



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Djillali Liabès de Sidi Bel Abbès
Faculté de Technologie
Département de Génie Mécanique
Laboratoire des Matériaux et Systèmes Réactifs

THESE

Présentée pour l'obtention du Diplôme de Doctorat 3ème cycle

Par:

BLAOUI Mohamed Mossaab

Spécialité : Génie Mécanique

Option : mécanique et conception des systèmes

Intitulé de la thèse

**ETUDE DE L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS
THERMIQUES SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE
DES ACIERS**

Composition de jury :

Mr. Mohamed BENGUEDIAB	Professeur	Président	Université de Sidi Bel Abbès
Mr. Mokhtar ZEMRI	Professeur	Directeur de thèse	Université de Sidi Bel Abbès
Mr. Benattou BOUCHUICHA	Professeur	Examineur	Université de Sidi Bel Abbès
Mr. Abdelkader MILOUDI	MCA	Examineur	Université de Sidi Bel Abbès
Mr. Abdelkader GHAZI	MCA	Examineur	Université de Mascara

ANNEE UNIVERSITAIRE 2018-2019

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au Laboratoire de Matériaux et des systèmes réactifs

(Université Djilali Liabes de Sidi Bel Abbès).

Un grand merci à mon directeur de thèse, le professeur ZEMRI Mokhtar, qui m'a beaucoup appris, à travers ses expériences, le principe de fonctionnement du monde de la recherche et de l'enseignement supérieur.

Je tiens à remercier sincèrement les membres de mon jury qui m'ont fait l'honneur d'avoir accepté de juger ce travail. Merci donc à Monsieur Mohamed BENGUEDIAB de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse, Messieurs BOUCHOUICHA Benattou, MILOUDI Abdelkader, GHAZI Abdelkader d'avoir examiné mon travail.

Je voudrais vivement remercier ARAB Mustapha et BRAHAMI Abdessamed pour le soutien apporté surtout pendant la phase expérimentale de mon travail.

Je remercie tous mes collègues du Laboratoire de Matériaux et des systèmes réactifs, plus particulièrement : Nadhir, Mohammed, Azzedine, Abdelwaheb, Zine El Abidine, Imane.

Enfin, je remercie toute ma famille pour avoir toujours été présent à mes côtés durant toutes ces années, plus particulièrement mon père et ma mère pour leur précieux soutien et encouragements.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier l'influence des différents traitements thermiques sur le comportement en fatigue-propagation d'un acier à moyenne teneur en carbone. Une étude bibliographique sur les transformations des phases dans les aciers et leur influence sur le comportement mécanique en générale à été effectué. La première partie de ce travail est focalisée sur l'étude de l'effet de la température d'austénitisation, temps de maintien, vitesse de refroidissement et la vitesse de chauffage sur la microstructure et les propriétés mécanique. Les échantillons subissant des différents traitements thermiques conduisent à diverses propriétés mécaniques qui ont été déterminées en utilisant des méthodes standard. La deuxième partie est consacrée à l'étude de l'effet de la microstructure de l'acier à moyenne teneur en carbone sur la résistance à la traction et la résistance à la fatigue- propagation (FCG). Pour atteindre cet objectif, quatre traitement thermique (normalisation, trempe, revenu à 300 ° C et revenu à 600 ° C) ont été appliqués. L'évolution microstructurale a été étudiée par la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie optique (MO). Des essais fatigue ont été effectués sur les microstructures résultantes avec des éprouvettes CT (tension compacts) à température ambiante par la méthode d'essai standard. Les résultats montrent que la microstructure normalisée présente le plus grand nombre de cycles à la rupture, ce qui indique une résistance élevée à la fatigue, suivi par le matériau tel que reçu, revenu à 600 ° C, revenu à 300 ° C et finalement la microstructure trempée. La prédiction de l'évolution microstructurale et de la dureté après trempe fait l'objet de la troisième partie. À travers cette étude, on a pu proposer une méthode qui peut être utilisée pour prédire la distribution de la dureté et de la microstructure après trempe.

Abstract

The objective of this work is to study the influence of different heat treatments on the fatigue-propagation behavior of a medium-carbon steel. A bibliographic study on the phase transformations in steels and their influence on the mechanical behavior in general has been carried out. The first part of this work is focused on studying the effect of austenitization temperature, hold time, cooling rate and heating rate on microstructure and mechanical properties. Samples undergoing different heat treatments lead to various mechanical properties that have been determined using standard methods. The second part is devoted to the study of the effect of the microstructure of medium carbon steel on tensile strength and resistance to

fatigue-propagation (FCG). To achieve this objective, four heat treatments (normalization, quenching, tempering at 300 ° C and tempering at 600 ° C) were applied. Microstructural evolution was studied by scanning electron microscopy (SEM) and optical microscopy (OM). Fatigue tests were performed on the resulting microstructures with CT specimens at room temperature by the standard test method. The results show that the standardized microstructure exhibits the highest number of cycles at failure, indicating a high fatigue resistance, followed by the material as received, tempered to 600 ° C, tempered at 300 ° C and finally the microstructure hardened. The prediction of microstructural evolution and hardness after quenching is the subject of the third part. Through this study, we have been able to propose a method that can be used to predict the hardness and microstructure distribution after quenching.

Table des matières

LISTE DES FIGURES	i
LISTE DES TABLEAUX	iv
NOTATIONS	V
INTRODUCTION	Vii
I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
I.1. Introduction aux aciers a moyenne teneur en carbone.....	4
I.2. Austénitisation et transformations au refroidissement.....	5
I.2.1 Transformation de phase au cours de refroidissement.....	7
I.2.2 Formation de ferrite proeutectoïde et de perlite.....	10
I.2.3 Formation de la martensite.....	12
I.2.4 Formation de la bainite.....	14
I.3. Facteurs métallurgiques influençant la transformation de phase.....	17
I.3.1 Composition chimique.....	17
I.3.2 Taille des grains.....	18
I.3.3 Température.....	19
I.4. Comportement mécanique des différents produits au refroidissement.....	20
I.4.1 Comportement mécanique de la ferrite.....	20
I.4.2 Comportement mécanique de la martensite.....	24
I.4.3 Comportement mécanique de l'austénite résiduelle.....	29
I.5. Effet de la transformation de phase sur la ténacité.....	32
I.6. Généralités sur la propagation des fissures de fatigue.....	34
I.7. Régimes de propagation des fissures longues.....	36
I.8. Mécanismes de fermeture de la fissure.....	38
I.8.1 Fermeture induite par la plasticité.....	38
I.8.2 Fermeture induite par la rugosité.....	39
I.8.3 Fermeture induite par les oxydes.....	40
I.9. Propagation des fissures de fatigue dans les aciers.....	41
I.9.1 Effet de la microstructure.....	41
I.9.2 Effet de la température.....	43
I.9.3 Effet de la fréquence.....	45
I.9.4 Effet du rapport de charge.....	47

II.	MATERIEU ET METHODES EXPERIMENTALES	
II.1.	Introduction.....	49
II.2.	Matériau.....	49
II.2.1.	Composition chimique et propriétés mécaniques.....	49
II.2.2.	Microstructure.....	51
II.3.	Préparation des éprouvettes.....	52
II.4.	Traitement thermique.....	53
II.5.	Caractérisation mécanique.....	57
II.5.1	Micro dureté.....	57
II.5.2	Essai de traction.....	58
II.5.3	Essai de fatigue.....	58
II.6.	Caractérisation Métallographique.....	59
III.	EFFET DES PARAMETRES DE TRATEMENT THERMIQUE SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANIQUE	
III.1	Introduction.....	62
III.2.	Résultats et discussion.....	63
III.2.1	Effet de la vitesse de refroidissement.....	63
III.2.2	Effet de la température de chauffage.....	67
III.2.3	Effet du temps de maintien.....	71
III.2.4	Effet de la vitesse de chauffage.....	74
III.3	Conclusion.....	79
IV.	EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE- PROPAGATION	
IV.1	Introduction.....	81
IV.2	Résultats et discussion.....	82
IV.2.1	Microstructure.....	82
IV.2.2	Résistance à la traction.....	85
IV.2.3	Résistance à la fatigue-propagation.....	88
IV.3	Conclusion.....	91
V.	PREDICTION DE L'EVOLUTION DE LA MECROSTRUCTURE ET DE LA DURETE APES TREMPE DE L'ACIER C45	
V.1	Introduction.....	93
V.2	Prédiction de la dureté après trempe.....	94
V.3	Prédiction de la microstructure après trempe.....	95

V.4 Conditions aux limites et paramètres initiaux.....	96
V.5 Résultats et discussions.....	97
V.5.1 Prédiction de l'évolution microstructurale.....	97
V.5.2 Prédiction de la dureté.....	103
V.6 Conclusion.....	105
CONCLUSION	106
REFRANCES.....	108
RÉSUMÉ	

Listes des figures

Figure I.1 : Structure des mailles cristallines du fer pur – a) Cubique à faces centrées – b) Cubique centrée.	4
Figure I.2 : Diagramme de transformation α γ isotherme d'un acier 35CrMo4.....	6
Figure I.3 : Diagramme TRC (Transformation a refroidissement contenu)	8
Figure I.4 : Illustration des mécanismes de transformation displacive et diffusionnelle.....	9
Figure I.5 : Microstructure ferrito-perlitique, avec en blanc les grains de ferrite et en noir la perlite (micrographies optiques après attaque nital 2%).....	11
Figure I.6 : Micrographies optiques après attaque Nital 3% (a) martensite en lattes (b) mélange de martensite et d'austénite résiduelle.....	13
Figure I.7 : Déformation engendrée par une cristallite de martensite.....	14
Figure I.8 : Schéma du traitement thermique de trempe étagée bainitique.....	15
Figure I.9 : Micrographies MEB a) bainite supérieure, b) bainite inférieure et c) bainite granulaire.....	16
Figure I.9 : Pourcentage de martensite en fonction de la déformation conventionnelle pour différentes tailles de grains.....	19
Figure I.10 : Influence de la température sur les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable austénitique..	19
Figure I.11 : Influence de la durée d'un traitement thermique de vieillissement sur les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable duplex.....	20
Figure I.12 : Courbes contrainte-déformation des aciers ferrite-cémentite obtenus avec des vitesses de déformation de 3.3×10^{-4} s ⁻¹ (a), 1 s ⁻¹ (b) et 103 s ⁻¹ (c) à 296K.....	22
Figure I.13 : Variation de limite élastique YS et la limite à la traction UTS en fonction de la granulométrie des aciers.....	23
Figure I.14 : Variation de la déformation en fonction de la granulométrie des aciers.....	23
Figure I.15 : Image TEM d'une martensite à lattes dans l'acier 0,2C-1,5Mn-0,15V (% en poids) formé à partir d'austénite à grain fin.....	25
Figure I.16 : Courbes de traction réelles des aciers martensitiques teneur en carbone.....	25
Figure I.17 : Dureté des microstructures martensitiques dans les aciers en fonction de leur teneur en carbone.....	26
Figure I.18 : 0,2% de limite d'élasticité en fonction de la teneur en carbone pour les alliages Fe-C [58] et Fe-C -Mn.....	27
Figure I.19 : Comparaison entre les résultats du modèle et les courbes de traction expérimentales.....	28
Figure I.20 : Comparaison entre les résultats du modèle et l'évolution expérimentale des pentes des courbes de traction en fonction du stress réel.....	29
Figure I.21 : Diagramme de stabilité de phase Fe-Mn-C de Schumann à 298K.....	29
Figure I.22 : Dureté en fonction de la fraction d'austénite résiduelle après revenu (X4CrNiMo16.5.1 en HV : losanges verts, aciers de la même famille en HV.....	30
Figure I.23 : Relations entre la fraction d'austénite résiduelle et la résistance maximale (X4CrNiMo16.5.1 : losanges verts, aciers voisins : croix noires)	31
Figure I.25 : Influence de la température sur la ténacité de l'acier HCHS.....	32
Figure I.26 : Influence de la fraction volumique de l'austénite sur la ténacité de l'acier HCHS.....	33
Figure I.27 : Champ de contraintes près de la pointe d'une fissure.....	35
Figure I.28 : Les trois modes d'ouverture élémentaires. (a) Mode de traction (Mode I). (b) Mode de cisaillement dans le plan (Mode II). (c) Mode de cisaillement hors-plan (Mode III).....	36
Figure I.29 : Courbe de propagation en fatigue typique d'une fissure longue à rapport de charge constant... ..	38
Figure I.30 : Schéma de la fermeture induite par la plasticité.....	39
Figure I.31 : Schéma de la fermeture induite par la rugosité.....	40
Figure I.32 : Schéma de la fermeture induite par les oxydes.....	41
Figure I.33 : Influence de la température sur la vitesse de fissuration de l'acier 17-4PH à l'état trempé.....	44
Figure I.34 : Influence de la température sur la vitesse de fissuration de l'acier 17-4PH. à Etat revenu H900.....	45
Figure I.35 : Influence de la température sur la vitesse de fissuration de l'acier 17-4PH. à Etat état revenu H1150.....	45

Figure I.36 : Influence de la fréquence sur la vitesse de fissuration à hautes températures de l'acier 17-4PH à l'état trempé.....	45
Figure I.37 : Morphologie des bandes de glissement le long du chemin de fissuration sur la surface latérale de l'éprouvette à l'état trempé 400°C (a) de 20 Hz et (b) 0,2 Hz.....	46
Figure I.38 : Influence du rapport de charge à 400°C sur le 17-4PH à l'état trempé.....	47
Figure II.1 : Courbe contrainte-déformation de l'acier C45.....	50
Figure II.2 : MEB micrographie de la microstructure de l'acier C45.....	51
Figure II.3 : MO micrographie de la microstructure de l'acier C45.....	51
Figure II.3 : Eprouvette de traction ASTM E8.....	52
Figure II.3 : Eprouvette de fatigue CT.....	52
Figure II.4 : Four électrique type NABERTHERM.....	54
Figure II.5 : Schéma d'une trempe à l'eau.....	55
Figure II.6 : schéma d'une trempe à l'eau + un revenu à 300 °C.....	56
Figure II.7 : schéma d'une trempe à l'eau + un revenu à 600 °C.....	56
Figure II.8 : schéma d'une normalisation.....	57
Figure II.9 : Polisseuse mécanique type P 260 MECAPOL.....	57
Figure II.10 : Microduromètre de type SHIMADZU-2000.....	58
Figure II.11 : Machine d'essai servo-hydraulique commandée par ordinateur de type INSTRON 8516.....	59
Figure III.1 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par trempe à l'eau. (a) MEB, (b) MO.....	63
Figure III.2 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par trempe à huile. (a) MEB, (b) MO.....	64
Figure III.3 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par trempe à l'air. (a) MEB, (b) MO.....	64
Figure III.4 : Limite élastique en fonction des milieux de refroidissement.....	65
Figure III.5 : Limite à la traction en fonction des milieux de refroidissement.....	65
Figure III.6 : Allongement en fonction des milieux de refroidissement.....	66
Figure III.7 : Dureté de Vikers en fonction des milieux de refroidissement.....	66
Figure III.8 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par un chauffage de 900 °C. (a) MEB, (b) MO.....	67
Figure III.9 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par un chauffage de 800 °C. (a) MEB, (b) MO.....	68
Figure III.10 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par un chauffage de 700 °C. (a) MEB, (b) MO.....	68
Figure III.11 : Evolution de la limite élastique et la limite à la traction en fonction de la température de chauffage.....	69
Figure III.12 : Evolution de l'allongement en fonction de la température de chauffage.....	70
Figure III.13 : Evolution de l'allongement en fonction de la température de chauffage.....	70
Figure III.14 : Microstructure de l'acier C45 austénitiser pendant 30 min. (a) MEB, (b) MO.....	71
Figure III.15 : Microstructure de l'acier C45 austénitiser pendant 240 min. (a) MEB, (b) MO.....	72
Figure III.16 : Microstructure de l'acier C45 austénitiser pendant 480 min. (a) MEB, (b) MO.....	72
Figure III.16 : Evolution de la limite élastique et la limite à la traction en fonction du temps de maintien.....	73
Figure III.17 : Evolution de l'allongement en fonction du temps de maintien.....	73
Figure III.19 : Evolution de la dureté de Vikers en fonction du temps de maintien.....	74
Figure III.20 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par une vitesse de 90 °C / min. (a) MEB, (b) MO.....	75
Figure III.21 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par une vitesse de 30 °C / min. (a) MEB, (b) MO.....	75
Figure III.22 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par une vitesse de 3.75 °C / min. (a) MEB, (b) MO.....	76
Figure III.23 : Evolution de la limite élastique et la limite à la traction en fonction de la vitesse du chauffage.....	77
Figure III.24 : Evolution de l'allongement en fonction de la vitesse du chauffage.....	78
Figure III.25 : Evolution de la Dureté en fonction de la vitesse du chauffage.....	78
Figure IV.1 : Micrographie de l'acier C45 : (a) MEB, (b) MO.....	83
Figure IV.2 : Micrographie de l'échantillon trempé à l'eau : (a) MEB, (b) MO.....	83
Figure IV.3 : Micrographie de l'échantillon trempé et revenu à 300 °C : (a) MEB, (b) MO.....	84
Figure IV.5 : Micrographie de l'échantillon normalisé : (a) MEB, (b) MO.....	85
Figure IV.6 : Evolution de la limite élastique après différents traitements thermique.....	86
Figure IV.7 : Evolution de la limite à la traction après différents traitements thermique.....	87
Figure IV.8 : Evolution de l'allongement après différents traitements thermique.....	87
Figure IV.9 : Evolution de la dureté après différents traitements thermique.....	88

Figure IV.10 : Variation de la longueur de fissure (a) avec le nombre de cycles (N).....	89
Figure IV.11 : Diagramme log-log de da / dN par rapport à ΔK	90
Figure V.1 : Courbe de Jominy pour l'acier C45.....	95
Figure V.2 : Diagramme TTT pour l'acier C45.....	96
Figure V.3 : Maillage 2D de l'échantillon avec la surface de transfert (rouge).....	97
Figure V.4: Evolution de la microstructure après un refroidissement à une vitesse de 212.5 °C/s, (a) austénite, (b) martensite.....	98
Figure V.5: Fraction volumique en fonction du temps au cours d'un recroisement rapide (225 °C/s).....	99
Figure V.4: Evolution de la microstructure après un refroidissement à une vitesse de 30 °C/s, (a) austénite, (b) perlite, (c) martensite.....	100
Figure V.5: Fraction volumique en fonction du temps au cours d'un refroidissement rapide (30 °C/s).....	101
Figure V.6: Evolution de la microstructure après un refroidissement à une vitesse de 26 °C/s, (a) austénite, (b) perlite.....	102
Figure V.7: Fraction volumique en fonction du temps au cours d'un refroidissement à 26 °C/s.....	103
Figure V.8 : Distribution et évolution de la dureté au cours d'un refroidissement à 212.5 °C/s.....	103
Figure V.9 : Distribution et évolution de la dureté au cours d'un refroidissement à 30 °C/s.....	104
Figure V.10 : Distribution et évolution de la dureté au cours d'un refroidissement à 25 °C/s.....	104

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Produits et nature des transformations de phase issus de l'austénite.....	10
Tableau I.2 : Coefficients de diffusion dans l'austénite des éléments présents dans les aciers	11
Tableau I.3 : Composition chimique (% en masse) et la fraction d'austénite.....	18
Tableau II.1 : Composition chimique de l'acier C45.....	49
Tableau II.2 : Propriétés mécanique de l'acier C45.....	50
Tableau II.3 : Dimensions d'une éprouvette CT75.....	53
Tableau II.4 : Différents traitements thermiques appliqués.....	54
Tableau III.1. Propriétés mécaniques obtenues après différents milieux de trempe.....	63
Tableau III.2 : Propriétés mécaniques obtenues après différentes températures d'austénitisation.	67
Tableau III.3 : Propriétés mécaniques obtenues après différents temps de maintien.....	71
Tableau III.4 : Propriétés mécaniques obtenues après différentes vitesses du chauffage.....	74
Tableau IV.1 : Propriétés mécaniques obtenues par différents traitements thermiques.....	85
Tableau IV.2 : Nombres de cycles à la rupture N_f	88
Tableau IV.3 : Paramètres d'ajustement pour le modèle de Paris.....	91
Tableau V.1 : Propriétés thermo-physiques de l'acier C45.....	96

NOTATIONS

Symbole	Désignation	Unités
CFC	Structure cristalline cubique à face centrée	
Fer γ	Phase austénitique	
Fer α	Phase ferritique	
Pa	Rapport entre le temps et la température	
Ta	Température d'austénisation	[k]
ta	Temps de maintien	[s]
R	Constante des gaz parfait	[j/k.mol]
ΔH_a	Enthalpie d'activation de grain austénitique	
AC1	Début de la transformation austénitique	
AC3	Fin de la transformation austénitique	
JMAK	Modèle de johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov	
α	La fraction austénitique	
K,n	Paramètre dépend de la température	
Fe3C	Cémentite	
Ar3	Début de la transformation ferritique	
Ms	Début de la transformation martensitique	
Mf	Fin de la transformation martensitique	
Bs	Début de la transformation bénitique	
TRC	Transformation à refroidissement continue	
MEB	Microscope électronique à balayage	
γ_r	Austénite enrichie en carbone	
M/A	Martensite/Austénite	
Md30	Température de formation de 50% de la martensite après 30% de déformation	
M26C6	Précipitation de carbure de chrome	
σ	Contrainte	[MPa]
D	Taille de grains	
μ	Module de cisaillement	[GPa]
b	Vecteur de burgers	[m]
σ_e, YS	Limite élastique	[MPa]
Rp0.2	Limite élastique à 0,2% de la déformation	[MPa]
Rm, UTS	Limite maximale à la traction	[MPa]
σ_{min}	Limite minimale	[MPa]
λ	Espace inter-lamellaire	
BCT	Structure tétragonale centrée	
Fe-C	Fer-carbon	
Fe-C-Mn	Fer carbon manganèse	
CCA	Approche composite continue	
Σ	Contrainte macroscopique	[MPa]
RA	Austénite résiduelle	

SFE	Energie de défaut d'empilement	
α'	Martensite formé	
HV	Dureté de Vickers	
HRC	Dureté de Rockwell	
TRIP	Plasticité induite par transformation de phase	
HCHS		
C_y	Teneur en carbone de l'austénite	
A_y	Paramètre de réseau de l'austénite	
X_y	Fraction de l'austénite	
K	Facteur d'intensité de contrainte	[Mpa ^{1/2}]
a	Longueur de fissure	[mm]
Y	Paramètre adimensionnel	
σ_{ij}	Champ de contrainte	
CTOD	Crack opening displacement	
da/dN	Taux de propagation de fissure	[mm/cycle]
C,m	Constante de matériau	
R	Rapport de charge	
KIC	Ténacité	[Mpa ^{1/2}]
b_w,b_r	Constantes supplémentaires	[Mpa ^{1/2}]
Kf	Facteur d'intensité de contrainte de fermeture	
17-4PH	Acier inoxydable martensitique	
H900	Revenu à 900 °C	
H1150	Revenu à 1150 °C	
P	Charge	[N]
C45	Acier à moyenne teneur en carbone	
EDS	Spectroscopie a rayon x à dispersion d'énergie	
MO	Microscope optique	
TTT	Diagramme température-temps-transformation	
A%	Allongement	
D₀	Taille de grain initiale	[mm]
FCG	Fatigue crack growth	

La rupture des matériaux structuraux soumis à des charges cycliques n'est pas seulement un sujet d'intérêt technique, mais également d'importance industrielle. La compréhension des mécanismes de fatigue et le développement des équations constitutives pour l'évolution des phénomènes conduisant à l'initiation et à la propagation des fissures en fonction de l'état microstructurale représentent un problème fondamental pour les scientifiques et les ingénieurs.

Les aciers à moyenne teneur en carbone sont principalement utilisés dans des applications comme les engrenages, les arbres, les rails d'essieux.... En raison de sa ductilité et de sa dureté équilibrée, ils sont également utilisés dans certaines applications structurelles. Il n'y a pratiquement aucun doute que de nombreuses propriétés mécaniques peuvent être développées par la technique de traitement thermique. Le traitement thermique est une combinaison de chauffage et de refroidissement temporisés appliquée à un métal particulier ou un alliage à l'état solide dans le but de produire certaines microstructures et propriétés mécaniques souhaitées telles que la dureté, la résistance à la traction, la limite élastique, la ténacité ...).

Cette étude est axée sur la manière dont les différentes méthodes de traitements thermiques affectent la microstructure, la résistance à la traction, la durée de vie en fatigue et la propagation des fissures d'un acier à moyenne teneur en carbone.

Ce manuscrit est présenté en cinq chapitres.

Le premier chapitre est axé sur une bibliographie des aciers à moyenne teneur en carbone et leurs transformations de phases selon les traitements thermiques appliqués. Il est complété par une partie consacrée aux comportements mécaniques des différents produits au refroidissement. De plus, cette partie regroupe le plus grand nombre des données bibliographiques possible concernant l'effet de la microstructure des aciers sur la vitesse de propagation des fissures.

Dans le second chapitre, nous avons présenté l'acier C45, utilisé dans cette étude, à son état de livraison, en termes de composition chimique, de microstructure et de propriétés mécaniques statiques ou monotones. Ensuite, nous avons détaillé le protocole expérimental tel que la préparation des éprouvettes de traction (alter) et de fatigue (CT), les traitements thermiques appliqués, le déroulement des essais de traction et de fatigue-propagation. En outre, une méthodologie métallographique a été présentée afin de caractériser l'évolution microstructurale après chaque traitement thermique.

Le troisième chapitre présente une étude expérimentale sur l'influence des paramètres de traitement thermique tels que la température d'austénitisation, le temps de maintien, la vitesse

de refroidissement et la vitesse de chauffage sur la microstructure et les propriétés mécaniques de notre acier, afin d'optimiser le cycle thermique.

Le quatrième chapitre concerne les résultats expérimentaux de fatigue-propagation obtenus après différents traitements thermiques (trempe, revenu à basse température, revenu à haute température, normalisation) afin d'étudier leur effet sur le comportement en fatigue-propagation. D'autre part, le modèle du taux de croissance des fissures de fatigue pour l'acier à moyenne teneur en carbone, avant et après les traitements thermiques a été établi, en utilisant l'équation de Paris.

Le cinquième chapitre présente une simulation des modèles de transformation de phase (modèle globale de diffusion) afin de prédire l'évolution de la microstructure et de la dureté après la trempe. Par ailleurs, les paramètres de transformation sont obtenus d'après les courbes de transformation (fraction volumique en fonction du temps de transformation).

La partie expérimentale a été réalisée au sein du Laboratoire de matériau et systèmes rectifs (LMSR) sous la direction de Mr Zemri Mokhtar.

Nous terminons notre manuscrit par une conclusion générale.

CHAPITRE I

Étude bibliographique

I.1. Introduction aux aciers a moyenne teneur en carbone

Le fer pur possède une structure Cubique à Faces Centrées, figure I.1.a, pour une gamme de températures s'étendant de 912 °C à 1394 °C [1]. Cette phase est plus communément appelée austénite et est notée γ . En dehors de cet intervalle de température, le fer pur possède une structure Cubique Centrée, figure I.1.b. Cette structure est appelée ferrite α si l'on se trouve entre 1394 °C et 1538 °C et ferrite en dessous de 912 °C. Cette structure est moins compacte que la structure CFC.

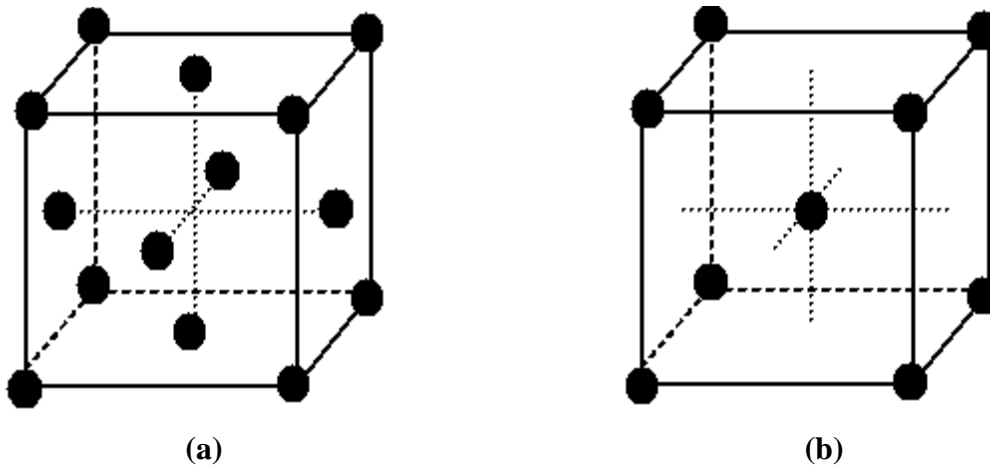


Figure I.1 : Structure des mailles cristallines du fer pur
a) Cubique à faces centrées – b) Cubique centrée

Les paramètres de maille de la ferrite et de l'austénite sont respectivement égaux à 0,286 nm à 20 °C pour le fer α et 0,358 nm à 912 °C pour l'austénite [2]. Les volumes spécifiques des deux mailles restent relativement proches, mais une légère contraction volumique de 1,03% accompagne le passage de la phase ferritique à la phase austénitique. Chacune de ces phases possède des sites interstitiels que seuls les atomes de faibles rayons peuvent occuper. Compte tenu du rayon des atomes métalliques, seuls les atomes H, O, N, C et B peuvent se placer en position interstitielle.

L'acier est un alliage de fer et de carbone, dont la teneur est inférieure à 2 %. Une augmentation du taux de carbone permettra d'améliorer entre autres la dureté, la résistance à la rupture ainsi qu'à l'usure. En contrepartie, il diminue la ductilité et la résilience de l'acier. Les aciers à moyenne teneur en carbone sont spécialisés pour les traitements thermiques. La concentration en carbone de ces aciers varie de 0.25 % à 0.60 %. Leurs propriétés mécaniques s'améliorent par une austénitisation, trempe, puis un revenu. On les utilise le plus souvent à l'état revenu, auquel cas ils ont une microstructure de martensite revenue. Parmi les pièces faites d'acier à

moyenne teneur en carbone, mentionnons les roues de train et les voies ferrées, les engrenages, les vilebrequins ainsi que d'autres pièces de machine et des composants structuraux alliant haute résistance, résistance à l'usure et ténacité.

En dehors de la variation du pourcentage de carbone, on peut modifier les caractéristiques mécaniques et aptitudes technologiques des aciers par addition d'autres métaux. L'addition d'éléments d'alliage, tels que Cr, Si, Al, Mo, Nb, Ti favorise la formation du fer α , ce sont des éléments alphagènes. D'autres éléments tels que Ni, C, Mn, N, Cu stabilisent le fer α à température ambiante, ce sont des éléments gammagènes.

I.2. Austénitisation et transformations au refroidissement

Les traitements thermiques d'austénitisation permettent d'homogénéiser chimiquement l'austénite et de contrôler sa taille de grain. L'objectif est d'achever la mise en solution des carbures et d'homogénéiser la répartition des éléments d'alliage pour limiter les éventuelles ségrégations. Le manganèse est par exemple susceptible de ségréger.

Le maintien à la température d'austénitisation doit être suffisamment long pour dissoudre les carbures, tout en évitant le grossissement des grains. On définit pour cela le paramètre Pa qui donne un équivalent temps de maintien / température pour atteindre une taille de grain γ donnée. Il est défini comme suit [3] :

$$Pa = \left[\frac{1}{Ta} - 2.3R * \frac{\log ta}{\Delta Ha} \right]^{-1} \quad (I.1)$$

Avec :

Ta : température d'austénitisation en K

ta : durée de maintien en s

R : constante des gaz parfaits en J/K mol

ΔHa : enthalpie d'activation du grossissement du grain austénitique.

La figure I.2 illustre l'effet de la température de maintien et du temps sur l'homogénéisation de l'austénite et sa taille de grain. La durée de ce maintien doit être d'autant plus longue que la température d'austénitisation est proche de la température Ac3 de fin de transformation du fer α en fer γ . Le maintien peut être écourté, si l'on adopte une température d'austénitisation plus élevée.

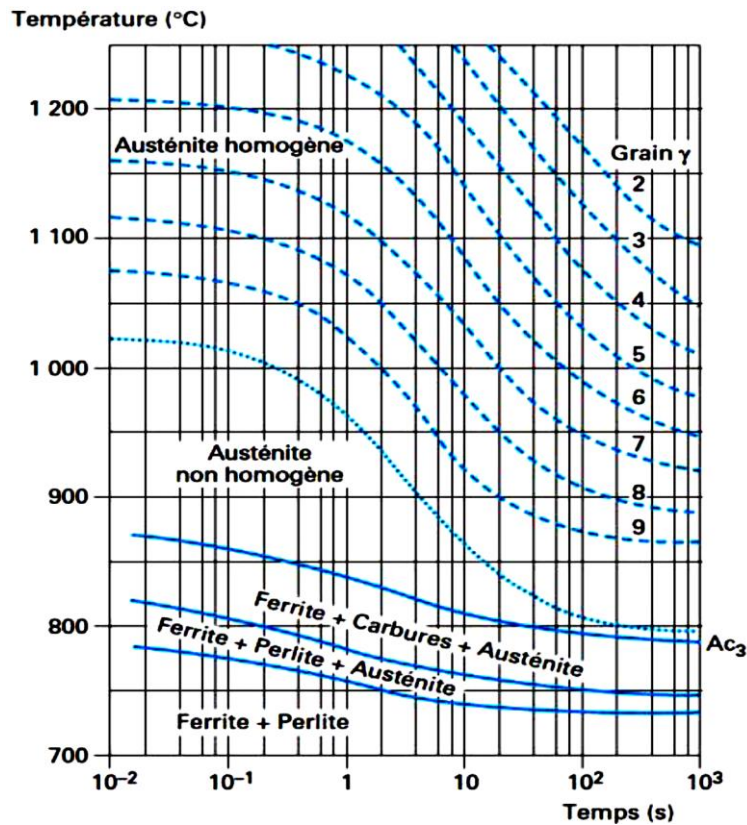


Figure I.2 : Diagramme de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ isotherme d'un acier 35CrMo4 [4].

Au cours des dernières années, plusieurs modèles quantitatifs ont été proposés pour décrire la cinétique d'austénitisation au cours du chauffage, tous basés sur l'équation de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [5] :

$$\alpha = 1 - \exp [-(k t)^n] \quad (\text{I.2})$$

Où α représente la fraction d'austénite transformée, k et n sont les paramètres dépendant de la température T .

Différents modèles décrivant la cinétique de la formation de l'austénite à partir de différentes microstructures initiales (perlite, ferrite, bainite, martensite, ou leurs mélanges) au cours du chauffage ont été développés. García De Andrés et al. [6] ont dérivé un modèle mathématique de la transformation perlite-austénite au cours du chauffage continu dans un acier eutectoïde avec une microstructure initiale entièrement perlitique. Caballero et al. [7] ont présenté un modèle pour décrire la ferrite-austénite transformation en trois aciers bas-carbone / bas-manganèse à partir d'une microstructure initiale entièrement ferritique. Ce modèle peut être utilisé pour calculer la fraction volumique de l'austénite et de la ferrite pendant la transformation en fonction de la température. Caballero et al. [8] ont utilisé des connaissances théoriques concernant la transformation isotherme d'austénite à partir de microstructures

initiales pures et mixtes pour développer un modèle de transformation non isotherme dans une large gamme d'aciers avec une microstructure initiale constituée de ferrite et / ou de perlite.

Il est à noter que de nouvelles méthodes ont été utilisées pour l'étude de la formation de l'austénite ces dernières années. Par exemple, Savran et al. [9] ont étudié la nucléation et la croissance de l'austénite à partir de structures ferrite-perlite à l'aide d'un microscope tridimensionnel à diffraction de rayons X à haute énergie (XRD 3-D). Esin et al. [10] ont étudié l'austénitisation au cours du chauffage lent et rapide pour différentes microstructures d'un acier faiblement allié en utilisant simultanément la diffraction et la dilatométrie des rayons X synchrotron à haute énergie in situ.

I.2.1 Transformation de phase au cours de refroidissement

Selon les conditions de refroidissement et la composition de l'alliage, différentes transformations de phases à l'état solide peuvent se produire, figure I.3.

- ✓ Si la vitesse de refroidissement est faible, inférieure à $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, 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_{r1} .
- ✓ Si la vitesse de refroidissement est rapide, supérieure à $80\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, 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.
- ✓ 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 bainitique supérieure B_s .

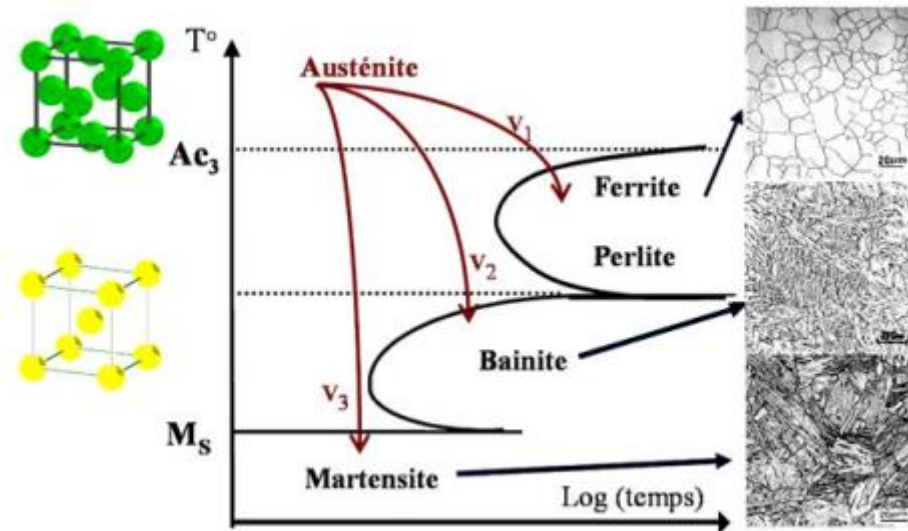


Figure I.3 : Diagramme TRC (Transformation à refroidissement contenu).

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

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.

Lors de la transformation displacive, il y a déformation du réseau avec conservation d'un plan invariant. L'orientation du plan invariant ainsi que les positions atomiques relatives dans ce plan ne sont pas modifiées par la transformation. La présence d'un plan invariant permet de relier les réseaux cristallins de l'austénite et du produit de transformation par une relation d'orientation particulière. La relation d'orientation peut être décrite comme une rotation mettant en coïncidence le repère du cristal parent et celui du cristal hérité. Le réseau cristallin de l'austénite possède 24 éléments de symétrie. Il y aura donc au maximum 24 orientations possibles pour la phase héritée par rapport à la phase austénitique. Ces orientations sont nommées variantes cristallographiques. La formation d'un variant s'accompagne d'une déformation du réseau cristallin. Il s'ensuit des contraintes internes au sein de l'austénite lors de l'apparition de domaines hérités. Elles peuvent être relaxées en partie par l'organisation de plusieurs variantes formant un groupement auto accommodé. Dans un tel groupement, les variantes s'organisent de façon à ce que les déformations induites par chaque variant se compensent partiellement. Dès lors, la déformation globale associée est bien plus faible.

La transformation diffusionnelle est une transformation au cours de laquelle l'interface entre la phase austénitique et la phase héritée avance grâce au mouvement thermiquement activé des atomes à travers l'interface. La transformation débute après une période d'incubation, dont la durée dépend de la température. Les atomes se transportent vers les germes en train de croître par diffusion sur de grandes distances dans la phase mère. La composition de cette dernière évolue de façon continue vers sa nouvelle valeur d'équilibre. Le changement de structure peut apparaître localement à l'interface et la vitesse de croissance dépend surtout de la vitesse de la réaction à l'interface par rapport à celle de la diffusion. Les vitesses de diffusion, à une température donnée, des éléments d'un alliage peuvent être très différentes suivant la composition nominale et la structure, ainsi que de la nature de la diffusion envisagée : diffusion interstitielle, diffusion superficielle, diffusion aux joints de grains. La phase héritée peut donc avoir une composition différente de la phase parente. Il y a réarrangement des atomes dans le réseau hérité sans relation d'orientation définie entre le grain hérité et le grain de la phase parente.

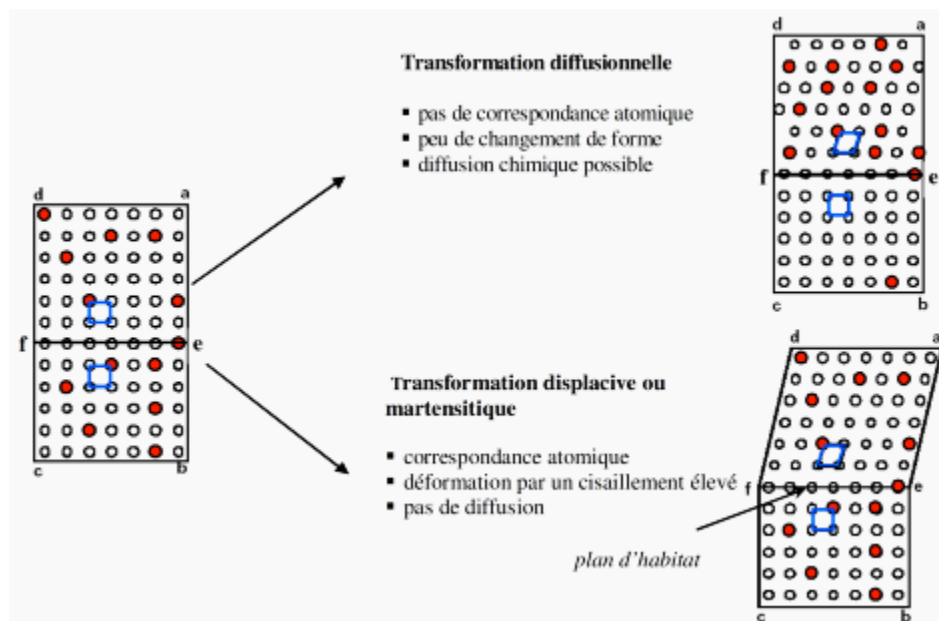


Figure I.4 : Illustration des mécanismes de transformation displacive et diffusionnelle [11]

Le tableau I.1 synthétise les différents produits de transformation de l'austénite en fonction de la nature de leur transformation. Nous décrivons dans les sections suivantes plus précisément les conditions de formation de la ferrite proeutectoïde, ferrite allotripomorphique et de Widmanstätten, de la martensite ainsi que de la bainite.

	Transformation reconstructive	Transformation displacive
Transformation diffusionnelle	Ferrite allotriomorphe	Ferrite de Widmanstätten Bainite
Transformation Non diffusionnelle	Ferrite massive	Martensite

Tableau I.1 : Produits et nature des transformations de phase issus de l'austénite

I.2.2 Formation de ferrite proeutectoïde et de perlite

Pour des vitesses de refroidissement relativement basses, la température de transformation de phase est élevée et le refroidissement de l'austénite dans les aciers bas carbone conduit à la formation de ferrite proeutectoïde et de perlite, figure I.3, par une transformation avec diffusion du carbone. La transformation commence à une température variable selon la teneur en carbone ; elle donne naissance à des grains de ferrite pauvres en carbone. Puis, avec l'abaissement de la température, on assiste à :

- La formation de grains de ferrite un peu plus riches en carbone (teneur maximale 0.02 %)
- Un très léger enrichissement par diffusion en carbone des grains de ferrite déjà formés
- Un enrichissement en carbone de l'austénite non encore transformée.

A 727 °C, l'austénite non encore transformée se trouve saturée en carbone et se transforme selon la réaction eutectoïde : $Fe \gamma \rightarrow Fe \alpha + Fe_3C$ et donne naissance à l'agrégat eutectoïde constitué de grains intimement mélangés de ferrite et de cémentite, nommée perlite. La transformation eutectoïde commence par la germination de cristaux de cémentite dont la croissance engendre l'appauvrissement en carbone de l'austénite voisine, ce qui permet alors la germination et la croissance de la ferrite. A la fin de la transformation eutectoïde, la microstructure est constituée de ferrite properlitique et de colonies perlitiques. Avec la poursuite du refroidissement, on n'assiste plus qu'à la précipitation, sur les carbures existants et sous forme de cémentite, du carbone en solution dans la ferrite à 727 °C.

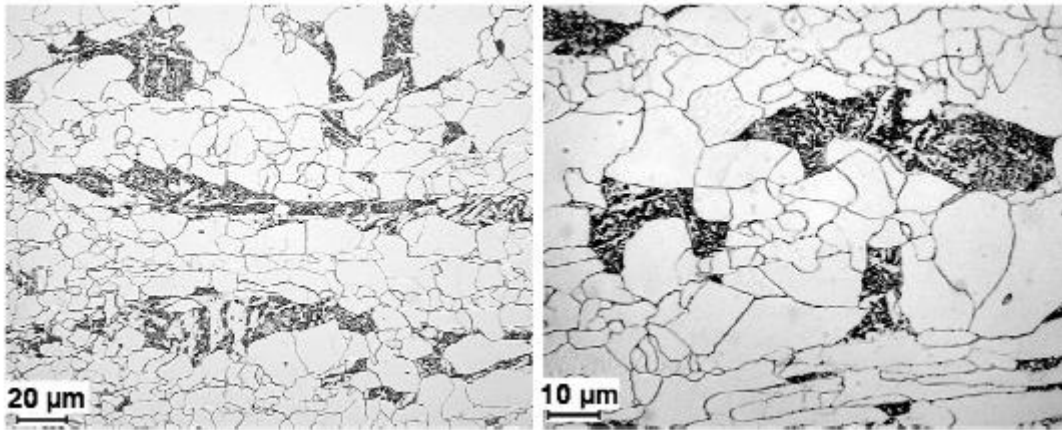


Figure I.5 : Microstructure ferrito-perlitique, avec en blanc les grains de ferrite et en noir la perlite (micrographies optiques après attaque nital 2 %)

Parmi les différents types de ferrite, présentes dans les aciers à moyenne teneur en carbone, on peut citer la ferrite allotriomorphe et la ferrite de Widmanstätten.

La formation de **la ferrite allotriomorphe**, obtenue à haute température lors d'un refroidissement très lent, se décompose classiquement en deux étapes de germination et de croissance. **La germination** commence après un temps d'incubation fonction de la température de transformation. Les premiers germes de ferrite, pauvres en carbone, se forment par diffusion aux joints de grains austénitiques. Il y a donc diffusion du carbone et des éléments d'alliage gammagènes dans l'austénite, tableau I.2. Krebs et coll. [12] ont mis en évidence que la ferrite allotriomorphe est en relation d'orientation avec un des grains formant le joint, mais croît dans un autre grain γ_2 , sans aucune relation d'orientation avec lui, Krebs [11]. La relation d'orientation suivie avec le grain γ_1 est de type Kurdjumov-Sachs [13].

Éléments	Fe	Mn	Si	C
Coefficient De diffusion (cm ² /s) à 1100 °C	$9 \cdot 10^{-12}$	$2 \cdot 10^{-11}$	$6 \cdot 10^{-11}$	$7,5 \cdot 10^{-7}$
Coefficient De diffusion (cm ² /s) à 900 °C	$2 \cdot 10^{-13}$	$3 \cdot 10^{-13}$	$1 \cdot 10^{-12}$	$1 \cdot 10^{-7}$

Tableau I.2 : Coefficients de diffusion dans l'austénite des éléments présents dans les aciers de cette étude [14]

Intervient ensuite **la croissance** des grains ferritiques. Elle est d'autant plus rapide que la température de transformation sera élevée. La solubilité du carbone étant plus faible dans la

ferrite que dans l'austénite, il sera donc partitionné dans cette dernière. La croissance des grains de ferrite dans le temps sera ralentie par l'augmentation du domaine de diffusion du carbone.

Avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement, la ferrite allotriomorphe ne possède pas une cinétique assez rapide et fait place à **la ferrite de Widmanstätten**, qui suit une transformation displacive. Elle se forme préférentiellement pour des teneurs en carbone comprises entre 0.2 et 0.4 %, [06]. Cette ferrite se présente sous forme de paquets d'aiguilles faiblement désorientées entre elles avec des relations d'orientations de type Kurdjumov-Sachs ou de Nishiyama-Wassermann avec l'austénite. Les paquets d'aiguilles germent sur les grains de ferrite allotriomorphe et croissent entièrement à l'intérieur du grain austénitique avec lequel elles sont en relation d'orientation [15].

Bodnar et Hansen [16] montrent que la fraction de ferrite de Widmanstätten formée augmente avec l'augmentation de la taille de grains austénitiques et de la vitesse de refroidissement. La formation de structures de Widmanstätten peut être minimisée si l'austénite est suffisamment fine, dans leur cas inférieur à 30 μm .

I.2.3 Formation de la martensite

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 MS, dépendant uniquement de la composition chimique de l'alliage, et se termine à MF. La température MS est inférieure à la température A_{e3} d'équilibre entre les phases austénitique et ferritique. La composition chimique de la martensite est identique à celle de l'austénite parente.

La transformation martensitique présente un plan invariant entre la martensite et l'austénite, appelé plan d'habitat. Il varie avec la teneur en éléments d'alliage et la température de transformation. Par exemple, pour un acier bas-carbone, $< 0.5\% \text{ C}$, il s'agit du plan $\{111\}_{\gamma}$ [17]. Lorsque la concentration est comprise entre 0.5 et 1.4 % C, c'est le plan $\{225\}_{\gamma}$ [18] et au-delà de 1.4% C, le plan d'habitat est $\{259\}_{\gamma}$ [19].

Selon la teneur en carbone de l'acier, la microstructure de la martensite présente des morphologies différentes :

- Dans les aciers contenant moins de 0.4 % C en masse, la martensite apparaît sous forme de lattes empilées en paquets.
- Pour les aciers plus chargés en carbone et peu alliés, la martensite apparaît en plaquettes, les premières divisent tout le grain de l'austénite, puis les suivantes le subdivisent progressivement et leur taille diminue simultanément avec le degré d'avancement de la réaction. Les plaquettes contiennent une forte densité de dislocations.
- Pour les aciers chargés en carbone et plus alliés, et plus généralement pour des alliages dont le point MS est plus bas, les plaquettes prennent une forme lenticulaire marquée, avec des chaînes de plaquettes formant soit des zigzags, soit une forme de minces plaquettes, soit encore un faciès dit en papillon.

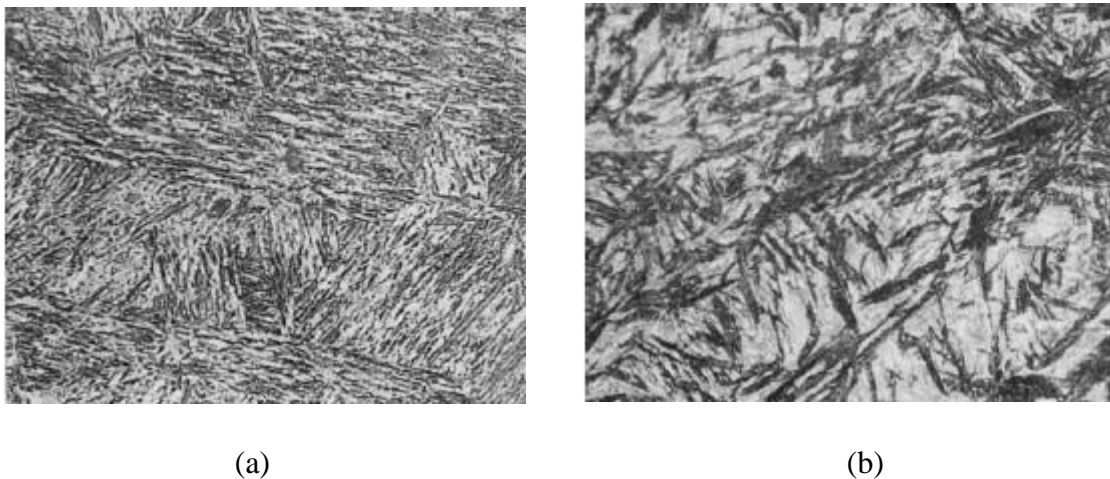


Figure I.6 : Micrographies optiques après attaque Nital 3% (a) martensite en lattes (b) mélange de martensite et d'austénite résiduelle [4]

Ces changements microstructuraux ont été observés par Yaso et coll. [20] dans deux alliages Fe-C-Cr. Selon la température d'austénitisation le taux de carbone en solution solide varie et Yaso et coll. ont ainsi pu constater que la microstructure martensitique changeait de la morphologie en lattes vers la morphologie lenticulaire avec l'augmentation du taux de carbone en solution solide.

La transformation martensitique produit une déformation de transformation. En effet, à l'aplomb de chaque plaquette la surface du métal montre un basculement et toute droite tracée à la surface de l'austénite montre une flexion à la traversée des cristallites de martensite après transformation, figure I.6. La déformation de transformation mesurée est une déformation à

plan invariant avec un large coefficient de cisaillement d'environ 0.22 - 0.25 et une faible dilatation proche de 0.03 dirigée de façon normale au plan invariant. Par ailleurs, la morphologie des cristallites et leur arrangement à l'intérieur des grains sont liés à la minimisation de l'énergie mécanique mise en jeu par les déformations de changement de phase.

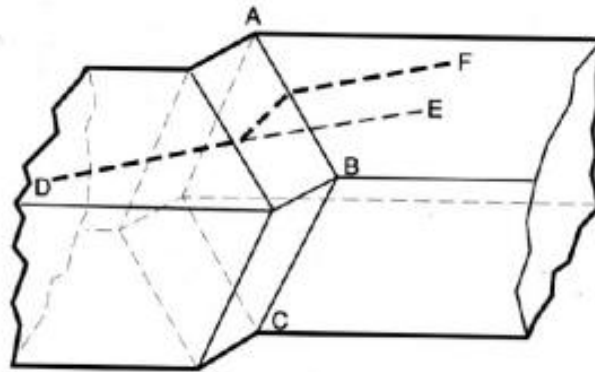


Figure I.7 : Déformation engendrée par une cristallite de martensite.

De plus, grâce à l'analyse des diagrammes de Kikuchi, Miyamoto et coll. [21] ont montré que la déformation de transformation associée à la formation de martensite en lattes est partiellement accommodée par une déformation plastique dans la matrice austénitique, cette déformation plastique étant accumulée dans l'austénite adjacente principalement sur un côté de la latte.

I.2.4 Formation de la bainite

Depuis sa première observation en 1930 par Davenport et Bain, la structure bainitique est sujette à débat que ce soit d'un point de vue morphologique ou mécanisme de transformation. Obtenue pour des vitesses de refroidissement intermédiaires, sa morphologie est fonction des conditions de refroidissement et des éléments d'alliage présents dans l'acier. La température de début de transformation bainitique B_s est fonction de la composition chimique de l'alliage.

La transformation bainitique intervient lors de maintiens isothermes à des températures comprises entre 500 °C et le point M_s succédant à une trempe depuis un état austénitique. Ce type de traitement comporte trois phases, comme le montre le schéma de la figure I.8 :

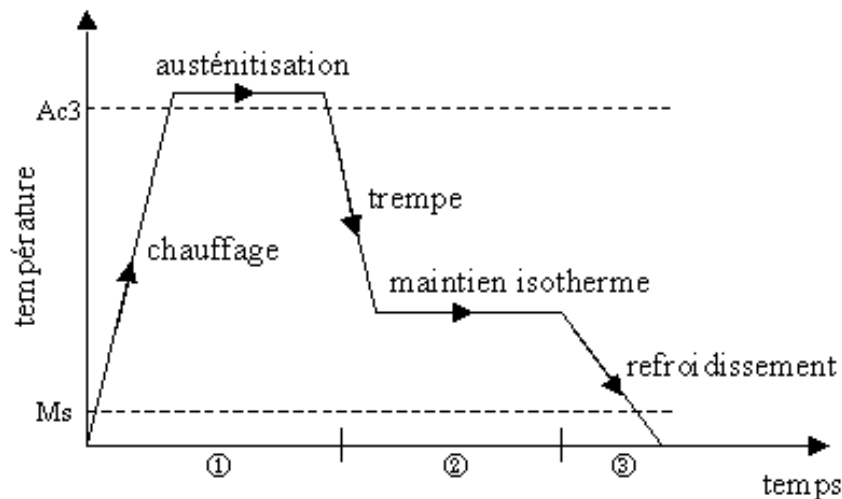


Figure I.8 : Schéma du traitement thermique de trempe étagée bainitique.

La transformation bainitique peut être décrite en deux étapes :

- **Stade I :** l'austénite (γ) se décompose en ferrite bainitique (α) et en austénite enrichie en carbone (γ_r). Le composé ainsi formé est aussi appelé ausferrite. Des lattes ou des plaquettes de ferrite germent à partir de l'austénite. Le carbone diffuse de ces aiguilles ou assiettes vers l'austénite qui s'enrichit en carbone. Si le temps de maintien isotherme est suffisant, cette austénite devient assez riche en carbone pour rester stable et ne pas se transformer en martensite lors du refroidissement.
- **Stade II :** lorsque le maintien isotherme se prolonge, l'austénite enrichie en carbone finit par se décomposer à son tour en ferrite et en carbures : $(\gamma_r) \rightarrow \alpha + \text{carbures}$. La température du maintien influence également cette précipitation, la diffusion du carbone étant plus rapide lorsqu'elle augmente. L'apparition de ces carbures va s'accompagner d'une chute de la ductilité et de la résilience.

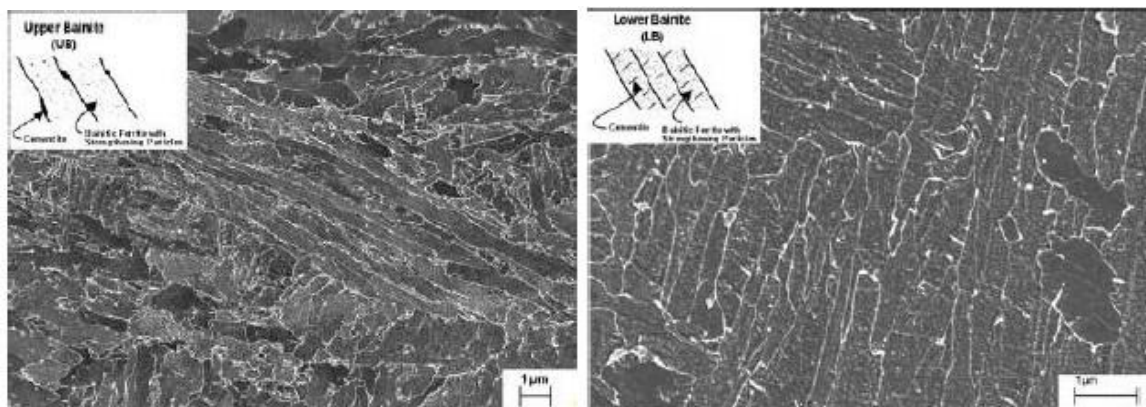
Il existe différentes classifications morphologiques de la bainite. La distinction proposée par Mehl [22] entre la bainite supérieure et la bainite inférieure est encore largement utilisée. Elle repose principalement sur la distribution des carbures. La bainite supérieure se forme entre 585 °C et 627 °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.

La bainite inférieure 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

jointes de grains austénitiques et la bainite inférieure se forme dans l'austénite enrichie en carbone.

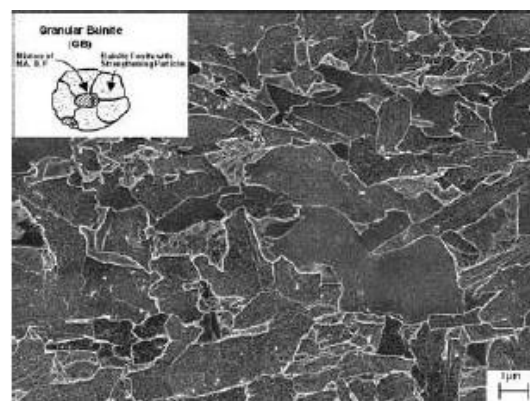
Lee et coll. [23] ont aussi montré, que le taux de transformation de bainite supérieure augmente lorsque la taille de grains austénitiques diminue, alors que le taux de transformation de bainite inférieure est indépendant de la taille de grains.

Zajac et al [24]. ont proposé une nouvelle définition ou classification 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.9. Par rapport à la classification de Mehl [22], les auteurs distinguent en plus la bainite granulaire.



(a)

(b)



(c)

Figure I.9 : Micrographies MEB a) bainite supérieure, b) bainite inférieure et c) bainite granulaire [24]

La bainite granulaire, produit de forme granulaire se formant dans le domaine bainitique, n'est pas clairement définie dans la littérature. Suivant les classifications, elle est associée à la ferrite aciculaire ou encore à la ferrite quasi-polygonale [25]. Pour Bhadeshia [26], il s'agit d'une matrice de grains ferritiques de forme irrégulière (grains ou lattes) à l'intérieur de laquelle sont dispersés des ilots de Martensite/Austénite (M/A).

I.3. Facteurs métallurgiques influençant la transformation de phase

De nombreux paramètres sont susceptibles d'influencer la transformation martensitique et de modifier en conséquence le comportement mécanique de l'alliage.

I.3.1 Composition chimique

La présence des éléments d'alliages à une forte influence sur la stabilité de la phase austénitique. Ils 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, modifiant la position des points caractéristiques de début et de fin de la transformation A_{C1} et A_{C3} .

Certains éléments comme le manganèse, le nickel, l'azote, le cuivre et le zinc par exemple, augmentent la plage de stabilité de l'austénite ; ils sont dits « gammagènes ». Avec un dosage suffisant, ils permettent, grâce à une trempe, d'obtenir de l'austénite à température ambiante à l'état métastable. C'est le cas des aciers dits austénitiques. La grande majorité des aciers inoxydables sont austénitiques, car ils combinent de bonnes résistances à la corrosion avec des propriétés mécaniques plus élevées que l'acier ferritique. D'autres éléments comme le vanadium, l'aluminium, le titane, le tantale, le silicium, le molybdène, le chrome ou encore le tungstène tend à déstabiliser l'austénite, au profit de la ferrite. On appelle ces éléments « alphagènes »

D'après Equation d'Angel [27], le paramètre empirique Md_{30} permet de quantifier l'impact de la composition chimique sur la transformation de phase pour une température donnée.

$$Md_{30}(^{\circ}C) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo) \quad (I.3)$$

Md_{30} est la température pour laquelle 50 % de martensite a été formée après une déformation vraie de 30 %. Les éléments d'alliages de l'acier sont exprimés en pourcentage massique.

De manière générale l'ajout d'un élément d'alliage augmente la stabilité de la phase austénitique et contribue à diminuer Md_{30} [28] et [29].

Jeom Yong et al [30], [31] et [32] ont par exemple cherché à caractériser l'influence de la teneur en azote sur des aciers inoxydables duplex à très basse teneur en nickel. L'ajout d'azote à des teneurs élevées est possible à condition que les teneurs en manganèse et en chrome soient élevées afin d'augmenter la solubilité de l'azote dans l'alliage. Les compositions des alliages sont visibles dans le tableau 1.3. Les résultats montrent que l'augmentation de la teneur en azote accroît la fraction d'austénite et la stabilité de l'austénite, diminution du paramètre Md_{30} .

D'un point de vue mécanique, l'augmentation du pourcentage d'austénite joue un rôle positif sur le compromis/résistance allongement. En effet, pour cette nuance métastable la stabilité croissante entraînée par l'ajout d'azote participe également à l'optimisation du compromis.

Nuance	Cr	Ni	N	Mn	C	Si	Md_{30}	Fraction d'austénite
0.1 N	20.30	0.20	0.102	5.05	0.021	0.22	99	0.18
0.2 N	20.19	0.20	0.188	5.15	0.018	0.19	66	0.42
0.3 N	20.08	0.23	0.283	5.06	0.020	0.19	40	0.54
0.35 N	20.25	0.23	0.354	4.80	0.018	0.21	17	0.73

Tableau I.3 : Composition chimique (% en masse) et la fraction d'austénite des quatre nuances étudiées par [31]

I.3.2 Taille des grains

La taille de grains est identifiée depuis longtemps comme paramètre influençant la transformation martensitique. Nohara [33] en 1977 a proposé une formule reliant la température Md_{30} à la taille de grains. Lorsque la taille de grains diminue le paramètre Md_{30} augmente, ce qui correspond à une stabilisation de la phase austénitique.

$$Md_{30}(C) = 551 - 462(C + N) - 9,2(Si) - 8,1(Mn) - 13,7(Cr) - 29(Ni + Cu) - 18,5(Mo) - 68(Nb) - 1,42(d - 8) \quad (I.4)$$

Cet effet de la taille de grains est difficile à interpréter. Kisko et al [34], Hung-Wei et al [35] ont montré que les mécanismes de déformation changeaient en fonction de la taille de grains. Kisko et al. ont montré que pour des grains de 1,5 ; 4 et 18 μm le taux de martensite augmente graduellement avec la taille de grains. En revanche, ces auteurs ont également montré que le

taux de martensite formé pour un alliage possédant des grains d'environ 500 nm est plus important que pour des grains de 18 μm . Ce phénomène est expliqué par l'augmentation du nombre d'interfaces pouvant engendrer la germination de la martensite.

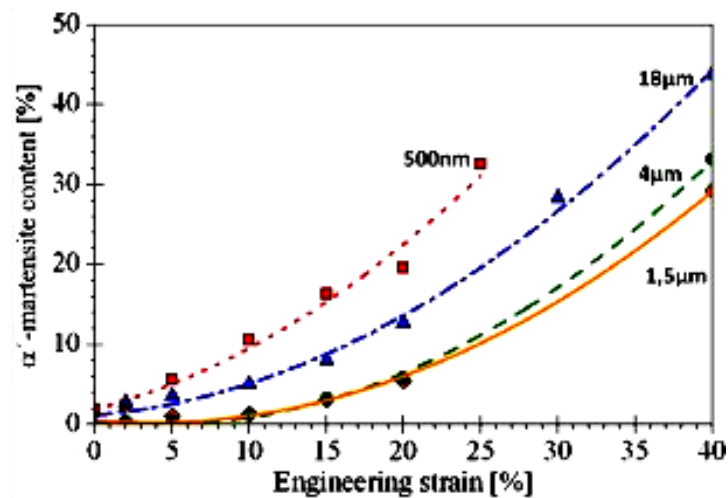


Figure I.9 : Pourcentage de martensite en fonction de la déformation conventionnelle pour différentes tailles de grains [34].

Hung-Wei et al. [35], David Maréchal [36] ont étudié des grains de taille plus importante, compris entre 5 - 250 μm et montrent que le taux de martensite formée augmente graduellement avec la taille des grains.

I.3.3 Température

La température est un paramètre influençant la transformation martensitique. Lors d'un essai de traction, l'énergie nécessaire à une transformation martensitique est majoritairement apportée par l'énergie de Gibbs de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, qui dépend de la température.

Les changements de stabilité engendrés par la température ont une forte influence sur le comportement mécanique. Par exemple, Hamada et al. [38] ont montré que la transformation de phase débute plus tôt lorsque la température diminue, figure I.10.

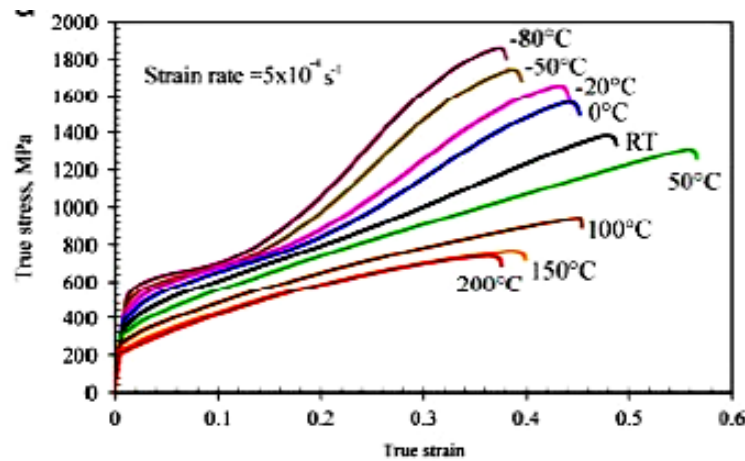


Figure I.10 : Influence de la température sur les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable austénitique [38].

Un traitement thermique préalable peut également avoir des conséquences sur la transformation de phase lors de l'essai de traction. Ran et al. [39] ont montré sur des aciers inoxydables duplex que l'augmentation de la durée d'un traitement à 700 °C, de 1 h à 7 h, engendre une diminution de la stabilité de l'austénite au cours de la déformation. Ce phénomène est expliqué par la précipitation de carbures de chrome ($M_{23}C_6$) qui appauvrissent la matrice en Cr et en C. Ceci a pour conséquence l'augmentation du paramètre Md_{30} . La cinétique de transformation de l'alliage change et on observe un début de transformation pour un taux de déformation plus faible, figure 1.11.

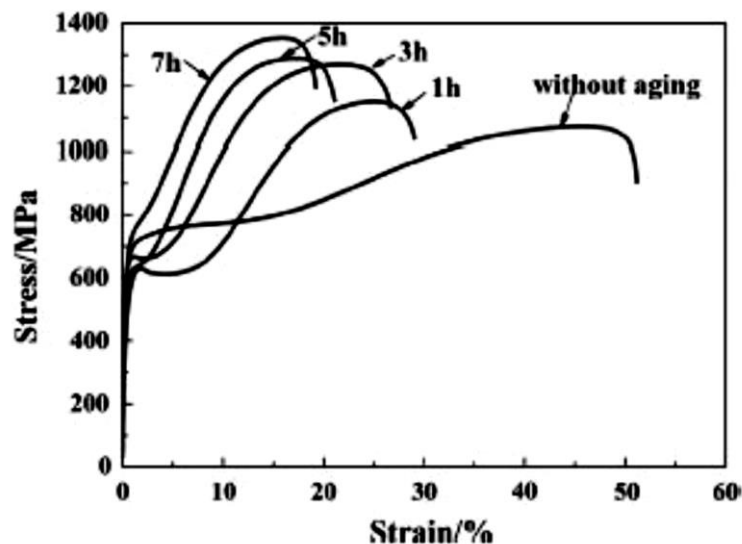


Figure I.11 : Influence de la durée d'un traitement thermique de vieillissement sur les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable duplex [39].

I.4. Comportement mécanique des différents produits au refroidissement

On sait que le comportement mécanique d'un matériau multiphasé dépend du comportement de chaque phase sous sollicitation mécanique. Considérant que l'acier étudié peut contenir 3 phases différentes (ferrite, austénite retenue et martensite fraîche).

I.4.1 Comportement mécanique de la ferrite

Classiquement, les contraintes de rendement et d'écoulement dans les matériaux polycristallins peuvent être décrites en utilisant l'équation de Hall-Petch suivante :

$$\sigma = \sigma_0 + k/\sqrt{D} \quad (I.5)$$

Où σ est la contrainte d'écoulement, D est la taille moyenne des grains et σ_0 est la contrainte relative à la taille de grain initial et k est une constantes.

Cette équation montre une relation directe entre la contrainte et la racine carrée inverse de la taille moyenne des grains. L'origine physique de cette relation est que les joints de grains sont des obstacles au mouvement de dislocation. De plus, les travaux de Bergström [40], Mecking, Kocks [41] et Estrin [42] sur le mouvement des dislocations et le stockage ont permis une description plus sophistiquée de la loi de comportement de la ferrite et de sa dépendance à la taille moyenne d'un grain. Par exemple, dans le travail d'Allain et Bouaziz [43], il a été proposé d'utiliser l'expression suivante pour l'évolution de la contrainte d'écoulement de la ferrite (σ_f) en fonction de sa déformation (ϵ_f) :

$$\sigma_f = \sigma_0 + \frac{\alpha * M * \mu * \sqrt{b}}{\sqrt{D}} \sqrt{\frac{1 - \exp(-f * M * \epsilon_f)}{f}} \quad (I.6)$$

Où :

α est une constante de l'ordre de l'unité égale à 0.4

M est le facteur moyen de Taylor égal à 3

μ est le module de cisaillement de la ferrite égal à 80 GPa

b est le vecteur de Burgers $\approx 2,5 \times 10^{-10}$ m, D est la taille moyenne des grains de ferrite

σ_0 est la contrainte de frottement du réseau qui dépend de la composition chimique (éléments en solution solide) et de la température

f est un paramètre approprié à l'intensité des processus de récupération dynamique et ajusté sur les résultats expérimentaux.

Les deux lois (I.5) et (I.6) ont été dérivées et ajustées à partir de données dont la taille moyenne des grains est généralement supérieure à $2\ \mu\text{m}$. Dans cette gamme de tailles de grains, plus de $2\ \mu\text{m}$. Ces lois montrent assez bien les performances et les prédictions sont en bon accord avec les données expérimentales.

Lorsque la taille des grains est ultra basse, inférieure à 2 ou même $1\ \mu\text{m}$, de telles approches semblent inappropriées. Plusieurs travaux ont souligné ce point et proposé de nouvelles considérations et / ou théories [44], [45], [46] et [47]. Cependant, pour le moment, il n'y a pas de vision claire dans la littérature sur le mécanisme de renforcement des aciers à granulométrie ultra-fine ou nanométrique. La difficulté existe également dans la production de telles structures à échelle fine et les mesures de leurs propriétés mécaniques. Seulement quelques travaux récents ont proposé des données précieuses [48], [49].

Un exemple de courbes contrainte-déformation obtenues sur un acier donné avec différentes tailles de grains de ferrite est montré dans la figure I.12. En observant ces résultats, on peut voir que pour les tailles de grains inférieures à $1\ \mu\text{m}$, le durcissement est proche de zéro. De même, l'augmentation de la résistance à la diminution de la taille des grains semble plus prononcée pour les structures ultra-fines. Mais même dans ces travaux, les grains de ferrite obtenus coexistaient avec des particules de cémentite, qui peuvent également avoir une influence sur le comportement mécanique. Ainsi, leur présence devrait être considérée avec soin.

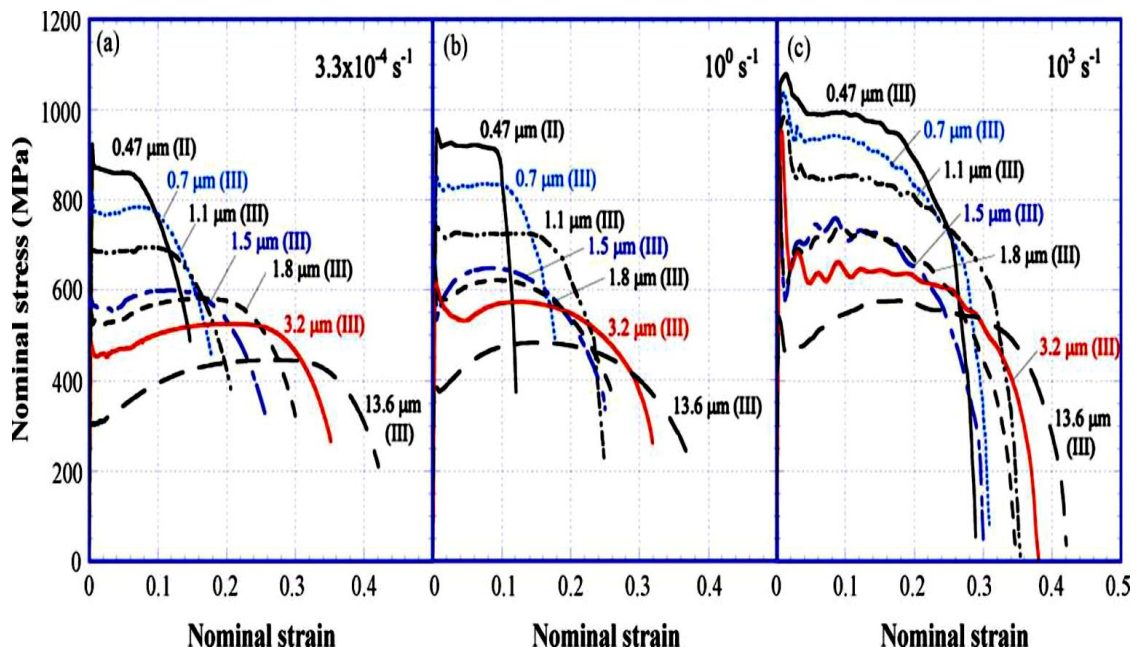


Figure I.12 : Courbes contrainte-déformation des aciers ferrite-cémentite obtenus avec des vitesses de déformation de $3.3 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ (a), $1\ \text{s}^{-1}$ (b) et $10^3\ \text{s}^{-1}$ (c) à 296K [49].

La dépendance importante de la taille des grains de YS, UTS et Uel pour les aciers ferritiques à grains ultrafines a également été montrée dans les travaux plus récents de Bouaziz [46], figure I.13 et figure I.14. La variation de YS, UTS et Uel en fonction de la taille des grains semble être presque linéaire dans le domaine des tailles de grains comprises entre 0,1 et 1 μm . Ceci montre clairement que pour les grains de ferrite ultra-fins, la relation classique de Hall-Petch entre la contrainte et la racine carrée inverse de la taille moyenne des grains n'est pas efficace. Par conséquent, pour les grains ultra-fins, il semble plus approprié de prendre en compte l'influence de la taille des grains sur la contrainte sous forme de $1/D$.

Naturellement, la structure en lattes de ferrite peut être trouvée dans la martensite et la perlite trempées. Dans le premier cas (martensite trempée), la ferrite résultante, en fonction de la température de revenu, contient une certaine densité de dislocations et en même temps certains carbures sont généralement présents.

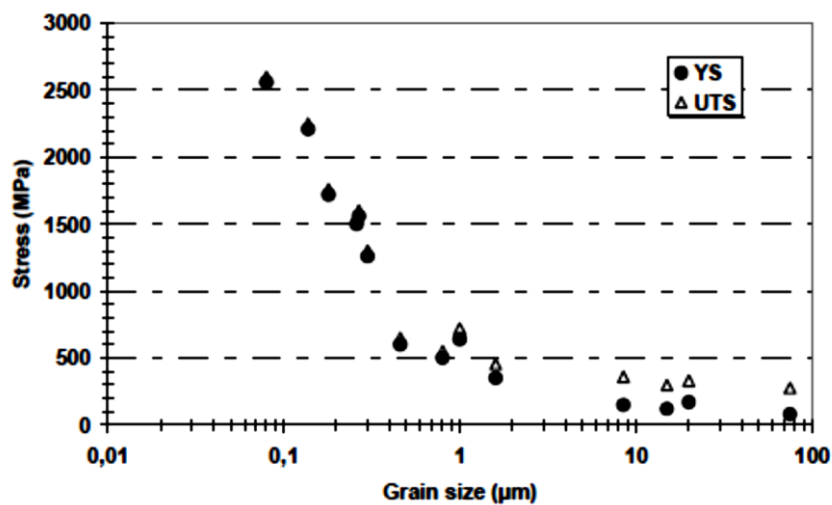


Figure I.13 : Variation de limite élastique YS et la limite à la traction UTS en fonction de la granulométrie des aciers [46].

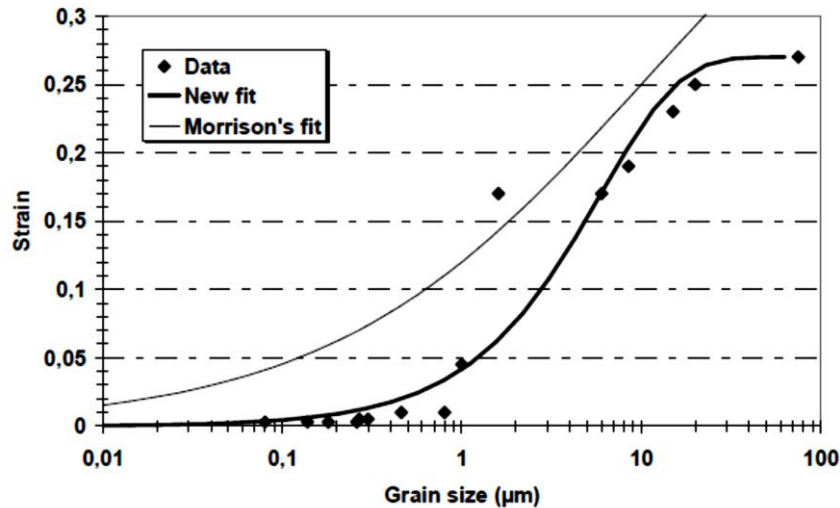


Figure I.14 : Variation de la déformation en fonction de la granulométrie des aciers [46].

Dans le cas de la perlite, les données contrainte-déformation sont plus abondantes et la ferrite contient moins de défauts. Sur la base des résultats expérimentaux, Bouaziz et Buessler [50] ont proposé une loi de comportement semi-empirique pour la perlite. Il a été supposé que seule la ferrite entre les lamelles de cémentite se déforme plastiquement. Ainsi, la limite d'élasticité était considérée comme dépendante du durcissement en solution solide et de l'espacement interlamellaire avec la forme inspirée de la théorie d'Orowan [51]. Enfin, le durcissement par déformation plastique était supposé être isotrope. Par conséquent, la forme générale de la loi perlitique était la suivante :

$$\sigma_p = \sigma_0 + \frac{\mu * M * b}{\lambda} + \frac{k}{g} * [1 - \exp(-g * \varepsilon_p/2)] \quad (I.7)$$

Où λ est l'espacement interlamellaire, et K et g sont des paramètres d'ajustement ajustés sur les courbes de traction expérimentales des aciers entièrement perlitiques avec différents espacements interlamellaires.

I.4.2 Comportement mécanique de la martensite

La martensite est l'une des phases les plus difficiles de l'acier et aussi l'une des plus complexes en raison de sa structure ultra-fine, aciculaire et multi-variant. La martensite est une phase métastable obtenue dans les aciers pendant le refroidissement avec une vitesse suffisante de l'austénite à la température ambiante. Comme il a déjà été dit, la transformation martensitique est athermique. Cela signifie beaucoup de choses. Tout d'abord, il n'y a pas de diffusion

d'atomes à longue distance pendant la transformation. En conséquence, la martensite produite hérite de la composition de l'austénite antérieure. Secondairement, pendant la transformation, la structure en réseau cubique à faces centrées (FCC) est changée en structure tétragonale centrée sur le corps (BCT) et ceci implique deux choses : le changement de volume et le grand cisaillement. Enfin, la fraction transformée de la martensite ne dépend que de la température inférieure à M_s et est indépendante du temps. Bien sûr, une telle transformation compliquée produit une structure très complexe. Selon l'étude de Krauss et Marder [52], la martensite jumelée à faible M_s est appelée "martensite à plaques", tandis que la martensite à aiguilles aiguës est appelée "martensite à lattes". Un exemple de structure de latte-martensite compliquée tirée de Morito et al. [53] est donné à la figure I.15.

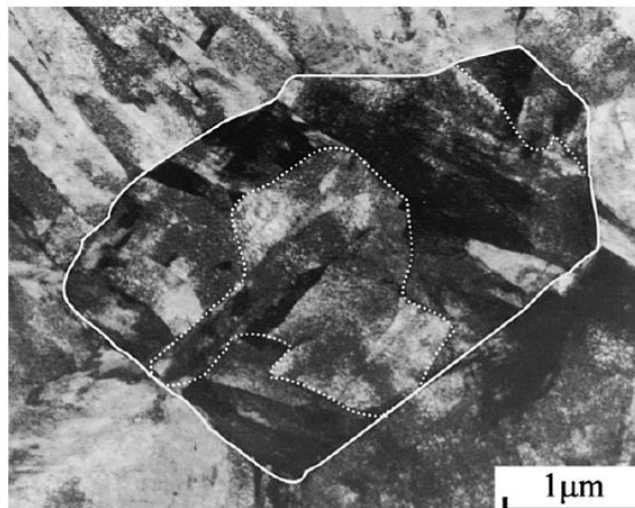


Figure I.15 : Image TEM d'une martensite à lattes dans l'acier 0,2C-1,5Mn-0,15V (% en poids) formé à partir d'austénite à grain fin [53].

Il est évident qu'une telle structure nanométrique complexe entraînera un comportement mécanique spécifique. Un exemple de courbes de contrainte vraie-déformation vraie d'aciers martensitiques avec différentes teneurs en carbone est donné à la figure I.16. Comme on peut le voir, des niveaux de résistance très élevés peuvent être obtenus, mais en contrepartie la ductilité est plus faible.

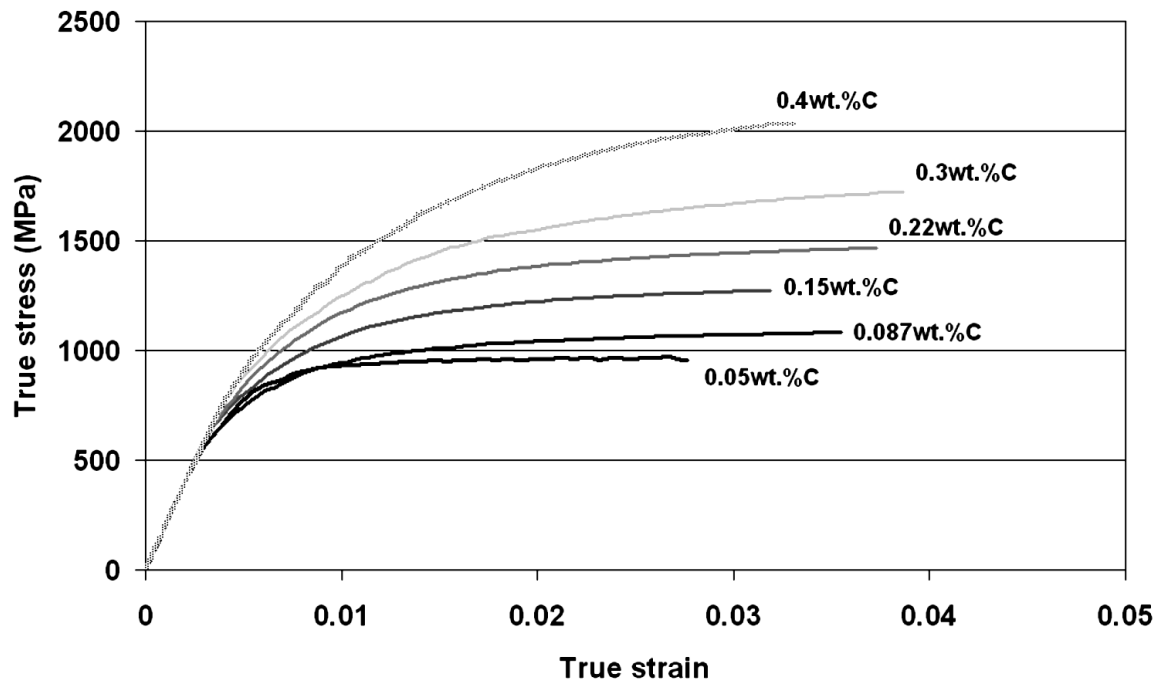


Figure I.16 : Courbes de traction réelles des aciers martensitiques teneur en carbone [54].

La ductilité peut être améliorée avec des traitements de revenu, qui ne seront pas discutés ici. Différentes sources de renforcement sont discutées dans la littérature : grain et sous-structure (paquets, lattes), solution solide, précipitation, contraintes internes et autres. Mais la corrélation la plus généralement reconnue entre un paramètre mécanique et un paramètre métallurgique est l'évolution de la dureté de la martensite liée à sa teneur en carbone. Cette dépendance est très bien démontrée dans la revue de Krauss [55], où les mesures de dureté d'un certain nombre d'auteurs ont été tracées en fonction de la teneur en carbone de la martensite pour la variété des concentrations en carbone, figure I.17.

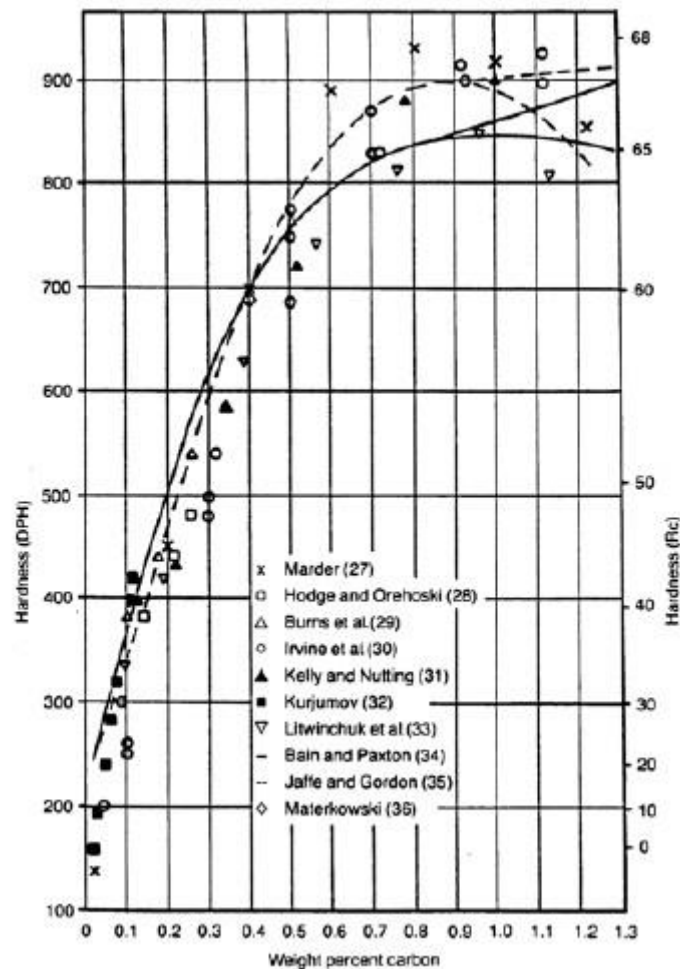


Figure I.17 : Dureté des microstructures martensitiques dans les aciers en fonction de leur teneur en carbone [55].

De même, il existe plusieurs données sur l'influence de différents éléments d'alliage sur la dureté de la martensite [56] et [57]. Cet effet des éléments d'alliage est naturellement inclus dans la prédiction de la limite d'élasticité. Par exemple, l'effet de Mn sur la limite d'élasticité de la martensite a été montré dans la revue de Krauss [54] en combinant les données provenant des études de Speich et al. [58] et Norstrom [59], figure I.18.

Cependant, très peu d'études traitent de l'influence de Mn et d'autres éléments de substitution sur la résistance de la martensite.

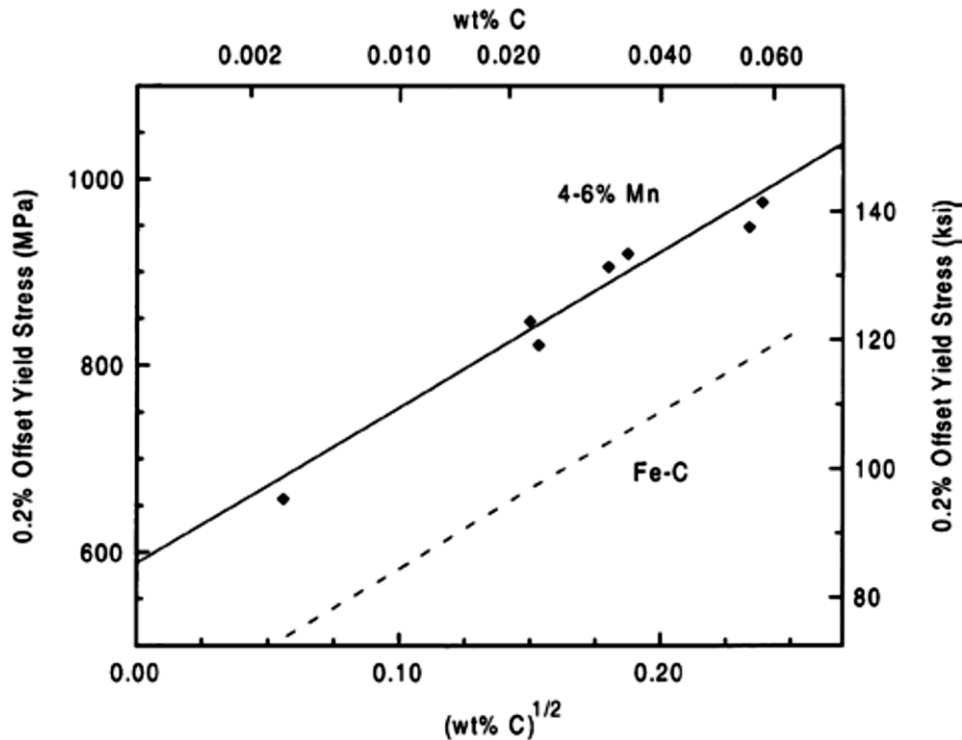


Figure I.18 : 0,2% de limite d'élasticité en fonction de la teneur en carbone pour les alliages Fe-C [58] et Fe-C -Mn [59].

De plus, il y a un manque de données sur l'influence des éléments de substitution sur le durcissement des aciers martensitiques. Une seule étude concernant l'effet de Cr sur le durcissement au rendement de la martensite a été trouvée [60].

Le comportement mécanique de la martensite est soit décrit avec phénoménologique loi polynomiale [61] ou réduite à une loi élastique ou parfaitement élastique [62]. Cependant, récemment, une approche composite continue (CCA) a été proposée pour prédire les courbes de traction complètes des aciers martensitiques trempés [54].

L'idée générale de cette approche est de considérer la martensite comme un composite de phases élastiques parfaitement plastiques en interaction. Toutes les phases ont le même module d'Young ont présentés des phases avec une limite d'élasticité donnée définit ce que l'on appelle le «spectre de contrainte». Par conséquent, le comportement de tout acier martensitique peut être décrit en utilisant son spectre de contrainte distinctif.

L'équation principale du modèle relie la contrainte macroscopique Σ à une souche macroscopique donnée E de la façon suivante :

$$\Sigma = \int_{\sigma_{min}}^{\sigma_l} f(\sigma)\sigma d\sigma + \sigma_l \int_{\sigma_l}^{+\infty} f(\sigma)d\sigma \quad (I.8)$$

Où σ_{min} est la contrainte de seuil à laquelle les phases les plus molles du plastifiant composite et σ_l est la limite d'élasticité la plus élevée parmi les phases plastifiées pour une souche macroscopique E . La première intégrale est la contribution des zones déjà plastifiées du composite et la seconde est la contribution des zones qui restent élastiques sous chargement σ_l .

Ce modèle a été adapté à la base de données mixte : le comportement mécanique de certains aciers martensitiques a été pris dans la littérature et d'autres ont été déterminés expérimentalement. Les ajustements des spectres mécaniques ont été effectués en utilisant la loi de type KJMA avec trois paramètres d'ajustement : σ_{min} , σ_o et n . La comparaison entre les résultats du modèle et les données expérimentales est présentée à la figure I.19.

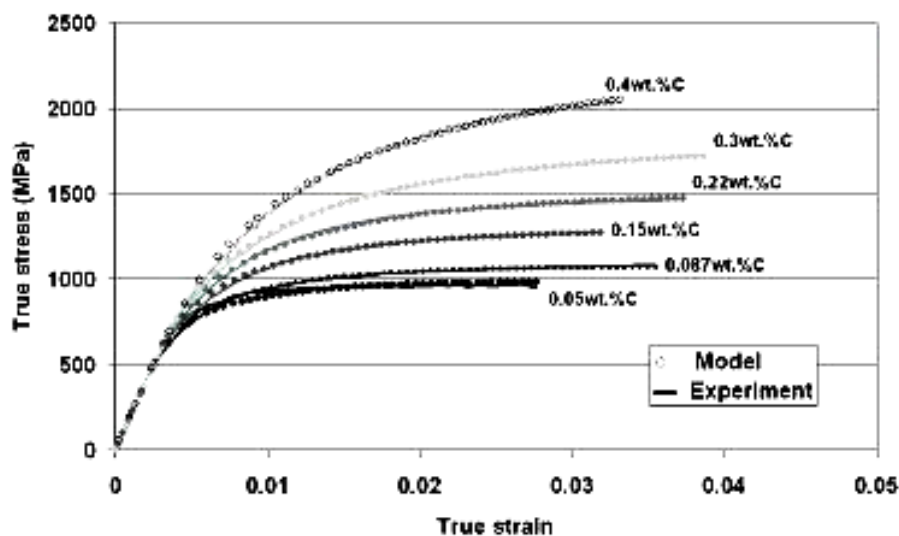


Figure I.19 : Comparaison entre les résultats du modèle et les courbes de traction expérimentales [54].

Comme on peut le voir, non seulement ils ont obtenu un très bon accord entre le modèle et les vraies courbes expérimentales contrainte-déformation, mais ils ont aussi obtenu une très bonne prédiction de l'écroutissage, figure I. 20.

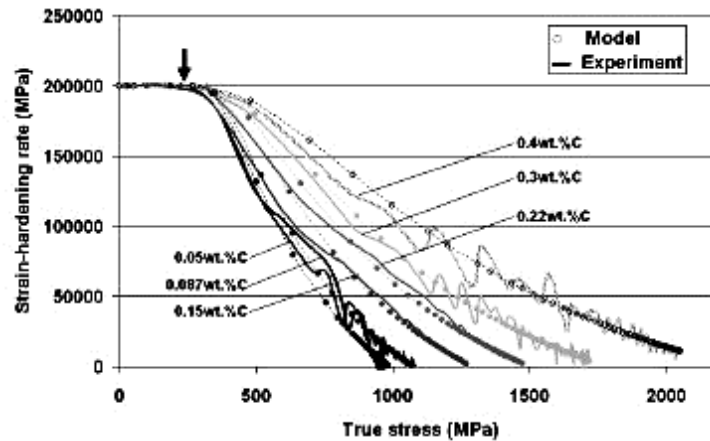


Figure I.20 : Comparaison entre les résultats du modèle et l'évolution expérimentale des pentes des courbes de traction en fonction du contrainte réel [54].

I.4.3 Comportement mécanique de l'austénite résiduelle

L'austénite présente à température ambiante, également appelée austénite résiduelle (RA), est une phase métastable. Habituellement, la RA est obtenue à température ambiante en raison de l'enrichissement chimique en C et Mn et, dans certains cas, en raison de la taille ultra fine de l'austénite. L'énergie de défaut d'empilement (SFE) des aciers C-Mn est faible. Par conséquent, plusieurs mécanismes de déformation simultanés et / ou séquentiels sont possibles : glissement de dislocation et transformation en α' - ou ϵ - martensite. Une fois de plus, la composition chimique, principalement C et Mn, la température de déformation et, dans une moindre mesure, la taille des grains d'austénite a une influence majeure sur les mécanismes de déformation qui régiront le comportement de l'austénite. Selon le diagramme de stabilité de phase de Schumann [63], donné à la figure I.21, seule la transformation en α' -martensite se produit jusqu'à 10% en poids de Mn.

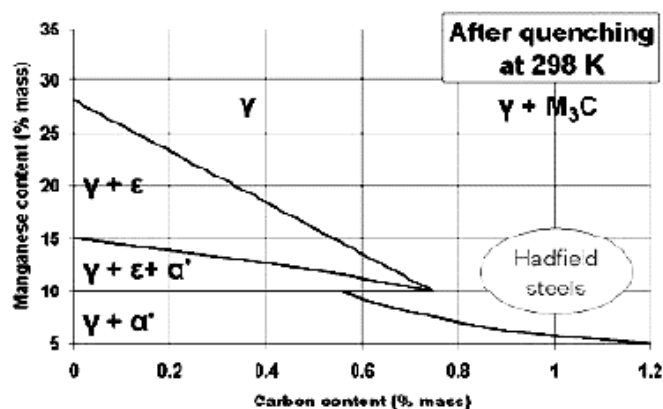


Figure I.21 : Diagramme de stabilité de phase Fe-Mn-C de Schumann à 298K [63]

Il est très difficile d'obtenir expérimentalement le comportement mécanique, avec mécanisme de glissement de dislocation, de l'austénite à faibles concentration en C et Mn. Tout d'abord, parce qu'il est compliqué de produire un acier entièrement austénitique à faible teneur en C-Mn à température ambiante, d'autre part, en raison de l'apparition de la transformation induite par la martensite.

Nous nous intéressons dans un premier temps à une éventuelle dépendance de la dureté par rapport à la quantité d'austénite résiduelle.

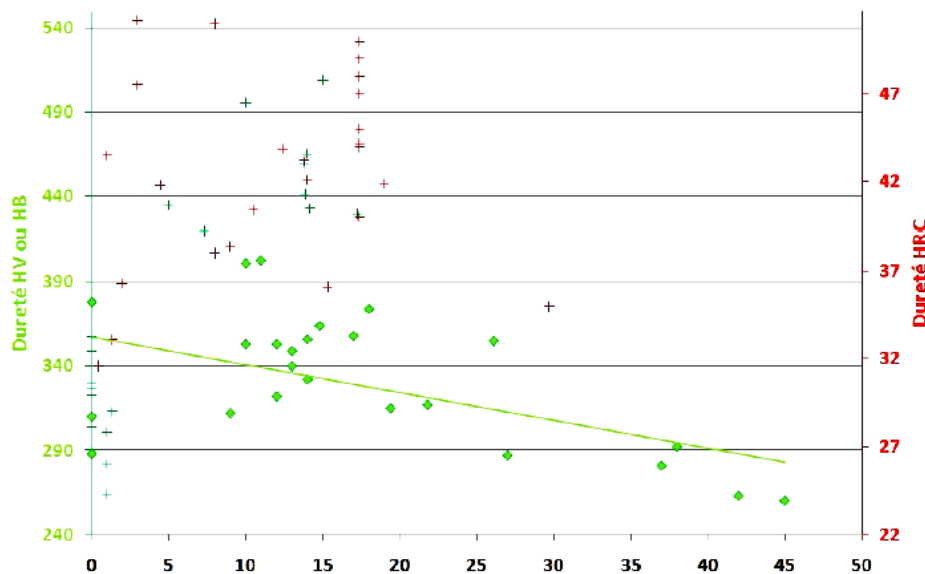


Figure I.22 : Dureté en fonction de la fraction d'austénite résiduelle après revenu (X4CrNiMo16.5.1 en HV : losanges verts, aciers de la même famille en HV : croix vertes et aciers de la même famille en HRC : croix rouges) [64].

D'après la figure I.22, il apparaît qu'en dessous de 20 % d'austénite résiduelle, l'influence sur la dureté n'est pas manifeste. Au-delà de cette fraction, l'augmentation de la quantité d'austénite tend à diminuer la dureté, l'austénite étant moins dure que la martensite [64]. La grande dispersion observée sur les nuances proches, croix vertes et rouges selon l'échelle de dureté tend à montrer un impact fort de la composition chimique sur la dureté des aciers, notamment du pourcentage de carbone.

En ce qui concerne la relation entre l'austénite et les caractéristiques R_m et $R_{p0.2}$ mesurées en traction, on s'attend donc à ce que l'augmentation de la fraction d'austénite diminue également les caractéristiques en traction, comme l'a montré Nakagawa sur un acier inoxydable martensitique 16Cr - 7Ni - 2Cu [65].

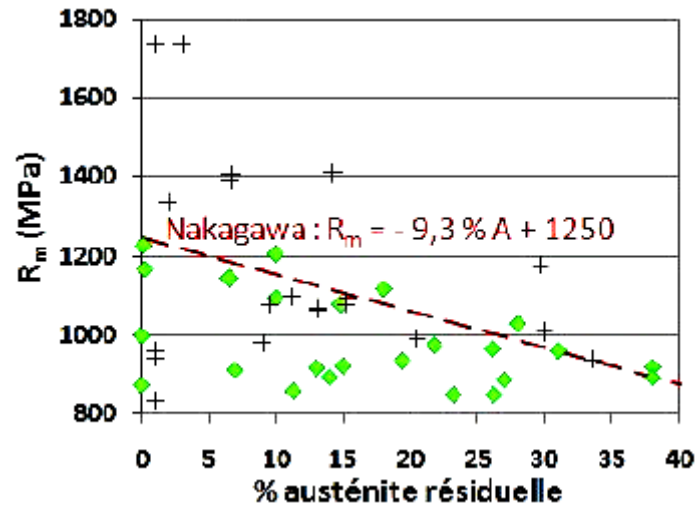


Figure I.23 : Relations entre la fraction d'austénite résiduelle et la résistance maximale (X4CrNiMo16.5.1 : losanges verts, aciers voisins : croix noires) [65].

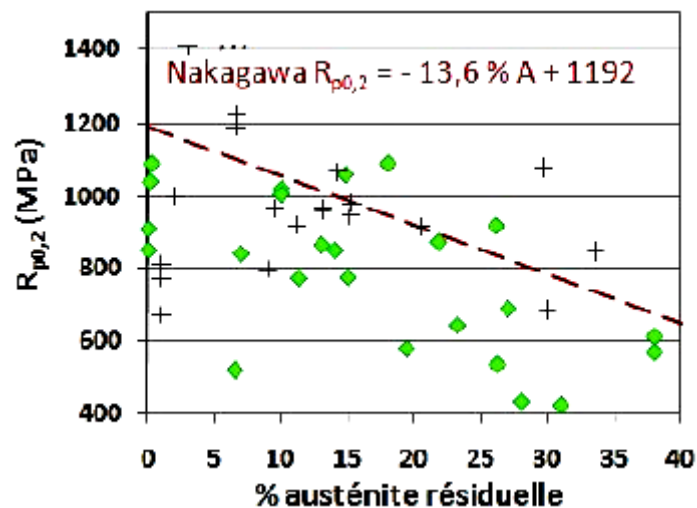


Figure I.24 : Relations entre la fraction d'austénite résiduelle et la limite d'élasticité (X4CrNiMo16.5.1 : losanges verts, aciers voisins : croix noires) [65].

Dans les alliages Fe-Ni [66], il est rapporté que la présence d'austénite résiduelle entraîne l'amélioration de leurs propriétés mécaniques, en particulier, une augmentation de la résilience et un décalage de la transition ductile-fragile vers des températures plus basses.

Les hypothèses formulées pour expliquer le rôle bénéfique de l'austénite résiduelle issue de l'austénite de réversion sont ainsi résumées par Barreto-Phan Hoang [66] :

- l'austénite agit comme un « puits » en attirant le carbone et les impuretés (P, S...), ce qui améliore la ténacité de la matrice ferritique.

- la phase austénitique, plus ductile, peut absorber l'énergie du choc en se déformant.

La présence d'austénite le long des joints de lattes martensitiques rompt leur alignement et rend plus difficile la propagation du clivage au travers des paquets de lattes.

I.5. Effet de la transformation de phase sur la ténacité

Plusieurs travaux ont été effectués sur l'effet de la transformation de phase sur les propriétés des matériaux, en particulier la ténacité à la rupture au cours du dernier demi-siècle. Greenwood et al. [67] et [68] ont travaillé respectivement sur l'effet d'une contrainte appliquée pendant la transformation de phase, ils ont montré que cette contrainte pouvait conduire à une contrainte supplémentaire irréversible, décrit par la plasticité induite par Transformation de phase (TRIP). En outre, Bressanelli et Moskowitz ont présenté que le TRIP peut augmenter le taux de durcissement qui entraîne une augmentation globale de la résistance à la traction et une ductilité uniforme [69]. Par la suite de nombreux articles sont apparus traitant de l'influence de la transformation martensitique induite mécaniquement sur le comportement mécanique général des aciers austénitiques métastables sous chargement monotone et cyclique [70]. Par exemple, Gerberich et al. [71] et Singh [72] ont étudié l'amélioration de la ténacité à la rupture due au phénomène TRIP. De nombreuses équations constitutives et théories cinétiques de la transformation martensitique isotherme ont également été présentées [73] et [74].

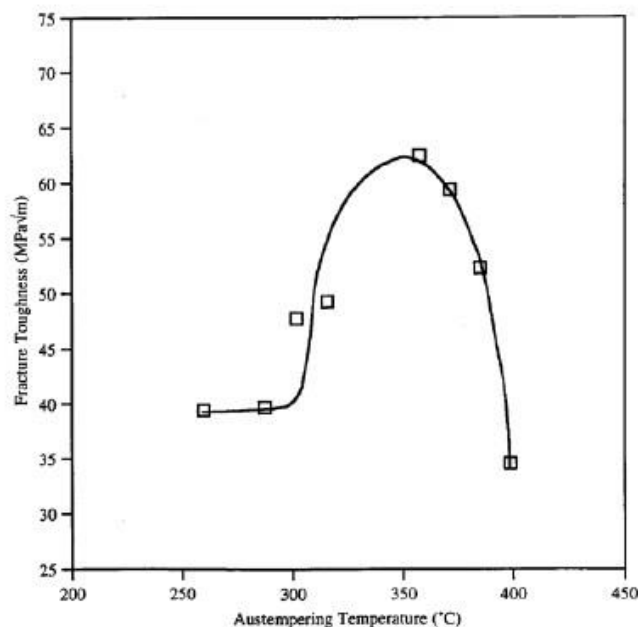


Figure I.25 : Influence de la température sur la ténacité de l'acier HCHS [75].

Hannink et Kelly [76] ont découvert que la transformation martensitique induite par contrainte dans les céramiques implique un changement volumétrique majoritairement positif, entraînant

une réduction du facteur d'intensité de contrainte du fond de fissure [76], qui à son tour entraîne une augmentation la ténacité à la rupture.

En 2001, Putatunda [75] a examiné l'influence de la température élevée sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier à haute teneur en carbone et en silicium (HCHS) à température ambiante et ambiante. La figure I.24 montre que la ténacité à la rupture de l'acier HCHS augmente avec une température élevée, atteignant une valeur maximale à 350 °C puis commence à diminuer.

La figure I.26 indique que la ténacité maximale à la rupture est obtenue dans cet acier avec une microstructure bainitique supérieure lorsque la microstructure contient environ 35% d'austénite.

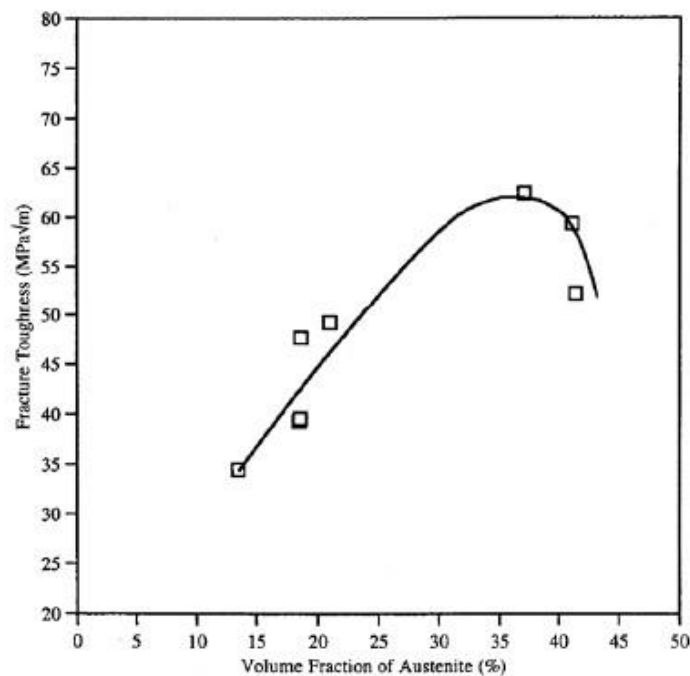


Figure I.26 : Influence de la fraction volumique de l'austénite sur la ténacité de l'acier HCHS [75].

L'auteur a trouvé que la ténacité à la rupture dépendait du paramètre $\sqrt{\frac{X_{\gamma} C_{\gamma}}{d}}$, où X_{γ} est la fraction volumique de l'austénite, C_{γ} est la teneur en carbone de l'austénite et d est le chemin libre moyen du mouvement de dislocation dans la ferrite. C_{γ} est déterminé par l'équation 1.9 [77].

$$A_{\gamma} == 0.3548 + 0.0044C_{\gamma} \quad (I.9)$$

Où A_{γ} est le paramètre de réseau de l'austénite en nm. Avec ce résultat étudié, l'auteur a conclu qu'il sera possible de produire une résistance très élevée dans l'acier HCHS en maximisant le

paramètre $\sqrt{\frac{X_Y C_Y}{d}}$ c'est-à-dire par une augmentation du produit ($X_Y C_Y$) et une réduction simultanée des valeurs de d .

I.6. Généralités sur la propagation des fissures de fatigue

La propagation des fissures de fatigue s'appuie sur le concept de «tolérance au dommage». Le principe de base de cette démarche est qu'un corps contenant un défaut initial subit un endommagement progressif lorsqu'il est soumis à un chargement cyclique, même pour des niveaux de contraintes appliquées bien en deçà des limites statiques, c.-à-d. la limite d'élasticité. Par conséquent, pour une structure donnée et à l'intérieur des moyens de détection disponibles, une application pratique de cette théorie peut permettre de déterminer la taille critique de défauts admissibles pour une vie souhaitée. À l'inverse, la vie restante d'une structure peut aussi être déterminée selon son défaut le plus critique.

Près de 40 ans après la publication de Griffith en 1920 [78], où celui-ci présenta une équation pour la contrainte critique d'un corps fragile fissuré, Irwin [79] repris les travaux de Sneddon [80] et Westergaard [81] portant sur la caractérisation du champ de contraintes au voisinage d'une fissure et fit mention pour la première fois du facteur d'intensité de contrainte K . Ce paramètre définit le champ de contraintes en bout de fissure, figure I.26 il est la métrique sur laquelle la mécanique de la rupture élastique linéaire moderne est basée. Le facteur d'intensité de contrainte K_I est fonction de la géométrie, de la longueur de la fissure a , ainsi que du chargement en champ éloigné par rapport à la fissure σ_∞ . Sa formulation générale est présentée par :

$$K_I = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (\text{I.10})$$

Où Y est un paramètre adimensionnel qui dépend de la géométrie du corps et de la fissure. Il existe des solutions du facteur d'intensité de contrainte pour une panoplie de géométries simples. De plus, pour des géométries plus complexes, diverses techniques numériques peuvent être utilisées pour calculer le facteur d'intensité de contrainte.

L'équation générale du champ de contraintes en 2D au voisinage de la fissure, définie par le facteur d'intensité de contrainte K , est donnée par [82] :

$$\sigma_{ij}(r\theta) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij} \quad (\text{I.11})$$

Où K_I est le facteur d'intensité de contrainte et σ_{ij} est le champ de contraintes associé. Les modes I, II sont présentés à la figure I.28. Le mode I est celui qui contribue le plus à la propagation des fissures de fatigue, car celles-ci ont tendance à se propager suivant la direction perpendiculaire à la contrainte tangentielle maximale en son bout [83].

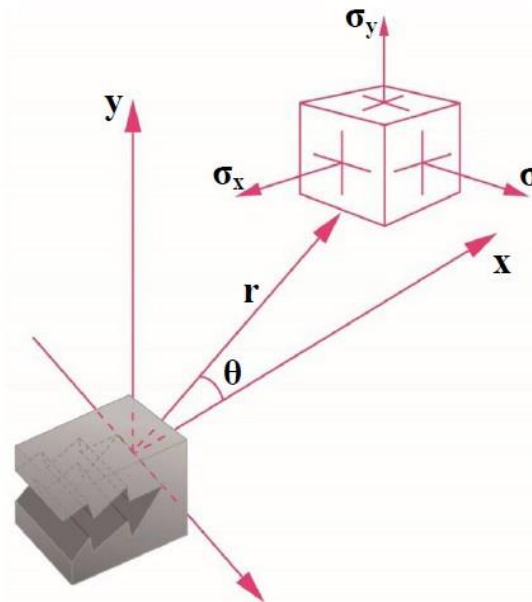


Figure I.27 : Champ de contraintes près de la pointe d'une fissure.

Les développements mathématiques ayant menés à l'équation 1.10 ne sont valides que pour un matériau isotrope ayant un comportement élastique linéaire. Ceci implique donc que l'application du facteur d'intensité de contrainte pour le calcul du champ de contraintes en bout de fissure n'est valable que pour le domaine élastique du matériau. Toutefois, pour les matériaux ductiles, il existe toujours une zone de déformation plastique entourant le bout de la fissure. En effet, étant donné que les contraintes en bout de fissure ne peuvent tendre vers l'infini comme le suggère la singularité présente dans l'équation I.11, cette zone est le siège de contraintes supérieures à la limite d'élasticité du matériau et d'un écoulement plastique local restreint par le matériau élastique environnant. Malgré cela, il est généralement accepté que la mécanique de la rupture élastique linéaire est valide si cette zone de déformation plastique est confinée par rapport à la zone d'applicabilité du facteur d'intensité de contrainte, condition connue sous le nom de *small scale yielding*. Lorsque cette condition n'est pas respectée, c-à-d, pour des matériaux très ductiles, une analyse de mécanique de la rupture élasto-plastique est requise. Dans ce cas, les paramètres généralement utilisés pour caractériser la ténacité et la propagation des fissures de fatigue sont l'ouverture de la pointe de la fissure (*crack tip opening*

displacement, CTOD) et l'intégrale-J. La description détaillée de ces paramètres dépasse le cadre de cette étude.

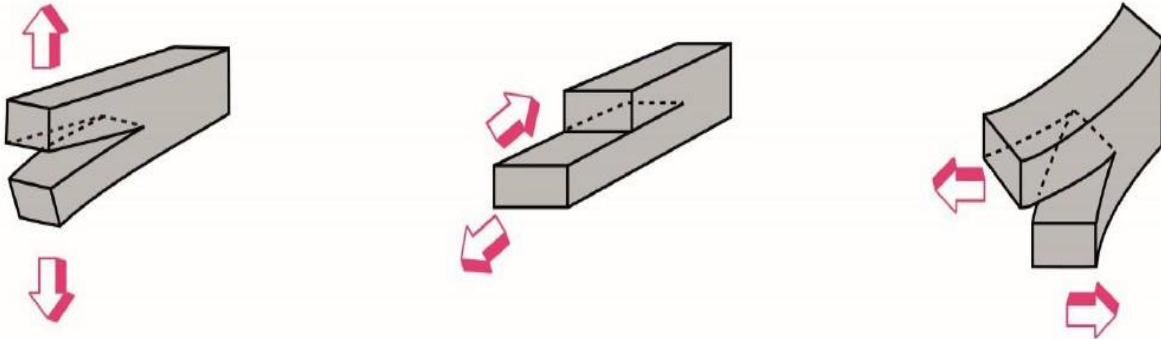


Figure I.28 : Les trois modes d'ouverture élémentaires.

- (a) Mode de traction (Mode I)
- (b) Mode de cisaillement dans le plan (Mode II)
- (c) Mode de cisaillement hors-plan (Mode III)

I.7. Régimes de propagation des fissures longues

Paris et al. [137] mettent en évidence la corrélation entre le taux de propagation d'une fissure de fatigue da/dN et le facteur d'intensité de contrainte maximal K_{max} pour un chargement cyclique avec une charge minimale nulle. Cette découverte mena à la formulation générale de la loi de Paris :

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \quad (I.12)$$

Où ΔK est la différence entre les facteurs d'intensité de contrainte maximal K_{max} et minimal K_{min} appliqués lors d'un cycle de chargement, et où C et m sont des constantes de matériaux déterminées expérimentalement. Le facteur ΔK peut être défini à partir de l'équation I.13 en introduisant la variation de la contrainte en champ éloignée $\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$:

$$\Delta K = Y \Delta\sigma \sqrt{\pi a} \quad (I.13)$$

La figure I.28 montre une courbe typique du taux de propagation da/dN en fonction du ΔK en échelle logarithmique. On y distingue trois régimes de propagation :

Le premier, le régime du seuil, est caractérisé par le seuil de propagation ΔK_{seuil} en dessous duquel les fissures longues ne se propagent pas. Un grand nombre d'études se sont penchées sur le comportement en fatigue-propagation dans le régime du seuil dont plusieurs revues de littérature [84], [85] et [86]. Plusieurs facteurs peuvent influencer le comportement en fatigue-

propagation près du seuil tels que la microstructure, le rapport de charge $R = K_{min} / K_{max}$ et les propriétés mécaniques, e.g. la limite d'élasticité.

Le deuxième, le régime de Paris, concerne la propagation stable des fissures longues et est souvent modélisé par la relation de Paris, équation I.13. Le taux de propagation dans cette région peut être influencé notamment par la microstructure, le rapport de charge, les effets de fermeture et la fréquence de chargement [86].

Le troisième, le régime de propagation accélérée, est marqué par une accélération du taux de propagation jusqu'à la rupture brutale du matériau, où K_{max} atteint la ténacité K_{Ic} du matériau. Plusieurs auteurs ont proposé des équations alternatives permettant de modéliser les différents régimes de la courbe de propagation.

Parmi les plus reconnus, on note le modèle de Walker qui permet de tenir compte du rapport de charge R au prix d'une constante supplémentaire, b_w [87] :

$$\frac{da}{dN} = C_w (\Delta K / [(1 - R)]^{(1 - b_w)})^{m_w} \quad (I.14)$$

On note aussi le modèle proposé par Lantaigne et al. Qui permet la modélisation des régimes I et II de la courbe de propagation au prix d'une constante supplémentaire, b_L [88] :

$$\frac{da}{dN} = C_l (\Delta K)^{n_l} [1 - e^{-b_l (\Delta K / \Delta K_s^{-1})}] \quad (I.15)$$

Enfin, on note le modèle de Forman qui permet de tenir compte du rapport de charge R en plus de modéliser le régime III de la courbe de propagation [89] :

$$\frac{da}{dN} = \frac{C_f (\Delta K)^{m_f}}{(1 - R) K_{Ic} - \Delta K} \quad (I.16)$$

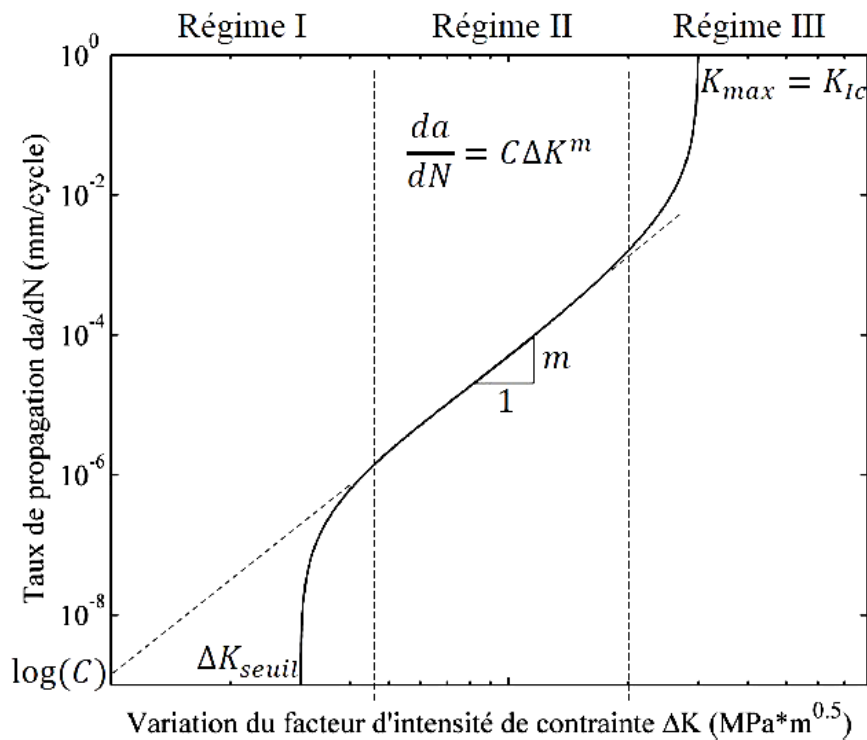


Figure I.29 : Courbe de propagation en fatigue typique d'une fissure longue à rapport de charge constant.

I.8. Mécanismes de fermeture de la fissure

La fermeture implique la mise en contact des surfaces de rupture d'une fissure de fatigue, même sous une charge en tension. L'effet de la fermeture peut être quantifié en déterminant le facteur d'intensité de contrainte au moment où la fissure commence à se fermer K_f duquel est déduit la variation efficace du facteur d'intensité de contrainte $\Delta K_{\text{eff}} = K_{\text{max}} - K_f$.

Elber proposa une modification de la relation de Paris où le ΔK nominal est remplacé par ΔK_{eff} [90]. Celui-ci démontra que des courbes de propagation pour un alliage d'aluminium obtenues à différents rapports de charge se rejoignaient en une seule courbe maîtresse lorsque tracées en fonction de ΔK_{eff} . Ceci permit de relier l'effet du rapport de charge aux effets de fermeture, ce qui fut démontré par de nombreux résultats expérimentaux subséquents et pour plusieurs matériaux [91] et [92]. Durant les dernières décennies, plusieurs mécanismes de fermeture ont été proposés et les plus cités sont décrits ci-dessous.

I.8.1 Fermeture induite par la plasticité

Le premier effet de fermeture à avoir été identifié est la fermeture induite par la plasticité. Ce phénomène a été découvert pour des feuilles d'aluminium [90] et [93]. Le principe de ce

phénomène est qu'une fissure de fatigue laisse dans son sillage une zone plastique émanant de sa pointe, figure I.30.

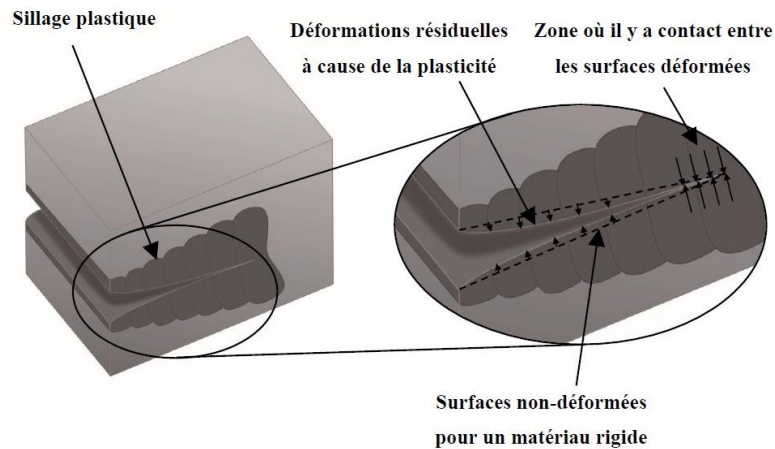


Figure I.30 : Schéma de la fermeture induite par la plasticité.

Cette zone de déformation plastique est libérée lors du passage de la fissure. Ceci résulte en une déformation résiduelle des surfaces nouvellement créées qui peuvent entrer en contact. Par ailleurs, tel qu'expliqué dans les sections suivantes, les autres phénomènes de fermeture les plus courants sont prédominants dans la région du seuil, où l'ouverture de la pointe de la fissure est faible. Pour ce qui est de la fermeture induite par la plasticité, les plus grandes ouvertures à la pointe de la fissure engendrées par des niveaux de facteur d'intensité de contrainte plus élevés sont pondérées par des déformations résiduelles plus importantes, ce qui fait en sorte que ce mécanisme de fermeture peut être aussi dominant au seuil que dans le régime de Paris.

I.8.2 Fermeture induite par la rugosité

La fermeture induite par la rugosité permet de rationaliser certains effets de la microstructure sur la propagation des fissures de fatigue, particulièrement au seuil [94] et [95]. Lorsque les caractéristiques microstructurales, e.g. la taille des grains, sont d'une taille de l'ordre de la zone plastique en bout de fissure, son extension selon des plans de glissements simples préférentiellement orientés résulte en une trajectoire tortueuse [96] et [97]. Les surfaces de rupture ainsi créées présentent des aspérités qui entrent en contact, ce qui ferme la fissure prématurément, figure I.31.

La fermeture induite par la rugosité est prédominante à faibles valeurs de ΔK , où la taille des aspérités engendrées par les bifurcations de la fissure est comparable à l'ouverture de la pointe de la fissure.

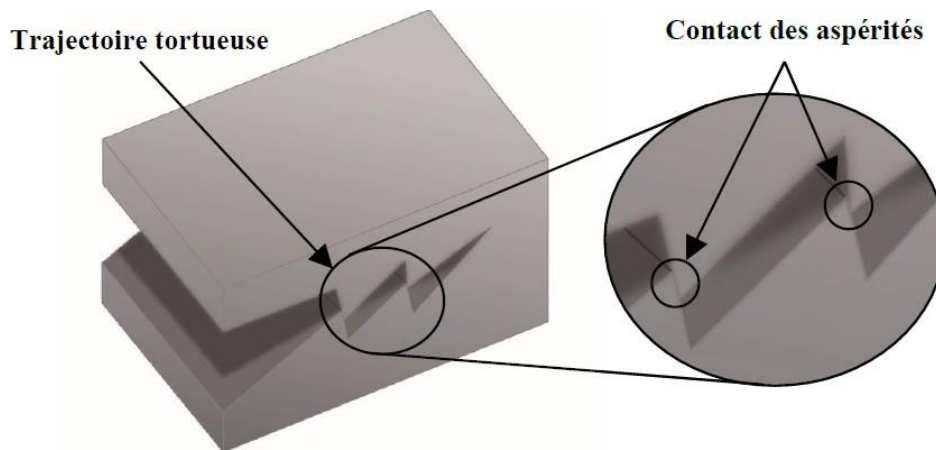


Figure I.31 : Schéma de la fermeture induite par la rugosité.

I.8.3 Fermeture induite par les oxydes

La fermeture induite par les oxydes permet une explication partielle de l'effet de l'environnement sur la propagation des fissures de fatigue, particulièrement dans la région du seuil et pour de faibles rapports de charge [95]. Le principe de ce phénomène est qu'en bout de fissure, les autres mécanismes de fermeture, tels que la fermeture induite par la plasticité et la rugosité, sont responsables d'un frottement répété des surfaces de rupture de la fissure. Lorsque le bout de fissure est soumis à un environnement corrosif et que le matériau est sujet à la corrosion, ce frottement résulte en une accumulation et une compaction de débris d'oxydation agissant comme aspérités dures, figure I.32.

Les surfaces de la fissure peuvent donc entrer en contact sur ces débris, résultant en la fermeture apparente de la fissure [98]. De la même façon que la fermeture induite par la rugosité, le mécanisme de fermeture induite par les oxydes est prédominant dans la région du seuil, où la couche et les débris d'oxydes formés sont d'une taille comparable à l'ouverture de la pointe de la fissure. De plus, la fréquence du chargement cyclique peut avoir un effet sur la cinétique de corrosion en bout de fissure, ce qui peut influencer la contribution de la fermeture par les oxydes.

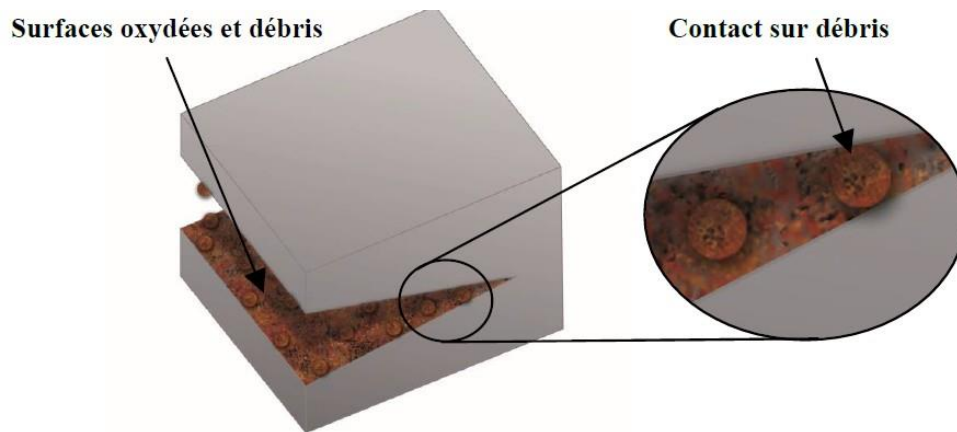


Figure I.32 : Schéma de la fermeture induite par les oxydes.

I.9. Propagation des fissures de fatigue dans les aciers

Tout comme le comportement en fatigue, la fissuration par fatigue des aciers a été très peu étudiée. Les études les plus abouties concernent principalement les aciers à l'état trempé et à différents états revenus. Ces études ont toutes été réalisées sous amplitude de chargement constant avec une attention particulière portée à l'influence de la microstructure, la température, de la fréquence et du rapport de charge.

I.9.1 Effet de la microstructure

Parmi les traits microstructuraux les plus cités pouvant influencer le comportement en fatigue-propagation des métaux, on retrouve la taille des grains. Dans le cas spécifique des aciers martensitiques, des paquets de martensite se forment à l'intérieur des grains austénitiques antérieurs et peuvent agir comme grains effectifs [99] et [100]. Lorsque la taille de la zone plastique en bout de fissure est comparable ou inférieure à la taille des grains, la trajectoire de la fissure est largement influencée par l'orientation cristalline. Une microstructure à gros grains peut donc engendrer des bifurcations importantes de la fissure par rapport à l'axe de chargement. Ceci résulte en une trajectoire de la fissure qui est tortueuse et qui promeut l'avancement par modes mixtes locaux et la fermeture induite par la rugosité [101]. Dans tous les cas, la tortuosité différente de la trajectoire résultante de la fissure dans les aciers durcis thermiquement a conduit à un changement de la résistance à la propagation. Il est intéressant de noter que la notion qu'une structure granulaire grossière soit bénéfique pour le comportement en fatigue-propagation est paradoxale si on considère qu'une structure granulaire fine est généralement souhaitée pour obtenir une limite d'élasticité et une limite d'endurance élevées [102]. Ces conclusions conflictuelles amènent un vrai défi aux ingénieurs responsables de la sélection des matériaux, où un compromis doit être établi en fonction des critères de conception choisis.

Concernons les phases en présence, on dénote principalement trois phases pouvant avoir une influence sur le comportement en fatigue-propagation, soit la martensite, la ferrite- δ formée à très haute température lors des procédés de moulage et de soudage ainsi que l'austénite principalement formée lors des traitements de revenus après trempe et après soudage.

La contribution de la phase martensitique au comportement en fatigue-propagation des aciers a été rationalisée de diverses manières. Des études ont montré que la trajectoire des fissures de fatigue pouvait être influencée par l'orientation des lattes de martensite [103] et [104]. Ces lattes se regroupent en blocs, puis en paquets confinés à l'intérieur des grains austénitiques antérieurs [99] et [100]. Typiquement, la taille des paquets est proportionnelle à la taille des grains austénitiques [100]. Les paquets de martensite peuvent donc agir comme grains effectifs et influencer la trajectoire de la fissure au même titre que l'effet de la taille des grains présenté dans la section précédente.

Dans les aciers ferrito-martensitique, les fissures ont tendance à se propager dans la phase ferritique. La phase martensitique a donc une influence indirecte sur le comportement en fatigue-propagation. Ainsi, lorsqu'une fissure se propageant à l'intérieur d'un grain de ferrite approche un îlot de martensite, la zone plastique en bout de fissure est contrainte par la martensite dure, ce qui peut engendrer des bifurcations à l'interface ferrite-martensite [105] et [106].

L'effet de la martensite dans les aciers ferrite-martensite peut aussi être rationalisé selon le concept que des îlots de martensite présents dans la zone plastique en bout de fissure peuvent supporter une grande partie de la charge, ce qui a pour effet de réduire la force effective en bout de fissure [64]. Ces différents effets peuvent toutefois être altérés si la phase martensitique est présente en trop grande proportion par rapport à la phase ferritique et que la fissure se propage dans la martensite. Ceci peut conduire à des vitesses de propagation plus élevées, de par la plus faible résistance à la propagation des fissures de fatigue que la phase ferritique [107] et [108].

L'effet de la ferrite sur le comportement fatigue-propagation a largement été étudié, notamment dans les aciers biphasés ferrite-martensite. Son influence est analogue à l'influence de la martensite en ce sens que, de par sa grande ductilité qui engendre des zones plastiques de grandes dimensions, les fissures de fatigue ont tendance à s'y propager [108].

L'effet de l'austénite sur la résistance à la propagation des fissures de fatigue a largement été étudié, surtout pour les aciers inoxydables austénitiques. Dans ces matériaux, l'austénite, qui

est la phase primaire, peut se transformer en martensite suite à un apport suffisant en énergie de déformation. La maille cristalline de la martensite étant plus volumineuse que celle de l'austénite, cette transformation se traduit par une expansion volumique contrainte par le matériau non transformé environnant, ce qui engendre l'établissement de contraintes résiduelles locales. Lorsque ce phénomène se produit dans la zone plastique d'une fissure, ces contraintes résiduelles peuvent contribuer à la fermeture de la fissure ce qui accentue la résistance à la propagation [109] et [110].

I.9.2 Effet de la température

L'influence de la température sur le comportement en fissuration des aciers inoxydables martensitique a été étudiée par Hsu et Lin [111]. Cette étude a été faite sur l'acier 17-4PH à l'état trempé. Les essais ont été effectués à rapport de charge de $R = 0,1$ et à une fréquence de 2 Hz. Les températures testées allaient de la température ambiante à 500°C.

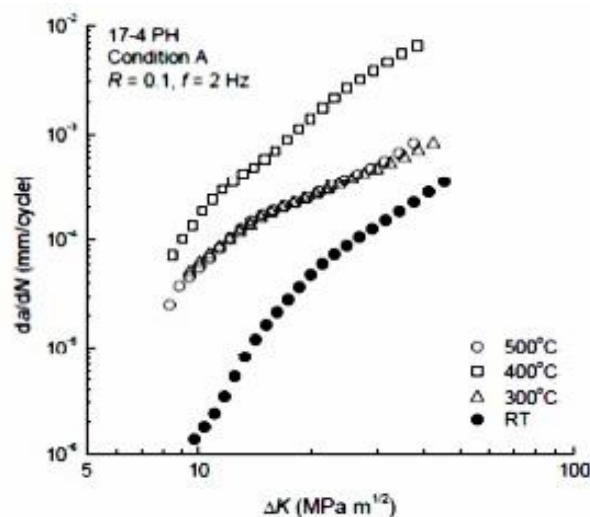


Figure I.33 : Influence de la température sur la vitesse de fissuration de l'acier 17-4PH à l'état trempé [111].

A l'état trempé, les vitesses de propagation augmentent avec l'augmentation de la température, comme le montre la figure I.33. Un ordre attendu des vitesses en fonction de la température serait : 500 °C > 400 °C > 300 °C > 20 °C.

Tout comme à l'état trempé, Hsu et Lin [111] notent une augmentation de vitesse avec la température pour les états revenus figures I.34 et I.35 sur l'état H1150, si la différence entre les vitesses à hautes températures n'est pas très significative, on note néanmoins un ordre normal (500 °C > 400 °C > 300 °C > 20 °C). Par contre, à l'état revenu H900 et pour les hautes températures, les vitesses les plus basses sont obtenues à 500 °C. Il convient de rappeler que

les états de revenu H900 et H1150 ne présentent pas de changement significatif de microstructure lors d'une exposition à des températures inférieures à leur température de revenu initial, mais que, lorsqu'ils sont exposés à des températures supérieures à celle-ci, les précipités grossissent, ce qui conduit à une réduction de la résistance et de la dureté [112].

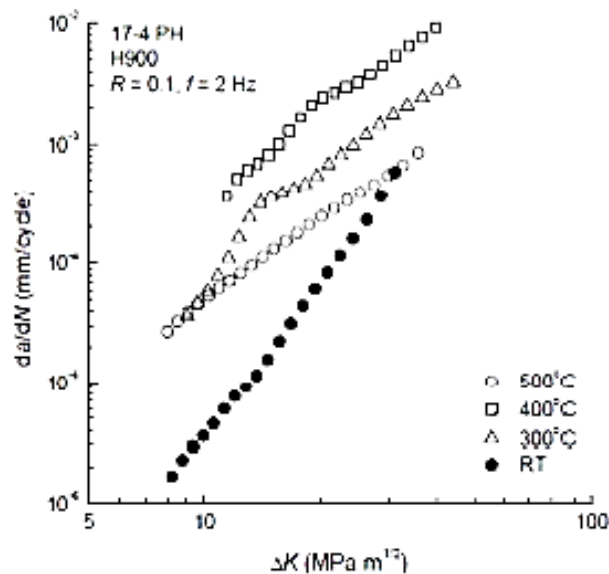


Figure I.34 : Influence de la température sur la vitesse de fissuration de l'acier 17-4PH à l'état revenu H900 [113].

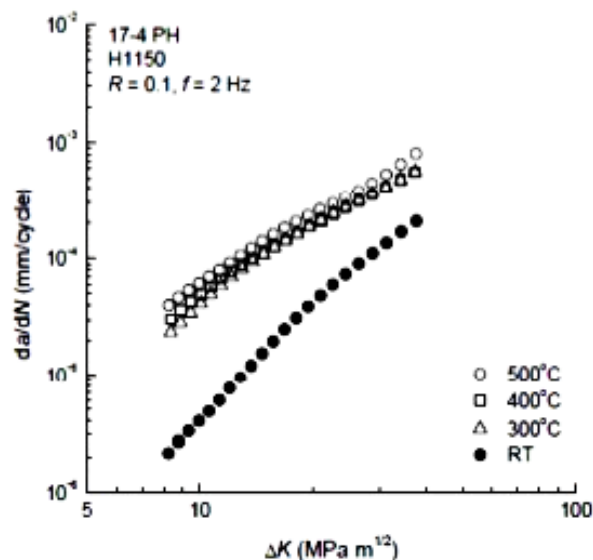


Figure I.35 : Influence de la température sur la vitesse de fissuration de l'acier 17-4PH à l'état revenu H1150 [113].

I.9.3 Effet de la fréquence

Les auteurs [111] ont évalué l'effet de la fréquence en température (400 °C et 500 °C) sur le comportement en fissuration de l'acier 17-4PH. Les essais ont été réalisés pour des fréquences allant de 0,2 à 20 Hz. À 400 °C, pour les fréquences comprises entre 0,2 et 20 Hz, la vitesse de fissuration augmente avec l'abaissement de la fréquence. Au-delà de 0,2 Hz, une saturation de la vitesse est observée à la figure I.36. À 500 °C, la fréquence a un effet inverse qu'à 400 °C, en ce sens que l'on retrouve une évolution pas très significative pour les fréquences compris entre 0,2 Hz et 20 Hz, l'effet de la fréquence sur la vitesse prend de plus en plus d'ampleur.

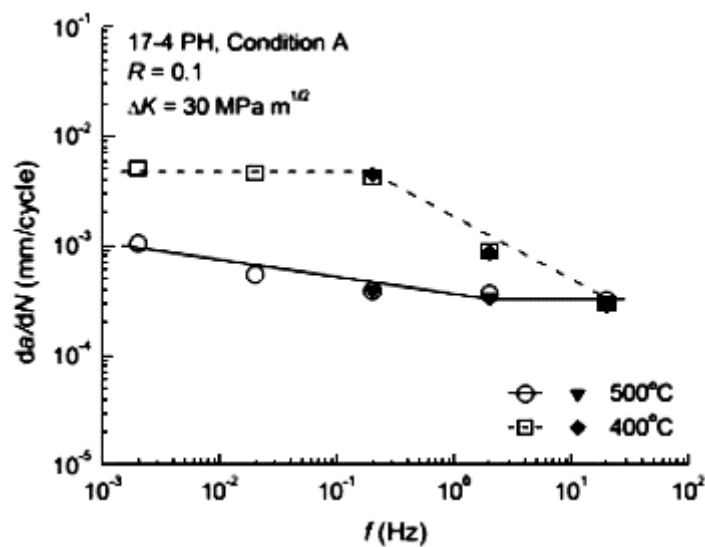


Figure I.36 : Influence de la fréquence sur la vitesse de fissuration à hautes températures de l'acier 17-4PH à l'état trempé [114].

À 400 °C, à l'état trempé, le mode de rupture est principalement transgranulaire pour l'ensemble des fréquences testées. Hsu et Lin [111] ont de plus observé une augmentation de l'intensité des bandes de glissement planes avec l'abaissement de la fréquence le long du chemin de fissuration, comme l'illustre la figure I.37. Cette figure nous informe aussi sur le fait que le degré d'intensité de glissement, qui est généralement renforcée par des phénomènes thermiquement activés, atteindrait un niveau maximal de saturation lorsque le temps de chargement dépasse une certaine valeur.

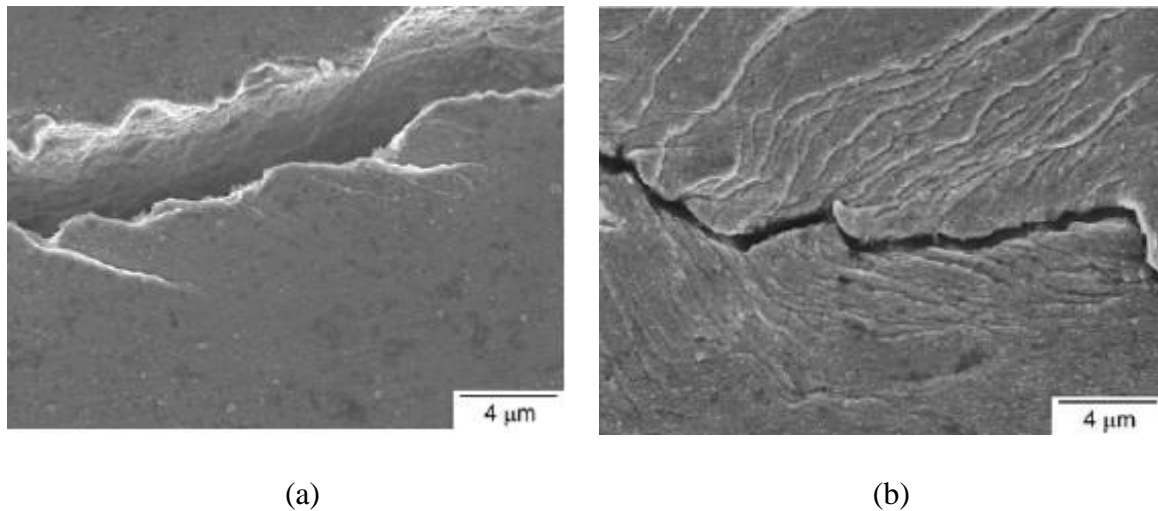


Figure I.37 : Morphologie des bandes de glissement le long du chemin de fissuration sur la surface latérale de l'éprouvette à l'état trempé 400°C (a) de 20 Hz et (b) 0,2 Hz. [115].

I.9.4 Effet du rapport de charge

L'effet du rapport charge ($R = P_{\min}/P_{\max}$) sur le comportement en fissuration par fatigue a souvent été expliqué par le mécanisme de fermeture de la fissure au cours des trois dernières décennies après la première découverte des travaux d'Elber [116] en 1970. Depuis lors, un grand nombre travaux ont contribué à explorer les effets de fermeture de fissure (un bon résumé est donné par Suresh [117]). La fermeture de fissure, résultant d'un contact prématuré entre les lèvres de la fissure lorsque le chargement devient faible, a pour conséquence la diminution de la vitesse de fissuration par fatigue en réduisant l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes [116]. Hsu et Lin [111] ont aussi étudié l'influence du rapport de charge sur la fissuration par fatigue de l'acier 17-4PH. Les conditions de traitement thermique sont les mêmes que celle des paragraphes précédents. Les rapports de charge explorés vont de 0,1 à 0,7, à des températures de 400°C et 500°C avec une fréquence de 2 Hz.

La figure I.38 montre que la vitesse de fissuration augmente avec l'augmentation du rapport de charge dans les faibles régimes de ΔK à 400°C. Cette différence de vitesse se réduit au fur et à mesure que ΔK augmente, voire disparaît pour des valeurs de $R \geq 0,3$.

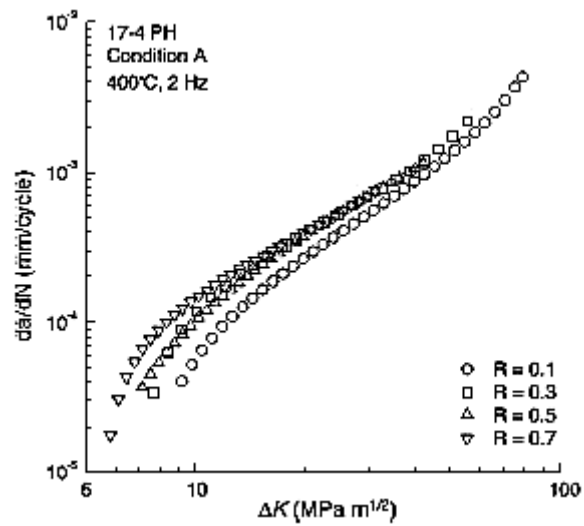


Figure I.38 : Influence du rapport de charge à 400°C sur le 17-4PH à l'état trempé [45]

CHAPITRE II

Matériau et méthodes expérimentales

II.1. Introduction

Un programme expérimental a été entrepris pour déterminer les effets des différents traitements thermiques en solution sur la microstructure, les propriétés mécaniques (limite élastique, limite à la traction, allongement et dureté) et la résistance à la propagation des fissures.

L'évolution microstructurale a été étudiée par la méthode conventionnelle (microscope optique et Microscope Électronique à Balayage).

Pour évaluer l'effet des traitements thermiques sur le comportement mécanique en général, deux types d'essais ont été menés. Le premier type a consisté à faire des essais de dureté et de traction uni axiale sur des éprouvettes normalisées traitées thermiquement afin de déterminer leurs propriétés mécaniques. Le deuxième type, était des essais de fatigue à amplitude constante pour l'étude de l'effet de la microstructure sur la vitesse de propagation des fissures de fatigue et l'établissement du modèle de la vitesse de propagation, da/dN , avant et après traitements en utilisant l'équation de Paris.

II.2. Matériau étudié

Le matériau étudié est l'acier C45, anciennement connu sous la désignation XC48, Il s'agit d'un acier à moyenne teneur en carbone qui possède une microstructure ferrito-perlitique. Il est caractérisé par une bonne soudabilité, une bonne usinabilité et une grande résistance à l'impact. Il est largement utilisé pour toutes les applications industrielles nécessitant plus de résistance à l'usure. Le matériau a été reçu sous la forme des plaques laminées à chaud d'une épaisseur de 12 mm, à partir desquelles des éprouvettes de traction et de fatigue ont été usinées. Notre choix s'est porté sur cet acier, car il présente une bonne trempabilité et une transformation de phase d'austénite en martensite pour des vitesses de refroidissement contrôlées.

II.2.1. Composition chimique et propriétés mécaniques

La composition chimique de la nuance, mesurée par la méthode EDS, est donnée dans le Tableau II.1.

<i>C</i>	<i>S</i>	<i>Mn</i>	<i>p</i>	<i>Si</i>
<i>0.42</i>	<i>0.029</i>	<i>0.7</i>	<i>0.042</i>	<i>0.38</i>

Tableau II.1 : Composition chimique de l'acier C45.

L'élément d'alliage majoritaire est le manganèse (0.7%), élément γ -gène. Il abaisse la température de transformation de l'austénite en ferrite et améliore la trempabilité de l'acier. Cet élément, qui diffuse très lentement dans l'austénite, a tendance à ségréger lors de l'élaboration

de l'acier. La ségrégation du manganèse peut conduire à des microstructures en bande, obtenues par exemple avec les aciers Dual-Phase. Les hétérogénéités du manganèse peuvent être réduites par un traitement d'homogénéisation dans le domaine austénitique à haute température, $T \geq 1250^\circ\text{C}$, et pour un temps de traitement long, $t \geq 12$ heures.

Le silicium, présent en plus faible teneur, 0.38, est un élément α -gène qui inhibe la précipitation des carbures. Les autres éléments d'alliages sont présents en quantités négligeables.

La figure II.1 présente la courbe contrainte – déformation. Les propriétés mécaniques de la nuance, obtenue par la méthode conventionnelle, sont détaillées dans le Tableau II.2.

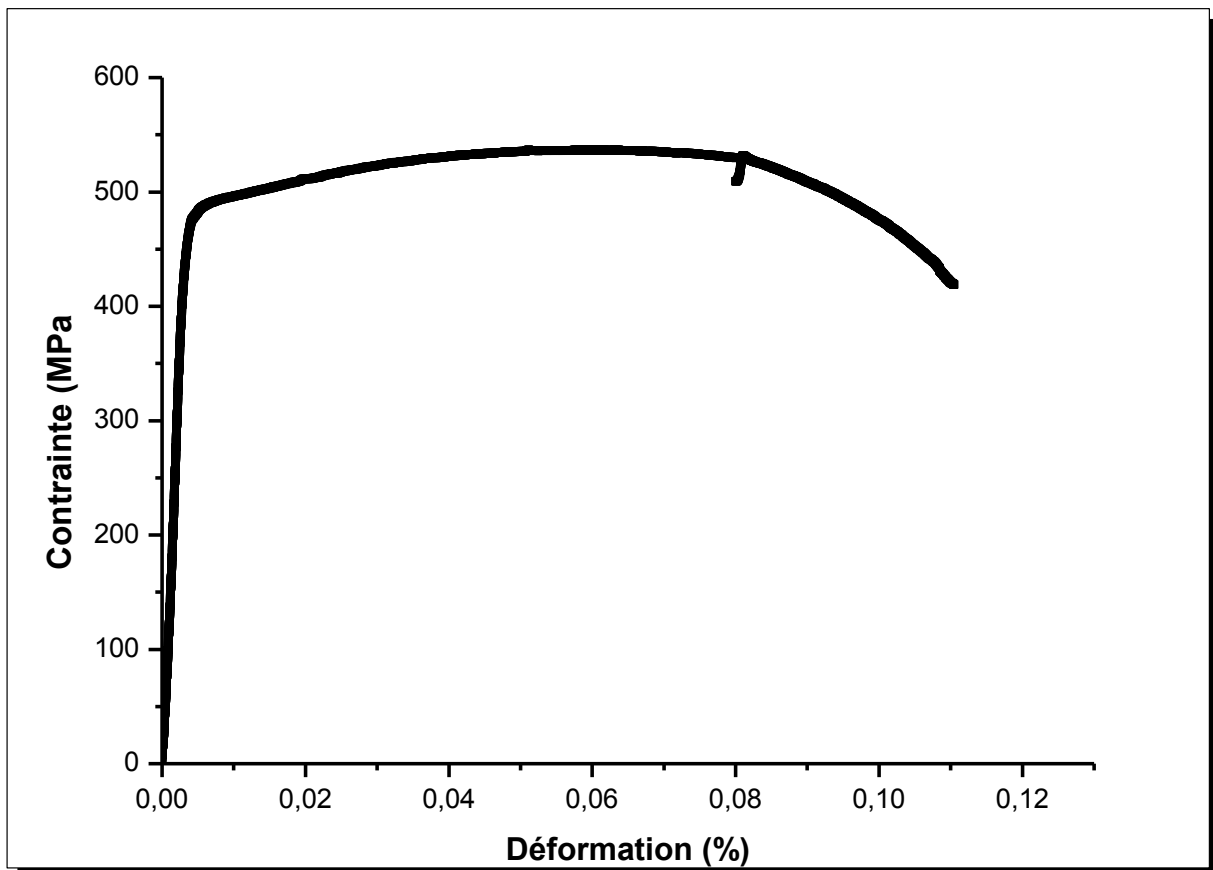


Figure II.1 : Courbe contrainte-déformation de l'acier C45

<i>Résistance maximale R_m</i> <i>(MPa)</i>	<i>Limite élastique R_e</i> <i>(MPa)</i>	<i>Allongement</i> <i>(%)</i>	<i>Dureté</i> <i>(HV)</i>
535	468	11.2	150

Tableau II.2 : Propriétés mécanique de l'acier C45.

II.2.1. Microstructure

Des micrographies MEB et MO ont été réalisées pour étudier la microstructure de l'acier C45 qui possède une combinaison de ferrite et de perlite (acier ferrito-perlitique) comme le montrent les métallographies de la figure II.2 et la figure II.3. La structure contient une faible quantité de graphite sphéroïdal (graphite en sphères ou de nodules) qui offrent de nombreuses propriétés telles que la bonne résistance à la rupture par traction ou par flexion, la bonne résistance aux chocs et une limite de fatigue importante lors des efforts cycliques. Une structure de ségrégation en bandes, induite par la solidification et le laminage, est nettement visible.

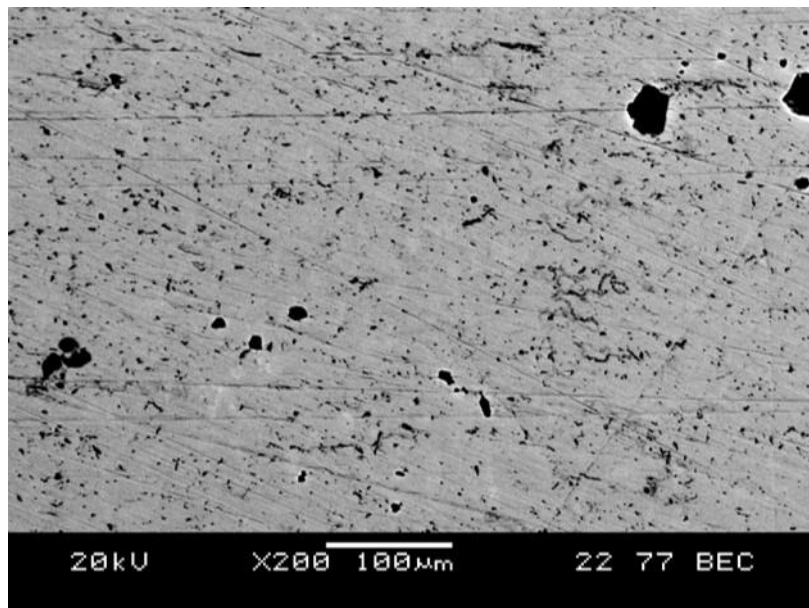


Figure II.2 : MEB micrographie de la microstructure de l'acier C45.

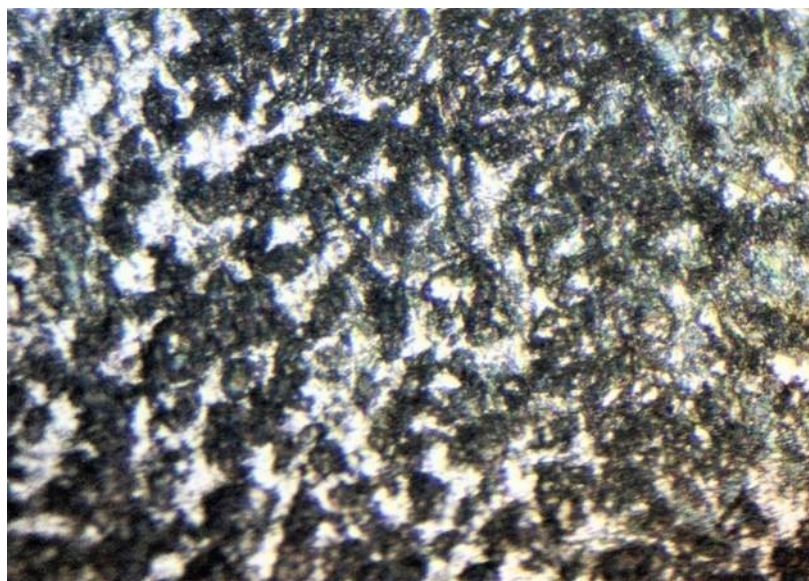


Figure II.3 : MO micrographie de la microstructure de l'acier C45.

II.3. Préparation des éprouvettes

Toutes les éprouvettes ont été découpées à partir d'une plaque de 10 mm en acier C45, par une découpeuse à jet d'eau avec une vitesse de 454 mm/min.

Les dimensions des éprouvettes doivent être compatibles avec les spécifications de la machine d'essai. Ces éprouvettes ont été divisées en trois groupes. Le premier groupe contenant 20 échantillons prismatiques (30x30x10) pour les mesures de la microdureté. Le deuxième groupe contenant 18 éprouvettes ALTER pour les essais de traction uni axiale, figure II.4. Le troisième groupe contenant 7 éprouvettes CT75 pour les essais de fatigue, figure II.5.

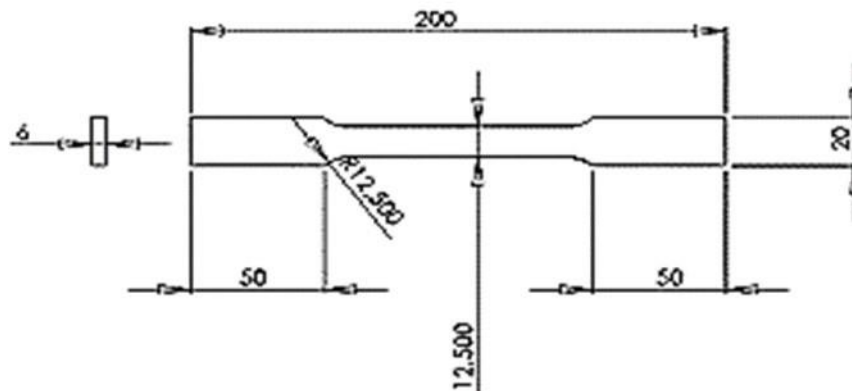


Figure II.4 : Éprouvette de traction. ASTM E8 [118].

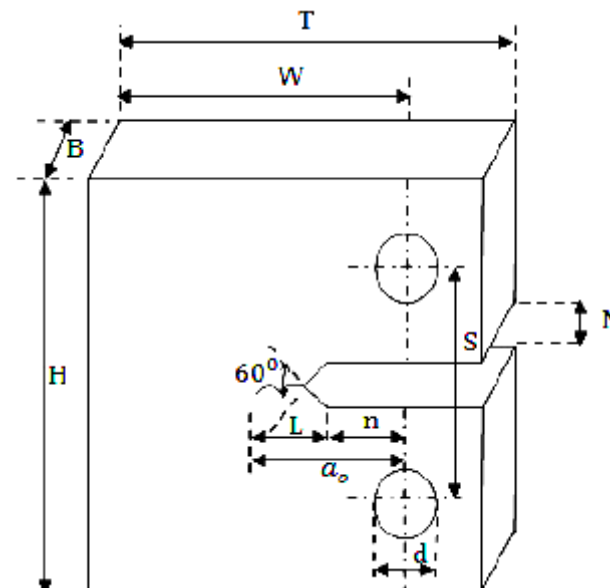


Figure II.5 : Eprouvette de fatigue CT [119].

<i>Quantité</i>	<i>Valeur mesurée (mm)</i>
<i>Hauteur (H)</i>	$1.2xW = 90$
<i>Largeur (W)</i>	75
<i>Épaisseur (B)</i>	10
<i>Longueur de fissure</i>	$0.45 \leq a/W \leq 0.55$
<i>Longueur de l'encoche</i>	$0.25xW = 18.75$
<i>Longueur de pré-fissure (L)</i>	$0.05B = 0.6$
<i>Hauteur de l'encoche (N)</i>	$0.1xW = 7.5$
<i>Entraxe (S)</i>	$0.55xW = 41.25$
<i>Total specimen length (T)</i>	$1.25xW = 93.75$

Tableau II.3 : Dimensions d'une éprouvette CT75.

II.4. Traitements thermiques

Dans la première partie, les échantillons ont subi des traitements thermiques à différents paramètres (température d'austénitisation, temps de maintien, vitesse de chauffage) afin de déterminer l'effet de ces paramètres sur le comportement mécanique de l'acier étudié.

Un four électrique de type NABERTHERM a été utilisé pour le chauffage, figure II.6. Il s'agit d'une chambre isolée de 700 x 500 x 250 mm, dont la température est régulée une résistance, avec une capacité de chauffage maximale de 1000 °C. Au fond de la chambre, l'échantillon a une température complètement homogène, gradient de température inférieur à 5 °C entre les différents points de l'échantillon. Après le chauffage les échantillons subissent différentes vitesses de refroidissement ; à l'eau, à l'huile et à l'air. Les différents traitements thermiques appliqués sont donnés dans le tableau II.4.

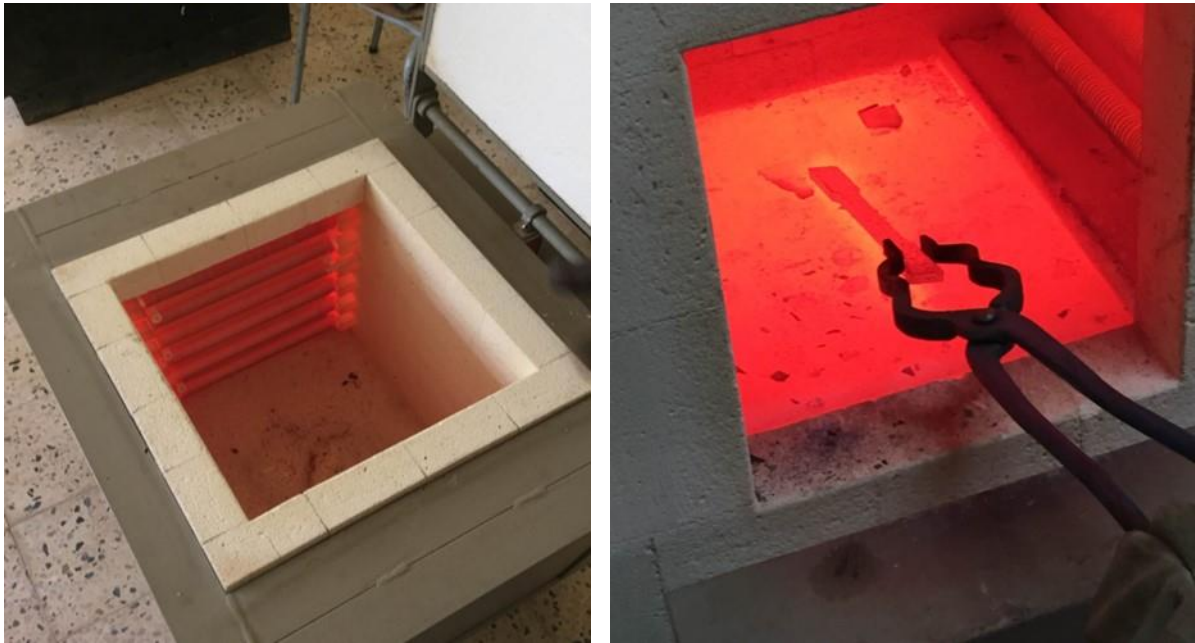


Figure II.6 : Four électrique type NABERTHERM

<i>Température de chauffage (°C)</i>	<i>Vitesse de chauffage (°C/s)</i>	<i>Temps de maintien (min)</i>	<i>Milieux de refroidissement</i>
900	0.50	30	Eau
900	0.50	30	Huile
900	0.50	30	Air
700	0.50	30	Eau
800	0.50	30	Eau
900	0.50	240	Eau
900	0.50	480	Eau
900	0.06	30	Eau
900	1.50	30	Eau

Tableau II.4 : Différents traitements thermiques appliqués.

Les températures théoriques des points de transformation ont également été estimées à partir de différentes formules II.1, II.2, II.3 et II.4. Lors de la montée en température, celles du début Ac_1 et de la fin Ac_3 d'austénitisation sont calculées à partir des formules proposées par Eldis [120], équations II.1 et II.2. Au refroidissement, le début de la transformation ferritique Ar_1 est estimé à partir de la formule d'Ouchi [121], équation II.3.

$$AC_1 = 712 - 17.8Mn - 19.1Ni - 20.1Si + 11.9Cr + 9.8Mo \quad (II.1)$$

$$AC_3 = 871 - 254.4\sqrt{C} - 14.2Ni + 51.7Si \quad (II.2)$$

$$Ar_1 = 910 - 310C - 80Mn - 20Cu - 15Cr - 55Ni - 80Mo \quad (II.3)$$

Au refroidissement, le début de la transformation martensitique M_s est calculé à partir de la formule empirique proposé par Steven [122] équation II.4.

$$M_s = 561 - 474C - 33Mn - 17Cr - 17Ni - 21Mo \quad (II.4)$$

La deuxième partie est consacrée à l'étude de l'effet des traitements thermiques sur le comportement en fatigue-propagation. Les éprouvettes ont été divisés en quatre lots ; le premier est laissé à son état initial. Le second a été chauffé à 900 °C pendant 30 minutes et trempé dans de l'eau, figure II.7. Le troisième a été trempé et revenu à 300 °C et 600 °C pendant 30 minutes respectivement, figures II.8 et II.9. Le quatrième a été chauffé à 900 °C pendant 30 minutes et normalisé dans l'air à la température ambiante, figure II.10.

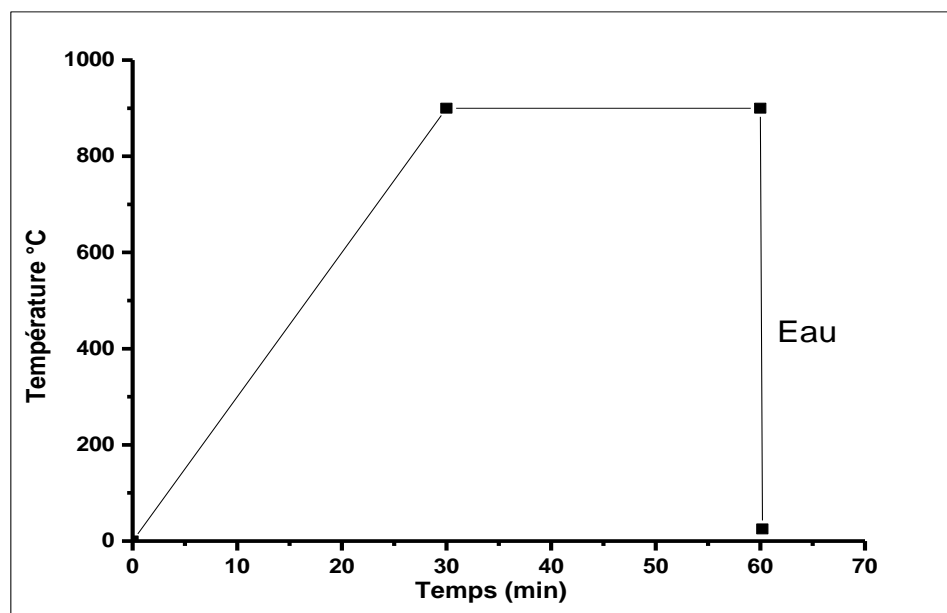


Figure II.7 : Schéma d'une trempe à l'eau.

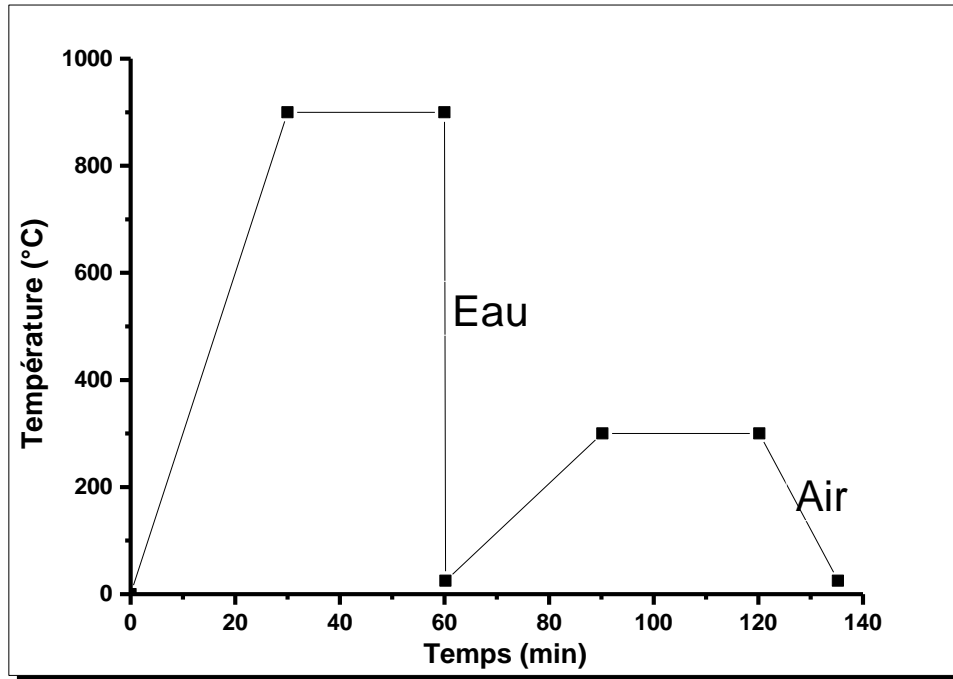


Figure II.8 : Schéma d'une trempe à l'eau + un revenu à 300 °C.

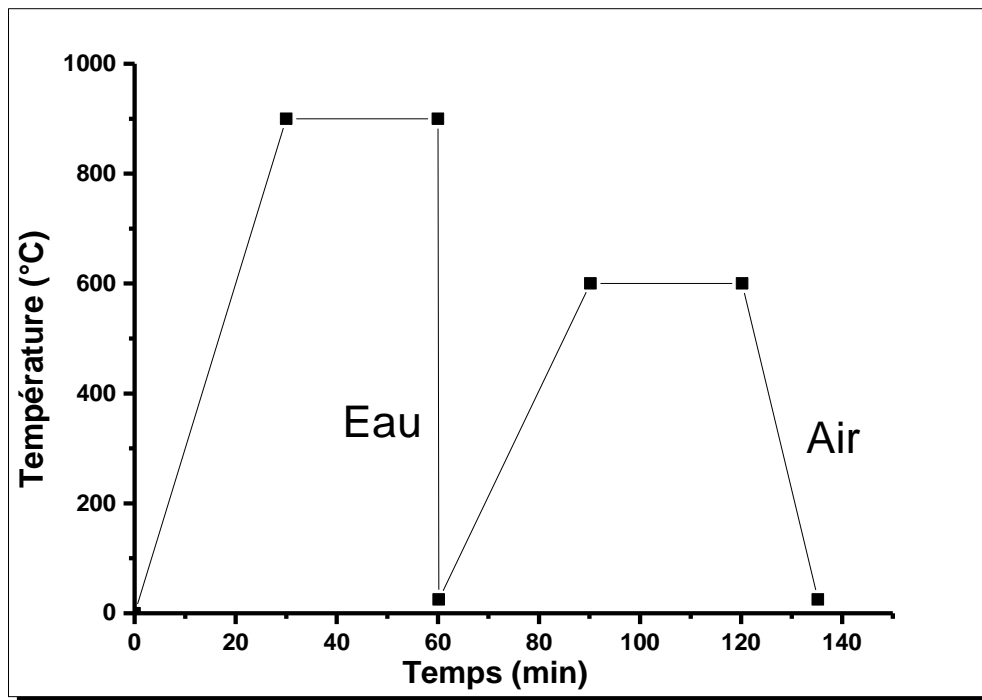


Figure II.9 : Schéma d'une trempe à l'eau + un revenu à 600 °C.

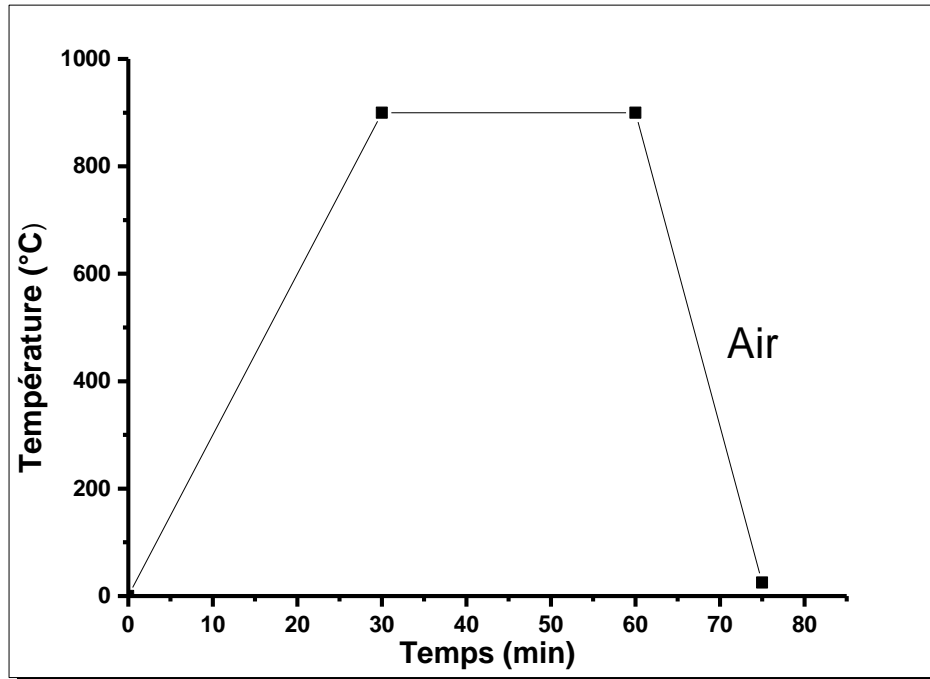


Figure II.10 : Schéma d'une normalisation

II.5. Caractérisation mécanique

II.5.1 Micro dureté

L'essai de microdureté nécessite des surfaces bien polies, de façon à ce qu'elles ne présentent aucune rayure susceptible de gêner la pénétration de l'outil. Nous avons poli nos échantillons à l'aide d'une polisseuse mécanique, figure II.11, en utilisant des papiers abrasifs de différents grades, 300, 500, 800 et 1000. Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et séchés.



Figure II.11 : Polisseuse mécanique type P 260 MECAPOL

Les mesures de micro-dureté sont du type Vickers, HV réalisés sur des échantillons prismatiques, $30 \times 30 \times 10$ mm, à l'aide d'un micro d'uromètre numérique, SHIMADZU-2000, figure II.12. Chaque mesure est la moyenne de trois lectures à différentes positions sur les échantillons.



Figure II.12 : Microduromètre SHIMADZU-2000

II.5.2 Essais de traction

Les essais de traction ont été effectués selon l'ASTM E8 370-2002 [118] en utilisant une machine universelle de type INSTRON 8516, figure II.11. Les déformations ont été mesurées à l'aide d'un extensomètre MTS. L'acquisition des données est effectuée directement sur un PC. Nous avons utilisé le tableur Excel pour le dépouillement et le traitement de ces données (force, déformation). La vitesse d'essai utilisée était de 3mm/min.

II.5.3 Essais de fatigue

Les essais de fatigue-propagation à amplitude constant ont été effectués en contrôle de charge selon la norme ASTM E647 [119]. Les essais ont été réalisés à la température ambiante à l'aide d'une machine servo-hydraulique de type INSTRON 8516, figure II.13. L'objectif principal de ces essais était d'étudier l'influence des différents traitements thermiques sur les propriétés en fatigue-propagation, le seuil de propagation ΔK_{seuil} et les constantes de Paris, C et m.

Lors de tous nos essais, Le rapport de charge a été maintenu à 0.1 à la fréquence à 20 Hz. C'est la méthode optique qui a été utilisée pour le suivi de fissures, en utilisant une binoculaire.

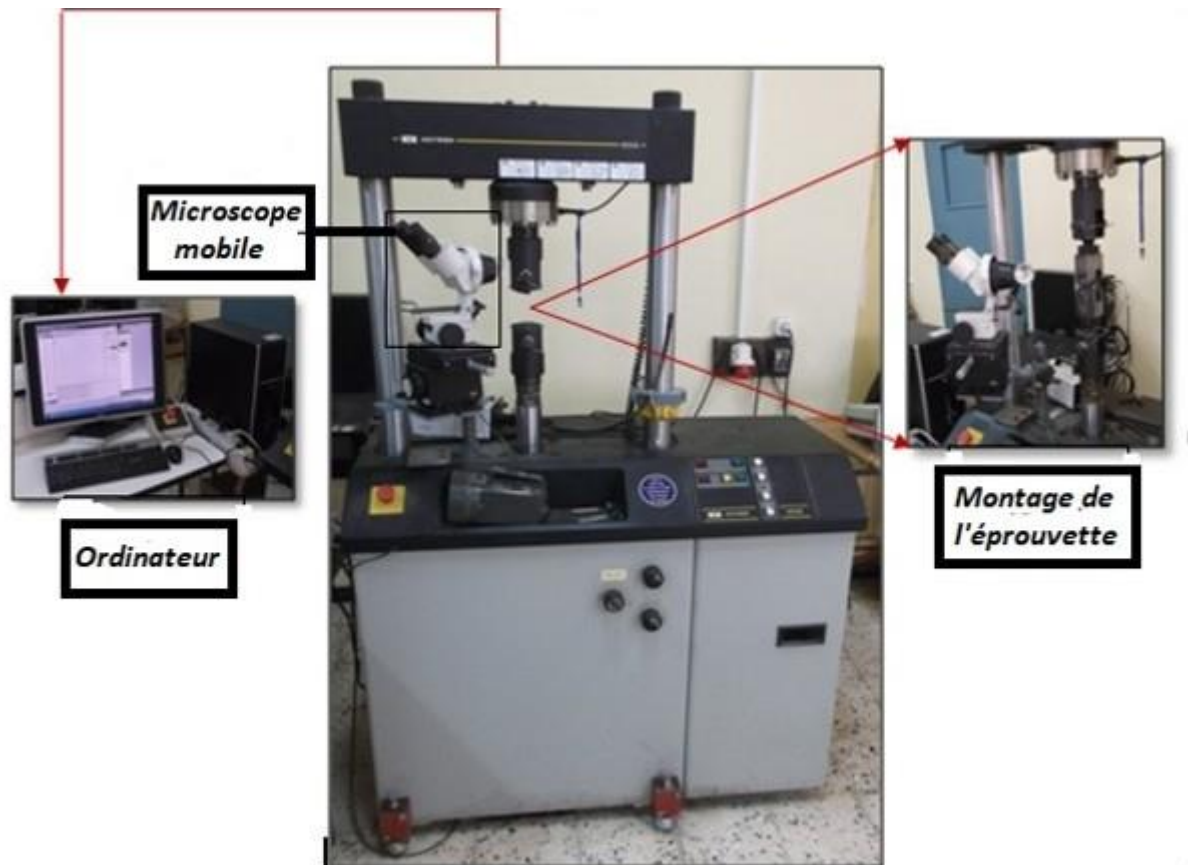


Figure II.13 : Machine d'essai servo-hydraulique commandée par ordinateur. INSTRON 8516.

II.6. Caractérisation Métallographique

Après traitement thermique, les échantillons ont été polis à l'aide de papiers abrasifs de grades 300, 600, 1000 et 1200. La structure cristalline des échantillons a été rendue visible par une attaque chimique (Nital) qui se compose d'une solution contenant 2% d'acides nitriques et 98% d'alcool (Méthanol). Nous avons utilisé un microscope optique, OPTIKA B-350, figure II.14, pour déterminer l'évolution de la microstructure après chaque traitement thermique.

La Microscopie Électronique à Balayage à émission de champ Quanta 250 (FE-SEM) avec EDS a été utilisée pour observer l'évolution des précipités après chaque traitement thermique.



Figure II.14 : Microscope optique, OPTIKA B-350.

CHAPITRE III

**EFFETS DES PARAMÈTRES DE TRAITEMENT
THERMIQUE SUR LA MICROSTRUCTURE ET
LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES**

III.1 Introduction

Il existe plusieurs structures bien connues en aciers, sous forme de ferrite, perlite, bainite, martensite et austénite, chacun d'eux à très différentes propriétés mécaniques. Différentes transformations de phase ont lieu pendant le traitement thermique des aciers. Afin d'obtenir la martensite, la température de trempe doit être réglée entre 30 °C et 50 °C pour les aciers hypoeutectoïdes. La taille des grains de martensite est déterminée par celle de l'austénite [123]. Avec une vitesse de refroidissement plus faible, il y a une transformation partielle de l'austénite en martensite selon le schéma TTT, la Microstructure, après la trempe, est constituée de martensite et troosite. La ferrite et la perlite peuvent être obtenues par refroidissement lent (généralement dans l'air) après l'austénitisation, qui est généralement désignée comme Normalisation.

Ce qui concerne les aciers à moyenne teneur en carbone, tenus à une température entre AC1 et AC3, la ferrite et l'austénite sont obtenues. Si on refroidit à une vitesse de refroidissement plus élevée, l'austénite se transforme en martensite et la ferrite reste dans l'acier [124]. L'efficacité de la trempe dépend de la composition de l'acier, le type de conditions de trempe ou l'utilisation de la trempe [125].

Il est généralement connu que des facteurs microstructuraux tels que la distribution des carbures, ainsi que les caractéristiques de la matrice martensitique, jouent un rôle important dans l'optimisation des propriétés de l'acier au carbone telles que la dureté et la résistance à l'usure. Il est également bien connu que la morphologie de la martensite dépend de la température d'austénitisation, de son temps de maintien, de la déformation préalable de la matrice austéniténitique, de la composition chimique des alliages et de la vitesse de refroidissement [125] et [126]. Beaucoup de travaux ont été effectués dans cet axe en particulier pour étudier :

- ✓ les propriétés mécaniques de l'acier 0,13% C après traitement thermique par normalisation intercritique [127],
- ✓ les propriétés mécaniques d'un acier à moyenne teneur en carbone après différentes trempes [128],
- ✓ les propriétés mécaniques d'un acier à moyenne teneur en carbone après différents taux de refroidissement [129],
- ✓ les propriétés mécaniques d'un acier à moyenne teneur en carbone soumis à un recuit, une normalisation et un durcissement [130].

Dans ce travail, l'effet des différents paramètres, à savoir la température d'austénitisation, le temps de maintien, la vitesse de refroidissement et la vitesse de chauffage, sur la microstructure et les propriétés mécaniques (limite élastique, résistance à la traction, allongement et dureté) de l'acier C45 ont été étudiés.

III.2. Résultats et discussions

III.2.1 Effet de la vitesse de refroidissement

L'effet de la vitesse de refroidissement sur la microstructure et les propriétés mécaniques a été étudié. La température de chauffage sélectionnée est de 900 °C, ce qui est supérieur à la température AC_3 , avec trois milieux de refroidissement (eau, huile, air). Les propriétés mécaniques obtenues sont présentées dans le tableau III.1.

Milieux de trempe	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Dureté HV
Eau	552.08	698.54	8.02	258
Huile	323.24	615.73	14.41	191
Air	266.66	520	22.08	174

Tableau III.1. Propriétés mécaniques obtenues après différents milieux de trempe.

Les figures III.1, III.2 et III.3 montrent les microstructures des trois échantillons subissant la même température d'austénitisation mais différents milieux de trempe. L'échantillon refroidi dans l'eau, figure III.1, montre une structure martensitique massive avec de courts flocons de graphite (sombre). L'échantillon de la figure III.2, trempé dans l'huile, montre une faible proportion de la martensite dans la matrice perlitique.

L'échantillon trempé à l'air est montré dans la figure III.3, on voit clairement la combinaison ferrito-perlitique avec une faible quantité de graphite sphéroïdal.

Il est également clair que la morphologie de la martensite est devenue une phase dominante avec l'augmentation du taux de refroidissement.

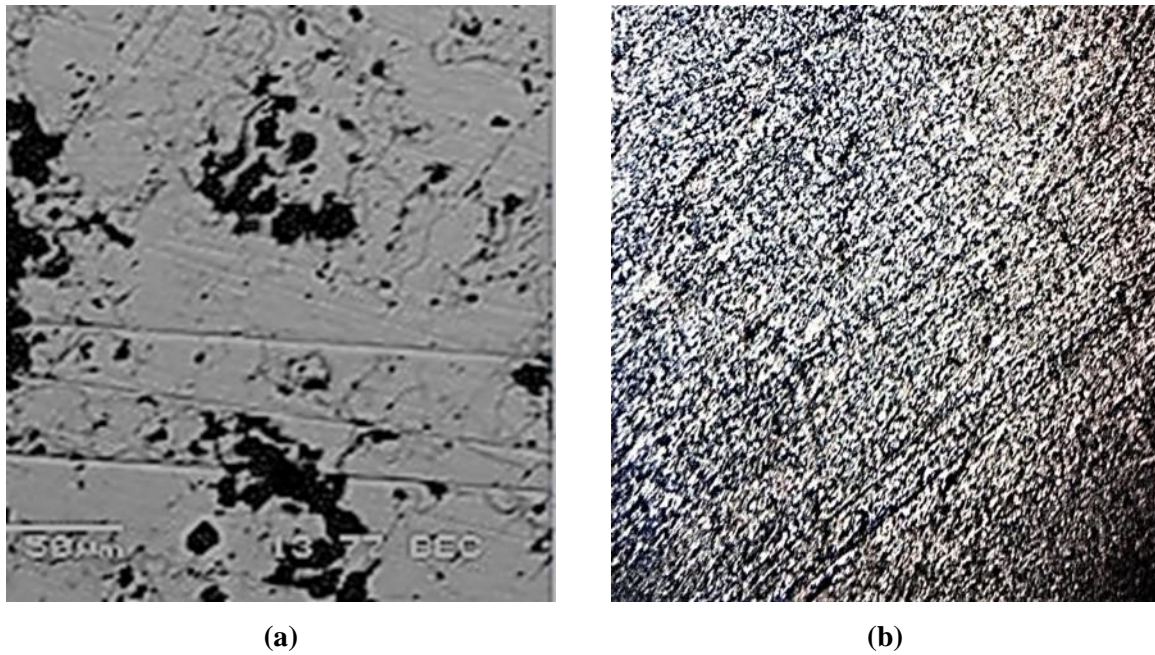


Figure III.1 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par trempe à l'eau. (a) MEB, (b) MO

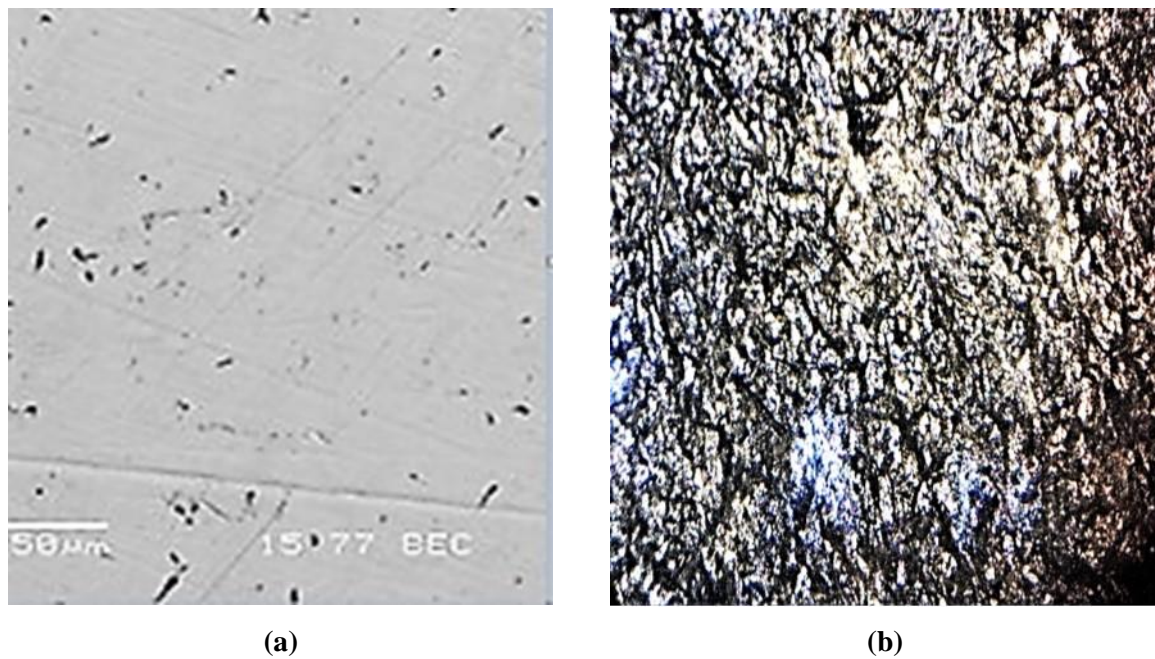


Figure III.2 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par trempe à huile. (a) MEB, (b) MO

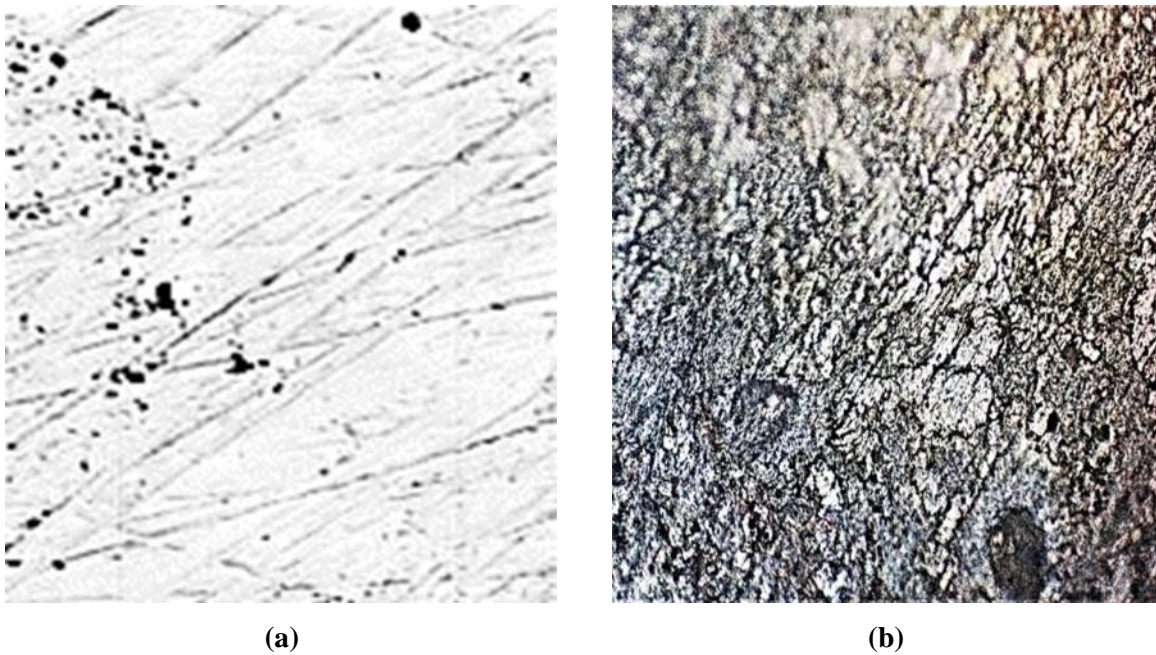


Figure III.3 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par trempe à l'air. (a) MEB, (b) MO

Les figures III.4, III.5, III.6 et III.7 montrent l'évolution de la limite d'élasticité (R_e), de la résistance à la traction (R_m), de l'allongement ($A\%$) et de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement. La trempe à l'eau présente des valeurs maximales de la limite d'élasticité, de la résistance à la traction et de la dureté avec un allongement minimal par rapport aux autres milieux, revenant à la vitesse de refroidissement élevée qui a permis la transformation d'une grande quantité d'austénite en martensite. Pour la trempe à l'huile, la vitesse de refroidissement est plutôt lente par rapport à celle de l'eau permettant la formation de la perlite avec la martensite, ce qui explique les propriétés mécaniques obtenues. Lorsque l'air est utilisé pour le refroidissement, la vitesse est devenue plus faible pour obtenir une structure martensitique, il n'y avait que la formation de la ferrite douce et de la cémentite, ce qui explique l'allongement maximal et les valeurs minimales de la limite élastique et de la résistance à la traction.

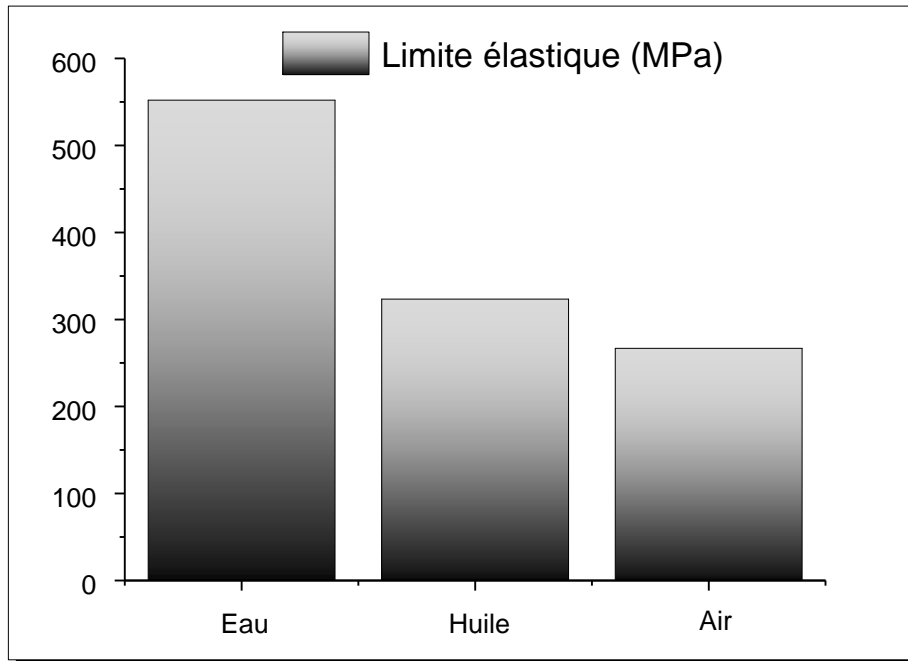


Figure III.4 : Limite élastique en fonction des milieux de refroidissement.

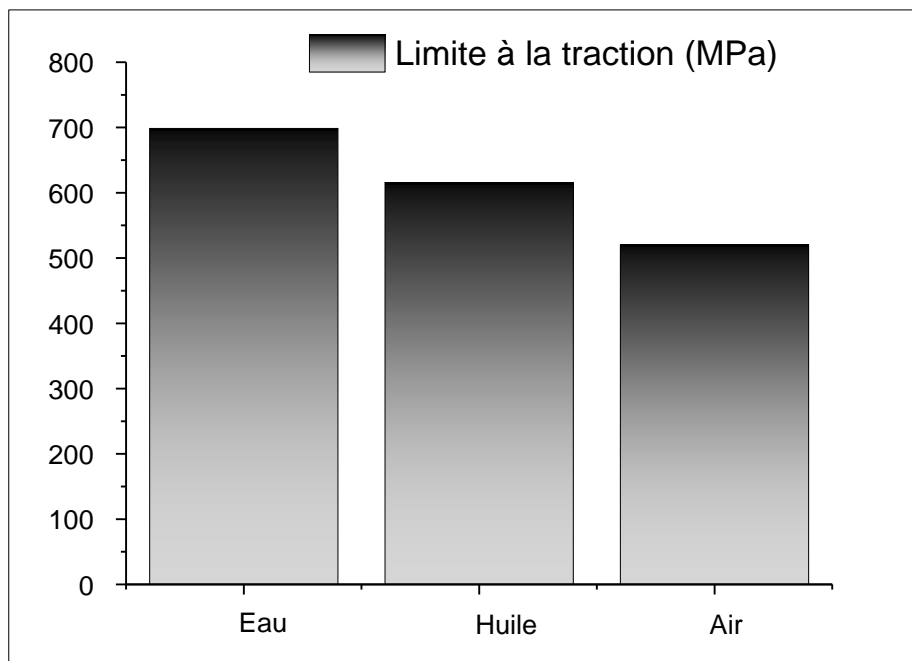


Figure III.5 : Limite à la traction en fonction des milieux de refroidissement.

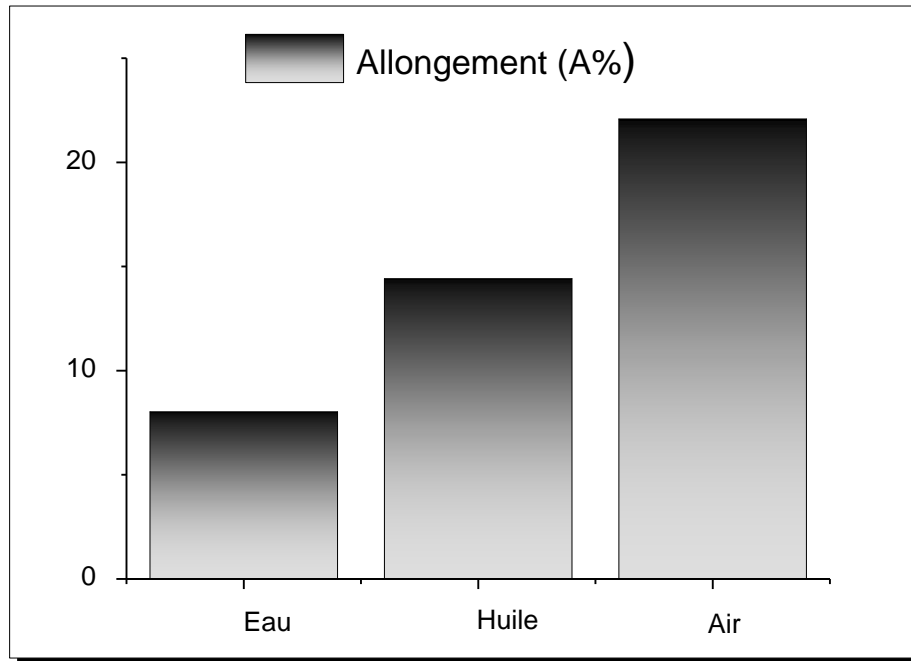


Figure III.6 : Allongement en fonction des milieux de refroidissement.

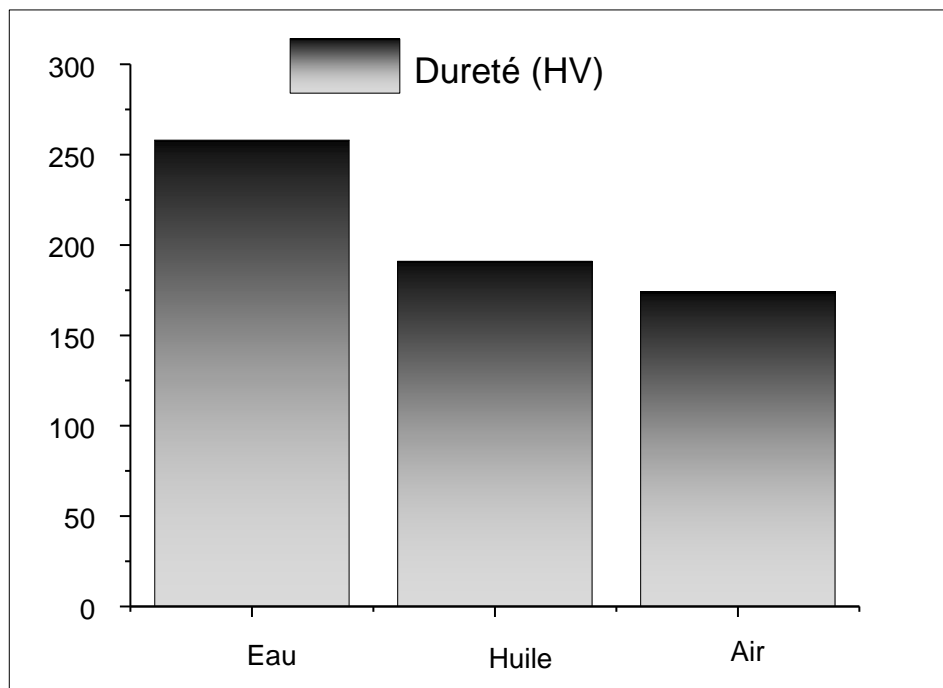


Figure III.7 : Dureté Vickers en fonction des milieux de refroidissement.

III.2.2 Effet de la température de chauffage

Pour étudier l'influence de la température de chauffage sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier C45. Trois températures ont été choisies, une température de 700 °C inférieure à AC_3 , une température de 800 °C légèrement supérieure à AC_3 et une température de 900 °C largement supérieure à la limite AC_3 . Les propriétés mécaniques obtenues pour différentes températures de chauffage sont présentées dans le tableau III.2.

Température °C	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Dureté HV
700	316.90	503.78	26.4	166
800	617.17	916.62	9.10	275
900	384.6	698.54	8.02	258

Tableau III.2 : Propriétés mécaniques obtenues pour différentes températures d'austénitisation

Les figures III.8, III.9 et III.10 montrent les microstructures de trois échantillons obtenus par les différentes températures de chauffage (700 °C, 800 °C et 900 °C). On peut remarquer, d'après les figures III.8 et III.9, que la microstructure est principalement constituée de la martensite avec différentes morphologies. Des grains fins obtenus après un chauffage à 800 °C par rapport au chauffage à 900 °C. La microstructure de l'échantillon chauffé à 700 °C, figure III.10, montre que les inserts blancs de la ferrite sont noyés dans la matrice de la perlite avec du graphite sphéroïdal. On peut conclure que l'augmentation de la température de chauffage augmente la quantité de martensite et modifie sa morphologie.

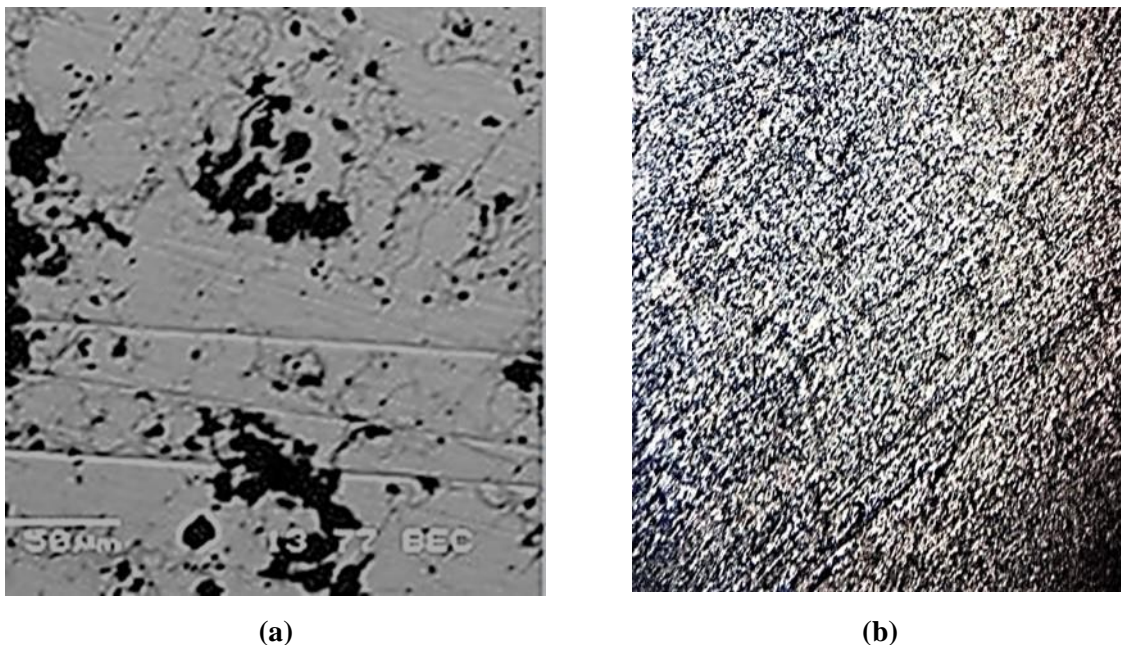


Figure III.8 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par un chauffage de 900 °C. (a) MEB, (b) MO

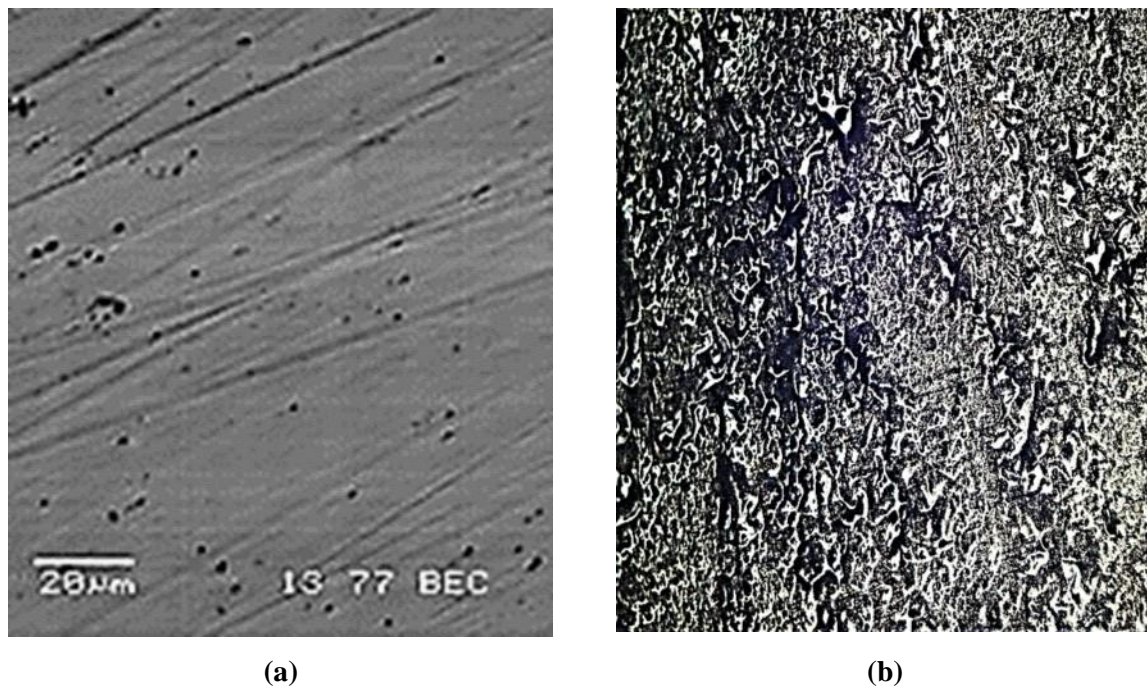


Figure III.9 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par un chauffage de 800 °C. (a) MEB, (b) MO

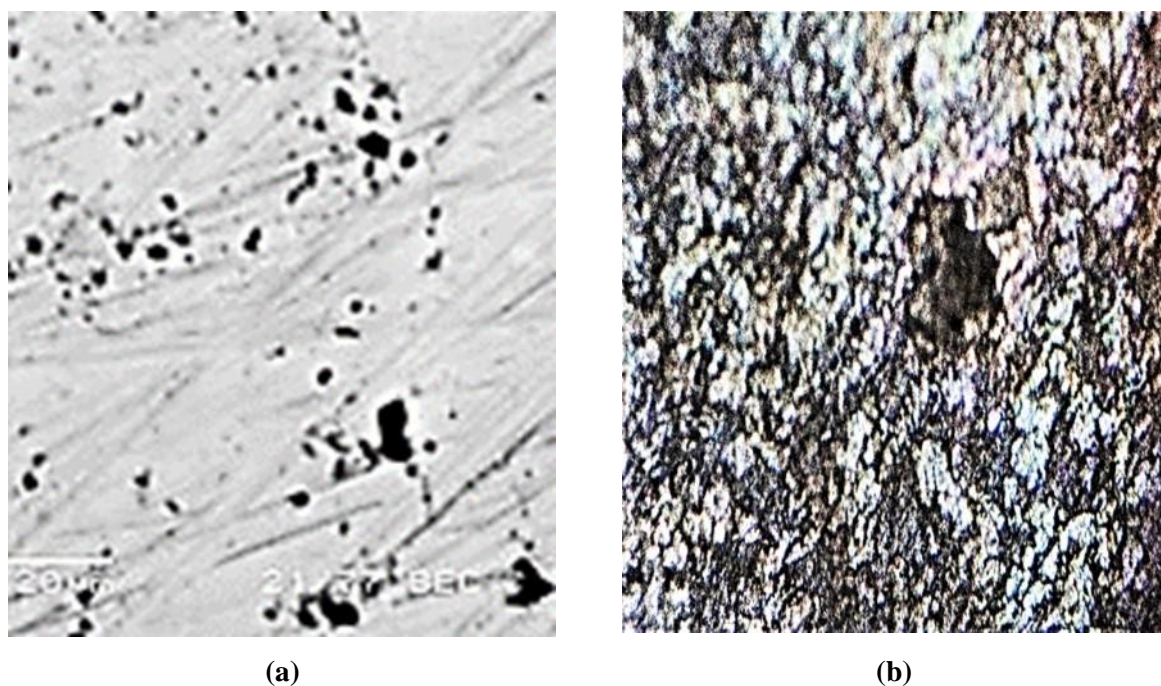


Figure III.10 : Microstructure de l'acier C45 obtenue par un chauffage de 700 °C. (a) MEB, (b) MO

Les figures III.11, III.12 et III.13 montrent l'évolution des propriétés mécaniques de l'acier C45 après différentes températures de chauffage (700 °C, 800 °C et 900 °C). Il est clair qu'une bonne résistance a été obtenue après une austénitisation à 800 °C.

Cette température est légèrement supérieure à AC_3 permettant la formation de martensite à grains fins à partir d'austénite à grains fins [126] et [131]. Dans ce cas, la structure durcie contient également plus de carbone et d'éléments d'alliage qui renforcent la structure et améliorent la résistance à la traction [132]. Le chauffage à 900 °C, beaucoup plus élevée à AC_3 , a révélé une diminution des propriétés mécaniques considérées par rapport à une température de 800 °C, en raison de la formation d'austénite à grains grossiers qui se transforme en martensite à grains grossiers après le refroidissement rapide [126] et [131].

Les faibles propriétés mécaniques ont été obtenues après un chauffage à 700 °C car cette température est inférieure à AC_3 , ce qui ne permet pas la formation d'une grande quantité d'austénite. L'allongement minimum obtenu par trempe à 800 °C et 900 °C revient à la fragilité de la structure martensitique.

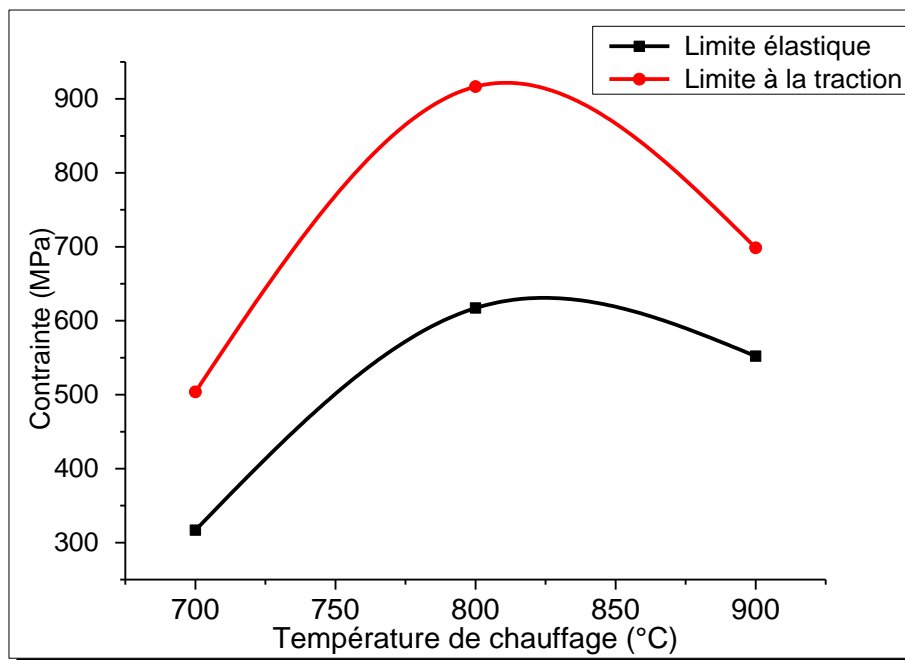


Figure III.11 : Évolution de la limite élastique et de la limite à la traction en fonction de la température de chauffage.

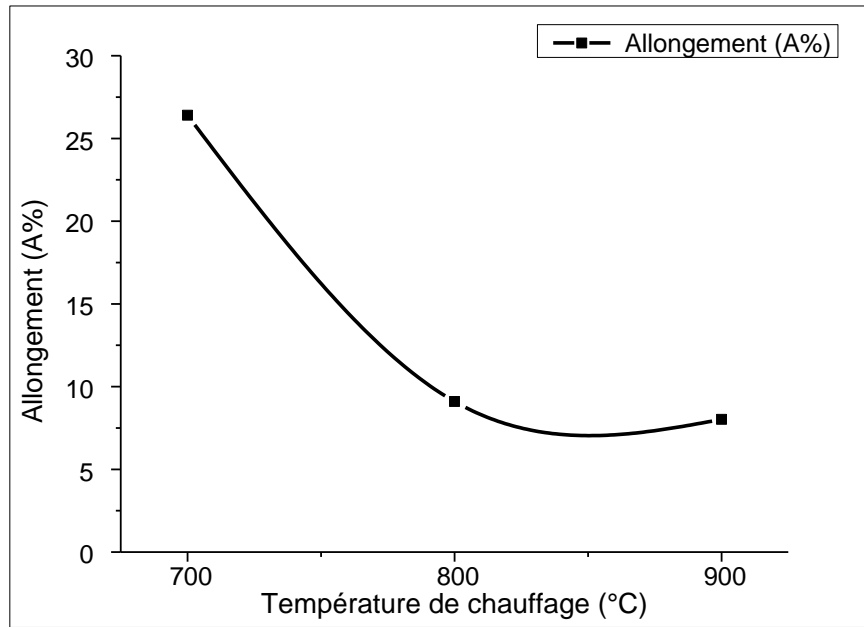


Figure III.12 : Évolution de l'allongement en fonction de la température de chauffage

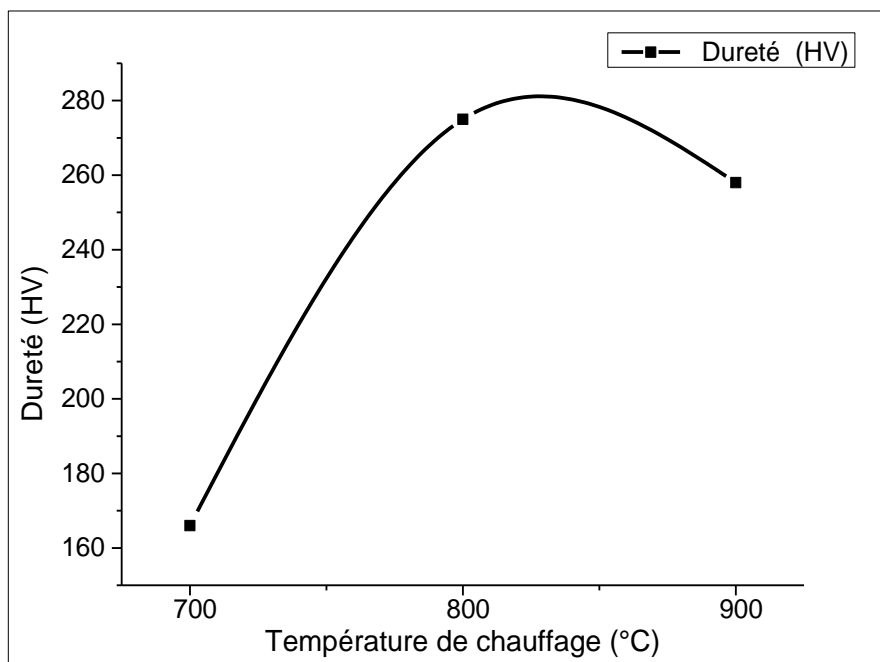


Figure III.13 : Évolution de la dureté en fonction de la température de chauffage.

III.2.3 Effet du temps de maintien

Pour évaluer l'effet du temps de maintien pendant l'austénitisation sur la microstructure et les propriétés mécaniques, les échantillons ont été chauffés à 900 °C pendant 30 mn, 240 mn et 480 mn. Les propriétés mécaniques obtenues sont présentées dans le tableau III.3.

Temps (Min)	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Dureté (HV)
30	533.89	600.58	10.61	258
240	363.29	506.57	16.06	160
480	324.18	449.86	13.03	150

Tableau III.3 : Propriétés mécaniques obtenues après différents temps de maintien

Les figures III.14, III.15 et III.16 montrent les microstructures des trois échantillons obtenus par différents temps de maintien. Après une austénitisation de 30 min, la microstructure est constituée d'une structure martensitique à grains fins. Après une austénitisation de 240 min, la martensite à grains grossiers a été observée.

On peut remarquer, d'après la figure III.16 que la microstructure consiste en martensite à grains très grossiers avec une faible quantité d'austénite résiduelle.

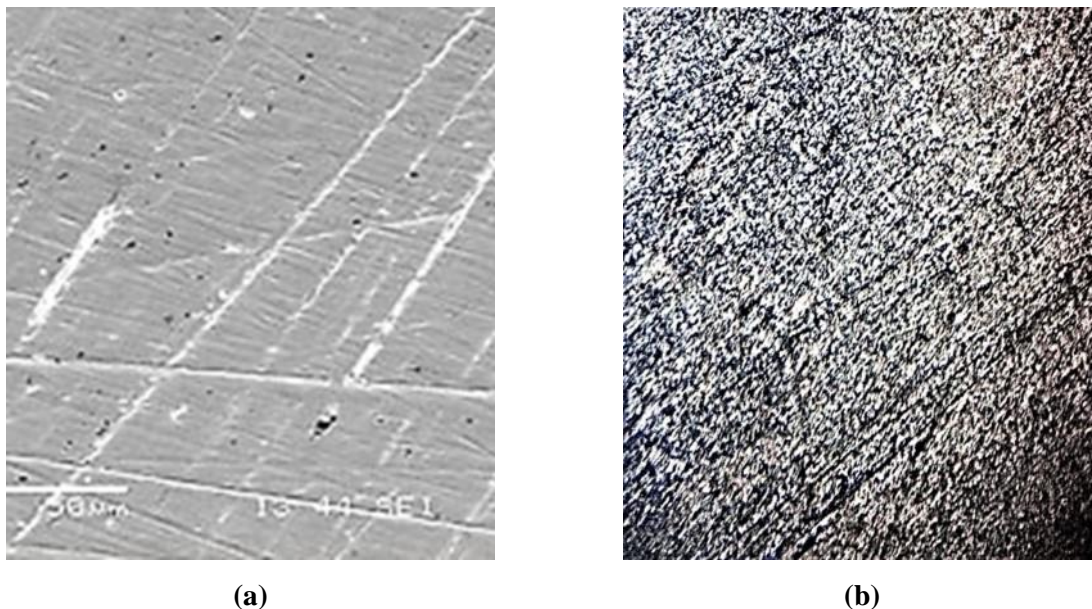


Figure III.14 : Microstructure de l'acier C45 austénitiser pendant 30 min. (a) MEB, (b) MO

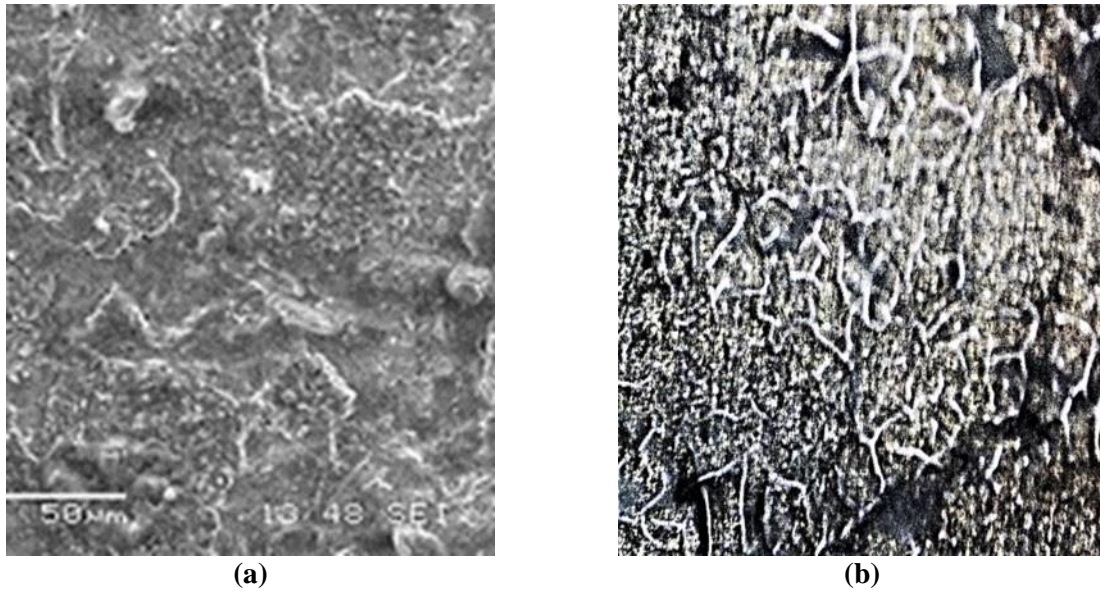


Figure III.15 : Microstructure de l'acier C45 austénitiser pendant 240 min. (a) MEB, (b) MO

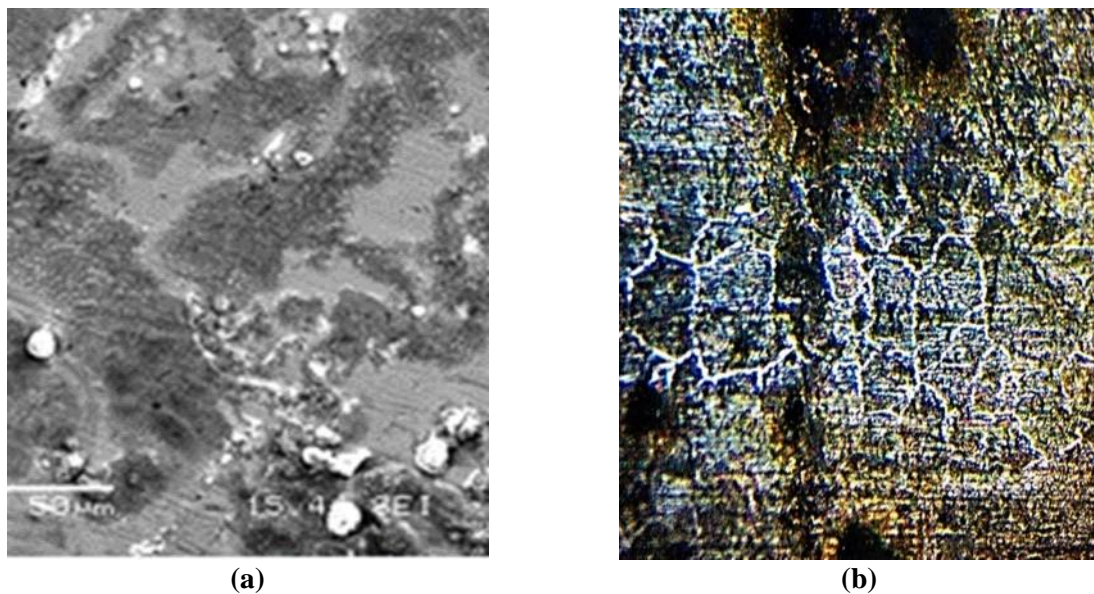


Figure III.16 : Microstructure de l'acier C45 austénitiser pendant 480 min. (a) MEB, (b) MO

Les figures III.17, III.18 et III.19 montrent que la limite d'élasticité (R_e), la résistance à la traction (R_m) et la dureté diminuent à mesure que le temps de maintien augmente. Cette évolution est due à l'effet du temps de maintien sur la taille des grains austénitiques, la taille des grains d'austénite augmente avec l'augmentation du temps mais avec un faible taux de croissance où le nombre total de grains diminue car les plus gros grains consomment les plus petits. La relation de Hall-Petch relie la limite d'élasticité σ au diamètre moyen des grains d , où σ_0 et k sont des constantes [133], équation III.1.

$$\sigma = \sigma_0 + kD^{-0.5} \quad (\text{III.1})$$

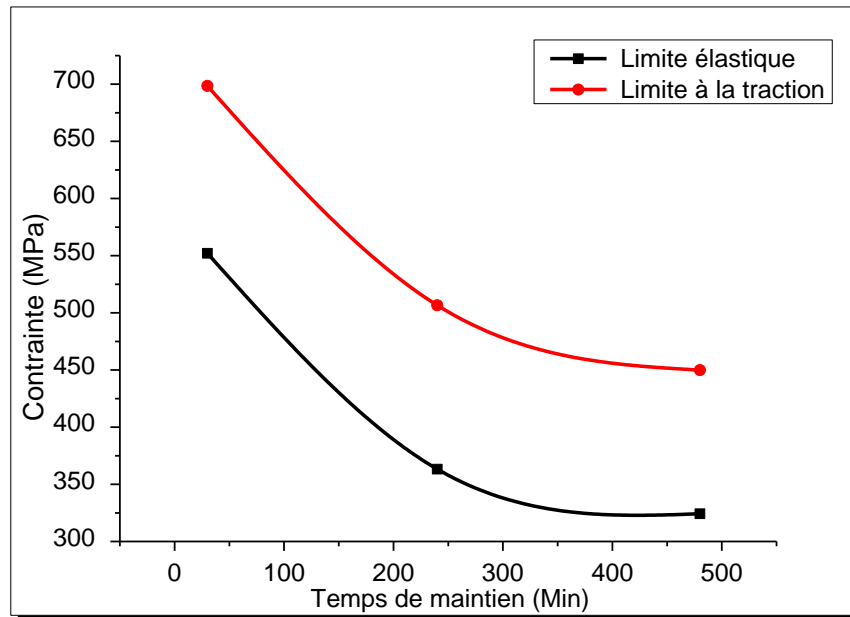


Figure III.17 : Évolution de la limite élastique et la limite à la traction en fonction du temps de maintien.

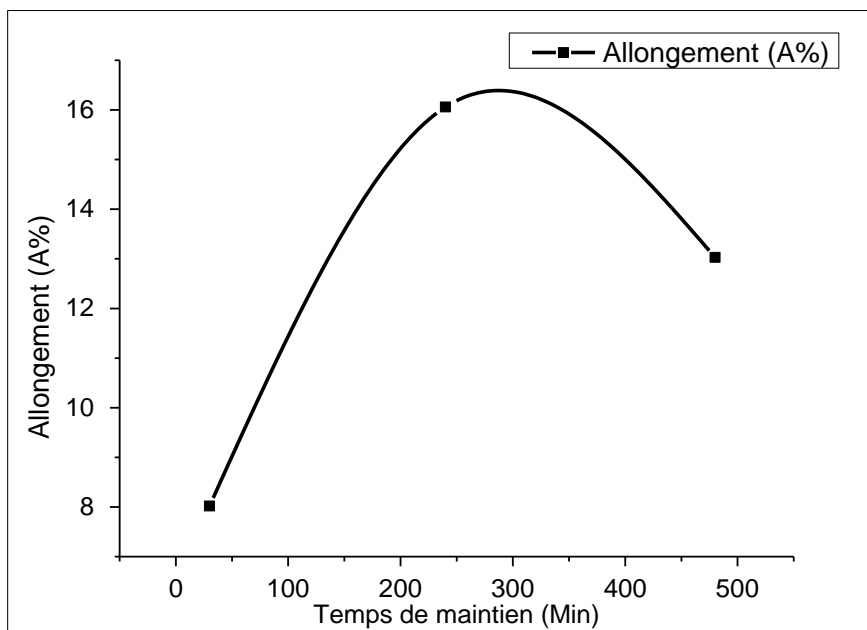


Figure III.18 : Évolution de l'allongement en fonction du temps de maintien.

La théorie de la dislocation, qui suppose que les joints de grains jouent le rôle d'obstacle aux dislocations de glissement, peut expliquer la haute résistance de l'échantillon austéniser pendant 30 minutes par rapport aux autres échantillons.

D'autre part, la dureté diminue à mesure que la taille des grains augmente. Si la surface plastique de l'empreinte est plus grande que le grain. 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 [132] et [134].

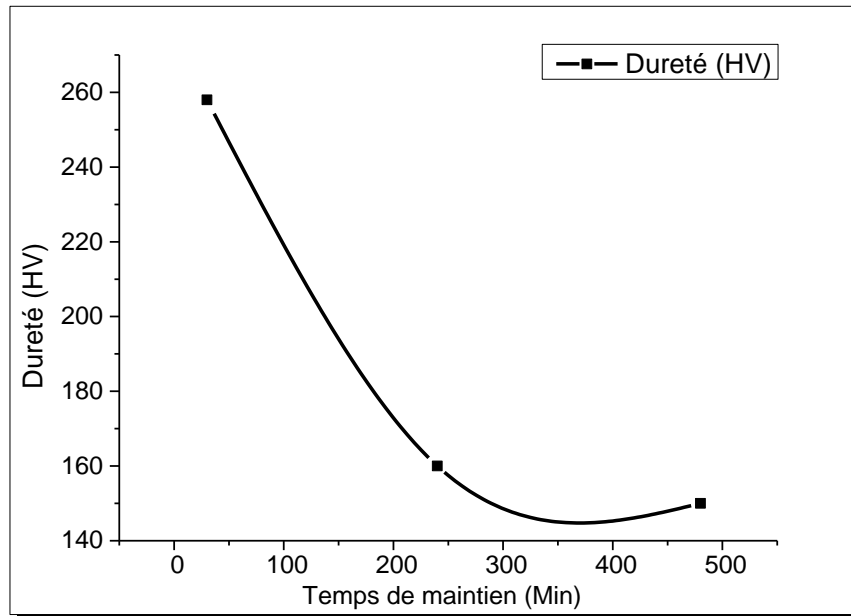


Figure III.19 : Évolution de la dureté Vikers en fonction du temps de maintien.

III.2.4 Effet de la vitesse de chauffage

Pour étudier l'effet de la vitesse de chauffage sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier C45, les échantillons ont été chauffés à 900 °C à des vitesses différentes de 3,75 °C/min, de 30 °C/min et de 90 °C/min pendant 30 minutes avec un refroidissement à l'eau. Les propriétés mécaniques obtenues sont données dans le tableau III.4.

Vitesse du chauffage (°C/min)	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Dureté (HV)
90	662.82	881.52	6.43	350
30	552.08	698.54	8.02	258
3.75	460.72	628	11.12	230

Tableau III.4 : Propriétés mécaniques après différentes vitesses du chauffage

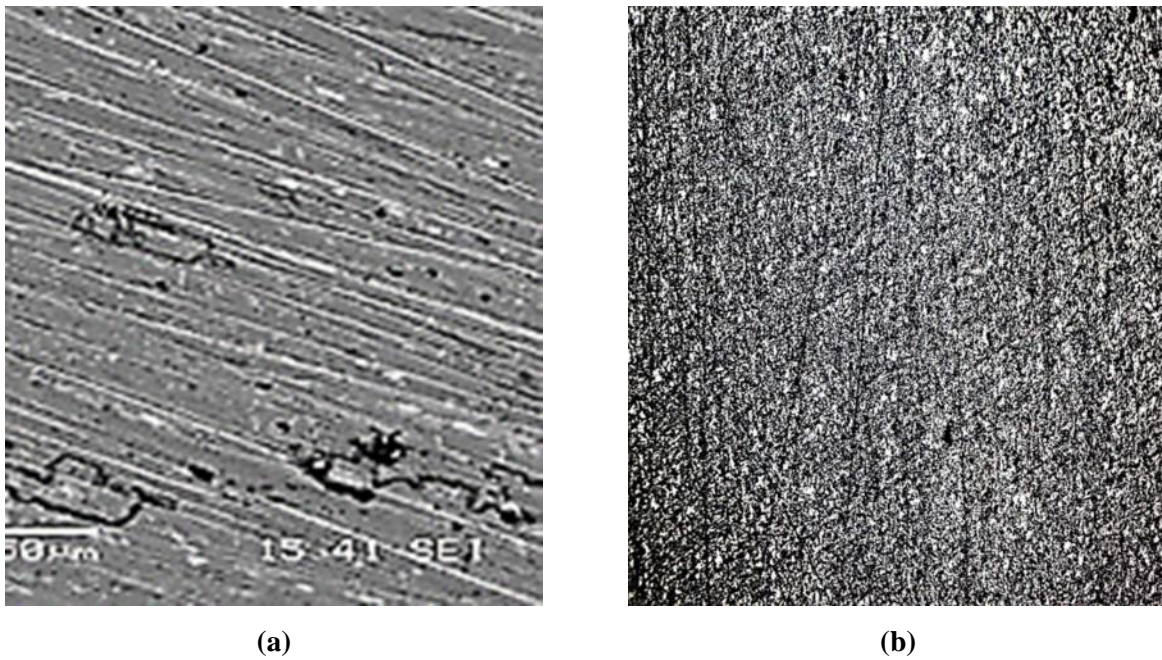


Figure III.20 : Microstructure de l'acier C45 obtenue pour une vitesse de 90 °C/min. (a) MEB, (b) MO

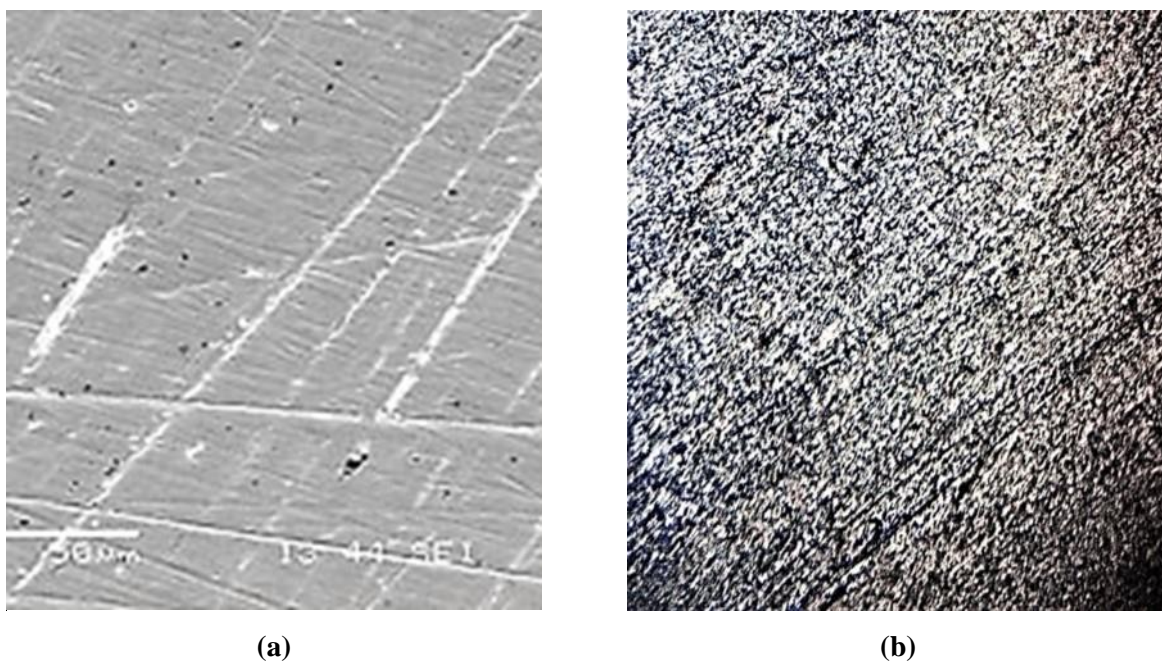


Figure III.21 : Microstructure de l'acier C45 obtenue pour une vitesse de 30 °C/min. (a) MEB, (b) MO

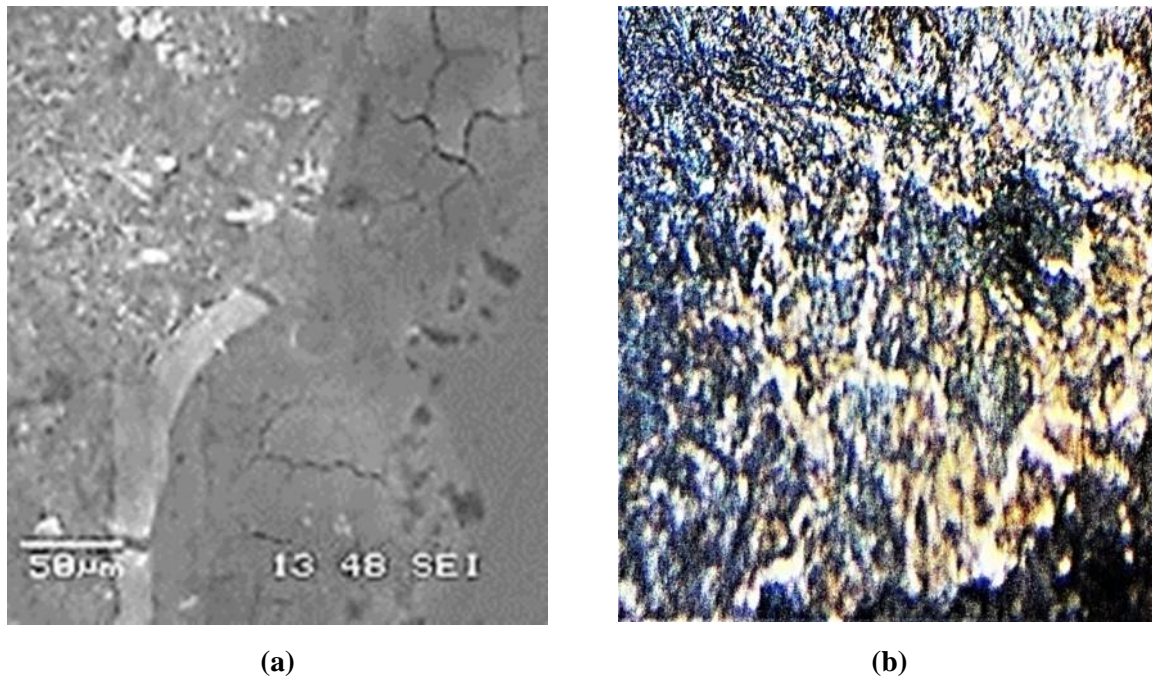


Figure III.22 : Microstructure de l'acier C45 obtenue pour une vitesse de 3.75 °C/min. (a) MEB, (b) MO

Les observations au microscope optique à balayage ont été utilisées pour explorer l'effet de la vitesse de chauffage sur les microstructures, figures III.20, III.21 et III.22. Les microstructures des trois échantillons obtenus par différentes vitesses de chauffage consistent en martensite et cémentite de différentes morphologies. On peut voir sur les figures III. 20 et III.21 qu'une vitesse de chauffage rapide conduit à une structure martensitique à grains ultra-fins. En revanche, la martensite à gros grains a été observée sur la figure III.22 après un chauffage lent. On peut conclure en toute sécurité que l'augmentation du taux de chauffage déplace la fin de la précipitation de la cémentite vers un temps plus court. Cette différence dans le temps de précipitation de la cémentite affecte la morphologie de la martensite.

Les figures III. 23, III.24 et III.25 montrent l'évolution des propriétés mécaniques (R_e , R_m , $A\%$ et dureté) après différentes vitesses de chauffages Il est clair qu'une bonne résistance a été obtenue après chauffage à 90 °C/min par rapport aux autres vitesses de chauffage, ce qui est dû à l'effet de la vitesse de chauffage sur la taille initiale des grains avant l'austénitisation.

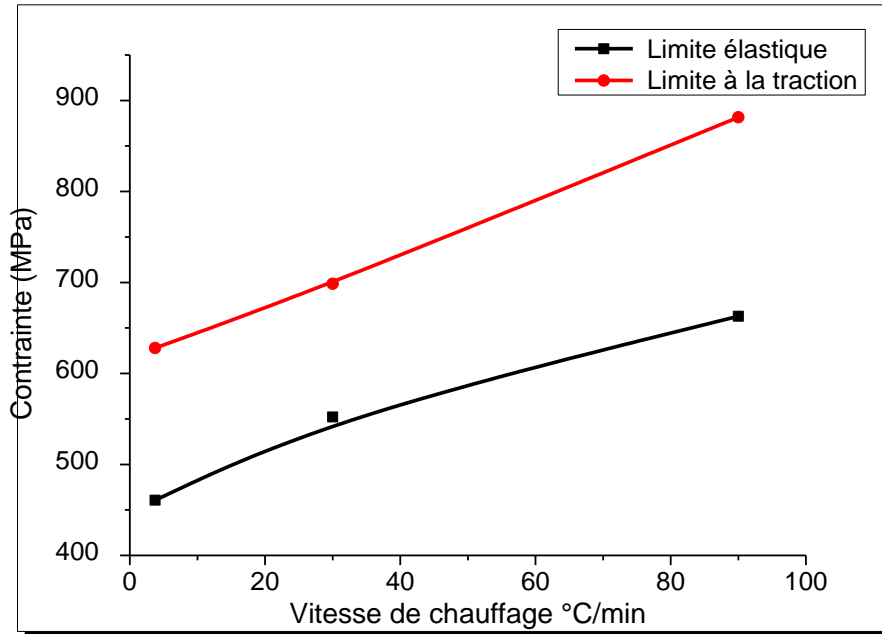


Figure III.23 : Évolution de la limite élastique et la limite à la traction en fonction de la vitesse du chauffage.

L'échantillon chauffé avec une vitesse lente a pris plus de temps pour atteindre la température cible qu'un taux de chauffage plus rapide, donc une vitesse lente provoque la croissance des grains.

L'équation générale de la croissance des grains peut expliquer l'effet de la taille initiale des grains sur la taille des grains austénitiques [135].

$$D^2 - D_0^2 = Kt \quad (\text{III.2})$$

où D est le diamètre moyen des grains, D_0 la taille initiale des grains, K une constante de proportionnalité qui relie la température de chauffage à l'énergie d'activation pour la croissance des grains et t le temps de maintien.

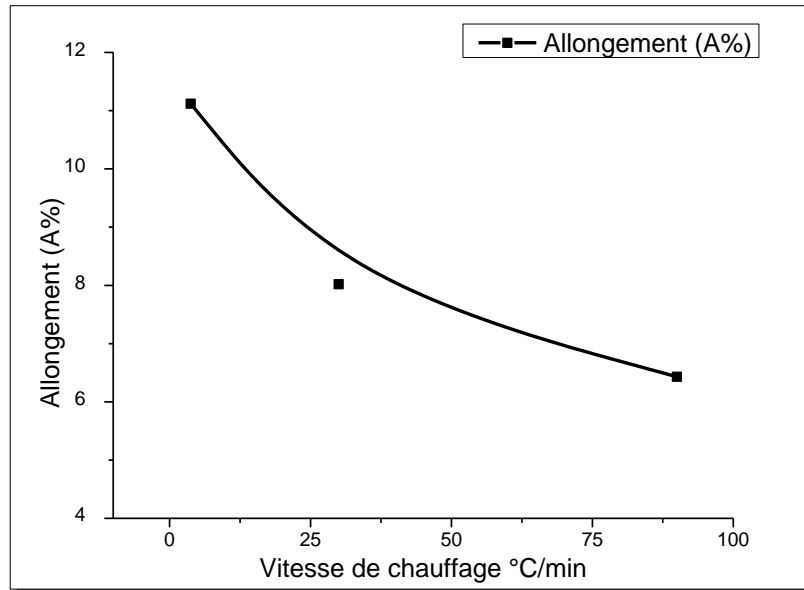


Figure III.24 : Évolution de l'allongement en fonction de la vitesse du chauffage.

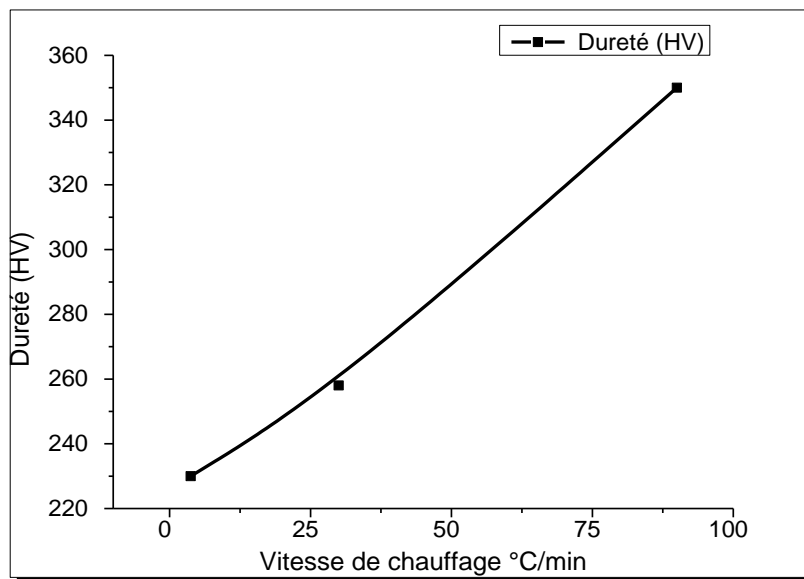


Figure III.25 : Évolution de la Dureté en fonction de la vitesse du chauffage.

III.3 Conclusion

À travers cette étude, on a pu mettre en évidence l'effet de la température d'austénitisation, la vitesse de refroidissement, le temps de maintien et la vitesse du chauffage sur le comportement mécanique de l'acier C45.

Pour réaliser ce travail nous avons utilisé plusieurs techniques de caractérisation telle que la traction et la micro dureté. L'analyse des résultats expérimentaux permet de faire certains commentaires dont les principaux sont :

- ✓ Les meilleurs résultats de la résistance à la traction, de la limite d'élasticité et de la dureté sont obtenus après une trempe à.
- ✓ L'allongement est maximal après un refroidissement à l'air avec une valeur de 22.08 %.
- ✓ Les bonnes propriétés (résistance à la traction, limite d'élasticité et dureté) obtenues après un chauffage à 800 °C avec un allongement minimal. Ces propriétés diminuent au-dessus et au-dessous de cette température avec un allongement maximal après un chauffage à 700 °C.
- ✓ L'augmentation du taux de refroidissement et de la température de chauffage augmente la fraction de martensite.
- ✓ La durcissabilité de l'acier C45 augmente à mesure que le temps de maintien et la vitesse de chauffage diminuent.
- ✓ L'augmentation du temps de maintien et de la vitesse de chauffage affecte la morphologie de la martensite.

CHAPITRE IV

EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE-PROPAGATION

IV.1 Introduction

La rupture par fatigue est généralement l'un des modes les plus importants pour les composants structuraux. Près de 90% des problèmes de rupture dans les composants mécaniques sont dus à la fatigue [136]. Le facteur principal qui contrôle la durée de vie est souvent la vitesse à laquelle les fissures de fatigue peuvent se propager à partir de défauts préexistants. Généralement, la propagation de la fissure de fatigue est divisée en trois étapes : le régime quasi-seuil, le régime de Paris et le régime instable. Dans le régime de Paris, le taux de croissance de la fissure de fatigue da/dN est linéairement lié à la plage du facteur d'intensité de contrainte cyclique dans un diagramme logarithmique, l'équation de Paris étant donnée par [137] :

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \quad \text{IV.1}$$

$$\ln\left(\frac{da}{dN}\right) = \ln C + m \ln \Delta K \quad \text{IV.2}$$

Où, da est la variation de la longueur de fissure, dN la variation du nombre de cycle, K le facteur d'intensité de contrainte cyclique, C l'ordonnée à l'origine et m la pente de la courbe. Différentes transformations de phases se produisent lors du traitement thermique de l'acier à moyenne teneur en carbone, pour obtenir la martensite, la température de trempe doit être fixée entre 30 °C et 50 °C. La ferrite et la perlite peuvent être obtenues par refroidissement lent (généralement dans l'air) après austénitisation, en augmentant la vitesse de refroidissement, l'austénite se transforme en martensite et la ferrite restent dans la structure [123]. Dans la propagation des fissures de fatigue, il est bien connu que la région de paris est influencée par des facteurs microstructuraux, cette région ayant reçu le plus d'attention puisqu'elles dominent la vie de la propagation des fissures. De nombreux facteurs microstructuraux peuvent jouer un rôle dans la croissance des fissures de fatigue, telles que la taille des grains, la fraction volumique, la dureté, la morphologie et la distribution. Tayanç et al. [138] ont étudié l'effet de la teneur en carbone et de la fraction volumique de martensite sur la résistance à la fatigue des aciers à deux phases avec une teneur en carbone comprise entre 0,085 % et 0,3 % (en poids). Ils ont observé que les aciers à deux phases présentent de meilleures propriétés de fatigue que les aciers reçus. Somer et al. [139] ont étudié l'effet du traitement thermique sur le comportement en fatigue de l'acier allié A193-51T-B7. Ils ont observé que le taux de croissance des fissures de fatigue des éprouvettes trempées est inférieur à celui des éprouvettes standards.

I. Souki et al. [140] ont étudié l'influence du traitement thermique sur la ténacité et la propagation des fissures dans l'acier martensitique à 5 % de Cr, et ont constaté que la température d'austénitisation et la morphologie des carbures primaires ne change pas les caractéristiques de fracture. Cependant, des modifications de degré de revenu, affectant directement la dureté de l'alliage qui entraînent des changements drastiques de la ténacité et des taux de propagation des fissures. Enefola et al. [141] ont constaté que la microstructure normalisée a le taux de croissance de fissure de fatigue le plus faible, suivie par l'échantillon trempé et revenu.

Le but de ce travail est d'évaluer les effets de la microstructure sur la résistance à la traction et le comportement fatigue-propagation de l'acier à moyenne teneur en carbone. Dans cette recherche, trois groupes de test principaux ont été pris en considération. Le premier groupe pour évaluer l'effet des différents traitements thermiques tels que la trempe, le revenu et la normalisation sur la microstructure. Le second groupe a été réalisé pour étudier l'effet de la microstructure sur les propriétés de la traction et de la microdureté. Le troisième groupe pour étudier l'effet de la microstructure sur le taux de croissance des fissures de fatigue et établir le modèle du taux de croissance des fissures de fatigue pour l'acier à moyenne teneur en carbone, avant et après les traitements thermiques, en utilisant l'équation de Paris.

IV.2 Résultats et discussions

IV.2.1 Microstructure

Des micrographies au Microscope Optique et au Microscope électronique à balayage ont été réalisées pour étudier la variation de la microstructure après différents traitements thermiques. La microstructure de l'échantillon reçu, figure IV.1, a montré une combinaison de ferrite et de perlite avec une faible quantité de graphite sphéroïdal. La microstructure de l'échantillon trempé, figure IV.2, montre une structure massive de la martensite avec de courts flocons de graphite (foncé). Lorsque les aciers hypoeutéctoïdes sont chauffés à environ 30 à 50 °C au-dessus de la température critique AC3, la ferrite et la perlite se transforment en austénite, cette austénite se transforme en martensite après une trempe rapide [124]. La figure IV.3 montre que l'échantillon trempé et revenu à 300 °C est constitué de la ferrite et de la martensite revenue. Un revenu à basse température entraîne la formation d'une martensite à faible teneur en carbone et des carbures à partir de la transformation de martensite à haute teneur en carbone. La microstructure de l'échantillon revenu à 600 °C, figure IV.4, est constituée de la ferrite et la cémentite (blanc). Pendant le revenu à moyenne température, l'austénite retenue se transforme en bainite. Cette bainite diffère de la bainite conventionnelle, elle est constituée de ferrite et de

carbure [124]. La figure IV.5 montre la microstructure de l'acier C45 normalisé. L'échantillon a révélé une structure perlitique. On a observé qu'il y avait beaucoup de graphite sphéroïdal distribué dans la structure perlitique.

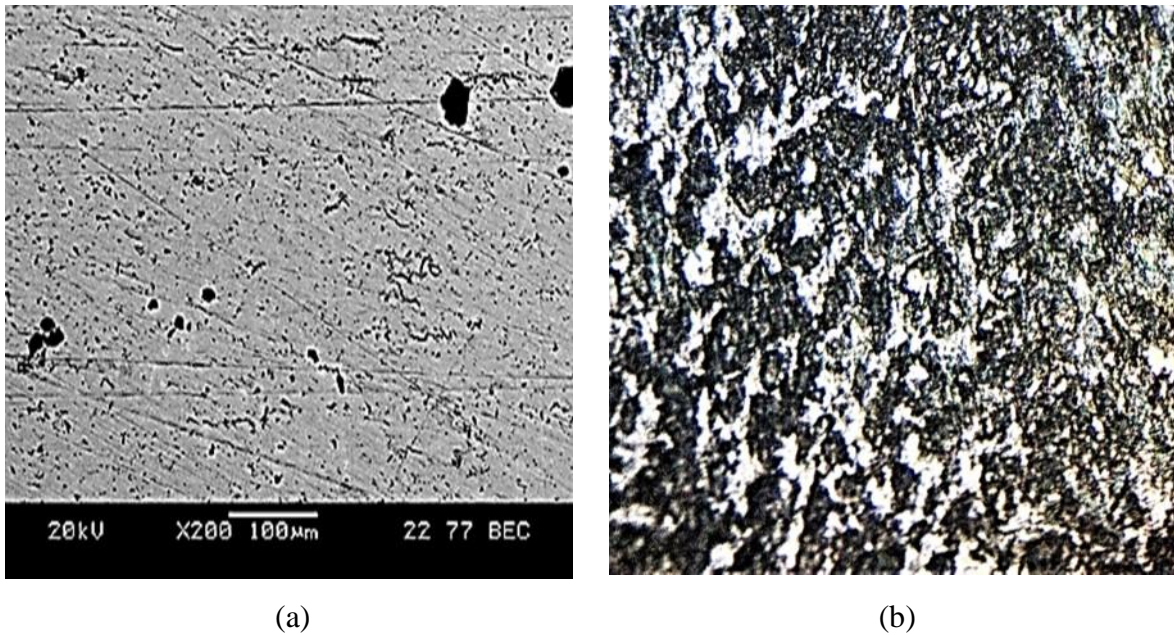


Figure IV.1 : Micrographie de l'acier C45 : (a) MEB, (b) MO

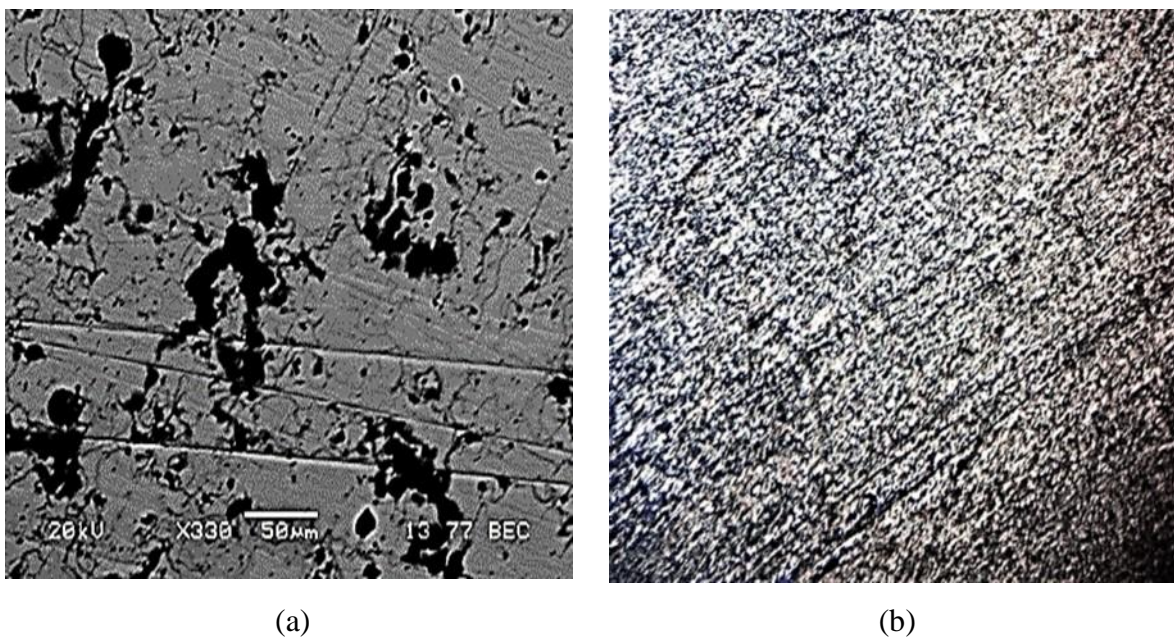
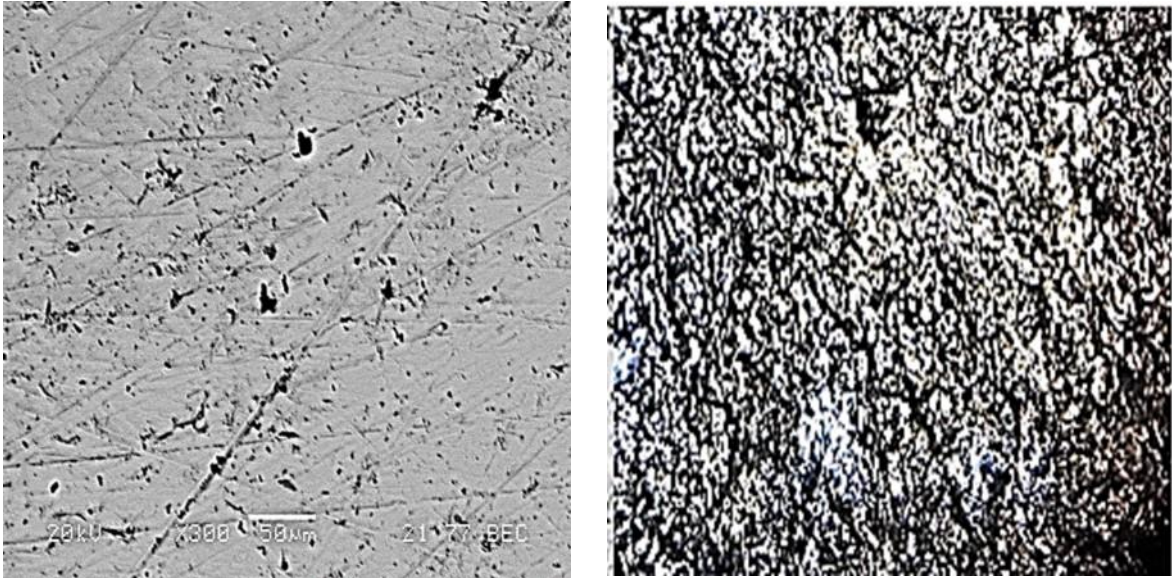


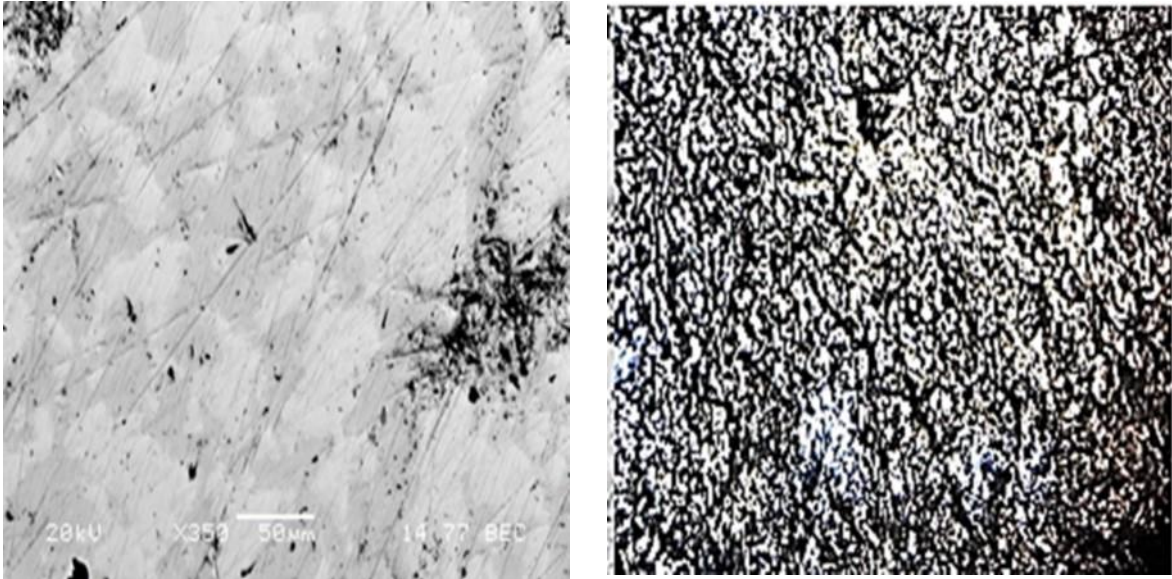
Figure IV.2 : Micrographie de l'échantillon trempé à l'eau : (a) MEB, (b) MO



(a)

(b)

Figure IV.3 : Micrographie de l'échantillon trempé et revenu à 300 °C : (a) MEB, (b) MO



(a)

(b)

Figure IV.4 : Micrographie de l'échantillon trempé et revenu à 600 °C : (a) MEB, (b) MO

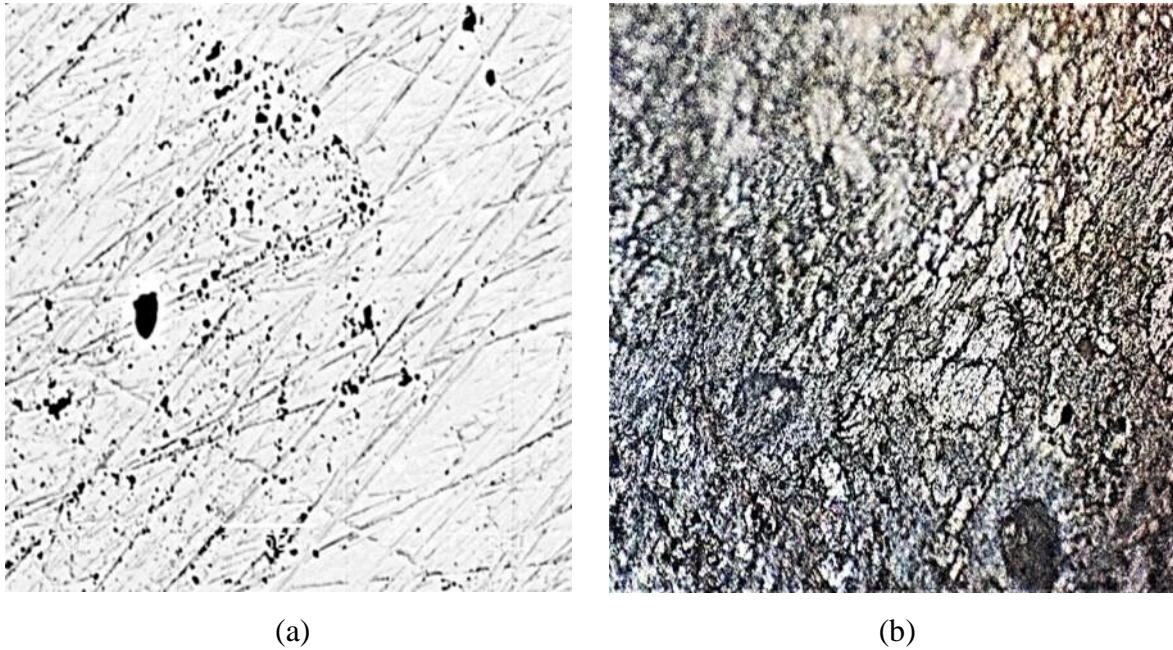


Figure IV.5 : Micrographie de l'échantillon normalisé : (a) MEB, (b) MO

IV.2.2 Résistance à la traction

Les propriétés mécaniques des échantillons traités et non traités ont été déterminées en utilisant la méthode standard. Les données charge-allongement ont été enregistrées et converties en graphiques de contrainte-déformation. La limite élastique, la résistance à la traction et la ductilité ont été déterminées sur la base de ces graphiques. Pour mesurer les valeurs de dureté HV, trois lectures ont été prises à différentes positions sur les échantillons. Les propriétés mécaniques obtenues sont données dans le tableau IV.1.

	Limite élastique (MPa)	Limite à la traction (MPa)	Allongement (%)	Dureté (HV)
C45	492	533.81	14.081	164
Trempe	631.48	917.2	2.94	267
Revenu à 300 °C	547.70	698.52	3.77	222
Revenu à 600 °C	362.14	615.70	7.99	180
Normalisation	248.06	497.21	23.055	158

Tableau IV.1 : Propriétés mécaniques obtenues par différents traitements thermiques

Les figures IV.6, IV.7, IV.8, et IV.9 montrent l'évolution des propriétés mécaniques de l'acier C45 après différents traitements thermiques ; trempe, revenu à 300 °C, revenu à 600 °C et normalisation. L'échantillon tel que reçu présente un haut niveau de ductilité en raison de sa teneur élevée en ferrite et du processus de production, laminage à chaud. L'échantillon trempé présente une bonne résistance à la traction avec un faible allongement par rapport aux autres traitements thermiques, ce qui correspond à la vitesse de refroidissement élevée qui permet la formation de la martensite fragile. Il est clair que la trempabilité du matériau diminue avec la température de revenu qui peut être associée à la graphitisation des carbures précipités qui résultent de la formation de ferrite. La température de revenu a amélioré le degré de revenu de la martensite, ramollissant la matrice et diminuant sa résistance à la déformation plastique [142]. Lorsque l'échantillon est normalisé, la vitesse de refroidissement est devenue plus faible pour obtenir une structure martensitique, il n'y a que la formation de la perlite, ce qui explique la faible résistance.

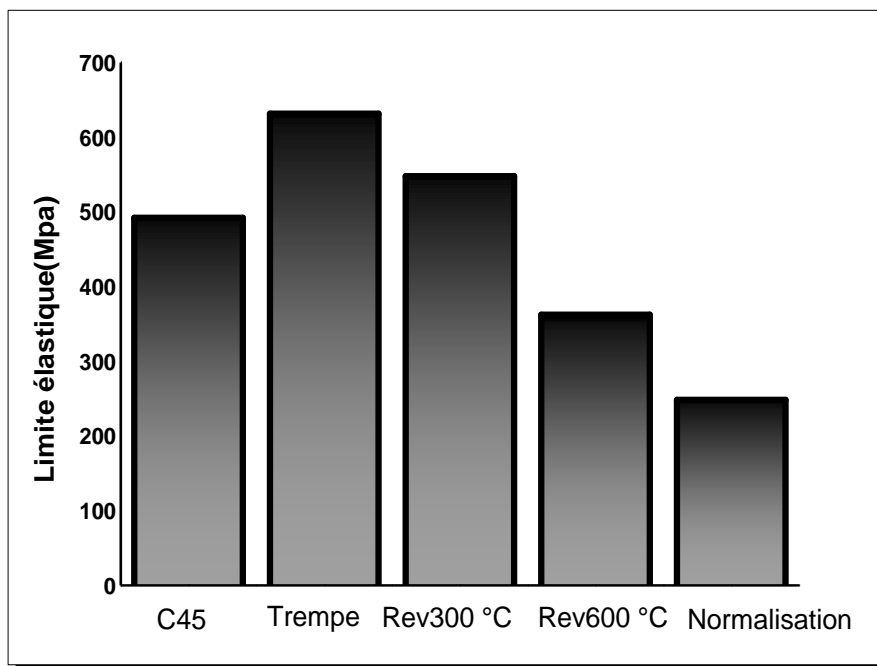


Figure IV.6 : Evolution de la limite élastique après différents traitements thermique

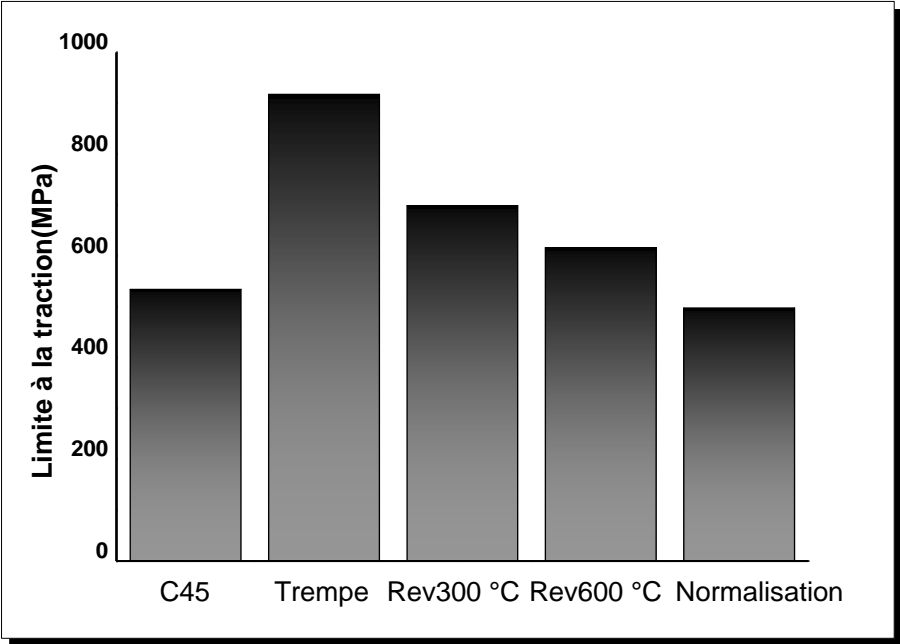


Figure IV.7 : Evolution de la limite à la traction après différents traitements thermique

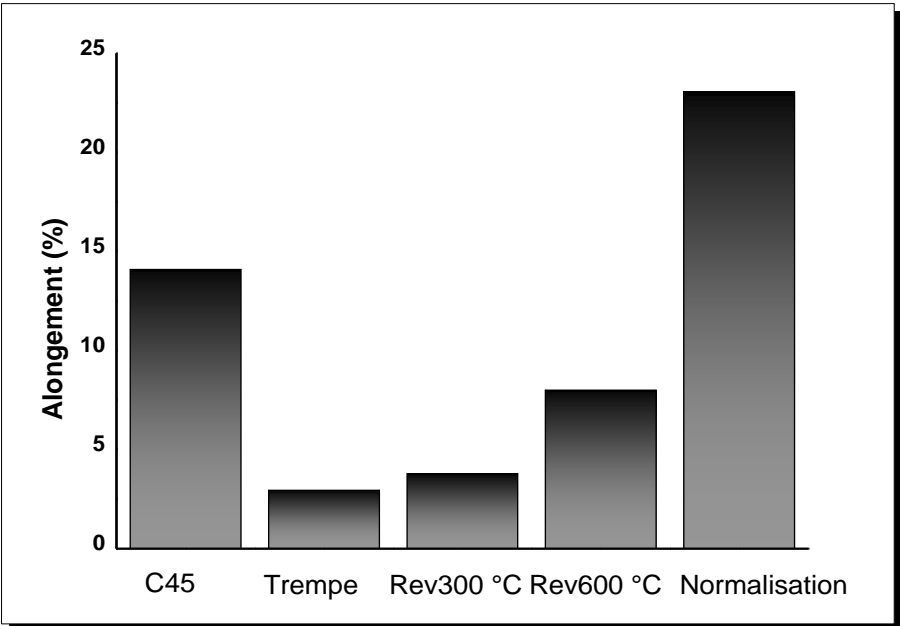


Figure IV.8 : Evolution de l'allongement après différents traitements thermique

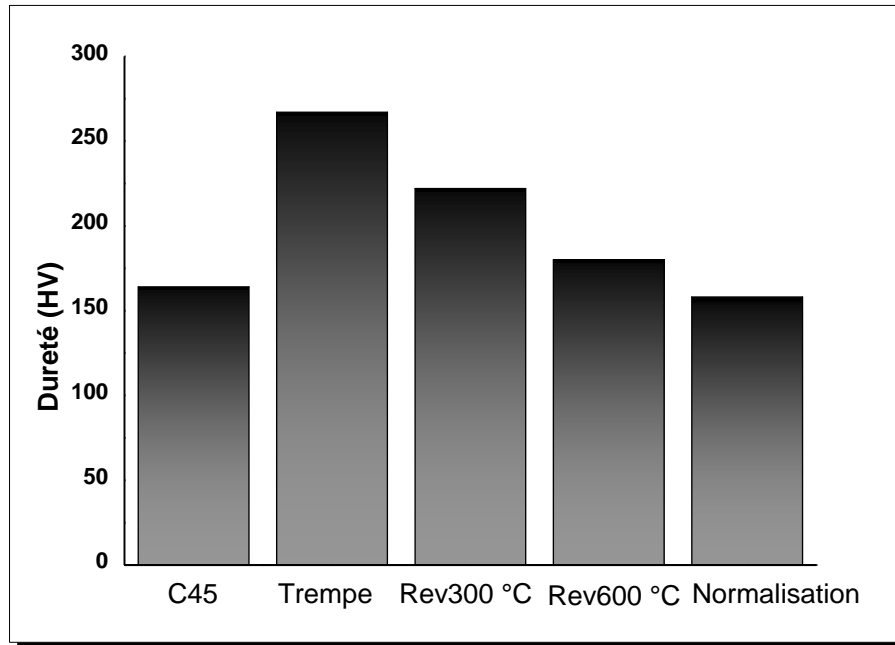


Figure IV.9 : Evolution de la dureté après différents traitements thermique

IV.2.3 Résistance à la fatigue-propagation

Les essais de fatigue ont été effectués à une fréquence constante de 20 Hz, à un chargement constant, charge maximale de 10 kN, et à un rapport de charge $R = 0,1$.

Les résultats des essais de fatigue, figure IV.5, donnent la longueur de fissure a , en fonction du nombre de cycles, N .

La durée de vie en fatigue, exprimée par le nombre de cycles à la rupture N_f , est présentée dans le tableau VI.2 pour le métal de base et les échantillons traités thermiquement.

Conditions	N_f
C45	2209000
Trempe	845000
Revenu à 300 °C	1190000
Revenu à 600 °C	1126000
Normalisation	2800000

Tableau IV.2 : Nombres de cycles à la rupture N_f

La figure IV.10 montre clairement que la durée de vie en fatigue est considérablement influencée par les traitements thermiques.

Les échantillons trempés et revenus avaient une durée de vie en fatigue inférieure à celle de l'échantillon reçu.

La plus grande durée de vie a été obtenue après un traitement de normalisation, ce qui correspond à la microstructure qui présente une distribution large et grossière de la ferrite et de la cémentite.

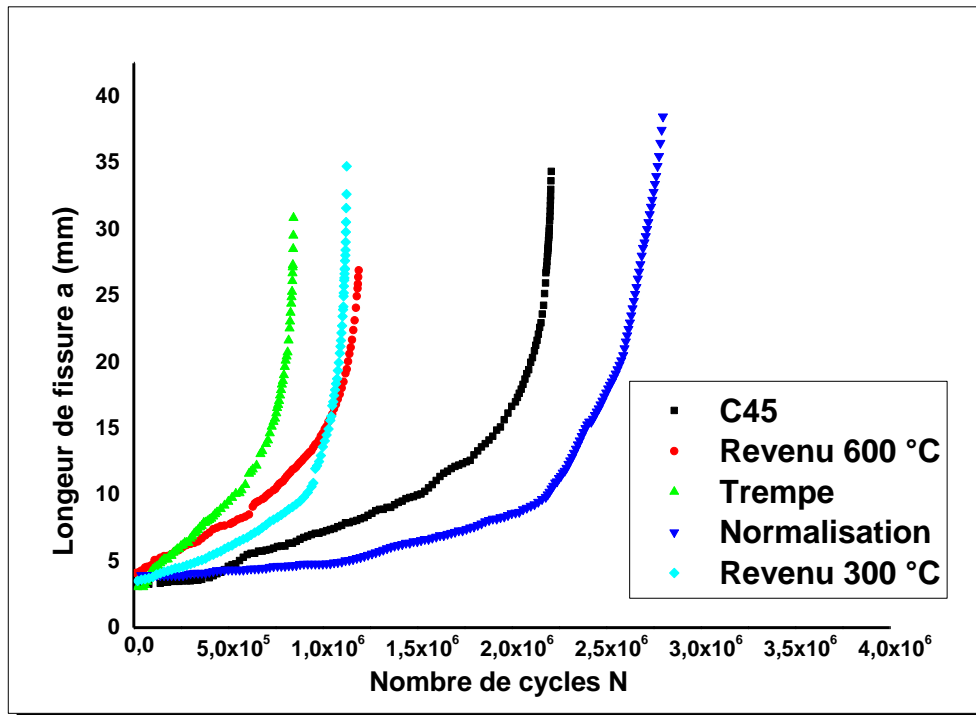


Figure IV.10 : Variation de la longueur de fissure (a) avec le nombre de cycles (N)

En augmentant la température de revenu, la limite d'élasticité diminue et la ductilité en traction augmente en raison de l'augmentation de la teneur en ferrite. En conséquence, la ténacité du matériau et la longueur de la fissure critique augmenteraient.

Pour voir de près et comprendre l'influence des différentes microstructures sur la vitesse de propagation des fissures de fatigue, on a représenté à la figure IV.11 les taux de croissance des fissures da/dN en fonction du facteur l'intensité de contraintes ΔK pour les conditions reçues et traitées thermiquement.

On remarque que le taux de croissance présentait différentes caractéristiques indiquant que da/dN était relativement sensible à la microstructure.

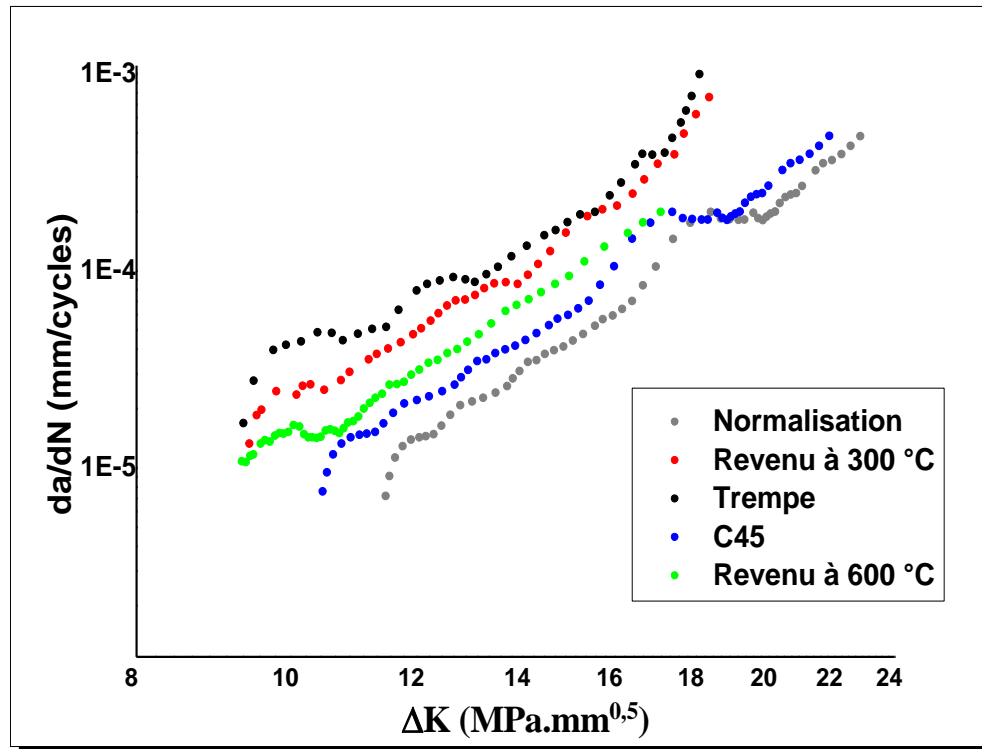


Figure IV.11 : Diagramme log-log de da / dN par rapport à ΔK

Pour toute la plage de ΔK, les échantillons présentaient des différences distinctes, avec un angle d'élévation plus élevé dans les échantillons trempés et normalisés par rapport à l'échantillon reçu. L'échantillon normalisé a le taux de croissance de fissure le plus faible suivi de celui reçu, trempé et revenu à 600 °C et finalement l'échantillon trempé et revenu à 300 °C qui présente un taux de croissance élevé. La vitesse de propagation de fissure est plus élevée pour l'échantillon trempé, la formation des phases plus dures lors de la trempe à l'eau est responsable de cette augmentation. La faible résistance à la propagation de fissure montrée après un revenu à 300 °C et 600 °C par rapport à la condition reçue est probablement due à la plus faible quantité de ferrite dans leurs microstructures, ce qui rend plus difficile la propagation des fissures à travers cette phase. La plus grande résistance à la propagation de fissure obtenue après un traitement de normalisation peut s'expliquer par la composition de la microstructure, qui consistait principalement en phases de ferrite et de cémentite dans la structure et attribuées à la déflexion des grains de ferrite allongés.

Afin de décrire le comportement FCG des conditions reçue et traitées thermiquement, le modèle conventionnel de Paris a été établi.

Les valeurs du coefficient C et de l'exposant m sont données dans le tableau VI.3.

Conditions	m	C
C45	5.12	6.E ⁻¹¹
Trempe	4.80	5.E ⁻¹⁰
Revenu à 300 °C	5.24	1.E ⁻¹⁰
Revenu à 600 °C	4.78	2.E ⁻¹⁰
Normalisation	5,52	1.E ⁻¹¹

Tableau IV.3 : Paramètres d'ajustement pour le modèle de Paris

Ainsi, le modèle conventionnel de Paris pour les conditions reçues et traitées thermiquement peut être donnée comme suit :

$$\text{C45} \quad da/dN = 6.E-11. \Delta K^{5.12} \quad (\text{VI.1})$$

$$\text{Trempe} \quad da/dN = 5.E-10. \Delta K^{4.80} \quad (\text{VI.2})$$

$$\text{Revenu 300 °C} \quad da/dN = 1.E-10. \Delta K^{5.24} \quad (\text{VI.3})$$

$$\text{Revenu 600 °C} \quad da/dN = 2.E-10. \Delta K^{4.78} \quad (\text{VI.4})$$

$$\text{Normalisation} \quad da/dN = 1.E-11. \Delta K^{5.52} \quad (\text{VI.5})$$

IV.3 Conclusion

Cette étude s'est basée sur l'effet du traitement thermique sur la microstructure, la résistance à la traction et la croissance de la fissure de fatigue de l'acier à moyenne teneur en carbone.

A la fin de cette étude, nous sommes en mesure d'identifier quelques points essentiels :

- ✓ Différentes microstructures avec des phases et des morphologies distinctes sont obtenues après chaque traitement thermique.
- ✓ L'échantillon trempé a une résistance supérieure à celle des autres échantillons traités thermiquement.
- ✓ La trempabilité de l'acier à moyenne teneur en carbone diminue avec la température de revenu.
- ✓ La durée de vie en fatigue est considérablement influencée par le traitement thermique. C'est après un traitement de normalisation que la plus grande durée de vie en fatigue a été obtenue.
- ✓ Le taux de croissance de la fissure de fatigue présentait différentes caractéristiques indiquant que da/dN était relativement sensible à la microstructure.

CHAPITRE V

PRÉDICTION DE L'ÉVOLUTION MICROSTRUCTURALE ET DE LA DURETÉ APRÈS LA TREMPE DE L'ACIER C45

V.1. Introduction

La trempe des aciers est un processus multi-physique impliquant un schéma compliqué de couplages entre les transferts de chaleur, transformations de phase et l'évolution des contraintes. La variation de la température en tout point du composant est la principale force motrice pour les transformations de phase. Lors du refroidissement, la stabilité thermodynamique de la phase parente est modifiée, ce qui entraîne la décomposition de l'austénite en produits de transformation. Le taux de transformation dépend de la température et de la vitesse de refroidissement. D'autre part, il y a une interaction de chaleur avec l'environnement pendant les transformations de phase. Les transformations de phase qui se produisent pendant la trempe sont exothermiques et elles modifient le champ thermique en libérant de la chaleur latente de transformation. Sur la base de ces faits, l'industrie du traitement thermique a besoin d'une simulation numérique des processus de trempe afin d'optimiser les paramètres du procédé en tenant compte les points suivants :

- ✓ Prédiction de la distribution de la microstructure
- ✓ Prédiction de la distribution de la dureté
- ✓ Prédiction de la distribution des contraintes résiduelle

L'interaction des domaines mécanique et métallurgique est l'un des domaines de recherche les plus populaires pour les mécaniciens structurels, les physiciens et les métallurgistes. L'objectif ultime est de développer une théorie métal-thermo-mécanique capable de prédire à la fois l'effet de la mécanique sur les transformations de phase et celui des transformations de phase sur le comportement de déformation. Lors de la décomposition de l'austénite en produits de transformation tels que la ferrite, la perlite, la bainite et la martensite, une augmentation de volume est observée dans la région de transformation en raison de la différence de densité entre les phases mère et produite. Ces contraintes sont la principale source de champ de contraintes internes fluctuantes, en plus des contraintes thermiques et de la plasticité induite par la transformation (TRIP).

Il existe de nombreuses méthodes pour prédire la dureté de la pièce trempée. Just et al. [143] ont calculé la distance Jominy J6-80 en utilisant des formules basées sur la composition chimique. Le système Creusot-Loire combine la dureté de phase individuelle, la composition chimique et le taux de refroidissement à 700 °C, tandis que Somogyi-Gergely utilise la dureté isotherme individuelle des éléments microstructuraux [144]. Jin et al. [145] ont utilisé une relation entre le coefficient de trempabilité et la composition chimique sur la base d'une approche mathématique. Arimoto et al. [146] ont modifié les courbes de début et de fin de la

transformation de phase en décalant le diagramme TTT afin d'avoir une prédiction de dureté très précise.

V.2. Prédiction de la dureté après trempe

Pour le modèle de prédiction de la dureté au cours du traitement thermique, Ménière a conclu que la dureté de chaque phase est en fonction de la composition, de la vitesse de refroidissement.

Le modèle de prédiction de la dureté de la martensite (M), la bainite (B), la ferrite-perlite (FP) est établi comme suit :

✓ Pour la martensite, le modèle de calcul est :

$$D_M = 129 + 949 C + 27 Si + 11Mn + 8Ni + 16 Cr + 21 \log Vr \quad (V.1)$$

Où, Vr est la vitesse de refroidissement critique, C, Si, Mn, Ni et Cr sont les pourcentages de chaque élément. Il est indiqué que la dureté de la martensite est linéaire par rapport au pourcentage des éléments, et que l'effectivité du carbone est la plus importante.

✓ Pour la bainite, le modèle de calcul :

$$D_B = 323 + 185 C + 330 Si + 153 Mn + 65Ni + 144 Cr + 191 Mo \\ + (89 + 53 C - 55 Si - 22 Mn - 10Ni - 20 Cr - 33 Mo)\log Vr \quad (V.2)$$

D'après l'équation ci-dessus, nous pouvons conclure que la dureté de la bainite est principalement liée aux éléments C, Si, Mn, Ni, Cr et Mo.

✓ Pour la ferrite-perlite, le modèle de calcul :

$$D_{PF} = 42 + 232 C + 53 Si + 30 Mn + 12.6 Ni + 7 Cr + 19 Mo + (10 - 19Si + \\ 4Ni + 8Cr + 130 V)\log Vr \quad (V.3)$$

Donc le modèle de dureté peut être décrit comme suit :

$$D = \varepsilon_M D_m + \varepsilon_B D_B + (\varepsilon_F + \varepsilon_P) D_{FP} \quad (V.4)$$

Où ε_M , ε_B , ε_F et ε_P représentent respectivement la fraction volumique de la martensite, de la bainite, de la ferrite et de la perlite. La prédiction de la dureté est basée aussi sur la courbe de Jominy présentée dans la figure V.1.

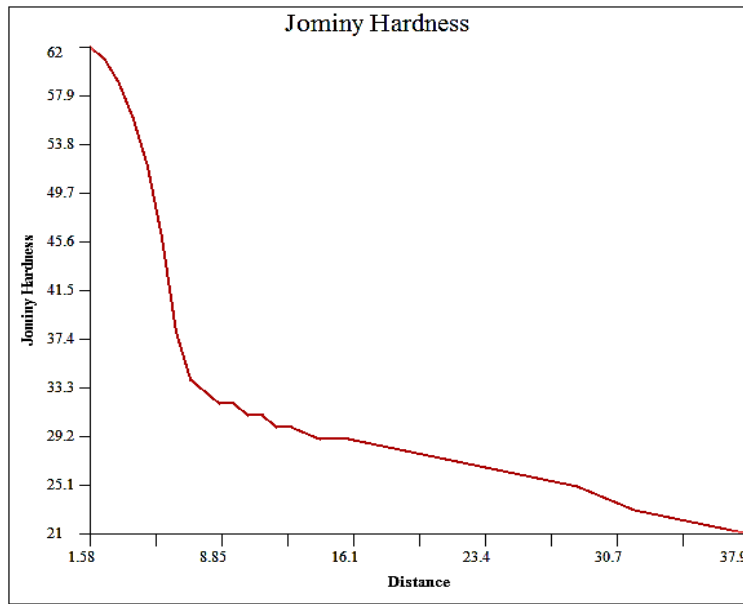


Figure V.1 : Courbe de Jominy pour l'acier C45 [147]

V.3. Prédiction de la microstructure après trempe

Avant le traitement thermique, la microstructure est supposée 100% perlitique. Au temps de chauffage et de maintien, la perlite se transforme en austénite par diffusion simplifiée de l'équation V.5.

$$\epsilon_A = 1 - \exp \left\{ A \left[\frac{T - A_{C1}}{A_{C3} - A_{C1}} \right]^D \right\} \tag{V.5}$$

où :

A = -4

D = -2

Température AC₁ = 722 °C

AC₃ = 816 °C.

Il y a des réactions martensitiques et perlitiques. L'austénite se transforme en martensite selon l'équation V.5.

$$\epsilon_M = 1 - \exp \{ \psi_1 T + \psi_2 (C - C_0) + \psi_{31} \sigma_{11} + \psi_{32} \sigma + \psi_4 \} \tag{V.5}$$

Où $\psi_1 = 0,016$, $C_0 = 0$, $\psi_2 = 0,45$, $\psi_{31} = -0,0012237$, $\psi_{32} = -0,0010303$ et $\psi_4 = -5,18$.

L'austénite se transforme en perlite selon l'équation V.6.

$$\epsilon_P = 1 - \exp(-KT^n) \tag{V.6}$$

Les paramètres pour ce calcul, basé sur le mode de transformation TTT, figure V.2, à savoir la fraction volumique de départ de 1%, la fraction volumique finale de 99% et le Log du temps de transformation = Fonction de la Température et de la Contrainte.

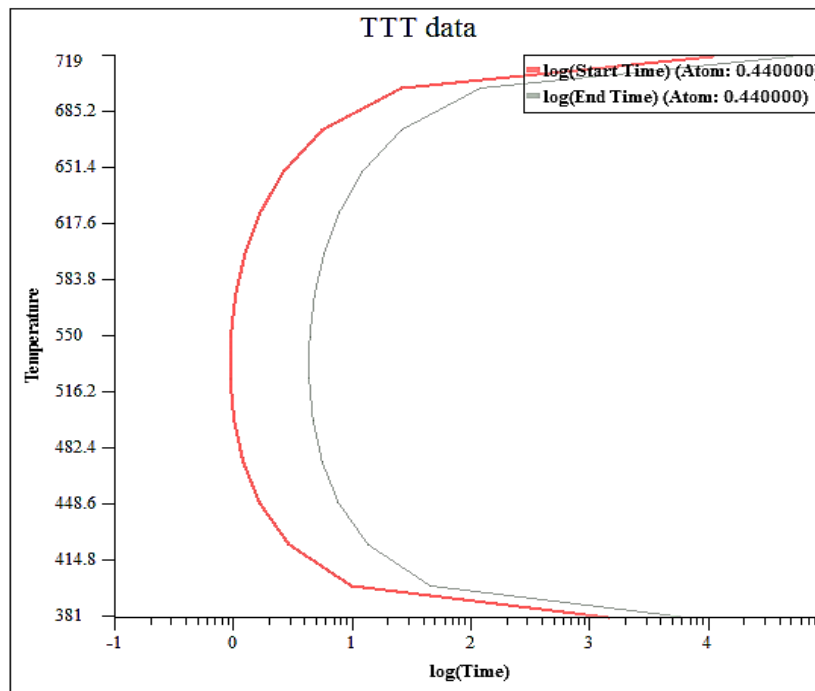


Figure V.2 : Diagramme TTT pour l'acier C45 [147]

V.4. Paramètres initiaux et conditions aux limites

Les propriétés thermo-physiques en fonction de la température de l'acier C45 sont représentés dans le tableau V.1.

Températures en °C	200	400	600	700	800	900
Densité en kg/m ³	7785	7730	7650	7645	7640	7585
Enthalpie en kJ/kg	91	200	375	506	570	610
Chaleur spécifique en kJ.kg ⁻¹ .K ⁻¹	0.51	0.60	0.76	1.05	0.61	0.62
Conductivité en W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	17.17	19.66	22.19	23.45	24.7	26

Tableau V.1 : Propriétés thermo-physiques de l'acier C45

Les conditions aux limites sont définies comme suit :

- La température ambiante est de 20 °C

- La chaleur latente de transformation de phase de la ferrite / perlite, de la bainite et de la martensite pendant la simulation est respectivement de $6,02 \times 10^8 \text{ J/m}^3$, $4,40 \times 10^8 \text{ J/m}^3$ et $6,28 \times 10^8 \text{ J/m}^3$ respectivement.
- Un maillage quadratique a été sélectionné avec 40000 éléments, figure V.3, et raffiné sur la surface de contact matériau – fluide.
- La température initiale est de $850 \text{ }^\circ\text{C}$, supérieure à la fin de la transformation austénitique AC_3 .
- La microstructure initiale est supposée 100% austénitique.

Afin de varier la vitesse de refroidissement on a choisi trois coefficients de convection :

- ✓ $h = 20 \text{ N/mm.S.}^\circ\text{C}$, un refroidissement rapide.
- ✓ $h = 2 \text{ N/mm.S.}^\circ\text{C}$, un refroidissement intermédiaire.
- ✓ $h = 0,5 \text{ N/mm.S.}^\circ\text{C}$, un refroidissement lent

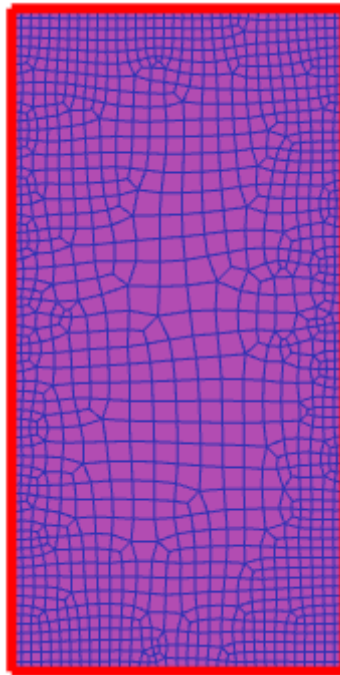


Figure V.3 : Maillage 2D de l'échantillon avec la surface de transfert (rouge).

V.5. Résultats et discussions

V.5.1. Prédiction de l'évolution microstructurale

La figure V.4 montre la distribution simulée de l'austénite et de la martensite sur la surface au cours d'une trempe à une vitesse de $212,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$. L'évolution de la Fraction Volumique en fonction du temps de transformation au cours du refroidissement est montrée sur la figure V.5.

- ✓ A $t = 0$ s la microstructure présente une structure 100% austénitique après un chauffage à 850 °C.
- ✓ Après 1s de l'initiation de la trempe il est possible d'observer le point d'équilibre de la fraction austénite-martensite.
- ✓ Après 4 s de l'initiation de la trempe, la fraction martensitique est maximale, 99%, à cause de la transformation d'une grande quantité d'austénite pendant le refroidissement à 212,5 °C/s avec une faible quantité d'austénite résiduelle, 0.1.

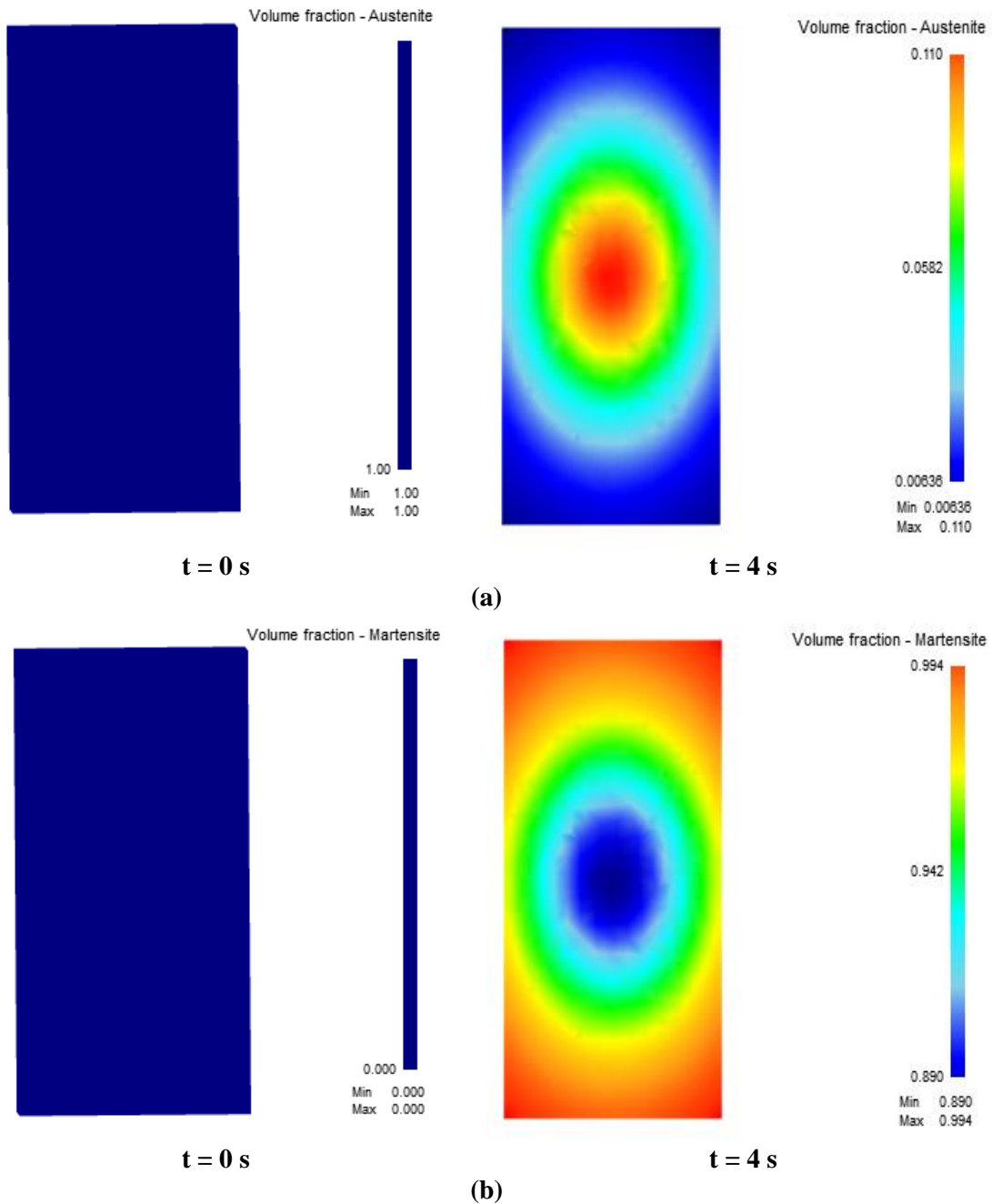


Figure V.4 : Évolution de la microstructure après un refroidissement à une vitesse de 212,5 °C/s, (a) austénite, (b) martensite.

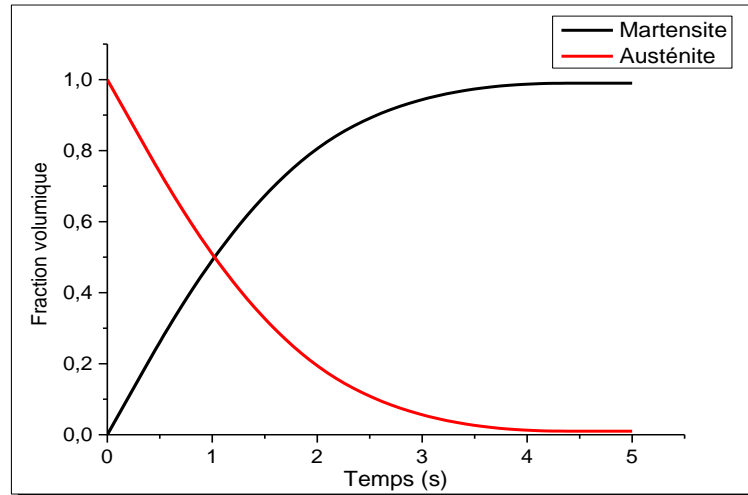
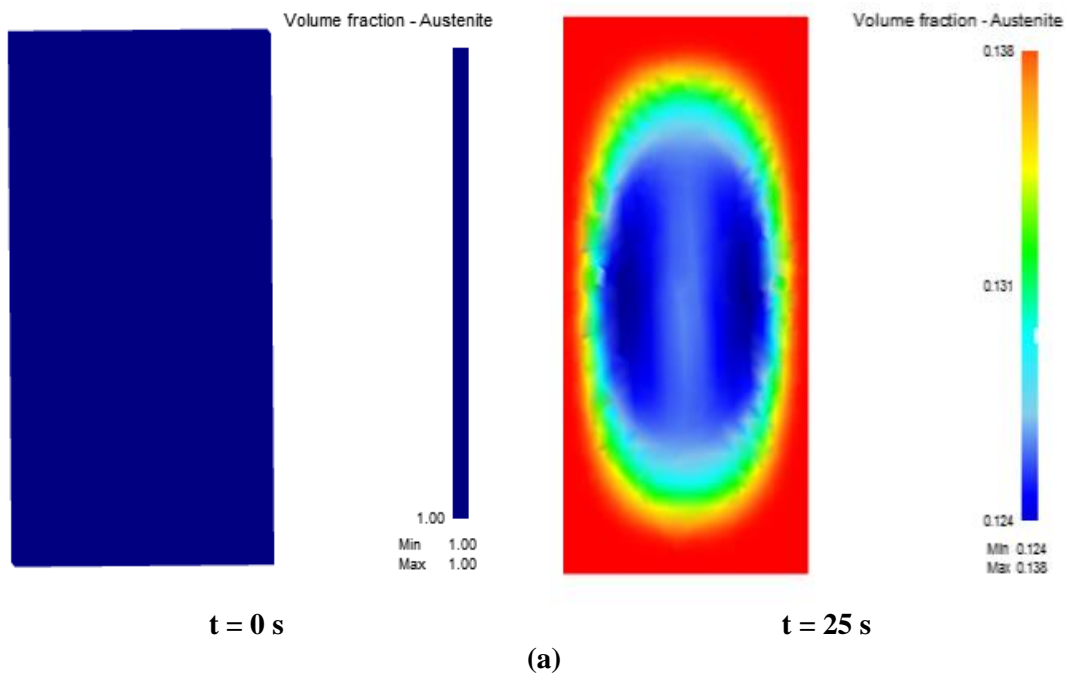


Figure V.5 : Fraction volumique en fonction du temps au cours d'un recroisement rapide (225 °C/s).

La figure V.4 montre l'évolution de la composition microstructurale au cours d'un refroidissement à 30 °C. La figure V.5 présente la fraction volumique des différents produits en fonction du temps de transformation.

D'après la courbe de transformation obtenue, On peut prédire les paramètres de transformation d'une trempe rapide :

- ✓ t_{fin} de la transformation austénitique-martensite = 4 s
- ✓ Temps d'équilibre austénite-martensite = 1 s



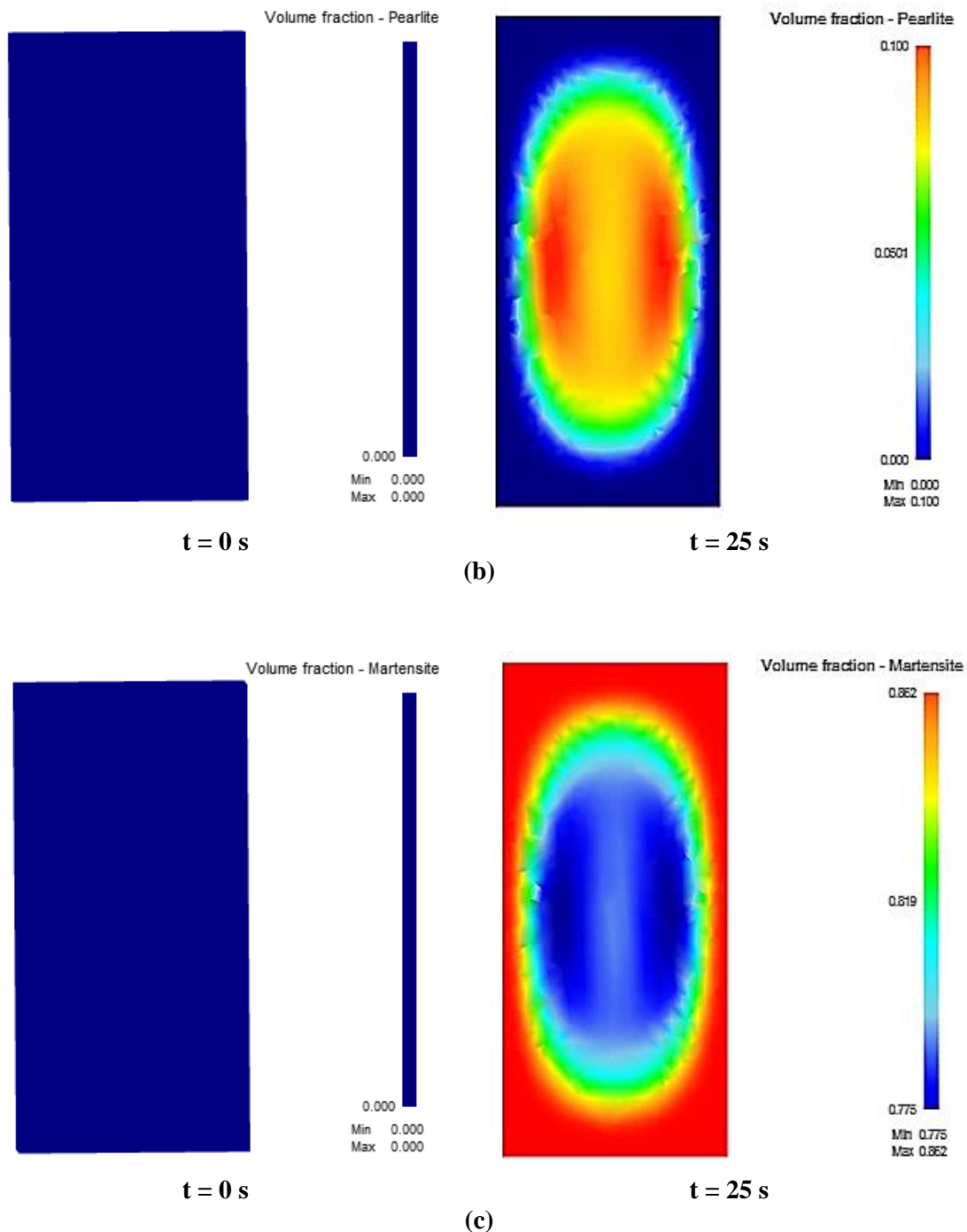


Figure V.6 : Évolution de la microstructure après un refroidissement à une vitesse de 30 °C/s, (a) austénite, (b) perlite, (c) martensite.

D'après la figure V.6 il est claire la dominance martensitique avec un volume de 0,862 sur la surface de contact matériau-fluide et un volume de 0,698 au cœur de l'échantillon ce qui revient à la vitesse de refroidissement qui autorise la transformation austénite – martensite. La transformation perlitique marque un volume de 0.1 qui revient à la diffusion du carbone pendant

le refroidissement à 30 °C/s. D'autre part, On remarque une quantité d'austénite résiduel au centre.

La figure V.7 montre les fractions volumiques de l'austénite, la perlite et la martensite en fonction du temps de transformation. Les paramètres de transformation obtenus sont :

- ✓ t_{fin} de la transformation austénite-perlite = 28 s.
- ✓ t_{fin} de la transformation austénite-martensite = 32 s.
- ✓ Temps d'équilibre austénite-martensite = 13 s.
- ✓ Temps d'équilibre austénite-perlite = 21 s.

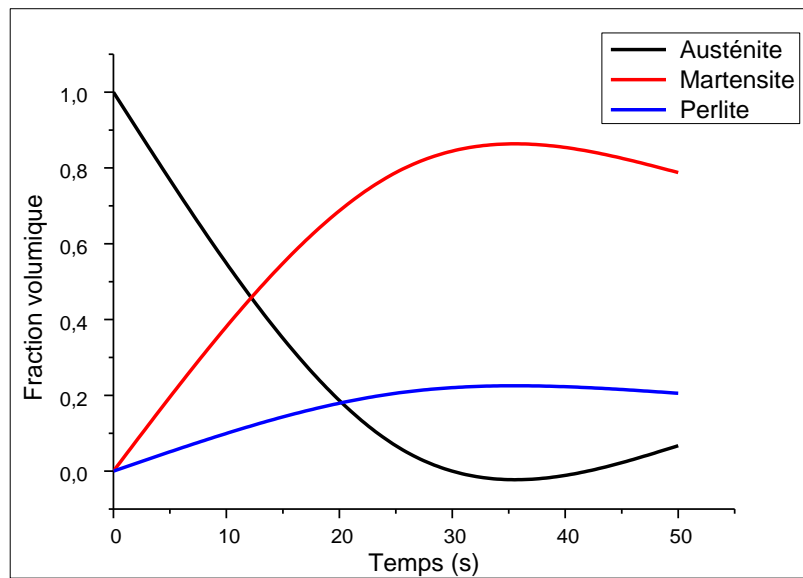


Figure V.7 : Fraction volumique en fonction du temps au cours d'un refroidissement rapide (30 °C/s).

La figure V.8 montre la composition microstructurale après une trempe à une vitesse de 26 °C/s. La figure V.9 présente la fraction volumique des différents produits en fonction du temps de transformation.

Après 12 s de l'initiation de la trempe il est possible d'observer le point d'équilibre de la fraction austénite-perlite.

Après 43 s de l'initiation de la trempe on remarque une décomposition complète de l'austénite en perlite. Les transformations de l'austénite conduisent à la formation d'agrégats de ferrite et de carbures mettant donc en jeu des phénomènes de diffusion qui régissent la cinétique de ce type de transformations.

Les paramètres de transformation prédits après cette trempe sont :

- ✓ t_{fin} de la transformation austénite-perlite = 31 s
- ✓ Temps d'équilibre austénite-perlite = 12 s

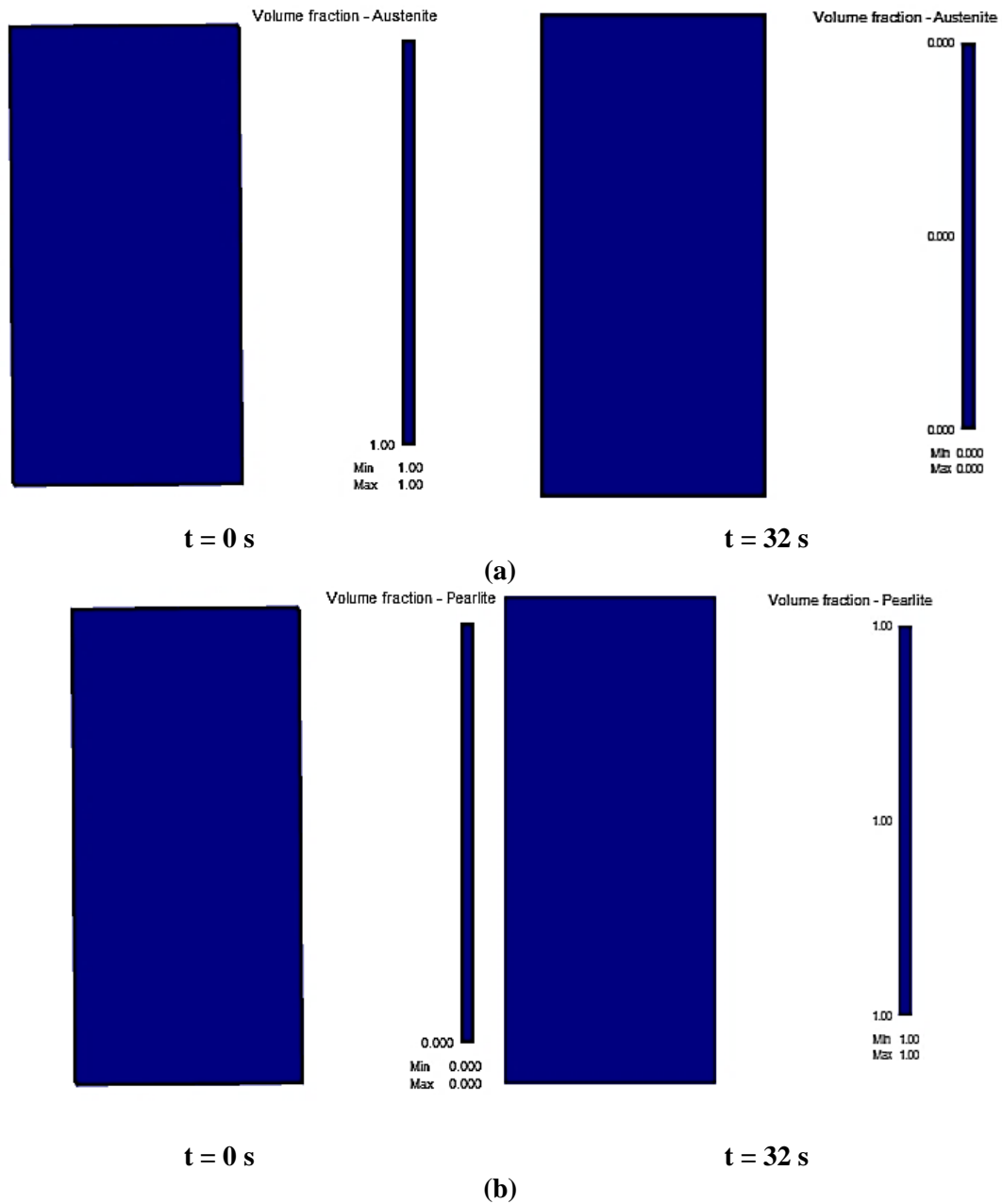


Figure V.8 : Évolution de la microstructure après un refroidissement à une vitesse de 26 °C/s, (a) austénite, (b) perlite.

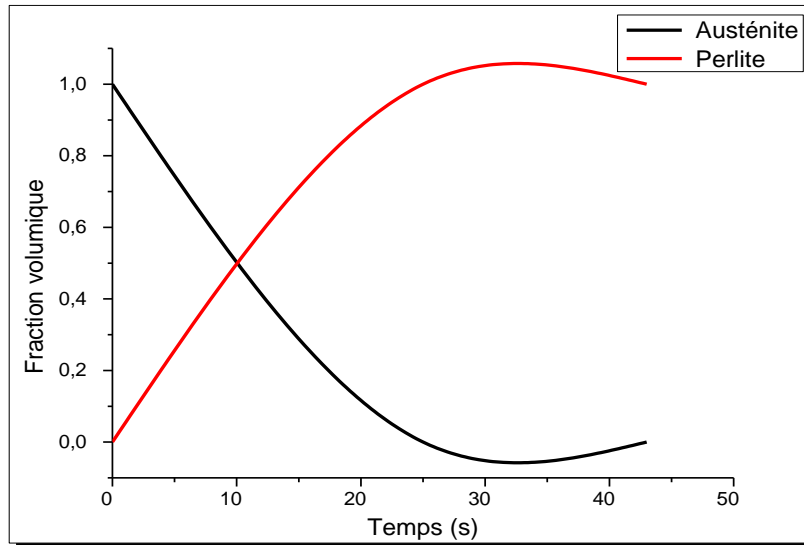


Figure V.9 : Fraction volumique en fonction du temps au cours d'un refroidissement à 26 °C/s.

V.5.2 Prédiction de l'évolution de la dureté

La figure V.10 présente l'évolution de la dureté HRC après une trempe rapide, 212.5 °C/s. La dureté est maximale à la surface, 54,7 HRC, qui revient à la grande quantité de martensite formée au cours du refroidissement rapide. Elle est minimale au cœur de l'échantillon et égale à 53,4 HRC dû à la distribution de l'austénite résiduelle.

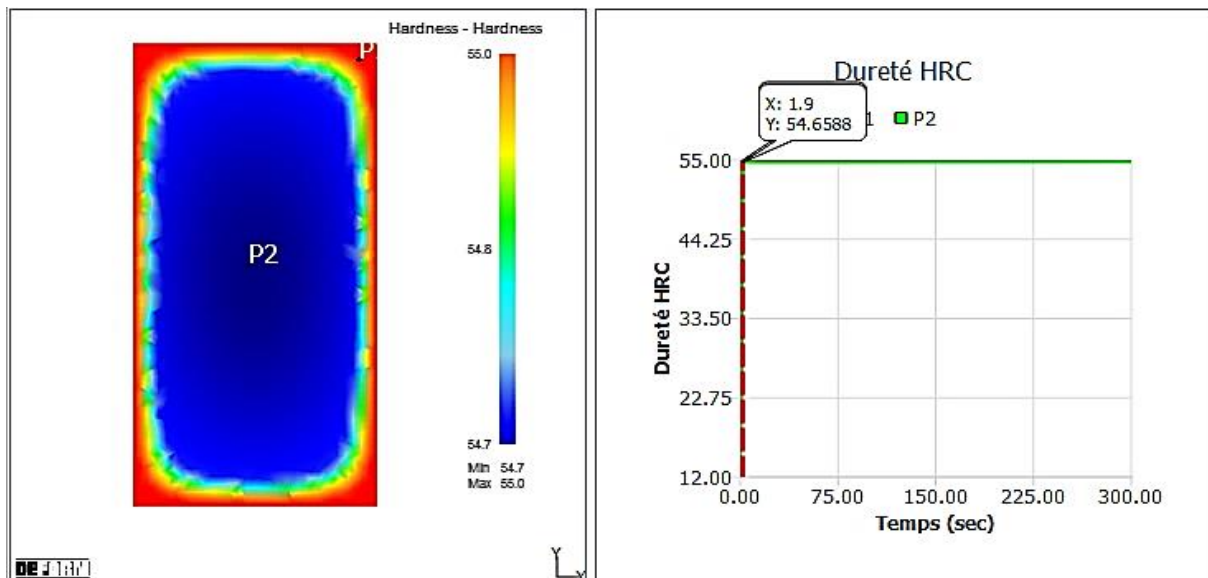


Figure V.10 : Distribution et évolution de la dureté au cours d'un refroidissement à 212,5 °C/s.

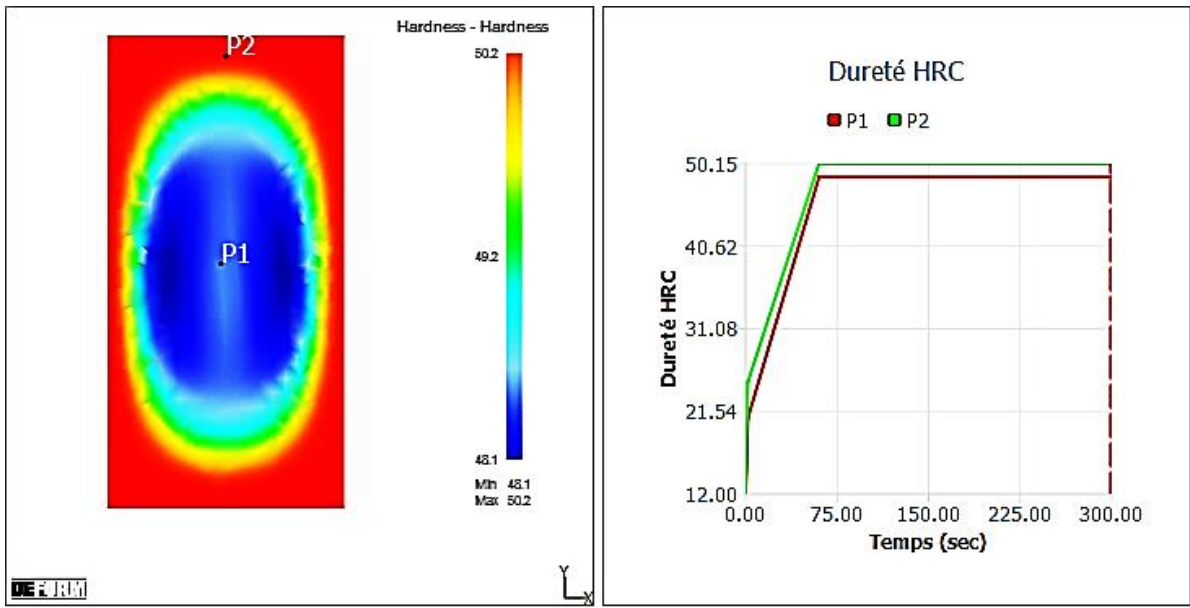


Figure V.11 : Distribution et évolution de la dureté au cours d'un refroidissement à 30 °C/s.

La figure V.11 représente l'évolution de la dureté liée à une trempe intermédiaire, 30 °C/s. Elle est maximale à la surface, 50.15 HRC, qui est composé de 13% d'austénite et 87% de martensite. On remarque la présence d'une petite quantité de perlite dans le cœur de l'échantillon, cette transformation, austénite-perlite, explique la baisse de la dureté, 48.1 HRC, par rapport à la surface externe.

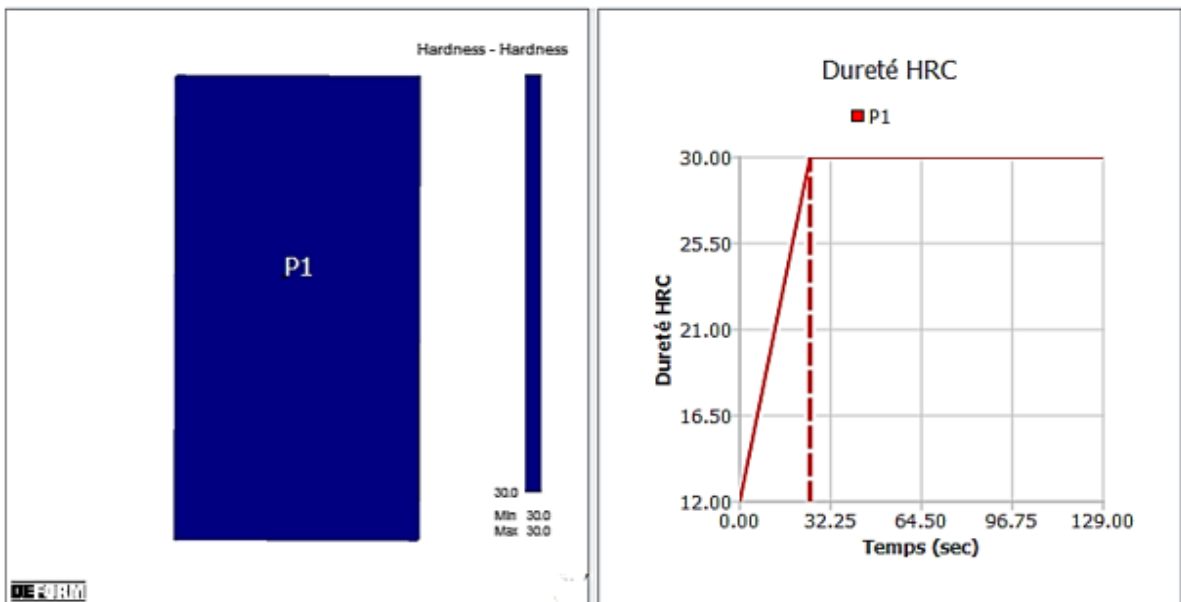


Figure V.12 : Distribution et évolution de la dureté au cours d'un refroidissement à 25 °C/s.

La figure V.12 montre l'évolution de la dureté HRC après une trempe à 26 °C/s. Il est clair l'homogénéisation de la dureté qui égale à 30 HRC, ce qui revient à la décomposition totale d'austénite en perlite.

V.6 Conclusion

En supposant que la dureté est en fonction des phases, la méthode proposée peut être utilisée pour prédire la distribution de la dureté après trempe. Trois différentes trempes ont été simulées ; 212,5 °C/s, 30 °C/s et 25 °C/s pour prédire l'effet de la vitesse de refroidissement sur la fraction volumique de chaque phase et la distribution de la dureté.

À la fin de cette étude on a pu conclure que :

- ✓ Après une trempe à 212,5 °C/s, la microstructure simulée montre une dominance martensitique (99%) avec une dureté de 54,5 HRC sur la surface de contact matériau-fluide. Le temps d'équilibre austénite-martensite égal à 1 s.
- ✓ Après une trempe à 30 °C/s, la microstructure simulée présente une combinaison martensite-austénite résiduelle (13% d'austénite et 87% de martensite) avec une dureté de 51,15 HRC. Le temps d'équilibre austénite-martensite égal à 13 s. Temps d'équilibre austénite-perlite égal à 21 s.
- ✓ Après une trempe à 25 °C/s, la transformation perlitique marque une fraction volumique totale (une structure 100% perlitique) avec une dureté de 30 HRC. Temps d'équilibre austénite-perlite égal à 12 s.

Conclusion

Cette étude avait pour objectif d'étudier l'effet des différents traitements thermiques sur le comportement en fatigue-propagation des aciers. L'acier à moyenne teneur en carbone C45 fait l'objet de la présente investigation. Pour atteindre cet objectif, le travail a été divisé en trois parties principales.

D'abord l'étude de l'effet des paramètres de traitement thermique tel que la température d'austénitisation, la vitesse de refroidissement, le temps de maintien et la vitesse de chauffage sur le comportement mécanique monotone afin d'optimiser le cycle thermique en terme du rapport dureté/ductilité.

Ensuite l'étude de l'effet des différents traitements thermiques, une trempe un revenu à 300 °C un revenu à 600 °C et une normalisation sur la composition microstructurale finale.

Et enfin l'étude de l'effet des différentes microstructures obtenues sur le comportement en fatigue- propagation.

Dans un premier temps, les résultats des essais de traction et de micro dureté montrent que l'échantillon trempé a une résistance supérieure à celles des autres échantillons traités thermiquement. Les meilleures propriétés à savoir la résistance à la traction la limite d'élasticité et la dureté obtenues après un chauffage à 800 °C. Ces propriétés diminuent au-dessus et au-dessous de cette température avec un allongement maximal après un chauffage à 700 ° C. De plus, on a pu conclure que la durcissabilité de l'acier C45 augmente au fur et à mesure que le temps de maintien et la vitesse du chauffage diminuent.

Dans une seconde étape, des examens métallographiques ont été réalisés pour mettre en évidence l'effet des traitements thermiques sur la microstructure. Les observations montrent que l'augmentation de la vitesse de refroidissement et de la température de chauffage augmente la fraction de la martensite. La morphologie de la martensite a été affecté par les différents paramètres de traitement thermique.

Afin d'évaluer l'influence des traitements thermiques sur le comportement en fatigue-propagation, des essais de fatigue ont été effectués au sein du Laboratoire de Matériau et Systèmes Réactifs, LMSR. S'appuyant sur l'ensemble de nos résultats expérimentaux, on a pu conclure que la durée de vie en fatigue est considérablement influencée par le traitement thermique. La plus grande durée de vie en fatigue est obtenue après un traitement de normalisation. Le taux de croissance de la fissure de fatigue présentait différentes caractéristiques indiquant que da/dN était relativement sensible à la microstructure. La

Conclusion

prédiction de l'évolution microstructurale et de la dureté après trempe fait l'objet de la troisième partie.

À travers cette étude, et en utilisant le code de calcul DEFORM V 11.0 on a pu proposer une méthode qui peut être utilisée pour prédire la distribution de la dureté et de la microstructure après trempe.

Références

- [1] 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.
- [2] Bozinski Z.S., Hume-Rottery W., Sutton A.L. The Lattice Expansion of Iron, *Proceedings of the Royal Society*, 1955, A229, pp 459-467
- [3] Barralis B., Maeder G. *Métallurgie Tome I: Métallurgie Physique*, Collection Scientifique ENSAM, 1992.
- [4] Murry G. Transformations dans les aciers, *Techniques de l'Ingénieur*, M1-115, 1998.
- [5] Kohout J. An alternative to the JMAK equation for a better description of phase transformation kinetics. *J. Mater. Sci.* 2008, 43, 1334–1339.
- [6] De Andrés C.G., Caballero F.G., Capdevila C., Bhadeshia H.K.D.H. Modelling of kinetics and dilatometric behavior of non-isothermal pearlite-to-austenite transformation in an eutectoid steel. *Scr. Mater*, 1998, 39, 791–796.
- [7] Caballero F.G., Capdevila C., de Andrés C.G. Kinetics and dilatometric behaviour of non-isothermal ferrite-austenite transformation. *Mater. Sci. Technol.* 2001, 17, 1114–1118.
- [8] Caballero, F.G.; Capdevila, C.; de Andrés, C.G. Modelling of kinetics of austenite formation in steels with different initial microstructures. *ISIJ Int.* 2001, 41, 1093–1102.
- [9] Savran V.I., Offerman S.E., Sietsma J. Austenite Nucleation and Growth Observed on the Level of Individual Grains by Three-Dimensional X-Ray Diffraction Microscopy. *Metall. Mater. Trans. A*, 2010, 41, 583–591.
- [10] Esin V.A., Denand B., Bihan, L.Q., Dehmas, M., Teixeira J., Geandier G., Denis S., Sourmail T., Aeby-Gautier E. In situ synchrotron X-ray diffraction and dilatometric study of austenite formation in a multi-component steel: Influence of initial microstructure and heating rate. *Acta Mater.* 2014, 80, 118–131.
- [11] 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.
- [12] Krebs B., Germain L., Hazotte A., Gouné M. Banded Structure in Dual Phase Steels in Relation With The Austenite-to-ferrite Transformation Mechanisms, *Journal of Materials Science.* 2011, 46, pp 7026-7038.

- [13] Honeycombe R.W.K., Bhadeshia H. Steels: Microstructure and Properties. Third edition. 2006, Elsevier Ltd.
- [14] Desalos Y. Bases métallurgiques des traitements thermiques, Techniques de l'ingénieur. 2004.
- [15] Yang J.R., Bhadeshia H.K.D.H. Acicular Ferrite Transformation in Alloy-Steel Weld Metals, Journal of Materials Science. 1991, 26 pp 839-845.
- [16] Bodnar R.L., Hansen S.S. Effects of austenite grain size and cooling rate on Widmanstätten ferrite formation in low-alloy steels, Metallurgical and Materials Transactions A. 1994, 25, pp 665-675.
- [17] Fink W., Campbell E.D.M. Influence of Heat Treatment and Carbon Content on The Structure of Pure Iron Carbon Alloys, Transactions of the American Society for Steel Treating. 1926, 9, pp 717.
- [18] Mehl R.F. Van Winkle D.M. Observations on the Crystallographic Habit Plane of Martensite, Revue de Métallurgie. 1953, 50, pp 465.
- [19] Kurdjumov G., Sachs G. Über den mechanismus der stahlhärtung, Zeitschrift für Physik. 1930, 64, pp 325-343.
- [20] Yaso M., Morito S., Ohba T., Kubota K. Microstructure of martensite in Fe-CCr steel, Materials Science and Engineering A. 2008, 481, pp 770-773.
- [21] Miyamoto G. Shibata A., Maki T., Furuhashi T. Precise measurement of strain accommodation in austenite matrix surrounding martensite in ferrous alloys by electron backscatter diffraction analysis, Acta Materialia. 2009, 57, pp 1120-1131
- [22] Mehl R.F. Hardenability of Alloy Steels, American Society for Metals. 1939.
- [23] Lee S., Park J., Lee 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.
- [24] Zajac S., Schwinn V. Characterization and quantification of complex bainitic microstructure in high and ultra-high strength linepipe steels, Materials Science Forum. 2005, 500, pp 387-394.
- [25] Bramfitt B.L., Speer J.G. A Perspective on the Morphology of Bainite, Metallurgical Transactions A. 1990, 21, pp 817-829.

- [26] Bhadeshia H.K.D.H. Bainite in steels, 2nd Edition, London. 2002.
- [27] Angel T. Formation of mertensite in austenitic stainless steels. Journal of the Iron Steel Institute. 1954, 177, pp 165–174.
- [28] Zi-Xing ZHANG., Qing-Xuan RAN., Yu-Lai XU., Xiao-Jiang YU., Da-Wei JIANG., Xue-Shan XIAO. A. 5cr-3. 5ni-x w0. 2n economical duplex stainless steels, Journal of Iron and Steel Research, International. 2014, 21, pp 69 – 75.
- [29] Da-Wei Jiang., Chang-Sheng Ge., Xiang-Juan Zhao., Jun Li. 22cr high-mn-n low-ni economical duplex stainless steels. journal of ira and steel research, international. 2012, 19, pp 50–56.
- [30] Jeom Yong Choi., Jung Hoon Ji., Si Woo Hwang., Kyung-Tae Park. TRIP aided deformation of a near - ni-free, mn-n bearing duplex stainless steel. Materials Science and Engineering. 2012, 535, pp 32 – 39.
- [31] Jeom Yong Choi., Jung Hoon Ji., Si Woo Hwang., Kyung-Tae Park. Effects of nitrogen content on {TRIP} of fe 20cr 5mn xn duplex stainless steel. Materials Science and Engineering. 2012, 534, pp 673 – 680.
- [32] Jeom Yong Choi., Jung Hoon Ji., Si Woo Hwang., Kyung-Tae Park. Strain induced martensitic transformation of fe 20cr 5mn 0.2ni duplex stainless steel during cold rolling : Effects of nitrogen addition. Materials Science and Engineering. 2011, 528, (18) :6012 – 6019,
- [33] K. Nohara, Y. One, and N. Ohashi. Composition and grain size dependencies of strain-induced mertensitic transformation in metastable austenitic stainless steels. Journal of Iron and Steel Institute of Japan. 1977, 63, pp 212–222.
- [34] A. Kisko, R.D.K. Misra, J. Talonen, and L.P. Karjalainen. The influence of grain size on the strain-induced martensite formation in tensile straining of an austenitic 15cr-9mn-ni-cu stainless steel. Materials Science and Engineering : A, 578(0) :408 – 416, 2013.
- [35] Hung-Wei Yen, Steve Woei Ooi, Mehdi Eizadjou, Andrew Breen, ChingYuan Huang, H.K.D.H. Bhadeshia, and Simon P. Ringer. Role of stress 160 assisted martensite in the design of strong ultrafine-grained duplex steels. Acta Materialia, 82(0) :100 – 114, 2015.
- [36] David Maréchal. Linkage between mechanical properties and phase transformations in a 301LN austenitic stainless steel. PhD thesis, THE UNIVERSITY OF BRITISH COLUMBIA, 2011.

- [37] S.K. Varma, J. Kalyanam, L.E. Murk, and V. Srinivas. Effect of grain size on deformation-induced martensite formation in 304 and 316 stainless steels during room temperature tensile testing. *Journal of Materials Science Letters*, 13(2) :107–111, 1994.
- [38] A.S. Hamada, L.P. Karjalainen, R.D.K. Misra, and J. Talonen. Contribution of deformation mechanisms to strength and ductility in two cr-mn grade austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering : A*, 559(0) :336 – 344, 2013.
- [39] Qingxuan Ran, Yulai Xu, Jun Li, Jianquan Wan, Xueshan Xiao, Haifeng Yu, and Laizhu Jiang. Effect of heat treatment on transformation-induced plasticity of economical cr19 duplex stainless steel. *Materials & Design*, 56(0) :959 – 965, 2014.
- [40] Y. Bergström, A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline α - Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations, *Materials Science and Engineering*, 5(4), 1970, 193-200.
- [41] H. Mecking, U. F. Kocks, Kinetics of flow and strain-hardening, *Acta Metallurgica*, 29(11), 1981, 1865-1875.
- [42] Y. Estrin, Dislocation-density-related constitutive modeling, in the book “Unified constitutive laws of plastic deformation”, (Eds. AS Krausz and K. Krausz), Academic Press, 1996, 69-106.
- [43] S. Allain, O. Bouaziz, Microstructure based modeling for the mechanical behavior of ferrite–pearlite steels suitable to capture isotropic and kinematic hardening, *Materials Science and Engineering: A*, 496, 2008, 329-336.
- [44] A.H. Chokshi, A. Rosen, J. Karch, H. Gleiter, On the validity of the Hall-Petch relationship in nanocrystalline materials, *Scripta Metallurgica*, 23, 1989, 1679-1683.
- [45] J.D. Embury, J.P. Hirth, On dislocation storage and the mechanical response of fine scale microstructures, *Acta Metallurgica et Materialia*, 42, 1994, 2051-2056.
- [46] O. Bouaziz, The “Ductilities” in Single Phase Steels from Usual to Nano-Scale Microstructures, *Materials Science Forum*, 633-634, 2009, 205-210.
- [47] O. Bouaziz, Y. Estrin, Y. Bréchet, J.D. Embury, Critical grain size for dislocation storage and consequences for strain hardening of nanocrystalline materials, *Scripta Materialia*, 63, 2010, 477-479.

- [48] A. Ohmori, S. Torizuka, K. Nagai, Strain-hardening due to Dispersed Cementite for Low Carbon Ultrafine-grained Steels, *ISIJ International*, 44 (6), 2004, 1063-1071.
- [49] N. Tsuchida, H. Masuda, Y. Harada, K. Fukaura, Y. Tomota, K. Nagai, Effect of ferrite grain size on tensile deformation behavior of a ferrite-cementite low carbon steel, *Materials Science and Engineering: A*, 488, 2008, 446-452.
- [50] O. Bouaziz, P. Buessler, Mechanical behaviour of multiphase materials: an intermediate mixture law without fitting parameter, *Revue de Métallurgie*, 99(01), 2002, 71-77.
- [51] E. Orowan, Dislocations and mechanical properties, chapter 3 of the book "Dislocations in metals", Ed. M. Cohen, AIME, 1954, 69-195.
- [52] G. Krauss, A. Marder, The morphology of martensite in iron alloys, *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2 (9), 1971, 2343-2357.
- [53] S. Morito, H. Saito, T. Ogawa, T. Furuhashi, T. Maki, Effect of austenite grain size on the morphology and crystallography of lath martensite in low carbon steels, *ISIJ International*, 45 (1), 2005, 91-94.
- [54] S. Allain, O. Bouaziz, M. Takahashi, Toward a New Interpretation of the Mechanical Behaviour of As-quenched Low Alloyed Martensitic Steels, *ISIJ International*, 52 (4), 2012, 717-722.
- [55] G. Krauss, Martensite in steel: strength and structure, *Materials Science and Engineering A*, 1999, 273, 40-57.
- [56] R.A. Grange, C. R. Hribal, L. F. Porter, Hardness of tempered martensite in carbon and low-alloy steels, *Metallurgical Transactions A*, 8(11), 1977, 1775-1785.
- [57] N. Yurioka, M. Okumura, T. Kasuya, H.J.U. Cotton, Prediction of HAZ hardness of transformable steels, *Metal Construction*, 19(4), 1987, 217.
- [58] G.R. Speich, H. Warlimont, Yield strength and transformation substructure of lowcarbon martensite, *Journal of the Iron and Steel Institute*, 206, 1968, 385-392.
- [59] L. Norstrom, Yield Strength of Quenched Low-C Lath Martensite, *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 5(4), 1976, 159-165.
- [60] A.G. Vasil'eva, D.A. Prokoshkin, V.V. Goryushin, Effect of chromium on strain hardening of martensite, *Metal Science and Heat Treatment*, 16(6), 1974, 507-510.

- [61] K.S. Choi, W.N. Liu, X. Sun, M.A. Khaleel, Influence of martensite mechanical properties on failure mode and ductility of dual-phase steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40(4), 2009, 796-809.
- [62] M. Delincé, Y. Bréchet, J.D. Embury, M.G.D. Geers, P.J. Jacques, T. Pardoen, Structure–property optimization of ultrafine-grained dual-phase steels using a microstructurebased strain hardening model, *Acta materialia*, 55(7), 2007, 2337-2350.
- [63] V.H. Schumann, Martensitische Umwandlung in austenitischen Mangan-Kohlenstoff-Stählen, *Neue Hütte*, 17(10), 1972, 605-609.
- [64] B. Thomas, G. Henry, Structures et métallographie des aciers inoxydables, de l'ouvrage de P. Lacombe, B. Barroux, G. Béranger : Les aciers inoxydables, Les éditions de physique Paris (1990), pp 13-58.
- [65] H. Nakagawa, T. Miyazaki, H. Yokota, Effects of aging temperature on the microstructure and mechanical properties of 1.8Cu-7.3Ni-15.9Cr-1.2Mo-low C, N martensitic precipitation hardening stainless steel, *Journal of materials science* 35 (2000), pp 2245-2253.
- [66] M.L. Barreto-Phan Hoang, Transformations structurales dans les aciers contenant 12 % de chrome et 5 ou 7 % de nickel. Incidence de l'austénite de réversion sur les propriétés mécaniques, Thèse CEN Saclay, CEA-R-5404 (1987).
- [67] Greenwood, G.W., Johnson, R.H., The deformation of metals under small stresses during phase transformation, *Proc Roy Soc*, 283: 403-422, 1965.
- [68] Magee C.L., Transformation kinetics, microplasticity and ageing of martensite in Fe-31-Ni, Ph.D. Thesis, Carnegie Mellon University, Pittsburg, 1966.
- [69] J. P. Bressanelli, A. Moskowitz, Effects of Strain Rate, Temperature and Composition on Tensile Properties of Metastable Austenitic Stainless Steels, *ASM Trans. Quart.* 59, 1966, p.223
- [70] W.W. Gerberich, P.B. Hemmings, M.D. Merz, V.F. Zackay, Preliminary Toughness Results on TRIP Steel, *ASM Trans. Quart.* 61, 1968, p.843
- [71] W.W. Gerberich, P.B. Hemmings, V.F. Zackay, E.R. Parker, Interactions Between Crack-Growth and Strain-Induced Transformation, Fracture, Chapman and Hall Ltd., London 1969, p.288

- [72] S.D. Antolovich, B. Singh, On the Toughness Increment Associated with the Austenite to Martensite Phase Transformation in TRIP Steels, *Met. Trans. 2*, 1971, p.2135
- [73] S.R. Pati, M. Cohen, Nucleation of the Isothermal Martensitic Transformation, *Acta Met.* 17, 1969, p.189
- [74] V. Raghavan, M. Cohen, Measurement and Interpretation of Isothermal Martensitic Kinetics, *Met. Trans. 2*, 1971, p.2409
- [75] Susil K. Putatunda, Fracture toughness of a high carbon and high silicon steel, *Materials Science and Engineering A*, 297 (2001) 31-43.
- [76] Hannink, R. H. J., Kelly, P. M., Muddle, B. C., Transformation toughening in zirconiacontaining ceramics *J. Am. Ceram. Soc.*, 83 [3] 461-87 (2000).
- [77] C.S. Roberts, *Trans. AIME, J. Met.* 197 (1953) 203-205.
- [78] Viswam Institute of Engineering & Technology, Gallery of welding, http://www.wildeck.com/about_us/manufacturing.html
- [79] Pipe multi-jointing services, Onshore and offshore fabrication, http://photo.machinestogo.net/main.php/v/user/lincoln/pipe_welding_2.jpg.html
- [80] Jonathan Atteberry, How welding works, <http://science.howstuffworks.com/welding2.htm>
- [81] Peters WH, Ranson WF. Digital imaging techniques in experimental stress analysis, *Optical Engineering*, 1982; 21(3) : 427-31.
- [82] Jinlong Chen, Ganmin Xia, Kebin Zhou, Guisuo Xia, Yuwen Qin, Two-step digital image correlation for micro-region measurement, *Optics and Lasers in Engineering*, 43 (2005) 836-846.
- [83] Shun-Fa Hwang, Jhih-Te Horn, Hou-Jiun Wang, Strain measurement of SU-8 photoresist by a digital image correlation method with a hybrid genetic algorithm, *Optics and Lasers in Engineering*, 46 (2008) 281-289.
- [84] S. Roux, J. Réthoré, F. Hild, Digital image correlation and fracture: an advanced technique for estimating stress intensity factors of 2D and 3D cracks, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 42 (2009) 214004 (21pp).

- [85] T.C. Chu, W.F. Ranson, M.A. Sutton, W.H. Peters, Applications of Digital Image-Correlation Techniques to Experimental Mechanics, *Experimental Mechanics*, 25: (3) (1985) 232-244.
- [86] Computerized Measurement Products Services, Spring/Summer, 1994, 1223 People Avenue, TROY, NY 12180-3590.
- [87] Julien Réthoré, François Hild, Stéphane Roux, Shear-band capturing using a multiscale extended digital image correlation technique, *Comput. Methods Appl. Mech. Engrg.*, 196 (2007) 5016-5030.
- [88] Jinlong Chen, Xiaochuan Zhang, Nan Zhan, Xiaoyan Hu, Deformation measurement across crack using two-step extended digital image correlation method, *Optics and Lasers in Engineering* 48: (2010), 1126-1131.
- [89] Besnard G, Hild F, Roux S, finite element displacement fields analysis from digital images: application to Portevin-LeChatelier bands, *Experimental Mechanics*, 2006; 46(6): 789-803.
- [90] Stéphane Roux, François Hild, Digital image mechanical identification (DIMI). *Experimental Mechanics*, 2008; 48(4): 495-508.
- [91] T. Belytschko, N. Moes, S. Usui, C., Parimi, Arbitrary discontinuities in finite elements, *Int. J. Numer. Methods Engrg.*, 50 (4) (2001) 993-1013.
- [92] S.V. Lomov, Ph. Boisse, E. Deluycker, F. Morestin, K. Vanclooster, D. Vandepitte, I. Verpoest, A. Willems, Full-field strain measurements in textile deformability studies, *Composites: Part A* (2007), doi:10.1016/j.compositesa.2007.09.014.
- [93] Rethore J., Gravouil A., Morestin F., Combescure A., Estimation of mixed-mode stress intensity factors using digital image correlation and an interaction integral. *Int J Fract*, 2005, 132: 65-79.
- [94] H. H. Johnson, Calibrating the electric potential method for studying slow crack growth, *Materials research & Standards*, 1965; 442-445.
- [95] Wu, T., Experiment and numerical simulation of welding induced damage of stainless steel 15-5PH. Ph.D. Thesis, INSA de Lyon, France, 2007.
- [96] I.S. Hwang, R.G. Ballinger, A multi-frequency AC potential drop technique for the detection of small cracks, *Meas. Sci. Technol.*, 3 (1992) 62-74.

- [97] I. Cerny, The use of DCPD method for measurement of growth of cracks in large components at normal and elevated temperatures, *Engineering Fracture Mechanics*, 71 (2004), 837-848.
- [98] H. Nayeb-Hashemi, D. Swet, A. Vaziri, New electrical potential method for measuring crack growth in nonconductive materials, *Measurement*, 36 (2004), 121-129.
- [99] S. Morito, X. Huang, T. Furuhashi, T. Maki, and N. Hansen, "The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels," *Acta Mater*, vol. 54, pp. 5323-5331, 2006.
- [100] 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
- [101] S. Suresh, "Fatigue crack deflection and fracture surface contact: Micromechanical models," *Metal Trans A*, vol. 16, pp. 249-260, 1985/01/01 1985.
- [102] W. W. Gerberich and N. R. Moody, "Review of fatigue fracture topology effects on threshold and growth mechanisms," presented at the Fatigue Mechanisms, ASTM STP 675, Kansas City, USA, 1979.
- [103] D. Thibault, P. Bocher, M. Thomas, J. Lantaigne, P. Hovington, and P. Robichaud, "Reformed austenite transformation during fatigue crack propagation of 13%Cr–4%Ni stainless steel," *Mat Sci Eng A-Struct*, vol. 528, pp. 6519-6526, 2011.
- [104] K. Sanghoon, K. Donghwan, K. Tae-Won, L. Jongkwan, and L. Changhee, "Fatigue crack growth behavior of the simulated HAZ of 800 MPa grade high-performance steel," *Mat Sci Eng A-Struct*, vol. 528, pp. 2331-2338, 2011.
- [105] K. Nakashima, H. Shimanuki, T. Nose, and T. Ishikawa, "Effects of martensite as a hard secondary phase on fatigue crack growth properties in heavy steel plate," *Quarterly Journal of the Japan Welding Society*, vol. 27, pp. 21-27, 2009.
- [106] D. F. Laurito, C. A. R. P. Baptista, M. A. S. Torres, and A. J. Abdalla, "Microstructural effects on fatigue crack growth behavior of a microalloyed steel," *Procedia Engineering*, vol. 2, pp. 1915-1925, 2010.
- [107] M. A. Carneiro, M. V. Pereira, F. A. Darwish, and S. H. Motta, "Influence of tempered martensite content on the fatigue crack propagation in a structural steel," presented at the 11th International Conference on Fracture, Turin, Italy, 2005.

- [108] R. Idris and Y. Prawoto, "Influence of ferrite fraction within martensite matrix on fatigue crack propagation: An experimental verification with dual phase steel," *Mat Sci Eng A-Struct*, vol. 552, pp. 547-554, 2012.
- [109] C. Bathias and R. M. Pelloux, "Fatigue crack propagation in martensitic and austenitic steels," *Metal Trans*, vol. 4, pp. 1265-1273, 1973.
- [110] S. Biswas, S. Sivaprasad, N. Narasaiah, S. Tarafder, and P. C. Chakraborti, "Load history effect on FCGR behaviour of 304LN stainless steel," *Int J Fatigue*, vol. 29, pp. 786-791, 2007.
- [111] K. C. Hsu and C. K. Lin, "High-temperature fatigue crack growth behavior of 17-4 PH stainless steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, pp. 3018-3024, 2004.
- [112] J. H. Wu and C. K. Lin, "Tensile and fatigue properties of 17-4 PH stainless steel at high temperatures," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, pp. 1715- 1724, 2002.
- [113] D. M. Corlby and P. F. Packman, "On the Influence of Single and Multiple Peak Overloads on Fatigue Crack Propagation in 7075-T6511 Aluminum» *Eng. Fract. Mech.*, vol. 5, pp. 479-497, 1973.
- [114] J. H. Wu and C. K. Lin, "Effect of strain rate on high-temperature low-cycle fatigue of 17-4 PH stainless steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 390, pp. 291- 298, 2005.
- [115] D. M. Corlby and P. F. Packman, "On the Influence of Single and Multiple Peak Overloads on Fatigue Crack Propagation in 7075-T6511 Aluminum " *Eng. Fract. Mech.*, vol. 5, pp. 479-497, 1973.
- [116] W. Elbert, "The significance of fatigue crack closure," in *Damage Tolerance in Aircraft Structures: A Symposium Presented at the Seventy-Third Annual Meeting American Society for Testing and Materials, Toronto, Ontario, Canada, 21-26 June 1970*, 1971, p. 230.
- [117] S. Suresh, "Fatigue of materials, 1998," Cambridge University, Press, Cambridge, p. 679, 1998.
- [118] ASTM Standard E8-04, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials [Metric], Part 03.01, Metals Mechanical Testing Elevated and Low-Temperature Tests Metallographic.

- [119] ASTM Standard E647-00, Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth, Part 03.01, Metals Mechanical Testing Elevated and Low-Temperature Tests Metallographic.
- [120] Barralis J., Maeder G. *Métallurgie Tome 1 : Métallurgie Physique*, Collection Scientifique ENSAM .1982.
- [121] Ouchi C., Sampei T. and Kozasu I. The Effect of Hot Rolling Condition and Chemical Composition on the Onset Temperature of Gamma-Alpha Transformation after Hot Rolling, *Transactions ISIJ*. 1982, 22, pp 214.
- [122] Steven W., Haynes A.G. The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low Alloy Steels, *Journal of the Iron and Steel Institute*. 1956, 183, pp 349-359.
- [123] Song Zhen. : Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Steel, University of Science and Technology Beijing, Dept of M.S.E, 40531165.
- [124] Rajan, T.V. and Sharma, C.P.: *Heat Treatment Principles and Techniques*. Revised edition. New Delhi, Prentice-Hall of India private Limited, 1994.109.
- [125] Himuro, Y., Kainuma, R. and Ishida, K.: Martensitic transformation and shape memory effect in ausaged Fe-Ni-Si alloys. *ISIJ Int*, 42, 2002, 184–190.
- [126] Durlu, T.N.: Effects of high austenitizing temperature and austenite deformation on formation of martensite in Fe-Ni-C alloys. *J. Mater. Sci*, 36, 2001, 5665–5671.
- [127] Offor, P.O., Daniel, C.C. and Obikwelu, D.O.N.: Effects of Various Quenching Media on the Mechanical Properties of Intercritically Annealed 0.15wt% C – 0.43wt% Mn Steel, *NJT*, 29 (2), 2010 76-81.
- [128] Ndaliman, M. B.: An Assessment of Mechanical Properties of Medium Carbon Steel under Different Quenching Media *AU J.T*, 10, 2006, 100.
- [129] Odusote, J.K., Ajiboye, T.K. and Rabiou, A.B.: Evaluation of Mechanical Properties of Me-dium Carbon Steel Quenched In Water and Oil, *AU J.T*, 15 (4), 2012, 218-224.
- [130] Senthilkumar, T. and Ajiboye, T. K.: Effect of Heat Treatment Processes on the Mechanical Properties of Medium Carbon Steel, *JMCE*, 11(2), 2012, 143-152.

- [131] Fadare, D. A., Fadara, T. G. and Akanbi, O. Y.: Effect of Heat Treatment on Mechanical Properties and Microstructure of NST 37-2 Steel, JMMCE, 10 (3), 2011, .299-308.
- [132] SONG Xu-ding and FU Han-guang.: Effects of heat treatment on properties of multi-element low alloy wear-resistant steel, China foundry, 4(1), 2007, 18-21.
- [133] Chongxiang Yue, Liwen Zhang, Shulun Liao and Huiju Gao.: Kinetic Analysis of the Austenite Grain Growth in GCr15 Steel, JMEP, 19, 2009, 112-115,
- [134] 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.
- [135] Erik Khzouz.: Grain Growth Kinetics in Steels, April 28, 2011, Project Number: RDS 21381
- [136] K. K. Chawla, Mechanical Behavior of Materials, Fourth Edition, Prentic-Hall Inc (1998).
- [137] Paris, P.C. and Erdogan, F., A critical analysis of crack propagation laws, Transactions of The ASME. Series E: Journal of Basic Engineering, 85, 528-534 (1963).
- [138] Tayanç, M., Aytaç, A. and Bayram, A., The Effect of Carbon Content on Fatigue Strength of dual- phase Steels, Materials & Design, Vol. 28-6, pp. 1827-1835 (2007).
- [139] Somer M. and Member, IAENG. Effect of Heat Treatment on Fatigue Behavior of (A193- 51T-B7) Alloy Steel. Proceedings of the World Congress on Engineering 2007 Vol II WCE 2007, July 2 - 4, London, U.K (2007).
- [140] I.Souki, D.Delagnes and P.Lours, Influence of heat treatment on the fracture toughness and crack propagation in 5% Cr martensitic steel, ICM11 , Procedia Engineering 10 631–637 (2011).
- [141] S.A. Enefola and O.O. Basil, Influence of High Strength Steel Microstructure on Fatigue Crack Growth Rate, American Journal of Engineering Research (AJER) (2016).
- [142] M.F. Hasan, Analysis of Mechanical Behavior and Microstructural Characteristics Change of ASTM A-36 Steel Applying Various Heat Treatment, Journal of Material Science & Engineering, (2016).

[143] K.E. Thelning, Steel and Its Heat Treatment, 2nd Edition, Butterworths, London, 1984: 153-161, 216-221

[144] J.R. Davis (Editor), ASM Handbook Volume 4: Heat Treating, 2nd print, ASM Intl, OH, 1997: 645, 70-71

[145] M. Jin, J. Lian, and Z. Jiang, New method for prediction of Jominy curve of structural steel, Acta Metallurgica Sinica, 42(4), 2006: 405-410

[146] K. Arimoto, T. Horino, F. Ikuta, C. Jin, S. Tamura, and M. Narazaki, Explanation of the origin of distortion and residual stress in water quenched cylinders using computer simulation, J. ASTM Int. 3(5), 2006: JAI14204

[147] DEFORM-HT User's Manual v11.0