamètre et 12mm de long avec une tolérance de $\pm 0,1$ mm ont été usinées à l'atelier du département Génie Mécanique de l'école. Elles^{ont} été utilisées dans un dilatomètre ADAMEL¹¹ type LK 02 (figure 14) de l'école des Arts et Métiers à Aix en Provence.

Dans ce dilatomètre, le chauffage est réalisé grâce à un four à radiation. La puissance rayonnée par deux lampes à filament de tungstène est focalisée sur l'éprouvette de manière à ce que la vitesse de chauffage puisse être réglée à volonté. pour le refroidissement, on souffle de l'hélium, choisi en raison de sa grande conductibilité thermique. A partir d'une vanne on peut régler le débit de gaz, et par conséquent la vitesse de refroidissement.

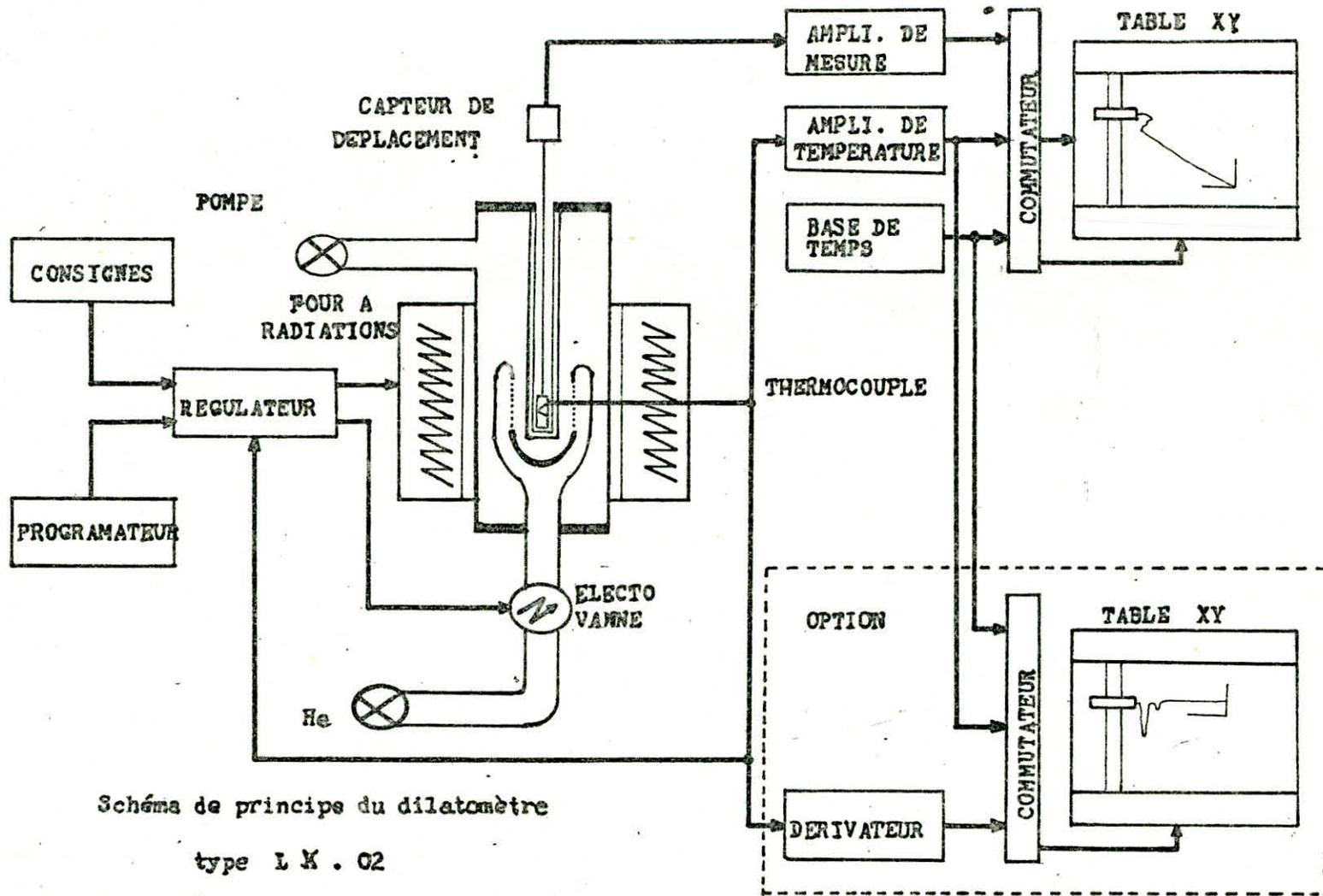


Schéma de principe du dilatomètre
type L K . 02

figure : 14.

Un thermocouple (Chromel Alumel) de diamètre 0,1 mm est directement soudé sur l'échantillon afin de réduire au maximum l'inertie thermique.

Les variations dimensionnelles de l'éprouvette sont détectées par un capteur de déplacement, et sont ensuite largement amplifiées puis enregistrées en fonction de la température. Un second enregistreur équipé par un dérivateur trace la courbe dérivée qui permet la localisation avec une grande précision, la température des points de transformation .

2.3. MICROSCOPIE OPTIQUE

Les échantillons traités soit dans le dilatomètre soit dans le four de traitement thermique sont observés au microscope optique. Pour cela, une préparation préalable est nécessaire. La préparation comprend: l'enrobage, le polissage et l'attaque chimique.

2.3.1. Enrobage

Pour éviter un début de revenu lorsque les échantillons ont été refroidis rapidement, l'enrobage est réalisé à froid par une résine polymérisable. La température atteinte ne dépasse pas 35 à 45°C .

2.3.2. Polissage

Le polissage mécanique est effectué sur une série échelonnée de papiers abrasifs. Les numéros de papier utilisés sont: 120, 320 , 600 et 1000 .

à 90° par rapport à la position précédente.

Le finissage est réalisé à la pâte diamantée.

2.3.3. Attaque

Le réactif d'attaque adopté est le nitale dont la composition chimique est la suivante :

- acide nitrique HNO_3 4 - 6 ml
- éthanol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 100 ml

Le nital révèle la perlite qui apparaît sous forme de lamelles alternées et noircit la troostite sans la dissoudre. La ferrite apparaît claire mais les joints des grains s'observent facilement lorsque la durée de l'attaque est suffisante. La structure en aiguilles de la martensite est révélée très rapidement par ce réactif.

2.4. RADIOCRISTALLOGRAPHIE

Le but de l'analyse aux RX est d'une part de rechercher les paramètres des mailles cristallines de la ferrite et la martensite, et d'autre part, de nous renseigner sur l'état des contraintes de trempe et la présence d'austénite résiduelle.

Les analyses ont été réalisées à l'aide d'un goniometre du type SIEMENS. Le rayonnement utilisé est celui du cobalt filtré par le fer. La fente du compteur est de $1/8^\circ$ et la vitesse du goniometre est réglée à $1/10^\circ$ par minute pour 20 .

Quatre échantillons ont été analysés aux RX :

- un échantillon recuit à 900°C pendant 45mn puis refroidi lentement dans le four. Il a été réalisé directement après le polissage à la pâte diamantée.
- Un échantillon traité de la même manière que précédemment mais attaqué fortement au nital.
- Un échantillon trempé à l'eau
- Un dernier échantillon trempé à l'eau puis revenu à 300°C pendant 1h .

2.5. DURETE

Par définition, la dureté est la résistance mécanique qu'un corps oppose à la pénétration par un autre corps plus dur.

On détermine la dureté à l'aide d'appareils dont les différents types sont caractérisés par la forme du pénétrateur. Dans notre cas on a utilisé la dureté Vickers. Le pénétrateur en diamant a une forme pyramidale à base carrée avec un angle de 136° (figure 15).

La dureté s'exprime par un nombre d'unité Vickers obtenu par la relation ci dessous :

$$Hv = \frac{P}{S} \quad (P \text{ est exprimé en Kg force })$$

S représente la surface latérale de l'empreinte et peut s'exprimer en fonction de la diagonale d du carré de base de l'empreinte pyramidale lorsque la charge est

supprimée .

$$S = \frac{d^2}{2 \sin 68^\circ}$$

$$\text{d'où } H_v = \frac{2P \sin 68^\circ}{d^2} = 1,8544 \frac{P}{d^2}$$

L'exécution des essais a été faite sous la charge de 30 Kg pendant la durée normale de 15s .pour les essais de traitements thermiques et de 300 g pour les éprouvettes dilatométriques .

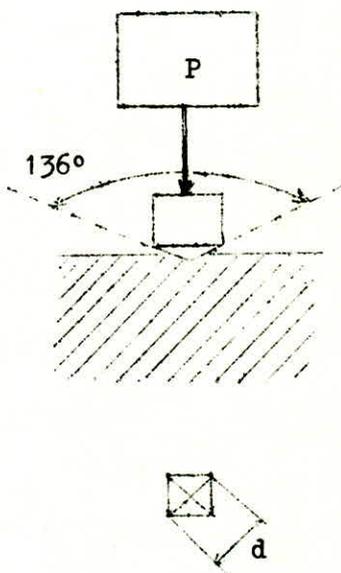
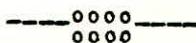


figure : 15

pénétrateur Vickers



CHAPITRE III

RESULTATS ET
INTERPRETATIONS

III.1. ANALYSE DES COURBES DILATOMETRIQUES

1.1. PRINCIPE DU DEPOUILLEMENT

Le dilatomètre de trempe enregistre simultanément la courbe absolue $\delta l = f(\theta)$ et la courbe dérivée $dl/dt = f(\theta)$. L'exploitation de ces courbes permet de déterminer les températures de début et/ou de fin de transformation.

Sur l'exemple de la figure 16, les points a, b, c, d et e représentent le début ou la fin de transformation ferritique, perlitique, bainitique et martensitique.

1.1.1. Courbes absolues $\delta l = f(\theta)$

Le changement de phase implique un changement du coefficient de dilatation. Ces points sont localisés par la méthode suggérée par BERGER, c'est à dire soit aux endroits où la tangente à la courbe $\delta l = f(\theta)$ s'écarte de la position linéaire, soit aux endroits où se produit un net changement de pente.

1.1.2. Courbes dérivées $dl/dt = f(\theta)$

A la partie linéaire de la courbe absolue correspond une valeur constante sur la courbe dérivée. Les changements de phases sont très nets et se traduisent par des pics. Les courbes dérivées sont donc particulièrement intéressantes pour repérer les points de transformation.

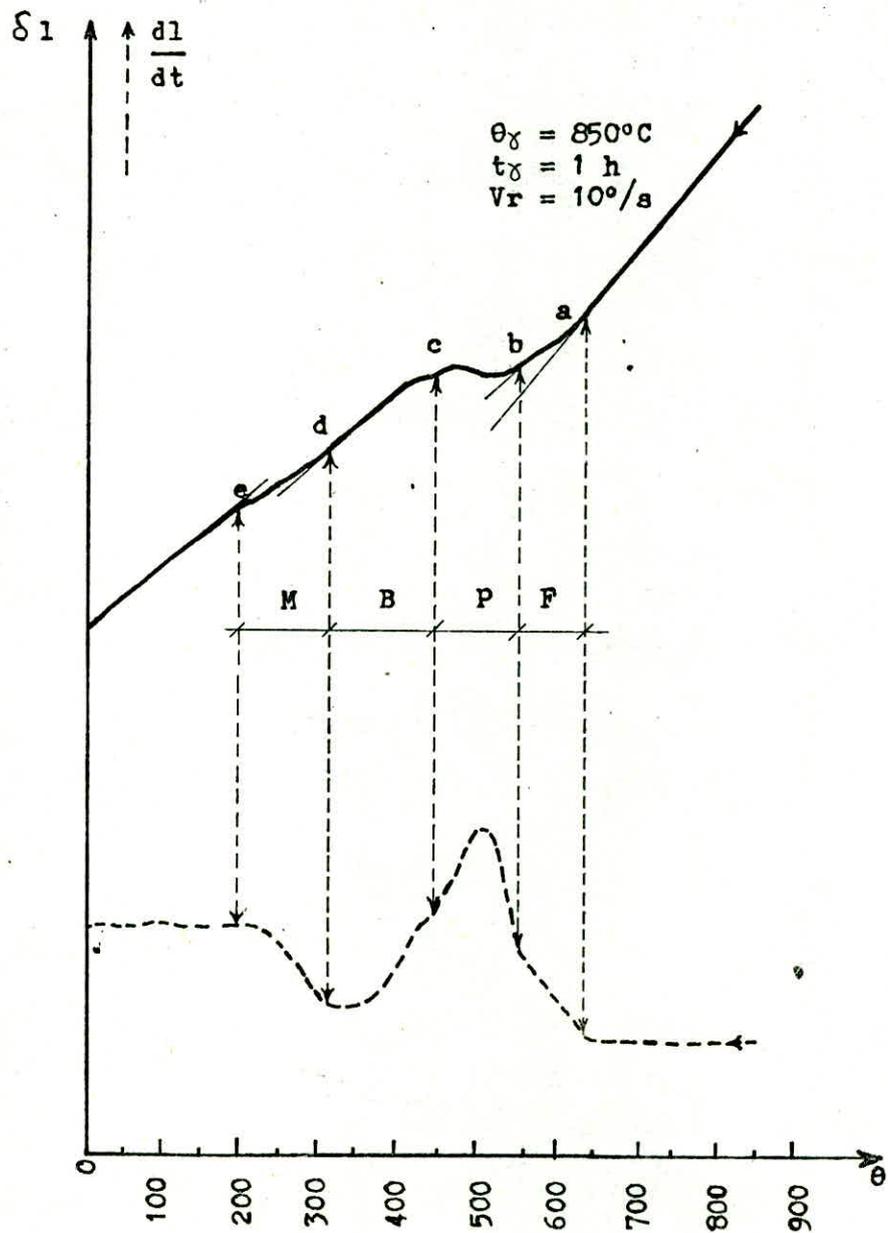


figure : 16
 exemple de courbe dilatométrique

III .2. INFLUENCE DES PARAMETRES DE L'AUSTENISATION

2.1. Vitesse de chauffage

Nous n'avons pas fait varier ce parametre. Nous avons choisi une vitesse de chauffage de 10°C / sec. Cette valeur élevée assez différente des conditions des traitements thermiques industriels, d'atteindre rapidement le domaine austénitique.

Sur les courbes dilatométriques correspondant au chauffage, on remarque que la transformation en austénite s'opère en deux étapes distinctes ab et bc visibles sur la figure 17 .

- La première étape (ab) commence à partir de la température Ac_1 qui correspond à la transformation de la perlite en austénite.

- A la deuxième étape (bc) se produit la transformation de la ferrite proeutectoïde restante en austénite, puis l'homogénéisation de l'austénite à la température Ac_3 .

2.2. Température d'austénisation

Nous comparons sur la figure 18 les courbes dilatométriques correspondant aux conditions du tableau ci dessous dans lequel figurent également les températures déduites.

condition d'austénisation			température de transformation		
θ_γ	t_γ	V_r	Ar_3	Ar_1	fin de transfo.
1085°C	90 mn	3°C/sec	690°C	600°C	510°C
850°C	10mn	2°C/sec	725°C	630°C	600°C

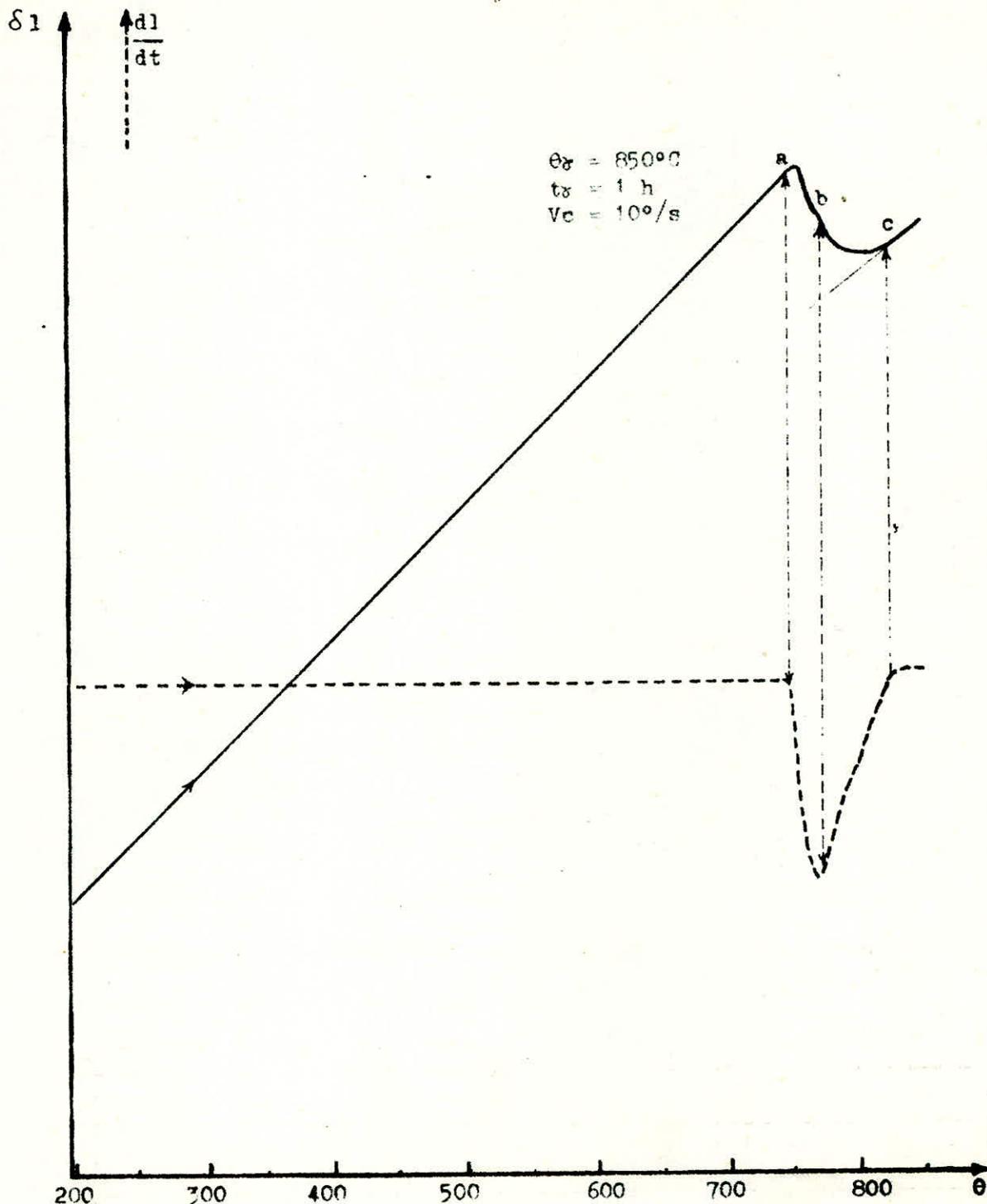


figure : 17

courbe dilatométrique de chauffage

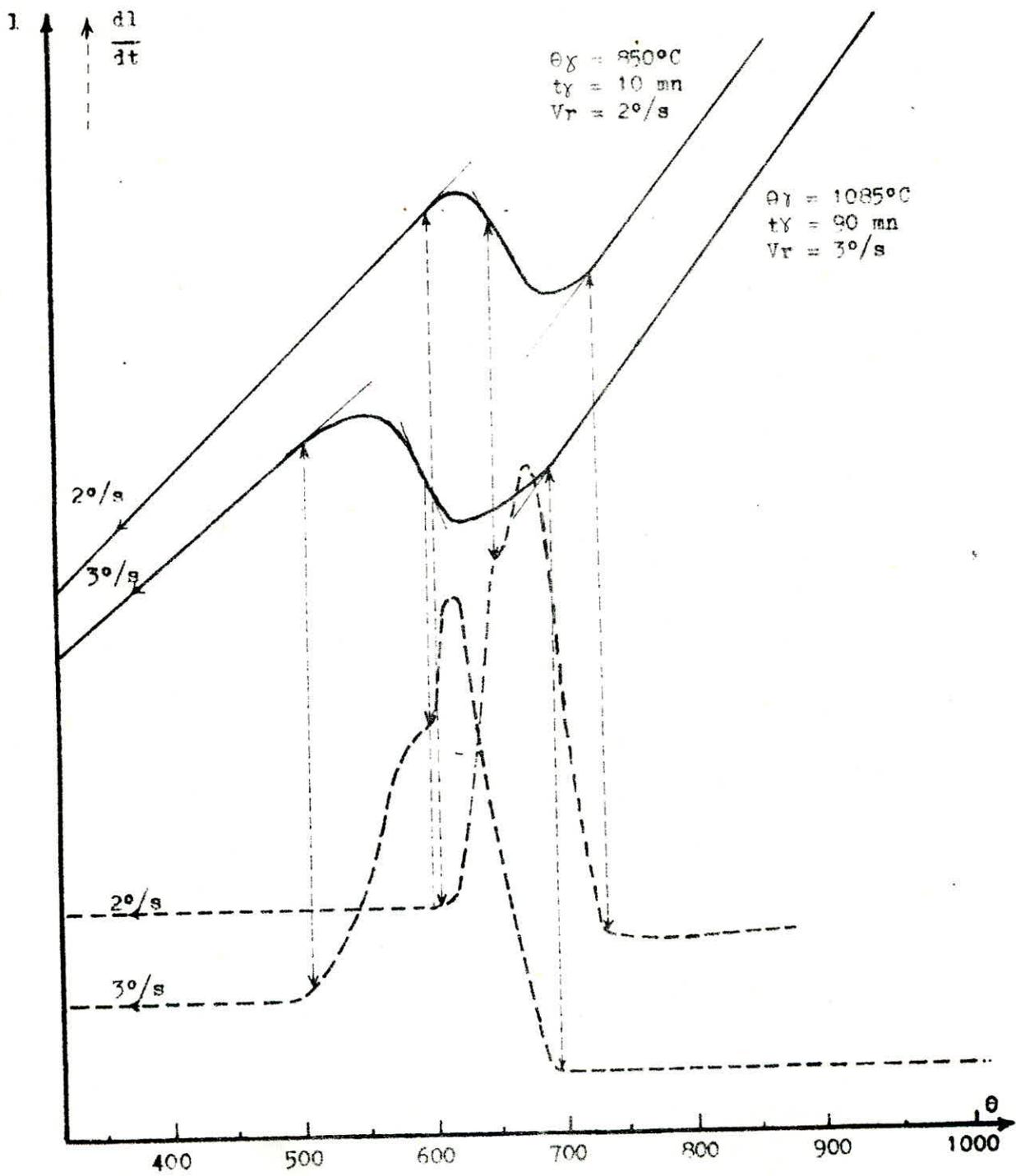


Figure : 18

influence de la température d'austénisation

Nous constatons que le traitement long à haute température, retarde la transformation par rapport au traitement court à plus basse température. Cet effet est lié au grossissement du grain dans le domaine δ .

.2.3. Temps de maintien

Le tableau ci dessous permet de comparer les points de transformation réduites des courbes dilatométriques correspondant à des temps de maintien différents à la température de 850°C précédant le refroidissement à 1°/sec.

	5mn	10 mn	60 mn
A_{r3}	730°C	721°C	725°C
A_{r1}	650°C	650°C	646°C
fin de transformation	620°C	620°C	600°C

Les différences sont relativement faibles, ce qui tend à prouver que pour les temps de maintien courts, l'austénite est pratiquement homogène. Ce fait est en relation avec les dimensions faibles des éprouvettes dilatométriques.

Dans la pratique industrielle, la durée du temps de maintien doit être évaluée en fonction des dimensions des pièces.

III.3. RESULTATS EXPERIMENTAUX

3.1. POINTS DE TRANSFORMATIONS

Les conditions d'austénisation que nous avons utilisé sont :

- Vitesse de chauffage: $10^{\circ} / s$.
- Température d'austénisation : $850^{\circ} C$.
- Durée de maintien isotherme : 1 heure .

Le tableau ci-dessous rassemble les valeurs des points de transformation déterminés par les différentes vitesses de refroidissement, à partir des courbes dilatométriques (Pour les valeurs correspondant à la vitesse de refroidissement de $2^{\circ}C/s$, le temps de maintien n'a été que de 10 minutes).

REFROIDISSEMENT					CHAUFFAGE ($10^{\circ} C/s$)	
phase	F	P	B	M	A_{c1} ($^{\circ}C$)	A_{c3} ($^{\circ}C$)
V_r ($^{\circ}C/s$)						
1	730	646	600	/	745	810
2	725	650	600	/	735	805
5	692	570	556	/	735	812
7	700	600	462	/	725	797
10	625	527	440	320	737	812
12	630	/	460	320	723	785
15	600	/	410	300	730	810
50	/	/	/	330	730	815

2.2. CARACTERISATION STRUCTURALE DES EPROUVETTES DILATOMETRIQUES

2.2.1. Observation micrographique

A cause de l'hétérogénéité structurale initiale de l'acier étudié nous avons observé une face parallèle au plan de laminage et une face perpendiculaire.

Nous remarquons que la structure en bandes est absente à partir de la vitesse de refroidissement de $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$. A des vitesses plus grandes ($3\text{ }^{\circ}\text{C/s}$), la ferrite hypoeutectoïde prend la forme d'aiguilles qui pénètrent dans les grains d'austénite transformés en perlite fine.

La structure après un refroidissement plus rapide devient de plus en plus fine. Elle contient généralement la ferrite, la perlite, la bainite et la martensite (voir ANNEXES "structure des éprouvettes dilatométriques").

3.2.2. Dureté

Les duretés que nous présentons dans le tableau ci dessous sont la moyenne de cinq essais de microdureté sous une charge de 300 g .

Vr ($^{\circ}\text{C/s}$)	1	2	5	7	10	12	15	50
Hv	206	227	247	257	277	304	375	618

3.3. DIAGRAMME TRC

3.3.1. Construction du diagramme

Pour construire le diagramme TRC, on trace d'abord sur un papier semi-logarithmique les différentes courbes de refroidissement $\theta = f(t)$ correspondant aux différentes courbes dilatométriques. L'origine de ces courbes est la température à laquelle a été effectuée l'austénisation (850 °C). On ajoute aussi en pointillé les droites correspondant aux températures d'équilibre A_3 et A_1 .

Sur les courbes de refroidissement, on reporte les points de transformation à chaque phase. En joignant l'ensemble de tous ces points, on obtient le diagramme de transformation en refroidissement continu (figure 19).

Les valeurs de dureté ajoutées en bas des courbes de refroidissement renseignent sur les caractéristiques mécaniques de l'acier après chaque traitement de refroidissement.

3.3.2. Interprétation

L'analyse des courbes dilatométriques et le diagramme TRC qu'elles ont permis de construire montrent qu'il existe quatre domaines caractéristiques :

4°) - Domaine: ferrite + perlite

Il correspond aux faibles vitesses de refroidissement (inférieures à 5 °C/s), et il est caractérisé par

38M5

C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Al
0,380	1,225	0,220	0,014	0,010	0,053	0,170	0,075	0,015	0,033

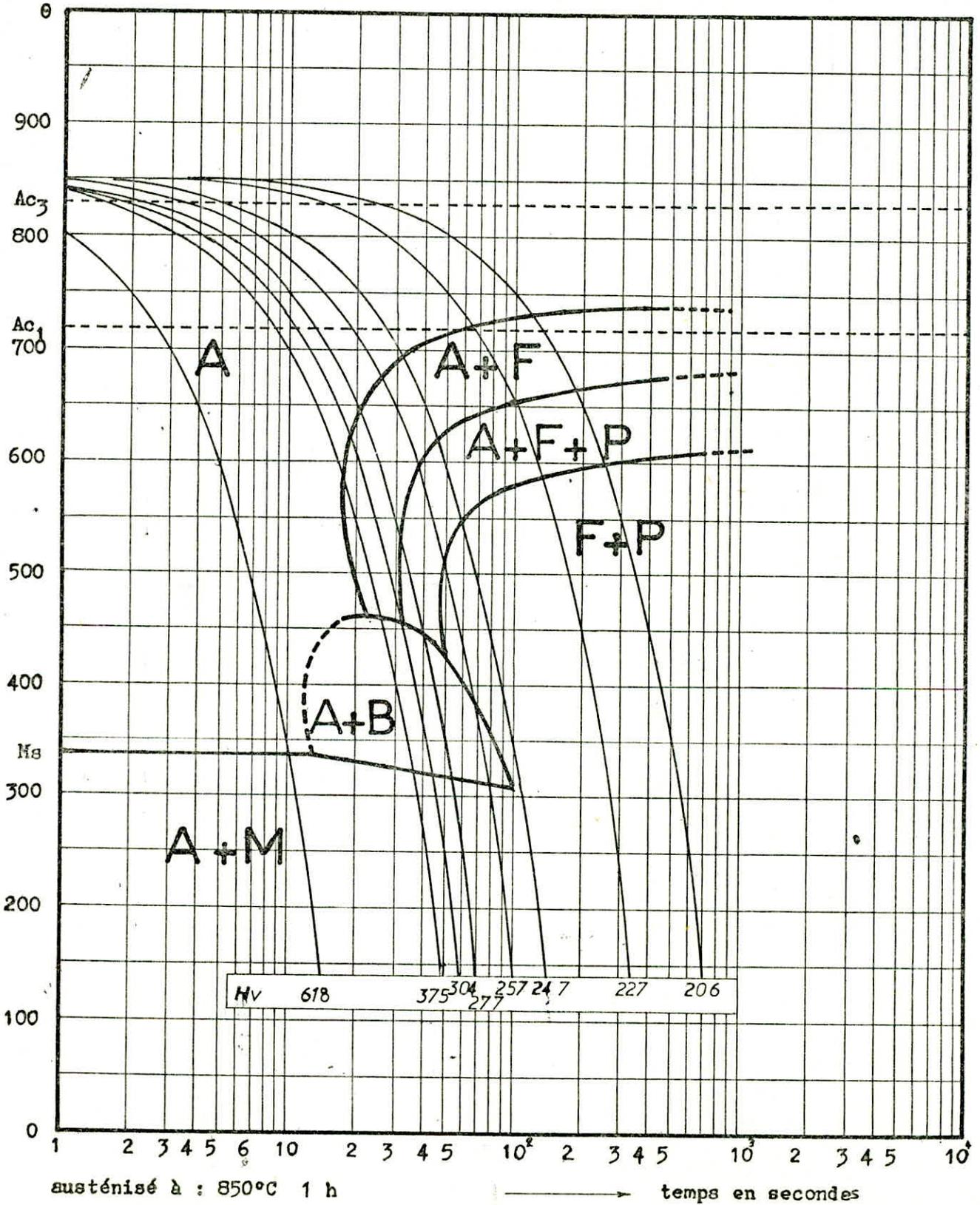


fig: 19 courbes T.R.C

trois lignes Ar_3 , Ar_1 et fin de transformation. La ferrite hypoeutectoïde apparaît à partir de Ar_3 et la perlite à partir de Ar_1 : La transformation de l'austénite se termine au franchissement de la troisième ligne .

2°) - Domaine: ferrite + perlite + bainite + martensite

Il correspond aux vitesses moyennes, comprises entre $5 \text{ }^\circ\text{C/s}$ et $15 \text{ }^\circ\text{C/s}$. Dans ce domaine, les températures des points de transformation décroissent très rapidement lorsque la vitesse de refroidissement augmente.

3°) - Domaine: bainite + martensite

La limite de ce domaine n'est pas très précise. On peut néanmoins fixer la vitesse critique de trempe aux environs de $40 \text{ }^\circ\text{C/s}$.

4°) - Domaine: martensite

Pour des vitesses de refroidissement supérieures à $40 \text{ }^\circ\text{C/s}$, la structure obtenue est purement martensitique. Nous n'avons pas représenté la température de fin de transformation martensitique (M_f), mais nous pouvons signaler que les courbes dilatométriques permettent de la situer entre 150 et $200 \text{ }^\circ\text{C}$.

3.4. RESULTATS COMPLEMENTAIRES

3.4.1. Analyse radiocristallographique

1°) - Echantillon recuit:

cette analyse permet de déterminer le paramètre de la maille cristalline de la ferrite. Le réseau étant cubique centré, il y a extinction systématique pour $h + k + l = 2n + 1$, et les trois premières raies caractéristiques qui vérifient la relation de Bragg correspondent aux plans réticulaires (110), (200) et (211).

La relation de Bragg s'écrit :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

n = l'ordre de diffraction sur une famille de plans (hkl). En pratique, on prend $n = 1$.

d_{hkl} = la distance entre deux plans consécutifs de la famille de plans (hkl).

θ = l'angle de réflexion.

λ = longueur d'onde du faisceau incident et correspond au doublet K_1 et K_2 du cobalt dont la valeur moyenne est :

$$\lambda = \frac{2\lambda_{K\alpha 1} + \lambda_{K\alpha 2}}{3} = \frac{2 \cdot 1,789 + 1,793}{3} = 1,790 \text{ \AA}$$

$$\lambda = 1,790 \text{ \AA}$$

Pour les systèmes cubiques $d_{hkl} = a/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$, d'où on déduit le paramètre a de la maille cristalline

$$a = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

Dans le diffractogramme de la figure 20 nous avons représenté les trois raies caractéristiques. Le dépouillement est représenté par le tableau suivant :

(hkl)	2 θ	θ	d_{hkl} (Å)	a (Å)
(110)	52,50	26,250	2,0235	2,8617
(200)	77,45	38,725	1,4306	2,8613
(211)	100,04	50,020	1,1673	2,8610

$$a_{\text{moyen}} = 2,8613$$

2°)- Echantillon trempé

Dans l'état trempé, la détermination du paramètre de la maille de la martensite est délicate car d'une part les raies sont largement étalées et déformées et d'autre part, les angles lus sur le diffractogramme présentent un léger décalage qui est difficilement appréciable .

Dans le diffractogramme de la figure 21 nous avons présenté pour la raie (110) le balayage obtenu de gauche à droite et celui de droite à gauche. Le décalage mesuré est de l'ordre

diffractogramme d'un échantillon recuit

est. de temps : 3,4 s
taux de compt. : $4 \cdot 10^3$ imp./mn
 γ papier : 1/2 cm/mn

13,4 s
 $1 \cdot 10^3$ imp./mn
1/4 cm/mn

13,4 s
 $1 \cdot 10^3$ imp./s
1/4 cm/mn
(200)

(110)

(211)

52 53 77 78 79 99 100 101

figure r 20

diffractogramme d'un échantillon trempé à l'eau

est. de temps : 13,4 s
taux de compt. : $1 \cdot 10^4$ coups/s
Vpapier : $\frac{1}{2}$ cm / mn

68 s
 $2 \cdot 10^3$ coups/s
 $\frac{1}{4}$ cm/mn

68 s
 $2 \cdot 10^3$ coups/s
 $\frac{1}{4}$ cm/mn

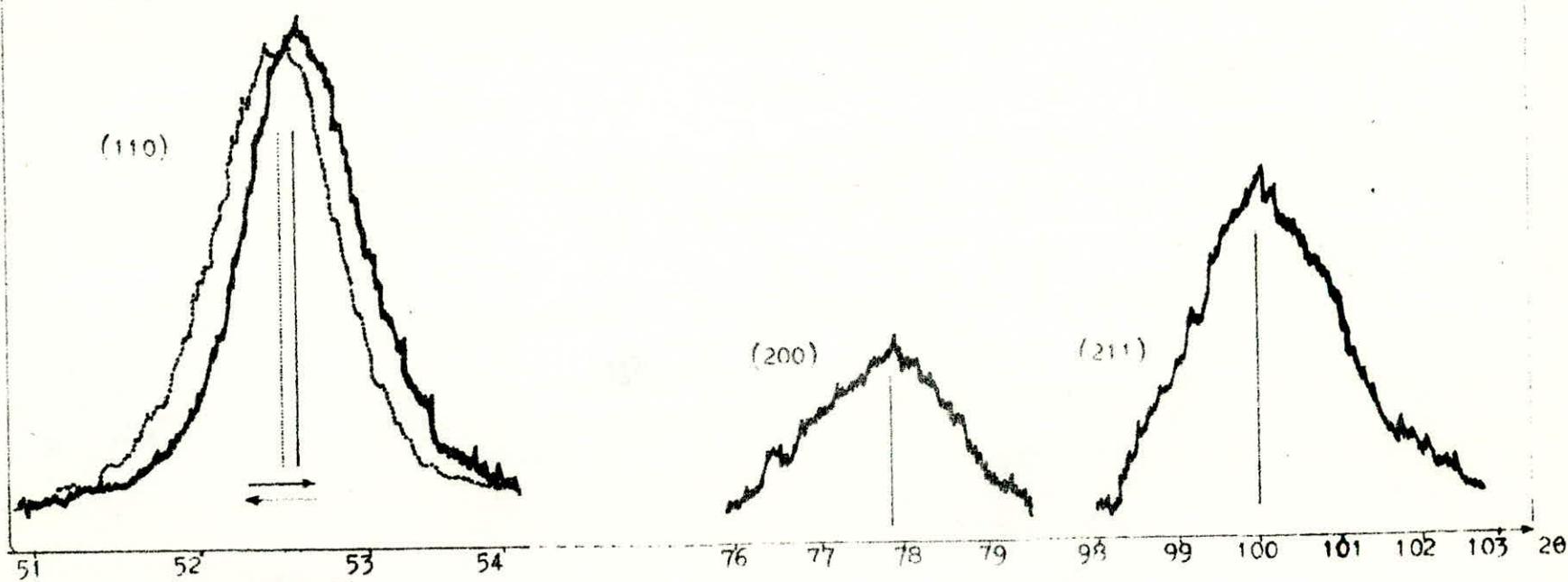
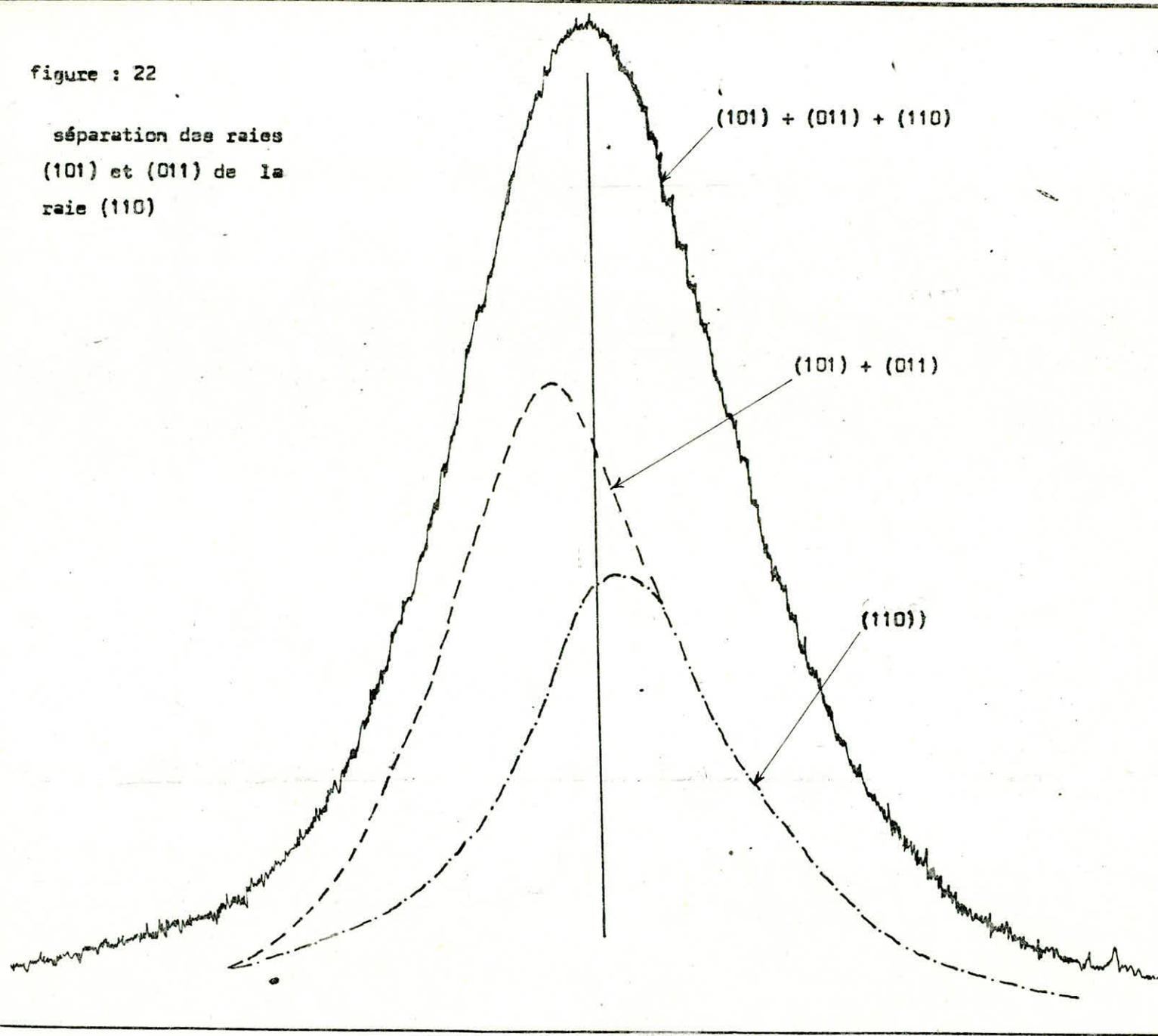


figure : 21

figure : 22

séparation des raies
(101) et (011) de la
raie (110)



de 0,25 °

Nous remarquons aussi que les raies sont très étalées:

- la raie (110) est étalée sur 2°
- la raie (200) est étalée sur 3,5°
- la raie (211) est étalée sur 4°

Un autre essai réalisé à l'aide d'un autre goniomètre nous a permis de mieux visualiser la déformation des raies. Nous avons essayé dans le schéma de la figure 22 de séparer la raie (110) des raies (101) et (011). En effet étant donné la faible quadraticité de la martensite, ces trois raies ne forment qu'un seul pic légèrement dissymétrique.

Signalons aussi que nous n'avons pas détecté la présence d'austénite résiduelle après trempe à l'eau. On peut donc considérer qu'en première approximation, la transformation martensitique est dans ce cas pratiquement complète.

3°) - Echantillon trempé et revenu

Après un traitement de revenu à 300 °C pendant 1 heure, les principales remarques que nous déduisons sur le diagramme de diffraction (figure 23) sont:

- La disparition de la dissymétrie qui est dûe probablement à la décomposition de la martensite.
- L'affinement des raies dû à l'élimination des contraintes structurales.

En supposant que le réseau cristallin est très proche du

diffractogramme d'un échantillon trempé et revenu à 300°C
pendant 1 heure

est. de temps : 37,5 s

taux de compt. : $4 \cdot 10^4$ coups / s

V_{papier} : 1 cm / mn

75 s

$2 \cdot 10^3$ coups / s

$\frac{1}{2}$ cm / mn

75 s

$2 \cdot 10^3$ coups/s

$\frac{1}{2}$ cm / mn

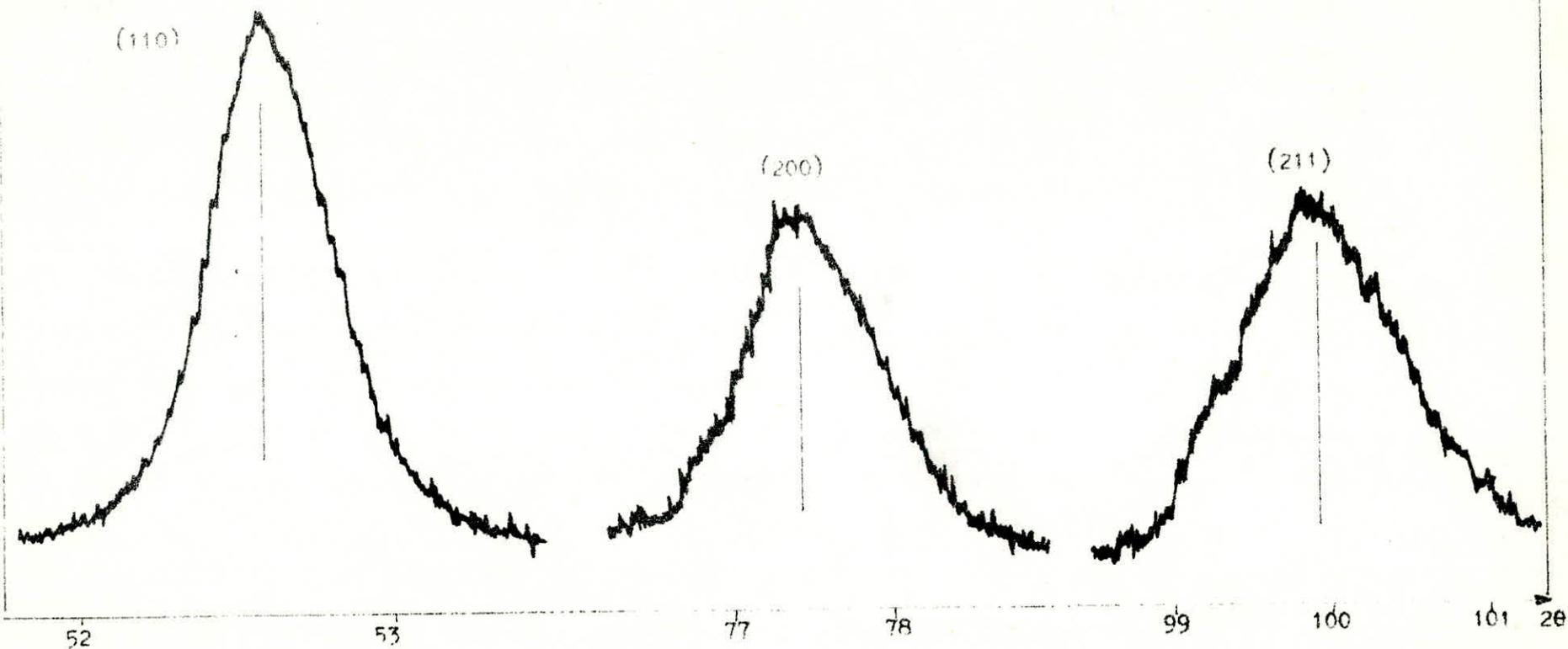


figure : 23

du système cubique, ce qui est le cas après précipitation des carbures, le dépouillement résumé dans le tableau ci dessous donne le paramètre moyen de la maille .

plans (hkl)	2 θ	θ	$d_{hkl} = \frac{a}{\sin \theta}$	a (Å)
(110)	52,60	26,30	2,01999	2,8567
(200)	77,40	38,70	1,43144	2,8628
(211)	99,92	49,96	1,16902	2,8635

$$a_{\text{moyen}} = 2,8620 \text{ \AA}$$

Cette valeur, légèrement supérieure à celle de le ferrite de l'état recuit, traduit la présence de carbone en solution dans la martensite revenue.

3.4.2. Observation micrographique et dureté

Les observations micrographiques après divers traitement de recuit, de trempe et revenu nous permettent de faire les remarques suivantes:

1°) - Pour de très faibles vitesses de refroidissement, de l'ordre de 0,1 °C/s , on constate l'apparition très nette de la structure en bandes intercalées de ferrite et de perlite, caractéristique de certains aciers laminés.

L'observation dans trois plans orthogonaux de l'espace montre que la structure en bandes est orientée dans le sens du laminage. Sur la face parallèle au plan de laminage, la structure est moins orientée et les grains de ferrite et de perlite sont plus dispersés

2^a) - Les refroidissements rapides conduisent à la structure martensitique pour la trempe à l'eau, et la structure bainitique pour la trempe à l'huile.

La dureté maximale (650 Hv) est obtenue par trempe à l'eau . Toutefois, dans ces conditions sévères, l'apparition de tapures est fréquente.

En première approximation, on peut dire que la vitesse de refroidissement correspondant à la trempe à l'eau est supérieure à 50 °C/s .

La trempe à l'huile engendre une structure assez fine associée à une dureté moyenne (350 Hv). La vitesse de refroidissement correspondante se situe entre 20 et 30 °C/s (voir ANNEXES "échantillons traités au four de trempe").

—○○○○—

C O N C L U S I O N

Les diagrammes de transformation en refroidissement continu ont des applications diverses, et permettent de répondre avec une précision suffisante aux questions relatives à la trempe industrielle. Nous citerons ici quelques applications les plus courantes.

La connaissance du diagramme TRC d'une nuance d'acier, permet de déterminer le mode de traitement thermique qu'il faut lui faire subir pour obtenir une structure de caractéristiques mécaniques précises. On adapte, en fonction de la dimension de la pièce à traiter, les conditions de refroidissement depuis le domaine austénitique, qui permettront d'atteindre le point figuratif choisi du diagramme TRC.

Les diagrammes TRC permettent aussi de choisir une nuance d'acier permettant d'obtenir pour une pièce de dimensions déterminées des caractéristiques mécaniques données.

Les résultats que nous avons obtenus ont permis de tracer le diagramme TRC de l'acier étudié. En fait, certains points de transformation, issus de quelques courbes dilatométriques s'écartent notablement du tracé proposé. Les anomalies rencontrées dans la construction du diagramme de transformation en refroidissement continu proviennent essentiellement de l'état structural

initial de l'acier étudié. En effet, la structure en bandes engendrée sous l'influence de la ségrégation majeure par le laminage de la tôle, peut entraîner des variations de la composition chimique des éprouvettes dilatométriques.

Toutefois, les expériences de recuit ou de trempe sur des échantillons plus massifs confirment nos résultats. Il serait cependant souhaitable d'approfondir l'étude de cette nuance d'acier en établissant les courbes de transformation en conditions isothermes (TTT) et en précisant par des analyses complémentaires le diagramme TRC .

Enfin , la mise en oeuvre de essais de trempabilité, d'essais mécaniques (résistance à la traction, allongement, résilience...) et d'essais physico-chimiques (corrosion) parachèverons la connaissance de cet acier.

-----o o o o-----
o o o o

-----8888-----

B I B L I O G R A P H I E
o o o o o o o o o o

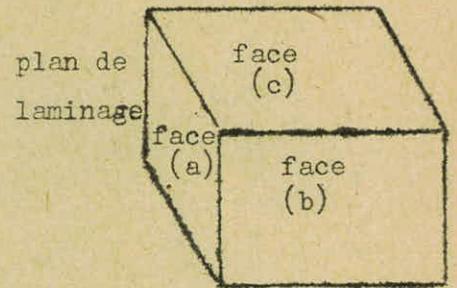
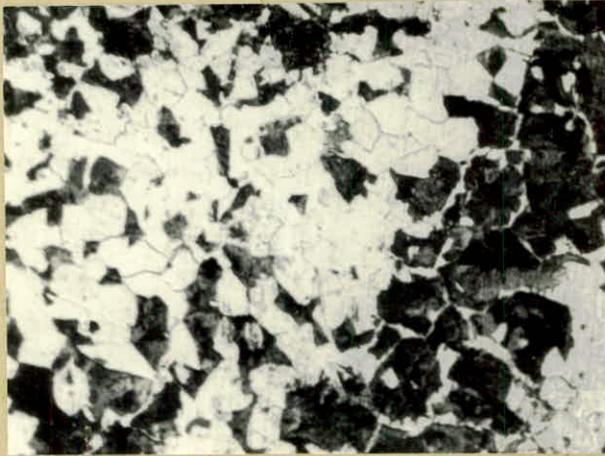
- 1 - E.C. BAIN dans I.R.C.D. atlas des courbes de transformation
- 2 - ENDREW ^{dans} techniques de l'ingénieur
- 3 - J. BURKE la cinétique des changements de phase dans les métaux
(1968) Masson & cie
- 4 - J. BENARD, A. MICHEL, J. PHILIBERT et J. TALBOT métallurgie générale
(1969) Masson & cie
- 5 - E.C. BAIN et H.W. PAXTON les éléments d'additions dans l'acier
(1968) Dunod
- 6 - L. GUILLET et P. POUPEAU théorie des transformations dans l'état solide
des métaux Dunod
- 7 - WIESTER dans A. DE SY et J. VIDTS. métallurgie structurale
(1962) Dunod .
- 8 - BACKER Mem. Sc. Rev. Met. 61 n° 12 (1964) 865
- 9 - STEVEN et HYNES Iron and Steel Institute February (1860) 137
- 10 - I.R.S.I.D. Atlas des courbes de transformation
- 11 - ADAMEL L'HOMARGIE Four électrique de précision
- 12 - ADAMEL L'HOMARGIE Dilatomètre de trempe ultrarapide
- 13 - BERGER la dilatométrie différentielle appliquée à l'étude des aciers
(1965) Dunod .



A N N E X E
■■■■■■■■■■

ECANTILLONS TRAITES DANS LE FOUR DE TREMPE

(structure en bandes)



G = 100

(face a)

$\theta = 1100 \text{ } ^\circ\text{C}$

$V_r = 0,1 \text{ } ^\circ\text{C/s}$



(face b ou c)

G = 100

$\theta = 1100 \text{ } ^\circ\text{C}$

$V_r = 0,1 \text{ } ^\circ\text{C/s}$



(face b ou c)

G = 400

$\theta = 900 \text{ } ^\circ\text{C}$

$V_r = 0,1 \text{ } ^\circ\text{C/s}$



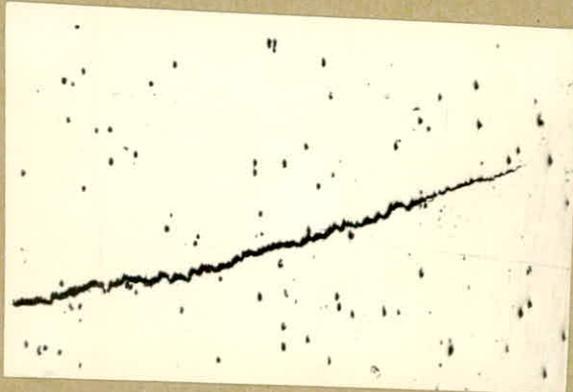
trempe à l'eau
structur martensitique

G = 1000



trempe à l'huile
bainite dans un fond
de martensite

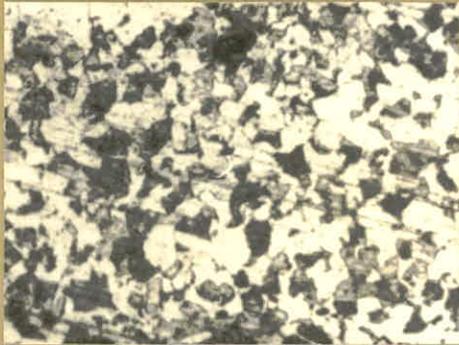
G = 1000



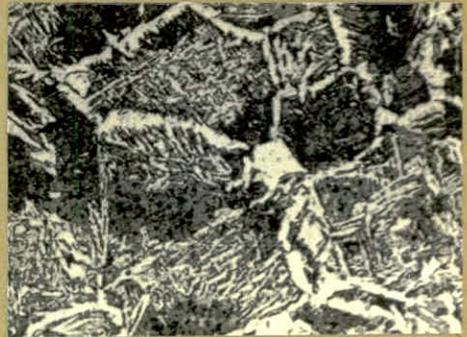
tapure de trempe

G = 100

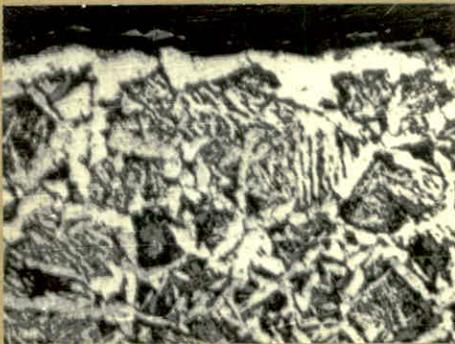
MICROGRAPHIE DESEPROUVETTES DILATOMETRIQUES



G = 400
 O = 850°C , Vr = 1 °C/s
 Ferrite + Perlite



G = 200
 O = 1085 °C , Vr = 3 °C/s
 Ferrite aciculaire + perlite



G = 200
 O = 1084 °C , Vr = 3 °C/s
 Décarburation superficielle



G = 400
 O = 850 °C , Vr = 7 °C/s
 Ferrite + Perlite + Bainite +
 Martensite



G = 1000
 O = 840 °C , Vr = 10 °C/s
 Ferrite + Bainite + Martensite



G = 400
 O = 850 °C , Vr = 15°C/s
 Ferrite + Bainite + Martensite

