

50.376  
1969  
99

# THESE

PRESENTEE

A LA FACULTE DES SCIENCES  
DE L'UNIVERSITE DE LILLE

POUR OBTENIR LE TITRE DE  
DOCTEUR TROISIEME CYCLE

PAR

JEAN-CHARLES DELOMEL

Licencié és Sciences

ETUDE DE L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS  
DE RECUIT SUR LE COMPORTEMENT STRUCTURAL  
DE TROIS ACIERS XC38f

SOUTENUE LE

DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN

PRESIDENT: M. MONTARIOL

EXAMINATEURS M. BEGUIN  
M. PERROT

INVITE: M. RAMBEAUD



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

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 MM. Jacques BONTE et Guy PLUVINAGE.

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

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

## INTRODUCTION

### 1° PARTIE

Etude de la variation du grain gamma avec la température et le temps.

#### A) INTRODUCTION

- 1°) Définition du grain d'austénite
- 2°) Intérêt de son étude

#### B) COMPOSITION CHIMIQUE ET STRUCTURALE DES TROIS ACIERS XC38

##### ETUDIES

#### C) MISE EN EVIDENCE DU GRAIN D'AUSTENITE

- 1°) Rappel des principales méthodes
  - a) Méthode par cémentation (MAC QUAID et EHN)
  - b) Méthode par oxydation (KOHN)
  - c) Attaque au réactif de BECHET-BEAUJARD
- 2°) Détermination de l'indice
- 3°) Modes opératoires et résultats donnés par ces méthodes
  - a) Méthode par cémentation
  - b) Méthode par oxydation
  - c) Attaque au réactif Béchet-Beaujard
  - d) Conclusions et choix de la méthode

#### D) ETUDE DE LA VARIATION DU GRAIN GAMMA AVEC LA TEMPERATURE

- 1°) Aménagement de la méthode de Kohn
- 2°) Etablissement d'histogrammes
- 3°) Résultats
  - a) Acier au carbone
  - b) Acier au bore
  - c) Acier au Titane
- 4°) Relation entre l'histogramme et le comptage direct
- 5°) Conclusion

.../...

## E) ETUDE DE LA VARIATION DU GRAIN GAMMA AVEC LE TEMPS

- 1°) Choix des températures et des temps
- 2°) Résultats
  - a) Maintien à 850°C
  - b) Maintien à 1000°C
  - c) Maintien à 1150°C
- 3°) Conclusions
- 4°) Mécanisme du grossissement du grain - Rôle des inclusions

## II° PARTIE

Etude de la variation de la structure alpha avec la température et le temps

### A) Introduction

### B) Mode opératoire

### C) Etude de la variation de alpha avec la température

- 1°) Acier au carbone
- 2°) Acier au bore
- 3°) Acier au titane
- 4°) Conclusion

### D) Etude de l'influence du temps de maintien sur la structure de recuit

- 1°) Recuit à 850°C
- 2°) Recuit à 1 000
- 3°) Recuit à 1 150
- 4°) Conclusion

### E) Relation grain gamma - grain alpha

## III° PARTIE

Evolution des structures avec la vitesse de refroidissement après recuit.

### A) Introduction

### B) Mode opératoire

### C) Evolution des structures avec la vitesse de refroidissement

- 1) Diagramme de transformation en refroidissement continu
- 2) Domaines morphologiques de la ferrite
- 3) Morphologie de la perlite
- 4) Grain austénitique de départ
- 5) Etude des structures obtenues
  - a) Acier C
  - b) Acier B
  - c) Acier T
  - d) Evolution de la perlite
- 6) Conclusion

#### IV° CONCLUSIONS GENERALES

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

Les travaux dont nous allons exposer les résultats ont eu pour point de départ la recherche des causes de fragilisation d'un acier au bore. En effet, après un traitement de chauffage avant forgeage, l'acier accusait une baisse de résilience de 60 %. La première hypothèse retenue était l'influence importante de la taille du grain sur le déplacement vers les températures plus élevées de la courbe résilience-température d'essai.

Ceci nous a conduit à étudier le grossissement du grain gamma et à essayer de relier le grain ferrito-perlitique existant à température ambiante avec le grain gamma existant à haute température. Enfin nous avons étudié l'influence de la vitesse de refroidissement après austénisation sur les structures micrographiques obtenues.

Notre travail se divisera donc en trois parties :

- 1° partie : Etude de la variation du grain gamma avec la température et le temps
- 2° partie : Etude de la variation du grain alpha avec la température et le temps ; sa relation avec le grain gamma
- 3° partie : Etude de l'influence de la vitesse de refroidissement sur le grain ferritique après austénisation.

## I Partie - ETUDE DE LA VARIATION DU GRAIN GAMMA AVEC LA TEMPERATURE ET LE TEMPS.

### A) INTRODUCTION

#### 1°) Définition du grain d'austénite

Le grain d'austénite de l'acier, connu également sous les noms de grain gamma et de grain à chaud, est celui dont l'élément est l'individu cristallin de la solution solide gamma ou austénite existant au-dessus du point de transformation  $A_3$  de l'acier. Il ne s'agit donc pas du grain que l'on observe normalement, par examen micrographique, sur l'échantillon à la température ordinaire.

#### 2°) Intérêt de son étude

Un grand nombre de propriétés physiques varient en fonction de la dimension du grain d'austénite. A un plus gros grain correspond une plus grande aptitude à l'usinage et une plus forte capacité de trempe, mais aussi une moins bonne résilience. Par contre, les aciers à grains fins ont dans l'ensemble une limite élastique et un allongement de rupture plus élevés et une meilleure résilience.

Le grain austénitique est donc une caractéristique importante de l'acier, ayant notamment des répercussions sur les traitements thermiques et leurs résultats ainsi que sur les propriétés mécaniques obtenues après traitement ; sa dimension est conditionnée par le service ultérieur de l'acier.

### B) COMPOSITION CHIMIQUE ET STRUCTURALE DES TROIS ACIERS XC38

Nous avons étudié trois aciers XC38, dont l'un contenait du bore. L'élaboration des aciers au bore ne diffère pas de celle des aciers classiques, tout au plus y a-t-il lieu de prendre quelques précautions pour que le bore ajouté en très faible quantité soit efficace.

.../...

Il faut tout d'abord que l'acier auquel il est ajouté soit soigneusement désoxydé et dénituré : on met l'azote en combinaison avec du titane et on fixe l'oxygène par l'aluminium. Le bore est alors ajouté sous forme de "Graïnal".

Afin de connaître l'influence du bore et du titane présents dans l'acier XC38B, nous avons étudié un XC38C qui n'a pas eu d'addition de bore et un XC38T qui a une teneur en titane du même ordre de grandeur que celle de l'acier au bore.

Ces trois aciers ont la composition chimique suivante :

ELEMENTS % en poids	XC38B	XC38C	XC38T
C	0,362	0,370	0,403
Mn	0,734	0,636	0,873
Si	0,155	0,225	0,241
S	0,029	0,042	0,030
P	0,016	0,017	0,022
Ni	0,040	0,080	0,084
Cr	0,048	0,104	0,149
Mo	0,005	0,017	0,033
Cu	0,059	0,094	0,120
Sn	0,005	0,009	0,010
Al	0,074	0,016	0,072
Ti	0,049	0,002	0,018
B	0,0023	Abs	Abs

Ce sont trois aciers élaborés au four MARTIN. A l'état brut de laminage, l'examen micrographique fait apparaître la classique structure ferrito-perlitique. La structure est à grain fin, l'indice se situe entre les numéros 7 et 8 pour l'acier C et pour l'acier B, entre 8 et 9 pour l'acier T<sub>1</sub> (Pl : 1)  
On constate aussi une structure en bandes due au laminage.

### C) MISE EN EVIDENCE DU GRAIN AUSTENITIQUE

#### 1°) Rappel des principales méthodes

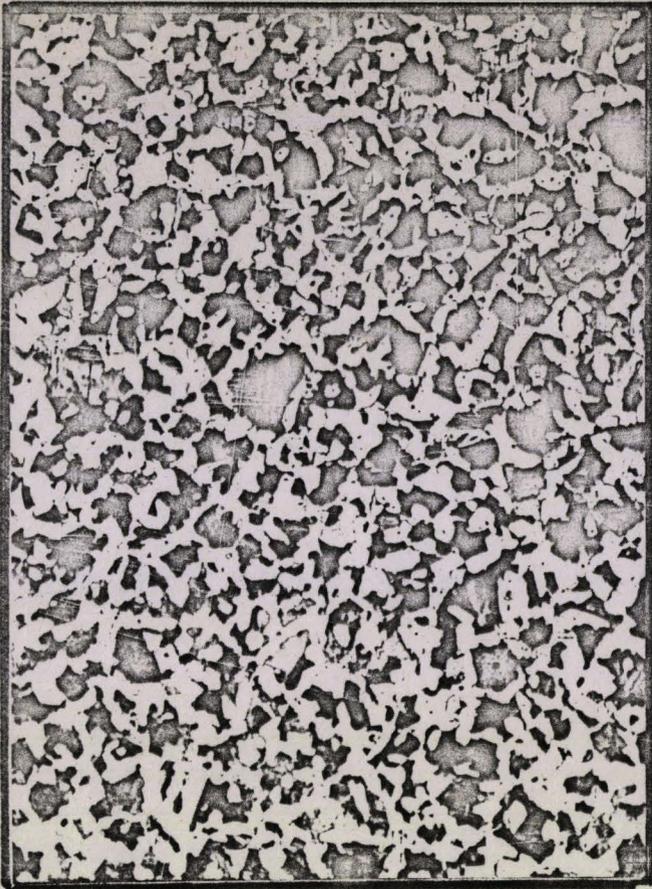
Divers procédés ont été utilisés pour mettre en évidence à froid le contour de ce qui était le grain d'austénite existant à chaud. Dans le cas d'un acier hypereutectoïde, le contour du grain gamma est dessiné par le liseré de cémentite formée par refroidissement lent dans les joints de grain de l'austénite. Lorsque l'acier est hypoeutectoïde, le liseré de ferrite est trop épais pour permettre de retrouver avec certitude le contour du grain gamma d'origine. On a alors recours aux méthodes suivantes, parmi d'autres très nombreuses.

#### a) Méthode par cémentation (MAC QUAID et EHN)

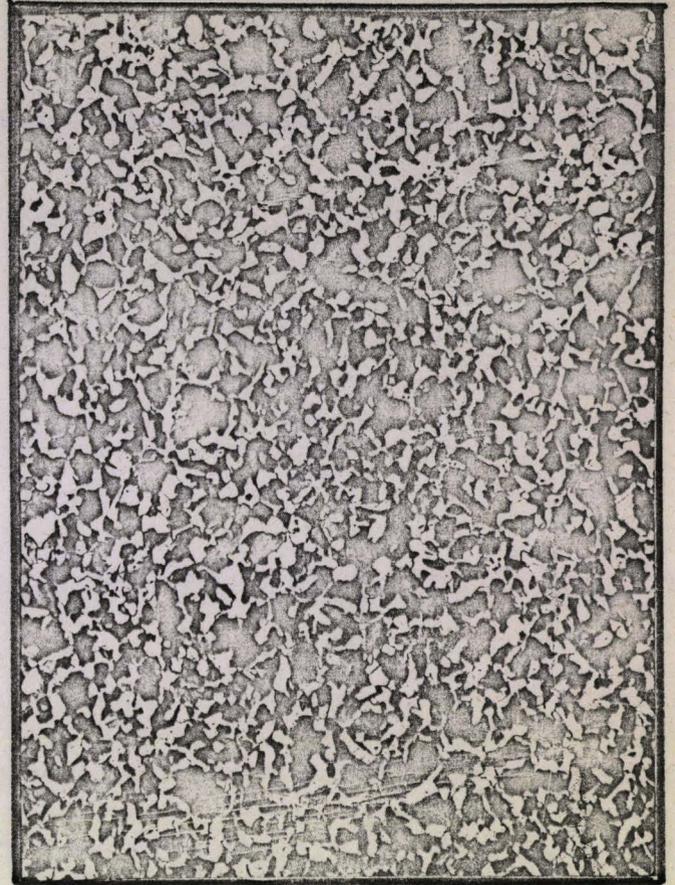
Elle consiste à cémenter les échantillons à 925°C pendant 8 heures dans un produit cémentant donnant une zone hypereutectoïde (par exemple, le mélange de Caron : 60% charbon de bois et 40% de carbonate de Baryum) (1). Le refroidissement, après cémentation, doit être assez lent pour obtenir une structure perlitique (20-25°/h). Cette méthode est encore actuellement une des plus employées.

#### Inconvénients :

La dimension du grain d'austénite d'un acier dépend de la température et de la durée d'austénisation à laquelle il a été soumis ; un diagramme à trois dimensions est donc nécessaire pour représenter les variations de la grosseur du grain d'austénite en fonction de ces deux facteurs. Or la méthode de MAC QUAID et EHN ne fournit qu'un point unique de ce diagramme.

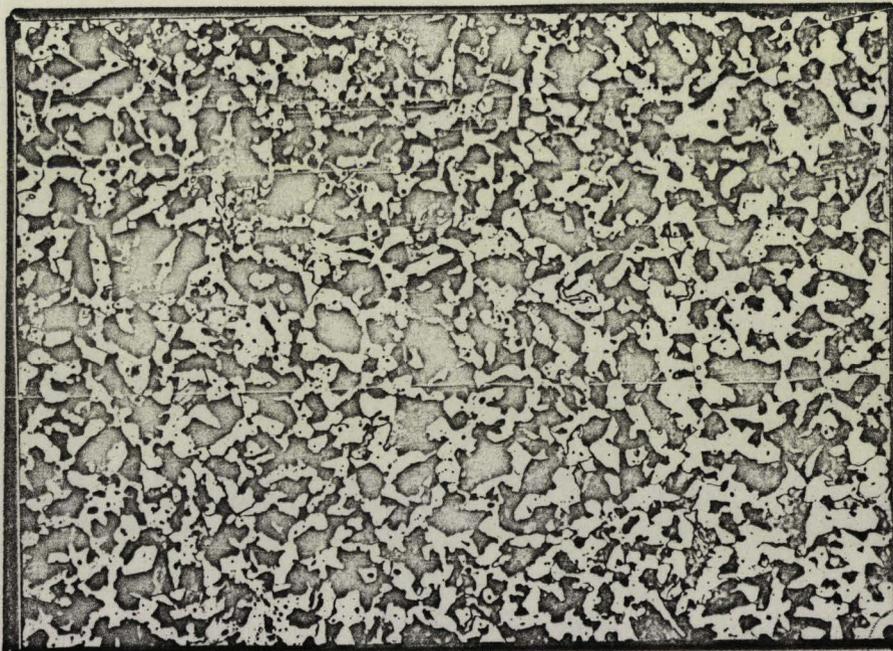


Acier B



Acier T

X 100



Acier C

X 100

US  
LIFE

D'autre part, la diffusion du carbone dans l'acier modifie la cinétique de croissance des grains d'austénite. Le traitement thermique est long, et malgré la normalisation de l'essai, les conditions de chauffage peuvent varier suivant les conditions techniques de l'opération.

b) Méthode par oxydation ou méthode de Kohn

Elle a été mise au point pour remédier aux défauts de la méthode par cémentation.(2)

La présence dans le métal d'une faible quantité d'oxygène peut modifier la susceptibilité du métal à l'attaque par certains réactifs acides.

Comme l'oxygène s'insinue préférentiellement le long des joints des grains d'austénite, ce phénomène permet de révéler la position de ceux-ci. Cette méthode permet d'explorer le domaine gamma en durées et en températures de recuit.

c) Attaque au réactif de Béchet-Beaujard

Un réactif micrographique, composé d'une solution aqueuse saturée d'acide picrique additionnée de 0,5% de Teepol peut être utilisé avec la plupart des aciers trempés et revenus pour mettre en évidence les joints des grains austénitiques existant lors de la dernière transformation gamma-alpha (3)

Il suffit donc de tremper l'acier après austénisation et de l'attaquer au réactif.

2°) Détermination de l'indice

a) Définition

La grosseur du grain est caractérisé par un indice. Il existe trois systèmes d'indice.

- L'indice ASTM américain
- L'indice JKM suédois
- L'indice AFNOR français

Nous avons utilisé l'indice AFNOR, tel que le recommande la norme AOH-102.

.../...

Le système français défini par cette norme s'apparente au système américain. Il en utilise le principe (nombre de grains par unité de surface) et l'échelonnement en progression géométrique de base 2 et de raison 2. Toutefois, alors que dans le système américain l'indice  $G = 1$  correspond à  $N=1$  grain par pouce carré d'image au grossissement 100, dans le système français, l'indice  $G=1$  correspond à 16 grains par  $\text{mm}^2$  de métal. En fait, ces deux échelles sont pratiquement équivalentes.

b) Détermination

Sur le verre dépoli du microscope, on décalque au grossissement 100 la surface de l'échantillon à l'intérieur d'un cercle de  $5\ 000\ \text{mm}^2$  de surface.

On compte alors :

- le nombre de grains complètement à l'intérieur du cercle, soit  $n_1$
- le nombre de grains coupés par le cercle, soit  $n_2$

Le nombre total conventionnel de grain observés sur l'image est donc :

$$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2}$$

On en déduit le nombre de grains par  $\text{mm}^2$  de surface de l'éprouvette

$$N = 2n_{100}$$

Dans le cas d'un grossissement  $g$  différent de 100, on pose

$$K = \frac{g}{100}$$

et le nombre de grains par  $\text{mm}^2$  de métal de surface de l'éprouvette devient :  $N = 2K^2 n_g$

L'indice  $G$  de la grosseur du grain est alors donné par

$$N = 16 \times 2^{G-1} \quad \text{soit } G = \frac{\text{Log } N}{0,301} - 3$$

Le grossissement  $g$  est choisi de manière que la surface de  $5\ 000\ \text{mm}^2$  ne contienne pas moins de 50 grains.

.../...

3°) Modes opératoires et résultats donnés par ces méthodes

a) Méthode par cémentation

Nous avons effectué l'essai de cémentation tel que le recommande la norme NF AOH - 301

Les échantillons sont noyés dans un ciment contenu dans une boîte en acier réfractaire. La boîte est lutée avec du ciment réfractaire. Les éprouvettes refroidies sont coupées selon un plan transversal perpendiculaire au grand axe. Une des deux faces de la coupe est polie et attaquée. La cémentite précipitée dans les joints de grains d'austénite est mise en évidence par une attaque au picrate de sodium chaud.

L'essai a été effectué avec une vitesse de montée en température de 2°5C/mn entre 650°/850° suivi d'une vitesse de refroidissement de 9°0C/mn.

Les trois aciers se sont comportés différemment. L'acier au carbone est de loin le plus sensible au grossissement du grain  $G = 4/5$ . L'acier au bore et l'acier au titane se comportent d'une manière satisfaisante  $G = 7/8$ .

b) Méthode de Kohn

Des premiers essais nous permettront de relier l'essai KOHN à l'essai de cémentation. La méthode consiste à austéniser dans une atmosphère neutre (argon) l'échantillon préalablement poli et à réaliser en fin d'opération une oxydation de très courte durée. Après trempe et polissage, une attaque par un réactif convenable révèle les joints des grains de l'ancienne austénite qui sont davantage creusés que la matrice. Kohn fait passer l'air comprimé pendant 30 secondes à 1 minute aux températures inférieures à 950°C et de 10 à 30 secondes aux températures plus élevées.

Choix du réactif d'attaque

L'attaque peut être effectuée avec les réactifs habituels le nital et le picral ; ils ont cependant l'inconvénient de faire apparaître la structure martensitique des grains et, dans certains cas, de donner des colorations plus ou moins

foncées, d'une plage à l'autre ; ces variations de teintes, surtout visibles à faible grossissement, peuvent gêner pour l'appréciation de la dimension des grains.

Le réactif de Villela  $\left\{ \begin{array}{l} \text{Acide picrique 1 g} \\ \text{Acide chlorhydrique 5 cc} \\ \text{Alcool éthylique 100 cc} \end{array} \right.$

est celui qui donne les meilleurs résultats. Nous l'avons utilisé pour tous les échantillons.

Essai Kohn 8 h 925°C

Nous avons effectué des essais après un maintien de 8h à 925°C, avec une vitesse de montée en température sensiblement égale à celle de l'essai de cémentation ( $V = 1^\circ\text{C } 5/\text{mn}$ ).

Nous avons trouvé les indices suivants :

Acier au bore  $9 < G < 10$

Acier au carbone  $8 < G < 9$

Acier au titane  $9 < G < 10$

Nous obtenons des résultats totalement différents des précédents, malgré des traitements thermiques semblables. De même que KOHN (2), on est donc conduit à penser que l'introduction de carbone au cours d'une cémentation de huit heures favorise le grossissement de grain. Néanmoins, on remarque que dans chacun des deux essais, l'acier T et l'acier B ont un même indice tandis que l'acier au carbone a toujours un indice plus faible.

### c) Attaque au réactif de Béchet-Beaujard

Nous avons utilisé les échantillons qui ont servi à la détermination du grain par la méthode de Kohn. Ils ont donc subi un maintien de 8h à 925°C suivi d'une trempe. Ce réactif donne de bons résultats pour l'acier au carbone et l'acier au titane mais ne donne aucun résultat pour l'acier au bore.

Ceci est en accord avec P.A. JACQUET et R. CAPELLE (4) qui utilisent cette anomalie pour distinguer un acier contenant du bore d'un acier n'en contenant pas.

.../...

Nous obtenons pour : l'acier au Titane  $G = 8$   
 l'acier au Carbone  $G = 7/8$

d) Conclusion et choix de la méthode

Si nous rassemblons les résultats acquis, nous obtenons :

Acier	Cémentation	Kohn	B. BEAUJARD
B	$7 < G < 8$	$9 < G < 10$	—
C	$4 < G < 5$	$8 < G < 9$	$7 < G < 8$
T	$7 < G < 8$	$9 < G < 10$	8

Nous remarquons la très grande disparité des résultats. Aucune méthode ne donne les mêmes indices. Néanmoins, nous obtenons toujours un grain plus gros pour l'acier au carbone C. Pour étudier la variation de la taille du grain d'austénite en fonction de la température et du temps, nous ne pouvons utiliser que la méthode de Kohn. D'une part, la détermination par cémentation ne nous donne qu'un point du diagramme, Indice-température-temps, d'autre part l'attaque au réactif de Béchet Beaujard se révèle être inefficace pour l'acier au bore.

D) ETUDE DE LA VARIATION DU GRAIN GAMMA AVEC LA TEMPERATURE

1°) Aménagement apporté à la méthode de Kohn

Après les premiers essais, il s'est avéré que les échantillons portés à 1 250°C étaient fortement oxydés après passage d'air comprimé. D'autre part, on risque d'introduire un paramètre supplémentaire en faisant une oxydation à température non contrôlée. Devant ces problèmes, nous avons été amenés à opérer en deux temps. On porte à la température d'austénisation désirée les échantillons dans un premier four, puis le temps d'austénisation étant écoulé, on les amène rapidement dans un second four à température de 950°C. Le maintien dans ce deuxième four est de 30 mn. On oxyde alors l'échantillon par passage d'air comprimé pendant 50 secondes ; ce temps permet d'avoir un réseau de joints visibles et évite une oxydation trop poussée de l'échantillon.

2°) Etablissement des histogrammes.

Lors du grossissement de grain, il peut apparaître sur les échantillons des zones de grain mixte : une plage de gros grains voisine avec une plage de grains fins. On ne peut caractériser le grain par un indice, mais par deux ou même plusieurs indices. Il a alors été jugé nécessaire de tracer les courbes approximatives de la densité de probabilité donnant la population de chaque classe de grain. La méthode la plus précise mais la plus longue est la planimétrie par pesée. Nous avons préféré utiliser des gabarits. Cette méthode est certes moins précise que la planimétrie par pesée mais beaucoup plus rapide. Les gabarits circulaires avaient une surface échelonnée de  $1,57 \text{ mm}^2$  à  $25\,722 \text{ mm}^2$ , le carré des diamètres étant une progression géométrique de base 2 et de raison 2. Chaque gabarit correspond ainsi à une classe de grains dans l'échelle AFNOR. Connaissant le grossissement avec lequel on travaille, il est facile de trouver la surface réelle du grain.

A la place des histogrammes, nous avons tracé la courbe approximative de la densité de probabilité (fig.1). Cette courbe est tracée point par point, chaque point ayant pour abscisse la surface d'une population et pour ordonnée la densité de cette population. Ce mode de représentation permet d'alléger et de clarifier les figures.

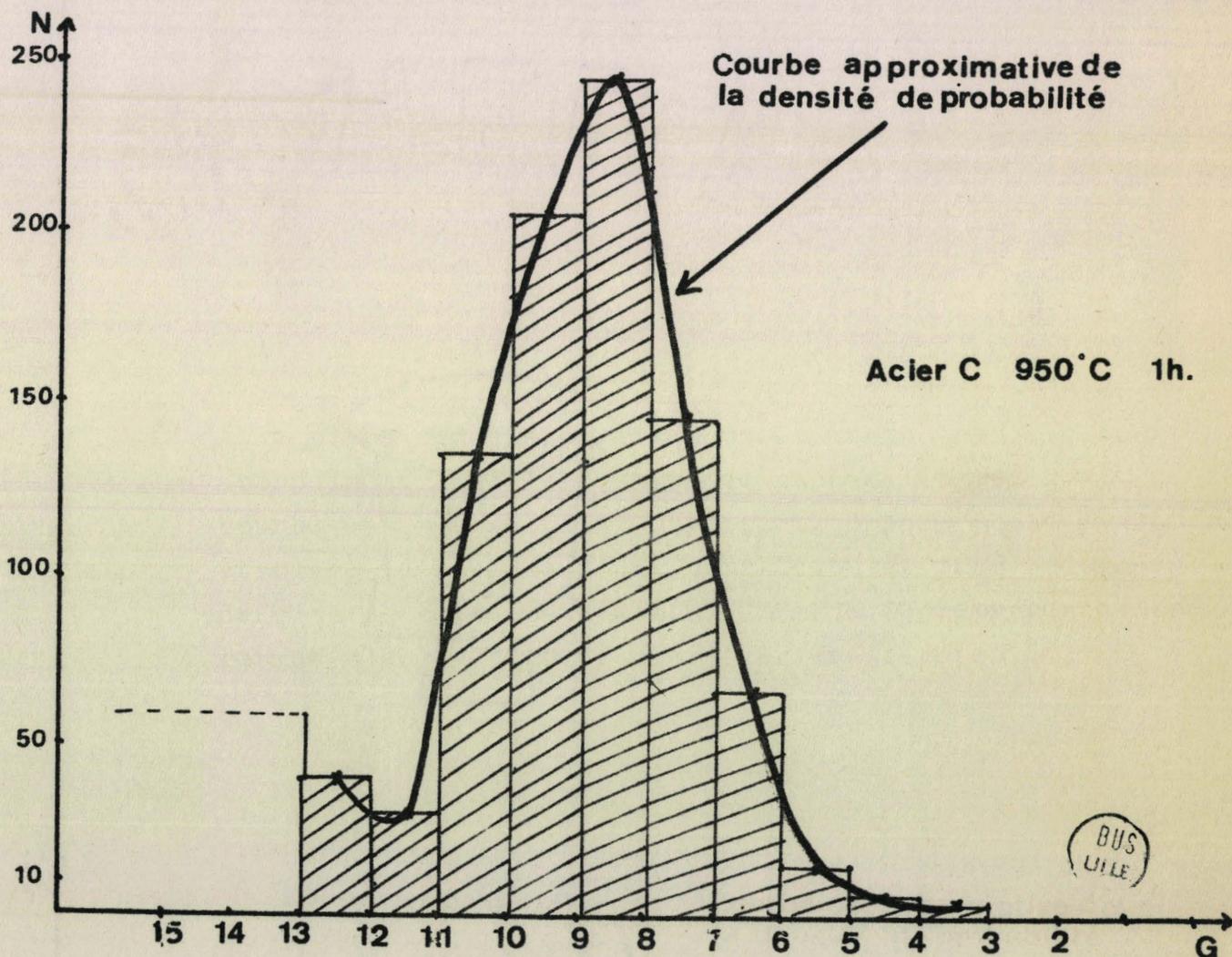


Fig.1

Chaque courbe a nécessité un comptage dépassant le millier de grains. Des comptages sur 300 grains ont donné en population un écart maximal de 20% par rapport au comptage sur 100 grains. Des comptages sur 600 grains ont abaissé cet écart à 10%. Nous avons donc jugé nécessaire de compter au moins 1 000 grains.

### 3°) Résultats

#### a) Acier au carbone C (fig.2)

Nous avons procédé aux essais suivants :

- Austénisation de 1 heure à 950°C - Echantillon C2B1
- Austénisation de 1 heure à 1050°C - Echantillon C3B1
- Austénisation de 1 heure à 1150°C - Echantillon C4B1
- Austénisation de 1 heure à 1230°C - Echantillon C5B1

Chaque austénisation a été suivie d'un maintien de 30 mn à 950°C puis d'une oxydation de 50 sec. et enfin d'une trempe. La vitesse de montée en température mesurée entre 650 et 850°C variait de 30 à 60°C/mn.

- Echantillon C2B1 austénisé à 950°C

La courbe met en évidence les points suivants :

- Maximum très accusé entre les indices 8 et 9 (250/00)
- 60 grains sur 1 000 ont un indice supérieur à 13
- L'indice le plus bas situé entre 3 et 4 a une très faible population (2/00)

- Echantillon C3B1 austénisé à 1 050°C

Le maximum entre les indices 8 et 9 existe toujours mais il est moins accusé (190/00). La population de grains dont l'indice est supérieur à 13 existe toujours à 70/00.

L'indice le plus bas situé entre 3 et 4 a une population qui a augmenté (10/00)

- Echantillon C4B1 austénisé à 1 150°C

Le maximum s'est nettement déplacé vers les gros grains, il passe entre les indices 5 et 6 avec une population de 175/00. Une population de petits grains (65/00) a un indice supérieur à 11. L'indice le plus bas est maintenant 1 et 2 avec une population de 5/00.

.../...

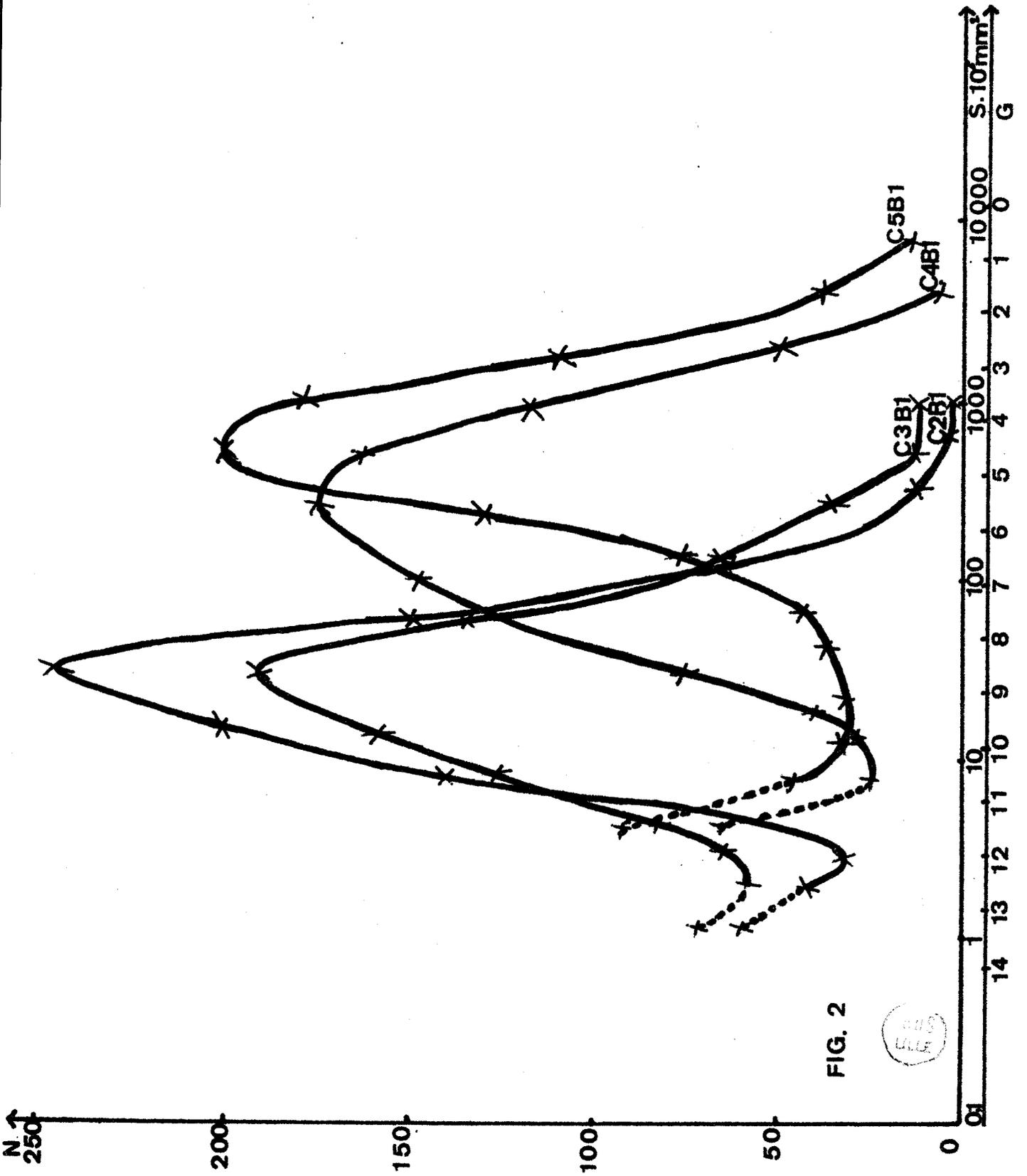


FIG. 2



- Echantillon C5B1 austénisé à 1 230°C

Le maximum s'est déplacé entre les indices 4 et 5 avec une population de 175/00. Il y a toujours des petits grains dont l'indice est supérieur à 11 et dont la population est de 90/00. L'indice le plus bas s'est déplacé entre 0 et 1 avec une population de 10/00.

b) Acier au bore B (Fig. 3)

- Echantillon B2B1 austénisé à 950°C

Il révèle une structure assez hétérogène : il y a des petits grains d'indice supérieur à 14 et dont la population est de 120/00. Le maximum se situe entre les indices 9 et 10 avec une population de 180/00. L'indice le plus bas se situe entre les numéros 5 et 6 avec une population de 1/00.

- Echantillon B3B1 austénisé à 1 050°C

Les petits grains d'indice supérieur à 11 ont une population de 115/00. Le maximum se décale entre les indices 8 et 9, avec une population de 180/00, il s'étale largement dans le domaine des gros grains où l'indice le plus bas se situe entre 0 et 1. Le grossissement de grain commence.

- Echantillon B4B1 austénisé à 1 150°C

Il y a un déplacement très important du maximum entre les indices 4 et 5. Ce maximum représente en population 165/00. La population de grains d'indice supérieur à 11 existe toujours, celle de gros grains est pratiquement inchangée.

- Echantillon B5B1 austénisé à 1 230°C

Il ne présente pratiquement aucune différence avec l'échantillon précédent.

c) Acier au Titane T (Fig. 4)

Là encore, on a procédé aux mêmes essais.

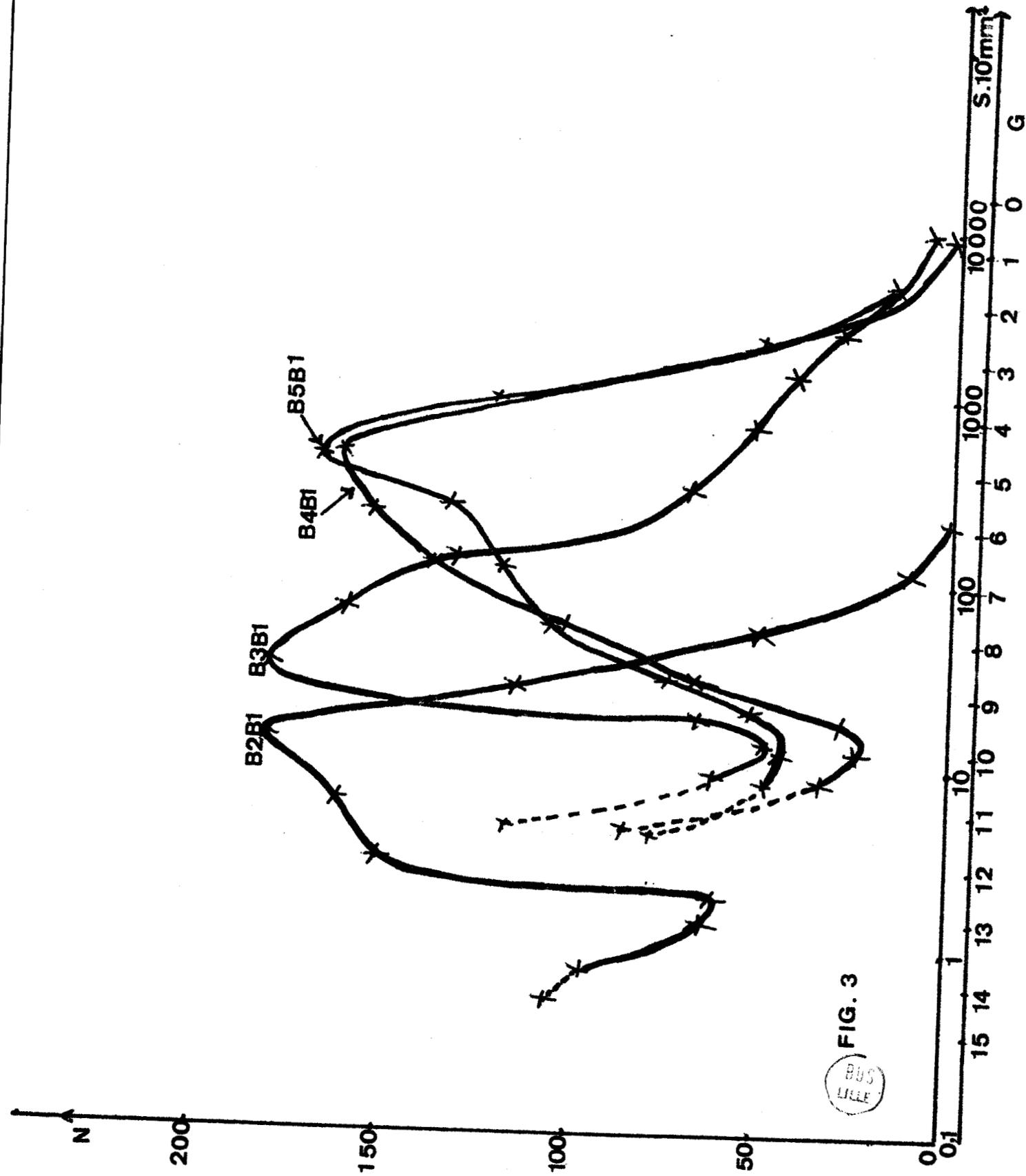


FIG. 3  
BUS LILLE

- Echantillon T2B1 austénisé à 950°C

Le maximum est situé entre les indices 10 et 11 avec une population de 225/00. Population de petits grains de l'ordre de 75/00 dont l'indice est supérieur à 14. Les plus gros grains ont un indice entre 6 et 7 avec une population de 2/00.

- Echantillon T3B1 austénisé à 1 050°C

Le maximum se décale entre les indices 9 et 10 avec une population de 170/00. Population de petits grains de l'ordre de 95/00 d'indice supérieur à 14. Les plus gros grains ont maintenant un indice entre 4 et 5 avec une population de 1/00.

- Echantillon T4B1 austénisé à 1 150°C

Le maximum s'est décalé entre les indices 7 et 8 avec une population de 170/00. Les petits grains ont un indice supérieur à 11.

- Echantillon T5B1 austénisé à 1 230°C

Il existe toujours une population de grains d'indice supérieur à 11, mais le maximum s'est décalé entre les indices 5 et 6.

#### 4°) Relation entre l'histogramme et le comptage direct sur microscope

On peut relier l'indice donné par l'histogramme à celui donné par comptage simple sur microscope.

La norme AFNOR conseille de travailler avec un grossissement tel que la surface examinée contienne au moins une cinquantaine de grains. Cependant même dans le cas d'un acier à grain mixte, on retrouve avec une approximation satisfaisante l'indice donné par l'histogramme si on effectue le comptage sur un assez grand nombre de grains (au moins 200).

ex : T3B - Indice donné par l'histogramme :  $G = 9/10$

- Indice donné par comptage direct :  $G = 9,6$

dans le cas d'échantillons normalisés à 850°C (T1B, C1B, B1B) pendant 1 heure, nous avons obtenu  $G = 10/11$  pour l'acier T,

.../...

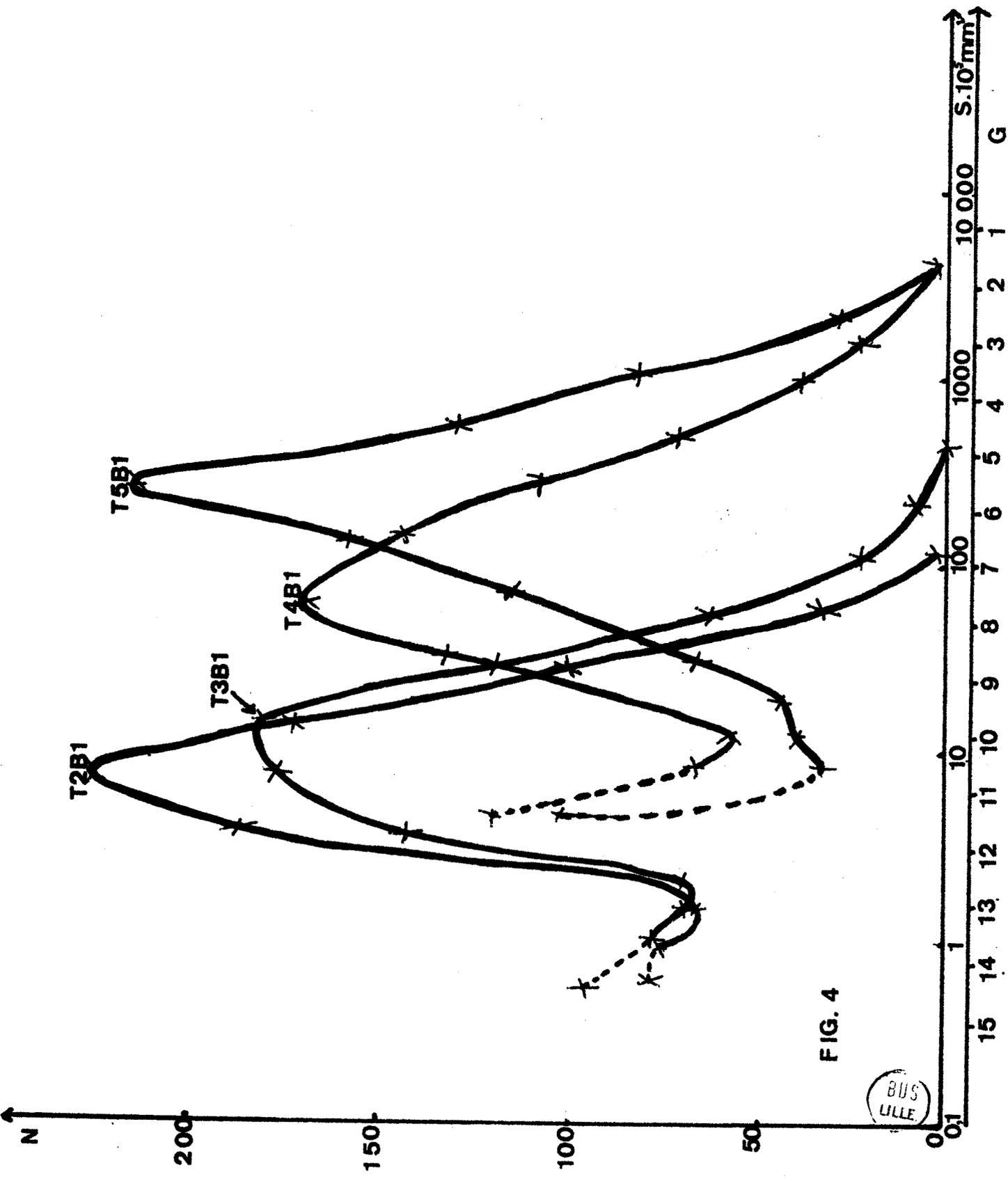


FIG. 4



9/10 pour l'acier B et 8/9 pour l'acier C. Le grain particulièrement homogène se prêtait facilement à la détermination par comptage direct.

5°) Conclusion

Nous pouvons maintenant tracer la courbe donnant l'indice le plus probable en fonction de la température de recuit (Fig. 5) et planches 2-3

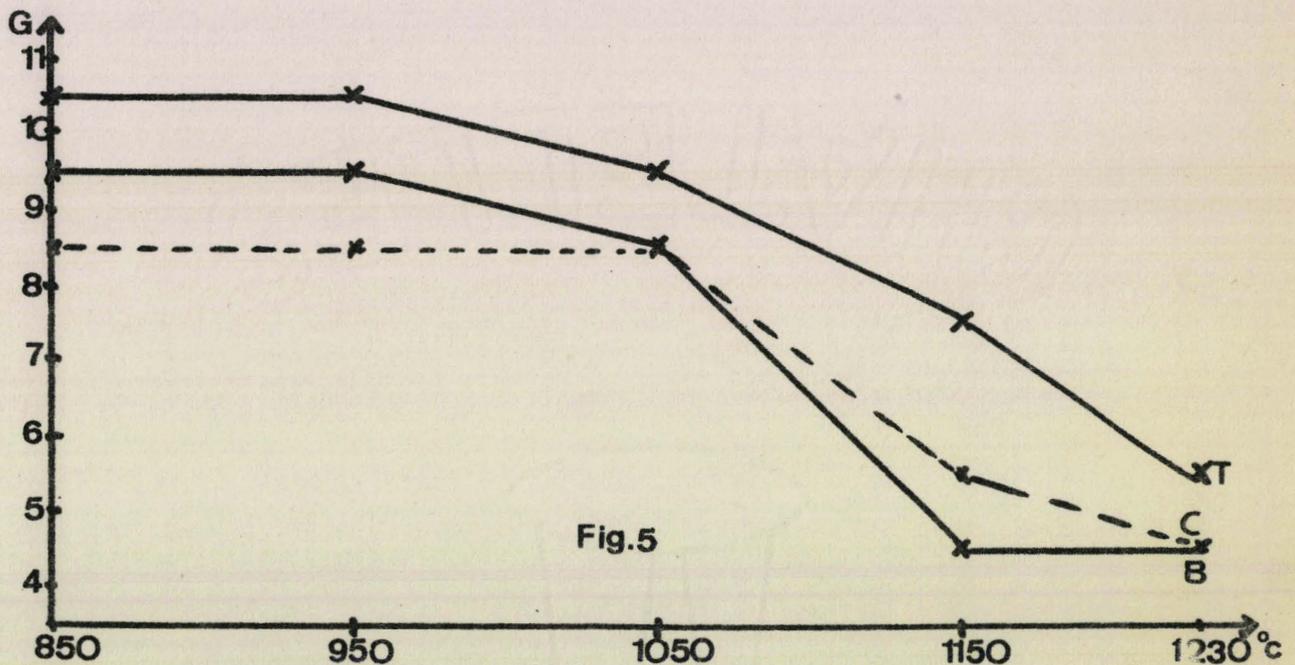


Fig.5

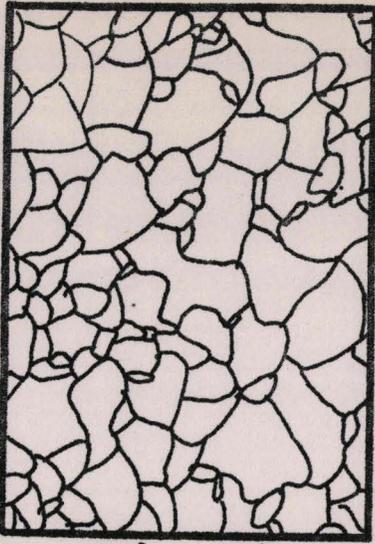
On remarque que :

- jusqu'à 1050°C, les aciers ont un grain fin
- c'est seulement au-dessus de 1050°C que le grossissement de grain commence

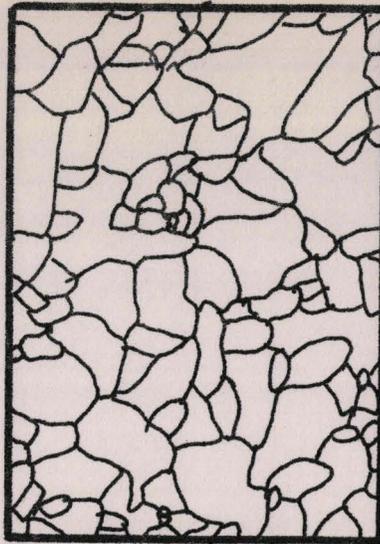
Le grain de l'acier au bore est déjà grossi dès 1150°C, tandis que celui de l'acier C plus fin à 1150°C grossit encore à 1230°C pour avoir le même indice que l'acier au bore :  $G = 4/5$ . L'acier au Titane a un grain plus fin au départ qui évolue aussi au-dessus de 950°C, mais il reste toujours plus fin que celui des deux autres aciers.

Grossissement du grain gamma  
G X400

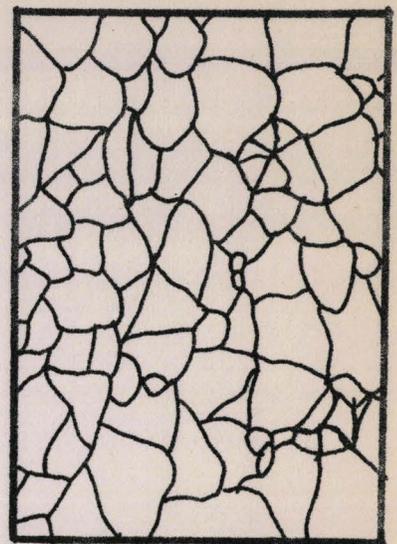
Acier B



850°C 10/9

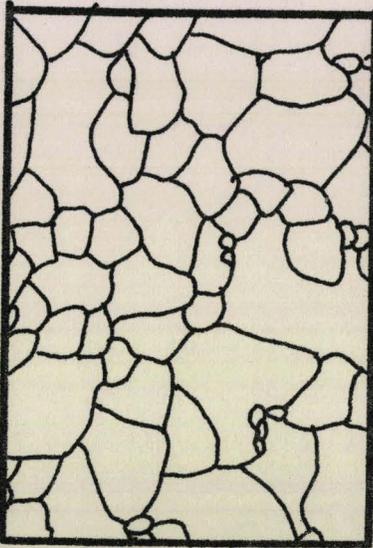


950°C 10/9

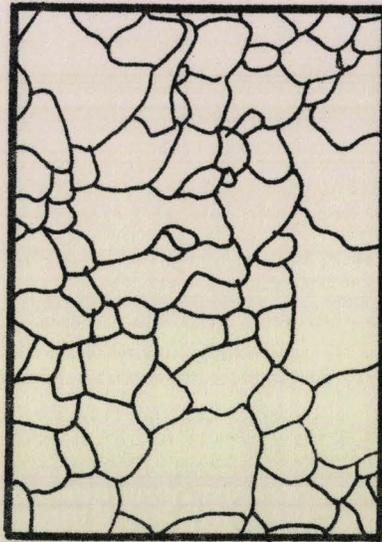


1050°C 10/9

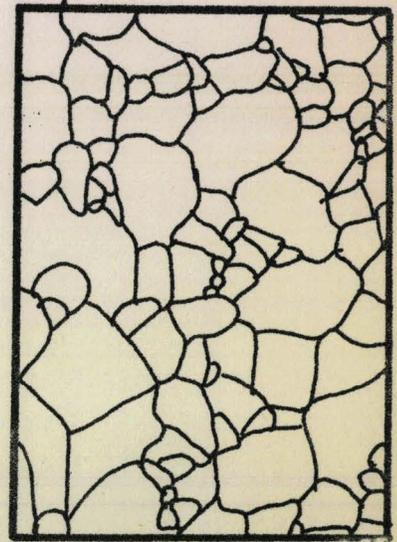
Acier C



850°C 8/9

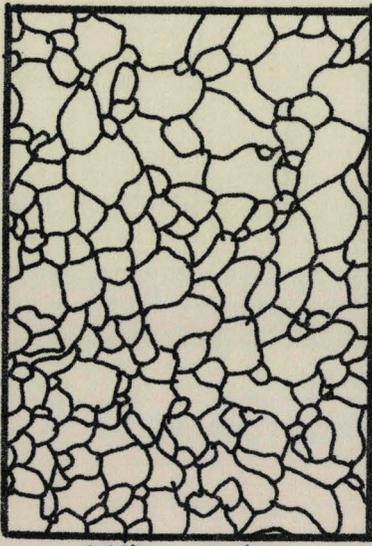


950°C 8/9

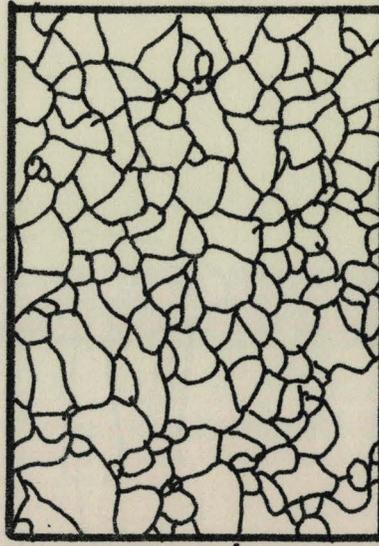


1050°C 8/9

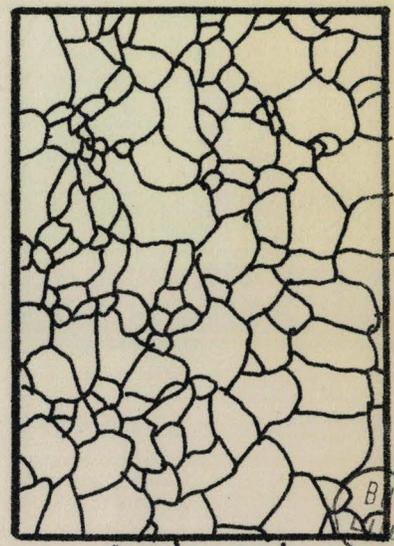
Acier T



850°C 11/10



950°C 11/10



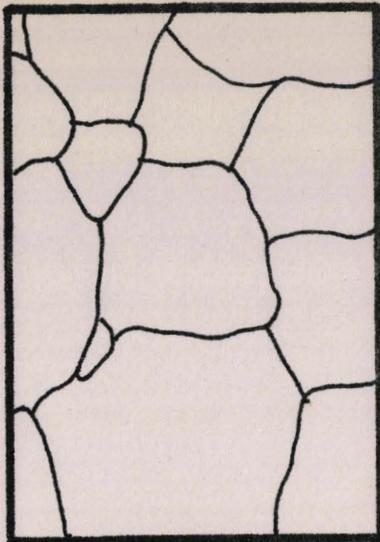
1050°C 10/9

Durée du maintien : 1 heure.

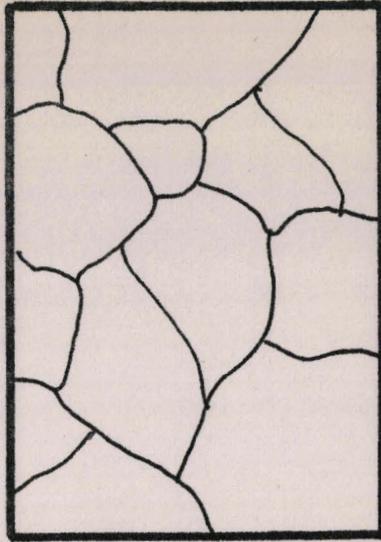
B  
S  
C

Grossissement du grain gamma  
G X 400

Acier B

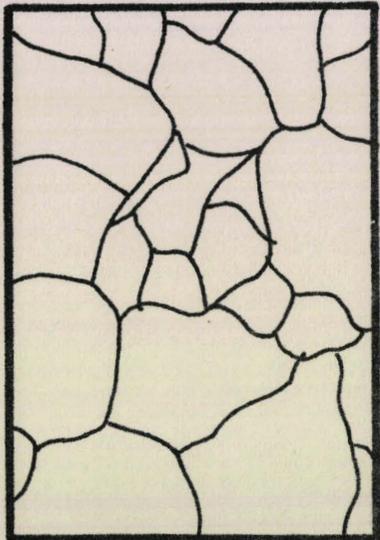


1150° 5/4

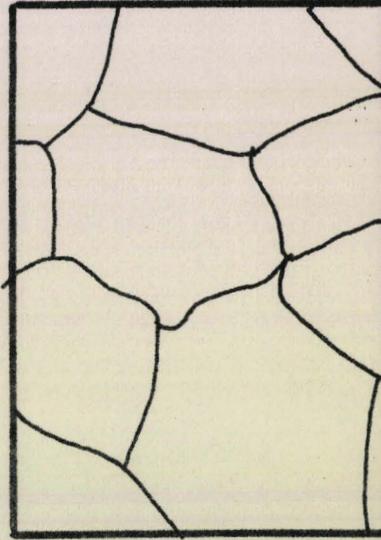


1230° 5/4

Acier C

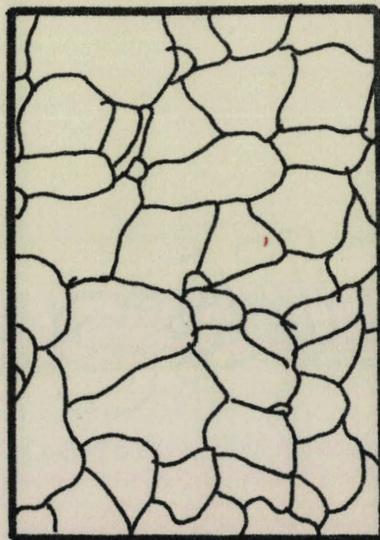


1150° 6/5

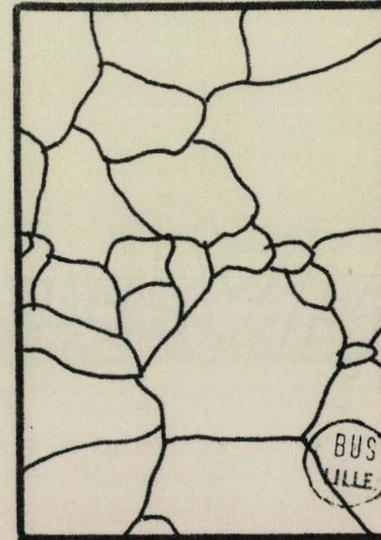


1230° 4/5

Acier T



1150° 8/7



1230° 6/5

Durée du maintien : 1 heure.

### E) ETUDE DE LA VARIATION DU GRAIN GAMMA AVEC LE TEMPS

#### 1)) Choix des températures et des temps de maintien

Nous travaillerons à trois températures :

- 850°C sera la température de normalisation
- 1150°C sera la température maximale car 1230°C présente peu d'intérêt car les deux aciers C et B sont alors totalement grossis.
- 1000°C sera la température moyenne, intermédiaire entre les deux autres.

Pour étudier l'influence du temps, nous choisirons 4 durées de maintien : 1/2h, 1h, 4h, 15h, des durées supérieures à 15 h n'étant guère pratiquées dans l'industrie.

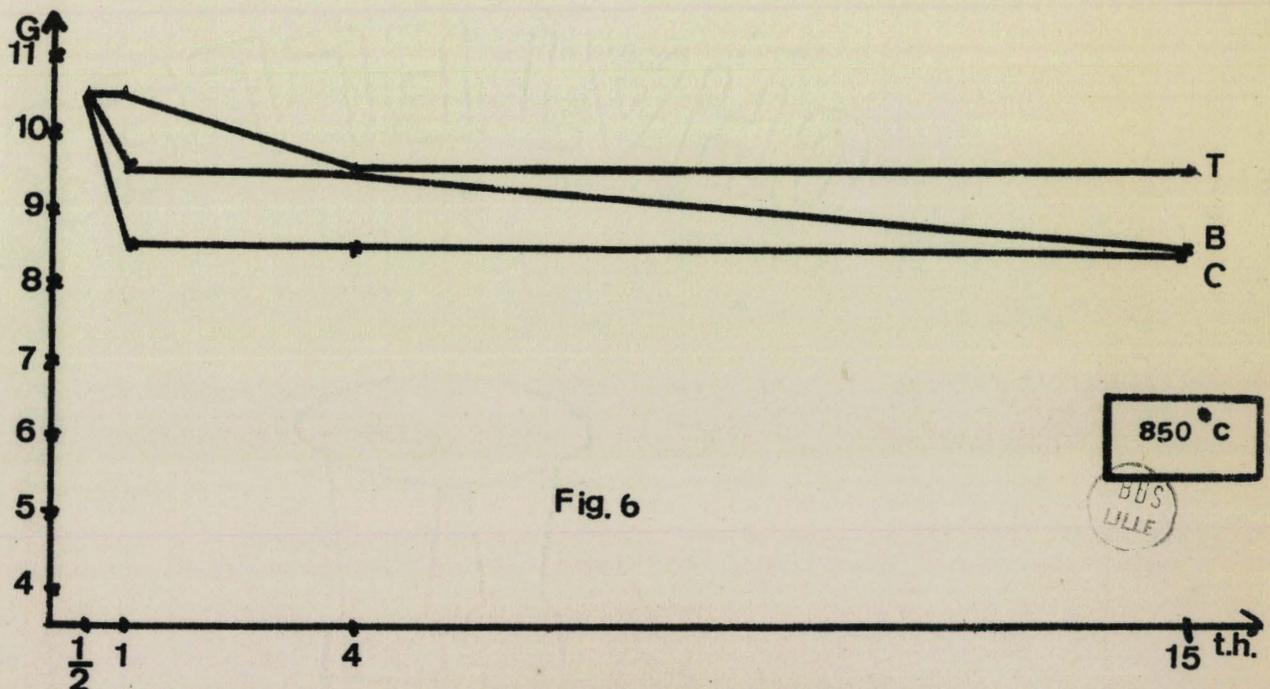
#### 2) Résultats

##### a) Maintien à 850°C (fig. 6)

Les aciers B et C accusent une évolution de leur grain au bout d'1 heure, l'acier T au bout de 4 heures. Cependant les aciers ont encore un grain fin au bout de 15 heures.

$G = 8/9$  pour les aciers C et B

$G = 9/10$  pour l'acier T



b) Maintien à 1 000°C (Fig. 7)

Le grain des aciers B et C a évolué considérablement au bout de 4 heures,  $G = 4/5$  pour l'acier B et  $G = 5/6$  pour l'acier C.

Par contre, dans le domaine de temps supérieur à 30 mn, le grain de l'acier T n'évolue pas,  $G = 9/10$ .

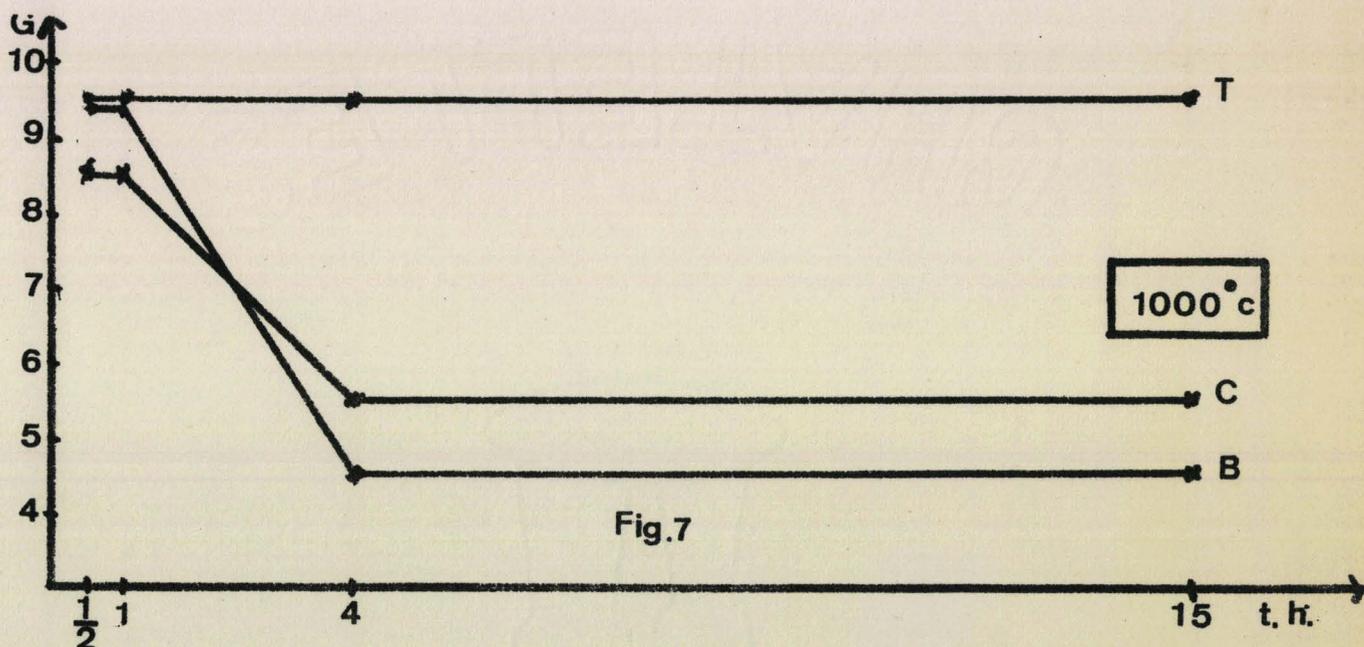


Fig.7

Fig. 7



c) Maintien à 1 150°C (Fig. 8)

Les aciers B et C ont évolué seulement au bout de 15 heures. L'acier B évolue très peu, G passe de 4-5, l'acier C de 5-6 à 3. Le grain de l'acier T évolue au bout de 4 heures, de  $G = 7/8$ , il passe à  $G = 6$ .

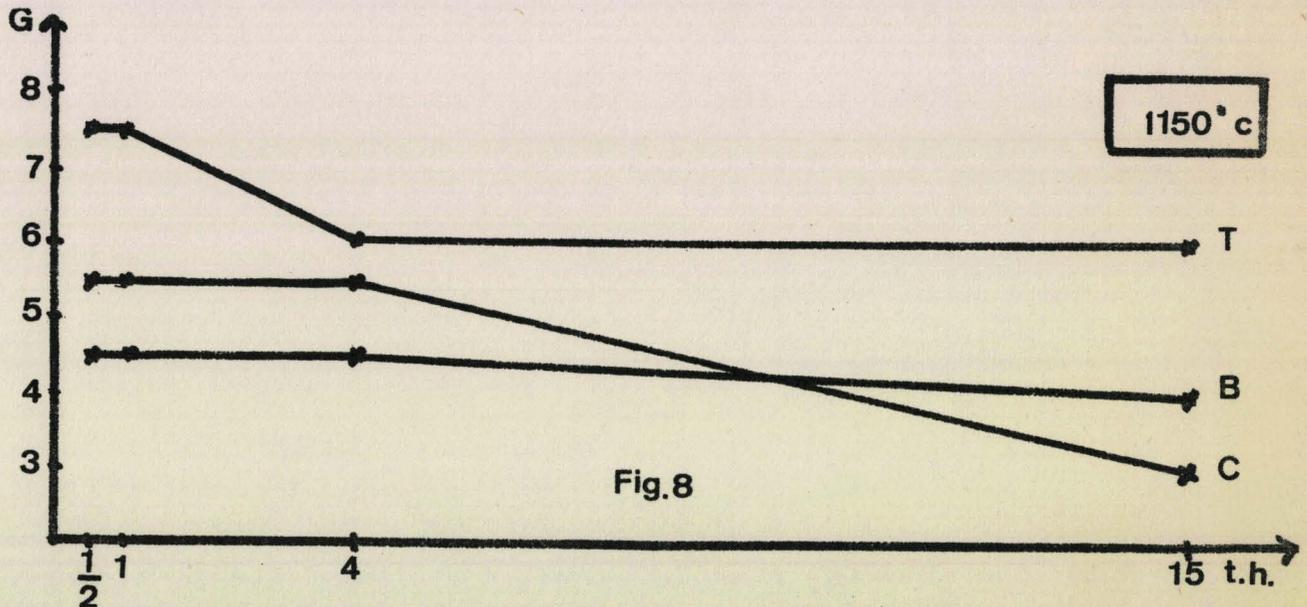


Fig. 8

Afin de dégager de ces résultats un mode de grossissement du grain, il est intéressant de tracer les isochrones de 1/2h, 1, 4, 15 heures. (Fig. 9-10-11-12).

### Acier au Carbone

L'isochrone de 30 mn montre un grossissement progressif du grain. Pour l'isochrone de 1 h, le grain stabilisé à 8/9 jusqu'à 1 000°C, grossit rapidement à 1 150°C.

Pour 4h et 15h, ce grossissement apparait dès 1 000°C.

### Acier au Bore

Il a un comportement semblable à celui de l'acier C. L'isochrone de 30 mn montre un grossissement progressif du grain, jusqu'à 1 000°C où la taille est la même qu'après 1 h de recuit, puis le grossissement est brutal à 1 150°C ( $G = 4/5$ ) Pour 4 et 15 h, ce grossissement apparait dès 1 000°C.

### Acier au Titane

Il a le même comportement dans les isochrones de 30 mn et 1 heure. On a un grossissement progressif du grain. On ne peut parler de température de grossissement brutal. Les isochrones de 4h et 15h sont semblables. Le grain inchangé à 1 000°C (8-9) grossit brutalement à 1 150°C.

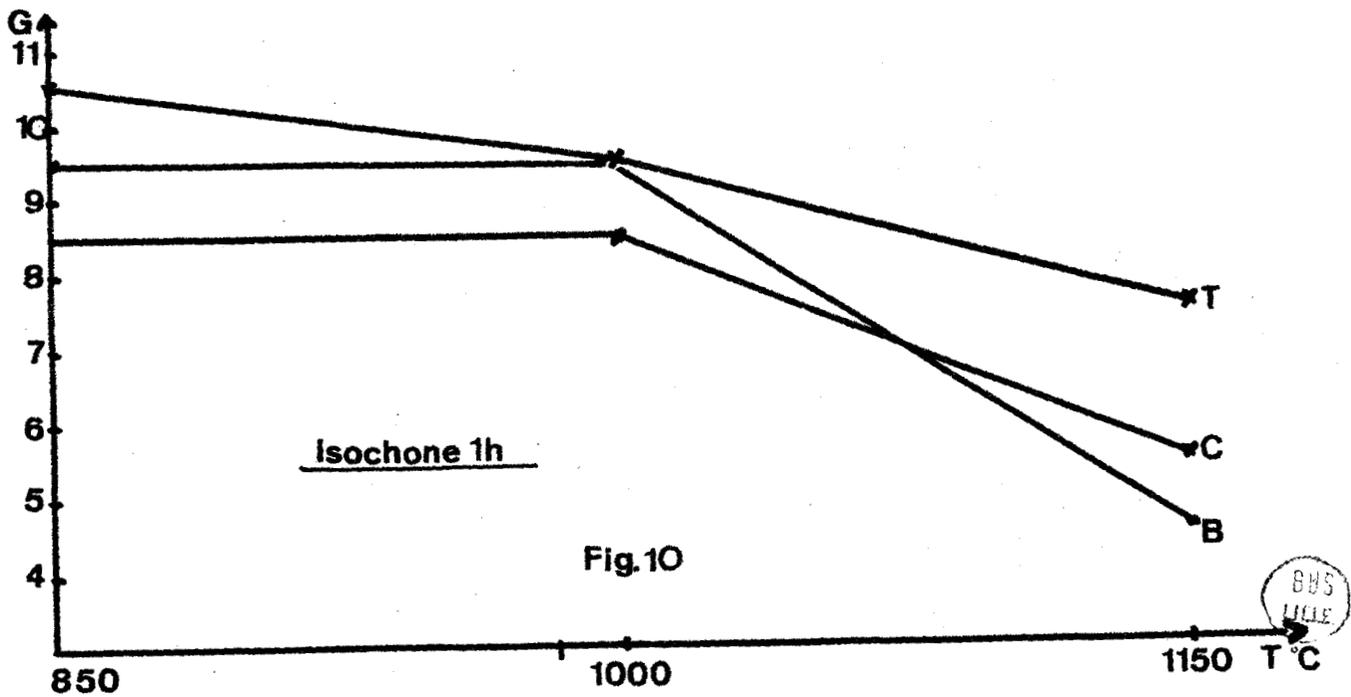
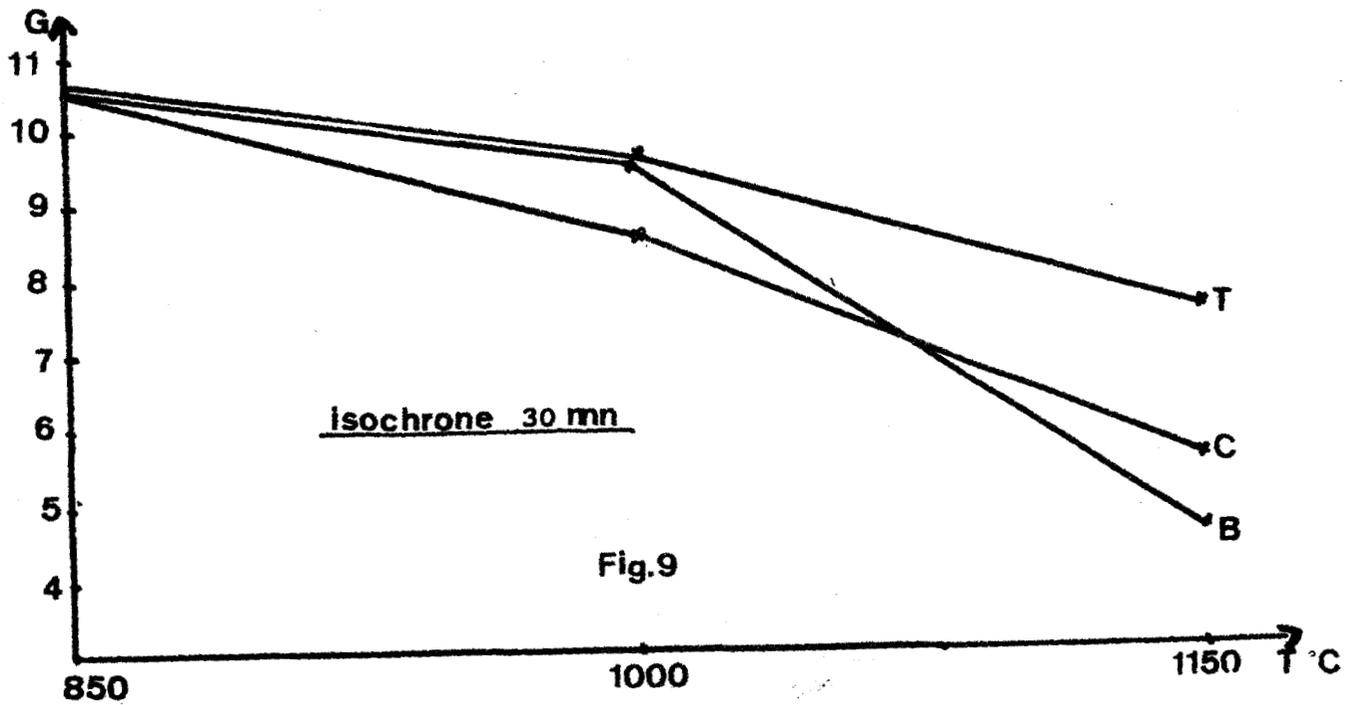
### 3°) Conclusions.

L'acier au bore B et l'acier au carbone C ont un comportement identique. Pour un temps de maintien de 30 mn, on a un grossissement progressif du grain, pour des temps de maintien supérieur on a un grossissement prononcé à haute température (1 150°C) pour 1 h et à plus basse température (1 000°C) pour des durées de 4h et 15h.

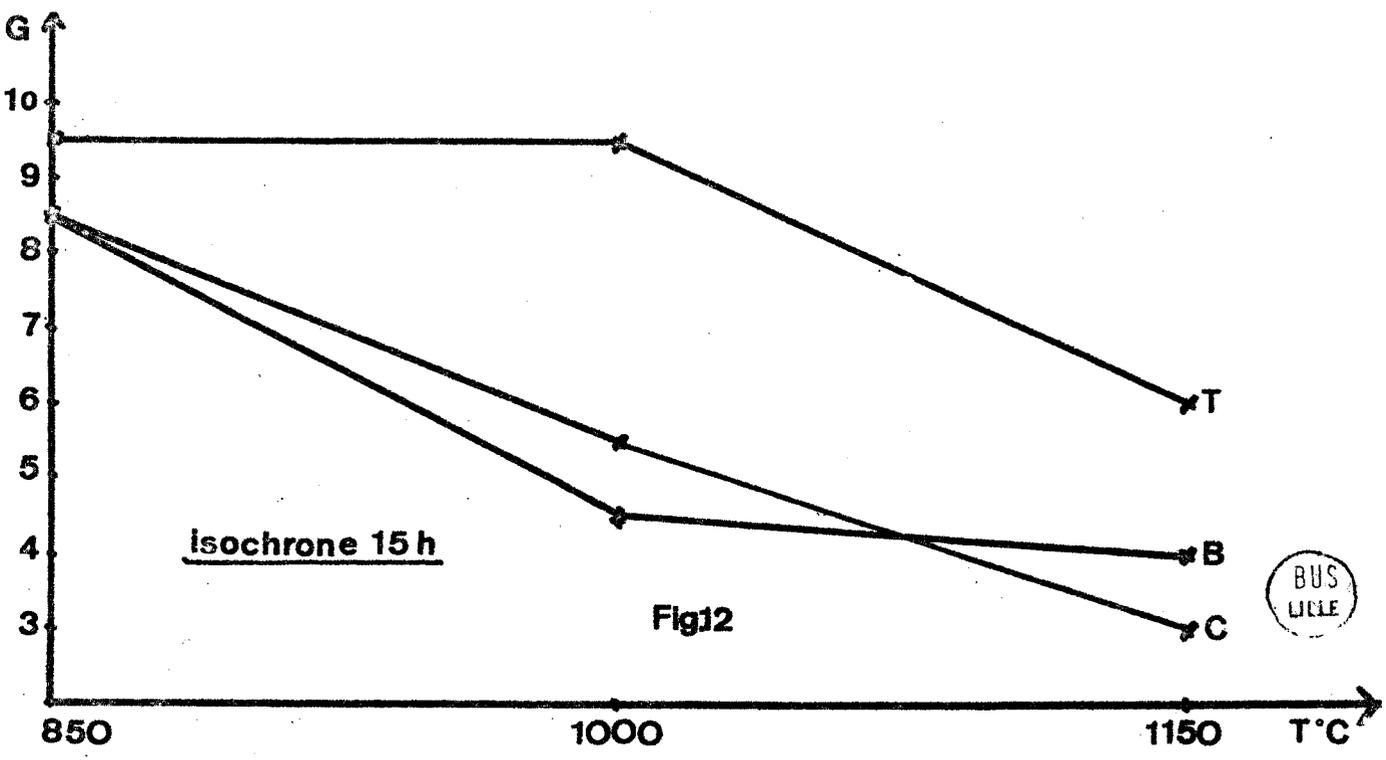
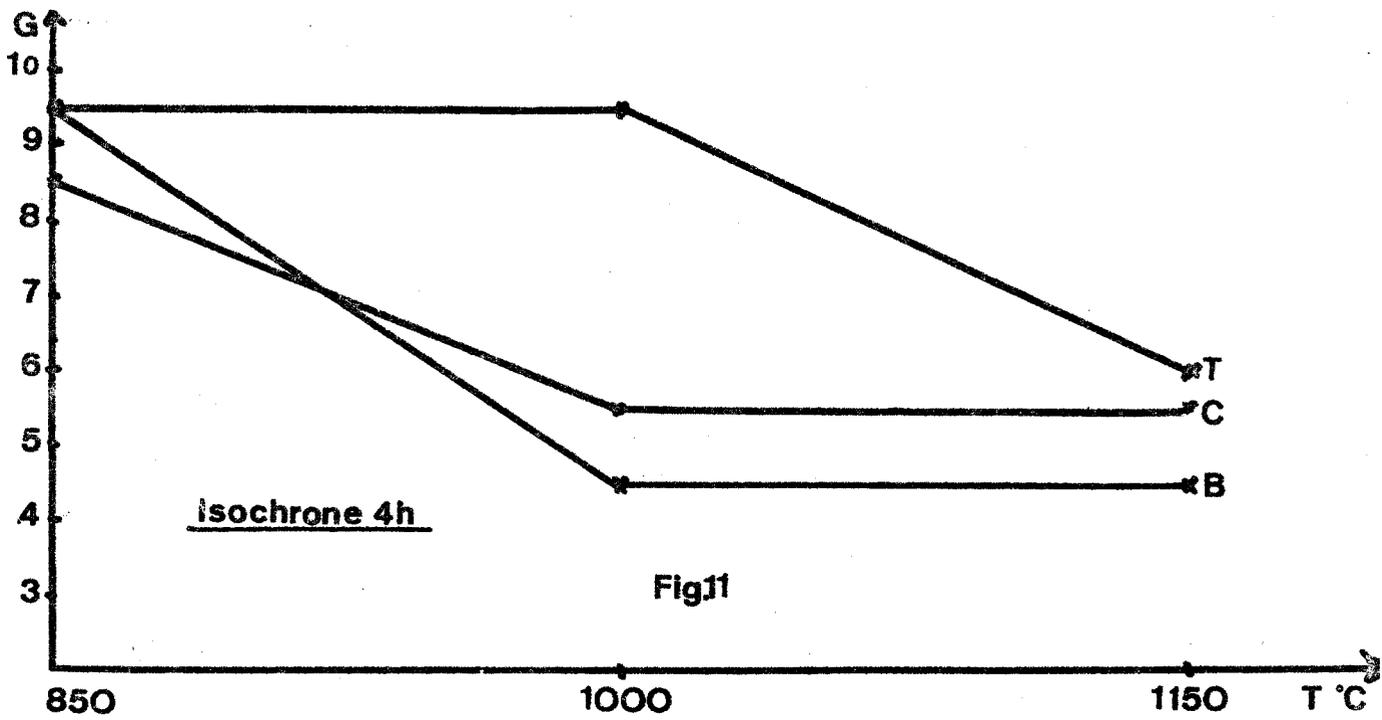
L'acier au Titane a un comportement différent : Pour les faibles durées de maintien (30 mn, 2 h) le grossissement du grain est faible et progressif, pour les plus longues durées le grossissement est brutal, mais seulement à haute température (1 150°C).

Les isochrones ont montré que les aciers C et B ont

.../...



BUS  
LILLE



toujours un comportement semblable et que l'acier T se comporte différemment, ce dernier ne grossit qu'à des températures plus élevées ou après des durées plus longues.

Nous pouvons observer une certaine équivalence temps-température pour un même grossissement de grain, il faut un temps de maintien plus élevé à basse température : un maintien de 30 mn à 1150°C donne respectivement les indices 5/6 et 4/5 aux aciers C et B, tandis qu'il faut attendre 4h à 1000°C pour obtenir les mêmes indices.

Nous allons maintenant essayer d'expliquer dans le paragraphe suivant le mécanisme du grossissement du grain.

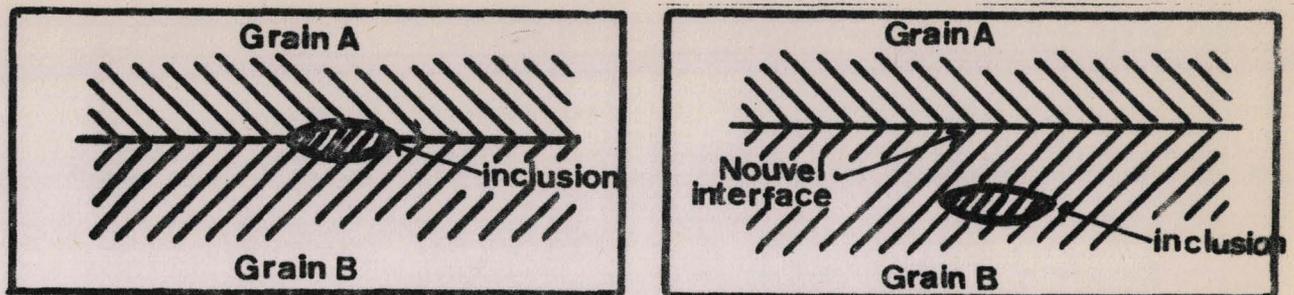
#### 4°) Mécanisme du grossissement du grain. Rôle des inclusions.

D'après C.S. Smith (6) le phénomène de "croissance" correspond au développement de certains grains au détriment d'autres. L'évolution se fait dans le sens d'une diminution de la surface totale de tous les joints de grains.

A l'échelle du réseau cristallin, le phénomène de croissance correspond à des déplacements individuels d'atomes (diffusion) au saut d'un atome d'un site B à un site A plus stable qui correspond à une diminution de l'énergie libre totale du métal. Dans nos aciers calmés à l'aluminium, l'élévation de la température n'entraîne pas de modification notable de la taille du grain jusqu'à ce qu'on atteigne une température de grossissement brutal.

Les recherches de Darken, Smith et Filer (6) ont montré que le nitrure d'aluminium sous forme de particules invisibles ancrant les joints austénitiques jusqu'à ce qu'on atteigne une température de dissolution brutale. Pour comprendre l'efficacité des inclusions dans l'ancrage des joints de grains, il est nécessaire de faire appel à la notion d'énergie interfaciale. D'après C.S. Smith (6) chaque joint possède une énergie superficielle caractéristique. Pour dissocier un joint d'une particule, il faut apporter l'énergie requise pour former une nouvelle surface de joint (Fig. 13).

.../...



d'après C.S. SMITH Fig13

Le joint peut éprouver beaucoup de difficulté à se libérer. Cette énergie provient des vibrations thermiques ; il faut en conséquence atteindre des températures élevées pour entraîner la migration des joints. Les éléments combinés à l'état de particules non métalliques retardent la croissance du grain de l'austénite. Le nitrure d'aluminium  $AlN$  peut exister sous forme de dispersion très fine et empêcher la croissance du grain jusqu'à haute température. Cependant d'après T. GLADMAN et F.B. PICKERING (7), la taille des inclusions joue un rôle considérable : le grossissement de grain ne commencera que si les particules ont atteint une taille supérieure à une taille critique. T. GEORGE et J.J. IRANI (8) aboutissent au même résultat en étudiant l'effet du Titane. D'après eux, l'inclusion  $TiC$  est rapidement inefficace car elle grossit trop vite, par contre  $TiN$  résiste au grossissement. Ces auteurs estiment que la surface critique des particules est de  $500 \text{ \AA}^2$ .

Les résultats que nous avons obtenu sont en accord avec les travaux des auteurs précités. L'acier au Titane a montré qu'il était le moins sensible au grossissement du grain ; son analyse montre un pourcentage assez conséquent d'aluminium et de Titane. Malgré des teneurs en Ti et Al équivalentes à celles de l'acier au Titane, l'acier au bore accuse une plus grande tendance au grossissement du grain. L'acier au carbone nettement riche en Al et Ti que les deux autres se comporte comme l'acier au bore. Nous concluons ce chapitre en disant que le bore ajouté à l'acier abaisse la température critique de grossissement de grain, malgré une addition plus importante de Titane et d'Aluminium.

## II° Partie : VARIATION DE LA STRUCTURE FERRITE-PERLITE AVEC LES TRAITEMENTS DE RECUITS.

### A) Introduction

L'étude de l'évolution de la structure ferrite-perlite est intéressante car ces phases constituent le métal à froid après un recuit. En effet, lors du refroidissement pas trop rapide d'un acier hypoeutectoïde porté dans le domaine de stabilité de l'austénite, la ferrite se sépare de l'austénite qui par suite s'enrichit en carbone jusqu'à la teneur limite 0,85% ; l'austénite se transforme alors en perlite. Nous avons déjà dit l'importance de la dimension du grain d'austénite sur les propriétés mécaniques de l'acier ; cependant ce n'est pas le seul paramètre. En effet à température ambiante l'acier recuit est constitué de ferrite et de perlite et il est normal que les propriétés mécaniques dépendent aussi des caractéristiques de cet agrégat (grosseur du grain ferritique, quantité de perlite, écartement des lamelles).

On a pris l'habitude d'étudier d'abord le grain d'austénite car celui-ci conditionne le grain de ferrite-perlite.

Nous étudierons l'évolution de la structure ferrite-perlite avec la température de recuit, puis avec la durée de maintien ; enfin nous essaierons de relier la structure ferrite-perlite à celle de l'austénite.

### B) Mode opératoire

Les échantillons sont introduits dans le four et portés à température désirée. La vitesse de montée en température mesurée entre 650°C et 850°C varie de 2°C/mn pour les basses températures jusqu'à 15°C/mn pour les hautes températures. La vitesse de refroidissement après recuit a été de 17°C/mn entre 850°C et 650°C. Les recuits sont faits sous atmosphère d'argon.

Après recuit, les échantillons sont polis au papier abrasif de plus en plus fin puis finis au diamant (1 micron). Ils subissent alors une attaque au réactif "Nital" qui révèle les joints de grain de la ferrite et colore la perlite en sombre.

C) Etude de la structure ferrite-perlite en fonction de la température de recuit.

La durée du maintien aux températures de recuit est de 1 heure à partir de l'équilibre thermique. Nous pouvons calculer la proportion des phases après recuit de normalisation d'après la formule de Grozier :

$$\% \text{ perlite} = 10,7 + 110,9 (\%C) + 11,3 (\%Mn) + 48,4 (\%Si)$$

Acier C : 70% perlite

Acier B : 66% perlite

Acier T : 77% perlite

1°) Acier au carbone (Pl. 4 et 5)

Les micrographies (Pl.4 et 5) montrent l'évolution de la structure après recuits à différentes températures. Nous pouvons mettre en évidence deux catégories de structures. Pour les basses températures de recuit (850°C, 950°C), la structure est granulaire, le grain est de forme polyédrique avec des arêtes et des angles arrondis. La proportion des phases est voisine de celle donnée par la formule de Grozier. A 1 000°C, la structure évolue brutalement : nous voyons apparaître des îlots de perlite traversés d'aiguilles de ferrite. Les îlots de perlite sont faits de plusieurs grains. Cette structure est connue sous le nom de structure de Widmanstätten. Elle se généralise avec l'augmentation de la température de recuit qui favorise la croissance des îlots de perlite au détriment de la ferrite qui n'est plus présente que par un mince liseré autour de la perlite. Ceci est en accord avec Bain et Paxton (9) qui trouvent que lorsque la taille du grain d'austénite augmente, le rapport quantité de perlite/quantité de ferrite augmente par suite de la diminution du rapport surface/volume des grains d'austénite.

.../...

PL.4  
EVOLUTION DE LA STRUCTURE  $\alpha$  AVEC LA TEMPERATURE  
G: X 100



Acier B

850°C



950°C



1000°C



Acier C

850°C



950°C



1000°C

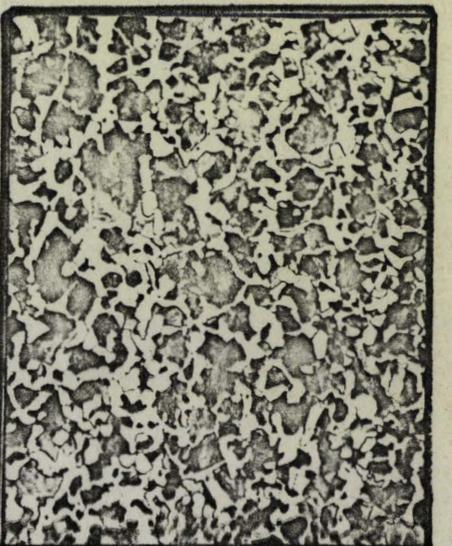


Acier T

850°C



950°C



1000°C

DUREE DU MAINTIEN : 1 HEURE.

BUS  
LILLE

Pl.5  
EVOLUTION DE LA STRUCTURE  $\alpha$  AVEC LA TEMPERATURE  
G: X 100



Acier B 1050°C

1150°C

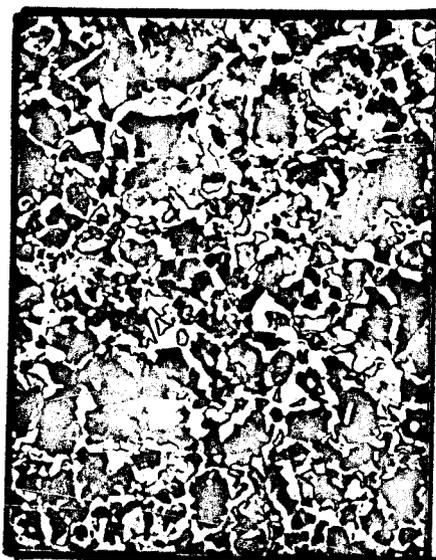
1250°C



Acier C 1050°C

1150°C

1250°C



Acier T 1050°C

1150°C

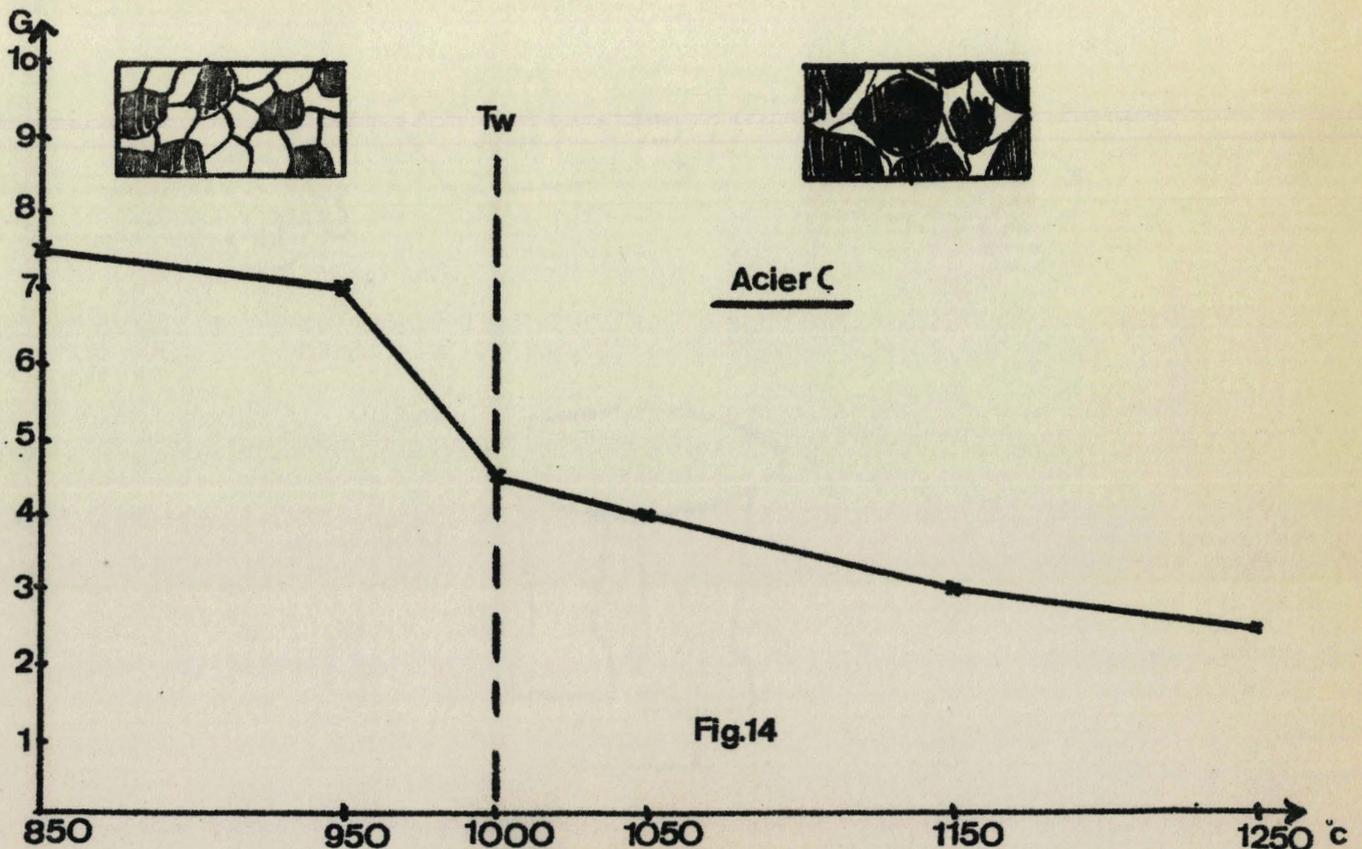
1250°C

DUREE DU MAINTIEN : 1 HEURE.

BUS  
LILLE

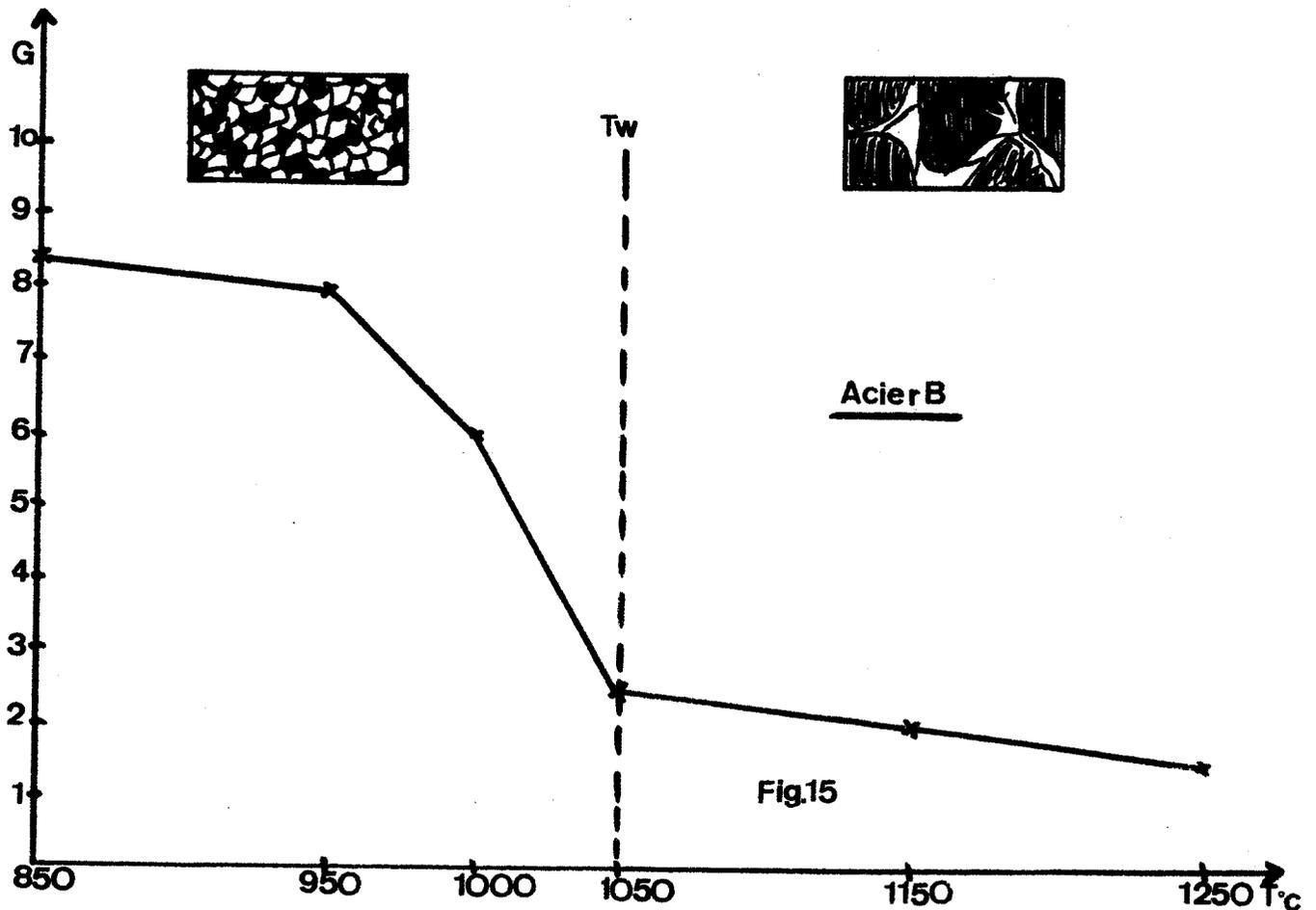
D'autre part, T. George et J.J. Irani (8) adoptent comme critère de détermination de la température de grossissement de grain, l'apparition d'une structure de Widmanstätten, car d'après eux un gros grain d'austénite donne au refroidissement cette structure. Pour ces structures, nous ne pouvons plus caractériser l'acier par un indice global, mais nous pouvons étudier l'évolution de la taille des flots de perlite. Celle-ci évolue de  $G = 4/5$  à  $1000^{\circ}\text{C}$  à  $G = 2/3$  à  $1250^{\circ}\text{C}$ .

Nous pouvons alors représenter la variation de la structure ferrite-perlite en délimitant deux zones sur le diagramme (Fig. 14). Dans la première zone où la structure est granulaire, on a considéré la taille de tous les grains (le grain de perlite, structure à deux phases est compté pour 1 grain). Dans la deuxième zone, au-dessus de la température  $T_w$  d'apparition de la structure de Widmanstätten, on a seulement considéré la taille de l'îlot de perlite ; c'est elle qui doit vraisemblablement jouer un rôle dans les propriétés mécaniques.



2°) Acier au bore (Pl. 4-5)

Les micrographies (Pl.4,5) montrent l'évolution de la structure : Après des recuits jusqu'à 1000°C, la structure granulaire évolue, l'indice G passe de 8/9 à 6 (Fig. 15). La structure de Widmanstätten apparaît ici à 1050°C. Au-dessus de 1050°C, les îlots de perlite évoluent de  $G = 2/3$  à 1050 à  $G = 1/2$  à 1250°C, en même temps que la proportion de ferrite diminue.

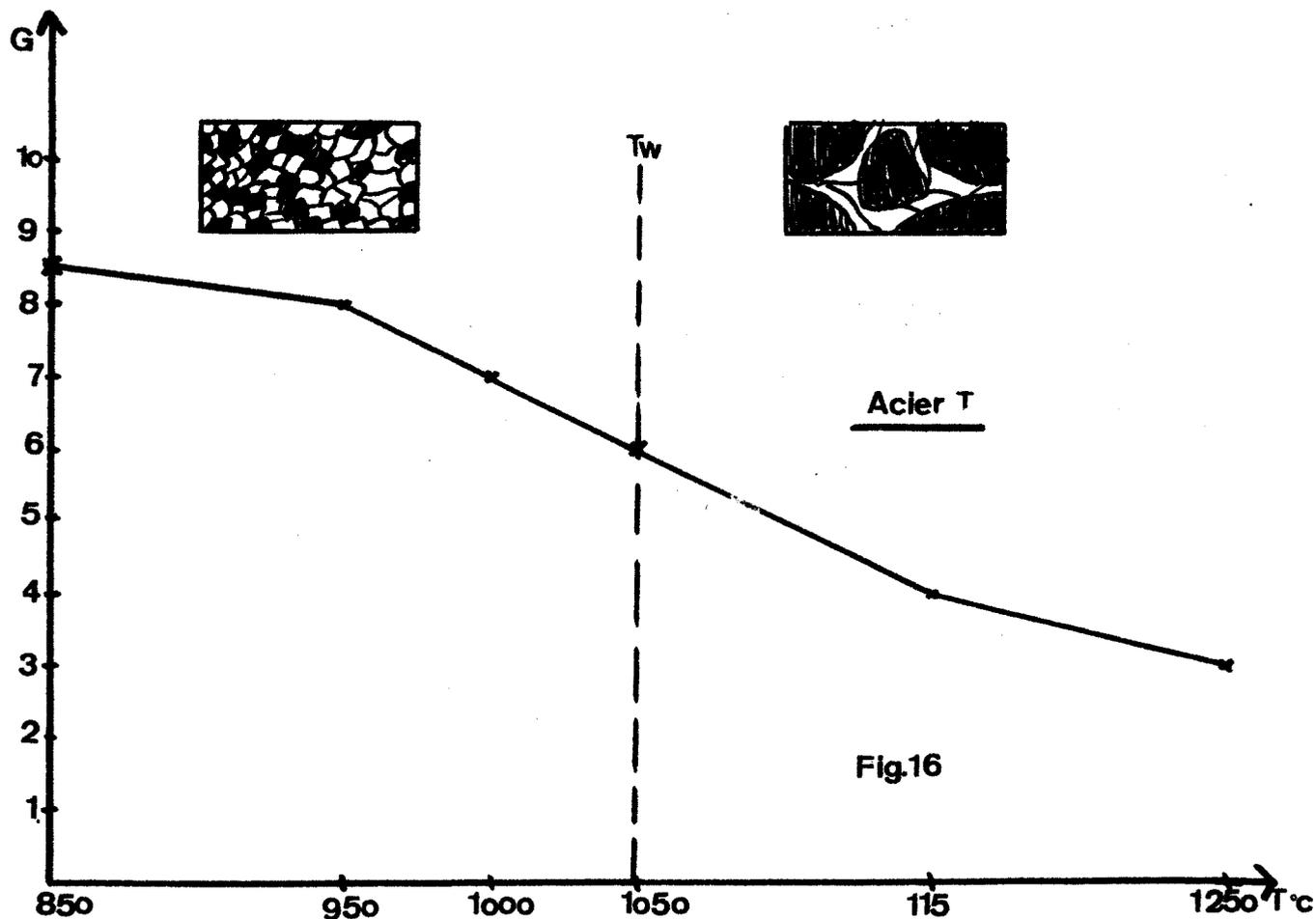


### 3°) Acier au Titane (Pl.4-5)

Jusqu'à une température de recuit de 1 050°C, la structure est granulaire ; la proportion de perlite est plus importante que dans les deux autres aciers.

Après un recuit à 1 050°C, la ferrite commence à se déposer en liseré autour des grains de perlite. Après des recuits à des températures supérieures, nous retrouvons le même phénomène : la croissance des îlots de perlite. Leur indice croît de  $G = 6$  à 1 050°C à  $G = 3$  à 1 250°C. (Fig.16).

Nous pouvons considérer 1 050°C comme la température de transition entre les deux structures, cependant les aiguilles de Widmanstätten sont moins nombreuses ici que dans les deux autres aciers.



#### 4°) Conclusion

L'étude de l'évolution de la structure ferrite-perlite avec la température de recuit permet de dégager les points suivants :

- Il n'y a pas de modification notable de la structure jusqu'à une certaine température  $T_w$ . A cette température, la ferrite passe d'une répartition granulaire à une répartition en liseré et en aiguille autour des îlots de perlite ; ces derniers grossissent avec l'augmentation de la température de recuit.

- Cette évolution commence dès  $1\ 000^{\circ}\text{C}$  pour l'acier au carbone, et à  $1\ 050^{\circ}\text{C}$  pour les aciers B et T.

- Après recuits aux températures de  $1\ 150^{\circ}\text{C}$  et  $1\ 250^{\circ}\text{C}$ , l'acier au bore accuse la structure la plus grossière.

Pour compléter ces résultats, nous étudierons dans le paragraphe suivant l'influence de la durée de recuit sur la structure.

D) Etude de l'influence du temps de maintien sur la structure de recuit

Nous étudierons l'influence de la durée de recuit aux températures de 850°C, 1 000 et 1 150°C. Les temps de maintien seront de 1/2h, 1h, 4h et 15h.

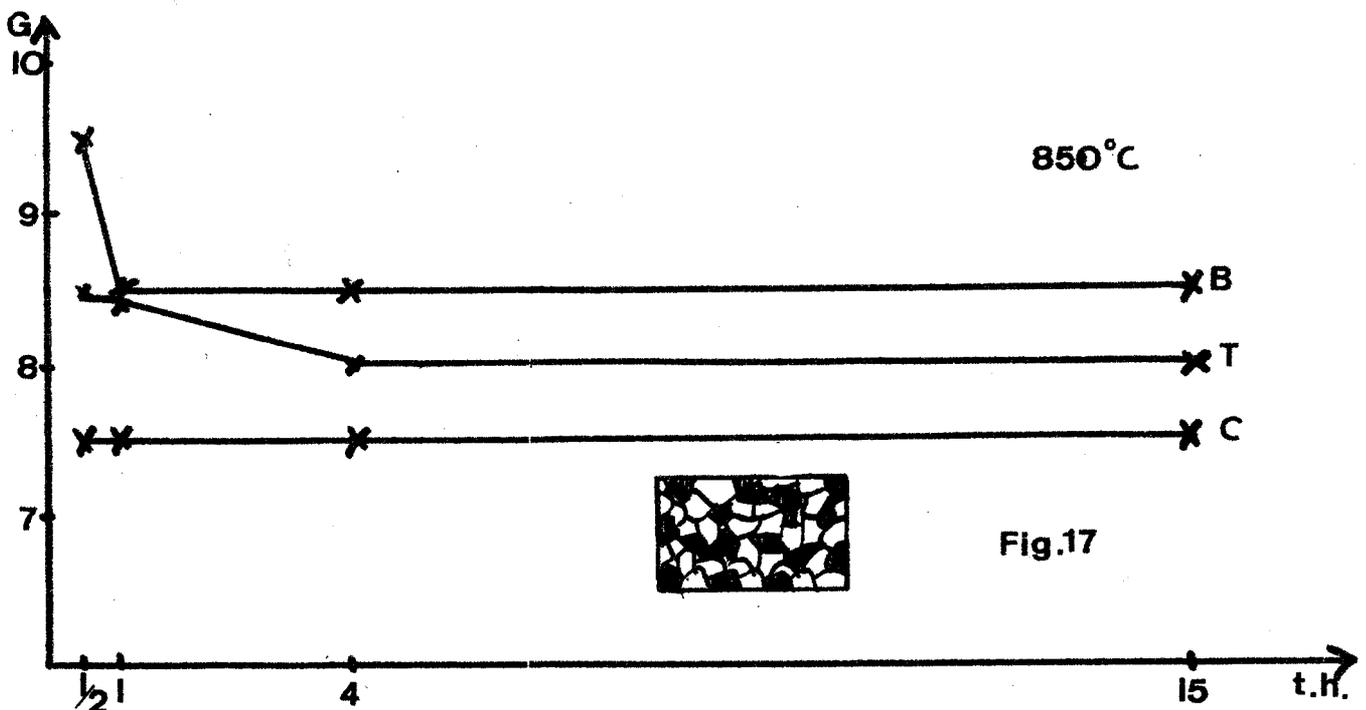
Nous conservons les mêmes paramètres que ceux utilisés dans la cinétique de croissance du grain d'austénite. Ceci nous permettra d'essayer de relier la structure alpha à la structure gamme.

1°) Recuits à 850°C (pl.6)

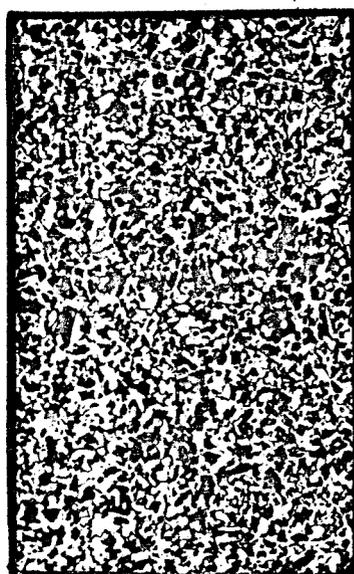
- L'acier au carbone n'évolue pas. Les structures obtenues après 30 mn et 15 heures à 850°C sont semblables.

- La structure de l'acier au bore, plus fine que celle de l'acier au carbone, a évolué dès 1h de recuit (de  $G = 5/10$  après 30 mn, elle passe à  $8/9$  après 1 heure) mais elle ne change plus par la suite.

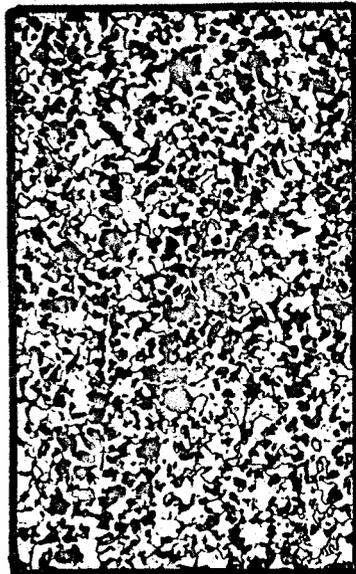
- L'acier au Titane a un grain légèrement plus fin après des courts recuits,  $G = 8/9$  qu'après des recuits plus longs où  $G = 8$ . Cependant l'évolution n'est pas très sensible. Fig.17



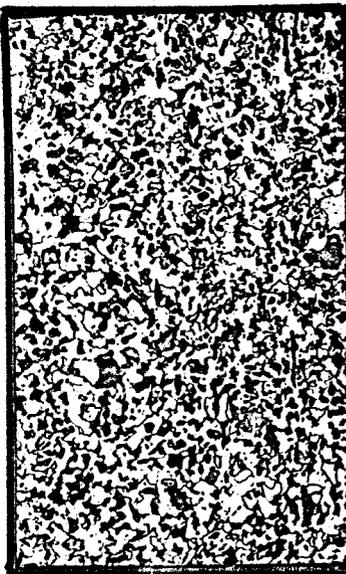
PL 6  
EVOLUTION DE LA STRUCTURE AVEC LA DUREE DU RECUIT A 850°C  
G: X 100



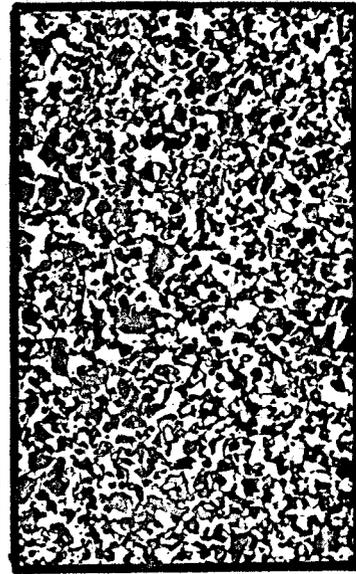
1/2 h



1h

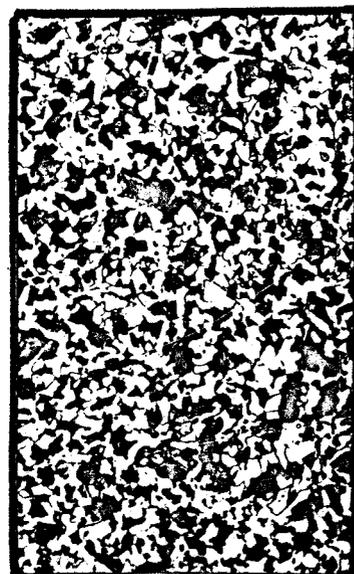


4h

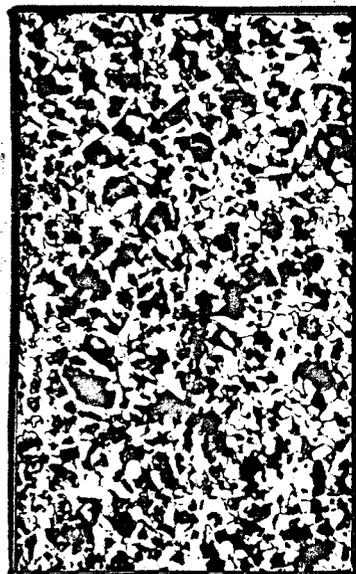


15h

acier B



1/2 h



1h

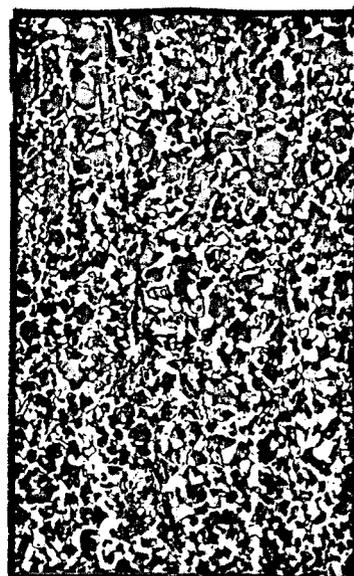


4h

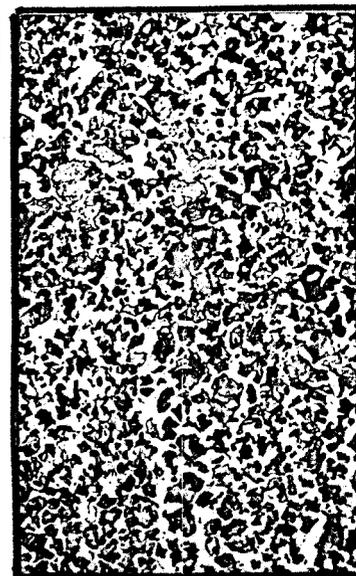


15h

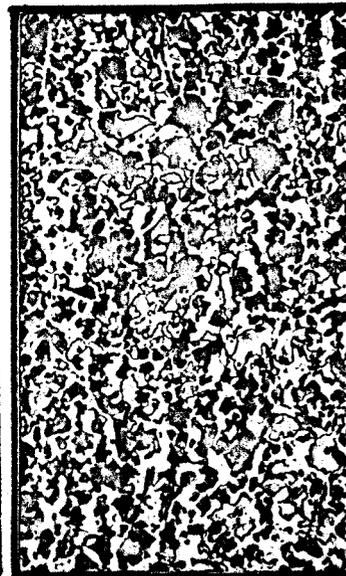
acier C



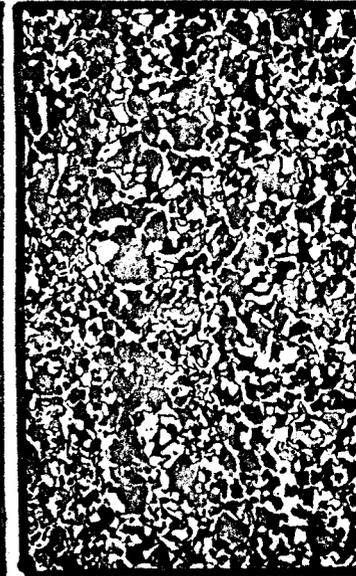
1/2h



1h



4h



15h

acier T

UNIVERSITE  
LILLE

2°) Recuits à 1 000°C (PL.7)

Acier au carbone (Fig.18)

Nous savons que l'acier au carbone possède déjà un gros grain de perlite après un recuit d'1h à 1 000°C. Après des recuits de plus longue durée, la dimension de l'îlot de perlite n'évolue pas, tout au plus peut-on remarquer que les îlots de perlite entourés d'un liseré de ferrite couvrent maintenant la totalité de la surface de l'échantillon.

Acier au bore (Fig.18)

Dans le cas de l'acier au bore, la structure évolue plus nettement. D'un indice de grain égal à 7 au bout de 30 mn, on passe à  $G = 5$  au bout de 15 heures.

On peut noter qu'après ce maintien de longue durée, il y a apparition d'îlots de perlite et de ferrite aciculaire.

Acier au Titane (Fig.18)

Il évolue peu. Cependant la quantité de perlite devient plus importante avec l'augmentation de la durée du recuit.

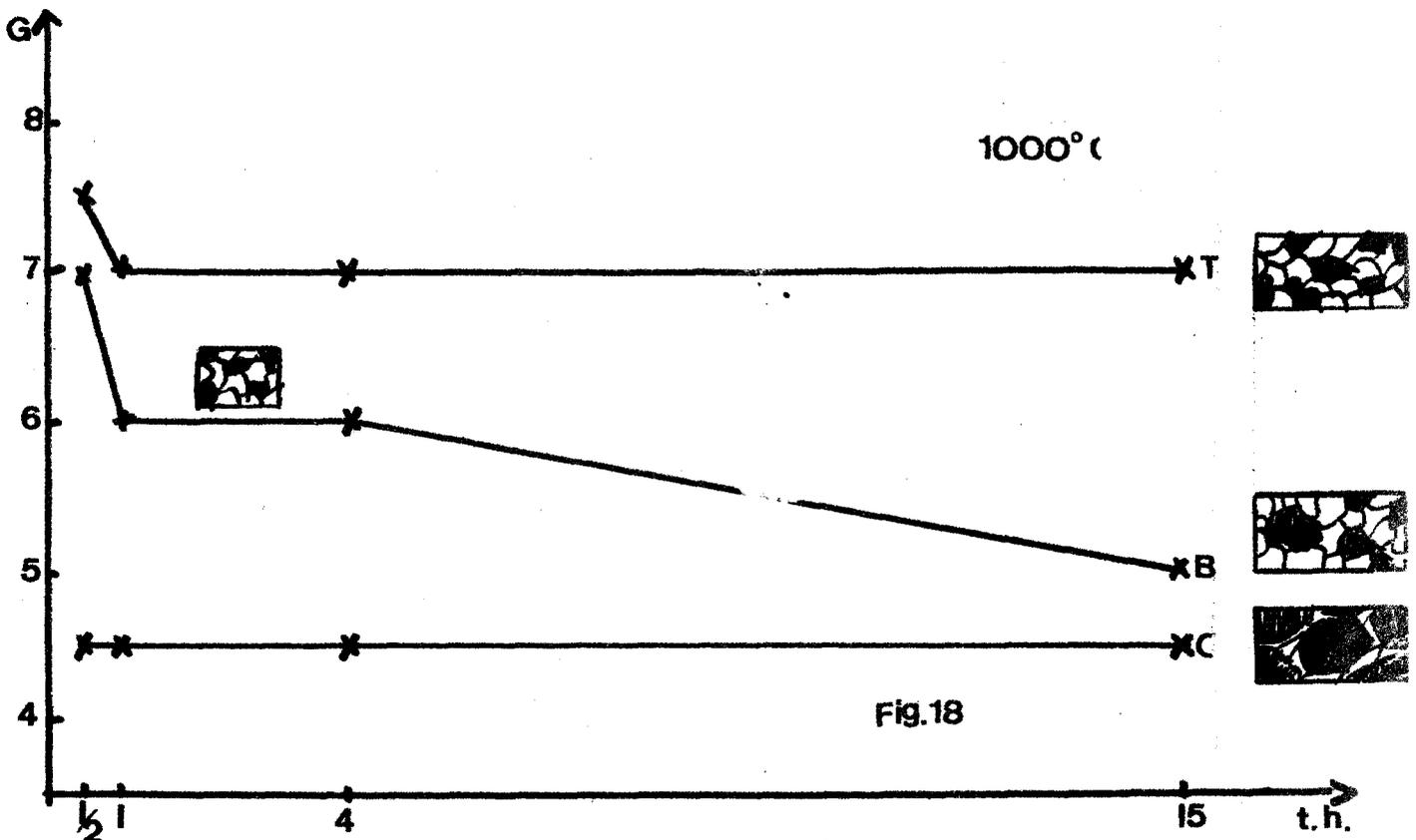
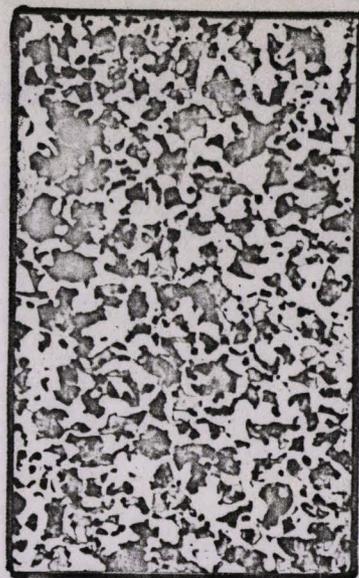


Fig.18

EVOLUTION DE LA STRUCTURE AVEC LA DUREE DU RECUIT A 1000°C

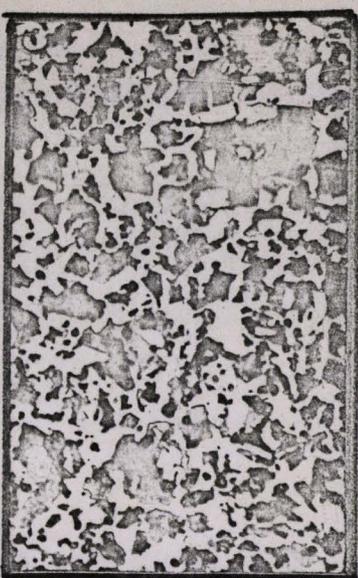
G: X 100



1/2h



1h



4h



15h

Acier B



1/2h



1h



4h

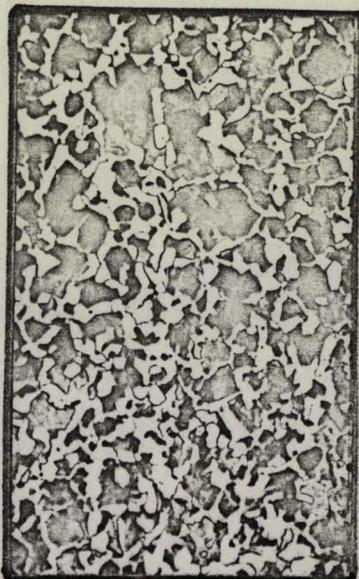


15h

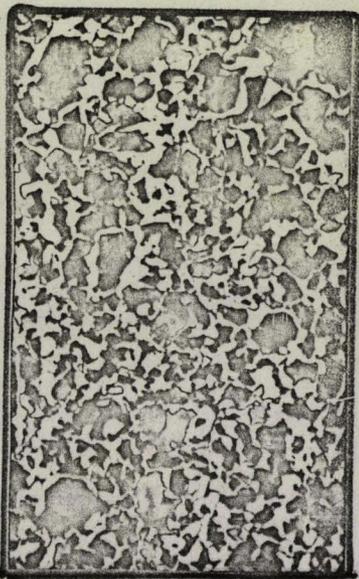
Acier C



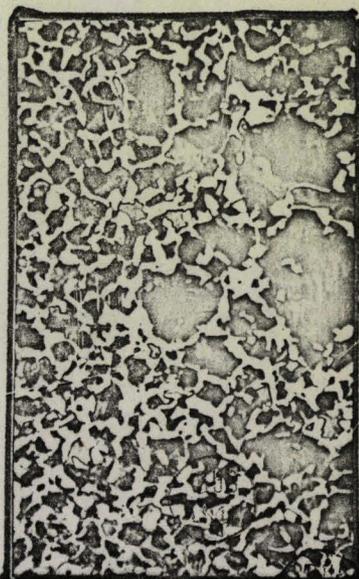
1/2h



1h



4h



15h

Acier T

3°) Recuits à 1 150°C (Pl.8)

Acier au carbone (Fig.19)

L'indice de grosseur de grain passe de  $G = 3$  après 1h de maintien à  $G = 2-3$  au bout de 15 heures.

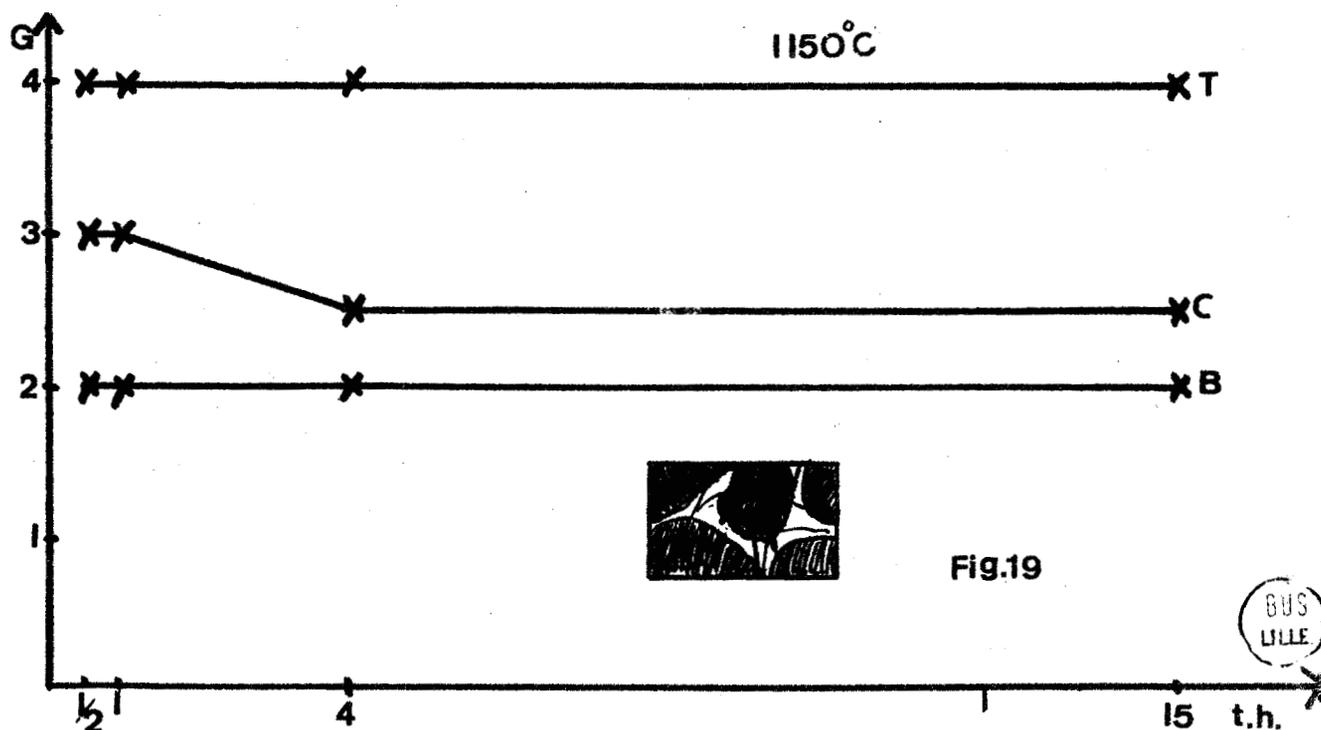
Le liseré de ferrite est plus continu après des recuits plus longs. Il y a peu d'évolution.

Acier au bore (Fig.19)

L'îlot de perlite est très gros, d'indice 2, mais la structure est inchangée même après un long recuit.

Acier au Titane (Fig.19)

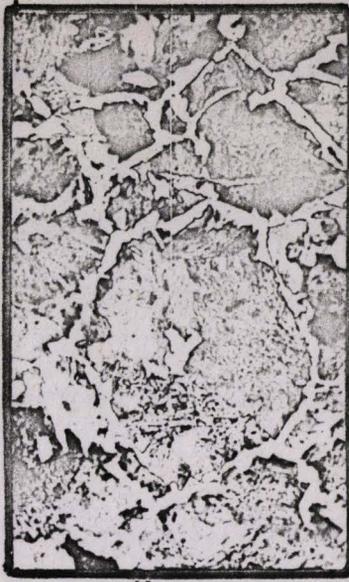
Il a un îlot de perlite plus fin  $G = 4$ , mais la structure n'évolue pas au cours du maintien



PL.8  
EVOLUTION DE LA STRUCTURE AVEC LA DUREE DU RECUIT A 1150°C  
G: X100



1/2h



1h



4h



15h



1/2h



1h



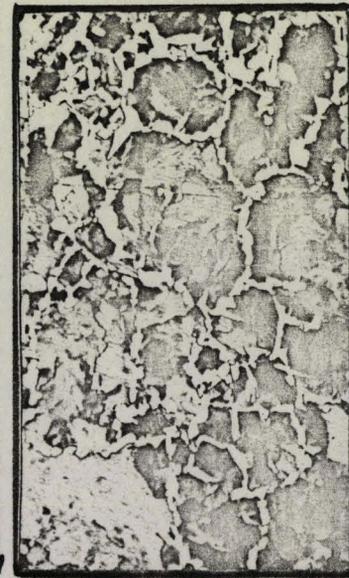
4h



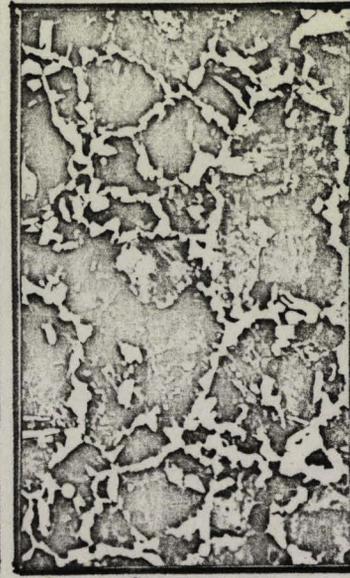
15h



1/2h



1h



4h



15h

#### 4°) Conclusion

Les courbes de l'évolution du grain de ferrite-perlite avec la durée du recuit montrent que celle-ci a une faible influence. Hormis le cas de l'acier au bore dont le grain change d'une classe à 850°C et de deux classes à 1 000°C, les deux autres aciers n'offrent pas autant de variations. L'acier C s'avère être le plus stable pour des durées de recuit comprises entre 1/2h et 15h, mais sa structure à 1 000°C se situe déjà dans les gros grains. L'acier T conserve toujours à 1000°C et à 1 150°C, la structure la plus fine. La comparaison de l'influence du temps et de la température de recuit sur la structure montre que la température est le paramètre principal.

#### E) Relation du grain gamma avec le grain alpha

Lors du refroidissement de l'austénite, il y a formation au passage du point de transformation  $A_r^3$  des premiers grains de ferrite qui croissent à partir de germes situés dans les joints de grain de l'austénite. Dans le cas d'un acier à grain austénitique fin, il y a beaucoup de germes car la surface des joints est plus importante; donc il y aura plus de grains de ferrite. La grosseur du grain ferritique dépend donc dans une certaine mesure de celle du grain austénitique. D'autre part, quand la taille du grain austénitique augmente, le rapport perlite/ferrite augmente par suite de la diminution du rapport surface/volume des grains austénitiques, on risque d'obtenir ainsi des îlots de perlite entouré d'un liseré de ferrite. L'étude de l'évolution du grain avec la température de recuit a montré que le grain austénitique grossissait de façon appréciable seulement à 1 150°C, alors que le grain de ferrite-perlite commençait à grossir dès 1 050°C. Il y a là un décalage assez important. Cependant dans le cas de l'acier au bore austénisé à 1 000°C, les îlots de perlite commencent à apparaître au bout de 4 et 15h, en même temps que le grain gamma grossit. Il y a ici une corrélation.

.../....

Dans le cas de l'acier C austénisé à 1 000°C, on ne trouve pas cette corrélation, car la structure ferrite-perlite est déjà grossière dès 1/2h de recuit alors que le grain austénitique ne grossit qu'au bout de 4 heures, et seuls les îlots de perlite qui peuvent être polycristallins entrent dans la détermination de l'indice de la structure.

Nous pouvons considérer que le critère de détermination de la température de grossissement de grain gamma utilisé par T. GEORGE et J.J. IRANI (8) (apparition d'îlots de perlite et de ferrite de Widmanstätten) est très sévère.

L'écart observé est peut-être dû au fait que dans la méthode de Kohn ainsi que dans toutes les méthodes faisant intervenir la détermination du grain d'austénite situé en surface d'un échantillon, la croissance de ce grain n'est peut-être pas identique à celle d'un grain au sein du métal. En effet, la méthode de KOHN nous a donné un grain plus fin en surface que celui donné par le réactif de Béchet-Beaujard à cœur.

Cependant le gravage des joints ne doit pas influencer le grossissement du grain car LEYMONIE (10) a montré que le gravage des joints d'austénite après refroidissement ne joue pas sur la formation et la croissance d'une nouvelle austénite.

Nous pouvons conclure que la loi qui relie le grain alpha au grain gamma n'est pas simple, bien que la structure alpha se "souviene" avec plus ou moins de fidélité de la structure gamma qui lui a donné naissance.

La vitesse de refroidissement doit jouer un rôle important et nous nous proposons de l'étudier dans la troisième partie.

III° Partie - EVOLUTION DES STRUCTURES AVEC LA VITESSE DE  
REFROIDISSEMENT APRES RECUIT

A) Introduction

Nous avons étudié dans les deux premières parties la structure des aciers après recuits à différentes températures. Lors de ces essais, la vitesse de refroidissement mesurée entre 850°C et 650°C a été constante et égale à 17°C/mn. Nous nous proposons dans ce dernier chapitre d'étudier l'évolution des structures avec la vitesse de refroidissement ; c'est en effet le paramètre le plus important dans le traitement thermique d'un acier et il a fait l'objet de très nombreuses études qui ont permis de mettre en évidence deux vitesses critiques : la première au cours de laquelle il y a début d'apparition de la martensite, tandis qu'au cours de la seconde, l'austénite donne uniquement de la martensite.

Notre but ici n'est pas d'étudier le phénomène de trempe mais d'examiner la structure ferrite-perlite obtenue après diverses vitesses de refroidissement. Nous verrons les programmes de chauffage et de refroidissement utilisés pour des recuits à 1 000°C et 1 150°C, et leur application au diagramme de refroidissement continu. Enfin nous comparerons l'influence de la température et l'influence de la vitesse de refroidissement sur les structures.

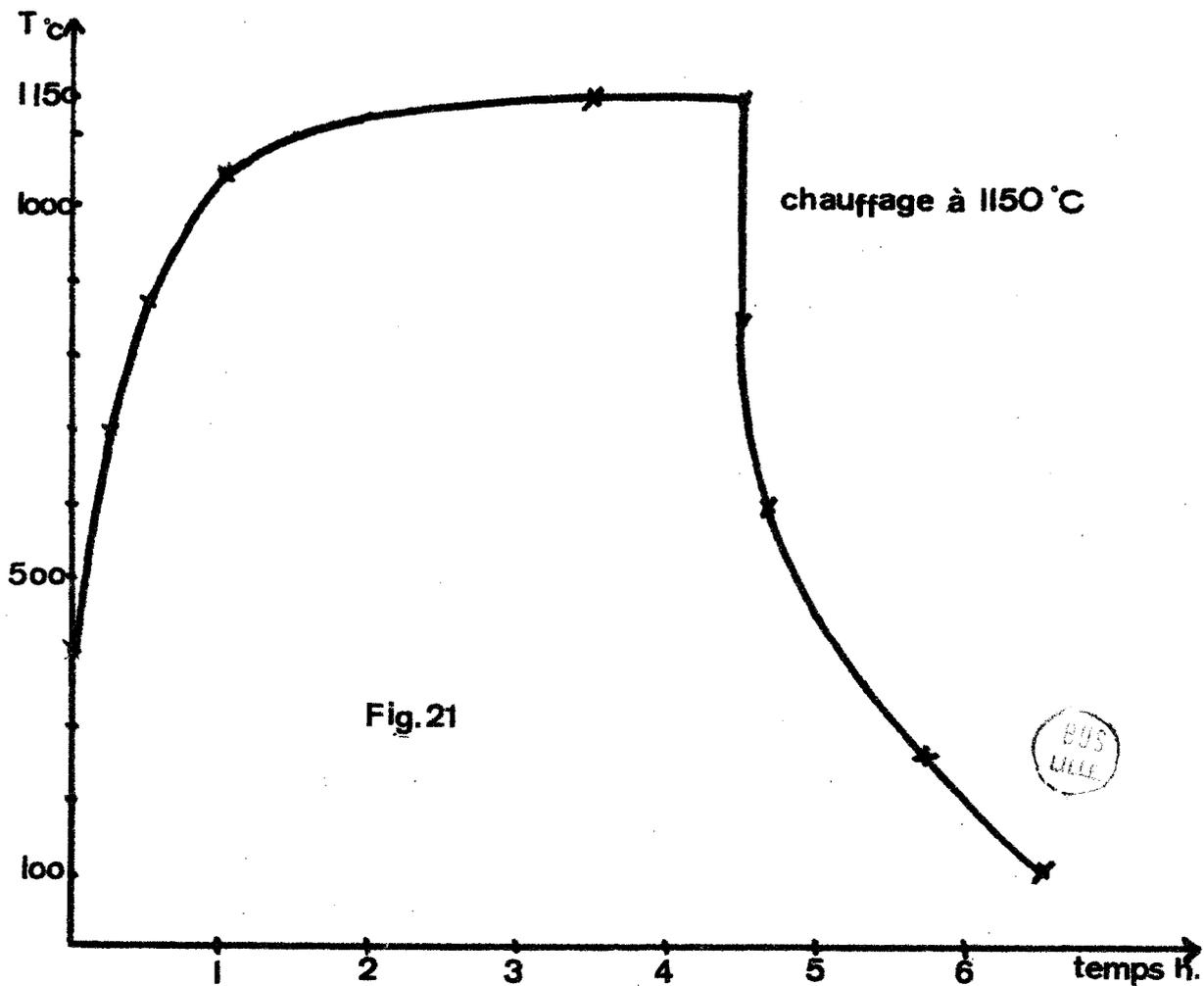
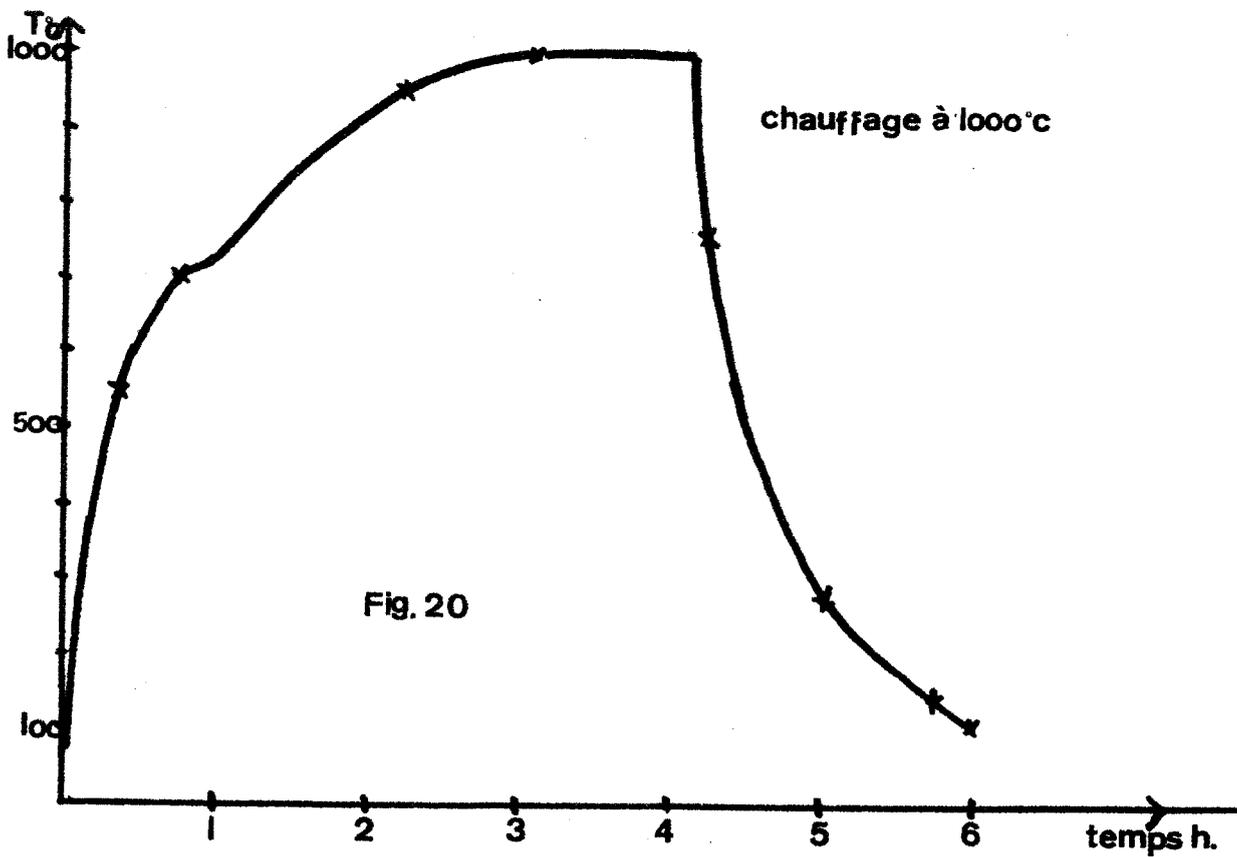
## B) Mode opératoire

Nous étudierons l'influence de la vitesse de refroidissement après des recuits à 1 000°C et à 1 150°C. Les programmes de chauffage seront ceux utilisés dans l'industrie (Fig. 20-21). Les vitesses de chauffage et de refroidissement seront mesurées entre 850°C et 650°C, c'est-à-dire au voisinage des points de transformation ; au chauffage la transformation commence à 735°C et se termine vers 800°C ; au refroidissement la transformation commence vers 700°C et se termine vers 650°C, ces dernières valeurs étant données à titre indicatif car elles varient avec la vitesse de refroidissement.

- Techniques d'obtention des différentes vitesses de refroidissement.

La vitesse de montée en température du four est identique à la vitesse de montée industrielle et est obtenue par programme. La température est mesurée à l'aide d'un thermocouple ATE-BTE dont la soudure est placée au coeur de l'échantillon qui est un cube de 1 cm de côté. Refroidi à l'air calme, il donne une vitesse de refroidissement de 300°C/mn. Refroidi dans le four coupé, on obtient une vitesse de 4°C/mn. Nous obtiendrons des vitesses de refroidissement inférieures à 4°C/mn (0,125°C/mn et 1°C/mn) en programmant le four. Il reste à obtenir des vitesses comprises entre 300 et 4°C/mn. Un échantillon porté à 1 000°C et introduit dans un four à 600°C se refroidit à 150°C/mn. Porté à 1 150°C et introduit dans un four à 600°C, on obtient une vitesse de refroidissement de 125°C/mn. Pour réaliser des vitesses de refroidissement comprises entre 4 et 100°C/mn, nous avons modifié un four ADAMEL en accélérant le refroidissement par insufflation d'air comprimé dans un tube concentrique (Fig. 22). En faisant varier la pression d'air on atteint des vitesses de refroidissement comprises entre 5 et 40°C/mn (Fig. 23).

.../...



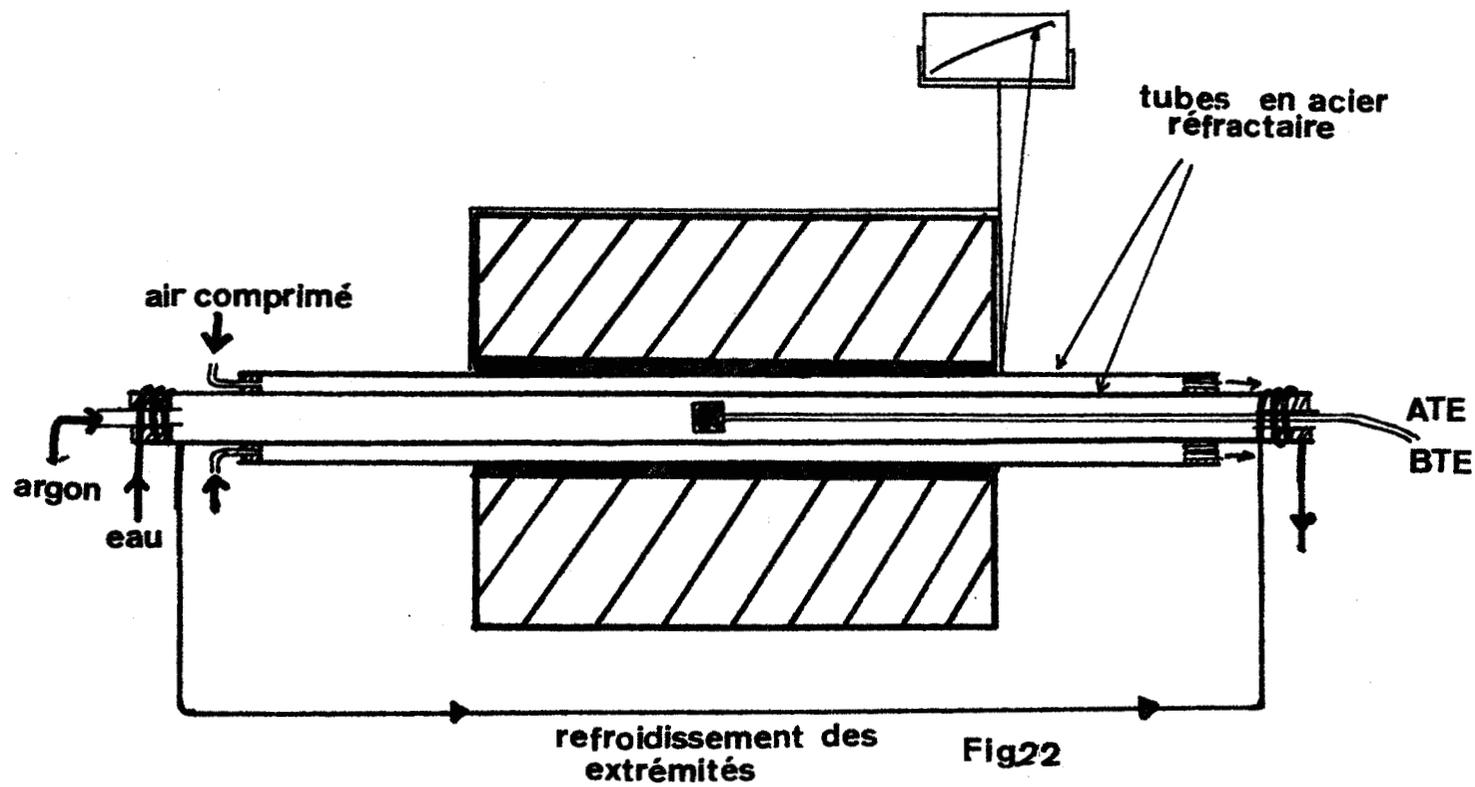


Fig.22

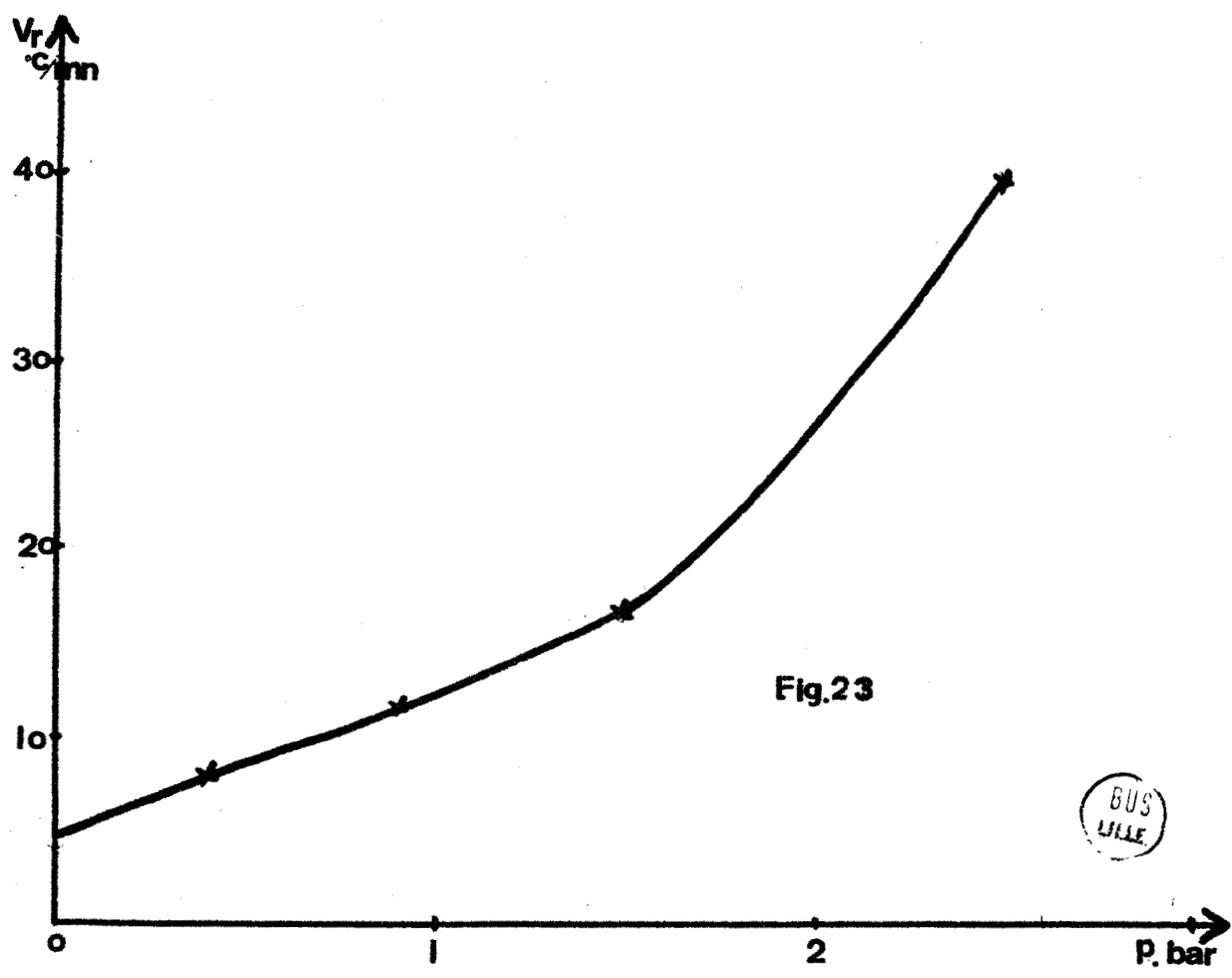


Fig.23

BUS LILLE

Les vitesses de refroidissement pratiquées sont :

- 0,125°C/mn
- 1°C/mn
- 4°C/mn
- 9°C/mn
- 17°C/mn V. Industrielle
- 30°C/mn
- 125 - 150°C/mn
- 300°C/mn

0,125°C/mn est la vitesse nécessaire pour atteindre l'état d'équilibre des phases, 17°C est la vitesse de refroidissement industriel.

### C) Evolution des structures avec la vitesse de refroidissement

#### 1°) Diagramme de transformation en refroidissement continu

Le diagramme de transformation en refroidissement continu de l'acier XC38C (fig. 24) montre que la gamme des vitesses de refroidissement est telle que la structure est toujours constituée de perlite et de ferrite. La courbe de refroidissement continu de l'acier T est semblable à celle de l'acier C par contre celle de l'acier B est différente car le bore ajouté à l'acier retarde la formation de la ferrite proeutectoïde. La courbe est décalée vers la droite.

#### 2°) Domaines morphologiques de la ferrite

D'après C.A. DUBE, H.I. AARONSON et R.F. MEHL (11), la ferrite proeutectoïde peut se classer en cinq catégories.

- Cristaux allotriomorphes de joints de grain

Ce sont les cristaux qui germent et croissent préférentiellement et plus ou moins régulièrement le long des joints de grains de l'austénite. Les cristaux allotriomorphes sont les premiers cristaux de ferrite formés. Les vitesses de germination et de croissance le long des joints croissent rapidement avec la vitesse de refroidissement. Dans la fin de la transformation, quelques cristaux allotriomorphes peuvent être absorbés par leurs voisins, ce qui indique qu'un grossissement du grain se produit dans la phase ferritique.

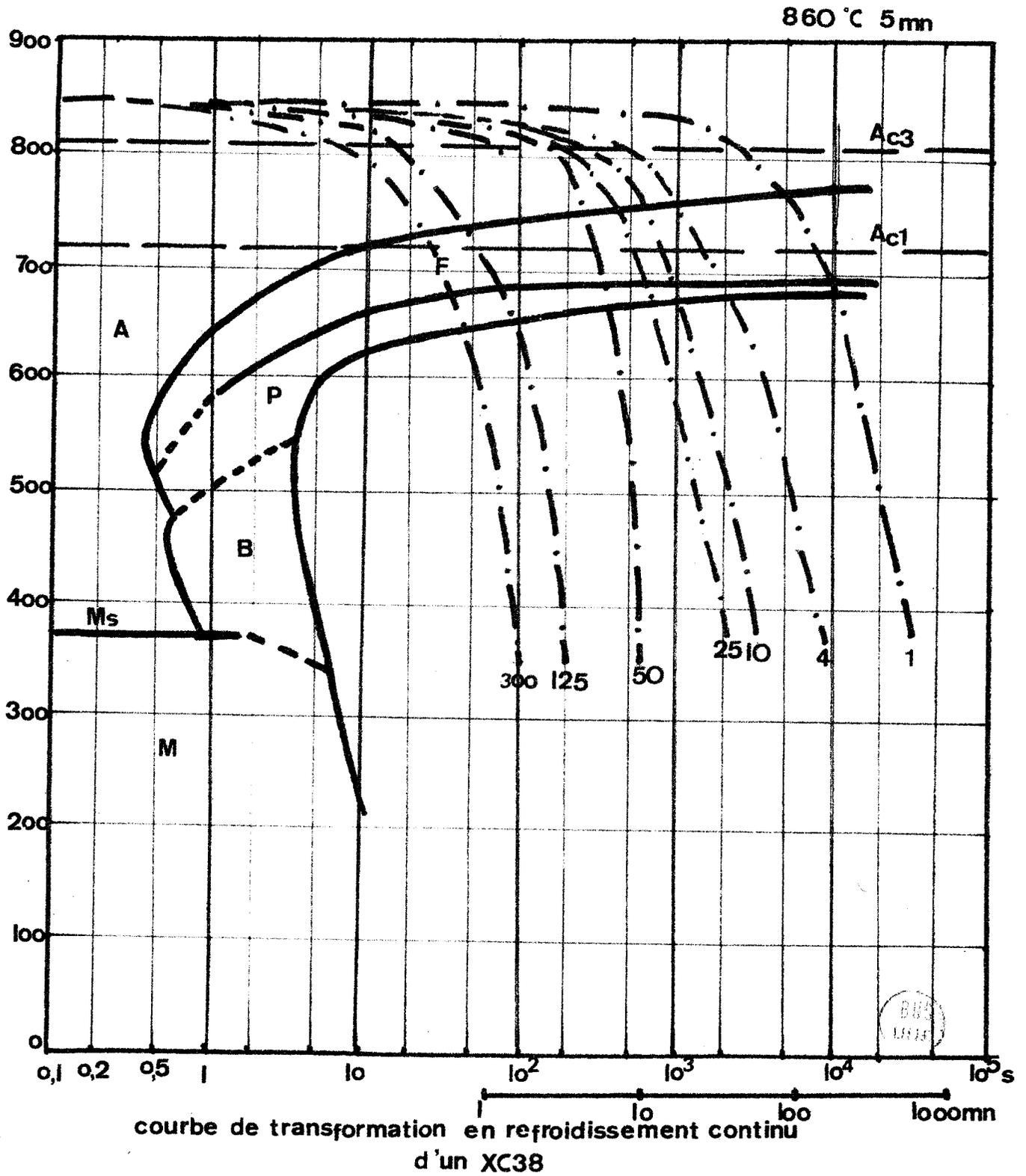


Fig. 24

d'après "de Ferri Metallographia" t.2

- Lamelles latérales - Structure de Widmanstätten

Elles se développent à l'intérieur des grains d'austénite à partir des joints de grain. Dans la transformation par refroidissement continu, elles se développent en partant des cristaux allotriomorphes. Elles sont parallèles aux plans (110) et (111) de l'austénite.

- Cristaux idiomorphes

Ce sont les cristaux de forme équiaxe. Ils germent uniquement à l'intérieur des grains d'austénite.

- Lamelles intergranulaires de Widmanstätten

Elles germent et croissent à l'intérieur des grains d'austénite.

- Ferrite massive

C'est le résultat de l'extension des contacts après un grossissement important des cristaux de l'un ou plusieurs types morphologiques précédents.

Chaque région de la ferrite massive peut occuper théoriquement toute la surface d'un ou de plusieurs petits grains d'austénite.

3°) Morphologie de la perlite

La perlite d'un acier refroidi lentement se présente sous forme de nodule. Cette structure est remplacée par des colonies en forme d'éventail dans le cas d'une vitesse de refroidissement rapide. La finesse de la perlite dépend aussi de la vitesse de refroidissement. D'après BURKE (12), l'écartement des lamelles de ferrite et de cémentite est donné par la formule suivante :

$$d = \frac{4g T_E}{\Delta H (T_E - T)}$$

avec  $\Delta H$ : chaleur latente de transformation par unité de volume de perlite

$T_E$  : température de l'équilibre de transition

$g$  : énergie interfaciale par unité de surface

Plus le refroidissement est rapide, plus  $T$  est inférieur à  $T_E$ , et plus les lamelles sont resserrées.

.../...

D'autre part, dans le cas d'un refroidissement rapide, la réaction perlitique concurrence quelquefois si efficacement la réaction de la ferrite proeutectoïde dans le volume d'austénite restant que la formation de la ferrite est en fait arrêtée. Ce phénomène dépend de deux facteurs : la germination de la perlite a lieu préférentiellement à la limite austénite-ferrite, empêchant la ferrite d'avoir un accès ultérieur à l'austénite non transformée. Le second facteur est la disparité des vitesses de croissance des cristaux de ferrite et de perlite, la vitesse de croissance de la perlite étant dix fois plus grande à une même température.

#### 4°) Mesure du grain austénitique de départ

Nous avons déterminé la taille du grain d'austénite sur les échantillons qui ont suivi le programme de chauffage et de maintien établi. L'oxydation est réalisée après 1 heure de maintien.

Nous obtenons les structures d'indices suivants :

T° maintien	C	B	T
1 000°C	7/8	8	8
1 150°C	3	5	6

En comparant avec les résultats du premier chapitre (X6B et X4B), on voit qu'une vitesse de chauffage plus lente conduit à un grain d'austénite plus gros.

#### 5°) Etude des structures obtenues

Les planches 9...14 montrent que les structures peuvent être classées en trois classes :

- La première classe comprend les structures granulaires : elle existe pour les basses vitesses de refroidissement. Le grain est gros, la ferrite abondante. C'est la structure de ferrite massive.

- La deuxième classe comprend les structures à ferrite aciculaire et allotriomorphe et îlots de perlite. Les grains de ferrite sont plus petits et plus nombreux, elle est obtenue avec des refroidissements moyens.

.../...

- La troisième classe comprend les structures à fin liseré de ferrite avec lamelles intergranulaires de Widmanstätten entourant les gros îlots de perlite. C'est une structure "réticulaire". Elle est obtenue pour les vitesses de refroidissement élevées. Nous pouvons alors représenter la structure de chaque acier en fonction de la vitesse de refroidissement sur un diagramme dans lequel on aura délimité les différentes zones.

a) Acier C. (Pl.9-10)

Le diagramme indice du grain-vitesse refroidissement (Fig.25) montre que les échantillons refroidis très lentement ont un gros grain. A partir d'une vitesse de refroidissement de  $4^{\circ}\text{C}/\text{mn}$  apparaît pour les deux températures les premières aiguilles de ferrite : le grain s'affine en même temps. La structure évolue et à partir de vitesse plus élevées  $V_r = 125^{\circ}\text{C}/\text{mn}$  après un recuit à  $1\ 000^{\circ}\text{C}$ , la structure devient réticulaire. Il suffit de refroidir plus rapidement que  $v = 10^{\circ}\text{C}/\text{mn}$  pour l'obtenir à  $1\ 150^{\circ}\text{C}$ . L'indice de grosseur du grain est plus bas dans les structures réticulaires car seul l'îlot de perlite entre dans sa détermination.

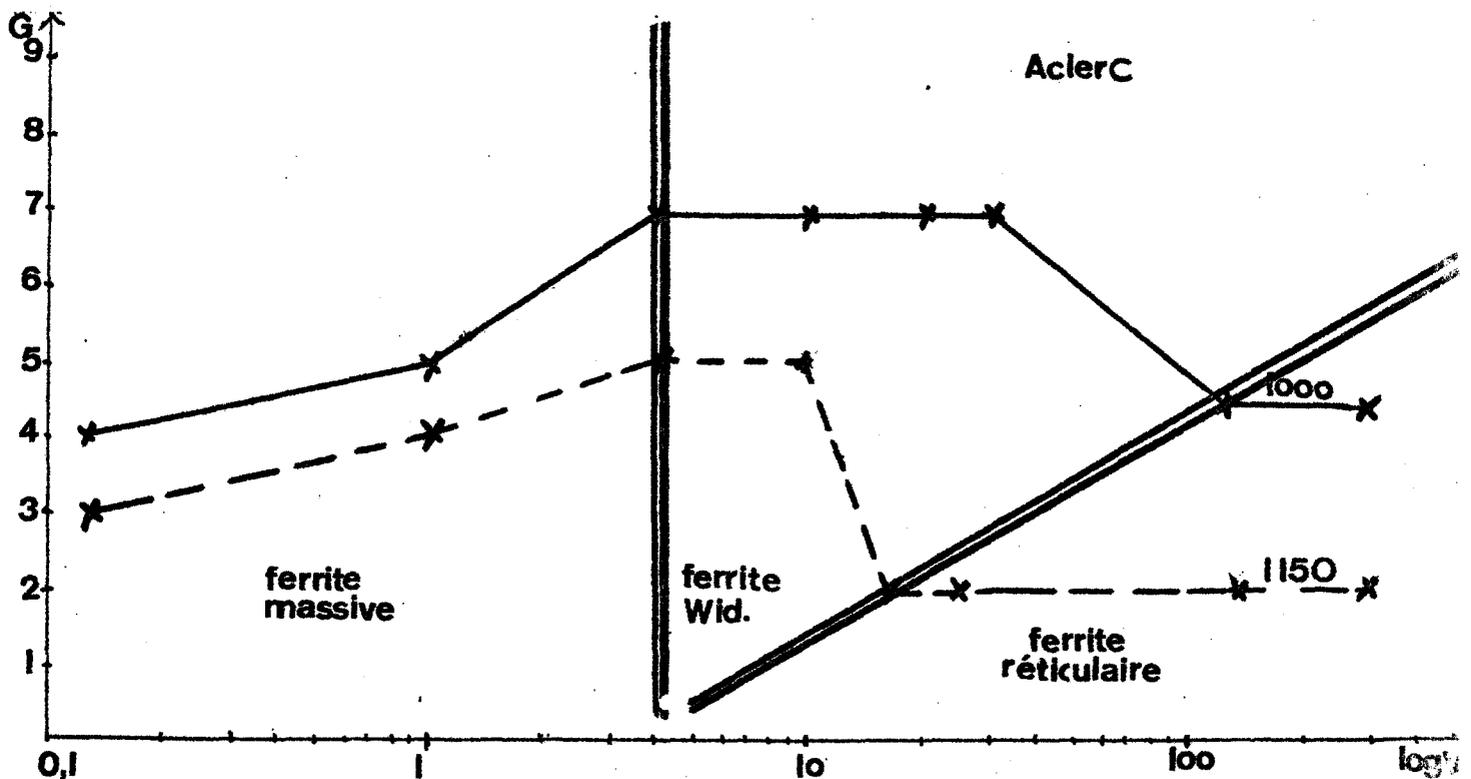


Fig.25

Acier C recuit à 1000°C

G:100



1/80 mn



10 mn



40 mn



90 mn



170 mn



300 mn



1500 mn



3000 mn

BUS  
LIFE

INFLUENCE DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT

Acier C recuit à 1150°C

G: 100



1/80 mn



10 mn



40 mn



90 mn



170 mn



250 mn



1250 mn



3000 mn

BUS  
LIT.

b) Acier B (Pl.11-12)

A 1 000°C, le grain s'affine avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement (Fig.26). La structure ne devient réticulaire qu'au-dessus d'une vitesse de refroidissement de 300°C/mn.

A 1 150°C, la structure réticulaire apparaît dès une vitesse de 10°C/mn.

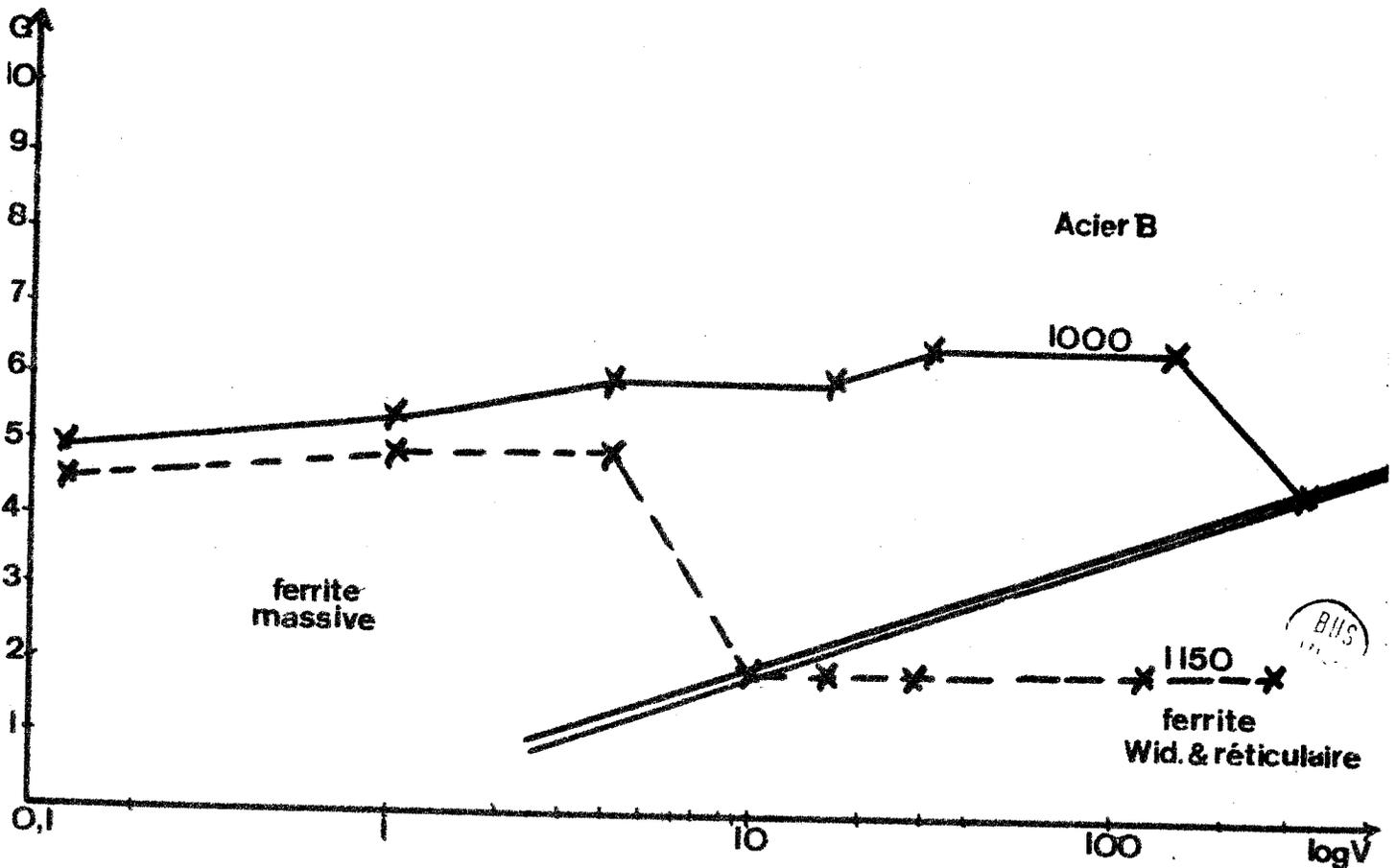


Fig.26

Acier B recuit à 1000 °C

G:100



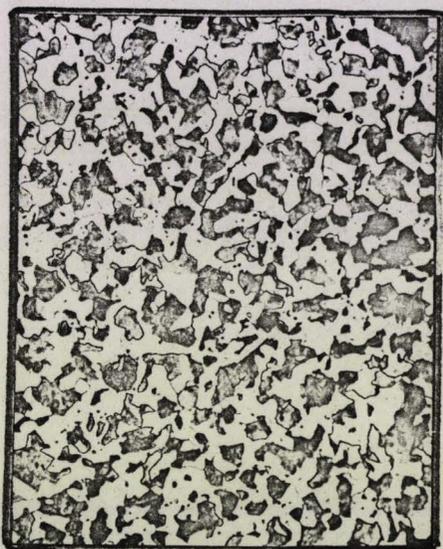
1/80 mn



10 mn



40 mn



170 mn



300 mn



1500 mn



3000 mn

BUS  
LILLE

Acier B recuit à 1150 °C

G:100



1/8 °mn



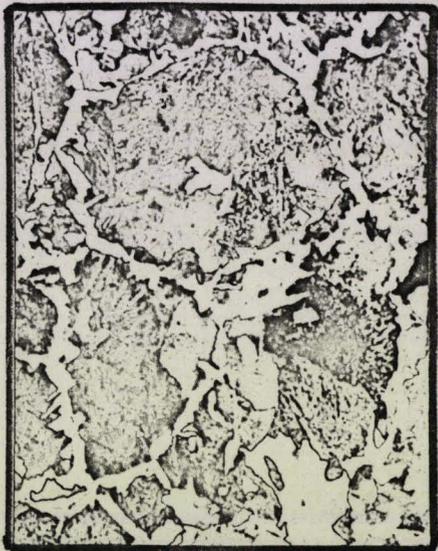
1 °mn



4 °mn



9 °mn



17 °mn



25 °mn



125 °mn



300 °mn

BUS  
LILLE

c) Acier T (Pl.13-14)

A 1 000°C, après affinement du grain jusqu'à une vitesse de 17°C/mn, la perlite commence à s'assembler en filots dès une vitesse de refroidissement de 30°C/mn. (Fig.27)

A 1 150°C, on a multiplication de grains de ferrite jusqu'à une vitesse de refroidissement de 4°C/mn.

Au-dessus de cette vitesse, la structure devient réticulaire.

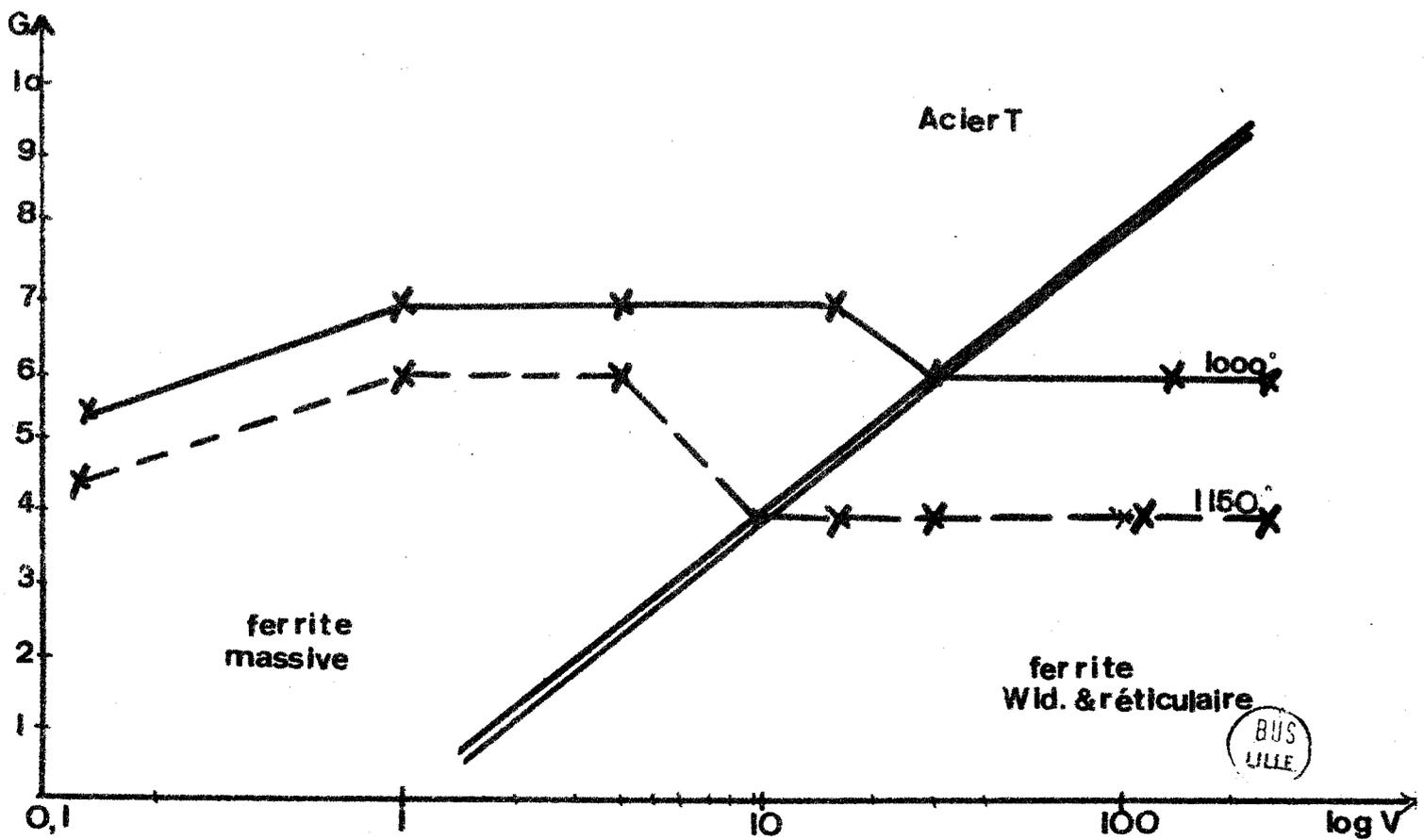


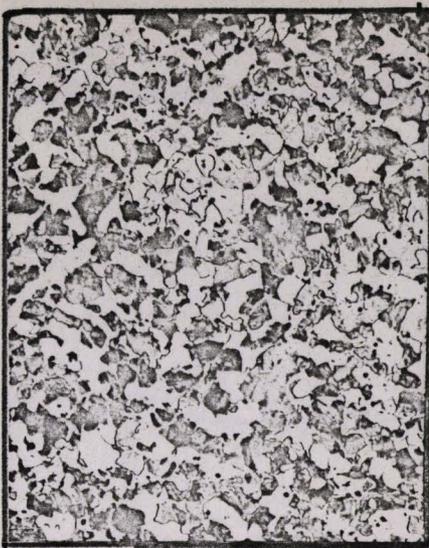
Fig. 27

Acier T recuit à 1000 °C

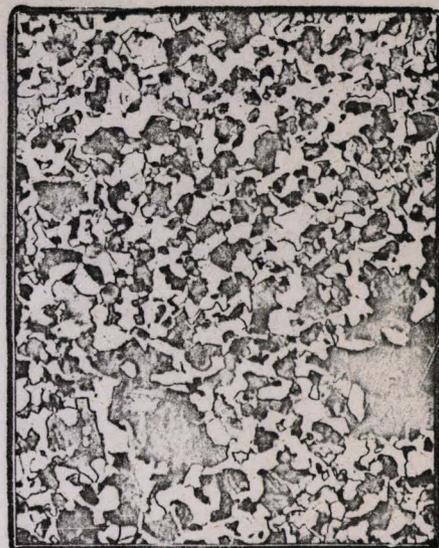
.G:100



1/80<sup>o</sup>mn



10<sup>o</sup>mn



40<sup>o</sup>mn



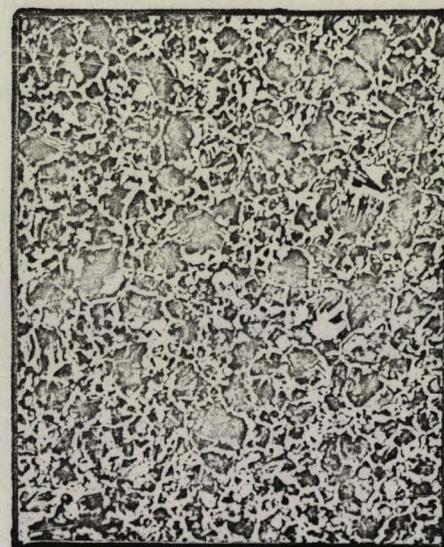
170<sup>o</sup>mn



300<sup>o</sup>mn



1500<sup>o</sup>mn



3000<sup>o</sup>mn

BUS  
LILLE

INFLUENCE DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT  
Acier T recuit à 1150°C  
G:100

PL.14



1/8°mn



1°mn



4°mn



9°mn



17°mn



25°mn



125°mn



300°mn

BUS  
LILLE

#### d) Evolution de la perlite

Nous avons vu que la quantité de perlite devient plus importante quand la vitesse de refroidissement croît.

Nous avons mesuré l'écartement des lamelles de ferrite et de cémentite dans les cas extrêmes.

Nous avons trouvé que la distance interlamellaire était de 1 à 2 micron pour les aciers refroidis à  $0,125^{\circ}\text{C}/\text{mn}$  ; elle passe à  $0,5 - 1$  micron pour une vitesse de refroidissement de  $20^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ . Enfin, la perlite n'est plus résolue au grossissement 2 000 sur les échantillons refroidis rapidement. La perlite est identique pour les trois métaux.

#### 6°) Conclusion

Les diagrammes donnant l'indice en fonction de la vitesse de refroidissement ont montré une certaine équivalence température-vitesse de refroidissement/structure :

- En refroidissant très lentement, on peut éviter les structures réticulaires et aciculaires dues aux hautes températures d'austénisation.

- Une vitesse de refroidissement moyenne donne des grains de ferrite plus nombreux

- Un refroidissement rapide à partir d'une température qui n'entraîne pas la structure de surchauffe (ex B et T à  $1\ 000^{\circ}\text{C}$ ), donne une structure réticulaire.

A  $1\ 000^{\circ}\text{C}$ , le bore est le moins sensible à l'apparition de la structure réticulaire.

Cependant la température d'austénisation est ici encore le paramètre le plus important sur la taille des grains. La vitesse de refroidissement n'est qu'un paramètre du second ordre.

C O N C L U S I O N S      G E N E R A L E S

---

Notre étude a montré que non seulement le bore ajouté à l'acier abaissait la température de grossissement de grain d'austénite, mais que cet effet se répercutait aussi sur la morphologie de la structure ferrite-perlite après austénisation à haute température ; la structure étant en effet la plus grossière. Elle est pourtant la plus fine après une normalisation de 30 mn à 850°C. Nous avons aussi constaté que le titane retardait le grossissement du grain d'austénite.

Lors d'un recuit ou d'un forgeage, le paramètre le plus important est la température, la durée de maintien jouant un rôle secondaire. La structure alpha ne se relie pas exactement à celle de l'austénite dont elle dérive ; on trouve un certain décalage : le grain d'austénite est encore fin alors que la structure ferrite-perlite est déjà grossière. Nous pensons que ceci est dû en partie au fait que nous ne mesurons le grossissement du grain gamma qu'en surface.

Enfin, il n'est pas avantageux de refroidir trop lentement après recuit ; un refroidissement plus rapide favorise une germination de grains de ferrite plus importante qui doit certainement améliorer les propriétés mécaniques. Un refroidissement trop rapide entraîne l'apparition de structure en îlots de perlite avec ferrite en liseré, d'autant plus facilement que la température d'austénisation est plus élevée.

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

- (1): MAC QUAID et EHN : Trans AIME 1922
- (2) : A. KOHN : Perfectionnement de la méthode par oxydation permettant la mise en évidence du grain réel d'austénite des aciers.  
(Mem. Sci. Rev. Mét. 1954 p. 129-137)
- (3) : Mme S.BECHET et L. BEAUJARD : Nouveau réactif pour la mise en évidence micrographique du grain austénitique des aciers trempés ou trempés-revenus  
(Mem. Sci. Rev. Mét. 1955 p.830-836)
- (4) : P.A. JACQUET et R.CAPELLE : Evaluation de la qualité des aciers au bore notamment par voie micrographique  
(Mem. Sci. Rev. Met. 1957 p.855-866)
- (5) : DARKEN-SMITH-FILER : Solubilité de l'azote dans l'austénite. Précipitation de nitrure d'aluminium  
(Trans AIME 1951 p.1174)
- (6) : C.S. SMITH : Grains, phases et interfaces  
(Trans AIME 1948 P.15-51)
- (7) : T. GLADMAN et F.B. PICKERING : Grossissement du grain d'austénite.  
(JISI) Juin 1967 p.653-664)
- (8) : T. GEORGE et J.J. IRANI : Contrôle de la taille du grain d'austénite par addition de petites quantités de titane.  
(Journal of the Austalian Institute of Metals  
Mai 1968 p.94)
- (9) : E.C. BAIN et H.W. PAXTON : Les éléments d'addition dans l'acier. (DUNOD éditeur)
- (10) : C. LEYMONIE : Contribution à l'étude de la formation de l'austénite.  
Mem. Sci. Rev. Met. n°4 1967 p.306
- (11) : C.A. DUBE, H.I. AARONSON, R.F. MEHL : Formation de la ferrite proeutectoïde dans les aciers au carbone.  
Mem. Sci. Rev. Met. 1958 p.201-210
- (12) : J. BURKE : La cinétique des changements de phase dans les métaux. (MASSON Editeur).

