

50376  
1973  
110

50376  
1973  
110

T H E S E

présentée

à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR 3° Cycle

par

Jean - Paul BRICOUT

Maître es Sciences

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

REGENERATION DES ACIERS AU BORE SURCHAUFFES



Soutenu le 28 JUIN 1973 devant la commission d'examen.

MM. MONTARIOL	Président
PERROT	Examineurs
DOUKHAN	
RAMBEAUD	Invité

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 PERROT de nous avoir fait l'honneur de faire partie du Jury.

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

Nous remercions tous nos camarades de Laboratoire, en particulier Monsieur J.BONTE.

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

## PLAN

=====

### INTRODUCTION

- I HISTORIQUE
- II PARTICULARITES ET INTERETS DES ACIERS AU BORE
- III BUT DE L'ETUDE

### CHAPITRE I : REGENERATION A L'ETAT FERRITO - PERLITIQUE

#### INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAIN

- I DIFFERENTS ACIERS ETUDIES
- II METHODES DE MESURE
- III ETATS INITIAUX - INCIDENCE DE LA SURCHAUFFE
- IV ETUDE DES DIFFERENTS PARAMETRES DE LA REGENERATION PAR LA  
METHODE DU PLAN CARRE LATIN
- V INFLUENCE DE LA VITESSE DE CHAUFFAGE
  - 1 Choix de la vitesse de chauffage
  - 2 Valeurs des paramètres de la régénération
  - 3 Dispositifs expérimentaux
  - 4 Vitesse de chauffage et taille de grain après  
régénération
  - 5 Vitesse de chauffage et dureté après régénération
  - 6 Vitesse de chauffage et résilience après régénération
  - 7 Cas de l'acier au bore
- VI CYCLAGES THERMIQUES AUTOUR DES POINTS DE TRANSFORMATION
  - 1 Etude des cycles sur l'acier XC38 classique
  - 2 Etude des cycles sur l'acier XC38 au bore

### VII CONCLUSION

CHAPITRE II : REGENERATION A L'ETAT TREMPE

- I ETUDE DES CYCLES SUR L'ACIER XC38 B A L'ETAT TREMPE
- II INFLUENCE DES TEMPERATURES DE REGENERATION
- III INFLUENCE DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT APRES LA SURCHAUFFE
- IV HYPOTHESES SUR LA FRAGILITE DES ACIERS AU BORE APRES SURCHAUFFE
- V INTERPRETATION DES RESULTATS
  - 1 Maintiens à 850 - 900 - 950°C
  - 2 Maintien à 815°C
  - 3 Maintiens à 1000 - 1050°C
- VI ETUDE DE LA REGENERATION AVEC LE TEMPS
- VII MICROFRACTOGRAPHIE
- VIII TREMPABILITE
- IX CONCLUSION

CONCLUSIONS GENERALES

BIBLIOGRAPHIE

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

=====

### I HISTORIQUE

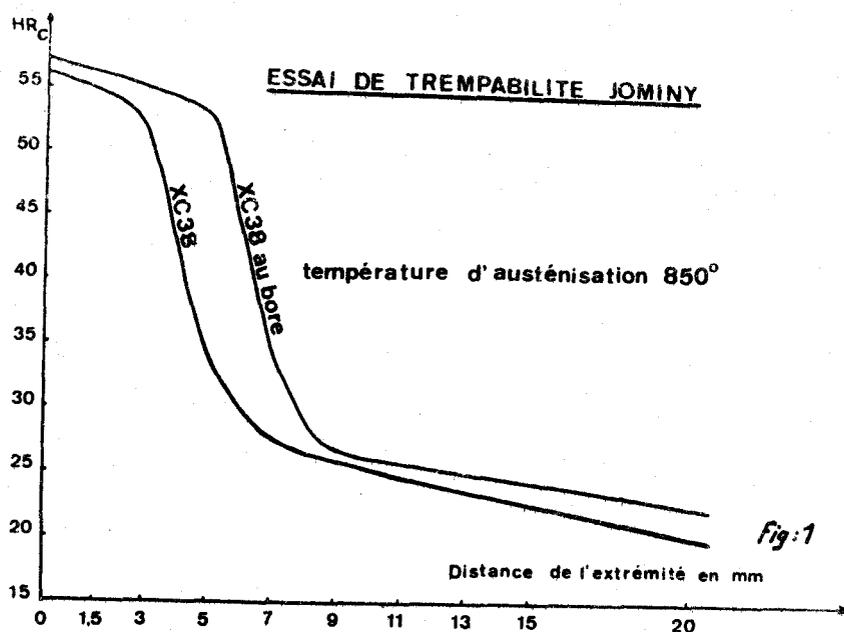
Les aciers au bore eurent pour origine le brevet déposé par WALTERS en 1921. WALTERS fut, semble-t-il, le premier à remarquer qu'un très faible pourcentage de bore produit une augmentation appréciable de la trempabilité. Toutefois, le développement commercial des aciers au bore commença à partir de 1935, après la publication de STAUSS de la "VANADIUM CORPORATION" sur un nouveau désoxydant contenant de l'aluminium, du titane, du silicium et du vanadium ; ce désoxydant produisant une nette amélioration de la trempabilité. En fait, on découvrit aussitôt qu'il contenait 0,25 % de bore et que cet élément était responsable du gain en trempabilité.

En 1937, la WISCONSIN STEEL Co élaborait le premier acier au bore commercial ; toutefois, c'est surtout à partir de 1950 que des recherches systématiques furent effectuées pour la mise au point des aciers au bore par l'AMERICAN IRON and STEEL INSTITUTE et la SOCIETY of AUTOMOTIVE ENGINEERS.

### II PARTICULARITES ET INTERETS DES ACIERS AU BORE

Le bore se distingue des autres éléments d'alliage par le fait qu'un très faible pourcentage (de l'ordre de 0,001 %) peut, sous certaines conditions, doubler la profondeur de trempe. Cette influence très marquée de faibles quantités de bore sur la trempabilité des aciers forgés aptes aux traitements thermiques est maintenant bien établie, et le bore accepté comme élément d'alliage standard dans les aciers. L'intérêt des aciers au bore va croissant et la production a presque doublé durant cette dernière décennie. Parallèlement, un certain nombre de nuances d'aciers au bore, au carbone ou alliés ont été normalisées dans plusieurs pays (Etats-Unis, Japon,...). Cet intérêt accru peut être attribué en grande partie, à des facteurs économiques puisque le bore peut

remplacer dans des proportions plus faibles, d'autres éléments d'alliage plus coûteux (le nickel par exemple) ou réduire leur proportion.



Si l'effet bénéfique du bore sur la trempabilité est admis par tous, il n'en est pas de même pour la résilience. S. J. ROSENBERG et J. D. GRIMSLEY (1) du NATIONAL BUREAU of STANDARD ont ajouté à un certain nombre de lingots provenant d'une même coulée de base d'un acier Martin à 0,43 % C, 1,6% Mn, et 0,32% Si, des teneurs variables en bore de 0,0003 à 0,0038% sous forme de différents ferro-alliages et étudié l'influence du bore sur la résilience Charpy V entre +60° et -95°C. Des résultats de ces essais, les auteurs ont pu conclure que les aciers qui avaient subi un traitement de revenu à 200°C, présentaient une légère amélioration de la résilience (1 Kgm à -40°C). Par contre pour ceux qui avaient subi un revenu entre 425° et 650°C l'effet du bore s'est révélé néfaste. Cet effet néfaste est plus ou moins accusé suivant le type de ferro-alliage utilisé, la quantité de bore ajoutée et la température de revenu. Sans que des conclusions bien nettes aient pu être dégagées, il semblerait toutefois que les aciers revenus à des températures de l'ordre 425°, bien que

présentant une plus grande résistance soient moins sujet à la rupture fragile dans le domaine  $-20^{\circ}$  à  $-60^{\circ}\text{C}$  que les aciers revenus aux plus hautes températures.

D'autre part, PYATAKOVA (2) étudiant la variation de la résilience pour des températures comprises entre  $+20^{\circ}$  et  $-100^{\circ}\text{C}$  d'aciers au carbone type XC 38 et XC 42 avec et sans bore, tire les conclusions suivantes :

- Pour des sections allant jusqu'à 40 mm et pour des teneurs en bore de l'ordre de 0,003%, l'acier au bore revenu à  $200^{\circ}$  présente des valeurs de résilience pour toute la gamme des températures étudiées, supérieures à celles de l'acier sans bore.

- Lorsque le revenu est effectué à des températures plus élevées ( $480^{\circ}$  -  $500^{\circ}\text{C}$ ) la résilience dépend de la valeur en bore ; pour des teneurs en bore supérieures ou égales à 0,006%, elle est inférieure à celle de l'acier sans bore.

R. TRICOT, B. CHAMPIN et D. THIVELLIER (3) ont constaté sur des aciers du type 20 NCD 2B et 20 NCD 6B spécialement élaborés, une influence favorable du bore sur la ténacité à l'état trempé détendu surtout pour les basses températures. Ces auteurs ont établi une distinction entre le bore de trempabilité et le bore de ténacité ; l'action du bore sur la ténacité est fortement influencée par le mode d'élaboration.

Pour résumer, il semblerait que le bore ait une influence favorable sur la résilience à l'état trempé-revenu, tant que la température de ce revenu n'exède pas  $480^{\circ}$  ; par contre, pour des températures de revenu plus élevées, le bore aurait une influence néfaste et la résilience serait inférieure à celle des aciers sans bore.

Pour notre part, avec un acier du type XC 38 à 0,0023% de bore, nous avons noté à l'état trempé-revenu  $425^{\circ}$  et à l'état trempé-détendu  $200^{\circ}\text{C}$  un effet bénéfique du bore par rapport à la nuance XC 38 sans bore dans le même état.

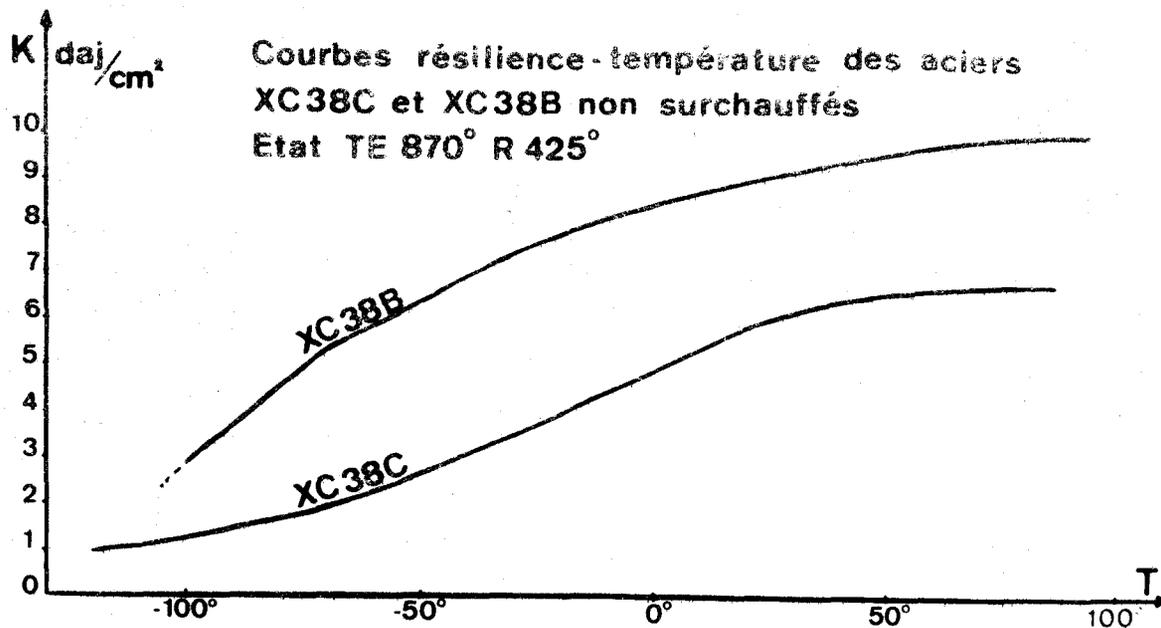


Fig 2

### III BUT DE L'ETUDE

Nous venons de voir que les aciers au bore présentent un double intérêt :

- trempabilité accrue
- résilience améliorée

Toutefois, si ces aciers ont subi une surchauffe, on note une diminution très nette de la résilience aussi bien à l'état ferrito-perlitique qu'à l'état trempé-revenu.

Courbes "Résilience-Température" de l'acier au bore (XC38B) surchauffé B4B et non surchauffé B1B.  
Etat ferrito-perlitique.

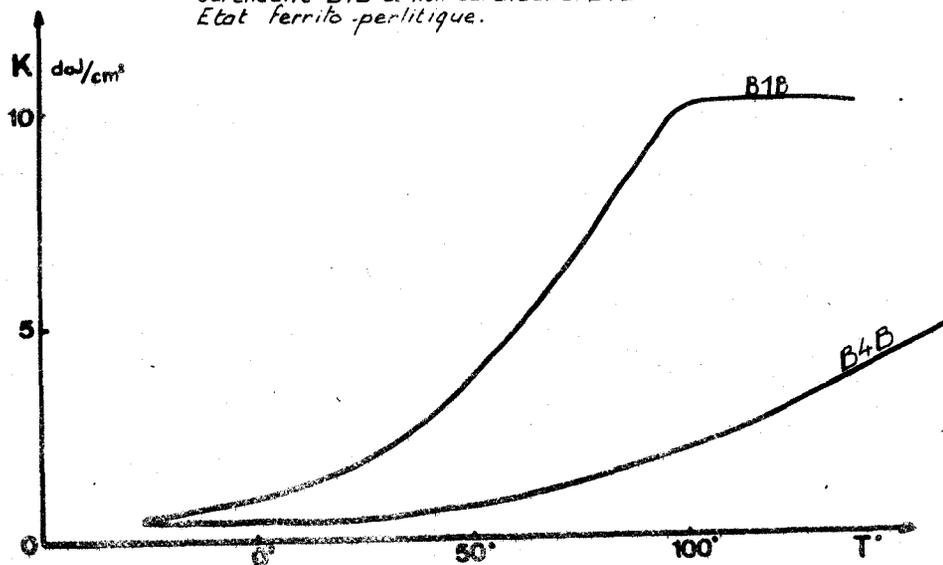


Fig 3

Courbes "Résilience. Température" de l'acier au bore (XC38B)  
surchauffé B4B et non surchauffé B1B.  
État TE 870°C R 425°C.

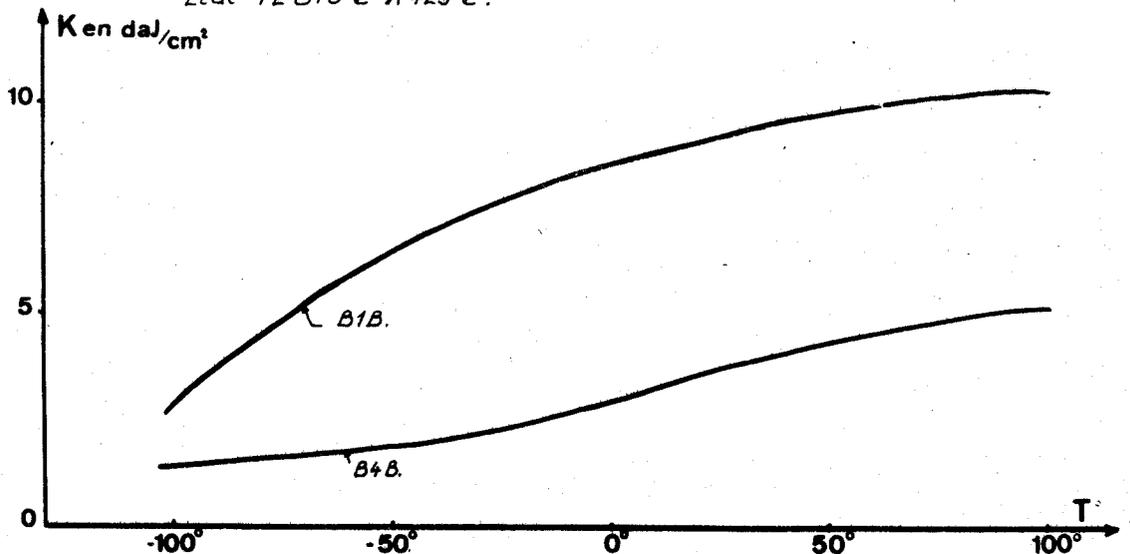


Fig.4

Notre étude portera essentiellement sur la fragilisation après surchauffe et sur la régénération des propriétés mécaniques.

Nous avons retenu deux hypothèses :

- la première est l'influence importante de la taille de grain sur le déplacement vers les températures plus élevées de la courbe "résilience-température".

- la seconde est que, dans les aciers ayant subi un traitement de surchauffe le bore est entièrement dissout et lors du refroidissement, il peut se produire une précipitation intergranulaire d'un composé de bore ayant une incidence sur la résilience.

La première de ces hypothèses nous a naturellement conduit à l'idée de régénération du grain et l'étude de ses différents paramètres ; la seconde nous mène à vérifier si l'existence ou l'absence de précipitation influe sur la résilience.

# C H A P I T R E I

=====

## INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAIN. REGENERATION A L'ETAT FERRITO-PERLITIQUE.

### I DIFFERENTS ACIERS ETUDIES

Nous nous sommes principalement intéressés à la nuance XC 38 au bore de la Sté COCKERILL OUGREE PROVIDENCE à Haumont. Le bore est introduit sous forme de ferrobore en même temps que l'aluminium et le titane.

Pour dégager l'influence spécifique du bore, nous avons étudié parallèlement un acier XC 38 classique de composition très voisine de l'acier au bore, ainsi qu'un acier XC 38 au titane du fait de la présence importante de titane dans l'acier au bore.

Nous appellerons XC 38 C un acier XC 38 classique  
" XC 38 B " " au bore  
" XC 38 T " " au titane.

### COMPOSITION CHIMIQUE

Eléments	XC38C	XC38B	XC38T
Carbone	0,370	0,362	0,403
Silicium	0,225	0,155	0,241
Manganèse	0,686	0,734	0,873
Soufre	0,042	0,029	0,030
Phosphore	0,017	0,016	0,022
Aluminium	0,016	0,074	0,072
Titane	0,002	0,043	0,018
Cuivre	0,094	0,059	0,120
Bore		0,0023	

Tableau 1

## II METHODES DE MESURE

Nous mesurerons la dureté Rockwell B, la taille des grains et effectuerons l'essai de résilience Charpy V suivant les normes AFNOR correspondantes. Pour chaque traitement, nous avons établi une courbe "résilience-température" sur laquelle nous avons relevé :

- la résilience maximum  $Cv_{max}$
- la résilience à la transition définie au demi-saut de résilience  $Kt$ .
- la température de transition définie au demi-saut de résilience  $Tt$ .

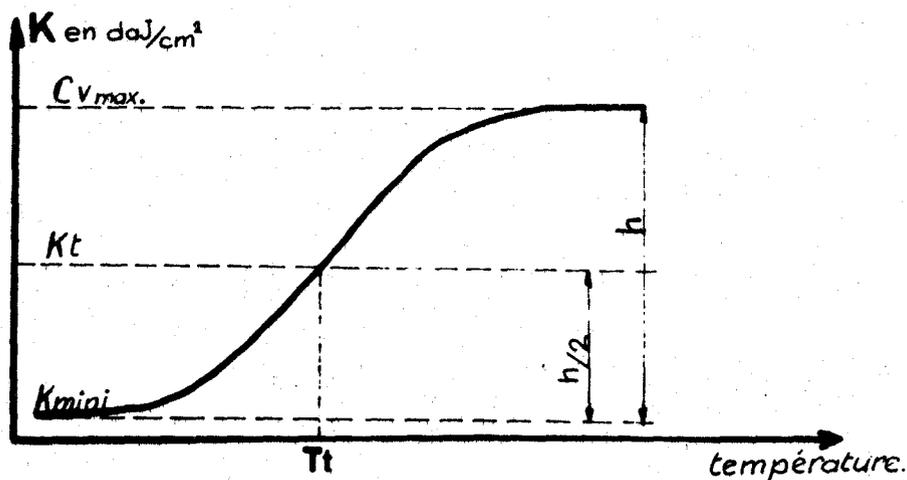


Fig: 5

## III ETATS INITIAUX - INCIDENCE DE LA SURCHAUFFE

Nous avons retenu les aciers au bore les plus fragilisés, c'est-à-dire ceux surchauffés une heure à 1150° C ; de plus cette température peut-être considérée comme une température normale de surchauffe avant l'opération de forgeage dans la pratique industrielle.

Nous appellerons :

C4B un acier XC 38 classique surchauffé une heure à 1150° C  
 B4B " " " au bore " " " "  
 T4B " " " au titane " " " "

Nous serons fréquemment appelés à comparer les états

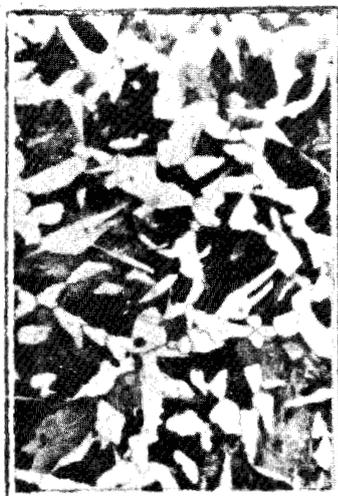
surchauffés et les états régénérés aux états non surchauffés afin d'apprécier l'incidence de la surchauffe et l'efficacité de la régénération.

Nous avons donc introduit les états :

C1B acier XC 38 classique chauffé une heure à 850°C  
 B1B " " au bore " " " " "  
 T1B " " au titane " " " " "

MICROGRAPHIES DES ETATS INITIAUX

M1

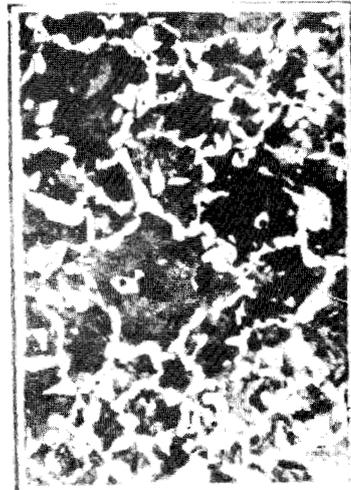


C4B G = 5,5

x 100



B4B G = 5,5



T4B G = 6

ACIERS SURCHAUFFES

	C4B	B4B	T4B
G indice Afnor	5,5	5,5	6
HRb	82-83	85-86	89
Tt	68°	132°	55°
Kt	3,8	3,4	3,9

Tableau n°2

ACIERS NON SURCHAUFFES

	C1B	B1B	T1B
G indice Afnor	8	8,5	8,5
HRb	77-78	76	82-83
Tt	50°	65°	40°
Kt	5	5,2	5

Tableau n°3



On note que l'acier au bore se distingue des aciers XC 38C et XC 38 T par une plus grande sensibilité à la surchauffe. Les tailles de grain ferrito-perlitique après surchauffe sont comparables pour les aciers XC 38 C et XC 38 B ( $G = 5,5$ ) mais les températures de transition sont très différentes, respectivement 68 et 132°C.

Il semble donc, à priori, que pour l'acier au bore la taille de grain ferrito-perlitique n'explique pas, à elle seule, la température de transition très élevée.

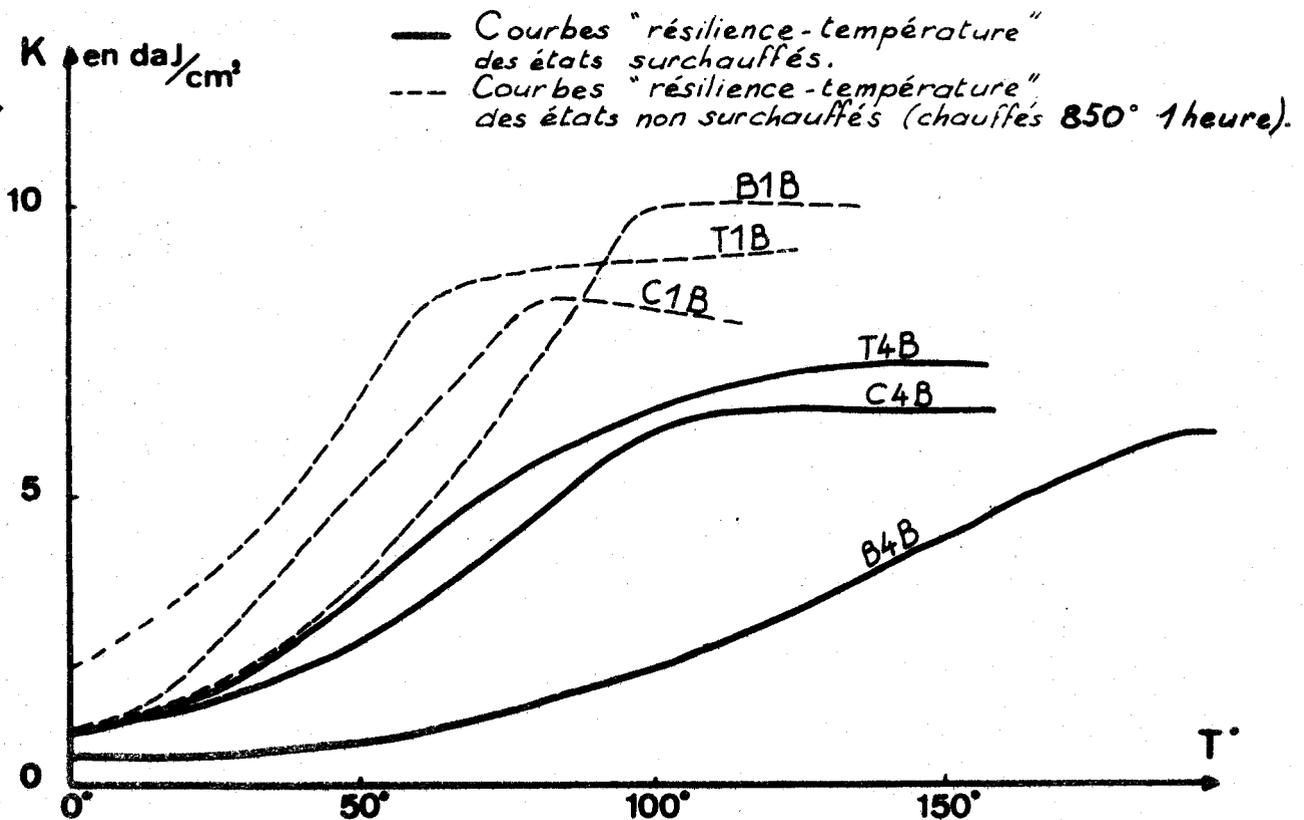


Fig 6

#### IV ETUDE DES DIFFERENTS PARAMETRES DE REGENERATION PAR LA METHODE DU PLAN CARRE LATIN (4).

Nous disposons des trois nuances d'acier XC 38 C, XC 38 B et XC 38 T. Chacune de ces nuances fut prise dans quatre états initiaux différents :

- aciers austénisés 1 heure à 850°C.
- aciers surchauffés 1 heure à 1000°C.
- " " " 1 " 1050°C.
- " " " 1 " 1150°C.

Le recuit de régénération est déterminé par quatre facteurs principaux :

- la vitesse de montée en température.
- la température d'austénisation.
- le temps de maintien
- la vitesse de refroidissement.

Nous nous sommes affranchis de la vitesse de refroidissement après austénisation car une étude préalable (5) avait montré que des vitesses de refroidissement élevées conduisaient obligatoirement à des structures type "Widmanstatten" ou à ferrite en liseré, défavorables du point de vue résilience. Il nous a donc paru inutile de considérer de telles vitesses de refroidissement et par conséquent, nous avons adopté pour tous les recuits de régénération, la vitesse de refroidissement de 4°/mn.

Nous avons fait varier la vitesse de montée en température de 1 à 700°/MN, la température de maintien de 815 à 850°C et les temps d'austénisation de 5mn à 2 heures.

Nous avons constaté que la vitesse de chauffage (6) était le facteur le plus influent sur l'affinement du grain gamma et du grain alpha. Ceci nous conduit à considérer que la régénération d'un acier surchauffé est régie essentiellement par un phénomène de germination ; la croissance des grains gamma intervient peu si l'on reste dans des limites convenables en ce qui concerne la température et le temps de maintien.

## V INFLUENCE DE LA VITESSE DE CHAUFFAGE

### 1 - Choix de la vitesse de chauffage

V.D.SADOVSKY, G.N.BAGACHEVA et B.K.SOKOLOV.(7-8) ont montré que, suivant les vitesses de chauffage, on pouvait distinguer trois modes de formation de l'austénite.

Dans le cas d'un chauffage rapide (plusieurs dizaines de degrés par seconde), l'austénite se forme par un mécanisme sans



## 2 - Valeurs des paramètres de la régénération

Température de régénération : 830°C

Temps de régénération : 30 mn

## 3 - Dispositifs expérimentaux

On utilise un ensemble de 2 fours

- Obtention des vitesses lentes : 1/8-1-5°/mn.

Le four de chauffage est muni d'un programme 1/8, 1 ou 5°/mn. Le four de maintien est stabilisé à 830°C. On place l'ensemble des éprouvettes dans le four de chauffage programmé jusqu'à ce que la température atteigne 830°C. On tire alors les éprouvettes dans le four de maintien, on les y laisse 1/2 heure puis on coupe le four. La vitesse de refroidissement ainsi obtenue est de 4°/mn. (voir figure 7).

- Obtention des vitesses intermédiaires 15 à 100°/mn.

On procède de la même façon mais le four de chauffage est préalablement porté à une température (supérieure à la température de maintien) qui conditionnera la vitesse de chauffage.

- Obtention des vitesses élevées.

Le processus est toujours identique mais le four de chauffage type "Adamel" est ici remplacé par un four à bain de sel, le four de maintien est placé verticalement (voir figure 8). Le four à bain de sel est, par construction, limité à 950°C ; notre vitesse de chauffage maximale est de l'ordre de 400°/mn.

## 4 - Vitesse de chauffage et taille de grain après régénération (tabl. 4).

Vc°/mn	10	5	60	260
G c+s	S. A.	8	8,5	8,5
G s+s	8	7,5	8	8
G s+s	S. A.	8,5	8,5	8,5

S. A. - structure anormale

Tableau n° 4

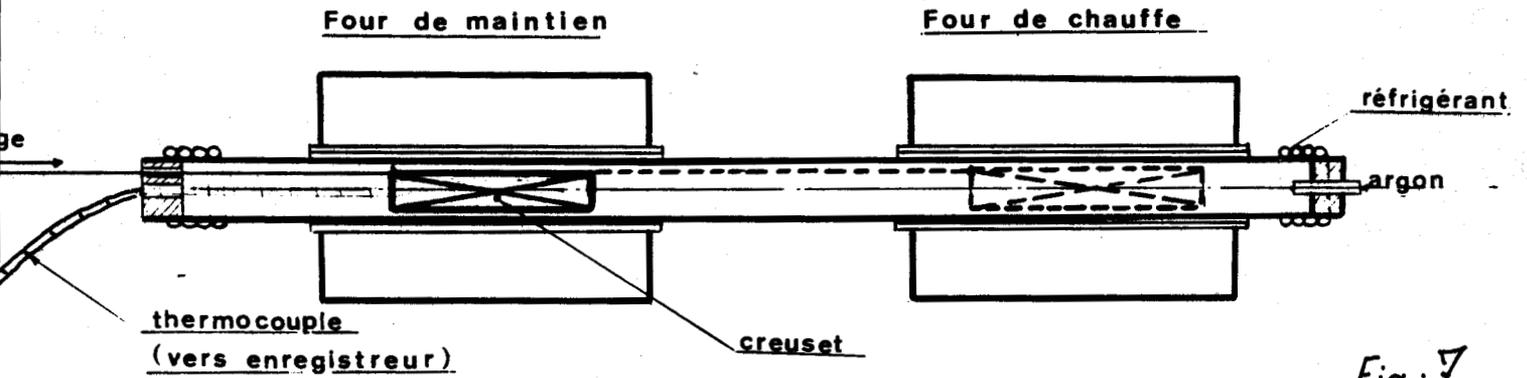


Fig: 7

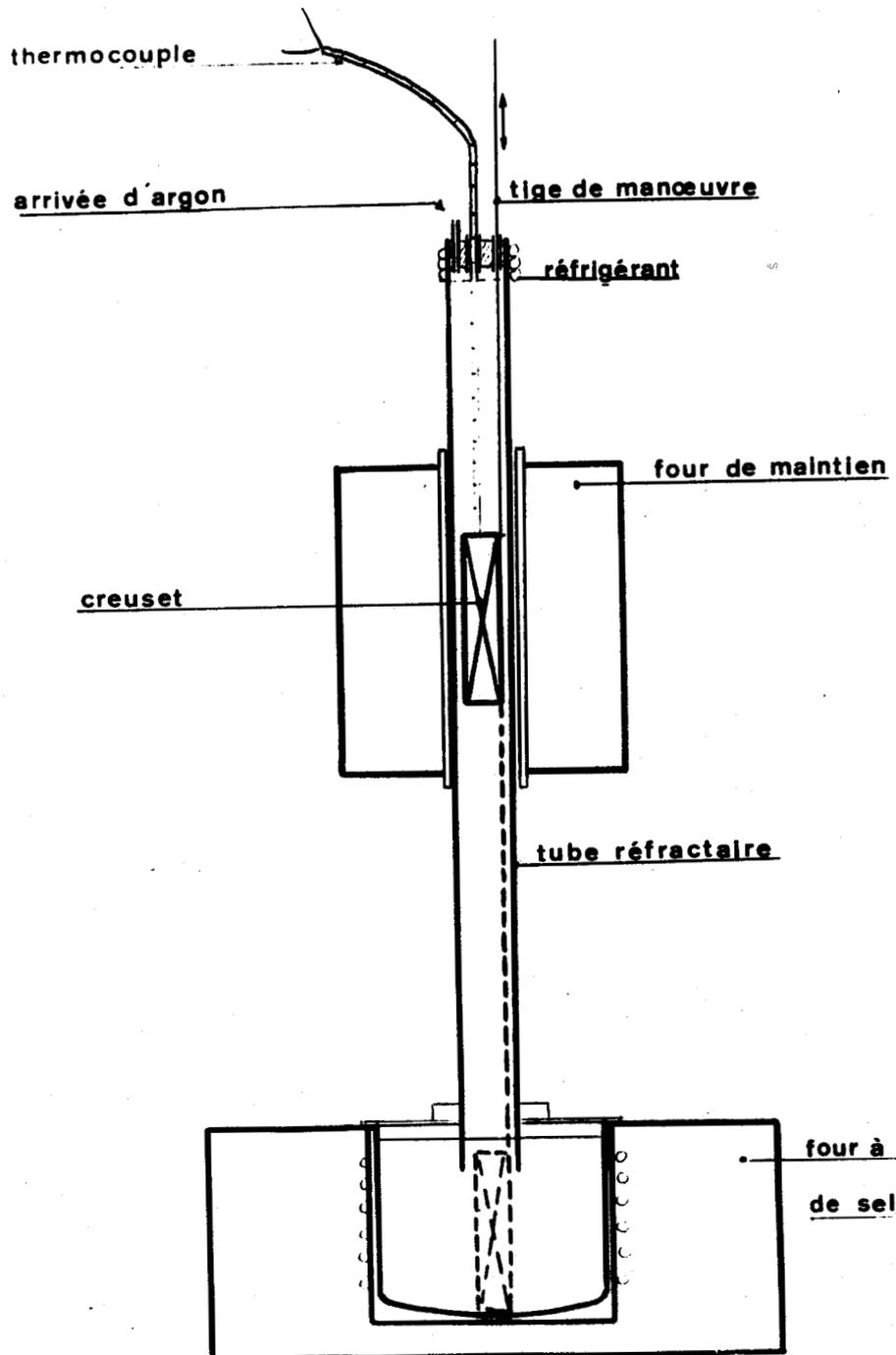


Fig 8

Influence de la vitesse de chauffage sur  
la taille de grain ferrito-perlitique.

grossissement : 300



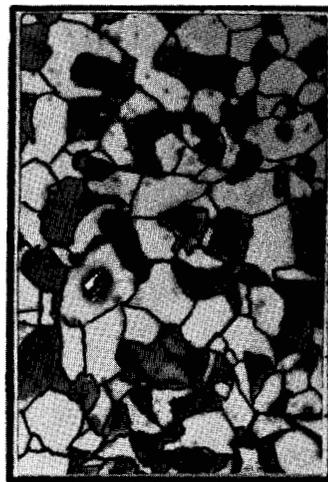
C4B.Vc  $\frac{1}{4}$ .SA.



C4B.Vc 5.G 8.



C4B.Vc 65.G 8,5.



C4B.Vc 260.G 8,5.



B4B.Vc  $\frac{1}{8}$ .G 6.



B4B.Vc 5.G 7,5.



B4B.Vc 86.G 8.



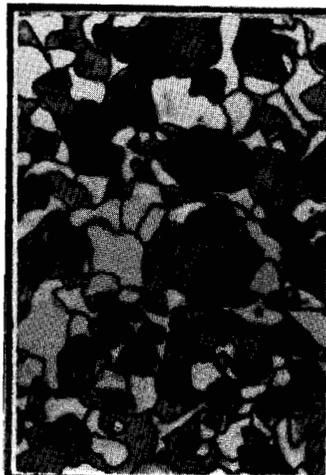
B4B.Vc 420.G 8.



T4B.Vc  $\frac{1}{8}$ .SA.



T4B.Vc 5.G 8,5.



T4B.Vc 72.G 8,5.



T4B.Vc 275.G 8,5.

Nous avons souvent observé, pour les faibles vitesses de chauffage ( $V_c = 1/8$ ), soit des structures anormales, soit des structures régénérées à très gros grains, soit des structures régénérées normales d'indice légèrement inférieur à ceux obtenus pour des vitesses de chauffage plus élevées. Cette constatation porte à croire que pour :  $V_c = 1/8^\circ/\text{mn}$  nous sommes à la première vitesse critique de chauffage ; vitesse au-dessous de laquelle l'acier garde une structure à gros grains.

Sokolov, Bagacheva et Sadovsky avaient trouvé pour un acier à 0,37 % de carbone, une vitesse critique de chauffage de l'ordre de  $1^\circ/\text{mn}$ .

Toutefois hormis ce fait, il faut admettre que la vitesse de chauffage n'a pas une influence très marquée sur la taille de grain et la structure (au maximum 1 unité AFNOR).

#### 5 - Vitesse de chauffage et dureté après régénération (fig. 9)

Les courbes de dureté présentent un maximum très "aplati" entre 5 et  $100^\circ/\text{mn}$ . L'acier au titane reste beaucoup plus dur que l'acier au bore malgré une teneur en titane moins élevée.

En fait il semble que la dureté suive bien la loi de PETCH : HRb proportionnelle à  $d^{1/2}$  (d diamètre du grain en mn), les variations de dureté sont sensibles entre  $V_c = 1/8$  et  $V_c = 5^\circ/\text{mn}$  comme d'ailleurs les variations d'indice de taille de grain.

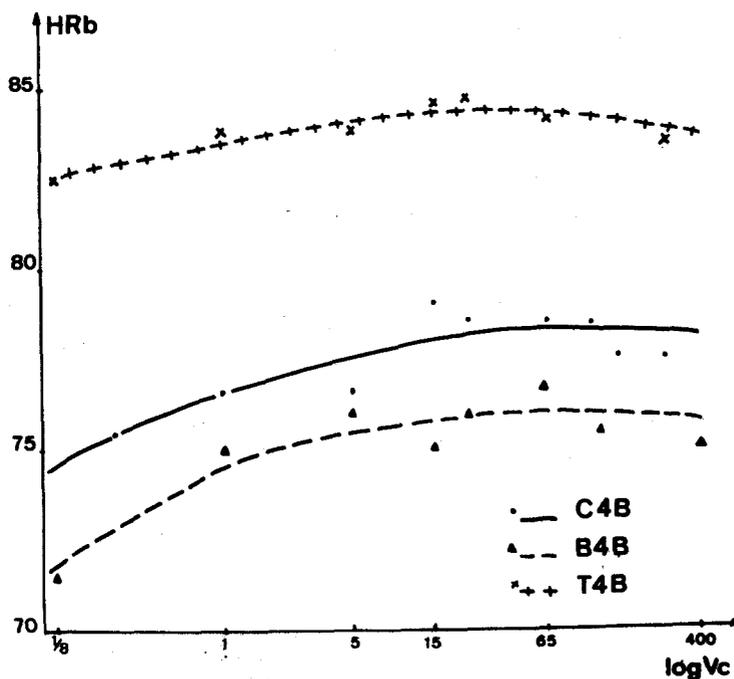


Fig. 9

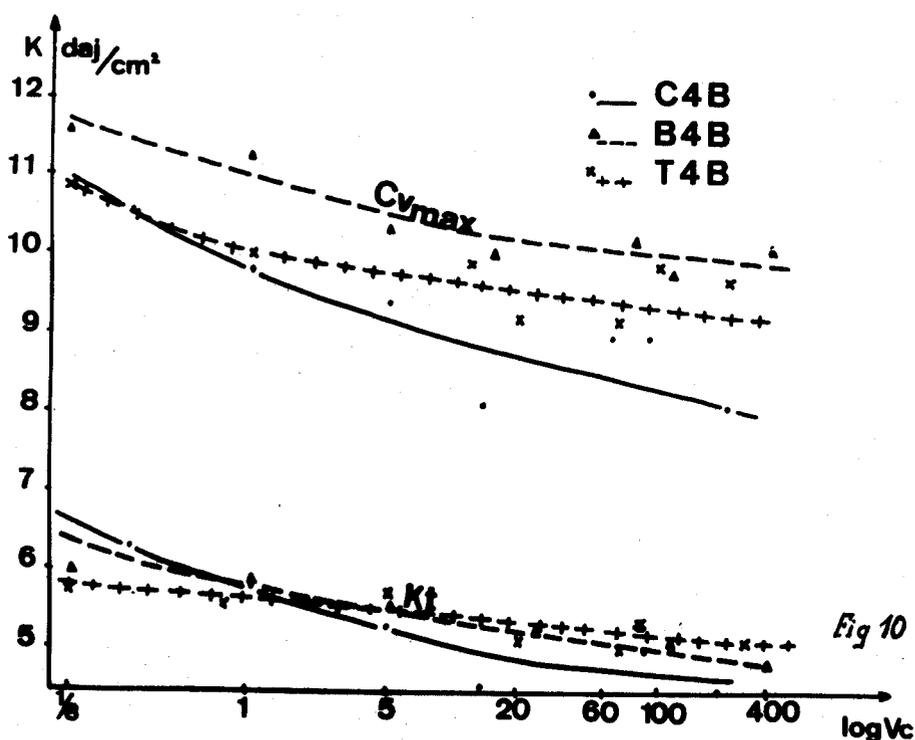
## 6 - Vitesse de chauffage et résilience après régénération

a) Influence sur la résilience à l'état ductile  $Cv_{max}$

(fig 10).

On constate que la vitesse de chauffage a une influence certaine sur le  $Cv_{max}$ , surtout entre 1/8 et 20°/mn.

$Cv_{max}$  diminue quand la vitesse de chauffage augmente.



b) Influence sur la température de transition (fig 11 et 12).

L'effet de la vitesse de chauffage sur la température de transition semble encore plus marqué, surtout entre 1/8 et 5°/mn. La température de transition décroît pour des vitesses croissantes, les valeurs les plus basses étant obtenues pour des vitesses supérieures à 20°/mn. On a une amélioration globale de la résilience malgré un  $Cv_{max}$  plus faible que pour les vitesses lentes.

Disposant d'un mouton avec instrumentation, nous avons noté, par ailleurs, une augmentation du temps à la rupture fragile avec la vitesse de chauffage.

*Influence de la vitesse de chauffage  
sur les courbes " Résilience - Température " :*

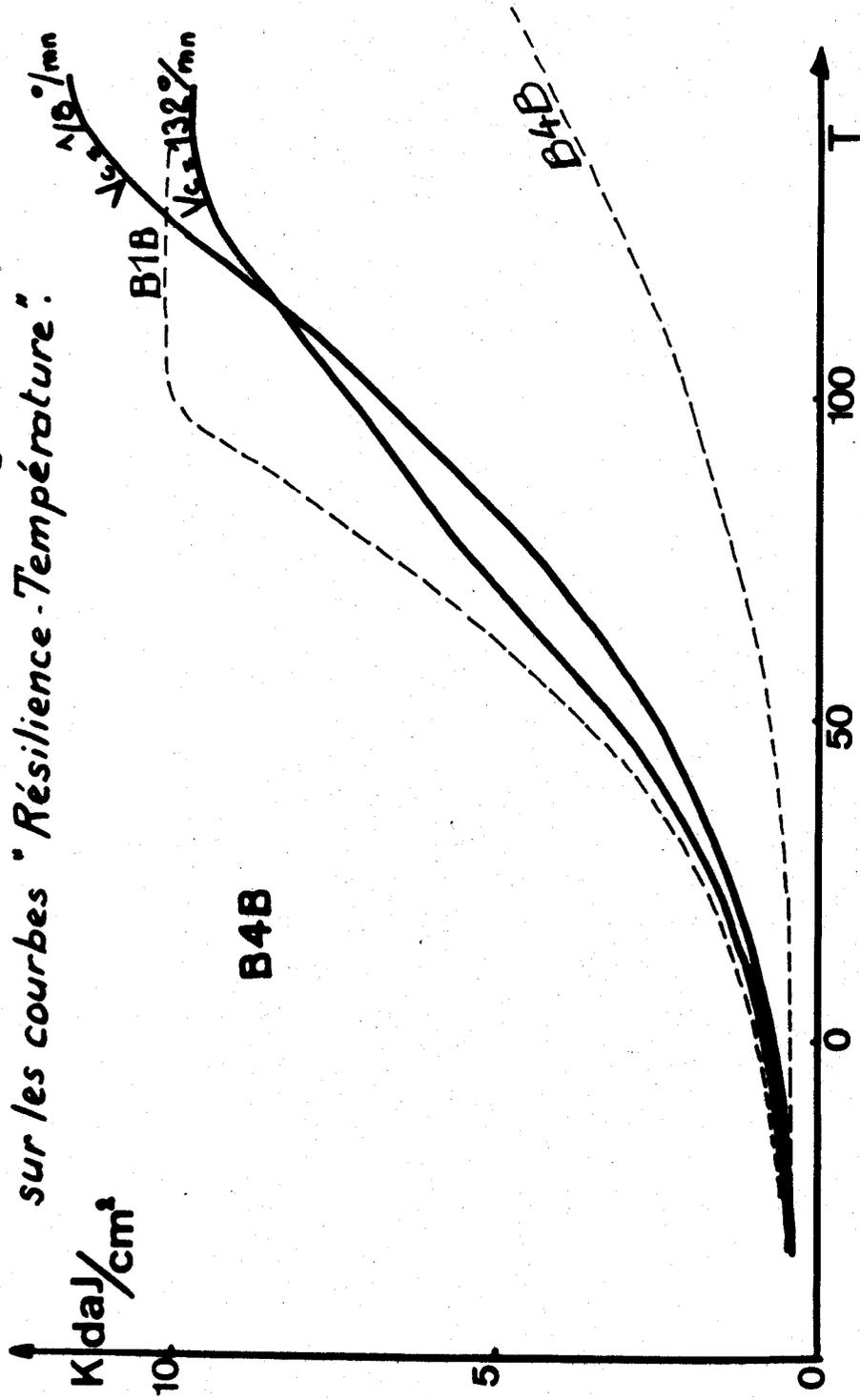
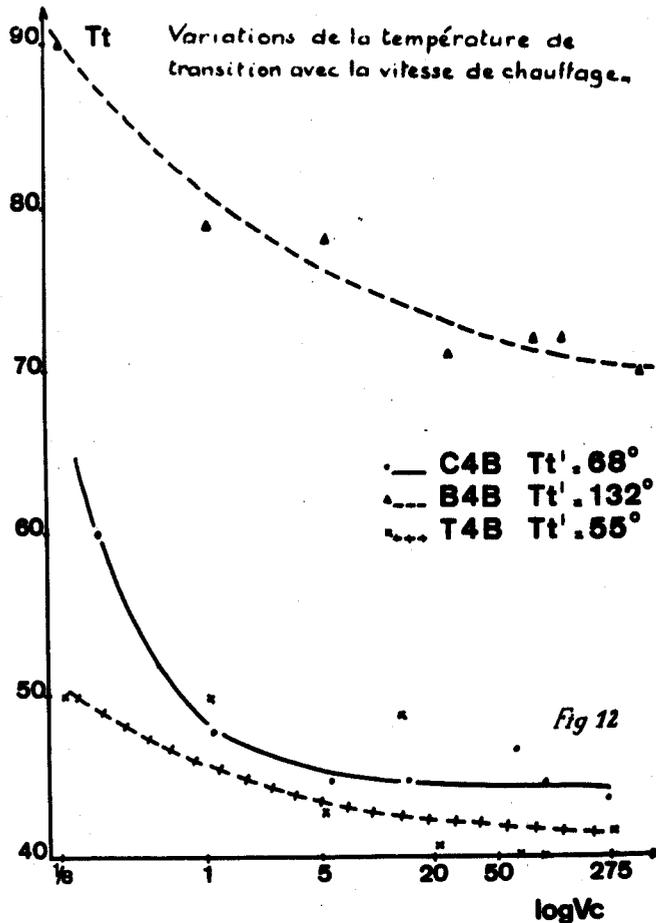


Fig: 11





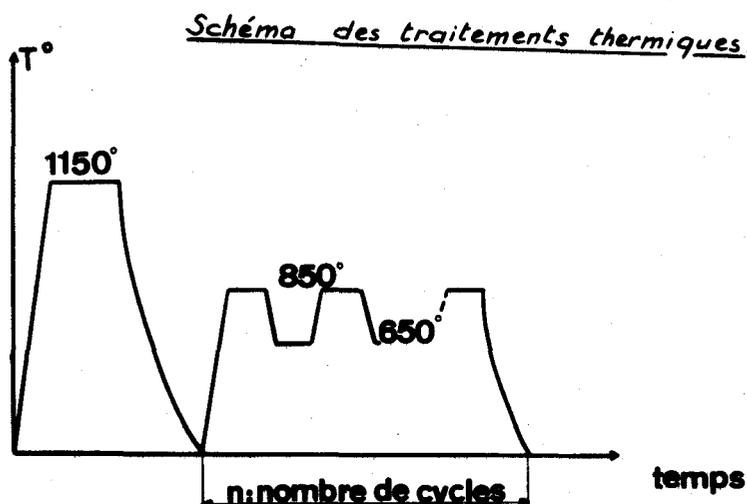
### 7 - Cas de l'acier au bore

L'acier au bore conserve un certain particularisme après régénération. A l'état surchauffé, il se caractérisait par une température de transition nettement plus importante que celle des aciers XC 38 C et XC 38 T (tableau 2) ; après régénération, il garde une température de transition plus élevée (20 à 30°-fig 12), mais surtout il ne revient pas au niveau de l'acier au bore n'ayant jamais subi de surchauffe (température de transition supérieure de 5 à 15°C).

Les températures de transition les plus basses ont été obtenues pour des vitesses de chauffage de l'ordre de 100 à 200°/mn. De telles vitesses sont difficiles à réaliser industriellement ; aussi avons nous pensé que des cyclages thermiques autour des points de transformation plus facilement réalisables, pourraient conduire à des résultats identiques sinon meilleurs.

## VI CYCLAGES THERMIQUES AUTOUR DES POINTS DE TRANSFORMATION

Nous avons effectué des cyclages thermiques sur l'acier XC 38 C et sur l'acier XC 38 B et étudié l'incidence sur la dureté, la taille de grain et la résilience à l'état ferrito-perlitique.



*Fig : 13*

### 1 - Etude des cycles sur l'acier XC 38 C (tabl. 5)

Etat initial : C 4 B.

Les cycles furent effectués entre 650 et 850°C avec des maintiens de 1/2 heure aux températures extrêmes. Les vitesses de chauffage et de refroidissement étant égales à 5°/mn.

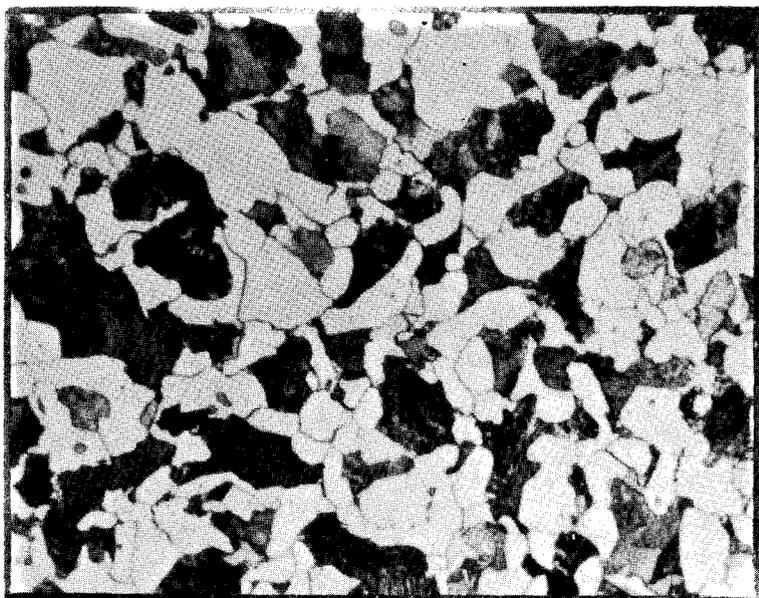
#### INFLUENCE DES CYCLES SUR XC38C

	G	HRb	Cv <sub>max</sub>	Tt	Kt
Normalisé	8	79	7,5	50°	4
2 cycles	8,5-9	79	8	40°	4-4,5
8 cycles	9	78	8,7	40°	4,5

*Tableau n°5*

Du point de vue micro-graphique, après deux cycles, nous avons un grain plus fin, principalement le grain de ferrite ; on note toutefois une certaine duplexité (quelques gros grains de perlite). Après huit cycles, le grain de perlite est plus fin ; il semblerait donc

# Influence des cycles A<sub>1</sub>A<sub>3</sub> sur la taille de grain ferrito-perlitique

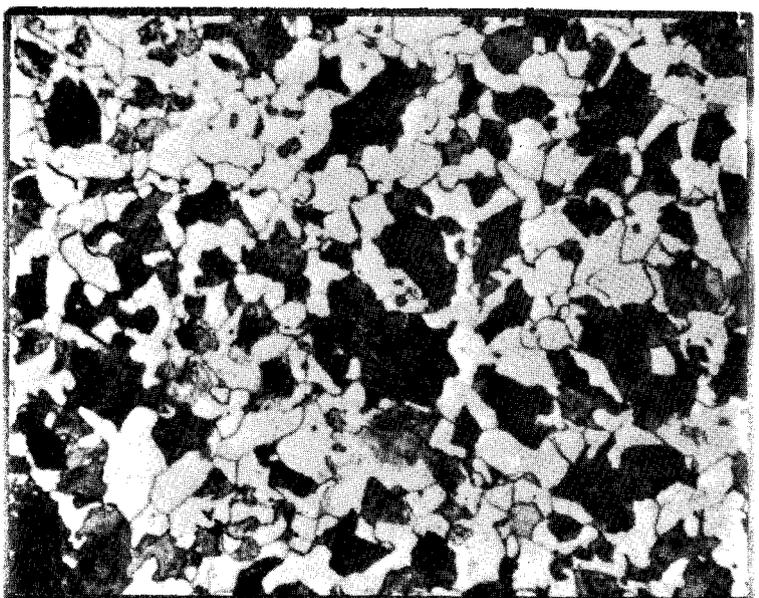


Acier XC38C.

1 cycle A<sub>1</sub>A<sub>3</sub>

$G = 8$  (indice de taille de grain AFNOR).

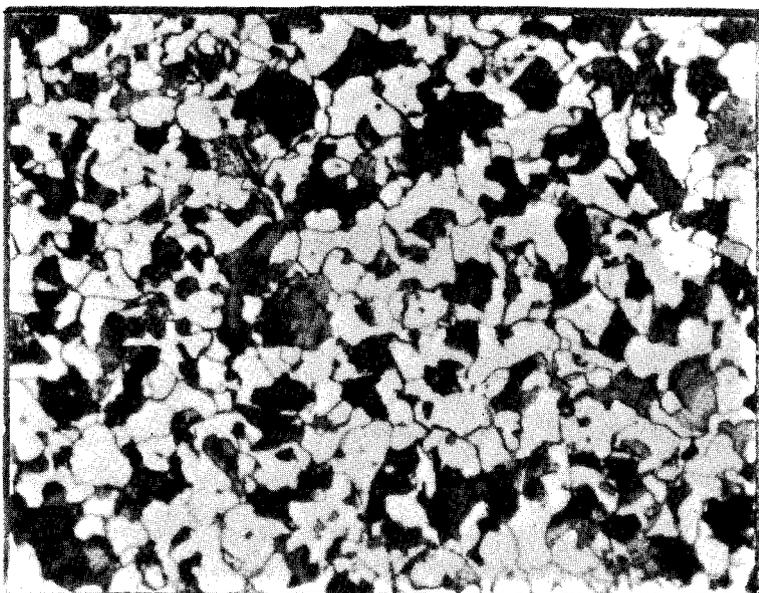
x 300.



2 cycles A<sub>1</sub>A<sub>3</sub>

$G = 8,5$

x 300.



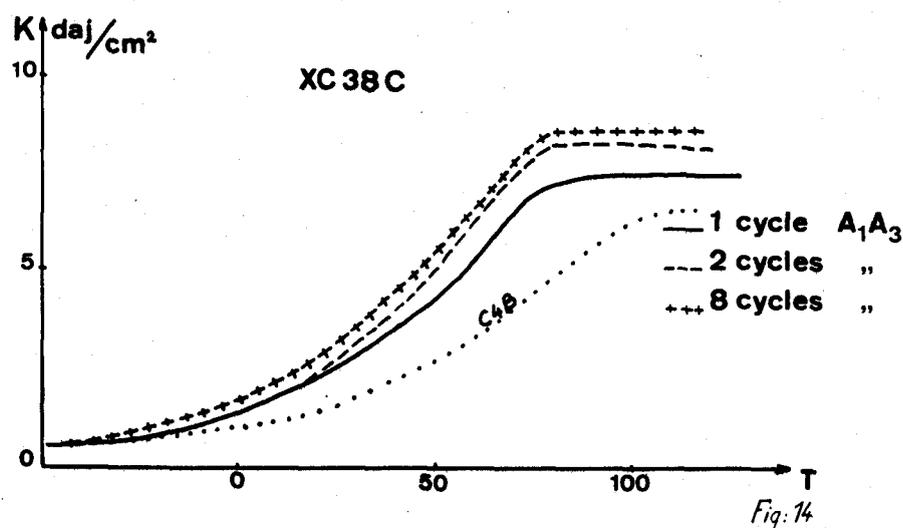
8 cycles A<sub>1</sub>A<sub>3</sub>

$G = 9$

x 300.



que le grain de ferrite soit plus facile à affiner. Ceci semble être confirmé par une étude sur un acier XC 18 surchauffé à 1150°C, où au delà de deux cycles, nous n'avons plus relevé d'affinement du grain.



Du point de vue résilience, on note une augmentation légère du  $Cv_{max}$  avec le nombre de cycles, ainsi qu'une diminution de 8 à 10°C de la température de transition (fig. 14).

## 2 - Etude des cycles sur l'acier XC 38 au bore

(tabl. 5).

### a) Taille de grain

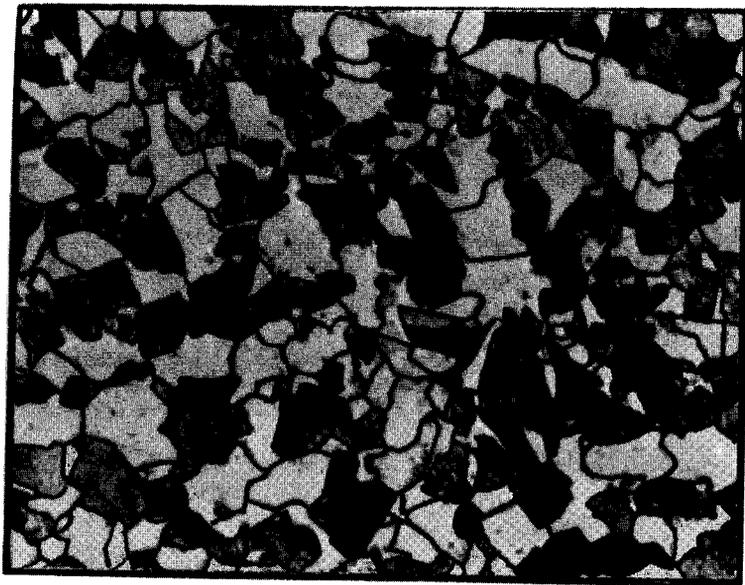
Après un cycle de régénération, soit une normalisation nous obtenons un grain d'indice 8-8,5 ; après deux cycles, un grain d'indice 9-9,5. L'indice de taille de grain n'évolue plus même après 20 cycles.

### INFLUENCE DES CYCLES SUR XC38B

	G	HRb	$Cv_{max}$	Tt	Kt
Normalisé	8,5	78	10	72°	5,5
2 à 20 cycles $A_1A_3$	9	76	11	65°	5,5
6 cycles $A_1$	S. A.	68,5	16	105°	8,5
6 cycles $A_3$	9	78	10	85°	5,5

S. A. - structure anormale

Tableau n° 6

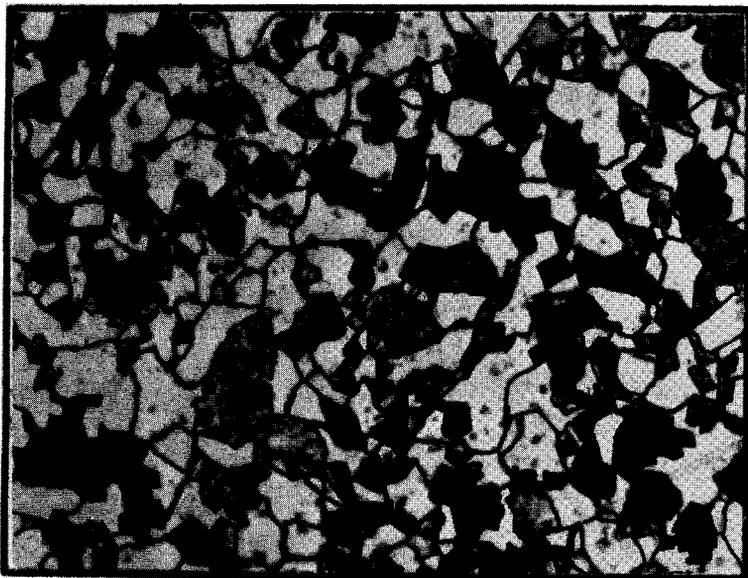


Acier XC38B.

1 cycle A<sub>1</sub>A<sub>3</sub>

G = 8.8,5

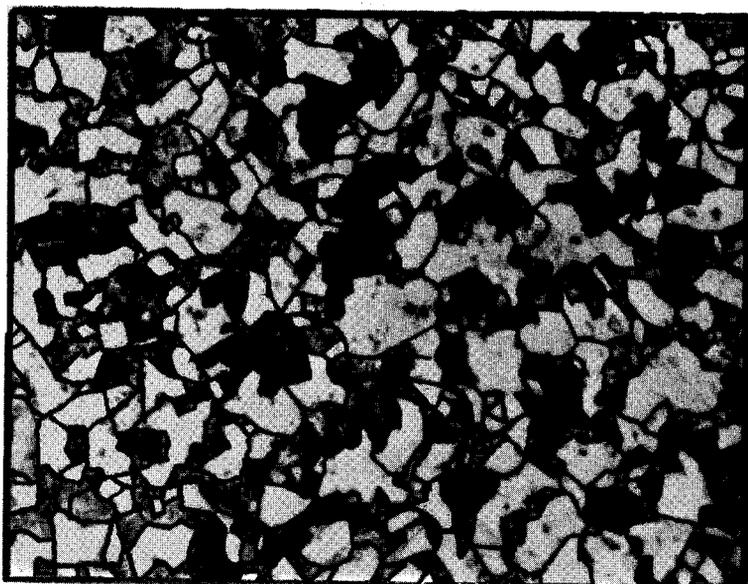
x 300.



2 cycles A<sub>1</sub>A<sub>3</sub>

G = 9

x 300.



20 cycles A<sub>1</sub>A<sub>3</sub>

G = 9

x 300.



Il semble donc, comme précédemment d'ailleurs, que du point de vue gain en taille de grain, un traitement de double normalisation soit suffisant.

b) résilience (fig. 15).

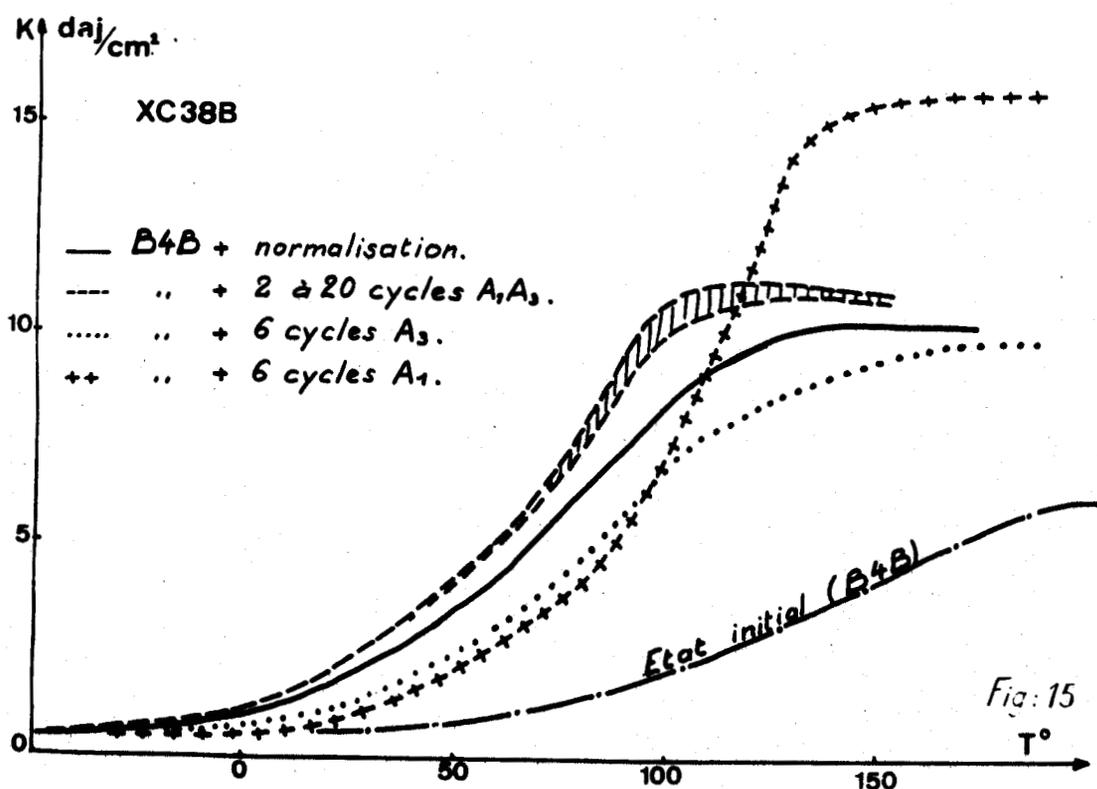


Fig. 15

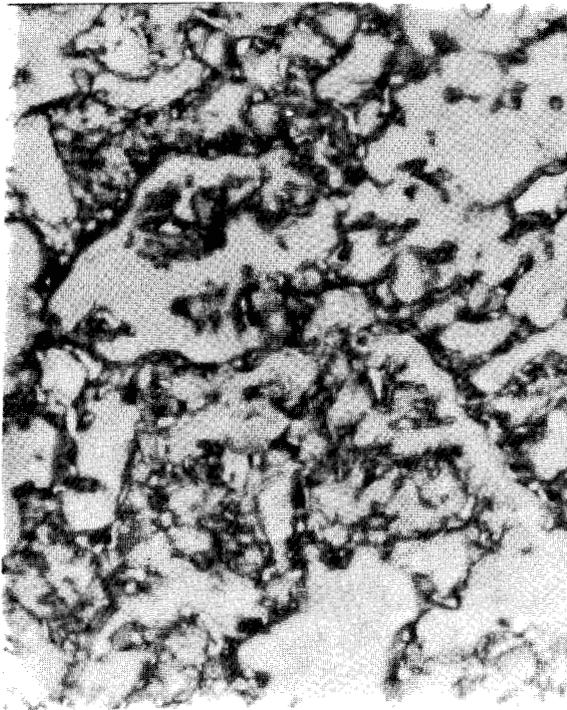
Cette étude nous montre qu'une double normalisation (2 cycles) est suffisante et que si l'on augmente le nombre de cycles, les variations deviennent subtiles et très difficilement chiffrables.

Il faut aussi se méfier d'un nombre important de cycles, surtout dans le cas d'ensembles volumineux où l'on n'est pas certain que le "coeur" de la pièce suive bien le cycle thermique imposé. Un cyclage thermique incomplet peut être néfaste en résilience :

- pour les cycles autour de A<sub>1</sub>, on note une précipitation

importante de cémentite aux joints des grains, eux-mêmes souli-  
-gnés d'un fin liseré de perlite dégénérée (M 5 a). La courbe  
"résilience-température" est très au-dessous de la courbe obtenue  
pour une normalisation simple ; toutefois le  $Cv_{max}$  est beaucoup  
plus élevé :  $16 \text{ daJ/cm}^2$  pour  $11 \text{ daJ/cm}^2$  dans les cas les plus  
favorables.

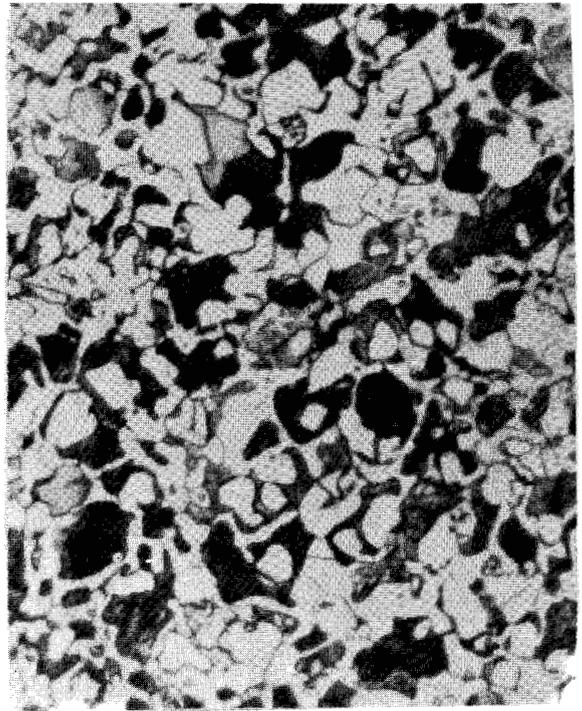
- pour les cycles autour de  $A_3$ , la résilience est  
diminuée en moyenne de  $1 \text{ daJ/cm}^2$  ; on obtient une structure à  
grains très arrondis (M 5 b).



M 5 a

G = 1000

B 4 B + 6 cycles  $A_1$



M 5 b

G = 300

B 4 B + 6 cycles  $A_3$

## VII CONCLUSION

Nous avons constaté que la taille de grain a une  
grande influence sur la résilience et la première hypothèse que  
nous avons formulée semble être vérifiée à l'état ferrito-

perlitique. Toutefois pour l'acier au bore nous avons affaire à un comportement assez particulier : cet acier est, du point de vue résilience, beaucoup plus sensible à la surchauffe que l'acier au carbone et l'acier au titane malgré une taille de grain assez voisine. Il semble donc qu'il y ait un effet secondaire dû à la présence du bore, cet effet étant "masqué" par l'influence de la taille de grain.

Par ailleurs nous avons établi qu'une élévation de la vitesse de chauffage avait un effet favorable sur l'affinement du grain, l'augmentation de la dureté et la diminution de la température de transition, du moins pour des vitesses de chauffage comprises entre  $1/8$  et  $5^\circ/\text{mn}$ . Pour des vitesses de chauffage de  $1/8^\circ/\text{mn}$ , nous avons fréquemment rencontré des structures anormales ou grossière ; ce fait nous a porté à croire que nous avions, pour cette valeur, la première vitesse critique de chauffage ; vitesse en dessous de laquelle l'acier conserve une structure à gros grains.

En vue d'obtenir la structure la plus fine, nous avons réalisé des cyclages thermiques autour des points de transformation  $A_1$  et  $A_3$ . Le gain obtenu en taille de grain et en résilience est maximal après deux cycles soit une double normalisation, au delà, l'effet est négligeable.

Nous allons pour la suite étudier l'influence de la régénération sur l'état trempé.

## CHAPITRE II

=====

### REGENERATION A L'ETAT TREMPE.

#### I ETUDE DES CYCLES SUR L'ACIER XC 38 AU BORE - ETAT TREMPE.

Nous avons constaté que l'acier au bore à l'état trempé était fragilisé s'il avait été préalablement surchauffé à des températures supérieures à 1000°C. La première hypothèse formulée nous a conduit à l'idée de traitement de régénération conduisant à l'obtention d'un grain ferrito-perlitique le plus fin possible avant l'opération de trempe et revenu.

Nous allons vérifier si la régénération par cyclage thermique autour des points de transformation  $A_1$  et  $A_3$  a une incidence sur la résilience à l'état trempé.

Schéma des traitements thermiques.

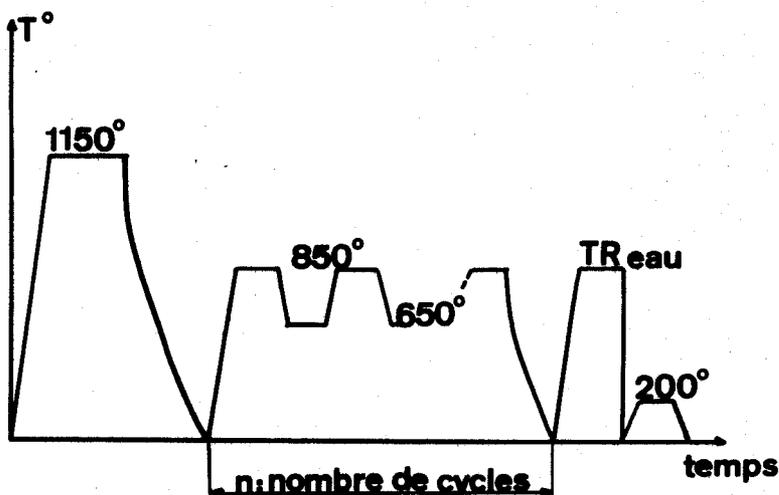


Fig: 16

La figure (17) ci-dessous montre l'effet des cycles sur la résilience prise à 100°C ( $Cv_{max}$ ).

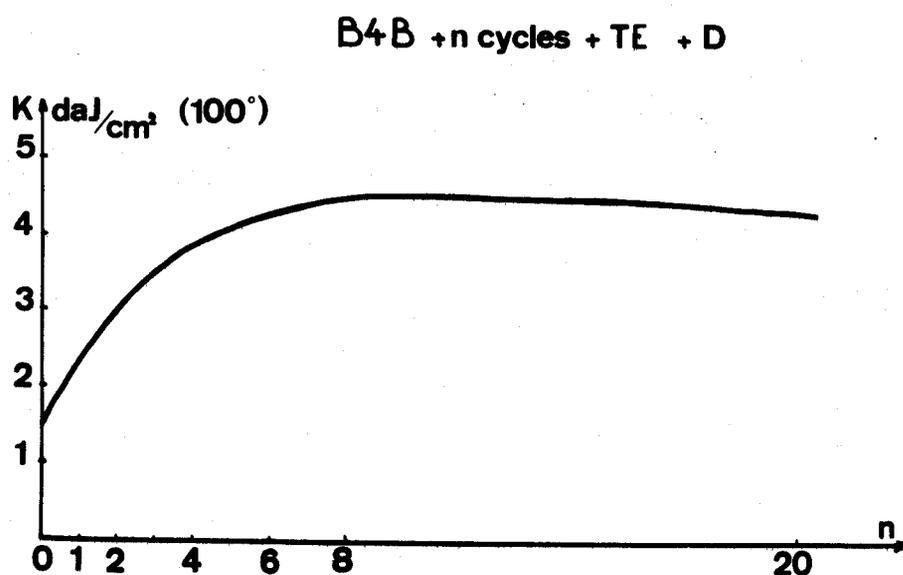


Fig 17

On remarque sur l'état trempé détendu 200°C une franche augmentation de la résilience pendant les 6 premiers cycles, au delà le gain devient insignifiant, voir nul.

Après 6 cycles, la résilience est pratiquement multipliée par un facteur 3 par rapport à l'état initial trempé-détendu 200°C juste après surchauffe.

Ce gain appréciable existe également après un revenu de une heure à 425°C. (figure 18).

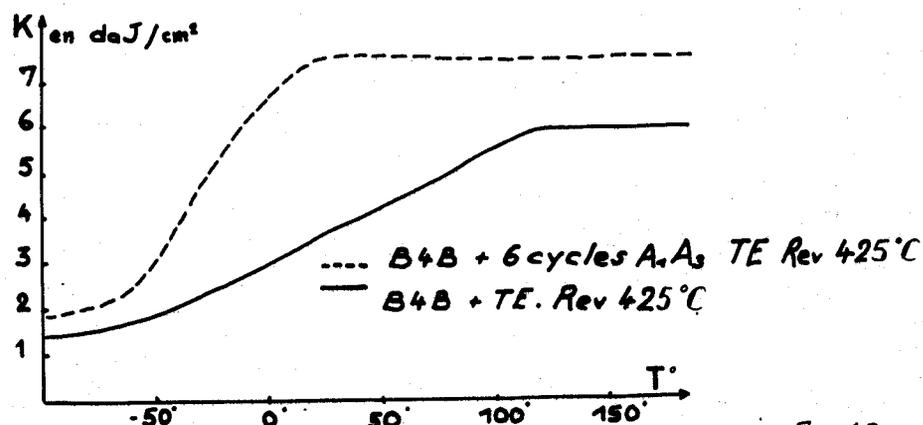


Fig 18

On constate le même phénomène pour un acier XC 18 au bore surchauffé à 1150°C, aussi bien à l'état trempé détendu qu'à l'état trempé-revenu 425°C : augmentation du  $Cv_{max}$  et diminution de la température de transition après un traitement de régénération par cyclages thermiques. (fig. 19 et 20).

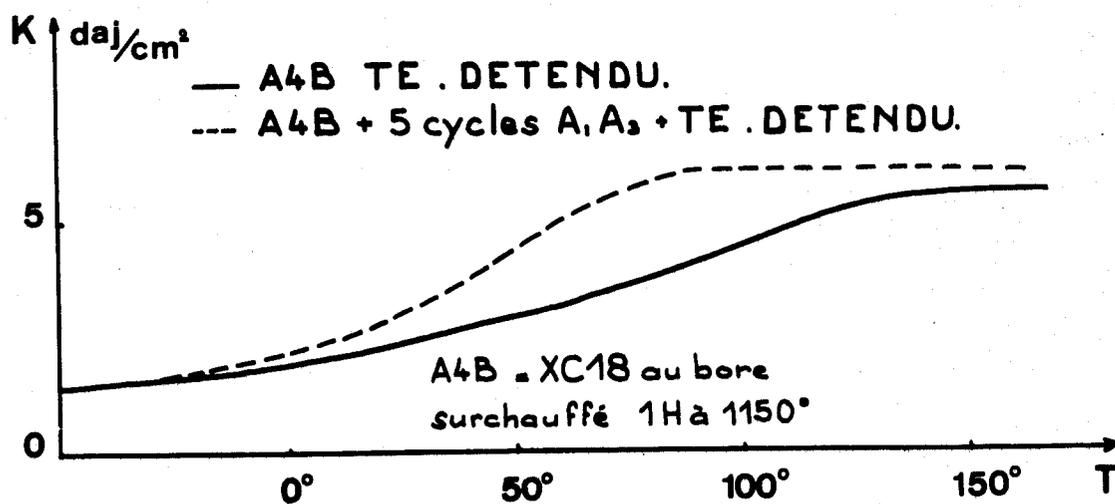


Fig. 19

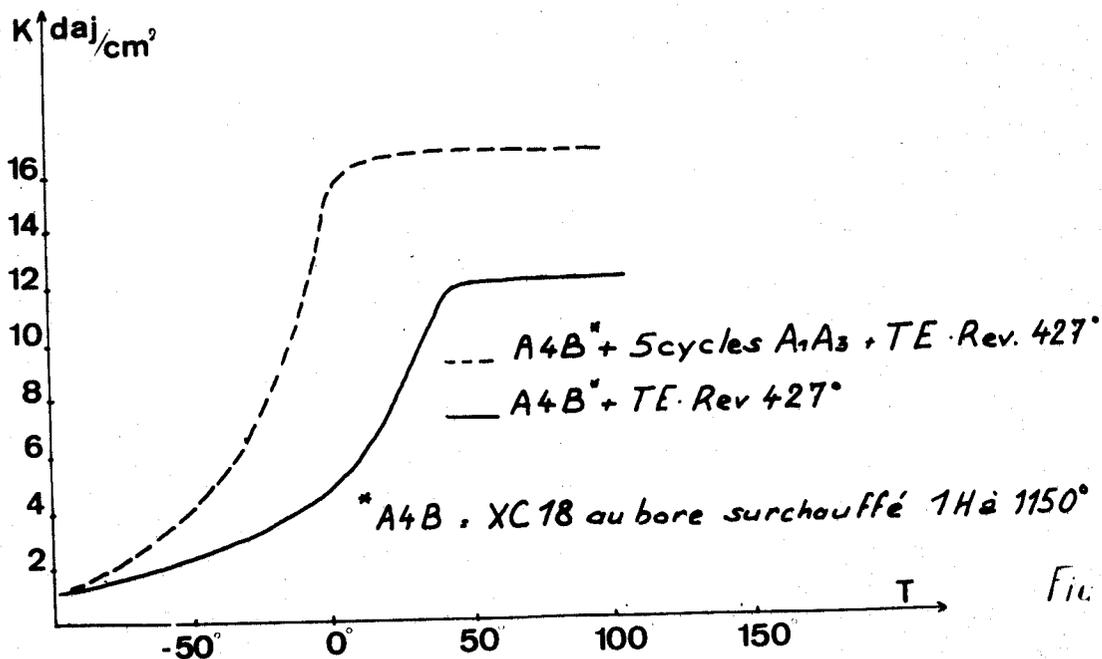


Fig. 20

Nous avons réalisé les mêmes traitements sur des aciers du type XC 38 C et XC 38 T surchauffés préalablement 1 heure à 1150°C (C 4 B et T 4 B), pour savoir si nous avions affaire à un phénomène général dans lequel la taille de grain aurait une certaine influence ou s'il s'agit, au contraire, d'un phénomène spécifique des aciers au bore. L'étude fut effectuée sur l'état trempé-détendu 200°C.

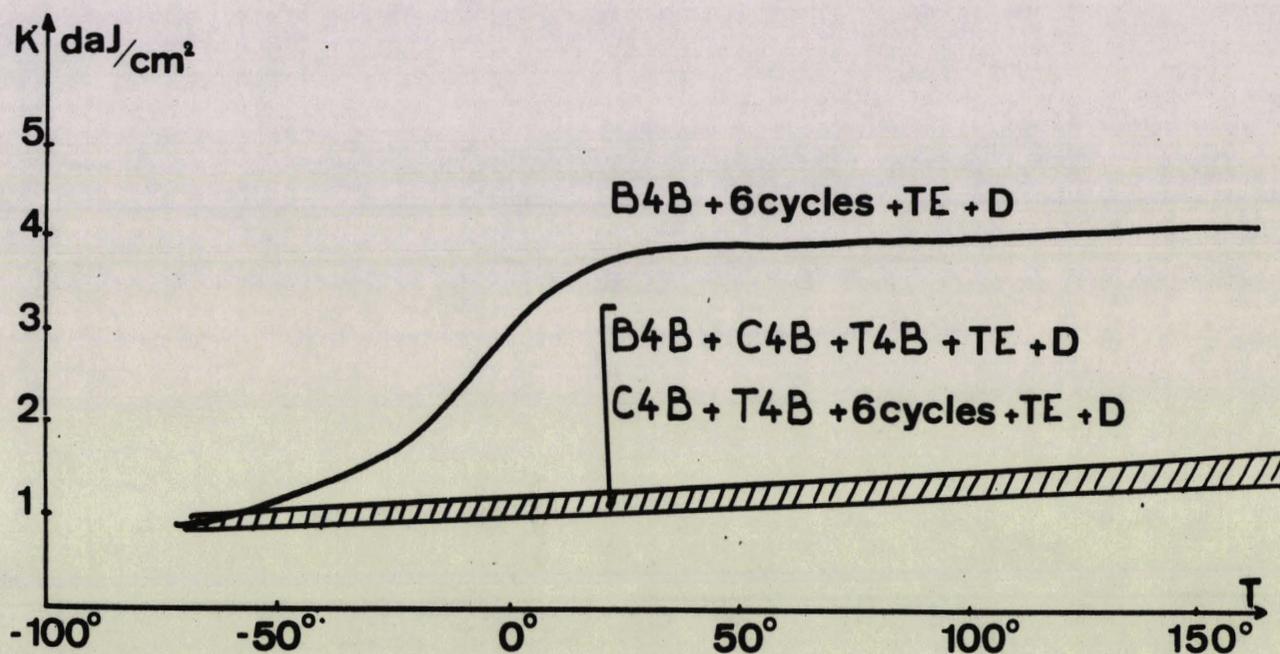


Fig. 21

Seul l'acier au bore ayant subi un traitement de cyclage thermique avant l'opération de trempe et détente, retrouve une résilience nettement plus importante ; les aciers XC 38 C et XC 38 T restent à un niveau beaucoup plus bas et le traitement de cyclage n'a aucune influence sur leur résilience.

Il semble donc, que l'hypothèse sur la relation directe entre la taille de grain  $\gamma$  et la fragilité soit défaillante et que notre seconde hypothèse soit plus plausible, du moins en ce qui concerne l'état trempé. Il est bien évident que la taille de grain et la structure ferrito-perlitique ont une

incidence primordiale sur la résilience à l'état non trempé, mais l'opération de trempé par passage du point Ac 3 durant le chauffage, entraîne un affinement du grain de surchauffe, si bien que l'on note très peu de différence entre l'état surchauffé trempé et l'état surchauffé -cyclé-trempé pour les aciers XC 38 C et XC 38 T. Pour l'acier au bore il en va tout autrement, par les traitements de cyclage nous maintenons l'acier pendant des temps assez longs entre Ac 3 et 850°C, c'est-à-dire dans un domaine de température où la solubilité du bore dans l'austénite est sujette à des variations ; les traitements thermiques effectués peuvent modifier la répartition structurale du bore. (Voir le diagramme de solubilité du bore dans l'austénite(9) )

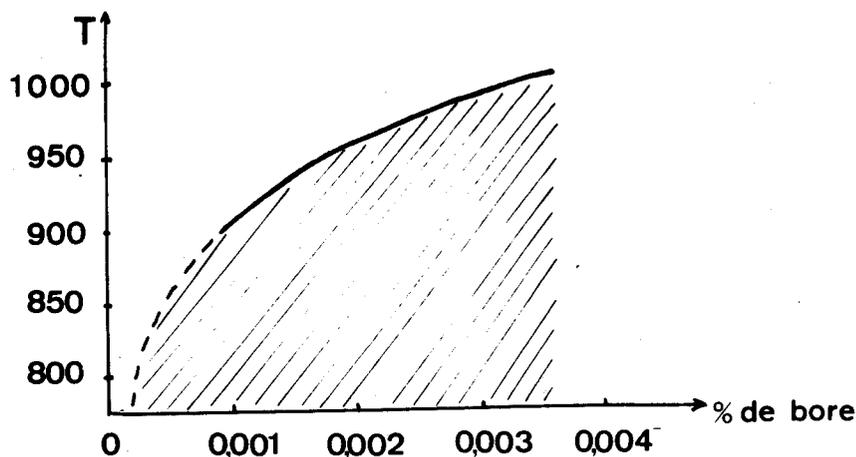


Diagramme de solubilité du bore dans l'austénite  
(d'après Nicholson)

*Fig. 22*

Si ce ne sont pas les passages répétés des points de transformation mais la durée de maintien au-dessus de Ac 3 qui a une action prédominante sur la répartition du bore et la résilience ; on peut essayer des recuits simples de durée et de température à déterminer.

## II INFLUENCE DES TEMPERATURES DE REGENERATION

### Schéma des traitements thermiques

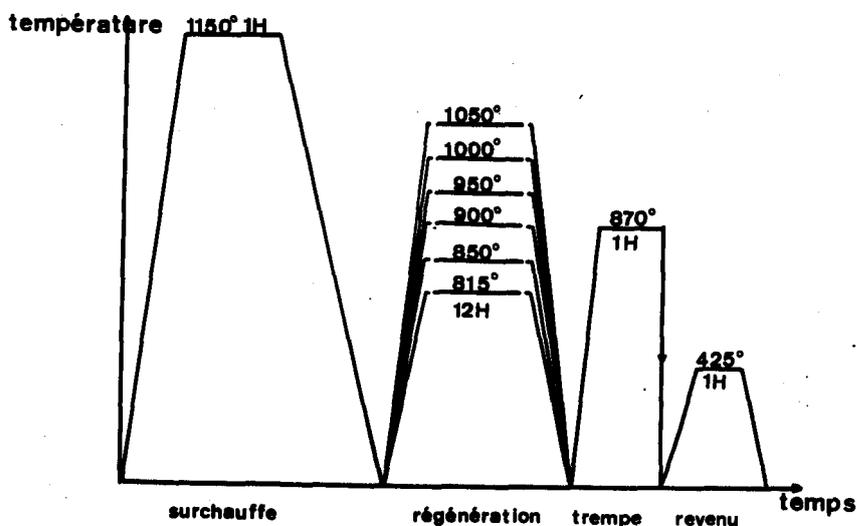


Fig. 23

Nous avons procédé à une nouvelle série de manipulations dans lesquelles nous avons, non plus pratiqué des cyclages thermiques mais des maintiens isothermes à des températures comprises entre  $815^{\circ}$  et  $1050^{\circ}$  suivis d'un refroidissement à une vitesse de l'ordre de  $5^{\circ}/\text{mn}$ . Une trempe à l'eau à partir de  $870^{\circ}$  et un revenu en bain de sel à  $425^{\circ}$  furent ensuite effectués.

L'allure des courbes "résilience-température" des éprouvettes ainsi traitées est très variable selon la température de maintien (fig. 24). On trouvera sur la même figure à titre de comparaison, les états B 1 B et B 4 B, tous deux trempés-revenus  $425^{\circ}\text{C}$ .

Après 12 heures de maintien à  $815^{\circ}\text{C}$ , l'amélioration est nette mais l'acier n'est pas revenu au niveau de l'état B 1 B.

Les états régénérés 12 heures à  $850^{\circ}$  -  $900^{\circ}$  - sont pratiquement confondus ; l'acier a retrouvé sa résilience, elle

Influence de la température de régénération sur la résilience à l'état trempé 870° revenu 425°.  
Durée de la régénération : 12 heures.  
Vitesse de refroidissement après régénération 5°/mn.

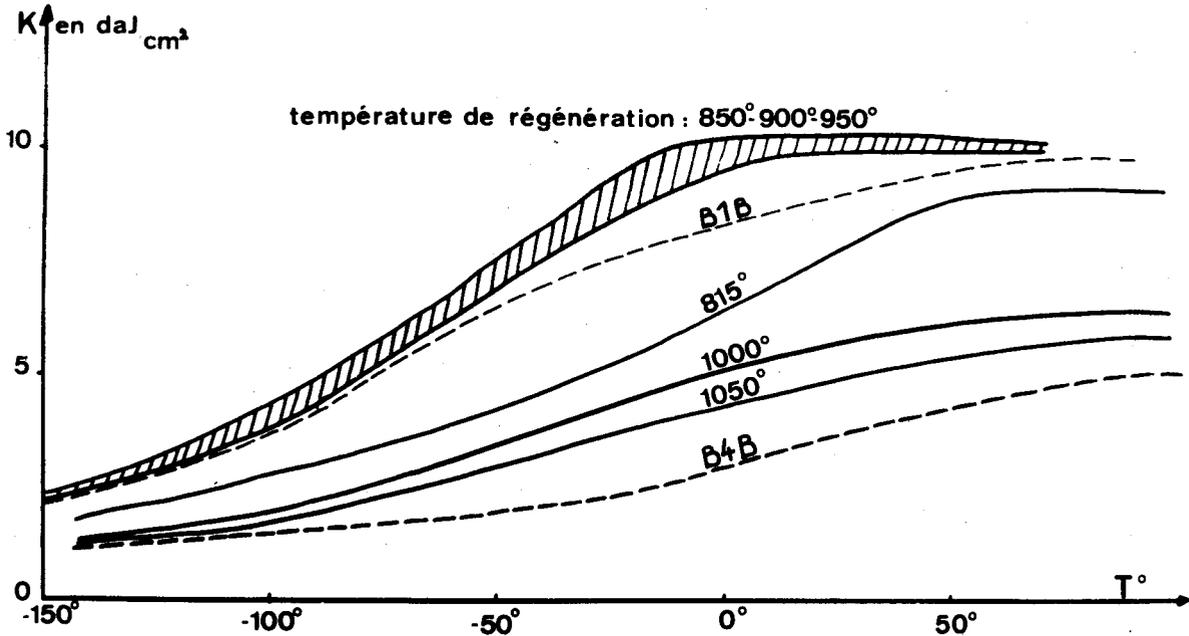


Fig: 24

se situe même à un niveau légèrement supérieur à l'état B 1 B.

Pour les maintiens de 12 heures à 1050° et 1000°C on note une baisse brutale de la résilience par rapport aux états régénérés à 850-900-950°C ; la courbe "résilience-température" reste toutefois légèrement au-dessus de celle de l'état B 4 B trempé-revenu 425°C. Ces mêmes décalages se retrouvent à l'état trempé-détendu 200°C. (fig. 25).

Influence de la température de régénération sur la résilience à l'état trempé 870° détendu 200°.  
Durée de la régénération: 12 heures.  
Vitesse de refroidissement après régénération: 5°/mn.

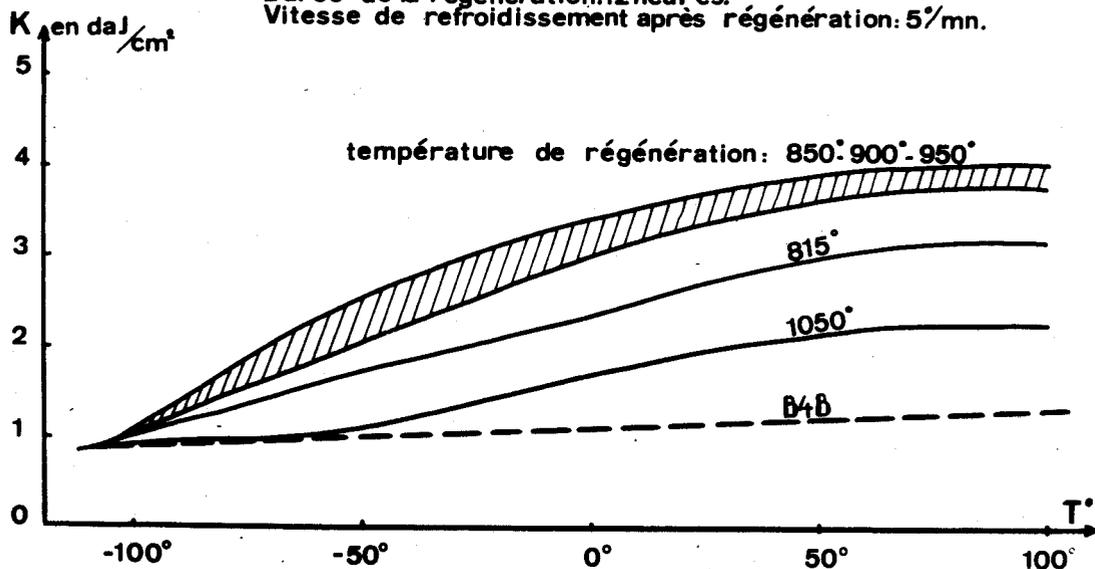


Fig. 25

### III INFLUENCE DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT APRES LA SURCHAUFFE

L. L. PYATAKOV et L. S. LYAKHOVICH (10) ont remarqué que lorsque le refroidissement après un maintien à 1150° est lent (four coupé par exemple), on note une baisse de la résilience à l'état trempé revenu, alors que dans le cas d'une vitesse de refroidissement beaucoup plus élevée (air calme ou mieux trempe à l'huile), la résilience se situe à des niveaux supérieurs.

Ils ont noté une baisse de l'ordre de 60 % pour la résilience à 20° avec un refroidissement au four après surchauffe par rapport à un refroidissement par trempe à l'huile. Ces mesures furent effectuées sur un acier à 0,15 % de carbone dont la teneur en bore était inférieure à 0,004 % et le rapport  $\frac{A1}{B}$  supérieur à 30.

Pour notre part, dans les mêmes conditions, nous avons relevé également une baisse en résilience d'environ 60 % pour un acier à 0,38 % de carbone, 0,0023 % de bore et  $\frac{A1}{B} = 33$ .

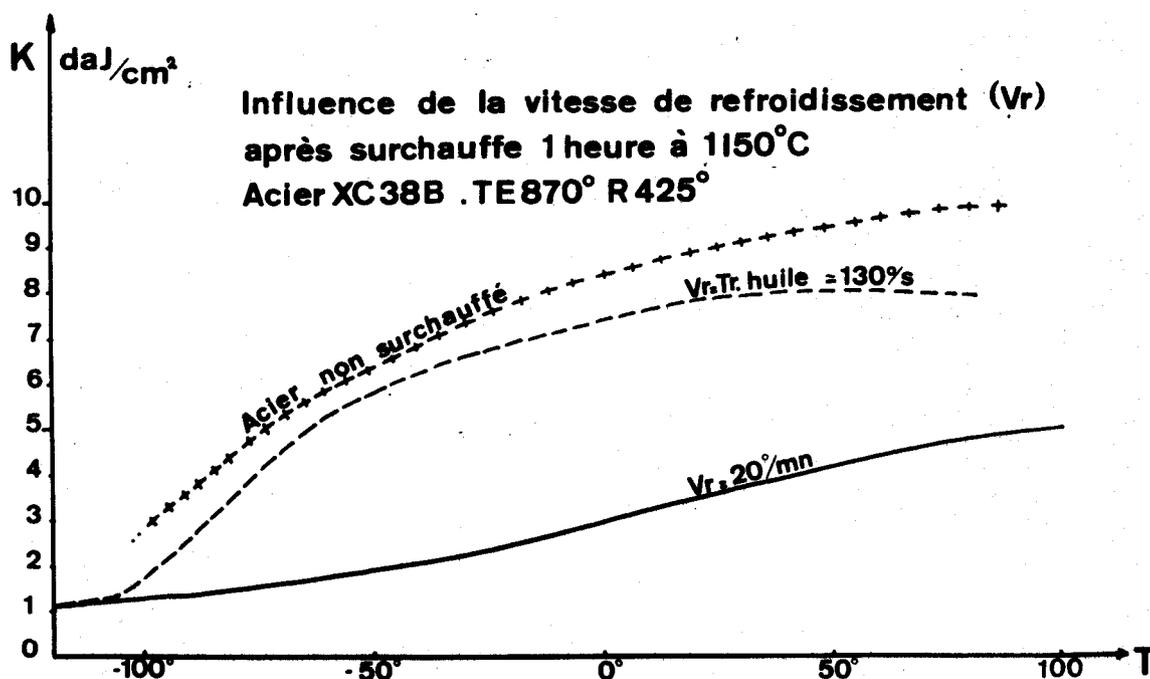


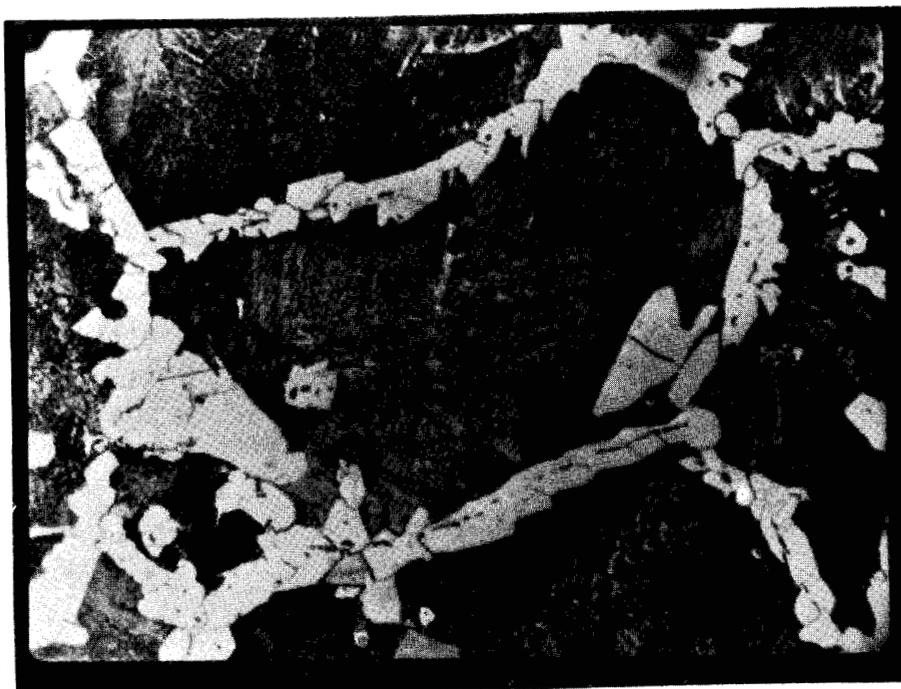
Fig. 26

Les micrographies que nous avons effectuées montrent des précipités qui ont pris naissance dans les joints de grain

austénitique des aciers au bore surchauffés. Nous supposons que ces précipités contiennent du bore puisqu'ils n'apparaissent pas pour des aciers sans bore ayant subi le même traitement.



M 6 a. Acier XC 38 au bore surchauffé à 1150°.  $V_r = 20^\circ/\text{mn}$ .  
Grossissement : 300. Attaque Nital.



M 6 b. Acier XC 38 au bore surchauffé à 1250°.  $V_r = 20^\circ/\text{mn}$ .  
Grossissement : 300. Attaque Nital.

BUS  
LILLE



M 7. Acier XC 38 classique surchauffé à 1150°.  $V_r = 20^\circ/\text{mn}$ .  
Grossissement : 300. Attaque Nital.

Il semblerait que l'apparition de cette phase borée aux joints des grains austénitiques entraîne la formation d'une rupture fragile.

On peut penser que ce précipité ne se forme pas quand la vitesse de refroidissement après surchauffe est importante, ce qui est le cas de nos échantillons trempés à l'huile après surchauffe dont la résilience est plus élevée.

D'après L. L. PYATAKOV et L. S. LYAKHOVICH, la dimension et la nature de cette phase dépendent de la concentration en bore de l'acier. Si le bore est fortement en excès par rapport à sa solubilité dans l'austénite (0,05% à 0,25% par ex.) la phase borée est précipitée en larges accumulations près du joint des grains ; pour des teneurs en bore de 0,002 à 0,05 %, elle est présente sous la forme d'un fin réseau le long du joint de grain austénitique, ce qui semble être le cas de nos micrographies.

#### IV HYPOTHESES SUR LA FRAGILITE DES ACIERS AU BORE APRES LA SURCHAUFFE

Le petit diamètre de l'atome de bore ( $1,74 \text{ \AA}$ ) et la probabilité qu'il forme avec le fer une solution solide d'insertion, implique une très grande mobilité du bore dans l'acier.

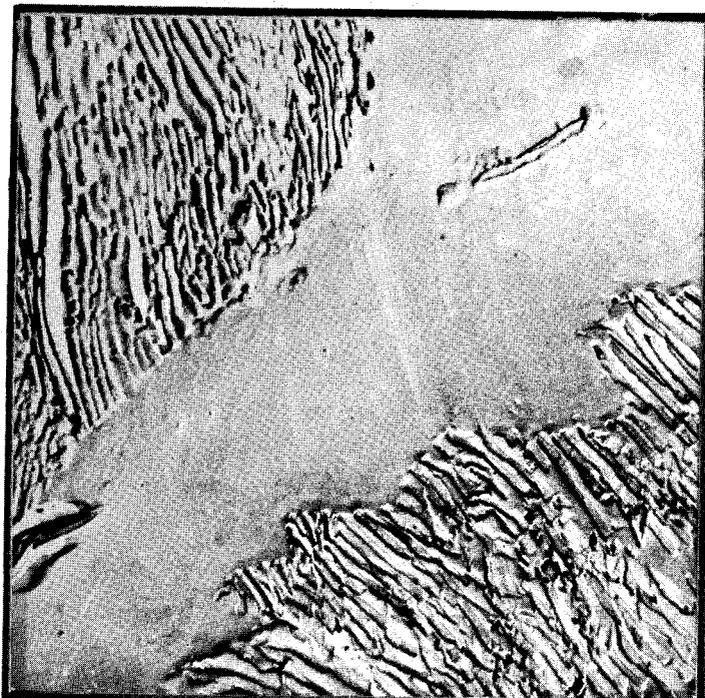
Puisque la précipitation du composé boré a lieu, lorsqu'on la

M I C R O S C O P I E E L E C T R O N I Q U E

Réplique directe au carbone

Acier XC38 au bore - Etat surchauffé 1150°C 1 heure

Refroidissement four coupé.



G = 5000



G = 5000



G = 10 000



G = 10 000



provoque, aux joints des grains austénitiques, il est raisonnable de penser que la plupart des atomes de bore sont localisés à ces joints juste avant la transformation de l'austénite, leur présence diminue l'énergie libre du joint et de ce fait la vitesse de nucléation de la ferrite, retardant ainsi le début de la transformation (augmentation de la trempabilité).

M. A. KRISHTAL, L. I. IVANOV et E. M. GRINBERG (11) ont étudié, par la méthode des traceurs radiographiques, la répartition du bore dans le fer, en quantités variant de 0,0005 à 2,5 %. Ils ont constaté que le bore était localisé préférentiellement aux joints des grains et sur les défauts structuraux. Dans le cas des alliages riches en bore (0,5 %), il précipite aux joints des grains en phase séparée dont la teneur en bore est de l'ordre de 8,83 %. KRISHTAL, IVANOV et GRINBERG considèrent que la phase précipitée est le borure  $Fe_2B$ .

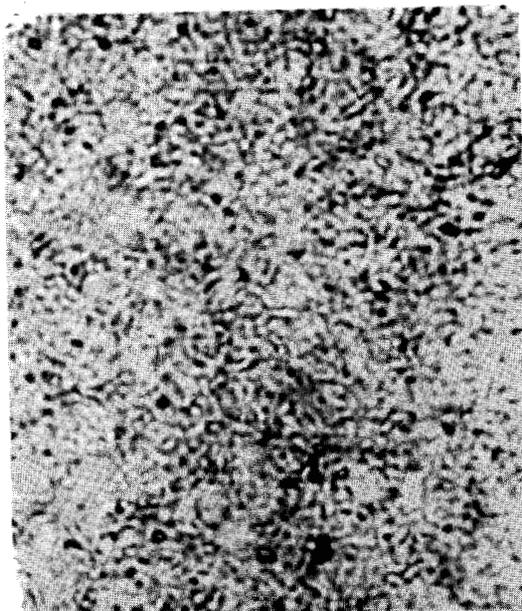
D'autre part, JACQUET et CAPELLE (12) suggèrent que l'attaque sélective profonde des anciens joints des grains austénitiques par un réactif micrographique sur le métal trempé-revenu traduit la forte réactivité du joint, tandis que la disparition de cette attaque indique l'absence de réactivité et, constitue de ce fait, un indice de forte trempabilité. C'est l'exemple des aciers au bore : le joint austénitique reste invisible après attaque au réactif Béchet-Beaujard alors que pour les aciers sans bore de même composition, ce joint est nettement visible (M 9).



M 9 a

XC 38 C TE R. 425°

Grossissement : 500



M 9 b

XC 38 B TE R. 425°

Grossissement : 500

ATTAQUE : acide picrique/eau.

J. W. SPRETNAK et R. SPEISER (13), dans le cas d'un acier à 0,0025 % de bore, ont montré par calcul que le bore pouvait former un film monoatomique autour des grains gamma quelque soit pratiquement la taille des grains si l'on considère que tous les atomes de bore sont adsorbés aux joints (voir tableau 7). Pour les grains de taille  $G = 9$  la quantité de bore est juste suffisante, pour les grains de taille  $G = 4$  elle est fortement en excès. Ceci est sans doute une approximation car tout le bore n'est pas localisé à la surface du joint et il est peu probable que le film de bore adsorbé soit monoatomique ; toutefois ce calcul nous montre que, malgré le très faible pourcentage de bore, ce dernier peut former un film autour du grain gamma et même être, dans le cas de taille de grain relativement importante, fortement en excès.

indice de taille de grain $\delta$	nombre d'atomes de bore par grain pour un acier à 0,0025 % de bore. <b>A</b>	nombre d'atomes de bore par grain nécessaire pour former un film monoatomique. <b>B</b>	$\frac{A}{B}$
1	$132 \cdot 10^{11}$	$6,12 \cdot 10^{12}$	22
2	$46,4 \cdot 10^{12}$	$3,05 \cdot 10^{12}$	15
3	$16,6 \cdot 10^{12}$	$1,53 \cdot 10^{12}$	11
4	$58,4 \cdot 10^{11}$	$7,64 \cdot 10^{11}$	8
5	$20,7 \cdot 10^{11}$	$3,83 \cdot 10^{11}$	5
6	$7,3 \cdot 10^{11}$	$1,91 \cdot 10^{11}$	3,7
7	$25,8 \cdot 10^{10}$	$9,57 \cdot 10^{10}$	2,7
8	$9,2 \cdot 10^{10}$	$4,83 \cdot 10^{10}$	1,9
9	$3,3 \cdot 10^{10}$	$2,43 \cdot 10^{10}$	1,3
10	$0,9 \cdot 10^{10}$	$1,08 \cdot 10^{10}$	0,9

Tableau n° 7 - D'après SPRETNAK et SPEISER.

L'hypothèse du bore adsorbé au joint de grain semble très plausible, quoique parfois discutée, elle permet d'expliquer l'effet notable provoqué par de très faibles teneurs en bore sur la trempabilité et d'une certaine manière la fragilité résultant d'une surchauffe.

La localisation préférentielle du bore au joint de grain gamma et sa solubilité réduite dans l'austénite peuvent produire la précipitation d'un composé boré durant le refroidissement, avant la transformation de l'austénite ; en effet, si l'acier est austénisé à une température supérieure à la température de grossissement du grain, la surface totale des joints de grain diminue approximativement d'un facteur 3 (tabl. 8) ; comme le bore est localisé à ces joints il risque de se trouver en sursaturation et de précipiter au cours du refroidissement sous

forme d'un composé intergranulaire chimiquement stable, cause de fragilité. La quantité de précipité sera d'autant plus importante que la surchauffe sera sévère.

Indice de taille de grain.	4	8
nombre de grains par mm <sup>2</sup> .	128	2048
nombre de grains par mm <sup>3</sup> .	1500	92600
Surface d'un grain en mm <sup>2</sup> .	0,00781	0,00049
Surface des grains dans un volume de 1mm <sup>3</sup> .	14 mm <sup>2</sup>	45 mm <sup>2</sup>

Tableau n° 8.

De plus la quantité de phase borée précipitée semble être en relation étroite avec la vitesse de refroidissement. Une vitesse de refroidissement faible à partir des températures de surchauffe favorise la précipitation, alors qu'au contraire une augmentation de cette vitesse semble la contrarier (Fig. 26).

R. A. GRANGE et T. M. GARVEY (14) ont étudié la précipitation du composé de bore, ils sont même à l'origine d'un test micrographique pour sa mise en évidence. Ce test comporte les étapes suivantes :

- chauffage des échantillons entre 1100 et 1150°C pendant 10 mn (épaisseur de l'échantillon : 3 mn environ).
- transférer rapidement dans un bain de plomb ou de sel fondu à environ 650°C.
- Maintenir à 650°C pendant une heure puis tremper à la température ambiante ; cette trempe n'est pas indispensable mais est généralement le moyen le plus commode pour refroidir.

En outre ces auteurs insistent sur le fait que l'échantillon doit être refroidi rapidement à une température inférieure à A 1 ; s'il n'y a pas un refroidissement rapide le composé de bore risque de ne pas se former même si l'acier contient beaucoup de cet élément.

Nous ne sommes pas tout à fait en accord avec cette dernière remarque ; en effet, en ce qui nous concerne, nous disposons au départ d'un acier surchauffé à 1150°C refroidi lentement jusque la température ambiante (état B 4 B). Cet acier présente une précipitation de composé de bore sous forme de longs bâtonnets au joint de grain gamma, cette précipitation n'est pas très abondante et est localisée dans le réseau de ferrite. Nous n'avons noté aucune précipitation de ce type dans les aciers sans bore ayant subi le même cycle thermique.

La précipitation du composé de bore ainsi obtenue s'est faite en refroidissement continu ; pour des températures comprises entre 950° et A r 3 la solubilité du bore dans l'austénite étant inférieure à 0,002 % la précipitation d'une phase borée peut se produire si toutefois la vitesse de refroidissement est très rapide (trempe à l'huile) le processus de précipitation est entravé. Ce fait est confirmé par les résultats obtenus en résilience.

R. A. GRANGE et J. B. MITCHELL (15) ont établi une courbe température temps transformation pour la précipitation du composé de bore relative à un acier à 0,55 % de carbone et 0,0016 % de bore austénisé 10 minutes à 1200°C (fig. 27).

Ils ont remarqué que le composé de bore précipite plus vite et apparemment en plus grande quantité à mesure que la température de maintien décroît jusque 750°C. En dessous de 750-700°, la précipitation devient progressivement plus lente. La forme et la répartition du composé de bore est variable selon la température de formation. Les particules de composé de bore sont plus grandes et plus rares quand elles précipitent à température élevée (850 - 900°C) ; la vitesse de nucléation étant plus lente

et la vitesse de croissance plus élevée.

Donc, pour une mise en évidence optimale composée de bore, il est nécessaire de :

- surchauffer

l'acier à 1100-- 1200°C afin de faire grossir le grain gamma.

- refroidir rapidement jusque 750-650°C.

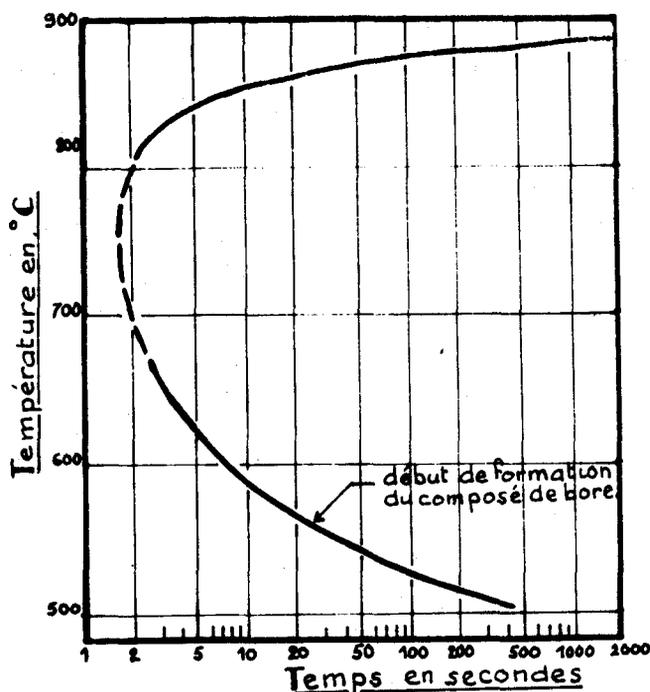
- maintenir une heure environ à ces tem-

pératures de façon à ce que la précipitation soit plus rapide et plus complète.

L'avantage de cet essai est de faire précipiter le bore aux joints des grains austénitiques à une température où sa solubilité est quasiment nulle (voir diagramme de Nicholson), mais pour réaliser cet essai on doit maintenir l'austénite métastable à la température de maintien donc refroidir très rapidement depuis la température de surchauffe jusque cette température. Toutefois il reste bien évident que si le refroidissement est très rapide depuis la température de surchauffe jusque l'ambiante le composé de bore ne précipitera pas.

#### V INTERPRETATION DES RESULTATS DE RESILIENCE.

Nous partons de l'état surchauffé 1150°C refroidi lentement, présentant des précipitations de phase borée. Nous avons maintenu ces échantillons 12 heures à 815-850-950-1000-1050°C, le



Formation isotherme du composé de bore pour un acier à 0,5% de C 0 0016% de bore austénisé 10 mn à 1200°.  
D'après R.A. Grange et J.B. Mitchell.

Fig: 27

refroidissement succédant à ces maintiens se fit à une vitesse de l'ordre de  $5^{\circ}/\text{mn}$ .

Examinons les différents résultats obtenus en résilience (fig. 24).

Influence de la température de régénération sur la résilience à l'état trempé  $870^{\circ}$  revenu  $425^{\circ}$ .  
Durée de la régénération : 12 heures.  
Vitesse de refroidissement après régénération  $5^{\circ}/\text{mn}$ .

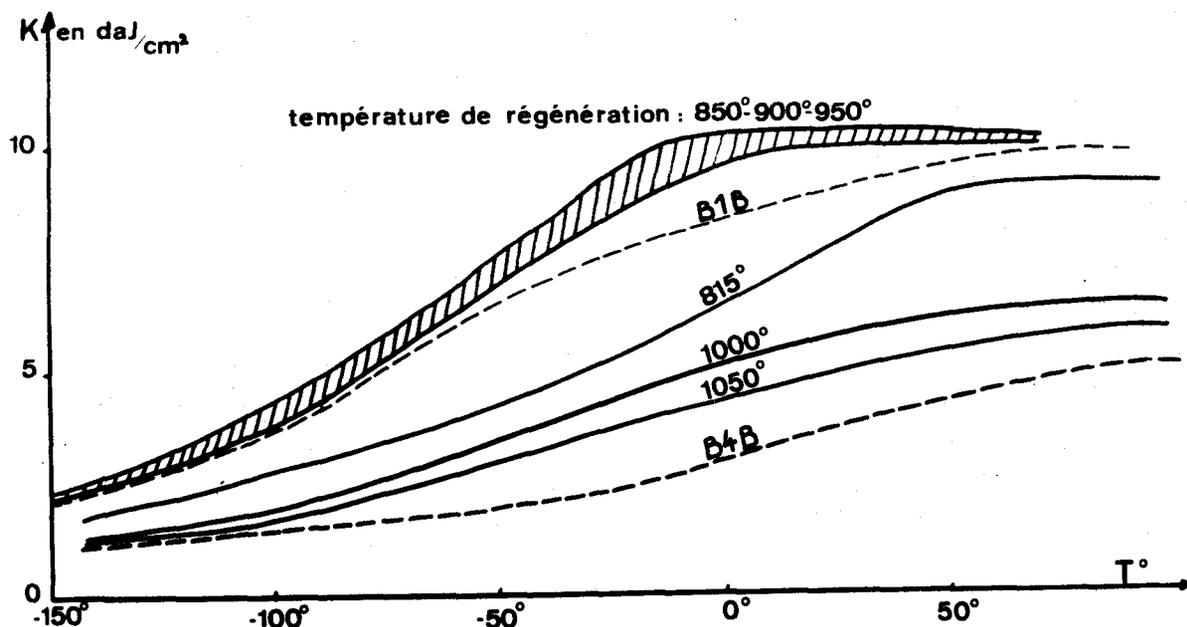


Fig. 24

1 - Maintiens à 850 - 900 - 950°

Nous affinons le grain gamma (la température de maintien étant inférieure à la température critique de grossissement du grain - (voir figure 20), nous augmentons la surface totale du joint. A ces températures, la solubilité du bore étant de l'ordre :

0,003 % à  $950^{\circ}\text{C}$

0,001 % à  $850^{\circ}\text{C}$

une partie ou la totalité du précipité de bore se redissout ; cette redissolution étant fonction de la température et du temps. Une fois redissout la bore se rassemblera au joint austénitique et lors du refroidissement, à cause de l'augmentation de la surface du joint de grain, le degré de sursaturation sera plus faible et de ce fait le bore ne précipitera pas ou très peu sous la forme qui était nuisible (joint de grain gamma).

Néanmoins à des températures inférieures à  $700^{\circ}$  les atomes de bore non précipités dans le joint pourront, réagissant

avec le carbone et l'azote présents, former des précipités sub-microscopiques qui augmenteront la tenacité. C'est pourquoi l'acier au bore est meilleur que l'acier au carbone.

### 2 - Maintien à 815°C.

A cette température le bore n'est pratiquement pas soluble, le précipité ne sera pas entièrement dissout et sera encore présent, en quantités certes moins importantes. C'est pourquoi les valeurs de résilience sont intermédiaires entre celles de l'état trempé-revenu après surchauffe et celles de l'état trempé-revenu après maintien à 900°C par exemple.

### 3 - Maintiens à 1000 - 1050°C.

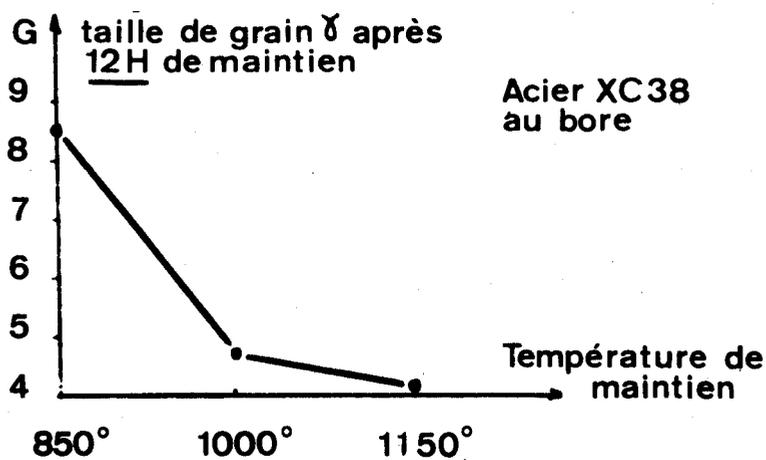


Fig 28

Ces températures coïncident approximativement avec la température critique de grossissement du grain austénitique (16). On est donc ramené aux constatations précédentes : grossissement du grain - diminution de la surface du joint - bore en sursaturation - précipitation importante si la vitesse de refroidissement est faible - chute de la résilience.

## VI ETUDE DE LA REGENERATION AVEC LE TEMPS.

Les paragraphes précédents nous ont montré qu'une vitesse de refroidissement élevée diminuait le risque de précipitation du composé boré donc la fragilité.

Aussi, pour la suite de notre étude, nous adopterons, non plus une vitesse de refroidissement obtenue four coupé (5°/mn), mais un refroidissement à l'air calme (300°/mn).

Résilience à  $-30^{\circ}\text{C}$  après régénération à des températures comprises entre  $815$  et  $1050^{\circ}$  en fonction du logarithme du temps de régénération. Etat TE870° R425°  
Vitesse de refroidissement après régénération  $-300^{\circ}\text{mn}$  (air calme)

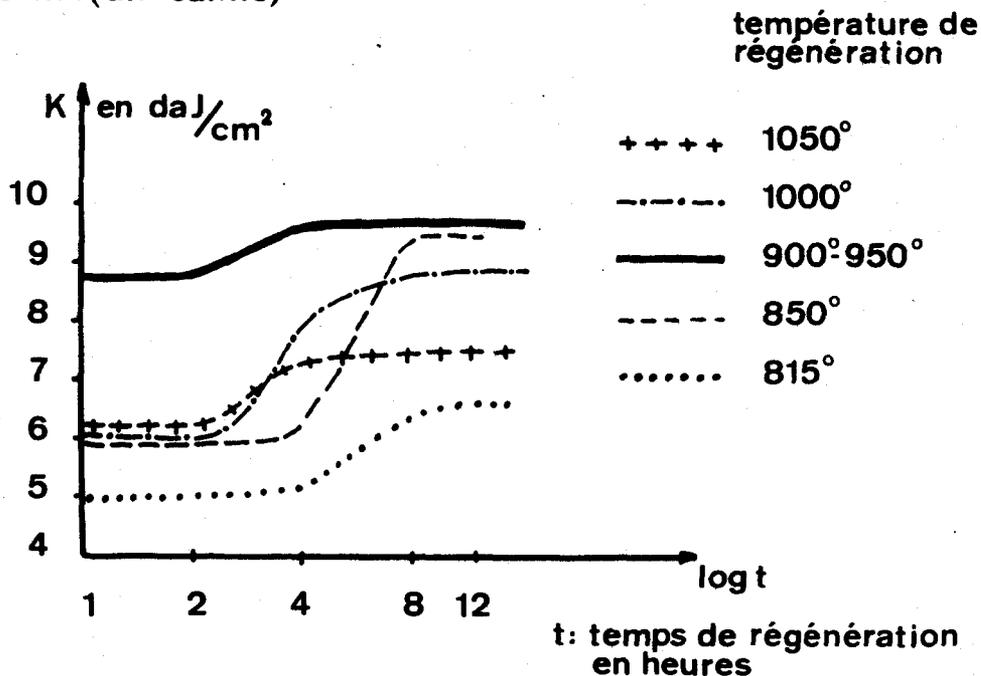


Fig: 29

Sur les courbes "résilience, log du temps de régénération" (fig. 29) nous faisons les mêmes constatations que pour les courbes de résilience en fonction de la température de régénération ; la température de régénération joue un rôle essentiel, nous retrouvons une valeur maximum de la résilience pour des températures de l'ordre de  $900^{\circ}$ - $950^{\circ}\text{C}$ . Les valeurs sont toutefois plus élevées que précédemment, notamment pour les températures  $1000$  et  $1050^{\circ}\text{C}$ , ceci semble être dû à une vitesse de refroidissement plus importante limitant la précipitation du composé boré au cours du refroidissement. Nous avons reproduit sur la figure (30), la résilience à  $-30^{\circ}\text{C}$  en fonction de la température pour nos deux vitesses de refroidissement.

Par ailleurs le temps de régénération semble avoir une influence notable. Les valeurs de la résilience présentent systématiquement une augmentation après 4 heures de maintien pour des températures de  $815$  à  $850^{\circ}$  environ et après 2 heures pour des maintiens à  $900$ - $950$ - $1000$  et  $1050^{\circ}\text{C}$ . Nous pensons que ces augmentations correspondent à la redissolution du composé boré et à une nouvelle distribution du bore dans l'austénite ; cette redissolution est plus rapide à mesure qu'augmente la température de

Influence de la température de régénération et de la vitesse de refroidissement sur la résilience prise à  $-30^{\circ}\text{C}$   
 Durée de la régénération: 12 heures  
 Etat: TE  $870^{\circ}$  R  $425^{\circ}$

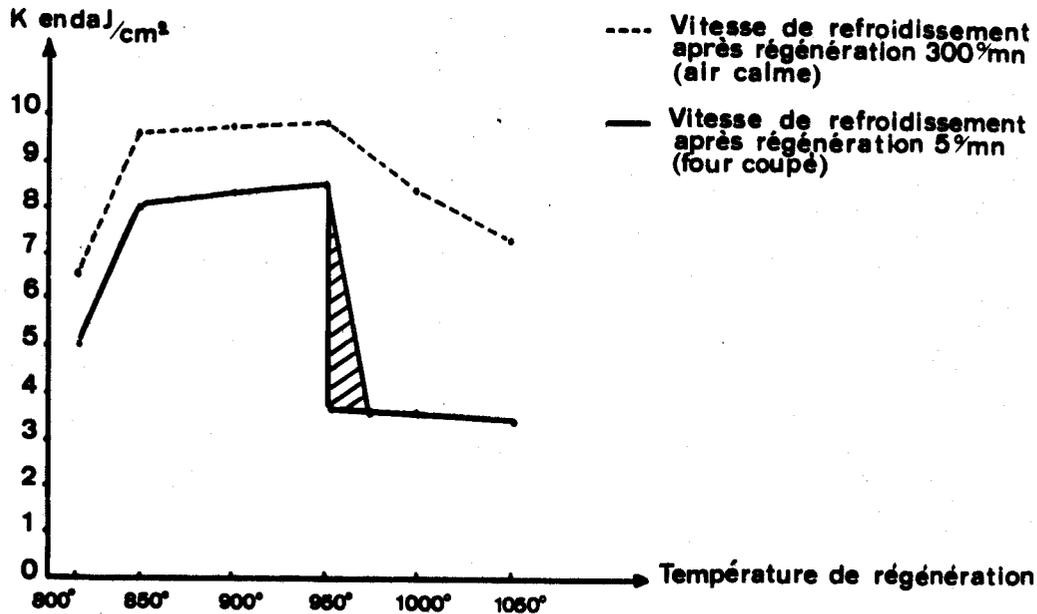


Fig: 30

régénération, elle semble terminée après 8 heures à  $850^{\circ}\text{C}$ , après 4 heures à  $900^{\circ}\text{C}$ .

Aussi, comme critères de régénération optimum, nous avons choisi :

- Température de maintien :  $900^{\circ}\text{C}$  ;
- Temps de maintien : 4 heures ;
- Vitesse de refroidissement à l'air calme.

Nous avons préféré  $900$  à  $950^{\circ}\text{C}$  pour éviter d'être trop proche de la température critique de surchauffe ; température au-delà de laquelle la résilience accuse une baisse sensible (voir fig. 30).

## VII MICROFRACTOGRAPHIE

Nous avons utilisé la microfractographie pour compléter l'étude de la résilience et de la micrographie optique. Les observations se firent par l'intermédiaire de répliques au carbone. Nous avons volatilisé du carbone sous vide directement sur la surface de rupture pour l'obtention des répliques. Le dispositif d'évaporation comprend essentiellement deux pointes de graphite en contact dans lesquelles on fait passer un courant de quelques dizaines d'ampères pendant un temps relativement 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 la source et de l'échantillon. On améliore parfois le contraste par vaporisation sous vide, avec un angle source-surface de l'échantillon faible, de chrome qui par son opacité aux électrons ombre les reliefs. Le décollement de la réplique se fait par dissolution électrolytique de l'acier dans un bain d'acide perchlorique à 10 % dans le butylcellosolve à 0°C et sous 18 volts. L'éprouvette, ayant subi la vaporisation de carbone, est disposée comme sur la figure (31) dans le bain sans agitation. La dissolution dure une heure environ. La réplique se décolle et flotte, plus ou moins rompue dans le bain. Recueillie, elle est lavée au butylcellosolve pur, puis à l'alcool. Placée sur des grilles, elle est examinée au microscope électronique JEM 50 sous 50 Kv à des grossissements variables de 2000 à 4000.

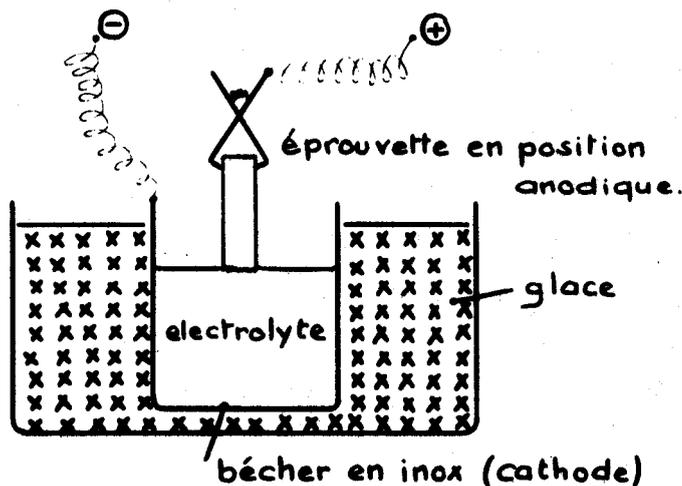


Fig: 31

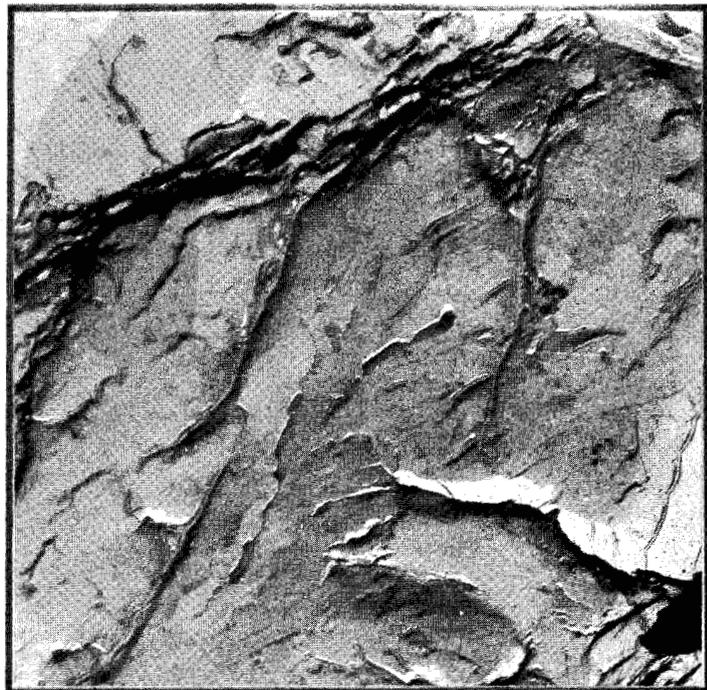
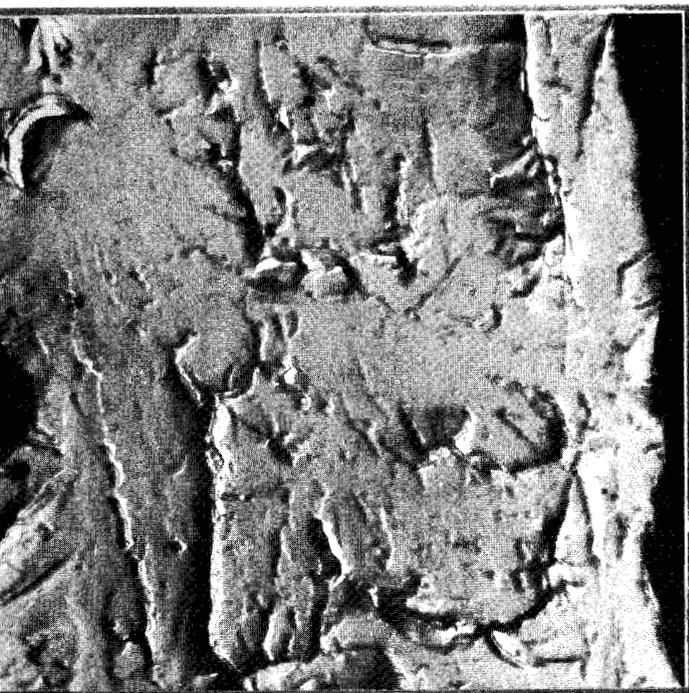
Nous avons examiné les ruptures des aciers surchauffés trempés revenus 425°C et cassés à -30°C, ces aciers présentent des aspects fragiles de pseudo-clivage (les rivières étant associées à des particules de seconde phase).

Les ruptures des états régénérés tant par cyclages que par maintiens présentant un aspect ductile avec une multitude de microcupules dont la présence explique la nette amélioration de la résilience (effet ductilisant).

L'aspect fragile subsiste si la température du recuit de régénération est trop élevée (B 4 B 12-H à 1050°C M 11).

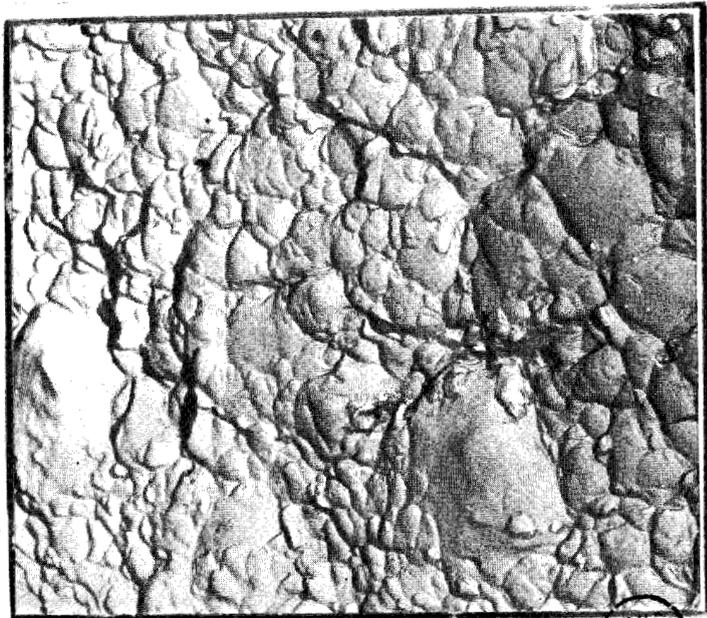
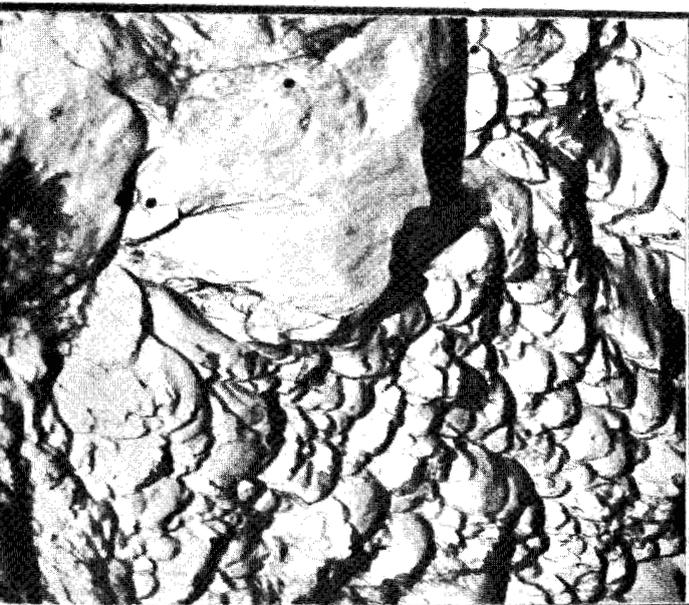
M I C R O S C O P I E   E L E C T R O N I Q U E

Réplique directe au carbone - Acier XC38 au bore



B4B + 12 heures à 1050°C + TE 870°C Revenu 425°C , cassé à - 30°C

Grossissement : 10 000



B4B + 12 Heures à 950°C + TE 870°C Revenu 425°C cassé à - 30°C.

Grossissement : 8000



BUS  
LILLE

M10

M I C R O S C O P I E   E L E C T R O N I Q U E

Réplique directe au carbone - Acier XC38 au bore

INCIDENCE DE LA REGENERATION SUR LE FACIES DE RUPTURE



1μ

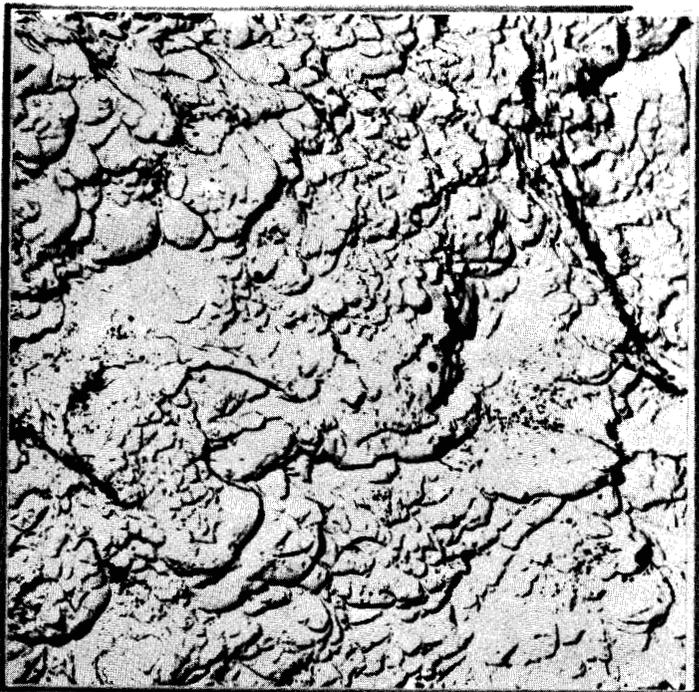
G : 5 000



1μ

G : 10 000

B4B + TE 870°C Revenu 425°C cassé à - 30°C.



1μ

G : 5 000



1μ

G : 10 000

BUS  
LILLE

B4B + 4H à 900°C (Vr rapide) + TE 870°C Revenu 425°C cassé à -30°C.

### VIII TREMPABILITE

L'acier au bore étant un acier utilisé pour sa trempabilité accrue, il nous a semblé utile de vérifier l'incidence des différents traitements sur la trempabilité.

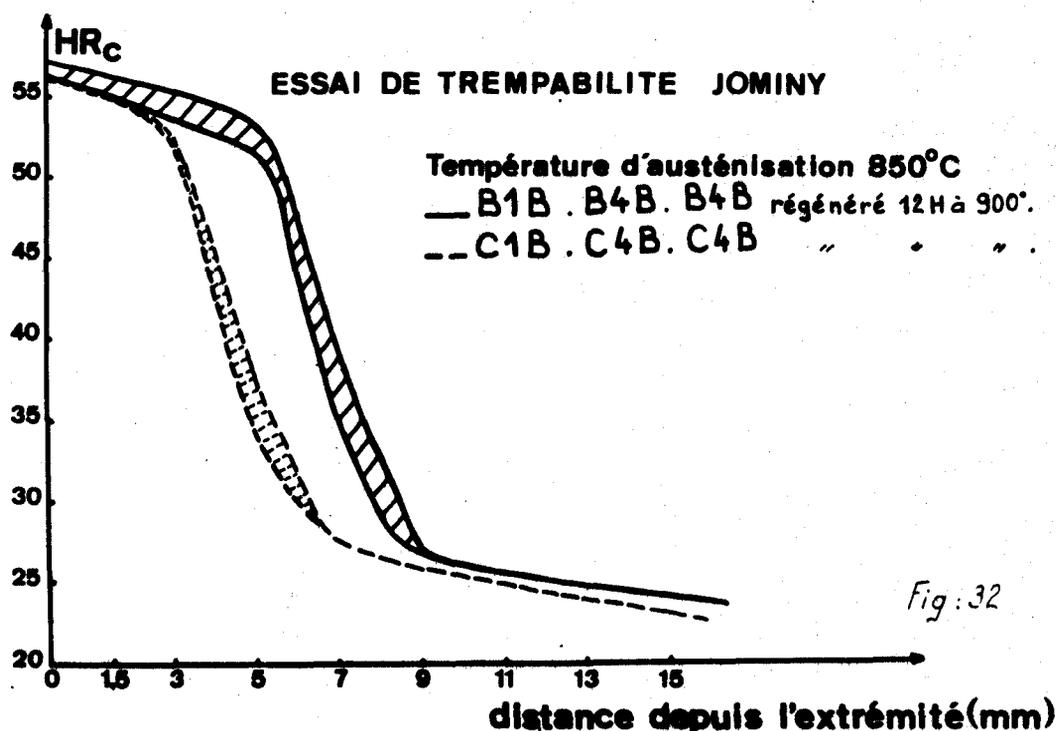
Nous avons réalisé l'essai Jominy selon la norme AFNOR A04 303, cet essai consiste à chauffer une éprouvette cylindrique à une température de l'ordre de 850°C pendant une durée déterminée, à la refroidir par arrosage à l'eau d'une extrémité et à caractériser la trempabilité par la variation de la dureté le long d'une génératrice à partir de l'extrémité trempée. L'éprouvette est constituée par un barreau cylindrique de 25 mm de diamètre et de 100 mm de longueur usiné à partir d'une ébauche de 32 mm de diamètre obtenue par forgeage.

Nous avons effectué l'essai (2 éprouvettes par traitement) sur des aciers XC 38 au bore et sans bore dans les états :

- non surchauffés B 1 B et C 1 B ;
- surchauffés 1 heure à 1150°C refroidis lentement

jusque la température ambiante : B 4 B et C 4 B

- surchauffés, régénérés 12 H. à 900°C (refroidissement air calme) : B 4 B + rég. et C 4 B + rég.



Nous n'avons pas noté de différences significatives entre les états non surchauffés, surchauffés et surchauffés régénérés qu'il s'agisse de l'acier au bore ou de l'acier au carbone. Le gain de trempabilité apporté par le bore est donc conservé quelque soit le traitement.

### IX CONCLUSION

Nous avons montré que l'on pouvait régénérer les aciers au bore surchauffés par un traitement simple consistant en une austénisation de 4 heures à 900°C suivie d'un refroidissement à l'air calme ou à l'air soufflé.

Nous estimons que la fragilisation de l'acier au bore après surchauffe est due à la précipitation d'une phase borée aux joints des grains austénitiques juste avant la transformation. La quantité de phase borée précipitée est certes peu importante mais, de par sa localisation intergranulaire, elle initie sans doute une rupture à caractère fragile.

Notre traitement de régénération a donc consisté en une redissolution de cette phase à une température inférieure à la température critique de grossissement du grain. Il est préférable de faire suivre la redissolution par une vitesse de refroidissement importante afin de limiter le plus possible la quantité de phase borée qui pourrait précipiter durant le refroidissement (fig. 33). La figure (34) représente les différents résultats obtenus en résilience.

Courbes "Résilience-Température" - Récapitulation.  
Etat TE870°R425°

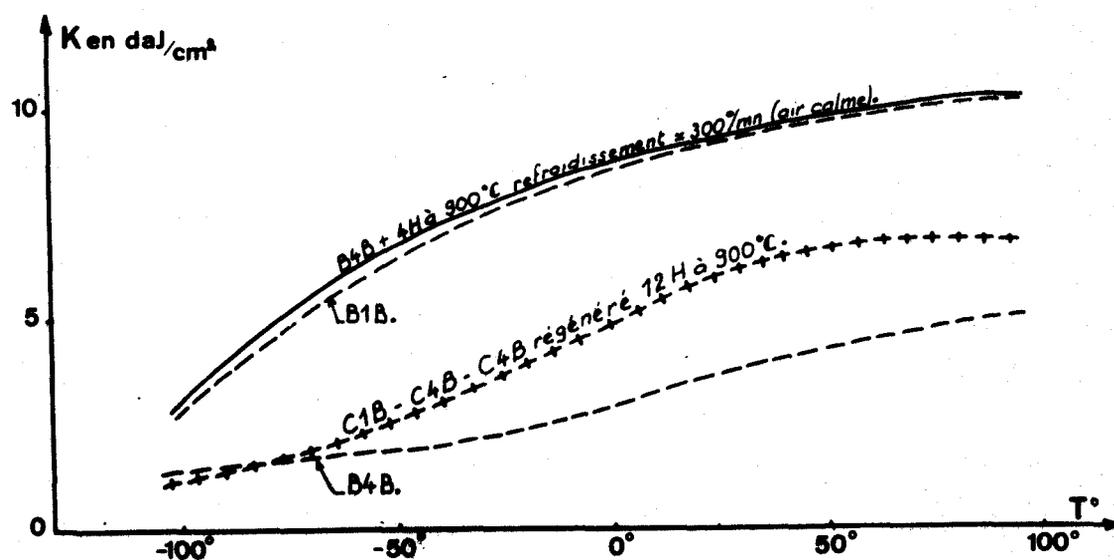


Fig: 34

# Schémas de la régénération.

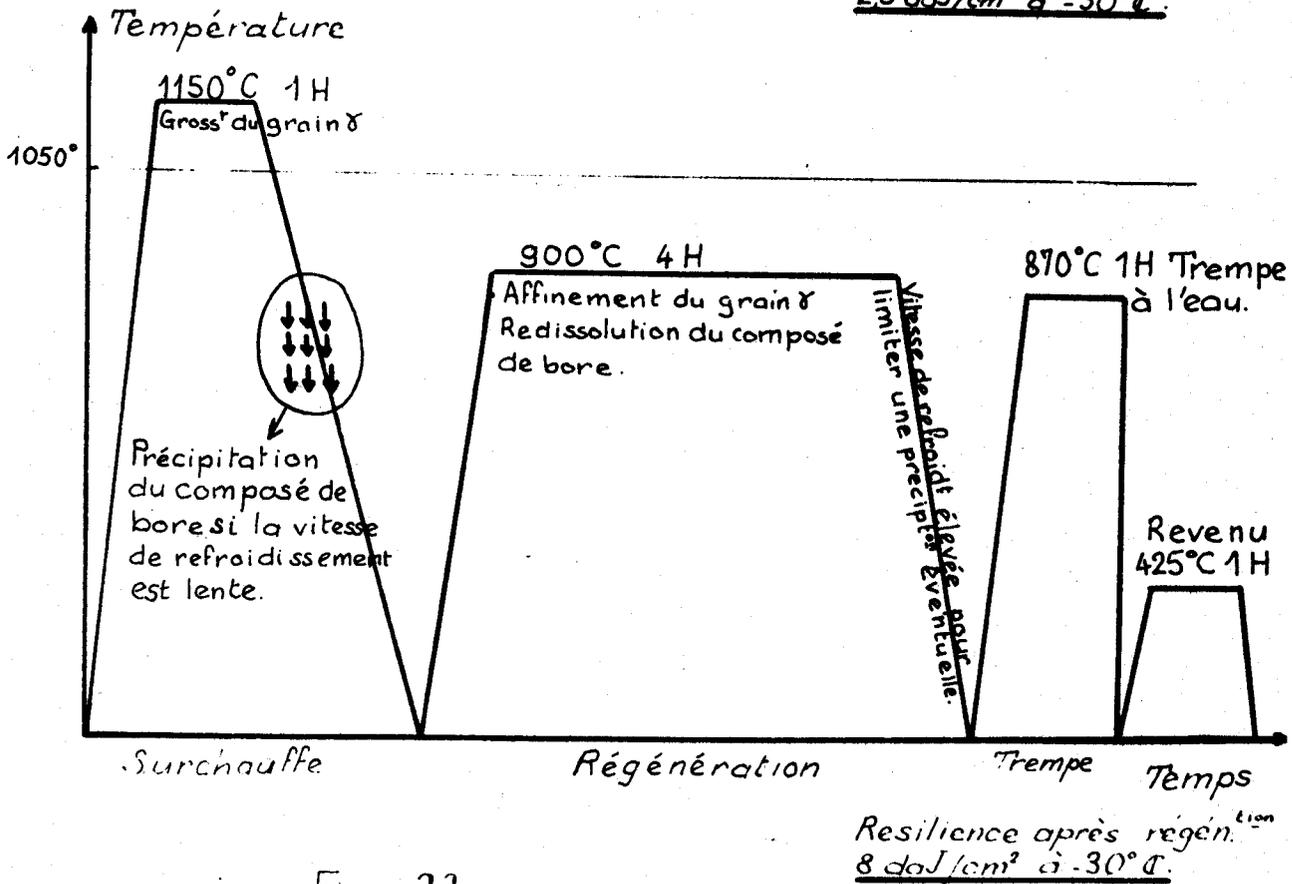
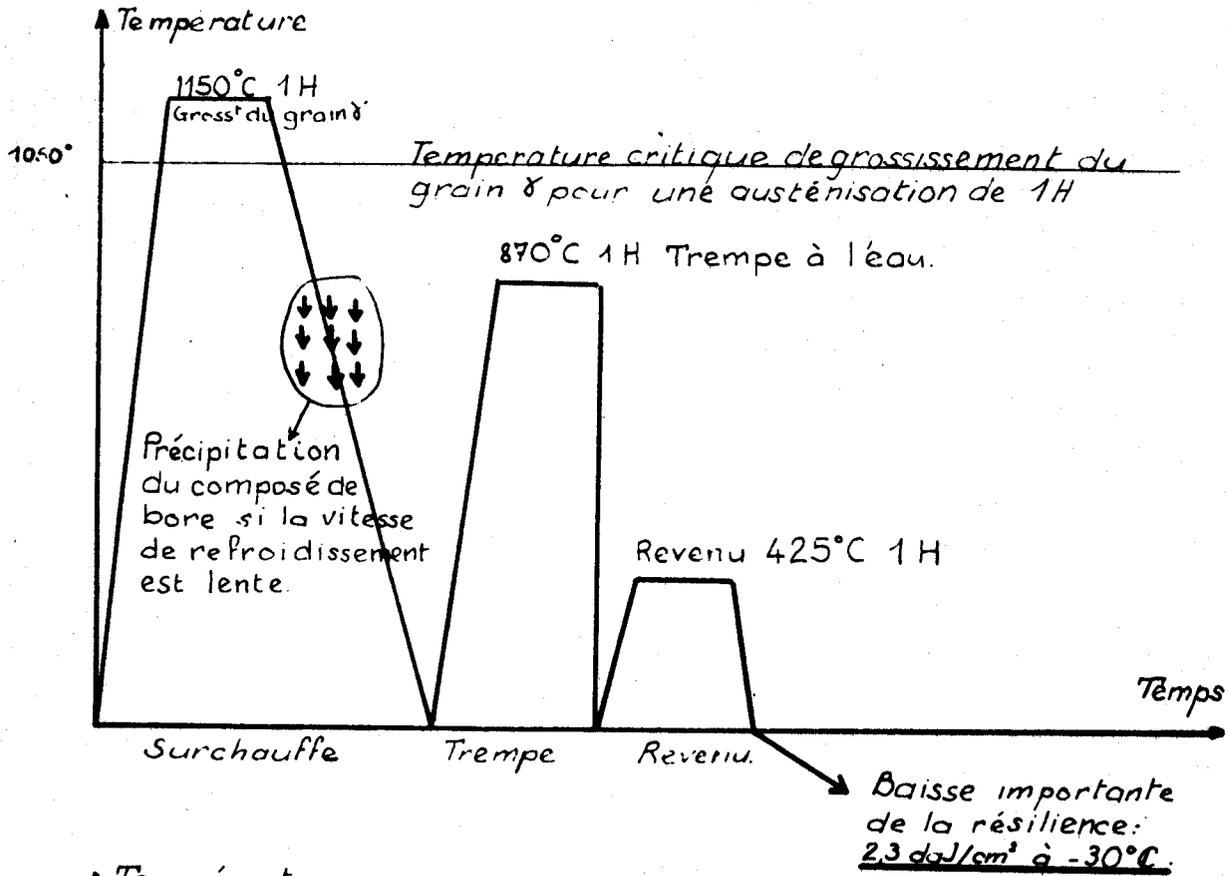


Fig : 33



Le traitement de 4 heures à 900°C restaure la résilience de l'acier au bore surchauffé à un niveau équivalent et même dans quelques manipulations, supérieur à celui de B 1 B (acier au bore non surchauffé).

Pour bien montrer qu'il s'agissait d'un phénomène spécifique au bore, nous avons reproduit sur la même figure les courbes de résilience d'aciers XC 38 C non surchauffés, surchauffés et surchauffés régénérés 12 heures à 900°C ; ces courbes sont parfaitement confondues quelque soit le traitement.

Il faut signaler par ailleurs, que le traitement de régénération n'a aucune influence sur la dureté, les caractéristiques de traction et la trempabilité. La dureté est de l'ordre de 35 - 36 HR<sub>C</sub> pour l'acier XC 38 au bore TE Revenu 425°C, la charge maxi et la limite élastique dans le même état sont respectivement égales à 120 et 100 hbar.

D'un autre côté, nous pensons que l'on peut réduire la fragilité après surchauffe en adoptant une vitesse de refroidissement élevée (300°/mn par ex.) afin de minimiser la quantité de phase borée précipitée. et réduire de ce fait le temps de régénération.

## CONCLUSIONS GÉNÉRALES

=====

Le but de cette étude fut la régénération des aciers au bore fragilisés par surchauffe. Nous avons retenu l'hypothèse d'une part de l'influence néfaste d'une taille de grain importante sur la résilience et d'autre part celle de la précipitation intergranulaire d'un composé de bore.

A l'état ferrito-perlitique il nous a semblé que la taille de grain était le facteur essentiel pour la résilience, toutefois pour l'acier au bore on a noté une susceptibilité plus importante à la surchauffe que pour l'acier au carbone malgré des tailles de grain assez voisines. Il nous a semblé qu'il y avait un effet secondaire dû à la présence de bore, effet masqué par la taille du grain. Nous avons établi, par ailleurs, qu'une élévation de la vitesse de chauffage favorisait l'affinement du grain et la diminution de la température de transition. Toutefois une double normalisation amène un affinement du grain plus important ainsi qu'un gain en résilience.

A l'état trempé nous avons constaté que l'acier au bore restait le seul sensible à la surchauffe et nous avons établi que la taille de grain n'avait pas une incidence directe sur la résilience. Nous avons attribué la fragilisation de l'acier au bore à la précipitation intergranulaire d'une phase borée. Le traitement de régénération doit dissoudre cette phase et l'empêcher de se former lors du refroidissement. La température de maintien doit donc être suffisamment élevée pour dissoudre tout le précipité mais aussi pas trop importante pour empêcher un grossissement du grain qui nous ramènerait au problème de la surchauffe.

Nous avons proposé 4 heures à 900°C comme traitement de régénération pour XC 38 et avons vérifié qu'il n'avait pas d'influence défavorable sur la trempabilité, la dureté et la limite élastique.

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

0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0

- (1) S.S.ROSENBERG et J.D.GRIMSLEY  
A study of impact properties of boron treated steel.  
Journal of the Iron and Steel Institute, Mars 1956, p 182, N°3.
- (2) L.L.PYATAKOVA  
Influence du bore sur la fragilité à froid d'aciers à moyen carbone.  
Metallovedenie i termiceskaya obrabotka metallov. N°2, fev. 1971.
- (3) R.TRICOT, B.CHAMPIN et D.THIVELLIER.  
Influence d'une addition de bore sur les propriétés des aciers de construction.  
Revue de Métallurgie - Mémoires Techniques Nov.72, p717 à 735.
- (4) J.MEDIEUX  
D.E.A. de Chimie Structurale - Université des sciences et technique de Lille, laboratoire de Métallurgie. Oct.71.
- (5) J.BONTE  
Thèse de 3° cycle  
Université des Sciences et Techniques de Lille. Déc.69.
- (6) LEYMONIE  
Recherche sur la régénération des aciers surchauffés.  
Mém.Rev.Mét. Tome LXV N°2, Fév.68, p 101-111.
- (7) V.D.SADOVSKY, G.N.BAGACHEVA et B.K.SOKOLOV.  
Fiz. Metallov. Metallined 14, N°3, 1962, p414.  
Phys.Met.Metallog. 14, N°3, 1962, p79.
- (8) V.D.SADOVSKY.  
Metally. 41, n°5, 1965, Russian Met. n°5 1965.
- (9) M.F.NICHOLSON  
Constitution of Iron-Boron alloy in the low boron range.  
Transactions American Institute of Mining and Metallurgical Engineers.  
Vol.200 - 1954 - p 185.
- (10) L.L.PYATAKOV et L.S.LYAKHOVICH.  
The possibility of boron, contained in the solid solution, being redistributed during the cooling of superheated austenite.  
Fiz;metal;metallov; ,27, N°3, 484-488, 1969.

- (11) M.A.KRISHTAL, L.I.IVANOV et E.M.GRINBERG. } à voir  
The distribution of boron in the microstructure of metal.  
Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov.  
N°8, p 74 - 76, août, 1970.
- (12) P.A. JACQUET et R.CAPELLE. } à voir  
Evaluation de la qualité des aciers au bore notamment par voie  
micrographique.  
Mém.Scie.Rev.Mét. 1957 p 855 - 866.
- (13) J.W.SPRETNAK et R.SPEISER.  
Grain boundary films in boron steels.  
Transactions Aime, Mars 1953, Journal of Metals, p 445 - 446.
- (14) R.A. GRANGE et T.M. GARVEY.  
Essai métallographique de détection du bore.  
Transactions of the American Society for Metals. Vol. XXXVII - 1946.
- (15) R.A. GRANGE et J.B. MITCHELL.  
On the hardenability effect of boron in steel.  
Transactions of American Society for Metals. Vol. 53, 1961, p 157-185.
- (16) J.C.DELOMEL  
Thèse de 3° cycle - Université des Sciences et Techniques de Lille.  
Etude de l'influence des traitements de recuit sur le comportement  
structural de trois aciers XC38. Déc. 1969.