

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE



N°:D...../2022

**UNIVERSITE ABDELHAMID IBN BADIS
- MOSTAGANEM -**

Faculté des Sciences et de la Technologie

Laboratoire d'Elaboration et Caractérisation Physico
Mécanique et Métallurgie des Matériaux

THÈSE

Pour l'obtention du Diplôme de Doctorat LMD
Spécialité : Génie Mécanique
Option : Mécanique des matériaux

Présenté par

ABAIDI Ismail

***COMPORTEMENT MÉCANIQUE D'UN ACIER INDUSTRIEL
FAIBLEMENT ALLIÉ RELATION AVEC LA MICROSTRUCTURE***

Soutenue le 30 / 06 /2022 devant le jury composé de :

Président	M ^r KADRI Tahar	Professeur	Université de Mostaganem
Examineur	M ^r BENZAAMA Habib	Professeur	ENP d'Oran
Examineur	M ^r BELARIFI Farid	Professeur	IMSI d'Oran
Examineur	M ^r BENDOUKHA Mohamed	MCA	Université de Mostaganem
Directeur de thèse	M ^r KHIAT Sidi Mohammed Amine	MCA	Université de Mostaganem
Co-directeur de thèse	M ^r ZENASNI Ramdane	Professeur	Université de Mostaganem

Année : 2021-2022



Dédicace

*Je dédie ce modeste travail en signe de respect de reconnaissance à
toute ma famille ;*

*A mes très chers parents, pour leur patience, leur soutien et tous
les efforts qu'on m'a donnée le long de mon parcours et je leurs souhaite
bonne santé et longue vie.*

A mes frères.

A mes sœurs.

*A Mes amis : Mohammed, Abdelhadi, Mokhtar, Rachid, Mostapha,
Mourad*

A Youcef, Fethi, Mokhtar, Toufique et Amine

*A tous et à toutes qui me connaissent, j'espère que ce travail soit
pour eux l'expression de mon profond et affectueux amour et
attachement.*



Remerciements

Avant tout, je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir donné la force pour accomplir cette thèse.

Au terme de ce travail, je tiens à adresser ma profonde reconnaissance à toutes les personnes qui m'ont soutenue, aidée et encouragée tout au long de ce travail.

*Je présente mes vifs remerciements au professeur **SADOK Ahmed** Enseignant au Département de Mécanique, Université de Mostaganem, mon EX-Directeur de thèse pour ses conseils, et son suivi tout le long de la préparation de ce travail.*

*Je tiens à remercier ici ma très sincère gratitude à mon co-directeur de thèse, Monsieur **ZENASNI Ramdane**, Professeur au Département de Mécanique, Université de Mostaganem, pour sa disponibilité, ses compétences, ses conseils avisés. Je le remercie infiniment.*

*Je tiens également à exprimer ma plus profonde reconnaissance à mon directeur de thèse, Monsieur **SIDI MOHAMMED KHIAT Amine**, Maître de Conférence, Université de Mostaganem pour ses conseils et ses discussions durant la période de ce projet.*

*Je tiens à exprimer ma gratitude à tous les membres du jury et à leur tête leur président Monsieur Professeur **Kadri Tahar**, Université de Mostaganem, département de génie civil d'avoir accepté de juger et de présider la soutenance.*

*Je remercie par ailleurs Monsieur **BENZAAMA Habib**, Professeur au Département de Mécanique, Ecole Nationale Polytechnique, Université d'Oran pour avoir accepté d'examiner ce travail et faire partie de mon jury.*

*Egalement, je remercie Monsieur **BELARIFI Farid**, Professeur au Département de Mécanique, Institut de maintenance et de sécurité industrielle, Université d'Oran 2 pour avoir accepté d'examiner ce travail et faire partie de mon jury.*

*Egalement, je remercie Monsieur **BENDOUKHA Mohamed**, Maître de Conférences au Département de Mécanique, Université de Mostaganem, pour avoir accepté d'examiner ce travail et faire partie de mon jury.*

*Je remercie mes collègues du département Assemblage Intégration et Test des Satellites du Centre de développement des satellites d'Oran de l'Agence Spatiale Algérienne, en particulier Messieurs **Hayani Abderrahmane** et **BERROUA BENZINA Mohammed**, qui m'ont aidé à chaque fois que j'avais besoin.*

*Ce travail a été réalisé grâce à la collaboration du personnel de l'Unité **BCR Oued-Rhio**. Sans eux ce travail n'aurait jamais été possible, je les remercie tous, sans les nommer pour m'avoir aidé à réaliser ce travail de thèse.*

Enfin, je remercie tout le corps enseignant du Département de Mécanique et l'équipe d'accompagnement pédagogique d'UMAB.

Résumé

Le travail de recherche présenté dans cette thèse porte sur l'étude du comportement mécanique d'un acier industriel faiblement allié utilisé par l'unité de production B.C.R Oued Rhiou Algérie. Ce matériau pose en fait des problèmes d'endurance et de durabilité, liés probablement à la relation microstructure propriétés mécaniques. Nous utiliserons les moyens expérimentaux disponibles et nous chercherons les relations optimales entre les propriétés mécaniques et la microstructure en lui appliquant des traitements thermiques appropriés et en s'appuyant sur les courbes TTT et TRC relatives à cet acier.

Nous présenterons les résultats des différentes caractéristiques mécaniques telles que la limite d'élasticité, la charge maximale atteinte en traction, la dureté, la résilience ainsi que certaines valeurs caractéristiques calculées à partir des données expérimentales tel que le K_{IC} . Nous discuterons ces résultats en prenant en considération l'évolution de la microstructure tout au long du processus des traitements thermiques appliqués.

Nous tenterons de relier l'évolution des caractéristiques mécaniques aux caractéristiques évolutives de la microstructure. La relation de Petch est une illustration de l'existence de ces corrélations possibles pour mieux comprendre les différentes évolutions microstructurales.

Mots clés : *Acier industriel, traitements thermiques, caractéristiques mécaniques, microstructures.*

Abstract

In this work, we consider the mechanical behavior of industrial low-alloy steel used by the manufacturing unit B.C.R Oued Rhiau. This material poses problems of endurance and durability, probably related to the relationship microstructure and mechanical properties. We will use the experimental means and we will seek the optimal relationships between the mechanical properties and the microstructure by applying appropriate heat treatments based on the TTT and TRC curves relating to this steel.

We will present the results of the different mechanical properties such as the yield strength, the ultimate tensile strength, hardness, resilience and certain characteristic values calculated from experimental data such as K_{IC} . We will discuss these results taking into consideration the evolution of the microstructure during the heat treatment process applied.

We will try to link the evolution of the mechanical properties to the microstructural characteristics. Petch relation is an illustration of the existence of these possible correlations to better understand the different microstructural evolution.

Keywords: *Industrial steel, heat treatments, mechanical properties, microstructures.*

ملخص

يرتكز هذا العمل، إلى دراسة الخصائص الميكانيكية للفولاذ الصناعي الذي يحتوي على نسب ضعيفة من عناصر الإضافة والذي يستخدم لتصنيع قطع الغيار الميكانيكي بشركة الصناعات الميكانيكية ولواحقها بوحدة الإنتاج " أورسيم" الواقعة بإقليم بلدية وادي ارهيو غليزان، نظرا لمشاكل التحمل والمتانة لهذا الفولاذ والتي ربما لها علاقة بالخصائص الميكانيكية والبنية المجهرية، سنستخدم الوسائل التجريبية المتاحة وسنبحث عن العلاقات المثلى بين الخواص الميكانيكية والبنية المجهرية من خلال تطبيق المعالجات الحرارية المناسبة لها والاعتماد على منحنيات تحويل التبريد المستمر و تحويل درجة الحرارة والوقت المتعلقة بهذا الفولاذ.

سنقدم نتائج الخصائص الميكانيكية المختلفة كالاستطالة، مقاومة الشد والطاقة، الصلابة والمرونة، بالإضافة إلى بعض القيم المميزة المستخلصة من البيانات التجريبية مثل عامل شدة الإجهاد. سنناقش هذه النتائج مع الأخذ بالاعتبار تطور البنية المجهرية طوال عملية المعالجات الحرارية المطبقة.

سنحاول ربط تطور الخصائص الميكانيكية بالخصائص التطورية للبنية المجهرية. علاقة بيتش مثال على وجود هذه الارتباطات الممكنة لفهم أفضل للتطورات المجهرية المختلفة.

كلمات مفتاحية:

فولاذ صناعي، المعالجات الحرارية، الخصائص الميكانيكية، البنية المجهرية.

Table des matières

Dédicace

Remerciements

Résumé

Abstract

ملخص

Liste des Figures

Liste des Tableaux

Liste des abréviations et acronymes

<i>Introduction Générale</i>	1
CHAPITRE I	4
<i>Recherche Bibliographique</i>	4
I.1 Introduction	4
I.2 Les aciers au carbone	4
I.3 Phases métallurgiques	7
I.4 Transformations de phase	11
I.4.1 Transformation displacive	12
I.4.2 Transformation diffusionnelle	13
I.5 Traitement d'austénitisation	14
I.5.1 Rôle des éléments d'alliages	14
I.5.2 Maintien en température d'austénitisation	15
I.5.3 Mécanisme de la transformation lors de l'austénitisation	17
I.6 Transformation martensitique	18
I.6.1 Transformation de la martensite.....	18
I.6.2 Déformation de transformation	19
I.7 Transformation au refroidissement	20
I.8 Facteurs influençant les transformations au refroidissement	23
I.8.1 Influence de la taille de grain de l'austénite.....	23
I.8.2 Influence de la teneur en carbone	24
I.8.3 Influence des éléments d'addition sur les cinétiques de décomposition d'austénite ...	25
I.8.3.1 Influence sur la vitesse critique de trempe	26
I.8.3.2 Influence sur la température de début de transformation martensitique M_s	27
I.8.4 Influence des contraintes	28
I.8.4.1 Cas des contraintes résiduelles	28
I.8.4.2 Cas des contraintes hydrostatiques	28

I.9 Caractéristiques microstructurales des aciers à l'état trempé	29
I.9.1 Traitement thermique d'austénitisation et de trempe	29
I.9.2 Traitement thermique de revenu	31
I.9.3 Effets de revenu.....	32
I.9.4 Transformation martensitique	33
I.10 Fragilisation par revenu	34
I.10.1 Aspects fondamentaux du phénomène de fragilité par revenu	34
I.11 Défauts des traitements thermiques de l'acier	36
I.12 Effet du traitement thermique sur les propriétés mécaniques	37
I.12.1 Influence des précipitations.....	37
I.12.2 Influence de la taille des grains	38
I.12.3 Résistance à la traction et l'allongement à la rupture	39
I.12.4 Effet sur la dureté	40
I.12.5 Essai de résilience	40
I.13 Conséquences mécaniques des transformations microstructurales	42
<i>Méthodologie Expérimentale</i>	4
II.1 Introduction	43
II.2 Matériau étudié	43
II.3 Rôle des éléments d'alliages	46
II.3.1 Rôle du carbone (C)	46
II.3.2 Rôle du manganèse (Mn)	46
II.3.3 Rôle du soufre (S)	47
II.3.4 Rôle du silicium (Si)	47
II.3.5 Rôle du chrome (Cr)	48
II.3.6 Rôle du molybdène (Mo)	49
II.4 Influence de la vitesse de déformation sur la courbe de traction	49
II.5 Méthodes expérimentales	50
II.5.1 Objectif des traitements thermiques.....	50
II.5.2 Four thermique.....	52
II.5.3 Détermination des températures de transformation de phase	52
II.5.4 Analyse métallographique (microstructurale).....	53
II.5.4.1 Préparation des échantillons	54
II.5.4.2 Observation microscopique.....	57
II.5.4.3 Mesures de la taille de grain.....	58
II.5.4.4 Méthodes de mesure de la taille du grain	58

II.5.5 Essais mécaniques réalisés et procédures d'essais.....	59
II.5.5.1 Essais de traction.....	59
II.5.5.2 Essai de fissuration.....	63
II.5.4.3 Essai de dureté.....	66
CHAPITRE III	71
Résultats et discussions	71
III.1 Introduction	69
III.2 Effet de trempe sur les caractéristiques mécaniques, comparaison avec d'autres alliages	69
III.2.1 Effet du carbone.....	70
III.2.2 Le rôle des éléments d'alliages.....	70
III.2.3 Morphologie de la martensite de l'acier 41Cr4 a l'état trempé.....	72
III.2.3.1 Effet de la composition chimique et la température Ms sur la formation martensitique.....	73
III.2.4 Macrographie de la rupture de l'acier 41Cr4 à l'état trempé.....	74
III.3 Effet du revenu sur les propriétés mécaniques de l'acier 41Cr4	75
III.3.1 Évolution de la limite élastique (Re) et la résistance à la rupture (Rm) en fonction des températures de revenu.....	76
III.3.2 Évolution de la dureté HRC au cours du revenu.....	79
III.3.3 Energie de rupture (Kv).....	80
III.3.4 Allongement (A%).....	82
III.3.5 Evolution de la taille des grains lors du traitement de revenu.....	83
III.3.6 Effet du traitement thermique sur la microstructure.....	85
Conclusion Générale	93
Références Bibliographiques	90
ANNEXE	90

Liste des Figures

Chapitre I

Figure I.1 : Diagramme de Fe-C	5
Figure I.2 : Structures des mailles cristallines : a) Maille cubique à faces centrées – b) Maille cubique centrée	5
Figure I.3 : Structure ferritique : Maille élémentaire et aspect micrographique (a) structure granulaire (b) structure aciculaire.....	8
Figure I.4 : Micrographie optique de la structure perlitique :(a) lamellaire ; (b) globulaire	8
Figure I.5 : Structure austénitique : Maille élémentaire et aspect micrographique	9
Figure I.6 : Structure martensitique : Maille élémentaire et aspect micrographique	9
Figure I.7 : Micrographies MEB :a) bainite supérieure, b) bainite inférieure et c) bainite granulaire.....	10
Figure I.8 : Structure sorbite (Revenu à 500°C)	11
Figure I.9 : Illustration des mécanismes de transformation displacive et diffusionnelle	13
Figure I.10 : Influence des éléments d’alliage sur le diagramme de phase Fe-C	15
Figure I.11 : Diagramme d’austénitisation d’un acier de composition chimique : 0.34 % C- 1.07 % Cr-0.17 % Mo	16
Figure I.12 : Taille de grains de l’austénite pour différentes températures de maintien :	17
Figure I.13 : Mécanisme de formation de l’austénite à partir de la martensite	18
Figure I.14 : Structure de la martensite, a : Martensite en latte avec observation optique, b : Martensite en plaquette avec observation MET	19
Figure I.15 : Formation de la martensite : apparition de l’interface austénite/martensite	20
Figure I.16 : Diagramme T.T.T et T.R.C de l’acier 41Cr4	21
Figure I.17 : Influence de la teneur en carbone sur la température de début de la transformation martensitique (Ms) et la morphologie de la martensite obtenue.....	23
Figure I.18 : Influence de la température d’austénitisation sur le grossissement des grains et la dissolution des carbures de vanadium d’un acier de composition 0,35%C-3,26%Ni-0,88%Cr-0,66%Mo-0,22%V0,23%Cu-0,52%Mn-0,18%Si	24
Figure I.19 : Effet de la concentration du carbone sur la dureté HRC et la dureté de la martensite	25
Figure I.20 : Diagramme TRC, 30 min d’austénitisation à 850 °C – a) acier de composition : 0,72 %C - 0,72 %Mn – b) acier de composition : 0,47 %C – 1,37 %Mn – 0,36 %Si – 0,15 %Cr – 0,02 %Ni – 0,19 %Cu – 0,025 %S – 0,015 %P	26
Figure I.21 : Influence de la contrainte sur la température Ms	29
Figure I.22 : Courbe TTT d’un acier faiblement allié 0,35 % C	30
Figure I.23 : Evolution des caractéristiques mécaniques de l’acier 40NiCrMo6 en fonction de la température de revenu	31
Figure I.24 : Structure de la martensite en lattes.....	33
Figure I.25 : Les modes de rupture, (a) : Rupture intergranulaire, (b) : Rupture transgranulaire	34
Figure I.26 : Morphologie de la rupture de l’acier NiCrMoV en fonction de la température de revenu (300, 500, 600°C)	36
Figure I.27 : Relation entre les capacités de rupture et la microstructure.....	38
Figure I.28 : Transition ductile-fragile mesurée par des essais de résilience	41

Chapitre II

Figure II.1 : Produit réalisé par l'acier 41Cr4	44
Figure II.2 : Spectromètre d'analyse de la composition chimique type « SPECTROLAB »..	46
Figure II.3 : Observation au MEB de la martensite revenue à 650°C (a) : alliage Fe-0,6C (b) : alliage Fe-0,6C-2Si (c) : Fe-0,6C-1Mn (d) : Fe-0,6C-2Mn	48
Figure II.4 : Influence de la vitesse de déformation sur la courbe de traction.....	50
Figure II.5 : Schéma récapitulatif du cycle thermique appliqué à l'acier étudié	51
Figure II.6 : Four des traitements thermiques « type Aichelin »	52
Figure II.7 : Machine de sciage « type METACUT 302 »	54
Figure II.8 : Vue globale d'enrobage : a) matrices d'enrobage ; b) échantillons enrobés	55
Figure II.9 : Polisseuse a trois disques.....	55
Figure II.10 : vue générale des échantillons après polissage de finition	56
Figure II.11 : Polisseuse de finition de marque « JEAN WIRTZ ».....	56
Figure II.12 : Vue des échantillons après attaque chimique	57
Figure II.13 : Microscopie optique utilisé pour l'analyse métallographique type « OLYMPUS »	58
Figure II.14 : Formes et dimensions des éprouvettes de traction : a) Schéma d'éprouvette de traction ; b) Vue 3D d'éprouvette d'essai de traction	60
Figure II.15 : Machine de traction type « KARL FRANK GMBH ».....	61
Figure II.16 : Diagramme (charge- allongement).....	62
Figure II.17 : Forme des éprouvettes de résilience : a) schéma d'éprouvette de résilience entaille en V et en U ; b) Vue 3D d'éprouvette de résilience	64
Figure II.18 : Dispositif d'essai de résilience	65
Figure II.19 : Machine de résilience marque « KARL FRANK GMBH ».....	66
Figure II.20 : <i>Machine d'essai de dureté Rockwell type « FRANK »</i>	67

Chapitre III

Figure III. 1 : Morphologie de l'austénite à l'état trempé : a) acier 41Cr4, b) acier 42CrMo4	71
Figure III.2 : Micrographie optique de l'acier 41Cr4 à l'état trempé (grossissement X400).	72
Figure III.3 : Macrographie de rupture d'éprouvette de résilience l'état trempé	74
Figure III.4 : Eprouvettes de résilience rompues à différentes températures de revenu	75
Figure III.5 : Variation de la limite d'élasticité (Re) et la résistance à la rupture (Rr) en fonction de la température de revenu	78
Figure III.6 : <i>Variation de la dureté (HRC) en fonction de la température de revenu</i>	80
Figure III.7 : <i>Variation de l'énergie de rupture Kv (J) en fonction de la température de revenu</i>	82
Figure III.8 : <i>Variation de l'élongation A (%) en fonction de la température de revenu</i>	83
Figure III.9 : <i>Évolution de la taille des grains (µm) en fonction de la température de revenu</i>	84
Figure III.10 : <i>Micrographies de l'acier 41Cr4 (a) Revenu 200°C, (b) Revenu 400°C ; (c) Revenu 600°C (grossissement X 400)</i>	87

Liste des Tableaux

Chapitre II

Tableau II.1: Composition chimique de l'acier 41Cr4 donné par le fournisseur	44
Tableau II.2: Caractéristiques mécaniques conventionnelles.....	44
Tableau II.3 : Composition chimique de l'acier 41Cr4 obtenu par spectromètre (teneur massique en %)......	45
Tableau II.4 : Carbures présents dans la microstructure après différents temps de revenu à 250°C ou 450 °C	47
Tableau II.5: Caractéristiques des principales méthodes de mesure de la dureté.....	68

Chapitre III

Tableau III.1 : Caractéristiques mécaniques des aciers faiblement alliés à l'état trempé.....	69
Tableau III.2 : Morphologie de la martensite formée par trempe de différents alliages	73
Tableau III.3: Caractéristiques mécaniques de l'acier 41Cr4 en fonction des traitements thermiques de revenu	76

Liste des abréviations et acronymes

CFC	Réseau cubique à face centrée
CC	Réseau cubique centré
Fer α	Phase ferritique
Fer γ	Phase austénitique
HV	Dureté Vickers
HB	Dureté Brinell
HRC	Dureté Rockwell
Fe₃C	Cémentite
Fe-C	Diagramme binaire fer-carbone
TC	Réseau tétragonal centré
M_s	Température de début de transformation martensitique
M_f	Température de fin de transformation martensitique
Ac₁	Température de début de transformation austénitique
Ac₃	Température de fin de transformation austénitique
TTT	Diagramme de transformation temps-température
TRC	Diagramme de transformation en refroidissement continu
R_e	Limite d'élasticité
R_m	Résistance maximale à la rupture
A (%)	Allongement
TME	Temper Martensite Embrittlement (fragilité par revenu)
MO	Microscopie optique
K_{IC}	Facteur d'intensité de contrainte

AISI	American Iron and Steel Institute (Institut américain du fer et de l'acier)
DIN	Deutsches Institut für Normung (Institut allemand de normalisation)
γ_r	Austénite résiduelle
Kv	Energie de rupture
MEB	Microscope électronique à balayage
MET	Microscope électronique de transmission
AFNOR	Association française de normalisation
GPA	Grain parent austénitique
γ_r	Austénite résiduel
ORSIM	Société des Industries Mécaniques & Accessoires Oued Rhiou

Introduction Générale

Introduction Générale

Introduction Générale

Les matériaux sont à la source de la technologie et du monde industriel. La réussite technique et le succès commercial d'un produit fabriqué dépendent en grande partie du ou des matériaux choisis. L'étude du comportement mécanique des matériaux a pour but de connaître leur réponse à une sollicitation donnée.

Pour le calcul des structures des matériaux métalliques tels que les aciers faiblement alliés. La détermination des caractéristiques mécaniques est indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux, du module d'Young à la limite d'élasticité, en passant par la ténacité ou la résistance à la fatigue, dans des conditions variables, (température ou de vitesse de sollicitation) est généralement nécessaire. Ces travaux donnent une caractérisation de la microstructure du matériau à l'aide de différentes techniques, tandis que d'autres fournissent une base expérimentale du comportement de ces aciers.

Parmi tous les alliages métalliques, l'acier est l'un des matériaux le plus couramment employés dans les applications industrielles. Leur propriété mécanique est fortement liée à la microstructure de l'alliage, donc à sa composition chimique, les conditions de son élaboration et aux traitements thermiques appliqués.

Les recherches concernant les aspects physico-chimiques liés à la métallurgie et aux propriétés mécaniques des aciers ne sont toujours pas entièrement comprises. Les diverses formes allotropiques du fer, les mécanismes par lesquels des transformations de phase peuvent se produire ou la solubilité du carbone et d'autres éléments d'alliage dans ces phases sont à l'origine d'une grande variété de microstructures et de propriétés mécaniques. Les aciers répondent ainsi à une multitude de demande industrielle (industrie mécanique, chimique, pétrochimique et nucléaire) [1].

Les aciers faiblement alliés au chrome [Cr] appartenant à la gamme d'aciers martensitiques, ils combinent la trempabilité profonde avec une haute résistance de fatigue et la résistance au fluage de ductilité. Ces dernières années, l'utilisation de ces aciers pour des applications industrielles a augmenté en particulier l'industrie automotrice et l'industrie pétrolière [2,3].

Plusieurs recherches ont été consacrées aux aciers faiblement alliés ; parmi ces travaux, certains présentent une caractérisation de la microstructure du matériau à l'aide de différentes

Introduction Générale

techniques, tandis que d'autres fournissent une base expérimentale souvent incomplète du comportement de ces aciers. Des investigations nous ont conduits à restreindre le champ de nos recherches car certains résultats ont montré l'importance de se concentrer sur l'effet des traitements thermiques, et sur la composition chimique du matériau pour atteindre les propriétés mécaniques optimales des matériaux [4-6].

Le revenu est un traitement thermique pratique, généralement après trempe, et qui a pour but de corriger les défauts causés par la trempe d'un acier (contraintes internes et fragilités) et d'obtenir les propriétés mécaniques requises, c'est à dire l'évolution de l'état métallurgique de la structure obtenue à l'état trempé en (ferrite, bainite, martensite), pour avoir des propriétés mécaniques favorables (dureté, limite d'élasticité et ténacité).

Divers travaux [7,8], ont étudié l'effet des traitements thermiques de trempe et revenu sur les propriétés mécaniques ainsi que l'évolution de la microstructure obtenue par microscope électronique (ME) sur les aciers faiblement alliés cas des aciers 41Cr4 et 42CrMo4. Une fragilité par revenu a été constatée, peut être attribuée à la composition chimique et en particulier à la teneur en molybdène (Mo).

Les modifications microstructurales les plus souvent apportées par les traitements thermiques (trempe et revenu) permettent de conférer à ces aciers des propriétés particulières, adaptés à une meilleure utilisation par l'ajout des éléments d'addition tel que le Cr et Mo [9,10]. Ce type de traitements thermiques permet de modifier la taille moyenne des grains en tenant compte de la température, le temps de maintien et du mode de refroidissement (température T et le temps de maintien t).

Des changements structuraux qui se produisent pendant le revenu des aciers faiblement allié dépendent de la température, de la période du processus et de la concentration en carbone, tel que l'effet de la fragilisation par revenu, des travaux de recherches [11] expliquent que cet effet est due au phénomène de la transformation des carbures epsilon aussi bien que la formation de la cémentite.

Notre travail consiste à étudier le comportement mécanique d'un acier industriel faiblement allié - caractérisation microstructurales en utilisant une approche expérimentale du comportement mécanique d'un acier faiblement allié DIN 41Cr4 en vue de :

- ✓ Comprendre les relations entre la microstructure et les propriétés mécaniques ;
- ✓ Décrire l'influence des différentes phases sur le comportement mécanique.

Introduction Générale

Notre démarche en générale consiste à relier l'évolution des caractéristiques mécaniques aux caractéristiques évolutives de la microstructure.

Pour atteindre cet objectif, nous avons structuré notre thèse sur trois chapitres :

Au premier chapitre, nous avons présenté une recherche bibliographique, présente une synthèse de l'état de l'art de diverses notions théoriques relatives au projet, les transformations des phases des aciers, facteurs influençant les transformations des phases, effet des traitements thermiques de trempe et revenu sur l'état microstructural et les propriétés mécaniques des aciers.

Au deuxième chapitre nous avons présenté une introduction du matériau étudié, la forme des éprouvettes de traction et de résiliences adoptées et une présentation des protocoles expérimentaux considérés tel que les essais de : traction, dureté, résilience et l'analyse métallographique (microstructurale), et cela pour répondre aux objectifs recherchés de la thèse.

Le troisième chapitre a été consacré à l'analyse des différents résultats expérimentaux sur le matériau étudié le DIN 41Cr4. L'analyse de l'effet des traitements thermiques de trempe et de revenu sur le comportement mécanique ainsi que l'état microstructural de cet acier.

Finalement, nous présentons des conclusions générales qui englobent les résultats finaux et les futures recommandations.

CHAPITRE I

Recherche Bibliographique

I. Etat des connaissances**I.1 Introduction**

Les matériaux métalliques constituent la base du développement technologique. Ceci est également valable pour l'industrie tel que : construction des machines, automobiles que pour l'aéronautique et l'aérospatiale. Les propriétés mécaniques des matériaux (métalliques entre autres) sont affectées par leur microstructure, et plus précisément par les dimensions caractéristiques de cette microstructure. Il est souvent observé que le comportement mécanique global est la moyenne des comportements mécaniques des différentes phases dans les matériaux métalliques comportant plusieurs phases [12,13], dans ce sens il est important de connaître précisément la microstructure (proportion de phase, dureté des phases, etc.) pour pouvoir interpréter le comportement mécanique correctement. Parmi ces matériaux, on trouve une classe très importante qui est celle des matériaux métalliques ou simplement les métaux.

Les métaux sont donc, des matériaux dont les atomes sont unis par des liaisons métalliques. Il s'agit de corps simples ou d'alliages le plus souvent durs, opaques, brillants, bons conducteurs de la chaleur et de l'électricité.

Les aciers sont des matériaux qui jouent un rôle important sur le plan technologique en raison de ses bonnes caractéristiques mécaniques et leurs utilisations. Des travaux des recherches sur les aciers faiblement alliés et nuances proches ont montrés qu'il est souvent limité à l'étude soit de la microstructure, soit des traitements thermiques de ces alliages, mais dans lesquels les aspects de leur composition chimique et leurs propriétés mécaniques étaient rarement abordés conjointement [14-16].

I.2 Les aciers au carbone

On appelle acier un alliage de fer et de carbone dont la teneur en carbone est inférieure à 2% massique. Cette teneur limite vient de la limite de solubilité du carbone, à haute température, dans la phase cubique à faces centrées (c.f.c) du fer, appelée *austénite*. Des éléments d'alliages sont généralement ajoutés à un alliage Fe-C afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques et les propriétés des aciers. Le diagramme de phase de l'alliage binaire Fe-C est donné sur la (figure I.1).

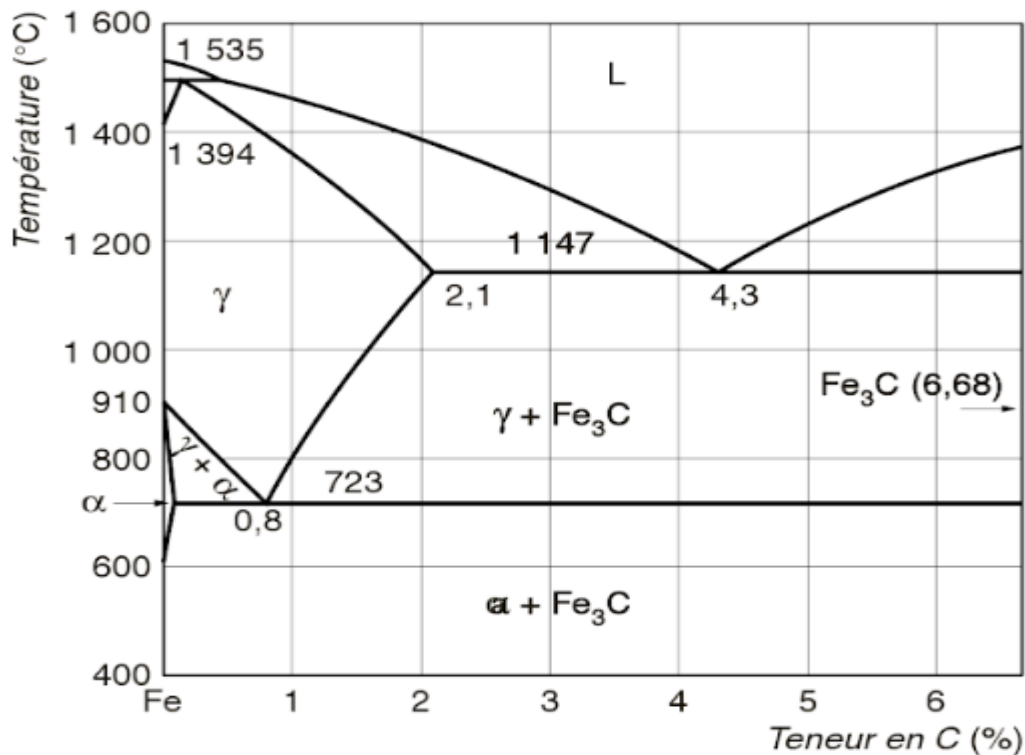


Figure I.1 : Diagramme de Fe-C [17]

Le fer pur possède une structure cubique à faces centrées (figure I.2a) pour une gamme de températures s'étendant de 912 °C à 1394 °C [18]. Cette phase est plus communément appelée phase austénitique pour les aciers au carbone et est notée γ . En dehors de cet intervalle de température, le fer pur possède une structure cubique centrée (figure I.2b). Cette structure est appelée *fer δ* si l'on se trouve entre 1394 °C et 1538 °C et, en dessous de 912 °C, on note *fer α* la phase présente, et on la nomme ferrite α . Ces deux structures sont moins compactes que la structure c.f.c.

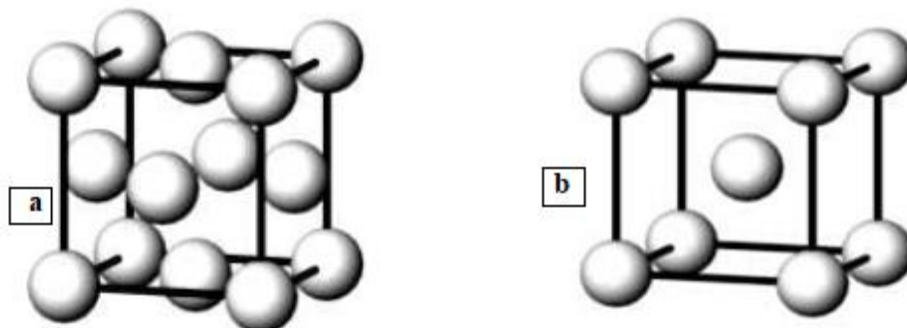


Figure I.2 : Structures des mailles cristallines : a) Maille cubique à faces centrées – b) Maille cubique centrée [18]

La lecture du diagramme Fer-Carbone montre que les aciers subissent les transformations suivantes :

- **Transformations des aciers à basses teneurs en carbone ; $C=0.02\%$:**

A haute température, la ferrite germe aux joints de grains de l'austénite. Avec la baisse de la température, la cémentite Fe_3C précipite. Et donc, la structure à la température ambiante est constituée de ferrite très pauvre en carbone et de Fe_3C riche en carbone qui peut atteindre 6.67% C.

- **Transformation eutectoïde ; $C= 0.77\%$:**

Cette réaction se produit à 727 °C où elle provoque la formation d'un agrégat *eutectoïde*, appelé *la perlite*, constitué de succession des lamelles de ferrite et de cémentite.

- **Transformations des aciers à $0.02 < C < 0.77\%$:**

Les aciers, dont leur teneur en carbone est comprise entre 0.02 et 0.77 %C, sont appelés des *aciers hypo eutectoïdes*. Leur transformation débute à une haute température comprise entre 727 et 900 °C. Elle provoque la naissance de la ferrite pauvre en carbone dont sa teneur maximale est de 0.02%. A la température ambiante, la structure est constituée de ferrite proeutectoïde et de perlite.

- **Transformations des aciers à $0.77 < C < 2.1\%$:**

Les aciers, dont leur teneur en carbone est comprise entre 0.77 et 2.1% C, sont appelés des *aciers hyper eutectoïdes*. La transformation eutectoïde est précédée par une étape de formation de cémentite dans les joints de grains de l'austénite. À la température ambiante, la structure est donc formée d'agrégats eutectoïdes, i.e. de la perlite, et de précipités inter granulaires de Fe_3C .

L'ajout de carbone dans le système Fe-Cr modifie de manière significative et complique l'équilibre de phase. En effet, de petites quantités de carbone élargissent spectaculairement la boucle gamma, permettant ainsi la stabilisation de l'austénite à des températures élevées pour des teneurs beaucoup plus élevées en Cr [19].

Le phénomène de la modification du réseau cristallin sous l'effet de la température porte le nom de transformation allotropique. Ces transformations sont établies grâce aux paliers thermiques des courbes de refroidissement ou de chauffage qui lesquelles caractérisées par plusieurs points critiques ou paliers correspondant à des températures définies pour des transformations déterminées.

I.3 Phases métallurgiques

On appelle phase métallurgique la partie d'un matériau, physiquement distincte, mécaniquement séparable, dont la composition (nature et proportion) et l'organisation atomique (structure cristalline ou autre) des éléments qui la composent ne dépendent que de sa température et de son niveau de pression.

Pour le fer et plus généralement pour tous les corps purs, les différentes phases métallurgiques possibles sont l'état gazeux, l'état liquide ou les différentes variétés allotropiques (structures cristallines) sous lesquelles le corps pur considéré peut exister à l'état solide.

Pour les alliages Fer-Carbone, et plus généralement pour tous les aciers, à l'état solide, deux types de phases métallurgiques peuvent être rencontrés : les solutions solides et les composés définis.

Les solutions solides sont caractérisées par le caractère métallique de leurs liaisons interatomiques. Elles ont, pour de faibles concentrations de soluté, la même structure cristalline que le solvant. Elles peuvent être de substitution ou d'insertion. En revanche, dans le cas des composés définis, les liaisons inter-atomiques perdent, plus ou moins selon les cas, leur caractère métallique au profit d'un caractère ionique. Leur structure cristalline est différente de celle du solvant et du soluté et, contrairement aux solutions solides pour lesquelles la proportion de soluté peut varier à l'intérieur d'un intervalle de solubilité, ils correspondent à une stoechiométrie fixée.

Selon la température et le niveau de pression, la structure métallurgique (variété allotropique) du fer peut être cubique centrée (fer α ou fer δ), cubique à face centrée (fer γ) ou hexagonale (fer ϵ). Pour les alliages Fer- Carbone et plus généralement pour les aciers faiblement alliés, on distingue, à l'état solide, quatre phases métallurgique différentes :

- **la ferrite** qui est une solution solide d'insertion de carbone dans le fer α . Son réseau cristallin est cubique centré, La ferrite peut contenir en solution des éléments variés tel que le Cr, Ni, Si, P. Elle est très ductile ($A = 10 \text{ à } 35\%$), peu tenace ($Rm = 300MPa$) et de dureté faible de (80 à 100 HB) [20,21]. Au point de vue métallographique, la solution ferritique présente deux structures globulaire et aciculaire (figure I.3).

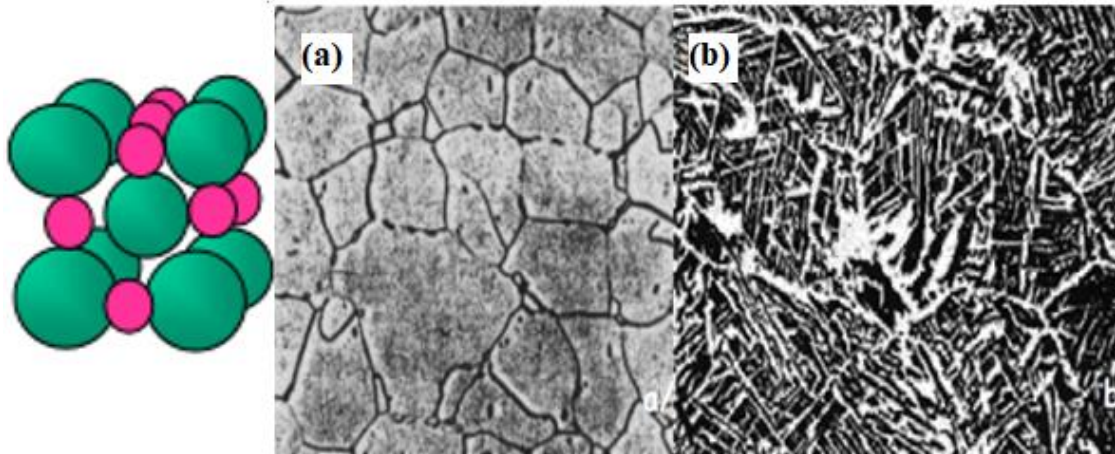


Figure I.3 : Structure ferritique : Maille élémentaire et aspect micrographique (a) structure granulaire (b) structure aciculaire [20,21]

- **la cémentite** qui est un carbure de fer de type composé défini semi métallique Fe_3C à 6,67% dont la maille est orthorhombique, Elle apparaît en blanc après attaque au Nital sans que l'on puisse distinguer les joints de grains. Elle est colorée en rouge brun par le picrate de sodium. C'est une combinaison très dure ($HB > 700$), mais cassante et très fragile ($A = 0\%$) [22]. Elle est présente dans d'autres constituants comme : perlite, troostite, sorbite.

- **la perlite**, mélange hétérogène de deux phases : la ferrite et la cémentite, elle présente généralement sous forme lamellaire ou globulaire. La perlite lamellaire est l'alternance de lamelles de ferrite et de cémentite dont l'épaisseur et les écarts dépendent de la vitesse de refroidissement tandis que la perlite globulaire est formée de petits globules blancs de Fe_3C de contour noir sur fond de ferrite, Elle ne dissout pas le carbone, elle est assez ductile ($A\% = 10$), résistante ($Rm = 850 MPa$) et assez dure ($HB = 200$) (figure I.4).

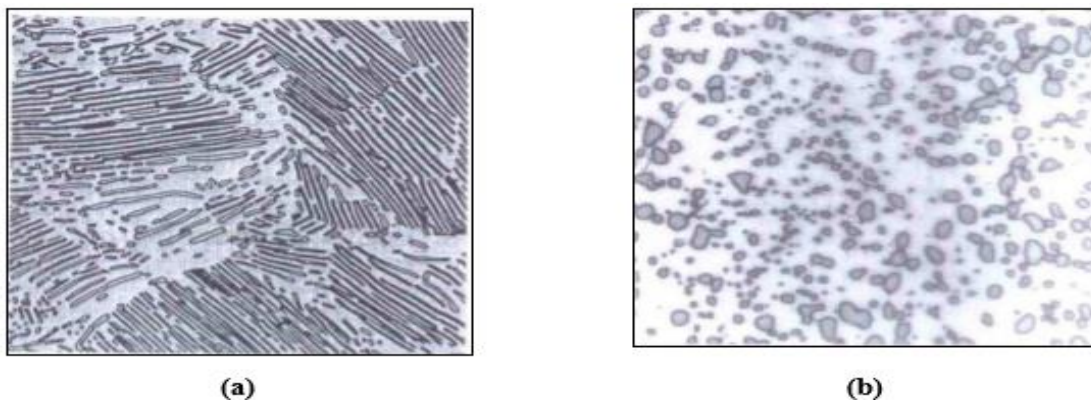


Figure I.4 : Micrographie optique de la structure perlitique : (a) lamellaire ; (b) globulaire

- *l'austénite* qui est une solution solide d'insertion de carbone dans fer γ dont le réseau cristallin est cubique à face centrée. C'est le constituant intermédiaire de durcissement par trempe, après chauffage (austénitisation) et avant refroidissement (trempe). Si la vitesse de refroidissement est trop rapide, la diffusion de carbone vers l'extérieur de l'austénite n'a pas le temps de se produire, par conséquent le carbone reste emprisonné dans la ferrite. Lorsque cette transformation intervient, l'austénite (figure I.5) est caractérisée par sa grande plasticité avec une limite d'élasticité et une résistance à la rupture relativement faibles ($R_m = 950 \text{ MPa}, HB = 350, A = 40 \text{ à } 50\%$) [23].

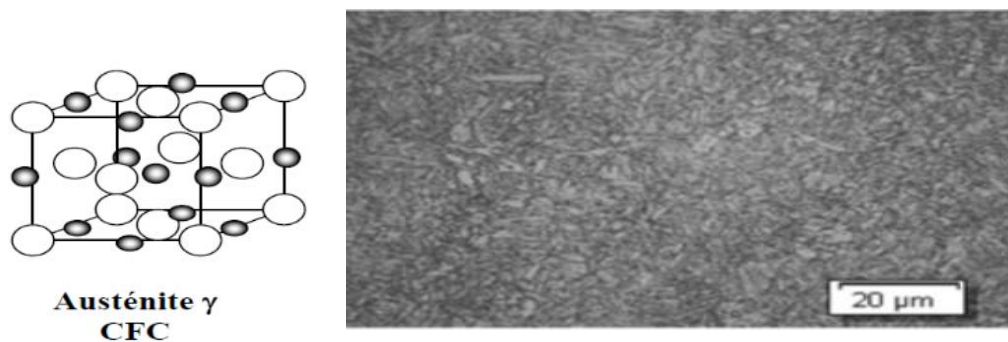


Figure I.5 : Structure austénitique : Maille élémentaire et aspect micrographique [23]

- *La martensite* est une phase métastable obtenue par un refroidissement rapide de l'austénite. C'est une solution solide d'insertion sursaturée en carbone dans le fer α , de même composition que l'austénite initiale. La martensite cristallise dans le système quadratique. Elle possède une grande dureté ($HV > 800$) et une fragilité notable. Elle a une structure en aiguilles comme le montre la (figure I.6) cas de l'acier étudié [24].

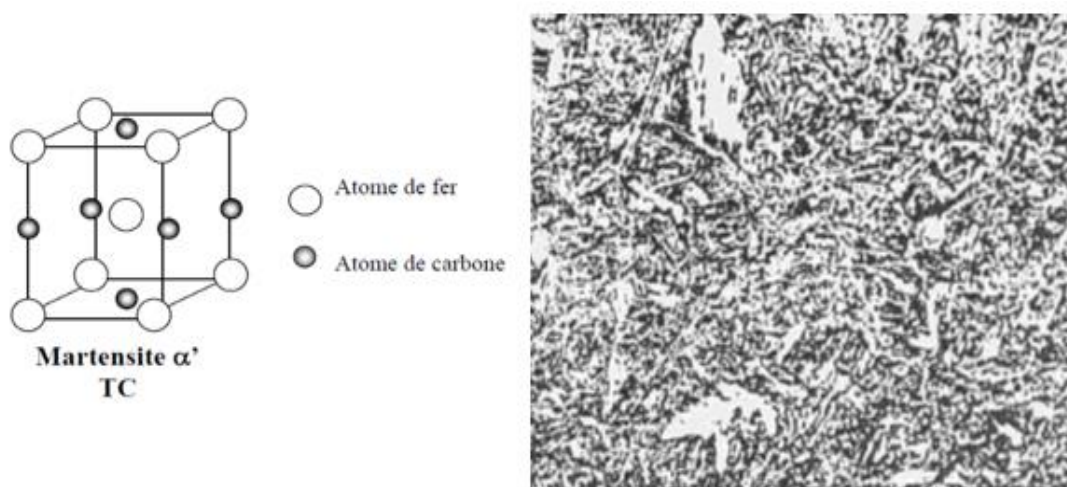


Figure I.6: Structure martensitique : Maille élémentaire et aspect micrographique [24]

- **La bainite** C'est un agrégat de ferrite et de carbures qui présente les mêmes phases que la perlite (ferrite et cémentite), mais de structure fine, souvent en aiguilles ce qui lui confère de bonnes propriétés mécaniques. Elle est dure et plutôt facile à usiner.

Il existe différentes classifications morphologiques de la bainite, la bainite supérieure et la bainite inférieure (figure I.7) et la distinction entre eux est encore largement utilisée [25]. Elle repose principalement sur la distribution des carbures. Dans ces travaux, la bainite supérieure se forme entre 585°C et 627°C et sa microstructure est constituée de lattes de ferrite longues et étroites avec des particules de cémentite dispersées entre les lattes de façon discontinue. Quant à la bainite inférieure, elle se forme entre 200°C et 400°C et présente deux types de précipités, ceux qui se forment dans l'austénite enrichie en carbone qui séparent les plaquettes de bainite, et ceux qui se forment dans la ferrite sursaturée. La bainite supérieure se développe au niveau des joints de grains austénitiques et la bainite inférieure se forme dans l'austénite enrichie en carbone, qui est entourée de la bainite supérieure préformée [26].

Récemment, des travaux de recherches [27]. Ont proposé une nouvelle définition ou de la bainite fondée sur la répartition des angles de désorientation des joints de ferrite bainitique et sur le type de seconde phase présente, dont la formation est directement liée à l'effet des éléments d'alliage sur la cinétique de transformation.

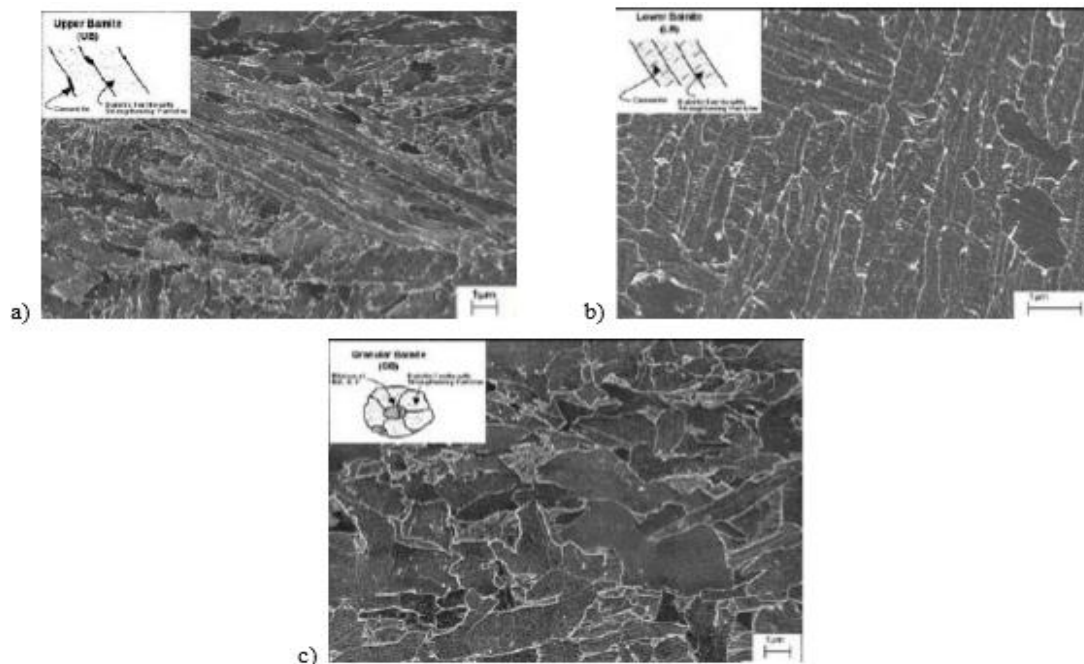


Figure I.7 : Micrographies MEB :a) bainite supérieure, b) bainite inférieure et c) bainite granulaire [27]

- **Le Troostite** est un agrégat lamellaire semblable à la perlite, mais de dimension microscopique et de dureté plus élevée, dureté supérieure ($HB > 400$). Souvent on rencontre la troostite avec la martensite, elle est précipitée par une trempe douce au cours de la décomposition de la troostite attaquée par les réactifs habituels se présente en amas arrondis, de teinte plus foncée que les autres constituants. Avec de forts grossissements, on constate que les lamelles ont tendance à devenir moins parallèles, et on aboutit à des structures en "éventail" dans lesquelles les lamelles rayonnent à partir d'un centre l'austénite [28].

- **Le Sorbite I** est un constituant extrêmement fin qui se forme au cours du réchauffage d'un acier trempé martensitique (revenu). Sa structure est constituée par de fins carbures de fer (Fe_3C cémentite) dans une matrice ferritique, elle possède une bonne résilience et sa dureté ($HB = 250$ à 400).

Selon les températures choisies on obtient une structure martensite-revenu, sorbitique ou troostitique par la dissociation de la martensite en un mélange de cémentite dispersée dans du fer alpha, pour former des globules microscopiques agglomérés (figure I.8).

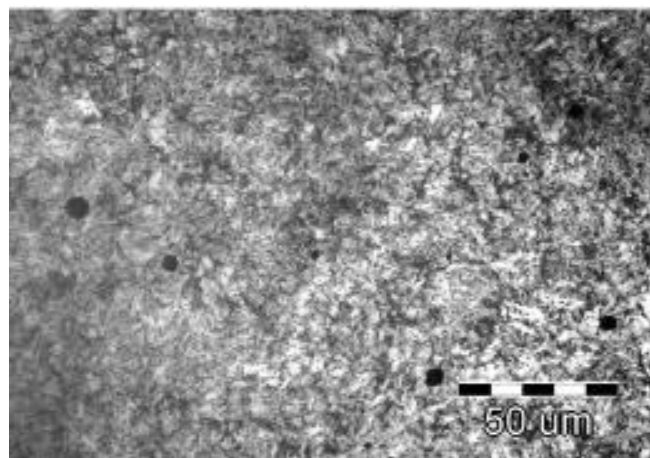


Figure I.8: Structure sorbite (Revenu à 500°C) [28]

I.4 Transformations de phase

Les transformations de phases à l'état solide des aciers résultent de la combinaison du changement du réseau cristallin du fer et du déplacement des atomes de soluté (principalement le carbone), qui restent en solution ou précipitent sous forme de carbures ou d'autres composés définis (nitrides, sulfures...). La précipitation est l'apparition de particules ou de cristaux d'une nouvelle phase dans un alliage initialement homogène. Elle peut être considérée comme une transformation de phases.

D'une manière générale, les déplacements atomiques peuvent s'effectuer soit par diffusion soit par une déformation coordonnée d'une partie du réseau. Cette distinction permet de classer les transformations de phases en deux familles : transformations diffusionnelles et transformations martensitiques.

Dans le cas des aciers, lors du refroidissement, la phase austénitique n'est plus stable, la vitesse de refroidissement modifie la nature des transformations de phase qui peuvent se produire :

Si la *vitesse de refroidissement est faible*, on se trouve dans un état proche de l'équilibre. La diffusion du carbone est alors possible. Le refroidissement de la phase austénitique va ainsi conduire à la formation d'un mélange de fer α et de cémentite Fe_3C . Pour un acier à 0,6% de carbone, la structure finale obtenue après refroidissement de la phase austénitique sera une structure *ferrito-perlitique*.

Si la *vitesse de refroidissement est rapide*, lors de refroidissement de l'austénite, le carbone ne peut pas diffuser et se retrouve piégé dans la maille. Cette transformation est hors d'équilibre et conduit à la formation d'une phase métastable obtenue par trempe : *la martensite*. La température de début de transformation martensitique est notée M_s . La capacité d'un acier à former de la martensite dépend de sa trempabilité, son aptitude à éviter la formation du fer α et de cémentite Fe_3C lors du refroidissement. La trempabilité peut être augmentée à l'aide d'éléments d'alliage. Les plus efficaces sont, par ordre décroissant d'influence : C, Mo, Va, Cr, Mn, Ni, Si.

Pour des *vitesse de refroidissement intermédiaire*, le refroidissement de l'austénite va conduire à la formation d'une structure *bainitique*.

Ces trois transformations sont classées en deux catégories : **displacive et diffusionnelle**.

I.4.1 Transformation displacive

La transformation displacive correspond à des déplacements atomiques faibles (très inférieurs aux dimensions de la maille). Ces déplacements se produisent par des mouvements corrélés d'atomes. La transformation se propage indépendamment du temps, par un déplacement des interfaces entre les deux phases. La phase fille hérite de l'ordre et de la composition chimique de la phase mère (phase austénitique).

Lors de la transformation displacive (transformation martensitique), il y a déformation du réseau avec conservation d'un plan invariant mais l'orientation du plan invariant ainsi que les positions atomiques relatives dans ce plan ne sont pas modifiées par la transformation.

I.4.2 Transformation diffusionnelle

Ces transformations, le déplacement des atomes de soluté est assez important (de l'ordre de plusieurs distances inter-atomiques). La diffusion atomique étant plus facile à haute température, ces transformations ne se produisent que pour des vitesses de variation de température assez faibles pour que la diffusion ait le temps de se réaliser.

Les transformations par diffusion se déroulent toujours en deux étapes : *la germination et la croissance*. Dans la première, les nouvelles phases apparaissent sous la forme de germes engendrant des interfaces avec le cristal mère. La réaction se poursuit par progression de l'interface dans l'étape de la croissance.

Pour les aciers faiblement alliés, dans le cas du soudage ou de la trempe, les transformations au chauffage (austénitisation) ou transformation au refroidissement de l'austénite en ferrite sont, par exemple, des transformations diffusionnelles.

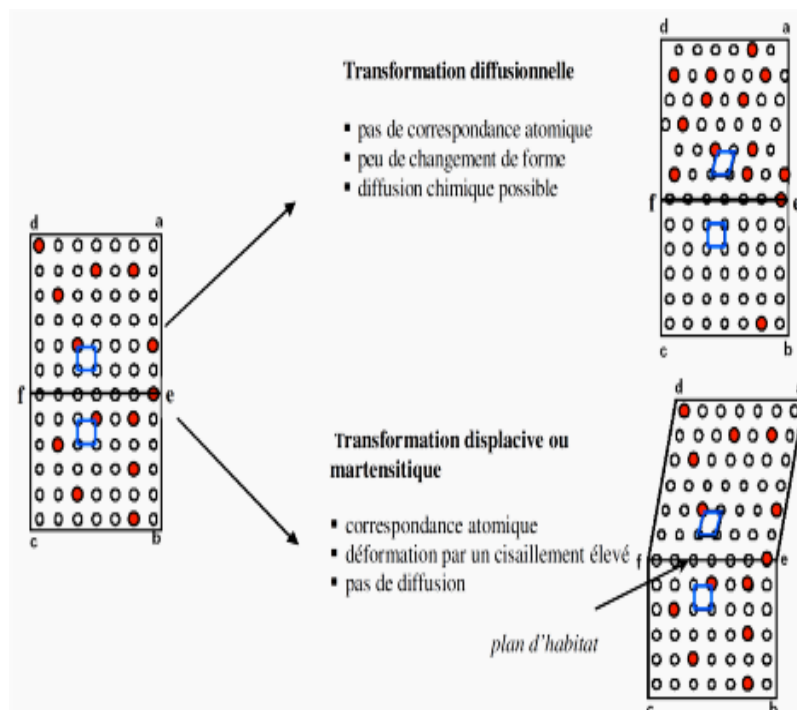


Figure I. 9: Illustration des mécanismes de transformation displacive et diffusionnelle [29]

I.5 Traitement d'austénitisation

L'austénitisation consiste à mettre en solution tout le carbone présent et les éléments d'addition de l'alliage sous forme des carbures, la solubilité du carbone dans l'austénite est limitée à 2.1% et seulement à 0.02% dans la ferrite. Donc, il est obligatoire de choisir une température assez élevée afin de mettre en solution tout le carbone au cours de la transformation des structures martensitiques, bainitiques et ferrito-perlitique en phase austénitique. La croissance de l'austénite est alors contrôlée par la diffusion du carbone.

Deux températures définissent les transformations dans l'acier : Ac_1 et Ac_3 . Ce sont respectivement les températures de début et de fin de formation de l'austénite, qui sont mesurées au cours d'une montée en température. Pour austénitiser l'acier, il est nécessaire de dépasser la température Ac_3 au cours du traitement thermique. En général, une température $Ac_3 + (25 \text{ à } 50 \text{ °C})$ est choisie. La température d'austénitisation est fortement liée à la teneur en carbone de l'alliage à subir pour le traitement thermique.

I.5.1 Rôle des éléments d'alliages

Les éléments d'alliage ont un rôle prépondérant dans le traitement d'austénitisation. La germination de l'austénite est instantanée dans le cas des aciers au carbone mais la présence de certains éléments d'alliage peut ralentir la croissance gouvernée essentiellement par la diffusion, du fait de leur faible diffusivité [30], modifiant la position des points caractéristiques de début et de fin de la transformation Ac_1 et Ac_3 . Les formules empiriques d'Andrews peuvent être utilisées pour estimer les températures de transformation en fonction de la composition chimique des aciers faiblement alliés. Elles sont valables pour des aciers contenant moins de 0,6% de carbone. Ces formules sont données ci-après en fonction de la teneur massique en éléments d'alliages.

$$Ac_1 = 723 - 10,7Mn - 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 6,36W + 290As \quad (I.1)$$

$$Ac_3 = 912 - 203\sqrt{C} - 15,2Ni + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W - 30Mn \quad (I.2)$$

La (figure I.10) illustre les changements occasionnés par la présence des éléments d'alliages alphas ou gammas sur le diagramme d'équilibre des phases de l'alliage Fe-C.

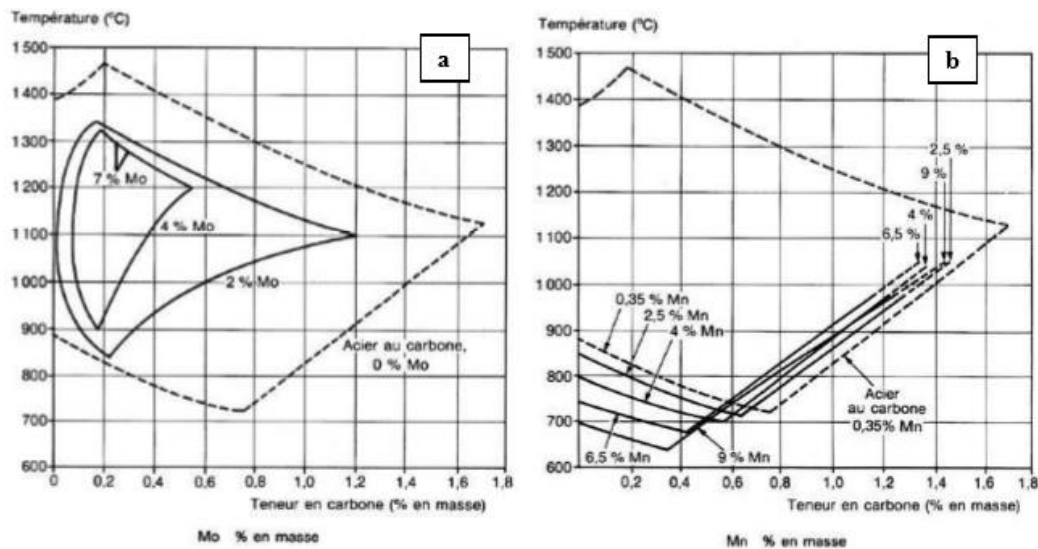


Figure I.10 : Influence des éléments d'alliage sur le diagramme de phase Fe-C

- a) Présence d'un élément alphasagène, le molybdène – b) Présence d'un élément gammagène, le manganèse [31]

I.5.2 Maintien en température d'austénitisation

Afin de permettre une bonne homogénéisation de l'austénite et la dissolution des carbures, il est nécessaire d'avoir un maintien en température suffisante. Le maintien ne doit pas être non plus trop long pour éviter le grossissement des grains austénitiques.

Dans le cas des structures perlitiques, le mécanisme de germination de l'austénite dépend de la morphologie de la perlite initialement présente. Donc il est nécessaire de trouver un bon compromis pour obtenir une austénite homogène tout en gardant une taille de grains raisonnable.

Par exemple, le diagramme d'austénitisation d'un acier de composition chimique : 0.34% C-1.07% Cr-0.17% Mo, la (figure I.11), montre que le maintien de plus de 10s à une température d'austénitisation de 850 °C est suffisante pour obtenir de l'austénite homogène. Pour une température de 1000°C, allonger le maintien en température de 2 à 100 secondes fait passer la taille de grains d'indice AFNOR 9 à 6, si l'on adopte une température d'austénitisation plus élevée. Pour cet acier 35CrMo4, passer d'une température d'austénitisation de 900°C pendant 20s à 1100°C pendant 20s permet d'accroître la taille de grains de $G = 9$ (15,6 μ m) à $G = 5$ (62,5 μ m) [31].

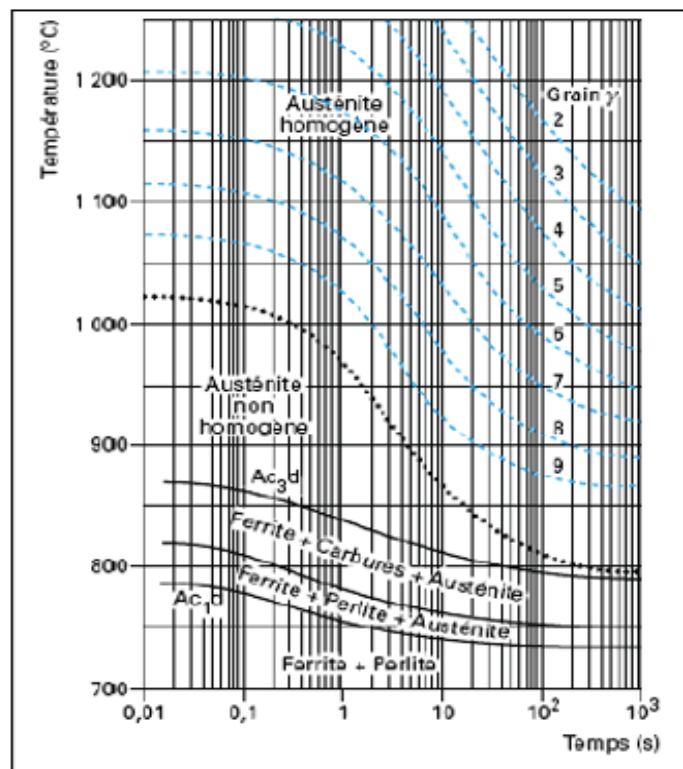


Figure I.11: Diagramme d'austénitisation d'un acier de composition chimique : 0.34 % C-1.07 % Cr-0.17 % Mo [31]

Le choix des paramètres température d'austénitisation, temps de maintien est important au cours d'une austénitisation. Le maintien à une température d'austénitisation convenable permet une meilleure homogénéisation de l'austénite et la dissolution complète des carbures présents sans causer le grossissement de la taille des grains. La taille du grain austénitique n'est pas seulement dépendante de la température et du temps de maintien, mais aussi d'autres facteurs tels que la composition chimique.

Dans une étude d'un acier contenant 0.41% C-0.85% Mn-0.25% Si-1.8% Ni-1.45% Cr-0.45% Mo et austénitisé à une température de 900 °C, les auteurs ont montré que plus on maintient l'acier plus la taille des grains de l'austénite augmente.

L'aspect microstructurale de cet acier austénitisé pour différentes températures de maintien est montré sur la (figure I.12). A haute température, les grains de l'austénite ne sont pas stables. Leur énergie libre d'activation est très élevée. Pour atteindre l'équilibre, les atomes s'associent en formant un gros grain d'austénite. Après l'arrangement des grains, l'énergie libre de Gibbs diminue [32].

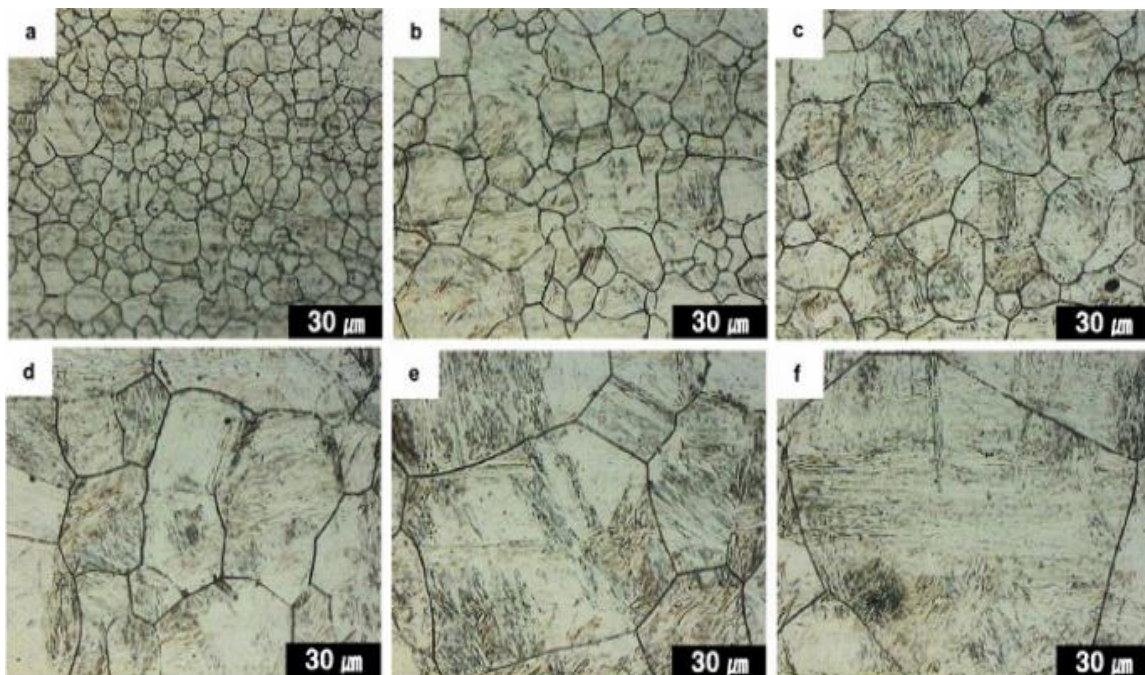


Figure I.12 : Taille de grains de l'austénite pour différentes températures de maintien :
(a) 900, (b) 950, (c) 1000, (d) 1050, (e) 1100 et (f) 1150 °C [33]

I.5.3 Mécanisme de la transformation lors de l'austénitisation

Lors du traitement thermique d'austénitisation, les structures martensitiques, bainitiques et ferrito-perlitiques se transforment en phase austénitique. La croissance de l'austénite est contrôlée par diffusion. Comme le traitement d'austénitisation se fait à haute température, cette diffusion est rapide, un traitement de 30 min permettant a priori une redissolution complète de la perlite, pour des températures suffisamment élevées.

À partir d'une microstructure perlitique, la formation de l'austénite se fait par plusieurs étapes successives. La germination aux joints de grains de l'austénite. Sous l'effet de la diffusion du carbone à cette étape provient de la dissolution de la cémentite. La nucléation de l'austénite peut aussi avoir lieu aux interfaces de la ferrite-cémentite et se poursuit sous formes de fines lattes [34]. Les nouveaux grains d'austénite se forment dans les colonies de perlite pour remplacer la ferrite eutectoïde ; parallèlement, la cémentite se dissout dans l'austénite.

Alors que la formation de l'austénite à partir de la martensite peut se faire par diffusion ou sans diffusion par le mécanisme de glissement/cisaillement (figure I.13), dépendant de la vitesse de chauffage. La formation sans diffusion est appelée transformation martensitique inverse. Ainsi, durant le chauffage continu, la martensite transformée en austénite sans diffusion

atomique, donne naissance à une austénite en forme de latte à haute densité de dislocation [35]. Le mécanisme de cette formation est illustré par la figure ci-dessous.

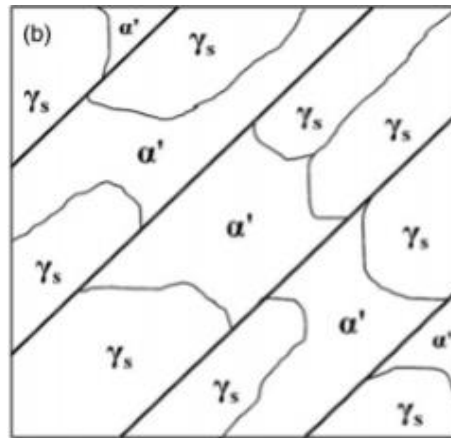


Figure I.13 : Mécanisme de formation de l'austénite à partir de la martensite [35]

Pour des vitesses de chauffage faibles, l'austénitisation se fait par diffusion tandis que, pour les vitesses de chauffage grandes, la transformation de la martensite en austénite s'effectue par cisaillement. La plupart des études sont consacrées soit à une microstructure ferrito-perlitiques ou martensitique ou encore une microstructure mixte pour la formation de l'austénite.

La cinétique de la transformation de la bainite en austénite lors d'un chauffage continu dans pour un acier à faible teneur en carbone. La transformation de la bainite en austénite a été observée en deux étapes à faible vitesse de chauffage. La première étape est la dissolution de la bainite, la deuxième étape est la transformation de la bainite restante en austénite contrôlée par un processus de dissolution. Le résultat du calcul de la cinétique de formation d'austénite montre que les deux étapes se produisent par diffusion à faible vitesse de chauffage. Cependant, à vitesse de chauffage élevée, la transformation de la bainite en austénite se produit en une seule étape, et le processus est principalement dominé par cisaillement [32-35].

I.6 Transformation martensitique

I.6.1 Transformation de la martensite

Dans le cas des aciers, lors d'un refroidissement rapide et à partir des hautes températures la phase austénitique se transforme en martensite au-dessous d'une température nommée M_s « Martensite start », au cours de cette transformation, le carbone ne peut plus diffuser. Ainsi, la phase obtenue possède la même composition que la phase austénitique dont elle est issue. On parle ici d'une transformation displacive. En effet, dans les aciers, comme

dans un grand nombre d'alliage à base de fer, on peut rencontrer deux principaux types de morphologie de la martensite [36,37], (figure I.14). Selon la teneur en carbone, la structure de la martensite peut apparaître sous différentes formes. On distingue :

- Une morphologie de la martensite en lattes (lath martensite).
- Une morphologie de la martensite en plaquettes (plate martensite).

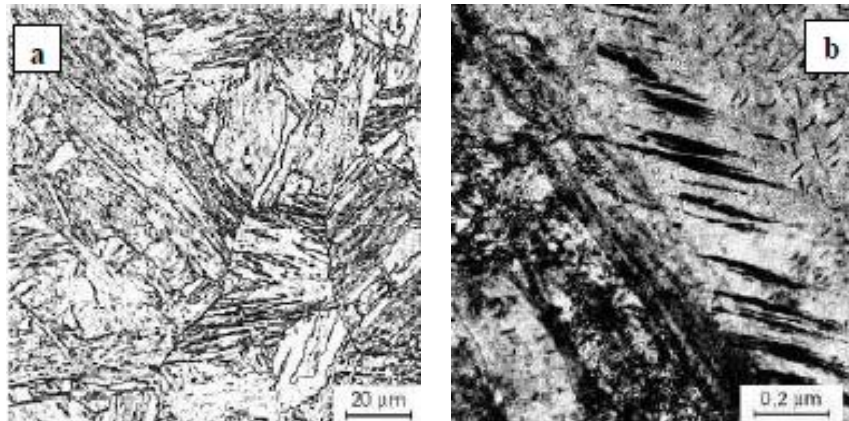


Figure I.14 : Structure de la martensite, **a** : Martensite en latte avec observation optique, **b** : Martensite en plaquette avec observation MET [36,37]

Ainsi, la martensite en lattes est observée pour un acier à faible teneur en carbone ne dépassant pas les 0,6%. Pour une teneur en carbone supérieure à 1%, seule la martensite en plaquettes est présente. Enfin, pour des teneurs en carbone comprises entre 0,6% et 1%, les deux types de morphologie coexistent.

Une structure *martensitique en lattes*, se caractérise par une structure constituée de paquets de lattes grossièrement parallèles (Figure I.14.a). A l'approche d'un joint de grains, la croissance de ces lattes est bloquée. Ainsi, en fonction de la taille de grains initiale de la matrice, la structure finale obtenue sera plus ou moins grossière.

La *martensite en plaquettes*, aussi appelée *martensite aciculaire* est observée dans des aciers plus riches en carbone. Elle est constituée de fines plaquettes qui sont orientées suivant des angles bien définis (Figure I.14.b). En effet, le développement de ces plaquettes se fait à partir du grain austénitique suivant des directions définies par le réseau de ce dernier.

I.6.2 Déformation de transformation

La martensite est obtenue lors du refroidissement très rapide de la phase austénitique stable à haute température. Dans le cas des aciers, l'austénite γ se transforme lors de la trempe

en une solution solide de fer de structure quadratique centrée sursaturée en carbone, donc une phase métastable.

Pour des aciers à faible teneur en carbone, le paramètre de maille de la martensite reste très proche de celui de la maille du fer α . La transformation de phase est de type displacive et athermique : la fraction de martensite formée dépend non pas du temps de maintien, mais uniquement de la température de trempe. Elle commence à la température M_s , dépendant uniquement de la composition chimique de l'alliage, et se termine à M_f . La température M_s est inférieure à la température A_{c3} d'équilibre entre les phases austénitique et ferritique. La composition chimique de la martensite est identique à celle de l'austénite parente.

A l'échelle macroscopique le changement de réseau cristallin se produit par cisaillement et sans variation locale de la composition. On appelle cette transformation la transformation martensitique. En observation optique, la formation des plaquettes de martensite s'accompagne d'un relief observé à la surface polie du métal. Le mécanisme de formation de la martensite implique une relation d'orientation entre la phase martensitique obtenue et la phase austénitique initiale [38]. L'interface entre la martensite et l'austénite est appelée plan d'accolement ou plan d'habitat (figure I.15). Ce type de transformation est caractérisé par deux propriétés : son orientation n'est pas changée par la transformation, et les positions atomiques relatives dans ce plan ne sont pas modifiées par la transformation.

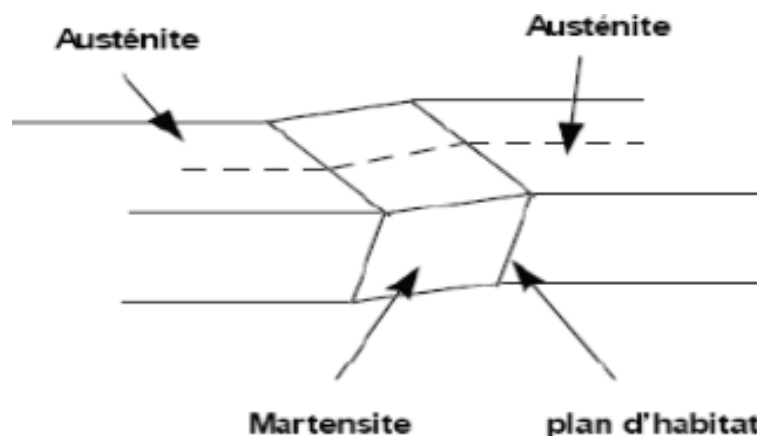


Figure I.15 : Formation de la martensite : apparition de l'interface austénite/martensite [38]

I.7 Transformation au refroidissement

En général, les cycles thermiques des opérations de traitement thermique se sont simplement constitués des chauffages et des refroidissements. On peut donc utiliser les

diagrammes préétablis pour prévoir les plages de température de transformation de phase ainsi que l'état métallurgique final obtenu à partir d'un état austénitique initial [39,40].

Cas des transformations isothermes, il s'agit des diagrammes T.T.T (Transformation Temps-Température) qui permettent de décrire la transformation de l'austénite en fonction du temps à une température donnée, les diagrammes T.R.C (Transformation en Refroidissement Continu) sont ainsi très souvent utilisés pour décrire la décomposition de l'austénite au refroidissement.

Ces diagrammes sont généralement établis à partir d'essais dilatométriques. Les points de début et de fin des transformations qui se produisent au cours du refroidissement, en fonction de la vitesse imposée, y sont indiqués. En faisant varier ces vitesses on peut ainsi identifier, puis représenter, les domaines de transformations et établir les diagrammes correspondants. Ils peuvent alors être utilisés afin de déterminer les conditions d'obtention des phases souhaitées. Ils se lisent en suivant une courbe de refroidissement. En général, sur chaque courbe, on peut lire les pourcentages d'austénite transformée après la traversée des différents domaines de transformation. La dureté obtenue en fin de refroidissement est également renseignée sur le diagramme à la fin de chaque courbe de refroidissement [41], la (figure I.16), montre les diagrammes T.T.T et T.R.C de l'acier étudié.

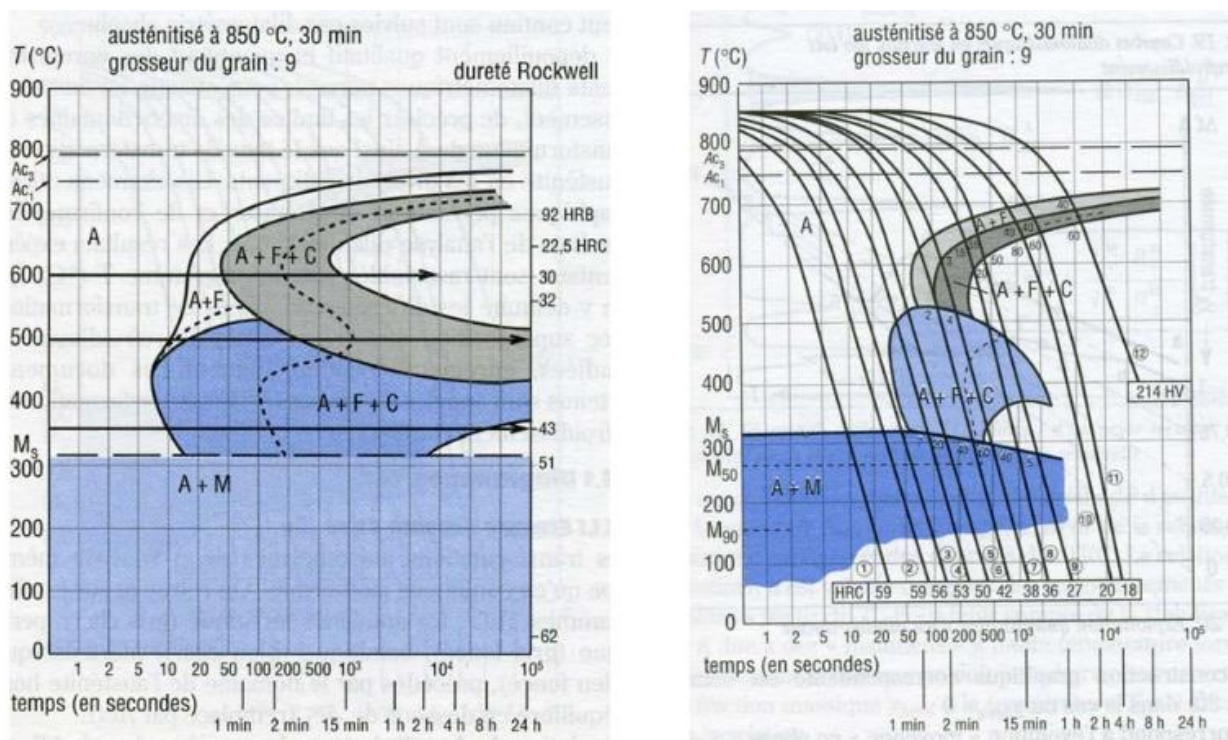


Figure I.16 : Diagramme T.T.T et T.R.C de l'acier 41Cr4 [41]

Sur le diagramme T.R.C, on observe que selon la vitesse de refroidissement, différents types de microstructures peuvent être obtenus lors de la décomposition de l'austénite :

- Si la vitesse de refroidissement est faible (inférieure à 1°C/s), on se trouve dans un état proche de l'équilibre. La diffusion du carbone est alors possible. Le refroidissement de la phase austénitique va conduire à la formation d'un mélange de fer α et de cémentite Fe_3C . La température de début de transformation ferritique est notée A_{c3} ;

- Si la vitesse de refroidissement est rapide (supérieure à 80°C/s), le carbone ne peut pas diffuser et se retrouve alors piégé dans la maille. La transformation se produit hors équilibre et conduit à la formation d'une phase métastable obtenue par trempe : la martensite. La température de début de transformation martensitique est notée M_s . La capacité d'un acier à former de la martensite dépend de sa trempabilité, i.e. son aptitude à éviter la formation du fer α et de Fe_3C lors du refroidissement. La trempabilité peut être augmentée à l'aide d'éléments d'alliage. Les plus efficaces sont, par ordre décroissant d'influence : C, Mo, Va, Cr, Mn, Ni, Si. Des structures martensitiques se forment pour des vitesses de refroidissement très rapides ;

- Pour des vitesses de refroidissement intermédiaires, des structures bainitiques sont observées. Il s'agit d'agrégats formés de plaquettes de ferrite saturées en carbone et de cémentite, dont l'aspect diffère suivant leur température de début de transformation B_s .

Les transformations de l'austénite en ferrite, perlite ou bainite sont diffusionnelles et les transformations de l'austénite en martensite sont de type martensitique, la transformation martensitique est également caractérisée par la température de fin de transformation (M_f). Tout comme la température M_s , elle varie avec la composition en carbone de l'acier. Des travaux de recherches [42] ont été consacrés à l'étude de l'influence de la teneur en carbone sur les températures (M_s) et la morphologie de la martensite obtenue après la trempe, (figure I.17).

On appelle *austénite résiduelle* lorsqu'une part d'austénite reste dans la structure martensitique où la transformation est incomplète, (typiquement quand la température de fin de transformation martensitique (M_f) est inférieure à la température ambiante).

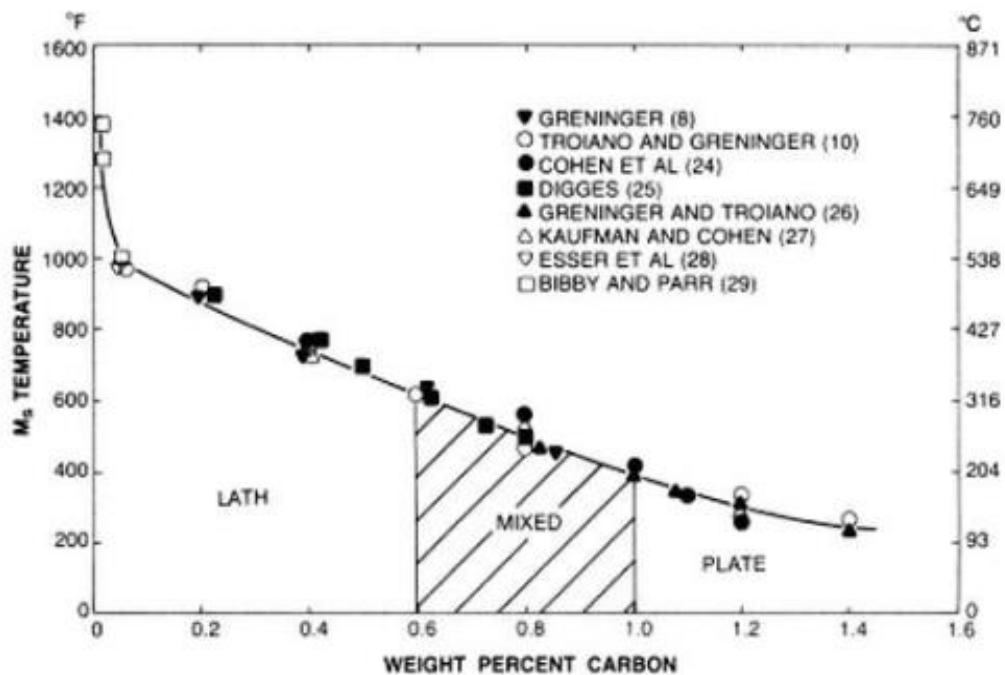


Figure I.17 : Influence de la teneur en carbone sur la température de début de la transformation martensitique (M_s) et la morphologie de la martensite obtenue [43]

I.8 Facteurs influençant les transformations au refroidissement

I.8.1 Influence de la taille de grain de l'austénite

Lors de l'austénitisation, la taille des grains austénitiques peut évoluer rapidement en fonction de la température. Comme les transformations par diffusion se déroulent toujours en deux étapes (*germination et croissance*) et que d'autre part, la germination se développe essentiellement aux joints des grains, par conséquent, l'augmentation de la taille des grains austénitiques conduit à une augmentation de la durée de germination des transformations diffusionnelles en refroidissement de la phase austénitique.

Pour les transformations martensitiques, il semble que plus la taille de grain d'austénite n'est grande, plus la température de début de transformation martensitique M_s est élevée [39]. Il est à noter que les diagrammes T.T.T et T.R.C sont établis pour des conditions d'austénitisation données (la température maximale atteinte et le temps du maintien isotherme donné conduisent à une taille de grain correspondante). La (figure I.18), montre l'évolution de

la taille de grains et de la concentration en carbures de vanadium non dissous dans la matrice, en fonction de la température d'austénitisation imposée [44].

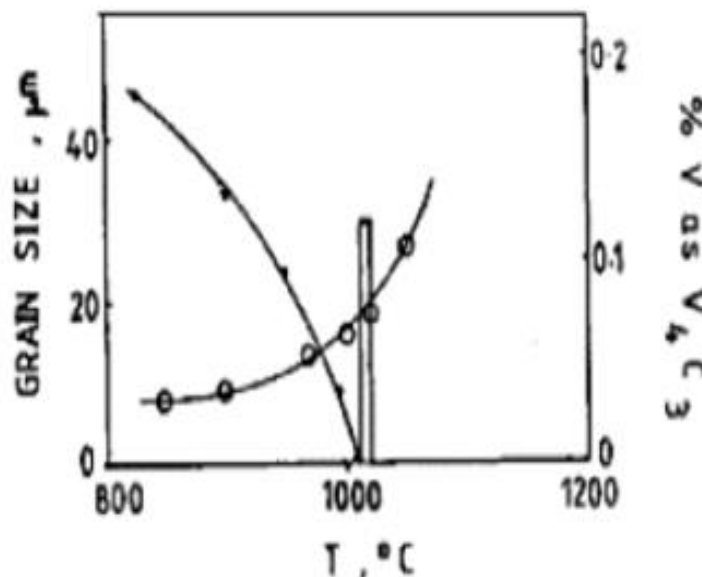


Figure I.18: Influence de la température d'austénitisation sur le grossissement des grains et la dissolution des carbures de vanadium d'un acier de composition 0,35%C-3,26%Ni-0,88%Cr-0,66%Mo-0,22%V0,23%Cu-0,52%Mn-0,18%Si [44]

I.8.2 Influence de la teneur en carbone

En effet, l'ajout du carbone augmente la distorsion de la martensite. Cette forte distorsion empêche la transformation totale de l'austénite. C'est pour cela que la fraction volumique de l'austénite résiduelle croît avec la teneur en carbone, de même pour la dureté de la martensite croît linéairement avec la teneur en carbone, puisque la dureté est causée par une forte distorsion de la maille martensitique (figure I.19). Le déplacement par cisaillement local des atomes produit une augmentation du volume de la maille.

Les paramètres cristallins de la maille dépendent de la teneur en carbone de l'alliage puisque la martensite formée n'est qu'une phase ferritique α (cubique centrée) déformée par une sursaturation en atome de carbone dans les sites interstitiels. Pour une faible teneur en carbone, cette structure est identique à une structure ferrite α . Les paramètres de mailles vont donc évoluer en fonction du taux de carbone et la transformation martensitique entraînera une expansion volumique de l'ordre de 1 à 2% [14].

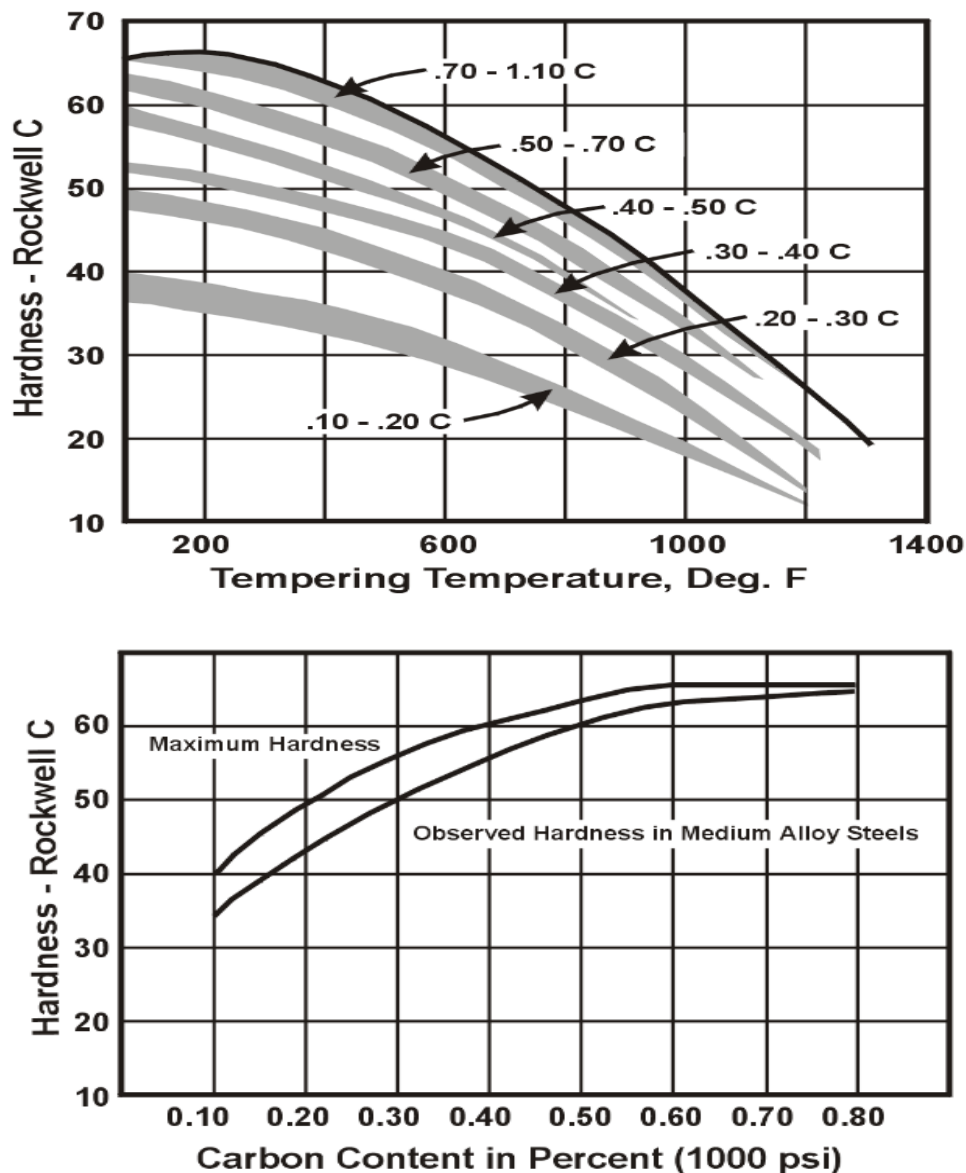


Figure I.19 : Effet de la concentration du carbone sur la dureté HRC et la dureté de la martensite [45]

I.8.3 Influence des éléments d'addition sur les cinétiques de décomposition d'austénite

La présence de tels éléments influe à la fois sur les transformations (cinétique de transformation, type de carbures formés) et sur les propriétés mécaniques de l'acier (dureté, fragilité au revenu). L'influence des éléments d'alliage dans les aciers alliés prend une large part de la bibliographie des aciers. L'effet le plus important est celui de l'influence des éléments d'alliages sur les cinétiques de décomposition de l'austénite. Ils influent en effet sur la vitesse

critique de trempe nécessaire pour former la phase martensitique, sur la température de début de la transformation martensitique M_s , mais également sur la morphologie de la martensite obtenue [46].

I.8.3.1 Influence sur la vitesse critique de trempe

Les éléments d'additions altèrent la cinétique des transformations de phases en modifiant la stabilité de l'austénite pour des températures inférieures à son domaine d'existence, ces derniers stabilisent l'austénite instable et les courbes TRC. Les diagrammes de transformation en refroidissement continu, appelés diagrammes TRC permettent de mieux maîtriser les transformations qui se produisent en fonction de la vitesse de refroidissement. Ils sont généralement établis à partir de mesures dilatométriques. Ces diagrammes peuvent être utilisés pour déterminer les conditions d'obtention des phases souhaitées. Ils se lisent en suivant une courbe de refroidissement. Un exemple de diagramme TRC pour un acier de composition chimique 0,72% C 0,72% Mn est présenté sur la (figure I.20), [47].

Les éléments d'alliage, provoquent des modifications des courbes constituant les diagrammes TRC. Ils agissent sur la température du point M_s . Ils décalent aussi les courbes, mais pour certains d'entre eux, ils modifient la forme des diagrammes. La transformation martensitique est aussi caractérisée par les températures M_s et M_f qui sont la température de début et de fin de transformation de l'austénite en martensite. Sachant que M_s et M_f varient selon la teneur en carbone constituant la composition chimique de l'alliage.

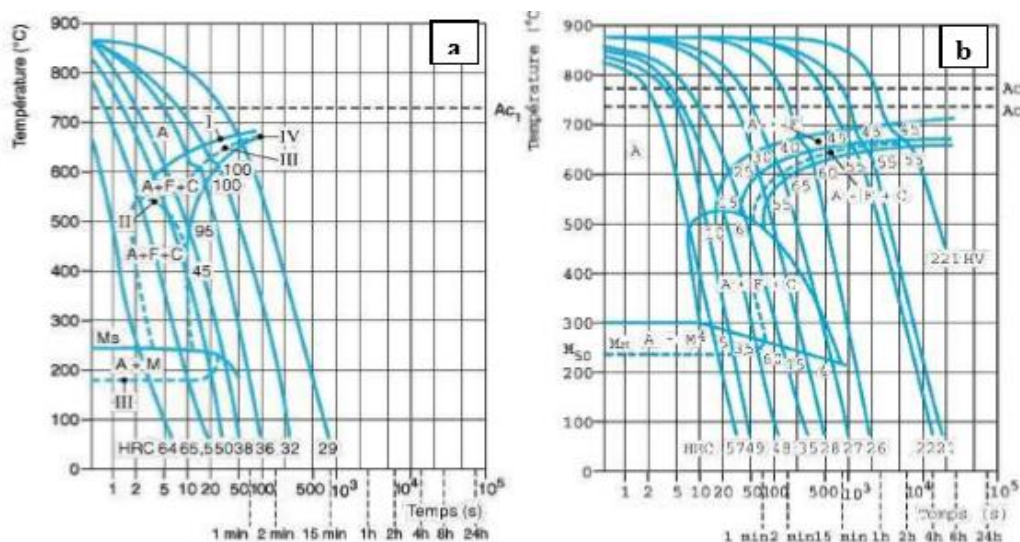


Figure I.20 : Diagramme TRC, 30 min d'austénitisation à 850 °C – a) acier de composition : 0,72 %C - 0,72 %Mn – b) acier de composition : 0,47 %C – 1,37 %Mn – 0,36 %Si – 0,15 %Cr – 0,02 %Ni – 0,19 %Cu – 0,025 %S – 0,015 %P [48]

Ils ont aussi un effet sur la cinétique du revenu, dans le cas des aciers non alliés, la martensite perd sa tétragonalité pour des températures de revenu proches de 300°C. La présence d'éléments d'alliage modifie la stabilité de la martensite sursaturée. En particulier en présence de Cr, Mo, W, V ou Si, stabilisant la maille martensitique, une maille tétragonale peut encore être observée pour des températures de revenu de 400°C, voire même 500°C. Des éléments comme le manganèse ou le nickel favorisent quant à eux le retour à l'équilibre, donc la perte de la tétragonalité de la maille.

Pour des températures de l'ordre de 400°C à 700°C, un autre effet des éléments d'alliages peut être observé. Le chrome, le molybdène, le tungstène et le silicium limitent la coalescence des particules de cémentite dans cette gamme de températures, permettant alors de conserver une microstructure fine. Bien que les mécanismes de ces effets ne soient pas encore expliqués, ces éléments permettent, en limitant le grossissement de la structure, de ralentir la chute de la dureté au cours du revenu.

I.8.3.2 Influence sur la température de début de transformation martensitique M_s

Les éléments d'alliage en solution solide dans l'austénite abaissent la température M_s . Il est cependant important que la teneur en carbone qui influe le plus sur le déplacement de cette température. Pour cette même raison, la dissolution totale des carbures dans la phase austénitique joue un rôle prépondérant sur M_s . Des travaux de recherche [49] ont confirmé de manière expérimentale que les formules d'Andrews et de Stevens et Haynes étaient les plus précises pour estimer la température M_s en (°C). En pratique, les éléments d'alliage en solution solide dans l'austénite abaissent la température M_s . Il est cependant important de souligner que c'est la teneur en carbone qui influe le plus sur le déplacement de cette température. Pour cette même raison, la dissolution totale des carbures dans la phase austénitique joue un rôle prépondérant sur la température M_s .

En effet, il est aisé de constater via ces formules, qu'une variation de 0,1% de carbone en solution solide peut conduire à une variation de presque 40°C sur la température M_s .

La relation d'Andrews est généralement utilisée pour des aciers dont la teneur en carbone ne dépasse pas les 0,6 % massique. Pour l'établissement de ces formules, il est communément admis que l'influence de chaque élément est indépendante de la présence ou de la teneur des autres éléments d'alliage.

Andrews

$$M_s = 539 - 423C - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr - 7,5Mo \quad (I.3)$$

Steven et Haynes

$$M_s = 561 - 474C - 3Mn - 17Ni - 17Cr - 21Mo \quad (I.4)$$

I.8.4 Influence des contraintes

I.8.4.1 Cas des contraintes résiduelles

En général, les contraintes résiduelles proviennent des déformations plastiques hétérogènes générées par le procédé (gradients thermiques, gradients métallurgiques, efforts externes...), ainsi que des différences de volume des phases métallurgiques.

Donc, l'accumulation de ces contraintes devient un problème majeur, produisant des distorsions, des instabilités dimensionnelles, des fissurations et une défaillance éventuelle dans les pièces de fortes dimensions. Un examen métallurgique est nécessaire pour établir ces problèmes qui contribuent de manière significative des performances de la pièce en service [50].

I.8.4.2 Cas des contraintes hydrostatiques

Les contraintes hydrostatiques rendent difficile le mouvement des atomes et ralentissent les transformations de phases.

✚ Pour l'austénitisation, les études montrent que les températures de début A_{c1} et de fin A_{c3} de l'austénitisation du diagramme d'équilibre sont modifiées et que les cinétiques de transformation sont plus lentes.

✚ Pour les transformations au refroidissement, les diagrammes T.T. T et T.R.C sont déplacés vers des températures plus basses et des temps plus longs [39]. Pour la transformation martensitique sous contrainte appliquée inférieure à la limite élastique de l'austénite, sur la (figure I.21), on constate une augmentation de la température M_s aussi bien sous contraintes de traction que sous contraintes de compression. Une contrainte de compression a un effet plus faible qu'une contrainte de traction sur l'augmentation de la température M_s [51].

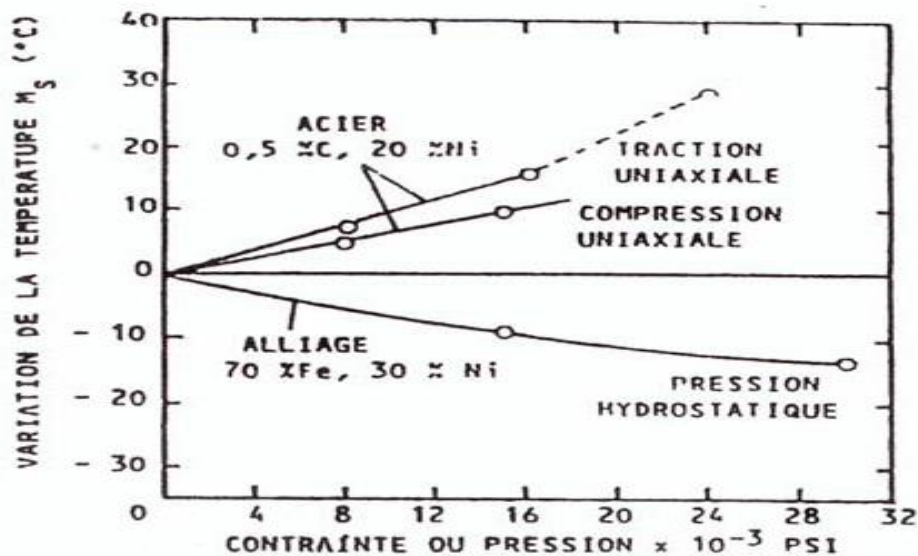


Figure I.21 : Influence de la contrainte sur la température M_s [52]

I.9 Caractéristiques microstructurales des aciers à l'état trempé

Les aciers faiblement alliés sont en général utilisés à l'état trempé et revenu. Leur niveau de résistance est essentiellement dû à la trempe. Il résulte des caractéristiques particulières du mode de décomposition de l'austénite qui se produit lors d'un refroidissement rapide. A l'état trempé, ces aciers contiennent un grand nombre de défauts cristallins ponctuels et de dislocations qui leurs confèrent une résistance mécanique augmentée. Par conséquent, la ductilité tend à être réduite, c'est pour cette raison que ces aciers ne sont jamais utilisés à l'état trempé, mais subissent toujours des traitements de revenu. Ces traitements permettent de modifier et d'ajuster les propriétés mécaniques de l'acier : limite élasticité, résistance à la traction, ténacité, dureté et résilience aux besoins de l'utilisation.

I.9.1 Traitement thermique d'austénitisation et de trempe

L'austénitisation est une transition, mais une étape indispensable du traitement thermique des aciers afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques alors que la trempe consiste en un refroidissement rapide d'un acier austénitisé et a pour but de donner à l'acier la plus grande dureté possible par la formation de la martensite (figure I.22).

En fonction de la vitesse de refroidissement et de la composition chimique de l'acier, l'austénite se transforme en martensite, bainite ou troostite [53]. Ainsi, on obtient :

- La troostite qui est obtenue lorsque la vitesse de refroidissement de l'austénite est moyennement rapide.
 - La bainite s'obtient lorsque la vitesse de refroidissement de l'austénite est assez rapide (vitesse intermédiaire).
 - La martensite apparaît au cours d'une vitesse refroidissement de l'austénite est très rapide.
- La perlite, la sorbite et la troostite se distinguent l'une de l'autre par l'épaisseur des lamelles. Dans la perlite, leur dureté est aussi différente :

- Perlite : HB200.
- Sorbite : HB 300.
- Troostite : HB 400.

La sorbite et la troostite sont des perlites très fines obtenues par vitesses de refroidissement assez importantes.

L'opération de la trempe apporte parfois des modifications notables sur les caractéristiques mécaniques obtenues tel que : la résistance à la rupture (R_m), la limite élastique (R_e) et la dureté (HRC) s'améliorent mais l'allongement ($A\%$) et la résilience (K) chutent.

Pour la trempe la vitesse de refroidissement doit être la plus élevée possible de façon à conserver au maximum la structure de mise en solution. De plus ce refroidissement ne risque pas d'entraîner de tensions internes ou de tapures de par les faibles températures de traitement et de l'excellente conductibilité thermique des alliages.

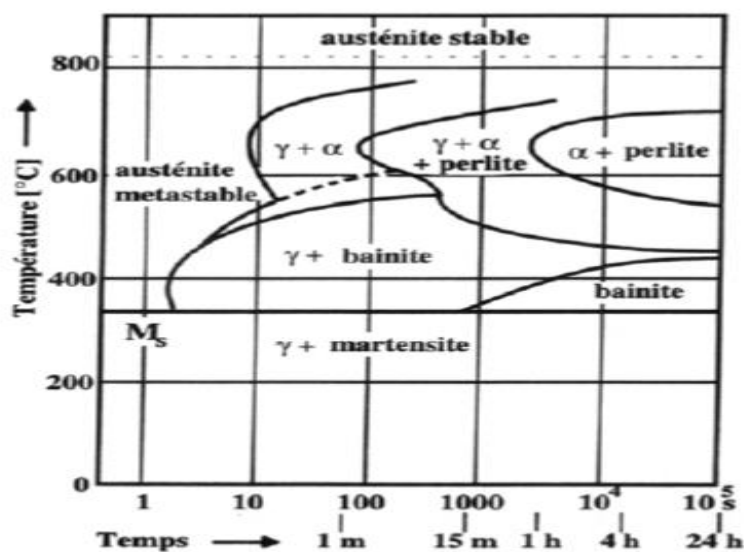


Figure I.22 : Courbe TTT d'un acier faiblement allié 0,35 % C

I.9.2 Traitement thermique de revenu

Le revenu est un traitement thermique qui se réalise après la trempe. C'est pourquoi un traitement de revenu à des températures de l'ordre de 565°C à 620°C est imposé par la norme ASTM A743 [54] pour aboutir aux caractéristiques mécaniques souhaitées. Ainsi le matériau augmentera sa plasticité et sa ductilité, d'une diminution de la dureté. La martensite préalablement formée deviendra une martensite revenue qui est plus ductile. En plus, la température de revenu n'aura pas un effet significatif sur la taille des grains parents austénitiques [55].

Ce traitement, durant lequel la phase martensitique métastable retourne progressivement vers son état d'équilibre en rejetant le carbone en excès qu'elle contient. A basse température, une forte dispersion de précipités métastables, dont la formation est contrôlée par des considérations cinétiques, se forment en fonction de la quantité de carbone libérée dans la matrice. La précipitation de ces carbures et le retour vers une maille moins contrainte, jouent un rôle essentiel dans l'adoucissement de la structure.

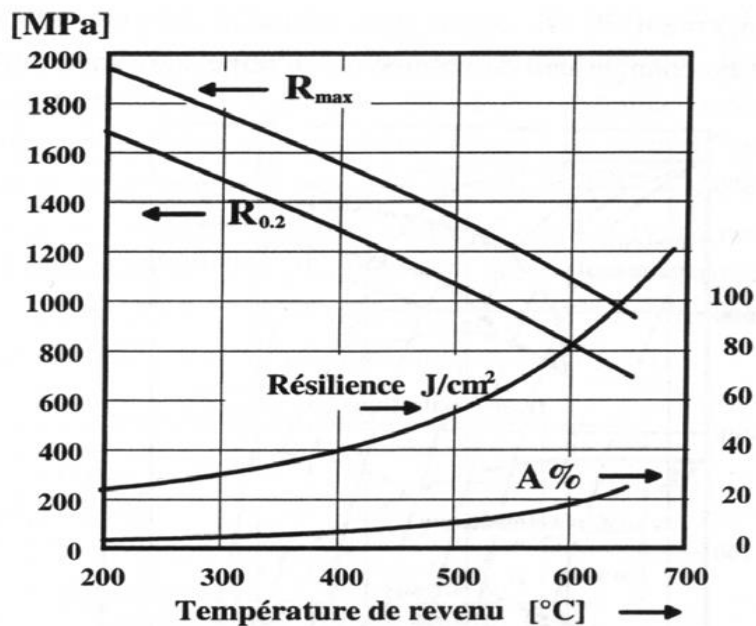


Figure I.23 : Evolution des caractéristiques mécaniques de l'acier 40NiCrMo6 en fonction de la température de revenu

Le revenu d'un acier trempé s'effectue à une température au-dessous mais proche de A_{c1} , suivi d'un maintien à cette température et au refroidissement jusqu'à la température ambiante, la martensite trempée à forte densité de dislocation devient une martensite revenue plus molle.

Alors les microstructures observées au microscope sont des précipités fins de carbures type M_xC_y . La (figure I.23) montre le diagramme de revenu d'un acier martensitique 40NiCrMo6 utilisé pour la réalisation des pièces de construction fortement sollicitées (arbres, engrenages).

I.9.3 Effets de revenu

Des travaux de recherches [56-58] ont été consacrés au traitement de revenu des aciers. Ces travaux ont abouti à la classification des différents processus que l'on peut rencontrer en fonction des croissances des températures de revenu. Ces processus peuvent être regroupés de la manière suivante :

- **Stade I** : Dans le domaine des basses températures (revenu 200°C), il se produit un rejet du carbone du réseau de la martensite et la précipitation du carbure du fer ϵ [Fe_2C] aux joints de macles de la martensite et précipitation des premiers carbures, appelés carbures de transitions.
- **Stade II** : Dans ce stade, la décomposition de l'austénite résiduelle instable en ferrite et en cémentite qui s'effectue dans un domaine de température de revenu variable selon la composition de l'acier, se situant habituellement entre 200 et 400°C.
- **Stade III** : Entre 300 et 450°C, il y a formation de la cémentite Fe_3C et transformation des carbures de transition en cémentite. La cémentite apparaît sous forme des plaquettes. Perte de la tétragonalité de la structure martensitique se produite également au cours de stade.
- **Stade IV** : Une nouvelle étape apparaît à des températures supérieures à 450°C. Il y a remplacement de Fe_3C par des carbures alliés pour les aciers enrichis en éléments d'alliages carburigènes, leur formation est justifiée par la recherche de l'équilibre du système, ces carbures étant thermodynamiquement plus stables que la cémentite. Contrairement au carbone qui se déplace dans les sites interstitiels.

Ces carbures peuvent être de composition chimique simples (le carbone étant associé à un seul type d'élément métallique, cas de Cr_7C_3 ou Mo_2C par exemple) ou de compositions chimiques complexes (le carbone étant associé à plusieurs types d'éléments métalliques à fortes affinités pour le carbone, cas de Fe_2MoC). Il en résulte que les dispersions des carbures alliés sont plus fines que celles de cémentite et plus résistantes à la coalescence. Aux températures supérieures à (550 – 600°C), la coalescence intervient et entraîne une chute de la dureté.

L'apparition des carbures alliés peut conduire à un phénomène de durcissement secondaire. Comme pour tout durcissement par précipitation, l'importance de l'effet dépendra

de manière classique de la taille et de la distribution des carbures. On observera un effet maximal à une température de revenu proche de 500°C dans la plupart des cas, mais dont la valeur précise dépendra de la composition de l'alliage.

I.9.4 Transformation martensitique

Pour améliorer les propriétés mécaniques d'un matériau, il suffit de jouer sur sa microstructure qui est une caractéristique extrinsèque modifiable par opposition aux propriétés intrinsèques qui sont difficilement modifiables. La taille des grains est une caractéristique extrinsèque qui a une influence sur les propriétés mécaniques d'un matériau métallique. Ce dernier est constitué d'un ensemble de grains d'orientations cristallines différentes séparées par une frontière que l'on nomme joint de grains. La taille des grains dépend du type de matériau, des procédés d'élaboration et des traitements thermiques subis. Parmi les structures les plus connues pour un grain parent austénitique est la structure martensitique.

La structure martensitique est importante dans les aciers, c'est pourquoi plusieurs études s'y intéressent. La structure martensitique (Figure I.24) en latte est une structure complexe constituée par plusieurs éléments. La partie élémentaire d'une structure martensitique est la latte. Un groupe de lattes avec la même orientation cristalline forme un bloc. Un ensemble de blocs forme ce qu'on appelle un paquet. Et enfin, l'ensemble de paquets forme un grain parent austénitique (GPA) [61].

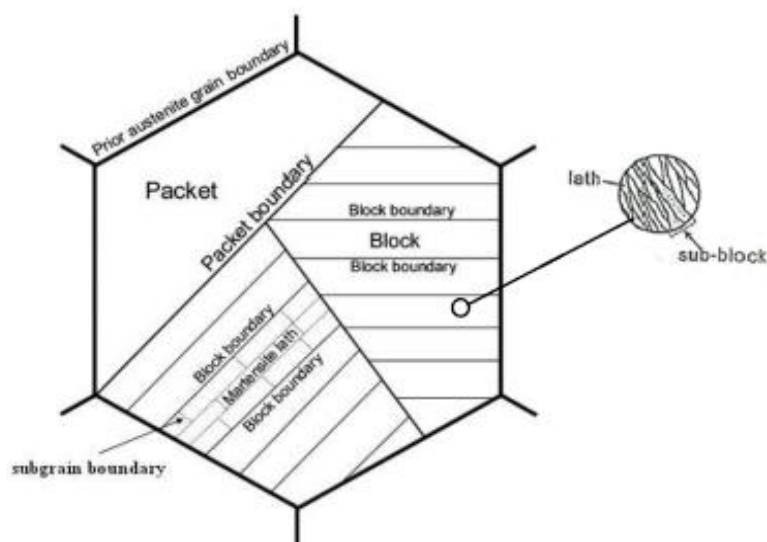


Figure I.24: Structure de la martensite en lattes

Lors du chauffage les atomes deviennent mobiles et la martensite se transforme pour tendre vers un état d'équilibre (ferrite + cémentite), selon la température atteinte et le temps de chauffage des précipités intermédiaires (ϵ -carbure, χ -carbure) se forment en cours de transformation. Des études approfondies sur la décomposition des martensites dans le cas des aciers faiblement alliés ou des carbonés ont été fait [59,60].

I.10 Fragilisation par revenu

I.10.1 Aspects fondamentaux du phénomène de fragilité par revenu

Le phénomène de fragilité par revenu TME (*Temper Martensite Embrittlement*) qui affecte les aciers, lorsqu'ils sont subits à des traitements de revenu dans le domaine (250-400°C). Elgamal [62] a mis en évidence une fragilité de revenu dans l'acier 35NCD16 se manifestant à la température de 300°C et dans l'acier 45SCD6 présentant à 400°C associée à une chute de l'énergie de rupture par choc.

Horn et Ritchie [63] ont étudié deux types d'aciers appartenant au forme NiCrMo, l'acier AISI 4340 et l'acier 300M. Le premier présente une fragilité de revenu vers 300°C alors que le second a une fragilité vers 400°C. Les faciès fractographiques observés après revenu à 400°C ne sont pas de type intergranulaire mais correspondent à une rupture transgranulaire qui correspond une rupture fragile (figure I.25).

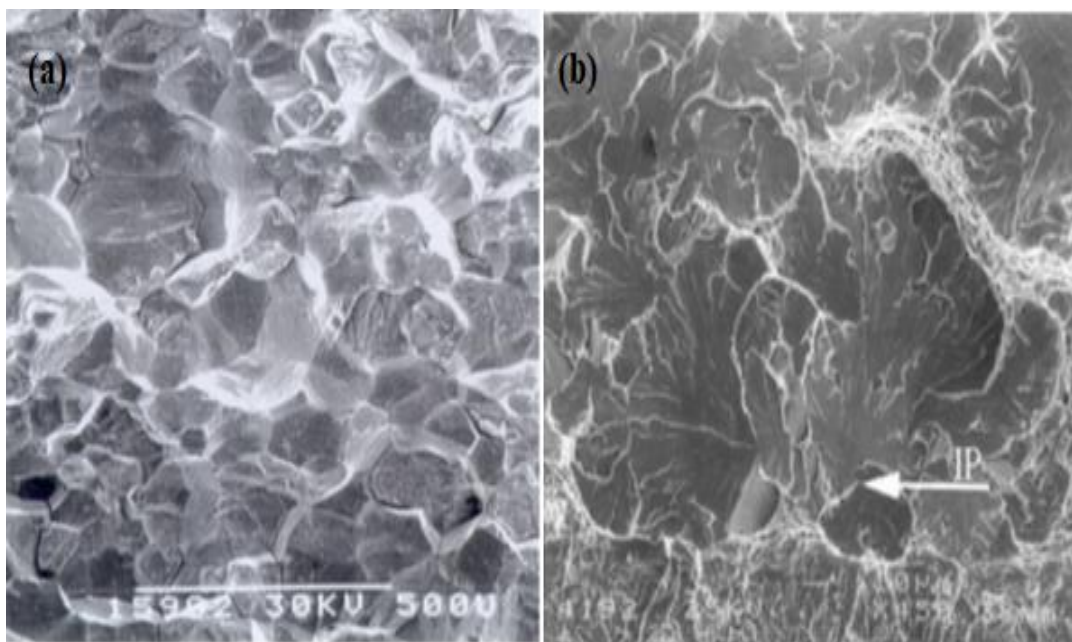


Figure I.25 : Les modes de rupture, (a) : Rupture intergranulaire, (b) : Rupture transgranulaire

Ce type de fragilisation est caractérisé par :

- L'apparition d'un minimum relatif sur les courbes de variation de l'énergie de rupture par choc en fonction de la température de revenu (essai de résilience).
- Il s'accompagne surtout d'un changement de faciès micrographique. La rupture qui présente normalement un caractère ductile (rupture à cupules) devient de type fragile, intergranulaire (rupture selon les joints de grains) pour des éprouvettes ayant subi un revenu à la température critique de fragilisation.

Le phénomène de fragilisation de revenu nécessite de prendre en compte les aspects suivants :

a) Précipitation des carbures au cours des revenus

Le phénomène de fragilisation par revenu (TME) manifeste pour des températures de revenu qui coïncident avec le domaine de température où se forment les plaquettes de cémentite en remplacement du carbure de fer ϵ . un certain nombre de chercheurs ont pensé que la cause de cette fragilisation était la précipitation de fines plaquettes de cémentite le long des joints de grains de l'austénite [64].

b) Rôle des impuretés

De nombreux auteurs [65] ont étudié l'effet de la température de revenu sur les propriétés mécaniques et la morphologie de la rupture d'un acier de type NiCrMoV (figure I.26) qui a la composition chimique : 0,34% C, 0,26% Mn, 0,26% Si, 1,29% Cr, 0,57% Mo. Ces auteurs ont suggéré que la fragilisation par revenu pourrait être attribuée à la composition chimique de cet acier tel que Mn, Si et Mo.

La teneur entre Mn et Si ($\%Mn + \%Si = 0,54\%$) est inférieure aux teneurs minimales ($\%Mn + \%Si = 0,73 - 1,04\%$) [39,40], pour confirmer la présence de ce phénomène. En outre, une quantité très sensible de Mo (0,57%) permet de minimiser la présence de ce phénomène.

Ainsi le rôle de chaque élément, présent dans un alliage en tant qu'impureté ou élément d'alliage peut être classé dans l'un des cas suivants :

- impureté fragilisante ;
- élément d'alliage favorisant la fragilisation ;
- élément d'alliage consolidant.

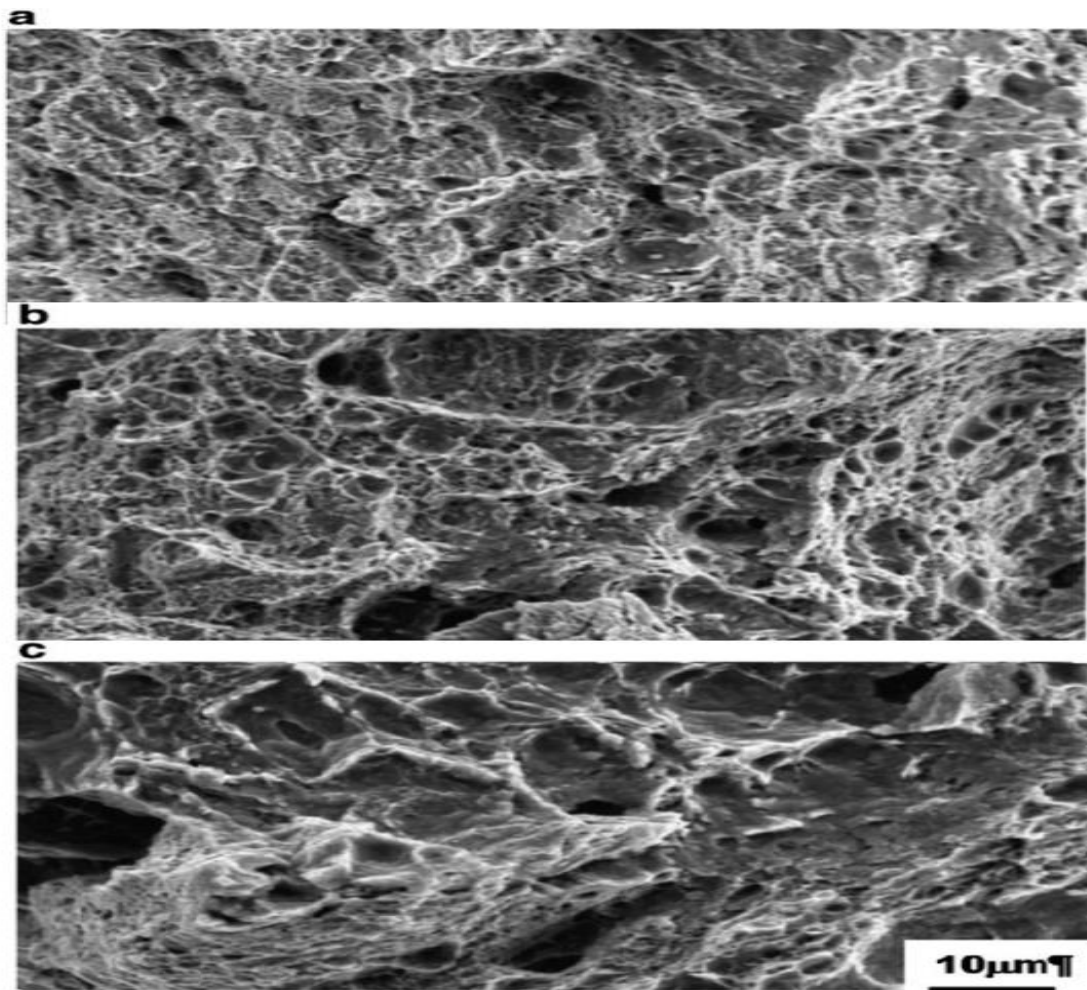


Figure I.26: Morphologie de la rupture de l'acier NiCrMoV en fonction de la température de revenu (300, 500, 600°C)

I.11 Défauts des traitements thermiques de l'acier

Les principaux défauts provoqués par les traitements thermiques des pièces peuvent être résumés en trois points :

- **Contraintes propres** : provoquées par les gradients de température au chauffage et au refroidissement entre les divers points de la pièce. Pour le chauffage, il faudrait que la montée en température dans le four soit faible. Pour le refroidissement, il faudrait que la vitesse soit faible pour réduire le gradient de température, mais pas trop afin d'éviter toute transformation indésirable.
- **Tapures (fissures)** : Elles se forment le plus souvent au cours de la trempe. Pour parer à ce défaut incorrigible, on recommande lors du projet des pièces, d'éviter les saillies, les angles

vifs, les raccordements brusques etc., de refroidir modérément en utilisant une trempe à deux bains.

- **Déformations et gauchissements** : Concernent surtout les pièces trempées à cause du refroidissement qui n'est pas homogène. Au début, seules les couches externes se refroidissent et donc se transforment en martensite, ce qui provoque des contraintes de traction sur le cœur de la pièce qui est encore plastique. Puis les couches internes se transforment à leur tour, la dilatation correspondante, peut exercer sur les couches superficielles plus froides, donc peu plastiques, un effort de traction, le cœur étant en état de compression.

I.12 Effet du traitement thermique sur les propriétés mécaniques

I.12.1 Influence des précipitations

La précipitation peut également des influences néfastes sur la résistance à la corrosion (éventuellement sous contrainte). Ainsi, lorsqu'une application nécessite un compromis de caractéristiques mécaniques (limite d'élasticité, ductilité et ténacité), il est nécessaire de comprendre en détail l'influence de la précipitation sur ces propriétés.

Concernant la ténacité, il est connu depuis bien longtemps qu'une haute limite d'élasticité nuit à une bonne ténacité. Cependant il est bien connu également que la réalité est fort complexe car les paramètres microstructuraux et mécaniques ayant une influence sur la ténacité et on distingue :

- **Les précipités intergranulaires**, qui, étant de grande taille et situés sur un maillon faible du matériau, servent de site d'initiation aux cavités entraînant une rupture intergranulaire ductile ;

- **Intermétalliques grossiers**, qui sont des sites d'initiation de micro-fissures dans le matériau ;
zones dénudées en précipités, qui ont une limite d'écoulement bien inférieure à celle de l'intérieur des grains, surtout dans les états proches du pic de durcissement ;

- **Taux d'écroutissage**, qui augmente s'il est élevé l'énergie dissipée lors de la rupture (et donc la ténacité), ainsi que la ductilité intrinsèque du matériau ;

- **L'homogénéité du glissement**, qui permet d'éviter des concentrations de contrainte et de déformation trop importantes aux joints de grains, etc.

- **Dislocation**, est un défaut linéaire, correspondant à une discontinuité dans l'organisation de la structure cristalline.

I.12.2 Influence de la taille des grains

Les propriétés mécaniques diffèrent d'un auteur à l'autre. Ceci est dû à plusieurs facteurs tels que la microstructure et les traitements thermiques. L'influence de la taille des grains est une propriété très recherchée par l'application des traitements thermiques. Une meilleure taille des grains conduit à de meilleures propriétés mécaniques.

Ensha et Telman [66], ont montré que la ténacité d'un matériau est une fonction décroissante de la taille de ses grains, une relation empirique exprimant la contrainte d'écoulement en fonction de la taille des grains. Les caractéristiques mécaniques des aciers dans le cas de cette relation sont inversement proportionnelles à la racine carrée de la taille du grain, (figure I.27). Cette figure illustre la relation entre la ténacité et la température de revenu où nous observons une rupture ductile à cupule.

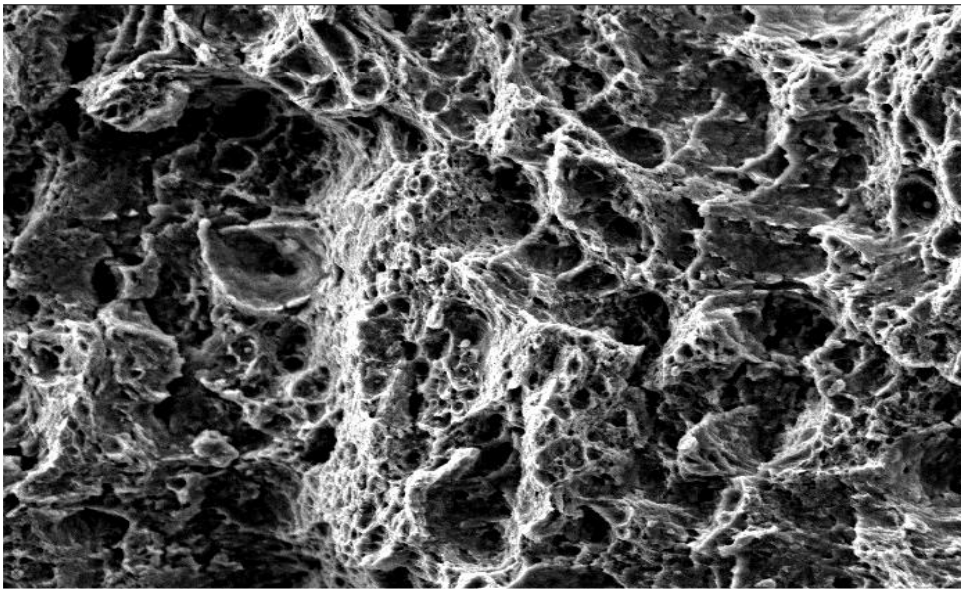


Figure I.27 : Relation entre les capacités de rupture et la microstructure [66]

L'effet de la taille des grains sur la résistance à la traction est mis en évidence par la formule de Hall-Petch. Elle démontre que, plus la taille des grains est fine, plus la limite élastique et la résistance à la traction sont élevées car l'affinage des grains augmente le nombre des joints de grains qui empêchent le mouvement des dislocations.

La relation de Hall-Petch fait le lien entre la taille des grains et la limite d'élasticité conventionnelle dans un acier :

$$\sigma = \sigma_{el} + K(d)^{-1/2} \quad (I.5)$$

Avec

σ : La limite d'élasticité conventionnelle en (MPa) ;

σ_{el} : La constante dont les dimensions sont celles d'une contrainte en (MPa) ;

K : Le coefficient de Petch propre au matériau / coefficient de consolidation en (MPa) ;

d : La taille moyenne des grains en (μ).

Ainsi, la résistance et la ténacité des aciers martensitiques en lattes sont fortement liées à la taille des paquets et du bloc. Des littératures ont suggéré que la diminution de la taille des paquets contenus dans les grains parents austénitiques, pour un alliage Fe-0.2C, fait augmenter la limite d'élasticité. D'autres auteurs ont montré dans un alliage Fe-0.2C que la contrainte d'écoulement augmente quand la taille des paquets diminue conformément à la relation Hall-Petch [66-68].

I.12.3 Résistance à la traction et l'allongement à la rupture

Les propriétés mécaniques diffèrent d'un auteur à l'autre. Ceci est dû à plusieurs facteurs tels que la microstructure et les traitements thermiques.

Plusieurs relations exprimant les caractéristiques mécaniques montrent implicitement le lien existant avec la microstructure. On peut citer à ce titre, la loi de Hooke, qui relie la limite d'élasticité à la déformation par l'intermédiaire du module d'Young E , considéré par toute la communauté scientifique comme étant une propriété intrinsèque d'un matériau. Cette loi linéaire s'applique dans le domaine élastique. Elle s'écrit :

$$\sigma = E\varepsilon \quad (\text{I.6})$$

Où,

σ : Limite d'élasticité en (MPa)

E : Module d'Young exprimé en (MPa)

ε : est la déformation élastique en (%)

Dans le domaine plastique, deux lois peuvent être appliquées. La loi d'Hollomon ou de Luidevik. Elle exprime la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation plastique en prenant ou non la limite d'élasticité en considération.

Ces lois s'écrivent respectivement :

$$\sigma = k(\varepsilon_p)^n \quad (\text{I.7})$$

$$\sigma = \sigma_{el} + K(\varepsilon_p)^n \quad (I.8)$$

Avec :

σ : Contrainte d'écoulement de la plasticité du matériau exprimée en (MPa) ;

σ_{el} : La limite d'élasticité exprimée en (MPa) ;

ε_p : La déformation plastique exprimée en (%).

K et n sont respectivement les coefficients de consolidation en (MPa) et d'écrouissage (sans dimension).

I.12.4 Effet sur la dureté

Divers travaux de recherche ont montré qu'avec l'augmentation de la température de revenu la dureté est diminuée [68], pour un acier 16Cr-2Ni, ils ont expliqué que la baisse de la dureté est due à la précipitation du carbure M_3C qui provoque le ramollissement de la martensite en raison de l'épuisement en carbone de la structure martensitique après trempe (appauvrissement de la structure martensitique en carbone par précipitation du carbone sous forme de carbure de cémentite) , qui va accompagner d'une perte partielle de tétragonalité de la structure martensitique en fonction de l'évolution des températures de revenu.

I.12.5 Essai de résilience

La résistance au choc est une autre propriété importante qui est directement influencée par la microstructure et la teneur en carbone de l'acier. Le test normalisé au choc Charpy à entaille en V est recommandé pour la détermination de cette propriété.

Dans les nuances d'aciers martensitiques, une transition de la rupture ductile-fragile est importante lorsque la température des tests diminue. Cette transition est affectée par le niveau d'énergie absorbée et aussi sur l'aspect de fracture.

La transition fragile-ductile des aciers est caractérisé par la courbe de résilience (figure I.28). Où la quantité d'énergie absorbée par le matériau lors de l'impact est tracée en fonction de la température d'essai. Le niveau d'énergie indique la capacité du matériau à absorber la déformation plastique au cours du processus de rupture.

Certains métaux présentent une transition dans leur comportement vis-à-vis de la rupture, passant d'une rupture fragile, est caractérisé par une faible valeur de l'énergie absorbée à une

rupture ductile (fortes énergies). La gamme de température intermédiaire correspond au domaine de transition fragile-ductile.

L'analyse de ces phénomènes a été très étudiée récemment par diverses recherches [69-70], en particulier sur les aciers qui travaillent en fonction de la variation de la température à titre exemple les composants des réacteurs nucléaires (cuves, tuyauteries, pompes).

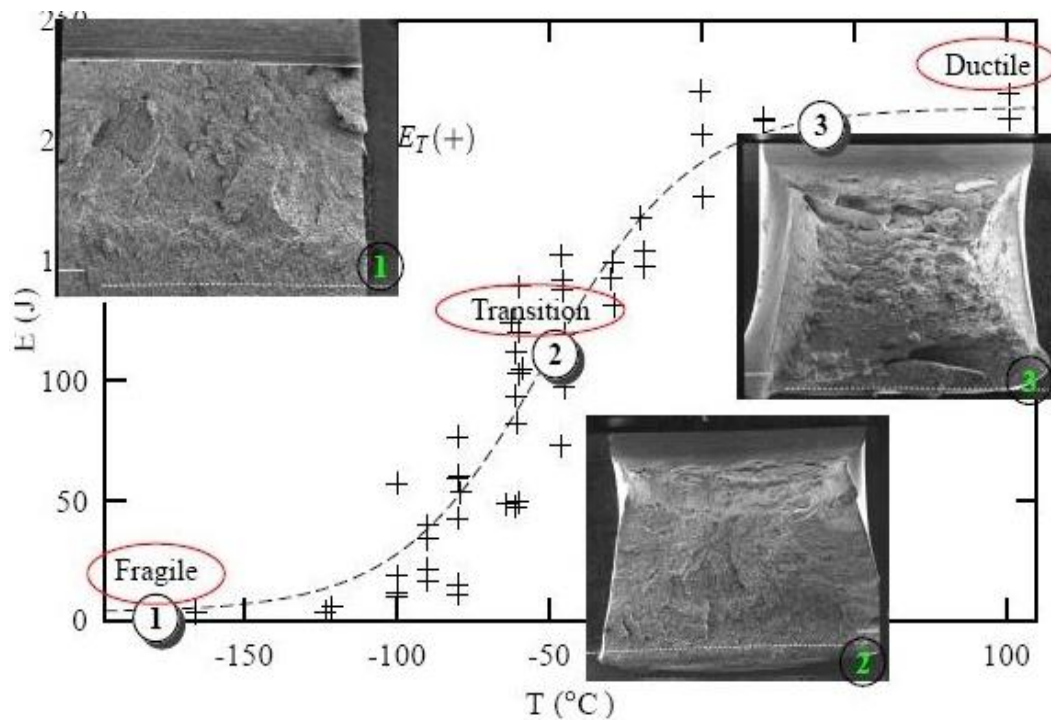


Figure I.28 : Transition ductile-fragile mesurée par des essais de résilience [69]

D'après la figure, la photographie 1, montre qu'à basse température que le matériau est fragile, la rupture a lieu sans déformation macroscopique notable.

Alors pour une haute température, dans le domaine ductile, la résilience augmente fortement et l'éprouvette se déforme macroscopiquement, comme on peut le constater sur cette figure.

En plus, le carbone fragilise le matériau donc l'énergie requise pour entraîner la rupture sera plus importante aussi bien pour un acier à fort taux de carbone que pour un acier à faible taux de carbone. Pour les aciers qui ont de faible teneur en carbone ont une température de transition fragile-ductile plus basse, Donc, ces aciers ont un domaine de ductilité plus important. En somme, la résistance à la propagation brutale de fissure augmente lorsque la teneur en carbone diminue.

I.13 Conséquences mécaniques des transformations microstructurales

L'influence des transformations microstructurales sur le comportement mécanique du matériau peut être classée comme suit :

- Lors des transformations microstructurales, on peut obtenir un mélange des différentes phases métallurgiques avec des proportions volumiques et des caractéristiques mécaniques différentes. Par conséquent, les transformations microstructurales modifient les caractéristiques du matériau. Plus précisément, les caractéristiques élastiques (module d'Young et coefficient de Poisson), sont peu affectées par les transformations de phases, tandis que les caractéristiques plastiques (la limite d'élasticité par exemple) et le coefficient de dilatation thermique sont fortement influencés.
- Les transformations microstructurales s'accompagnent d'expansions volumiques, celles-ci se traduisent par des déformations de transformation qui doivent être prise en compte dans la déformation totale du matériau.
- Les transformations microstructurales, sous contraintes, peuvent conduire à des déformations irréversibles même si ces contraintes sont inférieures à la limite d'élasticité du matériau. Ce phénomène est appelé la plasticité de transformation.
- Les caractéristiques mécaniques diffèrent suivant la composition métallurgique (composition chimique), en particulier, les caractéristiques plastiques (limite d'élasticité, résistance à la rupture). Le module d'élasticité et le coefficient de Poisson sont quant à eux, peu influencés par la composition métallurgique. Par ailleurs, la part de l'écrouissage de la phase mère transmise à la nouvelle phase formée au refroidissement est supposée totale ou partielle selon le type de transformation.

CHAPITRE II

Méthodologie Expérimentale

II. Méthodologie expérimentale

II.1 Introduction

Par traitement thermique, on désigne toute opération réalisée à chaud et destinée à modifier la microstructure d'un métal pour lui conférer de nouvelles caractéristiques. Par contre, on peut modifier considérablement de nombreuses autres propriétés soit par l'addition d'éléments étrangers à la matrice (élaboration des alliages), soit par l'application de traitements thermiques ou mécaniques appropriés.

Pour les aciers faiblement alliés, certains traitements thermiques sont quasi obligatoires pour obtenir une performance optimale. Ces traitements sont la trempe et le revenu [71,72]. Ils permettent de modifier et d'ajuster les propriétés mécaniques de l'acier : limite d'élasticité (Re), résistance à la traction (Rm), ténacité (K), dureté et résilience aux besoins de l'utilisation.

L'étude de la microstructure du matériau consiste à déterminer la nature des différentes phases en présence, leur proportion et leur constitution. Cette analyse se fait à partir des diagrammes d'équilibre de phases qui traduisent les états d'équilibre entre les différentes phases. Elle peut être complétée par une observation métallographique.

II.2 Matériau étudié

Le matériau étudié est un acier faiblement allié au chrome (Cr). Il est désigné par 42C4 (norme AFNOR) ou par 41Cr4 (norme DIN), il est employé principalement dans des applications industrielles, telle que la fabrication des boulons de haute qualité (8.8, 10.9 et 12.9) destinés pour les assemblages des charpentes métalliques et en particulier l'industrie pétrolière et l'automotrice [73-76], il présente des bonnes propriétés mécaniques en service et point de vue de coût de fabrication. Il est livré sous forme des rouleaux de diamètre 16 jusqu'à 24 mm par l'unité de production ORSIM - Relizane.

Des recherches, montrent les résultats d'essai de fatigue qui indiquent que cet acier n'est préférable en termes de résistance à la fatigue par rapport à autres applications, cependant il apporte une ductilité importante après traitement thermique de revenu contrairement qu'à d'autre alliage de même famille allié au chrome molybdène [77], la (figure II.1), montre le produit réalisé par cet acier au niveau du BCR.



Figure II.1 : Produit réalisé par l'acier 41Cr4

Les tableaux II.1 et II.2 présentent respectivement la composition chimique et ses principales caractéristiques mécaniques usuelles de cet acier.

Tableau II.1: Composition chimique de l'acier 41Cr4 donné par le fournisseur [22]

% éléments	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
41Cr4	0.38-0.45	≤0.40	0.60-0.90	≤0.035	≤0.035	0.90-1.20	≤0.12

Tableau II.2: Caractéristiques mécaniques conventionnelles [78]

Acier	Limite d'élasticité $R_{p0,2}$ [MPa]	A (%)	Charge maximale R_m [MPa]	Dureté HB
41Cr4	800 – 880	11-12	1000-1200	217-250

D'après le tableau II.1, on constate que les éléments Cr, Mn et C ont des teneurs élevées. Le chrome est le principal élément d'addition [79]. Avec le cuivre, Il confère à cet acier des propriétés d'inoxidabilité pour des utilisations dans des environnements hostiles. L'augmentation de la concentration en Mn peut améliorer la résistance mécanique de l'acier dans une certaine mesure, mais elle réduit la ductilité. En revanche, la présence du soufre et du phosphore augmente la sensibilité à la fragilité au revenu pour cet acier 41Cr4. Le tableau II.2 rassemble les caractéristiques mécaniques conventionnelles de l'acier en question.

Une analyse de la composition chimique par spectromètre de masse a été réalisée sur un échantillon d'acier 41Cr4. La composition chimique du matériau est présentée dans le tableau II.3. La composition nominale donnée par le fournisseur de l'unité BCR Oued-Rhiou (Groupe ORSIM) est comparée avec celle obtenue par l'analyse.

Tableau II.3 : Composition chimique de l'acier 41Cr4 obtenu par spectromètre (teneur massique en %)

Nom du Client :		Adresse du client :		BON DE COMMANDE			
				Date de Réception :			
Désignation Entretoise MAT 1^{ER}		Nb Echantillon : 01		Nature de l'objet d'analyse : EN ACIER			
Condition							
Température : 22.7C°				Humidité : 47.6%			
Méthode d'analyse : SPECTRAL							
Date D'analyse :							
Résultats : 41Cr4							
Matériaux Métallique							
Essai des Matériaux Métallique : détermination des compositions chimiques des métaux en %							
Eléments	C	Si	Mn	P	S	Cr	NI
01	0.403	0.230	0.886	0.0244	0.0238	1.06	0.0810
U	0.01463	0.01564	0.00586	0.00066	0.00191	0.01777	0.03234
Eléments	Co	Cu	Nb	Ti	V	W	Pb
01	0.0073	0.172	0.0038	0.0133	0.0061	< 0.0050	0.0012
U	0.00064	0.00425	0.00114	0.00117	0.00061	/	/
Eléments	B	Fe	Al	MO	B	/	/
01	0.0053	96.8	0.0132	0.064	0.0053	/	/
U	0.00124	/	0.00203	0.00899	0.00124	/	/

Avec :

U : est l'incertitude des résultats

Le spectromètre utilisé pour l'analyse de la composition chimique de l'acier étudié est présenté par la (figure II.2). Cet équipement est d'une très grande importance, il permet de vérifier la composition chimique des alliages ferreux et non ferreux et également, la conformité des nuances utilisées.



Figure II.2: Spectromètre d'analyse de la composition chimique type « SPECTROLAB »

II.3 Rôle des éléments d'alliages

Les études des effets des éléments d'alliage dans les aciers sont très nombreuses dans la littérature. Dans la suite de ce chapitre, nous nous présentons en détail les effets de quelques éléments tel que : le carbone, le manganèse, le soufre, le silicium, le chrome et le molybdène.

II.3.1 Rôle du carbone (C)

Le carbone est l'élément d'alliage de l'acier ayant la teneur la plus importante et aussi celui qui a le plus d'influence. C'est un élément qui participe activement à la formation des carbures. Il a grand pouvoir abrasif. Il en résulte que l'augmentation de la teneur en carbone accroît la dureté, la charge à la rupture et la limite élastique, par contre l'allongement, la striction, la résilience et les procédés d'usinage diminuent.

En outre, la trempabilité d'un l'acier augmente à mesure que la teneur en carbone s'accroît. En revanche, la résistance à la corrosion ne semble pas être influencée par cet élément.

II.3.2 Rôle du manganèse (Mn)

Le manganèse est classé comme élément gamma gènes (γ), des résultats de recherche obtenus [80-84] montrent que le manganèse a un effet moindre sur l'équilibre des phases dans

le cas des aciers inoxydables. Néanmoins, il s'avère que le manganèse peut accroître l'intervalle de température et la vitesse de formation de la phase sigma.

D'autre part, cet élément tend à former une seconde phase à haute température qui disparaîtrait au cours du refroidissement. Sous réserve de teneurs en nickel adéquates, il tendrait à favoriser une solidification en mode mixte plus résistante qu'une structure austénitique [14]. Cet élément a un effet bénéfique sur les propriétés mécaniques tel que la limite d'élasticité, la résistance à la rupture et la ténacité d'un acier augmente par une addition de manganèse.

II.3.3 Rôle du soufre (S)

Le soufre est une impureté d'effet défavorable, cela a été largement démontré par l'expérimentation. Cet élément intervient par micro ségrégation aux joints de grains, il possède une affinité particulièrement marquée à l'égard du manganèse sous forme de sulfure de manganèse.

II.3.4 Rôle du silicium (Si)

Le silicium ne participe pas à la formation de carbures lors du traitement de revenu. Des études ont montré que le silicium retarde l'apparition de la cémentite lors du revenu [85,86], voir le tableau II.4 présentant ces résultats. Il permet également d'améliorer la trempabilité des aciers lors de la transformation martensitique et augmente la résistance à l'usure. Une étude sur les aciers austénitiques a déterminé que le silicium a un effet similaire à celui du phosphore et du soufre sur la fissuration à chaud en soudage, cela montre que la sensibilité à la fissuration augmente de manière linéaire avec la teneur en silicium jusqu'à environ 1,5 % en masse.

Tableau II.4 : Carbures présents dans la microstructure après différents temps de revenu à 250°C ou 450 °C [87]

	250 °C		450°C			
	30 s	1200 s	30 s	120 s	300 s	1200 s
Fe-0.6C	-	Fe ₃ C	Fe ₃ C	-	-	Fe ₃ C
Fe-0.6C-2Mn	-	Fe ₃ C	Fe ₃ C	-	-	Fe ₃ C
Fe-0.6C-2Si	-	ε	-	ε et Fe ₃ C	Fe ₃ C	Fe ₃ C

Le silicium présente toutefois un autre effet sur le revenu, voir (figure II.3). Il retarde considérablement le mécanisme de coalescence des particules de Fe₃C dans la gamme de températures allant de 400°C à 600°C [88,89]. Les précipités conservent alors une taille plus

fine pour des températures de revenu plus élevée, retardant ainsi la chute de la dureté. Notons toutefois que le manganèse présente les mêmes effets.

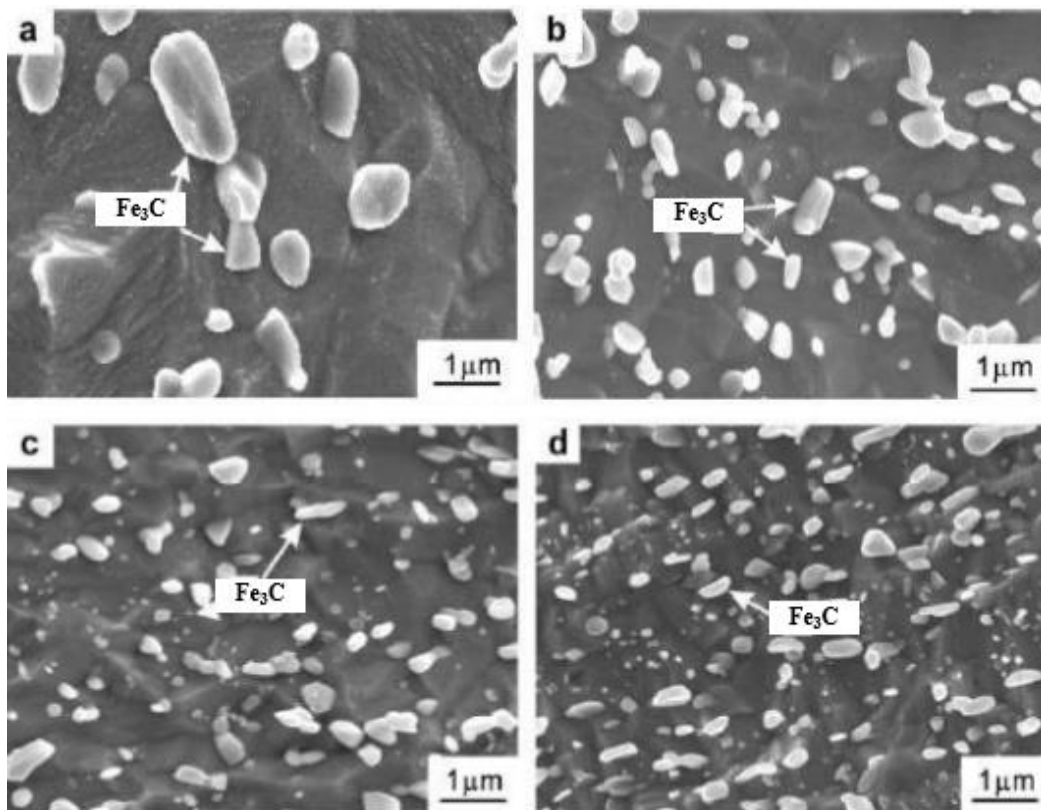


Figure II.3: Observation au MEB de la martensite revenue à 650°C (a) : alliage Fe-0,6C (b) : alliage Fe-0,6C-2Si (c) : Fe-0,6C-1Mn (d) : Fe-0,6C-2Mn [87]

II.3.5 Rôle du chrome (Cr)

Le chrome est un élément fortement carburigène. Alors que sa présence reste sans effet pour des basses températures de revenu, pour des températures supérieures à 450°C il joue un rôle considérable puisque des carbures de chrome, dont la nature dépend de la teneur en chrome, se forment.

Dans le cas d'une faible teneur en chrome (inférieure à 2%), ce dernier diffuse progressivement dans les particules de Fe_3C , et une cémentite enrichie en chrome est observée.

Dans le cas d'une forte teneur en chrome, la cémentite peut être totalement remplacée par des carbures de chrome responsables d'un phénomène de durcissement secondaire. Deux types de carbures peuvent être observés. Il s'agit du Cr_7C_3 , de structure trigonale et du $Cr_{23}C_6$ de structure cubique. Les carbures Cr_7C_3 précipitent les premiers puis ceux-ci se transforment progressivement en $Cr_{23}C_6$. Il faut toutefois noter que les carbures $Cr_{23}C_6$ ne précipitent pas

dans des aciers dont la teneur en chrome n'excède pas les 7% sauf si d'autres éléments d'alliage, tel que le molybdène par exemple, sont également présents.

II.3.6 Rôle du molybdène (Mo)

Le molybdène est un élément alphasène et carburigène. Il augmente fortement la trempabilité en diminuant la vitesse de refroidissement critique. Il est le plus souvent allié avec d'autres éléments d'addition. Le molybdène réduit dans de larges proportions la fragilité au revenu, par exemple dans le cas des aciers Cr-Ni et Mn, il favorise la formation de la taille des grains fins et se répercute favorablement sur la soudabilité. Il accroît la limite d'élasticité, la résistance à la rupture, la dureté, la résistance à l'abrasion et la résistance à la corrosion des aciers inoxydables.

II.4 Influence de la vitesse de déformation sur la courbe de traction

Il est bien connu que pour un matériau de composition donnée, la courbe de traction dépend fortement de sa microstructure (écroui, recuit à doux, etc...) et de la température à laquelle l'essai est exécuté. De même la vitesse de traction, qui est à spécifier au début de l'essai, effectue une influence non négligeable sur la courbe de traction.

L'influence de la vitesse de traction sur la courbe de traction (figure II.4) s'explique par le fait que la déformation plastique ne suit pas instantanément la variation de la déformation imposée (comportement visqueux). Pour certains matériaux l'écoulement plastique dépend de la vitesse de déformation l'écoulement est dit viscoplastique. Plus la vitesse de déformation est élevée plus la consolidation est importante.

Lors d'un incrément rapide et discontinu de l'allongement, l'éprouvette se déforme d'abord élastiquement. Au cours du temps, une partie de cette déformation élastique est transformée en déformation plastique produisant ainsi le phénomène de relaxation de la contrainte. Pour un essai de traction à vitesse de déformation constante, ces deux phénomènes opèrent en même temps et la courbe obtenue dépend de la cinétique et de l'amplitude de la déformation plastique.

La courbe $\sigma(\varepsilon)$ passe, au-delà de la limite d'écoulement plastique, par un niveau d'autant plus haut que la vitesse de déformation est élevée. La démonstration de cet effet nécessite cependant des vitesses de traction variant d'un à plusieurs ordres de grandeurs.

La vitesse de déformation recommandée pour un essai standard est de l'ordre de 0.4% par seconde dans le domaine plastique. Aux alentours de la limite élastique, le taux d'augmentation de la contrainte ne devrait pas dépasser une dizaine de *MPa* par (s).

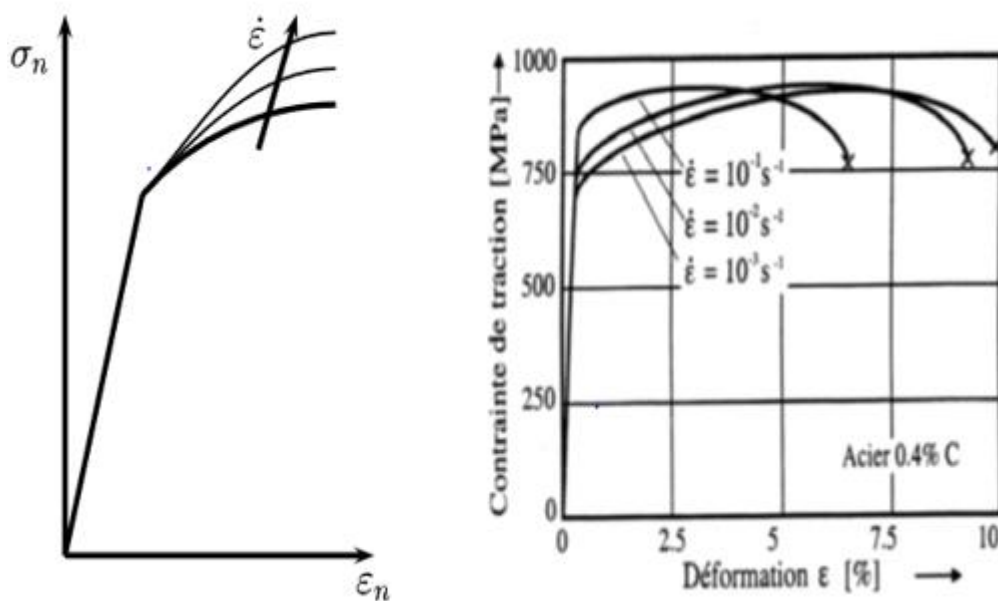


Figure II.4: Influence de la vitesse de déformation sur la courbe de traction [90]

II.5 Méthodes expérimentales

II.5.1 Objectif des traitements thermiques

Les traitements thermiques provoquent un adoucissement ou un durcissement du matériau, de plus ils apportent des modifications de la taille des grains. Ils sont constitués par un certain nombre d'opérations combinées de chauffage et de refroidissement ayant pour but :

a- D'améliorer les caractéristiques des matériaux et rendre ceux-ci plus favorables à un emploi donné, à partir des modifications suivantes :

- ✚ Augmentation de la limite d'élasticité et la résistance à la rupture Re , Rm , $A(\%)$ en donnant une meilleure tenue de l'élément.
- ✚ Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs.

b. De régénérer un métal qui présente un grain grossier (affiner les grains, homogénéiser la structure) cas des matériaux ayant subi le forgeage.

c. De supprimer les tensions internes (écrouissage) des matériaux ayant subi une déformation plastique à froid (emboutissage). Cas des aciers faiblement alliés, il s'agit de la plupart du temps d'effectuer un cycle de trempe suivi d'un ou plusieurs revenus [91].

II.5.1.1 Austénitisation

Pour assurer une bonne homogénéisation de la taille des grains et la microstructure, nous avons subi aux échantillons (éprouvettes de traction et de résilience) une austénitisation à une température de 850°C pendant 30min (chauffage dans un four thermique) pour obtenir après refroidissement une microstructure contenant de la martensite.

II.5.1.2 Trempe

À la sortie du four, on effectue une trempe martensitique sur les échantillons. La trempe est réalisée dans un bain d'huile du four thermique, le schéma du cycle thermique imposé aux échantillons est tracé à la figure II.5.

II.5.1.3 Revenu

Les échantillons austénitisés et trempés subissent un traitement de revenu. La durée du revenu est fixée à une heure (1h) pour toutes les températures de revenus testées : à 200°C, à 300°C, à 400°C, à 500°C, et à 600°C, suivi d'un refroidissement à l'air libre.

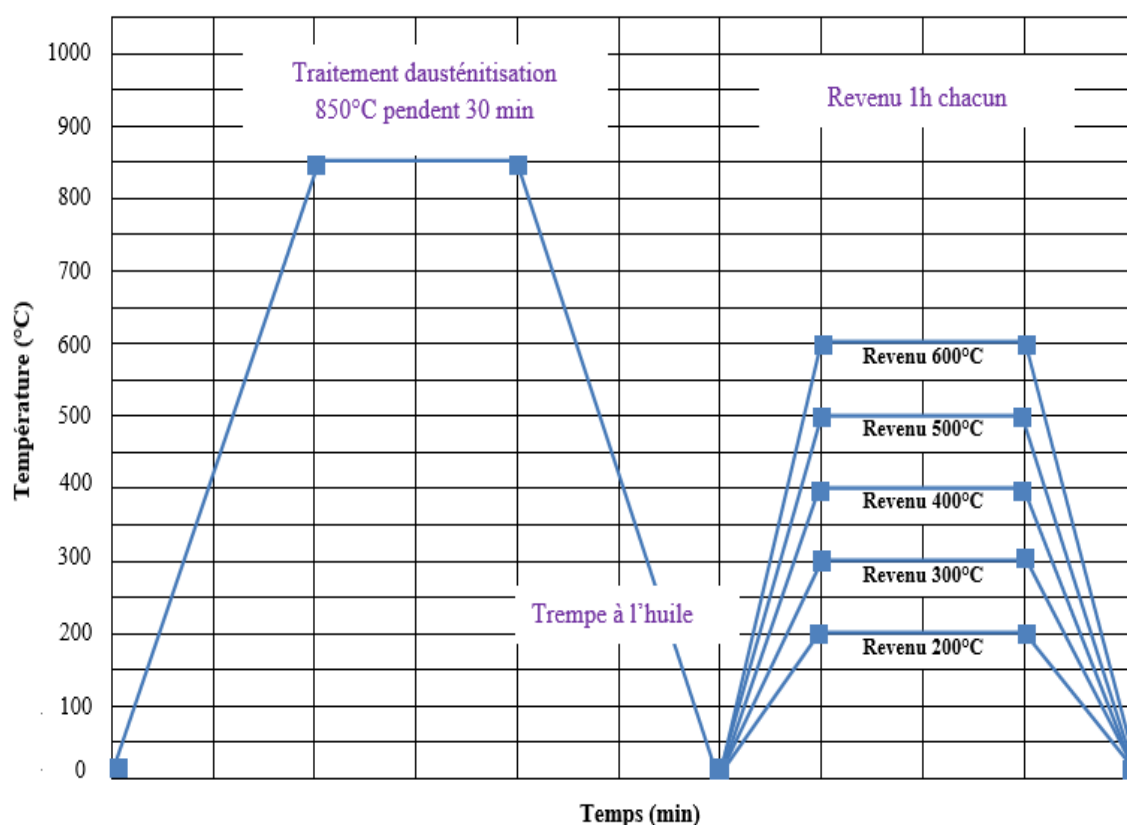


Figure II.5: Schéma récapitulatif du cycle thermique appliqué à l'acier étudié

II.5.2 Four thermique

C'est un four utilisé pour effectuer les traitements thermiques de trempe et de revenu des pièces de construction métalliques (boulonneries, visseries, tiges filetées, etc). Il est équipé d'une (01) machine à laver, de deux (02) fours à chambre l'un pour le traitement d'austénitisation et l'autre pour le traitement de revenu, d'un (01) bain de trempe à l'huile et d'une (01) chambre de refroidissement à l'aire libre après traitement de revenu (bain d'arrêt de revenu).

Ce type de four il peut atteindre des températures de chauffage (austénitisation) jusqu'à 1200°C et un maximum des températures de revenu jusqu'à 700°C, il est isolé thermiquement et alimenté sous une tension de 380V.

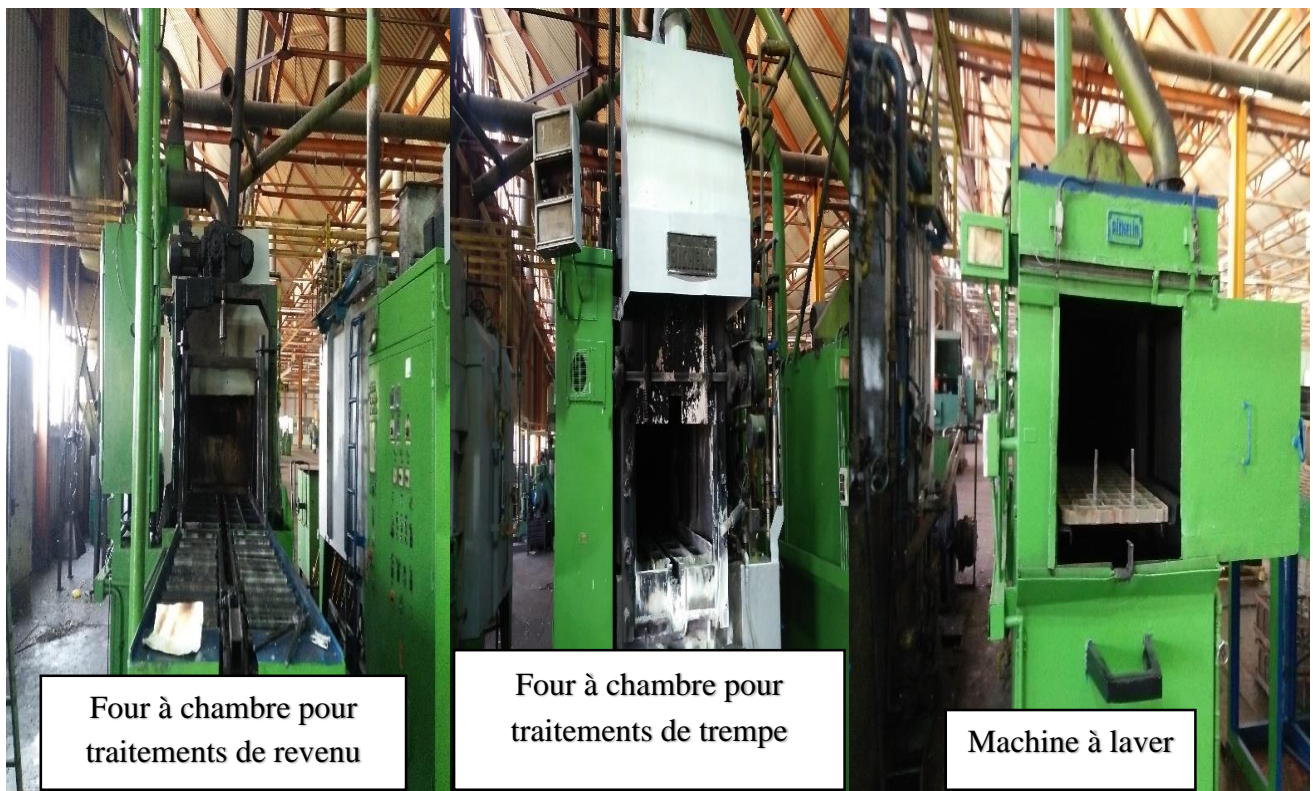


Figure II. 6: Four des traitements thermiques « type Aichelin »

II.5.3 Détermination des températures de transformation de phase

Dans des conditions quasi-statiques, les températures de début et de fin de transformation austénitique lors du chauffage, sont notées respectivement A_{C1} et A_{C3} . Elles sont données par les formules empiriques d'Andrews et Eldis [92] pour des aciers faiblement alliés contenant moins de 0.6% de carbone.

Relation d'Andrews :

$$A_{C1} (\text{°C}) = 727 - 10.7 (\% \text{Mn}) - 16.9 (\% \text{Ni}) + 29.1 (\% \text{Si}) + 16.9 (\% \text{Cr}) + 6.38 (\% \text{W}) + 290 (\% \text{As}) \quad (\text{II.1})$$

$$A_{C3} (\text{°C}) = 912 - 203 (\% \text{C}) - 30 (\% \text{Mn}) - 15.2 (\% \text{Ni}) + 44.7 (\% \text{Si}) + 104 (\% \text{V}) + 13.1 (\% \text{W}) + 31.5 (\% \text{Mo}) \quad (\text{II.2})$$

Relation de Eldis :

$$A_{C1} (\text{°C}) = 712 - 17.8 (\% \text{Mn}) - 19.1 (\% \text{Ni}) + 20.1 (\% \text{Si}) + 11.9 (\% \text{Cr}) + 9.8 (\% \text{Mo}) \quad (\text{II.3})$$

$$A_{C3} (\text{°C}) = 871 - 254.4 (\% \text{C})^{0.5} - 14.2 (\% \text{Ni}) + 51.7 (\% \text{Si}) \quad (\text{II.4})$$

Dans notre cas la température de début de la transformation austénitique (A_{C1}) de l'acier 41Cr4 est de l'ordre de 720 °C.

Les valeurs du facteur d'intensité de contraintes K_{IC} ont été estimés par la relation de Rolfe-Novak [93].

$$K_{IC} = \sqrt{6.4 R_e (100KV - R_e)} \quad (\text{II.5})$$

Avec :

K_{IC} : Facteur d'intensité de contrainte $MPa\sqrt{m}$

R_e : Limite élastique (MPa)

KV : Energie de rupture (J)

II.5.4 Analyse métallographique (microstructurale)

La métallographie est la technique consistant à déterminer la structure métallographique d'un métal en l'observant avec un microscope optique. Ce microscope permet l'acquisition des images avec différents grossissements. Les images obtenues sont enregistrées dans l'ordinateur.

Après avoir prélevé l'échantillon de la pièce à étudier, on doit polir la surface à examiner sur un jeu de papier émeri de différente granulométrie par la méthode classique. Le polissage se fait successivement sur des papiers abrasifs plus fins (de 100 à 15 μm), puis avec des abrasifs (de 15 à 0,05 μm) en utilisant un lubrifiant liquide (eau). Ces abrasifs sont généralement des poudres d'alumine.

En effet, pour pouvoir observer les détails microscopiques de la structure métallographique. Les surfaces de tous les échantillons sont attaquées chimiquement avec une solution composée de 97% l'éthanol et 3 % d'acide nitrique pendant 3 secondes.

II.5.4.1 Préparation des échantillons

L'examen métallographique nécessite une préparation des échantillons à observer, il met en évidence les hétérogénéités qui existent dans le métal, la préparation d'un échantillon pour un examen macrographique passe par plusieurs étapes, à savoir :

a. Préparation de l'échantillon pour le sciage

Généralement, nous devons procéder à un dégrossissage de la pièce pour mieux la travailler, nous devons alors prendre toutes les précautions nécessaires afin que cette étape ne cause pas de dommages sur l'échantillon.

Les coupes sont faites par une scie mécanique munie d'un système de refroidissement en utilisant un lubrifiant spécifique de type « Metkon » pour éviter ainsi les phénomènes d'écrouissage et l'échauffement des pièces.



Figure II. 7 : Machine de sciage « type METACUT 302 »

b. L'enrobage

L'échantillon est monté dans une résine afin d'en faciliter les manipulations. Il existe diverses techniques d'enrobage, mais nous avons utilisés principalement un mélange d'une résine époxy liquide et poudre de type « Technovit 4071 » qui est caractérisée par : sa facilité d'utilisation, sa grande souplesse en matière de rapports de mélange, sa grande fluidité et son temps de polymérisation rapide de moins de 5 minutes.

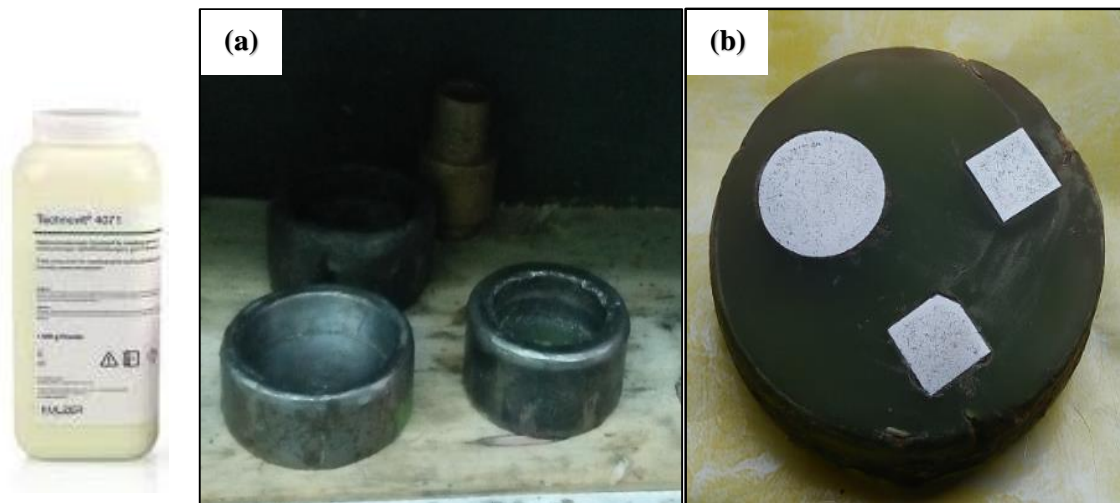


Figure II.8 : Vue globale d'enrobage : **a)** matrices d'enrobage ; **b)** échantillons enrobés

c. Polissage grossier (polissage mécanique)

Le polissage mécanique se fait le plus couramment sur un plateau tournant garni de disques de papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine, variant de (150, 220, 320, 400, 600 μm) en prenant en considération, l'arrosage par un lubrifiant liquide (eau) lors de cette opération. La figure ci-dessous montre l'image de polisseuse utilisée pour la préparation des échantillons.



Figure II.9: Polisseuse à trois disques

d. Finition (polissage final)

L'objectif du polissage final du polissage de finition est d'enlever toutes déformations causées par le polissage grossier (polissage mécanique). Il s'agit aussi d'une succession d'étapes de polissage effectuées sur différents tapis avec des papiers abrasifs plus fins variant de 100 à 15 μm , puis avec des abrasifs de 15 à 0,05 μm en utilisant une poudre en oxyde d'alumine comme abrasif afin d'améliorer l'état de la surface à analyser (obtention d'une surface miroir de l'échantillon). Les figures II.10 et II.11, montrent respectivement le dispositif de polissage de finition et la vue générale des échantillons après le polissage final.

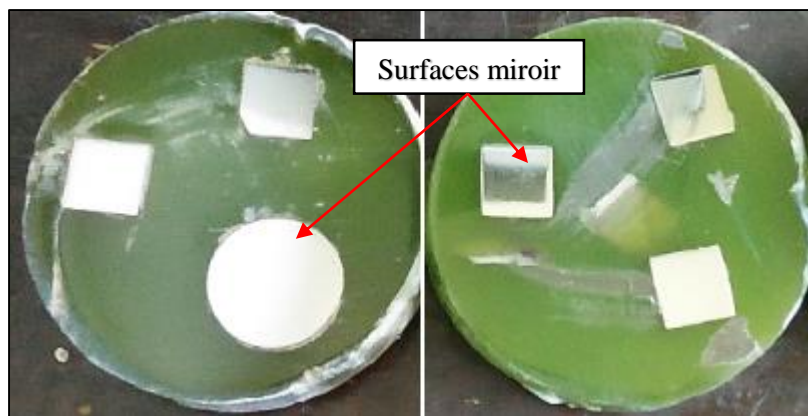


Figure II. 10: Vue générale des échantillons après polissage de finition

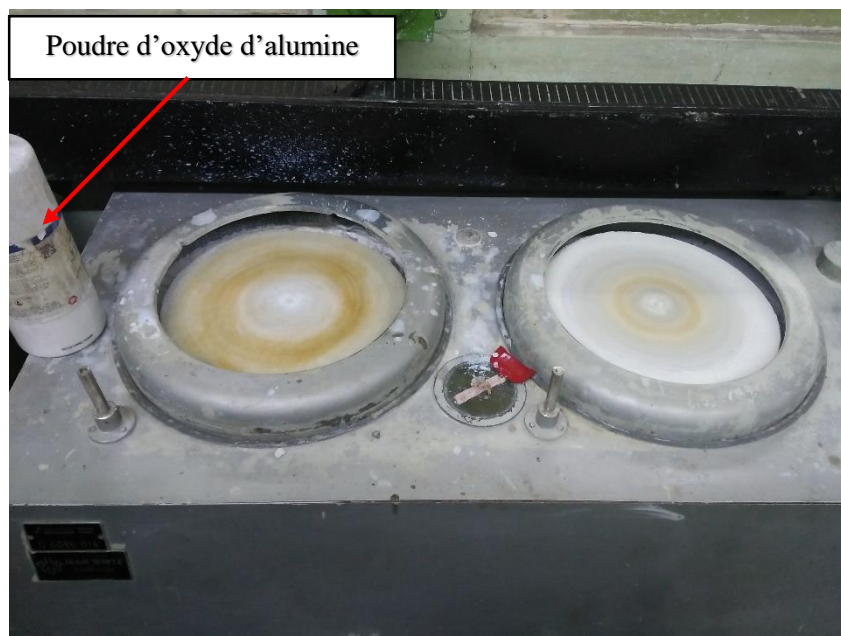


Figure II.11 : Polisseuse de finition de marque « JEAN WIRTZ »

e. Attaque chimique

Après le polissage de finition, l'échantillon est lavé puis séché, puis il est soumis ensuite à une attaque chimique composée de 97% l'éthanol et 3 % d'acide nitrique pendant 3 secondes, pour faire disparaître l'éclat miroir mais sans trop noircir la surface à observer. la figure suivante montre une vue des échantillons attaqués chimiquement.



Figure II. 12 : Vue des échantillons après attaque chimique

II.5.4.2 Observation microscopique

L'étude métallographique a été réalisée après traitements thermiques de la trempe et de revenu des échantillons d'acier étudié, plusieurs micrographies sont faites avec différents grossissement allant jusqu'à 4x (grossissement 400) dans le but de choisir les mieux adaptés aux normes en vigueur pour la détermination de la microstructure et la taille de grain approprient.

La microscopie optique du laboratoire université USTO de marque Olympus est équipé d'un système d'acquisition des images pour différentes grossissement qui peuvent atteindre 10x la taille réelle de l'échantillon a observé.

L'examen métallographique a été fait à l'aide d'un microscope optique (MO) du laboratoire métallurgie du BCR, vu la détérioration du système d'acquisition doté d'une caméra numérique de ce microscopie optique, l'observation métallographique et la prise des images a été refait par une autre microscopie optique installer au niveau du laboratoire de microscopie électronique et sciences des matériaux - université USTO (figure II.13).



Figure II.13: Microscopie optique utilisé pour l'analyse métallographique type « OLYMPUS »

II.5.4.3 Mesures de la taille de grain

Le volume moyen des cristaux, c'est-à-dire la taille de grain d'un matériau métallique, peut-être caractérisée par différentes grandeurs conventionnelles déduites de l'observation d'une coupe plane du matériau préparée pour faire apparaître les contours des sections des cristaux par le plan de coupe.

Le grain est mis en évidence par l'attaque métallographique et capture sur une image par un microscope optique.

II.5.4.4 Méthodes de mesure de la taille du grain

Il existe trois méthodes qui peuvent mesurer la taille du grain :

- ✚ Par comptage ;
- ✚ Par intersection ;
- ✚ Par comparaison avec des images types.

Les méthodes de détermination de ces grandeurs sont purement géométriques, il en résulte qu'elles sont absolument indépendantes du métal ou de l'alliage considéré [94]. Ces grandeurs conventionnelles sont :

-Le nombre de grains par unité de surface : m ,

-L'aire moyenne de grain : $a = \frac{1}{m}$

-La taille moyenne du grain ou diamètre moyen du grain, $d = \sqrt{a}$,

-La longueur moyenne d'intersections \bar{L} : Quotient de la longueur totale d'un ou plusieurs segments tracés sur l'image de l'éprouvette par le nombre de grains dénombrés sur ces lignes

-L'indice conventionnel de grosseur de grain : Nombre sans dimension relie à m par une relation mathématique et des règles d'application pouvant être différentes d'un métal à l'autre. Ces indices sont désignés par la lettre G suivie d'une lettre propre à chaque système.

La taille moyenne est caractérisée soit par l'indice de la grosseur du grain G, soit par la longueur moyenne d'intersections \bar{L} , dans les cas les plus fréquents.

Dans cette étude, on a basé sur la méthode de comptage du nombre de *grains* sur une surface déterminée.

II.5.5 Essais mécaniques réalisés et procédures d'essais

Les essais mécaniques sont l'étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux, du module d'Young à la limite d'élasticité, en passant par la ténacité ou la résistance à la fatigue et dans des conditions variables, par exemple de température ou de vitesse de sollicitation.

Les techniques expérimentales les plus couramment utilisées, aussi bien dans les laboratoires, pour caractériser le comportement mécanique des matériaux, sont les essais uniaxiaux, les essais multiaxiaux, les mesures d'indentation et les essais de fatigue.

II.5.5.1 Essais de traction

Parmi tous les essais mécaniques, l'essai de traction est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé. Il consiste à soumettre une éprouvette du matériau à étudier à deux efforts F de tension de sens opposés et de même valeurs absolues. La ligne d'action étant confondue avec l'axe de symétrie ou de rotation de l'éprouvette. On mesure instantanément l'allongement Δl , correspondant.

Cet essai le plus classique, il consiste à exercer sur une éprouvette normalisée (pièce de dimensions normalisées fabriquée dans le matériau à tester), cylindrique ou parallélépipédique (plate), deux forces égales et opposées qui vont la déformer progressivement jusqu'à la rupture. Il permet de déterminer les principales caractéristiques mécaniques d'un matériau, telles que la limite élastique, la résistance à la rupture, l'allongement après rupture et le coefficient de striction.

Des éprouvettes de traction à section cylindriques de diamètre ($\varnothing = 10\text{mm}$) et de longueur ($L = 60\text{ mm}$) ont été réalisées à partir des barres en acier considéré dans cette étude (figure II.14). Ce type d'acier fournit par l'unité BCR sous forme des barres rondes de 20 mm de diamètres.

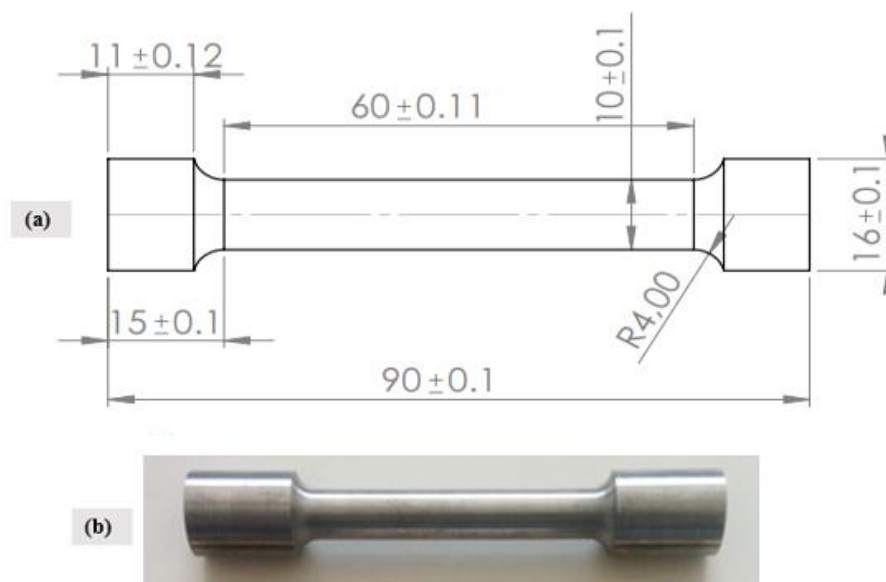


Figure II.14: Formes et dimensions des éprouvettes de traction : a) Schéma d'éprouvette de traction ; b) Vue 3D d'éprouvette d'essai de traction

II.5.5.1.1 Procédure d'essai

L'essai consiste à mettre une éprouvette sous un effort de traction croissant et continu jusqu'à atteindre le stade de la rupture en vue d'établir un diagramme (effort - allongement), puis de déterminer en suite les caractéristiques mécaniques.

II.5.5.1.2 Description de la machine d'essai

La machine de traction est composée de deux mors, l'un sur une traverse fixe, l'autre sur une traverse mobile. Entre les deux mors on fixe l'éprouvette en suite deux système de mesure sont nécessaire, l'un pour mesurer l'effort appliqué, l'autre un dispositif d'enregistrement pour établir des diagrammes force - allongement.

Les essais de traction ont été effectués sur une machine de traction de marque (KARL FRANK GMBH, de type 83431 –SN 10650), installée au niveau du laboratoire métallurgie de l'unité BCR. La capacité maximale atteinte par cette machine est 400KN avec une vitesse de test 20mm/min, (figure II.15).



Figure II.15 : Machine de traction type « KARL FRANK GMBH »

II.5.5.1.3 Détermination des caractéristiques mécaniques de traction

a) Caractéristiques mesurées

Les deux points A et B sont situés sur l'éprouvette.

L_0 : Longueur initiale de l'éprouvette au repos (sans charge) ;

L : Longueur de l'éprouvette mesurée sous charge F ;

F : Force exercée par la machine d'essai sur l'éprouvette.

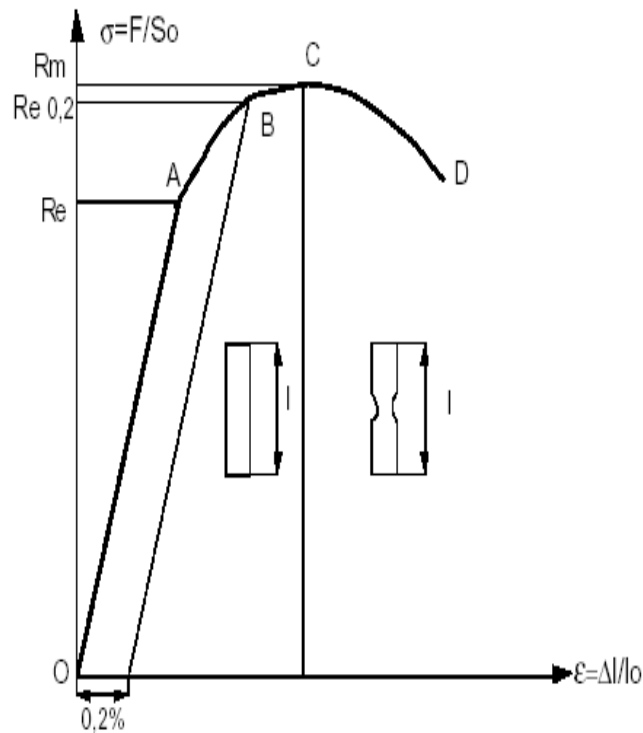


Figure II.16 : Diagramme (charge- allongement)

Résultats de l'essai

$$\text{Résistance élastique } Re = \frac{F_e}{S_0} \begin{cases} F_e \text{ en } N \\ S_0 \text{ en } mm^2 \\ R_e \text{ en } MPa \end{cases} \tag{II.6}$$

$$\text{Résistance maximale à la rupture } Rm = \frac{Fr}{S_0} \tag{II.7}$$

$$\text{Allongement pour cent } A\% = \frac{L_u - L_0}{L_0} \times 100 \tag{II.8}$$

L_u : Longueur ultime après rupture

$$\text{L'allongement en pour cent instantané est } e\% = \frac{L - L_0}{L_0} \times 100 \tag{II.9}$$

Le coefficient de striction en pour cent à la rupture est donné par :

$$Z\% = \frac{S_0 - S_f}{S_0} \times 100 \tag{II.10}$$

S_f : Étant la section transversale de la partie rompue.

Pour tenir compte du comportement réel du matériau, on doit prendre en compte la variation de la section au cours de l'essai tout en admettant qu'il y a conservation de volume, on obtiendra les contraintes varies (σ) donnée par la relation suivante :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (\text{II.11})$$

S : est la section instantanée

$$\text{La déformation rationnelle } \varepsilon = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = \ln(1 + e) \quad (\text{II.12})$$

La courbe rationnelle de traction permet de connaître les coefficients de consolidation monotone et d'écrouissage par la relation d'*HOLLOMON*

$$\sigma = K(\varepsilon_p)^n \quad (\text{II.13})$$

Où ε_p est la déformation plastique conventionnelle en (%) ;

K et n sont respectivement les coefficients de consolidation et d'écrouissage monotone.

II.5.5.2 Essai de fissuration

II.5.5.2.1 Essai Charpy (Essai de résilience)

On peut également caractériser le comportement à la rupture d'une éprouvette contenant un défaut initial. Ce type d'essai permet de s'affranchir plus ou moins de la dispersion caractérisant la phase d'amorçage des défauts. Dans cette catégorie, l'essai le plus ancien (1901) et le plus pratiqué dans le monde est l'essai Charpy.

L'essai Charpy a pour but de déterminer la résistance aux chocs des matériaux. On mesure ce que l'on appelle leur *résilience*, c'est-à-dire l'énergie consommée pour rompre une éprouvette de référence de section égale à 1cm^2 en utilisant un « mouton-pendule ».

Les éprouvettes de référence utilisées dans notre travail sont un barreau de longueur 55 mm, de section carrée de dix par dix millimètres (10x10mm) et d'entaille en **V**.

Selon la forme des entailles on distingue deux types des éprouvettes ISO avec entailles en **U** et en **V** comme montrée sur la (figure II.17), avec des dimensions et des tolérances d'usinage permises pour l'essai Charpy [95].

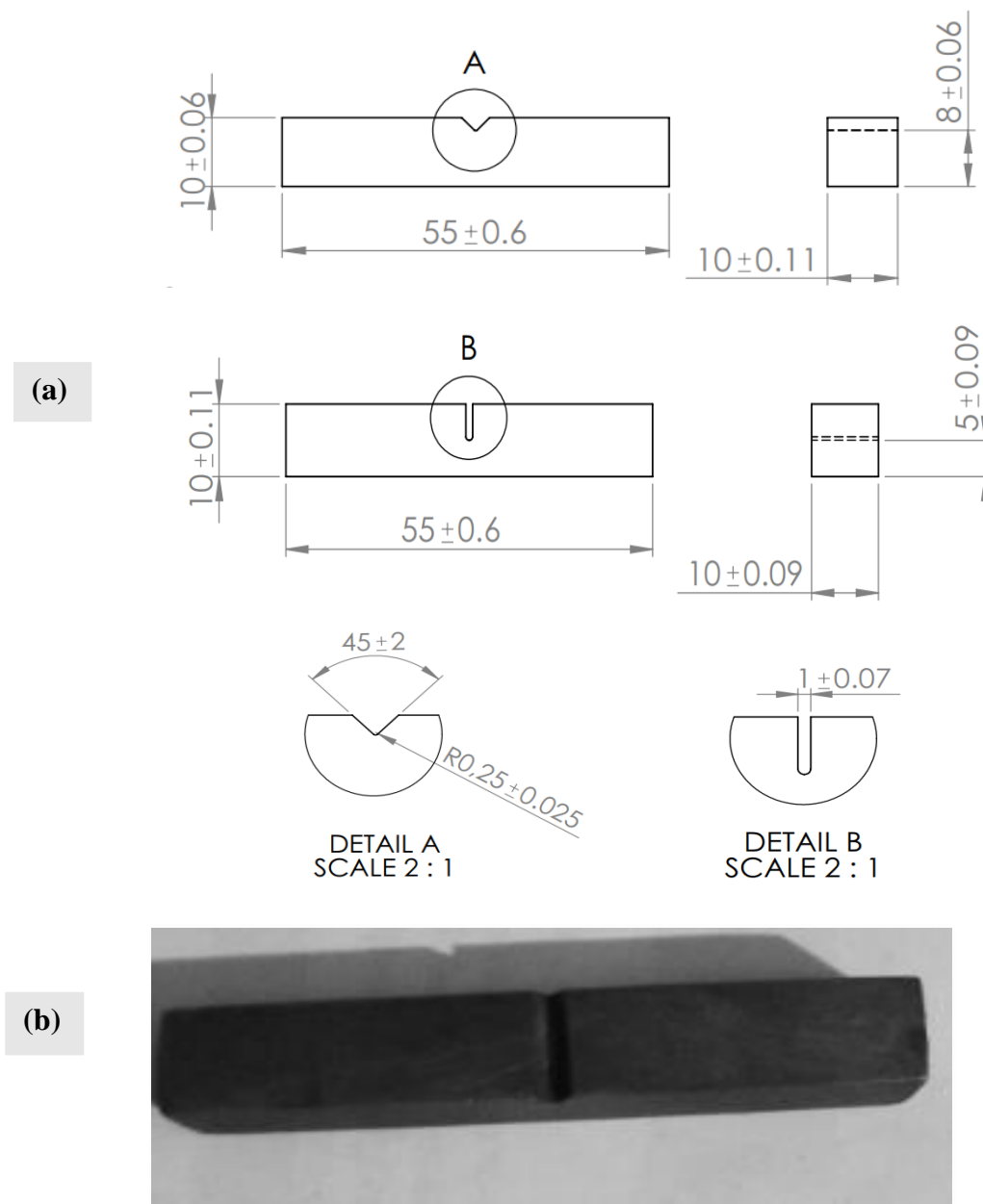


Figure II.17 : Forme des éprouvettes de résilience : **a)** schéma d'éprouvette de résilience entaille en V et en U ; **b)** Vue 3D d'éprouvette de résilience

II.5.5.2.2 Principe de l'essai

Le but de l'essai de résilience Charpy est de mesurer la résistance d'un métal sous une sollicitation dynamique. L'essai consiste à rompre l'éprouvette sous l'effet de choc du marteau du mouton – pendule. Cette éprouvette entaillée en son milieu repose sur deux appuis.

La mesure obtenue est une énergie qui correspond à la différence entre les énergies initiales et finales du pendule $K = mg(h_0 - h)$. Le principe de cet essai est présenté par la (figure II.18).

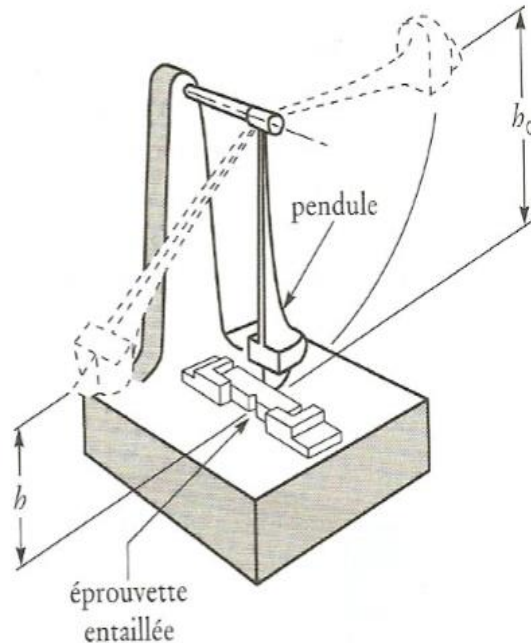


Figure II.18 : Dispositif d'essai de résilience

II.5.5.2.3 Description de la machine de résilience

Les essais de résiliences ont été faite à l'aide d'un mouton - pendule constituer d'un socle fixé dans le sol comme le montre la (figure II.19), dans sa partie supérieure, un bras articulé, terminé par un marteau sur lequel peut être fixé des poids.

Le bras et son marteau peuvent être levés à la hauteur de travail grâce à un mécanisme d'élévation. Pour que le marteau puisse tomber, il faut déclencher avec les deux mains, la sécurité qui se trouve sur le bras.

Le couteau fixé sur le marteau vient frapper l'éprouvette placée horizontalement dans le plan de symétrie de l'entaille et sur la partie inférieure du socle, ensuite arrête le couteau à l'aide du frein.

Un cadran de lecture indique la valeur de l'énergie de départ relative à la hauteur du marteau et à son poids, puis après rupture l'énergie dépensée.

Le cadran est gradué en [Kpm], (1 Kpm \approx 10 J), il est directement gradué en énergie absorbée.

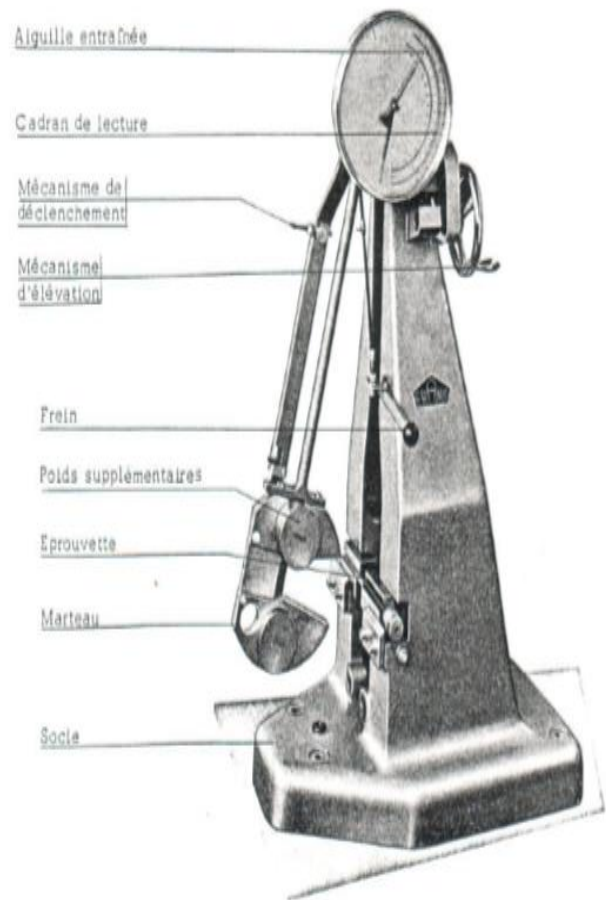


Figure II.19 : Machine de résilience marque « KARL FRANK GMBH »

II.5.4.3 Essai de dureté

Les essais d'indentation évaluent la "dureté" du matériau en mesurant la pression de contact pendant l'enfoncement d'un indenteur (pyramidal, conique ou sphérique). La dureté est calculée soit après l'essai, par mesure de la surface de l'empreinte, soit pendant l'essai, par mesure de l'enfoncement de l'indenteur. Le résultat obtenu à la dimension d'une pression, mais s'exprime dans une unité liée à la géométrie de l'indenteur qui s'écrit : **H** (hardness pour la dureté en anglais) suivi d'un caractère indiquant le type d'indenteur utilisé (**V** pour Vickers, ou **B** pour Brinell, **RC** Rockwell).

L'essai ROCKWELL c'est l'essai de dureté le plus connu mondialement. Il consiste à imprimer en deux étapes un pénétrateur, bille d'acier ou cône de diamant, dans le matériau à tester en exerçant deux charges d'intensité connue f_0 et f_1 .

Dans ce cas, la dureté HRC, est obtenue par lecture directe d'une longueur d'enfoncement d'un pénétrateur (bille d'acier ou cône diamant) contrairement aux duretés Brinell et Vickers, les principales méthodes de mesure de la dureté sont montées dans le tableau II.5.

On parle d'essai ROCKWELL lorsque le pénétrateur est :

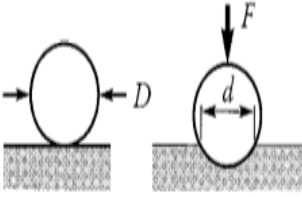
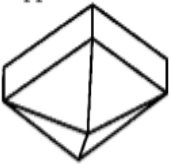
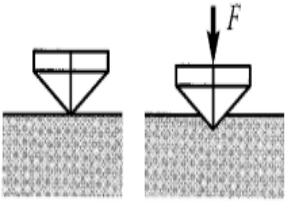
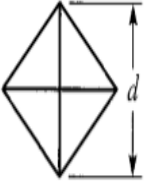

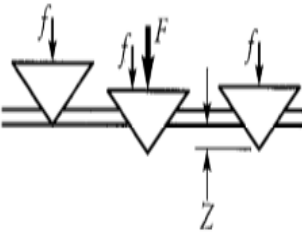
- ✚ Une bille de diamètre 1/16 de pouce en acier très dur, sur laquelle on applique une charge de 600 N. on note : HRf ;
- ✚ Une bille de diamètre 2/16 de pouce en acier très dur, sur laquelle on applique une charge de 1000 N. on note : HRb ;
- ✚ Un cône en diamant d'angle égal à 120° et ayant une extrémité sphérique de rayon 0,2 mm, sur lequel on applique une charge de 1500 N. on notera : HRC

Les mesures de dureté (HRC) dans ce travail ont été effectuées sur une machine d'essai de dureté Rockwell marque (FRANK), installée au niveau du laboratoire métrologie de l'unité de production B.C.R comme illustré la figure II.20.



Figure II.20 : Machine d'essai de dureté Rockwell type « FRANK »

Tableau II.5: Caractéristiques des principales méthodes de mesure de la dureté

Méthode d'essai	Géométrie du pénétrateur	Charge F	Principe de l'essai	Paramètre mesuré	Dureté
Brinell	Bille d'acier dur ou de carbure (10 mm de diam.)	500 ou 3000 kgf		Diamètre de l'empreinte (d)	$HB = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$
Vickers	Pyramide de diamant à base carrée; angle entre les faces opposées: 136° 	5 à 100 kgf (microdureté: 5 à 1000 gf)		Diagonale de l'empreinte (d) 	$HV = \frac{1,854 F}{d^2}$
Rockwell C	Cône de diamant d'angle au sommet de 120° 	Précharge f de 10 kgf; $F = 150$ kgf		Profondeur de l'empreinte (Z)	$HRC = f(Z)$
Rockwell B	Bille d'acier dur (1,59 mm de diam.)	Précharge f de 10 kgf; $F = 100$ kgf	Même principe que Rockwell C	Profondeur de l'empreinte (Z)	$HRB = f(Z)$

Ce tableau regroupe les différentes techniques pour la mesure de la dureté des alliages.

CHAPITRE III

Résultats et discussions

III. Résultats et discussions

III.1 Introduction

L'état métallurgique de la structure, avant la transformation, est alors très important et la maîtrise de ses paramètres est d'une grande importance pour la bonne compréhension de la relation microstructure - propriétés mécaniques à partir des essais de caractérisation mécanique (traction, dureté et résilience) en fonction traitements thermiques de revenu.

L'effet de la composition chimique de l'acier étudié et la teneur d'élément d'addition, joue un rôle primordial pour la compréhension des phénomènes de changement des phases lors des traitements thermiques de revenu est discuté dans ce travail.

La variation des propriétés mécaniques telles que la limite d'élasticité (R_e), l'allongement (A %), la charge maximale atteinte en traction (R_m), la dureté (HRC) et la résilience (KV) en fonction des traitements thermiques de revenus allant de 200 jusqu'à 600°C est exprimée dans ce chapitre. La recherche de ces propriétés est accompagnée par l'utilisation quotidienne de ce matériau pour la fabrication des assemblages boulonnés (vis, écrous) par l'unité BCR.

III.2 Effet de trempe sur les caractéristiques mécaniques, comparaison avec d'autres alliages

Une étude comparative des caractéristiques mécaniques à l'état trempé des aciers alliés à celle de l'acier étudié, les principales nuances de ces aciers et leurs caractéristiques mécaniques rassemblés dans le tableau ci-dessous [95].

Tableau III. 1 : Caractéristiques mécaniques des aciers faiblement alliés à l'état trempé.

Nuances	HRC	Re (MPa)	Rm (MPa)	Z (%)	A (%)	Kv(J)
41Cr4	49	960	1110	1,3	0,23	7
42Cr Mo4	51	1500	1782	2	0,3	8
30 CrMo12	-----	1200	1300	-----	11	8

Au cours d'une trempe, généralement les aciers présentent un niveau de résistance élevé, cela peut être expliqué par la transformation de phase de l'acier pendant le processus de trempe, où la structure de l'acier change immédiatement d'une phase cubique à face centrée à une phase

tétragone centrée, le carbone ne peut plus diffuser. La formation de la phase martensitique possède la même teneur en carbone que la phase austénitique, de plus elle accompagne une grande quantité de distorsion via le déplacement coordonné des atomes, ce qui augmente rapidement la résistance et la dureté de l'acier. Les valeurs présentées dans le tableau III.1, précisent le niveau de résistance atteint de l'acier étudié et d'autres aciers de la même famille.

En revanche plusieurs phénomènes interviennent simultanément et contribuent au durcissement de l'acier sous l'effet de la teneur du carbone et d'autres éléments qui constituent la composition chimique de l'acier étudié.

III.2.1 Effet du carbone

Le carbone est un élément qui présente l'effet le plus marquant sur la dureté de la martensite. Il apporte la capacité de durcissement par précipitation des carbures de fer type Fe_3C ou M_3C (M étant un élément d'alliage Cr, Mn, Mo).

D'après le tableau III.1, on constate que la dureté HRC des aciers 42Cr Mo4 (51HRC) est légèrement élevée par rapport à l'acier étudié (49HRC), cela exprime que l'effet de la teneur en carbone constituant le matériau.

Lors du refroidissement si la transformation de l'austénite en martensite ne s'est pas entièrement achevée, une quantité d'austénite résiduelle sera formée dans ce type de structure mais avec une faible proportion, en raison de la faible teneur en carbone [96].

III.2.2 Le rôle des éléments d'alliages

Les éléments d'alliages jouent un rôle important dans les aciers alliés lors de la transformation martensitique, et ce, en plusieurs niveaux. Ils influent en effet sur la vitesse critique de trempe nécessaire pour former cette phase, sur la température de début de la transformation martensitique M_s , mais également sur la morphologie de la martensite obtenue.

Il est aisé de constater via la formule d'Andrews, qu'une variation de 0,1% de carbone en solution solide peut conduire à une variation de presque 40°C sur la température M_s [97]. Cela montre l'effet des éléments d'additions en solution solide dans l'austénite qui abaissent la température M_s [45,46].

Des travaux de recherches [16,29, 62], montrent l'effet des éléments d'alliages sur les propriétés mécaniques tel que le molybdène (**Mo**), qui présente un effet bénéfique sur les propriétés mécaniques, c'est le cas de l'acier 41Cr4 comparable à celle de l'acier 42Cr Mo4 et

d'autre acier de même famille (tableau III.1). La résistance à la traction (R_m) de l'acier 41Cr4 est inférieure à celle de l'acier 42CrMo4. Elle est due à l'effet du molybdène qui améliore la trempabilité de l'acier et la diminution des grains de l'austénite d'une part et l'élimination de la fragilité par revenu à des températures allant de 400 à 500°C après trempe dans le cas des aciers spéciaux et les aciers alliés au Nickel-Chrome d'autre part [98].

En outre le chrome (**Cr**), participe à l'amélioration de la trempabilité de l'acier par la formation des carbures de type $M_{23}C_6$ et M_7C_3 , qui contribuent à la résistance à l'abrasion et s'opposent au grossissement de grain lors de l'austénitisation. En effet, divers travaux [99,100] ont mis en évidence la substitution du molybdène par le chrome dans des carbures M_2C dans le cas des aciers à outils. Selon la composition chimique de l'acier étudié (0,0087% de **P**, 0,74% de **Mn**), ces deux éléments ont un effet contradictoire, le phosphore favorise le grossissement des grains et conduit à une augmentation de la fragilité au revenu, mais le Mn conduit à l'affinement des tailles du grain, amélioration ainsi de la résistance et la ductilité dans le cas d'un alliage C-Mn qui a des teneurs allant du 0.74 au 1.52% en Mn [101,102]. La (figure III.1), montre la morphologie de la taille des grains d'austénite à l'état trempé des aciers alliés 41Cr4 et 42CrMo4.

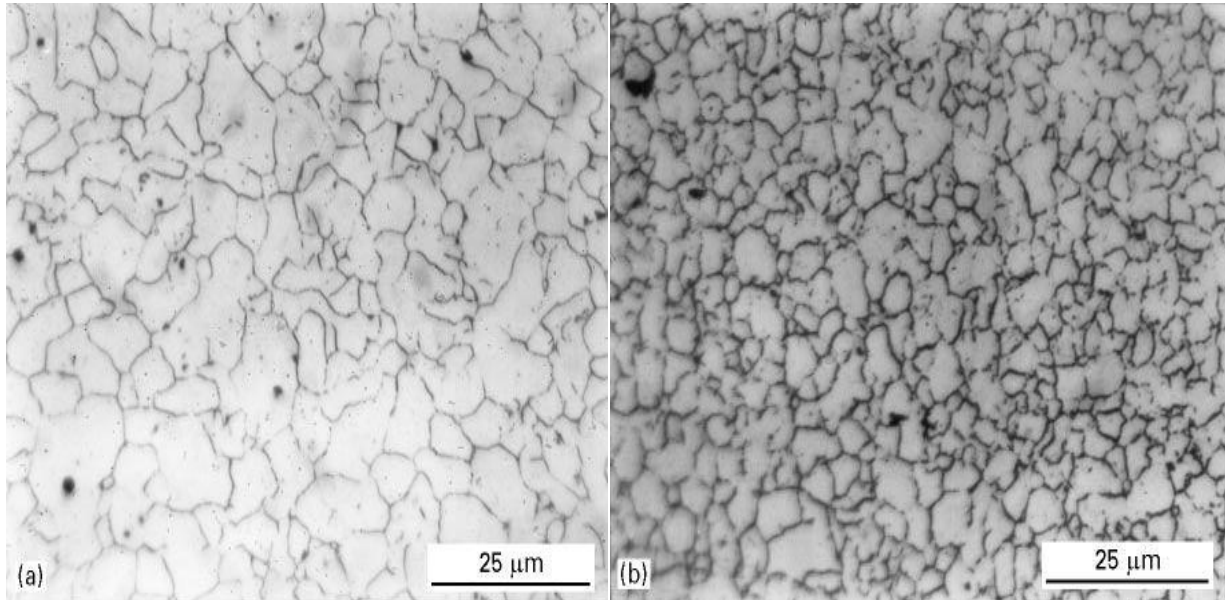


Figure III.1 : Morphologie de l'austénite à l'état trempé : a) acier 41Cr4, b) acier 42CrMo4 [95]

III.2.3 Morphologie de la martensite de l'acier 41Cr4 a l'état trempé

Lors de la transformation martensitique, la variation de la concentration de la teneur en carbone modifie donc les transformations de phase, différentes formes de la structure martensitique vont apparaître, on distingue la martensite en lattes ou la martensite en plaquettes, ces deux morphologies dépendant de la teneur en carbone de l'acier [35,36].

Pour un acier à faible teneur en carbone, ne dépassant pas les 0,6%, la morphologie de la martensite en lattes est observée et pour des teneurs en carbone supérieure à 1%, seule la morphologie de la martensite en plaquettes est présente [103]. En outre le carbone stabilise la phase de transformation austénitique, plus la teneur en carbone est forte, plus la ferrite à besoin de temps pour se former.

La (figure III.2), présente la microstructure observée de l'acier 41Cr4 à l'état trempé (austénitisation à 850°C de 30 mn, suivi d'une trempe à l'huile), obtenue par le microscope optique. Sur cette figure on ne peut pas vraiment discuter la morphologie finale de cet acier.

A l'état trempé la morphologie de l'acier étudié est une structure *martensitique en lattes* qui se constitue de paquets de lattes grossièrement parallèles. Suite à des travaux de recherches, prouvant que lors de la trempe il se forme des aiguilles de martensite ayant une forme des lattes noyées dans une matrice bainitique, toutefois, la formation de la phase martensite trempée (**M**) se caractérise par la formation des plaques de cémentite Fe_3C dans la matrice ferritique [104,105].



Figure III.2 : Micrographie optique de l'acier 41Cr4 à l'état trempé (grossissement X400)

III.2.3.1 Effet de la composition chimique et la température Ms sur la formation martensitique

Des travaux de recherches [45-47], montrent l’effet de la teneur d’éléments d’alliages lors de la formation de la martensite, l’augmentation de la teneur en élément entraîne le passage d’une morphologie de la martensite en lattes à une morphologie de la martensite en plaquettes.

Généralement, dans le cas des alliages, la formation de la structure martensite en lattes se fait à des points ayant des températures de début de transformation martensitique (**Ms**) élevés, d’ailleurs la formation de la structure martensite en plaquettes se fait à des points ayant des températures (**Ms**) basses ,comme déjà indiquer par différents auteurs [42-48], le tableau III.2, présente la morphologie des différentes nuances d’aciers et leurs températures de début de transformation martensitique (**Ms**).

D’après les diagrammes TTT et TRC relatif à l’acier étudié, les températures de début et fin de transformation austénitique ($Ac_1=740^{\circ}C$, $Ac_3=800^{\circ}C$) et la température de début de transformation martensitique est élevée ($M_s = 320^{\circ}C$, $M_f = 100^{\circ}C$).

En dépit de tous ces paramètres, on conclut que la morphologie de l’acier 41Cr4 est une structure martensitique en latte à l’état de trempe.

Tableau III.2 : Morphologie de la martensite formée par trempe de différents alliages [95,106]

Nuances d’aciers	Températures Ms	Morphologie de la martensite
42CrMo4	320°C	Martensite en lattes
Fe-70Ni	370°C	Martensite en lattes
36CrNiMo4	350°C	Martensite en lattes
Fe-7Mn-0,25C	190°C	Martensite en plaquettes

III.2.4 Macrographie de la rupture de l'acier 41Cr4 à l'état trempé

La (figure III.3), présente une micrographie (échelle macroscopique) des faciès de rupture de l'acier étudié après trempe, des prises photos sur les éprouvettes rompues après les essais de résilience.

D'après, la figure ci-dessous, on observe une rupture entièrement plate qui présente un aspect brillant avec pratiquement l'absence de déformation plastique après trempe.

On constate aussi que les éprouvettes ont cassées avant que le matériau atteint son état de résistance, cela est dû aux taux élevés des contraintes lors de la trempe.

L'état le plus résistant de tous les états de traitements thermiques est l'état trempé, il se caractérise par une résistance élevée, accroît les contraintes résiduelles et produit des défauts types (tapures), ce qui montre dans la structure martensitique obtenu après trempe.

Un phénomène de durcissement est présent dans cette phase, vu l'aspect dure de la structure martensitique obtenu après trempe, le durcissement a un caractère physico-chimique avec le réseau cristallin du fer α très déformé par la présence des atomes de carbone [95].

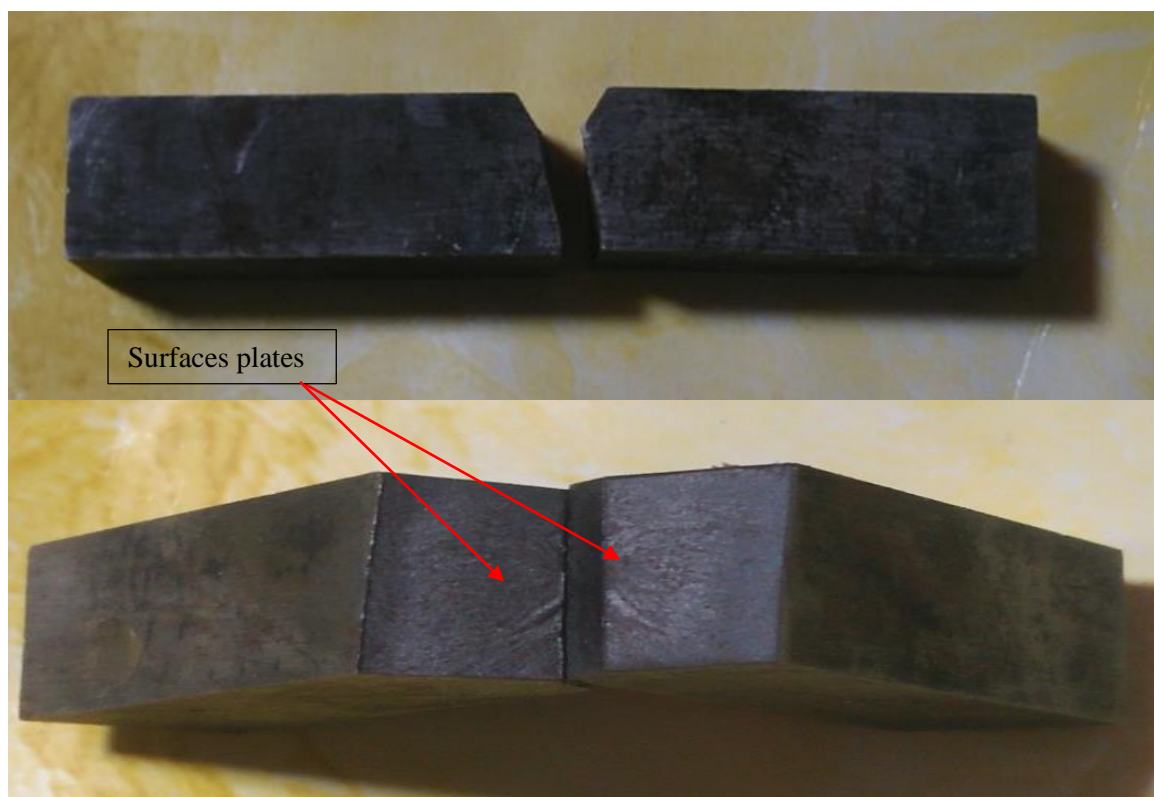


Figure III.3 : Macrographie de rupture d'éprouvette de résilience l'état trempé

III.3 Effet du revenu sur les propriétés mécaniques de l'acier 41Cr4

Les résultats des caractéristiques mécaniques, telles que les valeurs de la limite d'élasticité (Re), la résistance maximale à la rupture (Rm), la dureté (HRC), allongement à la rupture ($A\%$) et l'énergie-de rupture obtenue par choc (Hv) sur cet alliage au moyen des essais mécaniques usuels de (traction, dureté et résilience) en fonction des traitements thermiques de revenu sont rassemblés dans le tableau III.3.

Un traitement d'austénitisation à 850°C pendant 30 min des échantillons (éprouvettes de traction & résiliences) de l'alliage étudié, suivi par une trempe dans un bain d'huile puis une succession de revenu isotherme d'une heure (1h) pour chaque échantillon dans une gamme de température de revenu allant de 200°C à 600°C et les maintiens à l'aire libre, le schéma récapitulatif du cycle thermique appliqué à l'acier étudié est présenté dans le chapitre II. La (figure III.4), montre un échantillon des éprouvettes de résilience rompue pour différentes températures de revenu.

Etat de revenu	Vue latérale des surfaces de rupture	Vue de face des surfaces de rupture
200°C		
300°C		
400°C		

Figure III.4: Eprouvettes de résilience rompue pour différentes températures de revenu

Tableau III.3: Caractéristiques mécaniques de l'acier 41Cr4 en fonction des traitements thermiques de revenu

Etat structural	Revenu 200°C	Revenu 300°C	Revenu 400°C	Revenu 500°C	Revenu 600°C
Re [MPa]	1586,11	1486,10	1377,02	970,16	773,18
Rm [MPa]	1703,08	1600,13	1509,10	1061,03	880,05
A [%]	2,35	3,67	4,04	8,05	9,66
Z [%]	11,6	17,2	50	52,25	62,15
KV [J]	9,51	10,33	17	99,33	118,66
HRC	48	44	38	28	24
K_{IC} [MPa \sqrt{m}]	5,52	6,07	10,39	63,24	75,69

III.3.1 Évolution de la limite élastique (Re) et la résistance à la rupture (Rm) en fonction des températures de revenu

Les valeurs relatives à la limite d'élasticité (*Re*) et la résistance à la rupture (*Rm*) varient dans le même sens (figure III.5). Sur cette figure, on observe une décroissance progressive des deux grandeurs entre les plages de température de revenu de 200°C à 600°C. Cette diminution serait responsable d'un phénomène d'adoucissement déjà observé sur les courbes de dureté, dans le cas de cet acier.

Sachant qu'au cours du revenu, l'évolution des contraintes internes est induite par des différentes déformations lors de la trempe, Il s'agit de la déformation élastique, de la déformation due à la dilatation thermique des phases, de la déformation plastique due à

l'adoucissement de la matrice et des déformations dues aux précipitations des carbures et à la décomposition de l'austénite résiduelle.

D'après cette figure, on distingue trois stades de la limite d'élasticité (Re) et la résistance à la rupture (Rm) en fonction de la température de revenu :

Stade I :

Avec l'augmentation de la température de revenu jusqu'à 400°C, la limite d'élasticité et la résistance à la rupture diminue légèrement d'environ 100 MPa.

Stade II :

Lorsque la température de revenu atteint les valeurs de 400 à 500°C, la limite d'élasticité et la résistance à la rupture diminuent fortement de 1377 à 970,6 MPa pour (Re) et 1509 à 1061 MPa pour (Rm).

Stade III :

Lorsque la température de revenu atteint les valeurs de 500 à 600°C, la limite d'élasticité (Re) et la résistance à la rupture (Rm) diminuent progressivement environ 200 MPa.

On constate que les valeurs des caractéristiques mécaniques relatives à la résistance à traction et la résistance à la rupture, restent stable dans le premier stade du revenu qui s'étend d'une gamme de température de 200 à 400°C, une sensible diminution est observée jusqu'aux températures qui correspondent le deuxième stade revenu (400°C - 500°C), montrant le comportement d'adoucissement dans le cas de cet acier. Au-delà de la température de revenu 500°C qui correspond le troisième stade de revenu ces courbes amorcent une nette diminution qui se traduit par une sensible augmentation de la ductilité du matériau.

Des interprétations données par nombreuses auteurs [108-110], expliquent qu'avec une augmentation de la température de revenu, la concentration du carbone dans la martensite trempée diminue en raison de la diffusion des atomes de carbone par conséquent, la résistance de la martensite trempée diminue et sa ductilité augmente. Parallèlement, par le rejet de carbone de la structure martensitique, les premiers carbures se forment, de structure hexagonale compacte sont des carbures de fer epsilon (ϵ), comme il puisse conduire à la formation des précipités fins des carbures alliés type Mo_2C , qui donnent un effet de durcissement structural du matériau [16,111].

Comme résultat, plus la température de revenu est élevée, plus la densité de dislocation, et le taux de durcissement diminue [112-114], la limite d'élasticité et la résistance mécanique à la rupture augmentent avec la fraction de la martensite et la concentration en carbone dans la structure martensitique, cependant l'effet secondaire est une baisse de la ductilité. Le comportement à la résistance mécanique (R_e , R_m) s'explique par l'effet de type « composite » dû à la présence de particules dures [115].

Des travaux de recherches [116,117], prouvant aussi que la limite d'élasticité augmente légèrement quand la température de revenu est inférieure à 200°C, cette augmentation est le résultat du durcissement des particules de carbure epsilon (ϵ) qui germe dans la matrice, la précipitation fine dans l'austénite résiduel qui mènerait à une plus grande stabilité dans cette gamme de température. Lorsque la température de revenu dépasse les 200°C, la limite d'élasticité et la résistance diminuent rapidement. L'interprétation de cette diminution peut expliquer par l'effet d'austénite résiduelle γ_r qui serait responsable de la transformation martensitique, d'ailleurs dans le cas de l'acier étudié apparemment il ne contient que très peu d'austénite résiduelle γ_r selon de la teneur en carbone de l'acier étudié. Ainsi, pour des aciers à faible teneur en carbone (inférieure à 0,5%), la teneur en austénite résiduelle reste négligeable, alors que pour des teneurs en carbone supérieures à 1%, une proportion d'austénite résiduelle supérieure à 30% est couramment observée.

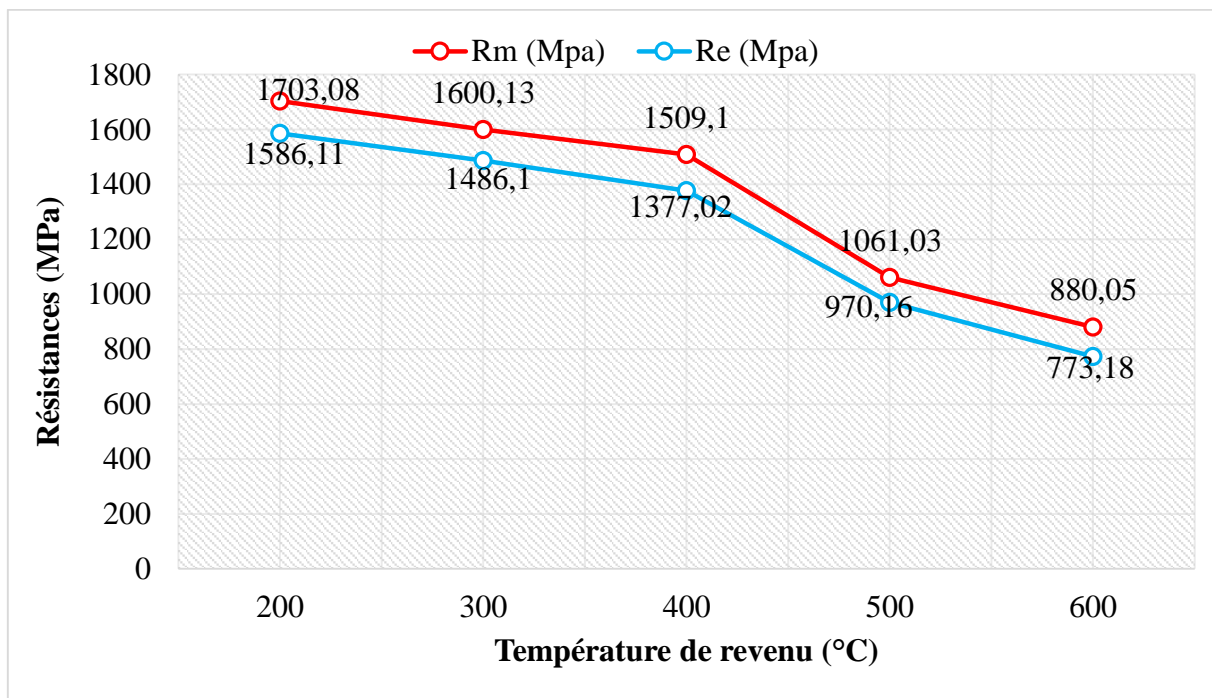


Figure III.5 : Variation de la limite d'élasticité (R_e) et la résistance à la rupture (R_m) en fonction de la température de revenu

III.3.2 Évolution de la dureté HRC au cours du revenu

La (figure III.6), montre l'influence de la température des revenus sur la dureté Rockwell (HRC). On constate sur cette figure, que la dureté de l'acier 41Cr4 diminue progressivement à partir de 48 HRC à 24 HRC à mesure que la température des revenus augmente dans une gamme des températures allant de 200 à 600°C.

On observe aussi que les valeurs de la dureté Rockwell (HRC), à basse températures de revenus 200 - 400 °C est supérieure à celle des plages de températures de revenus 400-500°C et 500-600°C. Ce qui nous montre qu'à différents procédés de traitement thermique donnent des valeurs de dureté différentes. Une diminution progressive des valeurs de dureté HRC, dans les plages de températures de revenus de 200- 400°C et 500°C - 600°C environ 4 HRC, mais une diminution brusque des valeurs de dureté environ 10 HRC dans la plage des températures de revenus 400°C à 500°C [16,20,67]. L'interprétation de cette diminution peut être expliquée par la transformation des phases de l'acier étudié pendant le processus de trempe, la morphologie de structure martensitique (diminution de la tétragonalité), la diminution de la densité de dislocation au sein des lattes de martensite et la formation de carbure de transition qui conduit à la réduction de la dureté comme montrer par divers auteurs [95,100,115].

Plusieurs auteurs [11, 14,116], ont indiqués que la diminution des valeurs de la dureté au cours du revenu aux températures comprise entre 200°C-600°C, due à l'effet austénite résiduelle γ_r et le grossissement de la taille des carbures de transition, pour un acier 16Cr-2Ni, l'interprétations de la baisse de la dureté est due à la précipitation du carbures M_3C qui provoque le ramollissement de la martensite à cause de l'épuisement en carbone.

Le matériau 41Cr4 à une structure martensitique combinée de bainite après trempe [22,86], le rejet de carbone pour ces deux phases est le facteur majeur contrôlant toutes les transformations microstructurales. Les éléments d'addition tels que Cr et Mn sont également connus par la formation de bainite lors de refroidissement continu, l'augmentation de la teneur en Mn et Cr conduit à la diminution de l'épaisseur de la plaque bainitique et l'augmentation de la fraction volumique de l'austénite résiduelle γ_r . La formation de la bainite peut également être produite par la décomposition de l'austénite γ lors de la trempe, un petit changement des valeurs de dureté à basses températures de revenu entre 200 et 300°C (48 - 44 HRC) est observé, ce changement est attribué à l'effet de ramollissement de la martensite dure et à la recristallisation de la ferrite lors du revenu [117,118].

Dans le cas de l'alliage étudié, le phénomène de durcissement secondaire n'est pas observé au-delà d'un revenu à 400°C, ce phénomène est observé par des divers auteurs à des températures de revenu de l'ordre de 400-550°C sur des alliages industriels de nuances au chrome [119,120]. En effet, dans le cas des aciers alliés au chrome qui ont des teneurs plus de 5% Cr, le durcissement secondaire observé après revenu est attribué à la précipitation de carbures allié de type M_7C_3 ou $M_{23}C_6$, outre le fait que ces carbures en constituant une précipitation grossière, ne participent au durcissement secondaire, de plus la teneur en chrome doit être suffisamment élevée pour que la précipitation de carbures de chrome puisse être observée [112,121].

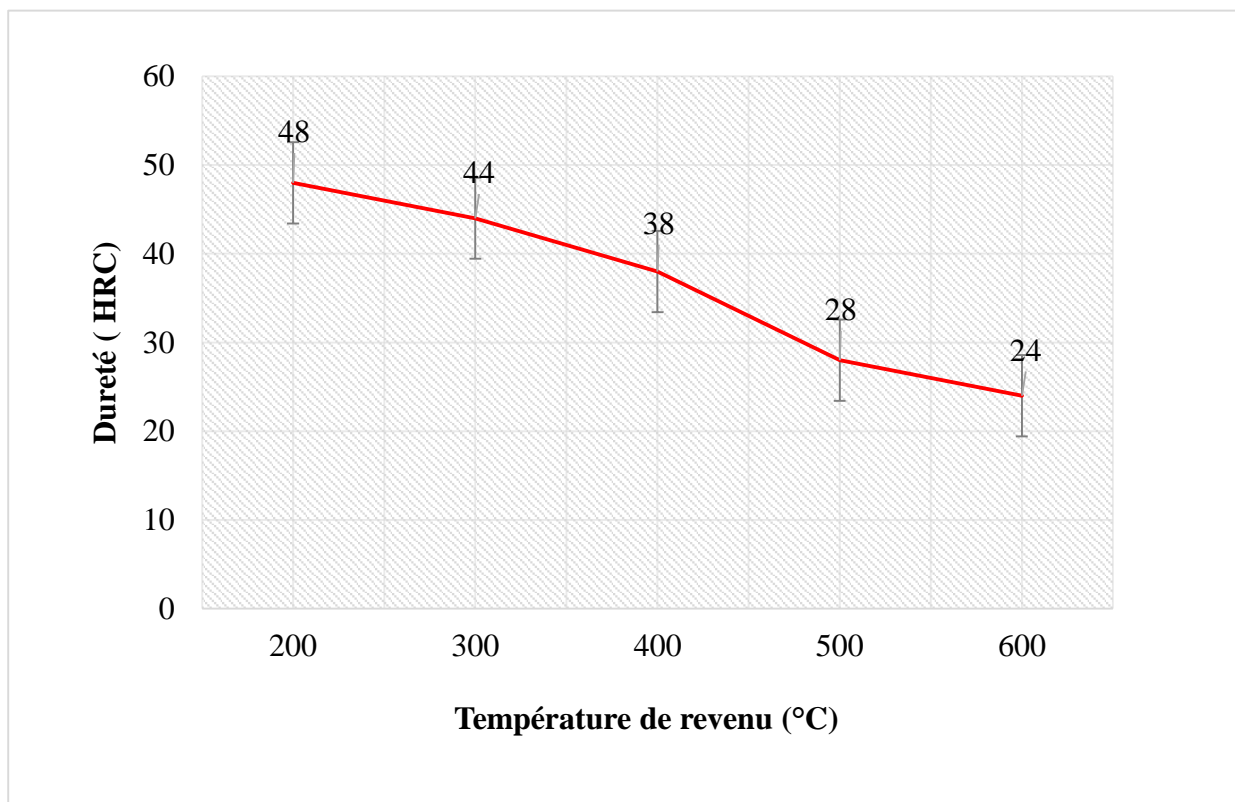


Figure III.6 : Variation de la dureté (HRC) en fonction de la température de revenu

III.3.3 Energie de rupture (Kv)

L'énergie de rupture obtenue par résilience a été mesurée sur des éprouvettes à entaille en V. Les résultats des tests d'impact en fonction de la température de revenu sont présentés dans la (figure III.7), on constate de cette figure l'existence de quatre stades :

Stade 1 : avec l'augmentation de la température de revenu jusqu'à 300°C, l'énergie de rupture (Kv) augmente lentement ;

Stade 2 : de 300 à 400°C, l'énergie de rupture (Kv), augmente légèrement environ de 7 J ;

Stade 3 : de 400 à 500°C, l'énergie de rupture (Kv), augmente brusquement de 17 à 99,33 J ;

Stade 4 : de 500 à 600°C, l'énergie de rupture (Kv), augmente assez nettement environ 20J.

Sur cette courbe, on voit que l'énergie de rupture s'améliore avec l'augmentation de la température de revenu, on peut voir aussi aucun phénomène de fragilisation (TME) par revenu de l'acier étudié selon la littérature [22, 122] contrairement aux autres aciers de même familles alliés au Cr Mo et Ni Cr Mo qui présente un aspect de fragilisation par revenu. Cela nous montre que l'acier 41Cr4 présente une bonne alternative pour la fabrication des pièces de haute résistance.

Des travaux de recherches, montrent que le phénomène de fragilisation par revenu (TME) est observé lorsque la température de revenu est de l'ordre 200 -300 °C, l'énergie de rupture diminue puis elle augmente au-delà de la température de revenu 300°C [91, 100, 123]. L'absence de ce phénomène dans le cas de l'acier étudié s'explique par la composition chimique et la teneur des éléments qui le constituent, en particulier le phosphore (P) et le soufre (S) qui sont des principaux éléments qui favorisent les mécanismes de la fragilisation par revenu (TME) est la ségrégation des éléments d'impuretés au niveau des joints de grains d'austénite pendant l'austénitisation et le revenu [124,125].

On constate aussi que malgré la teneur plus élevée entre Mn et Si (%Mn + %Si = 0,99%) est supérieure aux teneurs minimales (%Mn + %Si = 0,73 – 1,04%) [39, 40], ce phénomène n'existe plus dans le cas de l'acier 41Cr4, d'ailleurs une faible teneur de Mo (0,04%) dans cet acier peut diminuer la sensibilité à la fragilité par revenu, puisque l'interaction du Mo avec les impuretés peut empêcher leur précipitation dans les joints de grains, conduisant ainsi à la réduction de ce phénomène. De plus, le Mo peut stabiliser l'austénite résiduelle et freiner sa décomposition complète [63].

Le niveau d'énergie de rupture (figure III.7), indique la capacité du matériau 41Cr4 à absorber la déformation plastique au cours du processus de rupture ce qui traduit son comportement ductile. On constate de cette courbe que le niveau d'énergie de rupture a un domaine de transition ductile-fragile en fonction de l'évolution de la température de revenu selon les littératures [63,121].

- Un domaine de rupture fragile entre les températures de revenu 200 - 400°C ;

- Un domaine de transition fragile - ductile entre les températures de revenu 400- 500°C ;
- Un domaine de rupture ductile qui s'étend au-delà de la température de revenu 500°C.

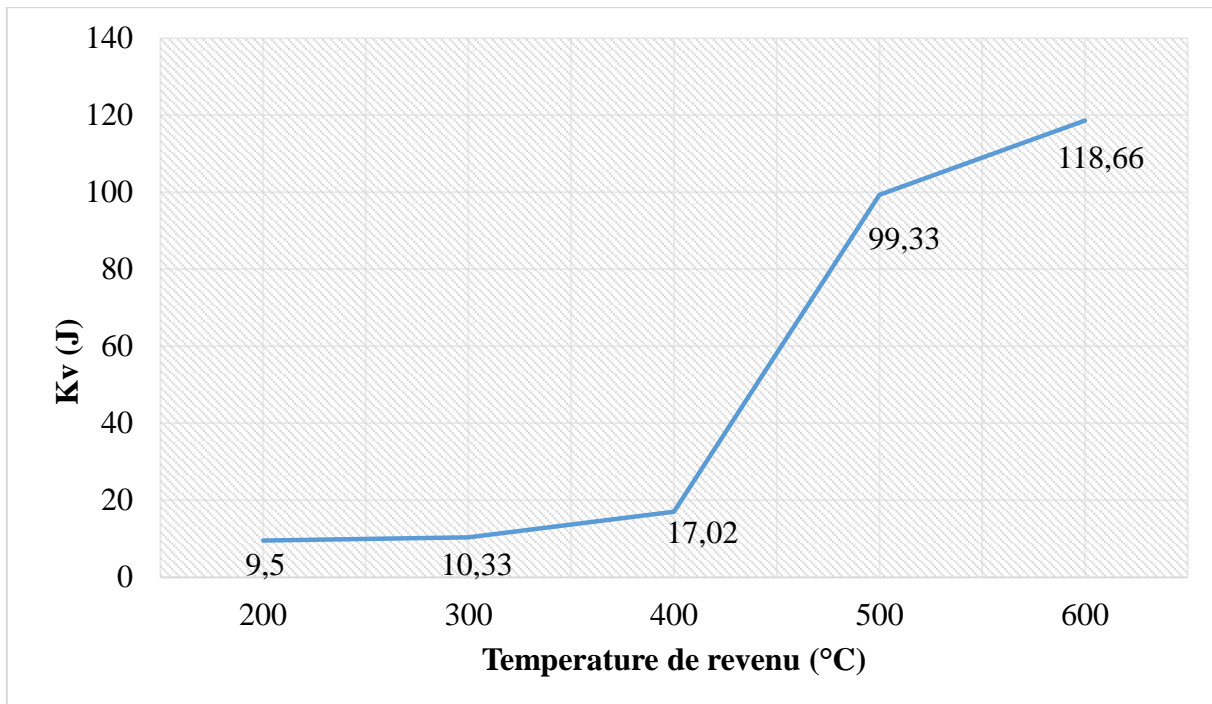


Figure III. 7 : Variation de l'énergie de rupture K_v (J) en fonction de la température de revenu

III.3.4 Allongement (A%)

L'évolution de l'allongement en fonction des températures de revenus est présentée sur la (figure III.9). D'après cette figure, on observe que l'allongement en pour cent A (%) de l'alliage étudié augmente à mesure que la température de revenu augmente jusqu'à la température de revenu 600°C, il est constaté qu'à basse température de revenu (200°C), l'allongement est très faible environ (1.8%), ce qui montre le passage d'un état trempé à un état du 1^{er} revenu et la ductilité du matériau 41Cr4 reste un peu plus faible à des basses températures de revenu.

Comme montré par Salemi et al dans le cas d'un acier allié [63], le pourcentage d'allongement augmente progressivement à mesure que la température de revenu augmente en raison des faibles taux de concentration des densités des dislocations et d'écrouissage.

On observe aussi que le traitement de revenu entre les températures 500 - 600°C n'a pas un grand effet sur l'allongement de l'acier 41Cr4, cependant, il y avait un effet considérable après la température de revenu 400°C en environ (4%). Ces résultats sont conformes aux

littératures [22], d'après leur étude comparative entre l'alliage étudié 41Cr4 avec celle de même famille (42 CrMo4), ils ont trouvé qu'à des températures de revenu entre 500-650°C, l'allongement de l'acier 41Cr4 n'a pas trop évolué par rapport à la température de revenu de 450°C. l'augmentation de l'allongement au-delà de cette température s'explique par l'apparition des carbures alliés pour les aciers enrichis en éléments d'alliages carburigènes tel que le (Cr, Mo,...).

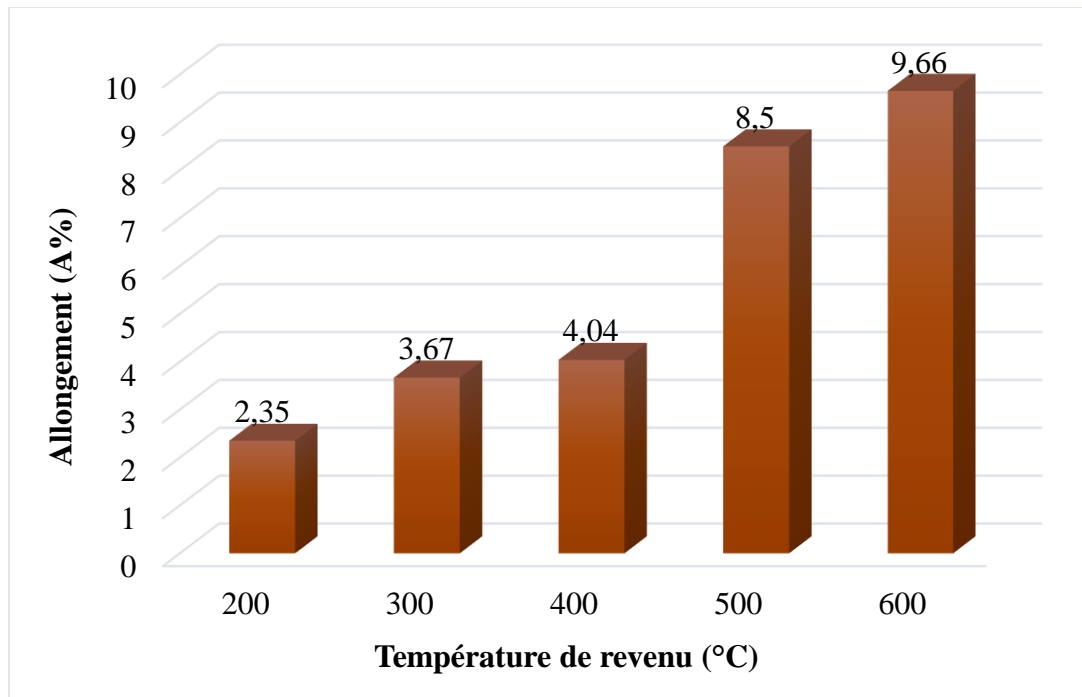


Figure III.8: Variation de l'élongation A (%) en fonction de la température de revenu

III.3.5 Evolution de la taille des grains lors du traitement de revenu

La figure III.9, présente l'évolution de la taille des grains en fonction de la température de revenu, sur cette figure on constate qu'à des températures de revenu dans la plage de température de 200°C - 300°C, la taille des grains n'a pas trop évoluée, alors qu'au-delà de la température de revenu de 300°C, la taille du grain évoluera progressivement jusqu'à atteindre la valeur de 14 μm ce qui est correspond à la température de revenu de 600°C.

L'effet de la taille des grains sur la résistance mécanique à la traction (R_e) est mis en évidence par la formule de Hall-Petch. Elle démontre que, plus la taille des grains est fine, plus la limite élastique et la résistance à la rupture sont élevées car l'affinage des grains augmente le nombre des joints de grains qui empêchent le mouvement des dislocations.

La relation de Hall-Petch fait le lien entre la taille des grains et la limite d'élasticité conventionnelle dans un acier [126].

$$\sigma = \sigma_{el} + K(d)^{-1/2} \quad (\text{III.1})$$

Dans notre cas l'augmentation de la taille des grains au fur et à mesure que la température de revenu augmente peut-être expliquée par le mouvement des dislocations. Diverses littératures [127-129], ont montrées l'effet de la taille des grains austénitiques sur les propriétés mécaniques et la transformation martensitique. Autre recherche [130] montre que le grossissement des grains dépend de la température maximale de chauffage (austénitisation) et du temps de maintien à cette température, il se trouve que les échantillons austénitiser pendant 30 minutes fournissent de bonnes caractéristiques mécaniques (R_e , R_m) et de dureté par rapport à d'autres échantillons austénitisés pendant 240 et 480 min cas d'un acier moyenne teneur en carbone.

D'autre part, la dureté diminue à mesure que la taille des grains augmente, puisque les joints de grains agissent comme des obstacles au mouvement de dislocation qui rend la déformation du grain plus dure, ce qui augmente la dureté [131,132].

Comme résultat l'évolution des caractéristiques mécaniques (R_e , R_m) et dureté ont une relation avec taille des grains d'austénite et du temps de maintien.

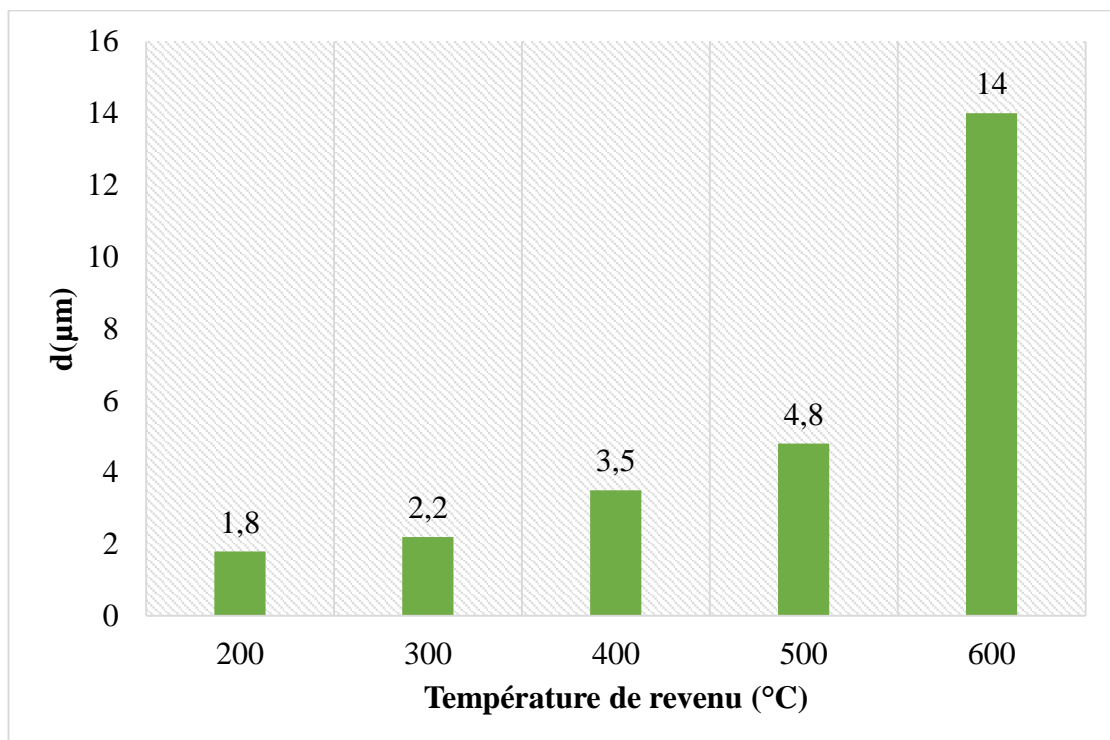


Figure III.9 : Évolution de la taille des grains (μm) en fonction de la température de revenu

Comme conclusion, le raffinement de la taille des grains permet d'atteindre une plus grande concentration de carbone dans l'austénite (distance de diffusion du carbone plus petite) et donc dans la martensite, et par là même une plus grande résistance mécanique. La taille des grains joue aussi sur la manière dont la martensite se comporte

III.3.6 Effet du traitement thermique sur la microstructure

Afin de transformer complètement la microstructure du matériau étudié en austénite, une étape d'austénitisation précédente, qui consiste à chauffer les échantillons à une température d'austénitisation de 850°C. Par la suite, on a effectué une trempe à l'huile où sa microstructure se transforme en martensite.

Pour avoir des bons conditions d'austénitisation, il faut que les grains de la microstructure soient les plus fins possibles, que les carbures présents soient dissous au maximum dans la phase austénitique mais aussi que la taille des grains soit semblables.

L'évolution de la microstructure au cours des traitements de revenu de l'alliage 41Cr4 a été faite à l'aide d'une microscopie optique pour des échantillons traités à des températures de revenu 200°C, 400°C et 600°C. Les résultats de ces observations sont présentés sur la (figure III.10).

A une température de revenu 200°C, la microstructure de l'échantillon (Figure III.10 (a)) se compose de la martensite en lattes qui diffère légèrement de la micrographie d'échantillon à l'état trempé [133-135]. La maille martensitique ainsi appauvrie en carbone est plus couramment appelée martensite α , sa teneur en carbone pouvant descendre jusqu'à 0,2% à 0,25 %.

Cependant, une proportion d'austénite résiduelle est présente dans notre alliage en quantités appréciables comme déjà indiqué par des travaux de recherches dans le cas des aciers faiblement alliés qui ont des teneurs en carbone entre (0,4 - 0,5%) [136,137]. Cette étape correspond le premier revenu qui est caractérisée par la précipitation de carbures de transition très fins tels que le carbure de fer epsilon (ϵ) ou d'autres carbures de transition, une perte partielle de tétragonalité dans la structure martensitique se produit également au cours de la première étape de revenu [138].

D'après la littérature [139], un *revenu détente* est réalisé dans une plage de température de revenu entre 140 °C et 200° qui vise à diminuer les contraintes internes et relever la limite d'élasticité des matériaux.

Lorsque la température de revenu augmente à 400°C (Figure III.10 (b)), la microstructure de l'échantillon est principalement constituée de la martensite, la ferrite et de la cémentite Fe₃C. Selon la littérature [139] au-delà de cette température et à partir de 450°C, on distingue un revenu *d'adoucissement* qui vise la décomposition complète de la martensite par précipitation du carbone sous forme de cémentite Fe₃C. Au cours de cette étape, le retour à l'équilibre de la maille martensitique se traduit par la perte de la tétragonalité de la maille. De plus, les plus petites particules se dissolvent, le carbone ainsi libéré servant alors à la croissance des plus grosses particules de cémentite. Ce phénomène de coalescence se produit à une température comprise entre 300°C et 400°C. La morphologie de la cémentite change : les particules deviennent progressivement sphériques. Des travaux de recherches [58,140], ont expliqués que la décomposition d'austénite résiduelle favorise la formation de la cémentite Fe₃C et de la ferrite dans une plage de température de revenu (300- 450°C). Williamson et al [141] ont déterminés que la transformation d'austénite résiduelle est complète à une température de revenu 300°C pour des alliages à teneur moyenne en carbone, ils sont constatés que la microstructure d'un acier allié 36CrNiMo4 trempé et revenu à 350°C se compose montre de la cémentite interlatte dans la structure martensitique. Au fur et à mesure les particules de cémentite Fe₃C grandissent, les particules de carbure de fer epsilon (ε) disparaissent progressivement et la martensite perd sa tétragonalité et devient ferrite.

La microstructure de l'échantillon correspond à la température de revenu 600 °C (Figure III.10 (c)), semble de la composition des grains ferritique et des carbures de cémentite. Gojic et Kosec [16] ont montrés que la microstructure correspondent à la température de revenu 600 °C se compose de carbure de la cémentite orthorhombique (Fe₃C, orthorhombique) dans le cas d'un acier faiblement allié au chrome, autre travaux montrent qu' à des températures de revenu entre 500 et 600°C est nécessaire pour la plupart des éléments d'alliage qui se diffusent pour la formation des carbures allié comme illustré par divers travaux de recherches [138-144]. Pour les aciers contenant des éléments carburigènes et lorsque le revenu s'effectue au- delà d'une température de 500°C environ, il se forme des carbures enrichis en éléments d'alliage. Leur formation est justifiée par la recherche de l'équilibre du système, ces carbures étant thermodynamiquement plus stables que la cémentite.

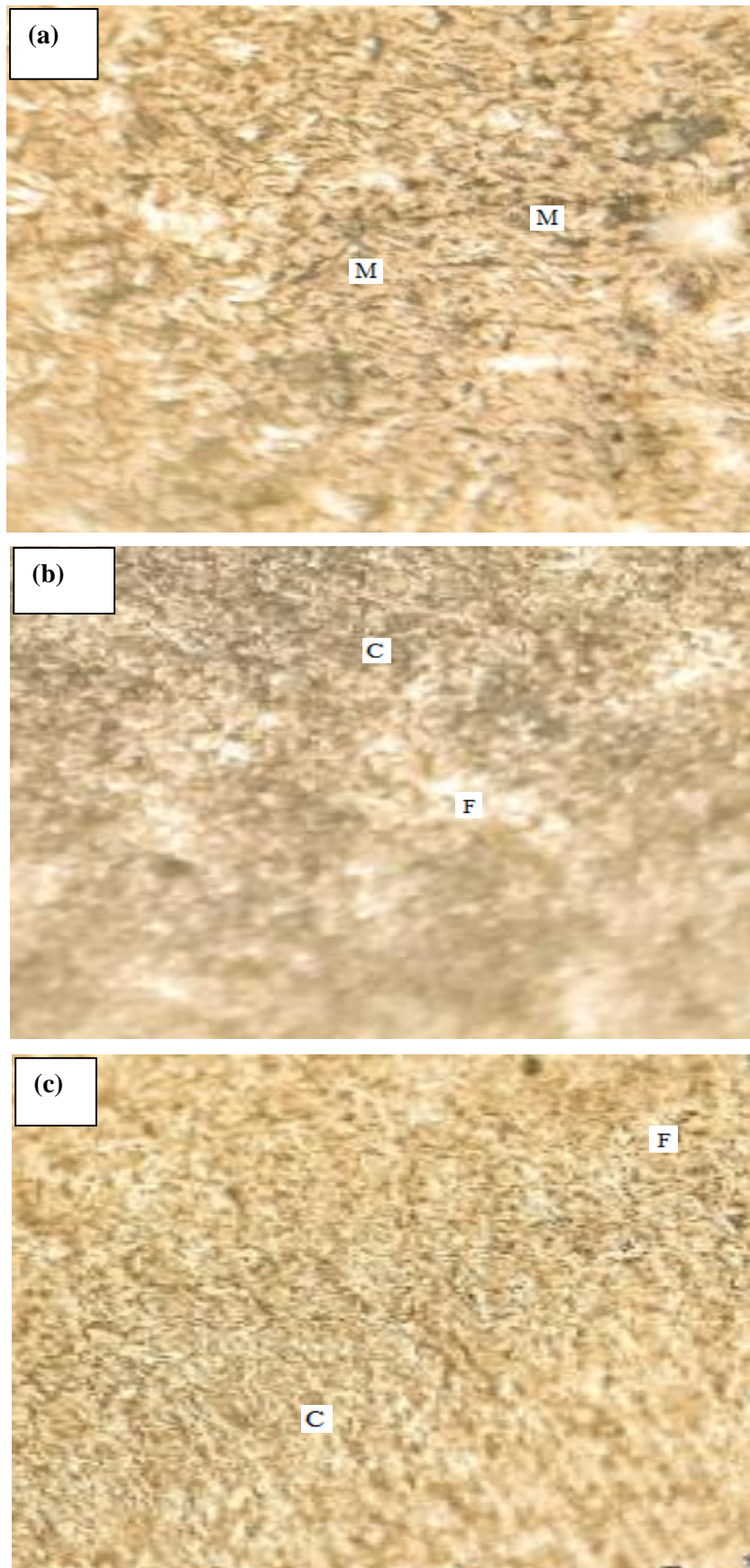


Figure III. 10: Micrographies de l'acier 41Cr4 (a) Revenu 200°C, (b) Revenu 400°C ; (c) Revenu 600°C (grossissement X 400)

Conclusion Générale

Conclusion Générale

L'objectif de la présente étude est la caractérisation expérimentation des propriétés mécaniques d'un acier industriel faiblement allié employé pour la fabrication des pièces mécaniques par l'initié BCR Oued Rhiou.

À travers ce travail, on a pu mettre en évidence l'effet des traitements thermiques de revenus de 200°C jusqu'à 600°C sur le comportement mécanique de l'acier le 41Cr4. Les valeurs des caractéristiques mécaniques (limite d'élasticité, résistance à la traction, allongement, dureté et l'énergie de rupture), varient notablement au cours de ces traitements thermiques de revenu appliqués.

Les résultats montrent que l'effet des traitements thermiques de revenus et la composition chimique de l'alliage étudié sont plus significatifs sur les propriétés mécaniques monotones de traction et de résilience. En effet, la limite d'élasticité, la résistance à la traction et la dureté diminuent avec l'augmentation de la température de revenu par contre l'allongement augmente.

La diminution des valeurs de la dureté ainsi que les valeurs des résistances mécaniques (R_e , R_m) à mesure que la température de revenu augmente est due aux effets de la composition chimique de l'acier étudié en particulier le carbone, d'austénite résiduel formée lors de la trempe et par la formation des carbures de transition lors du traitement revenu dans les plages (200°C - 600°C). Un comportement d'adoucissement de l'acier faiblement allié le 41Cr4 est engendré sous l'effet des traitements thermiques de revenu.

La teneur en carbone a une influence sur la microstructure de revenu notamment la micrographie de la structure martensitique vont apparaître après traitement thermique de la trempe, outre les éléments d'addition tel que le Cr, Mn ont un effet de la transformation bainitique lors de la trempe. Au-delà de la température de revenu 400°C la totalité de la structure martensitique est retransformée en cémentite et ferrite et tous les carbures intermédiaires ont disparu.

Pour l'essai de résilience, on n'a pas observé le phénomène de fragilisation par revenu (TME) bien que l'augmentation de la température de revenu augmente, cela peut être dû au faible teneur de molybdène Mo (0,04%) de l'acier 41Cr4 qui peut diminuer la sensibilité à la

fragilité par revenu, puisque l'interaction du Mo avec les impuretés peut empêcher leur précipitation dans les joints de grains, conduisant à la réduction de ce phénomène. De plus, le Mo peut stabiliser l'austénite résiduelle et freiner sa décomposition complète.

L'effet des traitements thermiques de revenu et la composition chimique entraînent un niveau d'énergie de rupture dans le domaine de transition fragile - ductile qui indique la capacité de l'acier faiblement allié 41Cr4 à absorber la déformation plastique au cours du processus de rupture ce qui traduit son comportement ductile.

L'acier 41Cr4 appartient à la gamme des aciers faiblement alliés il est préférable de l'utiliser pour la fabrication des pièces mécaniques qui présentent une ductilité importante.

L'examen métallographique a pour but de mettre en évidence l'effet des traitements de revenu allant de 200°C à 600°C sur la microstructure de l'acier 41Cr4. Les observations montrent que l'augmentation de la température de revenu accompagne un changement des phases tel que la morphologie de la martensite en latte, formation des carbures de transition, formation des carbures allié et la décomposition de l'austénite résiduel en ferrite et cémentite.

Recommandations futures

Il serait utile de poursuivre ce travail par une étude approfondie de la microstructure (DRX, MEB ou MET), l'utilisation d'un microscope électronique à transmission (MET) sera d'une grande importance pour confirmer la présence et de préciser la nature des précipités des carbures formés au cours des traitements thermiques de revenus appliquées. D'autres paramètres importants, tels que la taille des grains, les blocs et les lattes, ...etc

Il serait aussi important de faire une étude comparative à l'aide d'une approche expérimentale pour optimiser le choix des températures de revenu. Egalement, une étude sur le phénomène de décarburation acquise par ce matériau est importante.

Il y'a tendance aussi à l'utilisation des bi-matériaux dans l'industrie mécanique à cause de ces bonnes propriétés mécaniques.

Références Bibliographiques

- [1] Mihai Radu, Relation entre la microstructure et le comportement mécanique des aciers TRIP pour application automobile, Thèse de doctorat, Ecole Nationale supérieure des Mines de Paris, 21 juillet 2005.
- [2] Rajan KM. Effect of heat treatment of perform on the mechanical properties of flow formed AISI 4130 steel tubes. *J Mater Process Technol* 2002; 125:503–11.
- [3] Bjorhovde R. Development and use of high performance steel. *J Constr Steel Res* 2003; 60:1–8.
- [4] D. Nobili, P. Guyot, Influence du revenu et de la dimension de grain sur les propriétés mécaniques du S.A.P, *Journal of nuclear materials*, Vol. 12, 1964.
- [5] A. Sadok, Z. Semari, Influence des traitements de revenu sur les caractéristiques mécaniques d'un acier rapide, *Annales de Chimie Science des Matériaux*, vol. 26, pp. 13-20, 172001.
- [6] P. Bilmes, M. Solari, and C. Llorente, "Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr–NiMo martensitic steel weld metals," *Materials Characterization*, vol. 46, pp. 285-296, 2001.
- [7] T. Gooch, "Heat treatment of welded 13% Cr-4% Ni martensitic stainless steels for sour service," *Welding Journal-Including Welding Research Supplement*, vol. 74, p. 213s, 1995.
- [8] E. Folkhard, G. Rabensteiner, and E. Perteneder, *Welding metallurgy of stainless steels* vol. 98: Springer-Verlag New York, NY, 1988.
- [9] H. Jirkova, L. Kučerová, B. Mašek, The effect of chromium on microstructure development during Q-P process. *International Conference on Martensitic Transformations, ICOMAT-2014*.
- [10] Junya Kobayashi, Daiki Ina, Nobuo Yoshikawa, Effects of the Addition of Cr, Mo and Ni on the Microstructure and Retained Austenite Characteristics of 0.2% C–Si–Mn–Nb Ultrahigh-strength TRIP-aided Bainitic Ferrite Steels. *ISIJ International*, Vol. 52 (2012), No. 10, pp. 1894–1901.
- [11] R. Dziurka, J. Pacyna, T. Tokarski Effect of heating rate on the phase transformations during tempering of low carbon Cr-Mn-Mo alloy steel ,*archives of materials and science and engineering* ,September 2013.
- [12] G. Badinier, J.Denis Mithieuxet J.Marc Herbelin,Relation microstructure-propriétés mécaniques d'un acier martensitique inoxydable.MATEC Web of Conférences 7, 01012 (2013).
- [13] T.Ouahiba,Effet des traitements mécaniques de surface(TMS) sur l'écrouissage et la ténacité d'un acier,mémoire de magister 2012.
- [14] A.Akhiat,Effet de la teneur en carbone sur la résistance du CA6NM à la propagation des fissures de fatigue, Thèse de doctorat école polytechnique de Montréal,Décembre 2015.
- [15] Dhia Ahmed Salal,Wear resistance improvement of 41cr4 steel alloy by laser surface hardening,Diyala Journal of Engineering Sciences, December 2008.

- [16] M. Gogic, L. Kosec, P. Matkovic, The effect of tempering temperature on mechanical properties and microstructure of low alloy Cr and CrMo steel, *Journal of Materials Science*. 33 (1998) 395-403.
- [17] Colombié, M. (5-83). 2008. *Matériaux métalliques - 2ème édition*. Dunod.
- [18] Boulanger C., "Contribution à l'étude de la purification du fer et à la détermination de ses points de transformation", *Revue de métallurgie*, (1956) 53 pp311-319.
- [19] J. C. Lippold and D. J. Kotecki, "Welding metallurgy and weldability of stainless steels," *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*, by John C. Lippold, Damian J. Kotecki, pp. 376. ISBN 0-471-47379-0. Wiley-VCH, March 2005., vol. 1, 2005.
- [20] Dr. Gilles Olive, "Chimie des matériaux" 3eme Edition (2005), PP (106, 109).
- [21] Le génie pour l'industrie MEC 200. Laboratoire introduction aux traitements thermiques des aciers.
- [22] M. Bayrak, F. Ozturk, M. Demirezen, Z. Evis, Analysis of Tempering Treatment on Material Properties of DIN 41Cr4 and DIN 42CrMo4 Steels, *Journal of Materials Engineering and Performance*. 16 (2007) 597-600.
- [23] Numerische Modellierung der induktiven ein- und Zweifrequenzrandschichthärtung , von der Fakultät für Maschinenbau des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) genehmigte 26. Juli 2012.
- [24] Technical steel research promotion of the use of steels in motor vehicles through evaluation of their properties in relation to design for finite life (1st phase).
- [25] Mehl R.F., "Hardenability of Alloy Steels", American Society for Metals, (1939).
- [26] Lee S-J, Park J-S, Lee Y-K, "Effect of austenite grain size on the transformation kinetics of upper and lower bainite in a low-alloy steel", *Scripta Materialia*, (2008) 59 pp 87-90
- [27] Zajac S., Schwinn V., "Characterization and quantification of complex bainitic microstructure in high and ultra-high strength linepipe steels", *Materials Science Forum*, (2005), 500-501, pp 387-394.
- [28] T. Lipiński, A. Wach, The effect of the production process of medium-carbon steel on fatigue strength, *Archives off foundry engineering*, ISSN (1897-3310), 2010.
- [29] Bhadeshia H.K.D.H. *Worked examples in the geometry of crystals*, 2nde ed. 2001, première édition publiée en 1987 par 'the institute of Materials', London.
- [30] Murry, Guy; *Technique de l'ingénieur: Transformations dans les aciers*. 1998. *Transformations dans les aciers*, Doc M 1115. Coll. « Technique de l'ingénieur ». 249 p.
- [31] Economopoulos, M, N. Lambert et L. Habraken. 1967. *Diagramme de transformation des aciers fabriqués dans le Bénélux*, CRM, Liège, 2nd edition.
- [32] Porter, D.A. , et K.E. Easterling (110-184). 2004. *Phase transformations in metals and alloys: crystal interfaces and microstructure*, 3.
- [33] Lee, Seok-Jae, et Young-Kook Lee. 2008. « Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels ». *Materials & Design*, vol. 29, no 9, p. 1840-1844.
- [34] Li, N., J. Lin, D.S. Balint et T.A. Dean. 2016. « Experimental characterisation of the effects of thermal conditions on austenite formation for hot stamping of boron steel ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 231, p. 254-264.

- [35] Lee, Seok-Jae, Yong-Min Park et Young-Kook Lee. 2009. « Reverse transformation mechanism of martensite to austenite in a metastable austenitic alloy ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 515, no 1, p. 32-37.
- [36] Liu, K. , T.Q. He, X.L. Wan, K. Bhandari et K.M. Wu. 2011. « The effect of isothermal holding on the microstructures and mechanical properties of a low carbon alloy steel ». *Materials Characterization*, p. 340-345.
- [37] Shi, Yaowu, et Zhunxiang Han. 2008. « Effect of weld thermal cycle on microstructure and fracture toughness of simulated heat-affected zone for a 800 MPa grade high strength low alloy steel ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 207, p. 30-39.
- [38] Bhadeshia, H. K. D. H. *Bainite in steels: Upper and lower bainite*, 6, 2nd Edition. Institute of Materials, London. (189-200). 2001.
- [39] S. Denis, E. Gautier, A. Simon, G. Beck, *Stress phase transformations interaction, basics principle, modelling, and calculation of internal stresses. Material sciences and technology*, vol 1, 805-814, 1985.
- [40] N. Cavallo, *Contribution à la validation expérimentale de modèles décrivant la ZAT lors d'une opération de soudage*, thèse de doctorat, INSA Lyon, 1998.
- [41] Barralis, J., et Maeder, G. 1988. *Métallurgie : Elaboration, Structures-Propriété, Normalisation*. Paris : AFNOR Nathan.
- [42] W. Stevens et A.G. Haynes, *The temperature of formation of martensite and bainite in low alloy steels, some effects of chemical composition*, *Journal of Iron and steel Institute*, 183, p349-359 (1956).
- [43] G.E. Totten, G.E. Totten & Associates, LLC, M. Narazaki, Utsunomiya University (Japan), R.R. Blackwood and L.M. Jarvis, *Tenaxol Inc., Failures Related to Heat Treating Operations*.
- [44] S. Maropoulos, N. Ridley et S. Karagiannis, *Structural variation in heat treated low alloy steels forging*, *Mat. Sci. and Eng. A380*, 79-92, (2004).
- [45] *Heat Treating Data Book Tenth Edition E-Book*, 2011.
- [46] Tensi, Hans M., Anton Stich et George E. Totten. 1997. « Quenching and quenching technology, *Steel heat treatment handbook* ». vol. 4, p. 157-250.
- [47] J. Giusti, *Contraintes et déformations résiduelles d'origine thermique. Application au soudage et à la trempe des aciers*, Thèse de doctorat, Université Paris 6, 1981.
- [48] G. Delbart et M. Ravery, *Les recherches sur la trempe isotherme en France et à l'étranger*, *Revue de Metallurgie*, , 46, p475-502 (1949).
- [49] G. Murry, *Transformation dans les aciers, Techniques de l'ingénieur, M1115, Traités Matériaux Métalliques*, (1998).
- [50] C.Y. Kung et J.J. Rayment, *An examination of the validity of existing empirical formulae for the calculation of Ms temperature*, *Met. Trans. A.*, vol 13A, p328-331 (1982).
- [51] Anil Kumar Sinha and Bohn Piston Division. 1991. "Defects and Distortion in Heat-Treated Parts" 4. Coll. « *ASM Handbook* ». 601-619 p.

- [52] Simon, A., Denis, S., et Gautier, E. 1994. Effets des sollicitations thermomécaniques sur les transformations de phase dans l'état solide. Aspects métallurgique et mécanique. Journal de Physique IV, Colloque C3, supplément au Journal de Physique III, Vol.4, 14 p.
- [53] Martinez, M. 1999. Jonction 16MND5-INCONEL 690-316LN par soudage diffusion. Elaboration et calculs des contraintes résiduelles de procédé. Ph.D. thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mines de Paris.
- [54] J. Barralis, G. Maeder, Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés et normalisation, Nathan, Avril 1990.
- [55] ASTM.A743/A743M-06, "Standard Specification for Castings, Iron-Chromium, Iron Chromium-Nickel, Corrosion Resistant, for General Application1," ed. USA: ASTM, 2010.
- [56] K. Cooper and H. Jones III, "Phase transformation-induced grain refinement in rapidly solidified ultra-high-carbon steels," Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 33, pp. 2789-2799, 2002.
- [57] R. Pesci, Etude micromécanique et caractérisation expérimentale du comportement et de l'endommagement de l'acier de cuve 16MND5 à base température, Thèse de doctorat Arts et Métiers (ENSAM), 2004.
- [58] S. Bugat, Comportement et endommagement des aciers austéno-ferritiques vieilliss : Une approche micromécanique, Thèse de doctorat, Ecole des mines de Paris, 6 Décembre 2000.
- [59] D. Chaouch, A. Sadok, S. Benyebka et A. Chaouch, Monotonic and cyclic behavior of steel 42CD4, International Journal of Applied Engineering Research, vol.3/10, pp. 1252-1266, 2008.
- [60] K.A. Taylor, G.B. Olson, M. Cohen, J.B. Vander sande, Carbide precipitation during stage I Tempering of Fe-Ni-C martensites, Metallurgical Transactions A, Vol.20A, 1989, p2749-2765.
- [61] G. Krauss, Tempering and structural change in ferrous martensitic structures, Proc. of Int Conf, on phase transformations in ferrous alloys, A.R. Marder & J.I. Goldstein, eds. 1983, pp101-123.
- [62] S. Morito, H. Saito, T. Ogawa, T. Furuhashi, and T. Maki, "Effect of austenite grain size on the morphology and crystallography of lath martensite in low carbon steels," ISIJ international, vol. 45, pp. 91-94, 2005.
- [63] A. A. Gamal, Etude des processus physiques et physico-chimiques intervenant au cours des traitements de revenu d'aciers à haute résistance. Etude de leurs incidences sur les propriétés mécaniques, la ténacité et l'apparition des phénomènes de fragilité, Thèse de docteur ingénieur, Université Paris VI, Mai 1980.
- [64] A. Ataiwi, P. Lehr, Influence des traitements thermiques de revenu après trempe sur le comportement mécanique sous sollicitations monotones ou cycliques de l'acier à haute résistance 35NCDV12, Rapport de recherche ENSTA N° 195, Janvier 1985.
- [65] HERRING, D. H., 2006. The Embrittlement Phenomena in Hardened and Tempered Steel. Industrial Heating, 10:16-18.

- [66] A. Salemi, A. Abdollah-zadeh, The effect of tempering temperature on the mechanical properties and fracture morphology of a NiCrMoV steel, *Materials Characterization*. 59 484-487 (2008).
- [67] Y. Song, X. Li, L. Rong, and Y. Li, "The influence of tempering temperature on the reversed austenite formation and tensile properties in Fe–13% Cr–4% Ni–Mo low carbon martensite stainless steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, pp. 4075-4079, 2011.
- [68] B. Akhavan Tabatabae, F. Ashrafizadeh, and A. M. Hassanli, "Influence of Retained Austenite on the Mechanical Properties of Low Carbon Martensitic Stainless Steel Castings," *ISIJ international*, vol. 51, pp. 471-475, 2011.
- [69] K. Balan, A. Venugopal Reddy, and D. Sarma, "Austenite precipitation during tempering in 16Cr-2Ni martensitic stainless steels," *Scripta Materialia*, vol. 39, pp. 901 905, 1998.
- [70] N. Bilger, Etude micromécanique de l'effet de la présence d'amas d'inclusions sur la transition fragile-ductile d'aciers nucléaires, Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 22 octobre 2003.
- [71] R. Zapała, B. Kalandyk, P. Wawro, Effect of Tempering Temperature on the Mechanical Properties of Cast L35HM Steel, *Archives of foundry engineering* October 11, 2016.
- [72] S.K. Dhua , Amitava Ray , D.S. Sarma, Effect of tempering temperatures on the mechanical properties and microstructures of HSLA-100 type copper-bearing steels. *Materials Science and Engineering A318* 197–210, 2001.
- [73] L.Floca, Recherches concernant la caractérisation expérimentale et la modélisation numérique des procédés de relation des profils sur les pièces cylindriques par le processus de déformation plastique avec des outils roues, Thèse de doctorat, Université de Pitesti, 27 Septembre 2011.
- [74] D. Chaouch , A. Sadok, Effect of Charpy Impact Test on Microstructure Properties of AISI4140 Steel , Laboratory of Elaboration & Material Characterisation Department of Mechanical Engineering University of Mostaganem University Centre Ahmed Zabana of Relizane Algeria, August 2018.
- [75] J. Maciejewski. C. Regulski. Fracture assessment of martempered and quenched and tempered alloy steel, *J Fail. Anal, and Preven.* 9:397– 408, 2009.
- [76] A.H. Meysami, R. Ghasemzadeh, S.H. Seyedein, M.R. Aboutalebi. An investigation on the microstructure and mechanical properties of direct-quenched and tempered AISI 4140 steel. *31,1570 -1575*, 2010.
- [77] M. Maj, W. Moćko, K. Pietrzak, A. Klasik. Methodological conditionings of a modified low cycle fatigue method of tempered 41Cr4 steel in comparison to some other materials, *Archives of foundry engineering*, 06.07, 2009.
- [78] Documentation technique de la BCR, Bibliothèque de la BCR Oued-Rhiou.
- [79] THYROFORT, Heat-treatable Steels, Edelstahl Witten-Krefeld GmbH, www.edelstahl-witten-krefeld.de
- [80] R. N. GUNN. Duplex Stainless Steels, 2000.

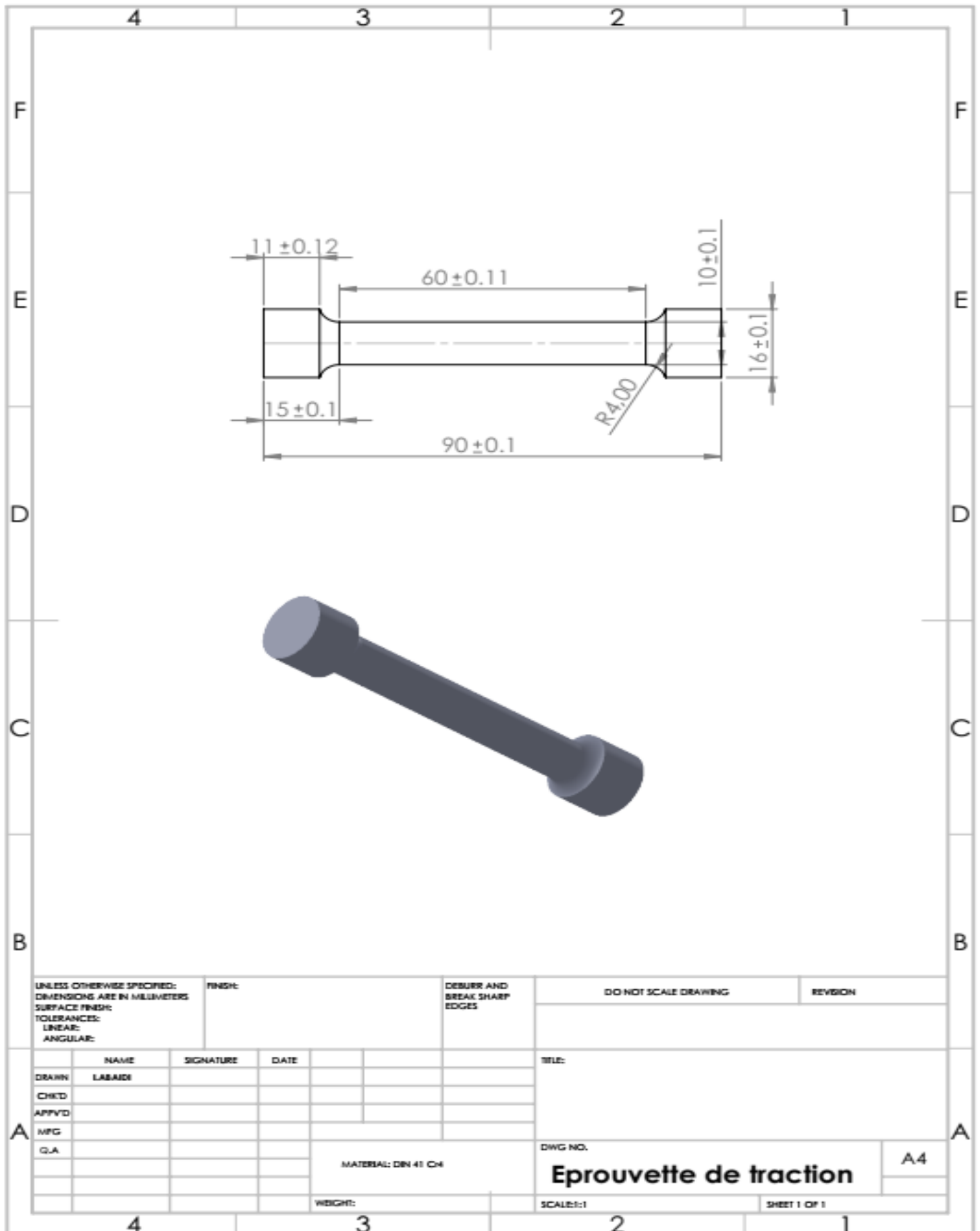
- [81] W.Bleck.Using the TRIP Effect-The Dawn of a Promising Group of Cold Formable Steels .Proc.Int .Cont.on TRIP-Aidel High Strength Ferrous Alloys, Chent, Belgium p13, 2002.
- [82] G. Miyamoto, J.C. Oh, K. Hono, T. Furuhashi, T. Maki, Effect of partitioning of Mn and Si on the growth kinetics of cementite in tempered Fe-0.6%mass C martensite, Acta Met, 2007.
- [83] K. Kozeschnik, H.K.D.H Bhadeshia, Influence of silicon in cementite precipitation in steels, Materials science and Technology, 2008.
- [84] Y. Desalos, Introduction aux traitements thermiques des métaux et alliages. Techniques de l'Ingénieur - Traité Matériaux Métalliques, M1105.19, 2003.
- [85] Q. Auzoux, Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques- Influence de l'écrouissage sur L'endommagement intergranulaire, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 23 Janvier 2004.
- [86] T. Ogura, Temper embrittlement diagram of NiCr steel doped with phosphorus, Metallurgical and materials transactions ,2205-2207, 1982.
- [87] G. Miyamoto, J.C. Oh, K. Hono, T. Furuhashi, T. Maki, Effect of partitioning of Mn and Si on the growth kinetics of cementite in tempered Fe-0.6%mass C martensite, Acta Met., vol 55, p5027-5038, 2007.
- [88] Mauriès Sébastien, Caractérisation et modélisation de la séquence de précipitation de carbures au cours du traitement thermique d'aciers martensitiques alliés, Thèse de doctorat université de Toulouse, Décembre 2008.
- [89] H. Guo, P. Zhou, Effects of Mn and Cr contents on microstructures and mechanical properties of low temperature bainitic steel, Journal of Iron and Steel Research, International 290 – 295, 2017.
- [90] S. Cantournet, Bases physiques quantitatives des lois de comportement mécanique, Chapitre XIV.
- [91] Y. Desalos, Introduction aux traitements thermiques des métaux et alliages. Techniques de l'Ingénieur - Traité Matériaux Métalliques, M1105.19, 2003.
- [92] Barralis, j. et Maeder, G. Métallurgie Tome I,métallurgie physique. Collection Scientifique. ENSAM, Paris,1982.
- [93] Smoljan, D. Iljkic Simulation of mechanical properties of forged and casted steel 42CrMo4 specimen, Journal of achievements in materials and manufacturing engineering V34 ,2010.
- [94] Achraf Boudiaf ,Relation microstructure - comportement macroscopique dans les aciers: 9effet de la taille de grain austénitique sur la plasticité de transformation,Thèse de doctorat, Université de Rouen, Mars 2011.
- [95] D.Chaouch ,Etude expérimentale du comportement mécanique de l'acier faiblement allié 42CD4, Thèse de Doctorat, Université de Mostaganem_ Algérie , Janvier 2012.
- [96] B. Thomas et J.H Schmitt, Durcissement des aciers : rôle de la microstructure, Techniques de l'ingénieur, M4341, Traités Matériaux Métalliques (2002).
- [97] Muriel Hantcherli, Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés. Thèse de doctorat 15 Avril 2010.

- [98] Mehran Maalekian, The Effects of Alloying Elements on Steels (I). Christian Doppler, Laboratory for early stages of precipitation, October 2007.
- [99] Levêque, R., Aciers à outils, Composition chimique et structure, Techniques de l'Ingénieur. 2003.
- [100] H.F. Fischmeister, S.Karagöz , An atom probe study of secondary hardening in high speed steel, Acta Metallurgica, 1988. 36(4): p. 817-825.
- [101] B. D. Craig, The effect of phosphorus content on the hydrogen stress cracking of high strength 4130 steel, Metallurgical transactions A, Vol. 31, 1982.
- [102] R.Song, D.Ponge, D.Raabe, influence of Mn content on the microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained C-Mn steels, ISIJ international July 2005.
- [103] G. Krauss, A.R. Marder, The morphology of martensite in Iron carbon alloys Met. Trans, 2, p2343 (1971).
- [104] LI Hong-ying , HU Ji-dong , LI Jun , CHEN Guang , SUN Xiong-jie.Effect of tempering temperature on microstructure and mechanical properties of AISI 6150 steel J. Cent. South Univ. (2013) 20: 866-870.
- [105] A. Lucas, Méthodes de caractérisation des propriétés thermomécaniques d'un acier martensitique, Thèse de doctorat JANVIER 2016.
- [106] B. Elodie, Étude de l'influence de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone, Thèse de doctorat, Université de lorraine , décembre 2014.
- [107] R. Desgagnés, R. Langevin, Guide d'auto-apprentissage pour les opérateurs en traitement thermique, Bibliothèque et Archives Canada, 2015.
- [108] T. Demir, M. Ubeyli, Y. Ro, Investigation on the ballistic impact behavior of various alloys against 7.62 mm armor piercing projectile, Mater. Des.24 (2003) 503-507.
- [109] Cao. Li, Zhou ,Guangying, Intergranular fracture of low-alloy cast steel, Materials Characterization, February 1996.
- [110] Harry Bhadeshia, Robert Honeycombe.Steels microstructure and properties 3rd edition. Elsevier, 15th June (2006).
- [111] K.H. Jack, Structural transformation in the tempering of high carbon martensitic steels, Journal of the iron and Steel Institute, vol 169, p26, (1951).
- [112] M.J. Balart, J.F. Knott. Low temperature fracture properties of DIN 22NiMoCr37 steel in fine-grained bainite and coarsegrained tempered embrittled martensitic microstructures, Engineering Fracture Mechanics.75 (8) (2008) 2400-2513.
- [113] B.V. Narasimha, G. Thomas. Structure property relations and the design of Fe- 4Cr-C base structural steels for high strength and toughness, met. Trans. 11A (1980) 441- 457.
- [114] B.Qin, Z.YWang,Q.S.Sun.Effect of tempering temperature on properties of 00Cr16Ni5Mo stainless steel. Material Characterization, August (2008), 59:1096-1100.
- [115] D. A.Korzekwa, R. D Lawson, G .Krauss. A consideration of models describing the strength and ductility of dual-phase steels. Scripta Metallurgica, (1980).
- [116] Alexis Deschamps, Précipitation durcissante dans les matériaux de structure, Mémoire d'habilitation à diriger des recherches, 25 Mars 2009.

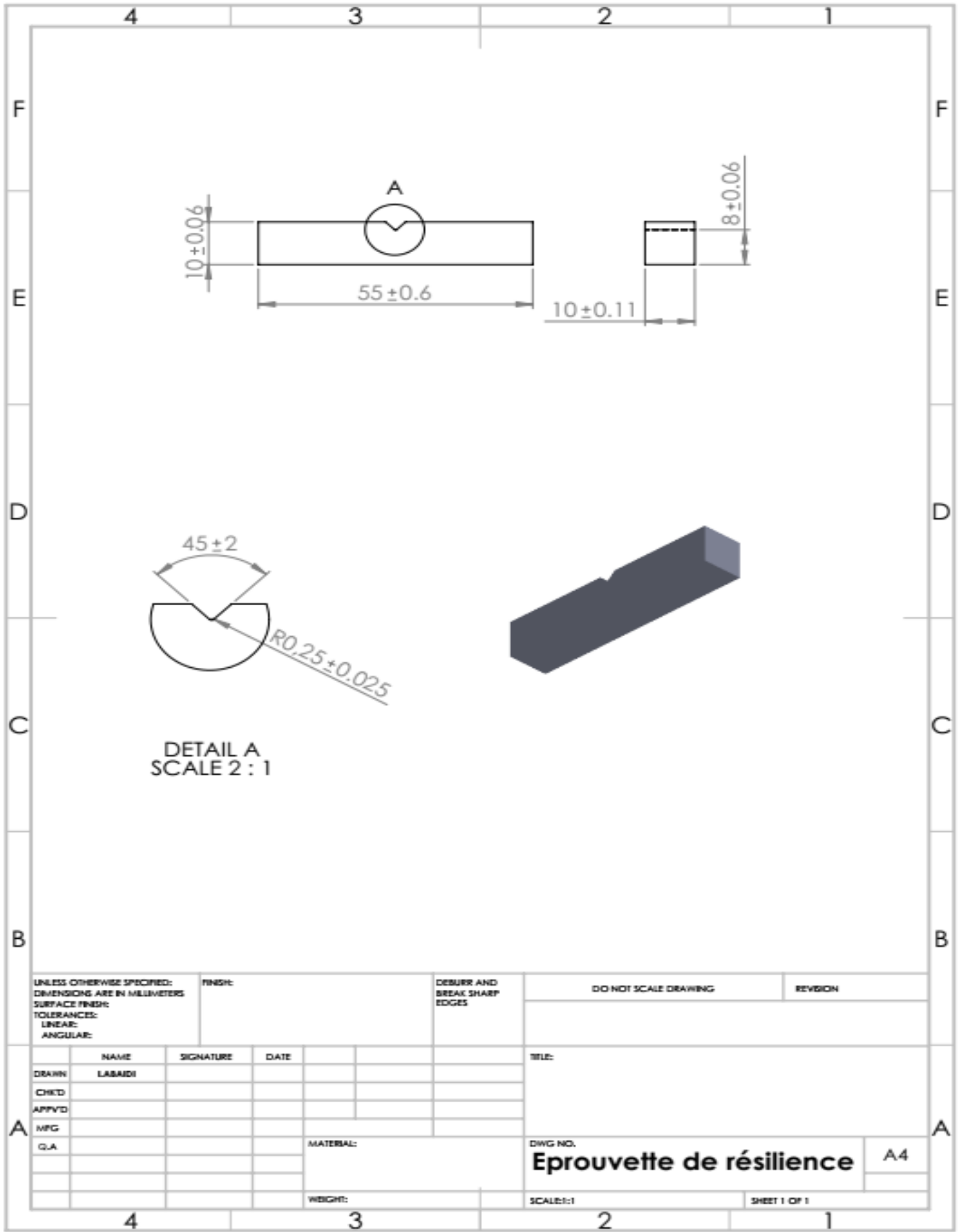
- [117] C.H. Young, H.K.D.H Bhadeshia, Strength of mixtures of bainite and martensite, *Material Science and Technology*, Vol. 10, 1994, pp209-220.
- [118] Sehri, S. M; Ghayour, H.; Amini, K.; Naseri, M.; Rastegari, H.; Javaheri. V. Investigation of wear mechanism in quenched and tempered medium carbon – high chromium martensitic steel using dry sand/rubber wheel, *International Journal of ISSI* 12(2): 17-23.2015.
- [119] A.Kokosza, Pacyna, J. Effect of retained austenite on the fracture toughness of tempered tool steel. *Archives of Materials Science and Engineering*, June (2008).
- [120] J. Wang, P. J. Van der wolk, S. Van der Zwaag. On the influence of alloying elements on the bainite reaction in low alloy steels during continuous cooling , *Journal of materials science*, Septmeber 2000.
- [121] Ender Günerli. Effect of tempering temperature on the mechanical properties of hardened 1.2842 tool steel, University of cukurova institute of natural and applied sciences department of mechanichal engineering,2012.
- [122] Babaei, H.; Amini, K.; Shafyei, A. The effect of heat treatment on mechanical properties and microstructure of the AISI422 martensitic stainless steel, *Mechanics* 22(6): 576-580. 2016.
- [123] R.A. Grange, C.R. Hribal, and I.F. Porter, “Hardness of Tempered Martensite in Carbon and Low-Alloy Steels, *Metallurgical Transaction*,” vol. 8A, pp. 1775-1785, 1977.
- [124] Mauriès, sébastien, modélisation de la séquence de précipitation de carbures au cours du traitement thermique d'aciers martensitiques allies, thèse, 2008, institut national polytechnique de Toulouse.
- [125] K. AMINI, S. DAYAGHI, S. M. YAZDANIAN, The Effect of Tempering Temperature on Microstructure and the Mechanical Properties of Forged Steel Containing Chrome, Manganese and Molybdenum, Department of Mechanical Engineering, Tiran Branch, Islamic Azad University, Tiran, Isfahan, Iran , *ISSN 1392–1207. MECHANIKA. 2018 Volume 24(6): 852–856.*
- [126] Erfan Abbasi, Quanshun Luo, Dave Owens, Microstructural Characteristics and Mechanical Properties of Low Alloy, Medium-Carbon Steels After Multiple Tempering, *Acta Metallurgica Sinica*, July 2018.
- [127] Banerji SK, McMahon C, Feng HC. Intergranular fracture in 4340-type steels: effect of impurities and hydrogen. *Metall Trans A* 1978; 9A:237–47.
- [128] Hoon K, Cha JC, Kim CH. The effect of grain size on fracture behaviour in tempered martensite embrittlement for AISI 4340 steel. *Mater Sci Eng* 1988; 100:121–8.
- [129] Yue, C., Zhang, L., Liao, S. and Gao, H.: Kinetic Analysis of the Austenite Grain Growth in GCr15 Steel, *JMEP*, 19, 112 - 115, 2009.
- [130] C. Celada-Casero, Jilt Sietsma, M. Jesus Santofimia, The role of the austenite grain size in the martensitic transformation in low carbon steels, *Materials and Design*, 26 January 2019.

- [131] H. Toshihiro, T. Shiro, Effect of Austenite Grain Size on Transformation Behavior, Microstructure and Mechanical Properties of 0.1C–5Mn Martensitic Steel, *ISIJ International*, Vol. 53, No. 12, pp. 2218–2225, 2013.
- [132] Beata Bialobrzeska, Lukasz Konat, The Influence of Austenite Grain Size on the Mechanical Properties of Low-Alloy Steel with Boron, *Metals* 2017, 7, 26; doi:10.3390/met7010026.
- [133] M. M. Blaoui, M. Zemri, Effect of Heat Treatment Parameters on Mechanical Properties of Medium Carbon Steel *Mechanics and Mechanical Engineering*, Vol. 22, No. 4, 909-918, 2018.
- [134] SONG Xu-ding and FU Han-guang.: Effects of heat treatment on properties of multielement low alloy wear-resistant steel, *China foundry*, 4(1), 2007, 18-21.
- [135] Jung, B.b., Lee, H.k. and Park, H.C.: Effect of grain size on the indentation hardness for poly-crystalline materials by the modified strain gradient theory, *IJSS*, 50 (18), 2013, 2719-2724.
- [136] ZHONG, Ping. Effect of tempering temperature on microstructure and mechanical properties in new-type ultrahigh strength steel, *Journal of Iron and Steel Research, International*, 288-291, September (2007).
- [137] Bello .K.A, Hassan S.B and M .Abdulwahab .Effects of tempering on the microstructure and mechanical properties of low carbon, low alloy martensitic steel, *Journal of Applied Sciences Research*, 3(12): 1719-1723, (2007).
- [138] M.H. Khani Sanij, S.S. Ghasemi Banadkouki, A.R. Mashreghi, M. Moshrefifar .The effect of single and double quenching and tempering heat treatments on the microstructure and mechanical properties of AISI 4140 steel, *Materials and Design* 42 (2012) 339-346.
- [139] G.R. Speich, and W.C. Leslie, “Tempering of Steel,” *Metallurgical Transactions*, vol. 3, pp. 1043-1054, 1972.
- [140] G. Krauss, *Steels: Processing, structure, and performance*, materials park, OH, ASM International, 2005.
- [141] D.L. Williamson, J.P. Schupmann, J.P. Materkowski, and G. Krauss, Determination of Small Amounts of Austenite and Carbide in Hardened Medium Carbon Steel, *Metallurgical Transactions A*, vol. 10A, pp. 379-382, 1979
- [142] H. Bhadeshia, and R.Honeycombe, “The Tempering of Martensite,” in *Steels: Microstructure and Properties*”, (Fourth edition, Elsevier, 2017, pp. 237-270.
- [143] S.Okamoto, Strain rate and temperature effects on deformation behavior and mechanical properties of as-quenched low carbon martensite, Thesis, (1990) Colorado School of Mines.
- [144] R.Desgagnés, R. Langevin, Guide d’auto apprentissage pour les opérateurs en traitement thermique, Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2015.

ANNEXE



UNLESS OTHERWISE SPECIFIED: DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS SURFACE FINISH: TOLERANCES: LINEAR: ANGULAR:				FINISH:		DEBURR AND BREAK SHARP EDGES		DO NOT SCALE DRAWING		REVISION	
DRAWN LABAIDE				SIGNATURE		DATE		TITLE:			
CHKD											
APPVD											
MFG											
Q.A.								DWG NO.			
								MATERIAL: DIN 41 CM			
								Eprouvette de traction			
								A4			
								WEIGHT:			
								SCALE: 1:1			
								SHEET 1 OF 1			



DETAIL A
SCALE 2 : 1

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED: DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS SURFACE FINISH: TOLERANCES: LINEAR: ANGULAR:				FINISH:		DEBURR AND BREAK SHARP EDGES		DO NOT SCALE DRAWING		REVISION	
DRAWN LABAIDI				SIGNATURE		DATE		TITLE:			
CHKD								DWG NO. Eprouvette de résilience			
APPVD											
MFG											
Q.A											
				MATERIAL:				SCALE: 1:1		SHEET 1 OF 1	
				WEIGHT:						A4	