

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Université Badji Mokhtar
Annaba



جامعة باجي مختار
عنابة

Année 2009

Faculté des Sciences
Département de Physique

MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

M A G I S T E R

ACIER TERNAIRE FAIBLEMENT ALLIE AU Cr, Mo ,V :

CARACTERISATION ET EVOLUTION DES CARBURES AU COURS

DE DIFFERENTS TRAITEMENTS THERMIQUES

Option : **Matériaux Métalliques**

par

Farheddine DJOUDI

Devant le jury :

Directeur de mémoire	Abdelatif BOUTEFNOUCHET	Maitre de Conférences	Univ. Annaba
Président	Mohamed Yacine DEBILI	Professeur	Univ. Annaba
Examineurs	Abdelhafid TRIKI	Maitre de Conférences	Univ. Annaba
	Mostefa BENCHIHEB	Maitre de Conférences	Univ. Annaba

A la mémoire de mes parents.
Qu'ils reposent en paix dans la clémence d'ALLAH tout puissant
A mon épouse Nérrine.
A mon fils Tamer.

REMERCIEMENTS

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé sous la direction du docteur **Abdelatif BOUTEFNOUCHET** Maître de Conférences à la faculté de Médecine d'Annaba. Qu'il me soit permis de lui témoigner toute ma gratitude, tout d'abord, pour m'avoir attribué un travail fort intéressant, et ensuite, de m'avoir si bien suivi et encadré dans ce mémoire. Je tiens donc à lui exprimer ma reconnaissance la plus vive pour ses valeureuses directives et ses critiques constructives qui m'ont permis d'acquiescer tout au long de ce travail de mémoire les connaissances requises et nécessaires pour son bon déroulement. Qu'il reçoive de ma part les remerciements les plus sincères.

J'adresse mes vifs remerciements au professeur **Med Yacine DEBILI** pour sa disponibilité et pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ma soutenance et cela malgré ses nombreuses obligations.

Je tiens à exprimer également ma profonde gratitude à messieurs les membres du jury en l'occurrence : le docteur **Abdelhamid TRIKI** et le docteur **Mostefa BENCHIHEB** Maîtres de conférences à l'Université d'Annaba pour avoir consacré du temps à l'examen de ce travail, je suis sensible à l'honneur qu'ils m'ont fait en participant à mon jury.

Je tiens à remercier aussi **Mr. Hacene CHADLI** Maîtres de conférences au département de métallurgie de l'Université d'Annaba pour sa disponibilité et son aide précieuse.

Je tiens également à remercier mes amis de longue date **Mr. Mourad Daoudi et Mr. Salim Bouaricha** du département de physique Université d'Annaba pour leurs aides et soutiens continus.

Mes vifs remerciements aussi à mon très cher ami **Mr. Nacer Tilbi** docteur en Physique au département de physique Université de Jijel pour sa collaboration et son investissement dans ce mémoire.

Mes remerciements vont également à **Mr. Ali TAHAR** professeur au département de biologie Université d'Annaba ainsi qu'à **Mr. Mohamed BENSALAMA** maître de conférences au même département, à j'exprime ma profonde reconnaissance pour leurs collaborations.

Je tiens enfin à remercier toutes personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

ملخص

ان دراسة التطورات البنيوية لفولاذ ثلاثى العناصر 40CDV13 ذات مقاومة ميكانيكية عالية , تمت ابتداء من حالته الاصلية. فى هذه الحالة يحتوى الفولاذ على بنية مكونة من الفريت , البرليت , و البنيت .الكربيدات الموجودة فى هذه الحالة من الشكل: Fe_3C , MC , M_7C_3 , $M_{23}C_6$.

ان انحلال فحم الحديد Fe_3C و الكربيد $M_{23}C_6$ فالبنية الاساسية للاوستنيت يلاحظ ابتداء من الدرجة $950\text{ }^\circ\text{C}$ والكربيد M_7C_3 ينحل ابتداء من الدرجة $1050\text{ }^\circ\text{C}$, الكربيدات من النوع MC تنحل ابتداء من الدرجة $1100\text{ }^\circ\text{C}$ مما ينتج عنه زيادة فى حجم حبيبة الاوستنيت.

ان ترسيب الكربيدات الثانوية خلال التبريد المنتظم , وذلك بعد مرحلة الاوستنيت لمدة 10 دقائق و عند الدرجة $950\text{ }^\circ\text{C}$ تمت متابعتها بتجربة انعراج الاشعة X على كمية من الكربيدات المستخلصة من الفولاذ من تجربة الانحلال. باتخاذ سرعة تبريد $75\text{ }^\circ\text{C/h}$ يلاحظ راسب Fe_3C بكمية كبيرة . تتناقص كمية هذا الراسب كلما تناقصت سرعة التبريد و يقابلها تزايد فى ظهور راسب من الكربيد $M_{23}C_6$. من اجل سرعة $25\text{ }^\circ\text{C/h}$ يلاحظ عدم ظهور الكربيد Fe_3C فى المخطط الموافق لتجربة الانعراج لا نلاحظ الا الخطوط الموافقة لكربيدات $M_{23}C_6$ الثانوية , و الكربيدات MC الاولية.

الكلمات الجوهرية :

فولاذ , الكربيدات, مرحلة الاوستنيت, ترسيب, تبريد منتظم, مخطط TRC, تطورات بنيوية, الانعراج X.

Résumé

L'étude des évolutions structurales développées au sein d'un acier ternaire, à haute résistance mécanique de nuance 40CDV13, a été abordée par la caractérisation de son état de réception. Dans cet état l'acier étudié présente une structure composée de ferrite, de perlite et de bainite. Les carbures initialement présents dans cet état sont essentiellement de type $M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC et Fe_3C . La dissolution de la cémentite et du carbure $M_{23}C_6$, dans la matrice austénitique, est observée dès 950 °C, celle du carbure de type M_7C_3 intervient à partir de 1050 °C. Les carbures de type MC se dissolvent à partir de 1100 °C ce qui se traduit par une évolution très importante de la grosseur du grain austénitique.

La précipitation des carbures secondaires lors du refroidissement continu, après une austénitisation de 10 minutes à 950 °C, a été suivie par diffraction des rayons X sur des résidus de carbures extrait des échantillons par voie électrolytique au terme de chaque refroidissement. Cette précipitation concerne la cémentite et le carbure $M_{23}C_6$. Pour une vitesse de refroidissement $V_r = 75$ °C/h, il y a précipitation prédominante de la cémentite qui s'atténue par la suite, au fur et à mesure que la vitesse de refroidissement devient plus faible, au dépend de la précipitation du carbure $M_{23}C_6$. Pour $V_r = 25$ °C/h, la précipitation de la cémentite s'atténue considérablement et dans le diffractogramme, relatif à la diffraction des carbures extraits au terme de ce refroidissement, on n'observe que les raies du carbure secondaire $M_{23}C_6$ et le carbure primaire MC.

Mots clés :

Acier, carbures, Austénitisation, précipitation, refroidissement continu, diagramme TRC, évolutions structurales, dilatométrie, diffraction des RX.

Abstract

The structural evolutions of a ternary high mechanical resistant steel (nuance 40CDV13) have been approached by the characterization of its receipt state. In this state the studied steel presents a structure composed of ferrite, pearlite and bainite. The primary carbides initially present in this state are essentially $M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC and Fe_3C . The dissolution of the cementite and the $M_{23}C_6$ -type carbide, in the austenitic matrix, is observed at 950 °C, the one of the M_7C_3 carbide intervenes from 1050 °C. The carbides of MC-type dissolve from 1100 °C which is translated by a very important evolution of the austenitic grain size.

The precipitation of secondary carbides during four different continuous coolings, after a 10 minute austenitization to 950°C, has been followed by X-ray diffraction on residues extracted from the samples by an electrolytic process at the end of each cooling. This precipitation relates to cementite and $M_{23}C_6$ carbide type. For a cooling speed of $V_r = 75$ °C/h ,there is prevalent precipitation of the cementite which is attenuate thereafter, as the cooling rate become lower, giving rise to the precipitation of carbide $M_{23}C_6$ For $V_r = 25$ °C/h , the precipitation of cementite considerably has decreased and only primary MC and secondary $M_{23}C_6$ carbides remained and attest by the XRD diffraction .

Key words:

Steel, carbides, Austenitization, precipitation, continuous cooling, TRC diagram's, structural evolutions, dilatometry, XR diffraction.

Table des matières

	Page
Listes des figures	i
Liste des tableaux	iv
Introduction	1
Chapitre I : Etude Bibliographique	2
I.1 Alliage Fer-Carbone	2
I.1.1 Introduction.....	2
I.1.2 Rôle des éléments Carburières sur l'étendue du domaine Austénitique.....	2
I.1.3 Influence des éléments sur composition des carbures formés dans les aciers considérés...3	
I.2 Refroidissent continu : rôles des éléments d'alliages	8
I.2.1 Influence de la composition chimique.....	8
I.2.1.1 Influence du chrome.....	8
I.2.1.2 Influence du molybdène.....	8
I.2.1.3 Influence du vanadium.....	9
I.2.1.4 Influence d'additions simultanées	9
I.2.2 Influence des conditions d'Austénitisation	9
I.2.3 Transformation martensitique.....	11
I.2.4 Carbures formés au cours des transformations en refroidissement continu.....	14
I.3 Transformation isotherme : rôle des éléments d'alliages	14
I-3.1 Introduction.....	14
I-3-2 Influence de la composition chimique.. ..	15
I.3.2.1 Influence du chrome.....	15
I.3.2.2 Influence du molybdène.....	15
I.3.2.3 Influence du vanadium.....	15
I.3.3 Influence des conditions d'austénitisation.....	15
I.3.4 Influence des ségrégations... ..	16
I.3.5 Nature des carbures formés au cours de transformations isothermes.....	16
I.4 Carbures formés au cours du revenu	23
I.4.1 Introduction.....	23
I.4.2 Différents stades de revenu	23
Stade 1 : précipitation du carbure ϵ ,perte partielle de la tétragonalité de la matrice.....	23

Stade 2 : transformation de l'austénite résiduelle.....	24
Stade 3 : précipitation et coalescence de la cémentite.....	24
Stade 4 : aciers alliés.....	25
I.4.3 Revenu des aciers	25
I.4.3.1 revenu des aciers au Vanadium	25
I.4.3.2 revenu des aciers au Molybdène... ..	26
I.4.3.3 revenu des aciers au Chrome.....	26
I.5 Transformation en refroidissement continu de l'acier	
40CDV13 (TRC: 950°C et1050°C).....	27
Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales utilisés	33
II.1 Matériau étudié.....	33
II.2 Préparation des échantillons.....	33
II.2.1 Prélèvements.....	33
II.2.2 Traitements thermiques	34
II.2.2.1 Traitements d'austénitisation.....	34
II.2.2.2 Refroidissement.....	34
II.3 Extraction des carbures.....	34
II.4 Méthodes expérimentales utilisées.	35
II.4.1 Dilatométrie.....	35
II.4.2 Microscopie optique.....	36
II.4.3 Diffraction des Rayons X.....	36
II.4.4 Microanalyse élémentaire par sonde électronique.....	36
II.4.5 Microscopie électronique à balayage	39
II.4.6 Microscopie électronique en transmission	39
II.5 Mesures de microduretes	39
Chapitre III Résultats et interprétations	40
III.1 Caractérisation de l'état de réception.....	40
III.2 Austénitisation et dissolution des carbures primaires	49
III.2.1 Etude dilatométrique	49
III.2.1.1 Comportement au chauffage.....	49
III.2.1.2 Mise en solution des carbures primaires lors de l'austénitisation	49
III.2.2 Evolution moyenne de la taille du grain austénitique.....	50

III.2.3 Conclusions partielles	54
III.3 Carbures secondaires et refroidissement continu	54
III.3.1 Etude dilatometrique	55
III.3.2 Observations micrographiques	55
III.3.3 Analyse des carbures extraits après refroidissement continu par diffraction X.....	61
III.3.4 Interprétation des résultats et conclusion partielle.....	64
III.4 Conclusion générale	67
-Etat de livraison et traitement d'austénitisation.....	67
-Transformation de l'austénite en refroidissement continu et précipitation des carbures.....	
secondaire.....	67
Références.....	69

Liste des figures

Chapitre 1

Figures	Titre	Page
Fig.I.1	Diagramme d'équilibre Fe-C (a) .Structure de Fe ₃ C (b).	4
Fig.I.2	Diagramme d'équilibre Fe-Cr.	5
Fig.I.3	Projection sur le plan température par rapport à la teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour différentes teneur en carbone.	5
Fig.I.4	Influence de divers teneurs en Chrome (a) et en Molybdène(b) sur l'étendue de la boucle austénitique .	6
Fig. I.5	Coupe isotherme $\theta=700^{\circ}\text{C}$ du diagramme ternaire Fe-C-Cr.	6
Fig. I.6	Coupe isotherme $\theta=700^{\circ}\text{C}$ du diagramme ternaire Fe-C-Mo.	7
Fig. I.7	Coupe isotherme $\theta=700^{\circ}\text{C}$ du diagramme ternaire Fe-C-V.	7
Fig. I.8	Influence du Chrome sur la forme et la position des diagrammes TRC.	10
Fig. I.9	Influence d'additions simultanées d'alliages sur le diagramme TRC.	10
Fig. I.10	Variation des paramètres a et c de la martensite des alliages Fe-C en fonction de la teneur en carbone.	12
Fig. I.11	Domaine d'existence des deux formes de martensite en fonction de la teneur en carbone.	13
Fig. I.12	Influence de la teneur en carbone sur la température du début (M_s)et la fin(M_f) de la transformation martensitique.	13
Fig. I.13	Influence du chrome sur la forme et la position des diagrammes de transformation isotherme.	18
Fig. I.14	Mécanisme de transformation interphase.	19
Fig. I.15	Diagramme de transformations isothermes de quatre aciers alliés.	20
Fig. I.16	Influence d'une longue durée de maintien dans le domaine perlitique sur la composition chimique des carbures.	21
Fig. I.17	Influence d'une longue durée de maintien dans le domaine bainitique sur la composition chimique des carbures.	22
Fig. I.18	Mailles élémentaires des carbures (MC et M ₂ C)	30
Fig. I.19	Maille élémentaire du carbure M ₂₃ C ₆ .	30
Fig. I.20	Effet du molybdène sur la dureté d'un acier à 0.1% C/masse.	30

Fig. I.21	Influence de la teneur en molybdène sur la stabilité des carbures présents à 700°C dans un acier à 0,2 % C, Cr-V (sans et avec molybdène).	31
Fig. I.22	Diagramme de transformation en refroidissement continu de l'acier 40CDV13 austénitisé à 950°C pendant 10mn.	32
Fig. I.23	Diagramme de transformation en refroidissement continu de l'acier 40CDV13 austénitise à 1050°C pendant 10mn.	32
Chapitre 2		
Fig. II.1	Courbe potentiodynamique $\text{Log}(I) = f(E)$ de l'état de réception	37
Fig. II.2	Potentiostat	38
Fig. II.3	Dispositif de dissolution électrolytique	38
Chapitre 3		
Fig. III.1	Structure micrographique de l'état de réception de l'acier 40CDV13 (attaque au nital).	41
Fig. III.2	Diffraction de rayons X sur la matrice de l'acier 40CDV13 à l'état de réception.	42
Fig. III.3	Calcul du paramètre cristallin de l'état de réception.	43
Fig. III.4	Observation au MEB de la matrice de l'état de réception.	45
Fig. III.5	Microanalyse X réalisé sur la matrice de l'état de réception.	45
Fig. III.6	Diffractogramme de rayons X obtenu sur des carbures extraits de l'acier à l'état de réception (anticathode de cuivre).	46
Fig. III.7	Diffractogramme de rayons X obtenu sur des carbures extraits de l'acier à l'état de réception (anticathode de cobalt).	46
Fig. III.8	Micrographie électronique en champ claire obtenue sur un échantillon à l'état de livraison.	48
Fig. III.9	Courbe dilatométrique enregistrée au cours du chauffage ($V_c = 5^\circ\text{C}/\text{mn}$) et sa courbe dérivée mettant en évidence les points A_{C1} et A_{C3} .	51
Fig. III.10	Evolutions dimensionnelles pendant le traitement d'austénisation de 10mn.	52
Fig. III.11	Structures micrographiques mettant en évidence l'évolution du grain austénitique en fonction de la température d'austénitisation (maintien de 20mn).	53

Fig.III.12	Enregistrement dilatométrique en refroidissement continu ($\theta_{\gamma} = 950^{\circ}\text{C}$).	57
Fig.III.13	Structures micrographiques obtenus après refroidissement continu à partir de $\theta_{\gamma} = 950^{\circ}\text{C}$ à vitesses de refroidissements assez lentes.	58
Fig.III.14	Micrographie par microscopie à balayage sur la matrice de l'échantillon refroidit avec une vitesse de 75°C/h .	59
Fig.III.15	Micrographie par microscopie à balayage sur la matrice de l'échantillon refroidit avec une vitesse de 25°C/h .	60
Fig.III.16	Diffractionogramme enregistré sur des carbures extraits de l'acier 40CDV13 austénitisé pendant 10mn à 950°C et refroidi avec $V_r = 200^{\circ}\text{C/h}$.	62
Fig.III.17	Diffractionogramme enregistré sur des carbures extraits de l'acier 40CDV13 austénitisé pendant 10mn à 950°C et refroidi avec $V_r = 75^{\circ}\text{C/h}$.	62
Fig.III.18	Diffractionogramme enregistré sur des carbures extraits de l'acier 40CDV13 austénitisé pendant 10mn à 950°C et refroidi avec $V_r = 50^{\circ}\text{C/h}$.	63
Fig.III.19	Diffractionogramme enregistré sur des carbures extraits de l'acier 40CDV13 austénitisé pendant 10mn à 950°C et refroidi avec $V_r = 25^{\circ}\text{C/h}$.	63
Fig.III.20	Superposition de diffractionogrammes enregistrés sur des carbures extraits de l'acier 40CDV13 austénitisés pendant 10mn à 950°C et refroidis selon différentes vitesses de refroidissement .	66

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
Tableau II.1	Composition chimique de l'acier 40CDV13	33
Tableau III.1	Valeurs des angles des raies de la matrice ferritique et calcul du paramètre de maille.	43
Tableau III.2	Dépouillement des diffractogrammes des carbures extraits de l'état de réception (théorique).	47
Tableau III.3	Grosseur moyenne du grain auténitique.	50
Tableau III.4	Conditions de refroidissement.	55
Tableau III.5	Proportions relatives des différents constituants micrographiques formés lors de la transformation de l'austénite au cours du refroidissement continu en fonction des vitesses de refroidissement.	56

INTRODUCTION

Parmi les raisons que l'on peut invoquer pour expliquer l'importance de l'acier dans la vie moderne, il en est une qui nous paraît absolument capitale : c'est la possibilité de faire varier, dans de très larges limites, les propriétés des aciers en agissant, d'une part, sur leur composition chimique et, d'autre part, sur les traitements thermiques, thermomécaniques et thermochimiques qu'il est possible de leur faire subir. A titre d'exemple, et dans le domaine aéronautique la tendance va plutôt vers de nouvelles nuances d'aciers dont les caractéristiques mécaniques sont supérieures à celles des aciers maraging conventionnels actuellement utilisés pour la fabrication de pièces de structure ou des arbres de turbines des turboréacteurs (propriétés en traction, ténacité, fatigue oligocyclique). Ces nouveaux aciers à très haute résistance apparaissent progressivement sur ces applications, durcis par des mécanismes complexes de précipitation simultanée du carbure M_2C et de l'intermétallique $NiAl$. Leurs propriétés en traction et en fatigue sont largement supérieures à celles des aciers maraging classiques.

La compréhension de la métallurgie des aciers en générale, permet la mise en évidence des mécanismes microstructuraux responsables de leurs propriétés. En effet, les précipités de carbures, de tailles nanométriques, formés au cours du revenu sont en partie responsables de la bonne tenue mécanique des aciers à haute résistance. En conséquence, la connaissance des conditions thermodynamiques qui favorisent la germination et la croissance de carbures spéciaux et de composés intermétalliques dans la martensite est particulièrement importante. De même, la répartition des différents précipités entre les différents sites de germination potentiels ainsi que les conditions pour modifier cette répartition afin de modifier les propriétés d'usage restent à approfondir. Dans ce contexte, ce mémoire de magister, aura comme objectif principal, la mise en évidence de ces facteurs pour essayer de comprendre l'influence des mécanismes de formation et de dissolution des carbures sur les propriétés structurales et mécaniques d'un acier faiblement allié à haute résistance mécanique au Chrome-Molybdène-Vanadium.

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Alliages Fer-Carbone

I.1.1 Introduction

Les phénomènes métallurgiques mis en jeu dans les opérations de traitement thermique sont de nature physico-chimique et structurale. Les transformations qui se produisent à l'état solide conditionnent fortement les propriétés mécaniques des matériaux. Elles sont, de plus, accompagnées d'effets dimensionnels générateurs de déformations qui s'ajoutent aux déformations thermiques banales. Les phénomènes physiques mis en jeu étant complexes, ils sont surtout abordés par voie expérimentale.

Le cas des alliages fer-carbone (aciers et fontes) a fait l'objet, depuis longtemps, de nombreux travaux du fait de son importance industrielle. Pour cela d'énormes moyens d'investigation expérimentaux et théoriques très élaborés ont permis de mieux comprendre les processus mis en jeu à l'échelle microscopique. Dans le cas des aciers alliages Fe-C, le carbone joue un rôle décisif, même à très faible teneur. La solubilité du carbone dans le fer est différente selon les trois variétés allotropiques du fer. On note que la solubilité maximale du carbone dans le fer γ est très supérieure à celle du carbone dans le fer α (0.04%) et dans le fer δ (0.15%) (Fig. I.1). La solubilité limite du carbone dans le fer (α , γ et δ) est due au fait que le rapport des rayons atomiques du carbone et du fer [$r_C / r_{Fe} = 0.61$] est légèrement en dehors des limites indiquées par Hume-Rother ($0.41 \leq (r_C / r_{Fe}) \leq 0.59$).

I.1.2 Rôle des éléments carburigènes sur l'étendue du domaine austénitique

Le chauffage de l'acier dans le domaine austénitique en particulier est une étape importante des traitements thermiques : les propriétés métallurgiques dépendent de la mise en solution des carbures et de l'homogénéité de l'austénite. Chacun des éléments d'alliage a une vitesse spécifique de diffusion au sein de la phase γ ainsi la température de mise en solution des divers carbures dépendra de leur composition et leur taille.

Pour mieux comprendre le rôle de ces éléments d'alliage, on considèrera en premier lieu le diagramme binaire Fe-Cr (Fig. I.2). Le chrome, de structure cubique centrée, favorise la structure

ferritique (élément alpha-gène); le domaine de la solution solide austénitique γ (c.f.c.) est restreint à une boucle limitée à la teneur de 13% de Cr, d'où deux classes d'alliage Fe-Cr :

- $0\% < (\% \text{ Cr}) < 13\%$: alliages susceptibles de subir des traitements thermiques après chauffage dans le domaine γ .

- $(\% \text{ Cr}) > 13\%$: la structure reste ferritique entre la température ambiante et celle du solidus.

Dans le cas d'alliages Fe-Cr-C (aciers au chrome), on remarque que l'apport de carbone (gammagène) élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase γ (Fig. I.3). La figure I.4a, qui représente une projection des coupes du volume γ sur le plan température - (% C) pour des teneurs en Cr croissantes, montre le rétrécissement progressif du domaine γ austénitique déterminé dans le cas de l'alliage binaire Fe-C.

L'effet du Mo sur le diagramme Fe-C est semblable à celui du Cr. La figure I.4b montre que le domaine austénitique γ disparaît totalement pour une addition de 9% de Mo [1,2].

I.1.3 Influence des éléments sur la composition des carbures formés dans les aciers considérés

Des études ont été effectuées concernant plusieurs systèmes ternaires tel que (Fe-Cr-C), (Fe-Mo-C), (Fe-V-C) [3-5], afin de caractériser les carbures susceptibles d'être observés dans l'état recuit, nous donnons à titre d'exemple dans les figures I.5, I.6 et I.7 quelques coupes des diagrammes d'équilibre correspondants.

Ainsi, avec le chrome peuvent se former les carbures suivants :

- $(\text{Fe,Cr})_3\text{C}$ cémentite substituée pouvant contenir jusqu'à 15% masse de chrome environ.
- $(\text{Cr,Fe})_7\text{C}_3$ contenant au minimum 36% masse de chrome (de symétrie hexagonale).
- $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$ (cubique complexe) contenant au moins 70% masse de chrome.

Le molybdène peut donner les carbures des types suivants :

- $(\text{Fe,Mo})_3\text{C}$, la solubilité du molybdène dans ce carbure reste très faible.
- $(\text{Fe,Mo})_6\text{C}$ ou encore : $\text{Fe}_3\text{Mo}_3\text{C}$ et $\text{Fe}_4\text{Mo}_2\text{C}$.
- D'autres carbures ne figurant pas dans le diagramme (Fe-Mo-C) ont été signalés dans la littérature [6,7] il s'agit de : Mo_2C : carbure hexagonal ($c/a \approx 1.58$).

- M_aC_b : appelé parfois $\text{Fe}_n\text{Mo}_m\text{C}$ ($n \approx 2$ et $m = 1$).

Enfin, le vanadium entre dans la composition de carbures de type $(\text{V,Fe})_4\text{C}_3$, encore désigné MC de structure cubique type NaCl, avec un paramètre variant de 4.15Å à 4.30Å suivant la teneur en vanadium.

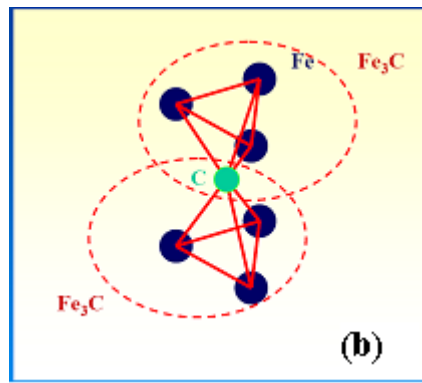
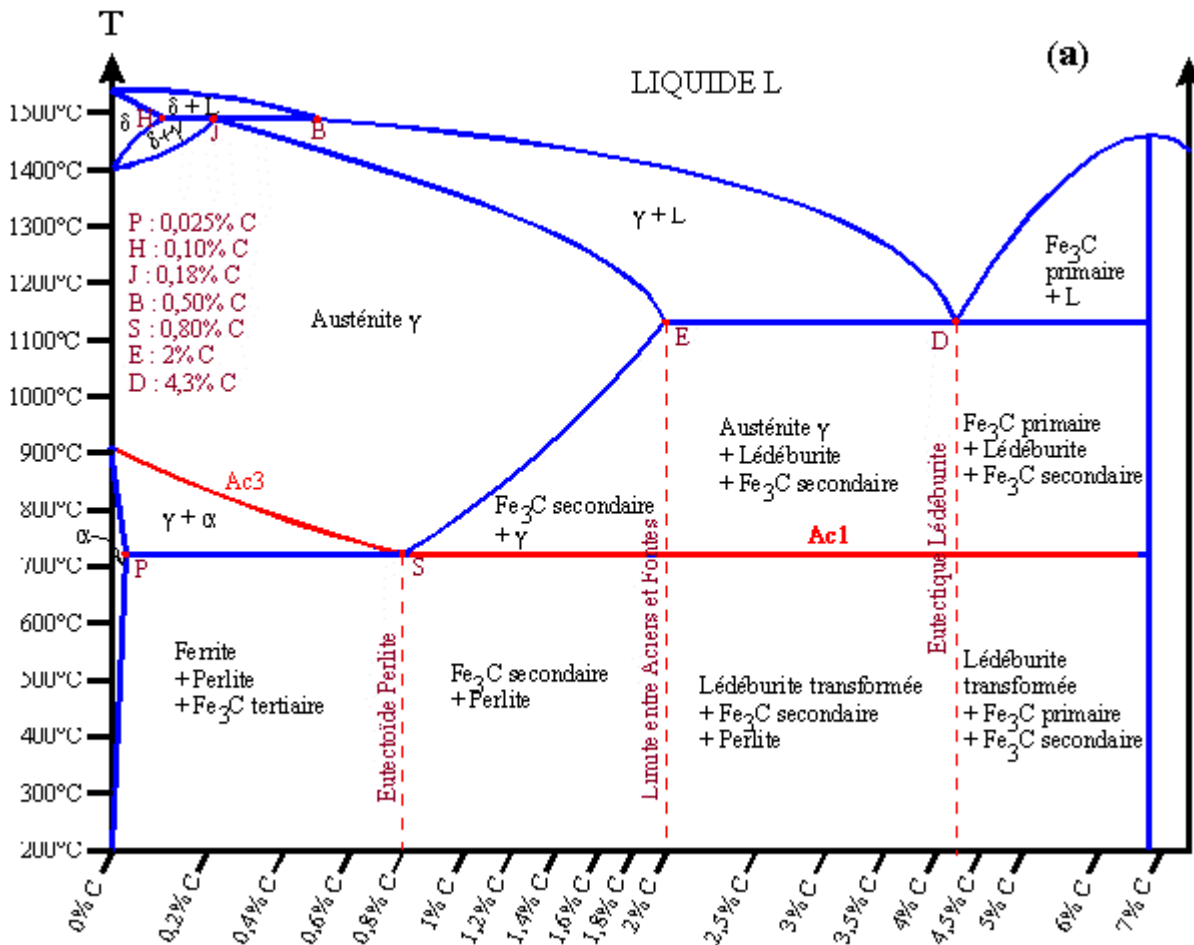


Figure I.1: Diagramme d'équilibre Fe-C (a). Structure de Fe₃C(b)

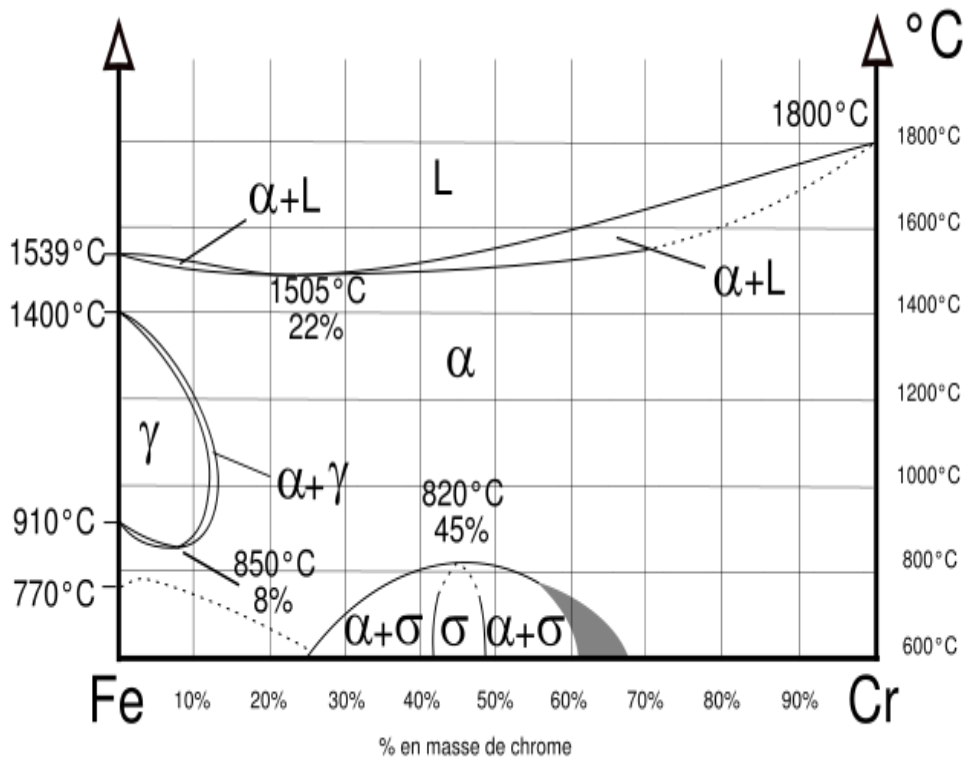


Figure I.2: Diagramme d'équilibre Fe-Cr

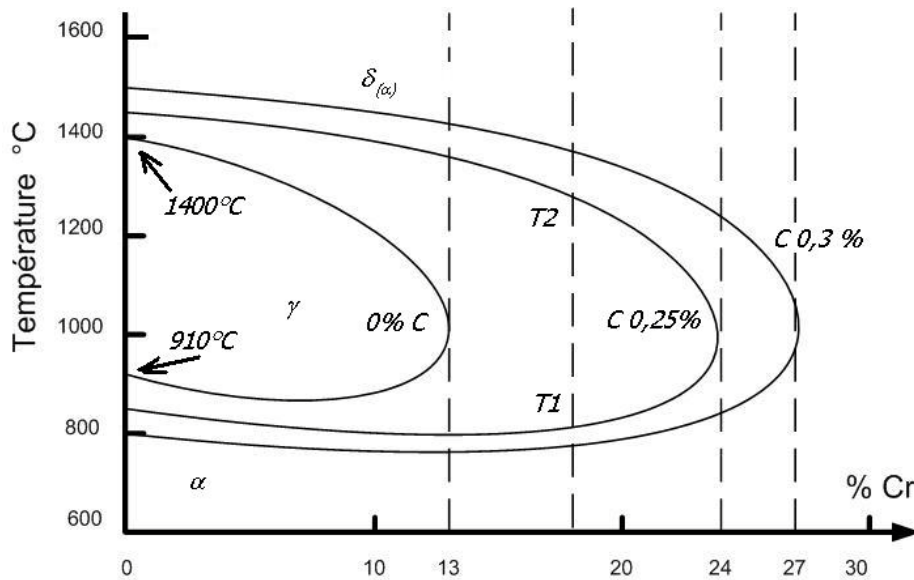


Figure I.3: Projection sur le plan température par rapport à la teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour différentes teneurs en carbone.

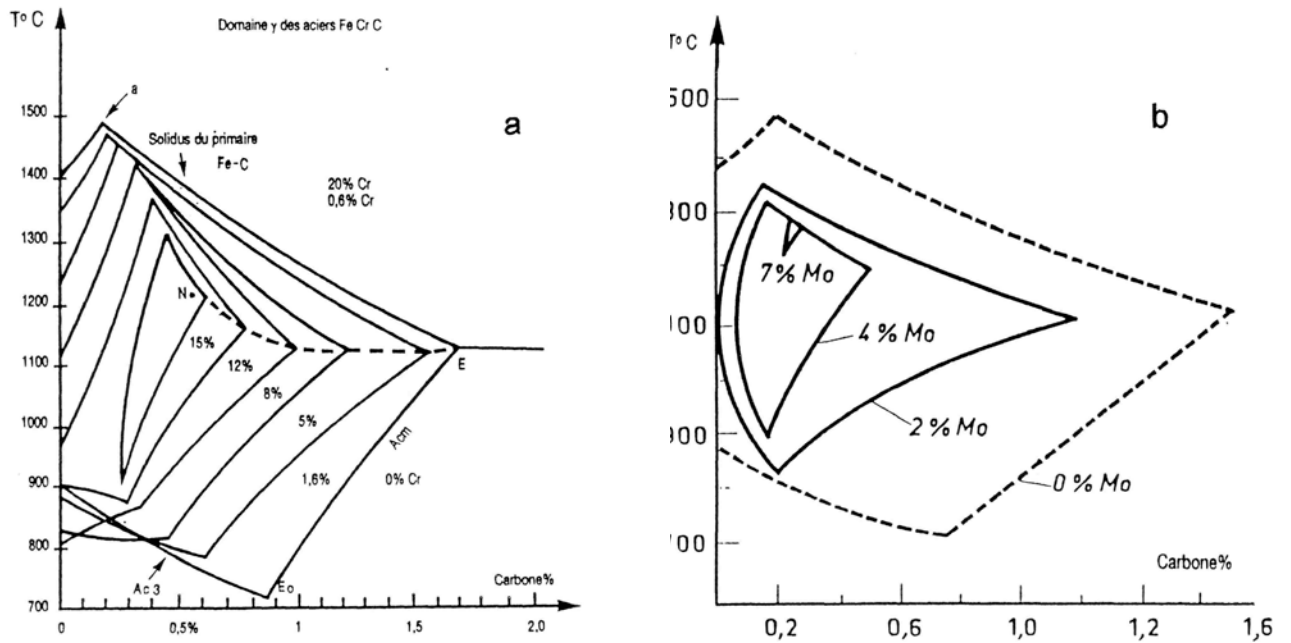


Figure I.4: Influence de divers teneurs en Chrome (a), en molybdène (b) sur l'étendue de la boucle austénitique γ .

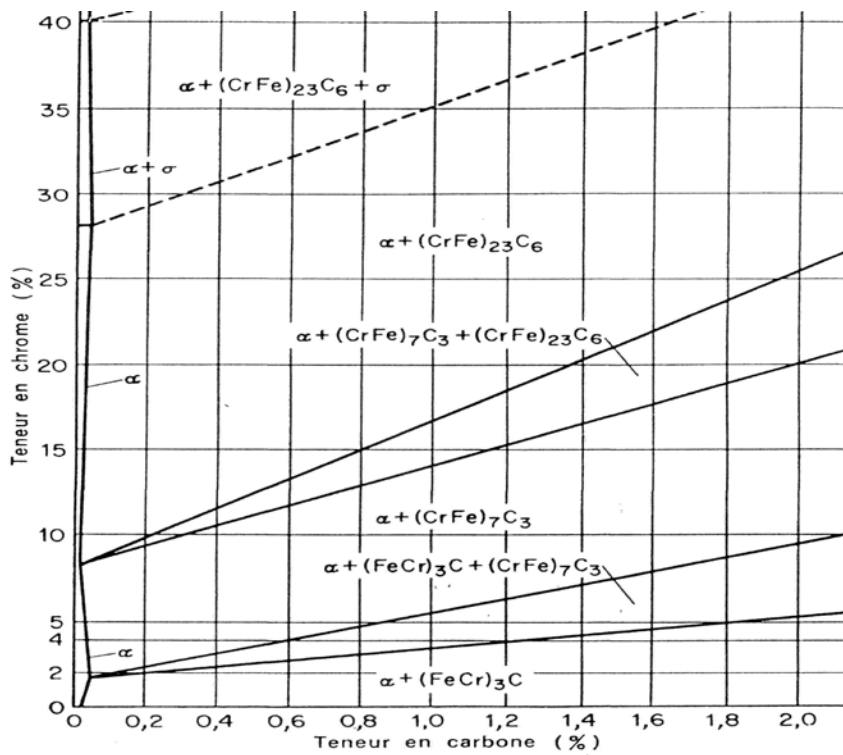


Figure I.5: Coupe isotherme à $\theta = 700^{\circ}\text{C}$ du diagramme ternaire Fe-C-Cr

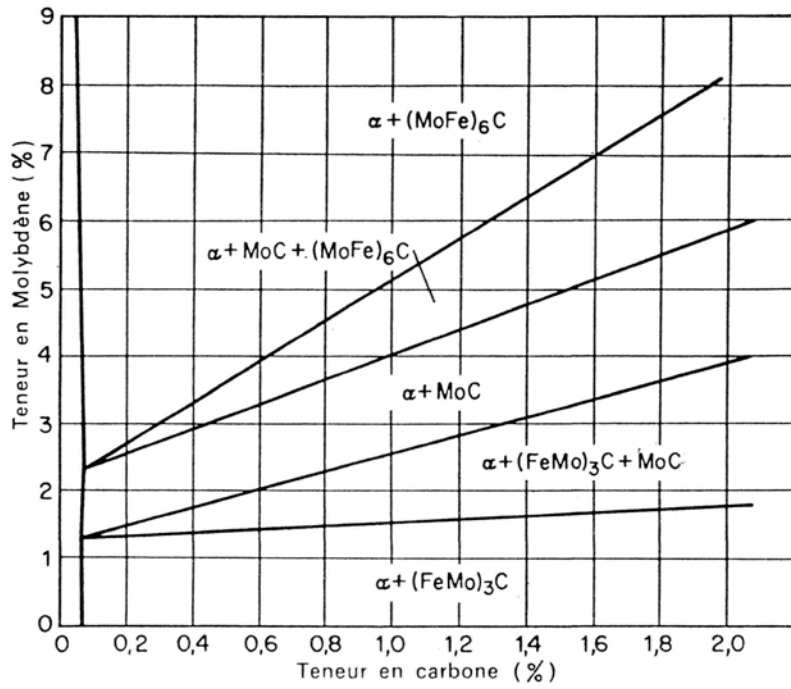


Figure I.6: Coupe isotherme, à $\theta = 700^{\circ}\text{C}$ du diagramme ternaire Fe-C-Mo

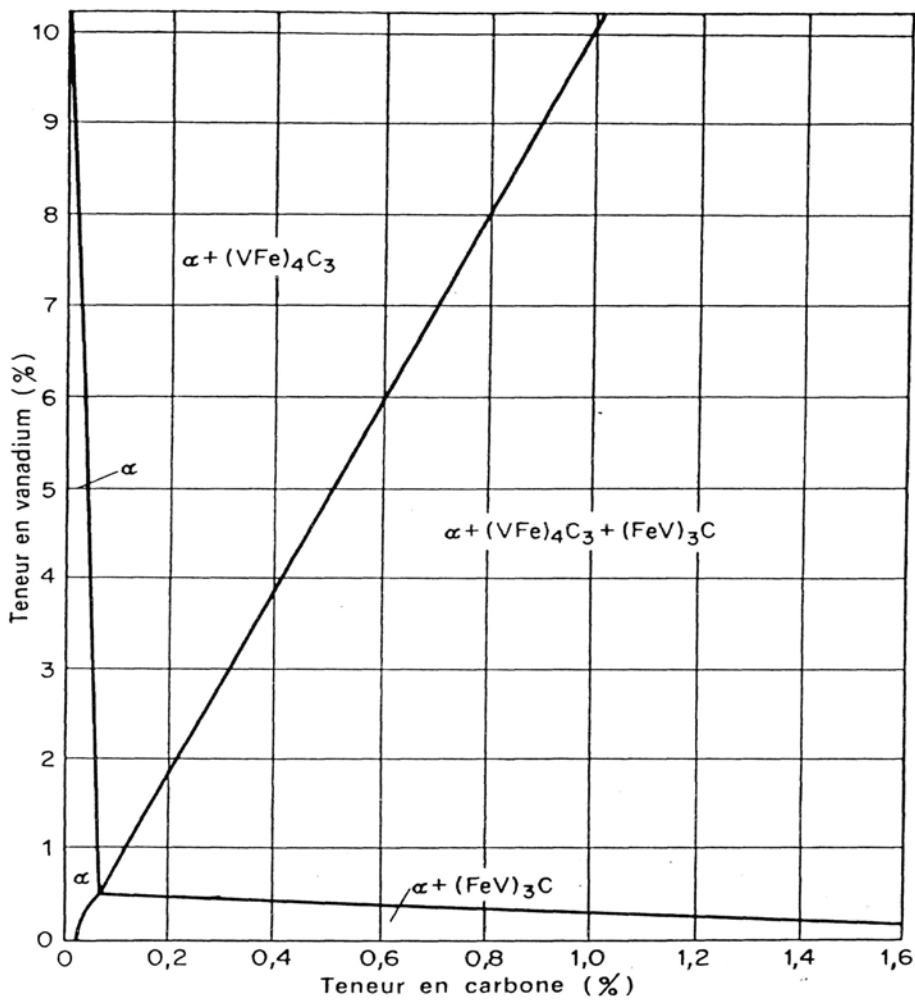


Figure I.7: Coupe isotherme, $\theta = 700^{\circ}\text{C}$ du diagramme ternaire Fe-C-V

I.2 Refroidissement continu : rôles des éléments d'alliage

I.2.1 Influence de la composition chimique

L'étude du traitement thermique des aciers en refroidissement continu consiste, pour un acier donné, austénitisé dans des conditions fixées, à déterminer pour différentes conditions de refroidissement, allant de refroidissements rapides à des refroidissement très lents, les températures de début et fin de transformation de l'austénite, la nature des constituants formés et, éventuellement, les propriétés mécaniques des structures formées dans chaque cas. On peut ainsi tracer un "diagramme de transformation en refroidissement continu" (diagramme TRC). En général la plus utilisée consiste à étudier directement la transformation de petits échantillons au cours du refroidissement, soit par voie thermomagnétique [8] soit par voie dilatométrique [9-15].

La plupart des éléments d'alliage les plus couramment utilisés augmentent la trempabilité des aciers. Les éléments non ou faiblement carburigènes (Ni, Cu, Mn) repoussent le diagramme vers la droite et/ou vers le bas. Les éléments carburigènes comme le (Cr, Mo, V) ont aussi une action plus spécifique sur les domaines de transformation de l'austénite en refroidissement continu. Ces derniers vont être développés.

I.2.1.1 influence du Chrome

L'addition de seulement 1% de Cr a un effet très bénéfique sur la trempabilité de l'acier. Les deux domaines de transformation ferrito-perlitique et bainitique sont bien différenciés. Ce dernier (domaine bainitique) est même bien étendu (Fig. I.8a). Une forte addition de cet élément laisse apparaître une zone de stabilité de l'austénite correspondant à l'arrêt de la transformation à haute température (ferrite/perlite) et sa reprise dans le domaine bainitique pour des vitesses de refroidissement intermédiaires (Fig. I.8b)

I.2.1.2 Influence du Molybdène

Cet élément a surtout pour effet de décaler vers la droite le domaine ferrito-perlitique et de réduire son étendue. Il élargit notablement le domaine bainitique sans pour autant modifier sensiblement la vitesse critique de trempe bainitique, accentuant ainsi la zone de stabilité de l'austénite entre les domaines ferrito-perlitique et bainitique.

I.2.1.3 Influence du Vanadium

Le vanadium est un élément très actif qui a tendance à former des carbures primaires très stables du type V_4C_3 . L'austénite se trouve ainsi appauvrie en carbone. L'augmentation de la teneur de cet élément appauvrit de plus en plus l'austénite en carbone ce qui explique, pour certains aciers au vanadium, l'augmentation de la quantité de ferrite susceptible d'être formée à faible vitesse de refroidissement [16-18]

I.2.1.4 Influence d'additions simultanées

D'une façon générale, on peut dire que les effets des différents éléments d'alliage présents s'additionnent qualitativement en ce qui concerne leur action sur le diagramme TRC. La figure I.9 donne un exemple typique de diagramme TRC d'un acier particulièrement chargé en éléments d'alliage.

I.2.2 Influence des conditions d'austénitisation

Dans le cas d'aciers hypoeutectoïdes une élévation de la température d'austénitisation entraîne :

- une remise en solution assez poussée des carbures et par conséquent une modification de la composition chimique de la solution solide en phase gamma,
- un grossissement du grain austénitique qui a pour effet de stabiliser l'austénite vis à vis de la transformation ferrito - perlitique et favorise la formation de constituants de type aciculaire au cours du refroidissement continu.
- le risque d'une décarburation superficielle en l'absence d'atmosphère protectrice.

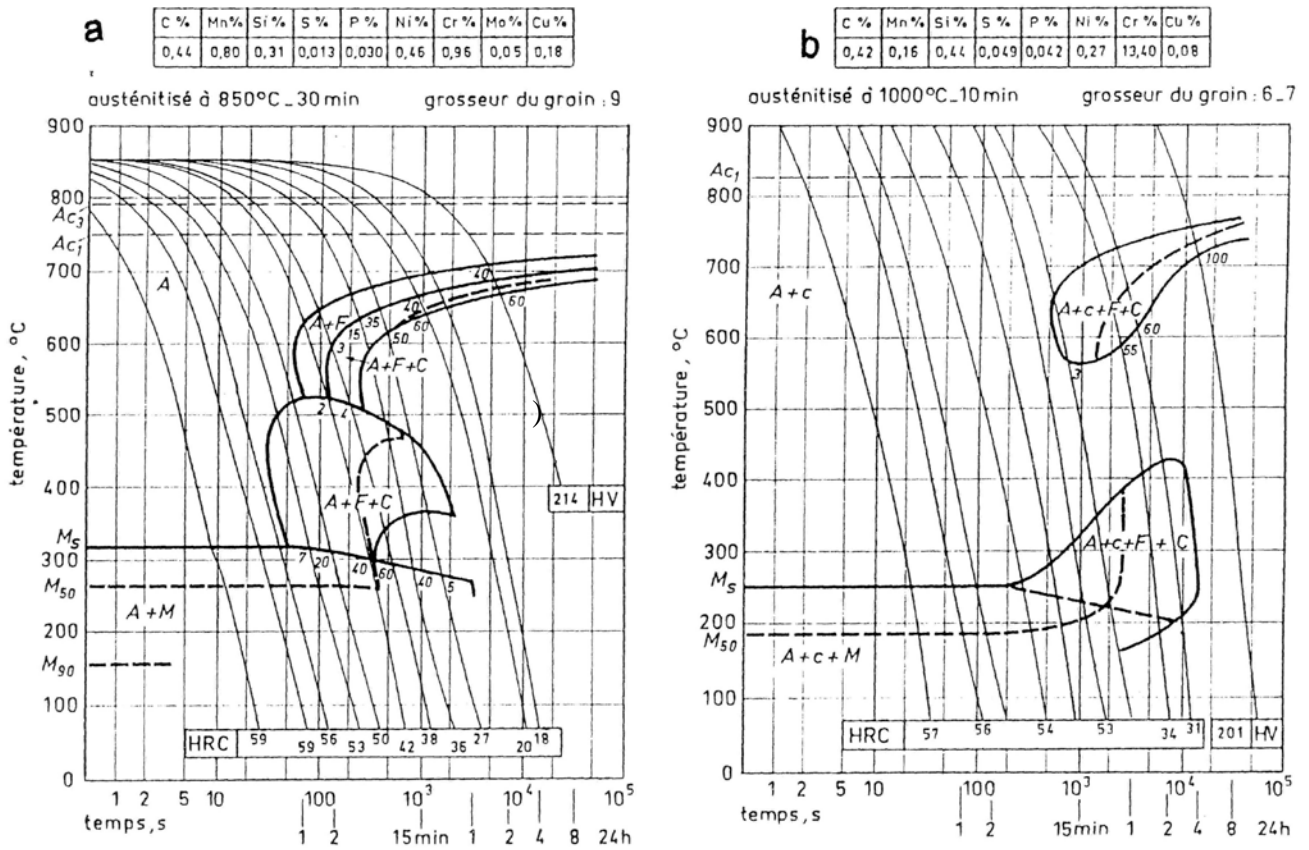


Figure I.8: Influence du chrome sur la forme et la position des diagrammes TRC

a) Acier 42C4 (0,96 % Cr) b) Acier Z40C14 (13,4 % Cr)

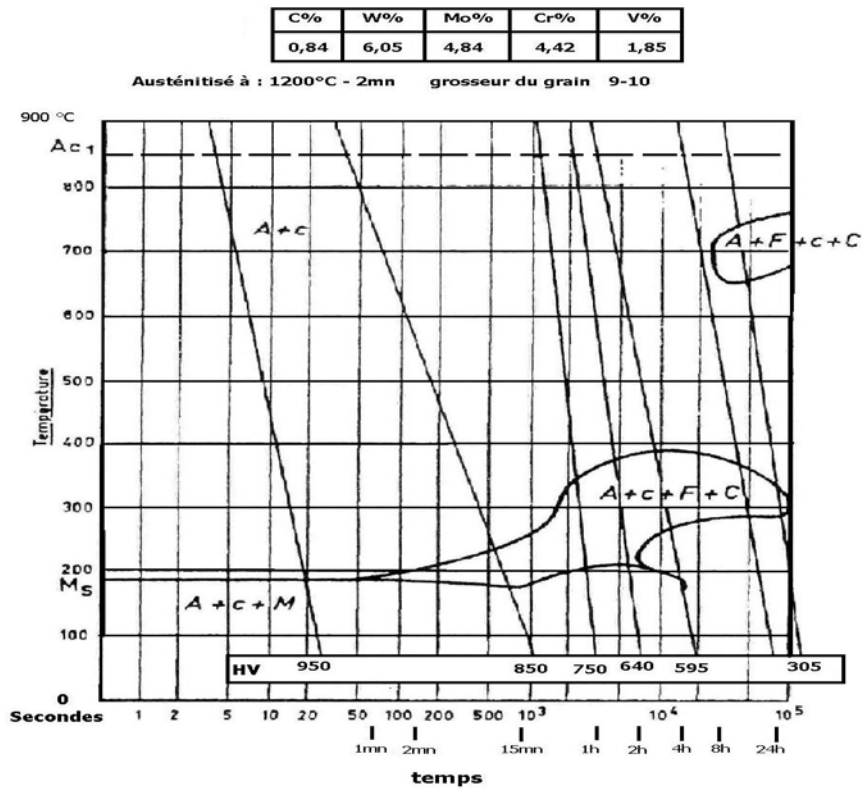


Figure I.9: Influence d'additions simultanées d'éléments d'alliage sur le diagramme TRC

I.2.3 Transformation martensitique

La martensite est un constituant de trempe des aciers qui présente la même teneur en carbone que l'austénite originelle (Transformation sans diffusion). Elle possède une structure quadratique centrée et ses constantes réticulaires a et c varient linéairement avec la teneur en carbone [19,20] (Fig. I.10).

$$c = a_0 + 0,118 \% C \qquad a = a_0 - 0,015 \% C$$

La transformation martensitique s'opère par un mécanisme cristallographique, de type cisaillement correspondant à un déplacement coopératif des atomes constituant la phase mère (Austénite). Elle se manifeste par un changement de forme (ou effet relief sur la surface initialement plane), qui résulte du déchaussement de la région cisailée. Cette transformation débute à la température M_s (Martensite start) de façon brutale et elle se poursuit jusqu'au point M_f la température à laquelle la totalité de l'austénite est transformée. Les relations d'orientation entre la martensite formée et l'austénite mère peuvent être regroupées en trois principaux types:

- les relations de Kurdjumov et Sachs [21],
- les relations de Nishiyama [22],
- les relations de Greninger et Troiano [23].

L'aspect métallographique de la martensite passe d'une structure en lattes parallèles aux plans (111) de la ferrite, pour les faibles teneurs en carbone, à une structure de plaquettes finement divisées par des macles pour des teneurs plus élevées en C [24,25] (Fig. I.11). Les relations empiriques permettant de déterminer les points M_s en fonction de la composition des aciers sont nombreuses. Certains auteurs [26,27] ont analysé un certain nombre de ces relations et ont constaté que celles proposées par Andrews [28] et Stevens et Haynes [29] s'appliquent bien aux aciers non alliés et faiblement alliés.

Les facteurs essentiels pouvant avoir un effet direct sur les températures M_s et M_f sont :

- la composition chimique des aciers et spécialement la teneur en carbone [29] (Fig. I.12),
- les conditions d'austénitisation qui ont un rôle direct sur la dissolution des carbures et la mise en solution du carbone dans l'austénite [30],
- les transformations antérieures, subies dans le cas où la transformation de l'austénite débute à température élevée (domaines perlitique ou/et bainitique), qui engendrent généralement une inflexion du point M_s .

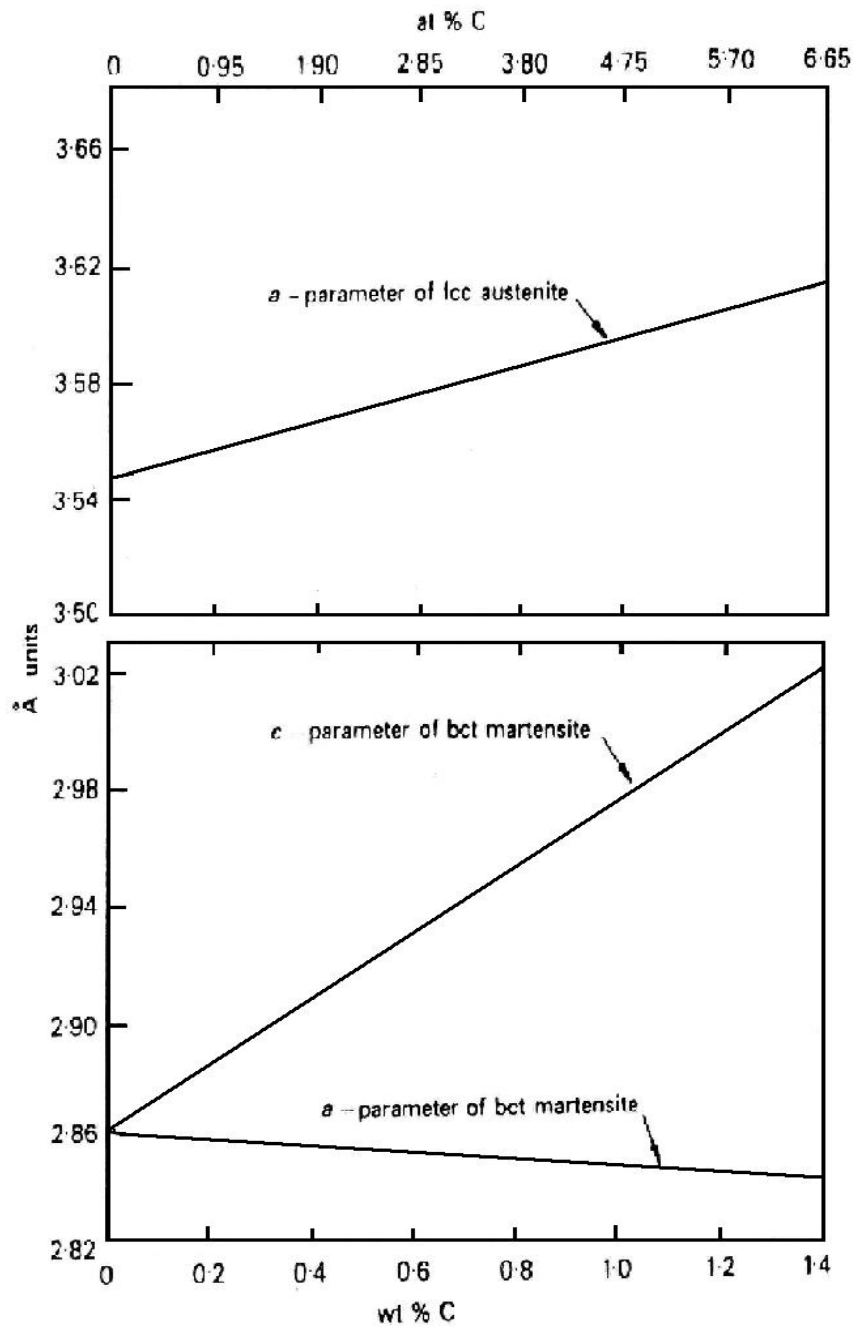


Figure I.10: Variation des paramètres a et c de la martensite des alliages Fe-C en fonction de la teneur en carbone

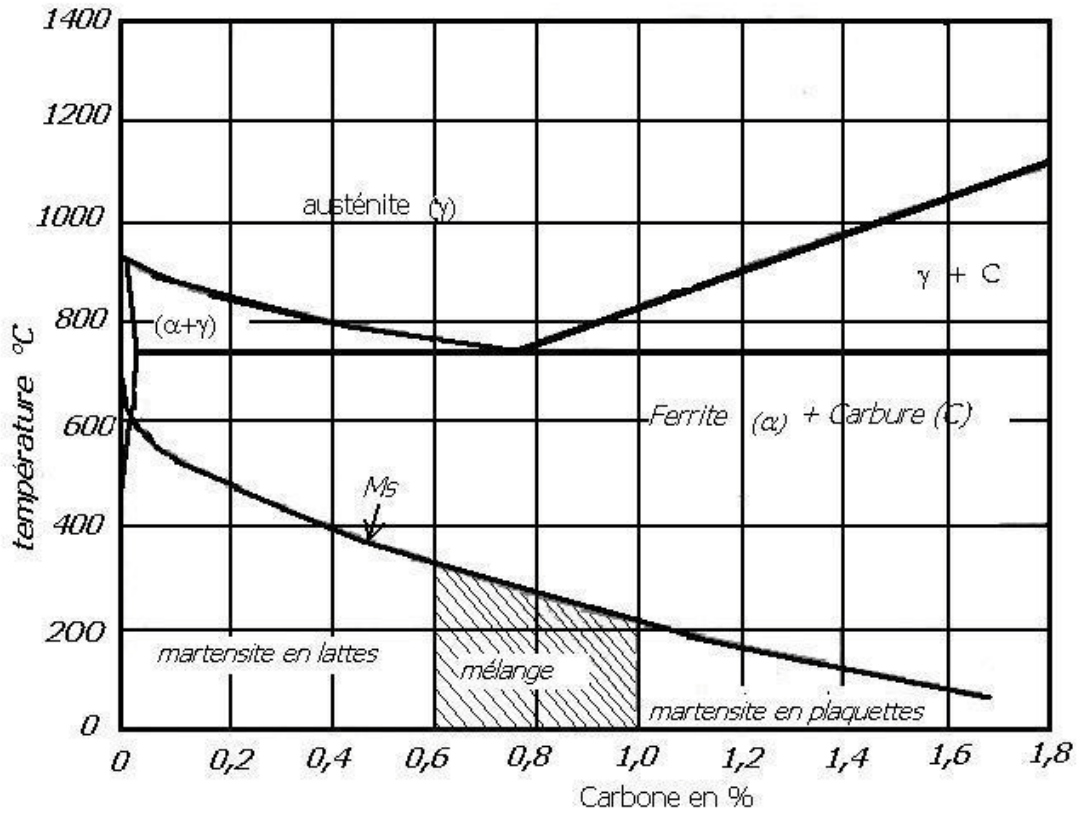


Figure I.11: Domaine d'existence des deux formes de martensite en fonction de la teneur en carbone.

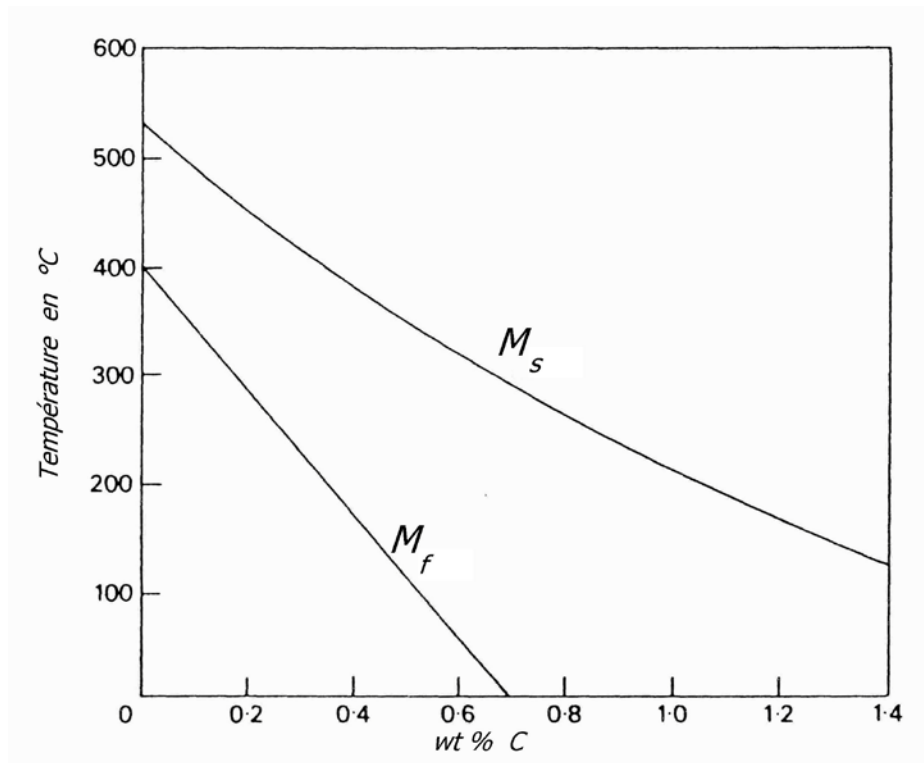


Figure I.12: Influence de la teneur en carbone sur la température du début M_s et la fin M_f de la transformation martensitique

I.2.4 Carbures formés au cours des transformations en refroidissement continu

Il est nécessaire de tenir compte, dans le cas des aciers alliés, à la fois, de la plus au moins grande affinité des éléments d'alliage présents pour le carbone et de leur influence sur la stabilité de la phase austénitique. Les carbures à base d'éléments d'alliage se forment généralement dans le domaine supérieur (domaine où il y a formation de ferrite) à des températures assez élevées pour que la vitesse de diffusion des éléments carburigènes soit suffisante. On parle dans ce cas de précipitation interphase [31]. La composition des carbures (VC, Mo₂C, M₇C₃, M₂₃C₆.....) dépend de la composition de l'acier.

Dans le cas de la précipitation de carbures de Vanadium (VC) et de Molybdène (Mo₂C) cela se traduit par un durcissement conséquent de la ferrite au cours du refroidissement continu [32]. D'autres études concernant les aciers au Cr, Mo [33], au Cr [34] et au Cr, Mo, V [35], ont montré que les carbures formés au cours du refroidissement continu peuvent apparaître soit sous forme de lamelles dans la perlite classique, soit en fines fibres orientées, soit encore en dispersion par précipitation interphase. Dans les aciers microalliés les carbures tels que VC et NbC peuvent se former d'abord dans l'austénite et puis dans la ferrite d'où un double effet de la précipitation qui consiste en un affinement du grain austénitique, et un durcissement notable par précipitation interphase.

I.3 Transformation isotherme : rôle des éléments d'alliage

I.3.1 Introduction

En général dans la littérature la décomposition de l'austénite dans des conditions voisines de celles rencontrées dans la pratique des traitements industriels, c'est-à-dire au cours du refroidissement continu a été très étudiée. Cette méthode, fait intervenir à la fois les facteurs temps et température. L'intérêt que présente, en premier lieu, l'étude des transformations de l'austénite en condition isotherme, est de décrire et de mieux caractériser les cinétiques de transformation de phases.

Le traitement isotherme consiste à porter rapidement un échantillon préalablement austénitisé à haute température, dans un bain de trempé maintenu à température constante, comprise entre Ac₁ et Ms, et à étudier la progression de la transformation en fonction du temps de maintien.

On constate que généralement la transformation ne débute qu'après un temps d'incubation qui dépend de la composition de l'acier. Pour chaque niveau de température de maintien isotherme les

temps correspondant au début et à la fin de transformation de l'austénite sont relevés. On peut, à partir de ces temps, tracer un diagramme de transformation en condition isotherme (diagramme TTT : Transformation, Temps, Température).

I.3.2 Influence de la composition chimique

Du fait de leur apport significatif à la trempabilité des aciers, les éléments d'alliage repoussent le diagramme vers la droite. Toutefois, si l'action des éléments non ou faiblement carburigènes n'a pas d'effet appréciable sur la forme des diagrammes TTT, les éléments carburigènes font apparaître les deux nez respectifs de la perlite et de la bainite et, les séparant, un domaine de stabilité de l'austénite.

I.3.2.1 Influence du Chrome

En plus de l'effet de repousser le diagramme TTT vers la droite, le Cr ralentit énormément la cinétique de transformation bainitique, si bien qu'il apparaît un large domaine de stabilité de l'austénite où la transformation ne va pas à son terme, même après des durées de maintien très grandes [36] (Figs. I.13a et I.13b).

I.3.2.2 Influence du Molybdène

Le Mo a pour effet de repousser nettement vers la droite le domaine ferrito-perlitique en affectant peu la position du domaine bainitique

I.3.2.3 Influence du Vanadium

Cet élément fortement carburigène retarde sensiblement la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ et repousse le diagramme TTT vers la droite [37].

I.3.3 Influence des conditions d'austénitisation

Une élévation de la température d'austénitisation se traduit principalement par un grossissement du grain austénitique et ceci d'autant plus rapidement que l'acier contiendra peu d'éléments susceptibles de former des précipités aptes à gêner le grossissement du grain γ . Il s'en suit une

stabilité plus importante de l'austénite et le diagramme TTT se trouve repoussé vers la droite. Les structures formées au cours des maintiens isothermes après trempe interrompue sont, dans ce cas, de type aciculaire dites structures de Widmanstätten.

I.3.4 Influence des ségrégations

Les irrégularités de répartition des éléments provoquent en chaque point une variation de la cinétique de la transformation $\gamma \longrightarrow \alpha$ [38]. Les microségrégations sont responsables de l'apparition de structures en bandes dans les aciers [39]. Les éléments d'alliage sont susceptibles de ségréguer et une étude [40] a permis d'établir que les éléments se classent dans l'ordre suivant au point de vue importance des ségrégations : P, Mo, Cr, Mn, Ni.

I.3.5 Nature des carbures formés au cours de transformations isothermes

La transformation de l'austénite en condition isotherme met en jeu à la fois des phénomènes de diffusion et de formation de carbures. A température assez élevée la tendance à la transformation $\gamma \longrightarrow \alpha$ est faible (le domaine γ étant encore assez proche), tandis que les possibilités de diffusion du carbone et des éléments d'alliage sont importantes, si bien que les carbures pourront se former assez facilement. Au fur et à mesure que la température de maintien diminue, la tendance à la transformation diminue, alors que, la tendance à la transformation $\gamma \longrightarrow \alpha$ augmente. Parallèlement, les phénomènes de diffusion deviennent de plus en plus difficiles et la structure résultant de la transformation s'éloigne de celle prévue à l'équilibre. Dans le cas d'aciers au carbone, le seul carbure formé reste le carbure de fer Fe_3C (la cémentite), et ceci quelle que soit la température de maintien isotherme. Pour les aciers micro alliés (aciers à dispersoïdes), on observe dans le domaine de formation de la structure ferritique une précipitation interphase de carbures très fins : les particules de carbure sont souvent disposées en lignes plus ou moins parallèles. Ce type de précipitation a été largement étudié [41-46].

Dans la figure I.14, qui illustre le mécanisme de précipitation interphase [43], on voit que l'interface ferrite-austénite est contrôlée par l'enrichissement local en carbone de l'austénite et par la ségrégation d'atomes de soluté métallique à l'interface. Ces deux effets ont tendance à ralentir le déplacement de l'interface et lorsque la concentration en carbone de l'austénite atteint une valeur critique, la précipitation des carbures se produit. Cette précipitation modifie le profil de la concentration en carbone dans l'austénite de sorte que celle-ci devient localement appauvrie en

carbone. L'interface peut de nouveau avancer jusqu'à ce que le ralentissement dû à l'accumulation d'atomes de l'élément d'addition et l'augmentation de la concentration de carbone dans l'austénite permettent au processus de ce répéter.

Dans le cas d'aciers alliés, nous mentionnons la publication de Rose et Peter [47] qui donne un très bon aperçu d'ensemble de cette question. Ces auteurs ont étudié l'influence de divers éléments d'alliage sur la forme et la position des courbes du diagramme TTT (Fig. I.15); en isolant les carbures formés au cours de maintiens isothermes de différentes durées. Ceci nous a permis de tracer des courbes donnant l'évolution de la composition des carbures en fonction de la durée de maintien à chacune des températures (Figs. I.16 et I.17). On note enfin, que lorsque la transformation isotherme s'effectue aux basses températures, les carbures substitués ne peuvent pas se former, le seul carbure formé étant la cémentite.

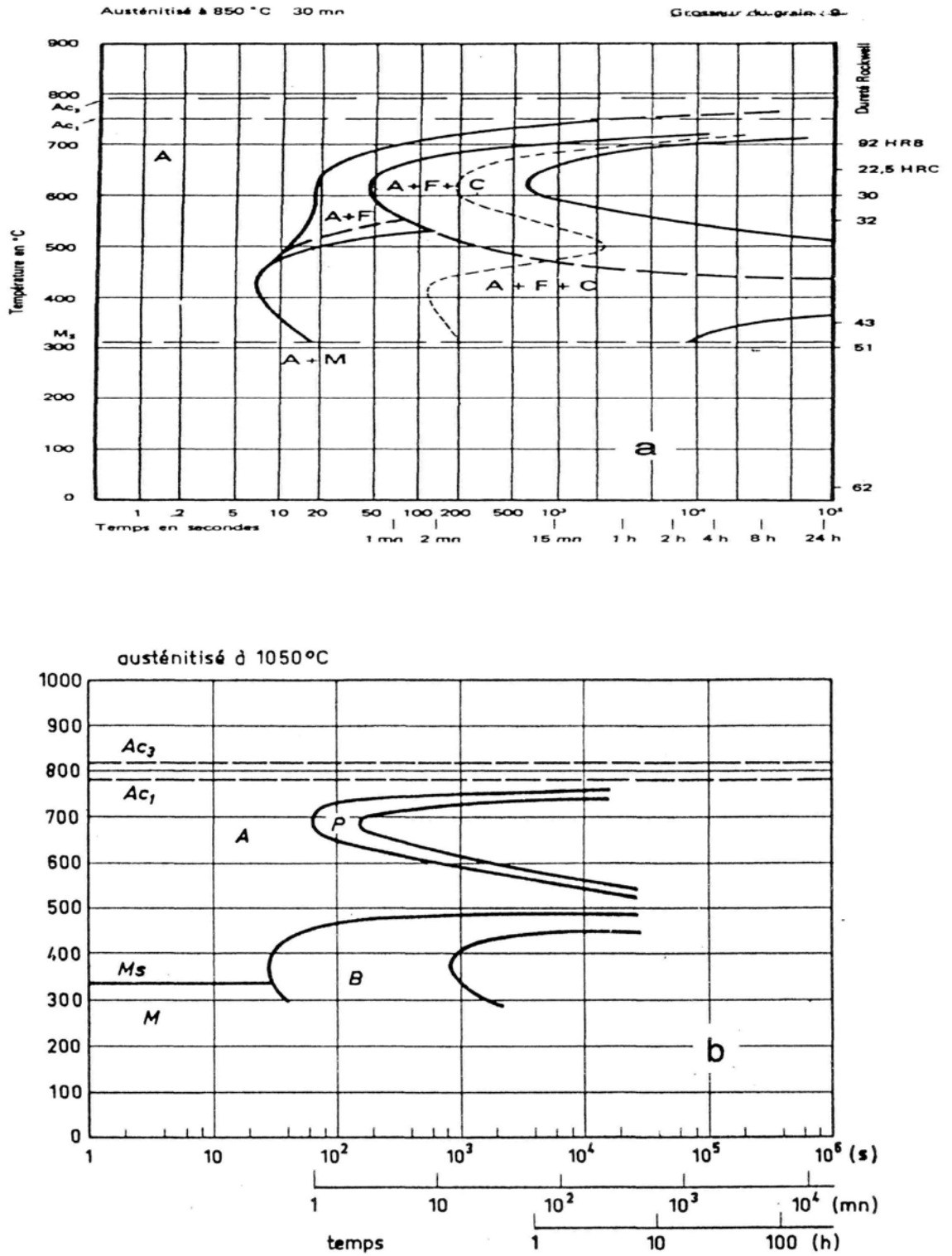


Figure 1.13: Influence du chrome sur la forme et la position des diagrammes de transformation isotherme.

a) Acier à 0,44 % C et 0,96 % Cr (42C4) ,

b) Acier à 0,43 % C et 3,52 % Cr (42C14)

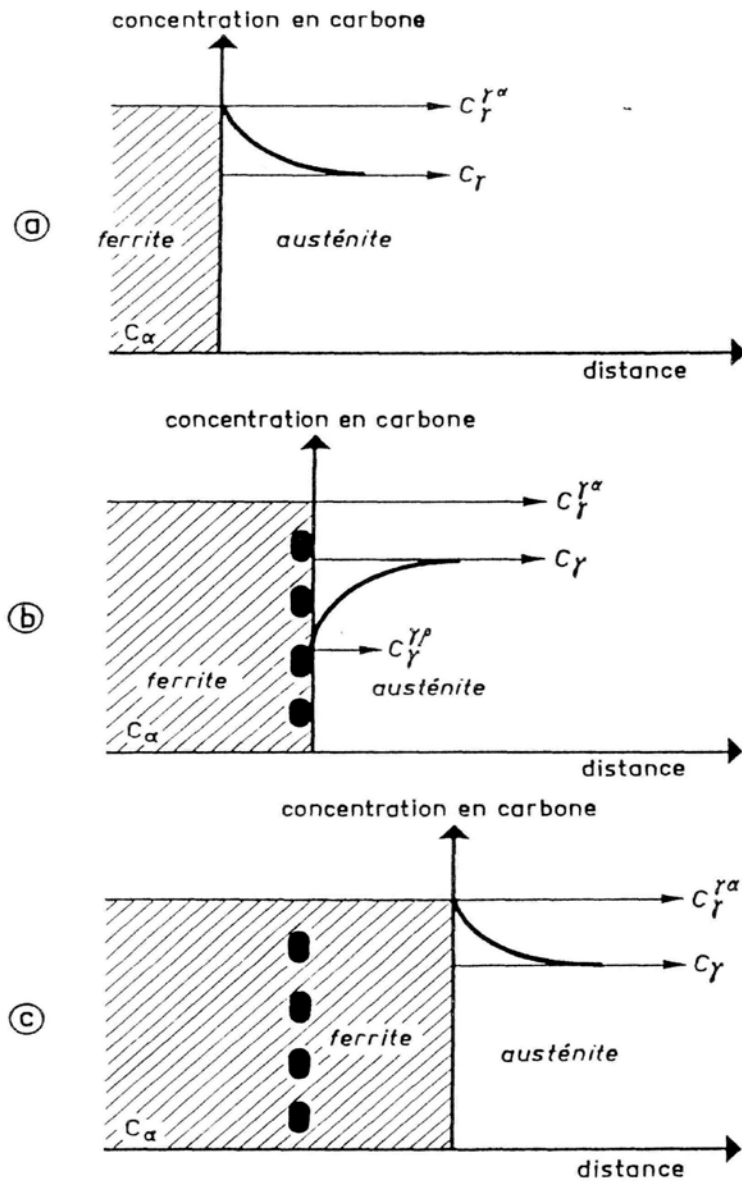


Figure I.14: Mécanisme de transformation interphase

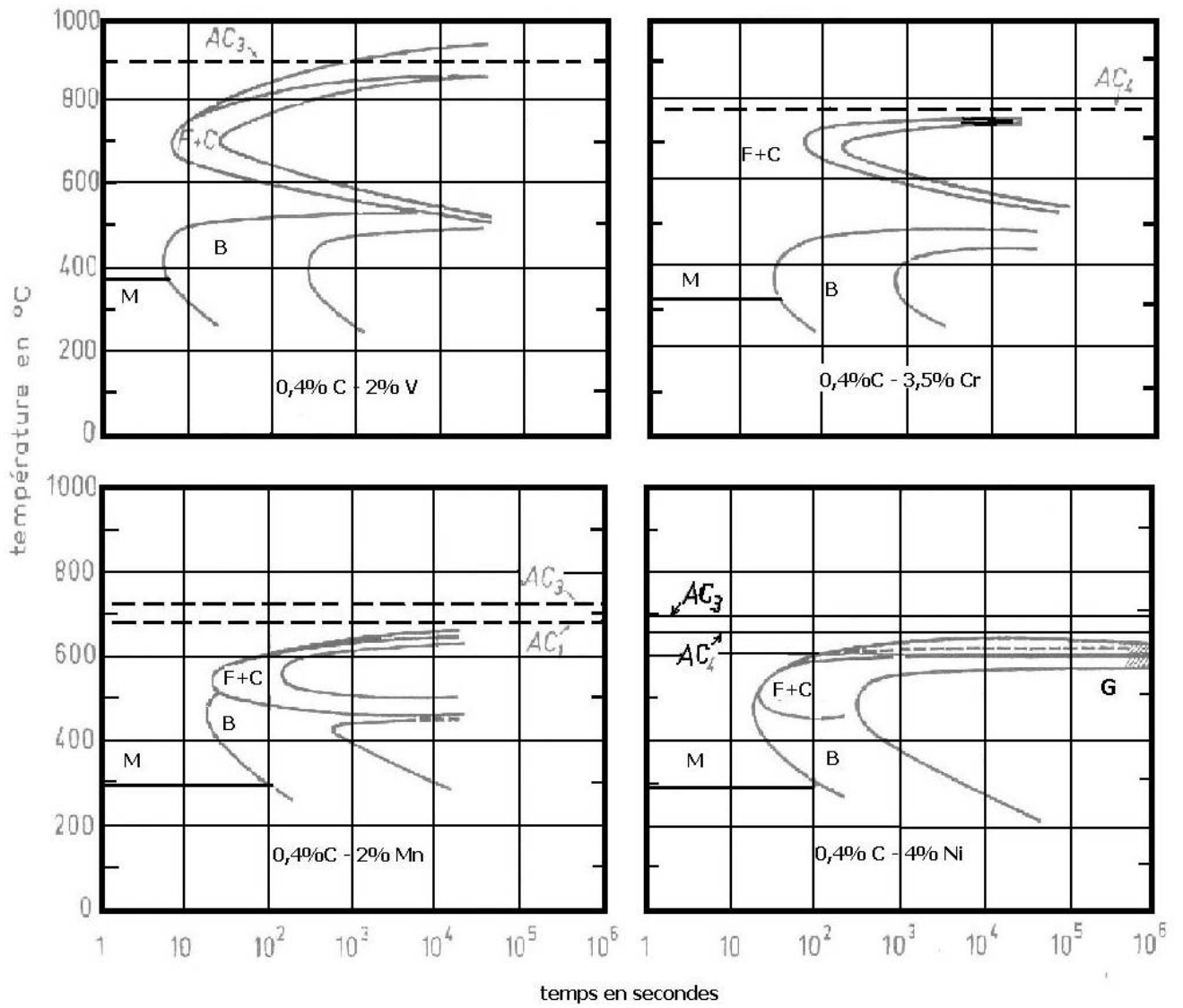


Figure I.15: Diagramme de transformations isothermes de quatre aciers alliés

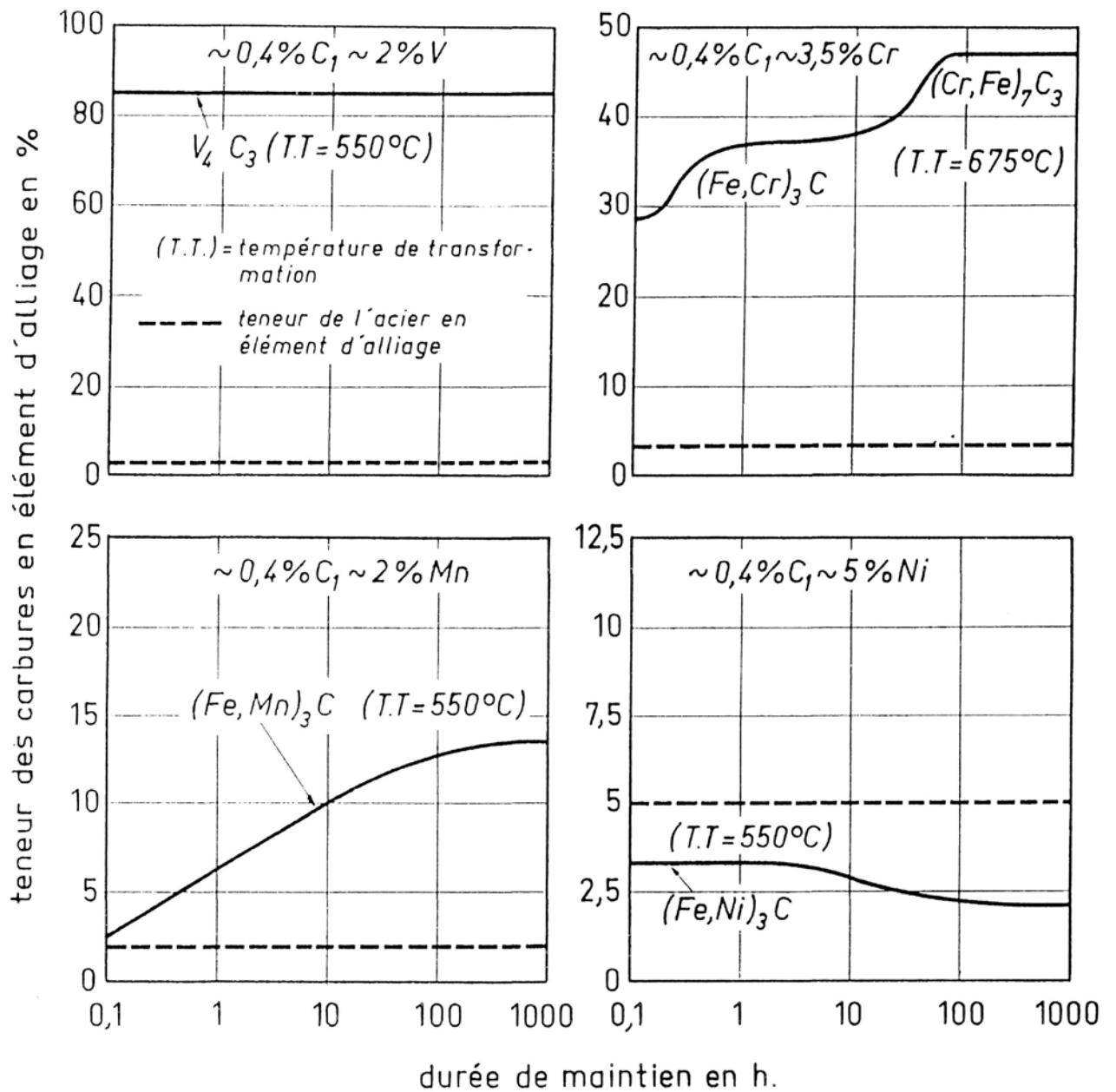


Figure I.16: Influence d'une longue durée de maintien dans le domaine pèrlitique sur la composition chimique des carbures

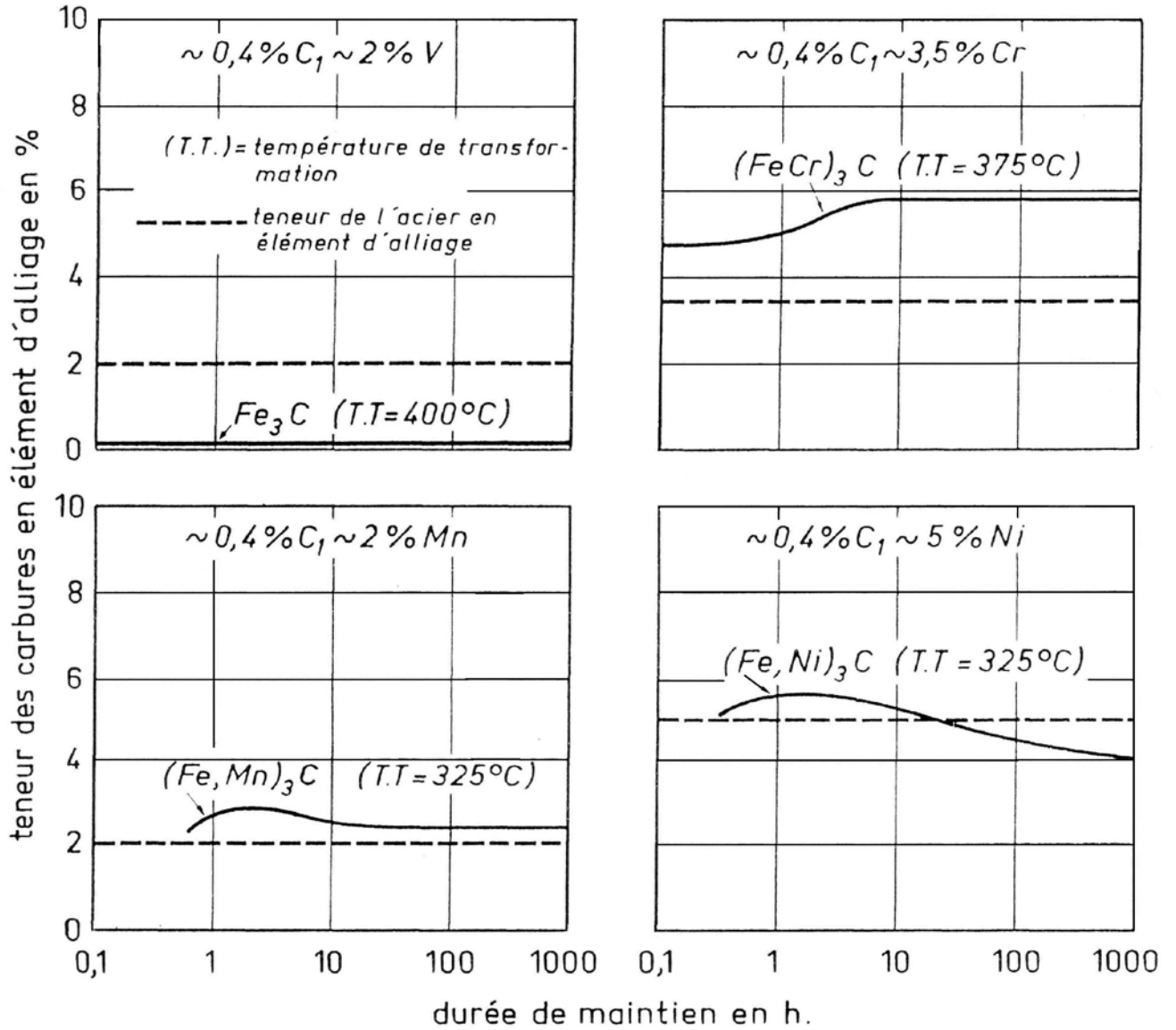


Figure I.17: Influence d'une longue durée de maintien dans le domaine bainitique sur la composition chimique des carbures

I.4 Carbures formés au cours du revenu

I.4.1 Introduction

Le revenu est un traitement thermique effectué après trempe à vitesse généralement élevée. Il consiste en :

- un réchauffage à une température $\theta_r < A_{c1}$
- un maintien pendant un temps t_r à θ_r
- un refroidissement jusqu'à la température ambiante.

Le traitement de revenu provoque, d'une part l'évolution de la structure résultant de la trempe vers un état proche de l'état physico-chimique d'équilibre, d'autre part il confère aux aciers les propriétés désirées pour l'emploi envisagé.

I.4.2 Différents stades de revenu

Stade 1: Précipitation du carbure ϵ , perte partielle de la tétragonalité de la martensite

Le premier stade de revenu est classiquement caractérisé par la perte de tétragonalité de la maille de la martensite et aussi par la précipitation du carbure ϵ . Ce stade se développe à des températures comprises entre l'ambiante et 200°C et il est précédé par la ségrégation du carbone aux dislocations ou par sa mise en amas de pré-précipitation.

Dans le cas des aciers à teneur en carbone supérieure à 0,25%, la martensite (α') s'appauvrit progressivement en carbone interstitiel jusqu'à une teneur d'environ 0,2%. La tétragonalité du réseau diminue en conséquence jusqu'à une valeur correspondant à cette teneur limite en carbone.

Le carbure ϵ , qui précipite au sein de la martensite, est de structure hexagonale et de formule voisine de $Fe_{2,4}C$. Des relations d'orientation matrice/carbure ont été établies par Jack [48]:

$$[101]_{\alpha'} // [1011]_{\epsilon}$$

$$[011]_{\alpha'} // [0001]_{\epsilon}$$

$$[111]_{\alpha'} // [1120]_{\epsilon}$$

Deux approches ont été établies quant à la formation du carbure ϵ , à savoir: sa formation à partir d'amas de pré-précipitation riches en carbone [49] ou bien sa formation indépendamment de ces amas [50].

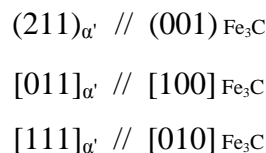
Stade 2 : Transformation de l'austénite résiduelle (γ_R)



Ce stade, qui s'étend sensiblement entre 200°C et 350°C au plus, est caractérisé d'une part par la décomposition de l'austénite résiduelle, qui se traduit par une légère expansion sur la courbe dilatométrique de revenu, et d'autre part, par la précipitation du carbure χ de Hägg, de composition voisine de Fe_5C_2 , aux joints de macle dans les aciers à forte teneur en carbone [51-53]. Cette précipitation reste toutefois incertaine dans le cas des aciers à bas carbone .

Stade 3 : Précipitation et coalescence de la cémentite

Durant ce 3^{ème} stade, la martensite aura tendance à perdre totalement sa tétragonalité de sorte que la structure de la matrice devient cubique centrée. La précipitation de la cémentite Fe_3C (θ) débute à partir de 200-220°C pour la plupart des aciers. Elle apparaît sous forme d'aiguilles ou de plaquettes fines et les sites où s'opère sa germination sont soit les joints des lattes de martensite (à basse température de revenu), soit les joints de grains ferritiques à température de revenu plus élevée. Les relations d'orientation de ce carbure avec la martensite ont été données par Bagaryaskii [54].



La formation de la cémentite θ , qui s'opère entre 200 et 400°C, et se manifeste par une contraction volumique plus importante, est étroitement liée à la disparition du carbure ϵ [55-57].

Lorsque l'acier contient des éléments d'alliage tels que le Cr, Mn... on observe la formation de cémentite substituée M_3C - par exemple $(Fe,Cr)_3C$ ou $(Fe,Mn)_3C$ - à partir de 350°C.

Au delà de 450°C et jusqu'à Ac_1 la structure résultant d'un revenu appliqué à un acier au carbone subit une restauration (réarrangement et élimination partielle des dislocations et des sous-joints) et les lattes de martensite sont remplacées par des grains de ferrite plus ou moins équiaxes. D'autre part la morphologie de la cémentite formée entre 200°C et 350°C évolue par sphéroïdisation suivie de processus de coalescence.

Stade 4 : Aciers alliés

Ce stade n'est observé que dans le cas des aciers alliés. En effet, lorsque le revenu s'effectue à température supérieure à 400°C - 500 °C la nature des éléments d'alliage reste le seul facteur pouvant régir les processus de transformation et de précipitation.

- Eléments d'alliage carburigènes (Ti, Nb, V, Mo, Cr, ...).

Il y a diffusion des atomes de ces éléments d'alliage et enrichissement progressif de la cémentite par ces éléments. La cémentite peut même être remplacée totalement par le carbure de l'élément d'alliage.

- Eléments d'alliages non carburigènes (Si, N, ...).

On peut observer pour ces éléments les phénomènes suivants:

- adoucissement de la matrice,
- freinage de la restauration de la structure,
- modification de l'activité du carbone ou des caractéristiques de croissance de la cémentite.

I.4.3 Revenu des aciers

I.4.3.1 Revenu des aciers au vanadium

Le vanadium est un élément fortement carburigène qui peut former des carbures au 4^{ème} stade de revenu même si sa teneur est assez faible (à partir de 0.1 % V). Cet élément ne donne, cependant qu'un seul type de carbure noté conventionnellement "VC" de structure cubique à faces centrées et de composition stœchiométrique voisine de V₄C₃ (Fig. I.18a)

•si le revenu est effectué entre 550°C et 650°C, le carbure de vanadium précipite sous forme de plaquettes très fines, initialement inférieures à 5 nm de largeur et à 1 nm d'épaisseur. Il se forme sur les dislocations dispersées au sein de la matrice, et il confère à cette dernière un durcissement secondaire assez important. Les relations d'orientation déterminées dans le cas de ce carbure par rapport à la matrice sont, selon Baker / Nutting [58] :

$$(100)_{\alpha'} // (100)_{VC}$$

$$[010]_{\alpha'} // [011]_{VC}$$

Pour un grand nombre d'aciers contenant du vanadium, le carbure "VC" est fortement présent à cause de sa grande stabilité non seulement par rapport à la cémentite mais aussi par rapport aux autres carbures. En raison de la très faible taille des carbures de Vanadium et de leur stabilité dans

ce domaine de température de revenu, la présence de ce carbure est très recherchée dans le cas des aciers destinés à un travail à chaud.

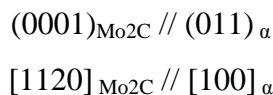
- si le revenu est effectué au delà de 700°C; les précipités de carbure de vanadium tendent à coalescer et à se sphéroïdiser. De plus une partie du Vanadium peut être remplacée d'où la formation de carbures substitués du type M_4C_3 .

I.4.3.2 Revenu des aciers au molybdène

La séquence de précipitation des carbures au 4^{ème} stade de revenu dans le cas d'aciers à forte teneur en Mo (entre 4 et 6 % de Mo) est:

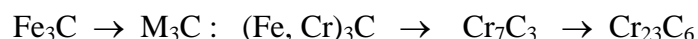


Cependant, et pour des aciers à faible teneur en Mo (0.5 à 2 %) deux autres carbures peuvent intervenir dans cette séquence de précipitation; il s'agit du cubique complexe $M_{23}C_6$ (Fig. I.19) et de l'orthorhombique Fe_2MoC . La précipitation de ces derniers est intermédiaire entre celles de Mo_2C (Fig. I.18b) et de M_6C . Le carbure responsable du durcissement secondaire est le Mo_2C de structure hexagonale. La figure I.20 met en évidence ce durcissement secondaire, observé pour différentes teneurs en Mo, au cours de revenu d'un acier à 0.1%C [59]. Le Mo_2C , contrairement au carbure VC, à une morphologie bien définie, il se présente sous forme de bâtonnets qui précipitent dans la matrice en adoptant une disposition Widmanstätten c'est à dire qu'ils sont allongés parallèlement à la direction $\langle 100 \rangle_\alpha$. Les relations d'orientation trouvées dans le cas de ce carbure par rapport à la matrice sont celle de Pitsch / Schrader [60]



I.4.3.3 Revenu des aciers au chrome

Dans le cas du revenu des aciers au chrome, deux carbures sont le plus souvent incontournables; il s'agit de Cr_7C_3 (trigonal) et le $Cr_{23}C_6$ (cubique complexe). La séquence de précipitation des carbures pour ce genre d'aciers est :



Pour des aciers dont la teneur en Cr est inférieure à 7 % mass, $Cr_{23}C_6$ ne se forme qu'en présence d'autres éléments, comme le Mo. Par ailleurs la germination du carbure Cr_7C_3 ne peut avoir lieu que pour une teneur en Cr supérieure à 1 %.

Au delà d'une teneur de 4 % Cr la transformation de Fe_3C en Cr_7C_3 se fait par germination au niveau de l'interface Fe_3C /ferrite. Pour une teneur de l'ordre de 9 % en Cr la courbe dureté/revenu présente un palier qui correspond à la précipitation de Cr_7C_3 pour des températures de revenu inférieures à $500^\circ C$ et, dans ce domaine de température, on observe à partir d'une teneur de 12 % en Cr un durcissement secondaire.

D'après Bain et Paxton [61] ce durcissement est dû, en plus de la précipitation des carbures Cr_7C_3 , à la germination du carbure $Cr_{23}C_6$ aux ex-grains austénitiques et interfaces des lattes ferritiques. La croissance de précipités $Cr_{23}C_6$ se fait aux dépens des carbures Cr_7C_3 qui peuvent éventuellement disparaître au cours du revenu. En outre, la figure I.21 montre que l'addition du molybdène, de même que celle du vanadium, favorise la formation du carbure $M_{23}C_6$ au dépend de celle M_7C_3 à température relativement élevée.

I.5 Transformation en refroidissement continu de l'acier 40CDV13 (TRC: $950^\circ C$ et $1050^\circ C$)

Une étude préalable par dilatomètre sur le refroidissement continu de l'acier 40CDV13 [62] a considéré deux températures d'austénitisation à savoir $\theta_\gamma = 950^\circ C$ et $1050^\circ C$ à partir desquelles des refroidissements sur une gamme de vitesse comprise entre $200^\circ C/s$ et $25^\circ C/h$ ont été effectués. Les principaux résultats sont :

Refroidissement à partir de $\theta_\gamma = 950^\circ C$

Quatre domaines ont été enregistrés :

Domaine I. $V_r \geq 20^\circ C/s$. L'austénite n'évolue pas au cours du refroidissement du moins jusqu'au point M_s ($310^\circ C$), à partir duquel se développe une expansion progressive. Cette expansion n'est pas achevée à l'ambiante ; elle se poursuit jusqu'à des températures assez basses (Exemple : $-60^\circ C$ pour $V_r = 20^\circ C/s$) ce qui correspond aux points M_f .

Domaine II. $0.15^\circ C/s \leq V_r \leq 20^\circ C/s$. L'austénite se transforme d'abord en bainite qui précède la transformation martensitique en $310^\circ C$ et $420^\circ C$ pour des V_r décroissantes. La température du début de la transformation martensitique baisse régulièrement de $310^\circ C$ jusqu'à $245^\circ C$, ce qui provoque un élargissement du domaine où la transformation est du type bainitique. La température M_f , fin de la transformation martensitique, croît régulièrement de $-60^\circ C$ jusqu'à une valeur maximale de $95^\circ C$ ($V_r = 0,4^\circ C/s$), puis elle diminue légèrement pour se stabiliser vers $80^\circ C$.

Domaine III. $300^{\circ}\text{C/h} \leq V_r \leq 360^{\circ}\text{C/h}$. Dans cette gamme de vitesses, la transformation bainitique est précédée par la formation d'un peu de ferrite pro-bainitique. La transformation martensitique n'est plus observée pour $V_r < 320^{\circ}\text{C/h}$.

Domaine IV. $25^{\circ}\text{C/h} \leq V_r \leq 300^{\circ}\text{C/h}$. De nouvelles anomalies se manifestent à haute température sur les courbes dilatométriques. Elles correspondent respectivement à la précipitation de carbures au sein de l'austénite, suivie de la formation de ferrite puis de perlite. L'austénite non encore complètement transformée à 600°C est temporairement stabilisée jusque vers 500°C , température à partir de laquelle il y a formation de ferrite pro-bainitique puis de bainite. On n'observe alors plus de transformation martensitique finale.

Refroidissement à partir de $\theta_{\gamma} = 1050^{\circ}\text{C}$

Quatre domaines ont été enregistrés :

Domaine I. $V_r \geq 200^{\circ}\text{C/s}$. L'austénite n'a pas eu le temps d'évoluer au cours du refroidissement jusqu'à une température de 290°C où on note une expansion progressive correspondant au point M_s , début de formation de la martensite. Cette expansion est achevée à 30°C , fin de la transformation martensitique (M_f). De ce fait, l'austénite s'est totalement transformée en martensite avant d'atteindre la température ambiante ($M_f > 25^{\circ}\text{C}$).

Domaine II. $2^{\circ}\text{C/s} < V_r \leq 200^{\circ}\text{C/s}$. L'austénite reste stable jusqu'à des températures assez basses où se succèdent deux expansions progressives. Selon l'ordre décroissant des V_r , la première expansion commence à partir de températures variant entre 320°C à 390°C , tandis que la seconde débute à des températures variant de 290°C à 340°C . Ces expansions indiquent la formation d'une martensite (M_I) suivie d'une seconde martensite (M_{II}) qui s'achève à une température M_f comprise entre 85°C et 135°C . Ce comportement caractéristique est dû au fait que la première martensite (M_I) contient moins de carbone que la martensite (M_{II}). Cette différence de teneur en carbone entre (M_I) et (M_{II}) est certainement liée à un début de ségrégation du carbone aux joints γ ; dans les régions proches de ces joints; l'austénite qui est relativement appauvrie en carbone donne naissance à une martensite (M_I) de teneur en carbone plus faible que celle de la martensite (M_{II}). Le point M_{sI} de (M_I) se trouve de ce fait plus élevé que $M_s = 290^{\circ}\text{C}$ [29]. Il est à noter qu'aucune précipitation «hétérogène» des carbures à haute température n'a été enregistrée sur les courbes de refroidissement dans ce domaine de V_r (l'expansion dilatométrique associée à la précipitation des

carbures n'a été observée qu'à partir d'une vitesse de refroidissement $V_r = 1^\circ\text{C/s}$). Une telle précipitation, si elle a lieu, pourrait aussi bien être la cause de cette double transformation martensitique.

Domaine III. $0.2^\circ\text{C/s} < V_r \leq 1^\circ\text{C/s}$. Dans ce domaine, l'analyse des courbes dilatométriques fait apparaître une faible anomalie à haute température entre $875^\circ\text{C} / 950^\circ\text{C}$ et $840^\circ\text{C} / 870^\circ\text{C}$ qui correspond à la précipitation des carbures. A partir de $445^\circ\text{C} / 490^\circ\text{C}$ l'austénite se décompose en ferrite probainitique, puis en bainite et enfin en martensite. Pour $V_r = 0.15^\circ\text{C/s}$, la chute du point M_s est importante (270°C); en dessous de cette vitesse de refroidissement l'austénite ne se transforme plus en martensite.

Domaine IV. $15^\circ\text{C/h} \leq V_r < 0.15^\circ\text{C/h}$. Il y a apparition de nouvelles transformations à haute température, après la précipitation des carbures, il s'agit de la transformation de l'austénite en ferrite puis en perlite. Pour des températures plus basses ($< 500^\circ\text{C}$) il y a formation de ferrite probainitique suivie de bainite. Dans ce domaine l'austénite s'est complètement transformée avant d'atteindre l'ambiante et on n'observe alors plus de transformation martensitique finale.

L'ensemble de ces résultats ont conduit au tracé de deux diagrammes TRC ($\theta_\gamma = 950^\circ\text{C}$ et $\theta_\gamma = 1050^\circ\text{C}$) donnés par les figures I.21 et I.22.

Concernant la précipitation des carbures secondaires en refroidissement continu il ressort donc :

- Pour une austénitisation à 950°C : Les carbures précipitent en refroidissement continu à partir d'une vitesse inférieure à 300°C/h (Domaine IV : $\theta_\gamma = 950^\circ\text{C}$).
- Pour une austénitisation à 1050°C la précipitation des carbures est plus précoce, elle est observée pour des vitesses de refroidissement inférieures à $0,2^\circ\text{C/s}$ (Domaines III et IV : $\theta_\gamma = 1050^\circ\text{C}$).

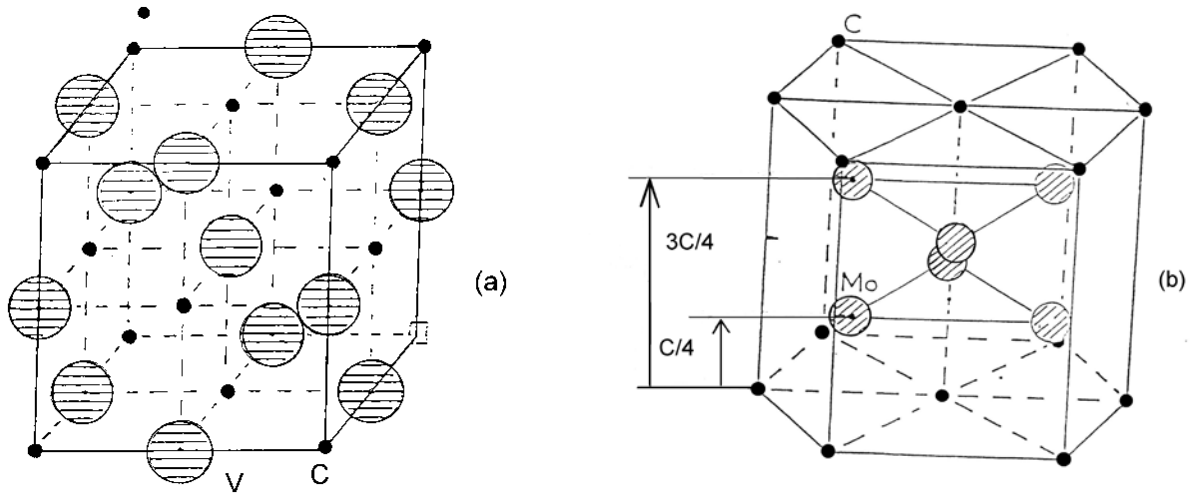


Figure I.18: Maille élémentaire des carbures

a) MC b) M_2C

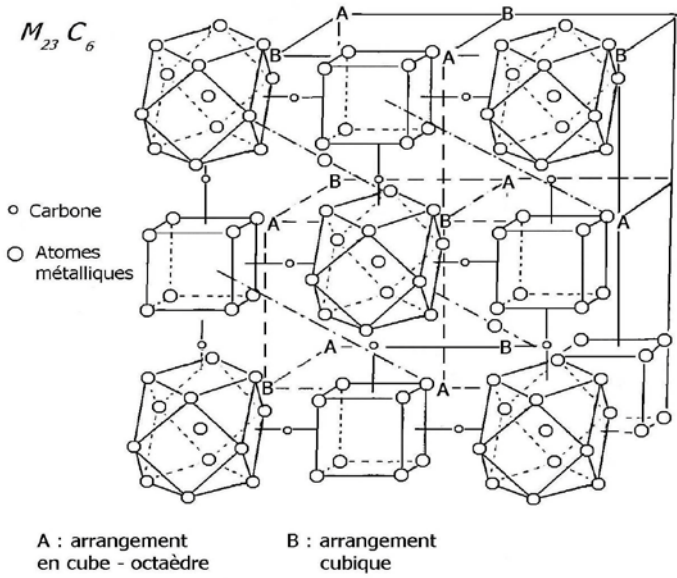


Figure I.19: Maille élémentaire du carbure $M_{23}C_6$

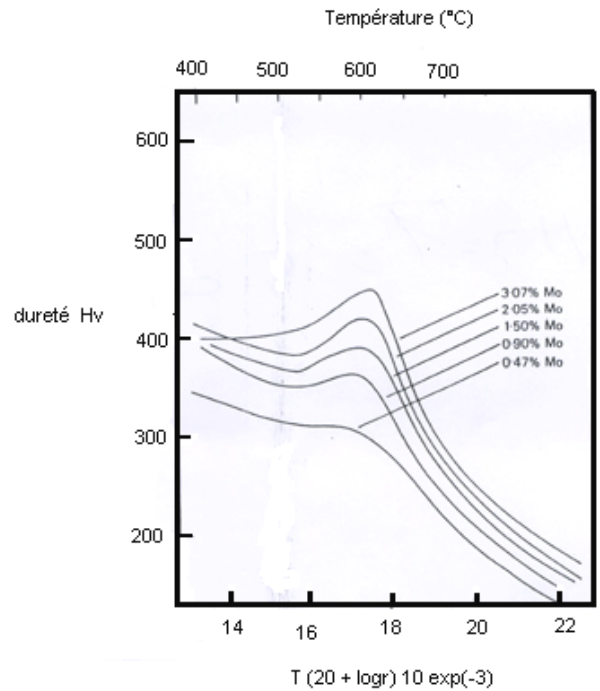


Figure I.20: Effet du molybdène sur la dureté au revenu d'un acier à 0,1% C/mass

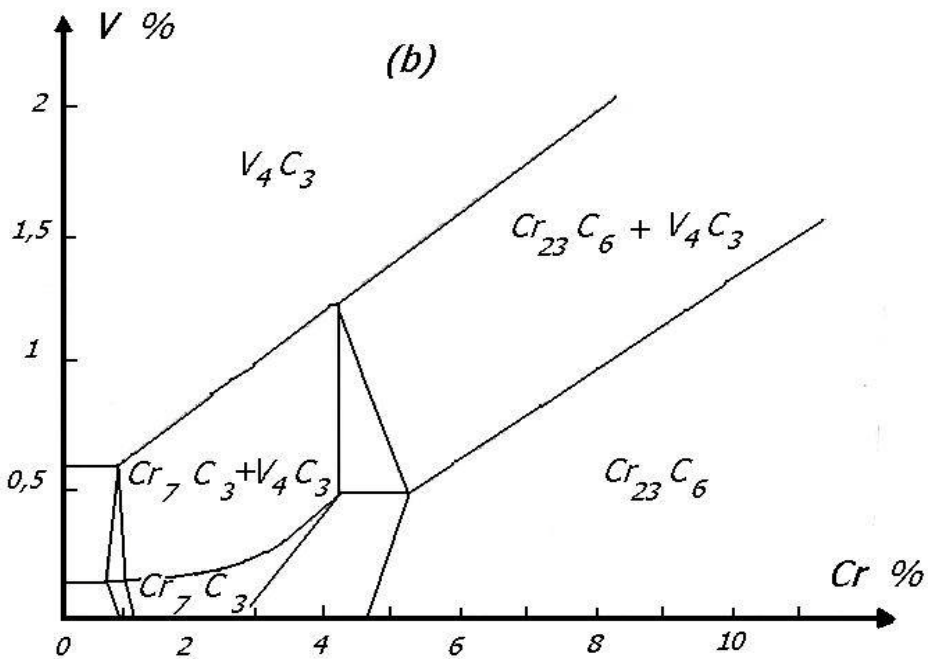
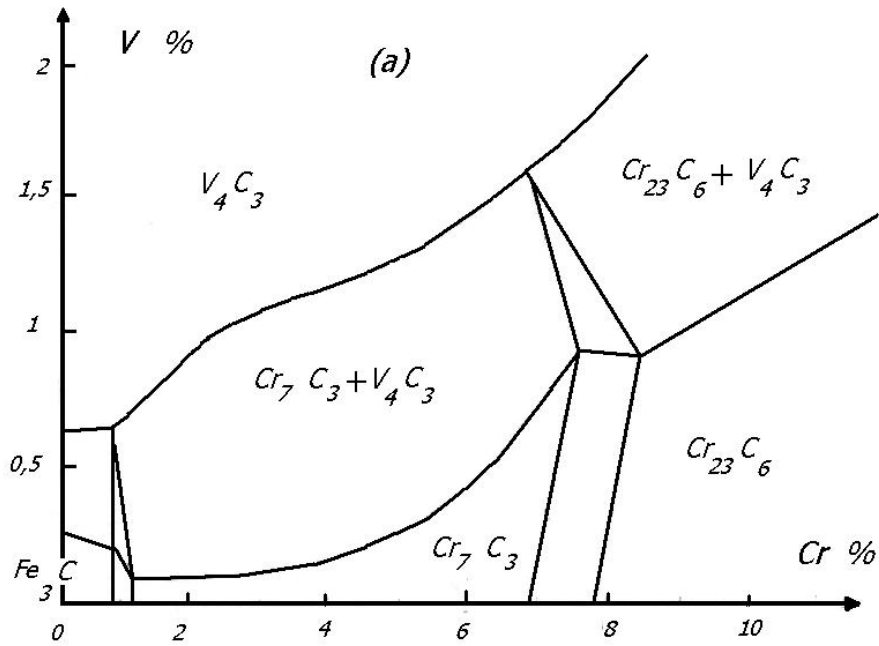


Figure I.21: Influence de la teneur en molybdène sur la stabilité des carbures présents à 700°C dans un acier à 0,2% C, Cr-V

a) sans molybdène.

b) avec molybdène.

CHAPITRE II

MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES UTILISES

II.1 Matériau étudié

Le matériau étudié est un acier ternaire du type 40CDV13 très utilisé dans l'industrie pour ses bonnes propriétés mécaniques, pour sa bonne aptitude à la nitruration et de son comportement à chaud. Sa composition chimique, déterminée par fluorescence X et par émission optique, est donnée dans le tableau II.1 :

Tableau II.1 : composition chimique.

ELT	C	Cr	Mo	V	Cu	Ni	P	Si	Mn
% mass	0.390	3.257	0.935	0.250	0.068	0.285	0.008	0.160	0.610

Ce matériau a été élaboré dans un four à induction. Le lingot obtenu a subi une 2^{ème} fusion ESR (le lingot sert d'électrode consommable). Cette méthode permet d'éliminer les ségrégations et les hétérogénéités chimiques existantes au sein de ce lingot [6 3]. Les échantillons étudiés ont été prélevés dans une barre (60×5×6.5 cm³) obtenue par forgeage.

II.2 Préparation des échantillons

II.2.1 Prélèvements

Le découpage des échantillons s'est effectué avec une tronçonneuse comportant un dispositif de refroidissement très énergique afin d'éviter au mieux toute sorte de décarburation superficielle et de préserver la structure pendant la découpe. Les dimensions des échantillons découpés varient selon les traitements et analyses préconisées :

- des échantillons de formes parallélépipédique de dimensions (5x8x3) mm³ destinés à l'analyse par diffraction des rayons X
- des échantillons sous forme d'éprouvette cylindrique de 25 mm de longueur et de 5 mm de diamètre destinés à l'analyse dilatométrique.
- On a aussi procédé à la préparation de lames minces, d'environ 50 µm d'épaisseur après un polissage mécanique suivi d'un polissage électrolytique, on a ensuite découpé des pastilles de 3mm

De diamètre et à l'aide de la technique du double jet on a pu obtenir au centre des pastilles des trous avec une épaisseur de quelques dizaines de nanomètre destinées à l'analyse des structures micrographiques par microscopie électronique en transmission.

II.2.2 Traitements thermiques

II.2.2.1 Traitement d'austénitisation

L'austénitisation a été effectuée en disposant d'un dilatomètre DI24 pendant 10 mn. Cependant pour la détermination de la grosseur du grain austénitique les échantillons ont été austénitisés sous vide secondaire pendant 20 mn.

II.2.2.2 Refroidissement

Le refroidissement des échantillons a été également effectuée par le Dilatomètre DI24 par gaz d'Hélium soufflé directement sur leur surface. Le débit de ce gaz est ajusté à l'aide d'une vanne réglable de sorte à conditionner la vitesse de refroidissement de nos échantillons. On a également procédé à des refroidissements sous vide secondaire (four éteint) et par trempe à l'eau.

II.3 Extraction des carbures

Une extraction électrolytique des carbures a été mise en œuvre afin d'isoler de la matrice les différents carbures présents dans le matériau. La dissolution de la matrice à été effectuée dans la solution de composition suivante :

70 ml d'isopropanol	260 ml de méthanol	30 ml d'HCl	5% d'acide acétique (50 g dans 1l de solution)
---------------------	--------------------	-------------	--

A compléter avec de l'eau distillée jusqu'à 1l de solution

Le potentiel appliqué qui permet la dissolution de la matrice ferritique est variable suivant l'échantillon de l'ordre de -20mV de sorte que le choix de la valeur de ce potentiel a été conditionné par la mesure du potentiel de corrosion E_c à partir de la courbe Potentiodynamique (Fig. II.1) donnant $\text{Log } I = f(E)$.

Ceci nous a permis de faire un choix sur le potentiel appliqué sans recherche aléatoire. Nous avons choisi une valeur ΔV proche de E_c de sorte à positionner les échantillons dans la partie

anodique non loin du potentiel de corrosion, avec une valeur de $E_C \pm 50$ (mV). Cette procédure permet une dissolution de la matrice, majoritaire en ferrite, sans pour autant attaquer les carbures qui y sont incrustés. Les tensions ainsi appliquées imposent une intensité de courant faible procédant à une dissolution extrêmement lente de la matrice. Après attaque, l'éprouvette cylindrique (échantillon) est plongée dans un bain d'éthanol et les carbures sont alors déchaussés dans une cuve à ultrasons. L'extrait est filtré, lavé à l'alcool pour être finalement séché. Cette opération d'extraction a été répétée à deux reprises pour chaque échantillon considéré et cela dans le but d'avoir une quantité de matière suffisante pour procéder à son analyse par diffraction des rayons X. Les images des figures II.2 et II.3 montrent respectivement, le dispositif mis en œuvre pour déterminer le potentiel de corrosion de nos échantillons, appelé « Potentiostat », et le dispositif mis en œuvre pour la dissolution de la matrice.

II.4 Méthodes expérimentales utilisées

Les méthodes d'investigation grâce auxquelles nous avons pu suivre les évolutions structurales à la faveur des différents traitements thermiques ont été principalement les suivantes : la dilatométrie, les observations micrographiques (Optique et électronique), la diffraction X.

II.4.1 Dilatométrie

La dilatométrie permet de suivre les évolutions structurales à partir de la mesure, en fonction de la température (T), des variations dimensionnelles (Δl) d'échantillons susceptibles d'être le siège de transformations de phases. Les essais dilatométriques ont été réalisés à l'aide d'un dilatomètre différentiel « ADAMEL LHOMARGY » de type DI24. Le dilatomètre différentiel DI24 peut monter en température jusqu'à 1600 °C. Il permet de travailler avec des vitesses de montée ou de descente en températures suffisamment lentes ; cependant, au cours du refroidissement il ne permet pas d'atteindre une vitesse supérieure à celle du refroidissement libre du four.

Les échantillons utilisés peuvent être de forme cylindrique (5 mm de diamètre et 25 mm de longueur) ou parallélépipédique (25×5×5 mm³). Les essais de dilatation ou de contraction de l'éprouvette peuvent s'effectuer sous atmosphère contrôlée ou sous vide primaire.

Le pilotage de ce dilatomètre est assuré automatiquement par un système informatique, ce qui permet l'acquisition directe des résultats de mesure (Δl , T, t) avec une grande précision. L'exploitation des courbes obtenues se fait à l'aide d'un logiciel particulier (LOGIDIL). On peut

ainsi obtenir les courbes de dilatation en fonction du temps ou de la température pour chaque segment du cycle thermique imposé, ainsi que la dérivée de chaque courbe pour bien mettre en évidence et situer les moindres anomalies qui apparaissent.

II.4.2 Microscopie optique

L'évolution de la microstructure des alliages ayant subis différents traitements thermiques, a été suivie à l'aide d'un microscope optique métallographique à grand champ LEITZ du type MM6.

Les observations ont porté surtout sur les structures des échantillons, la répartition des carbures et leurs formes, ainsi que sur la taille des grains.

II.4.3 Diffraction des rayons X

Les variations du paramètre du réseau cristallin de la matrice en fonction des traitements à une température donnée, ainsi que l'identification des carbures extraits de la matrice, ont été suivies par diffraction des rayons X.

Nous avons utilisé deux diffractomètres :

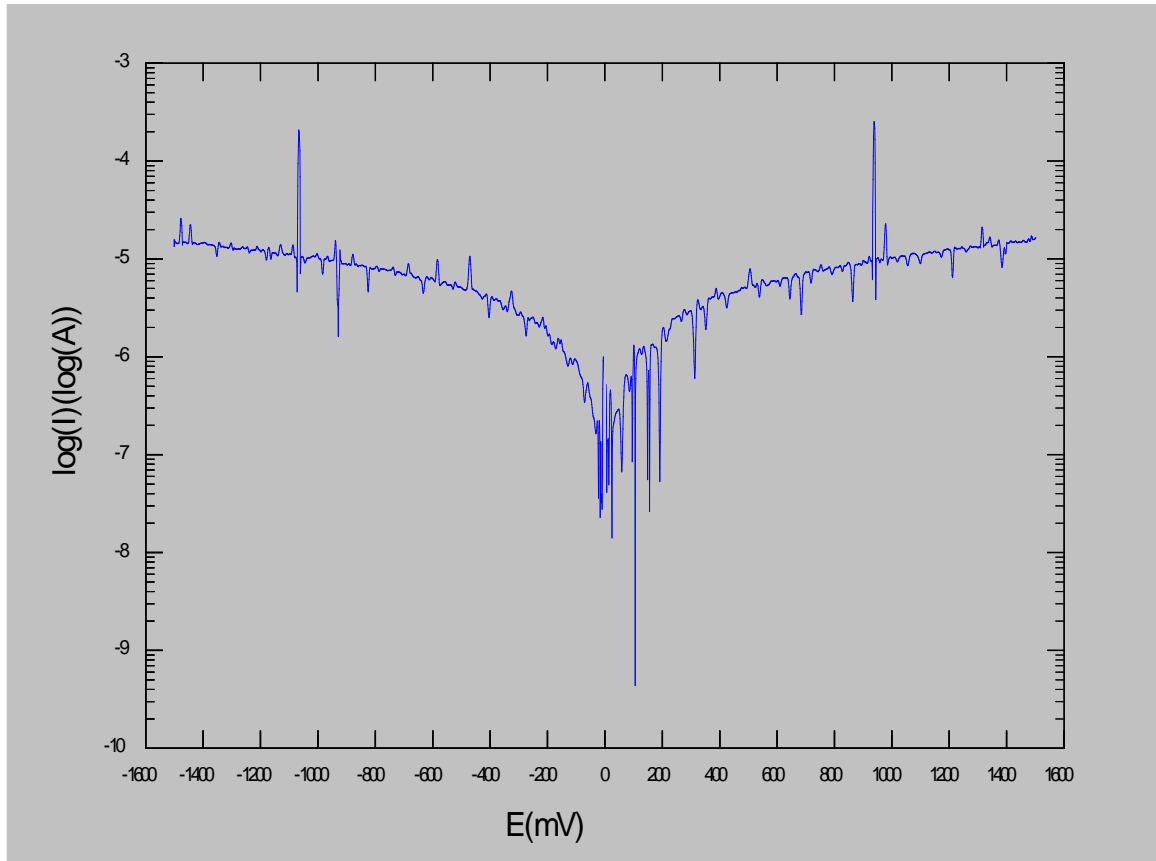
-PHILIPS associé à une chaîne de comptage PW 1390. Des spectres de diffraction de rayons X ont été enregistrés avec une anticathode en cuivre ($I = 10 \text{ mA}$ et $V = 35 \text{ kV}$) avec un monochromateur arrière en graphite.

-SIEMENS D8 Advanced à poudre automatisé. Les spectres de diffraction des rayons X ont été enregistrés avec une anticathode de cuivre ($I=20 \text{ mA}$ et $V=40\text{KV}$), le balayage a été fait pas par pas, entre 10° et 120° (le temps de maintien étant variable).

les valeurs du paramètre a du réseau cristallin de la matrice sont obtenues en utilisant la relation de Bragg : $2d \sin \theta = \lambda$ qui permet d'estimer l'erreur commise sur les mesures qui est de l'ordre du 1/1000 aux grands angles.

II.4.4 Microanalyse élémentaire par sonde électronique

Cette technique d'analyse non destructive permet, en utilisant le rayonnement X primaire excité par un faisceau incident très fin d'électrons, d'obtenir des spectres très simples qui renseignent sur les compositions élémentaires. Toutes nos analyses ont été faites sur une microsonde électronique CAMECA automatisée.



Figures II.1: Courbe de polarisation (Potentiodynamique) $\log(I) = f(E)$ déterminant le potentiel de corrosion (cas de l'échantillon de l'état de réception)

Résistance à la polarisation 351Ω
Potentiel de corrosion $E_c = 40 \text{ mV}$ à $I = 0$
Courant de corrosion $I_c = 61,8 \mu\text{A}$
Conditions / Balayage 20 mV/s
Balayage de -1.5 à $+1.5$
Equilibre -460 mV (circuit ouvert)
Solution celle utilisée dans l'extraction des carbures



Figures II.2: Dispositif mis en œuvre pour déterminer la valeur du potentiel de corrosion de nos échantillons(Potentiostat EGG ,273A).Département de métallurgie(U. Annaba)



Figures II.3: Dispositif mis en œuvre pour la dissolution de la matrice :alimentation en courant continu Power-Supply Cles 18-10. Département de métallurgie(U. Annaba)

II.4.5 Microscope électronique à balayage

Afin de bien mettre en évidence certaines sous structures et pour des observations plus faciles qu'en microscopie optique, surtout pour des grossissement assez élevés, on a eu recours à un microscope électronique à balayage (M.E.B) (Jeol de type JXA 733), qui nous a donné grâce à sa grande profondeur de champ lié à une faible ouverture du faisceau primaire de bons résultats.

II.4.6 Microscope électronique en transmission

Le microscope électronique en transmission (M.E.T.) a été utilisé pour une étude fine de nos échantillons. Il fournit essentiellement, des renseignements sur les hétérogénéités à l'échelle de quelques angströms : dislocations, limite de grains, inclusions, précipités et sous-grains.

On a pu par focalisation du système de projection obtenir sur films photographiques soit des images de la structure des échantillons (champ clair) , soit des diagrammes de diffraction .Dans notre étude, on a utilisé un microscope électronique à transmission PHILIPS CM12 avec une tension de 120 KV.

II.5 Mesures de Microdureté

La dureté d'un matériau est la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un corps plus dur que lui. L'essai de micro dureté consiste à imprimer dans l'échantillon un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée, d'angle au sommet de 136°, sous une charge P pendant un temps donné (15s). On mesure ensuite la diagonale de l'empreinte laissée sur la surface après enlèvement de la charge. La dureté Vickers est définie par le rapport $Hv = P/S$ où S est la surface latérale de l'empreinte.

$$Hv = \frac{P}{S} = \frac{2P \sin(\alpha/2)}{d^2} = 1,8544 \frac{P}{d^2}$$

Les essais de microdureté sont effectués à l'aide d'un microduromètre LECO M400 PC5 automatisé avec libération automatique des charges (variant de 10g à 200 g) avec un temps d'application de 5 à 30 secondes (réglable), relié à un micro-ordinateur. Une dizaine d'essais est effectuée pour chaque point qui représente donc la moyenne des mesures effectuées.

CHAPITRE III

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

III.1 Caractérisation de l'état de réception

L'acier 40CDV13 a été tout d'abord étudié dans son état de réception. Les caractéristiques de cet état ont servi comme une base de référence aux éventuelles évolutions structurales qui se sont opérées suite aux différents traitements qui ont suivis.

Les observations microscopiques optiques associées aux mesures de microdureté sous faible charge (micro dureté sélective sous 25gf), nous ont permis de constater que, dans cet état, l'acier a une structure composée d'un mélange de ferrite, de quelques îlots de perlite très fine et de bainite. La révélation de cette structure a été possible par attaque chimique en utilisant deux réactifs, à savoir le Nital à 4% et le réactif de Villéla.

Les figures III.1 montrent cette structure attaquée au Nital. Dans ces micrographies on distingue :

- Les plages ferritiques : plages claires de microdureté égale à 260H_v.
- Des îlots de perlite très fine : îlots sombres de microdureté égale à 298.5H_v.
- La bainite : Non révélée par l'attaque au Nital. Sa présence a été cependant déduite à partir des valeurs assez élevées de la microdureté mesurée sur certaines plages claires. Sous une charge de 200gf, la microdureté Vickers moyenne de la structure dans l'état de réception est égale à 270H_v.

L'analyse par DRX de la matrice de l'état de réception (Fig. III.2) a permis d'évaluer la valeur du paramètre de maille de la phase ferritique cubique centrée, majoritaire dans cet état, par la méthode d'extrapolation de Péro [64]. Cette méthode consiste à porter, pour chacune des raies obtenues, les valeurs de $(\sin^2\theta/N^2)$ en fonction $(\cos^2\theta/\sin\theta)$. Ainsi la droite obtenue aura comme ordonnée à l'origine (pour $\theta = \pi/2$) la valeur correspondant à $\lambda^2/4a^2$ qui servira à déterminer le paramètre de notre maille de l'état de réception (Fig. III.3).

Le tableau III.1 regroupe les valeurs correspondant aux raies de la matrice ferritique majoritaire dans l'état de réception et les valeurs utilisées pour tracer la droite de la Figure III.3.

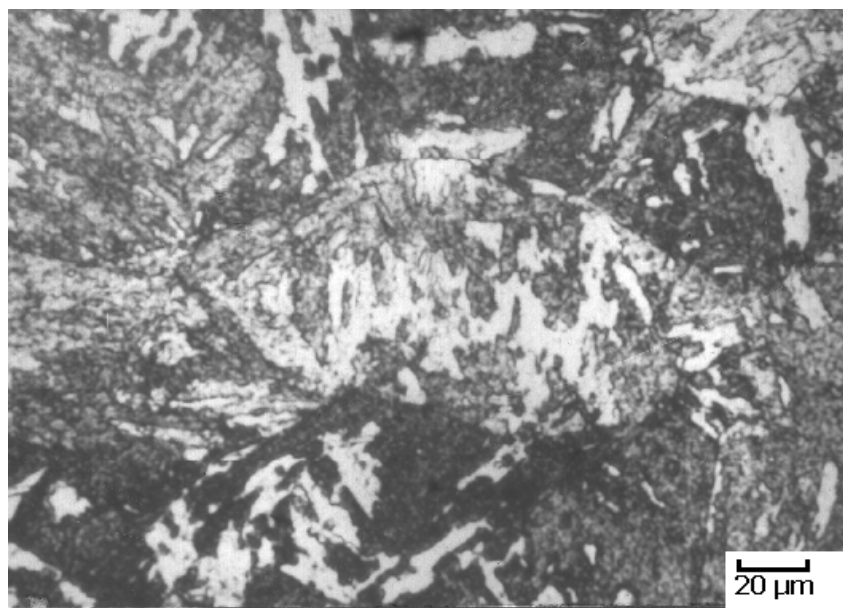
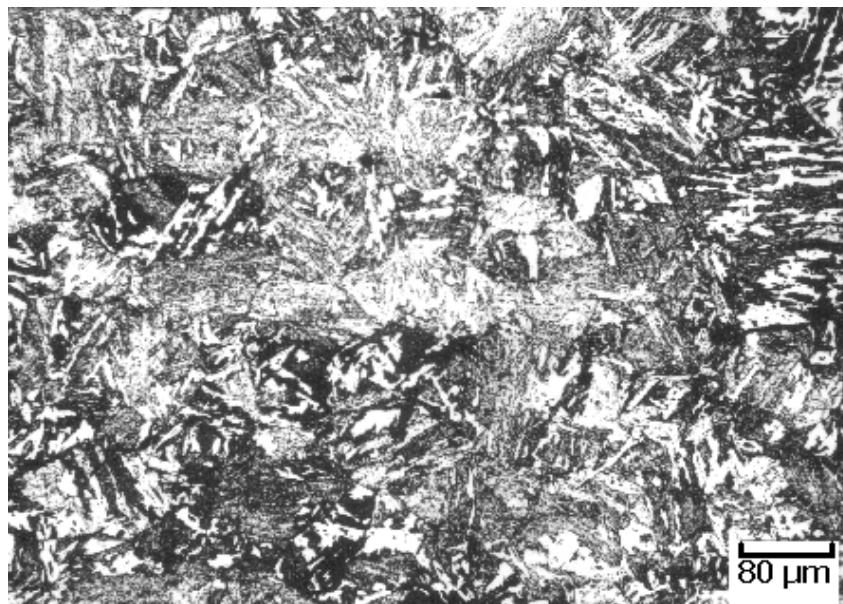


Figure III.1: Structure micrographique de l'état de réception de l'acier 40CDV13 (Attaque au Nital)

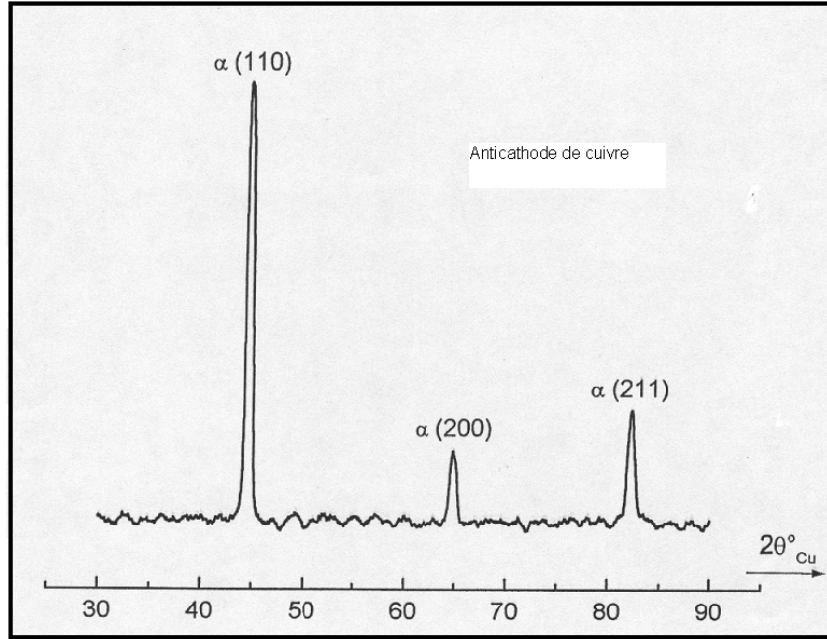


Figure III.2: Diffraction de rayons X sur la matrice de l'acier 40CDV13 à l'état de réception

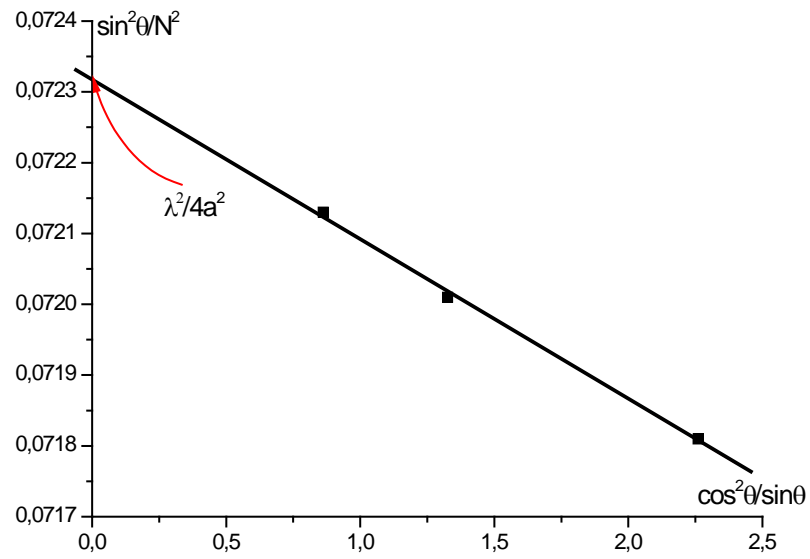


Figure III.3: Calcul du paramètre cristallin de la matrice de l'état de réception

Tableau III.1: Valeurs des angles des raies de la matrice ferritique et calcul du paramètre de maille

h k l	θ	$\frac{\sin^2\theta}{N^2}$ ($N^2 = h^2 + k^2 + l^2$)	$\frac{\cos^2\theta}{\sin\theta}$	$\lambda^2/4a^2$	a
1 1 0	22.27	0.07181	2.26039	0.07232	2.867 Å
2 0 0	32.46	0.07201	1.32649		
2 1 1	41.14	0.07213	0.86208		

L'observation par microscopie électronique à balayage (MEB) de l'état de réception a révélé la présence d'inclusion dans la matrice. Ces inclusions, dont les dimensions ne dépassent pas en moyenne 0,5µm, sont dispersées d'une façon hétérogène et leur analyse par EDAX a montré qu'elles sont constituées essentiellement de Cr, Mo, V et éventuellement de Fe (Figs. III.4 et III.5). La détection de ces carbures sur le diffractogramme de l'état de réception (Fig. III.2), n'a pas pu être possible. Cela est dû à leurs très faibles proportions relativement par rapport à la matrice ferritique majoritaire. Afin d'analyser ces carbures, par diffraction des rayons X, et d'évaluer leur pourcentage massique dans la matrice, on a procédé à leur extraction par voie électrolytique sous potentiel contrôlé. Après quoi, deux diffractogrammes, le premier avec une anticathode de cuivre ($\lambda_{Cu} = 1.5418 \text{ \AA}$) et le second avec une anticathode de Cobalt ($\lambda_{Co} = 1.7887 \text{ \AA}$), ont été enregistrés pour confirmer la composition des carbures extraits de cet état (Figs. III.6 et III.7).

A la lumière des données théoriques (Tableau III.2), le dépouillement de ces deux diffractogrammes, obtenus par analyse aux RX des carbures extraits, a montré qu'ils sont essentiellement de types ($M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC, Fe_3C).

Il ressort, à première vue, une similitude entre les deux diffractogrammes enregistrés dans lesquels les carbures $M_{23}C_6$ et M_7C_3 présentent les raies les plus apparentes. Une comparaison entre ces enregistrements confirme aussi la présence des deux autres carbures V_4C_3 et Fe_3C selon :

- **Carbures V_4C_3 (MC)** : Les pics relatifs à ce carbure sont apparents dans les deux diffractogrammes. Dans celui enregistré avec l'anticathode de Cuivre, ces pics restent relativement de faibles intensités, ce qui est dû probablement à leur faible quantité dans la composante des carbures extraits. Cependant, l'enregistrement réalisé par l'anticathode de Cobalt laisse apparaître la raie (200) d'une façon conséquente.
- **Cémentite Fe_3C** : Apparemment présente en faible quantité, les pics relatifs aux raies de la cémentite apparaissent au même niveau que l'enregistrement du bruit de fond et notamment :

- au pied des pics du carbure $M_{23}C_6$: cas des raies (022) et (103)
- très proches des pics du carbure MC : cas des raies (112) et (210)
- sous forme d'épaulements des pics relatifs au carbure M_7C_3 : cas des raies (121) et (122)

Cependant une comparaison des deux diffractogrammes enregistrés a permis de déceler les pics relatifs aux raies de ce carbure et plus précisément celles les plus intenses dont la raie (103) et la raie (022), et cela, dans les deux enregistrements. Par conséquent, la présence de ce carbure dans le lot extrait est confirmée. On essayera, par la suite, de corrélérer ce résultat avec les résultats trouvés par l'étude de la dissolution des carbures en maintien d'austénitisation et ceux de la précipitation des carbures secondaires en refroidissement continu.

Les carbures MC/ M_4C_3 sont des carbures de vanadium de dureté très élevée (jusqu'à 2600 H_v); ils prennent naissance à la solidification et ils ont parfois tendance à se rassembler en paquets [65]. Les carbures M_7C_3 contiennent du fer, du molybdène et du chrome ; ce sont des carbures eutectiques qui précipitent aux ex-joints des grains austénitiques [66]. Les carbures $M_{23}C_6$ sont généralement riches en chrome (près de 70% de Cr à l'équilibre) [67].

La cémentite Fe_3C est un composé du produit de l'eutectoïde (perlite), sa présence dans la composante des carbures extraits peu aussi bien provenir de la perlite que de la bainite.

Le pourcentage massique global des carbures dans la matrice, est égal à 4,5 %. Ce pourcentage a été estimé par pesée (balance de précision) au terme des extractions électrolytiques effectuées.

Par microscopie électronique en champ claire (Fig. III.8), on observe une structure constituée de lattes de ferrite dans laquelle sont réparties, en quantité importante, au moins deux sortes de carbures; ces deux types de carbures se distinguent à la fois : par leur forme, leur taille et leur localisation.

-Le premier type de carbures se caractérise par une forme globulaire, un diamètre d'environ 0.2-0,3 μ m et une localisation principalement aux interfaces de lattes de ferrite. Aussi, ils se présentent souvent rassemblés en paquets

-Le deuxième type de carbures présente une forme plutôt parallélépipédique polygonale, Ils sont situés le plus souvent à l'intérieur des lattes de ferrite et leur plus grande dimension est d'environ 0,1-0,3 μ m. Il faut aussi préciser qu'ils présentent des directions d'allongement différentes, formant entre elles un angle d'environ 60° ou 90°.

La finesse des carbures, observés aussi bien par microscopie électronique à balayage que par microscopie électronique en transmission en champ clair, est parfaitement en accord avec les résultats de diffraction des rayons X dont les enregistrements montraient des raies assez larges, présage de la finesse des carbures diffractées.

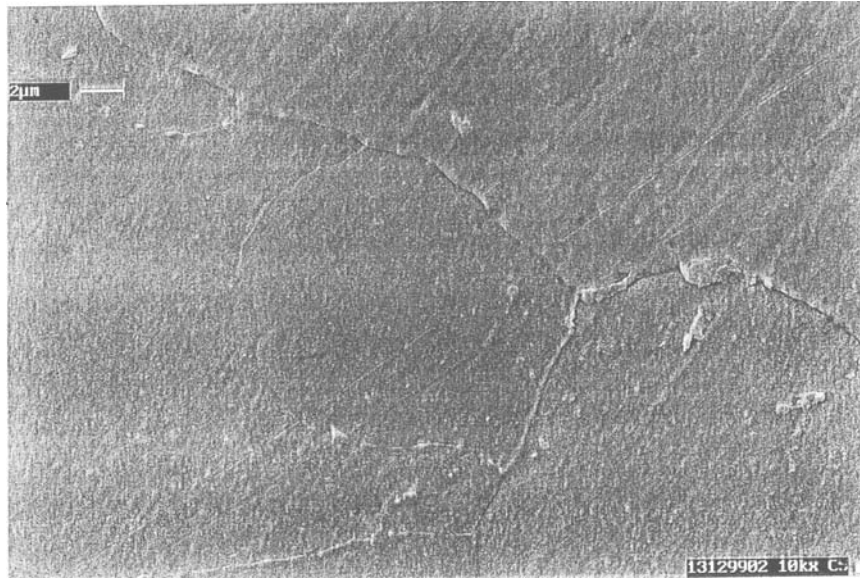


Figure III.4: Observation au MEB de la matrice de l'état de réception

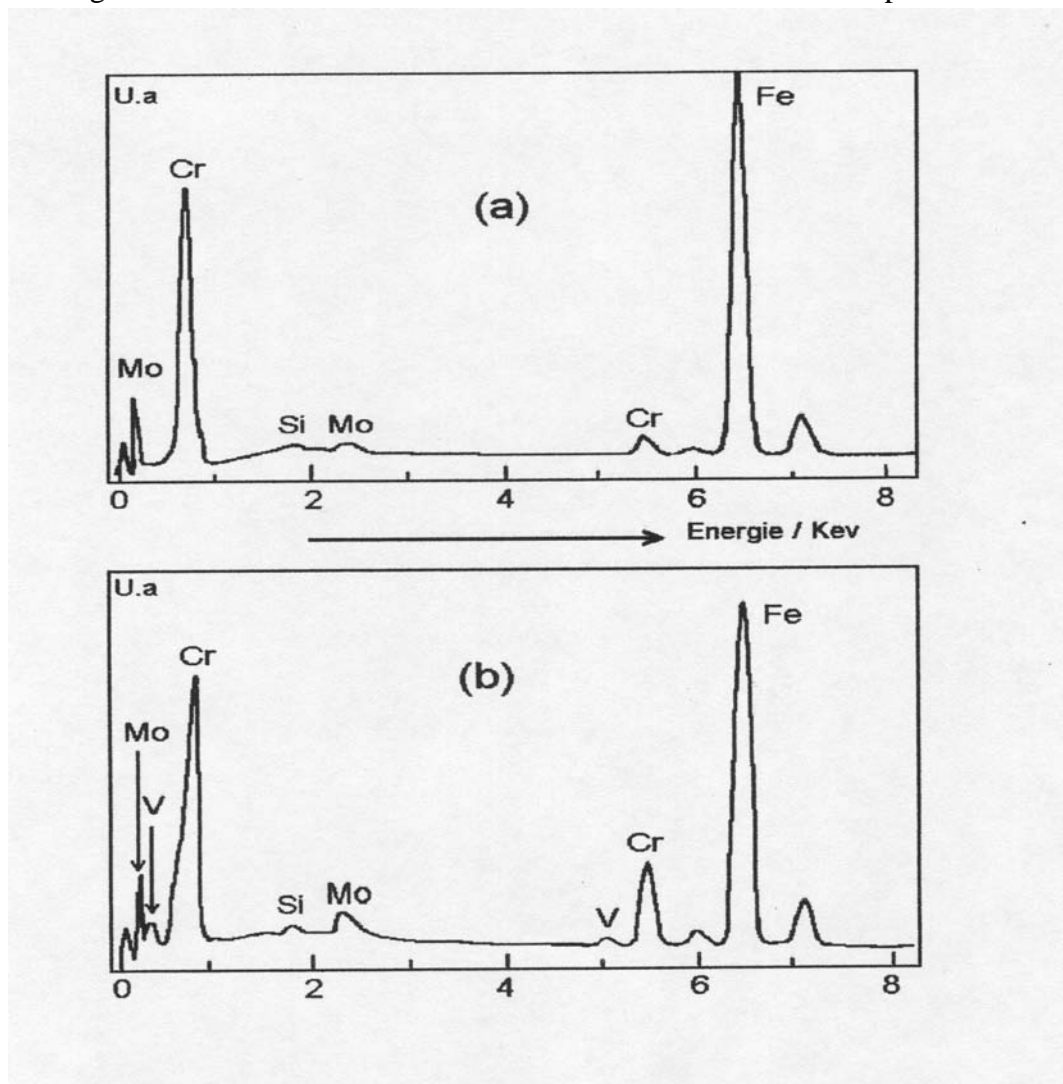


Figure III.5: Microanalyse X réalisée sur les carbures de la matrice à l'état de réception

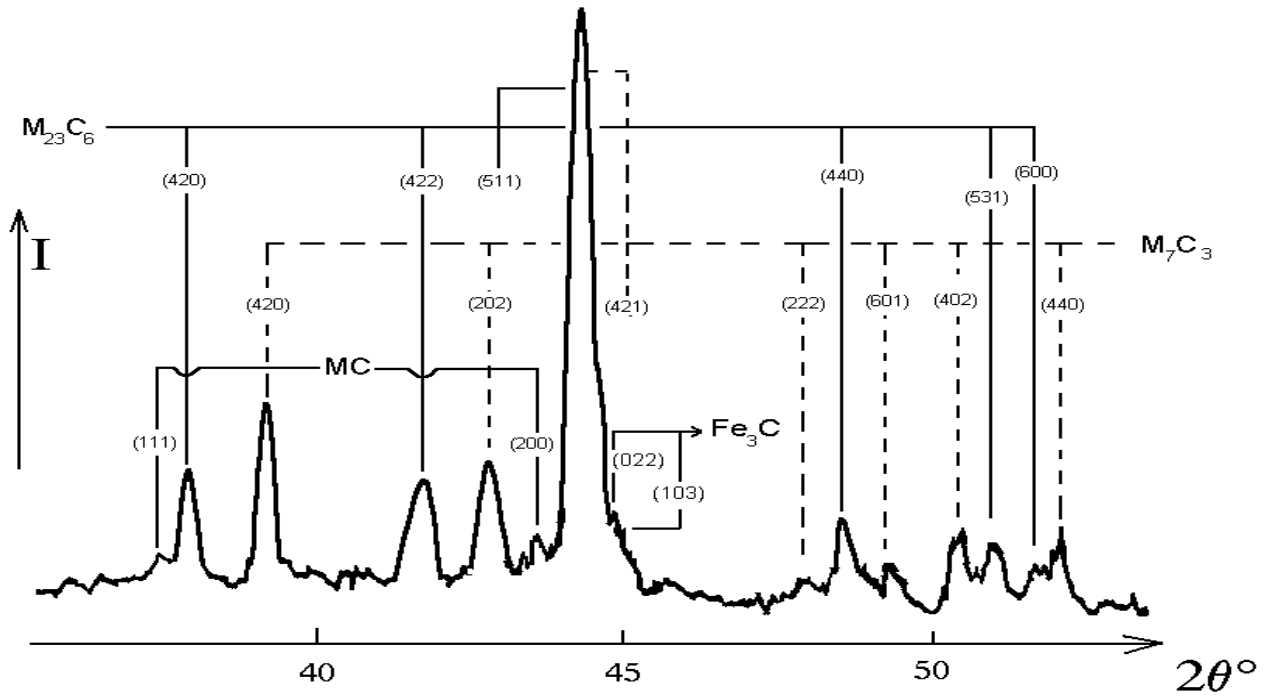


Figure III.6: Diffractogramme de rayons X obtenu sur des carbures extraits de l'acier à l'état de réception (Anticathode de cuivre : $\lambda_{Cu} = 1.5418 \text{ \AA}$)

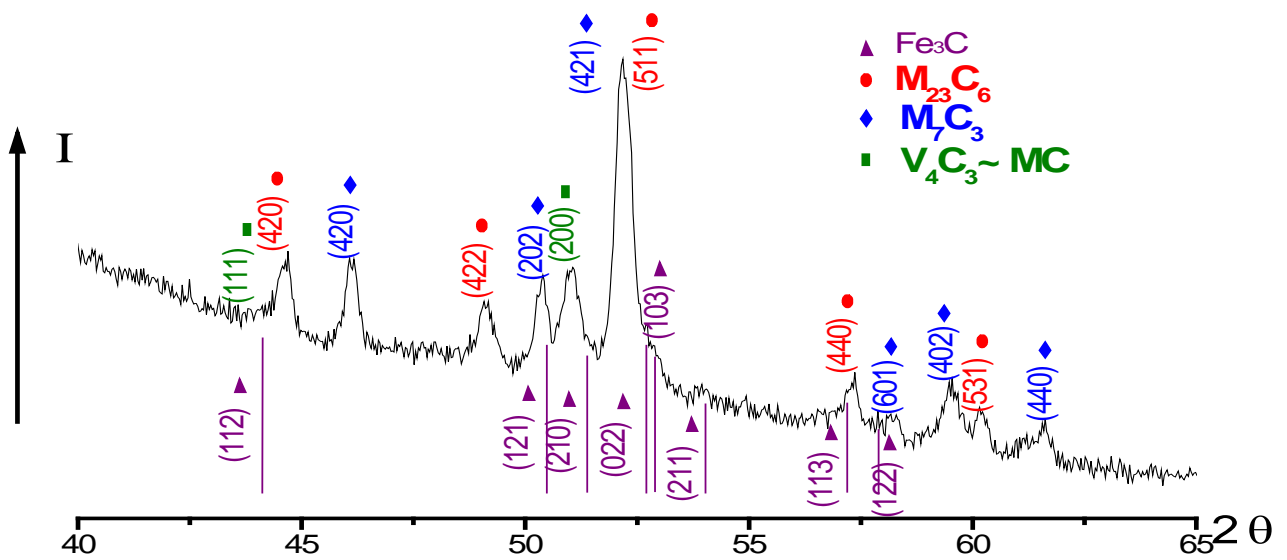


Figure III.7: Diffractogramme de rayons X obtenu sur des carbures extraits de l'acier à l'état de réception (Anticathode de cobalt : $\lambda_{Co} = 1.7877 \text{ \AA}$)

Tableau III.2: Raies (h k l) théoriques des carbures $M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC et Fe_3C ayant servit aux dépouillements des diffractogrammes des carbures extraits de l'état de réception

Dépouillement des diffractogrammes			
$M_{23}C_6$ (Maille cfc : a =10.54 Å)			
h k l	I/I₀	2θ (λ_{Cu})	2θ (λ_{Co})
4 2 0	80	38.15	44.70
4 2 2	60	41.96	49.15
5 1 1 / 3 3 3	100	44.61	52.20
4 4 0	60	48.84	57.38
5 3 1	60	51.23	60.15
M_7C_3 (Maille hexagonale : a =13.98 Å, c = 4.523 Å)			
h k l	I/I₀	2θ (λ_{Cu})	2θ (λ_{Co})
4 2 0	40	39.13	45.77
2 0 2	60	42.61	49.91
4 2 1	100	44.49	52.01
4 0 2	60	50.39	59.23
4 4 0	60	52.35	61.87
2 0 3	20	63.69	75.56
4 0 3	20	69.58	82.99
6 0 3	60	79.47	95.86
MC ~ V_4C_3 (Maille cfc : a =4.16 Å)			
h k l	I/I₀	2θ (λ_{Cu})	2θ (λ_{Co})
1 1 1	100	37.44	43.73
2 0 0	100	43.69	50.94
2 2 0	50	63.20	74.91
3 1 1	25	76.08	91.24
2 2 2	10	79.86	96.57
Cémentite : Fe_3C ~ M_3C (Maille orthorhombique : a = 4,514 Å , b = 5,078 Å et c = 6,729 Å)			
h k l	I/I₀	2θ (λ_{Cu})	2θ (λ_{Co})
112	65	37.76	44.15
200	25	39.85	46.63
120	25	40.99	47.98
121	60	43.04	50.42
210	70	43.91	51.47
022	60	44.83	52.56
103	100	45.07	52.85
211	55	46.03	54.01
113	30	48.65	57.15
122	40	49.21	57.83
212	16	51.90	61.09

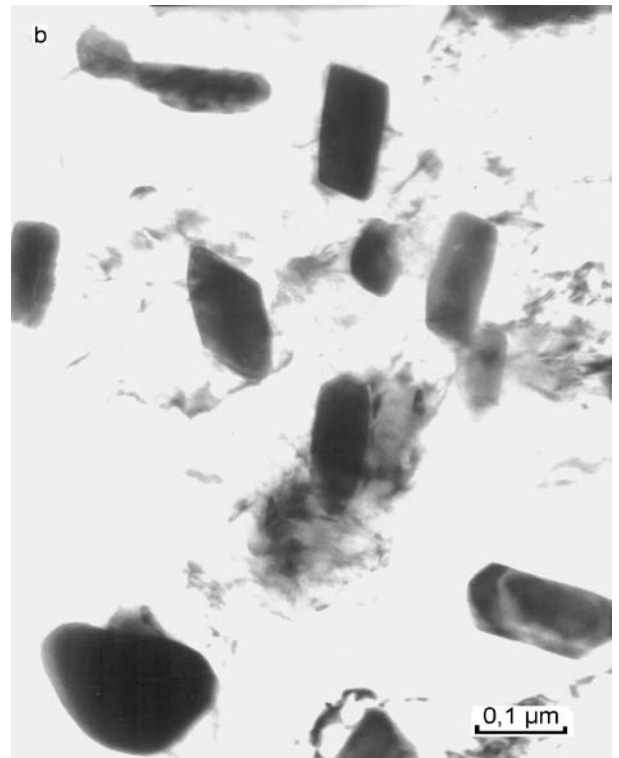
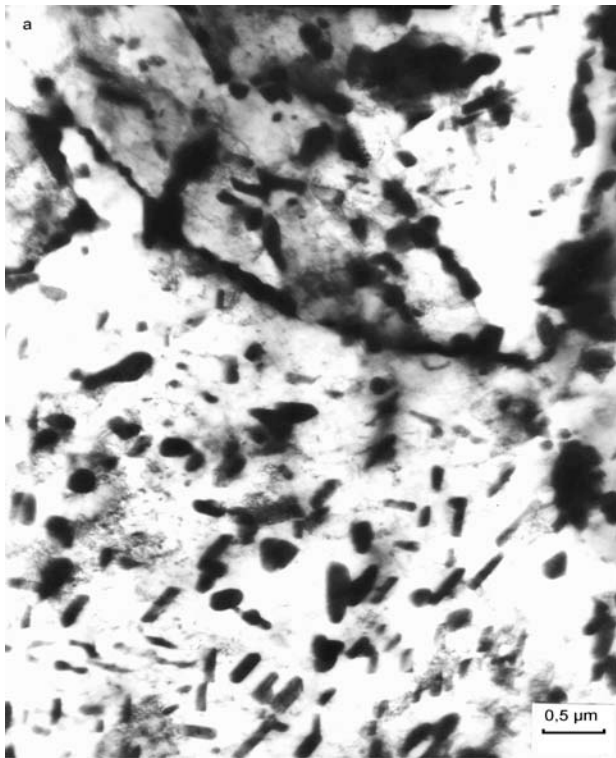


Figure III.8: Micrographie électronique en champ clair obtenue sur un échantillon à l'état livraison

III.2 Austénitisation et dissolution des carbures primaires

III.2.1 Etude dilatométrique

Les objectifs tracés par cette étude sont :

- La détermination des points de transformation Ac_1 et Ac_3 au cours du chauffage
- Le suivi de la dissolution des carbures au cours du maintien d'austénitisation

III.2.1.1 Comportement au chauffage

A partir de son état de réception, l'acier 40CDV13 a été chauffé de la température ambiante jusqu'à une température de 950°C , avec une vitesse de chauffage $V_c = 300^\circ\text{C/h}$. La courbe dilatométrique obtenue au cours de ce chauffage a permis de déterminer les points de transformation $Ac_1 = 810^\circ\text{C}$ et $Ac_3 = 880^\circ\text{C}$, représentant respectivement le début et la fin de la transformation austénitique affectant la phase ferritique prépondérante dans l'acier à l'état de réception (Fig. III.9).

III.2.1.2 Mise en solution des carbures primaires lors de l'austénitisation

La dissolution partielle des carbures primaires durant le traitement d'austénitisation engendre la mise en solution du carbone dans l'austénite et donc son enrichissement en cet élément. Cet enrichissement aura un effet direct sur le comportement ultérieur de l'acier. Pour suivre la dissolution de ces carbures deux températures d'austénitisation, à savoir 950°C et 1050°C , ont été successivement mises en œuvre.

Les courbes dilatométriques représentées dans les figures III.10a et III.10b montrent les évolutions dimensionnelles durant des maintiens de 10 minutes respectivement à 950°C et à 1050°C . La courbe isotherme à 950°C (Fig. III.10a) présente deux expansions dilatométriques limitées (I et II) dues, respectivement, à la mise en solution dans l'austénite du carbone libéré par la dissolution de la cémentite perlitique et celle, aussi, des carbure du type $M_{23}C_6$ [68,69].

Les carbures du type M_7C_3 et MC sont normalement plus stables et leur mise en solution n'intervient qu'à des temps de maintien plus prolongés ou à des températures d'austénitisation plus élevées [70,71]. La courbe isotherme à 1050°C (Fig. III.10b) présente une succession de deux expansions dilatométriques (I et III). La première, qui s'achève après environ une (01) minute de maintien, ne peut être que le résultat de la dissolution du carbure Fe_3C (facilement dissous à cette température) [68,70]. La seconde, qui reste inachevée, traduit la dissolution partielle des carbures primaires $M_{23}C_6$ et peut-être, mais à un degré moindre, la mise en solution partielle des carbures

M₇C₃ [71]. Le suivi par dilatométrie, de la dissolution des carbures en fonction du temps de maintien d'austénitisation appliqué à des éprouvettes de faibles dimensions (∅:2 mm x L: 12 mm), reste difficile. En effet, l'expansion qui accompagne la mise en solution du carbone est généralement masquée par une contraction, intervenant juste après quelques minutes de maintien et due au phénomène de micro-fluage subi par les échantillons à température élevée [70]. Dans le cas de l'acier 40CDV13 ce retrait est mis en évidence par la partie III, pour le maintien à 950°C (Fig. III.10a), et les parties (II et IV), pour celui à 1050°C (Fig. III.10b), sur les courbes de maintien d'austénitisation.

III.2.2 Evolution moyenne de la taille du grain austénitique

L'évolution de la taille moyenne du grain austénitique en fonction de la température d'austénitisation a été suivie par microscopie optique (Fig. III.11). Les échantillons ont été d'abord polis à l'alumine; ensuite, austénitisés pendant 20 minutes sous vide secondaire (10⁻⁵ Torr) à des températures comprises entre 950°C et 1100°C et finalement refroidis jusqu'à l'ambiante toujours sous vide secondaire (10⁻⁵ Torr). Ce mode opératoire, connu sous le nom de Kohn [72] permet par gravage thermique de faire apparaître les joints des grains austénitiques. Ce gravage thermique résulte d'une sublimation ménagée se produisant de préférence aux endroits des joints durant l'austénitisation. L'examen micrographique, après un très léger polissage nous a permis de révéler les ex grains austénitiques et d'évaluer par la suite leur grosseur moyenne. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau III.3 où la grosseur de grain est mesurée par un indice donné par la relation :

$$m = 8.2^G$$

dans laquelle « m » désigne le nombre de grains par mm² de surface de l'échantillon.

On constate qu'à partir de 1100°C, les grains austénitiques grossissent notablement. En effet, une température de maintien aussi élevée permet une dissolution plus importante des carbures primaires, en particulier des carbures du type MC connus pour leur pouvoir de freiner la mobilité des joints et donc de limiter le grossissement du grain austénitique [73,74].

Tableau III.3: Grosseur moyenne du grain austénitique

θ _γ °C	950	1000	1050	1100
G	9	8	7,5	6
d μm	15,6	22,1	28	44,2

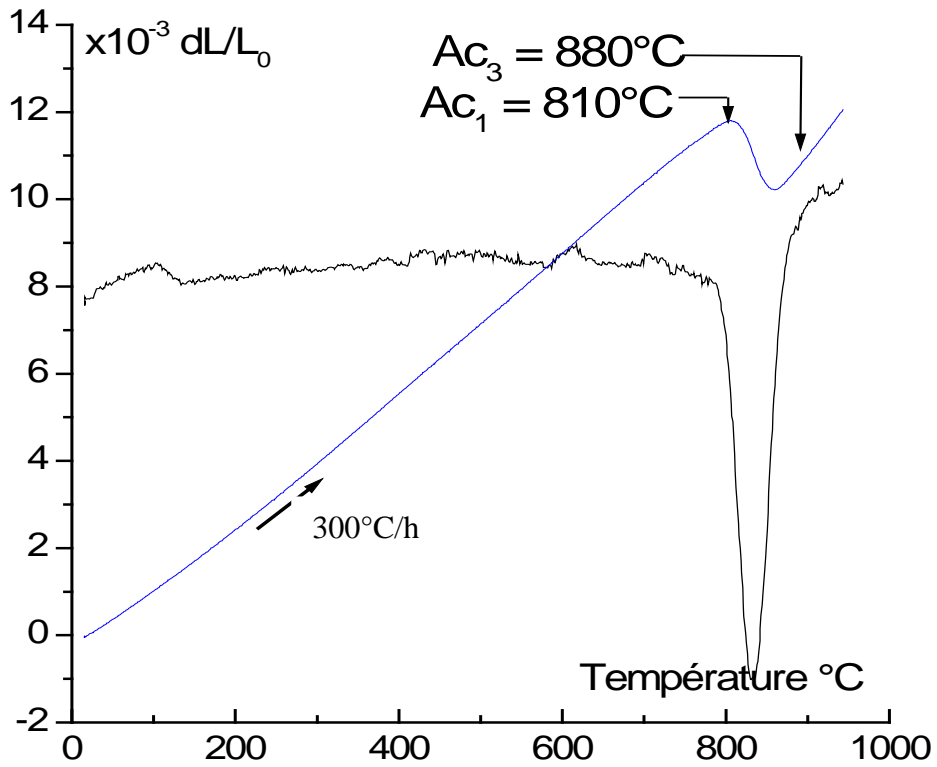


Figure III.9: Courbe dilatométrique enregistrée au cours du chauffage ($V_c= 300^{\circ}C/h$)

et sa courbe dérivée mettant en évidence les points Ac_1 et Ac_3

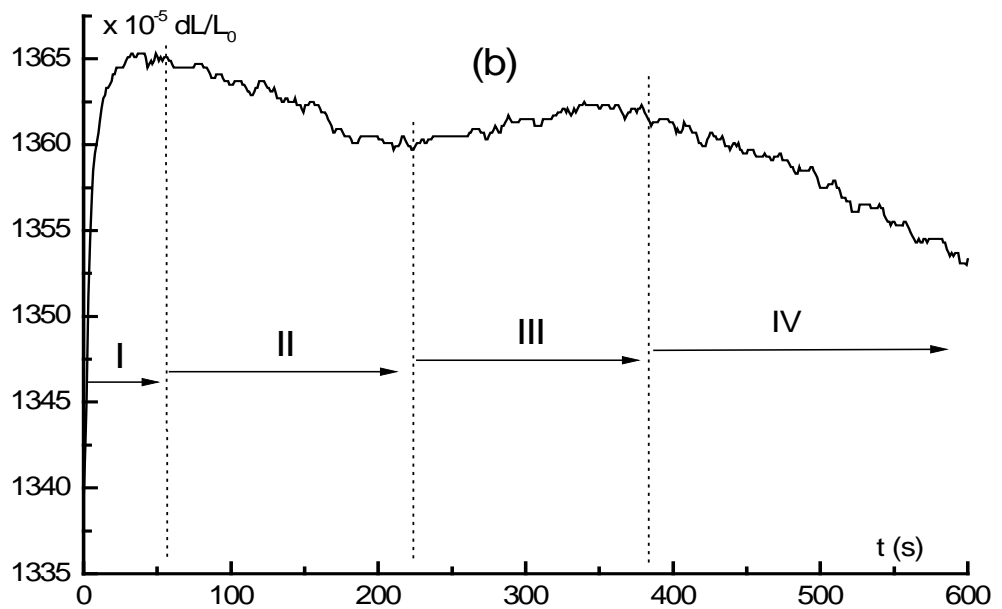
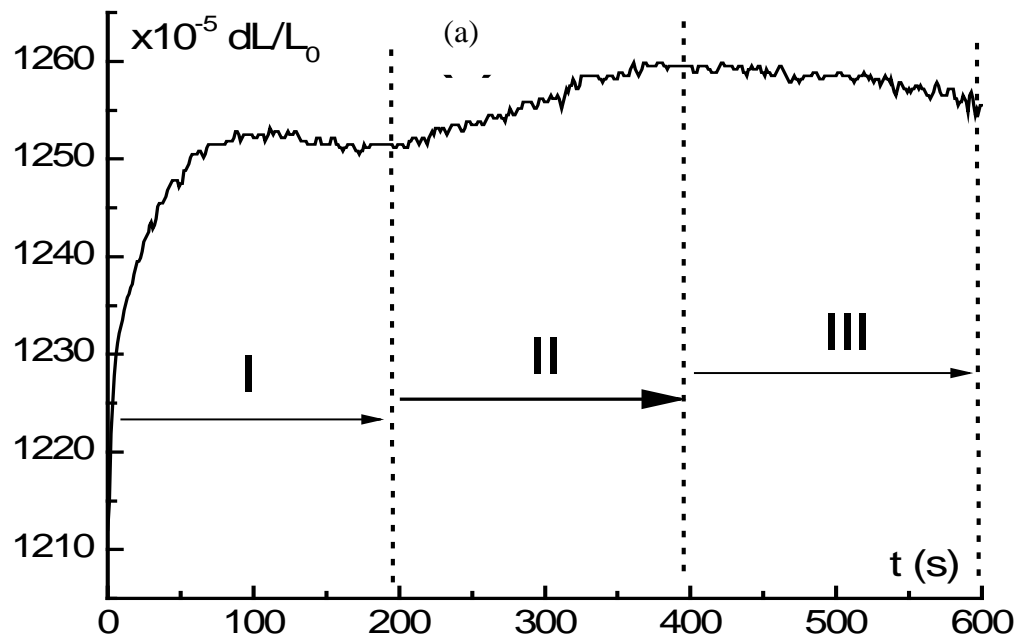


Figure III.10: Evolutions dimensionnelles pendant le traitement d'austénitisation de 10 mm

a) à $950^{\circ}C$ b) à $1050^{\circ}C$

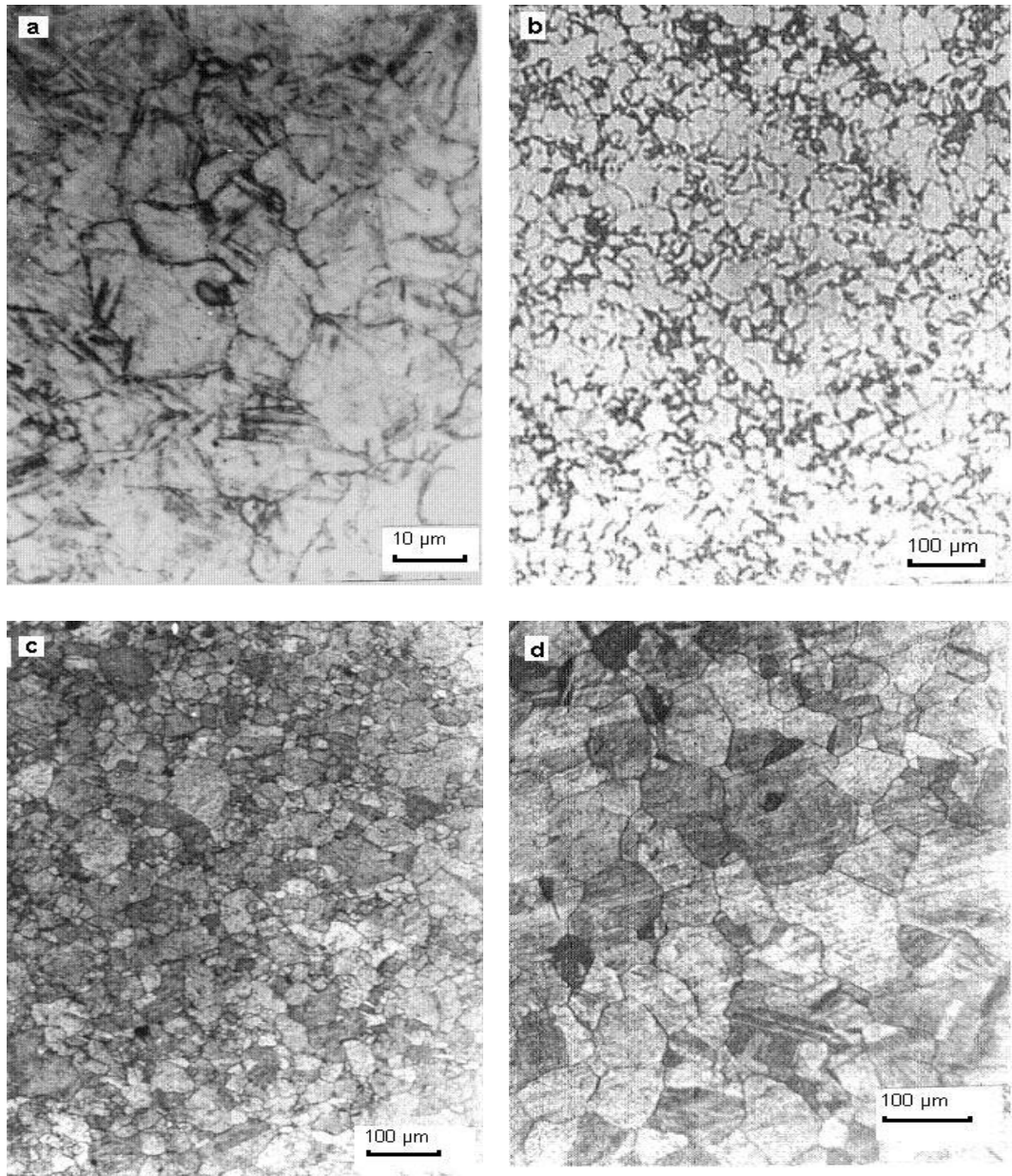


Figure III.11: Structures micrographiques mettant en évidence l'évolution du grain austénitique en fonction de la température d'austénitisation (Maintien d'austénitisation de 20 mn)

a) $\theta_{\gamma} = 950^{\circ}\text{C}$ b) $\theta_{\gamma} = 1000^{\circ}\text{C}$ c) $\theta_{\gamma} = 1050^{\circ}\text{C}$ d) $\theta_{\gamma} = 1100^{\circ}\text{C}$

III.2.3 Conclusions partielles

Le suivi de la dissolution des carbures primaires au cours du maintien d'austénitisation par analyse dilatométrique nous a permis de constater que pour des maintiens d'austénitisation de 10 mn, la dissolution des carbures n'est apparente que pour la cémentite et le carbure $M_{23}C_6$. En effet, le phénomène de microfluage, intervenant à ce niveau de température, entrave considérablement, pour des maintiens d'austénitisation plus prolongées, le suivi dilatométrique de la mise en solution du carbone en phase austénitique. Concernant le carbure M_7C_3 on peut supposer que sa dissolution intervient déjà pour $\theta_\gamma = 950^\circ\text{C}$ mais pour un temps de maintien assez prolongé, ou tout simplement, pour des températures d'austénitisation supérieure à 950°C . Cette supposition sera vérifiée ultérieurement par diffraction des rayons X.

Par rapport au carbure MC, sa dissolution a été déduite indirectement par le suivi de la grosseur du grain austénitique qui prend des proportions assez importantes à partir de $\theta_\gamma = 1100^\circ\text{C}$. L'évolution de cette valeur peut de ce fait s'expliquer par la dissolution partielle du carbure MC qui, par sa finesse et sa stabilité, reste un élément essentiel dans l'affinement du grain austénitique. Un suivi du paramètre de maille de la matrice, obtenue après trempe à partir de l'état austénitique (maintien de 20mn à différentes θ_γ) par diffraction des rayons X [62] a permis de constater que le paramètre croît avec la température du maintien austénitique. Cela suppose donc que la dissolution des carbures, et la mise en solution du carbone dans l'austénite, est d'autant plus importante que lorsque θ_γ augmente.

III.3 Carbures secondaires et refroidissement continu

L'évolution des carbures en refroidissement continu a été suivi à partir de la température d'austénitisation $\theta_\gamma = 950^\circ\text{C}$. Le chauffage pour atteindre θ_γ a été réalisé uniformément à la vitesse de 300°C/h avec le dilatomètre DI 24. Les vitesses de refroidissement entreprises pour suivre cette évolution sont ceux du domaine IV du diagramme TRC de notre acier 40CDV13 (Fig. I.22).

Une précipitation de carbures secondaires caractérise justement la gamme des vitesses de refroidissement choisies pour notre étude. Cette précipitation intervient à haute température juste avant les domaines de formation de la ferrite et de la perlite (Fig. I.22). Quatre vitesses de refroidissement du domaine IV ($25^\circ\text{C/h} \leq V_r \leq 300^\circ\text{C/h}$) du diagramme TRC, de l'acier 40CDV13 austénitisé à 950°C , ont été choisies. Le tableau III.4 récapitule les conditions de refroidissement qui ont été préconisées.

Tableau III.4: conditions de refroidissement

V_c jusqu'à θ_γ	Austénitisation	Vitesse de refroidissement V_r	Temps de refroidissement de θ_γ jusqu'à θ ambiante
300°C/h	$\theta_\gamma = 950^\circ\text{C}$ $t_\gamma = 10$ mn	200°C/h	4h 37mn
		75°C/h	12h 20mn
		50°C/h	18h 30mn
		25°C/h	37h

III.3.1 Etude dilatométrique

Les enregistrements dilatométriques aux cours du refroidissement continu pour ce domaine IV sont représentés par les figures III.12. On constate alors des anomalies d'enregistrement dilatométrique aussi bien à haute qu'à base température. Ceux qui interviennent à haute température correspondent, successivement, à la précipitation des carbures au sein de l'austénite, à la formation de ferrite et puis celle de perlite. L'austénite non encore complètement transformée à 600°C est temporairement stabilisée jusque vers 500°C. Les anomalies enregistrées à base température (en dessous de 500°C) sont relatives à la formation de ferrite pro-bainitique puis de la bainite. La transformation de l'austénite en bainite s'achève vers 200°C ce qui marque ainsi la fin de l'épuisement total de la phase austénitique et sa transformation complète.

III.3.2 Observations micrographiques

Les observations micrographiques des structures, obtenues au terme de chaque refroidissement considéré, sont présentées dans la figure III.13. Dans l'ensemble de ces micrographies on constate une structure composée de ferrite, de perlite et de bainite. Les proportions de ferrite et de perlite augmentent cependant au dépend de la structure bainitique au fur et à mesure que la vitesse de refroidissement V_r diminue.

Dans le tableau III.5 sont représentées les proportions relatives des différents constituants micrographiques formés lors des transformations successives de la phase mère austénitique au cours du refroidissement continu en fonction des vitesses de refroidissement considérées. Les fractions volumiques de ces constituants ont été déterminées à partir des amplitudes des anomalies expansionnelles observées sur les courbes dilatométriques enregistrées au refroidissement [62] en se basant sur la méthode proposée par l'IRSID [75].

Tableau III.5: Proportions relatives des différents constituants

V _r (°C/h)	% Bainite	% Perlite	% Ferrite (F + F _p B)
200	88	5	7
75	53	27	20
50	42	33	25
25	20	36	44

Les observations micrographiques par microscopie électronique à balayage (MEB) nous ont confirmé tout d'abord que la proportion en bainite diminue considérablement en fonction de la vitesse de refroidissement (Figs. III.14 et III.15). Dans les figures III.14, qui représentent la matrice de l'échantillon refroidi à 75°C/h, on observe clairement la structure bainitique sans pour autant distinguer nettement les incursions de carbures primaires et secondaires qui restent, dans l'ensemble, apparemment assez fins au terme de ce refroidissement continu.

Concernant le refroidissement à 25°C/h la structure apparaît effectivement majoritaire en ferrite (Fig. III.15). Les carbures y sont facilement repérés et apparaissent aussi bien dispersés dans la matrice ferritique que rassemblés en paquets. Leur dimension varie en moyenne entre 0,3µm à 0,1µm. On distingue, plus particulièrement dans les figures III.15a, III.15b et III.15c, des regroupements assez fréquents de ces carbures qui témoignent aussi bien de leur ségrégation que de leur coalescence. La figure III.15d montre une plage de la matrice de l'échantillon où des carbures assez fins (environ 0,1 µm de diamètre) restent assez bien dispersés dans la matrice. L'ensemble de ces micrographies témoignent donc de la diversité des carbures primaires et secondaires présents après ce refroidissement de 25°C/h, en termes de localisation, de dimension et de morphologie.

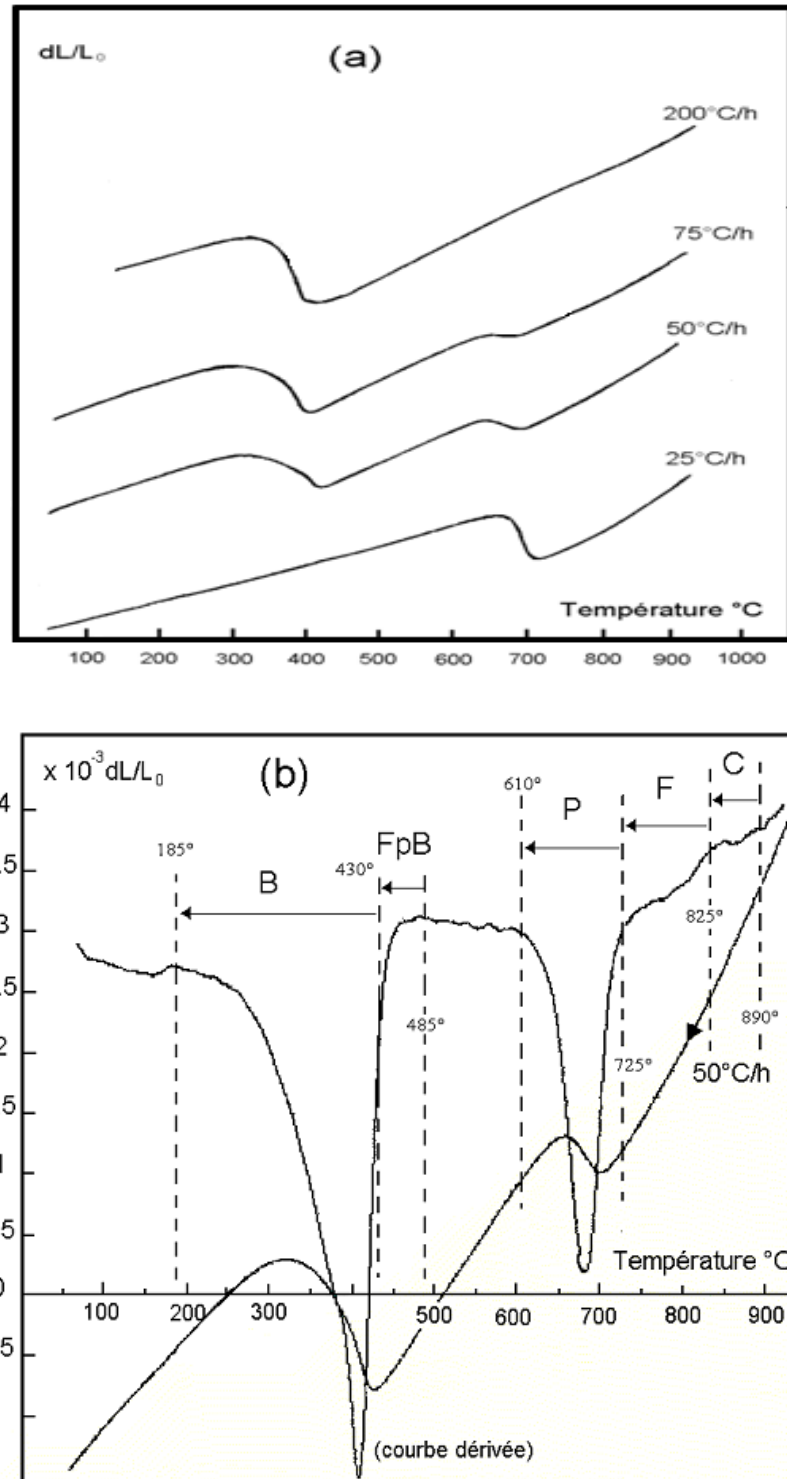


Figure III.12: Enregistrements dilatométriques en refroidissement continu ($\theta_\gamma = 950^\circ\text{C}$) :

(a) Courbes dilatométriques en refroidissement continu pour une gamme de vitesses lentes

(b) Courbe dilatométrique pour $V_r = 50^\circ\text{C/h}$ et sa courbe dérivée représentant les anomalies d'enregistrements associées aux différentes transformations de l'austénite en refroidissement continu.

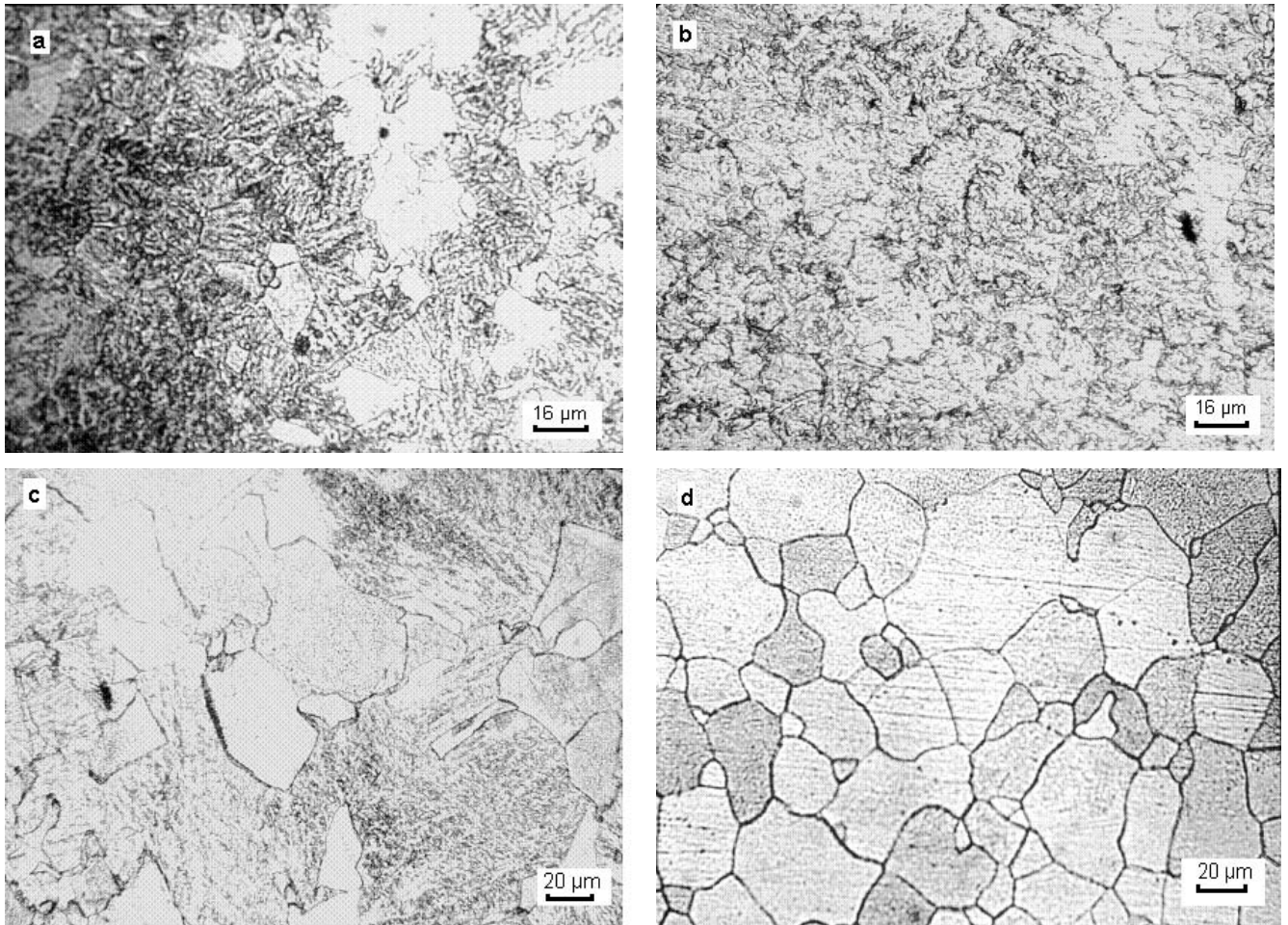


Figure III.13: Structures micrographiques obtenus après refroidissement continu à partir de $\theta_\gamma = 950^\circ\text{C}$ à vitesses de refroidissements assez lentes

a) $V_r = 200^\circ\text{C/h}$, b) $V_r = 75^\circ\text{C/h}$, c) $V_r = 50^\circ\text{C/h}$, d) $V_r = 25^\circ\text{C/h}$

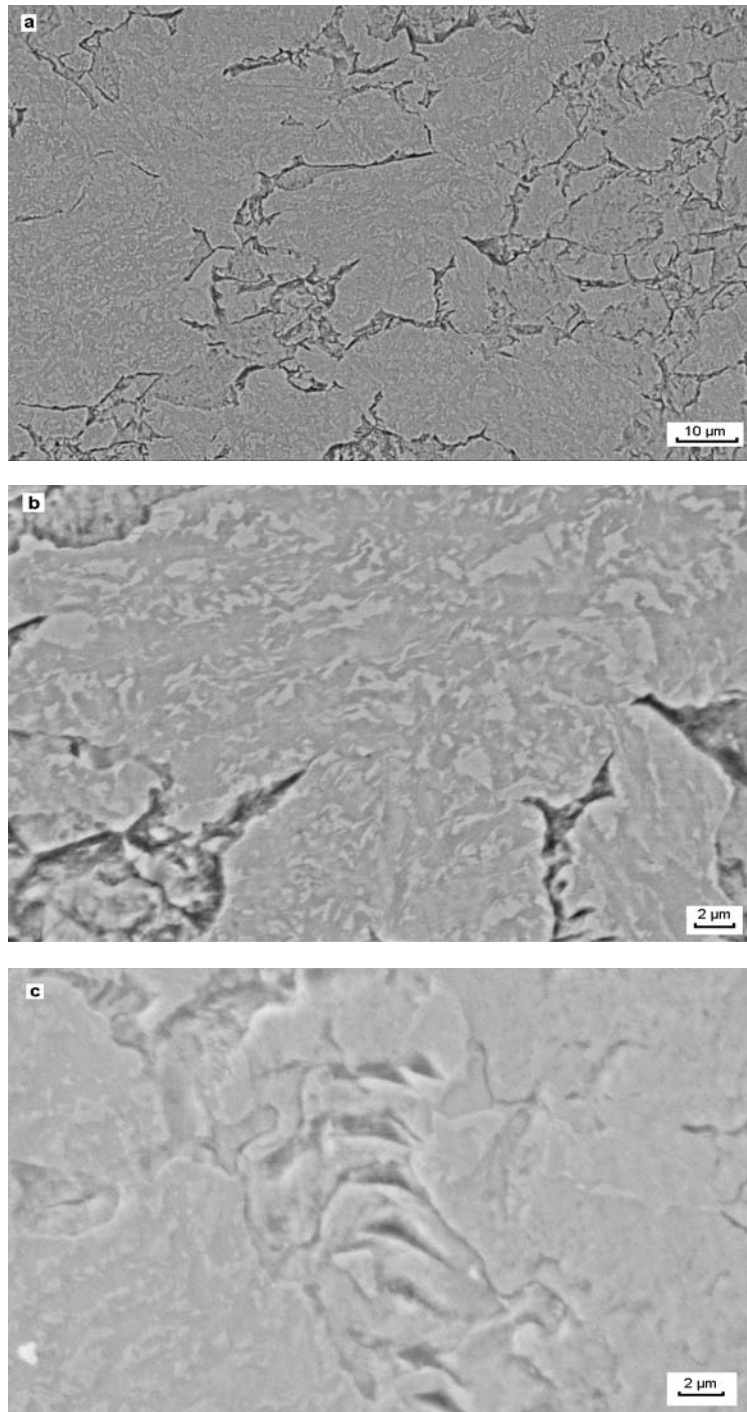


Figure III.14: Micrographies obtenues par microscopie électronique à balaye d'un échantillon austénisé 10 minute à $\theta_{\gamma} = 950^{\circ}\text{C}$ et ensuite refroidit à 75°C/h ,

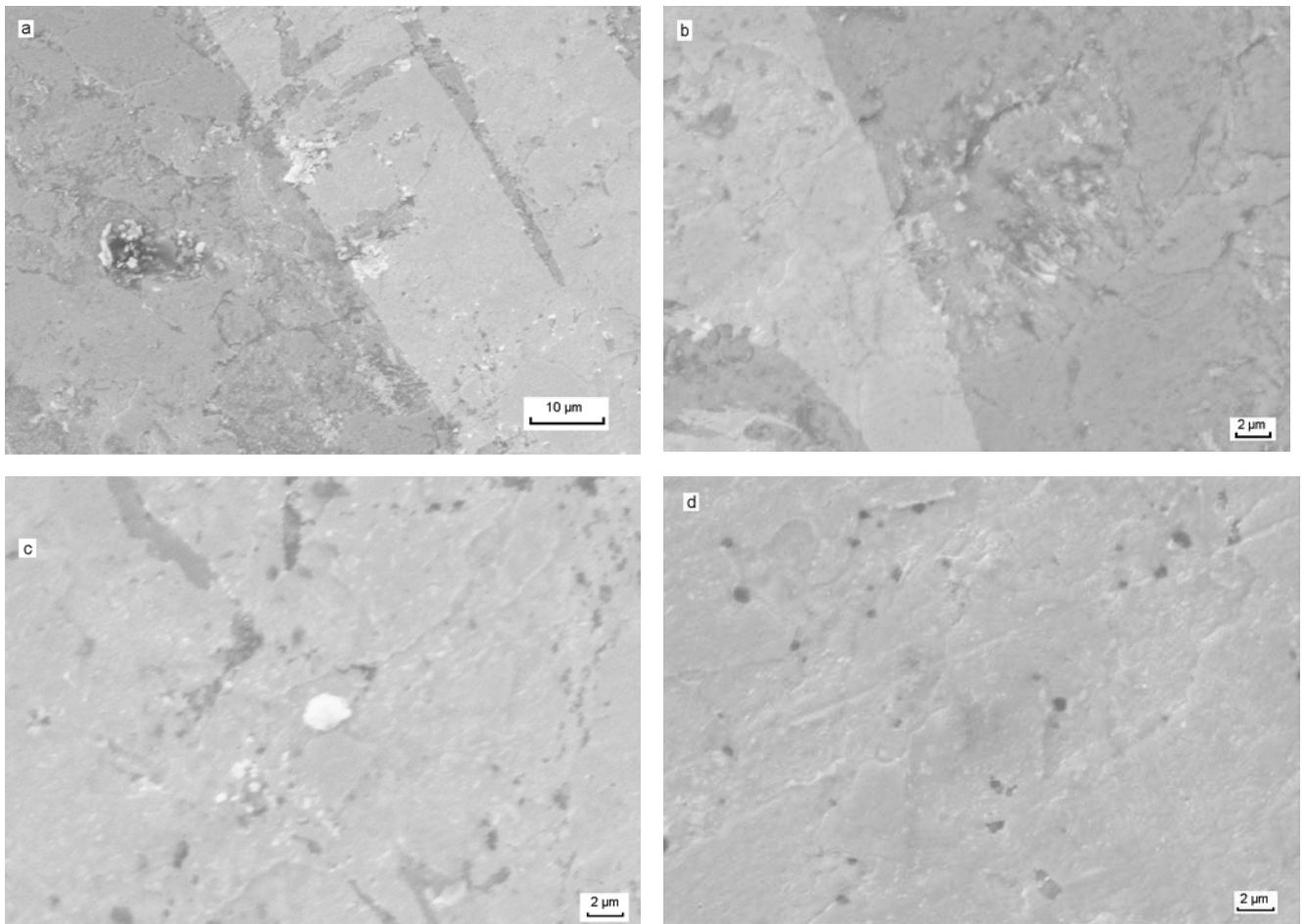


Figure III.15: Micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage d'un échantillon austénitisé 10 minute à $\theta_{\gamma} = 950^{\circ}\text{C}$ et ensuite refroidit à 25°C/h ,

III.3.3 Analyse des carbures extraits après refroidissement continu par diffractions des rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X s'est effectuée sur des carbures extraits des échantillons au terme du traitement thermique de refroidissement continu après une austénitisation à $\theta_\gamma = 950^\circ\text{C}$ pendant 10 minutes. Pour ce faire, on a considéré le diffractogramme enregistré sur les carbures extraits de l'état de réception de l'acier pris comme référence (Fig. III.6 et III.7) afin de suivre les évolutions de ces carbures à partir de cet état. Les différents diffractogrammes ont été enregistrés avec une anticathode de cuivre ($\lambda_{\text{Cu}} = 1.5418 \text{ \AA}$) et les spectres obtenus sont représentés dans les figures III.16 - III.19.

Le diffractogramme relatif au carbures extraits de l'échantillon refroidit à 200°C/h présente une sorte de bosse à l'endroit où devrait apparaître les carbures présents dans l'échantillon de l'état de réception (Fig. III.16). Cette forme particulière, dans un tel spectre, témoigne d'une distribution assez fine des carbures secondaires éventuellement présents. La présence des raies relatives au carbure primaire MC reste assez pressentie dans ce diffractogramme à l'inverse du carbure primaire M_7C_3 pour lequel aucune indication ne peut être avancée. Ce spectre témoigne seulement d'une précipitation préalable des carbures à haute température sans pour autant qu'il donne une information suffisante pour l'identification de ces derniers.

La figure III.17 représente le diffractogramme obtenu par diffraction des carbures extraits de l'échantillon refroidit avec une vitesse de 75°C/h . On constate dans ce cas la présence de trois carbures dont : la cémentite, le M_{23}C_6 et le carbure MC. Il est à noter dans ce spectre, que les pics relatifs aux raies de la cémentite sont les plus intenses ce qui laisse supposer que cette dernière est majoritaire dans le dépôt des carbures extraits à cette vitesse de refroidissement.

Dans le cas de l'échantillon refroidit à 50°C/h , après une austénitisation de 10 minute à 950°C , on constate la présence des mêmes carbures que précédemment à savoir la cémentite, le M_{23}C_6 et le carbure MC (Fig. III.18). Dans ce spectre c'est plutôt le carbure M_{23}C_6 qui se présente avec les pics les plus intenses, chose qui témoigne d'une présence plus importante de ce carbure par rapport aux autres et en particulier la cémentite.

Enfin, et pour l'échantillon refroidit avec la vitesse la plus lente à savoir 25°C/h , on assiste encore une fois à une mise en évidence plus prononcée du carbure M_{23}C_6 au dépend du carbure Fe_3C dont les raies disparaissent complètement du spectre RX relatif à ce dépôt (Fig. III.19). On note aussi un affinement du pic de la raie la plus intense du carbure M_{23}C_6 : la (511), ce qui témoigne de la coalescence des particules de ce dernier lors du refroidissement à 25°C/h [76].

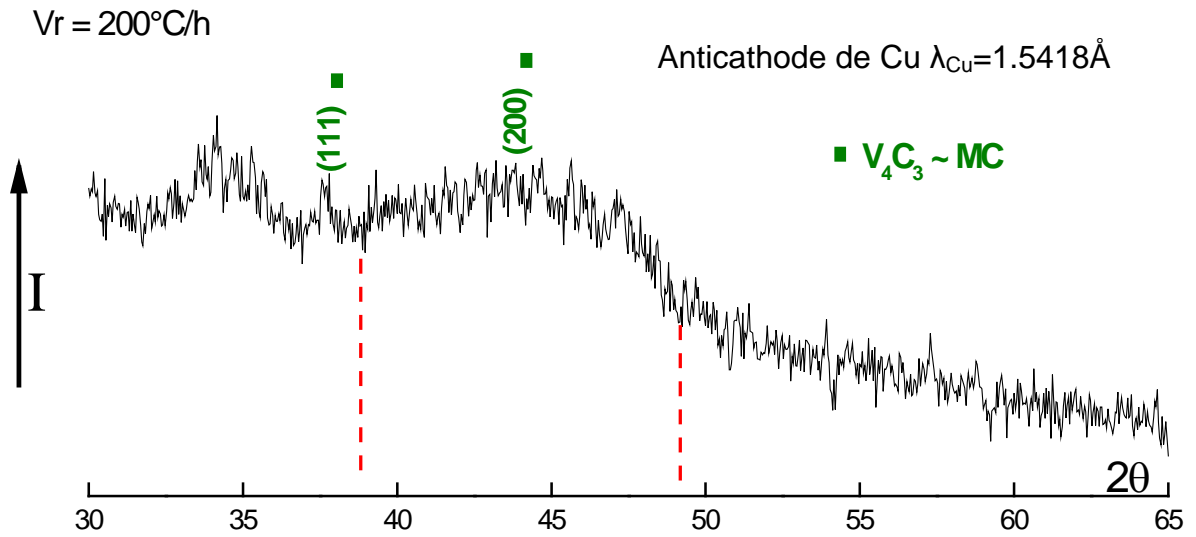


Figure III.16: Diffractogramme enregistré sur des carbures extraits de l'acier 40CDV13 austénisé 10 minutes à 950°C et ensuite refroidi avec Vr = 200°C/h.

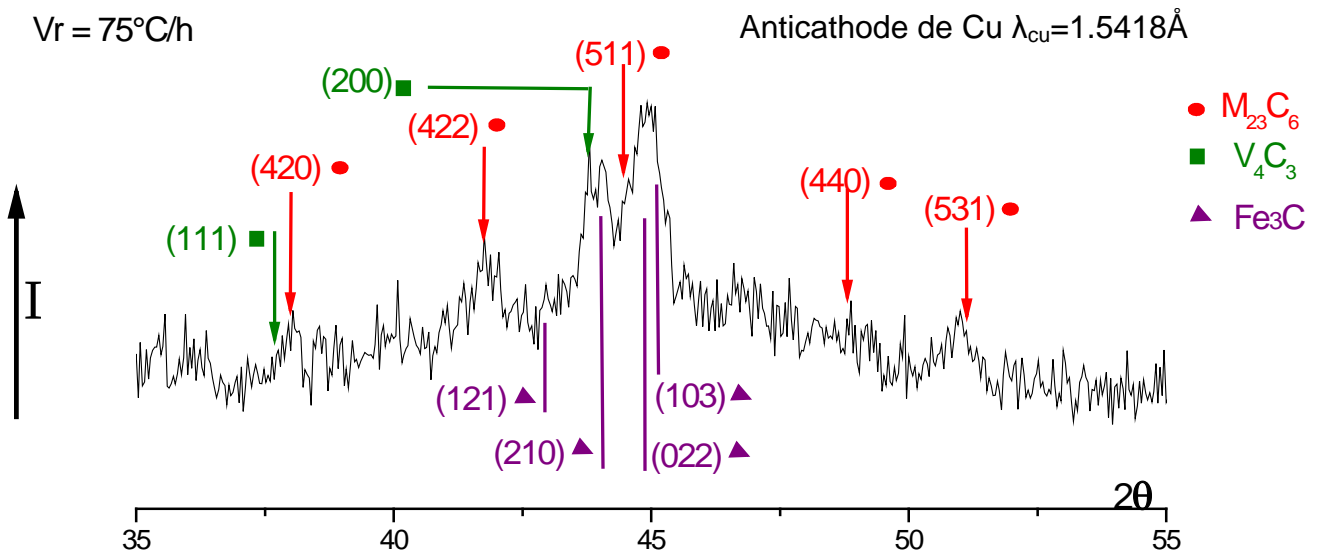


Figure III.17: Diffractogramme enregistré sur des carbures extraits de l'acier 40CDV13 austénisé 10 minutes à 950°C et ensuite refroidi avec Vr = 75°C/h.

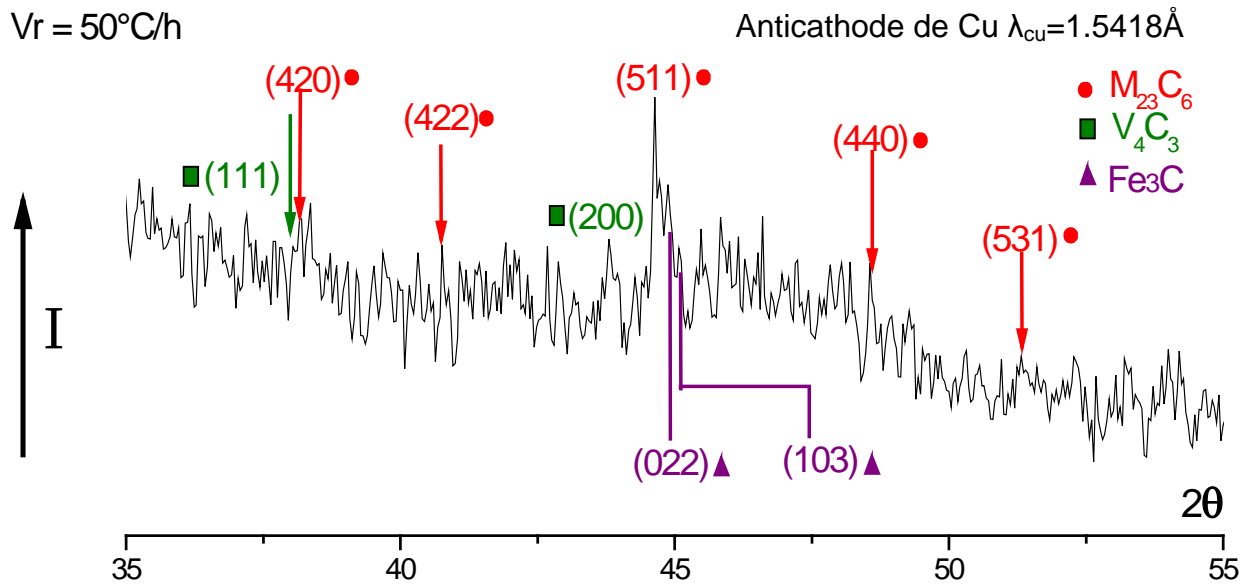


Figure III.18: Diffractogramme enregistré sur des carbures extraits de l'acier 40CDV13 austénisé 10 minutes à 950°C et ensuite refroidi avec Vr = 50°C/h.

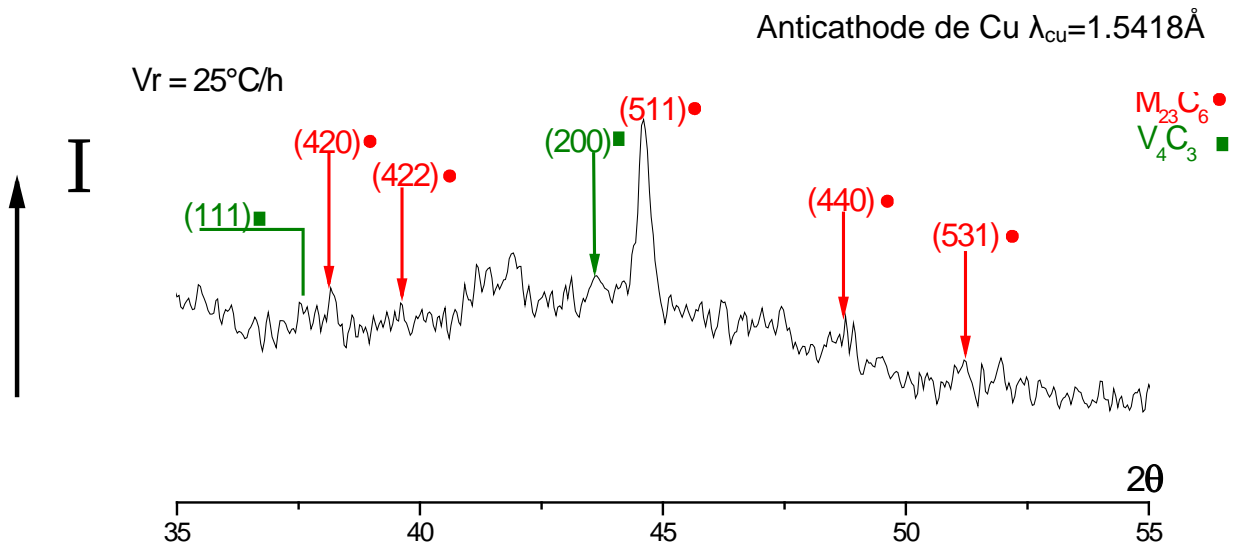


Figure III.19: Diffractogramme enregistré sur des carbures extraits de l'acier 40CDV13 austénisé 10 minutes à 950°C et ensuite refroidi avec Vr = 25°C/h

III.3.4 Interprétation des résultats

Une comparaison des diffractogrammes, enregistrés sur les résidus de carbures extraits au terme du refroidissement continu avec les vitesses de refroidissement sus mentionnées (Fig. III.20), a permis de constater tout d'abord que la précipitation des carbures secondaires a effectivement eu lieu. Au terme d'un refroidissement de 200°C/h les carbures existants, secondaires et primaires, n'arrivent pas à diffracter suffisamment pour que leurs raies respectives puissent apparaître. Cela reste certainement lié à leurs faibles dimensions et quantités.

En ce qui concerne les carbures primaires, l'analyse dilatométrique a mis en évidence le fait qu'une austénitisation de 10 minutes à 950°C permettrait aux carbures Fe₃C et M₂₃C₆ de se dissoudre, partiellement ou totalement, et que les carbures MC et M₇C₃ restaient assez stables (Fig. III.10). Ces derniers devraient donc être présents, en tant que carbures primaires, dans le résidu extrait au terme de chaque refroidissement intervenant après austénitisation à 950°C. A ce propos, si le carbure MC reste plus au moins détectable dans l'ensemble des diffractogrammes enregistrés, l'absence totale des raies relatives au carbure M₇C₃ peut s'interpréter selon les suppositions suivantes :

- Mauvaises conditions de diffraction
- Quantité faible du résidu d'extrait
- Transformation du carbure M₇C₃ par enrichissement en éléments d'alliages au cours du refroidissement continu à vitesses lentes.

Concernant les carbures secondaires, l'analyse par diffraction des rayons X, montre que leur précipitation intervient déjà à Vr = 200°C/h. Cela reste donc en conformité avec les résultats obtenus par l'analyse dilatométrique et le tracé du diagramme TRC à 950°C (Fig. I.21) dans lequel il est indiqué que la précipitation des carbures intervient pour des vitesses de refroidissement inférieures à 300°C/h.

En deçà de cette vitesse de refroidissement de 200°C/h les pics de diffraction commencent à apparaître dans leurs diffractogrammes respectifs laissant prédire une coalescence des particules des carbures secondaires précipités lors du refroidissement continu. Par rapport à cela, il est à mentionner que le temps du déroulement du processus de refroidissement continu (Tableau III.3), qui reste liée à la vitesse de refroidissement, est un facteur déterminant par rapport à la composition finale des carbures et leur coalescence. Les phases mises en jeu, lors de ce processus, restent aussi un facteur non négligeable par rapport à la composition finale des carbures secondaires qui en résultent et leur localisation.

La structure micrographique des échantillons considérés (Fig. III.13) passe d'une structure majoritaire en bainite pour $V_r = 200^\circ\text{C/h}$ à une structure majoritaire en ferrite pour $V_r = 25^\circ\text{C/h}$. Ce résultat laisse supposer que les carbures précipités sont respectivement et en majorité :

- des constituants des composants physiques (Bainite et Perlite) obtenus par la transformation de l'austénite en refroidissement continu.
- des inclusions obtenus par ségrégation et coalescence localisés aux ex joints austénitiques et/ou à l'intérieure des grains ferritiques.

L'analyse de l'ensemble des spectres de diffraction X (Fig. III.20) révèle a cet effet que, pour la vitesse de refroidissement de 75°C/h , la cémentite est le carbure majoritaire dans la composante des carbures extraits au terme de ce refroidissement. La fraction volumique de la bainite est alors égale à 53%, celle de la perlite à 27% et celle de ferrite à 20%.

Pour la vitesse de refroidissement de 50°C/h on constate une régression de la quantité de cémentite diffractée par rapport à celle du carbure $M_{23}C_6$. Au terme de ce refroidissement on constate que la quantité de bainite régresse aussi à 42% au dépend d'une fraction volumique de perlite (33%) et de feritte (25%).

Enfin, et pour la vitesse de refroidissement de 25°C/h , les pics relatifs à la cémentite disparaissent et ceux des carbures $M_{23}C_6$ prennent plus d'envergure. Ce résultat laisse supposer que ces derniers sont les seuls à avoir précipité à cette faible vitesse de refroidissement. La structure finale obtenue au terme de ce refroidissement ne présente alors que 20% de bainite et 36% de perlite contre 44% de ferrite.

Cette corrélation, entre carbures diffractés et la structure finale obtenue au terme de chaque refroidissement, montre clairement que les composants physiques (bainite et perlite), obtenus par transformation de l'austénite en refroidissement continu, disposent dans leur constitution aussi bien du carbure Fe_3C (cémentite) que du carbure $M_{23}C_6$. On constate aussi qu'il y a une substitution de plus en plus prononcée du carbure $M_{23}C_6$ au dépend de la cémentite dans la composition de la bainite et de la perlite pour les vitesses de refroidissement les plus faibles.

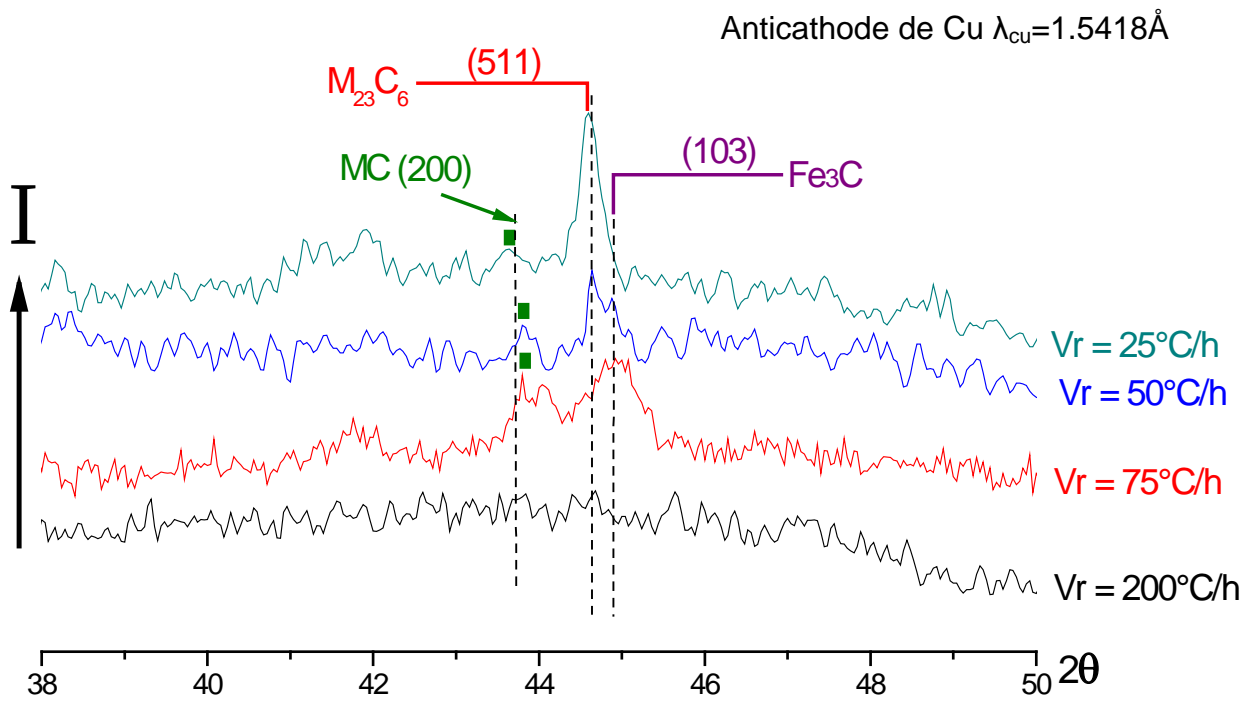


Figure III.20: Superposition de diffractogrammes enregistrés sur des carbures extraits de l'acier 40CDV13 austénisés 10 minutes à 950°C et ensuite refroidis selon différentes vitesses de refroidissement.

III. 4 Conclusion générale

L'étude réalisée porte sur les évolutions des carbures, au cours du maintien d'austénitisation et en refroidissement continu, au sein d'un acier ternaire à haute résistance mécanique contenant 3,25 % Cr, 0,93 % Mo et 0,25 % V de désignation conventionnelle (Norme AFNOR) 40CDV13.

Les principales conclusions qui peuvent être dégagées, au terme de ce travail, sont les suivantes :

• Etat de livraison et traitement d'austénitisation

La matrice présente une structure constituée de ferrite, de quelques îlots de perlite très fines et de bainite. L'analyse par rayons X des carbures extraits de cette matrice, par voie électrolytique, a permis de constater qu'ils sont essentiellement des carbures de types $M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC et Fe_3C . Le suivi dilatométrique de l'évolution au cours du chauffage et du maintien à des températures d'austénitisation $\theta_\gamma = 950^\circ C$ et $\theta_\gamma = 1050^\circ C$ de cet acier a permis de déterminer respectivement les points de transformation Ac_1 et Ac_3 et de suivre la dissolution des carbures au cours de l'austénitisation. Le traitement d'austénitisation permet l'enrichissement de la matrice en éléments d'alliage et en carbone du fait de la dissolution partielle ou totale de certains types des carbures présents. Dans ce cas on a constaté que la dissolution de la cémentite et du carbure de type $M_{23}C_6$ se fait à partir de $950^\circ C$ alors que la dissolution du carbure de type M_7C_3 n'a été observée que durant l'austénitisation à $1050^\circ C$. Concernant le carbure de type MC, sa dissolution a été constaté à partir de $1100^\circ C$. Ce résultat à été implicitement déduit par le suivi de la grosseur du grain austénitique, laquelle, prend une dimension importante à partir de cette température, ce qui a été estimé comme une conséquence directe de la dissolution du carbure MC responsable généralement de l'affinement des grains.

En outre, le suivi de l'évolution du paramètre cristallin de la maille martensitique en fonction de θ_γ (température d'austénitisation), a montré que la dissolution des carbures est d'autant plus importante que la température d'austénitisation élevée.

• Transformation de l'austénite en refroidissement continu et précipitation des carbures secondaires

Dans cette partie il fallait tout d'abord essayer de différencier les carbures primaires qui se trouvaient au terme du traitement d'austénitisation à $\theta_\gamma = 950^\circ C$, de ceux, secondaires qui précipitaient au cours du refroidissement continu à partir de ce cette température. Les vitesses de

refroidissement V_r , à savoir : 200°C/h, 75 °C/h, 50°C/h et 25°C/h, ont été convenablement choisies, à partir du diagramme TRC de notre acier 40CDV13 austénitisé à 950°C, de sorte à avoir une précipitation des carbures au cours du refroidissement continu.

L'analyse par diffraction des rayons X sur dépôt de carbures récoltés par extraction à partir des échantillons de l'acier au terme de chaque refroidissement continu a montré les résultats suivant :

- Pour $V_r = 200^\circ\text{C/h}$ le diffractogramme présente une « bosse » à l'endroit où devait apparaître les raies de nos principaux carbures. Ce résultat, qui ne donne aucune indication sur les carbures existant dans notre dépôt, témoigne cependant de la finesse des carbures qui ont diffractés. A ce stade, et concernant les carbures primaires qui devraient se trouver dans la composante des carbures extraits, seule une infime indication pouvait être dégagée par rapport au carbure de type MC. Concernant l'absence des raies relatives au carbure primaire M_7C_3 dans ce diffractogramme, elle serait probablement due aux mauvaises conditions de diffraction.

- Pour les vitesses de refroidissement de 75°C/h et 50°C/h les diffractogrammes enregistrés indiquent la présence de trois types de carbures : le primaire MC et les secondaires Fe_3C (cémentite) et $M_{23}C_6$, la cémentite est majoritaire au terme du refroidissement à 75°C/h et le $M_{23}C_6$ l'est pour 50°C/h.

- Finalement, pour la vitesse de refroidissement la plus lente $V_r = 25^\circ\text{C/h}$, seul le carbure secondaire de type $M_{23}C_6$ précipite de sorte que le diffractogramme enregistré ne présente que les raies relatives à ce carbure et au carbure primaire MC. Ce résultat témoigne d'une tendance plus prononcée vers la précipitation du carbure $M_{23}C_6$ par rapport à la cémentite et cela en adoptant des vitesses de refroidissement de plus en plus faibles. Cela est dû certainement au fait qu'une vitesse de refroidissement assez faible donne assez de temps aux carbures de s'enrichir en éléments d'alliage pour favoriser une précipitation sous forme de $M_{23}C_6$.

- Une corrélation entre l'analyse par diffraction des rayons X et la structure finale obtenue, au terme des refroidissements réalisés, a montré que les constituants physiques (bainite et perlite) de nos échantillons contenaient aussi bien les deux types de carbures : la cémentite et le $M_{23}C_6$ ceci est en accord avec les travaux effectués par [77,78], la prédominance de la structure ferritique pour les faibles vitesses de refroidissement favorise énormément la précipitation du carbure $M_{23}C_6$ au dépend de la cémentite.

REFERENCES

- [1] BAIN E.C.H and W. PAXTON: "Les éléments d'addition dans l'acier", Dunod, Paris 1968.
- [2] BARRALIS J. and G. MAEDER: "Elaboration , structures , propriétés normalisation " , Précis de Métallurgie, 1983, p. 67.
- [3] DANNUHL W: "Stahl und Eisen " , Vol . 69, 1949 , p. 487.
- [4] KUO K . and J . I .S .I. Vol . 173 , 1953 , p. 97-142.
- [5] VOGEL R . and E. MARTIN: "Arch . Eisenhüttenw " Vol . 4 , 1939-31 , p. 487.
- [6] TAKEI T: "Kinzohunokenkyu " Vol . 9 , 1933 , p. 97-142.
- [7] LASHKO N.F. and M.D. NESTEROVA: "Inertiya Akademili - Nank " , SSSR Vol . 15 , 1951 , p. 67.
- [8] CHAPMAN R.D. and W.E. JOMINY: "A method for determining the continuous cooling transformations in steel". - Trans. ASM, 1955, 47,p. 33 - 45.
- [9] STEVEN W. and G. MAYER: "Journal of the Iron and Steel Institue", mai 1959, n° 1, p. 33 - 45.
- [10] CHRISTENSON A. L. Jr. and E. C. NELSON, C.E. JACKSON: Trans. AIME, 1945, 162, p. 606 - 626
- [11] BRAUN M.P. and B.B. VIKUR, F.I. IVANOV: "Metallovedenie in term Obrabotka" - Metallov. Juillet 1959, 7, p. 58 - 60.
- [12] ROSE A. and W. PETER, W. STRASSBURG, L. RADEMACHER: "Atlas zur Wärmebehandlung der Stähle "- Teil. II (1954/56/59).
- [13] ECONOMOPOULOS M. and N.LAMBERT, L. HABRAKEN: Edité par le Centre National de Recherches Métallurgiques, 1967, Tome I
- [14] INAGAKI I. and M. UDA, T. WADA: "Transactions of Research Institute for Metals", vol 6, n° 6, 1964, p. 39- 54.
- [15] Courbes de transformation des aciers de fabrication française - IRSID - 1953 -1956 - 1960 - 1974 - 1982 -[24, chap. I]
- [16] PELLETIER M: " Thèse de doctorat d'état " (1981), p. 35
- [17] BARRALIS J. and G. MAEDER: " Précis de Métallurgie "- 1983, p. 67
- [18] DJEBAÏLI H: " Thèse de doctorat d'état" (1987), p. 31.
- [19] ROBERTS C.S: "Journal of Metals", fév. 1953,5 , p.203
- [20] KURDJUMOV G.V: "Journal Iron and Steel Inst", 1960, 195, 26.
- [21] KURDJUMOV G.V. and G. SACHS: "Z. Physik", 1930, 64,325.

- [22] NISHIYAWA Z: "Sci. Rep. Tohoku Univ. ", 1934, 23, p. 637
- [23] GRENINGER B.A. and A.R TROIANO: "Trans. AIME", 1949, 185, 590.
- [24] MARDER A.R. and G. KRAUSS: "Trans. ASM", vol. 60, 1967, p. 651 - 660.
- [25] KRAUSS G. and A.R. MARDER: "Met. Trans. ", 1971, 2, p. 2343.
- [26] KRAUSS G: "Martensitic transformation, structure and properties in hardenable Steels", AIME, Warrendale, Pa, 1978, p.229 - 248.
- [27] KUNG C.Y. and J.J RAYMENT: "Met. Trans. ", A, 13, 1982, p. 328
- [28] ANDREWS K.W: " J.I.S.I", juillet, 1965, 203, n°7,p.721 - 727
- [29] STEVEN W. and A.G. HAYNES: "J. Iron and Steel Institute", 1956, 183, p. 349 - 359.
- [30] MEYZAUD Y. and G. MURRY: " Mém. Scientif. Rev. Mét", septembre 1971, 68, n° 9, p. 543 - 563. CIT n° 10, 1975, p. 2219.
- [31] HONEYCOMBE R.W: "Metal. Trans", 1976, 7A, 915.
- [32] MEYZAUD. Y. and G. MURRY, R. NAMDAR: " Mém. Scient. Rev. Mét. ", LXX, n° 3, 1973, p. 195 - 205.
- [33] PETRI R. and E.SCHABEL. And P. SCHWAAB: "I.Chrom-Molybdän-Stähl. ", Archiv. Eisenhüttenwes. 51, 1980, n° 8, août, p. 355 - 360.
- [34] PETRI R. and E. SCHABEL. and P. SCHWAAB: " II. Chrom-Stähl. ", Archiv. Eisenhüttenwes. 52, 1981, n° 1, janvier, p. 27 - 32.
- [35] PETRI R. and E. SCHABEL. and P. SCHWAAB: " III. Chrom-Molybdän-Vanadin-Stähl. ", Archiv. Eisen-hüttenwes. 52, 1981, n° 2, fevrier, p. 65 - 70.
- [36] Atlas zur Warmebehandlung der stahle. -Verlag Stahleisen m.B.h. Dusseldorf, 1954-1956-1958.
- [37] BATTE A .D. and R.W.K. HONEYCOMBE: "J.I.S.I. ", April 1973 p. 284-289.
- [38] STEVEN W. and D.R. THORNEYCROFT: "Journal of the Iron and Steel Institute", Sept.1957. 187. p. 25-32.
- [39] CATTIER P. and C. DUBOIS. and J. BLETON, BASTIEN: " Revue de .Métallurgie", 50, n°4, 1953, p.275-290.
- [40] PHILIBERT J. and C. de BEAULIEU: " Revue de Métallurgie", fev. 1959, p. 171-178.
- [41] DAVENPORT A .T. and F.G. BERRY. and R.W.K. HONEYCOMBE: "Met.Sci.J. ", 1968, 2, 104 - 106.
- [42] HONEYCOMBE R.W.K: " Metall. Trans. ", 1976, 17 A. p. 915.
- [43] DAVENPORT A. and R.W.K. HONEYCOMBE: "Proc. Roy. Soc. ", 1971, A. 322, p. 191.
- [44] BATTE A . and R.W.K. HONEYCOMBE: " JISI", 1973 , p. 211 , 284.
- [45] BERRY F. and R.W.K. HONEYCOMBE: "Met.Trans. ", 1970 , 1, p. 32-79.

- [46] GRAY J. and R. YEO: " Trans. ASM", 1968, 61 , p. 255.
- [47] ROSE A. and W. PETER: "Stahl und Eisen", 28 aout 1952, p. 1063-1075
- [48] JACK K.H: "JISI", 1951, 26, 169
- [49] GENIN J.M.R: "Thèse de doctorat d'état", Nancy, 1970
- [50] SHERMAN A.M. and M. COHEN: " Metall. Trans. A", 1983, 14A, p. 995.
- [51] SIMON A: "Thèse de doctorat d'état", Nancy, 1972
- [52] POMEY J: "Mém. Sc. Rev. Mét", 1966, 6, 2.
- [53] LEMENT B.S. and B.L. AVERBACH . and M. COHEN: "Trans. ASM", 1954, 46, 851
- [54] BAGARYATSKI: "Doklady AN. SSSR", 1950, 73, 1161
- [55] BAUMAN T. and R. FAIVRE, C.R, Ac, Sc., 1962, 254, 96
- [56] GREENHOLZ M. and A. KIDRON: "Physica", 1968, 40, 293.
- [57] MURPHY S. and J.A. WHITEMAN. and J.H, WOODHERAD: "The mechanism of phase transformation in cryst. Solids ",Inst. Met., London,1969, 72
- [58] BAKER R.G. and J. NUTTING: "J. Iron Steel Inst. ", 1959, 192, 257.
- [59] IRVING K J. and F.B. PICKERING: "J. Iron Steel Inst.", 1960, 137, 137
- [60] PITSCHE W. and A. SCHRADER: "Archs Eisenhütt", 1958, 28, 715
- [61] BAIN E.C. and H.W. PAXTON: "The Alloying Elements in Steel", 2nd edn, ASM 1961.
- [62] BOUTEFNOUCHET A: " Thèse de doctorat d'état" , U. Annaba ,2001
- [63] BOUCHER A. and A. MERCIER: "Revue de Métallurgie", 1973, 1, 13
- [64] PERIO P: "Thèse de doctorat d'état", Paris 1953
- [65] PARENT-SIMONIN S : "Les alliages Fe, C, Cr et leur dérivées", technique de des industries de la fonderie, 1983
- [66] DUNAND C. and A. DIAS. and J. GIUSTI: " Rapport IRSID", RI 977, p.15, 1985
- [67] CONSTANT A. and G. HENRY. and J.C. CHARBONNIER: " Principes de base des traitements thermiques thermomécaniques et thermochimiques des aciers", 1992, PYC Edition, p.13
- [68] KUPALOVA I.K: " Metal. Termoabrobotka Met. ", 5, 38, 1982
- [69] ATTERBURY: "Metal and Metalforming", 210, Aout 1971
- [70] DJEBAILI H: "Thèse de doctorat", Orsay 1987
- [71] VIERA T: " Thèse de doctorat es sciences", Orsay 1983
- [72] Recueil des normes françaises des produits sidérurgiques, t. 6, AFNOR, 1980
- [73] GLADMAN T: "Physical metallurgy of micfoalloyed medium carbon engineering steels", Ironmaking and steelmaking, 1989, vol. 16, n° 4, pp.241-245
- [74] WAGNER C: Z. Electrochem, 1961, 65, p.581
- [75] I.R.S.I.D. "Atlas des courbes de transformations", p. 35 (1975)

- [76] JAYAN V. and M.Y. KHAN. and M. HUSAIN: "Matériaux légers", 2004,58,2569-2573
- [77] BEE J.V. and D.V. EDMONDS: "Matériaux caractérisation", 1977,39: 361-379
- [78] MANN S.D. and B.C. MUDDLE: "Materials Science ", 1997,13,299