THESE

PRESENTEE

A LA FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE LILLE

POUR OBTENIR LE TITRE DE DOCTEUR TROISIEME CYCLE

PAR

JACQUES BONTE Ingénieur E.N.S.C.L.

INFLUENCE D'ADDITIONS DE BORE ET TITANE SUR LA SENSIBILITE A LA FRAGILISATION PAR SURCHAUFFE D'UN ACIER DU TYPE XC 38_f

SOUTENUE LE 23/12/69 DEVANTILE COMMISSION D'EXAMEN

PRESIDENT MONTARIOL

EXAMINATEURS M. BEGUIN

M. PERROT

INVITE: M. RAMBEAUD

A M. Le Professeur F. Montariol en témoignage de respectueuse gratitude.

A ma Femme

A mes Parents

Nous prions Monsieur le Professeur Frédéric MONTARIOL de bien vouloir accepter l'expression de notre très respectueuse gratitude pour l'intérêt qu'il a toujours porté à notre travail, et les encouragements qu'il nous a prodigués depuis notre entrée dans son Laboratoire.

Nous remercions respectueusement Monsieur le Professeur BEGUIN de nous avoir fait l'honneur de faire partie du Jury.

Nous remercions respectueusement Monsieur PERROT de nous avoir fait l'honneur de faire partie du Jury.

Nous voulons aussi remercier tous nos camarades de Laboratoire en particulier J.C. DELOMEL.

Nous remercions en la personne de Monsieur RAMBEAUD la Société COCKERILL-OUGREE-PROVIDENCE d'HAUTMONT de nous avoir fourni les matériaux utilisés dans cette étude.

PLAN

A) INTRODUCTION

- 1) Rupture fragile et essais de fragilité
- 2) Origines et buts de l'étude
- 3) Conditions expérimentales de l'étude

B) ETUDE DE LA VARIATION DE LA RESILIENCE AVEC LA TEMPERATURE ET LA DUREE D'AUSTENISATION

- 1) Essais préliminaires et choix d'une température d'essai
- 2) Influence de la température de recuit sur la résilience
- 3) Influence de la durée d'austénisation sur la résilience
- 4) Relation entre la résilience et la structure ferritoperlitique de l'acier au carbone
- a Introduction
- b Technique et précautions opératoires
- c Résultats
 - 5) Relation entre structure ferrito-perlitique et d'autres propriétés mécaniques

C) ETUDE MICROFRACTOGRAPHIQUE

- 1) Intérêt de la microscopie électronique pour l'étude des surfaces de rupture
- 2) Technique utilisée
- 3) Résultats
- a) Faciès microfractographiques des zones ductiles
- b) Faciès microfractographiques des zones fragiles
 - Ruptures intergranulaires
 - Ruptures transgranulaires
 - Faciès particuliers
- c) Conclusion de l'étude microfractographique
- D) RESULTATS DE L'ETUDE ET CONCLUSION

A) INTRODUCTION

Si les propriétés mécaniques des aciers sont bien connues vers les hautes températures, il n'en va pas de même pour les températures inférieures à la température ambiante.

Bien que l'industrie des basses températures, née avec les travaus de LINDE et CLAUDE sur la liquéfaction de l'air, soit vieille de plus de soixante ans, il semble que nos connaissances sur les propriétés des métaux aux basses températures n'aient progressé de manière sensible que depuis vingt ans. La séparation, le transport, le stockage, la manipulation de gaz liquéfiés toujours plus nombreux : NH₃(Teb-33), propane (Teb-42²), méthane (-161,5°), oxygène (-183), hydrogène (-252,8), ne sont pas étrangers à cette amélioration encore timide des connaissances.

10) Rupture fragile et essais de fragilité

Parmi les propriétés mécaniques des aciers, une place de choix est réservée à la résilience en tant que critère de fragilité et de soudabilité. On sait qu'à température assez basse, un effort statique légèrement supérieur à la limite élastique suffit à amorcer à partir d'un défaut une rupture fragile. L'effort statique étant nettement inférieur à la charge de rupture de l'acier. Un choc favorise le départ de la rupture mais des contraintes intenses, pouvant résulter de la présence d'une soudure ou d'un défaut de conception (triaxialité des contraintes élevées), peuvent suffire à amorcer une fissure. La propagation de la rupture est souvent extrêmement rapide, quasiment instantanée (800 à 1 200 m/sec) et peut se produire sur de grandes distances (conduites de gaz, Liberty Ship etc ...) Ces ruptures brutales sont assez inquiétantes pour avoir suscité depuis longtemps des mesures de fragilité, au laboratoire, sur éprouvettes.

La grande diversité d'essais de résilience développée montre la difficulté d'obtenir un essai sur éprouvette proche des conditions d'emploi. D'autre part, la correspondance souvent difficile, si ce n'est impossible, entre les différents essais (Charpy V, Mesnager, Izod, Schnadt, Pellini, Robertson) montre que le problème est complexe et que les essais au laboratoire ne donnent qu'une image très partielle de la réalité. Il faut donc ainsi que la 9° Commission de l'Institut International de la Soudure le reconnait "admettre que suivant l'essai employé diverses propriétés sont mises en jeu et que ce que l'on mesure ne représente rien d'autre que le comportement de l'acier dans les conditions propres de l'essai étudié".

Aussi pouvons-nous utiliser l'essai Charpy V qui est un des plus simples et des plus répandus pour étudier comparativement l'influence de traitements thermiques divers sur la résilience de diverses nuances d'aciers.

2°) But de l'étude

Nous avons cherché à connaître l'influence du Bore sur la résilience d'un acier à 0,37% de C après recuit à haute température, cette addition pratiquée pour augmenter la trempabilité étant d'autre part réputée rendre l'acier sensible à la fragilisation.

Pour servir de comparaison, deux aciers ordinaires au carbone ont été choisis : XC38C et XC38C'; comme du Titane est en général ajouté en même temps que le Bore, un acier contenant du Titane comme seule addition, a été également testé afin de déterminer l'influence spécifique du Bore et du Titane sur la fragilité de recuit à haute température. Les variations de la résilience avec le traitement thermique et les aciers au bore particulièrement (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7) ont été étudiés par un grand nombre de chercheurs mais la majorité des études porte sur des aciers trempés et revenus, état où ils sont généralement utilisés.

A l'état trempé revenu, l'acier au Bore produit par la société Cockerill-Ougrée Providence à Hautmont présente une résilience très inférieure à celle d'un acier au Carbone seul de même composition et ayant subi le même traitement thermique. La baisse de résilience atteignant 60%, il nous a paru intéressant d'étudier sur les trois nuances d'aciers industriels l'influence d'un traitement de recuit simple à des températures supérieures au point de transformation (de alpha à gamma) du fer sans modification de structure dûe à un traitement ultérieur (ex.: trempe, revenu etc...).

Dans cette étude qui va de pair avec celle de J.C. Delomel sur le grossissement du grain, on s'intéressera surtout aux propriétés mécaniques de ces aciers : résilience essentiellement avec en complément des mesures de dureté et de résistance à la traction lente, un examen microfractographique des faciès de rupture complètant l'étude.

3º) Conditions expérimentales de l'étude

Toutes les éprouvettes d'acier proviennent de deux sources : un acier électrique fourni par la firme Secossar (Forges et aciéries de Roéchling) repéré XC38C' et dont la composition est conforme à la norme AFNOR AO2 001 relative à la nuance XC38 - Un acier de même norme fourni par la Société Cockerill Ougree Providence à Hautmont et repéré XC38C ou C'ainsi que deux aciers fournis par cette même société, l'un additionné de Bore et de Titane (XC38B ou B) l'autre de Titane seul (XC38T ou T).

Les compositions de ces aciers sont les suivantes :

1 = Composi	LOTOILS GO CC	s actors some	TOB BUTACH	ues .	
ELEMENTS	XC38C HAUTMONT	XC38B HAUTMONT	XC38T HAUTMONT	XC38C' SECOSSAR	
Carbone	0,370%	0,362%	0,403%	0,376%	
Silicium	0,225	0,155	0,241	0,29	
Manganèse	0,686	0,734	0,873	0,74	
Soufre	0,042	0,029	0,030	Traces	
Phosphore	0,017	0,016	0,022	0,032	
Aluminium	0,016	0,074	0,072	0,006	
Titane	0,002	0,049	0,018	Traces	
Cuivre	0,094	0,059	0,120	0,13	
Bore	Absent	0,0023	Absent	Absent	

Les éprouvettes d'acier XC38C' (Secossar) ont été usinées et traitées au laboratoire.

Les éprouvettes d'acier C, B et T ont été usinées et proviennent de billettes traitées thermiquement par C.O.P. à Hautmont. Elles ont été cassées selon la norme AFNOR AO3 161 (PN) à des températures différentes obtenues par divers bains thermoréqulés à † 1/2°C, sur un mouton pendule de 15 décajoules. Des précautions particulières ont été prises pour éviter toute dispersion aléatoire des résultats (température, mise en place, centrage sur les appuis, verification fréquente du mouton, cotes des éprouvettes etc...).

- B) ETUDE DE LA VARIATION DE LA RESILIENCE AVEC LA TEMPERATURE ET LA DUREE D'AUSTENISATION
- 1º) Essais préliminaires et choix d'une température d'essai

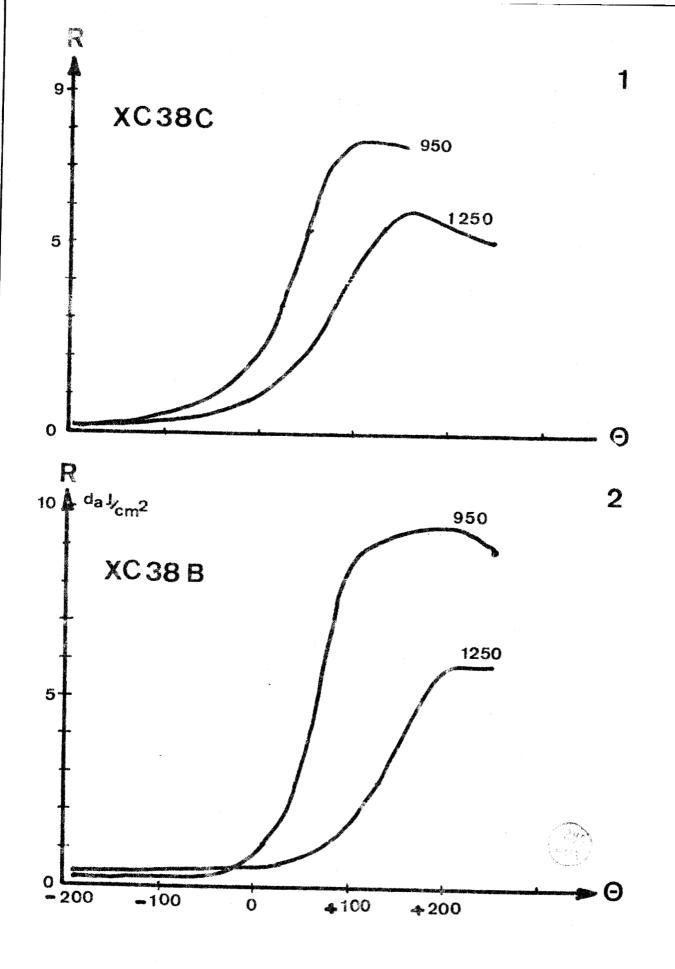
Dans une étude préliminaire, pour un traitement thermique donné, nous avons étudié la variation de la résilience en fonction de la température d'essai des aciers C' et B (recuit de 1h à 950°C et 1h à 1 250°C).

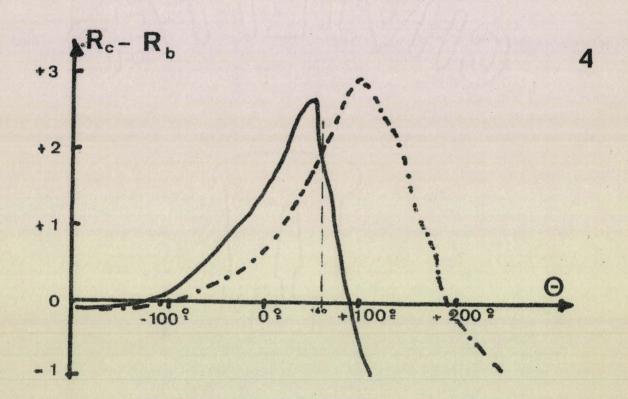
Les courbes résilience température ont été tracées pour ces deux aciers après le même traitement thermique (Fig. 1:950°C Fig.2:1250°C), et pour deux traitements thermiques et chaque nuance d'acier (Fig.3 C' et Fig 4 B).

La comparaison des figures 1 et 2 permet de constater qu'à toute température d'essai inférieure à + 90°C, la résilience de l'acier C' est supérieure à celle de l'acier B, que ce soit pour une austénisation de 1h à 950°C ou 1h à 1 250°C.

La figure 3 met en évidence l'influence défavorable d'une augmentation de la température de recuit sur la résilience. Nous avons émis l'hypothèse que la baisse de résilience rencontrée après un recuit à haute température était dûe au grossissement du grain alpha. Or la taille du grain alpha est conditionnée par la taille du grain gamma et par la vitesse de refroidissement dans la zone AC, AC, : En effet LOW et HODGE ont montré la forte influence de la taille du grain sur les propriétés mécaniques et PETCH a étudié plus particulièrement l'influence de cette grandeur sur la température de transition des aciers. Pour vérifier cette hypothèse, sans être obligé de tracer la courbe complète de transition pour chaque nuance et chaque traitement, il faut trouver la température d'essai donnant un test de résilience valable et sensible en vue de déterminer la température de recuit provoquant la fragilisation maximale et permettant de mesurer les effets des variables, durée, température d'austénisation et vitesse de refroidissement après austénisation, sur la résilience.

La température de transition de chaque acier étant différente







pour des recuits à 950°C et 1 250°C, on voit qu'il est possible de trouver une température d'essai où la résilience variera avec le traitement thermique. Pour cela, on a porté sur une courbe les écarts en résilience entre les aciers C' et B (Fig.4). La seule température où les écarts $\frac{R}{C}$, $\frac{R}{B}$ sont comparables et importants est environ + 60°C. C'est cette température qui a été choisie pour les essais de tous les aciers étudiés.

2°) Influence de la température de recuit sur la résilience

Nous avons tracé (Fig.3) les courbes Résilience/Température d'essai pour l'acier au Bore ayant été austénisé 1h aux températures de 850, 950, 1 000 et 1 250°C.
On note immédiatement trois faits:

- L'énergie de rupture à + 60°C varie considérablement avec le traitement thermique (de 8 à 0,8 daJ/cm²) et nous ne sommes jamais dans le plateau supérieur ni inférieur des courbes, donc le test à + 60° sera bien sensible pour la gamme de traitements thermiques envisagés.
- L'énergie Cv maximale qui est celle du plateau supérieur de la courbe résilience-température d'essai varie de 9,75 daJ/cm² à 6.
- La température de transition de résilience (mi-hauteur du saut de résilience) varie de 120°C entre les traitements extrêmes, soit : TR850 = 66°

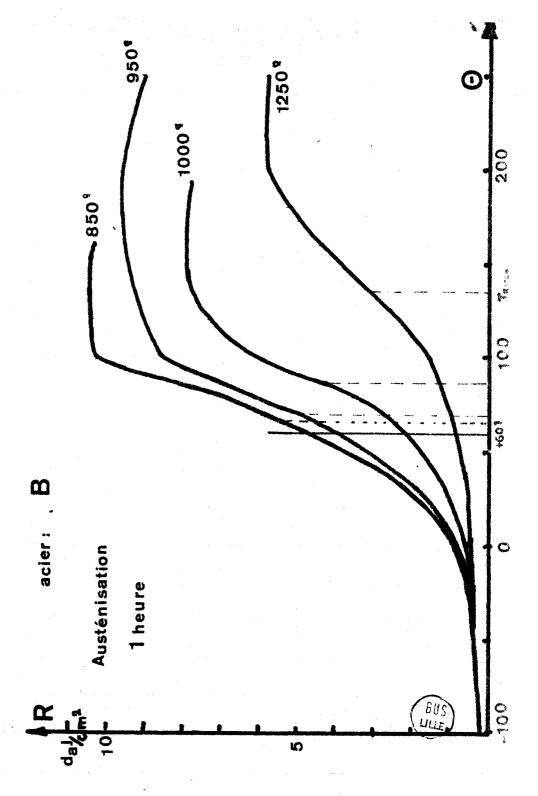
TR950 = 70°

TR1000= 860

TR1250= 136°

Variation de R₆₀ avec la taille du grain gamma

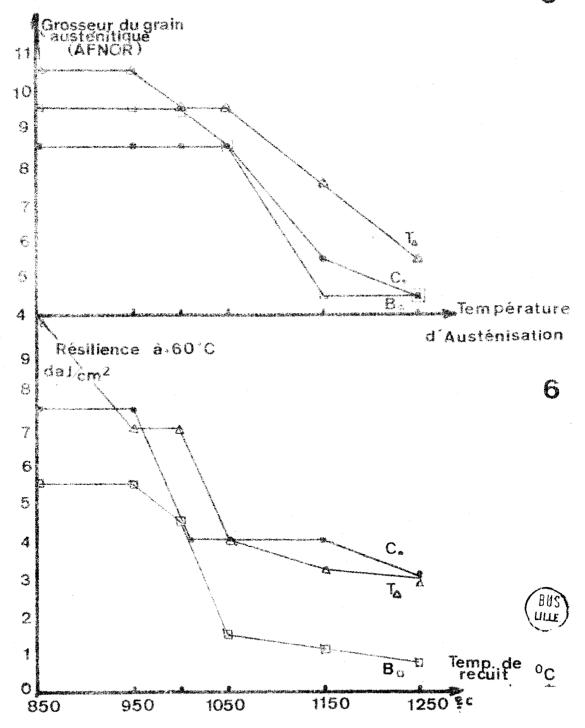
Les éprouvettes Charpy V issues des billettes maintenues 1h à 850°, 950°; 1050°, 1150° et 1250°C ont été cassées à +60°.

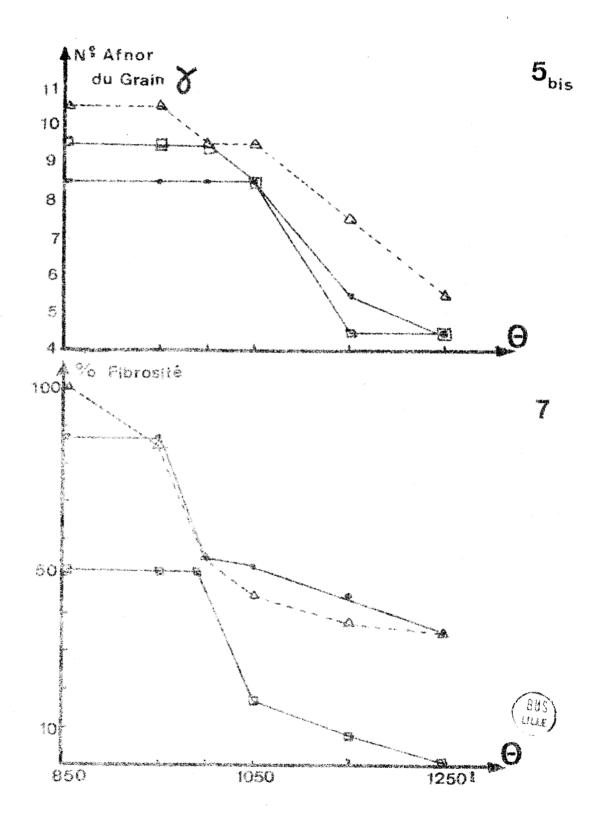


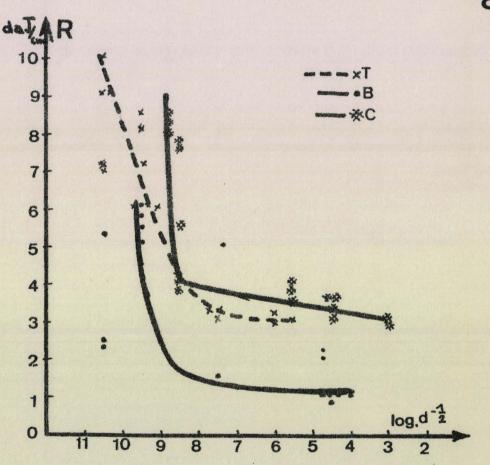
Dix éprouvettes ont été cassées par température d'austénisation et par nuance d'acier (XC38C, XC38B et XC38T). La valeur moyenne a été reportée, valeur obtenue en éliminant éventuellement les valeurs douteuses dûes à un mauvais positionnement de l'éprouvette sur les appuis du marteau, ou à un défaut visible d'homogénéité de l'acier. Les figures 5 et 6 donnent la variation de la résilience avec la température d'austénisation, et les figures 5 bis et 7 la ductibilité ou fibrosité (= surface ductile) en fonction de la même variable. Les figures 5 et 6 permettent de comparer pour les trois nuances les variations de la taille du grain gamma et de la résilience avec la température d'austénisation. Néanmoins, à une augmentation de la taille du grain gamma correspond une chûte de résilience. Le décalage en température d'austénisation entre les variations de R60 et de la taille du grain atteint environ 100°C. Il faut remarquer que l'acier au Bore a toujours une résilience inférieure à celle de l'acier au carbone et au titane.

La comparaison de la figure 5 ou 5 bis et des figures 6 et 7 permet de se rendre compte que la variation de résilience en fonction de la température d'austénisation n'est pas liée dans notre cas d'une façon simple à la variation de la taille du grain austénitique, puisque la chûte de R₆₀ commence à 950°C et est pratiquement terminée à 1050° (il en va de même pour le rapport S. ductile) tandis que le grossissement du grain gamma se produit principalement à une température supérieure à 1050°C. La figure 8, montrant la variation de la résilience des 3 aciers à une même température (+60°) en fonction de log. d-1/2, indique d'une autre façon les relations complexes de R₊₆₀ et de la taille du grain gamma.

D'autre part, le faciès ferritoperlitique se modifie fortement entre une austénisation de 1h à 850° et une austénisation de 1h à 1250° (J.C.Delomel).









La ferrite passe d'une répartition granulaire (850°C) à une structure en liseré et aciculaire (dès 1 000°C). On retrouve la structure dite de "surchauffe" d'un acier. L'apparition de la structure de surchauffe coïncide avec l'apparition de l'état fragile du métal.

3°) Influence de la durée d'austénisation sur la résilience

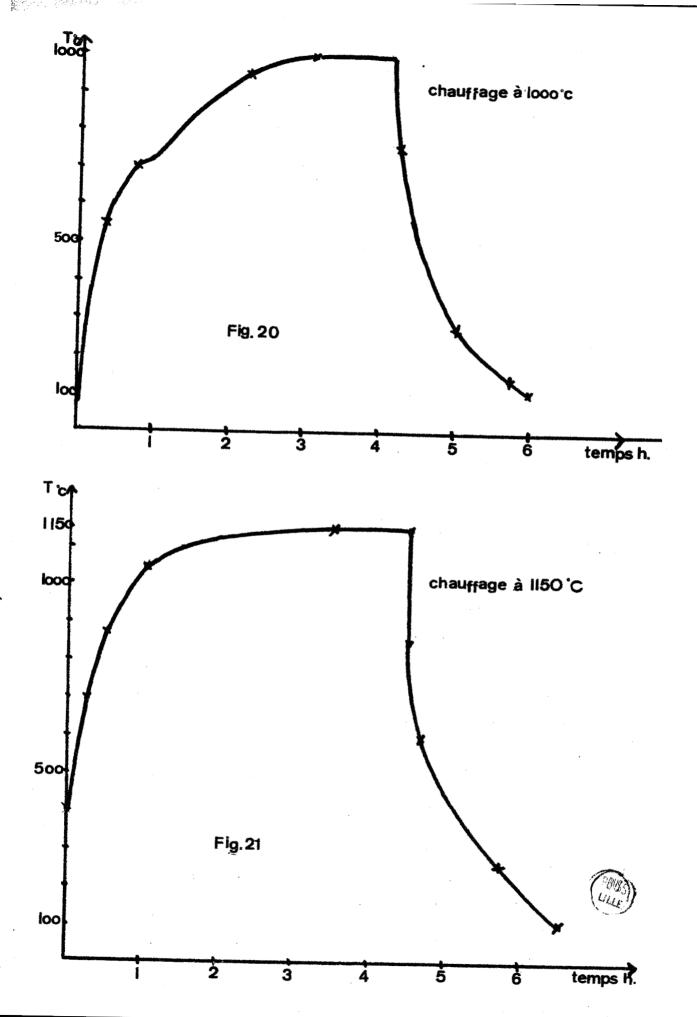
Les températures d'austénisation retenues ont été:

- 850°C T° où la fragilisation est minimale
- 1150°C T° où la fragilisation est maximale
- 1000°C T° où la fragilisation sera intermédiaire entre les deux précédentes.

Nous avons retenu la température de 1150° plutôt que 1250° pour l'étude de l'influence de la durée d'austénisation sur nos trois aciers car au chapitre 1 nous avons vu que les variations de la grosseur du grain d'austénite et de la résilience étaient négligeables entre 1150° et 1250°.

Les éprouvettes proviennent ici encore de billettes d'acier austénisées aux températures de 850°, 1000° et 1150° pendant des durées de 1/2h, 1h, 4h et 15 heures. L'étude au-delà de 15h d'austénisation n'ayant pas été faite car cette durée d'austénisation est un maximum rarement dépassé dans la pratique industrielle. Le temps d'austénisation est compté à partir du moment où la billette a atteint la température de consigne. Les cycles thermiques des billettes sont indiqués par les figures 9, 10 et 11. J.C.Delomel a montré l'influence de la durée d'austénisation sur le grain d'austénite et les figures 12, 13 et 14 résument ces mesures sur les trois nuances d'acier.

Figure 12: Variation de la grosseur du grain gamma avec la durée d'austénisation à 850°C. La durée d'austénisation n'a que peu d'influence sur le grain gamma des trois aciers qui se comportent de façon identique.



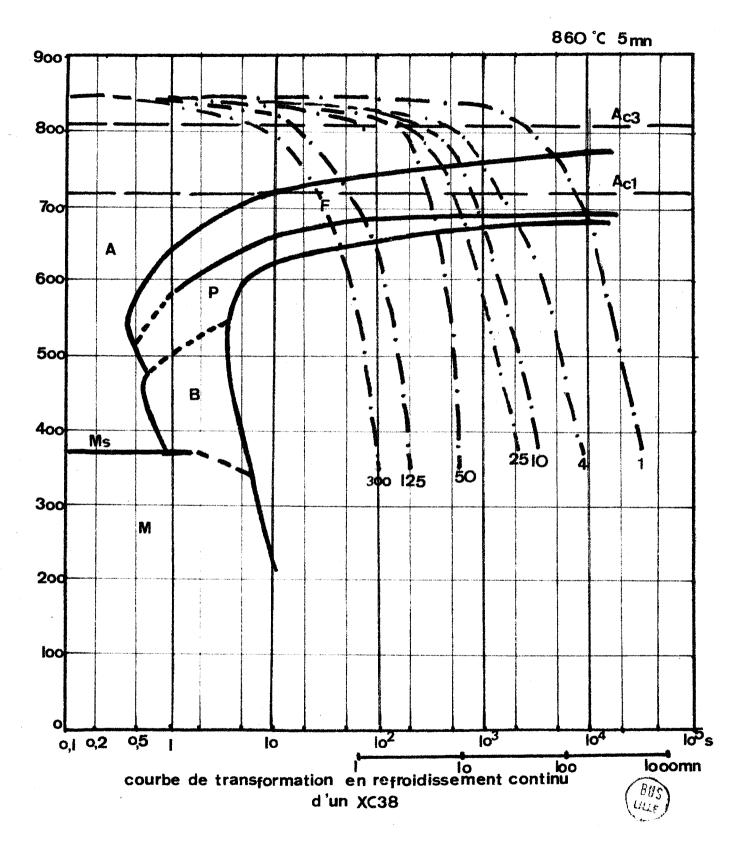


Fig. 24 " d'après de Ferri Metallographia t.2

Figure 13 : Pour cette température d'austénisation, on constate une différentiation nette entre l'acier au Titane et les deux autres aciers dûe vraisemblablement à la présence de précipités de TiCN qui retardent le grossissement du grain.

Figure 14: A 1150°C, les trois aciers ont vu leur grain grossir durant la première moitié d'austénisation et ils ne grossissent pratiquement plus sauf pour des durées supérieures à 4 heures.

Si l'on porte maintenant sur un même graphique les variations de R+60 pour chaque nuance d'acier en fonction de la durée de maintien aux températures d'austénisation de 850°C, 1000°C et 1150°C et les variations de la grosseur du grain gamma exprimées en numéros AFNOR, on obtient les figures 15, 16 et 17. On peut faire les constatations suivantes :

- a) La résilience à +60° des aciers semble peu affectée par la durée de maintien à la température d'austénisation
- b) Les variations de R₁₆₀ et de la taille du grain gamma ne sont pas concordantes.

Par exemple, à une forte variation de D gamma du Bore entre 1h et 4h de maintien à 1000°C ne correspond aucune variation significative de R₆₀ de l'acier au Bore.

c) On retrouve le fait que le facteur le plus influent sur R₊₆₀ des aciers est bien la température d'austénisation. Les figures 18, 19 et 20 donnent les variations de la proportion de zone fragile dans la cassure avec la durée de maintien aux trois températures considérées.

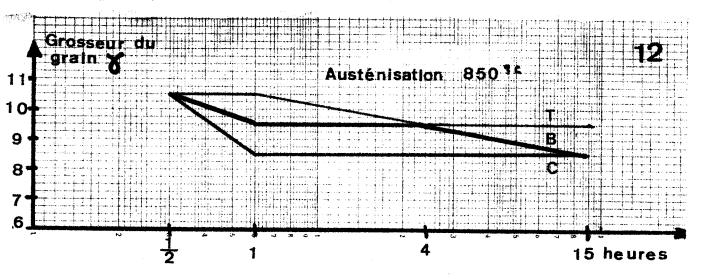
Les variations de la cristallinité ne sont pas plus significatives que celles de la résilience ce qui est normal puisque en première approximation dans la zone de transition :

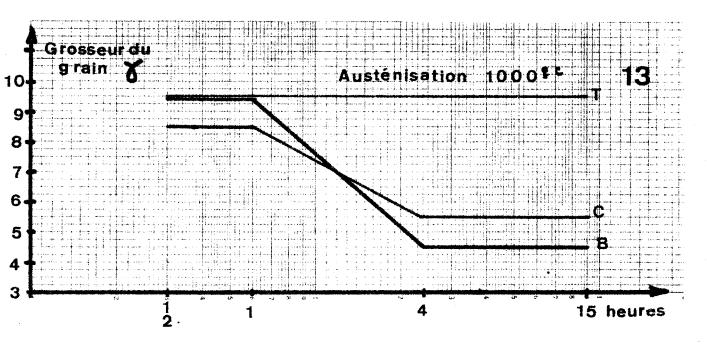
R = a x F + b où a et b sont deux constantes positives

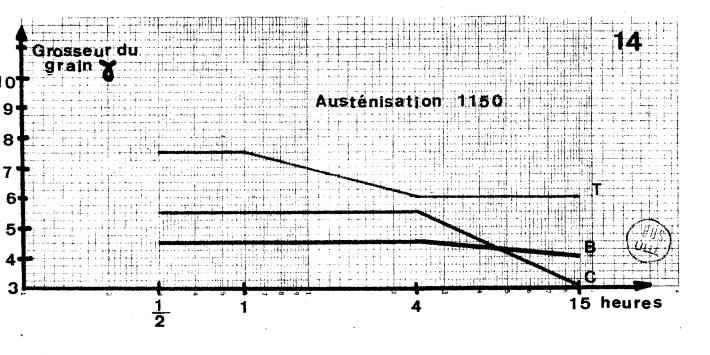
R = résilience

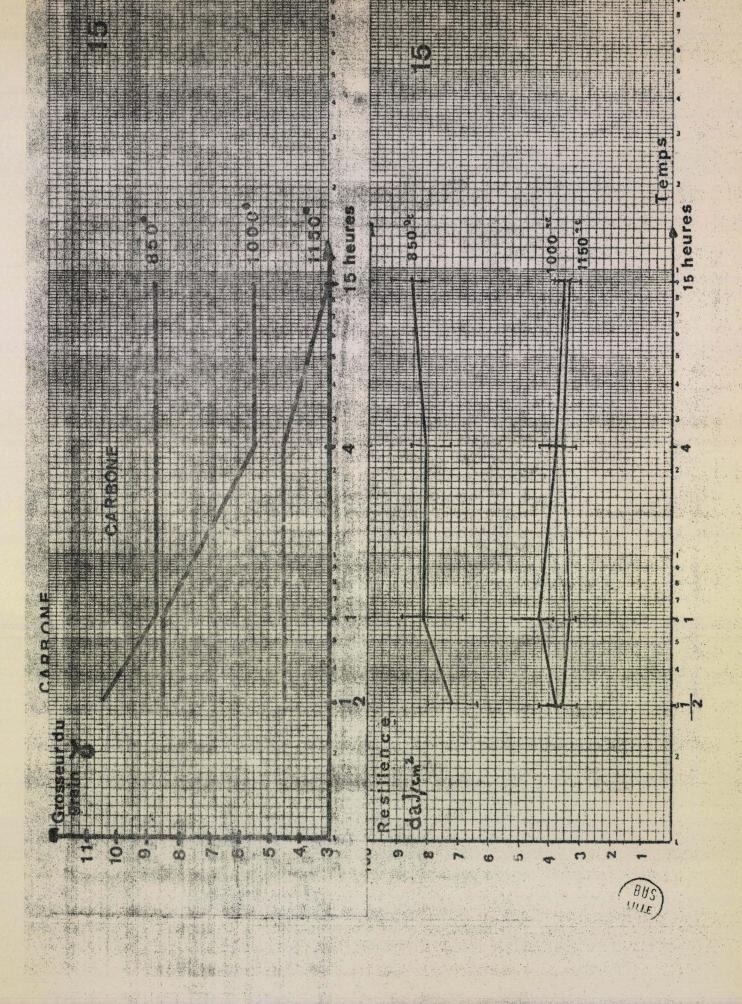
F = surface ductile surface totale

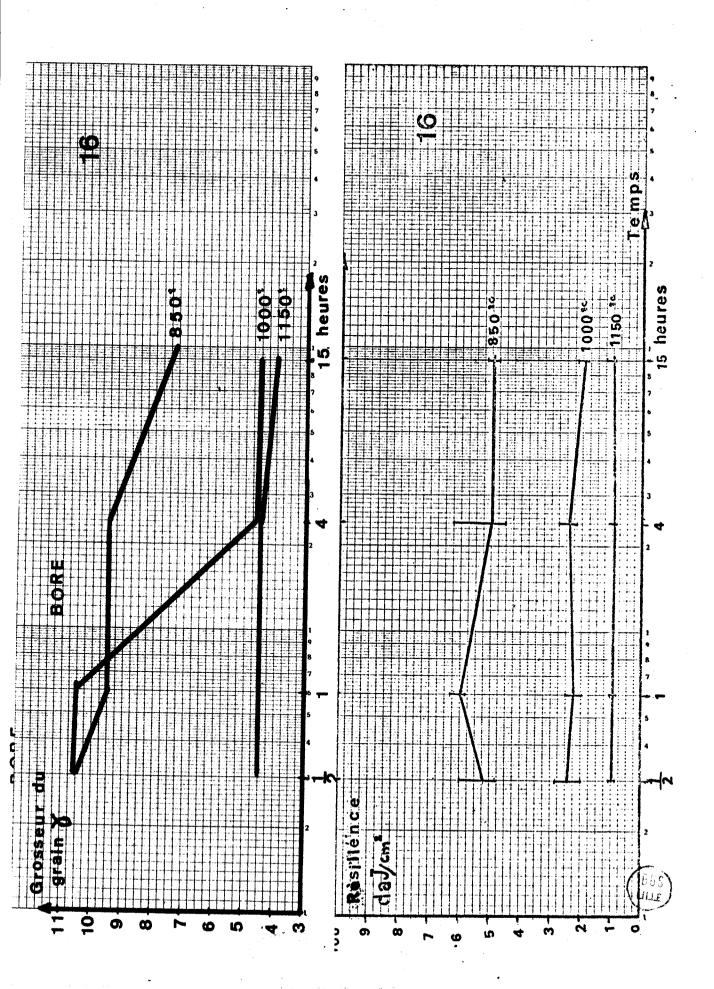
C'est-à-dire que fibrosité C et résilience sont proportionnelles.

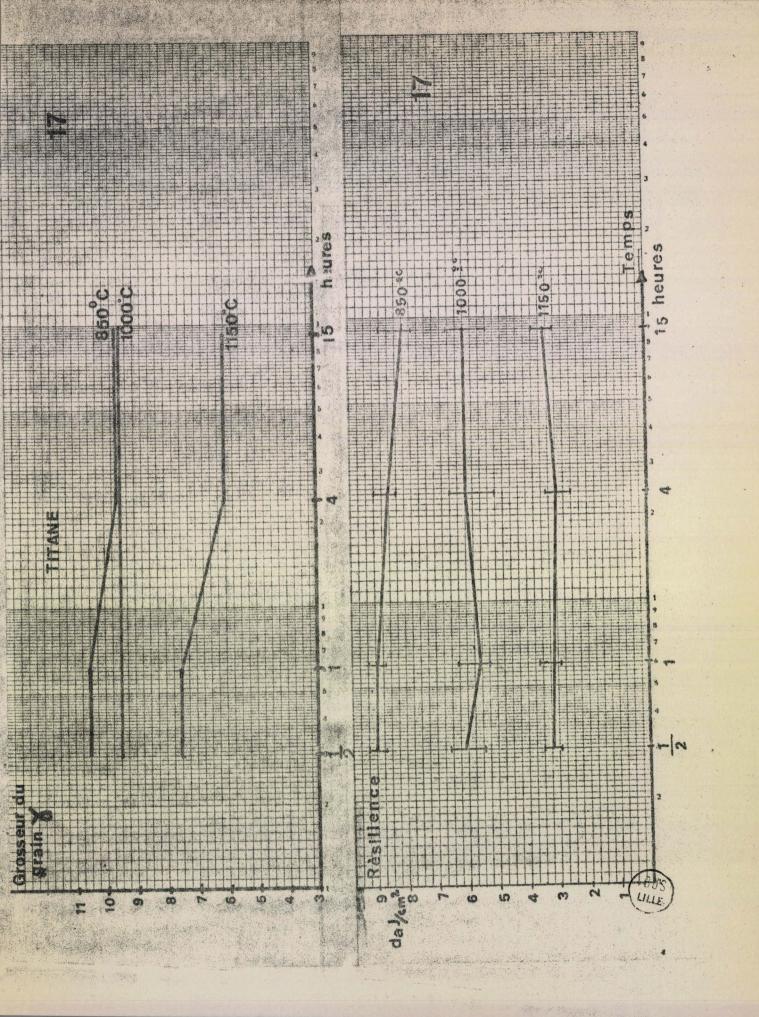


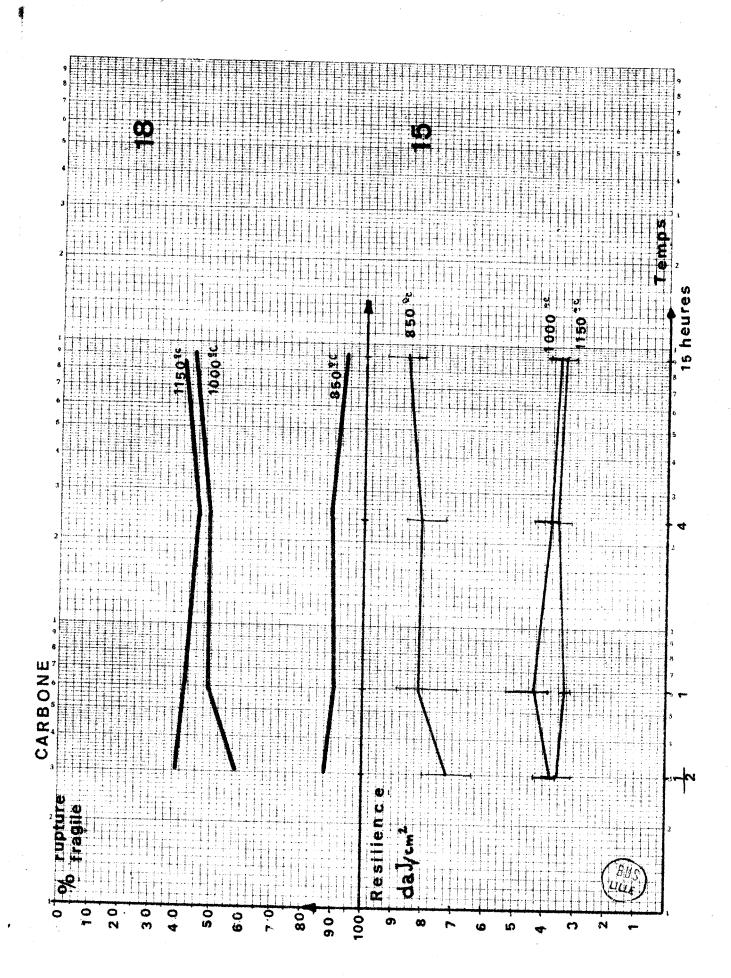


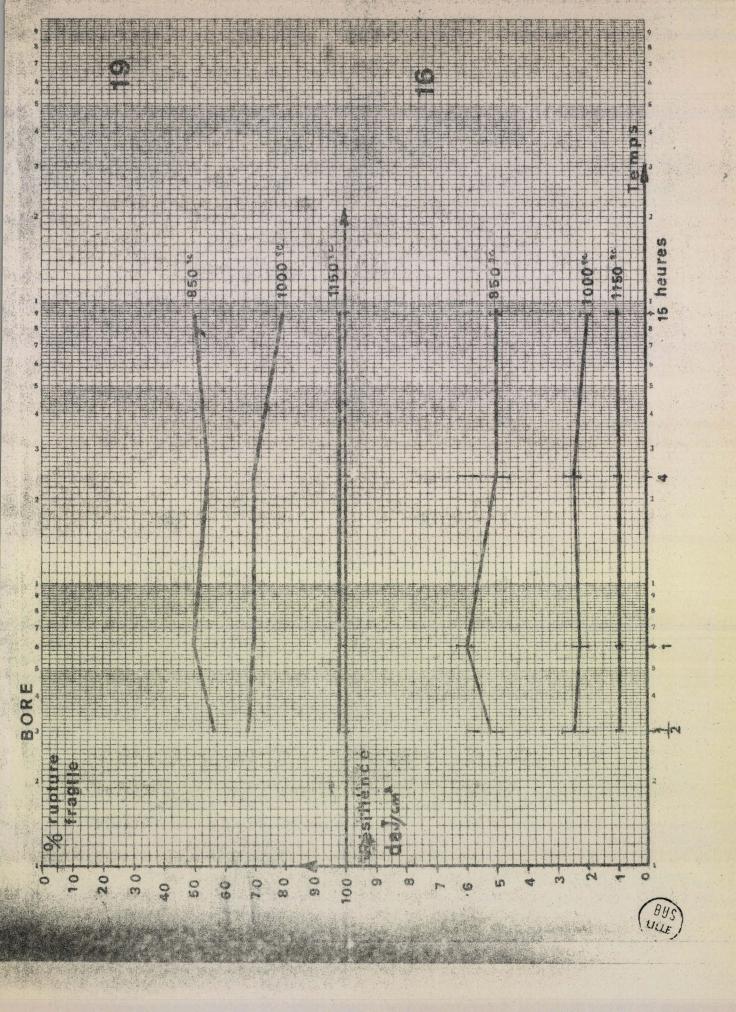


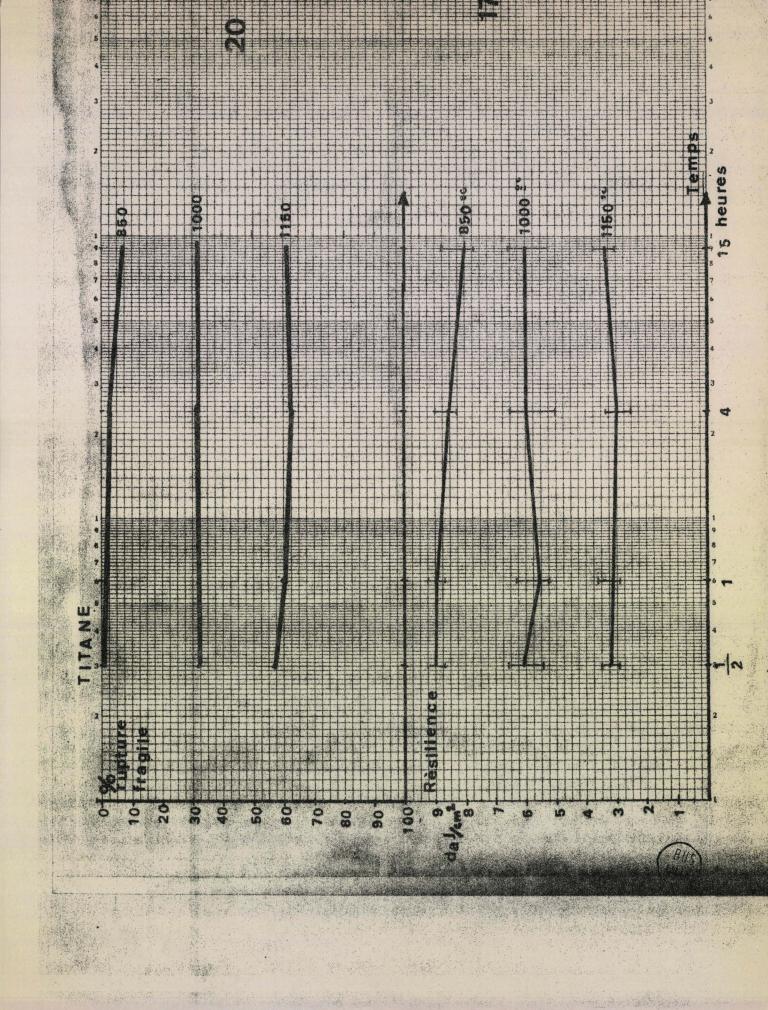












Conclusion:

Au vu de ces résultats, il apparait que malgré les variations de la grosseur du grain d'austénite (entre 1h et 4h) la résilience à + 60°C des trois aciers n'est pratiquement pas modifiée par la durée de maintien à la température d'austénisation.

4°) Relation entre la résilience et la structure ferritoperlitique de l'acier au carbone

a) Introduction

Ies résultats des paragraphes 2° et 3° montrent que les variations de la résilience sont liées à la température d'austénisation et donc à la taille du grain d'austénite mais qu'il existe un décalage important entre les variations de R_{+60} et D gamma en fonction de la température d'austénisation (dans la fourchette 950° - 1050°).

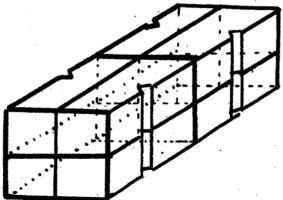
Comme nous l'avons déjà noté, l'aspect des deux constituants micrographiques (ferrite et perlite) de nos aciers varie
beaucoup avec la température d'austénisation. L'apparition de
ferrite en liseré ou de structure de Widmanstätten ainsi que
de grains de perlite gros mais comportant de nombreuses colonies perlitiques en leur sein, coïncide avec la baisse sensible
de résilience. Comme l'aspect déchiqueté de la ferrite et sa
répartition en liseré permettent de penser que la fracture se
propagera le long du liseré ferritique qui se trouve de façon
plus ou moins fidèle le long des joints de grains de l'ancienne
austénite, ceci dans le cas des échantillons dits "surchauffés",
nous avons entrepris l'étude des relations entre la structure
ferrito-perlitique et la résilience.

Pour ne pas avoir à tenir compte de l'influence de la taille du grain d'austénite, nous avons reproduit les structures ferritoperlitique de "surchauffe" obtenues précédemment par des austénisations à différentes températures, en maintenant ici la taille du grain gamma constante.

Aussi seule la morphologie et la taille du grain ferritoperlitique pourra faire varier la résilience de l'acier. Ces différentes structures de surchauffe sont obtenues en faisant varier la vitesse de refroidissement.

b) Technique et précautions opératoires

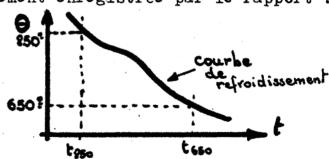
Cette étude menée conjointement avec celle de la taille et de la morphologie du grain faite par J.C. Delomel n'a pas été étendue à toutes les vitesses utilisées par ce dernier, par suite de l'impossibilité d'obtenir des lots homogènes de 8 à 10 éprouvettes de résilience pour des vitesses de refroidissement supérieures à 250°/m. Le nombre maximal de 10 éprouvettes est imposé par la taille des fours du laboratoire et par la masse de métal à traiter. Si cette masse est trop importante, la température des éprouvettes placées au centre ne variera pas de la même façon que celle des éprouvettes à la périphérie.



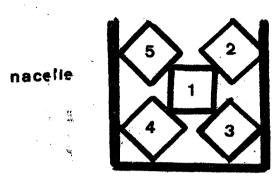
En effet, les éprouvettes sont placées dans la zone isotherme du four et disposées comme sur le dessin, ceci lorsque les vitesses de refroidissement sont supérieures à 4°C/mn, vitesse de refroidissement naturelle d'un four Adamel.

La vitesse de refroidissement indiquée est toujours calculée sur la courbe de refroidissement enregistrée par le rapport :

$$\frac{850^{\circ} - 650^{\circ}}{t_{650}} = v^{\circ}C/mn$$



Le repérage systématique de la position individuelle de l'éprouvette dans le four a permis de constater qu'il n'existait aucune différence significative entre la résilience d'une éprouvette placée en 1 et celle d'une éprouvette en 2, 3, 4 ou 5 et entre les 2 groupes de 4 ou 5 éprouvettes placées à la suite les unes des autres.



L'austénisation, qui se fait après une montée en température toujours la même et semblable à celle indiquée par les fi-gures 13 et 14, ainsi que le refroidissement plus ou moins rapide se font toujours sous courant d'argon.

Nous avons pu réaliser les vitesses de refroidissement suivantes : $0.125^{\circ}/m$, $4^{\circ}/m$, $40^{\circ}/m$, $50^{\circ}/m$, $70^{\circ}/m$, $120^{\circ}/m$, $400^{\circ}/m$ par les artifices suivants :

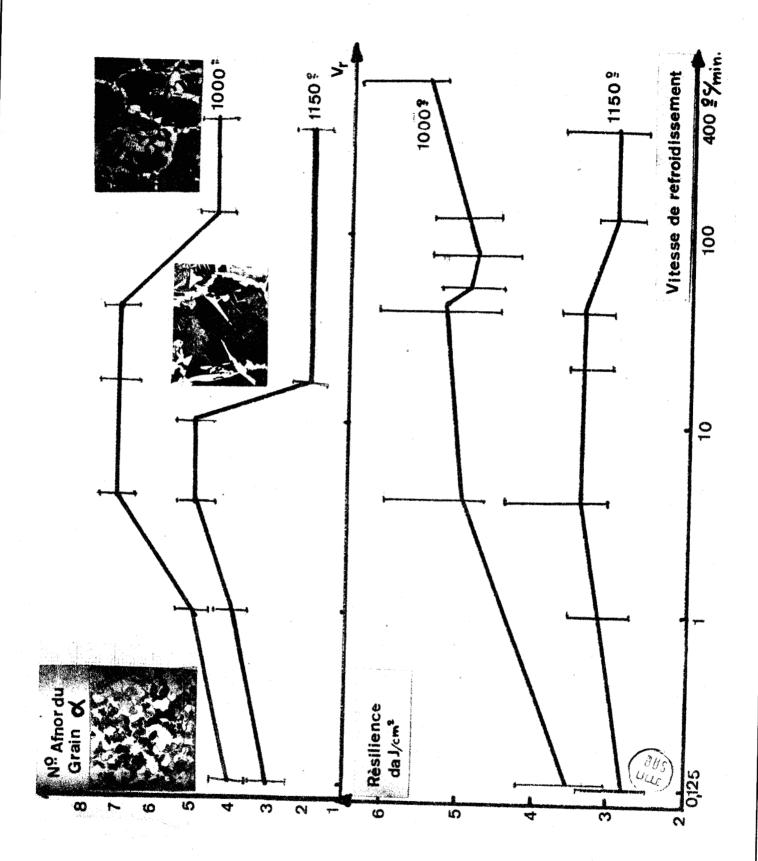
- 0,125°/mn par programmation de descente en T° d'un four Adamel
- 4°C/mn en haissant les éprouvettes se refroidir au four coupé
- 40, 50 et 70°C/mn ont été réalisés en tirant le paquet de 8 éprouvettes dans une zone plus ou moins chaude du tube laboratoire après leur austénisation
- 120°C/mn a été obtenu en laissant refroidir les éprouvettes sous courant d'argon après leur austénisation
- 400°C/mn a été atteint par soufflage d'argon sous pression sur les éprouvettes sorties du four

c) Résultats

Le tableau suivant résume les différentes vitesses et les résiliences obtenues pour l'acier au carbone ayant suivi le cycle thermique.

	Vr 0°/m	0,125	1	4	20	40	50
à 1000°C	Résilience moyenne daJcm²	3,52		4,93	4,30	5,21	4, 89
1 H	R mini R maxi	3,06 4,37		4,38 6,00	3,80 5,25	4,5 6,2	4,5 5,25
Austénisé		2,88	3,04	3,46	3,37	3,35	
à 1150°C		2,45	2,41	3,0 8	3,12	3,70	
1 H		3,37	3,61	3,67	3,56	3,70	
		70	120	300	400		
		4,84	5,03		5,57		
		4,25 5,57	4,50 5,4 3	:	5,25 6,8		
			3,0	3,0	*************************		
			2,6 3,2	2,58 3,72			

A titre de comparaison, la R_{60} moyenne d'éprouvettes brutes de laminage est Rm = 4.82 4.37/5.93 da J/cm^2 La figure 21 permet de comparer les variations de R+60 et D alpha avec la vitesse de refroidissement.



5°) Relation entre structure ferrito-perlitique et d'autres propriétés mécaniques

Nous avons voulu mesurer l'influence de la morphologie du grain ferrito-perlitique sur d'autres propriétés mécaniques que la résilience par des essais de dureté et de traction.
Essais de dureté Rockwell Bille

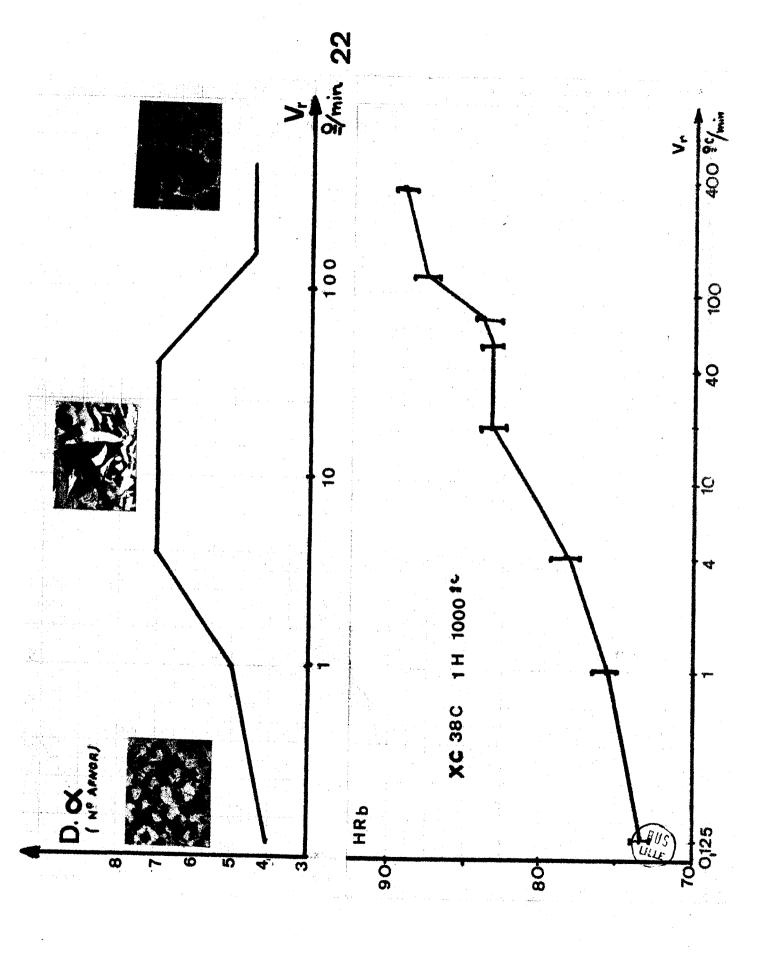
Effectués conformément à la norme AFNOR 03153 sur les morceaux d'éprouvettes de résilience ou sur les échantillons ayant servi à l'étude micrographique de J.C. Delomel, nous avons utilisé la bille de 1/16 de pouce de diamètre et une charge de 100kg f.

Les résultats suivants sont les moyennes d'une douzaine de mesures, les valeurs très écartées de la valeur moyenne (écart supérieur à 10 %) étant éliminées.

Ils sont relatifs à l'acier au carbone austénisé 1 h à 1000°C et refroidis à des vitesses variables.

Vitesse de refroidis- en O/mm	0,125	1	4	6	17	50	70	120	300
HRB 100kgf	73,7	75,9	78,5	80,9	83,3	8 3, 7	84,1	87,8	89,3
Ecarts	72,8 74,5	74,3 77,6	77 , 5 79	79,9 82,1	82,5 84,3	83,2 84,3	8 3, 5 85	87 89	89 90

La courbe n° 22 montre que, pour un acier XC38 au carbone seul austénisé 1h à 1000°C, l'augmentation de la vitesse de refroidissement entraine un accroissement de la dureté. La comparaison avec la courbe R+60 en fonction de la vitesse de refroidissement après austénisation de 1h à 1000°C permet de s'assurer que les variations sont comparables.



Il importe de bien noter qu'à aucune vitesse de refroidissement nous ne sortons du domaine perlitique cf diagramme de refroidissement continu de l'acier XC38 au carbone.

Essais de traction

Définitions :

L'essai à consister à soumettre une éprouvette à un effort de traction jusque rupture, à 20°, selon la norme AFNOR A03151. On a mesuré les paramètres.

$$\Lambda = \frac{L}{L_0} - \frac{L_0}{L_0} \times 100$$

Lo = Longueur initiale de l'éprouvette "utile"

L = Longueur après relaxation de l'éffort de traction Strictions pour cent = $\frac{S}{S_0} - \frac{S_0}{S_0} \times 100$

ou =
$$\frac{D^2}{D_0^2} - \frac{D}{D_0^2}$$
 x 100

ou D.Do diamètre après et avant traction Charge de rupture R en kgf/mm²

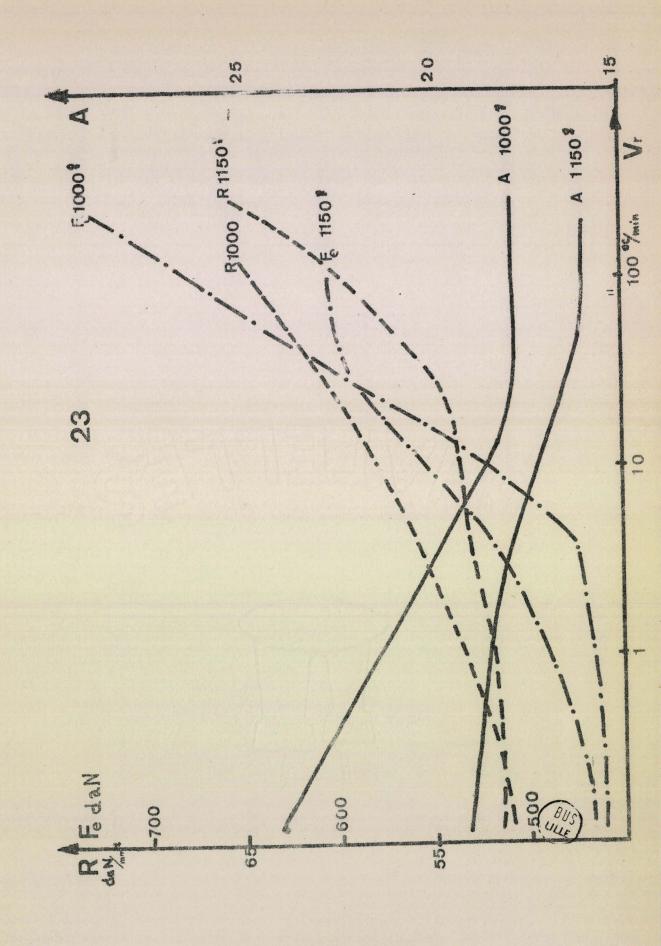
$$R = \frac{Fm}{So}$$
 $Fm = effort enreginative$ $So = section initiale$

Module d'élasticité
$$M = \frac{1}{S} \times \frac{Fe}{L}$$
 Fe = charge à la limite Lo élastique

Les résultats obtenus ont été portés dans la tableau suivant :

	Brute Laminage	0,125	4	25	55	125	225	
Fe dal	v 580	460	475	600		• • • • • • • • • • • • • • • • • • •	730)
R daN	M2 57	51,5	5 3	54,5		,	64,5) 1 H
A Pc	20	24	18	20			18) 1000 °
Z %	30	24	2 8	30		• • • • • • • • • • • • • • • • • • •	32)
Fe		465	520		600	652		
R		51	56,1		63	64,5	<u> </u>	- 1 H
A		19			16	18		1150°
Z		24	28		30	3 2		

La figure 23 rassemble les variations des paramètres en fonction de la vitesse de refroidissement.



Quels renseignements pouvons-nous tirer de ces derniers essais ?

La vitesse de refroidissement et en conséquence la morphologie du grain ferrito-perlitique a une influence nette sur les propriétés mécaniques de l'acier au carbone austénisé à 1000 ou 1150°C durant 1 houre.

Le passage d'une ferrite granulaire à une ferrite de Widmanstätten, puis en liseré entraine une augmentation de la dureté par diminution apparente du constituant durtile, la ferrite, pour la même raison l'allongement à la rupture (A) diminue un peu puis reste pratiquement constant. Le fait que le constituant le moins déformable (grain perlitique) prenne de plus en plus d'importance entraine une augmentation de la limite élastique (Te) et de la charge maximale (R).

L'augmentation de la vitesse de refroidissement, en augmentant la proportion apparente de grain perlitique, entraine une augmentation du caractère élastique et une diminution du caractère plastique de l'acier après austénisation à 1000° et 1150°C.

Ces résultats sont en bon accord avec ceux de Léontiev et Buzovski obtenus sur un acier moins riche en carbone (0,20 à 0,25%).

L'augmentation de R₊₅₀ entre 0,125°C/MN et 4°C/mn s'explique par l'affinement du grain (de ferrite) comme IRVIN et PICKE-RING, ainsi que LEONTIEV et BUZOVSKI l'ont montré. Au-delà de la température de transition de ductilité de la ferrite "libre", la perlite joue un rôle direct dans le processus de rupture. Comme Tetelman et Mc Evily l'expliquent, en effet, bien que la résistance de la perlite soit plus grande que celle de la ferrite proeutectoïde, la perlite freine la déformation de la ferrite. La limite d'élasticité (Fe) et le taux de consolidation augmentent aussi parce que la perlite diminue la taille des grains de ferrite proeutectoïde. Ces augmentations sont accompagnées par la diminution de la ductilité et par conséquent de Cv max. (énergiemaximale de la courbe Charpy V de transition).

Si Cv max diminue, R_{+60} va décroître. Or c'est à des vitesses supérieures à 4°C/mn que l'on constate l'apparition de gros grains de perlite occupant une plus grande proportion en volume de métal. Donc au-delà de 4°C/mn, l'effet contraire de celui de l'affinement de la ferrite entraine un arrêt dans l'augmentation de R₊₆₀ et ensuite une diminution de la résilience. Lorsque la vitesse de refroidissement augmentant (Vp supérieure à 40°C/mn) l'apparition d'une structure de Widmanstätten ira en s'intensifiant. Il s'ensuit donc que les gros grains de perlite, plus ou moins déchiquetés par les aiguilles de ferrite, constituent le signe caractéristique qui accompagne la chûte de résilience. J.C. DELOMEL a montré (IIº partie - C et D) que les gros grains de perlite apparaissaient lorsque l'on effectue des austénisations entre 950° et 1000°, ce qui correspond parfaitement avec la chûte de la résilience observée en fonction de la température d'austé-L'étude de \mathbb{R}_{+60} de l'acier carbone en fonction de nisation. la vitesse de refroidissement après austénisation à 1000 et 1150°C vient donc confirmer des conditions d'austénisation.

C) ETUDE MICROFRACTOGRAPHIQUE

Nous avons utilisé la microfractographie pour complèter l'étude de la résilience et de la micrographie optique.

1°) Intérêt de la microscopie électronique pour l'étude des surfaces de rupture.

Les surfaces de rupture ont presque toujours un relief important surtout en Charpy V, et ce relief est d'autant plus marqué que le grain de cassure est gros. On a parfois dans les zones fragiles jusqu'à 2 à 3 mm de dénivellation entre les facettes de clivage. Or la distance frontale des objectifs est faible et le système d'éclairage par réflexion ne convient que pour les surfaces normales à l'axe optique. Enfin la profondeur de champ du microscope optique est faible de 0,08 micron à 0,5 micron pour des grossissements de 100 et 45. Par contre, le microscope électronique a une profondeur de champ importante, une résolution plusieurs milliers de fois plus grande que le microscope optique et un grossissement pouvant atteindre facilement 40 000. Les observations se faisant par l'intermédiaire de répliques en carbone qui se placent pratiquement perpendiculairement au faisceau électronique. l'éclairage ne pose pas de problème.

2°) Technique utilisée

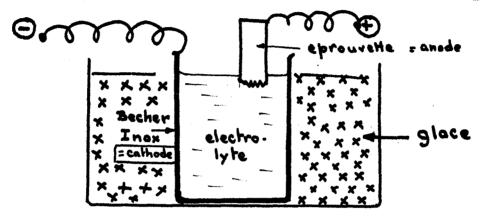
Nous avons utilisé la volatisation du carbone sous vide directement sur la surface de rupture pour l'obtention des répliques. Le dispositif dévaporation comprend essentiellement deux pointes de graphite en contact dans lesquelles on fait passer quelques dizaines d'ampères pendant un temps court. L'échauffement intense aux pointes volatilise le carbone qui se condense sur l'échantillon. Le carbone couvre régulièrement le relief bien qu'il se produise un ombrage qui varie avec la disposition relative de l'échantillon et de la source.

On améliore parfois le contraste par vaporisation sous vide avec un angle, source-surface échantillon faible, du chrome qui par son opacité aux électrons "ombre" les reliefs. Le décollement de la réplique se fait par dissolution électrolytique dans le bain :

Butylcellosolve: 90 %

Acide perchlorique: 10 %

à 0° et sous 18 volts avec une densité de courant de 0,2A/cm². L'éprouvette, ayant subi la vaporisation de carbone, est disposée comme sur la figure dans le bain sans agitation.



La dissolution dure 1 h environ. La réplique se décolle et flotte plus ou moins rompue dans le bain. Recueillie, elle est lavée au butyl cellosolve pur, puis à l'alcool. Placée sur des grilles, elle est examinée au microscope électronique superscope J.E.M. 50 sous 50Kv à des grossissements variables de 2000 à 4000

3°) Résultats

Selon la position du morceau de réplique sur la cassure de l'éprouvette, on retrouve les faciès classiques de la fractographie.

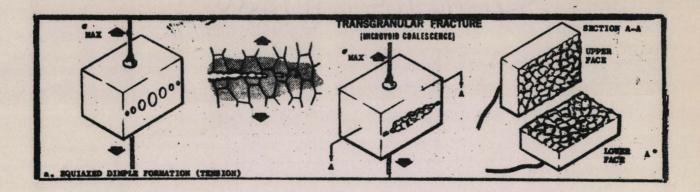
a) Faciès microfractographiques des zones ductiles

- En 1 dans le liseré ductile à fond d'entaille

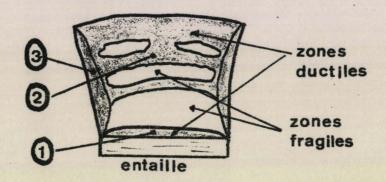
Lorsque celui-ci existe, ex : cassures supérieures à 20 %

de rupture ductile, on observe des cupules de taille varia
ble peu inclinées, car la zone 1 est sollicitée en traction

pratiquement pure.

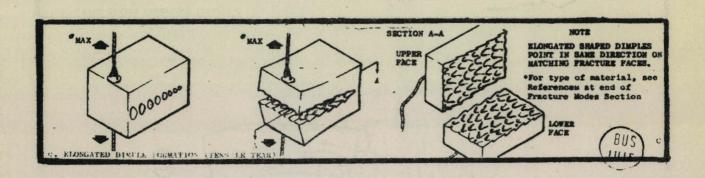


Les nombreuses impuretés, inclusions, carbures etc. des métaux industriels favorisent ce mode de rupture (Fig. 1).

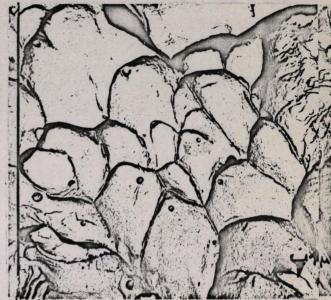


Dans une zone 2, les cupules sont allongées dans le sens de la déformation (flèche - Fig.2). Dans des zones comme 3 où la déformation est très complexe, on a souvent des micro-cupules fortement déformées et allongées dans la direction de la déformation locale (Fig.3 et 4).

Elles se sont formées selon le mécanisme suivant :



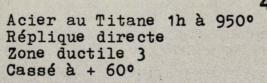




Acier au Carbone 1h 850° Réplique directe Cassé à + 60° (zone ductile à fond d'entaille)

Acier au Bore 1h à 950° Réplique directe Cassé à + 40° zone ductile centrale



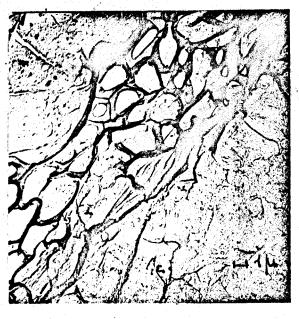




Acier au Bore 1h a 950° Réplique directe Zone ductile 4 Cassé à + 60°



Acier au Carbone 1h 950° Réplique directe Cassé + 60°



Acier au Carbone 1H 1 000° Cassé à + 60°



7 Acier au Bore 1H 1 150° Cassé à + 60°

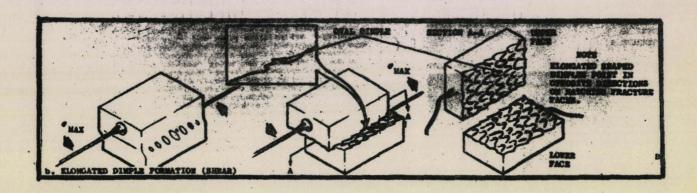


8 Acier au Bore 1/2H 1-000° Cassé à + 60° Zone fragile

Dans les zones comme 3, la présence de cupules de tailles très différentes est assez fréquente surtout pour des échantillons ayant subi des traitements d'austénisation à 1000°C durant 1 heure puis des refroidissements rapides (supérieurs à 40°/mn)

ex : photo 5 et 6 où l'on voit un amas de microcupules entre les deux versants de cupules de très grosse taille (hors micro).

Les petites cupules allongées ayant une direction opposée sur les 2 faces de la cassure se sont formées selon le mécanisme suivant :



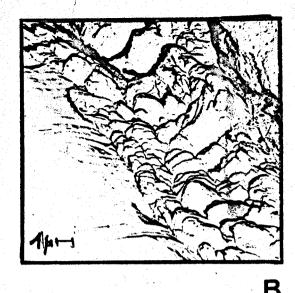
Les micro A et B montrent ce résultat.

Souvent aux cupules aisèment reconnaissables se mêlent des faciès plus spéciaux comme ceux qui existent entre les cupules dans le quart supérieur droit de la micrographie nº 7. On observe des surfaces grumeleuses, comme couvertes d'écailles ou de pustules, nous reviendrons plus loin sur ce faciès. Pour les éprouvettes cassées à des températures supérieures à la température de transition, on observe aussi des clivages ductiles dont les photos C, D et 8 donnent un exemple.

b) Faciès microfractographique des zones fragiles

L'étude microfractographique entreprise conjointement avec l'étude de coupes nickelées a été faite pour s'assurer





Acier au Carbone 1h 950° Cassé à + 60° 2 faces de la cassure au même endroit





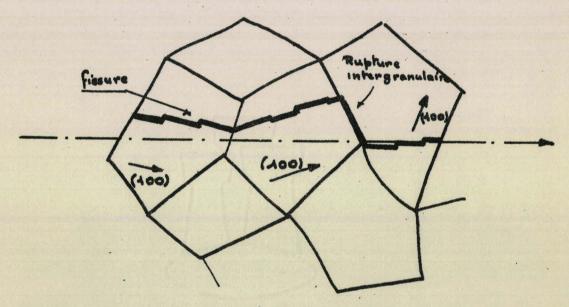
Acier au Bore 1h à 850° Cassé à + 80° Réplique directe "zone à grains"

du mode de rupture dans les zones fragiles. Pour les aciers austénisés à haute température, on pouvait craindre un rassemblement des précipités et impuretés aux joints de grain de l'austénite et donc une rupture intergranulaire c'est-àdire dans le plan du joint de grain:

Aussi une attention très particulière a été portée aux faciès dans les zones fragiles.

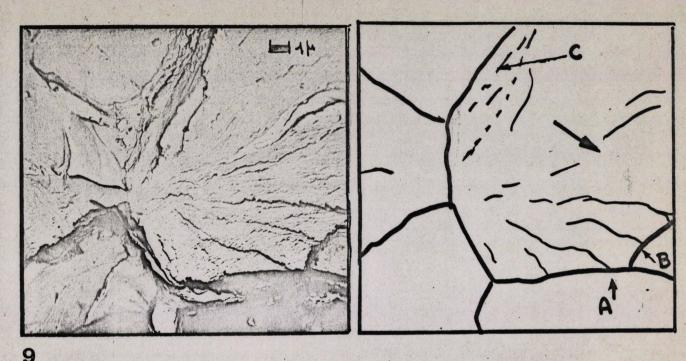
- Ruptures intergranulaires

Il ressort de l'étude que sauf aus très rares endroits, la rupture est transgranulaire. La cassure n'utilise le joint de grain que lorsque le plan de clivage dans lequel elle se propage accuse une désorientation très marquée avec le plan idéal de fracture.

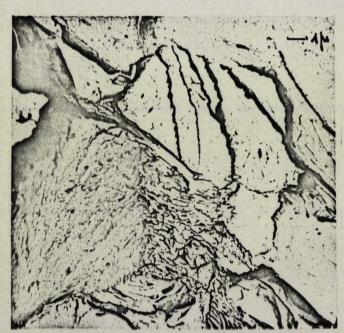


La micro 9 montre dans le bas une telle situation. Le clivage se propageait dans la direction de la flèche et il a emprunté le joint de grain temporairement pour continuer son avance dans le grain voisin. On voit ainsi la coupe de 2 rivières très nettement en A et B.

Néanmoins le rattrapage se fait souvent comme en C, c'est-àdire par un clivage ductile. Fréquemment la présence de perlite facilite les rattrapages de désorientation des plans de clivage comme cela est visible sur les microfractographies 10 et 11.



Acier au Carbone 1h 1000° Réplique directe Cassure à - 190°



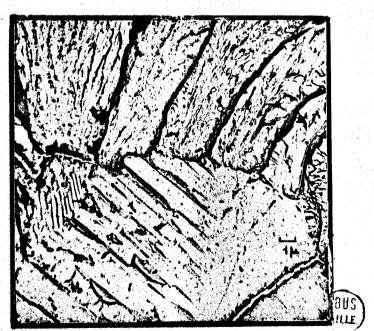
Acier au Bore 1h 1000° Réplique directe Cassure - 190°



10 La Acier au Titane 1h à 850° Réplique directe Cassure à - 190°



Acier au Titane 1h 1 050° Réplique directe Cassé - 190°



Acier au Bore austénisé 1h 850° Réplique directe Cassé - 190°

On a parfois aussi des amorçages de clivage à partir de zones de décohésions intergranulaires. La photo 11 bis montre bien la zone de décohésion intergranulaire en bas à gauche et le clivage avec ses rivières divergentes à partir du joint de grain.

- Ruptures transgranulaires

Donc dans la majorité des cas, la rupture fragile est transgranulaire. Elle se fait par clivage et on voit apparaitre les faciès classiques : languettes, rivières.

a) Languettes (micrographies E et F)

Elles correspondent à de petites zones où la rupture au lieu de suivre le plan de clivage a suivi un plan d'orientation différent. Mrs Henry et Plateau ainsi que de nombreux auteurs ont montré que les languettes étaient dûes à l'intersection du plan de clivage et d'une macle, et que d'autre part, la formation des languettes était liée à la vitesse de propagation du clivage. Dans notre étude, seules les éprouvettes cassées à basse température ont montré l'existence de languettes dans les zones fragiles. D'autre part, la composition de nos aciers (0,38%C) ne permet guère d'avoir qu'environ 1 grain sur 2 qui soit constitué de ferrite (donc susceptible de présenter des macles). Il s'en suit que la présence de languette est peu fréquente sur nos microfractographies.

b) Rivières

Ce faciès de clivage est très reconnaissable. Ex. photo 9,10 et 10 bis. Les ruptures par clivage se produisent en général selon le plan(100) dans l'acier. Les rivières sont parallèles à la direction locale de propagation du clivage : elles sont dûes à la jonction de deux fissures qui se propageaient dans des plans différents mais parallèles.

c) Clivage de perlite

Comme les grains de perlite sont nombreux dans nos aciers, on observe de nombreux clivages de perlite.



Acier au Titane 4h 850° Réplique directe Cassure - 100°



Acier au Bore 1h à 950° Réplique directe Cassure à - 100°



Acier au Carbone 1h à 850° Réplique vernis/carbone Cassure à - 190°



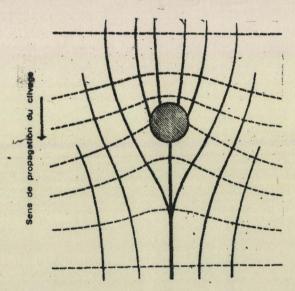
13 bis Acier au carbone 1h à 10509 Réplique directe Cassure à - 20°

La photo 12 montre comment par un changement de plan de propagation, la rupture est passée d'un clivage avec rivières,
où déjà on voit des traces de clivages de perlite (en haut
à droite), à un clivage de perlite où les lamelles sont
beaucoup plus visibles (quart inférieur droit). Par ce processus, le plan de clivage a pu changer d'orientation. La
photo 13 donne un autre exemple. La photo 13 bis montre un
clivage ductile de perlite et de ferrite.

d) <u>Influence des particules sur la propagation des</u> clivages

Les photos 14 et 15 montrent d'autres exemples des faciès habituels rencontrés lors de l'étude de la fracture des aciers Les micrographies 14 et 15 montrent que généralement lorsque la fissure rencontre une inclusion, le clivage se poursuit sans être nettement influencé par elle.

Les travaux de Henry et Plateau montrent que la propagation subit un léger retard au passage de l'inclusion



et que les inclusions sont susceptibles à la fois de favoriser l'amorçage des clivages et de rendre leur propagation un peu plus difficile.

Cette double action expliquerait l'influence des particules sur les propriétés mécaniques :

-Des amorçages prématurés à partir des particules de 2° phase ou non métalliques peuvent entraîner une diminution de la contrainte de rupture. - L'action de ces particules sur l'amorçage des clivages entraîne l'apparition de zones de clivages à plus haute température et dans d'autres cas, la propagation plus difficile des clivages dans le matériau a pour conséquence la persistance de zone ductile à plus basse température.

Remarque: La photo 15 montre la partiale (en noir) légèrement hors de position avec sa trace (à gauche). En effet, la manipulation et le lavage de la réplique ont entraîné un peu la particule de son emplacement très visible sur la réplique.

Il ressort de cette étude qu'en première approximation, les faciès microfractographiques de nos aciers sont très classiques et ne présentent pas de particularités notables.

- Faciès particuliers (micrographies 16, 17, 18, 19 et 20)

Mais une étude entreprise sur les éprouvettes qui ont subi une austénisation à haute température 1050° à 1250° a montré des faciès plus particuliers.

Ces fractographies sont relatives aux aciers au carbone, bore et titane. Nous n'avons, pour l'instant, pas encore observé de différences entre les nuances. Elles ont été tirées de répliques prélevées dans les zones "fragiles" ou "à grain" de l'éprouvette de résilience cassée à + 60°C.

On constate l'existence dans des zones à clivage ductile (ex. photos 16, 17, 18 et 20) de zones plus ou moins étendues de surface grumeleuses ou écailleuses.

Il n'a pas encore été possible de relier l'étendue, l'importance et la fréquence de ces zones avec la température ou la durée d'austénisation.

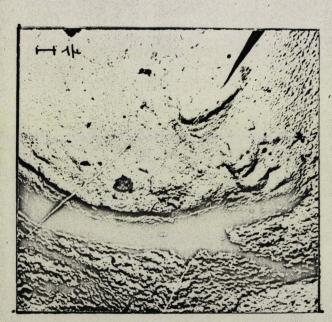
Ces microreliefs, trop petits pour être perçus en microscopie optique sur des coupes nickelées, semblent être liés à la "surchauffe" du métal. Rares, mais existant après normalisation



Acier au Carbone 1h 950° Réplique directe Cassé à + 10°



Acier au Bore 1h 1 250° Réplique directe Cassé - 190°



16 Acier au Carbone 1h 1 050° Réplique vernis/carbone Cassé + 60° (zone fragile)



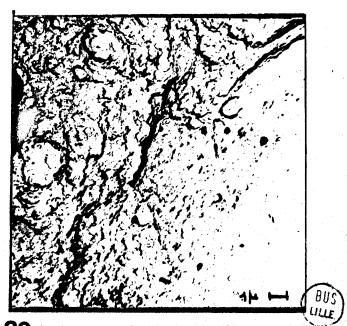
17 Acier au Carbone 1h 1250° Réplique directe Cassé + 60° (zone fragile)



18 Acier au Bore 1h 1 150° Réplique directe Cassé + 60° (zone fragile)



19 Acier au Titane 1h 1 250° Réplique directe Cassé + 60° (zone fragile)



20 Acier au Carbone 15h 1 150° Réplique directe Cassé + 60° (zone fragile)

à 850° pendant 1 heure, ils deviennent plus abondants au fur et à mesure que la température d'austénisation croît. Seule l'étude des faciès en fonction de la température d'essai de - 190° à + 200° pour des aciers ayant été austénisés à des températures supérieures à 1000° permettra peut-être de préciser ce phénomène.

c) Conclusion de l'étude microfractographique

Pour conclure cette étude microfractographique, on notera que :

- a) La rupture fragile des aciers est pratiquement toujours du type transgranulaire par clivage
- b) La présence de perlite ne semble pas modifier grandement la propagation de la rupture si ce n'est en permettant des rattrapages plus commodes et moins dispendieux en énergie, de désorientations des plans de clivages (par rapport au plan général de rupture).
- c) L'apparition d'un faciès de rupture particulier, mais mal défini, semble général sur les éprouvettes dites surchauffées. Sa nature mal connue ne permet pas encore de conclure quant à son influence sur l'énergie de rupture.
- d) Le faciès de rupture semble peu en relation avec la taille et la forme du grain farritoperlitique. L'étude faite sur des éprouvettes refroidies à 400°C/mn entre 850° et 650° après austénisation à 1000° n'a pas montré de différence sensible avec les autres faciès obtenus par des refroidissements à des vitesses plus lentes (4°C).

D) RESULTATS DE L'ETUDE ET CONCLUSION

L'étude a porté sur trois aciers du type XC38f, l'un sans addition, l'autre avec une addition de titane et le troisième avec une addition de bore et de titane.

Ces trois nuances d'aciers se sont révélées sensibles à la fragilisation par austénisation à haute température. La chûte de la résilience mesurée à + 60° a lieu entre 950° et 1050° pour les trois nuances d'acier. Le grossissement du grain d'austénite se produit surtout de 1050° à 1250°. Pour chaque température, la durée d'austénisation (entre 1/2h et 15h) a une influence négligeable sur R + 60.

Par ordre décroissant de résistance à la fragilisation par surchauffe, on peut classer les aciers comme suit :

- 1º XC38 avec addition de Titane (T)
- 2° XC38 sans addition (C)
- 3° XC38 avec addition de Bore et de Titane (B)

La résilience ne dépend pas uniquement du grain austénitique.

La structure ferritoperlitique semble par contre être le paramètre prépondérant puisque l'apparition de gros grains de perlite, puis de ferrite en aiguilles de Widmanstätten et de ferrite en liseré coïncide avec la chûte de résilience, que ces structures soient une conséquence de l'augmentation de la température d'austénisation ou de l'accroissement de la vitesse de passage entre Ar3 et Ar1.

Les études électrofractographiques et en "coupes nickelées" ont montré que la rupture fragile était essentiellement transgranulaire. La présence de perlite ne semble pas affecter radicalement la propagation de la rupture. On observe les aspects classiques de la rupture avec en plus la présence de zones grumeleuses dans la zone "à grains" des fractures des échantillons surchauffés.

Des études sont poursuivies actuellement en vue de la mise au point de traitements de restauration des propriétés de résilience.

BIBLIOGRAPHIE

- (1): J.C. DELOMEL: Doctorat 3° Cycle

 Faculté des Sciences de Lille 1969
- (2): F.R. LARSON et J. NUNES: Relationships beetwen energy, fibrosity and temperature in Charpy impact test on AISI 4343 steel.
- (3): "Les aciers au bore" Etat actuel de la question Métaux corrosion et industrie Nov.1952 p.409-434
- (4): J.R. KATTUS et C.L. DOTSON: Metal progress
 Avril 1956 p. 68-72
- (5): I. MHOFF et J. POYNTOR: Metal progress-Mars 1953 p.97-104
- (6): POTASZKIN: Mem. Sci. Rev. Mét. Janvier 1950 p.58-87
- (7): POTASZKIN et M. JASPART: Mem. Sci. Rev. Met. Mai 1951 p. 379-412
- (8): H. SCHWART ZBART et J.R. SHEENAN: Iron Age 1956 p.102-106
- (9): K.J. IRVINE, F.B. PICKERING, W.C. HESELWOOD et MAJKINS

 Journal of iron and steel-1957-p.272-280
- (10): J.R. LOW jr: Weld. J. Res. Supp. 31,253s (1952)
- (11): J.M. HODGE, R.H. FRAZIER et F.W. BOULGER: Trans AIME 215,747 (1959)
- (12): N.J. PETCH: Phil. Mag 1958 et Heslop. Petch (idem) p; 1089 à 1097 et p. 1128 à 1136
- (13): F. KAZINCZY et W.A. BACKOFEN: Trans ASM vol.53 p.55-73
- (14): E. SMITH: Int. Journal of Fract. Mechanics vol. 4 nº 2

 Juin 1968 p. 131 à 143
- (15): H.C. BURGHARD Jr et J. STOLLOF: Electron fractography
 ASTM STP 436 ASTM 1968 p. 32-58
- (16): Fracture of Structural Materials Chapitre 10 Part 5

 Tetelman Mc Evcly-John Wiley and Sons
- (17): Electron fractography Handbook A. Phillips and allied

 Janvier 1965 Techn.Report ML-IDR 64416

 (Clearing house AD 612 912)

- (18): Deformation of pearlite ferrite structures K.W.BURNS F.B. PICKERING - JISI Nov.1964 p.899-906
- (19): A.P. TURKALO: Morphologie of Brittle fracture in pearlite

 Banite and Martensite Trans. AIME-vol.218

 Fevrier 1960 p. 24 à 30
- (20): E.C. BAIN et H.W. PAXTON: Eléments d'addition dans l'acier Dunod éditeur
- (21): LEAN, PLATEAU, CRUSSARD: Mem.Sci. Rev. Met. 1959 n°4 p. 427-452
- (22): CRUSSARD et allied: Mem. Sci. Rev. Met. 1956 nº6 p.427-460
- (23) : ADENIS Blanchard : "Fragilité et Fragilisation" Dunod
- (24): I.J. VAN DER TOORN, J. MERSNER, W.A. DERUNG et A.J. VAN RIEMSDIJK JISI Janvier 1968 p.50-59
- (25): M. HENRY et PLATEAU: La microfractographie (Tomes 1et2)
 Editions "Metaux"
- (26): R.GUENOT (Air Liquide), I. MOLIEXE (1968-Contrat DGRST nº 65-00-071-00-212-75-01) et J.RACINET: Critères de propagation des fissures fragiles dans les tôles à très basse température.
- (27): J.A. RINEBOLT et W.J. HARRIS Jr: Trans ASM vol.44 (1952)
 p.225: Comparaison of the effects of alloging elements on the lower and upper trans-
- ition temperatures in pearlite steels
- (28): G. POMEY et M. GRUMBACH: Contribution à l'étude de l'essai de résilience et de la rupture fragile. Mem.Sci. Rev. Met. LXIII nº9 1966 P. 709 à 729
- (29): U. LINDBORG: Trans. ASM Vol. 61 (3) Sept. 1968
 p. 500 à 504 Morphology of fracture in pearlite