



**HAL**  
open science

# Etude et modélisation de l'effet du revenu sur les évolutions des microstructures, du comportement thermomécanique et des contraintes résiduelles de trempe

Yunning Wang

► **To cite this version:**

Yunning Wang. Etude et modélisation de l'effet du revenu sur les évolutions des microstructures, du comportement thermomécanique et des contraintes résiduelles de trempe. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2006. Français. NNT : 2006INPL047N . tel-01752753

**HAL Id: tel-01752753**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752753>**

Submitted on 29 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

**Ecole Doctorale Energie Mécanique Matériaux**

**THESE**

**Etude et modélisation de l'effet du revenu sur les évolutions  
des microstructures, du comportement thermomécanique  
et des contraintes résiduelles de trempe**

présent à

L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

pour obtenir le titre de

**Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine**

Spécialité : Science et Ingénierie des Matériaux

Par

**Yunning WANG**

Soutenue le 10 Octobre 2006, devant la Commission d'Examen

**JURY**

**LEVAILLANT Christophe**

**CAILLETAUD Georges**

**MAUGIS Philippe**

**DUMONT Christian**

**DENIS Sabine**

**ARCHAMBAUT Pierre**

**Président**

**Rapporteur**

**Rapporteur**

**Examineur**

**Directrice de thèse**

**Directeur de thèse**

## REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ici ma très sincère gratitude à ma directrice de thèse, Madame Sabine Denis, Professeur à l'Université Henri Poincaré, pour sa disponibilité, ses compétences, ses conseils avisés, et sa gentillesse ainsi que son amitié.

J'exprime mes sincères remerciements à mon co-directeur de thèse, Monsieur Pierre Archambault, Directeur de Recherche au CNRS pour ses conseils, ses aides et ses discussions.

Je remercie Monsieur Benoît Appolaire, Maître de Conférence à l'Ecole Européenne en Génie des Matériaux, pour des discussions bénéfiques et des conseils riches.

Je remercie Monsieur Bernard Dussoubs, Ingénieur de Recherche au LSG2M, pour son aide au développement et à la réalisation des calculs par la méthode des éléments finis ainsi que Monsieur Georges Cailletaud, Directeur de Recherche à l'Ecole des Mines de Paris.

J'exprime enfin toute ma reconnaissance à l'ensemble des membres du LSG2M pour leur amabilité et leur soutien, en particulier à Messieurs Yves Renault, Robert Vernet et David Bonina, qui m'ont aidé dans la partie expérimentale de ma recherche.

# Sommaire

Introduction générale .....	i
Chapitre I : Généralités sur les aciers martensitiques et leur revenu.....	1
<b>I.1 Introduction.....</b>	<b>2</b>
<b>I.2 Evolutions microstructurales au cours du revenu de la martensite .....</b>	<b>2</b>
I.2.1 Mécanismes .....	3
I.2.2 Modélisation.....	5
<b>I.3 Evolution du comportement mécanique lors du revenu.....</b>	<b>13</b>
I.3.1 Connaissances expérimentales .....	13
I.3.2 Modélisation .....	14
<b>I.4 Evolution des contraintes internes lors des revenus .....</b>	<b>20</b>
I.4.1 Relaxation des contraintes résiduelles lors du revenu après la trempe martensitique... ..	20
I.4.2 Modélisation.....	21
<b>I.5 Conclusion.....</b>	<b>25</b>
Chapitre II : Matériau étudié et méthodes expérimentales.....	26
<b>II.1 Introduction .....</b>	<b>27</b>
<b>II.2 L'acier 80MnCr5.....</b>	<b>27</b>
<b>II.3 Méthode de caractérisation dilatométrique .....</b>	<b>28</b>
II.3.1 Le Dilatomètre à Cycle Rapide (DCR).....	28
II.3.2 L'éprouvette dilatométrique et les cycles thermiques .....	29
<b>II.4 Méthode de caractérisation thermomécanique .....</b>	<b>31</b>
II.4.1 Le DITHEM.....	31
II.4.2 Les cycles thermomécaniques imposés.....	32
<b>II.5 Observations microstructurales.....</b>	<b>35</b>
II.5.1 Microscopie électronique à transmission.....	35
II.5.2 Analyse chimique quantitative par EDS.....	35
II.5.3 Mesure de la taille de précipité.....	36

## Chapitre III : Modélisation des évolutions des microstructures lors du revenu...37

<b>III.1</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>38</b>
<b>III.2</b>	<b>Théorie classique de la germination.....</b>	<b>38</b>
III.2.1	Aspect thermodynamique.....	38
III.2.1.1	Germination homogène.....	38
III.2.1.2	Germination hétérogène .....	40
III.2.1.3	Force motrice de la germination .....	42
III.2.2	Aspect cinétique.....	47
III.2.3	Estimation des paramètres lors du revenu.....	48
<b>III.3</b>	<b>Croissance/dissolution des précipités dans l’alliage binaire.....</b>	<b>49</b>
III.3.1	Croissance/dissolution d’un précipité sphérique.....	49
III.3.2	Estimation de gradient de concentration aux interfaces.....	50
III.3.1.2	Effet Gibbs-Thomson.....	52
III.3.1.3	Influence de l’énergie élastique sur les concentrations interfaciales.....	54
III.3.2.3	Coalescence des particules.....	57
<b>III.4</b>	<b>Croissance/dissolution des précipités dans l’alliage multiconstitué.....</b>	<b>58</b>
<b>III.5</b>	<b>Evolution d’une population de précipités.....</b>	<b>60</b>
III.5.1	Bilan de soluté.....	60
III.5.2	Bilan de précipités.....	61
<b>III.6</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>62</b>

## Chapitre IV : Application du modèle d’évolution microstructurale au cours du revenu.....65

<b>IV.1</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>66</b>
<b>IV.2</b>	<b>Alliage Fe-C .....</b>	<b>66</b>
IV.2.1	Description de l’équilibre thermodynamique et données d’entrée.....	66
IV.2.2	Résultats pour le revenu en conditions isothermes .....	69
IV.2.2.1	Revenu isotherme « instantané ».....	69
IV.2.2.2	Revenu isotherme après étape de chauffage.....	71
IV.2.3	Comparaison entre résultats calculés et expérimentaux.....	74
IV.2.3.1	Chauffage continu.....	74
IV.2.3.2	Revenu isotherme.....	76
IV.2.4	Discussion.....	77
IV.2.4.1	Effet du pas de temps .....	77

IV.2.4.2	Effet du pas de rayon.....	78
IV.2.4.3	Effet de l'énergie d'interface du carbure epsilon.....	79
IV.2.4.4	Effet de l'énergie de déformation élastique.....	82
IV.2.4.5	Effet du nombre de sites de germination.....	84
IV.2.4.6	Effet du coefficient de diffusion.....	86
<b>IV.3</b>	<b>Alliage 80MnCr5.....</b>	<b>88</b>
IV.3.1	Caractérisation expérimentale.....	88
IV.3.1.1	Cinétique de transformation au cours de revenus en chauffage continu.....	88
IV.3.1.2	Evolution de la microstructure pendant le revenu.....	90
IV.3.2	Application du modèle .....	99
IV.3.2.1	Force motrice pour la germination.....	99
IV.3.2.2	Composition d'équilibre ferrite-précipités.....	100
IV.3.3	Données d'entrée.....	102
IV.3.4	Résultats calculés et expérimentaux pour l'alliage 80MnCr5.....	102
IV.3.4.1	Cinétiques des transformations au cours du chauffage.....	102
IV.3.4.2	Evolutions des microstructures lors de maintiens isothermes.....	104
<b>IV.4</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>111</b>

## Chapitre V : Caractérisations et modélisation du comportement thermomécanique

	lors du revenu .....	112
<b>V.1</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>113</b>
<b>V.2</b>	<b>Résultats expérimentaux.....</b>	<b>113</b>
V.2.1	Résultats expérimentaux à température ambiante.....	113
V.2.2	Résultats expérimentaux des tractions aux hautes températures .....	116
V.2.3	Analyses et discussion.....	121
V.2.3.1	Module d'élasticité.....	121
V.2.3.2	Corrélation entre la limite d'élasticité et l'évolution de la microstructure.....	122
V.2.3.3	Comportement plastique.....	125
<b>V.3</b>	<b>Modélisation du comportement thermomécanique .....</b>	<b>130</b>
V.3.1	Loi élasto-visco-plastique additive à écrouissage isotrope.....	130
V.3.2	Application à l'acier 80MnCr5.....	133
V.3.2.1	Détermination des paramètres via ZeBulon.....	133
V.3.2.2	Calcul de la contrainte seuil avec prise en compte de l'évolution de la microstructure lors du revenu.....	141

<b>V.4</b>	<b>Résultats calculés et discussion.....</b>	<b>145</b>
V.4.1	Comparaison des contraintes seuil calculées et simulées par ZeBulon.....	145
V.4.2	Evolution de la contrainte seuil à température ambiante en fonction de la température du revenu.....	152
<b>V.5</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>154</b>
Chapitre VI : Evolution des contraintes internes lors du revenu.....		155
<b>VI.1</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>156</b>
<b>VI.2</b>	<b>Pappel sur les calculs couplés thermique-métallurgique-mécanique.....</b>	<b>157</b>
VI.2.1	Calcul thermique.....	158
VI.2.2	Calcul métallurgique.....	158
VI.2.3	Calcul mécanique.....	159
<b>VI.3</b>	<b>Mise en place de l’outil numérique pour la trempe.....</b>	<b>161</b>
VI.3.1	Démarche.....	161
VI.3.2	Résultats.....	162
<b>VI.4</b>	<b>Simulation numérique du revenu.....</b>	<b>166</b>
VI.4.1	Modèle.....	166
VI.4.1.1	Calcul métallurgique.....	166
VI.4.1.2	Calcul mécanique.....	167
VI.4.2	Résultats .....	169
VI.4.2.1	Résultats métallurgiques.....	170
VI.4.2.2	Résultats mécaniques.....	172
VI.4.3	Discussion.....	177
VI.4.3.1	Rôle des changements de volume associés à la précipitation.....	178
VI.4.3.2	Rôle des gradients thermiques au chauffage.....	179
<b>VI.5</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>182</b>
Conclusions générales et perspectives.....		183
<b>Bibliographie.....</b>		<b>188</b>
<b>Annexe I.....</b>		<b>194</b>
<b>Annexe II.....</b>		<b>195</b>
<b>Annexe III.....</b>		<b>198</b>
<b>Annexe IV.....</b>		<b>201</b>

## Introduction générale

Le traitement thermique du revenu après la trempe a plusieurs objectifs. D'une part, obtenir les microstructures disposant des propriétés mécaniques d'emploi souhaitées, d'autre part induire la relaxation des contraintes résiduelles de trempe. Un meilleur contrôle de ce procédé peut être atteint via la simulation numérique. Pour ce faire, il convient tout d'abord de modéliser les processus responsables des évolutions microstructurales au cours du revenu et leurs conséquences sur le comportement thermomécanique du matériau. Ensuite ces modèles doivent être pris en compte dans un calcul par éléments finis, à l'échelle d'un produit massif, dans une démarche d'approche prospective, afin de prévoir les microstructures et les contraintes résiduelles après revenu.

Aujourd'hui, les modèles développés pour le traitement du revenu sont rares, tout spécialement les modèles microscopiques avec prise en compte des évolutions des tailles des carbures, de la concentration de la matrice et de la densité des dislocations, etc. Ainsi, notre étude a pour but de contribuer au développement des modèles métallurgiques et thermomécaniques du revenu. Cette étude est réalisée dans le cadre du programme SIMULFORGE ("Technologies-Clés" du Ministère de l'Industrie).

Ce document se compose de six parties. Dans le premier chapitre, nous faisons un rappel bibliographique sur les phénomènes physiques lors du revenu : les précipitations des carbures (carbure epsilon et cémentite), les évolutions du comportement thermomécanique de la martensite et la relaxation des contraintes résiduelles. Nous décrivons également certains modèles développés précédemment et issus de la littérature.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons les méthodes expérimentales utilisées dans notre étude.

Dans le troisième chapitre, nous avons établi le modèle microstructural décrivant la précipitation de carbures (germination, croissance/dissolution et coalescence des carbures epsilon ou cémentite) pendant le revenu de la martensite d'alliages Fe-C binaires et d'alliages

multiconstitués. Ce modèle nous a permis de calculer la cinétique, la fraction volumique, la distribution de taille des carbures, etc... au cours du revenu.

Dans le quatrième chapitre, nous analysons tout d'abord le cas d'alliage Fe-C binaire puis nous discutons l'effet des données d'entrée sur les résultats de simulation. Puis, nous effectuons la caractérisation microstructurale d'un acier 80MnCr5 pendant le revenu. Enfin, nous effectuons une simulation pour le revenu de l'acier martensitique 80MnCr5 et nous comparons les résultats calculés par notre modèle aux observations expérimentales.

Dans le cinquième chapitre, nous avons caractérisé et modélisé l'évolution du comportement thermomécanique de l'acier 80MnCr5 en fonction de la température de déformation et de la microstructure au cours du revenu. L'évolution de la contrainte seuil est prédite par le modèle thermomécanique avec prise en compte de l'évolution de la microstructure martensitique initiale. Les résultats sont ensuite comparés à ceux obtenus expérimentalement.

Dans le sixième chapitre, on s'attache à simuler numériquement les traitements thermiques successifs de trempe martensitique et de revenu d'un cylindre massif. A cet effet, les modèles de microstructure et thermomécanique sont introduits dans le logiciel de calcul par éléments finis ZeBuLon. Ceci permettra une analyse fine de la genèse des contraintes internes en relation avec les évolutions microstructurales tout au long des traitements.

## **Chapitre I. Généralités sur les aciers martensitiques et leur revenu**

<b>I.1</b>	<b>Introduction .....</b>	<b>2</b>
<b>I.2</b>	<b>Evolutions microstructurales au cours du revenu de la martensite .....</b>	<b>2</b>
	I.2.1 Mécanismes .....	3
	I.2.2 Modélisation .....	5
<b>I.3</b>	<b>Evolution du comportement mécanique lors du revenu.....</b>	<b>13</b>
	I.3.1 Connaissances expérimentales .....	13
	I.3.2 Modélisation .....	14
<b>I.4</b>	<b>Evolution des contraintes internes lors du revenu .....</b>	<b>20</b>
	I.4.1 Relaxation des contraintes résiduelles lors du revenu après la trempe martensitique .....	20
	I.4.2 Modélisation .....	21
<b>I.5</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>25</b>

## I.1 Introduction

La trempe est un traitement thermique fréquemment utilisé dans l'industrie pour durcir les pièces en acier. Le revenu est un chauffage à une température inférieure à  $A_{c1}$ . Il est toujours employé après une trempe en vue d'améliorer les propriétés mécaniques (particulièrement la ductilité et la ténacité des aciers) et de relaxer les contraintes résiduelles dans les pièces. Dans ce chapitre, nous faisons une synthèse de l'évolution de la microstructure, du comportement mécanique et des contraintes internes lors du revenu.

## I.2 Evolutions microstructurales au cours du revenu de la martensite

Nous nous limiterons ici au cas des aciers au carbone et faiblement alliés. Dans les alliages ferreux, la martensite est une solution sursaturée de carbone dans la ferrite de même composition que l'austénite. La transformation martensitique est un changement structural displacif sans diffusion. La maille cristalline de la martensite est quadratique centrée, les atomes de carbone s'insérant sur l'arête du cube. Les figures 1.1 (a) et (b) représentent les mailles d'austénite et de martensite respectivement. Les atomes de carbone bloqués dans les sites octaédriques interstitiels provoquent un déplacement des atomes de fer. De ce fait, l'interaction entre les dislocations et la maille déformée induit un durcissement important de la martensite des alliages fer-carbone.

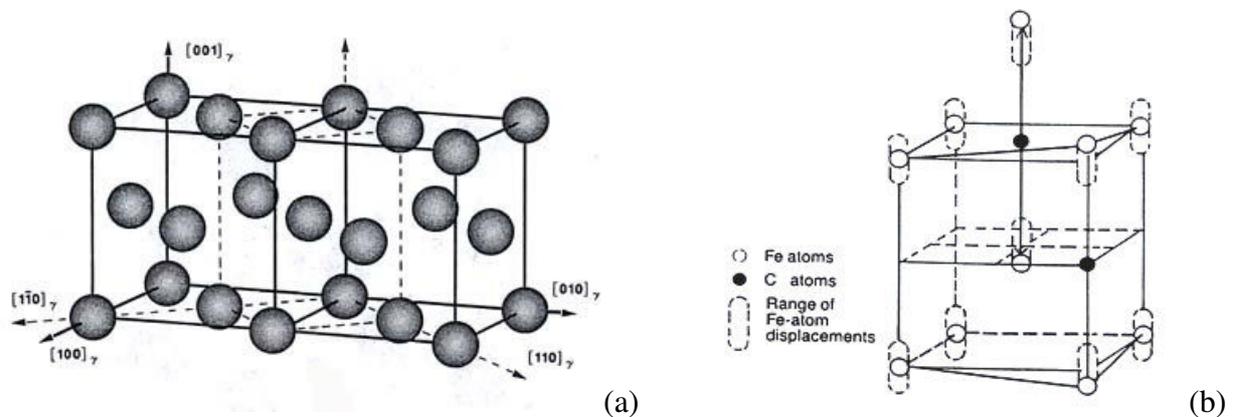


Figure 1.1 Schéma des mailles d'austénite et de martensite [KRAU99]

### **I.2.1 Mécanismes**

La martensite étant une phase métastable (une solution sursaturée de carbone dans la ferrite), lors du chauffage, les atomes deviennent mobiles et la martensite se transforme pour tendre vers un état d'équilibre (ferrite + cémentite). Selon la température atteinte et le temps de chauffage, des précipités intermédiaires ( $\epsilon$ -carbure,  $\chi$ -carbure...) se forment en cours de transformation.

Des études approfondies sur la décomposition des martensites ont été menées par Taylor et Cohen [TAYL89], Krauss [KRAU83]. Dans le cas des aciers au carbone ou faiblement alliés, Krauss a divisé le revenu en deux étapes : vieillissement et revenu.

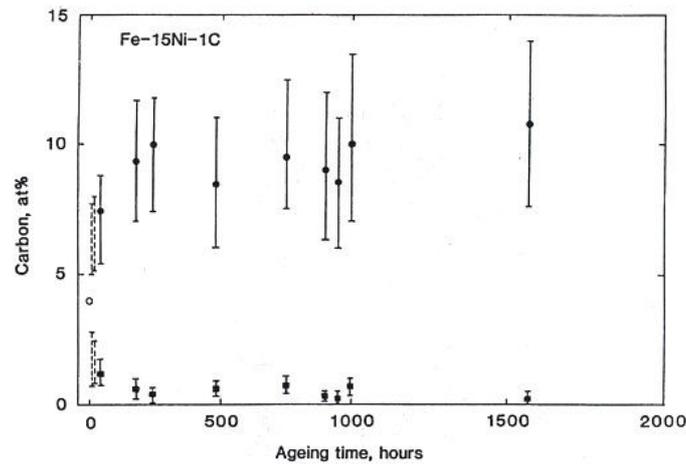
- **Etape de vieillissement**

- -40°C à 100°C (A1)

Les atomes de carbone en sursaturation se redistribuent dans la martensite : les atomes de carbone se rassemblent sur des sites octaédriques et forment des clusters. L'analyse par sonde atomique [MILL83] montre que le développement des clusters d'atomes de carbone conduit à une bipolarisation de la teneur en carbone dans la matrice. L'étude de Nagakura [NAGA83] par MET estime que la taille des clusters est de 1nm environ.

- 20°C à 100°C (A2)

Quand la martensite poursuit son vieillissement, une décomposition spinodale se produit. La modulation de microstructure consiste en un entrelacement de régions enrichies et appauvries en carbone sur les plans  $(102)_M$ . La longueur d'onde de la variation de composition est de 1-2 nm [TAYL89bis]. L'étude par sonde atomique de la martensite d'un alliage Fe-15Ni-1C [TAYL89bis] établit que la teneur de la région enrichie en carbone est d'environ 11 at. % ( $Fe_8C$ ) alors que la teneur de la région appauvrie est d'environ 0,2 at. % (figure 1.2).



**Figure 1.2 Evolution de la concentration en carbone dans la martensite en fonction du temps de vieillissement à température ambiante [TAYL89bis]**

- 60°C à 80°C (A3)

Quand les martensites à haute teneur en carbone sont maintenues à température ambiante ou à une température légèrement supérieure, une “superstructure” est trouvée dans la région enrichie en carbone : les atomes de carbone s’agencent périodiquement le long de l’axe c de la maille martensitique. La concentration en carbone dans cette structure est approximativement  $Fe_4C$  [NAGA79]. L’investigation par spectroscopie Mössbauer [GENI87] propose une structure “carbon multiplet” voisine de celle d’une composition  $Fe_6C$ . Le développement de cette structure influence fortement la précipitation de carbure ultérieure.

▪ **Etape de revenu**

- 100°C à 200°C (T1)

Ce sont les zones enrichies précédemment qui deviennent le carbure epsilon ( $Fe_{2,4}C$ ) de structure hexagonale. Le carbure epsilon est une phase cohérente avec la matrice, il a une morphologie en ruban [SIMO72]. Le plan d’accolement cristallographique de ce carbure est  $\{100\}_M$  et les relations d’orientation [JACK51] sont :  $(011)_M // (0001)_\epsilon$ ,  $(101)_M // (10-11)_\epsilon$

- 200°C à 300°C (T2)

L'austénite résiduelle se décompose en ferrite et cémentite.

- 250°C à 400°C (T3)

Le carbure epsilon disparaît et il se forme de la cémentite. Le mécanisme de formation de la cémentite n'est pas complètement élucidé. Les hypothèses d'une germination de la cémentite indépendante du carbure epsilon, conduisant à la dissolution du carbure epsilon par diffusion du carbone dans la matrice martensitique [ROBE53], ou d'une transformation in-situ du carbure  $\epsilon$  en cémentite [SIMO72] ont été avancées. Néanmoins, de nombreuses études [CARO72, DAIG82] rapportent que la germination de la cémentite se produit principalement sur les dislocations, sur les joints de lattes ou sur les joints des grains de ferrite sous la forme de bâtonnets cylindriques.

- 450°C à la température  $A_{C1}$  (T4)

Dans cette gamme de température, les particules de cémentite coalescent : les grosses croissent aux dépens des petites. Entre-temps, la densité de dislocations dans la matrice diminue du fait de la restauration de la matrice. Quand la température est supérieure à  $\frac{1}{2}T_f$ , il se forme une structure équiaxe (ferrite + cémentite).

## **I.2.2 Modélisation**

La décomposition de la martensite au cours du revenu est principalement un processus de type déplétion-précipitation comme la précipitation dans les alliages aluminium. Pour décrire les évolutions des microstructures lors du revenu de la martensite, il existe essentiellement deux types de modèles : des modèles globaux et des modèles prenant en compte explicitement la germination et la croissance des phases.

▪ **Modèle global**

Mittemeijer [MITT91], puis Aubry [AUBR98] ont utilisé une loi de type Johnson-Mehl-Avrami (JMA) pour décrire les différentes cinétiques de transformation, soit :

$$y = 1 - \exp(-bt^n) \quad (1.1)$$

où  $y$  est la fraction de transformation,  $n$  l'exposant de JMA,  $t$  le temps et  $b$  un coefficient dépendant de la température.

Aubry détermine les coefficients  $n$  et  $b$  à partir de cinétiques de revenu expérimentales en conditions isothermes, synthétisées par un diagramme TTT englobant à la fois la précipitation du carbure epsilon, la décomposition de l'austénite résiduelle et la précipitation de la cémentite. Un principe d'additivité est ensuite appliqué pour prévoir les cinétiques lors d'un revenu en chauffage continu.

Mittemeijer a introduit quant à lui une expression analytique légèrement différente :

$$y = 1 - \exp(-\beta^n) \quad (1.2)$$

où  $\beta$  est défini de la manière suivante, dans le cas isotherme,

$$\beta = k_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right)t \quad (1.2)$$

où  $k_0$  est une constante,  $E$  l'énergie d'activation apparente de la transformation considérée,  $T$  la température,  $R$  la constante des gaz parfaits,  $t$  le temps.

Dans le cas anisotherme, le paramètre  $\beta$  s'exprime par :

$$\beta = \int k(T)dt \quad (1.3)$$

Dans le cas d'un chauffage à vitesse  $\Phi$ , connaissant l'énergie d'activation, la variable  $\beta$  peut être estimée par :

$$\beta = \frac{T^2 R}{\Phi E} k \left(1 - 2 \frac{RT}{E} + \dots\right) \quad (1.4)$$

De telles approches permettent de décrire de manière très satisfaisante l'avancement des transformations des phases (figure 1.3), ainsi que le comportement dimensionnel de l'acier au cours du revenu (figure 1.4). Malheureusement, elles ne peuvent pas fournir d'informations sur l'évolution de la microstructure, telles que la taille et la distribution des précipités, ou encore l'évolution de la composition de la matrice, qui sont indispensables pour prévoir l'évolution du comportement mécanique de l'acier.

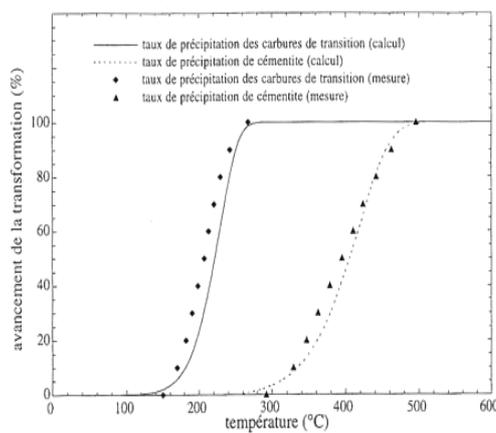


Figure 1.3 Cinétiques expérimentales et calculées de la précipitation des carbures  $\epsilon$  et de la cémentite [AUBR98]

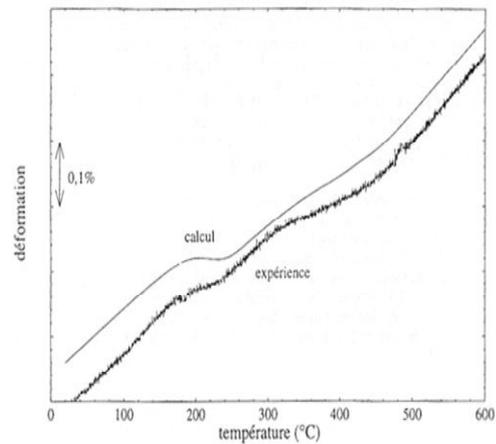


Figure 1.4 Courbes dilatométriques expérimentales et calculées au chauffage [AUBR98]

#### ▪ Modèles physiques

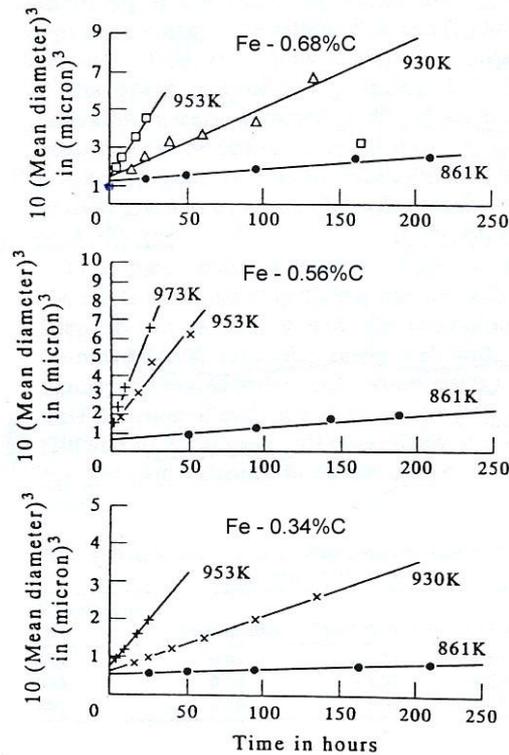
Pour décrire l'évolution de la microstructure lors du revenu, il existe de nombreux travaux dans la littérature qui ont porté sur la cinétique de coalescence de la cémentite [ORIA64], [VENU78], [DAS93]. Dans ces modèles, le rayon moyen des particules de cémentite (supposées sphériques) est calculé par la théorie LSW (Lifschitz-Slyozov-Wagner) :

$$\bar{r}^3 - r_0^3 = \frac{8DC_0V_m\gamma}{9RT} \quad (1.5)$$

où  $\bar{r}_0$  est le rayon moyen auquel débute la coalescence,  $D$  le coefficient de diffusion,  $C_0$  la concentration d'équilibre en carbone à l'interface cémentite/ferrite,  $V_m$  le volume molaire de la cémentite,  $\gamma$  l'énergie d'interface,  $R$  la constante de gaz parfaits et  $T$  la température. Il faut noter que cette équation n'est valide que pour une solution très diluée, c'est-à-dire pour une fraction volumique de précipités très faible. La figure 1.5 fournit des exemples de comparaison entre résultats calculés et expérimentaux [DAS93].

Plus récemment, des modèles ont été développés pour décrire la précipitation à partir d'une solution solide sursaturée en se basant sur le modèle de Langer et Schwartz [LANG80] (modèle LS) et sa version modifiée par Kampmann et Wagner [KAMP91] (Modèle MLS, ou N-modèle). Ces modèles ont été appliqués le plus souvent à la précipitation dans les alliages d'aluminium [DESC99, GODA99, MYHR00, ROBS04]. Mais on peut également les utiliser dans le cas du revenu de la martensite

Ces modèles reposent en 1<sup>er</sup> lieu sur la description plus ou moins complexe des équilibres thermodynamiques entre les phases : par exemple à l'aide d'un produit de solubilité, ou encore par un couplage avec un logiciel de calcul d'équilibre comme ThermoCalc [SERR04]. En second lieu, ils s'appuient sur la théorie classique de la germination et les lois analytiques de croissance/dissolution dérivées de simplifications sur les champs de diffusion.



**Figure 1.5 Evolution des tailles moyennes des particules de la cémentite, calculées et expérimentales lors de la coalescence [DAS93]**

Une description détaillée des principales approches de la littérature peut être trouvée dans la thèse de M. Serrière [SERR04]. De ce fait, nous nous contenterons de rappeler ci-dessous les bases des modèles LS et MLS que nous utiliserons par la suite.

Dans les modèles LS et MLS, la distribution de taille des particules de précipités dans une solution solide sursaturée est une fonction du temps et du rayon critique de germination  $R^*$ . Sa variation temporelle est exprimée par :

$$\frac{\partial f(R^*, t)}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial R}(f(R^*, t) \cdot V(R)) + J(R^*) \quad (1.7)$$

où  $J(R^*)$  est le taux de germination (terme source), et  $V(R)$  la vitesse de croissance des précipités de rayon  $R$ .

L'évolution du nombre total de précipités dans ce système  $N = \int_{R^*}^{\infty} f(R^*, t) R dR$  est donnée par :

$$\frac{dN}{dt} = J(R^*) - f(R^*, t) \frac{dR^*}{dt} \quad (1.8)$$

où le second terme tient compte de la disparition des précipités de rayon inférieur au rayon critique. La vitesse d'évolution du rayon moyen  $\bar{R}$  de la distribution est :

$$\frac{d\bar{R}}{dt} = V(\bar{R}) + \frac{1}{N} \int_{R^*}^{\infty} (R - \bar{R}) J(R) dR + (\bar{R} - R^*) \frac{V(R^*)}{N} \frac{dR^*}{dt} \quad (1.9)$$

où la vitesse de croissance pour un système binaire s'écrit de la manière suivante :

$$V(R) = \frac{\bar{X} - X_R}{X_P - X_R} \frac{D}{R} \quad (1.10)$$

avec  $\bar{X}$  la composition moyenne de la matrice,  $X_R$  la composition de la matrice à l'interface d'un précipité de taille  $R$ ,  $X_P$  la composition du précipité,  $D$  le coefficient de diffusion de l'élément d'alliage et  $R$  le rayon du précipité.

Pour obtenir un résultat analytique de l'équation 1.8, l'hypothèse importante formulée dans ces modèles est que la distribution de particules peut se mettre sous la forme :

$$f(R^*, t) = \frac{Nb}{(\bar{R} - R^*)} \quad (1.11)$$

où  $b$  est une constante.

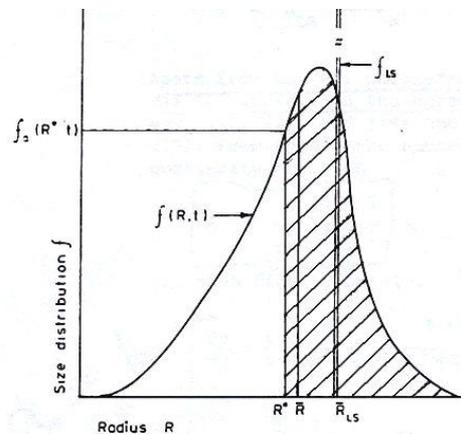
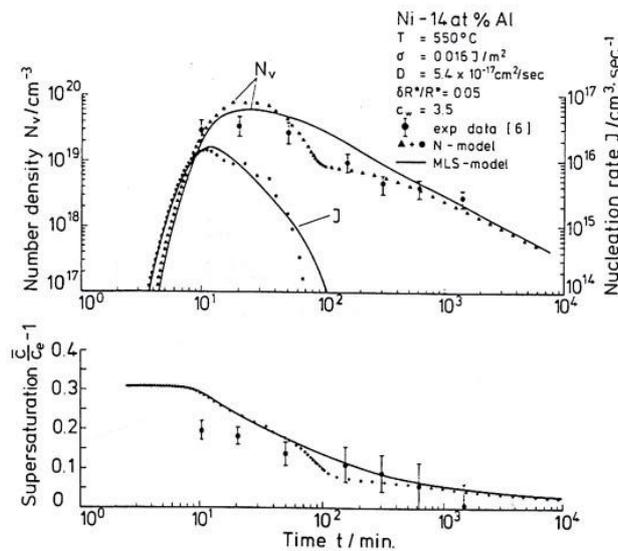


Figure 1.6 Distribution des particules de précipité dans le modèle MLS[KAMP91]



**Figure 1.7** Comparaison des modèles MLS et N dans le cas de l’alliage Ni-Al [KAMP91]

Pour éviter l’hypothèse 1.11 dans le modèle LS et MLS, Kampmann et Wagner [KAMP91] ont proposé un modèle “numérique”, dit N-model. Dans ce modèle, la distribution des particules  $f(R^*,t)$  est discrétisée suivant le rayon sur un domaine englobant également les précipités de taille inférieure au rayon critique. Kampmann et Wagner utilisent une méthode numérique pour résoudre l’équation 1.8. On peut ainsi éviter l’hypothèse indispensable aux modèles précédents (équation 1.11). Ce modèle est plus précis que les modèles LS et MLS et peut être facilement étendu au cas des alliages multiconstitués. A titre d’exemple, la figure 1.7 compare les modèles MLS et N dans le cas de l’alliage Ni-Al. Nous utiliserons le N-modèle par la suite pour décrire l’évolution des microstructures lors du revenu.

Deschamps et al. [DESC99] discutent de la décomposition de la solution solide sursaturée en trois étapes : germination/croissance, croissance/coalescence et coalescence. Le modèle est appliqué à une solution sursaturée d’alliage d’aluminium pour calculer le processus de précipitation.

Dans la première étape de germination/croissance, le taux de germination et la vitesse moyenne de croissance pour les particules sont calculés par :

$$\begin{cases} \left. \frac{dN}{dt} \right|_{germ} = \exp\left(-\frac{t_w}{t}\right) N_0 z \beta \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \\ \left. \frac{dR}{dt} \right|_{germ} = \frac{D}{R} \frac{C - C_R}{1 - C_R} + \frac{1}{N} \frac{dN}{dt} (\alpha R^* - R) \end{cases} \quad (1.12)$$

où  $t_w$  le temps d'incubation,  $N_0$  le nombre total des sites de germination,  $z$  le facteur de Zeldovich,  $\beta$  un facteur cinétique d'accroche,  $\Delta G^*$  l'enthalpie libre critique de germination,  $D$  le coefficient de diffusion,  $C$  la concentration de soluté dans la matrice et  $C_R$  la concentration d'équilibre de soluté à l'interface précipité/matrice.

Dans l'étape de coalescence, les évolutions du nombre et de la taille moyenne des particules sont les suivantes :

$$\begin{cases} \left. \frac{dN}{dt} \right|_{coal} = \frac{4}{27} \frac{C_{eq}}{1 - C_{eq}} \frac{R_0 D}{R^{*3}} \left[ \frac{R_0 C}{R^* (1 - C)} \left( \frac{3}{4\pi R^3} - N \right) - 3N \right] \\ \left. \frac{dR}{dt} \right|_{coal} = \frac{4}{27} \frac{C_{eq}}{1 - C_{eq}} \frac{R_0 D}{R^{*2}} \end{cases} \quad (1.13)$$

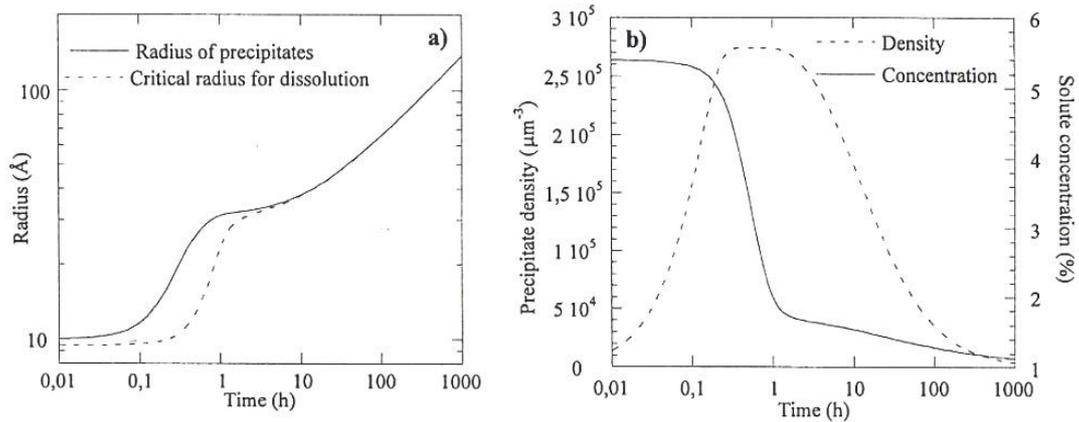
Dans l'étape de croissance/coalescence, le nombre de précipités et la vitesse moyenne de croissance pour les particules sont calculés par une loi des mélanges en fonction de la fraction de coalescence :

$$\begin{cases} \left. \frac{dN}{dt} \right| = f_{coal} \left. \frac{dN}{dt} \right|_{coal} \\ \left. \frac{dR}{dt} \right| = (1 - f_{coal}) \left. \frac{dR}{dt} \right|_{croi} + f_{coal} \left. \frac{dR}{dt} \right|_{coal} \end{cases} \quad (1.14)$$

où  $f_{coal}$  est la fraction de coalescence, et

$$\left. \frac{dR}{dt} \right|_{croi} = \frac{D}{R} \frac{C - C_R}{1 - C_R} \quad (1.15)$$

La figure 1.8 montre les résultats calculés par le modèle de Deschamps pour le vieillissement d'alliage Al-Zn-Mn.



**Figure 1.8 Application du modèle Deschamps dans l'alliage Al-Zn-Mg pour un maintien à 160°C [ DESC99]**

Deschamps a aussi appliqué ce type de modèle au cas du revenu des aciers [ DESC]

### I.3 Evolution du comportement mécanique lors du revenu

#### I.2.3 Connaissances expérimentales

Les conséquences du revenu sur les propriétés mécaniques des aciers à température ambiante ont été largement étudiées dans la littérature ([NORS79], [YOUN94], etc.). Nous donnons ici un exemple d'évolutions des propriétés mécaniques de la martensite en fonction de la température de revenu (figure 1.9) : quand la température du revenu est inférieure à 200°C, la résistance décroît lentement alors que l'allongement et la striction augmentent. La limite d'élasticité augmente légèrement jusqu'à 200°C, puis elle diminue continûment quand la température augmente. L'augmentation de la limite d'élasticité dans cette gamme de température est le résultat du durcissement dû aux petites particules de carbure epsilon qui germent dans la matrice. Quand la température du revenu dépasse 200°C, la limite d'élasticité et la résistance diminuent rapidement, alors que l'allongement et la striction croissent continuellement.

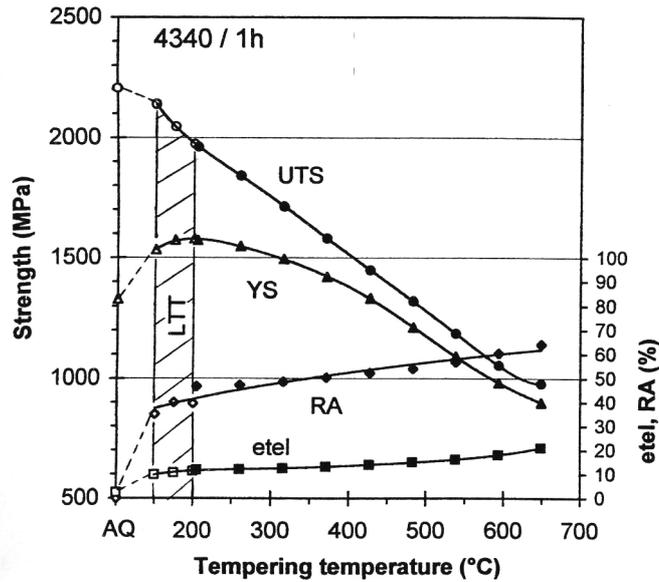


Figure 1.9 Evolutions des propriétés mécaniques de la martensite en fonction de la température de revenu (1 heure) [SAEG 97]

#### I.2.4 Modélisation

Les travaux dans la littérature portent essentiellement sur la prévision des propriétés mécaniques de la martensite à température ambiante. Ils reposent soit sur des approches statistiques et l'utilisation de paramètres d'équivalence (pour une revue bibliographique sur ces approches, on pourra consulter la thèse de C. Aubry [AUBR98]), soit sur des modèles prenant en compte explicitement les mécanismes de durcissement ou d'adoucissement. Nous présentons ci-dessous quelques éléments bibliographiques sur cette dernière approche.

Dans les travaux de Norstrom [NORS79] et Young [YOUN94], une loi qui prend en compte de manière additive les différents termes de durcissement est employée pour décrire la limite d'élasticité de la martensite à température ambiante.

Norstrom propose la loi suivante pour décrire la limite d'élasticité de la martensite d'alliages Fe-C :

$$\sigma_y = \sigma_{Fe} + \sigma_i + k_y D^{-1/2} + k_s d^{-1/2} + \alpha Gb [\rho_0 + K(\%C)]^{1/2} \quad (1.16)$$

où  $\sigma_{Fe}$  est la force de Peierls du fer pur,  $\sigma_i$  le durcissement dû aux éléments d'alliages,  $D$  la taille de plaquette de la martensite,  $d$  la taille de latte,  $\rho_0$  la densité des dislocations dans la martensite du fer pur,  $\%C$  la teneur pondérale en carbone, et  $k_y, k_s, K$  des constantes.

Young et Bhadeshia proposent une équation similaire pour les microstructures martensitiques ou bainitiques:

$$\sigma = \sigma_{Fe} + \sum_i \sigma_{ss,i} + \sigma_C + K_L(L_3)^{-1} + K_D\rho_D^{1/2} + K_P\Delta^{-1} \quad (1.17)$$

où  $\sigma_{Fe}$  la force de Peierls du fer pur,  $\sigma_{ss,i}$  le durcissement dû aux éléments alliages substitutionnels,  $\sigma_C$  le durcissement dû au carbone,  $L_3$  la taille des plaquettes de ferrite,  $\Delta$  la distance entre les particules de carbure,  $\rho_D$  la densité des dislocations, et  $K_L, K_D, K_P$  des constantes.

#### **i. Estimation de la force de Peierls du fer pur $\sigma_{fe}$**

La force de Peierls est la force requise pour mouvoir une dislocation à travers une maille parfaite et infinie. La valeur de  $\sigma_{Fe}$  à température ambiante varie beaucoup dans la littérature : une valeur entre 14MPa et 56MPa est estimée par Smith [SMIT71], 40MPa par Naylor [NAYL79], 41MPa par [MARO93] et 69MPa par Cohen [COHE68], puis 218MPa par Bhadeshia [BHAD92]. En fait, la séparation des différents termes durcissement dans l'équation (16) ou (17) est très difficile et  $\sigma_{Fe}$  est souvent déterminé par différence entre la valeur expérimentale de  $\sigma_y$  et les autres termes. Ceci peut expliquer la dispersion des valeurs qui peuvent donc intégrer des effets de taille de grain, des effets d'éléments alliages et aussi des incertitudes expérimentales.

#### **ii. Contributions au durcissement par les atomes en solution solide**

Ces durcissements s'expliquent surtout par les interactions élastiques entre les champs des contraintes autour des dislocations et les distorsions autour des atomes de soluté. Les effets de durcissement par les atomes de soluté dépendent de divers facteurs :

- La teneur en solutés ;
- La taille des éléments alliages (l'effet de durcissement par les atomes interstitiels est plus fort que celui des atomes substitutionnels) ;
- Les différences entre les propriétés d'élasticité du solvant et du soluté (il y a une attraction pour la dislocation quand les impuretés sont plus "molles" que la matrice et une répulsion quand les impuretés sont plus dures que le solvant) ;
- Le facteur électronique des atomes de soluté.

Dans les solutions diluées, il y a souvent une dépendance linéaire entre l'effet de durcissement et le pourcentage d'atome soluté [FBPI78]. Quelques données pour la ferrite sont exposées sur la figure 1.10. On peut voir l'effet prépondérant du carbone et de l'azote sur tous les autres éléments.

L'effet de durcissement par les atomes de carbone a été étudié en détail par Cohen. La figure 1.11 montre la contrainte d'écoulement de la ferrite en fonction de la teneur en carbone. Nous pouvons voir que les effets de durcissement par le carbone peuvent être exprimés par une relation :

$$\sigma = KX_c^{1/2} \quad (1.18)$$

où  $\sigma$  est la contrainte,  $X_c$  la concentration en soluté, K une constante de l'ordre de 1310MPa selon [COHE62], alors que dans [SPEI68] et [YOUN94], la contrainte K est estimée à 1722.5MPa lorsque la concentration est exprimée en %poids.

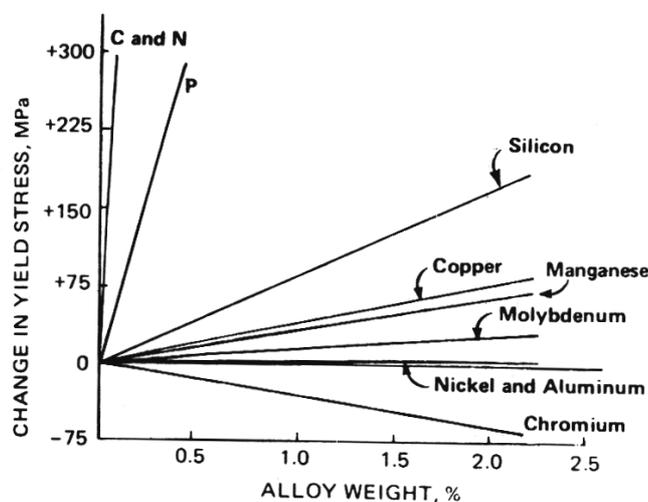
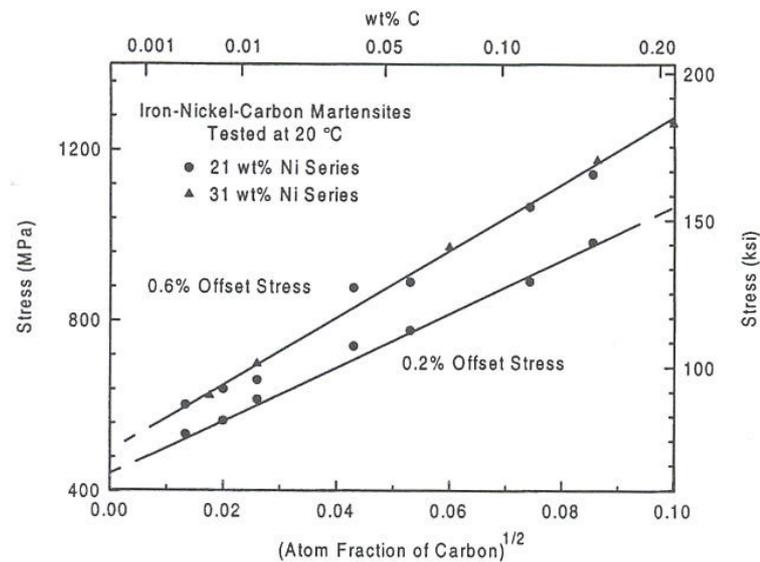


Figure 1.10 Les effets de durcissement pour un acier à faible teneur en carbone [HENR86]



**Figure 1.11** Contrainte d'écoulement de la ferrite en fonction de la teneur en carbone [KRAU99]

Les contributions des éléments d'alliage à la limite d'élasticité à température ambiante sont résumées dans le tableau 1.1.

**Tableau 1.1** Effet des éléments d'alliage sur la limite d'élasticité pour 1% massique [BERA94]\*

(en MPa)	Mn	Si	Ni	Cr	Cu	Mo	P	N	C
$\Delta\sigma_s (1)$	32	83	33	-30	38	11	680	5000	5000
$\Delta\sigma_s (2)$	80	60	45	60	80		500	5000	5000

\*Données selon deux sources différentes

### iii. Durcissement par les précipités

L'introduction de précipités dans une matrice provoque une augmentation de la résistance des matériaux. C'est un effet bien connu. Le durcissement observé dans les alliages tient au fait que les précipités de seconde phase s'opposent au déplacement des dislocations. Nombre d'études s'accordent pour affirmer que les effets de durcissement dépendent de divers paramètres : taille, espacement, cohérence des précipités et caractéristiques des dislocations. Quand une dislocation, se déplaçant dans son plan de glissement, arrive au voisinage d'un précipité, elle est freinée, ralentie, voire bloquée, et ce n'est qu'à l'aide d'une augmentation de la contrainte appliquée qu'elle arrivera à franchir l'obstacle. Trois stratégies de franchissement s'offrent à elle :

- La dislocation cisaille le précipité.
- La dislocation contourne le précipité en laissant dans son sillage une boucle de dislocation résiduelle.
- La dislocation change de plan de glissement via un glissement dévié et contourne l'obstacle.

La figure 1.12 montre schématiquement l'influence de la taille et de la fraction volumique de précipités sur la contrainte d'écoulement dans un cas de durcissement par des carbures sphériques uniformes.

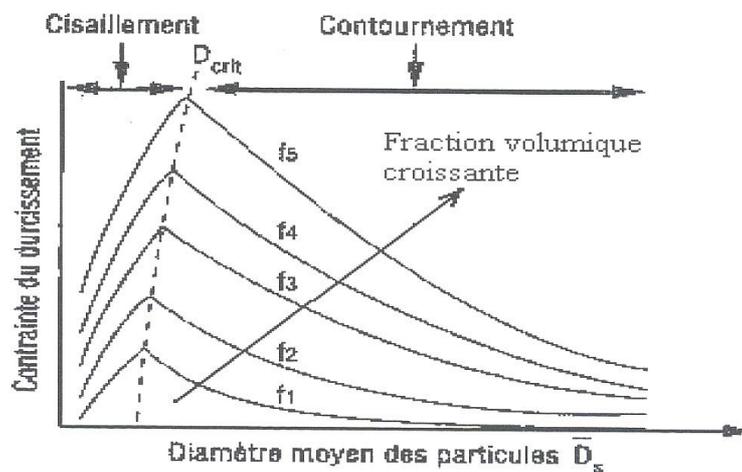


Figure 1.12 Effet de durcissement par dispersion de précipités [BERA94]

L'augmentation de contrainte due à l'effet de précipité a été évaluée au travers d'une approche statistique [DESC99] :

Quand le cisaillement est dominant :

$$\sigma_{Ci}^P = K_1 (fR_m)^{1/2}, \quad K_1 = 0.02M\mu / b^{1/2} \quad (1.19)$$

Quand le contournement est dominant :

$$\sigma_{Co}^P = K_2 f^{1/2} / R_m, \quad K_2 = 0.6M\mu b \quad (1.20)$$

où  $f$  est la fraction volumique de précipité,  $R_m$  le rayon moyen de précipité,  $b$  le module du vecteur Burgers,  $M$  le facteur de Taylor.

iv. Durcissement par les dislocations

Il existe généralement des densités de dislocations très élevées dans la microstructure martensitique. Les interactions entre les dislocations étant le plus souvent répulsives, le mouvement des dislocations mobiles va être freiné. Donc, il devient nécessaire d'appliquer une contrainte plus importante dans le plan de glissement pour continuer la déformation.

La densité des dislocations dans la martensite évolue en fonction de la teneur en carbone de l'acier [NORS79] [HOFF90]. La figure 1.13a fournit la densité des dislocations mesurée par MET dans la martensite avec différents teneurs en carbone. La densité de dislocations augmente linéairement avec la teneur en carbone. De plus, la densité des dislocations est influencée par la température et le temps du revenu (figure 1.13b). Généralement, la densité des dislocations diminue au cours de la restauration de la matrice.

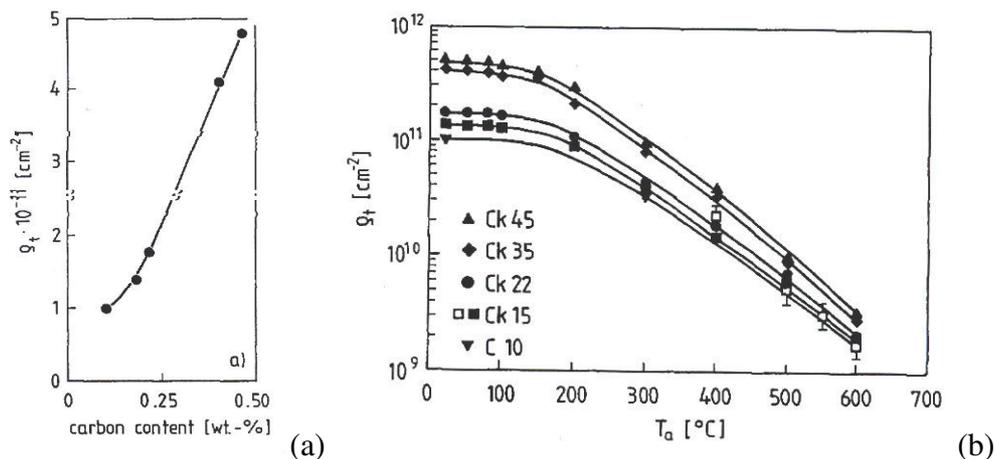


Figure 1.13 Densité des dislocations en fonction de la teneur en carbone (à température ambiante) et de la température de revenu (une heure de maintien) [HOFF90]

[KEHO70] fournit une équation empirique pour décrire l'évolution de la densité des dislocations dans la martensite en fonction de la température de revenu :

$$\log \rho = 9.284 + \frac{6880.73}{T} + \frac{1780360}{T^2} \quad (1.21)$$

où  $\rho$  est la densité de dislocation en  $\text{m}^{-2}$  et  $T$  la température de revenu en degré Kelvin.

Le durcissement par les dislocations peut être calculé par [FRIE64] :

$$\sigma_{Dis} = \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (\text{MPa}) \quad (1.22)$$

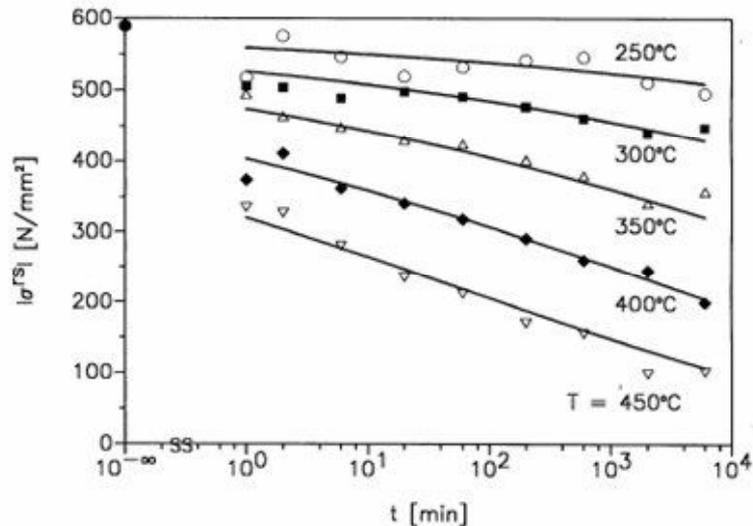
où  $b$  est le module du vecteur Burgers,  $\mu$  le module de cisaillement,  $\rho$  la densité des dislocations,  $\alpha$  une constante. Dans la littérature :  $\alpha$  est évalué à 0,38 [YOUN94] et  $0.3 < \alpha < 0.6$  [DIET88] pour la martensite du fer polycristallin.

### **I.3 Evolution des contraintes internes lors du revenu**

#### **I.3.1 Relaxation des contraintes résiduelles lors du revenu après la trempe martensitique**

Des contraintes résiduelles sont fréquemment présentes dans les pièces après traitements thermiques, spécialement dans le cas d'une trempe martensitique. Ces contraintes proviennent des déformations plastiques non uniformes dues aux écarts de température dans les pièces et des déformations dues aux transformations des phases (martensitiques, bainitiques) lors du refroidissement rapide. Ces contraintes peuvent être néfastes pour la tenue en service des pièces. Aussi, un revenu est-il nécessaire pour relâcher les contraintes internes après la trempe.

Au cours du revenu, l'évolution des contraintes internes est induite par des déformations qui ont, comme lors de la trempe, différentes origines. Il s'agit de la déformation élastique, de la déformation due à la dilatation thermique des phases, de la déformation plastique due à l'adoucissement de la matrice et des déformations dues aux précipitations des carbures et à la décomposition de l'austénite résiduelle. Ces déformations sont généralement plus faibles que lors de la trempe.



**Figure 1.14 Evolution de la contrainte résiduelle en fonction de la température et de la durée du revenu dans un cylindre en acier 42CrMo4 après la trempe [HOLZ98]**

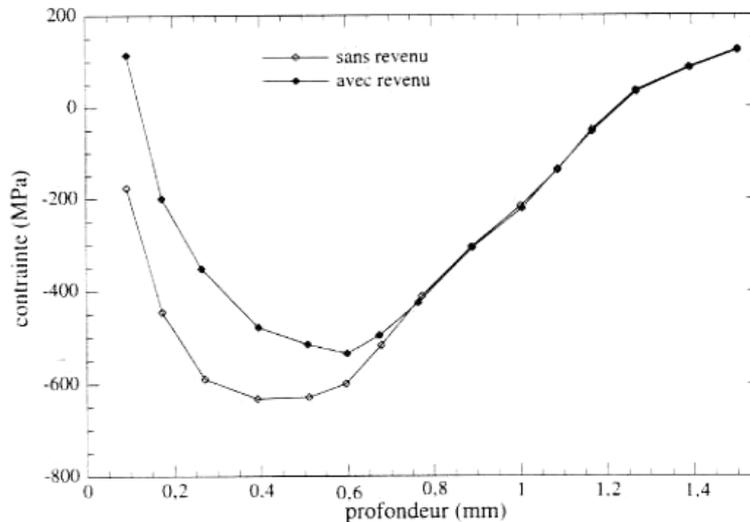
La figure 1.14 montre l'évolution de la contrainte résiduelle au cours du revenu dans un cylindre après la trempe martensitique. Le niveau de la contrainte résiduelle diminue lorsque la température et la durée du revenu augmentent. Plus la température du revenu est élevée, plus rapide et plus prononcée est la relaxation des contraintes résiduelles.

### I.3.2 Modélisation

De nombreux auteurs ont travaillé sur la prévision des contraintes internes au cours de la trempe. Différents articles de revue font le point sur ce thème comme par exemple la référence [DENIS97]. Par contre, relativement, peu de chercheurs se sont penchés sur les évolutions des contraintes internes au cours du revenu.

Eyzop [EYZO96] calcule le profil des contraintes résiduelles dans un disque d'acier cémenté au cours du revenu par utilisation du modèle proposé par Lesage [LESA90]. Dans le modèle de Lesage, les pièces sont subdivisées en petits éléments qui subissent une déformation correspondant au changement de volume lié aux transformations de phases. Un calcul mécanique en élasticité plane permet alors d'accéder au champ de contraintes résiduelles. Le profil de contraintes résiduelles est obtenu uniquement à partir des profils de variations relatives au volume, du module Young et du coefficient de Poisson à température ambiante. Pour calculer les contraintes internes, Eyzop introduit une phase supplémentaire dite "phase revenue". La variation de volume relative à cette phase a été obtenue par mesure de la densité

du matériau dans ses différents états (brut de trempe, après revenu). La figure 1.15 montre les profils de contraintes résiduelles calculées pour un revenu à 140°C durant deux heures dans un disque de 50mm de diamètre et de 14mm d'épaisseur.



**Figure 1.15** Variation du profil de contraintes résiduelles dans un disque cémenté avec et sans revenu pendant deux heures à 140°C [EYZO96]

Cette approche permet de situer l'influence des changements de volume associés au revenu, mais elle ne tient pas compte de l'histoire thermomécanique du matériau au cours du revenu qui peut influencer notablement les niveaux des contraintes résiduelles.

D'autres modèles sont basés sur la même démarche que celle qui est largement utilisée pour la trempe. Il s'agit de modèles couplés de prévision des champs de température, des cinétiques de transformations de phases et des champs de contraintes et de déformations dans une pièce au cours du traitement thermique.

Ainsi Ju et al. [JU96] et Lui [LIU03] ont calculé la relaxation des contraintes résiduelles de trempe lors du revenu. Ils ont utilisé un modèle de comportement du matériau thermo-élasto-viscoplastique. La déformation totale du matériau peut alors se décomposer en quatre contributions :

- la dilatation thermique des différentes phases,
- la déformation de changement de volume associée aux transformations de phases,
- la déformation élastique,

- la déformation de fluage.

Dans ces approches, les cinétiques de transformation de phases sont décrites par des lois globales. Par exemple Ju [JU96] décrit les cinétiques de revenu par une loi du type de Johnson-Mehl-Avrami :

$$\begin{aligned}\xi_{dif} &= 1 - \exp(-V_e) \\ V_e &= \int_0^t f_1(T)(t - \tau)^3 d\tau\end{aligned}\tag{1.20}$$

où,  $\xi_{dif}$  est la fraction volumique de phase formée (par diffusion),  $\tau$  est le temps d'incubation, et  $f_1(T)$  une fonction pour décrire les effets de la température sur la cinétique de transformation de phases. L'auteur mentionne que  $f_1(T)$  peut être identifiée à partir de diagrammes de revenu expérimentaux mais ne détaille pas comment les différentes étapes du revenu sont prises en compte.

Liu et al. [LIU03] quant à eux, calculent des cinétiques des transformation de la martensite (ou de la bainite) en "troostite" et de la "troostite" en "sorbite" au cours du revenu selon le modèle suivant :

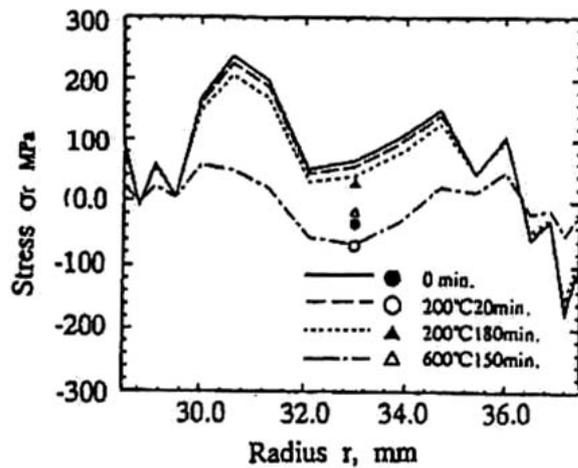
$$\begin{aligned}\lambda &= \log \tau - \frac{Q}{2,3R_g T} + \log A \\ \xi &= 1 - \exp \left[ -5 \left( \frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda_1 - \lambda_0} \right)^3 \right]\end{aligned}\tag{1.24}$$

où  $\tau$  est le temps,  $Q$  l'énergie d'activation,  $T$  la température absolue,  $R_g$  la constante des gaz parfait,  $\lambda_0$  et  $\lambda_1$  deux paramètres qui dépendent du type de transformation. Mais la nature de ces transformations n'est pas explicitée.

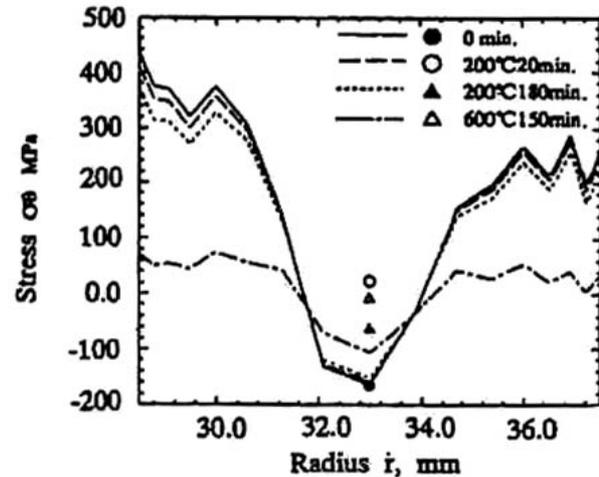
En ce qui concerne les effets du revenu sur l'évolution du comportement thermomécanique du matériau, ils ne sont pas non plus clairement explicités dans ces différents travaux.

Des exemples de résultats obtenus sont donnés sur les figures 1.16 et 1.17. La figure 1.16 présente les distributions de contraintes internes calculées et mesurées dans un anneau au cours de revenus après trempe. On peut constater une légère relaxation des contraintes pour le revenu à 200°C, et une importante relaxation pour le revenu à 600°C.

La figure 1.17 montre les résultats calculés par Liu et al. pour le traitement de revenu d'un rotor après la trempe. Ces résultats montrent une forte relaxation des contraintes au début du maintien à 600°C que les auteurs attribuent essentiellement au fluage.



(a) Contrainte sur le rayon



(b) Contrainte circonférentielle

Figure 1.16 Distribution des contraintes internes à mi-hauteur d'un anneau d'acier au carbone (0,45% C) pour différentes conditions de revenu [JU96]

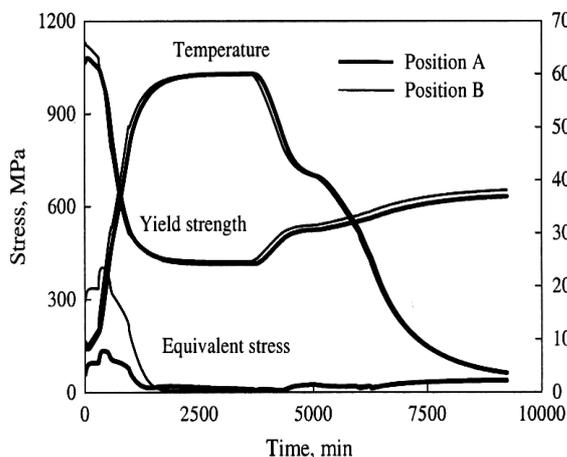


Figure 1.17 Simulation du revenu dans un rotor (diamètre 843mm) (A :centre B: surface) [LIU03]

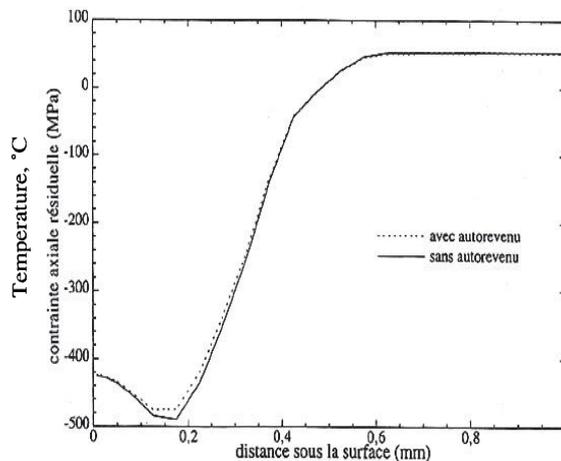


Figure 1.18 Contraintes résiduelles dans un cylindre en 27MnCr5 cémenté après trempe au gaz avec prise en compte de l'autorevenu et sans sa prise en compte [AUBR98]

Nous pouvons aussi mentionner les travaux de C. Aubry [AUBR98] portant sur la prise en compte de l'autorevenu de la martensite dans la prévision des contraintes internes au cours du refroidissement. Le modèle prend en compte la précipitation des carbures epsilon (décrite par une loi globale, § I.2.2) et la variation de volume associée à cette précipitation. La figure 1.18

montre que l'autorevenu de la martensite conduit à une très faible relaxation des contraintes de compression dans la zone superficielle.

## **I.4 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons tout d'abord rappelé les phénomènes physiques liés au revenu des aciers martensitiques au carbone ou faiblement alliés. Nous avons également rappelé les modèles existants pour l'étude de la décomposition de la martensite (ou de la solution solide sursaturée). En ce qui concerne l'approche "globale", des modèles permettent de prédire les cinétiques de précipitation des carbures et de décomposition de l'austénite résiduelle au cours du revenu. Mais, l'évolution de la microstructure (taille, densité des précipités) ne peut pas être obtenue. Les modèles "physiques" sont plus puissants car ils permettent de décrire la germination et l'évolution de la distribution de taille des précipités dans des situations complexes (alliages multiconstitués, traitements anisothermes, etc.). Mais, pour calculer la germination ou la croissance/dissolution des précipités, les modèles existants prennent en compte l'effet Gibbs-Thomson, alors que l'effet de l'énergie élastique due à un précipité cohérent n'a pas été étudié.

Du point de vue de la prévision du comportement mécanique d'un acier revenu, les différents modèles estiment la limite d'élasticité à température ambiante à l'aide de paramètres microstructuraux (composition chimique, taille des précipités, densité des dislocations, etc.). Mais, les modèles existants sont insuffisants pour prévoir l'évolution de la contrainte d'écoulement à haute température.

Nous avons mentionné quelques études portant sur la modélisation de la relaxation des contraintes internes lors du revenu. Aujourd'hui, des modèles de comportement thermo-élasto-viscoplastique du matériau sont utilisés. Mais, à notre connaissance, un calcul de contraintes internes prenant en compte explicitement les évolutions des paramètres microstructuraux lors du revenu et leurs conséquences sur le comportement thermomécanique du matériau n'a jamais été menée dans le cas des aciers.

## **Chapitre II Matériau étudié et méthodes expérimentales**

<b>II.1</b>	<b>Introduction .....</b>	<b>27</b>
<b>II.2</b>	<b>L'acier 80MnCr5.....</b>	<b>27</b>
<b>II.3</b>	<b>Méthode de caractérisation dilatométrique .....</b>	<b>28</b>
II.3.1	Dilatometre à Cycle Rapide (DCR).....	28
II.3.2	L'éprouvette dilatométrique et les cycles thermiques réalisés .....	29
<b>II.4</b>	<b>Méthode de caractérisation thermomécanique .....</b>	<b>31</b>
II.4.1	Le DITHEM .....	31
II.4.2	Les cycles thermomécaniques imposés .....	32
<b>II.5</b>	<b>Observation microstructurale .....</b>	<b>35</b>
II.5.1	Microscopie électronique à transmission .....	35
II.5.2	Analyse chimique quantitative par spectroscopie des rayons X en dispersion d'énergie.....	35
II.5.3	Mesure de la taille de précipité .....	36

## II.1 Introduction

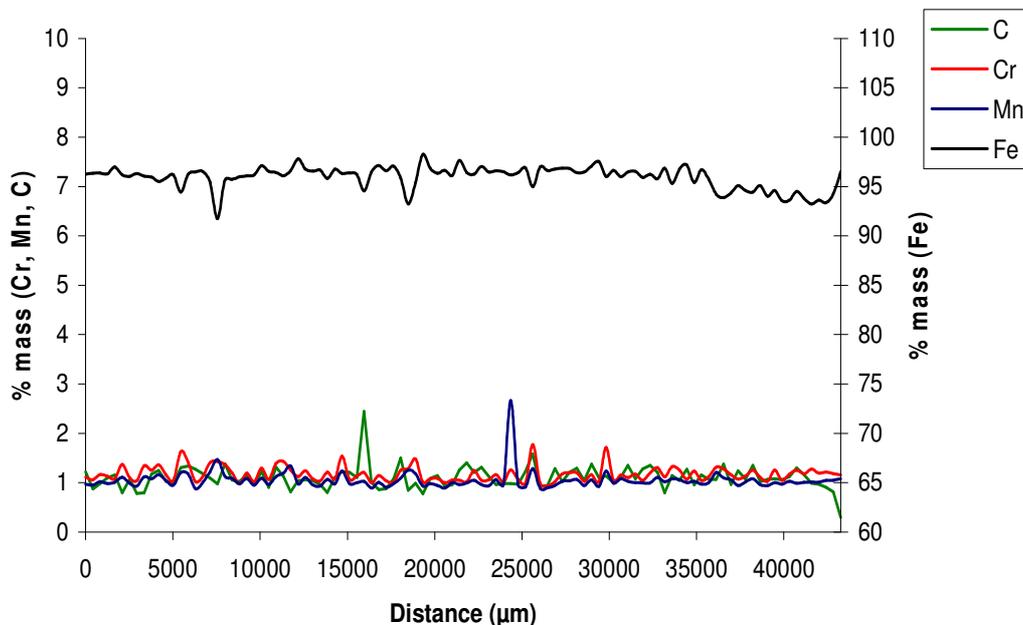
Cette partie présente le matériau et les techniques expérimentales employées pour conduire cette étude : méthodes de caractérisation des cinétiques de précipitation, de la composition de la matrice, de la taille et de la morphologie des précipités et du comportement thermomécanique.

## II.2 L'acier 80MnCr5

Cette étude est consacrée à l'acier 80MnCr5. Sa composition chimique nominale est précisée dans le tableau 2.1. La figure 2.1 montre la composition chimique de la barre, dont ont été tirées nos éprouvettes, analysée par microsonde. On peut noter que la composition de l'acier est homogène et bien cohérente avec l'analyse chimique nominale.

**Tableau 2.1 Composition chimique de l'acier 80MnCr5 (% en masse)**

Eléments	C	Cr	Mn	Fe
Teneur massique	0.80	1.25	1.25	Balance



**Figure 2.1 Composition chimique de la barre mesurée par microsonde [RENA02]**

## II.3 Méthode de caractérisation dilatométrique

### II.3.1 Dilatomètre à Cycle Rapide (DCR)

Le dilatomètre à cycle rapide (DCR) est utilisé pour les essais dilatométriques et les traitements de trempes de toutes les éprouvettes de notre étude. Le dilatomètre à cycle rapide est un appareil développé en interne au LSG2M (figure 2.2). Dans cette installation, le chauffage est effectué par un four à lampes d'une puissance de 4kW, ce qui permet d'atteindre des vitesses de chauffage de l'ordre de 50°C/s. La régulation de température est effectuée par action PID. Le refroidissement est obtenu par soufflage d'hélium, d'azote ou d'air comprimé. Le DCR est piloté par un ordinateur qui effectue les cycles thermiques programmés avec régulation du chauffage et du refroidissement.

Il nous permet :

- d'enregistrer simultanément la réponse dilatométrique et résistivimétrique de l'alliage étudié lors du traitement thermique.
- de travailler sous vide secondaire (de l'ordre de  $10^{-5}$  mbar), pour limiter l'oxydation de l'alliage (et ce surtout à haute température).



**Figure 2.2 Dilatomètre à Cycle Rapide (DCR) du LSG2M**

- d'utiliser divers gaz pour la trempe ou pour travailler en atmosphère contrôlée. Dans notre cas, le refroidissement de trempe a été effectué à l'Hélium U sous une pression de cinq bars jusqu'à la température ambiante.

### **II.3.2 L'éprouvette dilatométrique et les cycles thermiques réalisés**

La figure 2.3 (a) montre l'éprouvette utilisée pour les essais dilatométriques. Il s'agit d'une éprouvette tubulaire qui permet d'obtenir des vitesses de chauffage élevées, jusqu'à 50°C/s. La figure 2.3 (b) montre le schéma de fonctionnement de la dilatométrie. La tige de silice transmet les variations de longueur à un capteur magnétique LVDT à réponse linéaire. La mesure et la régulation de la température sont effectuées à l'aide d'un thermocouple K soudé par point à la surface de l'échantillon en son plan médian. Avant le revenu, toutes les éprouvettes d'acier 80MnCr5 ont subi un cycle d'austénitisation à 880°C pendant 1 heure, suivi d'une trempe à l'hélium U jusqu'à la température ambiante.

La figure 2.4 montre le cycle thermique du traitement d'austénitisation et de trempe. La figure 2.5 montre la réponse dilatométrique correspondante. On peut observer que la transformation martensitique débute à 177°C. Une analyse par diffraction des rayons X a permis de quantifier la teneur en austénite résiduelle. Elle est de 17-19%.

Pour l'étude des évolutions microstructurales et des cinétiques de transformation au cours du revenu, des traitements de revenu en conditions isothermes et chauffage continu ont été réalisés [RENA02]. Nous présenterons par la suite les essais opérés en conditions isothermes avec une vitesse de chauffage de 50°C/s. Les chauffages continus ont été réalisés entre la température ambiante et 600°C pour des vitesses de 10°C/min, 20°C/min, 1°C/s, 20°C/s et 50°C/s. Dans notre étude, les chauffages continus ont été portés sur un état initial obtenu après trempe à l'azote liquide avec un matériau composé de 95% de martensite et 5% d'austénite résiduelle.

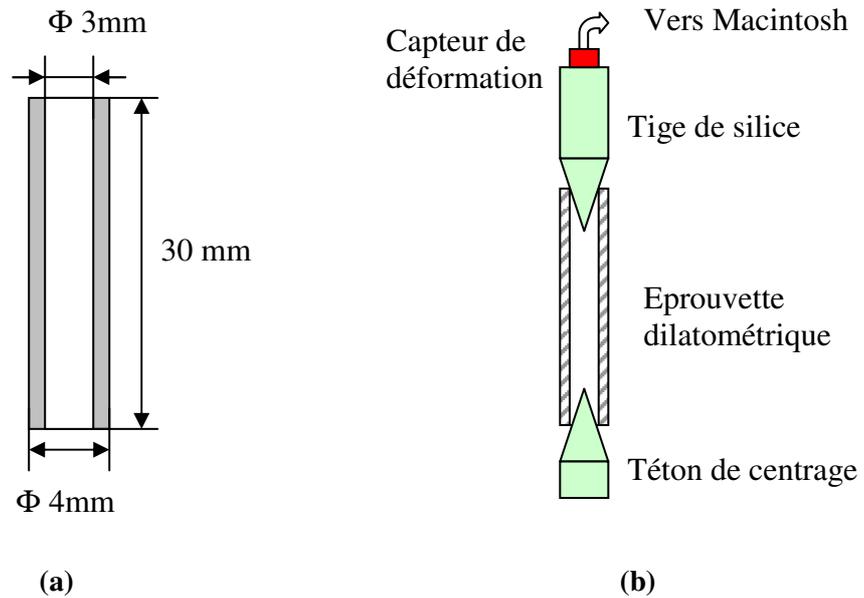


Figure 2.3 Schéma de l'éprouvette dilatométrique utilisée pour l'essai et installation de celle-ci pour son traitement sur DCR

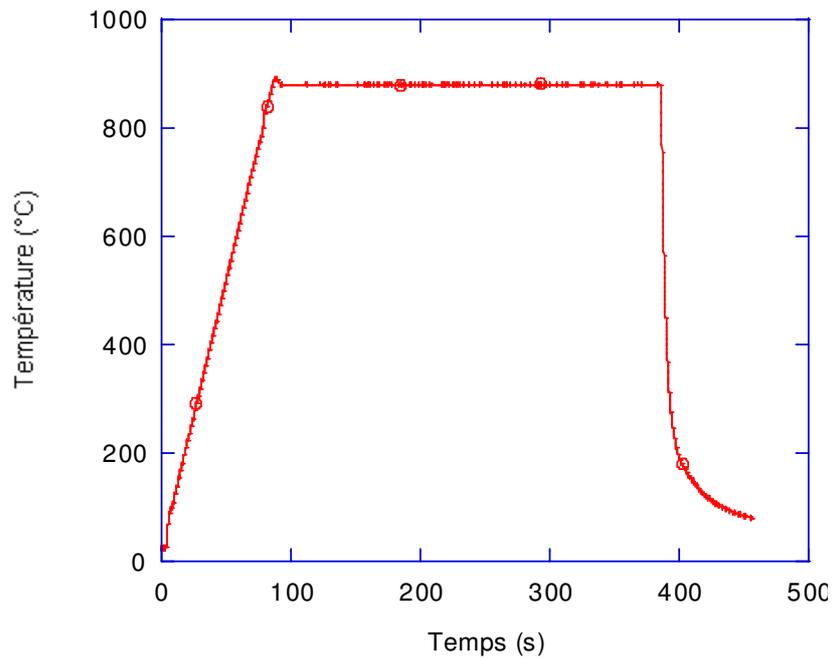


Figure 2.4 Cycle thermique du traitement d'austénitisation et de trempage pour les éprouvettes DCR et DITHEM

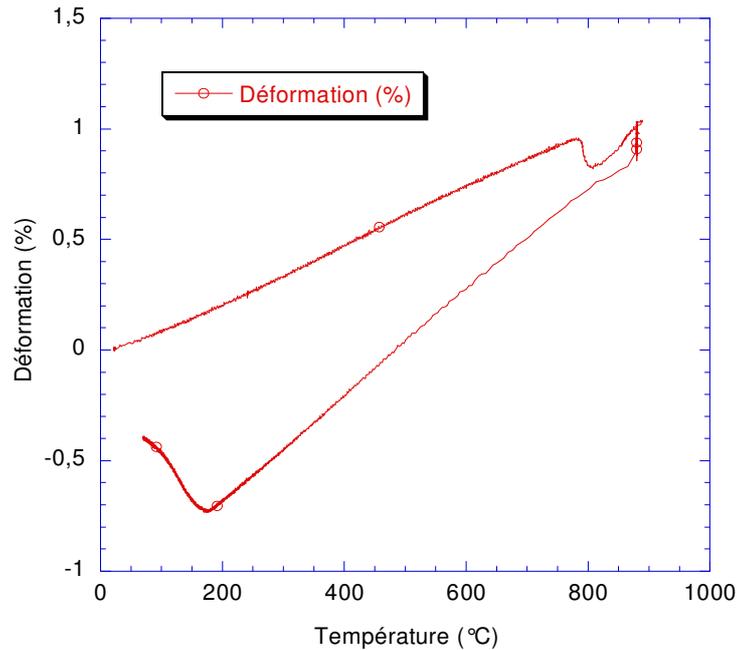


Figure 2.5 Courbe de déformation en fonction de la température lors du cycle d'austénitisation et de trempe

## II.4 Méthode de caractérisation thermomécanique

### II.4.1 Le DITHEM

Cette partie présente les techniques expérimentales employées lors de l'étude de caractérisation du comportement thermomécanique. Tous les cycles thermomécaniques ont été réalisés à l'aide d'une machine DITHEM (figure 2.6).

Le DITHEM est composé de trois parties : l'ensemble chauffage, l'ensemble refroidissement et la partie mécanique. Le DITHEM opère sous contrôle d'un ordinateur. Il exécute les programmes avec leurs configurations de pilotage tout en collectant les données en cours d'essai. Le DITHEM permet de créer un cycle thermomécanique quelconque par juxtaposition de segments de consigne. Chaque segment dispose de deux modes : consigne constante ou évolution linéaire.

Le chauffage de l'éprouvette se fait par induction avec un générateur HF. L'inducteur est placé directement autour de l'éprouvette. L'algorithme de régulation est de type PID avec un pas de temps de régulation de 10 ms. Le refroidissement est effectué par soufflage de gaz

Hélium U ou d'air sur l'éprouvette via des tiges de soufflage. L'éprouvette d'essai thermomécanique est présentée à la figure 2.7.

Dans la partie mécanique, la charge est imposée par un vérin hydraulique sous une pression d'huile de 200 bars. Le déplacement du vérin est mesuré par un capteur  $\pm 10$  cm. Le capteur de force est placé en tête de la chaîne mécanique et a une gamme de travail de 10 à 2000 daN.

Cette installation nous a permis d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques de la solution solide sursaturée en fonction de la précipitation développée lors de paliers isothermes à la température considérée et aussi après retour à température ambiante.

#### **II.4.2 Les cycles thermomécaniques imposés**

Deux types d'essais thermomécaniques ont été effectués : des essais de traction à température ambiante après revenu et des essais de traction à la température de revenu après revenu. Avant le traitement de revenu, toutes les éprouvettes sont trempées sur DCR après une austénitisation à 880°C pendant une heure. Pour obtenir une microstructure martensitique plus complète, certaines éprouvettes ont subi une trempe à l'azote liquide avant le revenu.

- **Traction à température ambiante après revenu**

Le cycle thermomécanique est schématisé sur la figure 2.8a. Il permet de caractériser le comportement mécanique de l'acier 80MnCr5 à température ambiante après les traitements de trempe et revenu. Le cycle thermique est composé d'un chauffage à 10°C/s jusqu'à la température de revenu suivi d'un maintien isotherme et d'un refroidissement rapide jusqu'à la température ambiante. L'essai mécanique se compose d'une précharge de 13 daN et d'une traction à la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  jusqu'à une déformation de 1,5%.



Figure 2.6 Simulateur thermomécanique DITHEM du LSG2M

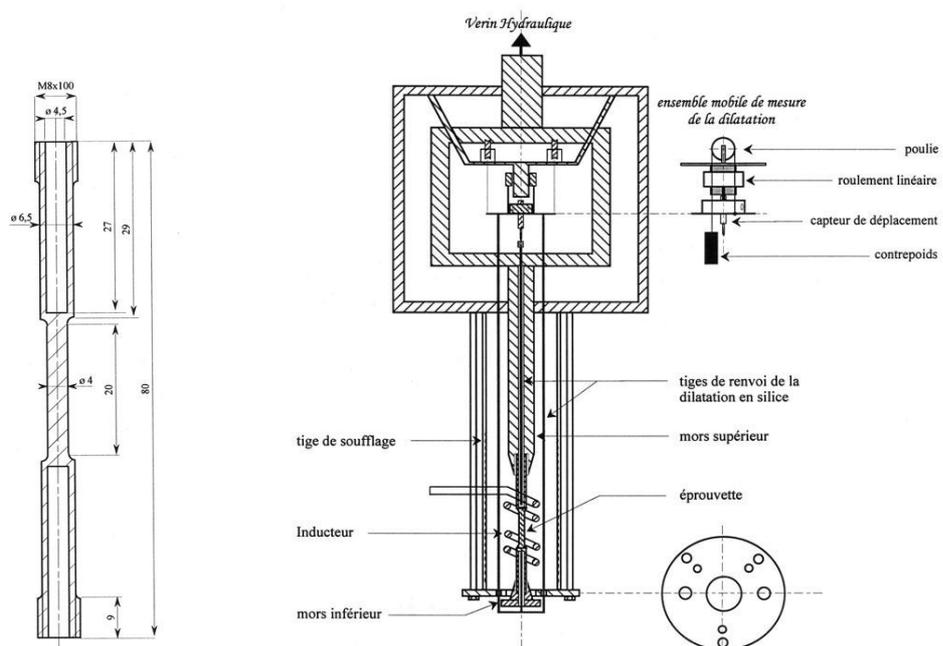
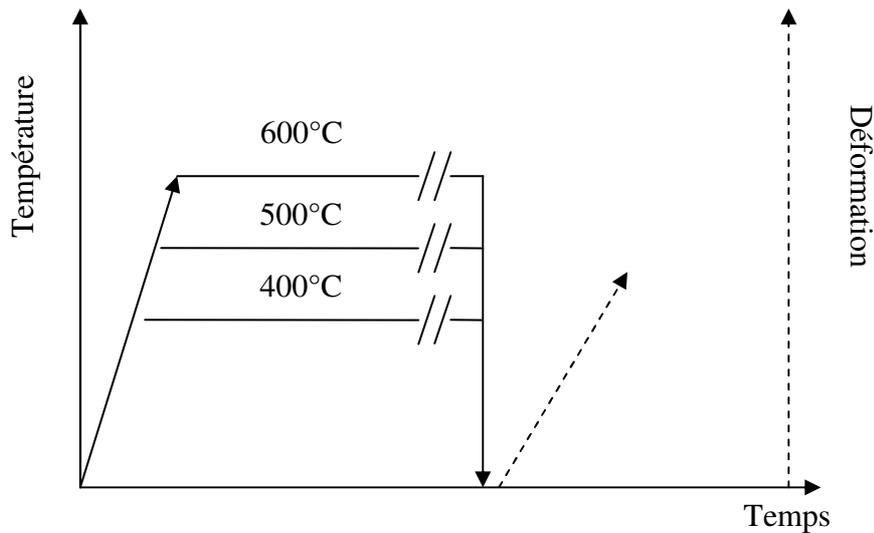
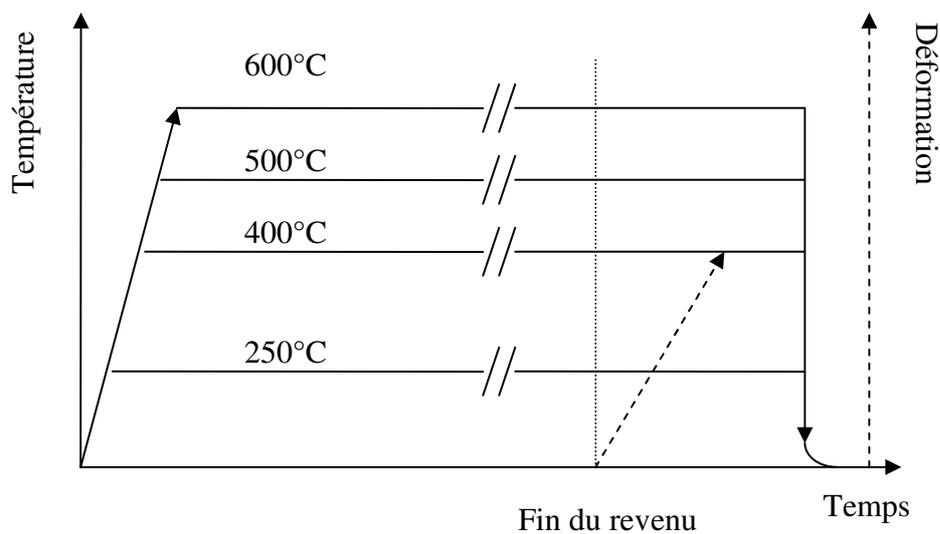


Figure 2.7 Schéma de l'éprouvette d'essai thermomécanique et de son installation sur DITHEM



(a) Traction à température ambiante après revenu



(b) Traction à haute température après revenu  
Figure 2.8 Schéma des cycles thermomécaniques

- **Traction à température de revenu après revenu**

Ce cycle thermomécanique (figure 2.8 (b)) vise à caractériser le comportement mécanique de l'acier 80MnCr5 pour différentes conditions de revenu (température, temps). Le cycle thermique est le même que précédemment. L'essai mécanique consiste en une précharge de 13 daN suivie d'une traction jusqu'à 1,5% de déformation. Il est réalisé à la température de maintien isotherme. Les vitesses de déformation sont de  $10^{-4}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Après traction, l'échantillon est refroidi rapidement jusqu'à la température ambiante.

## **II.5 Observation microstructurale**

### **II.5.1 Microscopie électronique à transmission**

L'observation des évolutions de la microstructure par microscope électronique à transmission a été effectuée sur un Philips CM200 opérant sous une tension d'accélération de 200 KV. La préparation des lames minces se déroule de la manière suivante :

- Découpe des échantillons de départ dans le plan médian des éprouvettes traitées.
- Amincissement mécanique par polissage jusqu'à une épaisseur de 30  $\mu\text{m}$  environ.
- Amincissement électrolytique sous double jet (appareil Struers) dans un bain composé comme suit : 25% en volume d'acide nitrique + 75% en volume de méthanol.

L'amincissement est opéré à une température d'environ  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Une différence de potentiel de 15 V est appliquée entre l'échantillon et les deux cathodes jusqu'à l'apparition d'un trou au centre du lame. L'arrêt intervient par contrôle automatique.

### **II.5.2 Analyse chimique quantitative par spectroscopie des rayons X en dispersion d'énergie**

Etant donné la faible taille des précipités, nous avons décidé d'utiliser le microscope électronique à transmission en mode "faisceau convergent" couplé au système EDS pour suivre l'évolution de leur composition chimique. Des analyses quantitatives de la composition des précipités et de la matrice ont été effectuées par spectroscopie aux rayons X en dispersion d'énergie (EDS) sur le Philips CM200 équipé d'un système « EDAX ». La zone analysée peut atteindre un diamètre de l'ordre de 10 nm environ. Les spectres EDS sont enregistrés sur une durée d'acquisition de l'ordre de 100 secondes.

Le traitement des données acquises consiste tout d'abord à identifier les raies du spectre à l'aide du logiciel «DX4 Material Thin » fourni avec le système. Pour ce faire, le logiciel compare les énergies cinétiques ( $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$ , etc.) des raies caractéristiques des éléments obtenus expérimentalement avec celles d'une table de référence issue de l'analyse d'échantillons standard. La quantification repose ensuite sur l'intégration des raies obtenues.

### **II.5.3 Mesure de la taille de précipité**

Les tailles des carbures sont mesurées manuellement directement sur les clichés de MET. 200 à 300 particules ont été mesurées pour chaque condition de revenu. En raison de leurs faibles dimensions et de leurs morphologies, les tailles des précipités du carbure epsilon et de la cémentite sont très difficiles à caractériser. Pour les particules du carbure epsilon et de la cémentite qui sont formées à une température inférieure à 500°C, on mesure la longueur et la largeur des précipités, ceux-ci présentant une morphologie en rubans pour le carbure epsilon et en bâtonnets pour la cémentite.

La taille moyenne est calculée par :

$$\bar{R} = \frac{\sum n_i R_i}{\sum n_i}$$

où  $n_i$  le nombre des particules avec un rayon  $R_i$ .

## **Chapitre III. Modélisation des évolutions des microstructures lors du revenu**

<b>III.1</b>	<b>Introduction .....</b>	<b>38</b>
<b>III.2</b>	<b>Théorie classique de la germination .....</b>	<b>38</b>
III.2.1	Aspect thermodynamique .....	38
III.2.1.1	Germination homogène .....	38
III.2.1.2	Germination hétérogène .....	40
III.2.1.3	Force motrice de germination .....	42
III.2.2	Aspect cinétique .....	47
III.2.3	Estimation des paramètres de germination des carbures $\epsilon$ et de la cémentite lors du revenu .....	48
<b>III.3</b>	<b>Croissance/dissolution des précipités dans l'alliage binaire.....</b>	<b>49</b>
III.3.1	Croissance/dissolution d'un précipité sphérique .....	49
III.3.2	Estimation des gradients de concentration aux interfaces .....	50
III.3.2.1	Effet Gibbs-Thomson .....	52
III.3.2.2	Influence de l'énergie élastique sur les concentrations interfaciales.....	54
III.3.2.3	Coalescence des précipités .....	57
<b>III.4</b>	<b>Croissance/dissolution des précipités dans l'alliage multiconstitué .....</b>	<b>58</b>
<b>III.5</b>	<b>Evolution d'une population de précipités .....</b>	<b>60</b>
III.5.1	Bilan de soluté .....	60
III.5.2	Bilan de précipités .....	61
<b>III.6</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>62</b>

## **III.1 Introduction**

Dans le chapitre I, nous avons présenté l'évolution microstructurale de la martensite lors du revenu. Rappelons que dans les aciers au carbone faiblement alliés, on rencontre principalement deux types de transformation : la précipitation des carbures epsilon et la précipitation de la cémentite concomitante à la dissolution des carbures epsilon. Nous présentons donc maintenant les différents éléments du modèle décrivant la germination, la croissance et la dissolution des deux familles de précipités, à savoir les carbures epsilon et la cémentite.

## **III.2 Théorie classique de la germination**

### **III.2.1 Aspect thermodynamique**

#### **III.2.1.1 Germination homogène**

D'après la théorie classique de la germination, les embryons formés par des fluctuations thermiquement activées ont la même structure, la même composition et les mêmes propriétés que la phase finale produite à l'échelle macroscopique. Lors de l'apparition d'une nouvelle phase, deux énergies tendent à s'opposer à sa formation : l'énergie d'interface et l'énergie élastique provenant de la déformation accompagnant le changement de structure. Ces deux contributions forment une barrière à la germination. En supposant que les précipités sont sphériques et que l'énergie d'interface précipité/matrice est indépendante de l'orientation cristallographique, c'est-à-dire isotrope, l'énergie de Gibbs de formation d'un embryon de rayon  $R$  s'écrit :

$$\Delta G = \frac{4}{3} \pi R^3 (\Delta G_v + \Delta G_e) + 4\pi R^2 \sigma \quad (3.1)$$

où  $\Delta G_v$  est la variation (négative dans un cas favorable) d'énergie de Gibbs chimique par unité de volume de précipité (ce qui constitue la force motrice de la germination),  $\Delta G_e$  est la variation d'énergie élastique par unité de volume de précipité, et  $\sigma$  l'énergie de l'interface précipité/matrice. Nous avons :

$$\Delta G_v = \frac{\Delta G_m}{V_m} \quad (3.2)$$

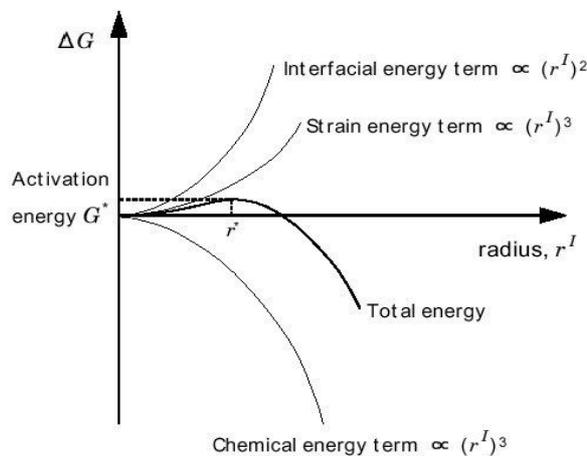
où  $\Delta G_m$  est la force motrice molaire d'origine chimique (que nous définirons par la suite) et  $V_m$  le volume molaire du précipité.

La figure 3.1 montre l'évolution de  $\Delta G$  avec la taille de l'embryon. Il existe un rayon critique  $R^*$  qui correspond au maximum de  $\Delta G$ , noté  $\Delta G^*$ . Ce terme représente la barrière énergétique à franchir pour la formation d'un germe. On obtient son expression par différenciation de l'équation (3.1) par rapport au rayon  $R$  :

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\sigma^3}{3(\Delta G_v + \Delta G_e)^2} \quad (3.3)$$

Le rayon critique s'écrit alors :

$$R^* = \frac{-2\sigma}{(\Delta G_v + \Delta G_e)} \quad (3.4)$$



**Figure 3.1** Variation de la différence d'énergie de Gibbs entre la phase fille et la phase mère en fonction de la taille du germe [CHRI75]

Les germes qui sont plus grands que  $R^*$  croissent, et dans le cas contraire, ils se dissolvent.

### III.2.1.2 Germination hétérogène

Dans le cas de la germination hétérogène, les germes se forment sur les défauts de la matrice : joints des grains, dislocations, etc. L'énergie libérée par le défaut sur lequel la germination a lieu, facilite cette dernière. L'énergie critique de germination est alors modifiée par rapport à celle de la germination homogène  $\Delta G^*$  et devient :

$$\Delta G^*_{het} = \xi \Delta G^* \quad (3.5)$$

où  $\xi$  est un facteur de correction :  $\xi=1$  pour la germination homogène et  $0 < \xi < 1$  pour la germination hétérogène.

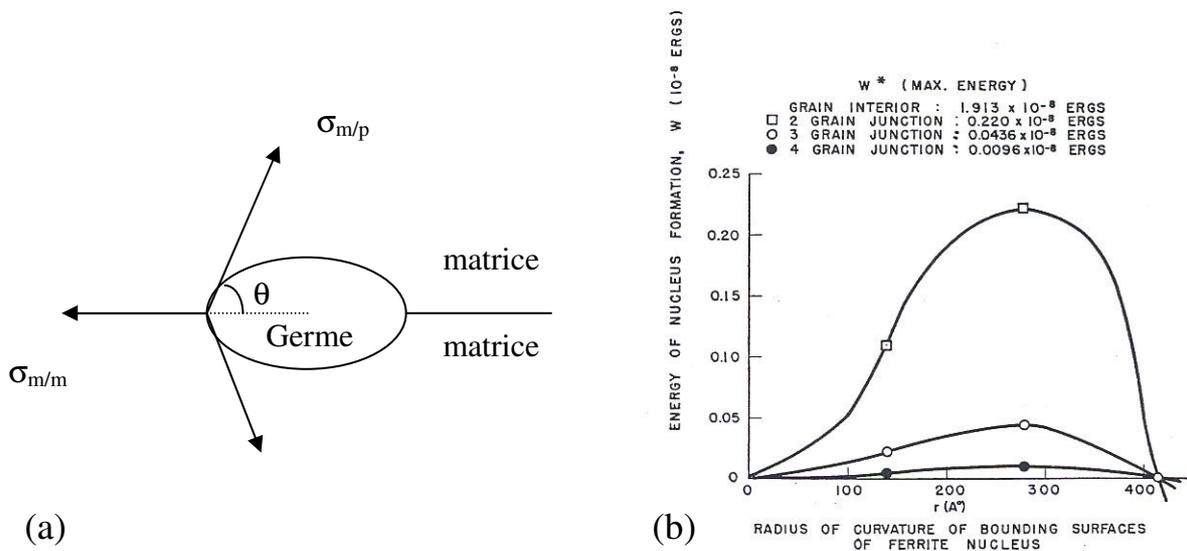


Figure 3.2 Germination hétérogène sur les joints des grains [CLEM55] : (a) Germe critique à un joint de grain ; (b) Energie critique en fonction de la forme du germe

Pour la germination hétérogène aux joints de grains,  $\xi$  est la fonction de mouillage  $f(\theta)$  qui dépend des énergies interfaciales en jeu par la loi de Young-Laplace (figure 3.2 (a)) [CLE55]. Outre le long d'un joint de grain, la germination peut avoir lieu aux joints triples ou quadruples. Les énergies critiques correspondant à ces différents cas sont comparées sur la figure 3.2 (b). Si la taille des germes critiques est relativement indépendante du type de

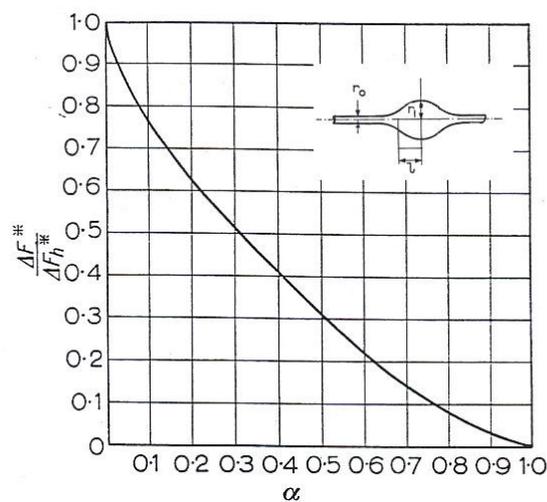
configuration, la barrière de germination est en revanche de plus en plus basse à mesure que la multiplicité du joint augmente.

Pour la germination sur les dislocations, le principal effet est la diminution de l'énergie élastique des dislocations. La figure 3.3 montre l'évolution de l'énergie critique pour la germination sur les dislocations en fonction du paramètre  $\alpha$ , croissant avec l'énergie élastique d'une dislocation de la manière suivante :

$$\alpha = \frac{2Af}{\pi\sigma^2} \quad (3.6)$$

où  $A = \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)}$  pour une dislocation coin et  $A = \frac{\mu b^2}{4\pi}$  pour une dislocation vis,  $f$  l'opposé de l'énergie de Gibbs de la phase fille et  $\sigma$  l'énergie d'interface.

Dans la plupart des cas,  $\alpha$  est compris entre 0,4 et 0,7. Dans notre cas, les précipités de cémentite germent de manière hétérogène sur les dislocations, aux joints de grains, ou encore aux interfaces des lattes de martensite lors du revenu de la martensite [CAHN83]. Il est donc très difficile d'estimer la contribution respective de ces différents sites à la germination. Ainsi, nous avons pris en compte ces effets de manière globale par le facteur  $\xi$ , qui sera un paramètre ajustable par rapport à la cinétique de transformation calculée.



**Figure 3.3 Rapport des énergies critiques pour la germination sur les dislocations et la germination homogène en fonction du paramètre  $\alpha$  [CAHN57]**

### III.2.1.3 Force motrice de germination

#### i. Contribution chimique

La force motrice de germination est calculée à partir des énergies de Gibbs des phases, comme l'illustre la figure 3.4, dans le cas d'un alliage binaire. La composition initiale de la matrice sursaturée est  $X_0$  et les compositions d'équilibre  $X_{eq}^m$  et  $X_{eq}^p$ , pour respectivement la matrice et le précipité, sont données par la règle de la tangente commune.

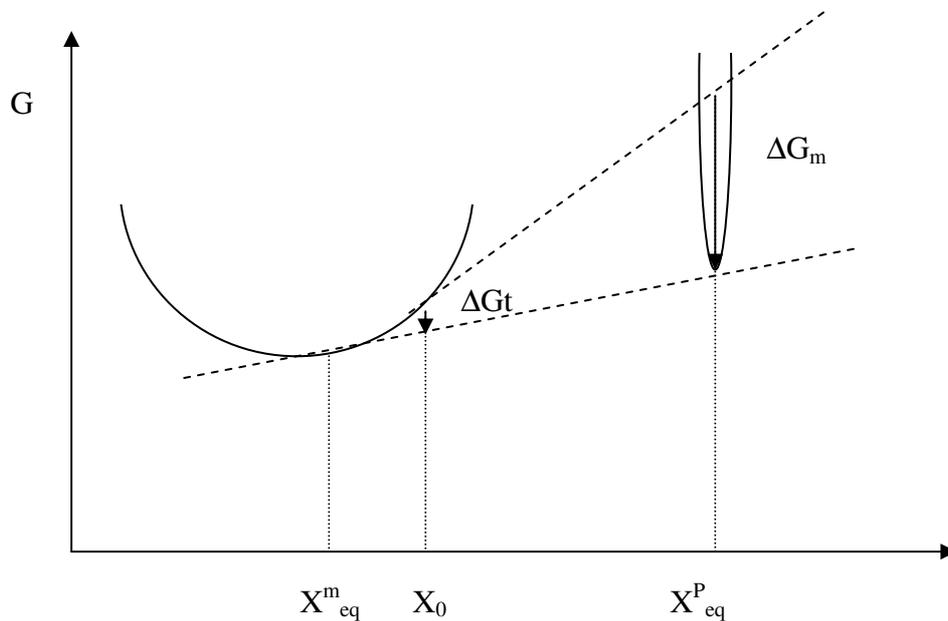


Figure 3.4 Energie de Gibbs molaire en fonction de la composition dans le cas d'un alliage binaire : énergies de Gibbs de germination  $\Delta G_m$  et de transformation  $\Delta G_t$

La force motrice de germination  $\Delta G_m$  est l'énergie stockée par le système pour la formation d'un germe ayant la composition d'équilibre  $X_{eq}^p$ . Elle est différente de  $\Delta G_t$ , la force motrice totale pour la transformation. En supposant que le précipité est stœchiométrique et que la matrice est une solution idéale, la force motrice de germination s'écrit [AARO70] :

$$\Delta G_m = RT \left( X_{eq}^p \ln \left( \frac{X_{eq}^m}{X_0} \right) + (1 - X_{eq}^p) \ln \left( \frac{1 - X_{eq}^m}{1 - X_0} \right) \right) \quad (3.7)$$

## ii. Contribution élastique

Nous avons mentionné précédemment que les carbures  $\epsilon$  précipitent dans la matrice martensitique de manière cohérente. Il est donc associé au processus une énergie de déformation élastique non négligeable que nous avons cherché à estimer.

Le problème est relativement complexe car, comme nous le verrons par la suite, les désaccords paramétriques (misfit) entre les deux phases sont fortement anisotropes et de surcroît, les propriétés élastiques des deux phases ne sont ni homogènes ni isotropes. Ce problème n'a pas de solution analytique et des calculs micromécaniques par éléments finis ont été entrepris [COGN03] pour calculer les champs de contraintes dans la matrice et le précipité, et ainsi obtenir l'énergie élastique. Au préalable, nous avons déterminé les misfits de la manière suivante.

Le carbure  $\epsilon$  a une structure hexagonale compacte, dont les paramètres de maille, selon la littérature [JACK55] sont :

$$\begin{aligned} a_{\epsilon} &= 2,73 \text{ \AA} \\ z_{\epsilon} &= 4,33 \text{ \AA} \end{aligned} \quad (3.8)$$

La martensite a une structure quadratique dont les paramètres de maille varient avec la concentration en carbone selon les relations suivantes [LIU91] :

$$\begin{aligned} a_{\alpha} &= 2,8664 - 0,0027X_C \text{ \AA} \\ c_{\alpha} &= 2,8664 + 0,0243X_C \text{ \AA} \end{aligned} \quad (3.9)$$

où  $X_C$  est le nombre d'atomes de carbone pour cent atomes de fer.

Les relations d'orientation cristallographique entre ces deux phases sont les suivantes :

$$(0001)_{\epsilon} // (011)_{\alpha}, (10\bar{1}1)_{\epsilon} // (101)_{\alpha}.$$

Nous avons déterminé les misfits  $\delta_1$ ,  $\delta_2$  et  $\delta_3$  en accolant le plan  $(0001)_{\epsilon}$  au plan  $(011)_{\alpha}$  conformément aux relations d'orientations (figure 3.5).

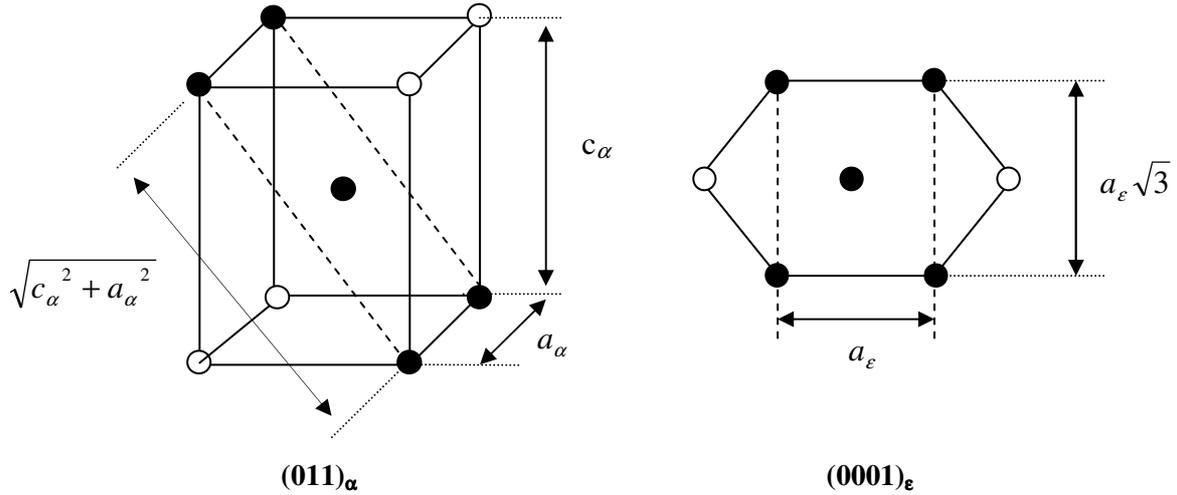


Figure 3.5 Arrangement des atomes de fer dans les plans  $(011)_\alpha$  et  $(0001)_\epsilon$

Ils s'expriment comme suit :

$$\begin{aligned} \delta_1 &= \frac{a_\epsilon - a_\alpha}{a_\alpha} \\ \delta_2 &= \frac{\sqrt{3}a_\epsilon - \sqrt{a_\alpha^2 + c_\alpha^2}}{\sqrt{a_\alpha^2 + c_\alpha^2}} \\ \delta_3 &= \left( z_\epsilon - \frac{2a_\alpha c_\alpha}{\sqrt{a_\alpha^2 + c_\alpha^2}} \right) / \frac{2a_\alpha c_\alpha}{\sqrt{a_\alpha^2 + c_\alpha^2}} \end{aligned} \quad (3.10)$$

Pour un acier à 0,8 wt% en carbone, nous pouvons donc ainsi déterminer les misfits :

$$\begin{aligned} \delta_1 &= -0,044 \\ \delta_2 &= 0,15 \\ \delta_3 &= 0,054 \end{aligned}$$

Pour calculer l'énergie élastique à l'aide du code de calcul SYSWELD, nous avons considéré une morphologie ellipsoïdale pour les carbures epsilon avec un rapport d'élanement de 3, estimé à partir des observations microstructurales.

Nous avons aussi fait l'hypothèse que le repère de l'ellipsoïde est confondu avec celui dans lequel ont été calculés les misfits (figure 3.6), le petit axe de l'ellipsoïde étant orienté dans la direction du misfit de plus grande amplitude  $\delta_2$  (cette condition revenant à minimiser l'énergie de déformation élastique). Concernant l'anisotropie des constantes élastiques, les modules de

rigidité correspondant à une structure cubique (fer pur) et à une structure hexagonale (carbure  $\epsilon$ ) ont été utilisés pour la martensite et le carbure  $\epsilon$  respectivement.

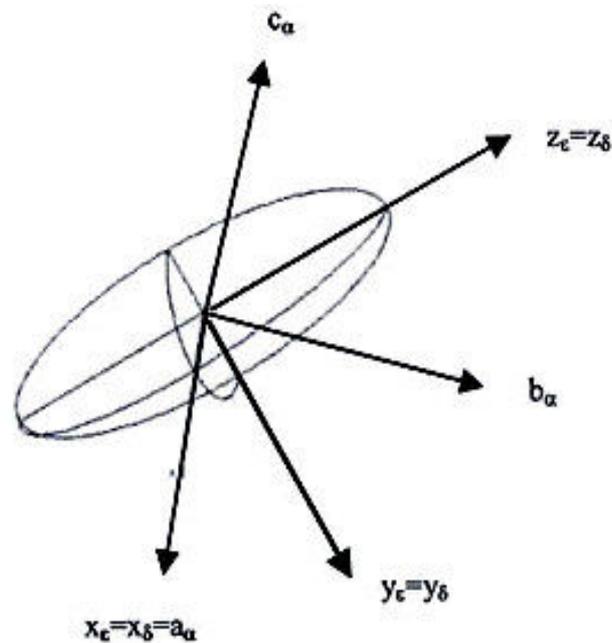


Figure 3.6 Repère associé à la morphologie du précipité.

A partir des champs de contrainte calculés dans le précipité et dans la matrice, nous avons ainsi déterminé que l'énergie élastique par unité de volume de précipité s'élève à  $790 \text{ MJ/m}^3$ .

Nous avons comparé cette valeur à celle obtenue à l'aide du modèle d'Eshelby dans sa version la plus élémentaire (précipité sphérique, misfit isotrope, élasticité homogène et isotrope) :

$$\Delta G_e = 2\mu\delta^2 \frac{1+\nu}{1-\nu} = \frac{E\delta^2}{1-\nu} \quad (3.11)$$

En choisissant  $E = 200\,000 \text{ MPa}$ ,  $\nu = 0,3$  et  $\bar{\delta} = \frac{\delta_1 + \delta_2 + \delta_3}{3} = 0,053$ , on trouve une valeur très proche  $\Delta G_e = 802 \text{ MJ/m}^3$ .

Ainsi, quelle que soit la façon de calculer l'énergie élastique, nous obtenons des niveaux de contrainte internes très élevés, voire irréalistes, et par conséquent une énergie élastique très élevée, supérieure à la force motrice chimique de germination pour le carbure epsilon.

La raison principale en est qu'il peut y avoir d'autres modes d'accommodation du misfit que la déformation élastique [GERH74]. En particulier, Taylor et al [TAYL89] ont montré que le carbure epsilon possède une fine structure interne qui permettrait un mode d'accommodation à plan invariant minimisant l'énergie élastique. Brown [BROW75] a quant à lui étudié la relaxation des contraintes lors de la précipitation des carbures  $\epsilon$  et proposé une zone plastique autour de chacun des précipités diminuant manifestement la déformation élastique due au misfit. Il explique également la diminution d'énergie élastique par accommodation sur les plans basaux des carbures.

En fait, nous avons vu dans le premier chapitre que les carbures epsilon germent de préférence dans des zones riches en carbone formées par une décomposition spinodale. La composition de ces zones est approximativement  $\text{Fe}_8\text{C}$ ,  $\text{Fe}_6\text{C}$  ou  $\text{Fe}_4\text{C}$ . Dans ces zones, la structure quadratique centrée provient de la déformation de la structure cubique centrée par l'occupation de certains sites octogonaux par les atomes de carbone.

En supposant que le carbure epsilon germe sur  $\text{Fe}_6\text{C}$ , nous avons recalculé les misfits à partir des nouveaux paramètres de maille  $a_\alpha$  et  $c_\alpha$  obtenus avec l'équation 3.16 :

$$\delta_1 = -0,029$$

$$\delta_2 = 0,098$$

$$\delta_3 = 0,012$$

Ainsi, la nouvelle énergie élastique estimée avec le modèle d'Eshelby (avec un misfit moyen de  $\bar{\delta} \approx 0,025$ ) vaut  $\Delta G_e = 193 \text{ MJ/m}^3$ , inférieure cette fois à la force motrice chimique de germination. Nous avons utilisé cette valeur dans nos calculs.

### **iii. Energie d'interface précipité/matrice**

Les interfaces entre deux phases solides sont généralement classées en trois catégories : cohérentes, semi-cohérentes, et incohérentes. La valeur d'énergie d'interface varie entre 30 et 200  $\text{mJ/m}^2$  pour les interfaces cohérentes et peut atteindre de 500 à 1000  $\text{mJ/m}^2$  pour les interfaces incohérentes. On parle d'interface cohérente lorsqu'il y a continuité de tous les plans cristallins d'une phase à l'autre. Le désaccord paramétrique entre les deux réseaux

cristallins est à l'origine des contraintes qui élèvent l'énergie totale du système. Quand le misfit est suffisamment important, des dislocations peuvent apparaître à l'interface pour relaxer l'énergie élastique : l'interface est alors semi-cohérente. Lorsque le misfit est très grand, l'interface peut devenir complètement incohérente.

De fait, l'estimation de la valeur d'énergie d'interface est la difficulté principale dans l'application de la théorie classique de la germination, notamment parce qu'à l'état solide, l'énergie d'interface dépend de la taille du précipité et, qui plus est, de l'orientation de l'interface. Ces informations ne sont généralement pas accessibles. Nous avons donc utilisé une valeur constante dans nos calculs.

Pour les carbures  $\epsilon$ , nous avons choisi une valeur de  $50 \text{ mJ/m}^2$ , en accord avec la nature cohérente de l'interface; pour la cémentite, la valeur d'énergie d'interface varie beaucoup suivant les auteurs :  $740 \text{ mJ/m}^2$  [CAHN83],  $1000 \text{ mJ/m}^2$  [DONG03],  $2000$  à  $2500 \text{ mJ/m}^2$  [CHIO03]. Nous avons choisi la valeur de  $740 \text{ mJ/m}^2$  pour nos calculs.

### III.2.2 Aspect cinétique

D'après la théorie classique de la germination [RUSS70], le flux de germination se formule sous la forme :

$$J = \frac{dN}{dt} = (N_{tot} - N)Z\beta^* \exp\left(-\frac{\Delta G^*_{eff}}{kT}\right) \exp\left(-\frac{\tau}{t}\right) \quad (3.12)$$

où  $Z$  le facteur de Zeldovich,  $\beta^*$  le nombre d'atomes ajoutés par seconde au germe,  $N_{tot}$  la densité de sites de germination totale,  $N$  la densité de sites déjà occupés par des germes,  $\Delta G^*_{eff}$  l'énergie critique de germination,  $k$  la constante de Boltzmann,  $T$  la température, et  $\tau$  le temps d'incubation.

$Z$  et  $\beta^*$  s'expriment comme [ROBS04] :

$$Z = \frac{V_a \Delta G_v^2}{8\pi \sqrt{\sigma^3 kT}} \quad (3.13)$$

$$\beta^* = \frac{16\pi\sigma^2 DX_0}{\Delta G_v^2 a^4} \quad (3.14)$$

où  $D$  est le coefficient de diffusion de soluté dans la matrice,  $a$  la distance de saut atomique, que l'on prend généralement égale au paramètre de maille de la matrice,  $X_0$  la composition nominale de la matrice, et  $V_a$  le volume atomique des atomes dans la matrice.

Le temps d'incubation s'exprime comme [ROBE04]:

$$\tau = \frac{8kT\sigma a^4}{V_a^2 \Delta G_v^2 DX_0} \quad (3.15)$$

Parce que le temps d'incubation pour les carbures dans le cas du revenu de la martensite est de l'ordre de  $10^{-9}$  s à température ambiante, ce terme est négligé lors du calcul.

### **III.2.3 Estimation des paramètres de germination des carbures $\epsilon$ et de la cémentite lors du revenu**

D'après la littérature, les carbures epsilon se forment dans les zones riches en carbone de la matrice martensitique [TAYL89]. Comme ces zones sont très petites et distribuées uniformément dans la martensite, nous avons supposé que les particules du carbure epsilon germent de manière homogène. Pour une germination homogène, le nombre de sites de germination est assimilé au nombre d'atomes par unité de volume. Sachant qu'une mole représente  $N_A=6,02 \times 10^{23}$  atomes et que le volume molaire du carbure  $\epsilon$  est de  $V_\epsilon=1,75 \times 10^{-5} \text{ m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  [AUBR98], le nombre total de sites de germination vaut [DESC99] :

$$N_{tot}^\epsilon = \frac{N_A}{V^\epsilon} = \frac{6,02 \times 10^{23}}{1,75 \times 10^{-5}} = 3,5 \times 10^{28} \text{ m}^{-3} \quad (3.16)$$

En revanche, dans le cas de la cémentite, la germination est certainement hétérogène [TMAI73, DAIG82] : le nombre de sites de germination dépend des défauts rencontrés dans la matrice (dislocation, joint de grains, joint de lattes, etc.). D'après la littérature [HOU89, HOFF97], la densité de dislocations dans la martensite est d'environ  $10^{16} \text{ m}^{-2}$ . Le paramètre

de maille du fer étant de  $a=0.28\times 10^{-9}$  m, le nombre total de sites pour la germination de la cémentite peut être estimé à [DESC99] :

$$N_{tot}^{cem} = \frac{\rho}{a} = \frac{10^{16}}{0,28\times 10^{-9}} = 3,57\times 10^{25} m^{-3} \quad (3.17)$$

Cette densité de sites évolue avec la densité de dislocations en fonction de la température et du temps (5.21).

### **III.3 Croissance/dissolution des précipités dans l'alliage binaire**

#### **III.3.1 Croissance/dissolution d'un précipité sphérique**

Dans le cas de la croissance/dissolution d'une phase dans un système binaire, il faut considérer non seulement le transfert des atomes à travers l'interface, mais aussi la redistribution des deux espèces d'atome puisque la phase minoritaire a une composition différente de celle de la matrice. Quand la vitesse de traversée de l'interface par les atomes est beaucoup plus rapide que celle à laquelle ils y arrivent ou la quittent, la croissance/dissolution des précipités est contrôlée par la diffusion. Dans ce cas, les concentrations de soluté à l'interface sont maintenues à leurs valeurs d'équilibre.

Parce que les précipités sont généralement plus petits que la longueur caractéristique de diffusion, la concentration est souvent homogène dans les précipités et la précipitation est contrôlée par la diffusion chimique dans la matrice. La figure 3.7 illustre le profil typique de concentration en carbone lors de la croissance d'un carbure  $\epsilon$  ou d'un précipité de la cémentite :  $X^P$  est la concentration dans le précipité,  $X^c$  la concentration à l'interface du côté matrice correspondant à celle d'équilibre, et  $X^M$  la concentration moyenne dans la matrice sursaturée.

Dans le cas de la dissolution, le profil dans la matrice est inversé, le gradient de carbone à l'interface est négatif.

D'après la 1<sup>re</sup> loi de Fick, le flux de diffusion à l'interface est proportionnel au gradient de concentration :

$$J = -D \left( \frac{\partial X}{\partial r} \right)_{r=R} \quad (3.18)$$

où  $D$  est le coefficient de diffusion du carbone dans la matrice à la concentration  $X^e$ .

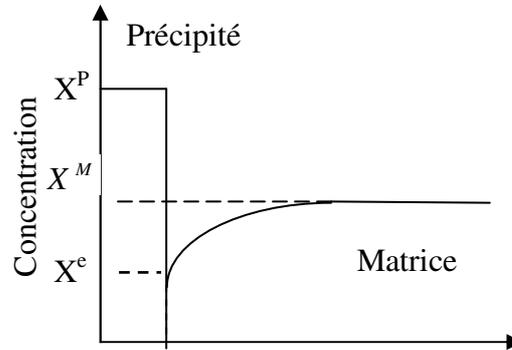


Figure 3.7 Profil schématique de composition en carbone autour d'un carbure qui croît

La conservation de chacune des espèces chimiques, notamment le carbone, à l'interface mobile conduit à l'égalité suivante entre le flux  $J$  et la vitesse d'interface  $dR/dt$  :

$$J = (X^e - X^P) \frac{dR}{dt} \quad (3.19)$$

Soit en combinant (3.18) et (3.19) :

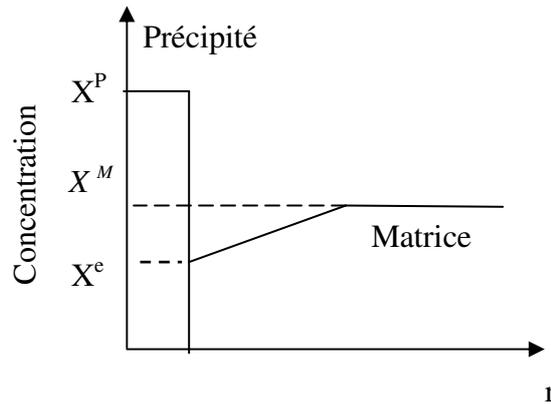
$$(X^P - X^e) \frac{dR}{dt} = D \left( \frac{\partial X}{\partial r} \right)_{r=R} \quad (3.20)$$

Pour calculer la cinétique d'évolution des précipités, il faut donc connaître ou estimer les gradients de concentration et les concentrations aux interfaces.

### III.3.2 Estimation des gradients de concentration aux interfaces

La façon la plus simple et immédiate d'estimer le gradient de concentration à l'interface d'un précipité en cours d'évolution consiste à supposer un profil linéaire comme représenté sur la figure 3.8. Cette solution, proposée par Zener dès 1949 [ZENE49] conduit à une cinétique de croissance parabolique en temps.

Une approximation meilleure, et la plus couramment utilisée dans les modèles de précipitation, repose sur la résolution de l'équation de Laplace  $\Delta C = 0$  dans la matrice. Cela suppose que le terme transitoire  $\partial C/\partial t$  reste négligeable, c'est-à-dire que la mobilité de l'interface n'a que peu d'influence sur le champ de diffusion du carbone. Cela suppose également que la diffusivité chimique du carbone est indépendante de la concentration.



**Figure 3.8 Approximation de Zener pour le profil de composition autour d'un précipité en cours de croissance**

Si l'on considère que le problème est à symétrie sphérique, et que la matrice environnant un précipité est une coquille sphérique de rayon intérieur égal au rayon du précipité et de rayon extérieur  $R_2$ , on obtient :

$$\frac{\partial X}{\partial r} = \frac{X_2 - X^e}{(1/R - 1/R_2)} \cdot \frac{1}{r^2} \quad (3.21)$$

Soit à l'interface :

$$\frac{\partial X}{\partial r} \Big|_{r=R} = \frac{X_2 - X^e}{1/R - 1/R_2} \cdot \frac{1}{r^2} \quad (3.22)$$

où  $X_2$  est la concentration sur le rayon extérieur  $R_2$ .

Pour les faibles fractions de précipités,  $R \ll R_2$  et :

$$\left( \frac{\partial X}{\partial r} \right)_{r=R} = \left( \frac{X^M - X^e}{R} \right) \quad (3.23)$$

sachant que  $X_2 = X^M$ , la concentration moyenne en carbone dans la matrice. Dans ce cas, la vitesse de croissance/dissolution d'un précipité est proportionnelle à la sursaturation adimensionnelle  $s$  de la matrice et inversement proportionnelle au rayon  $R$  du précipité :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{D}{R} s, \quad s = \frac{X^M - X^e}{X^P - X^e} \quad (3.24)$$

Comme dans le modèle de Zener, la croissance/dissolution suit une cinétique parabolique en temps.

### III.3.2.1 Effet Gibbs-Thomson

La courbure de l'interface des précipités joue un rôle important sur les compositions d'équilibre. L'augmentation de l'énergie de Gibbs due à cette courbure  $K$  est donnée par [CHRI75] :

$$(G_r^P - G_\infty^P) = \sigma \cdot K \cdot V_m^P \quad (3.25)$$

où  $G_r^P$  est l'énergie de Gibbs d'un précipité sphérique,  $G_\infty^P$  celle d'un précipité plan, et  $V_m^P$  le volume molaire de la phase fille. La figure 3.9 montre schématiquement cette différence d'énergie de Gibbs. On peut remarquer que la concentration d'équilibre du soluté dans la matrice augmente quand le rayon du précipité diminue.

Dans le cas d'un précipité sphérique de rayon  $R$ , la courbure est triviale :

$$K = \frac{2}{R} \quad (3.26)$$

D'après Christian [CHRI75], (3.25) se réduit à :

$$\mu_r^M - \mu_\infty^M \cong \sigma K V_m^P \left( \frac{1 - X_\infty^M}{X_\infty^P - X_\infty^M} \right) \quad (3.27)$$

où  $X_\infty^P$ ,  $X_\infty^M$  sont les concentrations du soluté à l'interface dans le précipité et la matrice respectivement, lorsque l'interface est plane,  $\mu_r^M$  et  $\mu_\infty^M$  sont les potentiels chimiques du soluté dans la matrice lorsque l'interface est respectivement courbée et plane.

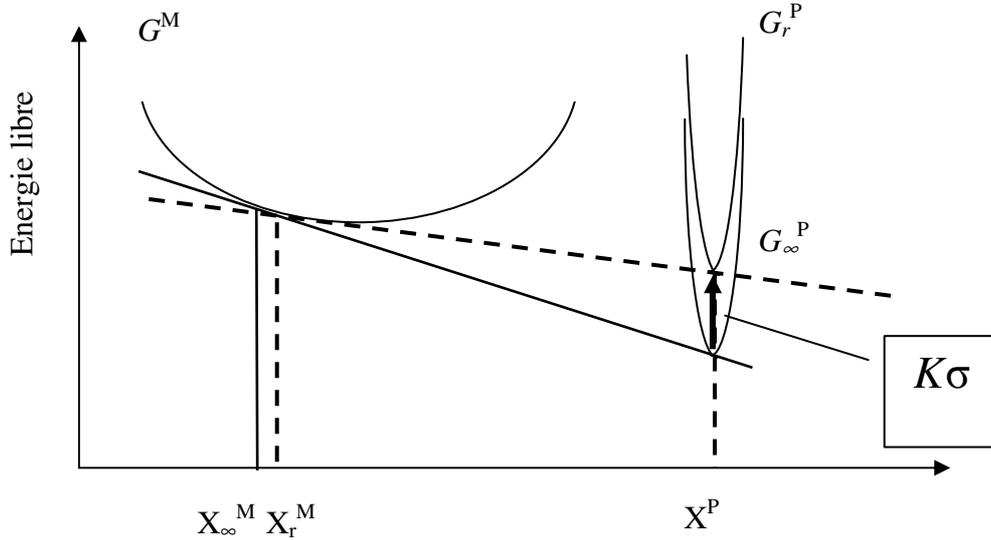


Figure 3.9 Influence du rayon de précipité sur l'équilibre entre le précipité et sa matrice

On peut exprimer les potentiels chimiques en fonction des concentrations, en supposant que les coefficients d'activité sont constants :

$$\mu_r^M - \mu_\infty^M \cong R_g T \ln \left( \frac{X_r^M}{X_\infty^M} \right) \quad (3.28)$$

où  $X_r^M$  est la concentration du soluté à l'interface dans la matrice pour une interface courbée.

En combinant (3.27) et (3.28), on obtient :

$$\ln \left( \frac{X_r^M}{X_\infty^M} \right) = \frac{2\sigma V^P}{R_g T R} \left( \frac{1 - X_\infty^M}{X_\infty^P - X_\infty^M} \right) \quad (3.29)$$

La concentration à l'interface dans la matrice s'exprime donc pour un précipité de rayon  $R$  par :

$$X_r^M = X_\infty^M \exp \left( \frac{\Omega}{R_g T R} \right), \quad \Omega = 2\sigma V^P \cdot \frac{1 - X_\infty^M}{X_\infty^P - X_\infty^M} \quad (3.30)$$

Nous avons comparé sur la figure 3.10 l'effet Gibbs-Thomson sur les carbures epsilon et la cémentite à différentes températures, avec les énergies d'interface discutées précédemment. On peut voir que pour les carbures  $\epsilon$ , l'effet Gibbs-Thomson est déjà négligeable lorsque les rayons sont supérieurs à 2 nm. En revanche, pour la cémentite, il est encore significatif pour des rayons de l'ordre de 10 nm.

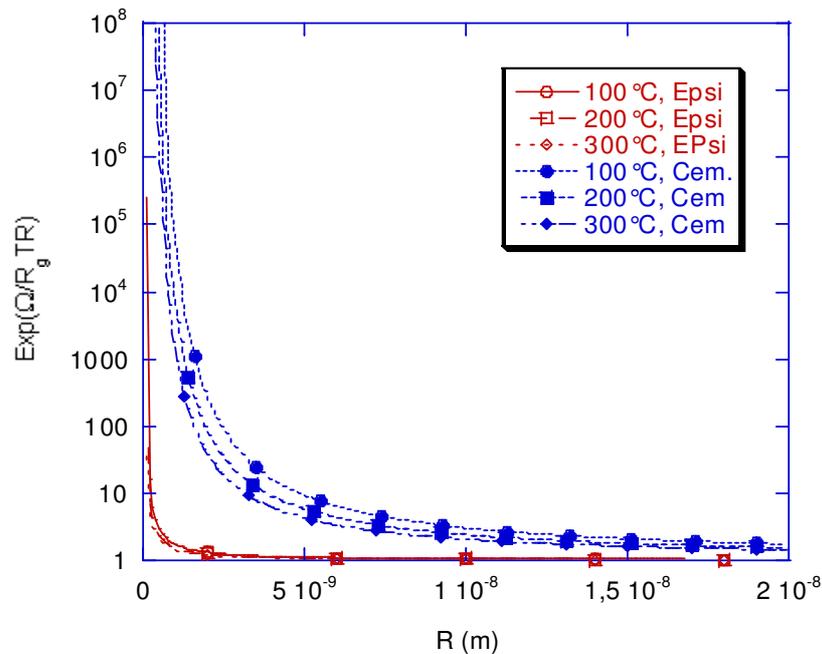


Figure 3.10 Effet Gibbs-Thomson en fonction du rayon des précipités pour trois températures

### III.3.2.2 Influence de l'énergie élastique sur les concentrations interfaciales

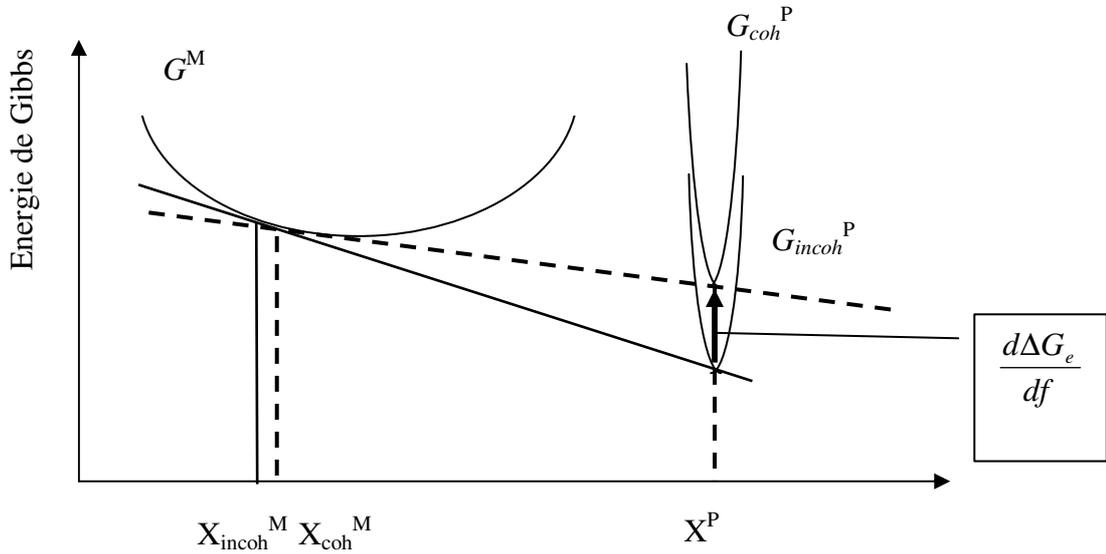
Dans le cas d'un précipité cohérent, l'énergie élastique due aux contraintes de cohérence affecte également les compositions d'équilibre des phases.

Le problème de l'équilibre des solides sous contraintes a été traité par différents auteurs [CAHN84, JOHN90, WILLI87]. Mais dans le cas général, ce problème est complexe, car il fait intervenir de manière critique la morphologie et la distribution des précipités, les interactions élastiques étant à longue portée.

Néanmoins, en supposant que les constantes élastiques sont homogènes, Williams [WILL87] a montré que le problème ne faisait plus intervenir que la fraction volumique  $f$  des précipités. En suivant Larché et Cahn [LARC78], on peut écrire la différence d'énergie de Gibbs entre précipités cohérent et incohérent de la manière suivante :

$$G_{cohé}^P - G_{incohé}^P = \frac{d\Delta G_e}{df} \quad (3.31)$$

où  $f$  est la fraction volumique de précipités.



**Figure 3.11** Variation d'énergie de Gibbs due à l'énergie élastique, pour une fraction de précipités donnée, donc une composition nominale fixée

La figure 3.11 expose schématiquement l'influence de l'énergie élastique sur l'équilibre entre les précipités et la matrice. Sur cette figure,  $\Delta G_e$  est l'énergie élastique due à la cohérence entre les précipités et la matrice,  $X_{incoh}^M$ ,  $X_{coh}^M$  la concentration du soluté dans la matrice en équilibre avec un précipité incohérent et cohérent respectivement,  $X^P$  la concentration du soluté dans le précipité.

En suivant la même démarche que pour l'effet Gibbs-Thomson, on obtient :

$$R_g T \ln \left( \frac{X_{coh}^M}{X_{incoh}^M} \right) = \left( \frac{d\Delta G_e}{df} \right) \frac{1 - X_{incoh}^M}{X_{incoh}^P - X_{incoh}^M} \quad (3.32)$$

Sur la base de la théorie d'Eshelby, Cahn et Larché [CAHN84] ont proposé une expression simple de l'énergie élastique par mole de précipité, fonction de la fraction volumique de précipités  $f$  :

$$\Delta G_e = f(1-f) \frac{V_m^P E \delta^2}{1-\nu}$$

On en déduit, par dérivation, le terme de droite de l'égalité (3.30) :

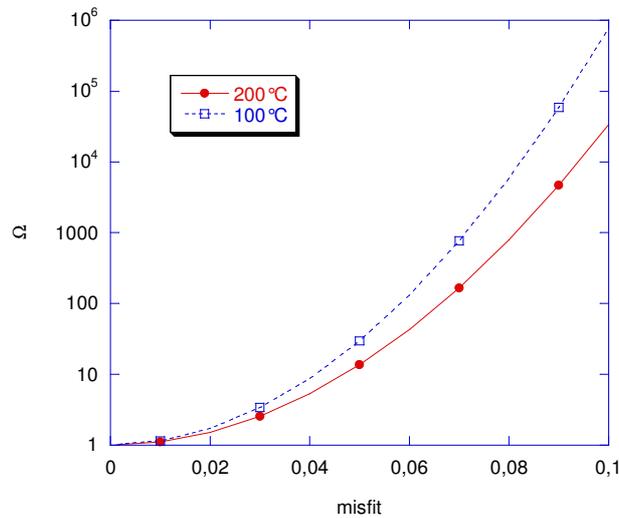
$$\frac{d\Delta G_e}{df} = (1-2f) \frac{V_m E \delta^2}{1-\nu} \quad (3.33)$$

où, rappelons le, E est le module de Young et  $\delta$  le misfit moyen entre le réseau du précipité et celui de la matrice. Finalement :

$$X_{coh}^M = X_{incoh}^M \Omega$$

$$\text{avec } \Omega = \exp\left(\frac{(1-2f)V_m E \delta^2}{R_g T(1-\nu)} \cdot \frac{1 - X_{incoh}^M}{X_{incoh}^P - X_{incoh}^M}\right) \quad (3.34)$$

Une estimation de la variation de composition engendrée dans le cas de la précipitation du carbure  $\epsilon$  à 100°C et 200°C en fonction du misfit est présentée sur la figure 3.12 pour une fraction volumique de 9%.



**Figure 3.12 Effet de l'énergie élastique en fonction du misfit sur la composition d'équilibre d'un carbure epsilon, pour une fraction volumique de 9%, et pour deux températures**

Quand on considère un précipité sphérique cohérent, et c'est le cas des carbures epsilon, il convient de prendre en compte à la fois l'effet Gibbs-Thomson et celui de l'énergie élastique. Si l'on choisit comme état de base des phases non contraintes séparées par des interfaces planes, on peut écrire :

$$\ln\left(\frac{X_{r-coh}^M}{X_{\infty-incoh}^M}\right) = \left(\frac{2\sigma V^P}{R_g TR} + (1-2f)\frac{E\delta^2 V_m}{(1-\nu)R_g T}\right) \left(\frac{1-X_{\infty}^M}{X_{\infty}^P - X_{\infty}^M}\right) \quad (3.35)$$

où  $X_{r-coh}^M$  est la concentration du soluté dans la matrice en équilibre avec un précipité sphérique cohérent, et  $X_{\infty-incoh}^M$  la concentration du soluté dans la matrice en équilibre avec un précipité plan et incohérent. Lorsque  $X_{\infty}^M \ll 1$ , on obtient :

$$X_{r-coh}^M = X_{\infty-incoh}^M \exp\left(\frac{2\sigma V_m}{X_{\infty}^P R_g TR}\right) \exp\left((1-2f)\frac{E\delta^2 V_m}{(1-\nu)R_g T}\right) \quad (3.36)$$

Ceci est l'expression que nous avons utilisée dans notre travail.

### III.3.2.3 Coalescence des précipités

Lorsqu'on est proche de l'équilibre thermodynamique, les forces motrices de germination et de croissance tendent vers zéro, alors que la fraction volumique de précipités tend vers sa valeur d'équilibre. On observe toutefois que la microstructure évolue, suite au phénomène de coalescence. Durant ce processus, le nombre de précipités décroît tandis que leur taille moyenne augmente. La force motrice de ce processus est la tendance du système à réduire son énergie libre en diminuant la surface totale des interfaces. En effet, lorsque la distribution en taille des précipités est polydispersée, ce qui est toujours le cas, il existe une distribution de concentrations interfaciales due à l'effet Gibbs-Thomson, qui s'étend de part et d'autre de la concentration moyenne de la matrice. Ainsi, des "micro-gradients" de concentration se mettent en place, comme le montre la figure 3.13, entre les plus gros précipités et les plus petits. Les gradients aux interfaces des plus gros précipités sont positifs dans les repères liés aux précipités : ils sont donc en situation de croissance. Au contraire, les gradients aux interfaces des petits précipités sont négatifs : ils sont en situation de dissolution.

Ce processus peut être décrit simplement par les équations précédentes dans la mesure où l'on gère une population de précipités aux tailles différentes.

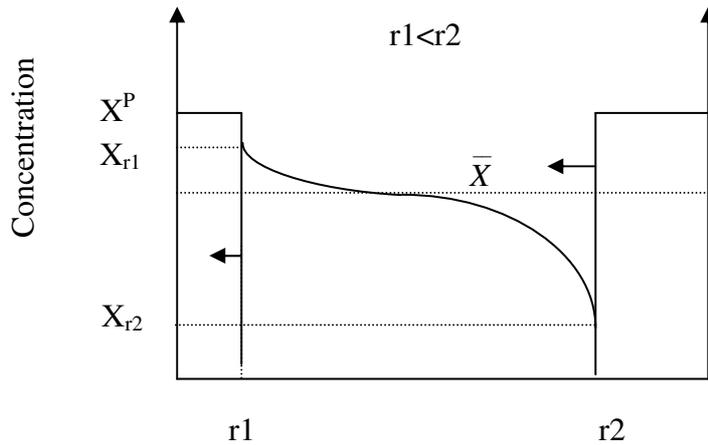


Figure 3.13 Profil de concentration entre deux précipités de tailles différentes pendant la coalescence

### III.4 Croissance/dissolution des précipités dans l'alliage multiconstitué

Nous avons vu au paragraphe précédent que pour décrire la cinétique de croissance/dissolution des précipités, nous avons supposé que l'interface restait en équilibre local, hypothèse raisonnable dans la plupart des cas. Pour un système binaire, les concentrations d'équilibre à l'interface sont données par le diagramme de phases, et ne sont donc pas des variables du problème de croissance. Mais dans un acier de nuance industrielle, il y a généralement de nombreux éléments d'alliages.

La donnée du diagramme de phases et de la température ne suffit pas à déterminer la conode opérative et les concentrations interfaciales. Dans ce cas, ces concentrations sont des variables du problème de croissance/dissolution. Ecrivons les équations de conservation à l'interface pour un alliage Fe-S-C où S est un troisième élément (généralement substitutionnel) :

$$(X_c^p - X_c^{int}) \frac{dr}{dt} = D_c \left( \frac{\partial X_c}{\partial r} \right)_{r=R} \quad (3.37)$$

$$(X_s^p - X_s^{int}) \frac{dr}{dt} = D_s \left( \frac{\partial X_s}{\partial r} \right)_{r=R}$$

où  $X_i^{int}$  est la concentration à l'interface de l'élément  $i$  dans la matrice, les gradients de concentration étant eux-mêmes fonction des concentrations d'interface.

Lorsque les coefficients de diffusion sont différents, ce qui est généralement le cas lorsqu'on a à la fois des éléments interstitiels (C, N, etc.) et des éléments substitutionnels (Cr, Mn, etc.), les deux équations précédentes ne peuvent pas être satisfaites simultanément, si l'on utilise la composition d'équilibre donnée par la conode passant par la composition nominale de l'alliage.

Pour résoudre ce problème, Coates [COAT73] a établi une méthode qui permet de déterminer l'équilibre local en cours de croissance dans un alliage multiconstitué.

La figure 3.14 illustre cette méthode : la conode opérative, différente de celle qui passe par la composition moyenne de l'alliage, permet de minimiser le gradient de carbone et de maximiser celui de l'élément de substitution pour compenser son faible coefficient de diffusion.

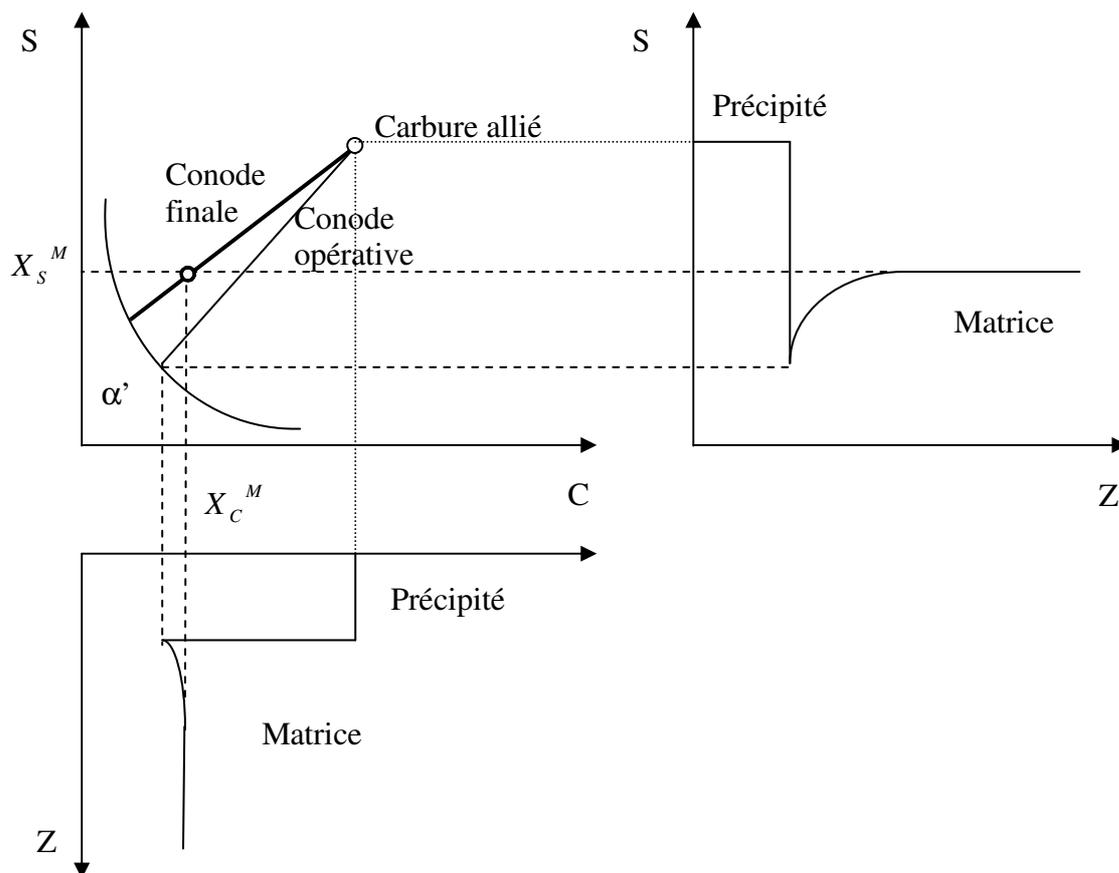


Figure 3.14 Choix de la conode opérative au cours de la croissance d'un carbure allié contrôlée par la diffusion rapide du carbone et celle lente de l'élément substitutionnel S

Dans le cas d'un acier contenant plus de trois éléments, la représentation graphique de la méthode de Coates est malaisée, voire impossible. Néanmoins, elle revient à résoudre le système d'équations suivant, en ayant supposé que les gradients à l'interface sont inversement proportionnels au rayon :

$$\begin{cases} \frac{dR}{dt} = \frac{D_i}{R} \left( \frac{X_i^M - X_i^{\text{int}}}{X_i^P - X_i^{\text{int}}} \right) \\ \prod_i (X_i^{\text{int}})^{X_i^P} = K(T) \end{cases} \quad (3.38)$$

où  $i$  correspond aux éléments d'alliage et  $K(T)$  est le produit de solubilité du carbure supposé stœchiométrique, corrigé de l'effet Gibbs-Thomson et de l'influence de l'énergie élastique. On obtient ainsi la vitesse d'évolution du rayon et les contributions à l'interface du côté de la matrice.

### III.5 Evolution d'une population de précipités

Pour gérer une population de précipités aux caractéristiques différentes, la taille notamment, nous avons choisi de suivre une méthode par classe qui nécessite de résoudre les équations de conservation du soluté et des particules.

#### III.5.1 Bilan de soluté

La conservation de chacun des éléments d'alliage permet de calculer l'évolution de la composition moyenne de la matrice. En effet, au cours du revenu, les solutés se répartissent entre la matrice et les précipités. On peut donc écrire la fraction de précipités  $f^P$  de la manière suivante :

$$f^P = \frac{X_i^0 - X_i^M}{X_i^P - X_i^M} \quad (3.39)$$

où  $X_i^0$  est la concentration nominale de l'élément  $i$ ,  $X_i^P$  celle des précipités, et  $X_i^M$  la concentration moyenne de la matrice.

où encore :

$$X_i^M = \frac{X_i^0 - X_i^P f^P}{1 - f^P} \quad (3.40)$$

Cette relation peut être étendue à un système comprenant plusieurs types de précipités. Dans le cas de la précipitation des carbures  $\epsilon$  et de la cémentite nous avons :

$$X_C^M = \frac{X_C^0 - X_C^\epsilon f^\epsilon - X_C^{cem} f^{cem}}{1 - f^\epsilon - f^{cem}} \quad (3.41)$$

où  $f^\epsilon$ ,  $f^{cem}$  sont les fractions de carbures epsilon et de cémentite respectivement,  $X_C^0$  la composition nominale en carbone,  $X_C^\epsilon$  et  $X_C^{cem}$  les concentrations en carbone des carbures epsilon et de la cémentite respectivement.

### III.5.2 Bilan de précipités

En considérant la densité de précipités comme une fonction continue du rayon, le bilan de précipités, c'est-à-dire l'évolution de la distribution, s'exprime de la manière suivante [MYHR00] :

$$\frac{\partial N}{\partial t} = -\frac{\partial \left( N \frac{dR}{dt} \right)}{\partial R} + J \quad (3.42)$$

où  $N$  est la densité des précipités et  $J$  le taux de germination.

On peut intégrer numériquement l'équation 3.42 par la méthode des différences finies. Le schéma de discrétisation en taille de la dérivée première est un schéma du premier ordre dit "upwind". Le schéma de discrétisation temporelle est un schéma de type Euler implicite.

La valeur typique des classes de taille employée pour discrétiser les distributions est de 1 nm. La valeur typique de pas de temps utilisée dans nos simulations est de l'ordre de  $10^{-3}$  s. Nous avons choisi ces valeurs par une étude de sensibilité des résultats obtenus à celles-ci.

A partir de la connaissance de la distribution totale des précipités, il est très facile de déduire les grandeurs moyennes nécessaires au bilan global de soluté, à savoir le rayon moyen et la fraction volumique de précipités.

Le rayon moyen des précipités est simplement :

$$R_m = \frac{1}{N} \int_0^{\infty} R \frac{dN}{dR} dR = \frac{\sum N_i R_i}{\sum N_i} \quad (3.43)$$

où  $i$  est le nombre de classes de la distribution de précipités,  $N_i$  le nombre de précipités dans la classe  $i$ , et  $R_i$  le rayon des précipités de la classe  $i$ .

La fraction volumique de précipité est quant à elle calculée par :

$$f_v = \int_0^{\infty} \frac{4}{3} \pi R^3 N dR = \sum \frac{4}{3} \pi R_i^3 N_i \quad (3.44)$$

### **III.6 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons développé un modèle pour décrire la précipitation des carbures pour l'alliage Fe-C binaire et pour l'alliage multiconstitué lors du revenu. Nous avons décrit la germination, la croissance et la dissolution des deux familles des carbures au cours de la décomposition de la martensite.

Pour la germination, nous avons utilisé la théorie classique. La thermodynamique et la cinétique de germination sont calculées en prenant en compte l'effet de l'énergie élastique et de l'énergie d'interface. Les paramètres de germination sont estimés pour les deux familles de carbures : epsilon et cémentite.

Nous avons décrit la croissance et la dissolution des précipités d'une part dans le système binaire et d'autre part dans le système multiconstitué. Dans le cas du système multiconstitué, une hypothèse d'équilibre local est posée pour déterminer la concentration à l'interface précipité/matrice. De plus, l'effet Gibbs-Thomson et l'influence de l'énergie élastique sont tous deux pris en compte dans le calcul.

### Chapitre III. Modélisation des évolutions des microstructures lors du revenu

Nous avons établi les équations de conservation des solutés et des particules dans l'alliage avec plusieurs carbures coexistants. Par ces équations, nous pouvons obtenir les évolutions des populations des carbures.

## **Chapitre IV. Application du modèle d'évolutions microstructurales au cours du revenu**

<b>IV.1</b>	<b>Introduction .....</b>	<b>66</b>
<b>IV.2</b>	<b>Alliage Fe-C .....</b>	<b>66</b>
IV.2.1	Description de l'équilibre thermodynamique et données d'entrée.....	66
IV.2.2	Résultats pour le revenu en conditions isothermes .....	69
IV.2.2.1	Revenu isotherme "instantané" .....	69
IV.2.2.2	Revenu isotherme après l'étape du chauffage .....	71
IV.2.3	Comparaison entre les résultats calculés et expérimentaux .....	74
IV.2.3.1	Chauffages continus.....	74
IV.2.3.2	Revenus en conditions isothermes .....	76
IV.2.4	Discussion .....	77
IV.2.4.1	Effet du pas de temps .....	77
IV.2.4.2	Effet du pas de rayon .....	78
IV.2.4.3	Effet de l'énergie d'interface du carbure epsilon.....	79
IV.2.4.4	Effet de l'énergie de déformation élastique .....	82
IV.2.4.5	Effet du nombre de sites de germination .....	84
IV.2.4.6	Effet du coefficient de diffusion .....	86
<b>IV.3</b>	<b>Alliage 80MnCr5 .....</b>	<b>88</b>
IV.3.1	Caractérisation expérimentale.....	88
IV.3.1.1	Cinétique de transformation au cours de revenus en chauffage continu .....	88
IV.3.1.2	Evolution de la microstructure pendant le revenu .....	90
IV.3.2	Application du modèle .....	99
IV.3.2.1	Force motrice pour la germination.....	99
IV.3.2.2	Composition d'équilibre ferrite-précipité .....	100
IV.3.3	Données d'entrée.....	102
IV.3.4	Résultats calculés et expérimentaux pour l'alliage 80MnCr5 .....	102
IV.3.4.1	Cinétiques des transformations en cours de chauffage .....	102
IV.3.4.2	Evolutions de microstructures lors de maintiens isothermes .....	104
<b>IV.4</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>111</b>

## **IV.1 Introduction**

Dans ce chapitre nous appliquons notre modèle d'évolution des microstructures au cours du revenu d'abord à un alliage binaire Fe-C, puis à un alliage multiconstitué, l'acier 80MnCr5. Cet acier a été choisi car il a déjà été l'objet de travaux antérieurs au laboratoire [MILL99].

Les équations et hypothèses du modèle ont été développées dans le chapitre précédent. Ici, nous présentons en plus la description des équations thermodynamiques dans chaque cas d'application et les données d'entrée du modèle. Nous détaillerons ensuite nos résultats.

Dans le cas de l'alliage Fe-C, nous comparerons nos résultats à des résultats expérimentaux issus de la littérature et nous mènerons une analyse de sensibilité de nos résultats aux données d'entrée du modèle. Pour l'alliage 80MnCr5, les résultats calculés seront confrontés à nos résultats expérimentaux que nous décrirons au préalable.

## **IV.2 Alliage Fe-C**

### **IV.2.1 Description de l'équilibre thermodynamique et données d'entrée**

Pour calculer la force motrice de germination et la croissance, nous avons besoin de connaître les compositions d'équilibre de la matrice avec le carbure epsilon ( $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ ) d'une part et avec la cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) d'autre part.

#### **i Composition de la ferrite en équilibre avec le carbure epsilon**

Même si le carbure epsilon a été largement étudié dans la littérature, ses propriétés thermodynamiques ne sont pas très connues et les données de la littérature varient d'un auteur à l'autre.

Ainsi, J.F.Butler [BUTL66] a mesuré la solubilité du carbone dans la ferrite en équilibre avec le carbure epsilon à partir de courbes de cinétique de précipitation et a obtenu :

$$C \text{ (wt\%)} = 0,026\exp(-6800/RT) \quad (4.1)$$

où T est la température en degrés Kelvin. (L'énergie d'activation est donnée en cal.mole<sup>-1</sup>)

Mais ces mesures prennent implicitement en compte les effets de taille des particules et les effets élastiques liés à l'interface cohérente entre la matrice et le carbure epsilon, en particulier à basse température.

Pour notre part, nous avons estimé une solubilité limite du carbone "théorique" à partir des mesures issues de la littérature en extrayant à la fois l'effet Gibbs-Thomson et l'effet élastique à partir de l'équation 3.36.

$$X_{C-th}^M = \frac{X_{C-exp}^M}{\exp\left(\frac{2\sigma V_m^{eps}}{X^P R_g T R}\right) \exp\left((1-2f^{eps}) \frac{E\delta^2 V_m^{eps}}{(1-\nu)R_g T}\right)} \quad (4.3)$$

où E est le module Young, *f*, la fraction volumique de précipités,  $\delta$  le misfit entre le précipité et la matrice. *f* a été estimée approximativement par :

$$f^{eps} = \frac{X_C^0 - X_{C-exp}^M}{X_C^\epsilon - X_{C-exp}^M} \quad (4.4)$$

La figure 4.1 donne la courbe limite de solubilité théorique ainsi calculée pour le carbure epsilon et la comparaison avec la courbe expérimentale de Butler. Comme attendu, les écarts sont plus grands à basse température : le rapport  $X_{eq}/X_{exp}$  vaut en effet 96 à 50°C et 4,8 à 300°C.

## ii La composition de la ferrite en équilibre avec la cémentite

Nous avons choisi l'équation donnée dans la référence [CHIP72] :

$$\text{Log}[C] \text{ (ppm)} = (6,38-4040/T) \quad (4.5)$$

où T est température en Kelvin. Cette courbe limite de solubilité du carbone dans la ferrite en équilibre avec la cémentite est aussi représentée sur la figure 4.1.

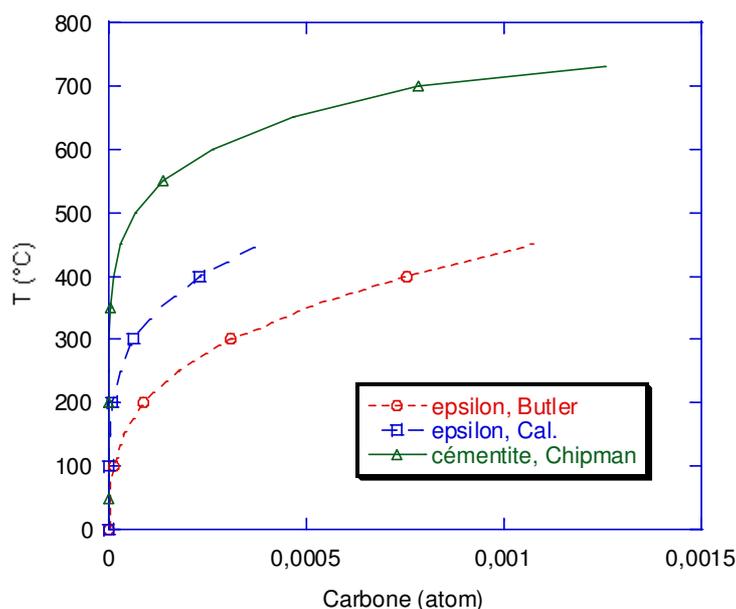


Figure 4.1 Limites de solubilité du carbone dans la ferrite en équilibre avec le carbure epsilon et la cémentite

Le tableau 4.1 donne tous les paramètres utilisés pour la simulation du revenu. Les valeurs de ces paramètres ont été tirées de la littérature ou bien estimées à partir de nos résultats calculés.

Tableau 4.1 Les paramètres pour le revenu de la martensite Fe-C

Energie d'interface du carbure epsilon	$\sigma_{\text{eps}}=0,05 \text{ J/m}^2$
Misfit entre carbure epsilon /martensite	$\delta=0,026$
Nombre de sites de germination pour epsilon	$N_{\text{totale}}^{\text{eps}}=3,5 \times 10^{28} \text{ \#/m}^3$
Volume molaire du carbure epsilon	$V_m^{\text{eps}}=1,71 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{mol}$
Energie d'interface de la cémentite	$\sigma_{\text{cem}}=0,74 \text{ J/m}^2$
Paramètre $\xi$ pour la germination hétérogène de la cémentite	$\xi=0,0035$
Nombre de sites de germination pour la cémentite	$N_{\text{totale}}^{\text{cem}}=3,57 \times 10^{25} \text{ \#/m}^3$
Volume molaire de la cémentite	$V_m^{\text{cem}}=2,33 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{mol}$
Coefficient de diffusion du carbone	$2,0 \times 10^{-6} \exp(-108 \text{ kJ}/R_g T) \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} *$

\*Nous considérons ici le coefficient de diffusion du carbone dans la martensite [LEME56]. La valeur de l'énergie d'activation est une valeur moyenne sur le domaine de composition de la martensite. Nous pouvons mentionner que le coefficient de diffusion du carbone est plus faible dans la martensite que dans la ferrite du fait de la distorsion de réseau.

## **IV.2.2 Résultats pour le revenu en conditions isothermes**

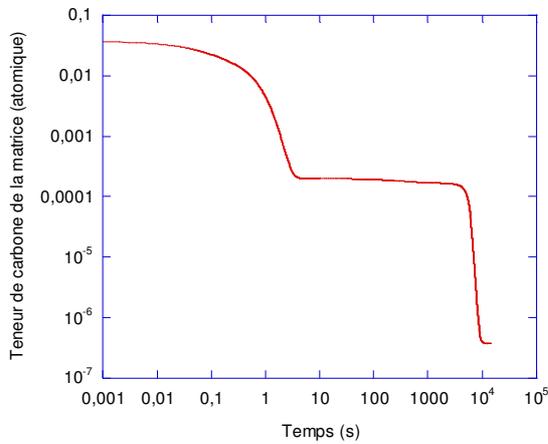
### **IV.2.2.1 Revenu isotherme "instantané"**

Pour analyser les différentes étapes de germination, croissance, coalescence et dissolution des précipités, nous avons d'abord appliqué le modèle au revenu en conditions isothermes de la martensite d'un alliage Fe-0,8wt%C à 250°C. Nous supposons que la microstructure initiale est totalement martensitique et que la température atteint 250°C instantanément. La figure 4.2 montre l'ensemble des résultats du calcul : l'évolution de la composition chimique de la matrice, les évolutions des tailles et des densités des carbures et des taux de germination pour les deux types de précipités (carbure  $\epsilon$  et cémentite).

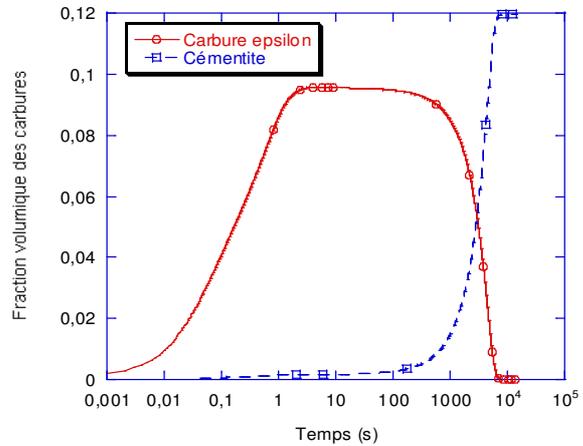
Sur la figure 4.2(a), on peut voir l'évolution de la composition moyenne de la matrice. Outre les deux plateaux de cette courbe, on peut relever que la teneur en carbone diminue au cours de précipitation des carbures. Le premier plateau à 0,0001 at%C environ, correspond à la composition d'équilibre entre la matrice et le carbure epsilon et le second plateau ( $10^{-6}$  at%C environ) correspond à la composition d'équilibre ferrite/cémentite. La figure 4.2 (b) donne l'évolution des fractions volumiques des deux carbures. Nous pouvons voir que la fraction volumique du carbure epsilon atteint sa valeur maximale en 5 secondes environ, alors que la teneur en carbone dans la matrice diminue jusqu'à la composition d'équilibre. Ensuite, en raison de la précipitation de la cémentite et du fait que la composition moyenne de la matrice devient inférieure à la composition d'équilibre à l'interface, il y a dissolution du carbure epsilon. Après un maintien de 10000s, le carbure epsilon a disparu et la fraction volumique de la cémentite atteint sa valeur maximale (12%). Il est intéressant de noter que la germination et la croissance des carbures  $\epsilon$  et de la cémentite démarrent en même temps (force motrice disponible) mais les vitesses de germination et de croissance de la cémentite sont beaucoup plus faibles que celles du carbure  $\epsilon$  (figure 4.2(d) et 4.2(e)).

La figure 4.2 (c) fournit les évolutions des tailles moyennes des carbures. Pour le carbure epsilon, on peut constater que la taille moyenne des particules augmente faiblement pendant la croissance puis plus fortement pendant la coalescence (à partir de 100s). Au début de la dissolution (à 4000s environ), la taille moyenne diminue légèrement, puis elle augmente continûment jusqu'à la fin de la dissolution où elle chute brutalement pour passer à zéro. Pour

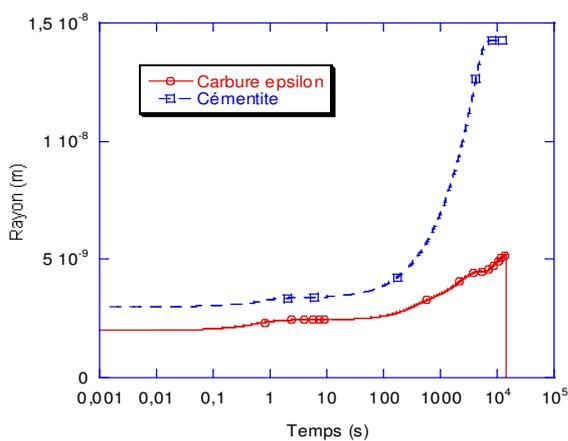
la cémentite, la taille moyenne augmente d'abord faiblement puis plus fortement durant les étapes de germination et de croissance pour atteindre 14 nm pour un revenu de 4h (14400s).



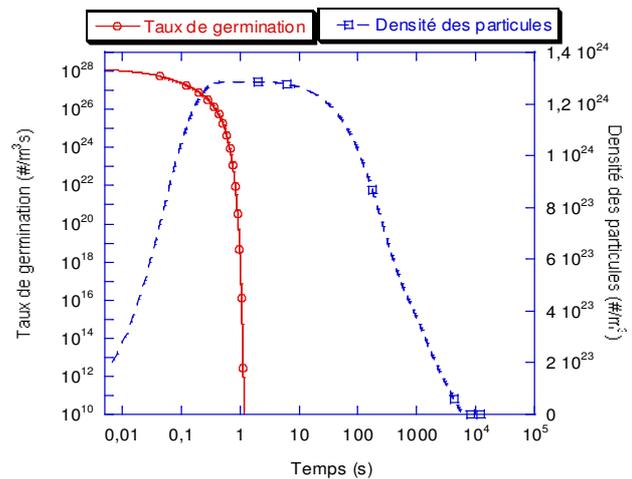
(a) Composition



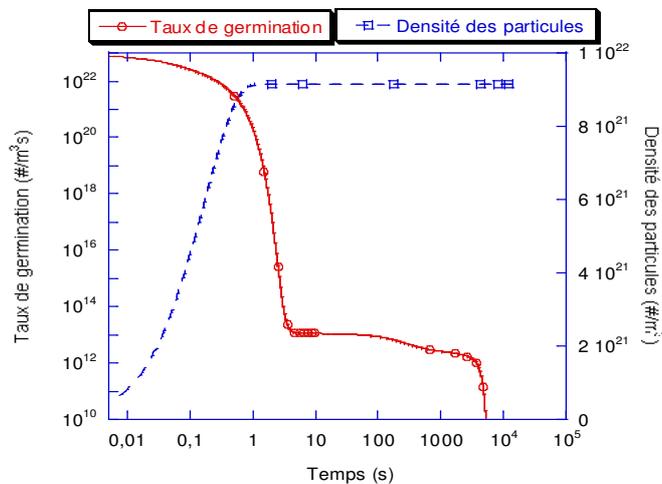
(b) Fraction volumique



(c) Rayon moyen des carbures



(d) Taux de germination et densité des carbures epsilon



(e) Taux de germination et densité de particules de cémentite

Figure 4.2 Résultats pour le revenu isotherme à 250°C (instantané)

Les courbes qui décrivent l'évolution de la densité des particules du carbure epsilon de la figure 4.2 (d) montrent bien les étapes de germination, de croissance (le plateau), de coalescence et de dissolution. Sur la figure 4.2 (e), on peut voir que la coalescence de la cémentite n'a toujours pas commencé après  $3 \times 10^4$  s.

La figure 4.3 (a) donne les distributions de tailles des particules du carbure epsilon. Nous pouvons clairement distinguer la diminution de la densité des carbures epsilon due à la coalescence et à la dissolution. Sur cette figure, on peut relever qu'avant 1000s, la distribution de tailles n'évolue pas beaucoup. Après 4 heures, la densité des particules a déjà nettement diminué et la largeur du domaine de tailles des particules a bien sûr augmenté.

Des distributions de taille typiques sont aussi obtenues pour la cémentite (figure 4.3 (b)) : la densité des particules diminue (particulièrement au début du revenu) et la distribution de tailles s'élargit au cours du revenu.

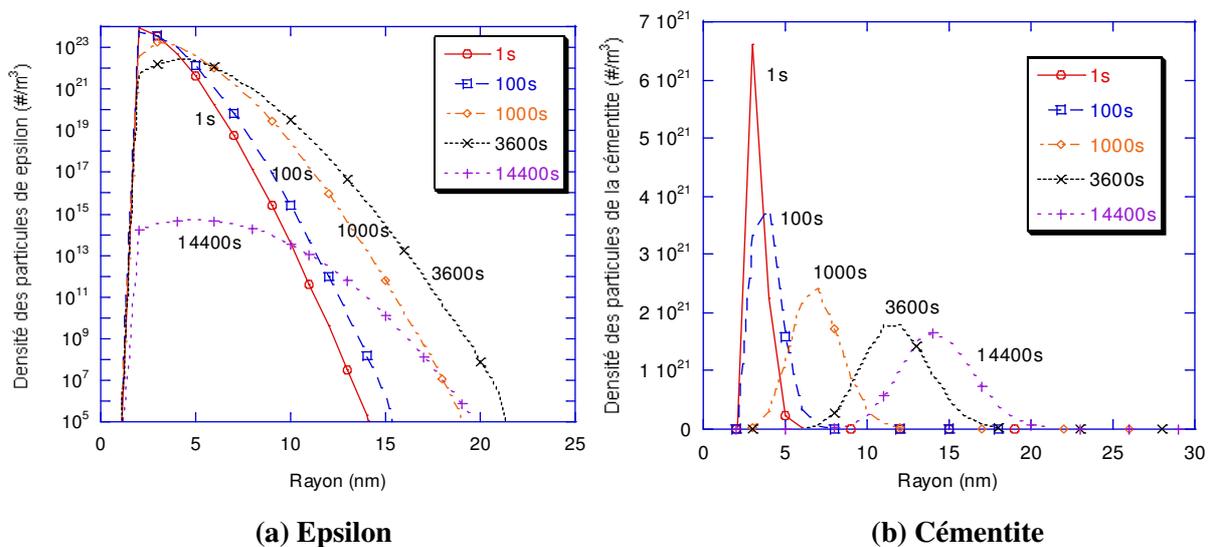
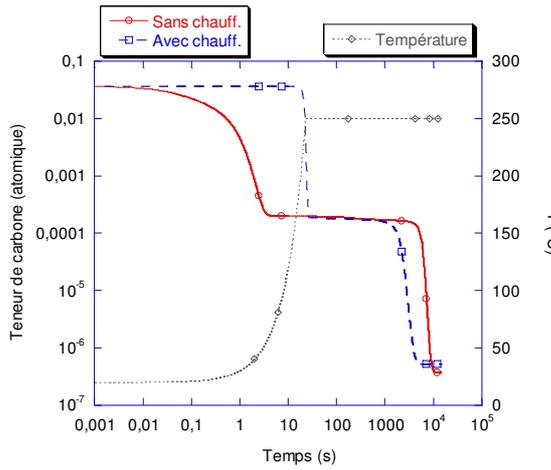


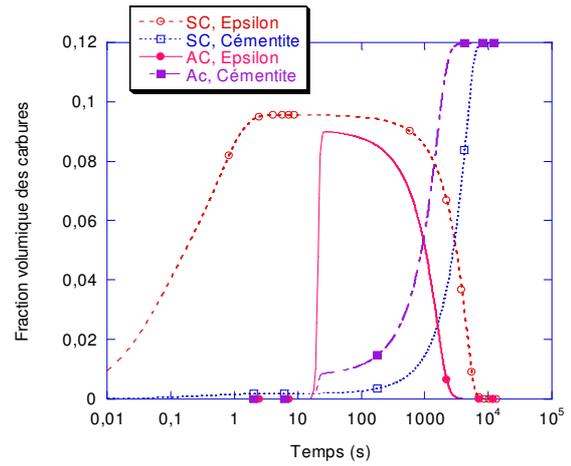
Figure 4.3 Evolution des distributions des carbures

#### IV.2.2.2 Revenu isotherme après l'étape du chauffage

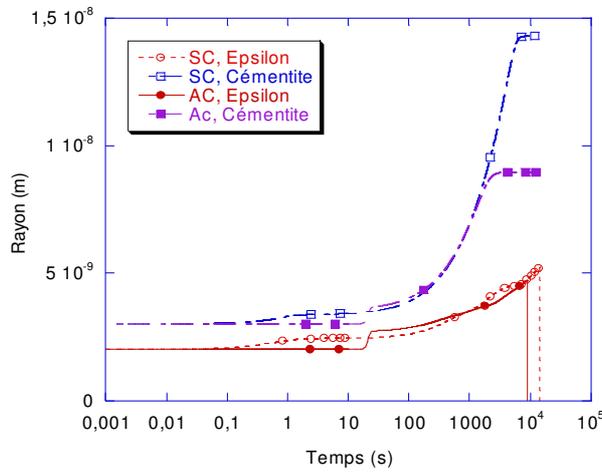
Nous avons décrit précédemment le cas d'un revenu instantané à haute température. Mais, dans la réalité, le chauffage n'est jamais instantané. Nous présentons ici les résultats pour un revenu à 250°C incluant un chauffage à 10°C/s entre la température ambiante et 250°C.



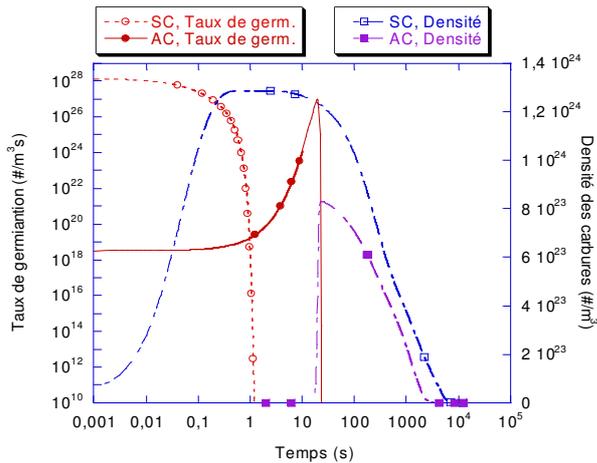
(a) Evolution de la composition



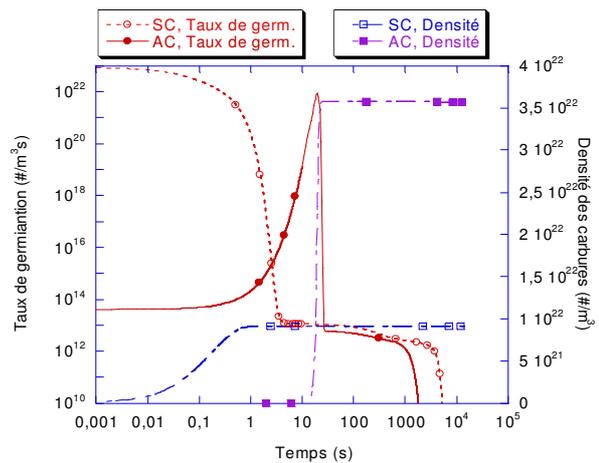
(b) Fraction volumique



(c) Rayons moyens des carbures



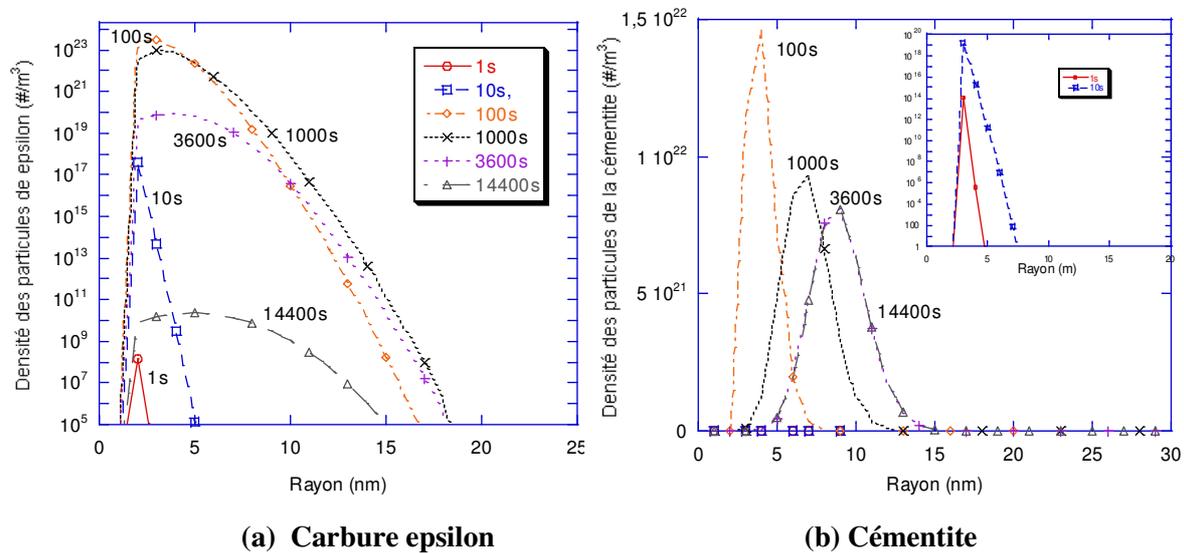
(d) Taux de germination et densité de particules de epsilon



(e) Taux de germination et densité de particules de cémentite

Figure 4.4 Comparaison entre le revenu isotherme à 250°C instantané et avec chauffage

Nous avons mené une comparaison entre les deux cas "sans chauffage" (SC) et "avec chauffage" (AC) sur la figure 4.4. La figure 4.5 montre les évolutions des distributions de tailles des particules de carbures dans le cas avec chauffage.



**Figure 4.5 Evolution des distributions des tailles des carbures dans le cas avec chauffage**

En raison des différences de cycle thermique, les évolutions de microstructure sont différentes dans les deux cas pendant la période de chauffage, mais également pendant le maintien isotherme (figure 4.4 (a) à (e)). Ainsi, dans le cas avec chauffage :

- La valeur maximale de la fraction volumique du carbure epsilon est plus faible
- La cinétique de précipitation de la cémentite est accélérée
- La densité de carbures epsilon est plus faible et la densité de particules de cémentite est plus élevée
- La taille moyenne de la cémentite est plus faible au début de la coalescence.

La comparaison des figures 4.3 et 4.5 laisse apparaître que les distributions de tailles du carbure epsilon ne changent pas beaucoup, alors que les distributions de tailles des particules de cémentite montrent plus de différences par rapport au cas sans chauffage.

Nous pouvons expliquer toutes ces différences par la précipitation compétitive des deux carbures. Dans notre modèle, le carbure epsilon et la cémentite germent simultanément. Donc, les atomes de soluté sont consommés par les deux carbures. Si la cinétique d'un carbure est

accélérée, la précipitation de l'autre s'en trouve ralentie. Ici, avec prise en compte du chauffage, la précipitation du carbure epsilon est freinée et donc le taux de germination de la cémentite est plus élevé à 250°C (figure 4.4 (e)), et il en résulte une précipitation rapide des particules de cémentite avec des densités de particules plus élevées et des tailles de particules plus faibles. Ces résultats établissent clairement que l'évolution des microstructures est fortement influencée par le cycle thermique imposé. Ceci est particulièrement net pour les revenus à basse température (200°C-300°C) ou pour les revenus de courte durée.

### **IV.2.3 Comparaison entre les résultats calculés et expérimentaux**

Pour valider notre modélisation, nous avons comparé nos résultats calculés avec des résultats expérimentaux de la littérature d'abord dans le cas de revenus en chauffage continu puis pour des revenus en conditions isothermes (en intégrant la phase de chauffage).

#### **IV.2.3.1 Chauffages continus**

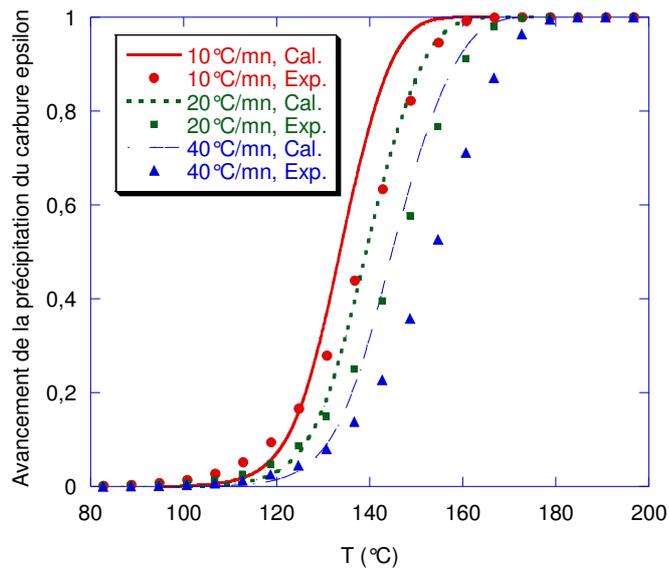
Nous avons appliqué notre modèle pour calculer la cinétique de précipitation des carbures epsilon et de la cémentite lors de chauffages continus à différentes vitesses : 10°C/min, 20°C/s, 40°C/s, en imposant une microstructure initiale composée de 100% de martensite. Les résultats sont comparés aux résultats expérimentaux issus de la littérature pour un acier Fe-1.1Cwt% [MITT88].

Les cinétiques calculées et expérimentales pour différentes vitesses de chauffage sont présentées sur la figure 4.6. Comme pour les résultats expérimentaux, le calcul prévoit bien un décalage des cinétiques de précipitation vers les plus hautes températures lorsque la vitesse de chauffage augmente. Mais il a tendance à surestimer les vitesses de précipitation par rapport à l'expérience tant pour la précipitation du carbure epsilon que pour la précipitation de la cémentite. Cette surestimation est plus importante dans le cas de la cémentite, excepté pour le chauffage à 40°C/min où la précipitation de la cémentite est correctement prédite.

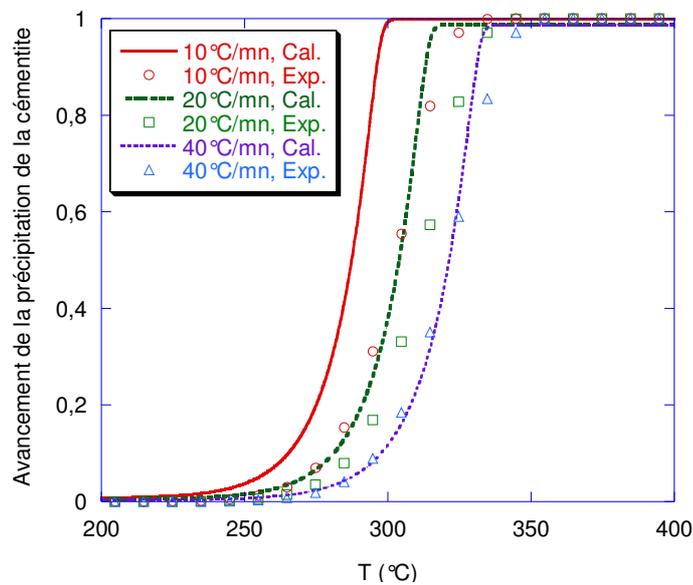
Nous avons attribué la surestimation des vitesses de précipitation essentiellement à une surestimation des vitesses de germination. En particulier, dans le cas de la cémentite, les différents sites de germination (aux joints de plaquettes et dans les plaquettes) peuvent être

activés plus progressivement que nous ne le décrivons dans le modèle. Nous reviendrons sur ce point par la suite.

Un autre point est que le coefficient de diffusion pris en compte dans nos simulations ne dépend pas de la microstructure de la matrice. En effet, le coefficient effectif de diffusion du carbone peut être plus faible quand la densité des dislocations diminue à plus haute température.



(a) Carbure epsilon



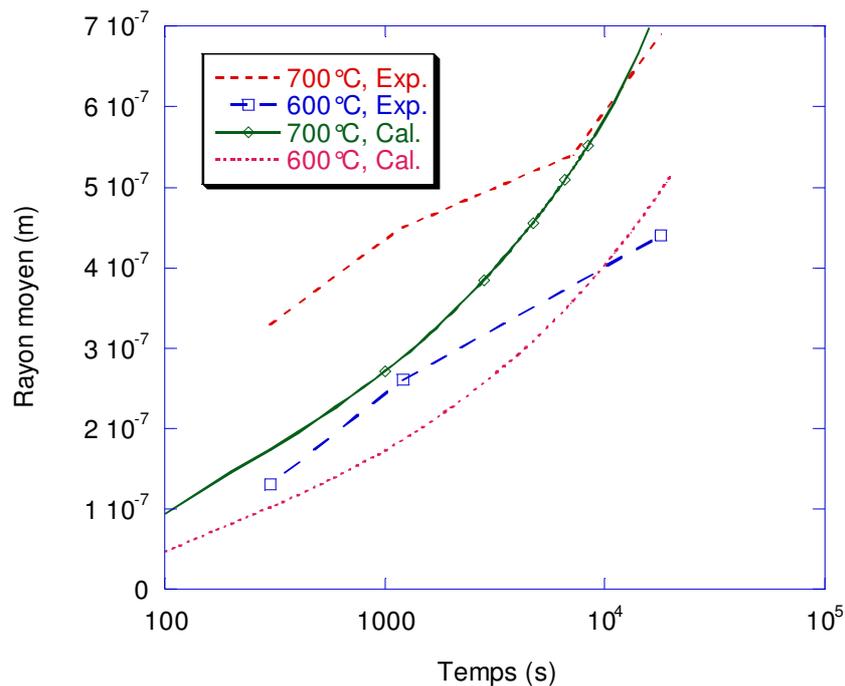
(b) Cémentite

Figure 4.6 Cinétiques de précipitation des carbures epsilon et de la cémentite lors du chauffage continu de la martensite d'un alliage Fe-1.1wt% C

### IV.2.3.2 Revenus en conditions isothermes

Nous avons aussi appliqué notre modèle au revenu de la martensite d'un alliage Fe-0.2Cwt% à 600°C et 700°C, car nous disposons dans ce cas de résultats expérimentaux extraits de la littérature relatifs aux évolutions des tailles des précipités [CARO72]. Une vitesse de chauffage de 10°C/s est utilisée lors de la simulation. La figure 4.7 montre les évolutions des rayons moyens de la cémentite calculés et mesurés en fonction du temps.

On peut constater que dans le cas du revenu à 600°C, les rayons moyens calculés et mesurés sont cohérents. Dans le cas du revenu à 700°C, nous pouvons relever un écart plus important au début du revenu. Cet écart peut être attribué à l'effet de la vitesse de chauffage que nous avons estimée pour les simulations. Après un maintien d'environ deux heures, il y a un bon accord entre la courbe calculée et les résultats expérimentaux.



**Figure 4.7 Evolution du rayon moyen de la cémentite calculé et mesuré pour les revenus à 600°C et 700°C de la martensite d'un alliage Fe-0.2Cwt%**

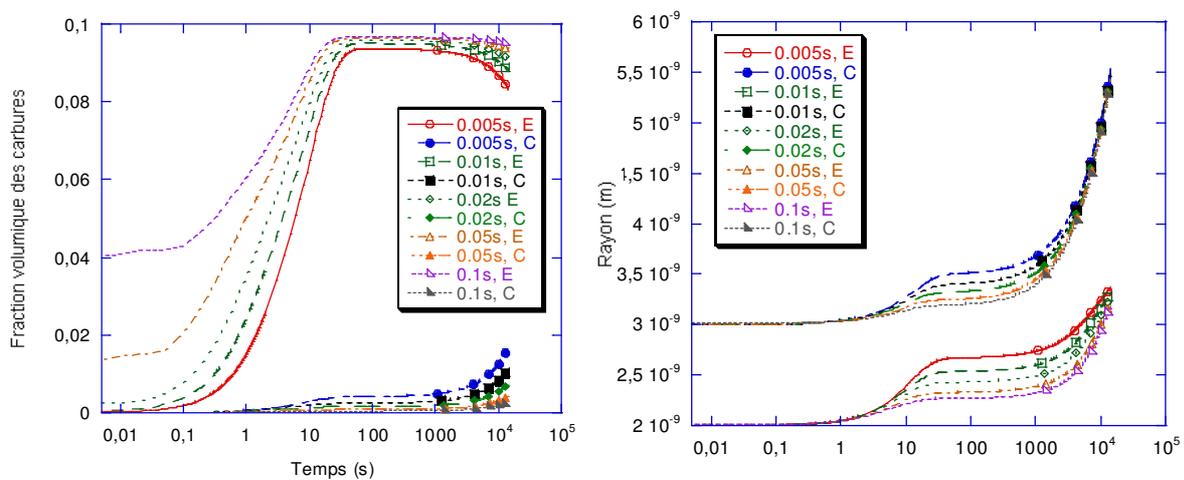
#### IV.2.4 Discussion

Pour simuler la précipitation lors du revenu, notre modèle requiert de nombreux paramètres physiques dont certains sont très difficiles à déterminer expérimentalement ou théoriquement. Ainsi, il nous a paru important d'étudier la sensibilité des résultats de nos calculs aux variations des données d'entrée. Les paramètres que nous avons choisis sont : l'énergie d'interface, l'énergie de déformation élastique, le nombre de sites de germination, le coefficient de diffusion pour le carbure epsilon. Nous analyserons auparavant l'influence de paramètres numériques : le pas de temps et le pas de rayon pour la discrétisation de la distribution de taille des précipités.

Tous les calculs ont été menés dans le cas d'un revenu à 200°C (avec chauffage instantané) pour l'alliage binaire Fe-0.8Cwt% constitué de martensite (sans austénite résiduelle). Les paramètres utilisés sont ceux indiqués dans le tableau 4.1, à l'exception du paramètre  $\gamma$  dont l'influence est discutée par la suite.

##### IV.2.4.1 Effet du pas de temps

Dans tout algorithme numérique, les résultats peuvent être affectés par la discrétisation temporelle utilisée. Nous avons choisi de tester cinq pas de temps : 0,005s, 0,01, 0,02s, 0,05s et 0,1s pour évaluer leur influence sur les résultats.



(a) Fraction volumique des carbures (b) Evolution du rayon moyen des carbures

Figure 4.8 Effet du pas de temps utilisé pour la simulation

La figure 4.8 montre les résultats obtenus pour ces différents pas de temps. Comme on s'y attendait, le pas de temps joue un rôle important sur les valeurs calculées des fractions volumiques de précipités et des tailles moyennes des précipités. Les écarts entre valeurs calculées diminuent quand le pas de temps diminue et sont déjà relativement faibles lorsque le pas de temps passe de 0,01s à 0,005s. Aussi, pour la suite de nos simulations, nous utiliserons un pas de temps de 0,005s qui nous permet de réaliser un bon compromis entre précision du résultat et temps de calcul.

#### IV.2.4.2 Effet du pas de rayon

Afin d'étudier l'influence du pas de rayon utilisé pour la discrétisation de la distribution de tailles des précipités, nous avons réalisé des simulations avec trois pas de rayon différents : 0,5nm, 1nm et 2nm.

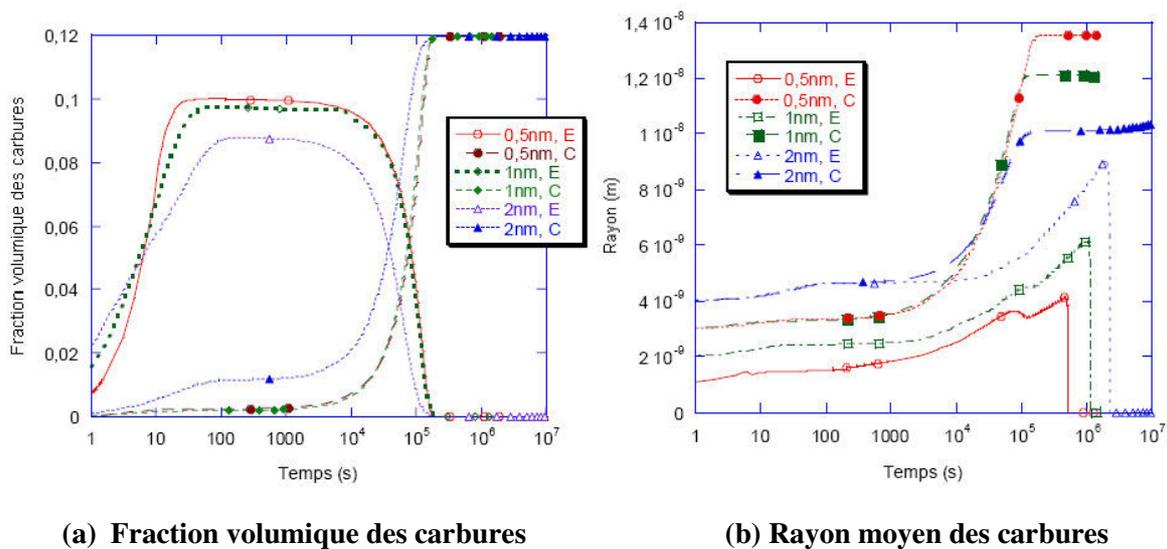


Figure 4.9 Evolution des résultats en fonction du pas de rayon

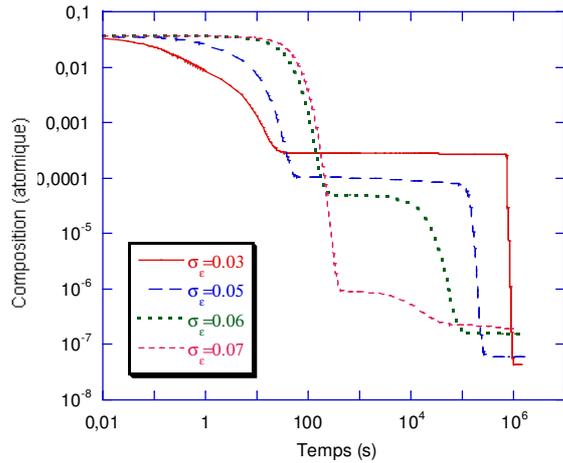
La figure 4.9 montre les résultats obtenus. On peut noter que plus le pas de rayon est faible, plus la taille moyenne des carbures epsilon est faible. Il en est de même pour la cémentite en début de revenu. Mais en fin de revenu, en raison des variations de taille plus importantes des particules de cémentite, les tailles moyennes simulées augmentent quand le pas de rayon diminue. Nos résultats calculés pour des pas de rayon de 0,5nm et de 1nm sont relativement proches et les écarts sont dans le domaine des incertitudes expérimentales. Aussi, pour les mêmes raisons que précédemment (compromis précision des résultats/temps de calcul) nous utiliserons une valeur de 1nm pour toutes nos simulations ultérieures.

#### **IV.2.4.3 Effet de l'énergie d'interface du carbure epsilon**

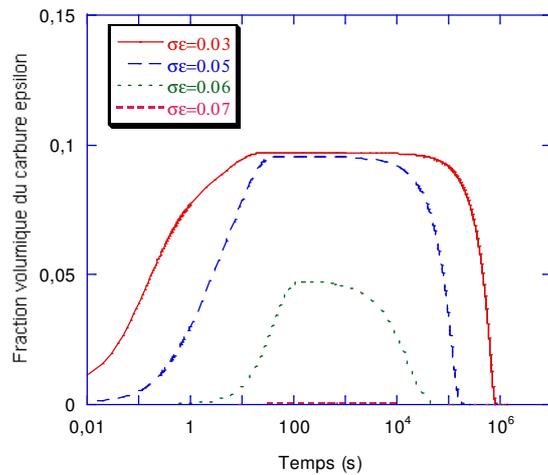
L'énergie d'interface précipité/matrice dépend essentiellement de la nature de l'interface. D'après la littérature, nous savons que l'énergie d'interface d'une phase cohérente se situe généralement entre 0 et  $0,2 \text{ J.m}^{-2}$  et dans nos simulations, nous avons choisi  $0,05 \text{ J.m}^{-2}$ . Pour en étudier la sensibilité, nous avons considéré les valeurs suivantes d'énergie d'interface du carbure epsilon :  $0,03 \text{ J.m}^{-2}$ ,  $0,05 \text{ J.m}^{-2}$ ,  $0,06 \text{ J.m}^{-2}$  et  $0,07 \text{ J.m}^{-2}$ .

Les résultats sont portés d'une part sur la figure 4.10 pour la composition moyenne de la matrice et la fraction volumique de précipité et d'autre part, sur la figure 4.11 pour les évolutions des densités des particules et de leurs rayons moyens. Comme attendu, lorsque l'énergie d'interface du carbure epsilon augmente, le taux de germination et la densité de particules du carbure epsilon diminuent (figure 4.11(a)), et la cinétique globale du carbure epsilon (fraction volumique en formation du temps, (figure 4.10(b)) est ralentie. Mais comme les précipitations du carbure epsilon et de la cémentite sont compétitives, on peut voir que la cinétique de précipitation de la cémentite est accélérée quand l'énergie d'interface du carbure epsilon augmente (figure 4.10(c)). En effet, lorsque la germination du carbure epsilon est retardée, moins d'atomes de carbone sont consommés et la force motrice de germination pour la cémentite devient plus élevée. Le cas extrême est celui où  $\sigma_{\text{eps}}=0,07 \text{ J.m}^{-2}$ . Dans ce cas, la précipitation de la cémentite a lieu avant celle des carbures epsilon qui est quasiinexistante. Il en découle que la variation de la teneur en carbone de la matrice est dans ce cas essentiellement liée à la précipitation de cémentite (figure 4.10). Pour  $\sigma_{\text{eps}}=0,03 \text{ J.m}^{-2}$ , la variation de teneur en carbone de la matrice se produit en deux étapes : la première qui correspond à la précipitation du carbure epsilon jusqu'à une composition de  $2 \times 10^{-4}$  (at% C) environ et la seconde qui correspond à la précipitation de la cémentite.

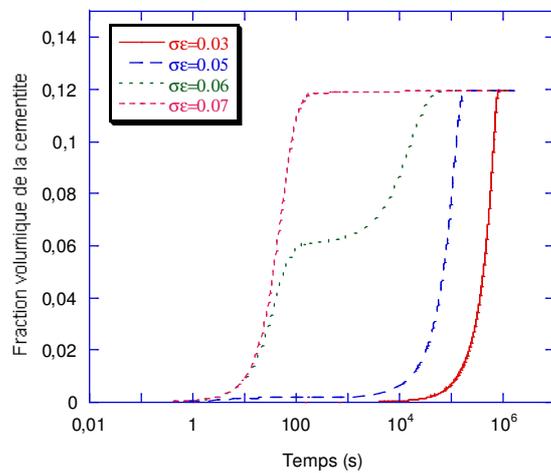
Il est intéressant de signaler que, pour  $\sigma_{\text{eps}}=0,06 \text{ J.m}^{-2}$  (figure 4.10(b), 4.10(c)), les précipitations des carbures epsilon et de la cémentite s'arrêtent vers 100s (en raison d'une sursaturation de la matrice quasiment nulle) puis la cinétique de précipitation de la cémentite reprend au moment de la dissolution du carbure epsilon.



(a) Composition

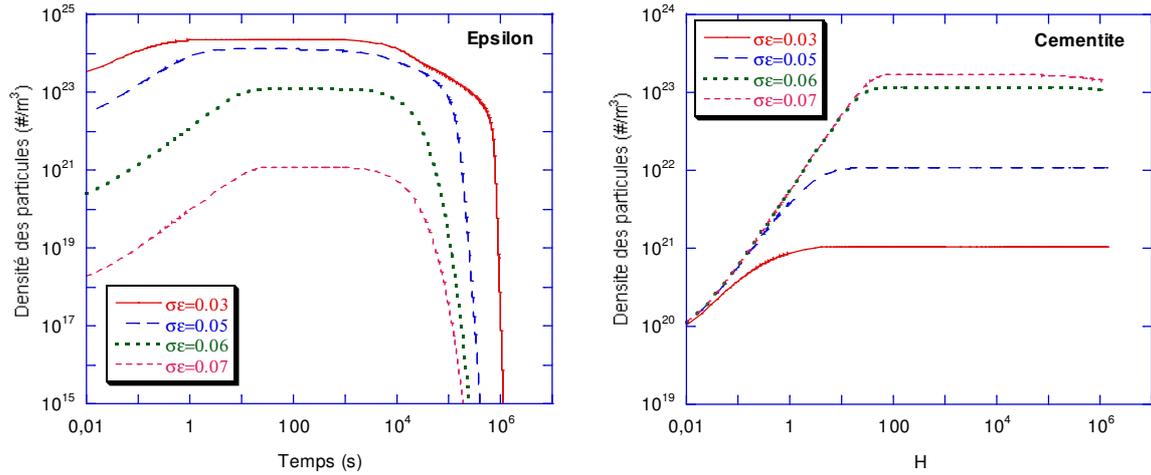


(b) Fraction volumique du carbure epsilon



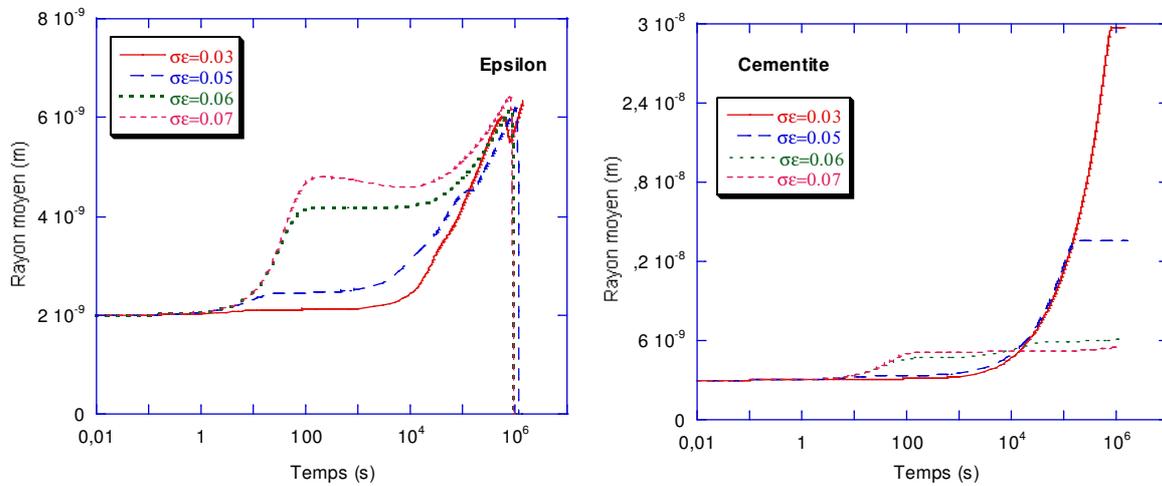
(c) Fraction volumique de la cémentite

Figure 4.10 Effet de l'énergie d'interface sur les évolutions de la composition de la matrice et des fractions volumiques des précipités



(a) Densités de particules du carbure epsilon

(b) Densités de particules de cémentite



(c) Rayons moyens du carbures epsilon

(d) Rayons moyens de la cémentite

Figure 4.11 Effet de l'énergie d'interface du carbure epsilon sur l'évolution de la microstructure

Les figures 4.11 (c) et (d) représentent respectivement les évolutions des tailles moyennes des deux carbures. Pour le carbure epsilon, les rayons moyens en fin de croissance sont plus élevés lorsque l'énergie d'interface est plus élevée. Ceci est essentiellement dû à l'augmentation du rayon critique de germination et la diminution de la densité des particules (figure 4.11(a)). Après un revenu de  $10^5$ s, les tailles moyennes calculées sont proches quelle que soit la valeur d'énergie d'interface. Pour la cémentite (figure 4.11 (d)), les tailles moyennes sont beaucoup plus faibles pour  $\sigma_{\text{eps}} = 0,07\text{J/m}^2$  que pour  $\sigma_{\text{eps}} = 0,03\text{J/m}^2$ ; ceci est lié à l'accélération de la germination. On peut noter aussi que la coalescence de la cémentite reste faible, même pour un revenu de  $10^6$ s.

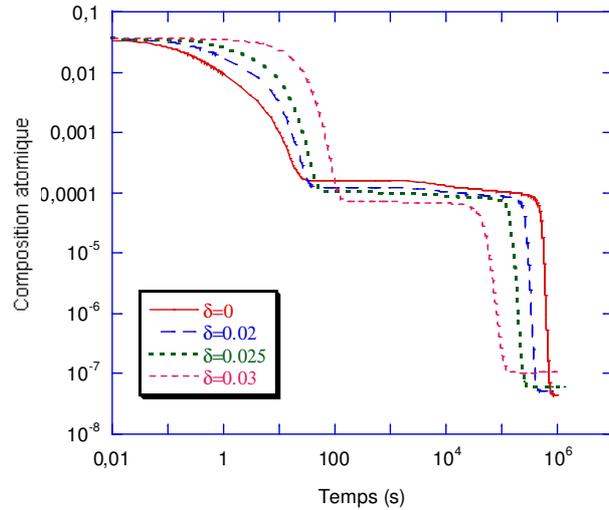
#### **IV.2.4.4 Effet de l'énergie de déformation élastique**

Pour une précipitation cohérente, l'énergie de déformation élastique joue un rôle important, en particulier sur la germination. Nous avons choisi quatre valeurs de misfit pour évaluer son effet sur nos résultats ( $\delta=0$ ,  $\delta=0,02$ ,  $\delta=0,025$ ,  $\delta=0,03$ ).

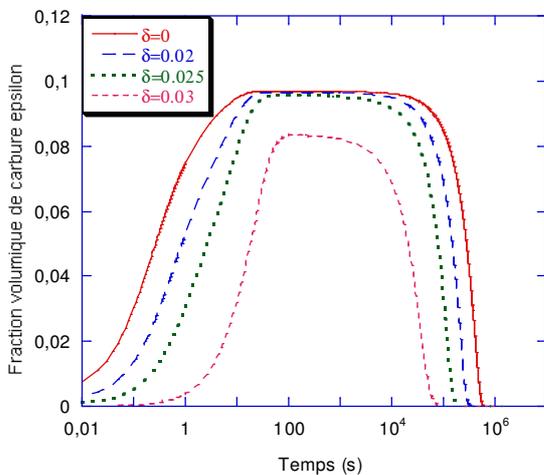
Les résultats sont donnés sur la figure 4.12. Nous savons qu'une augmentation de l'énergie de déformation élastique induit une diminution de la force motrice de germination et donc du taux de germination. Nous pouvons donc nous attendre à enregistrer des effets similaires entre l'augmentation de l'énergie d'interface signalée précédemment et une augmentation de misfit.

En effet, nous observons bien un ralentissement de la cinétique de précipitation du carbure epsilon (et une accélération de celle de la cémentite) quand le misfit augmente. Notons qu'ici, la précipitation du carbure epsilon démarre toujours avant celle de la cémentite, même pour  $\delta=0,03$ .

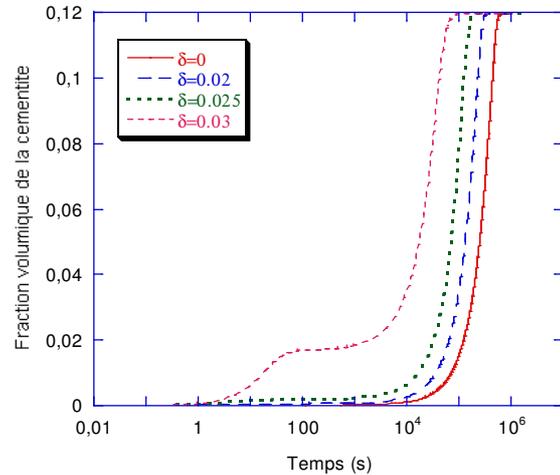
La figure 4.12 (a) montre les évolutions de composition chimique de la matrice obtenues pour différents misfits. Plus le misfit est grand, plus l'évolution de la composition vers la composition d'équilibre carbure epsilon/matrice est lente et plus la diminution de composition vers la composition d'équilibre cémentite/matrice est rapide. De plus, la composition d'équilibre epsilon/matrice diminue et la composition d'équilibre cémentite/matrice augmente quand le misfit augmente. Ces variations peuvent s'expliquer comme suit : pour le carbure epsilon, quand l'énergie élastique augmente on s'attendrait à une augmentation de la composition d'équilibre epsilon/matrice mais comme la taille des particules augmente l'effet Gibbs-Thomson diminue et la composition d'équilibre peut diminuer. Pour la cémentite, c'est l'augmentation de taille des particules qui explique la diminution de la composition d'équilibre.



(a) Composition moyenne calculée pour différentes énergies de déformation élastique



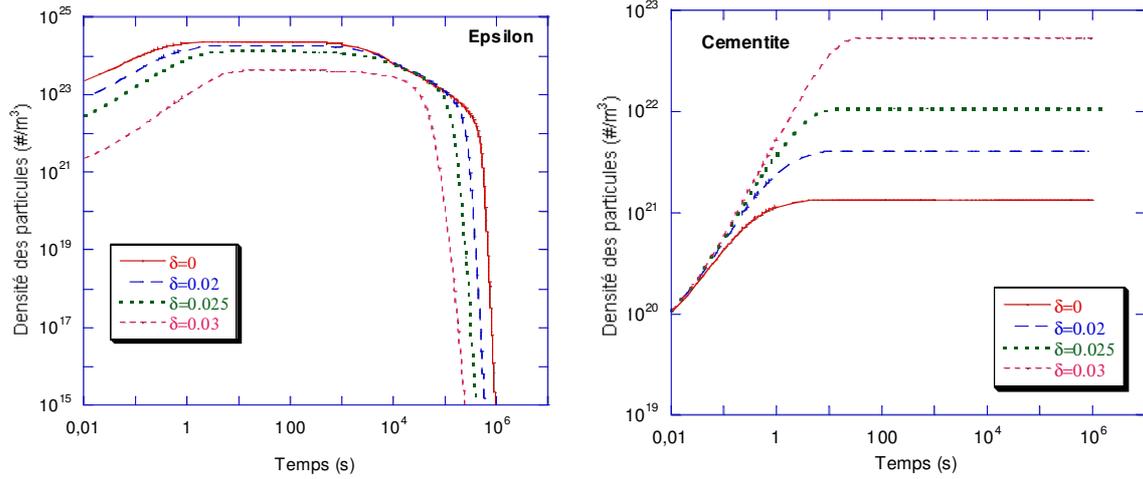
(b) Fraction volumique du carbure epsilon



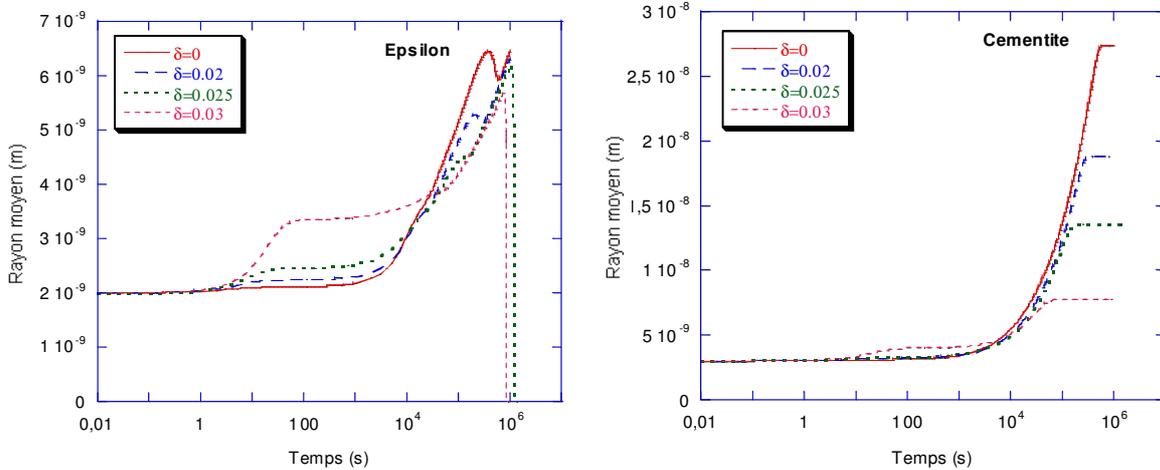
(c) Fraction volumique de la cémentite

**Figure 4.12 Effet de l'énergie de déformation élastique sur l'évolution de la composition et des fractions volumiques des précipités**

La figure 4.13 montre l'effet de l'énergie de déformation élastique sur la densité et le rayon moyen des carbures. Quand cette valeur augmente, la densité des particules du carbure epsilon diminue et la densité des particules de cémentite augmente en accord avec les vitesses de germination respectives. Le rayon moyen des particules de la cémentite est quant à lui peu affecté pour des durées de revenu de l'ordre de quelques heures mais est notablement plus faible (d'un facteur 4 environ) pour des revenus de 8 heures en raison de la diminution de la composition d'équilibre à l'interface cémentite/matrice (figure 4.11(a)).



(a) Densité de particules de carbure epsilon (b) Densité de particules de cémentite

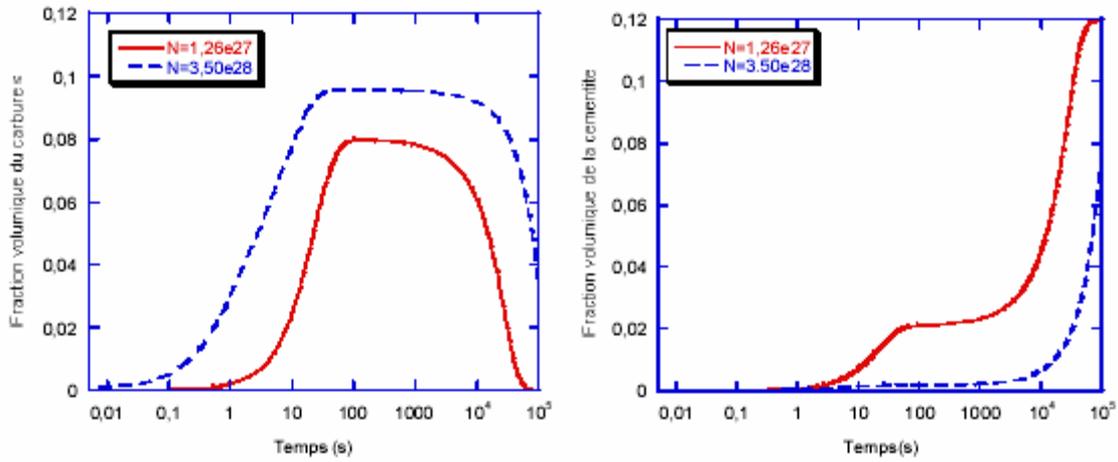


(c) Rayon moyen des particules de carbure epsilon (d) Rayon moyen des particules de cémentite

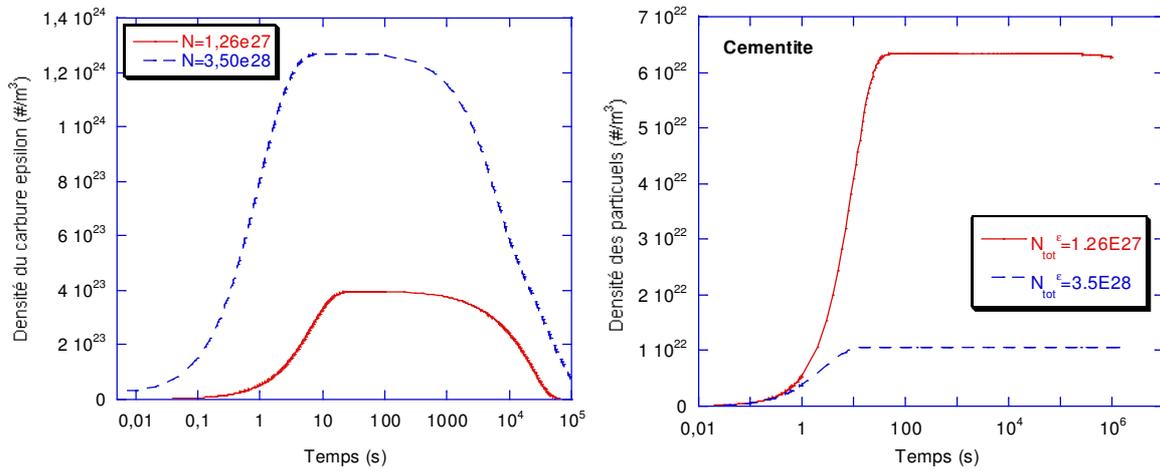
Figure 4.13 Effet de l'énergie élastique sur la densité et le rayon moyen des précipités

#### IV.2.4.5 Effet du nombre de sites de germination

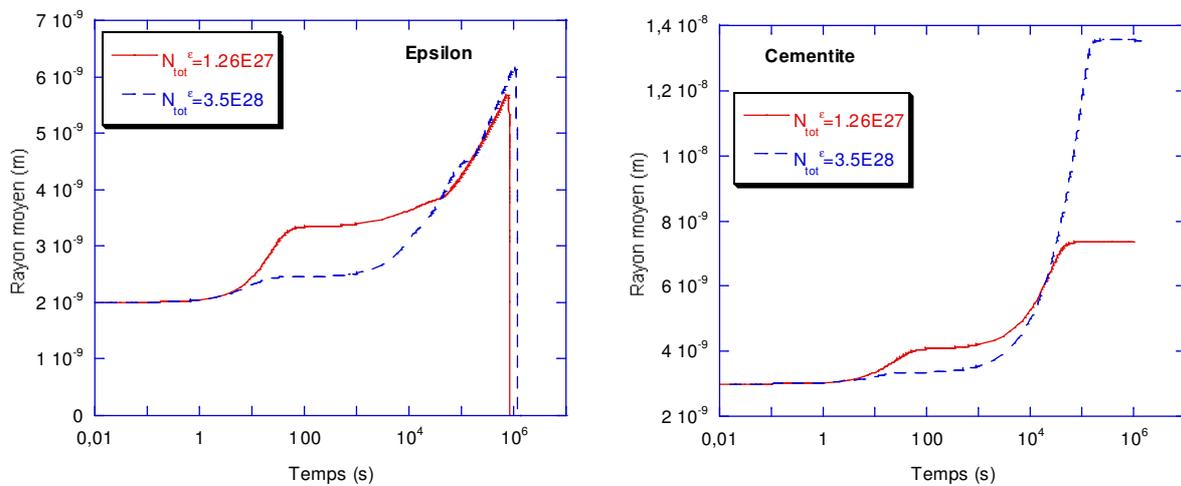
Selon la théorie classique de la germination homogène, le nombre de sites de germination est estimé comme étant le nombre d'atomes du solvant dans un volume unité. Néanmoins, Stowell [STOW02] a proposé que le nombre de sites de germination soit le nombre d'atomes de soluté dans un volume unité. Cette valeur est évidemment inférieure à la précédente. Ici, nous avons fait les calculs pour les deux valeurs ( $N_{\text{tot}}^\epsilon = 1,26 \times 10^{27}$  et  $N_{\text{tot}}^\epsilon = 3,5 \times 10^{28}$ ) et analysons leur influence sur la précipitation.



(a) Fraction volumique de carbure epsilon (b) Fraction volumique de cémentite



(c) Densité des particules de carbure epsilon (d) Densité des particules de cémentite



(e) Rayon moyen du carbure epsilon (f) Rayon moyen de la cémentite

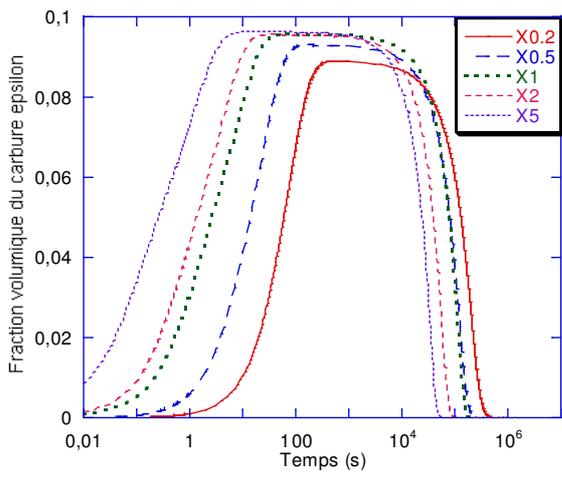
Figure 4.14 Effet de nombre de sites de germination sur l'évolution des précipités

Comme le taux de germination est proportionnel au nombre de sites de germination, les taux de germination pour les deux types de carbures sont fortement affectés comme l'illustrent les figures 4.14 qui donnent les densités de particules. En comparant les cinétiques calculées pour le carbure epsilon (figure 4.14(a)) et la cémentite (figure 4.14(b)), nous remarquons que, comme attendu, lorsque  $N_{\text{tot}}^{\text{eps}}$  diminue, la cinétique du carbure epsilon est plus lente et la fraction volumique de celui-ci est plus faible. En parallèle, la cinétique de précipitation de la cémentite est accélérée. L'influence de la diminution de  $N_{\text{tot}}^{\text{eps}}$  sur l'évolution des tailles des deux types de carbure est similaire à celle de l'augmentation de l'énergie d'interface ou de l'énergie de déformation élastique du carbure epsilon que nous avons discutée précédemment.

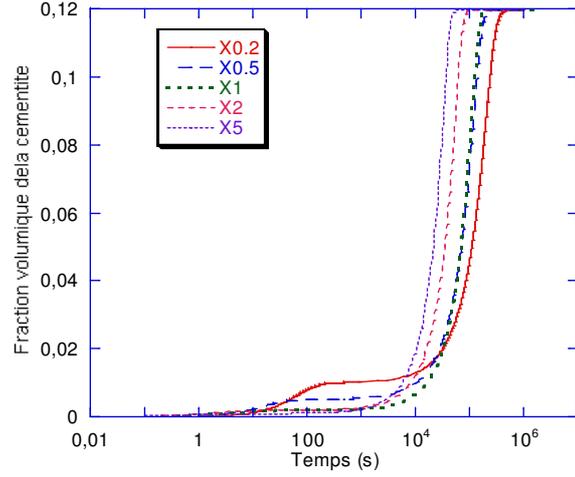
#### **IV.2.4.6 Effet du coefficient de diffusion**

Le coefficient de diffusion des atomes de soluté dans la matrice est un autre paramètre important dans le modèle. Il peut influencer à la fois la germination, la croissance et la coalescence. Dans notre modèle, nous avons pris en compte le coefficient de diffusion du carbone dans la martensite avec un facteur pré-exponentiel de  $2 \times 10^6 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ . Cette valeur correspond à la diffusion du carbone dans la ferrite. Mais pour la martensite, elle peut varier avec la teneur en carbone [LEME56]. Nous avons donc multiplié cette valeur par 0,2 ; 0,5 ; 1 ; 2 ; 5 pour discuter son effet.

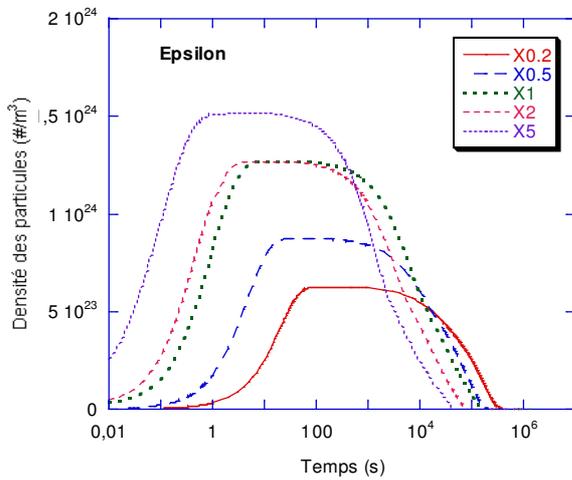
Les différentes cinétiques de précipitation du carbure epsilon et de la cémentite sont respectivement visibles sur les figures 4.15 (a) et (b). Pour le carbure epsilon, on peut remarquer que précipitation et dissolution s'accélèrent simultanément lorsque le coefficient de diffusion augmente et que la fraction volumique maximale augmente. Pour la cémentite, la cinétique est accélérée globalement. Mais quand le coefficient de diffusion augmente, la précipitation est lente avant le début de la dissolution du carbure epsilon due à la diminution du taux de germination de la cémentite. Cette situation s'inverse avec la dissolution du carbure epsilon.



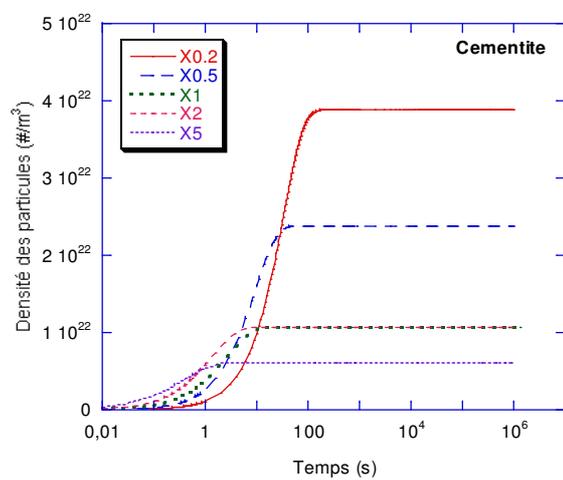
a) Fraction volumique de carbure epsilon



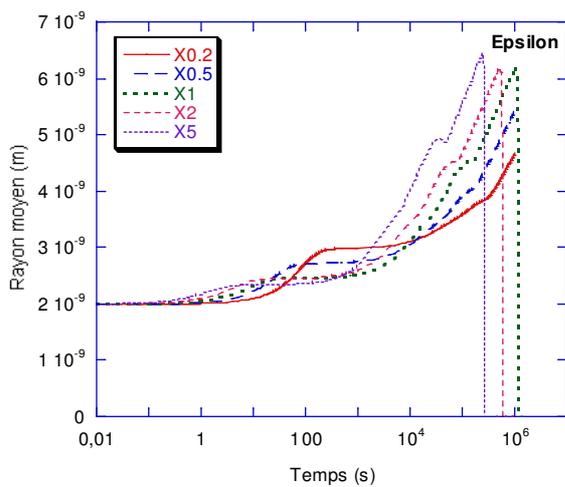
b) Fraction volumique de cémentite



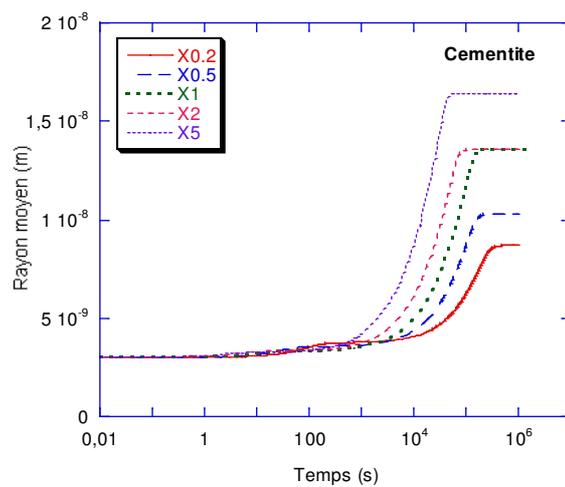
c) Densité des particules de carbure epsilon



d) Densité des particules de cémentite



e) Rayon moyen du carbure epsilon



f) Rayon moyen de la cémentite

Figure 4.15 Effet du coefficient de diffusion sur l'évolution des précipités

La densité des particules de carbure epsilon augmente lorsque le coefficient de diffusion augmente (figure 4.15 (c)). Pour la cémentite, on peut voir que les densités de particules sont d'autant plus faibles que le coefficient de diffusion est élevé (figure 4.15 (d)).

Les tailles moyennes du carbure epsilon et de la cémentite augmentent globalement car l'augmentation du coefficient de diffusion induit une augmentation de la vitesse de croissance des précipités (figure 4.15 (e) à (f)).

### **IV.3 Alliage 80MnCr5**

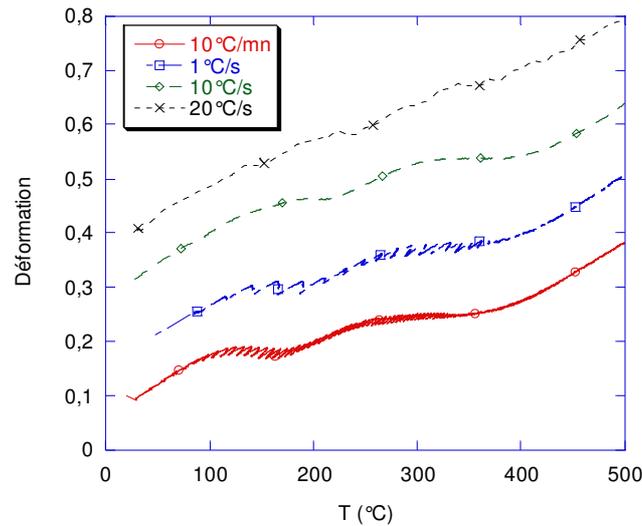
Dans cette partie, nous présentons d'abord les résultats de la caractérisation expérimentale menée pour l'alliage 80MnCr5 puis l'application de notre modèle.

#### **IV.3.1 Caractérisation expérimentale**

Le plan d'expériences réalisées a été exposé dans le chapitre 2. Nous ne décrivons ici que les résultats expérimentaux qui seront utilisés par la suite pour les comparaisons calcul- expérience ( pour des éléments complémentaires on pourra se reporter à [RENA02]).

##### **IV.3.1.1 Cinétique de transformation au cours de revenus en chauffage continu**

La figure 4.16 représente les courbes dilatométriques obtenues sur DCR pour des chauffages linéaires à 10°C/min, 1°C/min, 10°C/s, 20°C/s entre la température ambiante et 600°C. Pour une meilleure lisibilité, on a décalé chaque courbe sur l'axe des ordonnées. L'état initial est un état trempé à l'hélium puis à l'azote liquide. La structure initiale est composée de 5% d'austénite résiduelle et de 95% de martensite, ce que nous a permis de supposer que l'effet d'expansion due à la décomposition de l'austénite résiduelle sur les courbes dilatométriques est négligeable. Sur les courbes, nous distinguons deux domaines de transformation :



**Figure 4.16: Courbes dilatométriques du 80MnCr5 obtenues en chauffage linéaire à diverses vitesses de chauffage jusque 600°C**

- Dans la gamme 100°C à 300°C, on observe une contraction. Lorsque la vitesse de chauffage augmente, ce domaine se déplace vers les plus hautes températures. Cette contraction correspond à la précipitation du carbure epsilon qui induit une perte de tétragonalité de la maille de la martensite.
- Entre environ 300°C et 500°C, on constate une contraction plus étalée. Cette contraction correspond à la formation de ferrite et de cémentite.

Ces contractions apparaissent moins nettement quand la vitesse de chauffage augmente en raison de la concurrence entre dilatation thermique et déformation de transformation de phases. L'exploitation des courbes dilatométriques pour déterminer les cinétiques de transformation est réalisée par la méthode des tangentes illustrée dans [AUBR98].

Les figures 4.17 (a) et (b) présentent les cinétiques de la précipitation du carbure epsilon et celles de la cémentite pour les différentes vitesses de chauffage. Comme prévu, pour les transformations par diffusion, plus la vitesse de chauffage augmente, plus la transformation s'amorce à une température élevée.

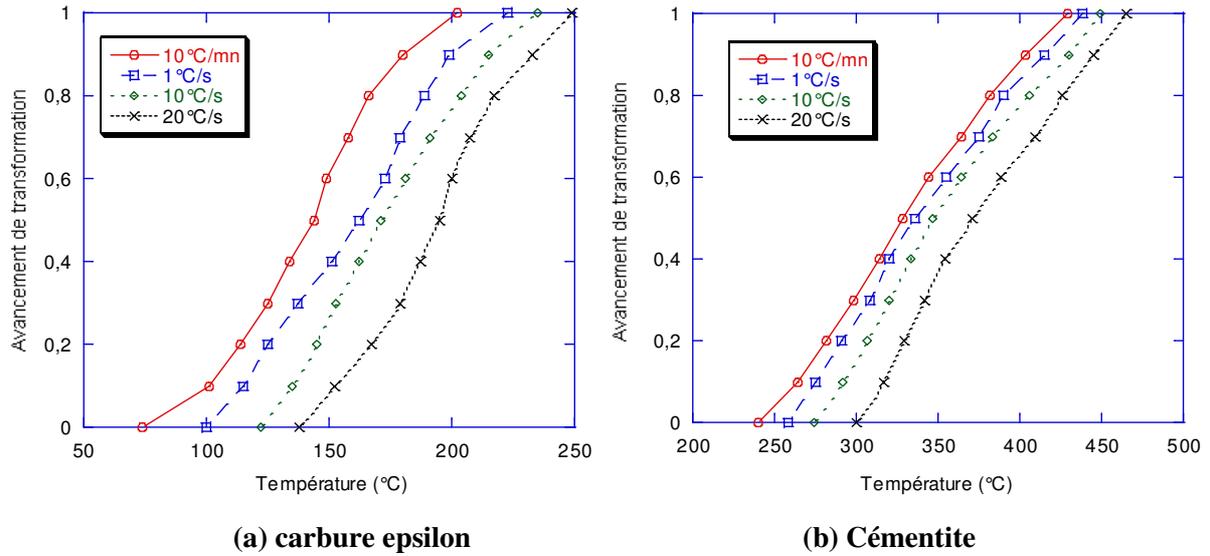


Figure 4.17 Cinétiques de précipitation des carbures en cours de chauffage

#### IV.3.1.2 Evolution de la microstructure pendant le revenu

Les analyses microstructurales par MET ont été effectués sur des échantillons ayant subi après trempe à l'hélium et trempe à l'azote liquide des revenus en conditions isothermes entre 250°C et 600°C (cf. figure 2.8 pour les cycles thermiques).

##### i Morphologies de la martensite et des précipités

Avant de détailler les résultats observés en fonction de la température et du temps de revenu, nous allons décrire succinctement la structure de départ. La martensite initiale se présente sous forme de plaquettes (figure 4.18). La largeur des plaquettes est de 500-700 nm environ. Elle contient une densité élevée de dislocations.

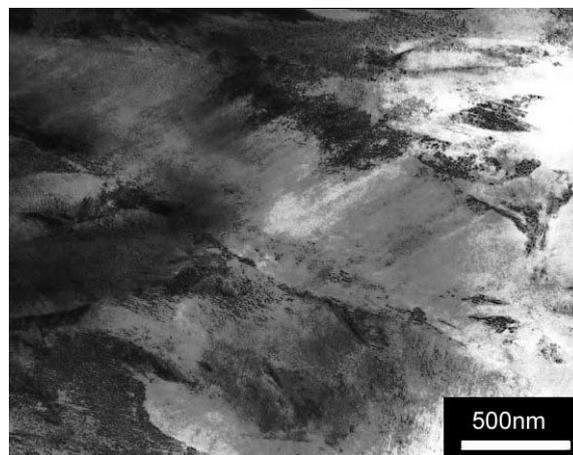


Figure 4.18 Morphologie de la martensite initiale sous la forme de plaquettes

Le carbure epsilon précipité à la première étape du revenu se présente sous forme de fins rubans (figure 4.19). L'épaisseur de ces rubans est d'environ 10 nm et la longueur est d'environ 100 nm. Le bord des rubans est souvent flou : cet effet peut être dû aux contraintes engendrées par la précipitation cohérente du carbure epsilon. Les particules s'agencent selon un arrangement en configuration parallèle à une direction qui fait un angle d'environ 60° longitudinal de la plaquette comme cela est souvent rapporté dans la littérature [SIMO72]. Il semble que la précipitation du carbure epsilon soit indépendante des défauts présents dans la martensite : aux joints des plaquettes et de grains, il n'y a ni densité plus importante ni direction distincte des précipités.

Par la micro-diffraction électronique sur le domaine sélectionné, nous avons pu vérifier les relations d'orientations établies par Jack [JACK51], à savoir :  $(0001)_{\text{epsilon}} // (011)_{\alpha}$ ,  $(10-11)_{\text{epsilon}} // (101)_{\alpha}$ .

La figure 4.20 montre la morphologie de la cémentite, au début de la précipitation : elle est sous la forme de bâtonnets. La plupart de particules de cémentite précipitent sur les joints des grains et les joints des plaquettes, mais aussi dans les plaquettes de martensite. Les particules sur les joints des grains ont une forme sphérique ou cylindrique et sont de plus grande taille. Les particules dans la plaquette sont plus petites, et en forme de cylindre. Celles-ci se dissolvent préférentiellement lors de la coalescence.

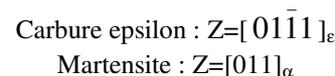
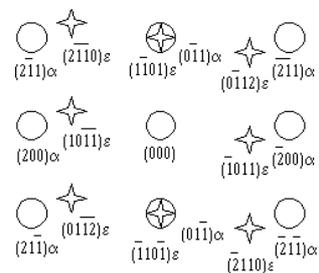
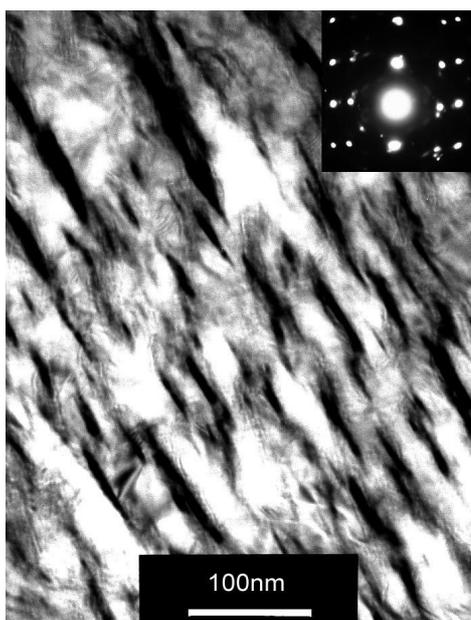


Figure 4.19 Morphologie du carbure epsilon (revenu à 200°C pendant une heure)

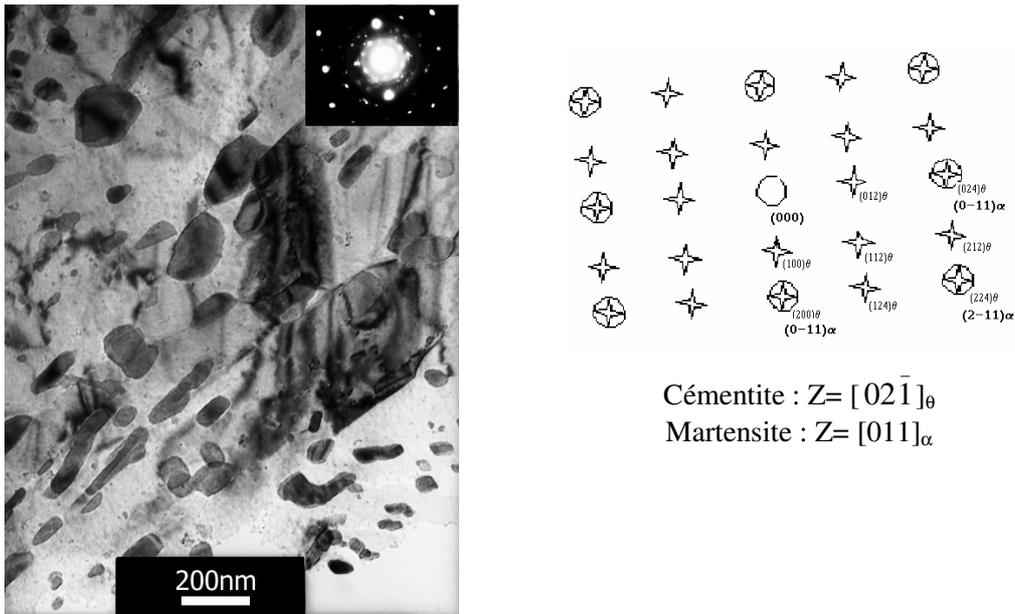


Figure 4.20 Morphologie de la cémentite (revenu à 600°C pendant une heure)

## ii Evolution de la microstructure pendant le revenu à différentes températures

La figure 4.21 montre l'évolution des microstructures de la martensite lors du revenu à 250°C. A cette température, il y a précipitation du carbure epsilon qui est toujours présent au terme de 8h de maintien. Les carbures epsilon en rubans sont distribués uniformément dans les plaquettes de martensite. Pour 5min de maintien, l'épaisseur moyenne des précipités est inférieure à 10 nm et leur longueur inférieure à 100 nm. Quand le temps de maintien augmente, la taille moyenne des précipités augmente. Après un revenu de 8 heures, la longueur des carbures atteint 150 nm environ.

La figure 4.22 montre l'évolution de la microstructure à 400°C. Après un maintien de 5 mn à 400°C, le précipité présent est la cémentite. Par comparaison entre les figures 4.22 (a)-(d), nous pouvons noter que les particules de cémentite précipitent en même temps sur les joints des plaquettes ou des grains et dans les plaquettes. La taille moyenne de la cémentite augmente avec le temps de maintien ; les précipités sur les joints de plaquettes croissent plus rapidement que les particules dans les plaquettes. La plupart des particules de cémentite sont sous forme de bâtonnets après un maintien de 8 heures.

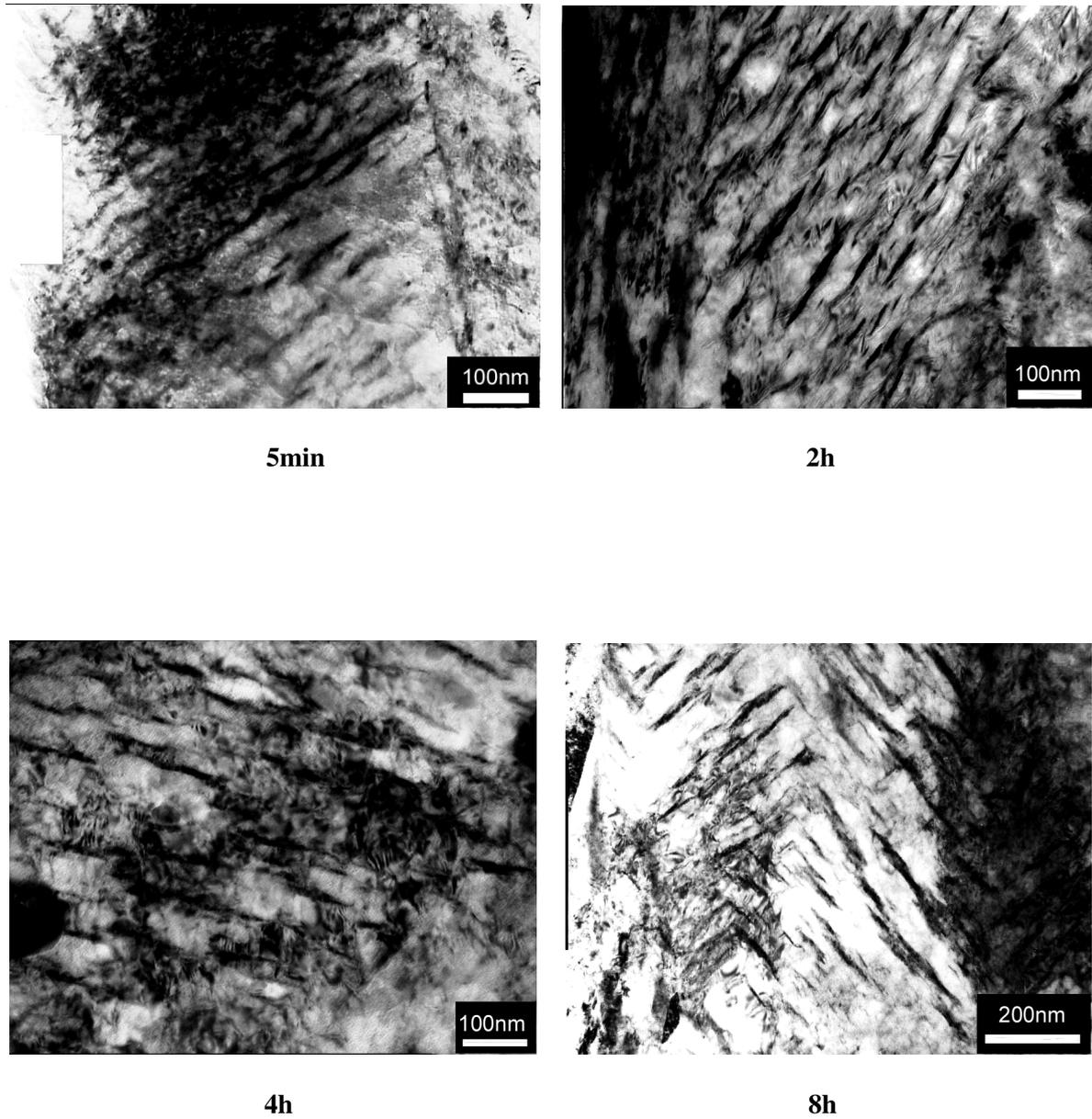


Figure 4.21 Evolution des carbures epsilon à 250°C

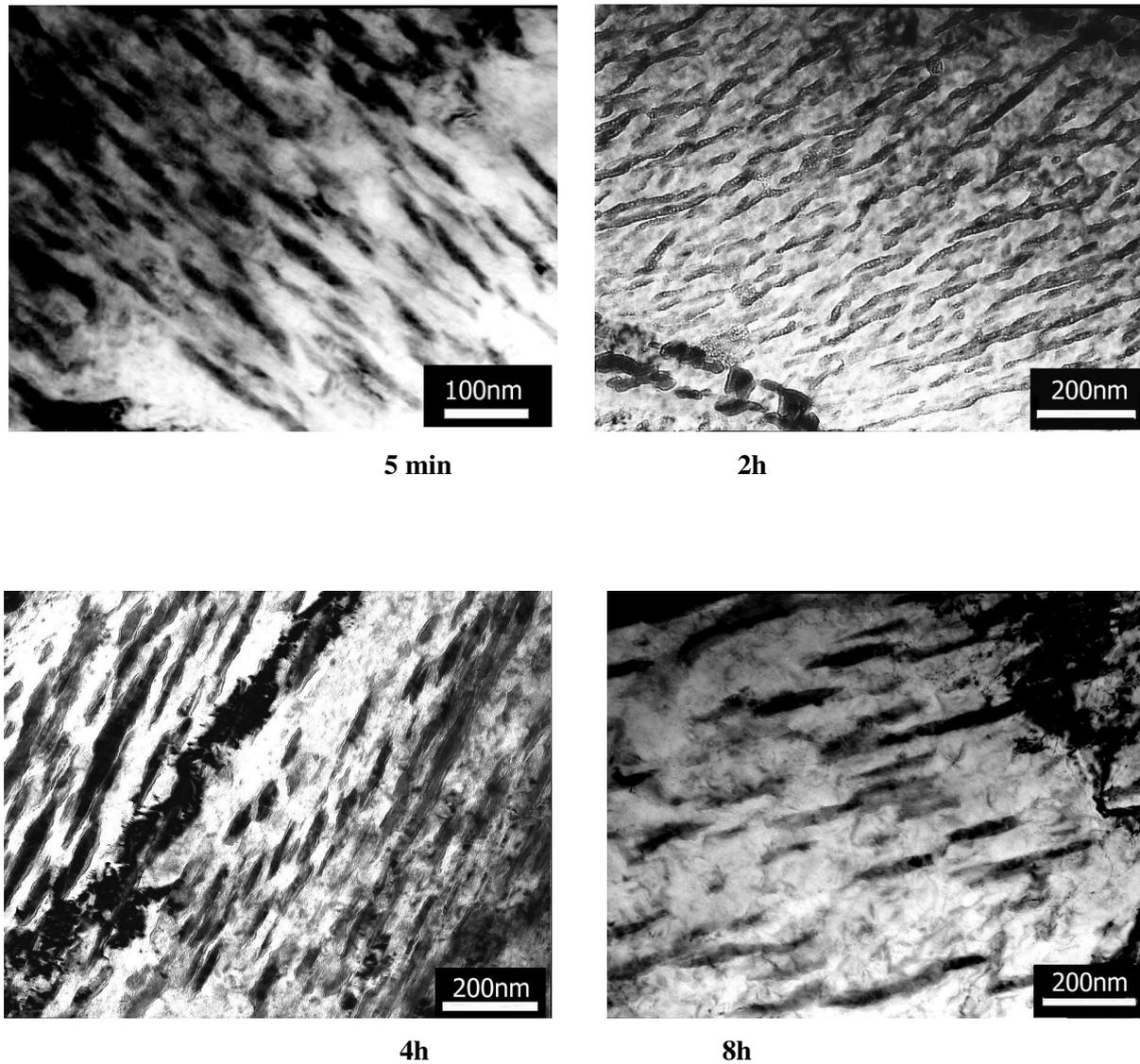
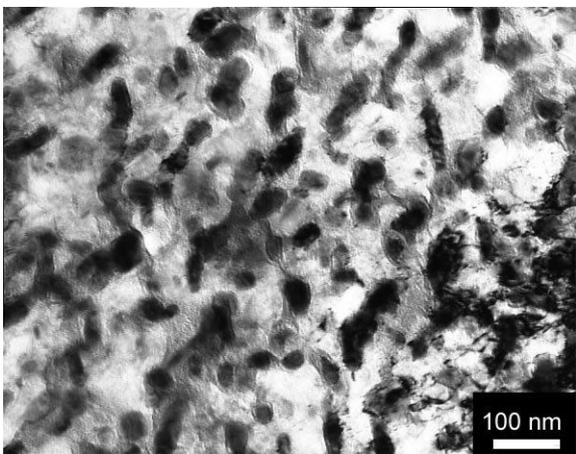


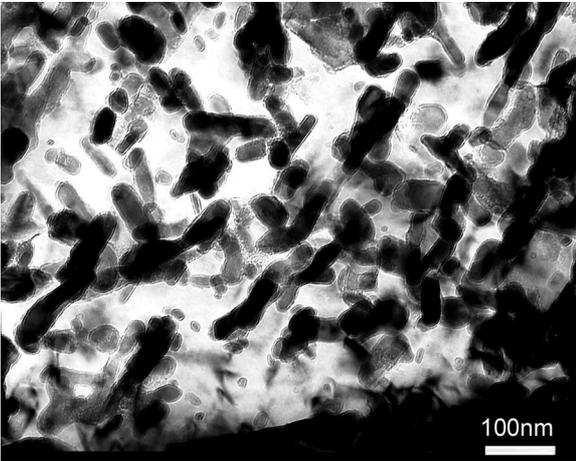
Figure 4.22 Evolution de la cémentite à 400°C

La figure 4.23 montre l'évolution de la microstructure à 500°C. Les précipités à cette température sont principalement de la cémentite. Nous pouvons noter que le rapport longueur/largeur des particules de cémentite diminue manifestement par rapport au revenu à 400°C. La densité de particules diminue aussi progressivement lors du revenu.

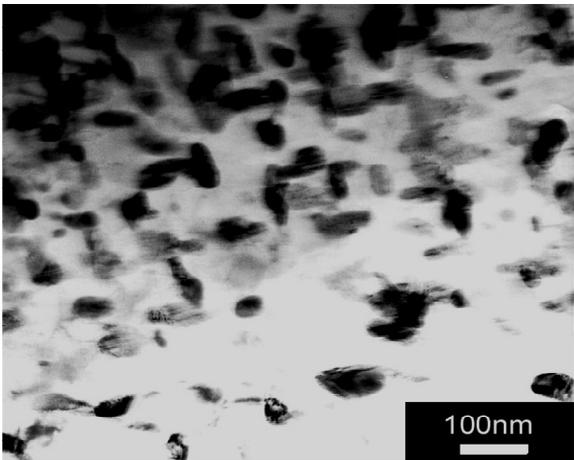
La figure 4.24 montre l'évolution de la microstructure à 600°C. On remarque que les particules de cémentite croissent rapidement et que le rapport longueur/largeur des particules et leur densité diminuent. Les précipités sur les joints des plaquettes sont plus grands que les précipités dans les plaquettes.



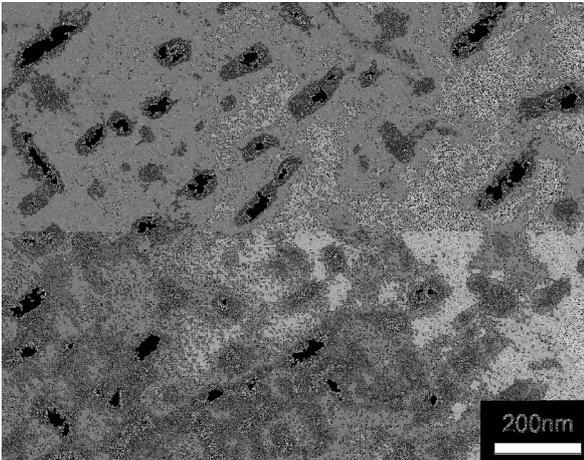
5min



2h



4h



8h

Figure 4.23 Evolution de la cémentite à 500°C

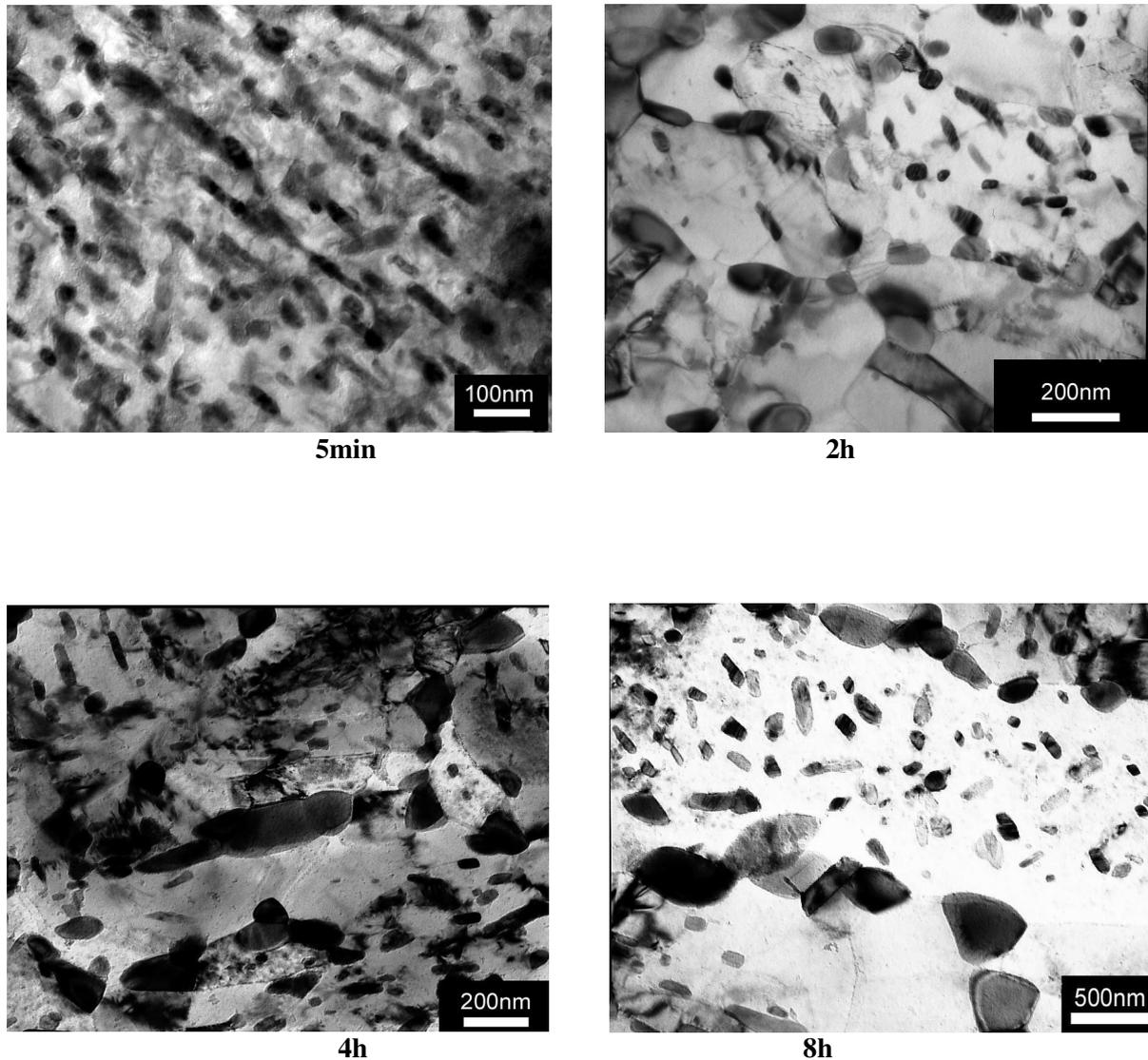


Figure 4.24 Evolution de la cémentite à 600°C

### iii Evolution de la taille des carbures

Sur les négatifs de MET, nous avons mesuré la taille de la cémentite pour les différentes conditions de revenu. Pour chacune des conditions, les mesures sont effectuées sur 200-300 particules. Ici, nous discutons principalement l'évolution de la taille de la cémentite car une grande erreur peut-être introduite pour le carbure epsilon du fait de la morphologie et de la petite taille des particules.

La figure 4.25 montre l'évolution des particules de cémentite pour les revenus à 400°C, 500°C et 600°C. Dans le cas du revenu à 400°C, les particules de cémentite sont en forme de bâtonnet, dont la longueur et la largeur sont utilisées pour déterminer un rayon équivalent de précipité sphérique avec le même volume.

Par comparaison sur les trois figures (figure 4.25 (a), (b) et (c)), on voit que la taille des précipités est influencée évidemment par le temps de maintien et la température du revenu. Mais, l'effet de la température du revenu est le plus fort. La taille des particules de cémentite dans la matrice ayant subi un revenu à 600°C pendant une heure est proche de celle observée dans le cas du revenu de 8 heures à 500°C.

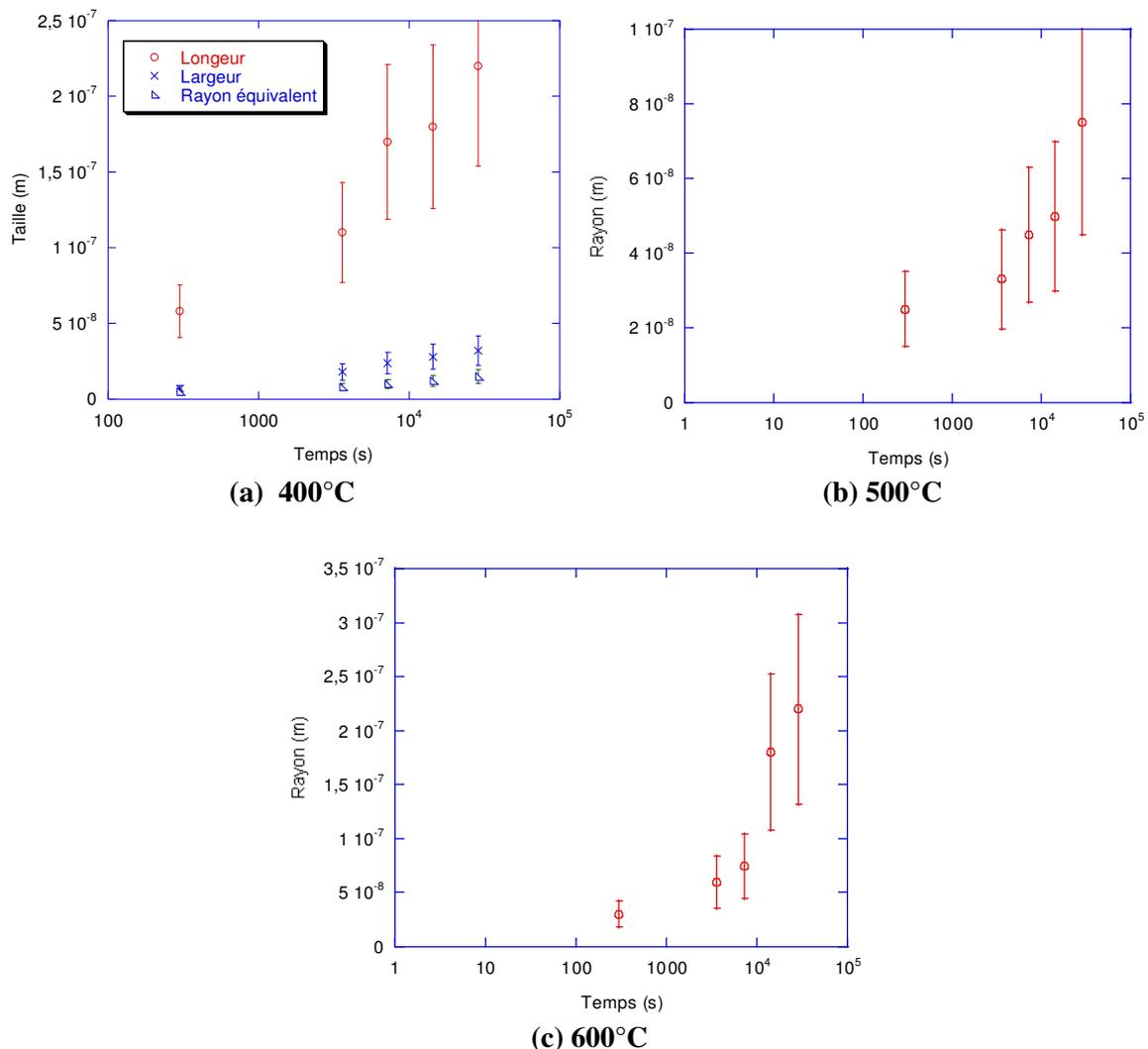
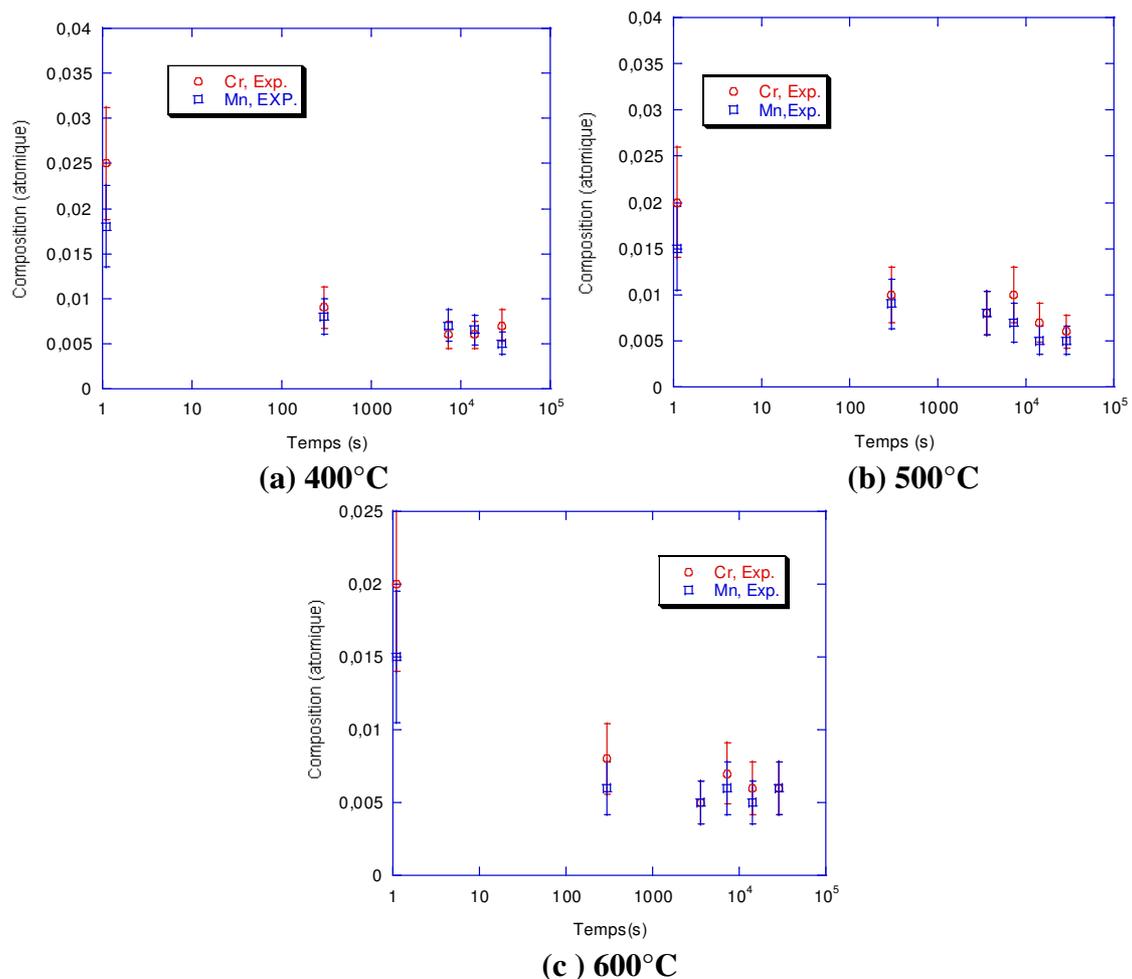


Figure 4.25 Evolution de taille de la cémentite lors du revenu

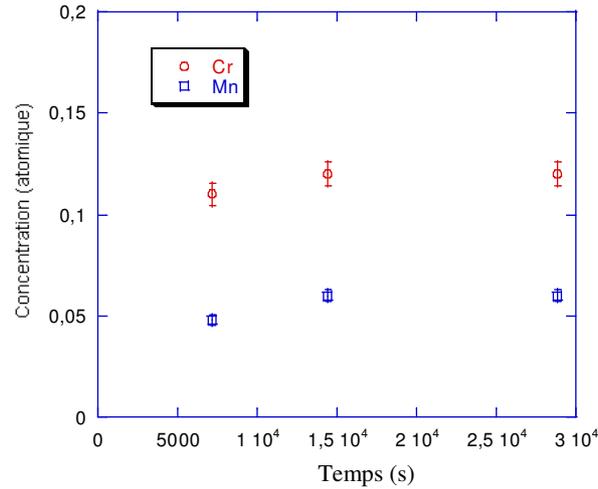
#### iv Evolution de la composition chimique

Nous avons analysé la composition chimique de la matrice après les revenus par EDS sur MET. La figure 4.26 montre les résultats expérimentaux. On remarque que les concentrations de Cr et Mn mesurées dans la martensite initiale sont plus élevées que les valeurs nominales. Ceci peut être attribué aux variations de composition chimiques locales. On peut voir que la concentration de Cr et Mn diminue rapidement lors du revenu. Après un revenu à 400°C pendant 5 min (figure 4.26(a)) les concentrations en Cr et Mn sont proches des valeurs d'équilibre.

Nous avons également mesuré les concentrations en Cr et Mn dans la cémentite mais, du fait de la faible taille des particules, ces mesures n'ont pu être effectuées que pour le revenu à 600°C (figure 4.27). Les valeurs mesurées sont très proches des concentrations d'équilibre calculées par ThermoCalc (figure 4.30).



**Figure 4.26 Evolution de la composition de la matrice lors du revenu**  
(pour des raisons d'échelle, la composition initiale de la matrice a été portée au temps t=1s)



**Figure 4.27 Evolution de la concentration en Cr et Mn dans la cémentite lors du revenu à 600°C**

### IV.3.2 Application du modèle

#### IV.3.2.1 Force motrice pour la germination

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté le calcul de la force motrice de germination pour le carbure epsilon et la cémentite. Dans l'alliage 80MnCr5, nous faisons l'hypothèse que la précipitation du carbure epsilon pendant le revenu est contrôlée uniquement par la diffusion du carbone. Les teneurs des éléments alliages sont identiques entre le carbure epsilon et la matrice. La force motrice molaire s'exprime ainsi par :

$$\Delta G_m^{eps} = RT \left( X_C^{eps} \ln \left( \frac{X_C^M}{X_{C-eq}^M} \right) + X_{Fe}^{eps} \ln \left( \frac{X_{Fe}^M}{X_{Fe-eq}^M} \right) \right) \quad (4.6)$$

où  $X_C^\epsilon$ ,  $X_{Fe}^\epsilon$  sont les concentrations en carbone et en fer dans le carbure epsilon,  $X_C^m$ ,  $X_{Fe}^m$  sont les concentrations en carbone et en fer dans la matrice et  $X_C^{eq}$ ,  $X_{Fe}^{eq}$  sont les compositions d'équilibre en carbone et en fer dans la matrice à l'interface carbure /matrice.

Pour la cémentite, la force motrice molaire se décline comme suit :

$$\Delta G_m^{cem} = RT \left( X_C^{cem} \ln \left( \frac{X_C^M}{X_{C-eq}^M} \right) + X_{Cr}^{cem} \ln \left( \frac{X_{Cr}^M}{X_{Cr-eq}^M} \right) + X_{Mn}^{cem} \ln \left( \frac{X_{Mn}^M}{X_{Mn-eq}^M} \right) + X_{Fe}^{cem} \ln \left( \frac{X_{Fe}^M}{X_{Fe-eq}^M} \right) \right) \quad (4.7)$$

où  $X_C^\epsilon$ ,  $X_{Cr}^\epsilon$ ,  $X_{Mn}^\epsilon$  et  $X_{Fe}^\epsilon$  sont les concentrations en carbone, chrome, manganèse et fer dans le carbure epsilon,  $X_C^m$ ,  $X_{Cr}^m$ ,  $X_{Mn}^m$  et  $X_{Fe}^m$  les concentrations en carbone, chrome, manganèse et fer dans la matrice,  $X_C^{eq}$ ,  $X_{Cr}^{eq}$ ,  $X_{Mn}^{eq}$  et  $X_{Fe}^{eq}$  les compositions d'équilibre en carbone, chrome, manganèse et fer dans la matrice à l'interface carbure /matrice.

La figure 4.28 montre les forces motrices de germination de la cémentite dans l'acier 80MnCr5 calculées par l'équation 4.7 et par ThermoCalc. Les écarts sont liés aux hypothèses de calcul différentes. En effet, dans ThermoCalc, la solution est supposée régulière alors que l'équation 4.7 est obtenue pour une solution idéale diluée.

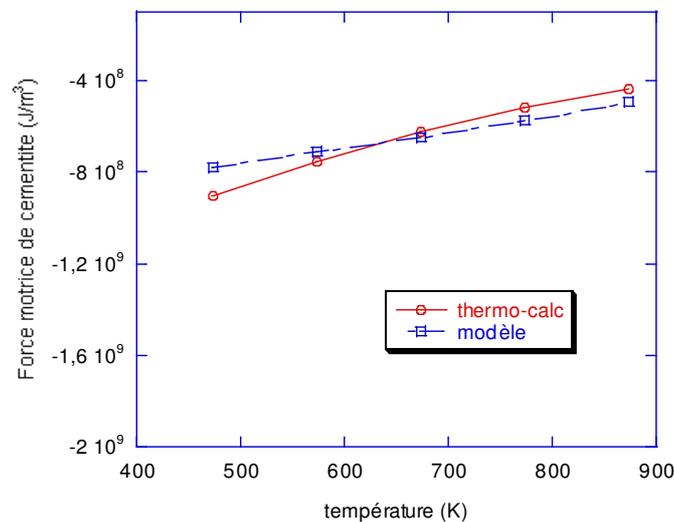


Figure 4.28 Force motrice de germination pour la cémentite dans l'alliage 80MnCr5

#### IV.3.2.2 Composition d'équilibre ferrite-précipité

Pour le carbure epsilon en équilibre avec la ferrite, nous utilisons la courbe limite de solubilité déterminée précédemment (figure 4.1).

Pour la ferrite en équilibre avec la cémentite, la courbe limite de solubilité est calculée à l'aide de ThermoCalc (figure 4.29). Il en est de même pour les concentration en solutés dans la cémentite en fonction de la température (figure 4.30). On peut noter qu'à l'équilibre, la cémentite contient des quantités significatives de Mn et de Cr. A température ambiante, on relève des teneurs qui atteignent respectivement 8 at% et 9 at%.

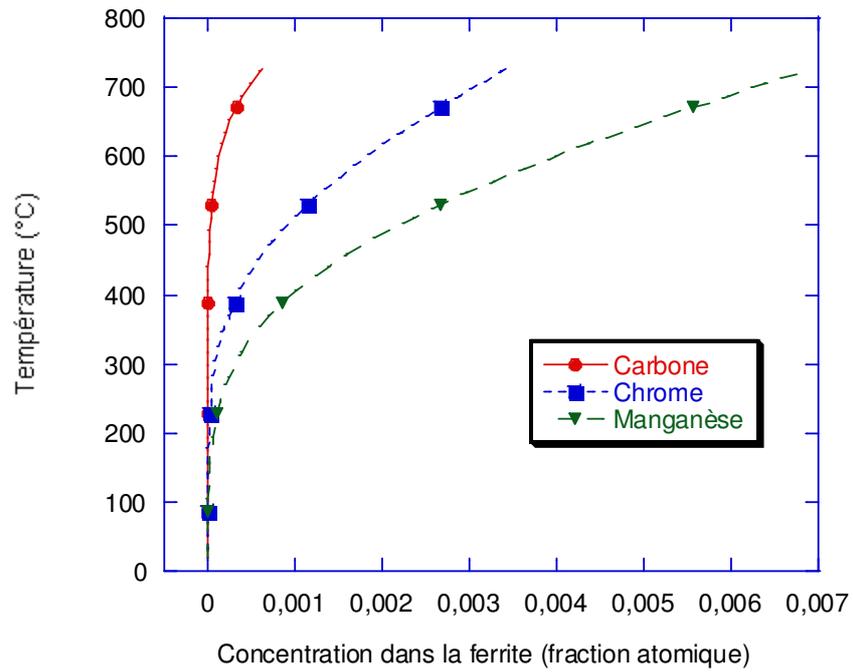


Figure 4.29 Composition de la ferrite en équilibre avec la cémentite dans l'acier 80MnCr5 calculée par ThermoCalc en fonction de la température

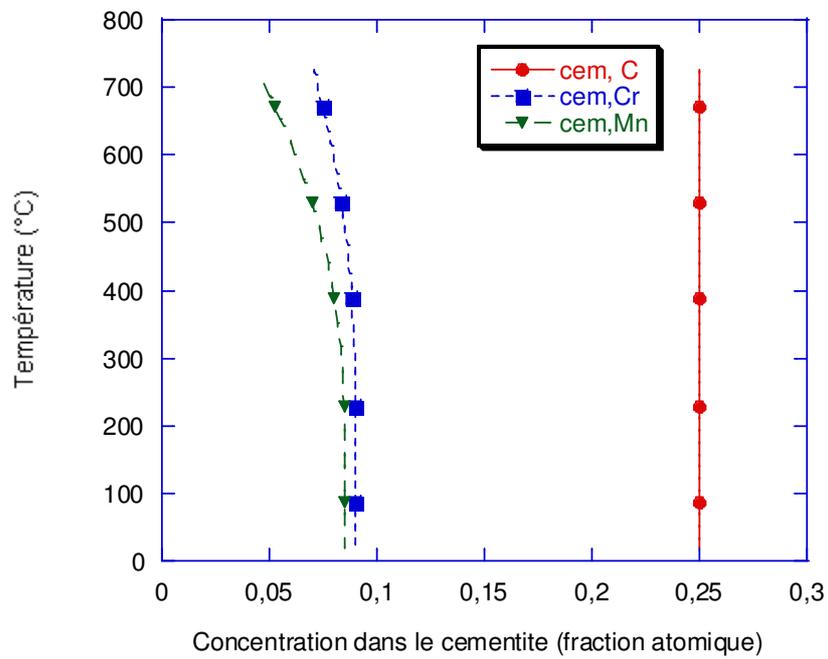


Figure 4.30 Composition de la cémentite dans l'acier 80MnCr5 calculée par ThermoCalc en fonction de la température

### IV.3.3 Données d'entrée

Les calculs sont effectués ici avec l'ensemble des paramètres déterminés précédemment (tableau 4.2)

**Tableau 4.2 Paramètres utilisés pour 80MnCr5**

Paramètre	Valeur
Nombre de sites totale pour epsilon	$3,5 \times 10^{28} \text{ m}^{-3}$
Nombre de sites totale pour la cémentite	$3,57 \times 10^{25} \text{ m}^{-3}$
Energie d'interface d'epsilon	$0,05 \text{ J/m}^2$
Energie d'interface de cémentite	$0,74 \text{ J/m}^2$
Paramètre $\xi$ pour la germination de la cémentite	0,0035
Coefficient de diffusion pour C	$2,0 \times 10^{-6} \exp(-108 \text{ kJ/R}_g \text{ T}) \text{ m}^2/\text{s}$
Coefficient de diffusion pour le Cr	$3,48 \times 10^{-2} \exp(-208 \text{ kJ/R}_g \text{ T}) \text{ m}^2/\text{s} *$
Coefficient de diffusion pour le Mn	$3,48 \times 10^{-2} \exp(-208 \text{ kJ/R}_g \text{ T}) \text{ m}^2/\text{s} *$

\*selon [KAUR82] pour le Cr. Les coefficients de diffusion du Cr et du Mn ont été pris identiques

### IV.3.4 Résultats calculés et expérimentaux pour l'alliage 80MnCr5

A l'aide du jeu de données présentées ci-dessus, nous avons appliqué le calcul au cas des chauffages et maintiens réalisés sur des éprouvettes. La comparaison avec les résultats expérimentaux nous permettra de valider notre démarche dans son ensemble.

#### IV.3.4.1 Cinétiques des transformations en cours de chauffage

Nous avons calculé les cinétiques de précipitation du carbure epsilon et de la cémentite pour les chauffages à  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $1^\circ\text{C}/\text{s}$ ,  $10^\circ\text{C}/\text{s}$ ,  $20^\circ\text{C}/\text{s}$ , en imposant une microstructure initiale martensitique.

Le figures 4.31 et 4.32 permettent de comparer les résultats calculés et expérimentaux pour la précipitation du carbure epsilon et de la cémentite respectivement. Comme précédemment, les cinétiques se décalent vers les plus hautes températures quand la vitesse de chauffage augmente. Nous pouvons noter que la température de début de précipitation calculée est plus élevée que la

température mesurée, l'écart étant plus important aux faibles vitesses de chauffage. Les vitesses de transformation calculées sont aussi plus élevées que celles mesurées et les écarts sont plus importants pour la cémentite. Nous attribuons ces écarts essentiellement aux vitesses de germination qui peuvent être surestimées par le calcul comme nous l'avons déjà évoqué précédemment. En particulier, pour la cémentite, nos analyses microstructurales (figure 4.24) ont clairement mis en évidence deux familles de précipités : ceux qui germent à l'intérieur des lattes de martensite et ceux qui germent aux interfaces entre les lattes. On peut alors supposer que les vitesses de germination de ces 2 familles ne sont pas identiques (les vitesses de germination des précipités intra-lattes sont probablement plus lentes que celles des précipités inter-lattes), ce que le modèle actuel ne prend pas en compte.

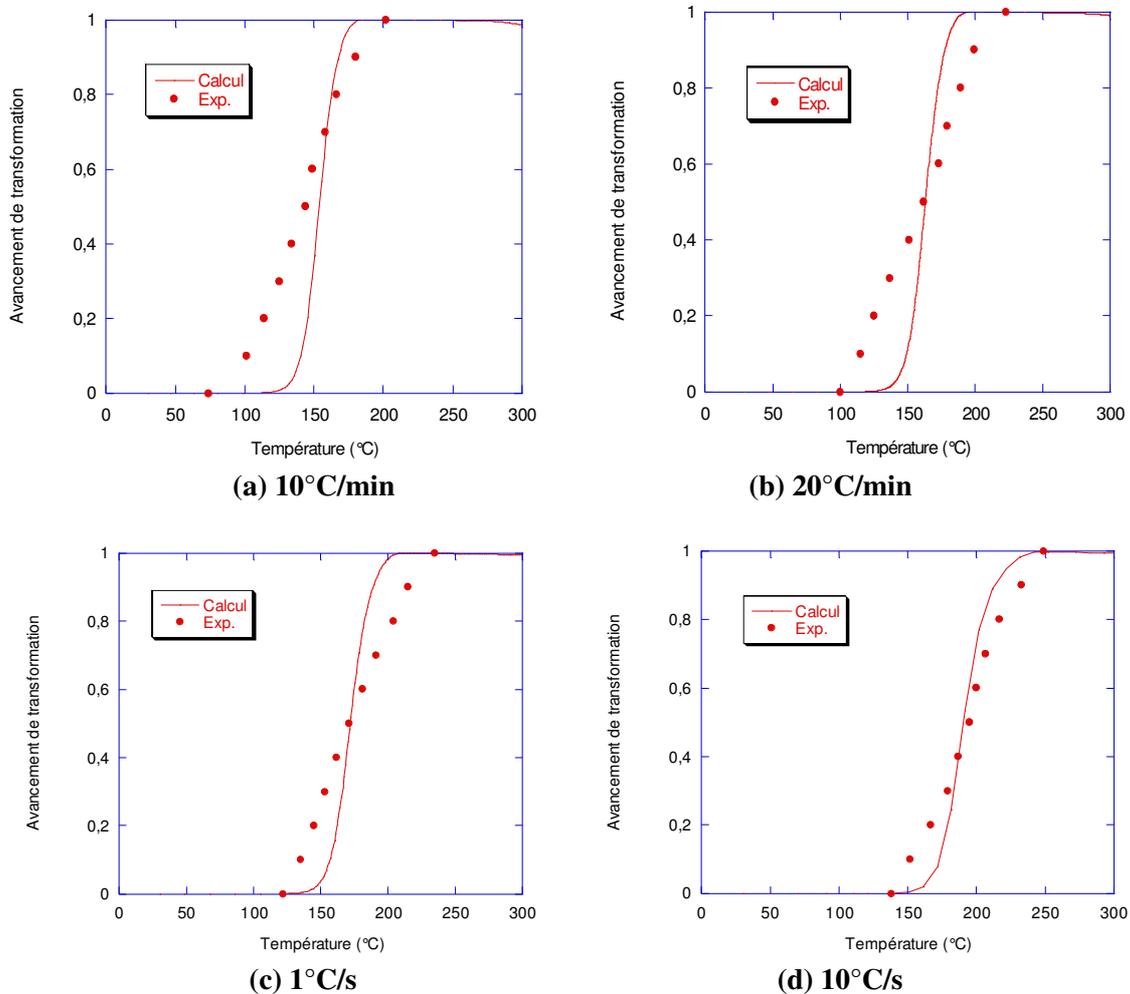
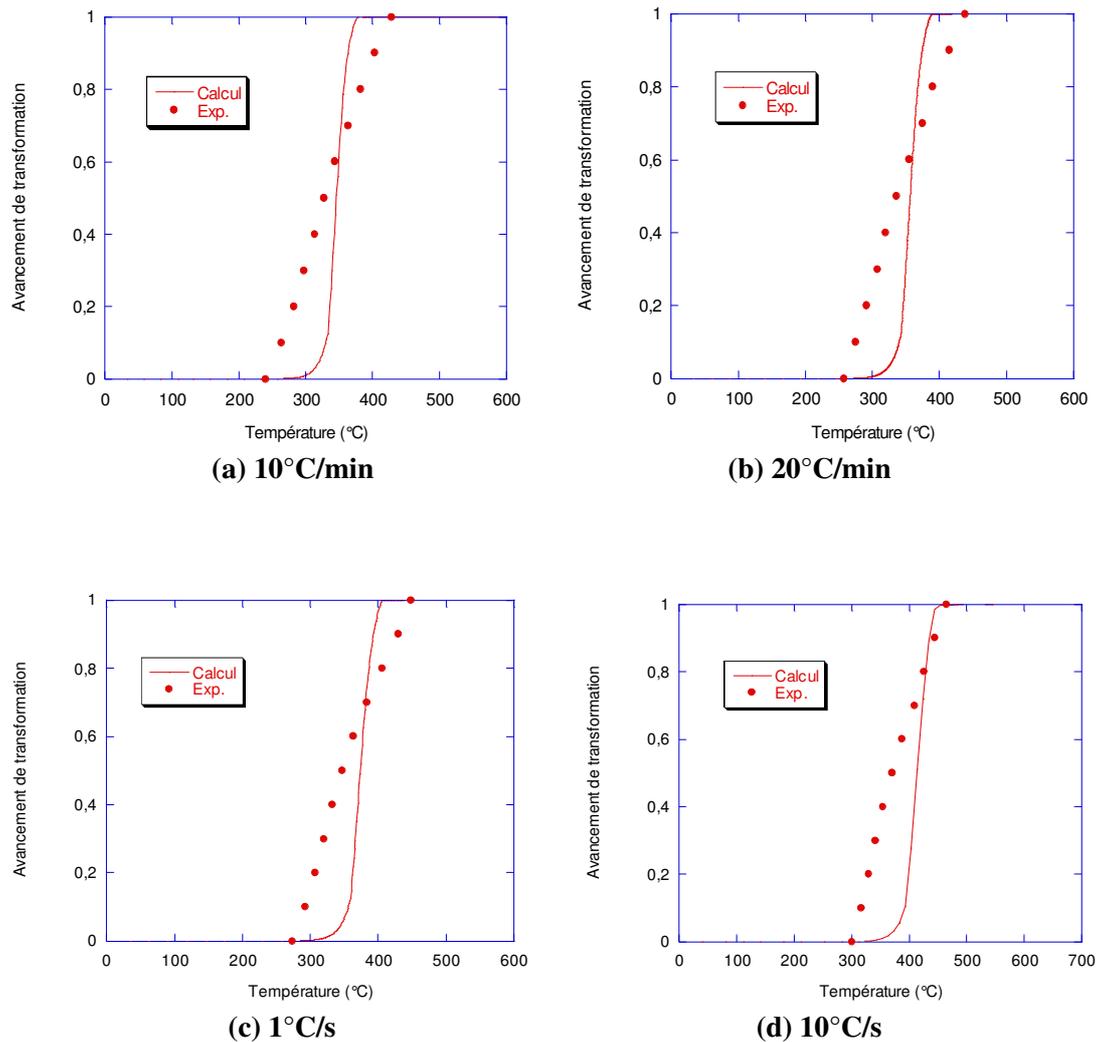


Figure 4.31 Cinétiques de précipitation du carbure epsilon calculées et expérimentales pour différentes vitesses de chauffage



**Figure 4.32 Cinétiques de précipitation de la cémentite calculées et expérimentales pour différentes vitesses de chauffage**

#### IV.3.4.2 Evolutions de microstructures lors de maintiens isothermes

Le cycle thermique chauffage, maintien et refroidissement appliqué aux éprouvettes lors des analyses expérimentales (figure 4.33) a été utilisé pour le calcul. Mais, comme le refroidissement a été effectué par trempé à l'hélium, nous avons supposé qu'il n'y a pas d'évolutions microstructurales et nous nous sommes contentés de simuler les seules phases de chauffage et de maintien isotherme.

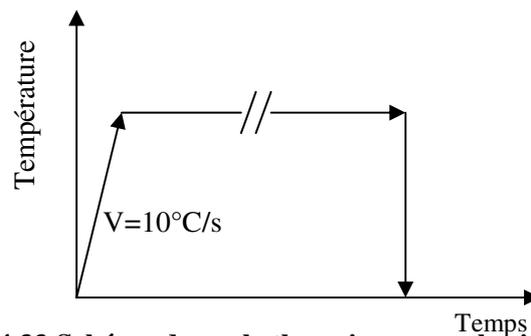


Figure 4.33 Schéma du cycle thermique pour la simulation

#### **i Maintien isotherme à 250°C**

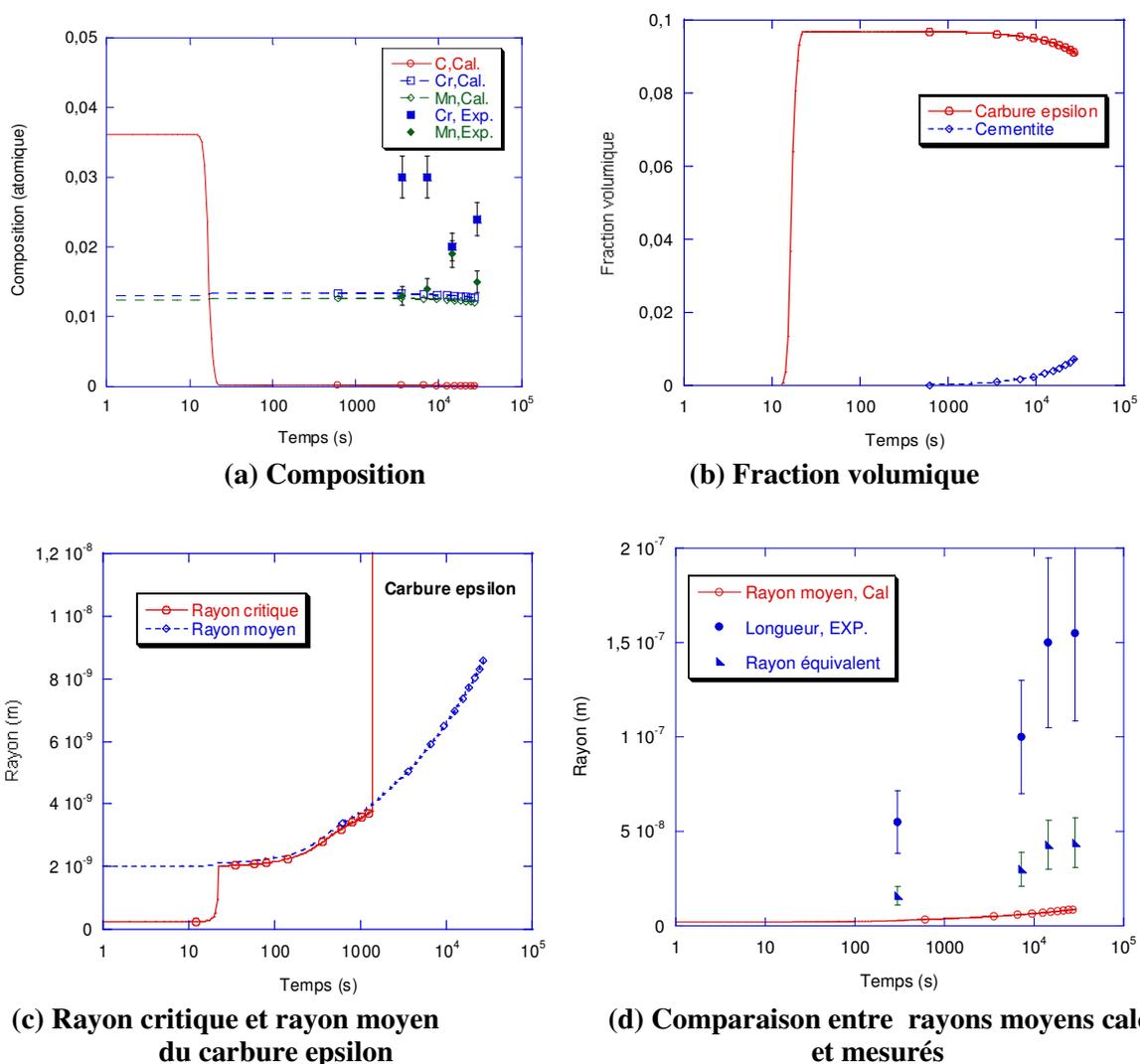
La figure 4.34 ((a) à (f)) montre les résultats issus de notre modèle. Ils permettent de suivre les différentes étapes de germination, croissance, coalescence du carbure epsilon et de la cémentite (et dissolution de carbure epsilon).

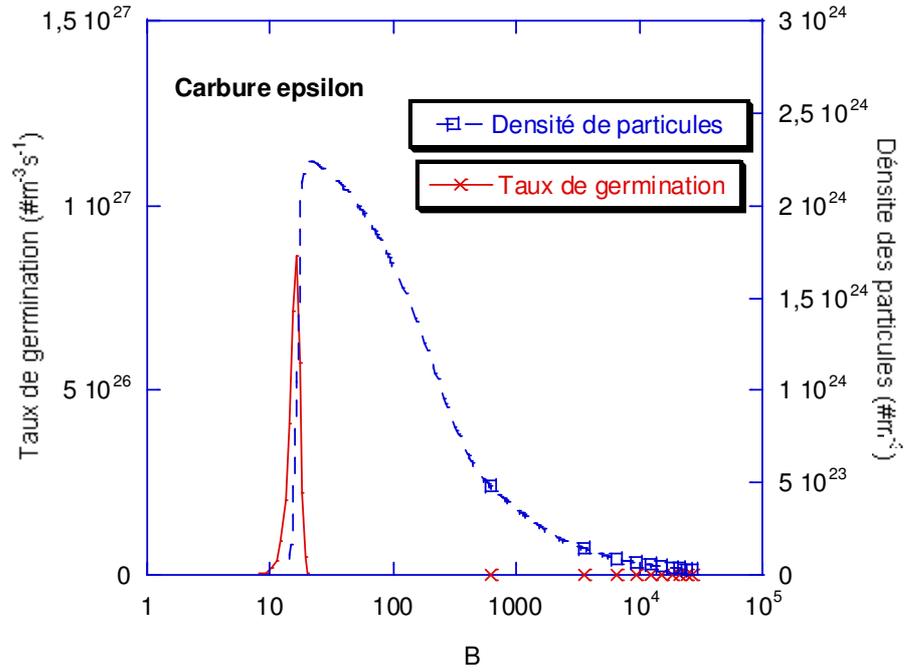
La figure 4.35 (a) présente l'évolution de la composition moyenne de la matrice calculée et mesurée par EDS durant le traitement thermique. Le calcul montre qu'au cours du chauffage, dans les 25 premières secondes, la teneur en carbone diminue rapidement en raison de la précipitation du carbure epsilon. Les teneurs en Cr et Mn sont constantes pendant le maintien isotherme jusqu'au début de précipitation de la cémentite (figure 4.35b) où elles diminuent faiblement. L'écart que nous observons entre la teneur en Cr mesurée et calculée est celui que nous avons mentionné précédemment pour la microstructure initiale.

La figure 4.35(c) présente les évolutions du rayon moyen et du rayon critique du carbure epsilon. On peut situer les différentes étapes de la précipitation du carbure epsilon : germination, croissance, coalescence et dissolution. Dans un premier temps, le rayon moyen augmente lors de la croissance des particules. Quand l'équilibre thermodynamique est atteint, nous avons un régime de coalescence. Après un maintien d'environ 2000s, et du fait de la précipitation de la cémentite, la composition de la matrice devient inférieure à la composition d'équilibre à l'interface carbure epsilon/matrice et les particules de carbure epsilon se dissolvent dans la matrice (cf. figure 4.35 (b)). A ce moment-là, le rayon critique pour la germination est infini. Les rayons moyens calculés et expérimentaux présentent des évolutions similaires, mais le calcul sousestime la taille du carbure epsilon. Il faut néanmoins noter que cette comparaison est

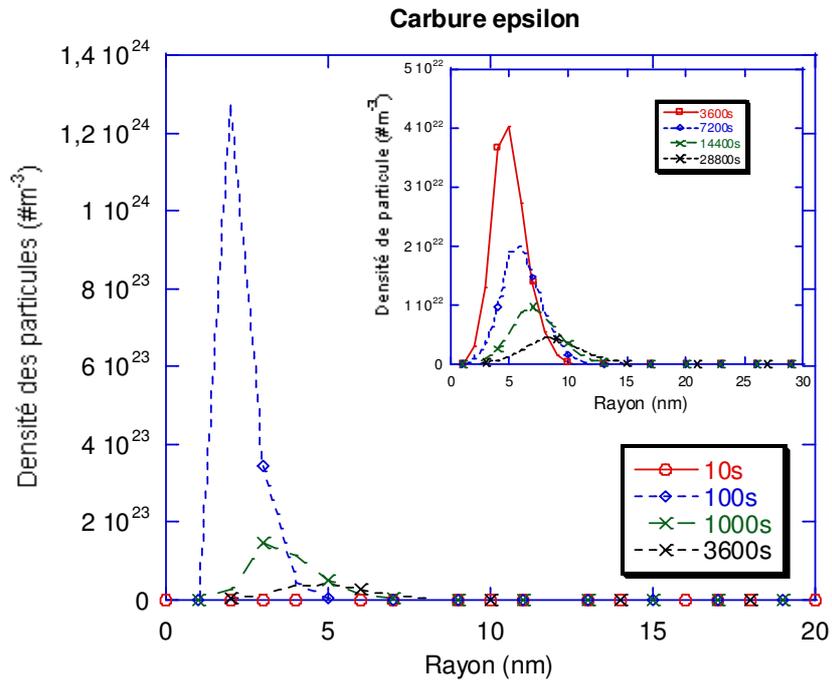
délicate car le modèle fait l'hypothèse de particules sphériques alors que la morphologie du carbure epsilon est plutôt en rubans comme nous l'avons vu précédemment.

La figure 4.35 (e) montre l'évolution du taux de germination du carbure epsilon et l'évolution de la densité des particules. Comme attendu le taux de germination passe par un maximum ainsi que la densité de particules. Durant le maintien isotherme, on observe la diminution de la densité du carbure epsilon du fait de la coalescence et de la dissolution. L'évolution de la distribution de taille des carbures epsilon (figure 4.35 (f)) est classique avec un déplacement de la distribution vers des rayons plus élevés et un diminution du maximum avec le temps.





(e) Taux de germination et densité des particules du carbure epsilon



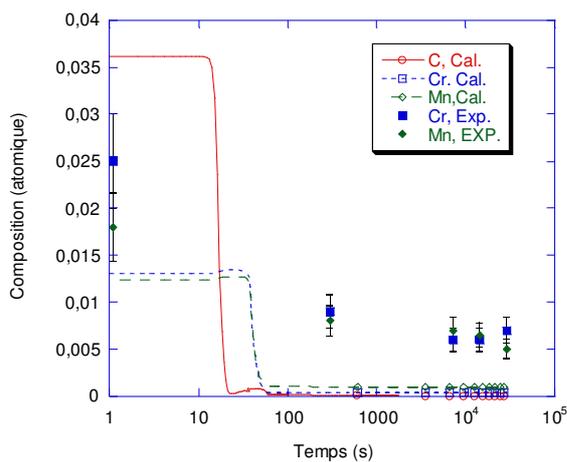
(f) Evolution de la distribution des particules du carbure epsilon en fonction du temps de maintien.

Figure 4.35 Résultats pour le revenu à 250°C

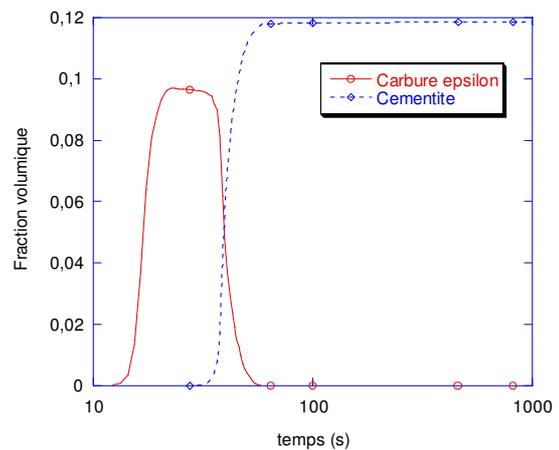
ii **Maintien isotherme à 400°C**

La figure 4.36 ((a)-(h)) montre les résultats obtenus. Comme précédemment, nous pouvons constater la précipitation des carbures epsilon, tout comme leur dissolution, ainsi que la précipitation de la cémentite qui ici est complète (12%) (figure 4.36 (b)). On remarque nettement la diminution des teneurs en Cr et Mn de la matrice associée à la précipitation de la cémentite (figure 4.36(a)). Nous attribuons les écarts calcul-expérience au fait que les mesures dans la matrice intègrent certainement des particules de carbures.

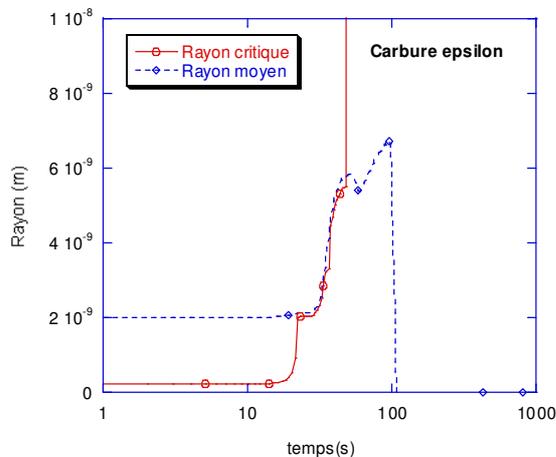
On peut aussi relever l'évolution du rayon moyen des carbures epsilon calculé (figure 4.36(c)). Au moment de la dissolution, il subit d'abord une diminution puis une augmentation pour enfin décroître vers zéro.



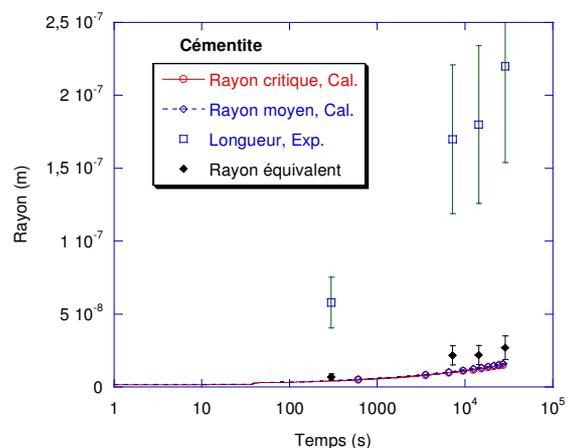
**(a) Composition**



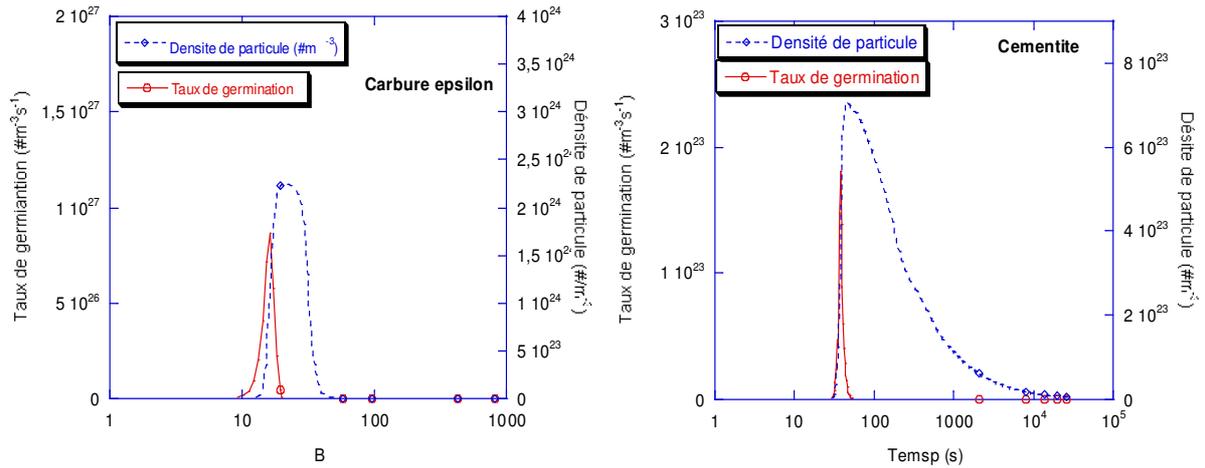
**(b) Fraction volumique des carbures**



**(c) Rayon critique et rayon moyen du carbure epsilon**

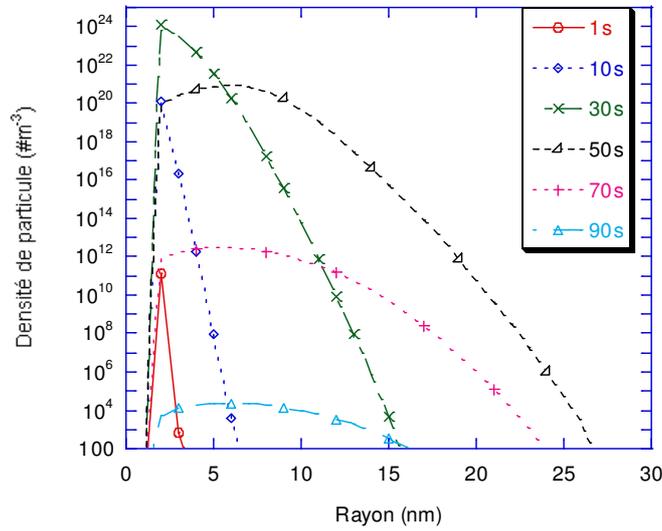


**(d) Comparaison entre les rayons moyen calculé et mesuré pour la cémentite**

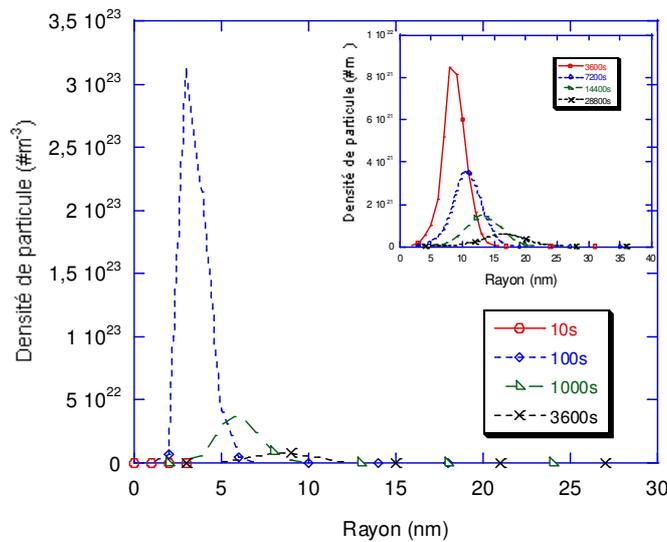


(e) Taux de germination et densité des particules de carbure epsilon

(f) Taux de germination et densité des particules de cémentite



(g) Evolution de la distribution des particules du carbure



(h) Evolution de la distribution des particules de la cémentite

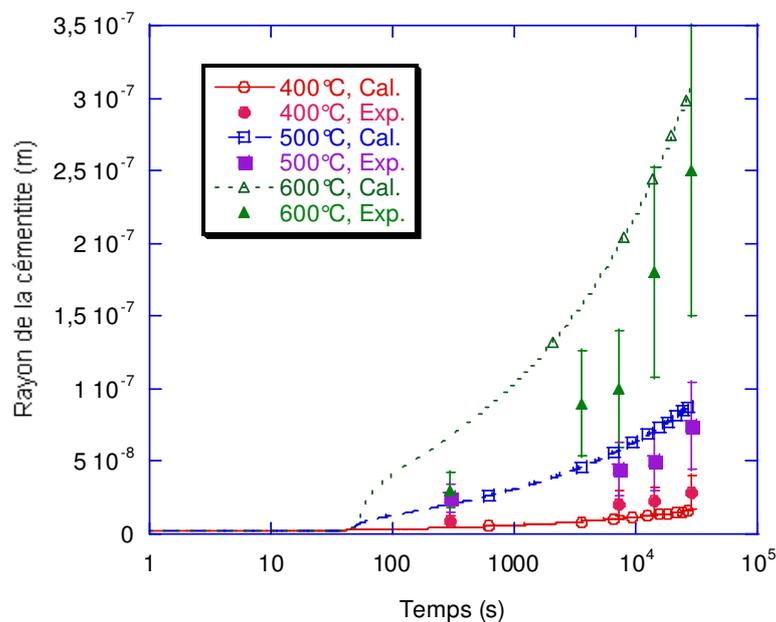
Figure 4.36 Résultats pour le revenu à  $400^\circ C$

Pour le revenu isotherme à 500°C, les processus sont analogues à ceux décrits à 400°C, avec cependant des cinétiques plus rapides. Dans ce cas, les carbures epsilon sont complètement dissouts pendant le chauffage.

Il en est de même pour le revenu à 600°C. Dans ce cas, la cinétique de coalescence de la cémentite est plus rapide. Nous avons reporté en annexe 2 les résultats complets pour les revenus à 500°C et 600°C.

En guise de synthèse, la figure 4.37 montre les évolutions des rayons moyens de la cémentite calculés et mesurés pour les revenus à 400°C, 500°C et 600°C. La coalescence de la cémentite débute peu après la fin du chauffage et conduit à des tailles moyennes de particule calculées au bout de huit heures respectivement d'environ 30nm à 400°C, 90 nm à 500°C et 300nm à 600°C.

Nous pouvons souligner que, compte tenu des incertitudes expérimentales, les corrélations calcul-expérience sont satisfaisantes.



**Figure 4.37 Evolution des rayons moyens de la cémentite calculés et mesurés**

## **IV.4 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons d'abord appliqué notre modèle d'évolution des microstructures au cours du revenu au cas d'un alliage binaire Fe-C. Nous avons analysé les précipitations compétitives du carbure  $\epsilon$  et de la cémentite et mis en évidence le rôle du chauffage lors d'un cycle thermique de revenu. Le modèle a été validé en comparant les résultats calculés à des résultats expérimentaux de la littérature. Nous avons montré que notre modèle prédit correctement les évolutions des cinétiques de précipitation et des tailles de précipités avec les conditions de revenu (température, temps), mais une surestimation des vitesses de précipitation a été mise en évidence plus particulièrement pour la cémentite.

L'étude de sensibilité a permis d'analyser en détail le rôle de l'énergie d'interface, de l'énergie de déformation élastique et du coefficient de diffusion sur nos résultats.

Pour l'acier 80MnCr5, les cinétiques de précipitation du carbure epsilon et de la cémentite ont été caractérisées expérimentalement par dilatométrie lors de revenus en chauffage linéaire à différentes vitesses. Nous avons également étudié et quantifié l'évolution des microstructures de la martensite par MET en fonction de la température et de la durée du revenu.

Nous avons appliqué la modélisation du revenu de la martensite pour un alliage multiconstitué, telle que nous l'avons décrite dans le chapitre III, à l'acier 80MnCr5, après avoir établi un jeu de données. Le modèle permet de prédire les fractions volumiques, les tailles moyennes et la densité des particules de précipités. De plus, nous obtenons l'évolution de la composition chimique moyenne de la matrice. Les cinétiques de précipitation et l'évolution des tailles des particules de cémentite sont cohérentes par rapport aux résultats expérimentaux avec, comme dans le cas de l'alliage binaire, une surestimation des vitesses de précipitation.

## **Chapitre V : Caractérisations et modélisation du comportement thermomécanique lors du revenu**

<b>V.1</b>	<b>Introduction .....</b>	<b>113</b>
<b>V.2</b>	<b>Résultats expérimentaux.....</b>	<b>113</b>
V.2.1	Résultats expérimentaux à température ambiante .....	113
V.2.2	Résultats expérimentaux de traction à haute température .....	116
V.2.3	Analyses et discussion .....	121
V.2.3.1	Module d'élasticité .....	121
V.2.3.2	Corrélation entre la limite d'élasticité et l'évolution de la microstructure.....	122
V.2.3.3	Comportement plastique.....	125
<b>V.3</b>	<b>Modélisation du comportement thermomécanique .....</b>	<b>130</b>
V.3.1	Loi élasto-visco-plastique additive à écrouissage isotrope .....	130
V.3.2	Application à l'acier 80MnCr5 .....	133
V3.2.1	Détermination des paramètres de la loi de comportement.....	134
V.3.2.2	Calcul de la contrainte seuil avec prise en compte de l'évolution de la microstructure lors du revenu .....	141
<b>V.4</b>	<b>Résultats calculés et discussion .....</b>	<b>145</b>
V.4.1	Comparaison des contraintes seuil calculées et simulées par ZeBulon.....	145
V.4.2	Evolution de la contrainte seuil à température ambiante en fonction de la température du revenu .....	152
<b>V.5</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>154</b>

## **V.1 Introduction**

L'étude expérimentale du comportement en traction nous a permis de suivre l'évolution des caractéristiques thermomécaniques de l'acier en fonction de la température et de la durée du revenu et de la température de déformation. Dans cette étude, nous avons effectué deux séries d'essais avec des éprouvettes trempées. D'une part, nous avons opéré une série de tractions à l'ambiante après revenu dans différentes conditions et d'autre part une seconde série de tractions à la température du revenu après divers temps de maintien.

D'après les résultats de ces essais, nous avons construit une corrélation entre la microstructure (composition de la matrice, taille des précipités, densité de dislocations, etc...) et le comportement mécanique (limite d'élasticité) qui en découle. Nous avons ensuite appliqué une loi thermo-élasto-visco-plastique pour décrire l'évolution du comportement thermomécanique de la martensite au cours du revenu.

## **V.2 Résultats expérimentaux**

Dans le chapitre 2, nous avons exposé les deux types d'essais réalisés et les cycles thermomécaniques imposés aux éprouvettes (figure 2.8). Nous allons décrire successivement les résultats obtenus pour les 2 types d'essai puis les analyser en relation avec les évolutions microstructurales de l'acier.

### **V.2.1 Résultats expérimentaux à température ambiante**

Nous avons caractérisé le comportement mécanique à température ambiante après des revenus aux trois températures 400°C, 500°C et 600°C de diverses durées. La vitesse de chauffage est de 10°C/s. Les essais de traction ont été réalisés avec une vitesse de déformation de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Le taux de déformation est de 1,5%. Le tableau 5.1 affiche les durées de maintien aux diverses températures. Nous avons également réalisé des essais après revenu à 250°C mais ceux-ci sont inexploitable en raison de la rupture de l'échantillon dans le domaine élastique. Les courbes contrainte-déformation à température ambiante sont représentées sur la figure 5.1.

**Tableau 5.1 Conditions de revenu avant traction à température ambiante**

Durée	400°C	500°C	600°C
5mn	✓	✓	✓
30mn	✓	✓	✓
1 heure	✓	✓	✓
2 heures	✓	✓	
4 heures	✓	✓	✓

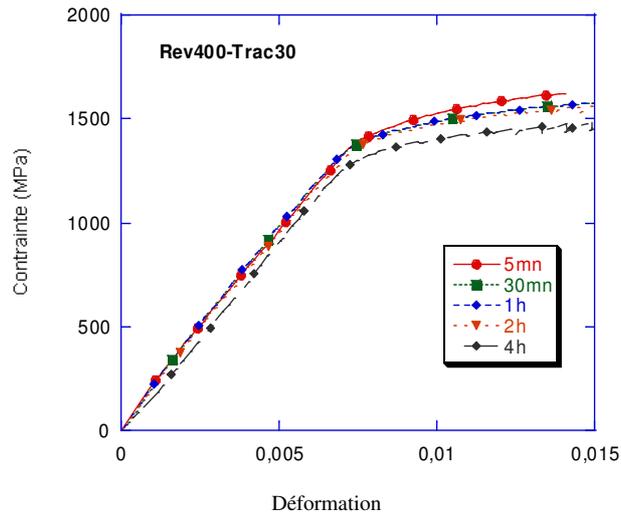
Pour tous les essais, le module d'élasticité est sensiblement constant et vaut environ 200000MPa (à 5% près), valeur caractéristique pour un acier à température ambiante [VIDA51]. Comme attendu, lorsque la température de revenu augmente, la limite d'élasticité du matériau à température ambiante diminue ainsi que les contraintes d'écoulement.

Dans le cas du revenu à 400°C (figure 5.1 (a)), les contraintes d'écoulement de la martensite diminuent faiblement lorsque la durée du maintien varie de 5min à 4 heures : pour 0,2% de déformation plastique, elle passe de 1580MPa à 1420MPa. On peut aussi constater que les profils des courbes d'écrouissage changent peu avec l'augmentation de la durée du maintien.

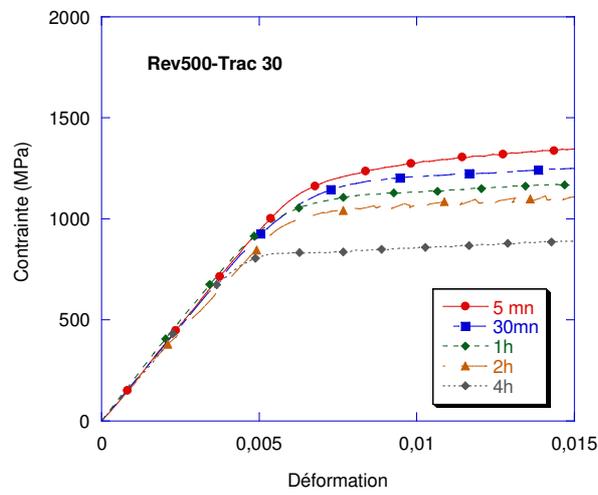
Pour le revenu à 500°C (figure 5.1 (b)), l'adoucissement de la martensite est évidemment accéléré. La contrainte d'écoulement après un maintien de 5min à 500°C est déjà plus faible que la contrainte d'écoulement pour un revenu de 4 heures à 400°C. Par ailleurs, l'effet de la durée de maintien sur l'évolution de la limite d'écoulement est très clair. La différence de contrainte d'écoulement est presque de 500MPa entre 5min et 4 heures.

Enfin, quand la martensite est revenue à 600°C (figure 5.1 (c.)), on relève que l'adoucissement de la matrice est plus rapide qu'à 500°C.

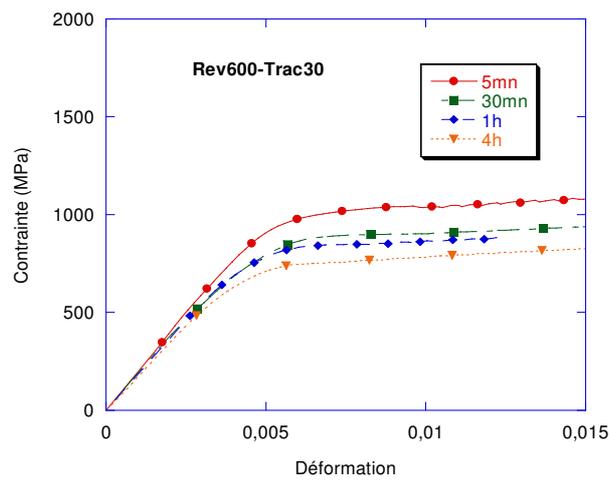
Ces évolutions de la contrainte d'écoulement avec la température et la durée du revenu sont bien sûr à rattacher aux évolutions microstructurales de l'acier comme nous le verrons par la suite. On peut déjà remarquer que les taux d'écrouissage sont moins sensibles aux variations de la microstructure dans notre cas.



(a) Revenu à 400°C



(b) Revenu à 500°C



(c) Revenu à 600°C

Figure 5.1 Courbes de traction obtenues à la température ambiante après revenu d'un état martensitique

## V.2.2 Résultats expérimentaux de traction à haute température

La seconde série d'essais comporte une traction à température de revenu après différents temps de maintien (figure 2.8(b)). L'objectif de ces cycles thermomécaniques est de caractériser l'évolution du comportement mécanique de l'acier à haute température. Nous choisissons quatre températures d'essai : 250°C, 400°C, 500°C et 600°C. Afin de déterminer l'effet visqueux, deux vitesses de déformation ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) ont été appliquées sur les éprouvettes revenues pendant 1 heure à 400°C, 500°C et 600°C. Une seule vitesse de déformation ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) a été appliquée pour toutes les autres conditions de revenu. Le taux maximal de déformation est de 1,5%. Le tableau 5.2 liste les durées de maintien aux diverses températures de revenu.

**Tableau 5.2 Conditions de revenu avant traction à haute température**

Durée	250°C*	400°C	500°C	600°C
5mn	✓	✓	✓	✓
1 heure	✓	✓	✓	✓
2 heures	✓		✓	
4 heures	✓	✓	✓	✓

\* La microstructure initiale est martensite + austénite résiduelle (20% environ)

Tous les essais ont été effectués pour une microstructure quasiment totalement martensitique. Mais comme à 250°C, la rupture de l'échantillon s'est produite dans le domaine élastique, nous avons réalisé des essais sur la microstructure obtenue après trempe jusqu'à température ambiante c'est-à-dire une microstructure constituée de 80% de martensite et 20% d'austénite résiduelle.

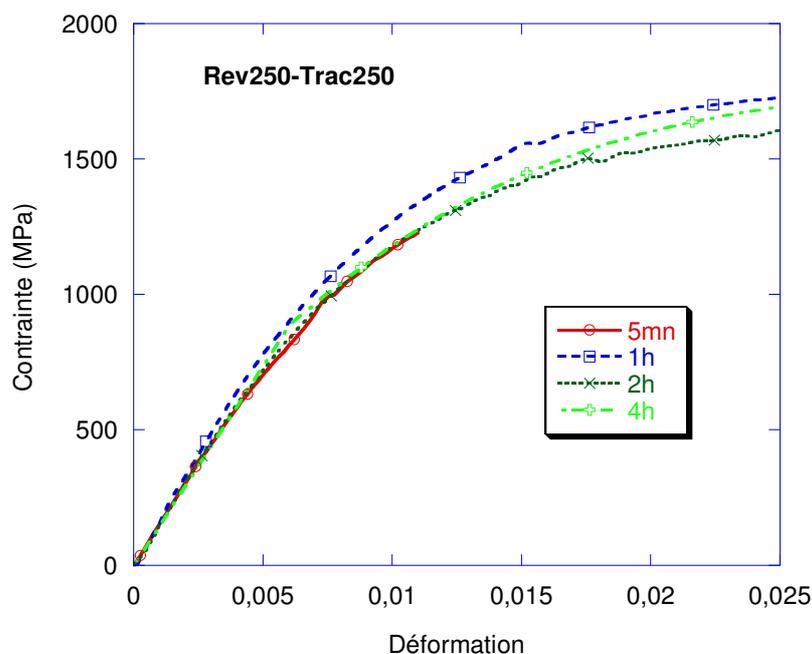
La figure 5.2 montre l'évolution de la contrainte d'écoulement de la martensite en fonction de la condition de revenu et de la température de déformation. Ici, tous les essais sont effectués pour une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Comme prévu, sur les figures 5.2 (a) à 5.2 (d), on peut constater que les comportements en traction varient fortement avec la température. De manière générale, lorsque la température de déformation augmente, le module d'élasticité et la contrainte d'écoulement diminuent évidemment, mais pour chacune des températures, l'effet de la durée du maintien est relativement faible. Par ailleurs, les profils des courbes d'écrouissage varient assez peu quand la durée du maintien augmente.

A la température de 250°C, nous observons que pour des déformations plastiques inférieures à environ 1,75% la limite d'écoulement varie très peu pour des maintiens de 5min, 2 heures et 4 heures. Par contre, pour un maintien d'1 heure, les limites d'écoulement sont supérieures à celles pour un maintien de 5min traduisant un durcissement du matériau lié probablement à une précipitation. Une faible augmentation de la « pente élastique » semble aussi apparaître entre les maintiens de 5min et 1 heure.

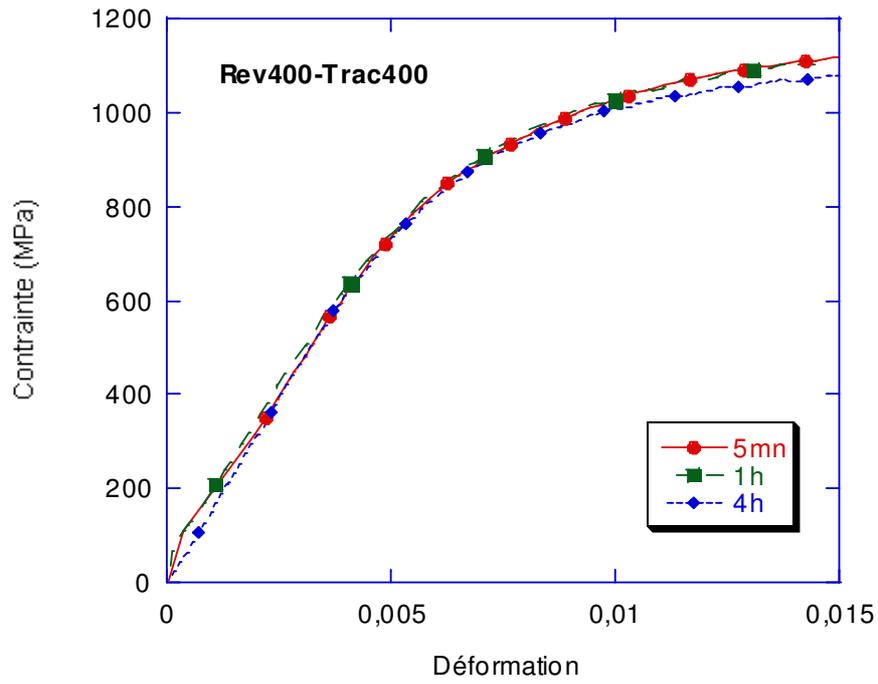
Il est aussi remarquable que pour des déformations plastiques supérieures à environ 1,75%, la limite d'écoulement pour 4 heures de maintien devient supérieure à celle pour 2 heures de maintien, signe aussi d'une évolution microstructurale du matériau. Une faible augmentation du module d'élasticité semble aussi apparaître.

A 400°C, les variations de limite d'écoulement ne sont pas détectables pour des maintiens de 5min et 1 heure et la diminution est de l'ordre de 5% pour une durée de maintien de 4 heures.

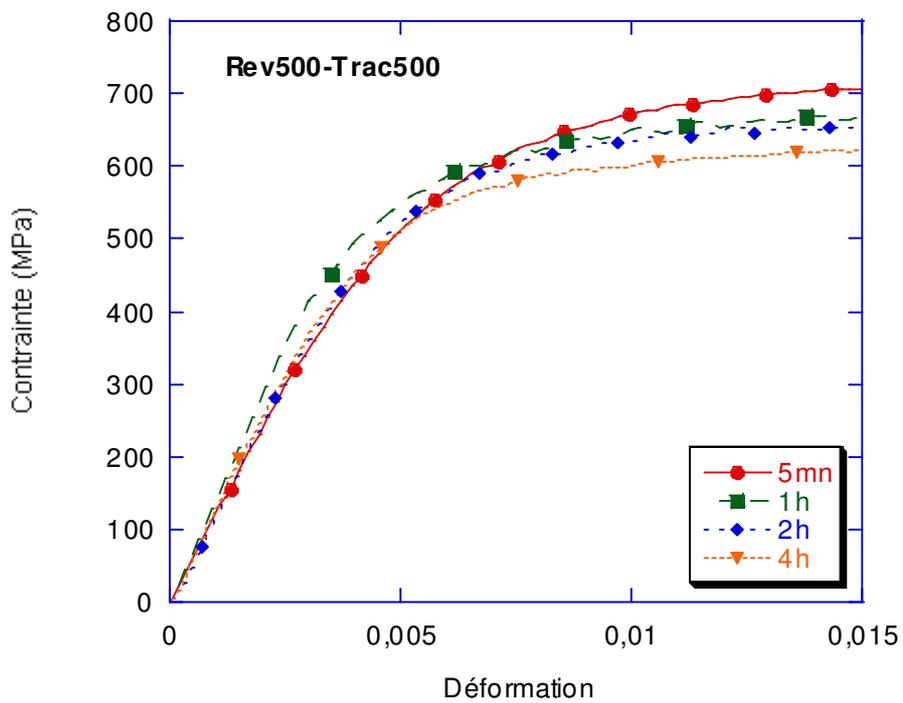
Pour 500°C et 600°C, ces variations atteignent environ 10% lorsque la durée de maintien passent de 5min à 4 heures. (Nous attribuons la variation de « pente élastique » observée à 500°C pour le maintien d'1 heure à une incertitude expérimentale).



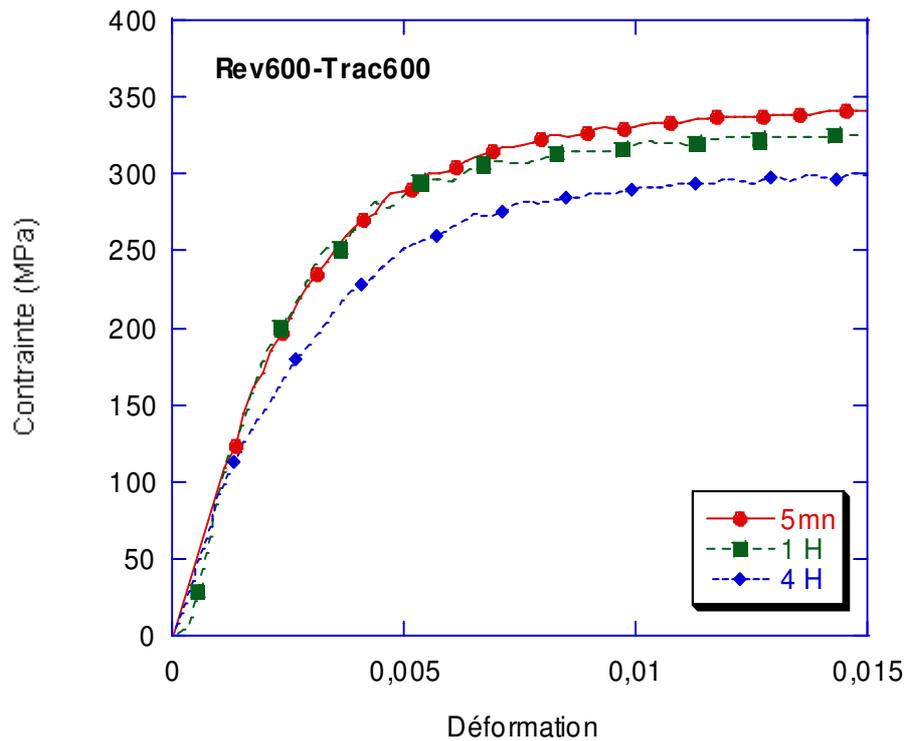
(a) Traction à 250°C après revenu à 250°C



(b) Traction à 400°C, après revenu à 400°C



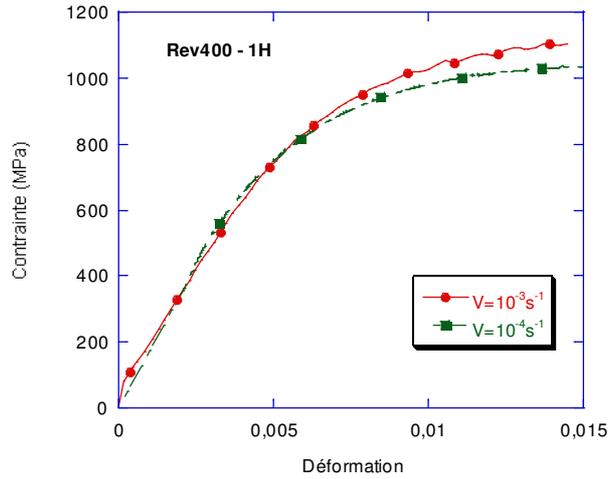
(c) Traction à 500°C après revenu à 500°C



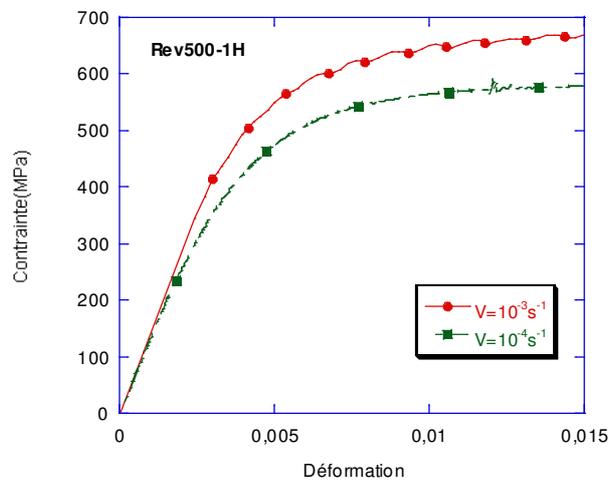
(d) Traction à 600°C après revenu à 600°C

Figure 5.2 Tractions à la température de revenu à partir d'un état martensitique initial

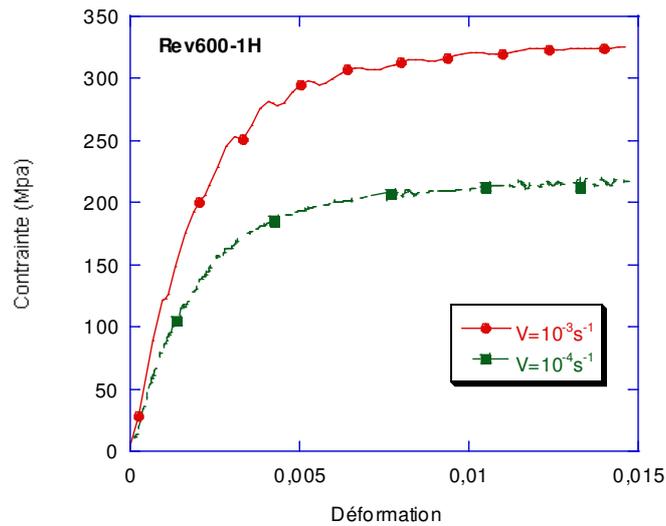
Nous savons bien que, en général, l'acier a un comportement visqueux quand il est déformé à haute température. La figure 5.3 (a)-(c) révèle l'effet visqueux aux diverses températures de déformation. On peut noter qu'à chaque température, la contrainte d'écoulement augmente avec la vitesse de déformation pour une même microstructure. Comme attendu, les effets visqueux augmentent quand la température de déformation augmente.



(a) Revenu à 400°C, 1 heure



(b) Revenu à 500°C, 1 heure



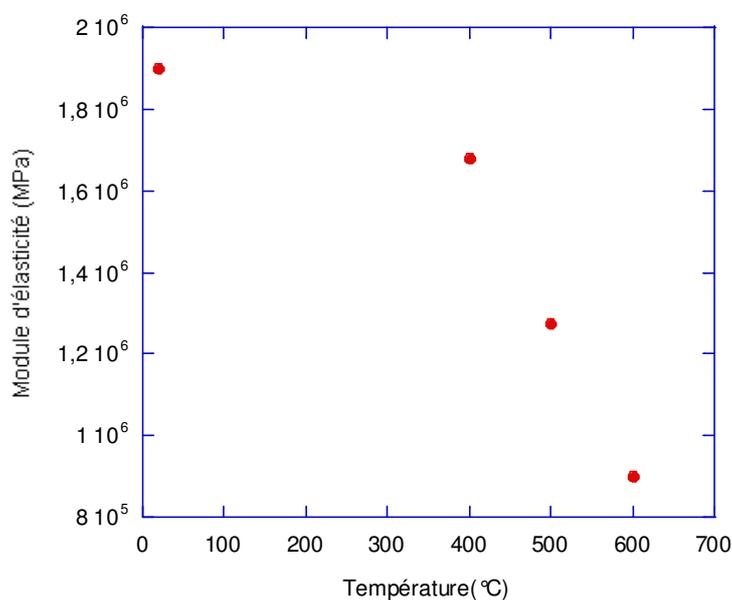
(c) Revenu à 600°C, 1 heure

Figure 5.3 Tractions effectuées à la température de revenu (après 1heure de maintien) et pour 2 vitesses de déformation.

### V.2.3 Analyses et discussion

Pour pousser plus avant l'interprétation des courbes de traction, nous allons analyser successivement les évolutions du module d'élasticité, de la limite d'écoulement à 0,2% de déformation plastique (que nous appellerons comme dans la convention « limite d'élasticité à 0,2% ») et des taux d'écrouissage en relation avec les évolutions microstructurales de l'acier.

#### V.2.3.1 Module d'élasticité



**Figure 5.4 Evolution de module d'élasticité en fonction de la température**

La figure 5.4 montre les évolutions de module d'élasticité en fonction de la température de déformation pour nos différents essais. Nous remarquons, comme nous l'avons déjà évoqué précédemment, une décroissance sensiblement continue du module avec la température de déformation telle qu'elle est attendue sauf à 250°C où le module « apparent » est plus faible. Nous attribuons ce fait à une éventuelle transformation de l'austénite résiduelle au cours de l'essai de traction à 250°C (en particulier pour l'essai après 5min de revenu). En effet, d'après le diagramme TTT au revenu de l'acier 80MnCr5 établi par C. Aubry [AUBR98], à 250°C, la décomposition isotherme de l'austénite résiduelle a lieu entre 300s et 1000s. Cette transformation s'accompagne d'une augmentation de volume et sous charge d'une plasticité de transformation [MILL99] qui peut conduire à une relaxation de contrainte et à une

diminution de la pente initiale de la courbe de traction. (Notons aussi que sous charge, il a été montré que la transformation de l'austénite résiduelle est accélérée [MILL99].

Pour les autres températures de revenu, nous pouvons considérer que le module d'élasticité ne varie quasiment pas avec l'évolution de la microstructure comme cela est généralement admis dans la littérature [VIDA51]. Signalons aussi, que, comme c'est généralement le cas, les valeurs de module d'élasticité que nous avons mesurées par traction à chaud sont notablement plus faibles que celles données dans la littérature (par exemple à 600°C le module d'Young d'un acier est de l'ordre de 160000 MPa [VIDA51].

### V.2.3.2 Corrélation entre la limite d'élasticité et l'évolution de la microstructure

La figure 5.5 synthétise l'évolution de la limite d'élasticité à 0,2% à température ambiante pour les différentes conditions de revenu. Elle révèle la diminution de la limite d'élasticité de la martensite lorsque la température du revenu et la durée du maintien augmentent. De plus, l'effet d'adoucissement lié à l'augmentation de la température est plus important que celui lié à la durée du maintien.

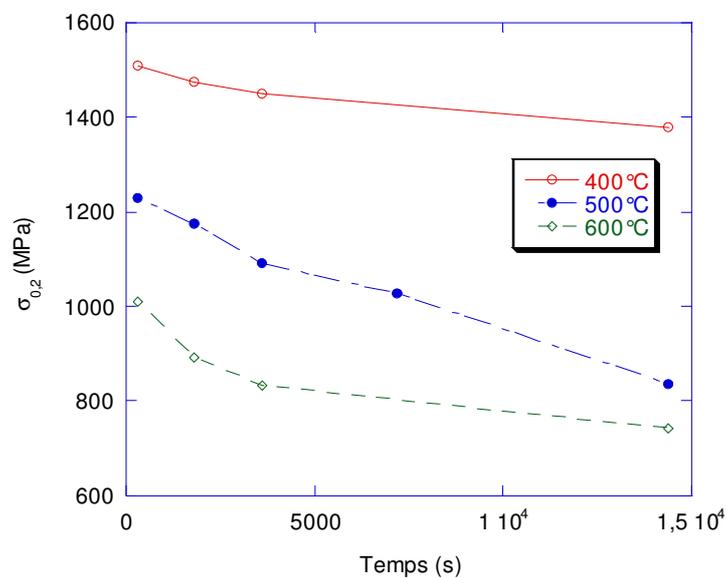
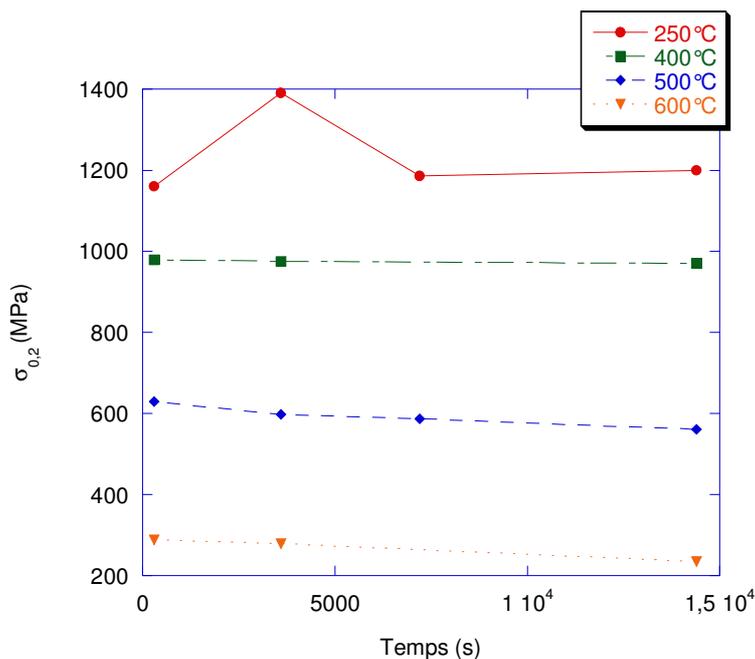


Figure 5.5 Evolutions de la limite d'élasticité obtenue à température ambiante



**Figure 5.6 Evolution de la limite d'élasticité à chaud**

L'évolution de la limite d'élasticité aux hautes températures est visible sur la figure 5.6. Dans le cas du revenu à 250°C, la limite d'élasticité augmente entre 5min et 1 heure de maintien puis diminue jusqu'à environ 2 heures de maintien puis réaugmente très faiblement jusqu'à 4 heures de maintien.

Quand la température excède 400°C, la limite d'élasticité diminue rapidement avec l'augmentation de la température. Pour chacune des températures, la diminution de la limite d'élasticité en fonction de la durée du maintien est moindre qu'à température ambiante.

Au cours du revenu, l'évolution de la limite d'élasticité de la martensite dépend de plusieurs effets : le durcissement dû aux particules de carbures, l'adoucissement lié à l'appauvrissement de la solution solide et la restauration de la matrice. Dans le chapitre précédent, nous avons caractérisé et simulé l'évolution de la précipitation du carbure epsilon et de la cémentite au cours du revenu et nous allons utiliser ces résultats ici.

Après un maintien de 5min à 250°C, d'après les résultats des figures 4.21 et 4.35, on peut penser que la limite d'élasticité est caractéristique d'une microstructure constituée de carbures epsilon dans une martensite appauvrie en carbone avec probablement une certaine quantité d'austénite résiduelle comme nous l'avons discuté ci-dessus. Quand la durée du maintien avant traction est de 1 heure, la précipitation des carbures epsilon est terminée et il n'y a plus

d'austénite résiduelle, ce qui peut expliquer l'augmentation de la limite d'élasticité. Pour un maintien de 2 heures, la taille des particules de carbure epsilon augmente (figure 4.35d) et leur densité diminue (figure 4.35e) ; ainsi, la limite d'élasticité diminue. Mais, quand la durée du maintien excède 2 heures, les particules de cémentite germent et croissent aux dépens des particules de carbure epsilon. Ces nouvelles, et petites particules de cémentite peuvent provoquer un effet de durcissement qui se poursuit pendant l'essai de traction et apparaît nettement au-delà de 1,75% de déformation plastique.

On peut aussi se demander si sous l'effet du chargement mécanique (contraintes/déformation plastique), la cinétique de précipitation de la cémentite est accélérée. A notre connaissance, il n'y a pas d'évidence expérimentale sur ce point. Même si Stewart et al [STEW94] ont montré qu'une contrainte appliquée influence la formation de cémentite (diminution du nombre de variants quand la contrainte appliquée augmente), ils ne donnent pas de résultats concernant la cinétique de transformation.

Pour les aciers au carbone ou faiblement alliés, la restauration de la matrice commence lorsque la température dépasse  $\frac{1}{3}T_f - \frac{1}{2}T_f$  (600K-900K) [HOU89]. Donc, l'effet de la restauration peut être négligé à cette température.

D'après l'analyse conduite au chapitre précédent, lorsque la martensite est revenue à une température supérieure à 400°C, les transformations de phases s'achèvent en cours de chauffage : le carbure epsilon est déjà (ou presque à 400°C) totalement remplacé par la cémentite. Ainsi, lors des maintiens isothermes réalisés, seule la coalescence de la cémentite a lieu. Notons aussi que la durée de l'essai de traction est faible (15s pour la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{s}^{-1}$ ) par rapport à la cinétique de coalescence de la cémentite.

Dans le cas du revenu à 400°C (figure 4.22, 4.36), on peut remarquer que la teneur des éléments en solution solide dans la matrice diminue évidemment ; la taille moyenne des particules de cémentite augmente lentement au cours du palier. De plus, la restauration de la matrice à 400°C n'est pas vraiment évidente à cette température. Ainsi, la limite d'élasticité à 0,2% est plus faible que dans le cas du revenu à 250°C et elle diminue lentement avec la durée du maintien.

Pour les revenus à 500°C et surtout 600°C (figure 4.23, 4.24, A2.1, A2.2), nous observons que l'augmentation de la température de revenu accélère bien la croissance des particules de cémentite. La restauration de la matrice est aussi plus importante. Dans ces cas-là, la diminution de la limite d'élasticité est due au grossissement des particules et à la diminution de leur densité ainsi qu'à la diminution de la densité des dislocations au cours du palier.

Nous pouvons aussi supposer que la déformation plastique en cours d'essai de traction (qui dans notre cas est au maximum de 1,5%) n'influence pas fortement l'évolution microstructurale de la cémentite. En effet, les tailles de particules mesurées après l'essai de traction à 600°C (maintien de 4 heures) sont voisines de celles déterminées pour le revenu sans traction.

### **V.2.3.3 Comportement plastique**

Sur les figures 5.1 et 5.2, nous avons noté que pour notre acier, le comportement à l'érouissage dépend plus de la température de déformation que de l'évolution de la microstructure. Afin de compléter notre analyse, nous avons calculé les taux d'érouissage

$$\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon_p} \text{ à partir des courbes de traction obtenues avec une vitesse de déformation de } 10^{-3} \text{ s}^{-1}.$$

Nous avons choisi de représenter  $\theta$  en fonction de la différence de contrainte  $\sigma - \sigma_{0,0005}$  où  $\sigma_{0,0005}$  est la limite d'écoulement à 0,05% (valeur proche de la limite d'élasticité proportionnelle). De plus, afin de comparer le comportement plastique aux diverses températures, on normalise le taux d'érouissage  $\theta$  et  $(\sigma - \sigma_{0,0005})$  par le module de cisaillement  $\mu$ , dont les valeurs en fonction de la température sont calculées à partir des modules d'élasticité mesurées sur les courbes de traction (le coefficient de Poisson est pris égal à 0,3 ( $\mu = E/2(1+\nu)$ )).

Nous nous intéressons tout d'abord aux essais de traction à température ambiante (figure 5.7). La figure 5.7 (a) rassemble les courbes  $\theta/\mu$  en fonction de  $(\sigma - \sigma_{0,0005})/\mu$  pour les différentes conditions de revenu. Dans la suite, nous appellerons  $(\sigma - \sigma_{0,0005})/\mu$ , la « contrainte plastique ». Sur cette figure, on voit, comme attendu, que le taux d'érouissage diminue quand la contrainte plastique augmente. Le taux d'érouissage à contrainte nulle est élevé et quasiment

constant pour les différentes conditions de revenu. Le taux d'érouissage varie globalement peu avec la température et la durée de revenu jusqu'à des valeurs de  $(\sigma - \sigma_{0,0005})/\mu$  de l'ordre de 0,002. Pour des valeurs supérieures, l'influence des conditions de revenu et donc de l'évolution de la microstructure, est plus marquée. Au-delà de  $(\sigma - \sigma_{0,0005})/\mu \approx 0,004$ , cet effet de microstructure n'est plus visible.

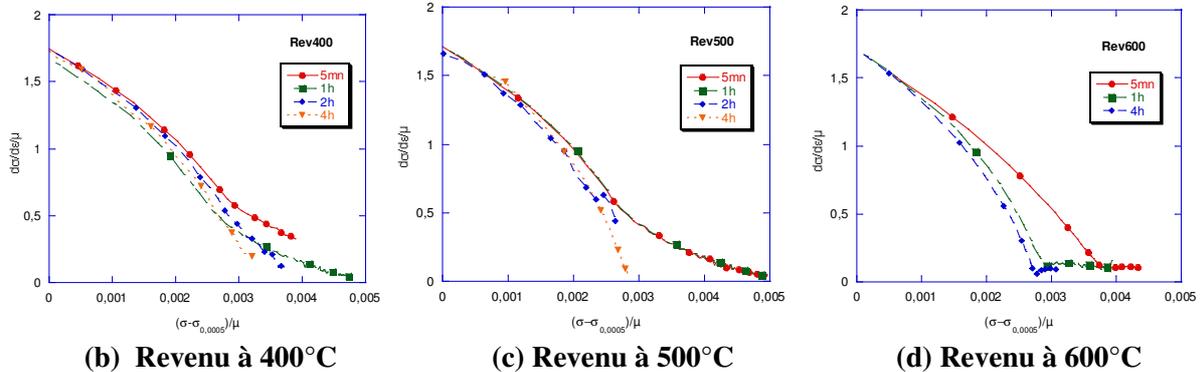
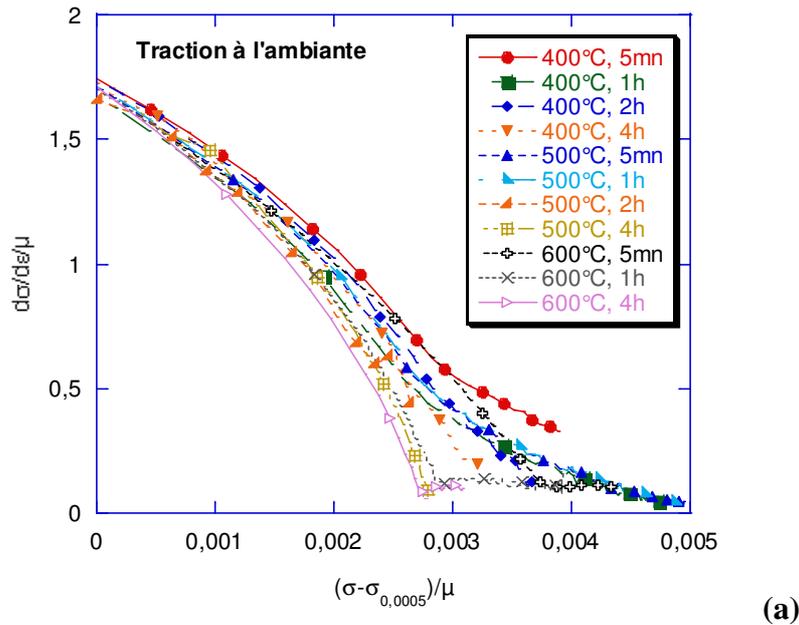
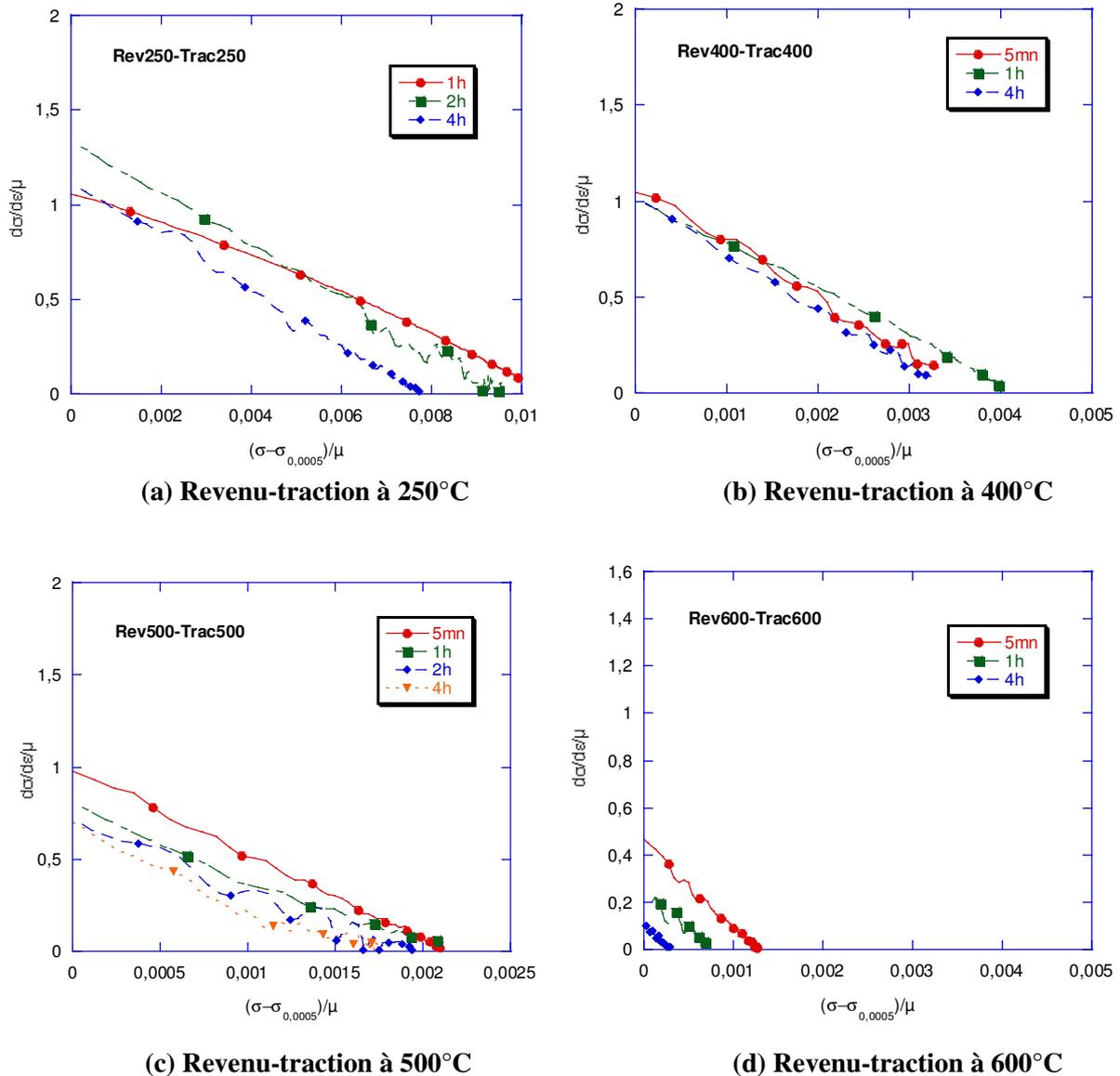


Figure 5.7 Evolution du taux d'érouissage en fonction des conditions de revenu à température ambiante

De façon plus détaillée, les figures 5.7 (b) à (d) présentent respectivement les courbes d'érouissages correspondants aux revenus à 400°C, 500°C et 600°C. Nous observons un comportement similaire aux différentes températures : le taux d'érouissage diminue quand la durée du revenu augmente. Ces variations sont d'autant plus marquées que la température de revenu augmente : pour le revenu à 400°C, elles sont faibles dans tout le domaine de

déformation plastique exploré alors que pour les revenus à 500°C et 600°C, elles sont plus importantes quand la déformation plastique augmente. Ainsi, pour le revenu à 500°C, l'effet de l'évolution de la microstructure apparaît nettement dans le domaine de déformation plastique 0,3 - 0,7% et pour le revenu à 600°C il apparaît dès 0,6% de déformation plastique.



**Figure 5.8 Evolution du taux d'érouissage en fonction des conditions de revenu et de la température de déformation**

Nous avons ensuite étudié l'évolution du taux d'érouissage pour les essais de traction effectués à différentes températures (figure 5.8 (a) à (d)). Le taux d'érouissage présente des variations sensiblement linéaires avec la contrainte plastique. Pour des durées de revenu

courtes (5min), le taux d'écroûissage à contrainte nulle est sensiblement constant à 400°C et 500°C (et bien sûr plus faible qu'à température ambiante) et diminue assez fortement à 600°C. La pente de variation du taux d'écroûissage avec la contrainte plastique est plus forte quand la température augmente. De plus, à 500°C et 600°C, quand la durée du maintien augmente, le taux d'écroûissage diminue alors qu'à 400°C sa variation est relativement faible.

A 250°C, les variations observées avec la durée de maintien ne sont pas monotones. Ceci est certainement à attribuer aux évolutions microstructurales plus complexes qui se produisent à cette température dues à la différence de microstructure initiale.

Dans la suite, nous nous centrerons sur les évolutions à 400, 500 et 600°C. Nous avons tenté d'apporter quelques éléments d'explication qualitatifs quant à l'influence de la microstructure sur les évolutions des taux d'écroûissage observés en nous appuyant sur les mécanismes d'écroûissage décrits dans la littérature dont nous donnons un bref résumé.

L'écroûissage est essentiellement une interaction entre les dislocations mobiles et les dislocations fixes (forêt). Au-delà d'un certain niveau de déformation, l'annihilation des dislocations entre elles (restauration dynamique) peut se produire. Lorsqu'un matériau est déformé plastiquement, on a donc compétition, voire équilibre dynamique entre création et annihilation de dislocations. La microstructure (en particulier les précipités) quant à elle, va entraîner un blocage des dislocations, effet qui diminue quand la température augmente (car le franchissement d'obstacles par glissement dévié est facilité). Mais, la compréhension fine de l'influence de précipités sur l'écroûissage est très complexe. Dans la littérature ([ASHB70], [DUMO03]) l'influence de précipités contournés par les dislocations (mécanismes d'Orowan) sur l'écroûissage, est décrit comme étant reliée au stockage des boucles d'Orowan autour des précipités au cours de la déformation. Quand la déformation augmente (déformations supérieures à quelques %), le comportement à l'écroûissage est modifié car il y a annihilation des dislocations (les boucles se propageant dans la matrice par glissement dévié), phénomène qui dépend bien sûr fortement de la température.

Il faut noter que nos résultats ne concernent que le domaine des petites déformations plastiques (inférieures à 2%), alors que les déformations plastiques explorées dans la littérature sont généralement supérieures à 10%. Soulignons aussi que dans le domaine de déformation exploré, les taux d'écroûissage initiaux sont toujours très supérieurs à  $\mu/20$  (taux

maximum d'érouissage généralement admis en l'absence de sites de stockage particuliers pour les dislocations comme les précipités).

Rappelons aussi que les tailles et densités de précipités varient assez fortement avec les conditions de revenu. La taille moyenne des précipités passe en effet de 20nm à 250nm pour des revenus de 5min à 400°C et de 4 heures à 600°C respectivement (figure 4.37). On peut considérer que ce sont des précipités « contournables ».

Dans le cas de nos essais à température ambiante (après revenu), nous avons vu que la microstructure joue peu sur le taux d'érouissage aux très faibles déformations plastiques. Ceci peut être lié aux fortes densités de dislocations déjà stockées dans la matrice avant l'essai de traction. Il faut en effet souligner que la microstructure initiale de nos échantillons est constituée de martensite contenant une forte densité de dislocations qui évoluent en fonction des conditions de revenu. Ainsi pour le revenu à 400°C, la restauration est faible ce qui pourrait expliquer des taux d'érouissage en cours de déformation plastique peu sensibles à l'évolution de microstructure (qui elle-même est aussi relativement faible pour cette température de revenu). Quand la température de revenu augmente, les densités de dislocations stockées dans la matrice avant déformation sont plus faibles et le rôle des précipités peut devenir plus important en cours de déformation. On peut penser que le taux d'érouissage est dans ce cas lié au stockage de boucles autour des précipités et sera donc d'autant plus faible que la taille des précipités sera grande et leur densité faible. Il faut aussi noter, que c'est essentiellement la fraction intragranulaire de l'ensemble des précipités présents qui contribue à l'érouissage (OHMO04) et que, d'après nos analyses microstructurales, cette fraction est relativement faible (à 600°C, nous avons observé deux familles de précipités : ceux dans les plaquettes de martensite (qui sont de plus petite taille) et ceux aux joints de plaquettes (fig 4.24)).

Pour les essais de traction à chaud, la capacité du matériau à stocker des dislocations est moindre en raison des effets de restauration et les taux d'érouissage sont donc plus faibles qu'à température ambiante. Les effets de la microstructure peuvent s'expliquer comme précédemment avec un taux d'érouissage qui diminue quand la taille des précipités augmente et que leur densité diminue.

### V.3 Modélisation du comportement thermomécanique

Une loi de comportement thermomécanique est une expression mathématique qui relie des grandeurs telles que la contrainte, la déformation, la vitesse de déformation, la température de traction et la microstructure d'un matériau. Elle peut être exprimée sous la forme :  $\sigma = f(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T, S)$ . Ici, nous appliquons une loi élasto-visco-plastique additive à écrouissage isotrope à notre matériau. Les coefficients de cette loi sont déterminés par une procédure d'optimisation à l'aide du logiciel ZeBuLon. Ensuite, nous établirons une comparaison entre les courbes simulées et celles issues des résultats expérimentaux et nous détaillerons la prise en compte de l'influence de la précipitation sur le comportement thermomécanique.

#### V.3.1 Loi élasto-visco-plastique additive à écrouissage isotrope

##### a. Partition des déformations

On formule généralement une hypothèse de partition de la déformation totale en une déformation élastique (réversible), une déformation thermique et une déformation inélastique. Dans le domaine des faibles déformations :

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p + \varepsilon_{th} \quad (5.2)$$

$\varepsilon_e$  correspond à la déformation élastique. Pour un matériau isotrope, dans le cas d'un chargement tridimensionnel, on peut exprimer cette déformation en fonction des contraintes.

$$\varepsilon_e = \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma - \frac{\nu}{E} Tr(\sigma) \mathbf{1} \quad (5.3)$$

où  $E$  est le module d'Young,  $\nu$  le coefficient de Poisson,  $\sigma$  le tenseur de contrainte et  $Tr(\sigma)$  la trace du tenseur  $\sigma$ .

$\varepsilon_{th}$  est la déformation thermique qui s'écrit :  $\varepsilon_{th} = \alpha T$

où  $\alpha$  le coefficient de dilatation thermique linéaire (supposé constant ici),  $T$  la température  
 $\varepsilon_p$  est la déformation plastique instantanée (indépendante du temps) ou viscoplastique

### **b. Fonction seuil**

La fonction seuil  $f$  traduit le critère de plasticité. La déformation est élastique lorsque  $f$  est négative. Elle prend généralement en compte l'écrouissage isotrope et cinématique. Le paramètre principal d'une telle loi est la limite d'élasticité du matériau non déformé ( $\sigma_0$ ). Dans le cas d'un matériau de von Mises elle s'exprime par :

$$\begin{aligned} f &= J(\sigma - X) - R - \sigma_0 \\ &= \left[ \frac{3}{2} (\sigma' - X') : (\sigma' - X') \right]^{1/2} - R - \sigma_0 \end{aligned} \quad (5.4)$$

où  $\sigma'$ ,  $X'$  sont les déviateurs de  $\sigma$  et  $X$ ,  $X$  est le tenseur d'écrouissage cinématique et  $R$  est le tenseur d'écrouissage isotrope

### **c. Loi de comportement avec prise en compte des comportements élastique, plastique et visqueux**

Il convient avant tout de souligner que nos essais mécaniques ne comportant pas d'essais de compression, il ne sera pas possible de traiter de l'écrouissage cinématique et nous serons donc contraints de l'ignorer dans la loi de comportement.

Dans la loi de viscoplasticité à écrouissage isotrope, il existe une seule variable interne :  $r$ , un scalaire. Elle indique l'état actuel d'écrouissage du matériau et se réduit à la déformation plastique cumulée  $p$  lorsqu'il n'y a pas de processus de restauration.

Le potentiel de dissipation s'écrit :

$$\Omega = \Omega(\sigma, R; T, r) \quad (5.5)$$

où  $\sigma$  est le tenseur des contraintes,  $R$  la contrainte interne et  $T$  la température.

Dans le cas de matériaux isotropes et où la déformation est indépendante de la pression hydrostatique, on peut exprimer l'équation (5.5) avec un potentiel d'écoulement avec écrouissage. (On ne considère pas ici de potentiel de restauration) :

$$\Omega = \Omega_p(\sigma_{eq} - R - \sigma_0; T, r) \quad (5.6)$$

où  $\sigma_{eq}$  est la contrainte équivalente de Von Mises

La loi de normalité généralisée nous permet de formuler les équations suivantes :

$$\dot{\varepsilon}_P = \frac{\partial \Omega}{\partial \sigma} = \frac{3}{2} \dot{P} \frac{\sigma'}{\sigma_{eq}} \quad (5.7)$$

où  $\dot{P}$  est la vitesse de déformation plastique équivalente :

$$\dot{P} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\varepsilon}_P : \dot{\varepsilon}_P} \quad (5.8)$$

Dans le cas d'une loi d'écrouissage additive,  $\dot{P}$  prend la forme suivante :

$$\dot{P} = \left[ \frac{\sigma_{eq} - R - \sigma_0}{K} \right]^{1/m} \quad (5.9)$$

La loi d'évolution de l'écrouissage choisie est :

$$R = HP^n \quad (5.11)$$

Les équations (5.8 à 5.11) d'évolution définissent complètement la loi élasto-viscoplastique additive à écrouissage isotrope. Dans le cas d'un chargement mécanique uniaxial, les tenseurs de contrainte et de déformation se réduisent à des scalaires  $\sigma$ ,  $\varepsilon$  et la loi additive s'en trouve simplifiée. Un chargement mécanique uniaxial se définit alors à l'aide du système d'équations suivant :

$$\begin{aligned} \varepsilon &= \varepsilon_e + \varepsilon_p \\ \varepsilon_e &= \frac{\sigma}{E} \\ \sigma &= \sigma_0 + H\varepsilon_p^n + K \dot{\varepsilon}_p^m \end{aligned} \quad (5.11)$$

où  $\sigma_0$  est une contrainte seuil. Le terme  $H\varepsilon_p^n$  représente l'érouissage par la déformation et le terme  $K \dot{\varepsilon}_p^m$  représente la contrainte visqueuse.

La figure 5.9 expose le schéma de décomposition de la contrainte.

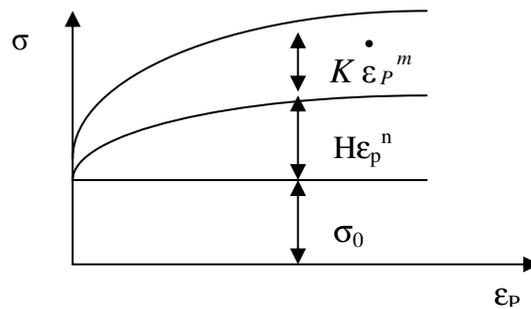


Figure 5.9 Schéma de décomposition de la contrainte pour un essai de traction

### V.3.2 Application à l'acier 80MnCr5

De manière générale, tous les termes de loi de comportement définie ci-dessus sont dépendants de la microstructure du matériau. Le rôle de la microstructure étant très complexe à modéliser, dans notre travail, nous avons considéré que les évolutions microstructurales modifient essentiellement la contrainte seuil et sont sans influence sur l'érouissage et sur les effets visqueux. Pour l'érouissage, cette hypothèse semble réaliste à température ambiante et jusqu'à environ 400°C comme nous l'avons vu précédemment. A plus hautes températures, elle pourra conduire à des écarts entre calcul et expérience. Ainsi dans notre modélisation, la contrainte seuil sera fonction de la microstructure et de la température de déformation alors que les paramètres H, n, K, m ne seront fonction que de la température de déformation.

Dans une première étape, nous avons déterminé les paramètres  $\sigma_0$ , H, n, K et m par une procédure d'optimisation à l'aide du logiciel ZeBuLon et nous avons mené une première comparaison entre les courbes simulées et celles issues des résultats expérimentaux. Puis, une relation entre la contrainte seuil et les évolutions microstructurales a été établie.

### **V3.2.1 Détermination des paramètres de la loi de comportement**

Le nombre de coefficients définissant la loi additive rend difficile un dépouillement manuel des essais mécaniques. Nous avons donc eu recours au logiciel ZeBuLon afin de déterminer le jeu de paramètres optimaux.

ZeBuLon est un logiciel qui offre une vaste palette de modèles de comportement mécanique. Pour nos besoins, nous avons porté notre choix sur le modèle « gen\_evp ». Nous avons fait une estimation a priori plausible pour l'ensemble des paramètres, puis dans le logiciel, la simulation a été mise en oeuvre au travers d'une méthode d'algorithmes itératifs classiques pour déterminer le jeu de paramètres optimaux. L'itération s'arrête lorsque les erreurs entre les courbes expérimentales et simulées deviennent infimes. Nous avons également effectué des ajustements manuels de manière à respecter les évolutions physiques des paramètres avec la température c'est-à-dire une augmentation de la contrainte seuil et des paramètres d'écrouissage et une diminution des paramètres visqueux quand la température diminue.

La figure 5.10 affiche simultanément les courbes expérimentales et les simulations pour les essais de traction à l'ambiante. Les paramètres visqueux ne sont pas pris en compte dans ces simulations. En effet, les phénomènes visqueux sont négligeables à température ambiante. On peut constater un bon accord pour les essais après revenu à 400°C et pour les essais après revenus à 500°C ou 600°C de courtes durées avec des écarts inférieurs à 5%. Pour les essais après revenu de 4 heures à 500°C (ou de 4 heures à 600°C), les écarts atteignent 10% et peuvent être attribués à des incertitudes expérimentales. En effet, dans certains cas, la régulation imparfaite de la vitesse de déformation conduit à des « oscillations » sur les courbes contraintes-déformations (suite de chargements et de relaxations de contraintes) dont l'amplitude peut atteindre 10% .

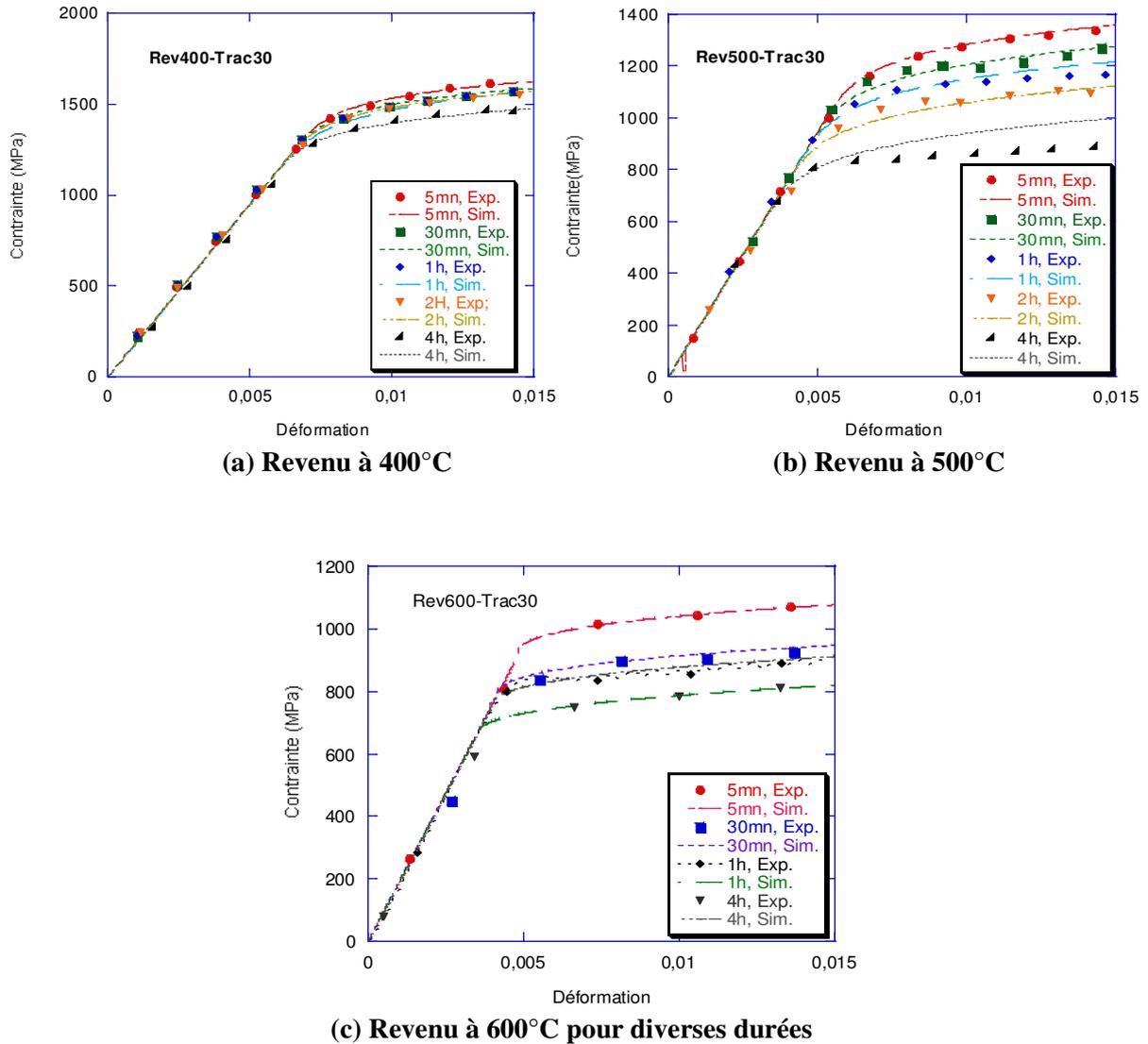
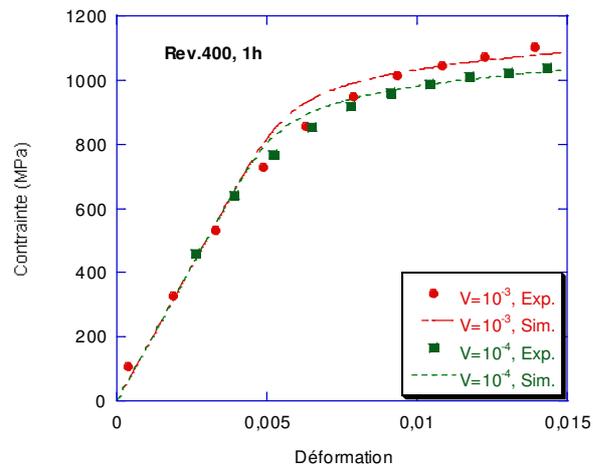
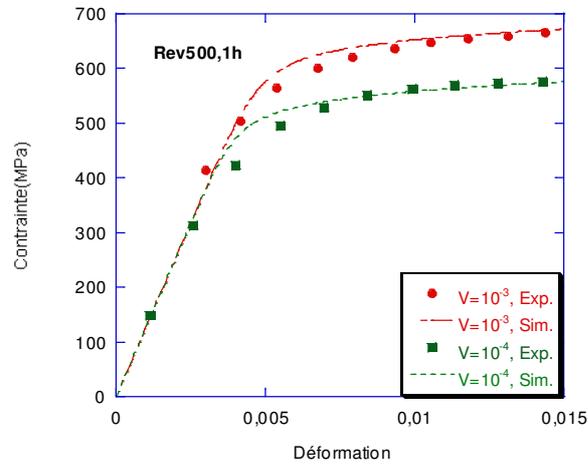


Figure 5.10 Comparaison entre expérience et simulation des tractions à température ambiante

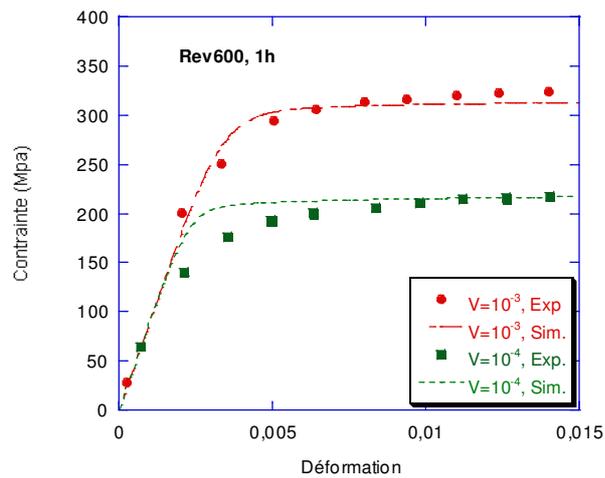
Pour les tractions à température de revenu, les paramètres relatifs à la contrainte visqueuse sont calculés à l'aide des courbes obtenues aux diverses vitesses de déformation ( $10^{-3}$ ,  $10^{-4}$  s $^{-1}$ ) sauf pour le revenu à 250°C pour lequel nous avons supposé les effets visqueux négligeables. La figure 5.11 ((a) à (c)) fournit une comparaison entre les courbes de traction expérimentales et les simulations des essais aux diverses températures. On voit que les courbes calculées avec les paramètres obtenus par ZeBuLon sont bien en phase avec les courbes expérimentales. Nous notons néanmoins des écarts relativement élevés dans le cas après revenu à 600°C pendant 1 heure aux très faibles déformations.



**(a) Revenu à 400°C, 1 heure**



**(b) Revenu à 500°C, 1 heure**



**(c) Revenu à 600°C, 1 heure**

**Figure 5.11 Comparaison entre expérience et simulation pour deux vitesses de déformation (tractions à la température de revenu)**

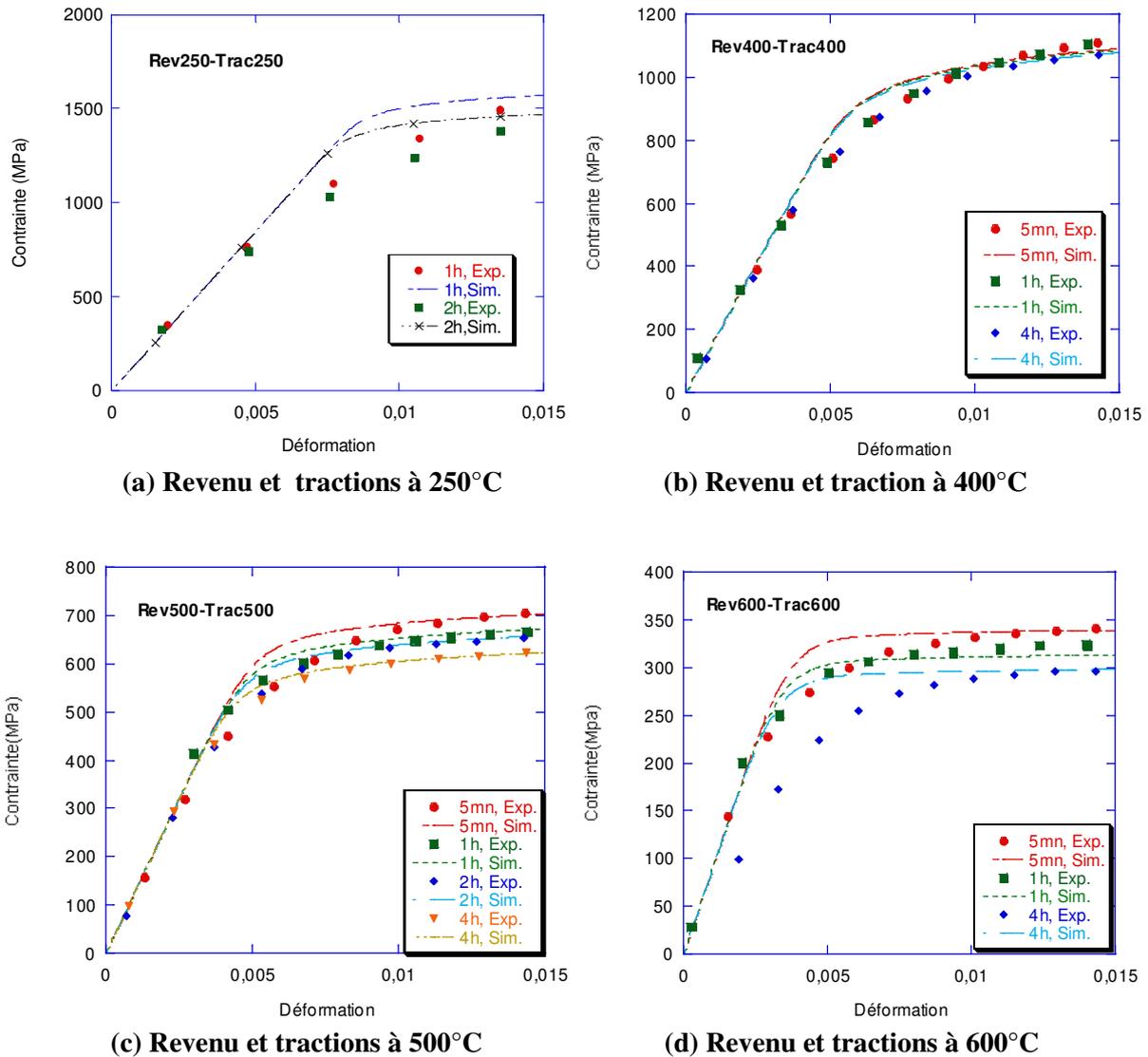
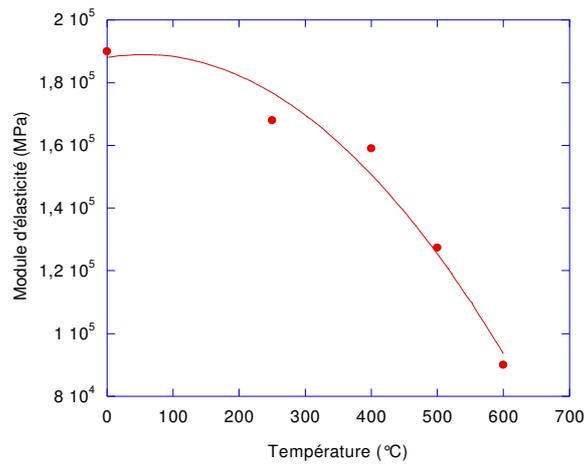
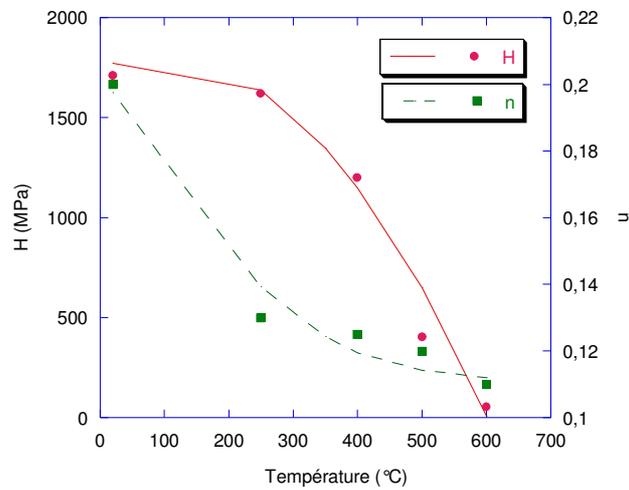


Figure 5.12 Comparaison entre expérience et simulation pour les tractions à température de revenu (vitesse de déformation  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )

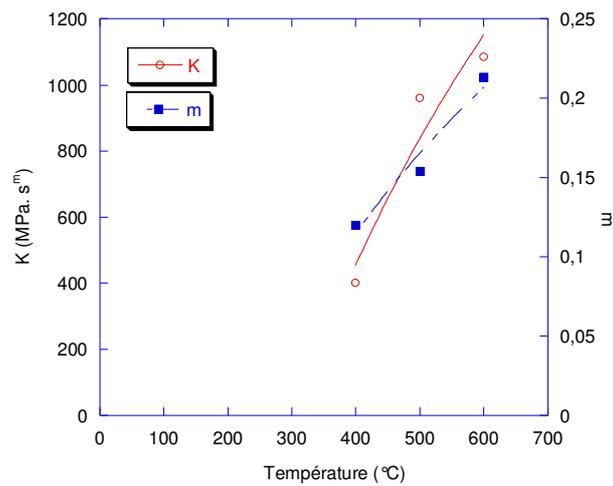
La figure 5.12 ((a) à (f)) montre les courbes mesurées et simulées pour les tractions à température du revenu (avec une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Les paramètres visqueux déterminés précédemment ont été utilisés pour déterminer les autres paramètres. On constate une assez bonne cohérence entre courbes mesurées et simulées. On peut néanmoins remarquer que le modèle prévoit systématiquement une transition « élastoplastique » plus "brutale" que l'expérience et ceci est d'autant plus marqué que la température est élevée. Ceci peut être dû à notre hypothèse que les comportements d'écrouissage (et visqueux) ne dépendent pas des évolutions microstructurales. Nous avons en effet montré que pour les températures de revenu de 500°C et 600°C, l'évolution microstructurale induit une diminution du taux d'écrouissage (figure 5.8).



(a) Module d'élasticité



(b) H et n

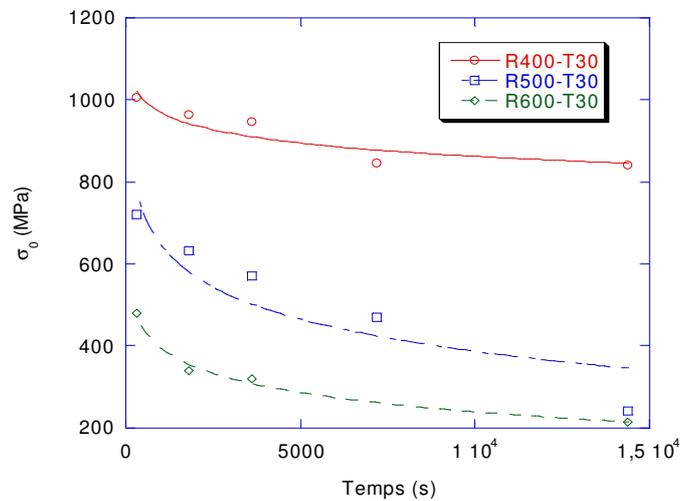


(c) K et m

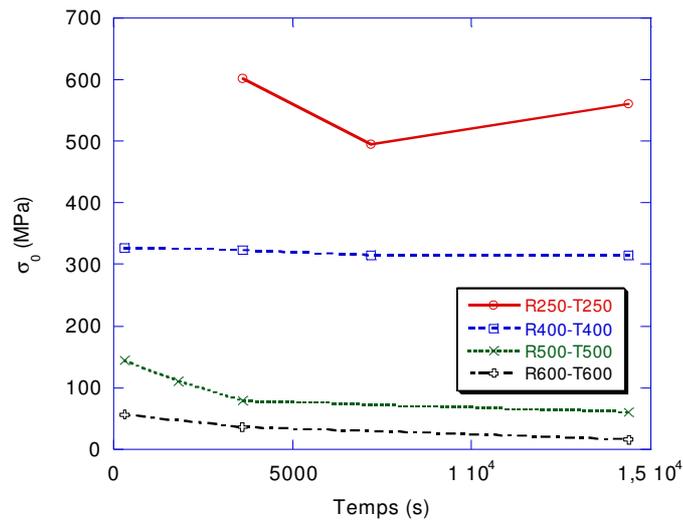
Figure 5.13 Evolutions des paramètres de la loi de comportement élastoviscoplastique en fonction de la température

Les valeurs des coefficients de la loi additive obtenues sont rassemblées dans les tableaux 5.3 et 5.4. La figure 5.13 montre l'évolution des divers paramètres en fonction de la température de traction. Notons que nous avons supposé que les effets visqueux sont négligeables en dessous de 350°C (valeurs proches de  $T_f/3$ ).

La figure 5.14 donne l'évolution de la contrainte seuil en fonction des conditions de revenu et de traction. La contrainte seuil diminue lorsque la température de revenu ou la durée du palier isotherme augmente. Ces évolutions sont similaires à celles de la limite d'élasticité à 0,2% (figure 5.5, 5.6)



(a) Traction à température ambiante



(b) Traction à température de revenu

Figure 5.14 Evolution de la contrainte seuil en fonction de la durée du revenu

**Tableau 5.3 Paramètres de la loi de comportement de l'acier 80MnCr5 à température à ambiante**

		$\sigma_0$ (MPa)	K(MPa.s <sup>m</sup> )	n	Young (MPa)	Poisson
R400-T30	5min	1005	1710	0,2	$1,9 \times 10^5$	0,28
	30min	963				
	1h	945				
	2h	845				
	4h	840				
R500-T30	5min	720				
	30min	632				
	1h	570				
	2h	470				
	4h	240				
R600-T30	5min	480				
	30min	340				
	1h	320				
	4h	214				

**Tableau 5.4 Paramètres de la loi de comportement de l'acier 80MnCr5 à haute température**

	Durée	$\sigma_0$ (MPa)	H (MPa)	n	K (MPa.s <sup>m</sup> )	m	Young (MPa)	Poisson
R250-T250	1h	605	1620	0.13	-	-	$1,68 \times 10^5$	0,28
	2h	495						
	4h	550						
R400-T400	5min	327	1200	0,125	400	0,12	$1,60 \times 10^5$	0,28
	1h	323						
	2h	315						
	4h	315						
R500-T500	5min	144	404	0,12	960	0,15	$1,274 \times 10^5$	0,28
	30min	110						
	1h	78						
	4h	60						
R600-T600	5min	56	54	0,11	1085	0,21	$0,9 \times 10^5$	0,28
	1h	35.5						
	4h	15.5						

### **V.3.2.2 Calcul de la contrainte seuil avec prise en compte de l'évolution de la microstructure lors du revenu**

D'après la théorie classique du durcissement, la contrainte d'écoulement du matériau est déterminée par les interactions entre les dislocations et les divers éléments de la microstructure (dislocations, précipités, joints ou sous joints de grain, atomes de solutés). L'influence de la microstructure sur le durcissement des matériaux a fait l'objet de nombreuses études. Ici, nous avons essayé de relier la contrainte seuil à la microstructure par un modèle additif prenant en compte les diverses contributions, chacune d'elle étant estimée par une relation incluant des paramètres microstructuraux et l'effet de la température de déformation.

Tout d'abord, nous avons estimé la contrainte seuil par la loi suivante :

$$\sigma_0 = \sigma_{\text{fer}} + (\sigma_C + \sigma_{Cr} + \sigma_{Mn}) + \sigma_P + \sigma_{Dis} \quad (5.12)$$

$\sigma_{\text{fer}}$ , est la force de Peierls du fer pur

$\sigma_C$ ,  $\sigma_{Cr}$ ,  $\sigma_{Mn}$ , les contributions de durcissement des atomes de C, Cr et Mn

$\sigma_P$ , la contribution des précipités

$\sigma_{Dis}$ , la contribution des dislocations

Dans notre approche, nous n'avons pas pris en compte une contribution additionnelle due à la taille des plaquettes de martensite comme nous le détaillerons par la suite.

#### **i. Estimation de la force de Peierls du fer pur $\sigma_{\text{fer}}$**

Dans le chapitre I, nous avons vu que la force de Peierls dans la littérature varie entre 14 et 219 MPa à l'ambiante. Ici, nous avons estimé la force de Peierls d'après les résultats expérimentaux de Liebaut [LIEB88] relatifs au comportement du fer pur à différentes températures. Nous avons obtenu une équation approchée :

$$\sigma_{\text{fer}} = 78 - T \times 2,3 \times 10^{-2} \text{ MPa} \quad (5.13)$$

où T est la température exprimée en Kelvin.

Notons que cette loi intègre une faible contribution de taille de grain de la ferrite (celle-ci est relativement petite car la taille moyenne des grains est grande (environ 100µm)).

## ii. Contribution au durcissement par les atomes en solution solide

Dans notre modèle, la composante au durcissement par le carbone dans la matrice est calculée par l'équation de Kock [KOC34] :

$$\sigma_c = C\mu(X_c)^{1/2} \quad (5.14)$$

où  $C$  est une constante,  $\mu$  le module de cisaillement,  $X_c$  la concentration en carbone de la matrice. Une valeur de 0,0167 est estimée pour la constante  $C$  (en se référant à [KRAU99]). L'effet de la température est pris en compte par les variations de  $\mu$ .

En considérant la figure 1.10 et le tableau 1.1, nous pouvons constater que les effets du Cr et du Mn sont relativement faibles. De plus, les deux courbes sont en opposition. De ce fait, nous avons avancé l'hypothèse suivante :

$$\sigma_{Cr} + \sigma_{Mn} = 0 \quad (5.15)$$

## iii. Calcul du durcissement par les précipités

Nous utiliserons les lois décrites dans le chapitre I [DESC99], c'est-à-dire :

- Quand le cisaillement est dominant, la loi est la suivante :

$$\sigma_{Ci}^P = K_1(fR_m)^{1/2}, \quad K_1 = 0,02M\mu / b^{1/2} \quad (5.16)$$

- Quand le contournement est dominant :

$$\sigma_{Co}^P = K_2 f^{1/2} / R_m, \quad K_2 = 0,6M\mu b \quad (5.17)$$

où  $f$  est la fraction volumique de précipité,  $R_m$  le rayon moyen de précipité,  $b$  le module du vecteur Burgers,  $M$  le facteur de Taylor ( $M=3$ ) [BONA04].

Comme précédemment, l'effet de la température est décrit par la variation de  $\mu$ .

La transition entre le mécanisme de cisaillement et de contournement a lieu pour une taille critique estimée à  $10b$  (avec  $b$ , module du vecteur de Burgers) environ selon la littérature [GODA99]. Nous avons choisi une valeur de 2,8 nm dans notre calcul.

#### **iv. Calcul du durcissement par les dislocations**

Dans la matrice martensitique, il existe des joints de plaquettes (ou lattes) et aussi les anciens joints des grains austénitiques et une forte densité de dislocations. Les interactions entre les dislocations et la forêt de dislocations et les différents joints peuvent fournir un effet de durcissement très important.

Du fait de sa complexité, l'évaluation de l'effet de durcissement des divers joints est très difficile. Dans la littérature, des relations soit de Hall-Petch, soit de Langford-Cohen [LANG70] sont généralement proposées entre la limite d'élasticité et la taille de grains/plaquettes [VEAU03]. Ainsi, Young [YOUN94], Smith et Hehemann [SMIT71], montrent, à partir de résultats expérimentaux, que la limite d'élasticité est inversement proportionnelle à l'épaisseur des lattes ; Naylor [NAYL79] propose, quant à lui, un paramètre  $M$  dépendant de l'épaisseur des plaquettes et de leur longueur (longueur qui dépend de la taille de grain austénitique).

Dans notre cas, l'évaluation de l'effet de durcissement par les joints est encore plus complexe parce que la croissance des plaquettes (ou lattes) est discontinue [CARO72] ou hétérogène [NATO05] au cours du revenu. Particulièrement au début de la coalescence, les joints de faible désorientation disparaissent en raison d'un mécanisme de restauration. Ainsi, il est très difficile d'estimer les tailles des plaquettes (lattes).

Nous avons donc décidé de décrire les effets du durcissement tant par les joints que par les dislocations avec un unique paramètre que nous appellerons « densité de défauts ».

Nous avons repris une équation de Friedel [FRIE64] pour calculer le durcissement par les dislocations et les joints :

$$\sigma_{Dis} = \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (\text{MPa}) \quad (5.18)$$

où  $b$  est le module du vecteur de Burgers,  $\mu$  le module de cisaillement,  $\rho$  la « densité de défauts » et  $\alpha$  une constante. Pour les dislocations, cette valeur est de 0,38 pour la martensite et le fer polycristallin selon [YOUN94] et comprise entre 0,3 et 0,6 selon [DIET88]. Dans notre cas, elle est ajustée par :

$$\alpha = 0,39957 - 4,4223 \times 10^{-4} T \quad (5.19)$$

où  $T$  est la température exprimée en Kelvin.

Afin de calculer le durcissement engendré par les dislocations et les joints, nous avons besoin de connaître l'évolution de la densité des défauts lors du revenu. En général, on admet que la restauration est thermiquement activée. En conséquence de quoi, l'évolution de la densité des défauts s'exprime par [HOU89] :

$$\frac{d\rho}{dt} = -C\rho \exp\left(-\frac{Q}{R_g T}\right) \quad (5.20)$$

où  $C$  est une constante,  $\rho$  la densité de défauts,  $Q$  l'énergie d'activation,  $t$  la durée du revenu et  $T$  la température en Kelvin.

Par l'intégration de l'équation 5.20, on peut établir la relation suivante reliant la densité de défauts dans la matrice avec la température ( $T$ ), et la durée du revenu ( $t$ ) :

$$\rho = \exp\left(-C_1 \exp\left(-\frac{Q}{R_g T}\right)t + C_2\right) \quad (\text{m}^{-2}) \quad (5.21)$$

où  $C_1$  et  $C_2$  sont des constantes.

Les paramètres  $C_1$  et  $C_2$  sont tirées de la littérature [HOU89] [HOFF97] :  $C_1 = -2,1 \times 10^4$ ,  $C_2 = 36,84$ . L'énergie d'activation  $Q$  est de l'ordre de l'énergie de diffusion d'un atome de fer dans une dislocation. Ici, nous avons utilisé la valeur  $Q = 134 \text{ kJ/mol}$  [TAYL92].

## **V.4 Résultats calculés et discussion**

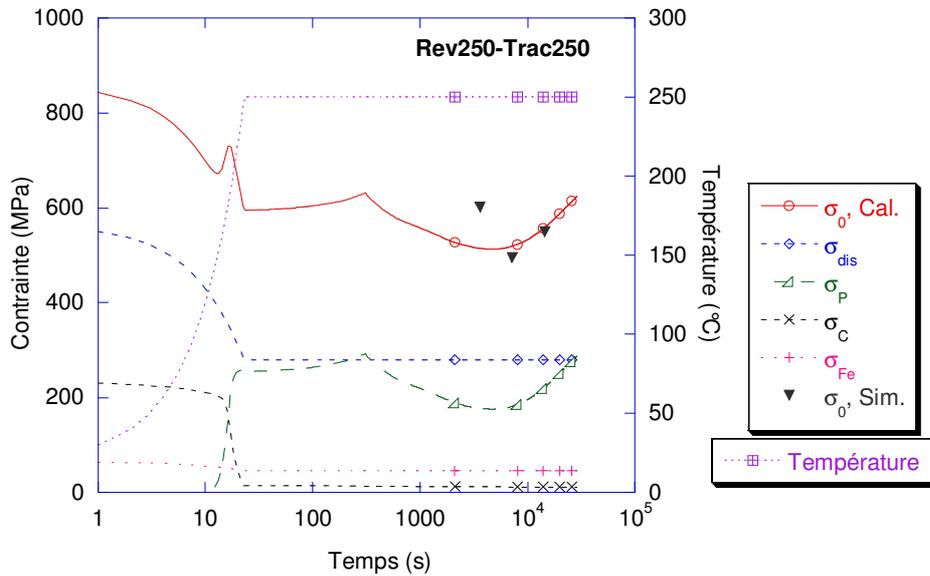
A l'aide du jeu de données et de la méthode décrits précédemment, nous calculons l'évolution de la contrainte seuil pendant le revenu. Dans les simulations, une étape de chauffage à 10°C/s est prise en compte avant chacun des paliers isothermes.

### **V.4.1 Comparaison des contraintes seuil calculées et simulées par ZeBulon**

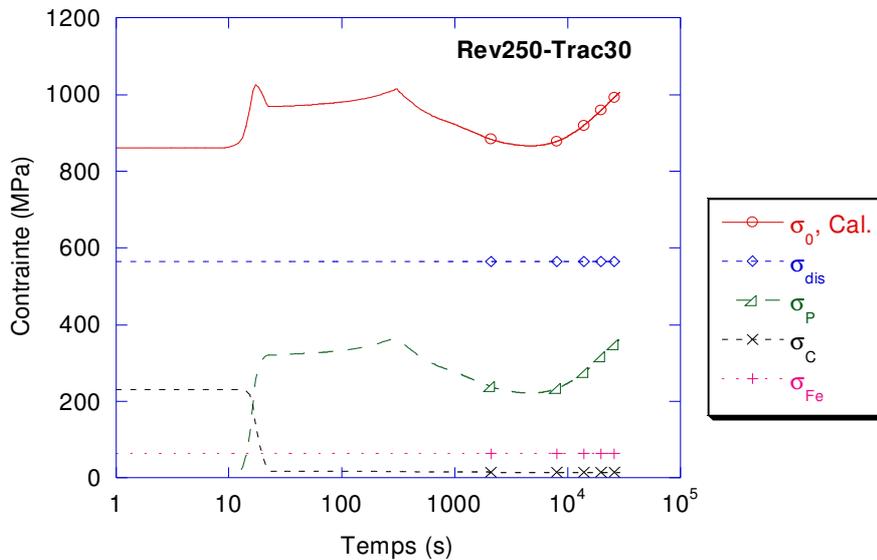
Les figures 5.15 (a et b), 5.16 (a et b), 5.17 (a et b) et 5.18 (a et b) montrent les évolutions de la contrainte seuil calculées en fonction du temps de revenu respectivement à la température de revenu (figures a) et à température ambiante (figures b) après revenus à 250°C, 400°C, 500°C et 600°C. Les diverses contributions de durcissement et les valeurs de la contrainte seuil obtenues avec le logiciel ZeBuLon sont aussi portées sur ce graphique.

On peut remarquer que c'est le durcissement par les défauts qui supplante toutes les autres contributions au durcissement pour la martensite sans revenu.

L'évolution de la contrainte seuil calculée lors du chauffage et du maintien à 250°C (figure 5.15a) montre que, quand la température augmente (au cours du chauffage), le durcissement par les défauts diminue ; ceci est lié à la diminution du module de cisaillement avec la température (la densité de dislocations ne varient quasiment pas à 250°C). De même, le durcissement lié au carbone et la contrainte de friction du fer diminuent lentement induisant une diminution de la contrainte seuil.



(a) Traction à 250°C



(b) Traction à 30°C

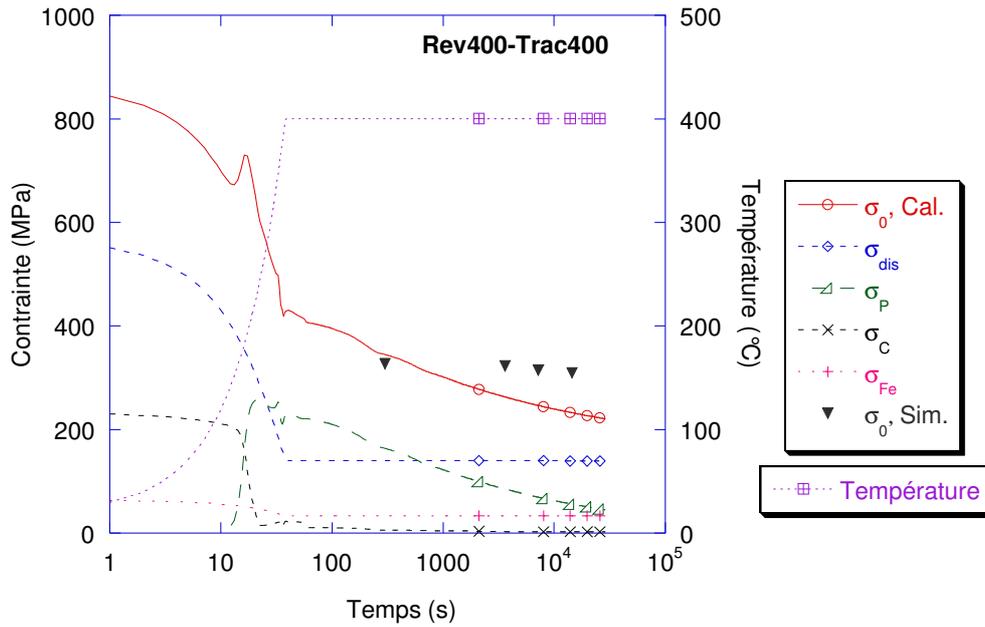
**Figure 5.15 Evolution de la contrainte seuil et de ses diverses contributions calculées après revenu à 250°C.**

Quand le carbure epsilon précipite dans la martensite, le durcissement lié aux précipités augmente (conduisant à une augmentation de la contrainte seuil) mais le durcissement lié au carbone diminue ce qui contribue à la diminution de la contrainte seuil). Pendant le palier

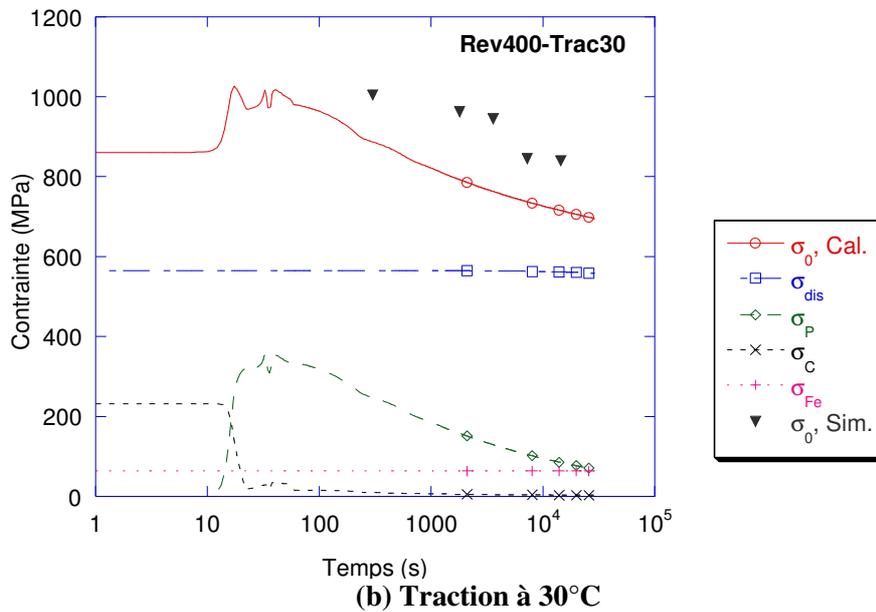
isotherme, les différentes composantes du durcissement restent sensiblement constantes sauf le durcissement lié aux précipités. A 300s, ce dernier diminue du fait de l'augmentation de taille des précipités et de la transition entre mécanisme de cisaillement et de contournement. Après un revenu d'environ 5000s, il augmente à nouveau du fait de la précipitation des particules de cémentite. La contrainte seuil suit la même évolution.

On peut relever la bonne corrélation entre la courbe calculée et les résultats obtenus avec ZeBuLon à cette température. L'écart plus important que nous notons à 1 heure de revenu pourrait être rattaché à une sous-estimation de la taille critique des particules pour la transition entre mécanisme de cisaillement et de contournement.

En ce qui concerne le comportement à température ambiante après revenu à 250°C (fig 5.15b), nous retrouvons bien sûr les mêmes effets des évolutions microstructurales que celles décrites ci-dessus. Mais, les niveaux des différentes contributions au durcissement sont plus élevés (surtout la contribution des dislocations) car le module de cisaillement est plus élevé et il en résulte donc une contrainte seuil à l'ambiante plus élevée. (Nous n'avons malheureusement pas de résultats expérimentaux à température ambiante après revenu comme nous l'avons mentionné précédemment).



(a) Traction à 400°C



(b) Traction à 30°C

**Figure 5.16 Evolution de contrainte seuil et de ses diverses contributions après revenu à 400°C**

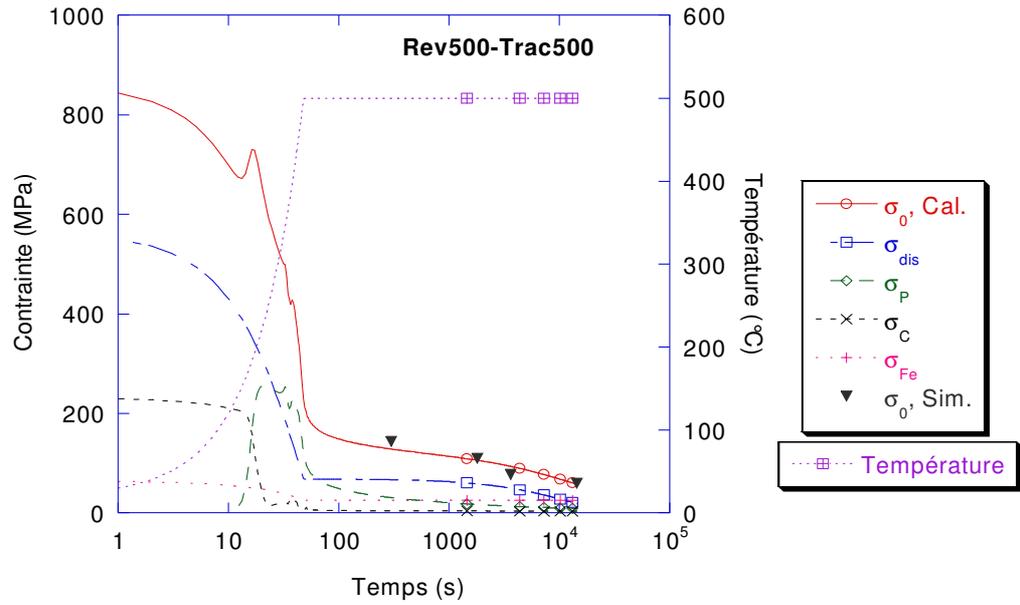
L'évolution de la contrainte seuil calculée lors du chauffage et du maintien à 400°C (figure 5.16a) suit aussi très logiquement les évolutions de microstructures. Au cours du chauffage, la précipitation du carbure epsilon induit comme précédemment une petite augmentation de la

contrainte seuil mais celle-ci décroît ensuite fortement du fait de l'appauvrissement en carbone de la solution solide et à la diminution du durcissement lié aux défauts. Pendant le maintien isotherme, c'est essentiellement l'augmentation de taille des particules de cémentite (figure 4.37) qui est à l'origine de la diminution (relativement lente) de la contrainte seuil.

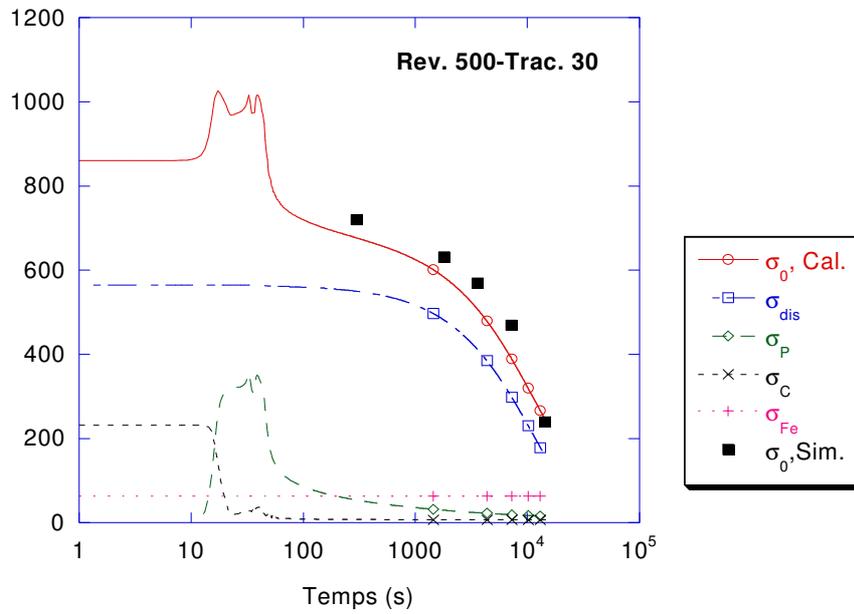
A température ambiante, on peut noter que le durcissement par les défauts représente la contribution la plus importante à la contrainte seuil.

Nous voyons, à 400°C comme à température ambiante, que le calcul sousestime la contrainte seuil par rapport aux résultats obtenus à l'aide de ZeBuLon. Nous attribuons ces écarts à une surestimation des tailles de particules calculées par notre modèle. Elle peut être liée à notre hypothèse de particules sphériques qui, comme nous l'avons vu dans les analyses microstructurales (figure 4.22) n'est pas vérifiée à 400°C même pour des maintiens de 8 heures.

Pour les revenus à 500°C et 600°C (figures 5.17 et 5.18) les évolutions microstructurales sont similaires à celles décrites à 400°C. Mais, du fait de l'augmentation de taille plus importante des particules de cémentite au cours du palier isotherme, le durcissement lié aux précipités est plus faible : il est proche de zéro pour un revenu de 4 heures à 500°C et dès quelques minutes de revenu à 600°C. Mais le fait le plus marquant est la diminution du durcissement lié à la densité de défauts qui ici est due à la restauration. Celle-ci commence quand la durée du revenu est de l'ordre de 5min à 500°C et d'environ 1 min à 600°C. Le durcissement correspondant tend vers zéro après un revenu de 9000s à 600°C. Il est intéressant de noter que pour un revenu de 4 heures à 600°C, le calcul indique qu'il ne reste quasiment que la contribution de la contrainte de friction du fer dans la contrainte seuil à température ambiante.

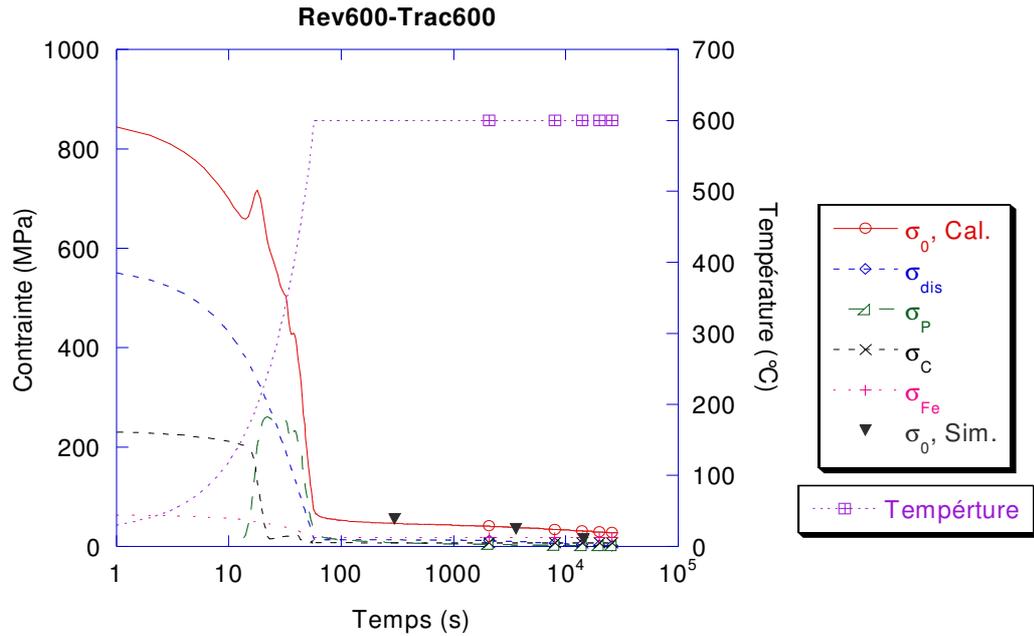


(a) Traction à 500°C

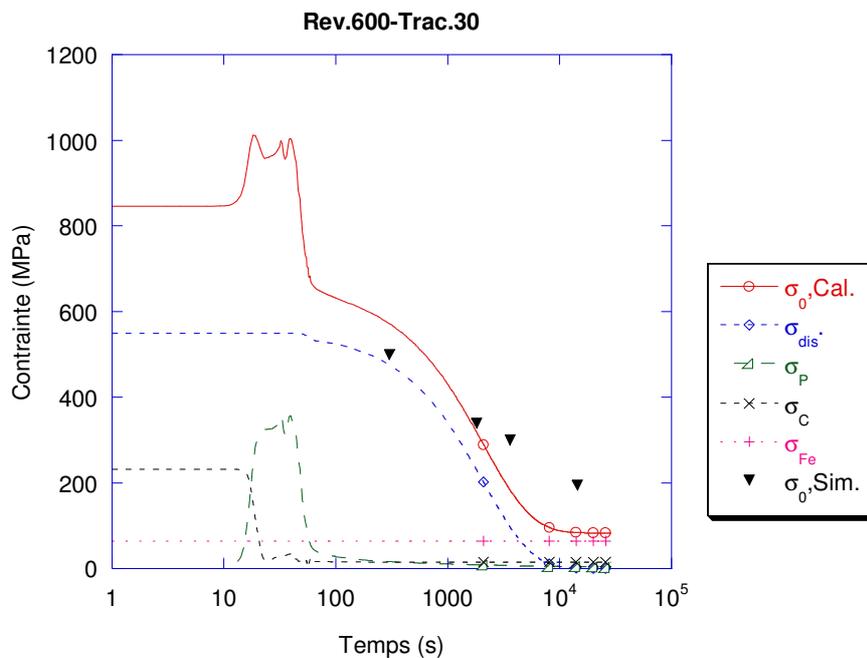


(b) Traction à 30°C

Figure 5.17 Evolution de la contrainte seuil et de ses diverses contributions après revenu à 500°C



(a) Traction à 600°C



(b) Traction à 30°C

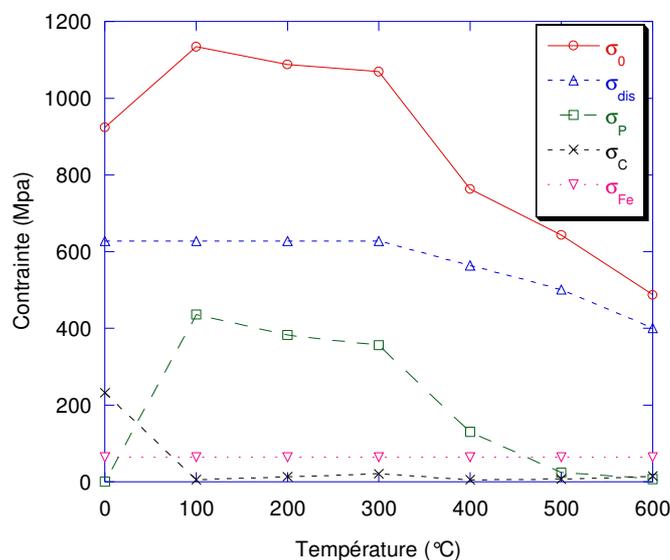
**Figure 5.18 Evolution de la contrainte seuil et de ses diverses contributions après revenu à 600°C**

La comparaison entre résultats calculés et résultats donnés par ZeBuLon est très satisfaisante pour les revenus à 500°C. Pour le revenu à 600°C, le calcul surestime la contrainte seuil à température ambiante pour les durées de revenu les plus grandes. Cet écart peut être lié à la surestimation des tailles de particules calculées par notre modèle d'évolution microstructurale (figure 4.37).

Pour compléter l'exploitation de notre modèle, il nous a paru intéressant d'analyser (dans le paragraphe suivant) l'évolution de la contrainte seuil calculée à température ambiante en fonction de la température de revenu. C'est en effet, ce type de résultats qui est généralement donné dans la littérature pour décrire le comportement mécanique à température ambiante après revenu.

#### V.4.2 Evolution de la contrainte seuil à température ambiante en fonction de la température du revenu

La figure 5.19 montre l'évolution de la contrainte seuil à température ambiante en fonction de la température de revenu pour des durées de revenu d'une heure). Elle donne aussi les valeurs obtenues pour les différentes contributions au durcissement. Quand la température de revenu augmente, nous observons que la contrainte seuil augmente d'abord en raison du durcissement par les précipités. Elle atteint un maximum à 100°C et diminue ensuite faiblement jusqu'à 300°C puis plus rapidement aux températures supérieures. Cette évolution est similaire aux évolutions généralement rapportées dans la littérature pour la limite d'élasticité à 0,2%. (figure 1.9).



**Figure 5.19 Evolution des diverses contributions au durcissement et de la contrainte seuil résultante en fonction de la température du revenu (1 heure)**

Le tableau 5.5 donne la proportion des composantes du durcissement aux diverses températures. Pour la martensite sans revenu, on peut noter que la contrainte seuil se compose

de la force de Peierls du fer pur (64MPa), du durcissement de la solution solide (232MPa) et du durcissement par les défauts (627MPa). Les proportions de ces trois contributions sont respectivement de 7%, 25% et 68%. En raison de la consommation des atomes de carbone par la précipitation des carbures, la contribution de la solution solide diminue rapidement. Quand la température du revenu est inférieure à 300°C, la contribution des petits carbures joue un rôle important et atteint 38% à 33% de la contrainte seuil. A plus haute température, cet effet de durcissement diminue du fait de la coalescence des carbures. On peut relever que c'est toujours le durcissement par les défauts qui s'avère être la contribution majeure pour notre modèle. Ce résultat est cohérent avec les résultats d'études antérieures portant sur les diverses composantes de la limite d'élasticité à température ambiante [YOUN94] [DAIG82].

**Tableau 5.5 Proportion de chaque contribution dans la contrainte seuil a l'ambiante après revenu à diverses températures pour 1 heure**

Température revenue (°C)	$\sigma_{Fe}$	$\sigma_p$	$\sigma_C$	$\sigma_{Déf}$
30	7%	-	25%	68%
100	5,5%	38%	1,5%	55%
200	5,8%	35%	2,2%	57%
300	6%	33%	3%	58%
400	8,3%	17%	0,7%	74%
500	10%	9%	2%	79%
600	13%	1,5%	3,5%	82%

## **V.5 Conclusion**

Nous avons caractérisé l'évolution du comportement thermomécanique de l'acier 80MnCr5, en fonction de différentes conditions de revenu, à température ambiante et aux températures de revenu. Nous avons ainsi mis en évidence l'incidence des évolutions microstructurales sur les limites d'écoulement et sur les taux d'écrouissage.

Nous avons décrit le comportement thermomécanique de l'acier 80MnCr5 par une loi thermo-élasto-viscoplastique additive à écrouissage isotrope. Cette loi nous a permis d'obtenir une description assez satisfaisante des résultats expérimentaux pour diverses conditions. Le non prise en compte de l'influence des évolutions microstructurales sur l'écrouissage peut néanmoins constituer une limite pour cette approche.

Nous avons également proposé une équation pour décrire l'évolution de la contrainte seuil en fonction des paramètres microstructuraux (taille de précipités, composition chimique de la matrice et densité de défauts) et de la température de déformation. Les résultats obtenus au cours du revenu et à température ambiante après revenu sont satisfaisants en regard de la complexité des phénomènes mis en jeu et des hypothèses faites pour les modélisations des évolutions microstructurales et du comportement thermomécanique.

## **Chapitre VI : Evolution des contraintes internes lors du revenu**

<b>VI.1</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>156</b>
<b>VI.2</b>	<b>Rappel sur les calculs couplés thermique-métallurgique-mécanique .....</b>	<b>157</b>
	VI.2.1 Calcul thermique .....	158
	VI 2.2 Calcul métallurgique .....	158
	VI.2.3 Calcul mécanique .....	159
<b>VI.3</b>	<b>Mise en place de l’outil numérique pour la trempe.....</b>	<b>161</b>
	VI.3.1 Démarche .....	161
	VI.3.2 Résultats .....	162
<b>VI.4</b>	<b>Simulation numérique du revenu.....</b>	<b>166</b>
	VI.4.1 Modèle.....	166
	VI.4.1.1 Calcul métallurgique .....	166
	VI.4.1.2 Calcul mécanique .....	167
	VI.4.2 Résultats .....	169
	VI.4.2.1 Résultats métallurgiques.....	170
	VI.4.2.2 Résultats mécaniques.....	172
	VI.4.3 Discussion .....	177
	VI.4.3.1 Rôle des changements de volume associés à la précipitation.....	178
	VI. 4.3.2 Rôle des gradients thermiques au chauffage .....	179
<b>VI. 5</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>182</b>

## **VI.1 Introduction**

L'objectif de ce chapitre est de mener une première analyse de l'évolution, au cours du revenu, des contraintes résiduelles obtenues après la trempe martensitique d'une pièce d'acier. Ceci implique de disposer d'un outil numérique capable d'une part de prévoir les contraintes résiduelles après la trempe et, d'autre part, d'enchaîner avec le calcul de l'évolution des contraintes au cours du revenu.

Un modèle de calcul couplé thermique-métallurgique-mécanique permettant de calculer les évolutions couplées de températures, de microstructures et de contraintes internes au cours de traitements thermiques (trempe dans la masse, traitement thermique superficiel, trempe après cémentation) d'une pièce en acier de géométrie cylindrique existe au LSG2M [SJOS82], [DENIS97]. Mais ce modèle a deux limitations principales : la loi de comportement du matériau est supposée thermo-élastoplastique bilinéaire et le cylindre est supposé infiniment long (ce qui ne permet pas de prévoir la déformation de la pièce après traitement).

Pour lever ces limitations, le groupe de recherche a récemment choisi de travailler avec le code de calcul par éléments finis ZeBuLon [BESS98] qui dispose d'une large palette de lois de comportement des matériaux et permet d'effectuer des simulations en 3D. Mais pour effectuer des simulations du traitement thermique des aciers, il est nécessaire d'implémenter dans ce code les modèles de cinétiques de transformations de phases et les couplages qui en résultent avec les modèles thermiques et thermomécaniques.

Dans une première partie, nous ferons un bref rappel sur les modèles couplé thermique-métallurgique-mécanique actuellement utilisés pour la simulation de la trempe des aciers. Puis nous décrirons la mise en place de l'outil numérique ZeBuLon pour simuler la trempe et le revenu (Ce travail a été réalisé par Bernard Dussoubs). Finalement, nous analyserons les premiers résultats obtenus.

## VI.2 Rappel sur les calculs couplés thermique-métallurgique-mécanique

Pour calculer les évolutions des contraintes lors de la trempe d'une pièce massive, il convient de prendre en considération l'ensemble des couplages entre les évolutions thermiques, métallurgiques et mécaniques tels qu'ils sont illustrés sur la figure 6.1. Les évolutions de température sont à l'origine des transformations de phases (2) et les transformations de phases affectent les évolutions de température (du fait des chaleurs latentes de transformation et des variations des propriétés thermophysiques) (3). Les gradients thermiques induisent des contraintes internes (1) et inversement les chaleurs de déformation modifient les évolutions de température. Mais, en traitement thermique, ce couplage est négligeable. Les transformations de phases sont aussi à l'origine de contraintes par les déformations qui les accompagnent (changement de volume) (4) et les contraintes affectent les cinétiques de transformation de phases (5).

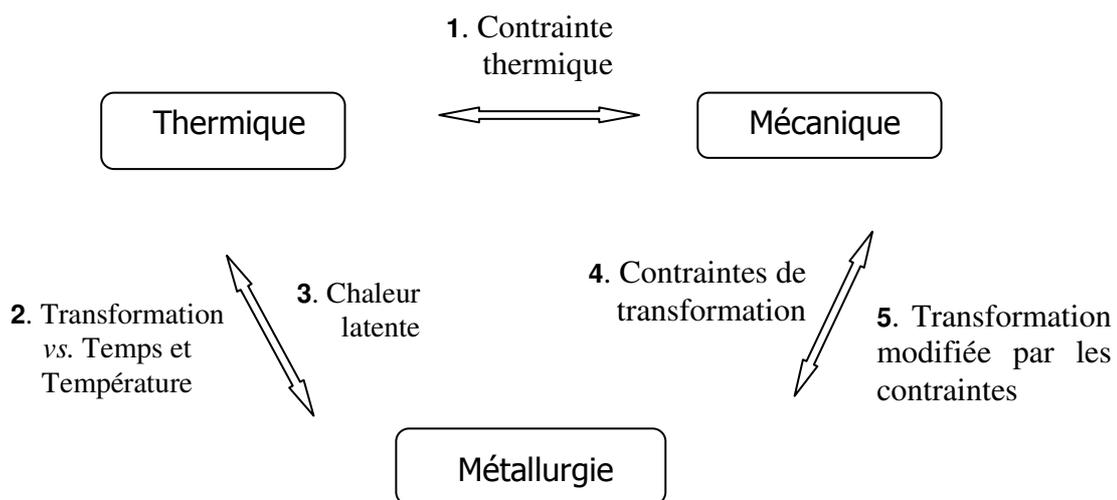


Figure 6.1 Schéma des processus et couplages lors du traitement thermique.

Dans la suite, nous faisons un bref rappel sur les modèles les plus couramment utilisés. Des informations complémentaires peuvent être trouvées dans des papiers de revue de la littérature [DENI97], [DENI02].

### VI.2.1 Calcul thermique

La distribution de température dans une pièce au cours du traitement thermique est calculée avec l'équation de conduction de la chaleur :

$$\text{div}(\lambda \text{grad}T) + \dot{q} = \rho C_p \frac{\delta T}{\delta t} \quad (6.1)$$

où  $T$  est la température,  $\lambda$  la conductivité thermique,  $\rho$  la masse volumique,  $C_p$  la chaleur spécifique,  $t$  le temps et  $\dot{q}$  la puissance thermique dégagée par la transformation de phases.

$$\dot{q} = \sum_k \Delta H_k \frac{dy_k}{dt} \quad (6.2)$$

où  $y_k$  est la fraction volumique de constituant  $k$ , et  $\Delta H_k$  l'enthalpie de transformation de phases pour le constituant  $k$ .

Les propriétés thermophysiques ( $\lambda$ ,  $\rho$ ,  $C_p$ ) sont fonction de la température et de la fraction volumique des différents constituants par une loi des mélanges linéaire.

Les échanges de chaleur avec le milieu de trempe sont décrits par la condition limite de surface :

$$-\lambda (dT/dn)_s = \Phi \quad \text{avec} \quad \Phi = h (T_s - T_\infty) \quad (6.3)$$

où  $\Phi$  est la densité de flux de chaleur superficiel,  $h$  le coefficient de transfert de chaleur superficiel,  $T_s$  la température de surface et  $T_\infty$  la température du milieu de trempe.

### VI 2.2 Calcul métallurgique

En général, dans les calculs de contraintes internes, on utilise des modèles globaux pour prévoir les cinétiques de transformations de phases des aciers au cours du refroidissement. Un tel modèle a été développé au LSG2M [DENI99]. Pour les transformations avec diffusion (ferritique, perlitique, bainitique), il est basé sur la modélisation des cinétiques de

transformation isothermes par des lois de type Johnson-Mehl-Avrami et l'application d'un principe d'additivité pour prévoir les cinétiques en conditions anisothermes. Ce modèle prend aussi en compte les effets de champs de contraintes sur les cinétiques de transformation de phases. Nous ne détaillons pas davantage ce modèle car par la suite nous ne nous intéresserons qu'à la transformation martensitique qui est décrite par la loi de Koistinen-Marburger :

$$y_M = y_\gamma(1 - \exp(-A_{KM}(M_S - T))) \quad (6.4)$$

où  $y_M$  est la fraction volumique de martensite,  $M_S$  la température de début de transformation martensitique,  $y_\gamma$  la fraction volumique d'austénite restante à la température  $M_S$ ,  $A_{KM}$  le coefficient de Koistinen-Marburger et  $M_S$  la température de début de transformation martensitique.

### VI.2.3 Calcul mécanique

L'équation constitutive qui gouverne le problème et la genèse des contraintes internes (hypothèse des petites déformations) se formule comme suit :

$$d\varepsilon_{ij}^T = d\varepsilon_{ij}^e + d\varepsilon_{ij}^P + d\varepsilon_{ij}^{Th} + d\varepsilon_{ij}^{Tr} + d\varepsilon_{ij}^{Tp} \quad (6.5)$$

L'incrément de déformation totale  $d\varepsilon_{ij}^T$  est divisé en cinq contributions : les incréments de déformation élastique  $d\varepsilon_{ij}^e$ , déformation plastique ou viscoplastique  $d\varepsilon_{ij}^P$ , déformation thermique  $d\varepsilon_{ij}^{Th}$ , déformation due à la transformation de phases (changement de volume)  $d\varepsilon_{ij}^{Tr}$  et de déformation de plasticité de transformation  $d\varepsilon_{ij}^{Tp}$ .

#### i. L'incrément de déformation élastique

Il est relié à l'incrément de contrainte par l'intermédiaire de la loi de Hooke :

$$\varepsilon_{ij}^e = \frac{1}{E} \left( (1 + \nu)\sigma_{ij} + \delta_{ij}\nu \sum_i \sigma_{ii} \right) \quad (6.6)$$

où  $E$  est le module Young,  $\nu$  le coefficient de Poisson. Ils dépendent de la température et de la fraction volumiques des différents constituants.

## **ii. L'incrément de déformation plastique**

Il est calculé à partir de la théorie classique de la plasticité ou de la viscoplasticité à l'aide du critère de Von Misès et des lois d'écoulement associées telles que nous les avons rappelés précédemment (équations (5.4) à (5.9)).

Lorsque le comportement du matériau est supposé thermoélastoviscoplastique, la contrainte d'écoulement tient compte d'un terme d'écrouissage par la déformation et de la contrainte visqueuse (figure 5.11). Pour l'acier multiphasé, on admet généralement une loi des mélanges.

Les modèles travaillent généralement avec des hypothèses d'écrouissage isotrope et/ou cinématique et prennent en compte une possible restauration de l'écrouissage au moment des transformations de phases.

## **L'incrément de déformation thermique**

Ce terme correspond à la dilatation ou à la contraction thermique des diverses phases. Il s'écrit :

$$\varepsilon_{ij}^{\text{Th}} = \sum_k y_k \int_0^T \alpha_k(T) dT \quad (6.7)$$

où  $\alpha_k(T)$  est le coefficient de dilatation thermique linéaire du constituant  $k$ .

## **iv. L'incrément de déformation de transformation de phase**

La déformation de transformation représente l'expansion volumique associée aux transformations de phases. Elle est calculée par :

$$\varepsilon_{ij}^{\text{Tr}} = \sum_k y_k \varepsilon_{k,0^\circ\text{C}}^{\text{Tr}} \quad (6.8)$$

où  $\varepsilon_{k,0^{\circ}C}^{Tr}$  est la déformation due à la transformation dans le constituant k, avec comme référence l'austénite à 0°C.

#### **v. L'incrément de déformation de plasticité de transformation de phases**

La plasticité de transformation représente la déformation supplémentaire qui se produit lors des transformations de phases sous contrainte. Elle est calculée à partir de la relation suivante :

$$d\varepsilon_{ij}^{Pt} = \frac{3}{2} K_k f(y_k) dy_k S_{ij} \quad (6.9)$$

où  $S_{ij}$  sont les composantes du tenseur déviateur des contraintes,  $K_k$  et  $f(y_k)$  sont respectivement une constante et une fonction déterminée expérimentalement.

### **VI.3 Mise en place de l'outil numérique pour la trempe**

Nous décrivons d'abord la démarche mise en place pour la simulation numérique de la trempe, puis nous présenterons les résultats obtenus.

#### **VI.3.1 Démarche**

Dans un premier temps, il a fallu rendre ZeBuLon opérationnel pour simuler numériquement la trempe. Pour ce faire, nous avons choisi le cas de la trempe martensitique d'un cylindre pour 2 raisons. Ce cas permettra d'une part d'obtenir une microstructure martensitique dans la pièce après trempe associée à un champ de contraintes résiduelles dont nous pourrons analyser la relaxation au cours du revenu. D'autre part, il a été largement étudié par le passé au LSG2M [DENI85] et utilisé dans de nombreux « benchmarks » lors de tests de différents codes de calcul par éléments finis : LAGAMINE [HABR89], SYSWELD [BOUF93], FORGE2 et 3 TTT [ALIA00]... Il nous a donc paru logique de l'utiliser aussi comme cas test de ZeBuLon.

Dans une première étape, les modèles présentés ci-dessus ont été implémentés dans le code de calcul ZeBuLon. Pour le cas test, certaines simplifications ont été faites afin de faciliter les comparaisons entre codes de calcul. En particulier, le comportement du matériau est supposé thermo-élasto-plastique avec écrouissage isotrope et linéaire et on ne tient pas compte de la restauration d'écrouissage. Puis, des comparaisons entre les résultats obtenus à l'aide du code ZeBuLon et des résultats antérieurs ont été menées.

### VI.3.2 Résultats

Il s'agit de simuler la trempe à l'eau froide depuis 900°C d'un cylindre de 35mm de diamètre et de 105mm de hauteur en acier 60NiCrMo11 qui ne subit que la transformation martensitique au cours du refroidissement. Le calcul est effectué pour une géométrie bidimensionnelle axisymétrique dont le maillage est représenté sur la figure 6.2. Il comporte 600 éléments quadratiques axisymétriques à 8 nœuds (et 9 points de Gauss).

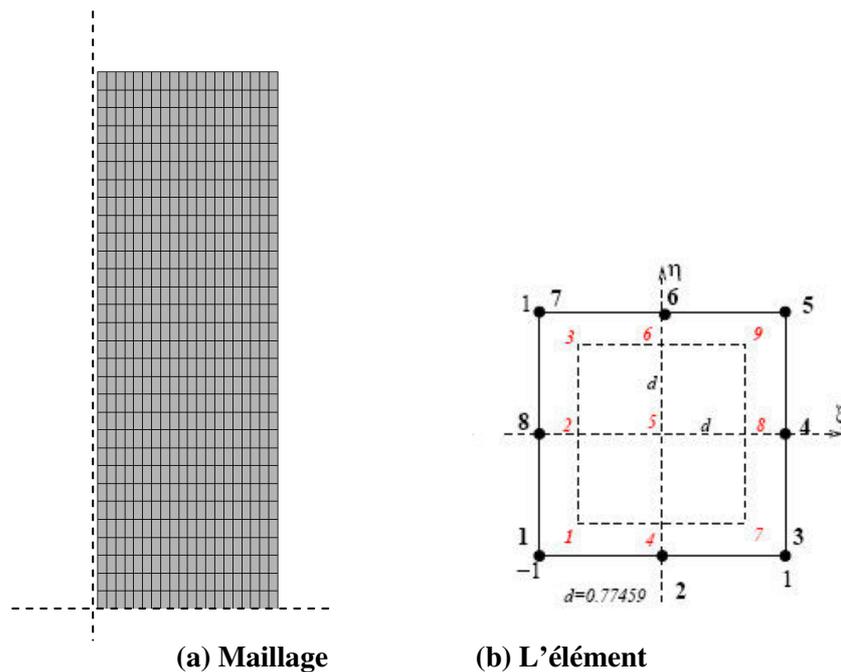


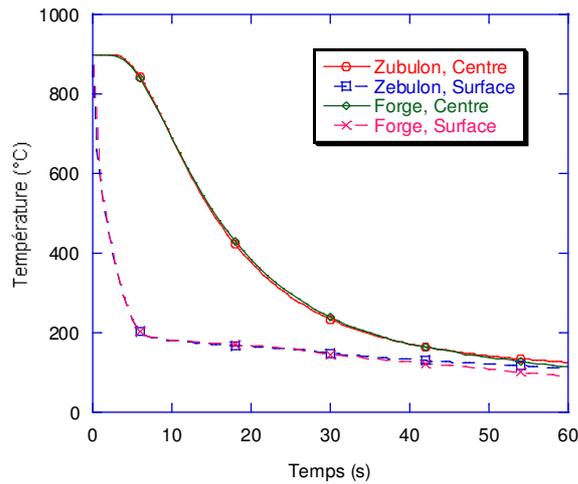
Figure 6.2 Schéma du maillage et de l'élément fini utilisé

L'ensemble des données nécessaires au calcul ont été reportées dans l'annexe 3. Le pas de temps choisi est de 0,001s.

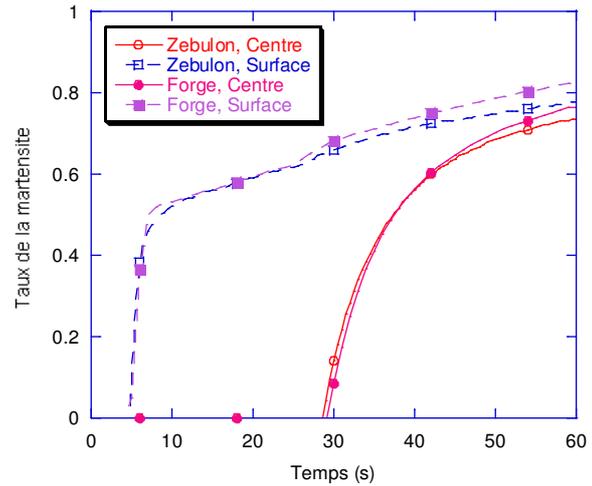
Les figure 6.3 (a) à (d) montrent les résultats calculés à l'aide du code de calcul ZeBulon et la comparaison avec des résultats antérieurs obtenus à l'aide du code de calcul Forge 2 TTT. Les résultats sont donnés dans le plan médian du cylindre.

La trempe à l'eau froide engendre des vitesses de refroidissement très élevées, notamment en surface, et donc des gradients élevés dans le cylindre (figure 6.3 (a)). A la température  $M_s$  ( $247^\circ\text{C}$ ) se produit la transformation martensitique en surface comme à cœur comme l'illustre la figure 6.3(b). En fin de trempe, la microstructure est constituée d'environ 90% de martensite et 10% d'austénite résiduelle.

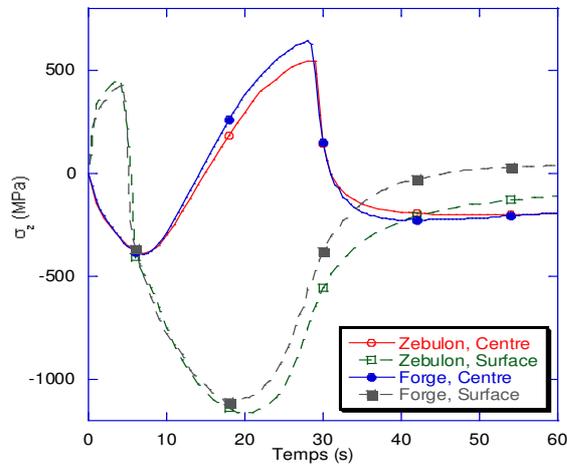
Les résultats calculés à l'aide de ZeBulon sont proches de ceux obtenus à l'aide de Forge 2 TTT. Mais nous observons néanmoins des écarts de température qui peuvent atteindre 5% en surface. Il en résulte des écarts sur les cinétiques de transformations de phases. Ils peuvent être attribués à des effets de maillage (beaucoup plus fins dans le cas des calculs avec Forge) et/ou de pas de temps. Mais il a été montré récemment que l'incidence d'un raffinement de maillage dans ZeBuLon est relativement faible. Par contre les écarts pourraient provenir de la gestion du couplage thermique-métallurgie qui est différente dans les deux codes de calcul, point qui est encore à l'étude dans ZeBuLon [CAIL06].



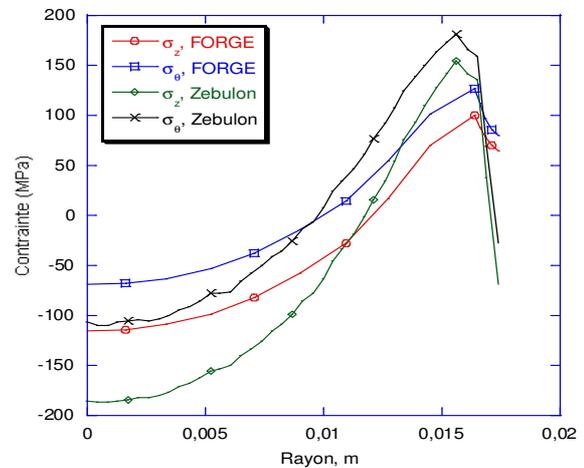
(a) Température



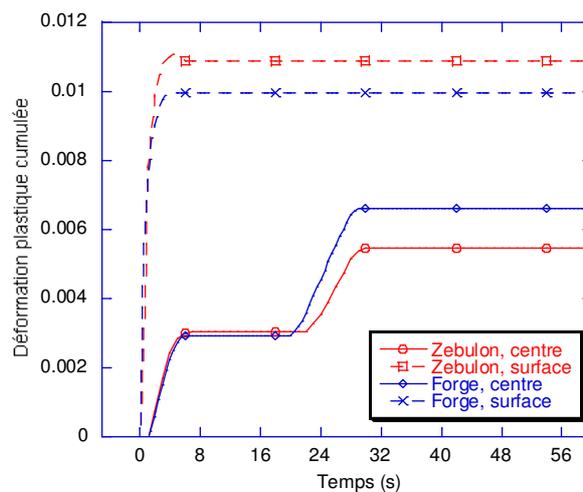
(b) Taux de martensite



(c) Evolutions de la contrainte axiale en surface et au centre



(d) Profils des contraintes résiduelles axiales le long du rayon du cylindre



(e) Evolutions de la déformation plastique équivalente cumulée en surface et au centre  
Figure 6.3 Comparaison entre les résultats obtenus à l'aide de ZeBulon et de Forge 2 TTT

Les évolutions de la contrainte axiale en surface et au cœur du cylindre lors de la trempe sont représentées à la figure 6.3(c). (Nous n'avons pas représenté les contraintes tangentielles car elles suivent le même type d'évolutions). Lorsque le refroidissement s'amorce, les contraintes de traction à la surface et les contraintes de compression résultent des gradients thermiques entre la surface et le centre. Quand la surface atteint la température  $M_s$  et se transforme en martensite, l'accroissement de volume dû à la transformation martensitique induit une importante compression à la surface. Pour des raisons d'équilibre, les contraintes de compression à cœur diminuent. Au fur et à mesure de la progression de la transformation vers l'intérieur du cylindre, les contraintes de compression en surface augmentent puis diminuent, alors que les contraintes à cœur passent en traction et augmentent. Lorsque la transformation martensitique se produit au centre, les contraintes (de traction) diminuent et passent en compression.

Le profil de contraintes résiduelles est caractérisé par des contraintes de compression à cœur et des contraintes de compression (plus faibles) en surface. Les valeurs maximales de contraintes de traction sont situées à environ 2mm sous la surface. Il est à noter que les contraintes résiduelles ont comme origine, dans le cas étudié ici, les déformations plastiques générées au cours du refroidissement et les déformations de plasticité de transformation (toutes deux étant bien sûr hétérogènes à l'échelle du cylindre). Une analyse plus détaillée de l'incidence de ces déformations sur les contraintes résiduelles peut être trouvée dans [DENI85], [DENI87]. A titre indicatif, la figure 6.3.(e) donne l'évolution des déformations plastiques équivalentes cumulées au centre et en surface du cylindre. On peut voir qu'elles ne dépassent pas 1,1% en surface et 0,6% à cœur en fin de trempe.

Les écarts que nous observons entre les niveaux de contraintes résiduelles calculées par les 2 codes sont certainement à attribuer aux écarts sur les évolutions de température et sur les cinétiques de transformations de phases mis en évidence précédemment qui se répercutent sur les déformations de plastiques et de plasticité de transformation.

Il faut aussi signaler que les calculs ci-dessus ont dû être effectués sans prise en compte de la chaleur latente de transformation. En effet, à ce jour, des problèmes de convergence numérique ne sont pas complètement résolus dans ZeBuLon. Mais, comme nous le montrons

dans l'annexe 4, la prise en compte de l'enthalpie de transformation de phases modifie essentiellement les niveaux de contraintes résiduelles calculés et non la forme du profil.

Aussi, même si les calculs pour le cas test ont été réalisés avec des hypothèses simplificatrices, comme nous nous intéressons ici plus aux répercussions du revenu sur les profils de contraintes résiduelles qu'à leurs niveaux exacts, nous avons conclu que nous pouvions enchaîner avec les calculs au cours du revenu.

## **VI.4 Simulation numérique du revenu**

Nous préciserons d'abord la mise en place des modèles puis nous analyserons les résultats obtenus.

### **VI.4.1 Modèle**

#### **VI.4.1.1 Calcul métallurgique**

Le module de calcul des évolutions microstructurales développé précédemment pour les alliages Fe-C (précipitation du carbure  $\epsilon$  et de la cémentite) a été implémenté dans le code de calcul ZeBuLon et testé par rapports aux résultats que nous avons obtenus sur éprouvettes dilatométriques. Dans la version actuelle du code, la transformation de l'austénite résiduelle au cours du revenu n'a pas encore été intégrée.

En ce qui concerne les couplages donnés sur la figure 6.1, nous avons négligé le couplage thermique-métallurgique. En effet, les enthalpies de transformation pour la précipitation des carbures sont très faibles : 760 J/mol de martensite pour la précipitation des carbures de transition et 1kJ/mol de martensite pour la précipitation de cémentite [AUBY98] (si nous les comparons par exemple à l'enthalpie de la transformation ferrite + carbures ----> austénite au chauffage qui est de  $590 \times 10^8$  J/mol [DENI92]).

Nous avons aussi négligé l'effet des contraintes internes sur les cinétiques de précipitation. En effet, des expériences de revenu sous contrainte de traction [MILL99] n'ont pas révélé d'effet

de contrainte sur la précipitation des carbures de transition ni sur celle de la cémentite (au moins jusqu'à des niveaux de contrainte de 400MPa).

#### **VI.4.1.2 Calcul mécanique**

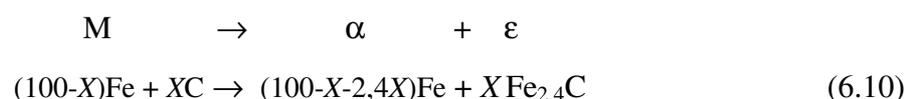
L'équation constitutive du matériau est celle donnée précédemment (équation 6.5) mais sans le terme de plasticité de transformation. En effet, une plasticité de transformation associée à la précipitation sous contrainte n'a pas été révélée et ici nous ne traitons pas de la décomposition de l'austénite résiduelle au cours du revenu pour laquelle une plasticité de transformation a été clairement mise en évidence [MILL99].

Durant le revenu, le terme de déformation élastique est calculé en prenant en compte les variations du module d'Young avec la température. Le coefficient de Poisson a été supposé constant. Pour le calcul de la déformation thermique, nous avons supposé que le coefficient de dilatation de la martensite ne varie pas avec la précipitation. Cette hypothèse est justifiée par nos essais de dilatométrie.

La déformation viscoplastique est déterminée à l'aide de l'équation 5.11 où les différents termes sont calculés comme nous l'avons détaillé dans le chapitre V.

La déformation de transformation de phases correspond aux variations de volume associées à la précipitation du carbure epsilon et de la cémentite. En la supposant isotrope, elle peut être calculée à partir des volumes des mailles des différents constituants comme nous le détaillons ci-dessous.

Pour la précipitation du carbure epsilon, si X est la concentration atomique de carbone dans la martensite, la transformation s'exprime :



D'après [LIU91], on en déduit que le changement de volume associé à la précipitation du carbure epsilon est :

$$\frac{\Delta V_\varepsilon}{V_M} = \frac{V_\varepsilon + V_\alpha - V_M}{V_M} = \frac{\frac{2,4X}{2} v_\varepsilon + \frac{(100-3,4X)}{2} v_\alpha}{\frac{100-X}{2} v_M} - 1 \quad (6.11)$$

Où  $v_\varepsilon$ ,  $v_\alpha$  et  $v_M$  sont respectivement les volumes de la maille du carbure epsilon, de la ferrite et de la martensite. Nous avons extrait ces paramètres de la littérature [LIU91] comme :

$$\begin{aligned} v_\varepsilon &= 0,0235 \text{ nm}^3 \\ v_\alpha &= 0,0285 \text{ nm}^3 \\ v_\theta &= 0,0388 \text{ nm}^3 \\ v_M &= 0,0235 + 0,07C \text{ nm}^3 \end{aligned} \quad (6.12)$$

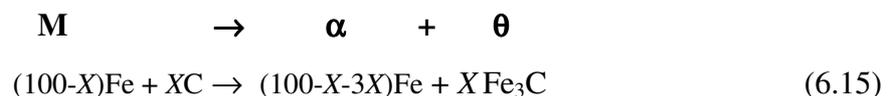
Avec  $C$  la teneur pondérale en carbone. Dans l'alliage Fe-C binaire, la relation entre  $X$  et  $C$  s'établit comme suit :

$$X = \frac{5500C}{12 - 43C} \quad (6.13)$$

La déformation due à la précipitation du carbure epsilon est partant :

$$\varepsilon^{\text{tr}}_{M \rightarrow \alpha + \varepsilon} = \frac{1}{3} \frac{\Delta V_\varepsilon}{V_M} \quad (6.14)$$

Une démarche tout à fait analogue permet de calculer la déformation due à la précipitation de la cémentite.



La déformation volumique est :

$$\frac{\Delta V_{\theta}}{V_M} = \frac{V_{\theta} + V_{\alpha} - V_M}{V_M} = \frac{\frac{3X}{3} v_{\theta} + \frac{(100 - 4X)}{2} v_{\alpha}}{\frac{100 - X}{2} v_M} - 1 \quad (6.16)$$

De plus :

$$\varepsilon^{tr}_{M \rightarrow \alpha + \theta} = \frac{1}{3} \frac{\Delta V_{\theta}}{V_M} \quad (6.17)$$

A partir des équations 6.14 et 6.17, on peut obtenir :

$$\varepsilon^{tr}_{\alpha + \varepsilon \rightarrow \alpha + \theta} = \frac{1}{3} \frac{\Delta V_{\theta} - \Delta V_{\varepsilon}}{\Delta V_{\varepsilon} + V_M} \quad (6.18)$$

#### VI.4.2 Résultats

Pour simuler le revenu, nous avons imposé une vitesse de chauffage constante de 10°C/s à la surface du cylindre jusqu'à 620°C puis un court maintien à cette température. Le maintien n'a pas pu être prolongé pour des raisons de temps de calcul et de stockage de résultats calculés. En effet, le temps CPU pour la simulation présente est de 80h environ.

Des améliorations de la méthode numérique sont à prévoir dans le futur pour simuler un traitement de revenu complet avec le refroidissement jusqu'à température ambiante.

La figure 6.5 présente les évolutions de la température au centre et à la surface du cylindre au cours de la trempe et du revenu. Au cours du revenu, on peut noter des écarts de température centre-surface croissants jusqu'à ce que la surface atteigne 620°C (leur valeur maximale est de 140°C) puis bien sûr décroissants pendant le maintien isotherme.

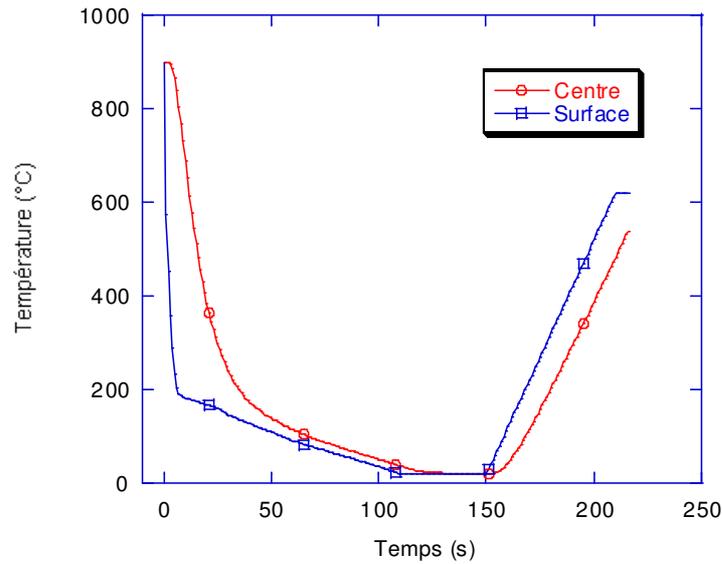


Figure 6.5 Le cycle thermique (trempe+revenu)

#### VI.4.2.1 Résultats métallurgiques

La figure 6.6 montre les cinétiques de précipitation associées aux évolutions de température au cours du chauffage au centre et en surface du cylindre. A 170s (environ 20s après le début du chauffage), la surface atteint la température de 180°C et les carbures epsilon précipitent dans la martensite. Quand la température en surface atteint environ 250°C, la cémentite précipite alors que les carbures epsilon se dissolvent. Ces transformations prennent fin quand la température atteint environ 320°C. La microstructure est alors composée de cémentite dans une matrice ferritique. Au cœur du cylindre, comme la vitesse de chauffage est plus faible, les transformations commencent à des températures légèrement inférieures.

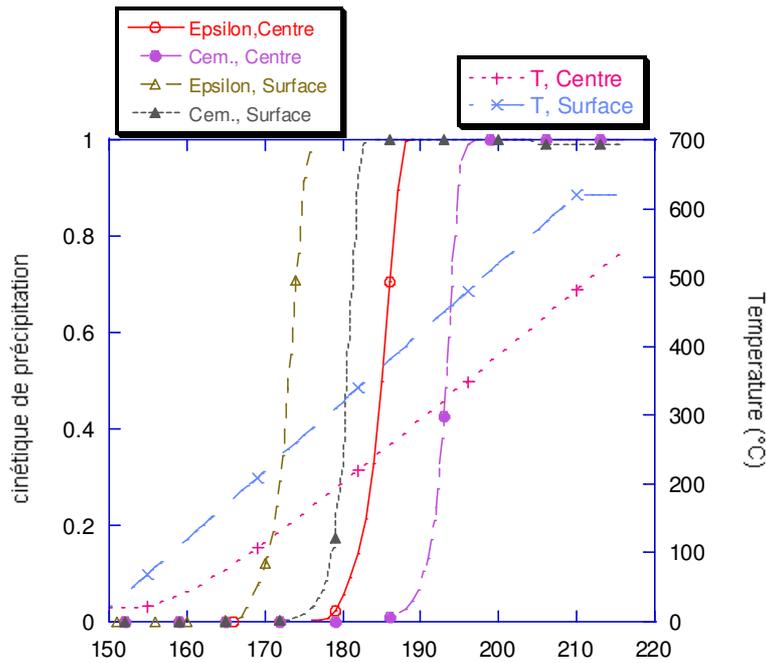


Figure 6.6 Cinétiques des précipitations des carbures et évolutions de la température

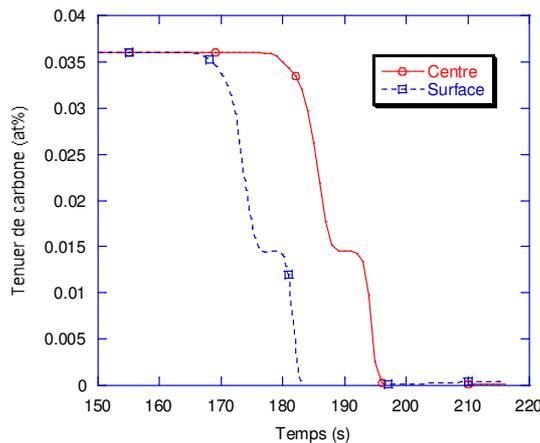


Figure 6.7 Evolutions de la teneur en carbone de la matrice en surface et à cœur du cylindre

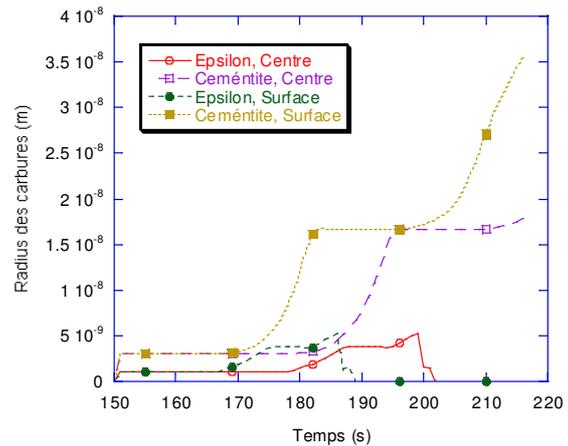


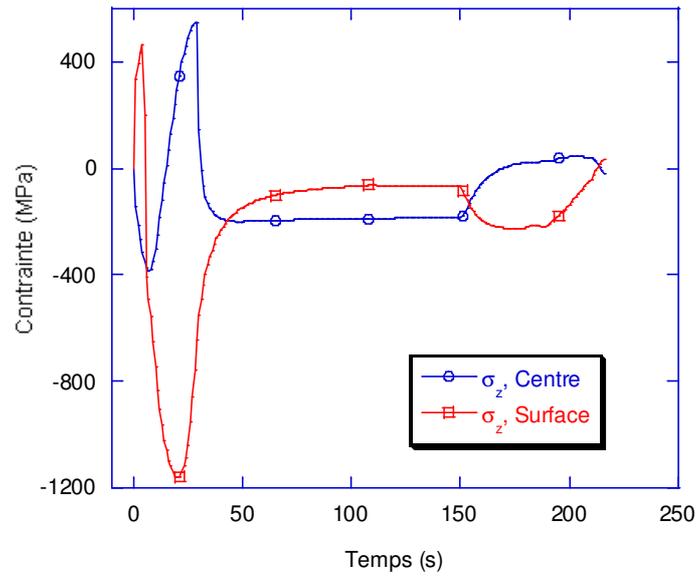
Figure 6.8 Evolutions du rayon moyen des carbures en surface et au cœur du cylindre

La figure 6.7 donne les évolutions de la composition chimique de la matrice (teneur en carbone) lors du chauffage. On remarque comme précédemment un plateau qui correspond à la dissolution du carbure epsilon et on confirme que la matrice est ferritique dans l'ensemble du cylindre après 45s de chauffage. La figure 6.8 affiche les évolutions des tailles moyennes du carbure epsilon et de la cémentite. En surface, du fait de la température plus élevée en fin de traitement (620°C), la coalescence de la cémentite est déjà bien avancée et la taille des particules de cémentite atteint 35nm alors qu'au centre, où la température atteinte n'est que de 530°C, la coalescence commence à peine et la taille des particules n'est que de 17nm.

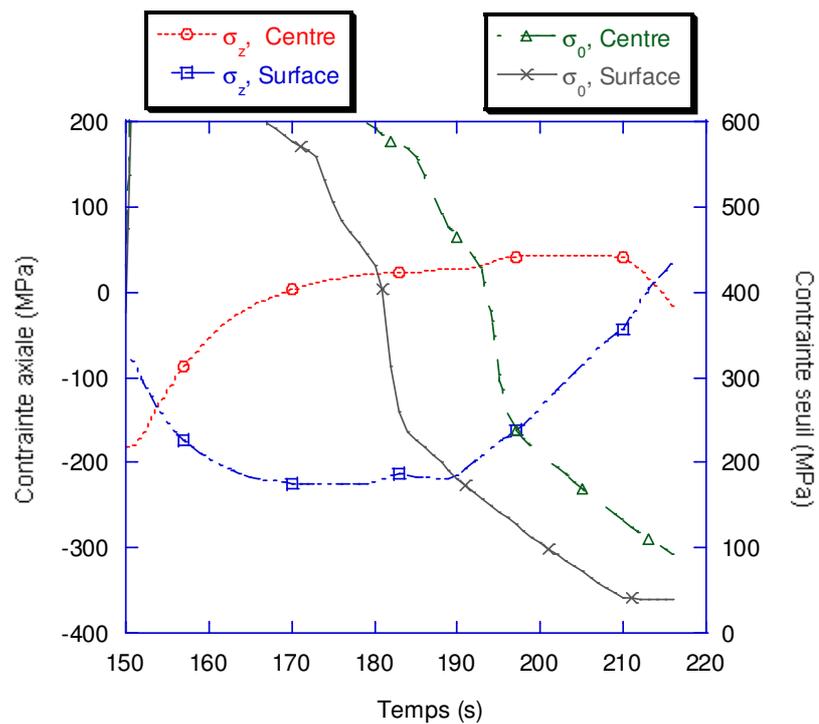
### **VI.4.2.2 Résultats mécaniques**

La figure 6.9 donne les évolutions de la contrainte axiale au centre et en surface du cylindre au cours de la trempe et du revenu ainsi qu'un zoom sur les évolutions au cours du revenu (figure 6.9 (b)). Nous avons aussi représenté sur la figure 6.9(b) les évolutions de la contrainte seuil calculée.

Dès le début du chauffage et jusqu'à environ 177s, la contrainte de compression augmente en surface et diminue à cœur. Cette évolution est due aux gradients thermiques générées au cours du chauffage : la surface subissant un chauffage plus rapide que le cœur elle a tendance à mettre le cœur en traction et à se mettre elle-même en compression. Entre 177s et 182s, nous voyons une petite diminution de la contrainte de compression en surface qui est due au changement de volume associé à la précipitation des carbures comme nous le détaillerons par la suite. Pendant cette phase de chauffage, le matériau est dans le domaine des déformations élastiques. En effet, les contraintes internes restent nettement inférieures à la contrainte seuil : par exemple à 180s, en surface, la contrainte équivalente de Von Mises est de l'ordre de 200MPa (valeur proche de la valeur absolue de la contrainte axiale) alors que la contrainte seuil est encore de 450MPa. On peut néanmoins remarquer que la contrainte seuil a déjà fortement diminué par rapport à sa valeur à température ambiante (600 MPa) due essentiellement à la diminution du durcissement lié aux dislocations et à l'appauvrissement en carbone de la solution solide comme on peut le voir sur la figure 6.10 qui détaille les différentes contributions de durcissement.



(a) Au cours de la trempe et du revenu

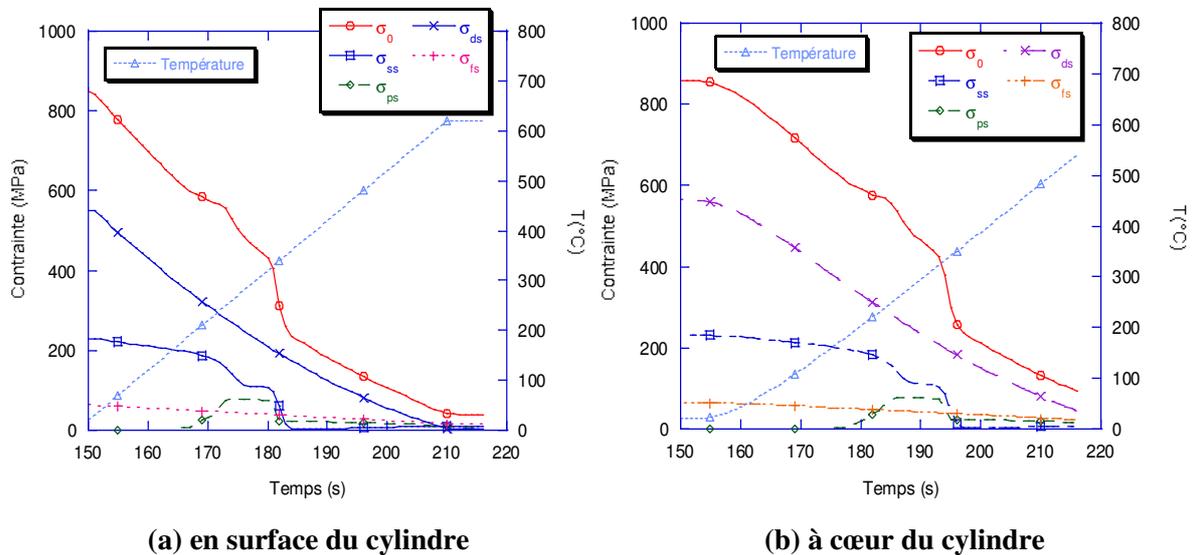


(b) Zoom pour le revenu

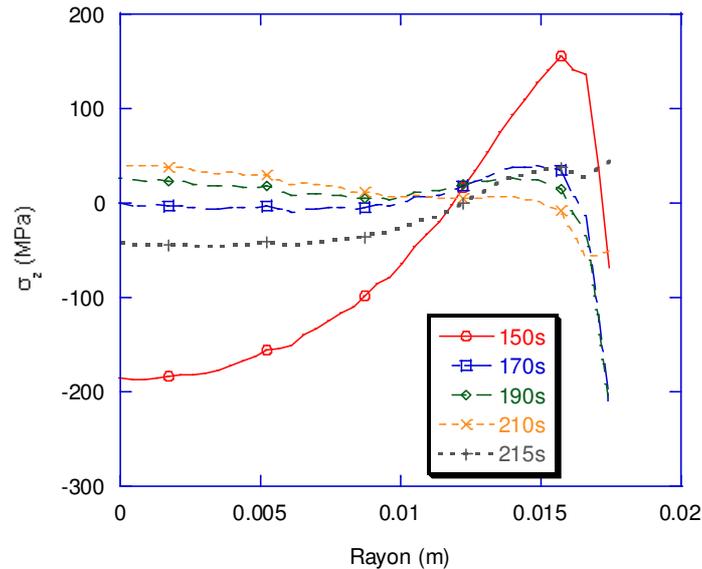
Figure 6.9 Evolutions de la contrainte axiale et de la contrainte seuil en surface et à cœur du cylindre au cours de la trempe et du revenu

A partir de 190s, on note une inversion du sens de variation de la contrainte en surface qui diminue continûment jusqu'à la fin du chauffage. Cette diminution est liée à la diminution de la contrainte seuil. On peut en effet noter qu'à partir de 180s (350°C) la contrainte seuil

diminue plus rapidement essentiellement à cause de la précipitation de cémentite qui appauvrit la solution solide en carbone et de l'augmentation de taille des particules de cémentite au cours du chauffage (figure 6.10). Ainsi, à 190s (430°C), le niveau des contraintes internes atteint la contrainte seuil et le matériau subit une faible déformation viscoplastique. Lorsque le chauffage se poursuit, la contrainte seuil continue à décroître et les contraintes internes suivent son évolution. Au centre, on peut conduire la même analyse : à 210s, la contrainte équivalente de Von Mises et la contrainte seuil atteignent la même valeur et il en résulte une déformation viscoplastique. Comme la contrainte seuil continue à diminuer quand la température augmente, la contrainte de traction continue à diminuer.



(a) en surface du cylindre (b) à cœur du cylindre  
**Figure 6.10 Evolution de la température, de la contrainte seuil et des diverses contributions au durcissement**



**Figure 6.11 Evolutions au cours du chauffage du profil de  $\sigma_z$  le long du rayon dans le plan médian du cylindre**

En plus des évolutions de contraintes au centre et en surface du cylindre que nous venons d'analyser, il est intéressant de suivre les évolutions des profils radiaux de la contrainte résiduelle axiale dans le plan médian du cylindre. (figure 6.11). Comme nous l'avons décrit précédemment, en fin de la trempe, on observe une contrainte de compression relativement élevée au centre (environ -180 MPa) et moindre en surface (-75 MPa environ) ainsi qu'une contrainte de traction importante (150MPa) à 1,25 mm en dessous de la surface. Au cours du chauffage, la contrainte de compression au centre chute très vite pour tomber à zéro après un chauffage de 20s. Simultanément, la contrainte de compression en surface augmente à 200 MPa environ ; la contrainte de traction à 1,25mm en-dessous de la surface diminue aussi rapidement à 40MPa. En fin de traitement, des contraintes de compression de 25MPa au centre et de traction de 50MPa en surface sont observées.

Finalement, en fin de traitement, nous obtenons les profils radiaux des contraintes radiale, tangentielle et axiale donnés sur la figure 6.12(a). Ces profils peuvent être comparés à ceux existants en fin de trempe (figure 6.12(b)). On peut relever que les contraintes résiduelles générées lors de la trempe sont manifestement relaxées par le traitement effectué.

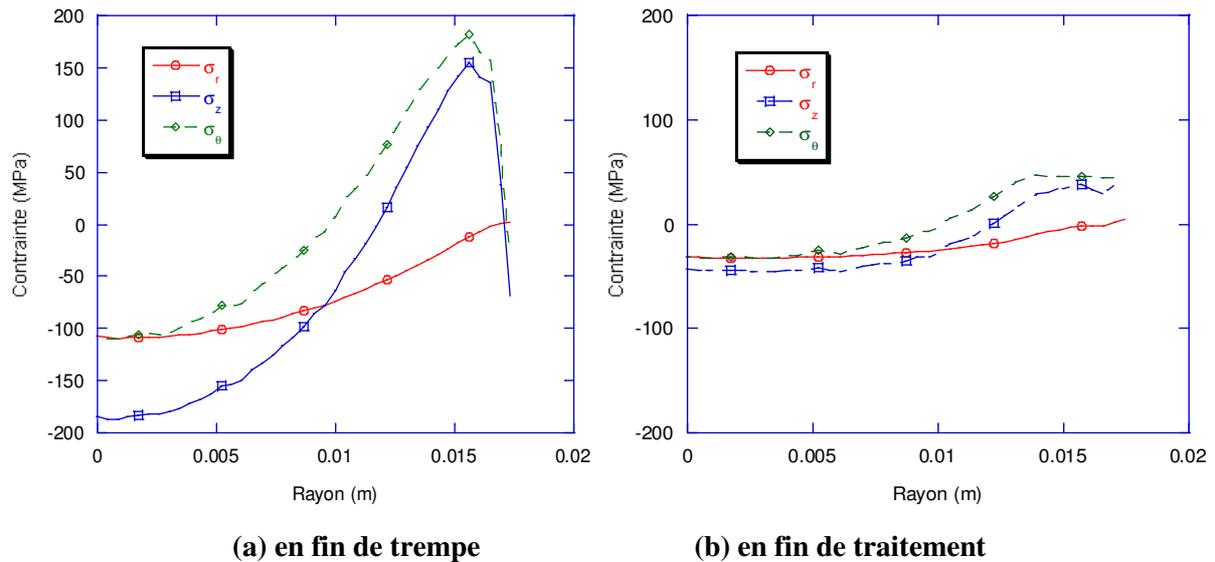


Figure 6.12 Profils des contraintes résiduelles dans le plan médian du cylindre

A noter que dans l'ensemble du cylindre, après le traitement de trempe et revenu, la contrainte maximum reste inférieure à 50MPa (valeur très faible) comme l'illustre la figure 6.13 donnant les isovaleurs de la contrainte axiale. Cette figure montre aussi la déformation du cylindre après trempe et après trempe et revenu. Nous ne discuterons pas ici de la déformation obtenue après trempe qui résulte des déformations permanentes (plastiques et de plasticité de transformation) générées au cours du refroidissement et des déformations de changement de volume associée à la transformation martensitique. Une analyse détaillée peut être trouvée dans le travail de M. Veaux [VEAU03]. Nous noterons seulement qu'après chauffage, nous avons bien sûr la dilatation thermique mais la forme du cylindre est conservée ce qui est à rattacher aux très faible déformations plastiques (de l'ordre de 0,15 %) générées au cours du revenu.

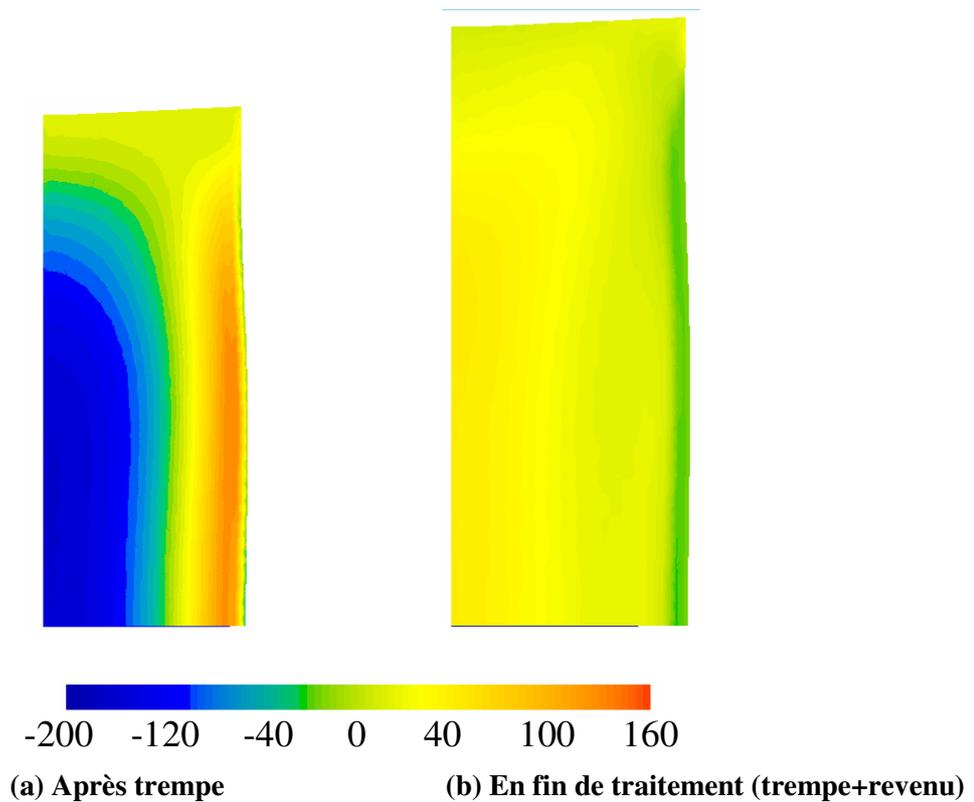


Figure 6.13 Déformée du cylindre et isovalues de la contrainte axiale

### VI.4.3 Discussion

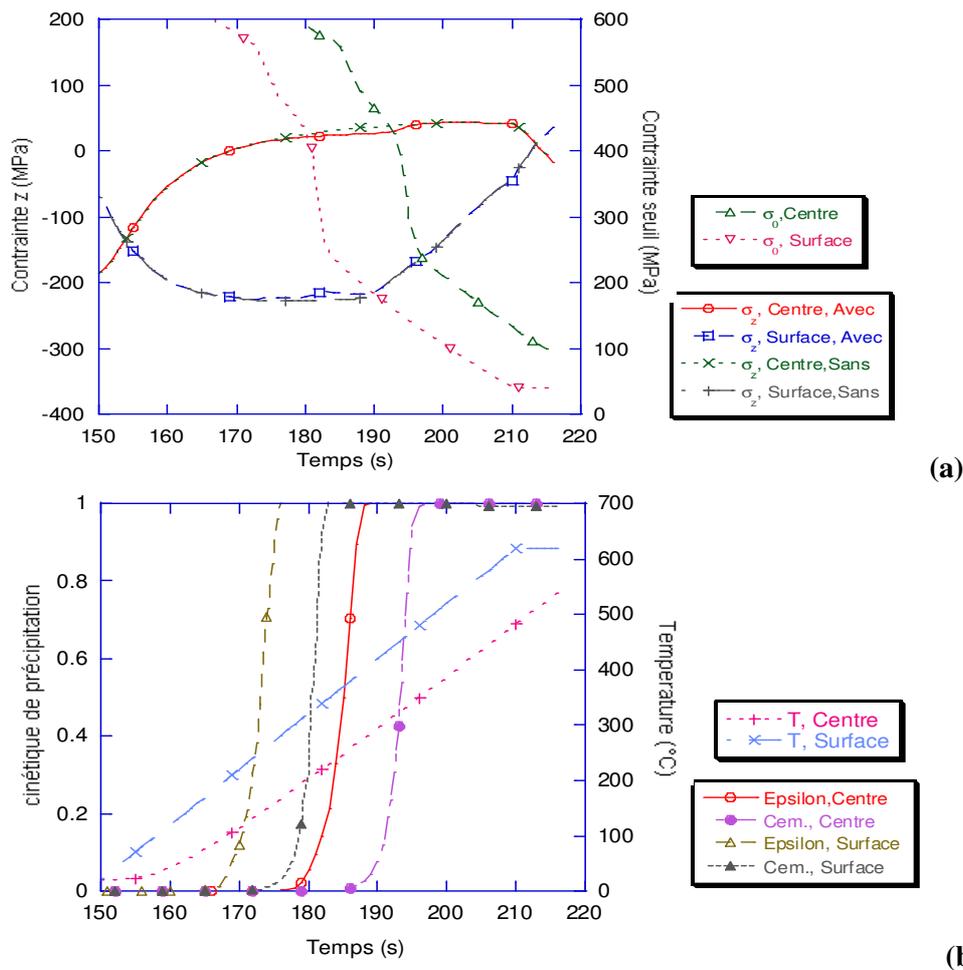
De manière générale, lors d'un traitement thermique, les évolutions des contraintes internes sont liées aux hétérogénéités de déformations thermiques (dus aux gradients thermiques) et de déformations de transformations de phases qui vont générer des déformations élastiques seules ou des déformations élastiques et plastiques, ceci étant bien sûr dépendant de la limite d'écoulement du matériau qui dépend bien sûr de la température mais aussi des évolutions microstructurales.

Dans le cas du revenu, il nous a paru intéressant d'analyser plus en détail le rôle des déformations de changement de volume associé à la précipitation et le rôle des gradients thermiques au chauffage sur les évolutions des contraintes internes.

### VI.4.3.1 Rôle des changements de volume associés à la précipitation

Pour mettre en évidence l'effet des changements de volume associés à la précipitation des carbures, nous avons effectué une simulation numérique sans leur prise en compte. La figure 6.14 montre la comparaison entre les évolutions de la contrainte axiale calculée au centre et en surface du cylindre avec et sans prise en compte des changements de volume. Nous pouvons constater que les évolutions des contraintes sont très peu affectées par le changement de volume. En effet, nous voyons que lors de la précipitation de la cémentite, la contraction volumique qui lui est associée induit une très faible diminution de la contrainte de compression en surface et une très faible augmentation de la contrainte de traction à cœur.

Comme les changements de volume induisent de très faibles variations de contraintes dans un domaine où le matériau est élastique, ils n'affectent pas du tout les profils de contraintes calculés en fin de traitement comme l'illustre la figure 6.14(a).

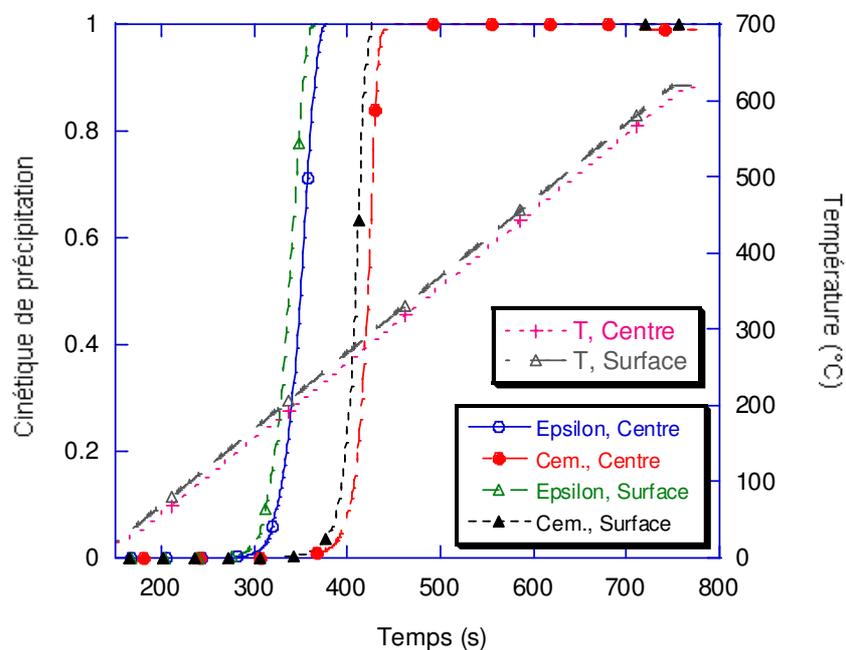


**Figure 6.14 (a) Evolutions de la contrainte axiale au centre et en surface du cylindre avec et sans prise en compte des déformations de changement de volume associées à la précipitation (b) cinétiques de précipitation du carbure  $\epsilon$  et de la cémentite**

### VI. 4.3.2 Rôle des gradients thermiques au chauffage

Pour étudier le rôle des gradients thermiques au chauffage, nous avons effectué une simulation numérique en imposant en surface une vitesse de chauffage de  $1^{\circ}\text{C/s}$  jusqu'à  $620^{\circ}\text{C}$ . Dans ce cas , les écarts de température centre- surface ne dépassent pas  $15^{\circ}\text{C}$  (figure 6.15).

Comme attendu, la précipitation des carbures  $\epsilon$  et de la cémentite se produit à des températures inférieures par rapport au cas du chauffage à  $10^{\circ}\text{C/s}$  (respectivement  $140^{\circ}\text{C}$  et  $220^{\circ}\text{C}$  contre  $180^{\circ}\text{C}$  et  $270^{\circ}\text{C}$  pour le chauffage à  $10^{\circ}\text{C/s}$ ).



**Figure 6.15 Evolutions de températures en surface et au centre du cylindre pour un revenu avec une vitesse de chauffage de  $1^{\circ}\text{C/s}$  et cinétiques de précipitation des carbures  $\epsilon$  et de la cémentite.**

En raison des cinétique de chauffage, les cinétiques d'évolution des contraintes sont bien sûr beaucoup plus lentes que dans le cas du chauffage à  $10^{\circ}\text{C/s}$  comme l'illustre la figure 6.16. Du fait des gradients thermiques, nous observons, comme précédemment, au début du chauffage une augmentation de la contrainte de compression en surface et une diminution au centre mais les amplitudes de variation sont beaucoup plus faibles du fait des faibles gradients thermiques.

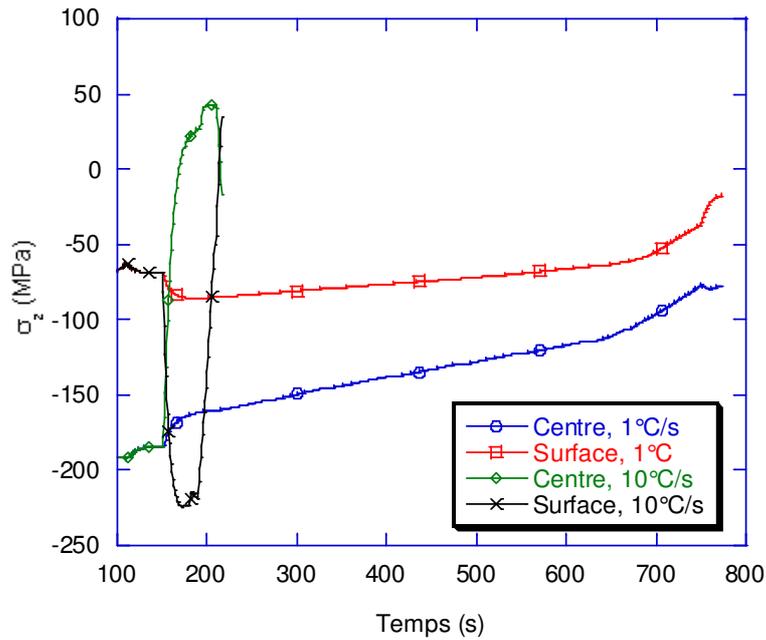


Figure 6.16 Comparaison des évolutions de la contrainte axiale au centre et en surface du cylindre pour les revenus à 10°C/s et 1°C/s

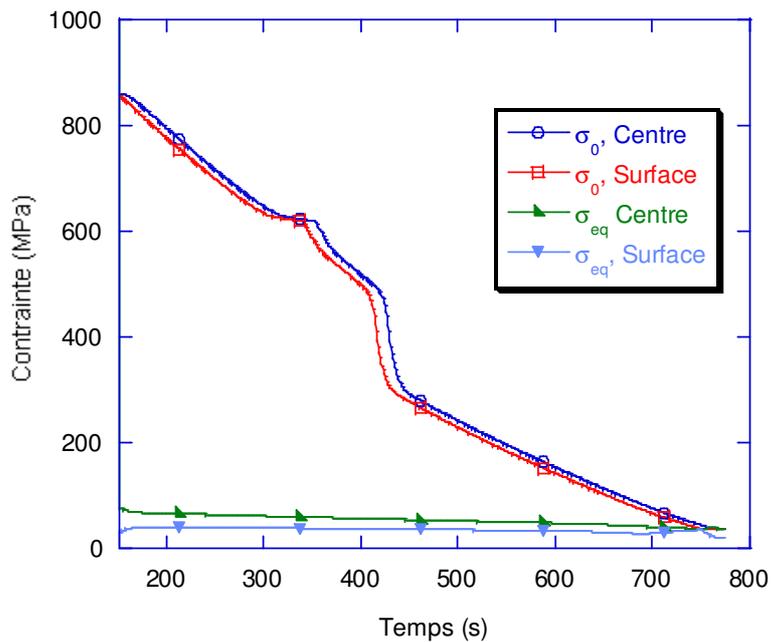
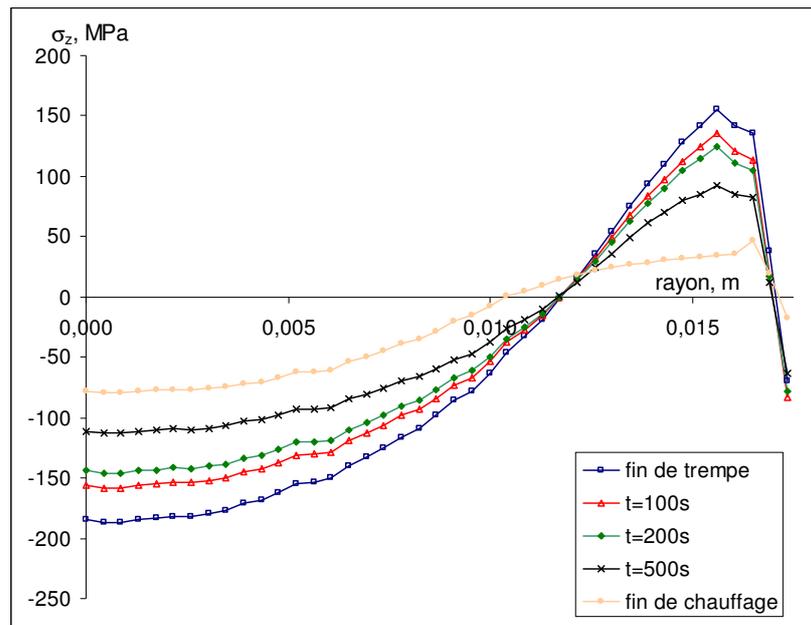


Figure 6.17 Evolutions de la contrainte seuil et de la contrainte équivalente de Von Mises en surface et au centre du cylindre pour le revenu à 1°C/s

A partir d'environ 200s, les contraintes de compression diminuent faiblement en surface et au centre ce qui peut être attribué à la diminution du module d'Young et à la contraction volumique engendré par la précipitation des carbures. A 650s, on peut noter une diminution plus marquée des contraintes de compression en surface et au centre qui est à rattacher au fait

qu'à l'intérieur du cylindre (dans la zone où les contraintes de traction sont maximales) la contrainte interne atteint la contrainte seuil ce qui conduit à une relaxation de la contrainte de traction dans cette zone et à une redistribution des contraintes dans l'ensemble du cylindre. Par contre, l'accélération de la relaxation de la contrainte observée en surface à environ 750s est due à la diminution de la contrainte seuil qui atteint le niveau de la contrainte interne comme on peut le voir sur la figure 6.17.



**Figure 6.18 : Evolutions au cours du chauffage (à 1°C/s) du profil de  $\sigma_z$  le long du rayon dans le plan médian du cylindre**

Comme précédemment, nous pouvons suivre les profils de contraintes résiduelles à différents instants du chauffage et visualiser la relaxation des contraintes (figure 6.18). On peut remarquer, qu'en fin de chauffage (750s) les contraintes sont faibles (inférieures à 80MPa) et que le profil de contrainte est relativement proche de celui obtenu pour le chauffage à 10°C/s en fin de traitement (t=215s, figure 6.12) avec néanmoins une contrainte de compression plus élevée à cœur (-80MPa par rapport à -30MPa) et une très faible contrainte de compression en extrême surface (-20MPa) au lieu d'une faible traction (40MPa).

## **VI. 5 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons mis en place le calcul couplé thermique-métallurgique-mécanique et implanté les modules de transformation de phases et thermomécanique que nous avons développés dans le logiciel de calcul par éléments finis ZeBuLon afin de simuler la trempe suivie d'un revenu.

A travers le cas test de la trempe martensitique, nous avons pu analyser la genèse des contraintes internes dans un cylindre au cours du refroidissement en fonction des gradients thermiques et de la progression de la transformation martensitique et retrouver à l'aide du logiciel ZeBuLon les résultats bien connus dans ce cas même si pour le moment des hypothèses simplificatrices ont dû être adoptées. Il a ensuite été possible de réaliser l'enchaînement entre la simulation de la trempe et celle du revenu. Les conséquences des gradients thermiques et des évolutions microstructurales sur les évolutions des contraintes internes au cours du revenu ont été analysées. Nous avons montré que les changements de volume associés à la précipitation des carbures ont peu d'effet sur les évolutions et les niveaux de contraintes calculés. Par contre, la diminution des propriétés mécaniques (contrainte seuil) engendrée par la précipitation de cémentite et par la coalescence des carbures joue de manière non négligeable sur la relaxation des contraintes internes car elle conduit à la déformation plastique du matériau, cette déformation restant toutefois très faible. Nous avons aussi mis en évidence que les gradients thermiques générés au cours du chauffage affectent de manière importante les cinétiques d'évolution des contraintes internes.

## **Conclusions générales et perspectives**

Dans le cadre de cette étude, nous avons modélisé l'évolution métallurgique et l'évolution thermomécanique de la martensite au cours du revenu. Ces modèles ont été implémentés dans le code de calcul par éléments finis ZeBuLon, ce qui nous a permis d'analyser la relaxation des contraintes internes dans une pièce massive au cours du revenu qui suit la trempe martensitique.

Dans une première étape, nous avons établi les équations qui décrivent les phénomènes de germination, de croissance/dissolution et de coalescence des deux familles de carbures (carbure epsilon et cémentite) dans un alliage Fe-C binaire puis dans un alliage multiconstitué. Dans notre modèle, nous prenons en compte l'effet de l'énergie élastique et l'effet Gibbs-Thomson sur la germination et la croissance/dissolution du carbure epsilon cohérent avec la matrice et l'effet Gibbs-Thomson seul sur l'évolution de la cémentite (incohérente avec la matrice). Nous avons en particulier obtenu une estimation de l'énergie de déformation élastique associée à la formation du carbure  $\epsilon$  à partir d'un calcul micromécanique et de la prise en compte d'une germination préférentielle des carbures  $\epsilon$  sur des zones enrichies en carbone.

Ce modèle permet de déterminer les fractions volumiques et les distributions de taille des particules des deux familles de carbures (carbure epsilon et cémentite), ainsi que les évolutions des concentrations des solutés dans la matrice en conditions isothermes et en chauffage continu.

Nous avons d'abord appliqué ce modèle au revenu de la martensite d'un alliage Fe-0,8%C après avoir établi un jeu de données à partir de la littérature. Une courbe limite de solubilité « théorique » du carbone dans la ferrite en équilibre avec le carbure  $\epsilon$  a été déterminée à partir des résultats expérimentaux de la littérature en extrayant à la fois l'effet Gibbs-Thomson et l'effet élastique. La comparaison entre les résultats calculés et les résultats expérimentaux de la littérature a montré des corrélations satisfaisantes tant du point de vue

## C o n c l u s i o n s   g é n é r a l e s   e t   p e r s p e c t i v e s

des cinétiques que des tailles de précipités avec toutefois une surestimation des vitesses de précipitation plus marquée pour la cémentite. Nous avons aussi montré que la phase de chauffage qui précède le maintien isotherme de revenu joue un rôle important sur les évolutions microstructurales.

Nous avons ensuite étudié l'effet de différents paramètres physiques et numériques du modèle sur les résultats du calcul. Il a été mis en évidence que, du fait des cinétiques compétitives, l'énergie de déformation élastique associée à la formation du carbure  $\epsilon$  n'influence pas seulement la cinétique de précipitation de ce carbure mais aussi celle de la cémentite ainsi que la taille des particules de cémentite après revenu.

Puis, nous avons mené une étude expérimentale des évolutions microstructurales de l'acier 80MnCr5 pour différentes conditions de revenu par dilatométrie, MET et EDS. Nous avons mesuré les cinétiques des précipitations du carbure epsilon et de la cémentite, les évolutions de la taille moyenne des précipités et de la composition chimique de la matrice. Les résultats des simulations numériques du revenu pour l'acier 80MnCr5 ont montré de bonnes corrélations avec les tailles des précipités et la composition de la matrice mesurées compte tenu des incertitudes expérimentales. En ce qui concerne la surestimation des cinétiques de précipitation calculées pour la cémentite, elle a été attribuée à une description trop simplifiée de la germination de la cémentite qui ne prend pas en compte les deux familles de sites observés expérimentalement (intra-lattes et inter-lattes).

Dans la seconde étape, nous avons tout d'abord caractérisé l'évolution du comportement thermomécanique de l'acier martensitique (80MnCr5) pour différentes conditions de revenu, à la température de revenu et à température ambiante. Nous avons ainsi quantifié l'effet des évolutions microstructurales sur les limites d'écoulement et sur le comportement à l'écrouissage de l'acier ainsi que les effets visqueux qui apparaissent pour des températures de revenu de 400°C et plus. En nous appuyant sur l'analyse des taux d'écrouissage, nous avons fait l'hypothèse pour la modélisation que seule la contrainte seuil est dépendante des évolutions microstructurales et que l'écrouissage et l'effet visqueux ne dépendent que de la température de déformation.

## C o n c l u s i o n s   g é n é r a l e s   e t   p e r s p e c t i v e s

La contrainte d'écoulement de l'acier revenu a ainsi été décrite par une loi élasto-viscoplastique additive avec écrouissage isotrope dont les paramètres (contrainte seuil, paramètres d'écrouissage et paramètres visqueux) ont été déterminés par optimisation à partir des résultats expérimentaux. Les évolutions de la contrainte seuil ont été modélisées en prenant en compte les différentes contributions de durcissement et leurs évolutions au cours du revenu : durcissement par les densités de défauts dans la matrice, par les éléments d'alliage en solution solide et par les précipités, les deux dernières contributions étant calculées à l'aide de notre modèle d'évolutions microstructurales. Par cette démarche, nous avons atteint une description du comportement thermomécanique tout au long du revenu en relativement bon accord avec les résultats expérimentaux, permettant en plus d'analyser les évolutions des différentes contributions de durcissement de l'alliage en fonction des conditions de revenu.

Enfin, dans la troisième et dernière étape, le modèle microstructural et le modèle thermomécanique ont été implantés dans le code de calcul par éléments finis ZeBuLon afin d'opérer une simulation complète thermique-métallurgique-mécanique du traitement thermique de trempe et de revenu dans une pièce massive.

Nous avons réalisé une simulation illustrative sur une éprouvette cylindrique pour analyser l'évolution des contraintes internes en relation avec les évolutions microstructurales au cours de la trempe et du revenu. Nous avons analysé plus particulièrement le rôle de la déformation thermique, de la déformation de transformation de phases et de l'adoucissement du matériau sur la relaxation des contraintes internes au cours du revenu. Nos résultats montrent que les déformations de transformations ont peu d'influence par rapport aux autres facteurs. Il a aussi été mis en évidence que les déformations plastiques générées au cours du revenu sont faibles.

Du point de vue des perspectives de ce travail, elles concernent d'abord l'amélioration des modèles développés. Pour le modèle métallurgique, il est nécessaire de prendre en compte des morphologies de précipités plus proches de la réalité (en particulier pour le carbure epsilon). Le modèle de germination de la cémentite devrait aussi être amélioré pour prendre en compte la germination plus progressive sur différents sites de germination. Le point certainement le plus délicat est l'estimation de l'énergie élastique associée à la précipitation du carbure  $\epsilon$  qui doit prendre en compte les mécanismes complexes d'accommodation du misfit et également l'influence de la décomposition spinodale qui précède la précipitation du carbure epsilon.

## C o n c l u s i o n s   g é n é r a l e s   e t   p e r s p e c t i v e s

Pour le modèle thermomécanique, la prise en compte du rôle des évolutions microstructurales sur l'écroissage paraît un point important.

Pour la simulation des évolutions de contraintes internes au cours du revenu, hormis la prise en compte de la décomposition de l'austénite résiduelle au cours du revenu, il est nécessaire d'optimiser le calcul d'un point de vue numérique afin de pouvoir simuler des cycles de revenu plus proches de la réalité (chauffage, maintien et refroidissement ultérieur). La validation des résultats de calculs en terme de contraintes résiduelles devra aussi être effectuée.

## Références bibliographiques

- [AARO70] H. I. Aaronson, K. R. Kinsman, The volume free energy change associated with precipitate nucleation, *Scripta Metall.* 1970, Vol. 4, pp 101-106
- [ALIA00] C. Aliaga, Simulation numérique par éléments finis en 3D du comportement thermomécanique au cours du traitement thermique d'aciers : application à la trempe de pièces forges ou coulées, *Thèse Ecole Nationales Supérieure des mines de Paris*, 2000
- [ASHB70] M.F. Ashby, The deformation of plastically non-homogenous materials, *Philos. Mag.*, 21, 1970, pp399-424
- [AUBR98] C. Aubry, Modélisation et étude expérimentale des cinétiques de revenu/autorevenu d'acier trempes prévision des contraintes résiduelles de trempe dans un acier cémentite en incluant l'autorevenu, *Thesis INPL*, 1998
- [BERA94] G. Beranger et al, *Le Livre de l'acier*, Technique& Documentation Lavoisier, 1994
- [BESS98] J. Besson, R. Le Riche, R. Foerch, G. Cailletaud, Application of object-oriented programming techniques to the finite element method. Part II- Application to material Behaviors, *Revue européenne des éléments finis*, Vol.7,1998, pp 567-588
- [BHAD92] H. K. D. H. Bhadeshia, Bainite in steels, *The Institute of Materials*, 1992, pp 292-299
- [BOER88] F. R. de Boer, R. Boom, W.C. M. Mattens, A.E R. Miedema, A. K. Niessen, *Cohesion in Metals- Transition Metal Alloys*, North-Holland, 1988
- [BONA04] R. Bonadé, P. Spätig, R. Schäublin, M. Victoria, Plastic flow of martensitic model alloys, *Materials Science and Engineering A*, 2004, pp16-21
- [BOUF93] M. Boufoussi, Modélisation thermique, métallurgique et mécanique du traitement thermique superficiel par faisceau laser, *Thèse INPL*, 1993
- [BROW75] R. L. Brown, H. J. Rack, M. Cohen, Stress relaxation during the tempering of hardened steel, *Materials Science &Engineering*, Vol.21, 1975, pp 25-34
- [BUTL66] J. F. Butler, Kinetics of the two-stage precipitation of carbon from ferrite, *JISI*, 1966, pp 127-133
- [CAHN57] J.W. Cahn, Nucleation on dislocations, *Acta Metallurgica*, Vol.5, 1957, pp169-173
- [CAHN83] R. W. Cahn, P. Haasen, *Physical Metallurgy*, Third edition, Part II, North-Holland physics Publishing, Amsterdam, 1983
- [CAHN84] J.W. Cahn, F. Larché, A simple model for coherent equilibrium, *Acta.Metall.* Vol.32, 1984, pp1915-1923
- [CAIL06] G. Cailletaud, A. Longuet, communication privée
- [CARO72] R. N. Caron, G. Krauss, Tempering of Fe-C lath martensite, *Metallurgical Transactions*, Vol. 3, 1972, p2381
- [CLEM55] P. J. Clemm, J.C. Fisher, Nucleation of secondary phase, *Acta Metallurgica*, Vol.3, 1955, p 70-73

- [CHIO03] W. C. Chiou Jr., E. A. Carter, Structure and stability of Fe<sub>3</sub>C-cementite surfaces from first principle, *Surface Science*, Vol. 530, 2003, pp88-100
- [CHIP72] J. Chipman, Thermodynamics and phase diagram of the Fe-C system, *Metallurgical Transactions*, Vol. 3, 1972, p 55-64
- [CHRI75] J.W. Christian, *Theory of Transformations in Metals and Alloys*, 2nd Edition, Pergamon Press, Oxford, 1975
- [COAT73] D.E.Coates, Diffusion controlled precipitate growth in ternary systems II, *Metallurgical Transactions*, Vol. 4, 1973, pp1077-1086
- [COGN03] O. Cogne, Calculs micromécaniques par éléments finis (Sysweld) de champs de contraintes locaux associés à de la précipitation, Rapport de Stage, LSG2M, 2003
- [COHE62] M. Cohen, Strengthening of steel, *MSA Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Transactions*, Vol. 224, 1962, pp638-657
- [CHOO73] W.K.Choo, Roy Kaplow, Mössbauer measurements on the aging of Iron-Carbon martensite, *Acta Metall.* Vol. 21, 1973, pp725-732
- [DAIG82] J. Daigne, M. Guttman, J. P. Naylor, The influence of lath boundaries and carbide distribution on the yield strength of 0,4%C tempered martensite steels, *Materials Science and Engineering*, Vol. 56, 1982, pp1-10
- [DAS93] S.K. Das, A. Biswas, R.N. Ghosh, Volume fraction dependent particle coarsening in plain carbon steel, *Acta metall. Mater.* Vol. 41, No3, 1993, p 777-781
- [DENI85] S. Denis, E. Gautier, A. Simon, G. Beck, Stress-phase transformation interactions-basic principles, modelling and calculation of internal stresses, *Materials Science & Technology*, Vol.1, 1985, p805-814
- [DENI87] S. Denis, S. Sjöström, A. Simon, Coupled temperature, stress, phase transformation calculation model numerical illustration of the internal stresses evolution during cooling of an eutectoid carbon steel cylinder, *Metallurgical Transactions* Vol.18A, 1987, p1203-1212
- [DENI92] S. Denis, D. Farias, A. Simon, Mathematical model coupling phase transformations and temperature evolution in steel, *ISIJ International*, Vol.32, 1992, pp316-325
- [DENI97] S.Denis, Prévision des contraintes résiduelles induites par traitement thermique et thermochimique, *La revue de métallurgie-CIT/Science et genie des matériaux*, 1997, pp157-172
- [DENI02] S . Denis, Prediction of residual stress and distortion of ferrous and non-ferrous metals: Current status and future developments, *Journal of materials engineering and performance*, Vol.11, 2002, pp 92-102
- [DESC99] A. Deschamps, Y. Brechet, Influence of predeformation and ageing of an Al-Zn-Mg alloy-II. Modelling of precipitation kinetics and yield stress, *Acta Mater.*, Vol. 47, 1999, pp 293-305
- [DONG03] Dong HyukShin, Kyung-Tae Park, Young-Seog Kim, Formation of fine cementite precipitates in an ultra-fine grained low carbon steel, *Scripta Materialia*, Vol. 48, 2003, pp 469-473
- [DIET88] G.E. Dieter, *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill, Singapore, 1988
- [DUMO04] D. Dumont, A. Deschamps, Y. Bréchet, C. Sigli, J. C. Ehrström, Characterisation of precipitation microstructures in aluminium alloys 7040 and 7050 and their relationship to mechanical behaviour, *Materials Science and Technology*, Vol. 20, 2004, pp1-10

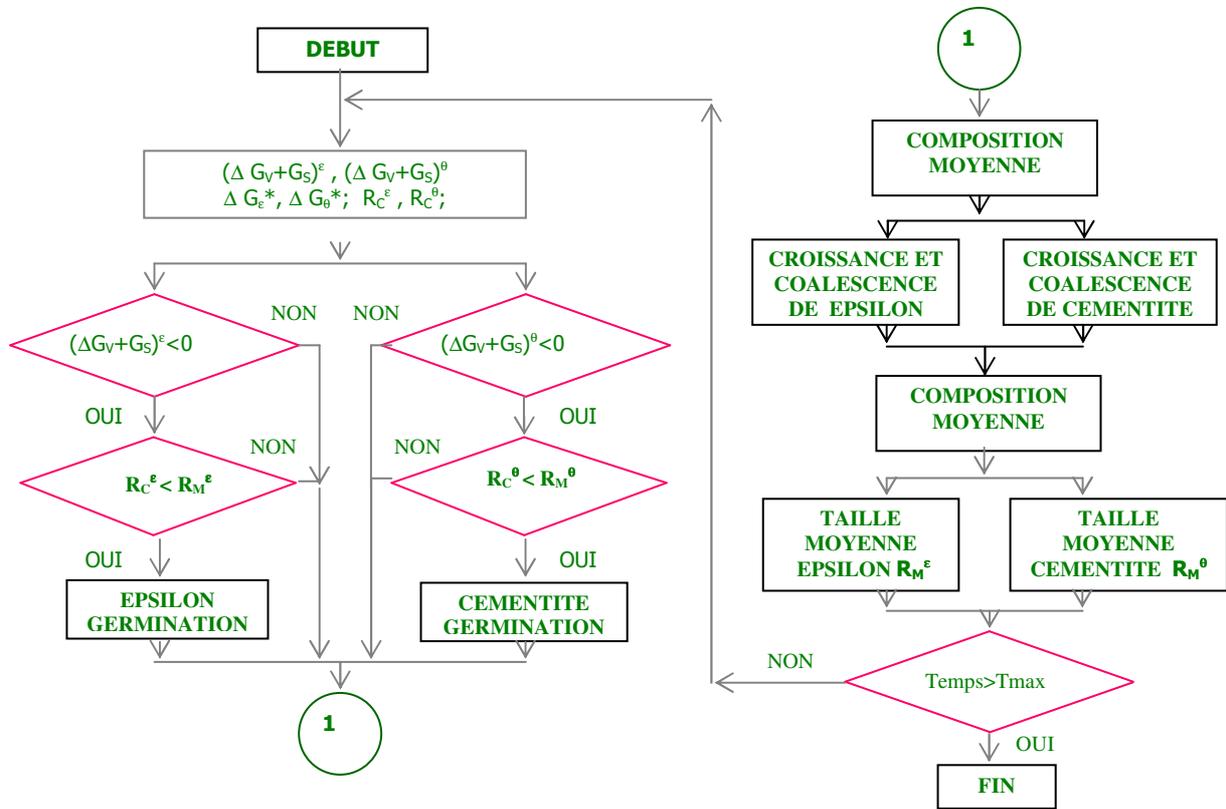
- [ESHE61] J. D. Eshelby, *Progress in Solid Mechanics*, VII. Ed. I. N. Sneddon & R.Hill, North Holland, Amsterdam, 1961
- [EYZO96] Eyzop, Caractérisation de couches cémentées en basse pression, *Thèse INPL*, 1996
- [FRIE64] J. Friedel, *Dislocation*, Pergamon Press, Oxford, 1964
- [GODA99] David Godard, Influence de la précipitation sur le comportement thermomécanique lors de la trempe d'un alliage Al-Zn-Mg-Cu, *Thèse INPL*, 1999
- [GENI87] J.M. Génin, The clustering and coarsening of carbon multiplets during the aging of martensite from Mössbauer spectroscopy: the precipitation stage of epsilon carbide, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 18A, 1987, pp1371-1388
- [HABR89] A. Habraken, Contribution à la modélisation du forge des métaux par la méthode des éléments finis, *Thèse Université de Liege*, 1989
- [HOFF97] B. Hoffmann, O. Vöhringer, E. Macherauch, Effect of tempering on the microstructure and strength of martensitically hardened plain carbon steels, *Materials Science & Engineering*, Vol. A234-236, 2001, pp 707-710
- [HOLZ98] H. Holzapfel, V. Schulze, O. Vöhringer, E. Macherauch, Residual stress relaxation in an AISI 4140 steel due to quasistatic and cyclic loading at higher temperatures, *Materials Science and Engineering*, A248, 1998, pp9-18
- [HOU89] Hou Zengshou, Lu Guangxi, *Physique Métallurgie*, Presse des Sciences et des technologies de Shanghai, 1989.
- [JACK51] K.H. Jack, Structural transformations in the tempering of high-carbon martensitic steels, *Journal of the iron and steel institute*, Vol. 169, 1951, p 26-36
- [JOHN87] W. C. Johnson, P.W. Voorhees, Phase equilibrium in two-phase coherent solids, *Metallurgical Transaction A*, Vol.18A, 1987, pp1213-1228
- [JOHN90] W. C. Johnson, P.W. Voorhees, The coarsening kinetics of two misfitting particles in an anisotropic crystal, *Acta Metall. Mater.*, Vol. 38, No.7, 1990, pp 1349-1367
- [JU96] D.Y. Ju, M. Sahashi, T. Omori, T. Inoue, Residual stresses and distortion of a ring in quenching-tempering process based on metallo-thermo-mechanics, *Conf. sur la Trempe et le Contrôle de la Distorsion*, eds. G.E.Totten, M.A.H.Howes, S.J.Sjöström, K.Funatani, *ASM International*, 1996, p249-257
- [KAMP84] R. Kampman et R. Wagner, Kinetic of precipitation in metastable binary alloy- theory and application to Cu-1,9at%Ti and Ni-14at%Al, *Decomposition of Alloys: the early stages*, Pergamon Press, Oxford, 1984, p91-103
- [KAUR82] I. Kaur, W. Gust, L. Kozma, *Handbook of grain and interface boundary diffusion data*, Vol. 1, Ziegler Press, 1982
- [KEHO70] Kehoe M, Kelly P. M, The role of carbon in the strength of ferrous martensite, *Scripta Metallurgica*, Vol. 4, 1970, pp 473-476
- [KRAU83] G. Krauss, Tempering and structural change in ferrous martensitic structures, *Proc. of Int. Conf. on Phase Transformations in Ferrous Alloys*, A.R. Marder & J. I. Goldstein, eds. 1983, pp101-123
- [KOZA97] K. J. Kozaczek, Effect of thermal exposure on surface residual stresses in gamma titanium aluminide, *5<sup>th</sup> International Conference on Residual Stresses*, Linköping, Sweden, 1997, pp281-286

- [LANG70] Langford G, Cohen M., Calculation of cell-size strengthening of wire-drawn iron, *Metallurgical Transactions*, Vol.1, 1970, pp1478-1480
- [LANG80] J.S. Langer et A.J. Schwartz, Kinetics of nucleation in near-critical fluids, *Phys. Rev.*, A21, 1980, pp 948-958
- [LARC78] F.C. Larche, J. W. Cahn, Thermochemical equilibrium of multiphase solids under stress, *Acta Metall.*, Vol. 21, 1978, pp1579-1589
- [LEME56] B. S. Lement, M. Cohen, A dislocation-attraction model for the first stage of tempering, *Acta Metall.*, Vol. 4, 1956, pp 469-476
- [LESA90] J.Lesage, Propriétés mécaniques et structurales des aciers carbonitrutés, Habilitation à diriger les recherches, Université des sciences et techniques de Lille Flandres-Artois, 1990, N° d'ordre H23
- [LIEB88] Christophe Liebaut, Rhéologie de la déformation plastique d'un acier Fe-C durant sa transformation de phase "Austénite→Ferrite+Perlite", *Thèse INP Lorraine*, 1988
- [LIU91] C. Liu, N.M. Van der Pers etc., Lattice change of Iron-Carbon martensite on aging at room temperature, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 22A, 1991, pp 1957-1967
- [LIU03] C.C. Liu, X.J.Xu, Z.Liu, A fem modelling of quenching and tempering and its application in industrial engineering, *Finite Elements in Analysis and Design*, 39, 2003, pp1053-1070
- [MARO93] S. Maropoulos, J.D.H. Paul, N.Ridley, Microstructure-property relationships in tempered low-alloy Cr-3,5Ni-V steel, *Mater. Science and Technology*, Vol. 9, 1993, p1014-1019
- [MILL83] M. K. Miller, P. A. Beaver, S. S. Brenner, G. D. W. Smith, An atom probe study of the aging of Iron-Nickel-Carbon martensite, *Metallurgical Transactions* Vol.14A, 1983, pp1021-1031
- [MILL99] R. Millot, P. Archambault, E. Gautier, et.al., Transformation of residual austenite under thermomechanical variations, *J. Phys. IV*, Vol. 9, 1999, pp361-370
- [MITT91] E J Mittemeijer, I. A. Wierszylowski, The isothermal and nonisothermal kinetics of tempering Iron-carbon and Iron-Nitrogen martensites and austenites, *Zur Metallkunde*, Vol. 82, H6, 1991, p491-429
- [MINO96] Minoru Doi, Elasticity effects on the microstructure of alloys containing coherent precipitates, *Progress in Materials Science*, Vol. 40, 1996, pp79-180
- [MITT88] E. J. Mittemeijer, L. Cheng, et.al, Analysis of nonisothermal transformation kinetics: tempering of Iron-Carbon and Iron -Nitrogen martensite, *Metallurgical Transactions*, Vol. 19A, 1988, pp 925-932
- [MYHR00] O.R. Myhr, Ø. Grong, Modelling of non-isothermal transformations in alloys containing a particle distribution, *Acta. Mater.*, Vol. 48, 2000, pp 1605-1615
- [NAGA79] S. Nagakura, M. Toyoshima, Crystal structure and morphology of the ordered phase in Iron-Carbon martensite, *Transaction of the JIM*, Vol. 20, 1979, pp100-110
- [NAGA83] S. Nagakura, Y. Hirotsu, M. Kusunoki, T. Suzuki, Y. Nakamura, Crystallographic study of the tempering of martensitic carbon steel by electron microscopy and diffraction, *Metallurgical Transactions*. Vol.14A, 1983, pp 1025-1031
- [NORS79] L.A.Norstrom, O.Vingsbo, Influence of nickel on toughness and ductile-brittle transition in low-carbon martensite steels, *Metal Science*. Vol. 13 1979, p677-684
- [OHMO04] A. Ohmori, S. Torizuka, K. Nagai, Strain-hardening due to dispersed cementite for low carbon ultrafine-grained steels, *ISIJ International*, Vol. 44, N°. 6, 2004, pp1063-1071

- [ORIA64] R. A. Oriani, Ostwald ripening of precipitates in solid matrices, *Acta Metallurgic A*, Vol.12, 1964, pp1399-1409
- [OTUA83] *Données Physiques sur quelques Aciers d'Utilisation Courante*, OTUA, Paris, 1983
- [RENA02] Y. Renault, Etude expérimentale des cinétiques de revenu d'un acier 80Mncr5 après trempe martensitique, *Rapport de Stage DEST Métallurgie*, LSG2M, 2002
- [RUSS70] K. C. Russel, *Phase Transformations*, Ed. H. I. Aaronson, A. S. M., Metal Park, OHIO, 1970
- [ROBE53] C. S. Roberts, B.L. Averbach, M. Cohen, The mechanism and kinetics of the first stage of tempering, *Transactions of the A.S.M*, Vol.45, 1953, pp576-603
- [ROBE04] J. D. Robson, Modelling the overlap of nucleation, growth and coarsening during precipitation, *Acta Materialia*, Vol. 52, 2004, p4669-4676
- [SAEG97] M.Saeglitz, G. Krauss, Deformation, Fracture, and Mechanical properties of low-temperature-tempered martensite in SAE 43xx steel, *Metallurgical and Materials Transaction A*, Vol. 28 A, 1997, pp377-387
- [SAUT74] Gerhard Sauthoff, Orienting of precipitating gold particles in an Iron-Molybdenum-Gold alloy by external elastic stress, *Frühjahrstagung Freudenstadt*, Vol.4, 1974, pp 1-5
- [SERR04] M. Serrière, Modélisation des processus de transformation des dispersoïdes dans un alliage d'aluminium 3003. Influence de la description des équilibres thermodynamiques locaux, *Thèse INPL*, 2004
- [SMIT71] D. W. Smith, F. Hehemann, Influence of structural parameters on the yield strength of tempered martensite and lower bainite, *Journal of the iron and steel institute*, Vol. 206, 1971, pp467-481
- [SIMO72] A. Simon, Etude du revenu de la structure de trempe martensitique des alliages Fe-C-Si à forte teneur en carbone :Mécanismes de précipitation et de transformation des carbures, *Thèse Université de Nancy I*, 1972
- [SJOS82] S. Sjöström, The calculation of quench stresses in steel, *Thesis University Linköping*, 1982, Sweden
- [SJOS85] S. Sjöström, Interaction and constitutive models for calculating quench stresses in steel, *Materials Science & Technology*, Vol. 1, 1985, p823-829
- [SPEI65] G. R. Speich, P.R. Swann, Yield strength and transformation substructure of quenched Iron-Nickel alloys, *Journal of the iron and steel institute*. Vol. 203, 1965, pp480
- [STEW94] J.W. Stewart, R.C. Thomson, H.K.D.H Bhadeshia, Cementite precipitation during tempering of martensite under the influence of an externally applied stress, *Journal of materials science*, Vol.29, 1994, pp 6079-6084
- [STOW02] Stowell M. Precipitate nucleation: does capillarity theory work, *J. Material Science and Technology*, 2002, Vol. 18, p139-144
- [TAYL89] K.A. Taylor, G.B. Olson, M. Cohen, J.B. Vander Sande, Carbide precipitation during stage I Tempering of Fe-Ni-C martensites, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 20A, 1989, p 2749-2765
- [TAYL89bis] K.A. Taylor, L. Chang, G.B. Olson, G.D.W. Smith, M. Cohen, J.B. Vander Sande, Spinodal decomposition during aging of Fe-Ni-C martensite, *Metallurgical Transactions*, Vol. 20A, pp2717-2737

- [TAYL92] K. A. Taylor, M. Cohen, Aging of ferrous martensites, *Progress in Materials Science*, Vol. 36, 1992, pp225-275
- [VEAU03] M. Veaux, Etude expérimentale et prévisions par le calcul des cinétiques de transformation de phase, des contraintes résiduelles et des déformations lors de la transformation bainitique, *Thèse INPL*, Nancy, 2003
- [VENU78] D. Venugopalan, J.S.Kirkaldy, New relations for predicting the mechanical properties of quenched and tempered low alloy steels, *Hardenability Concepts with Applications to Steel*, Edité par D.V.Doane, J.S.Kirkaldy, The Metallurgical Society of AIME, 1978, pp249-267
- [VERH75] J. D. Verhoeven, *Fundamentals of Physical Metallurgy*, John Wiley & Sons, 1975, Toronto.
- [VIDA51] G. Vidal, P. Lesscop, L. Raymondin, Influence de la température sur les constantes élastiques des métaux et alliages, *Revue de Métallurgie*, XLVIII, N° 11, 1951, pp864-874
- [YOUN94] C.H. Young, H.K.D.H Bhadeshia, Strength of mixtures of bainite and martensite, *Material Science and Technology*, Vol. 10, 1994, pp209-220
- [ZENE49] C. Zener, Theory of growth of spherical precipitates from solid solution, *J. Applied Physics*, Vol. 20, 1949, pp950-953

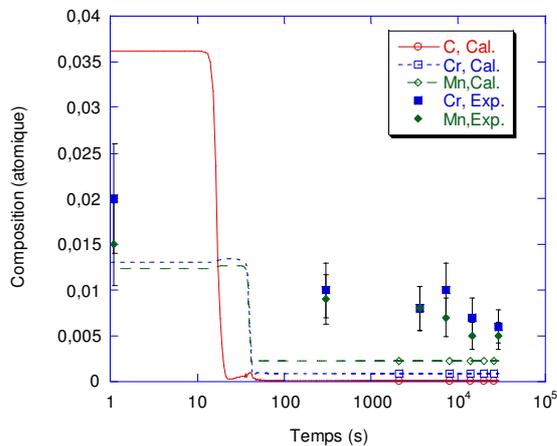
# Annexe 1 : Schéma descriptif du calcul de cinétiques des précipitations



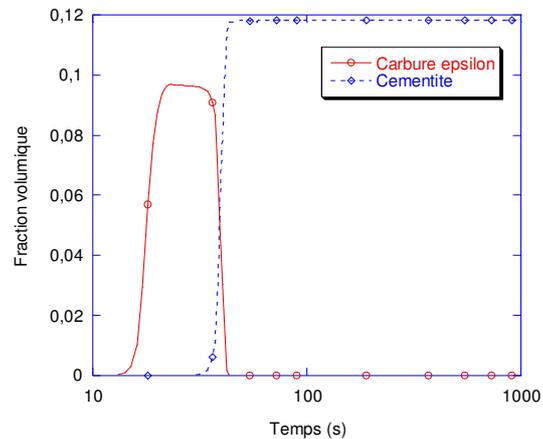
## Annexe2: Résultats calculés pour le revenu de l'acier 80MnCr5 à 500°C et 600°C

### 1. Maintien à 500°C

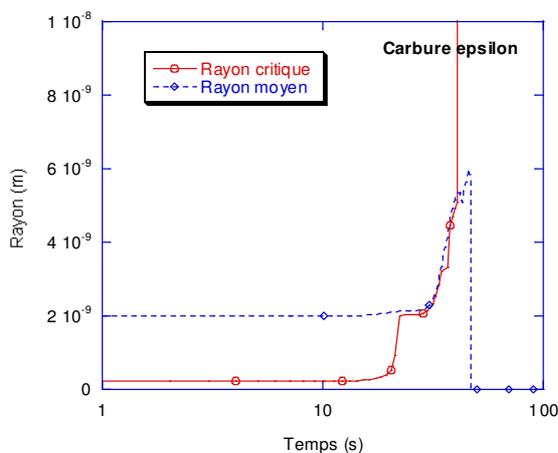
Les figures A2 (a) à (h) montrent les résultats obtenus pour un revenu avec maintien isotherme à 500°C après un chauffage à 10°C/s de la température ambiante jusqu'à 500°C. Nous pouvons voir (figure A2 (a) et A2 (d)) que les résultats simulés et mesurés sont bien cohérents. Comme décrit précédemment, le carbure epsilon germe, croît et disparaît dû à la germination et croissance des particules de cémentite. Pour la cémentite, l'étape de coalescence commence dès le début du maintien isotherme (figure A2 (b)).



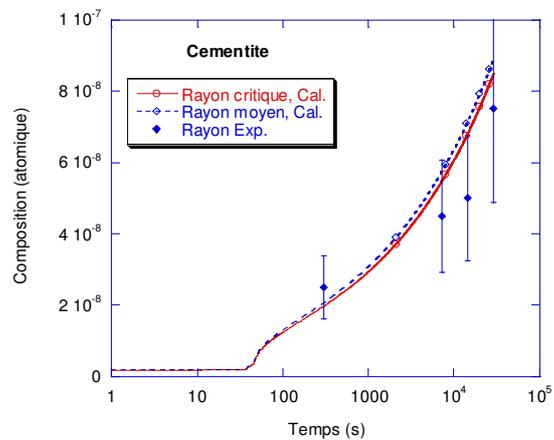
(a) Composition



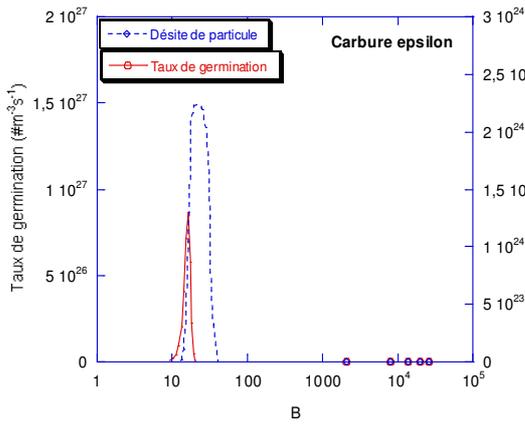
(b) Fraction volumique



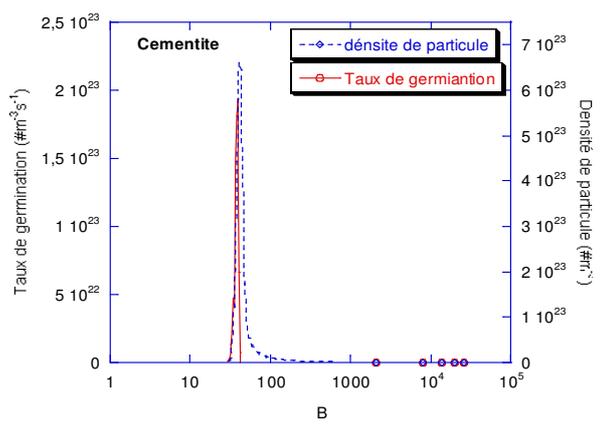
(c) Rayon du carbure epsilon



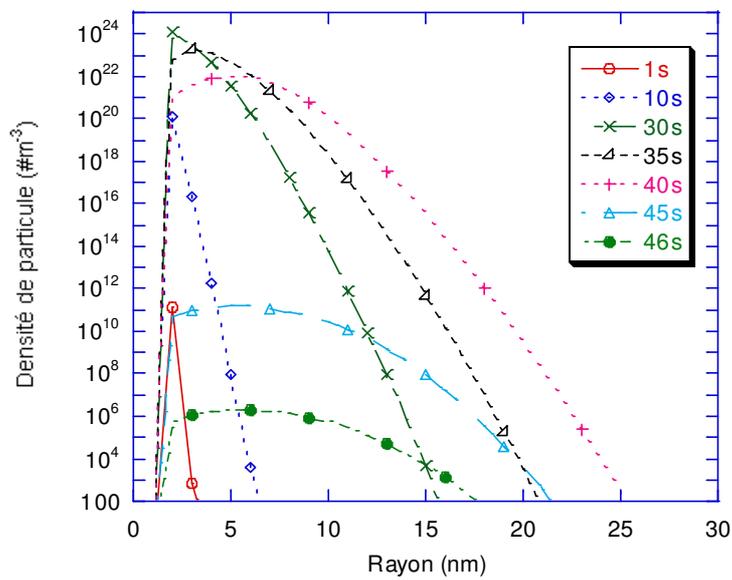
(d) Rayon de la cémentite



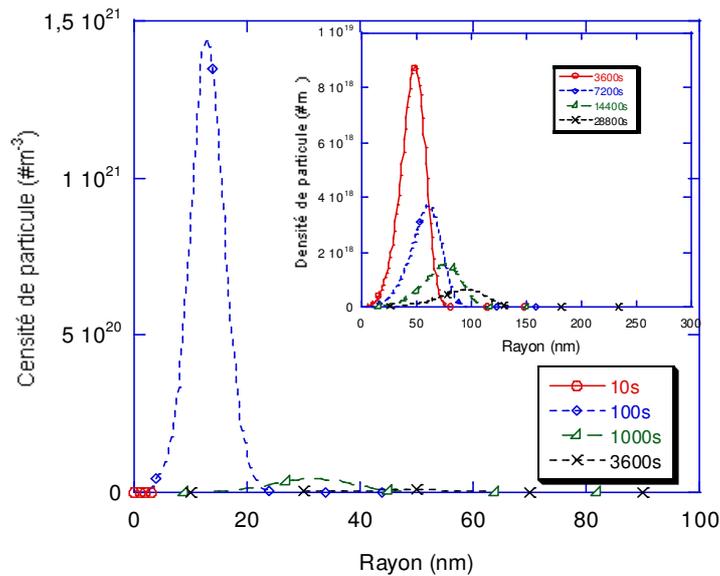
(e) Taux de germination et densité des particules du carbure epsilon



(f) Taux de germination et densité des particules de la cémentite



(g) Evolution de la distribution des particules du carbure epsilon

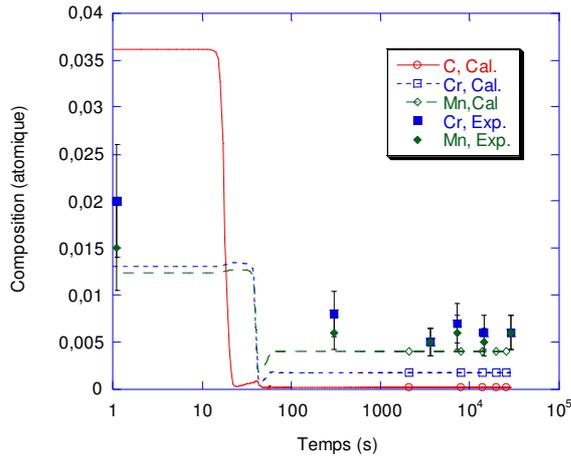


(h) Evolution de la distribution des particules de cémentite

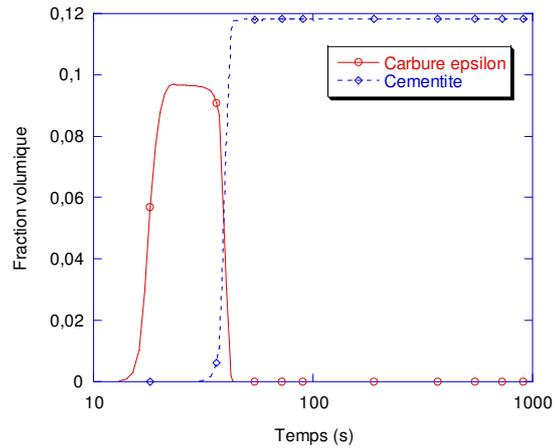
Figure A2 Résultats pour le revenu à 500°C

## 2. Maintien à 600°C

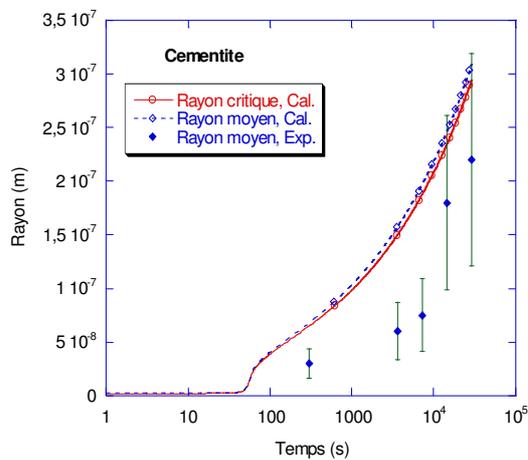
Les figures A3 (a) à (d) présentent les résultats simulés et mesurés pour le revenu avec maintien isotherme à 600°C (avec chauffage à 10°C/s). Ici, nous ne montrons que les résultats concernant la précipitation de cémentite parce que l'évolution du carbure epsilon est la même que dans le cas précédent (revenu à 500°C). Comme attendu, la coalescence de la cémentite est plus rapide que pour le revenu à 500°C.



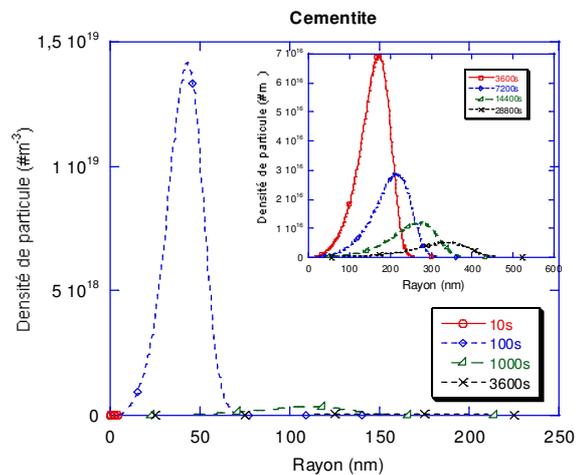
(a) Composition



(b) Fraction volumique



(c) Rayon de la cémentite



(d) Evolution de la distribution des particules de cémentite

Figure A3 Résultats pour le revenu à 600°C

### Annexe 3 : Données thermiques, métallurgiques et mécaniques du cas test de la trempe martensitique ([DENI80], [DENI85])

Les données thermiques sont la densité de flux de chaleur superficielle en fonction de la température de surface (figure A3.1) et les caractéristiques thermophysiques des 2 phases (austénite et martensite) en fonction de la température (figure A3.2).

Les masses volumiques pour l'austénite et la martensite sont prises constantes à  $7800 \text{ kg.m}^{-3}$ . L'enthalpie de transformation martensitique est  $\Delta H_M = 6,4 \times 10^8 \text{ J/m}^3$ .

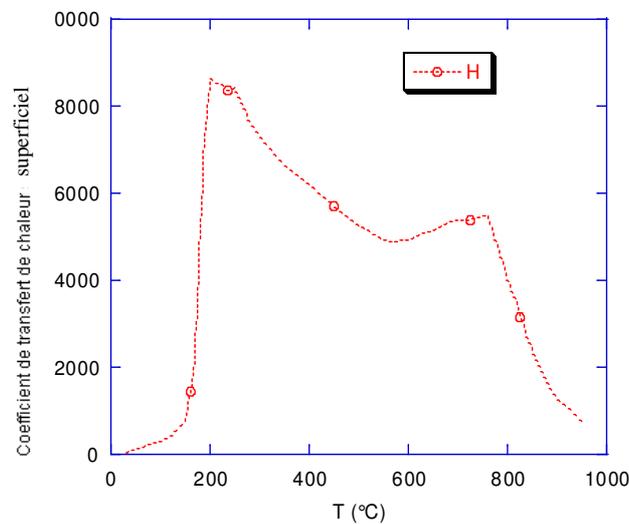
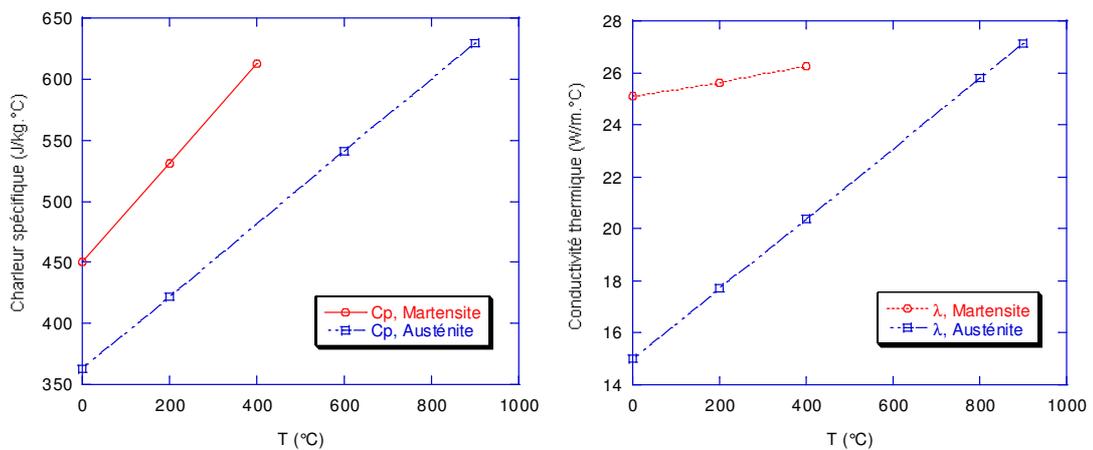


Figure A3.1 Coefficient de transfert de chaleur superficiel pour la trempe à l'eau à 30°C



(a) Chaleur spécifique

(b) Conductivité thermique

Figure A3.2 Evolutions de la chaleur spécifique et de la conductivité thermique pour l'acier 60NiCrMo11

Pour la transformation martensitique de l'acier 60NiCrMo11, la température  $M_s$  est de  $247^\circ\text{C}$  et le coefficient de Koistinen-Marburger  $A_{KM} = 0,011\text{K}^{-1}$

Pour les données mécaniques, le coefficient de Poisson est pris constant ( $\nu = 0,3$ ) et le module d'Young (commun aux deux phases) est fonction de la température (figure A3).

La loi de comportement est supposé thermo-élasto-plastique avec écrouissage linéaire et isotrope :

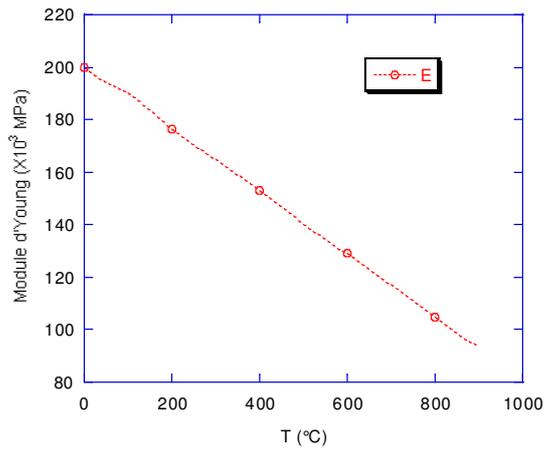
$$\sigma = \sigma_0 + H \varepsilon_e^p \quad (6.9)$$

où  $\sigma_0$  est la limite d'élasticité et  $H$  le paramètre d'écrouissage.

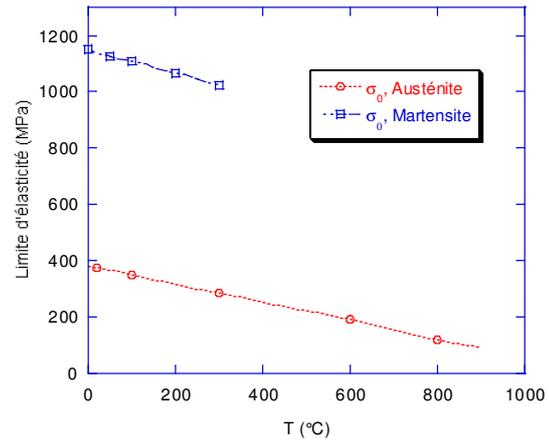
La figure A3.3 montre les évolutions des paramètres mécaniques en fonction de la température pour l'austénite et la martensite.

Les coefficients de dilatation thermique sont : pour la phase martensitique,  $\alpha_M = 1,25 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ . et pour l'austénite  $\alpha_A = 2,14 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ .

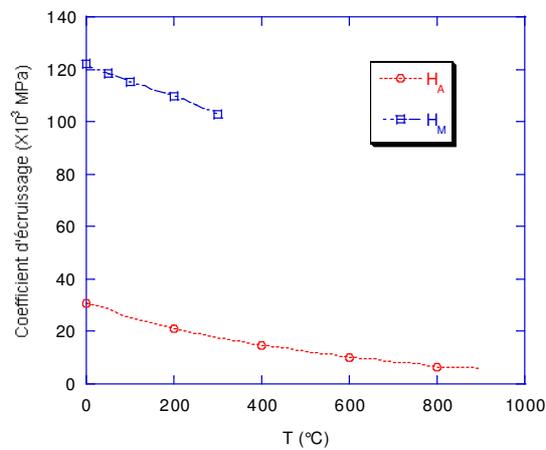
La déformation de changement de volume associée à la transformation martensitique est  $\varepsilon_{M,0^\circ\text{C}}^{\text{tr}} = 1,111 \times 10^{-2}$  et le paramètre de plasticité de transformation  $K_M = 5 \times 10^{-5} \text{MPa}^{-1}$ .



(a) Module d'Young



(b) Limite d'élasticité



(c) Coefficient d'écroissage

Figure A3.3 Evolution des paramètres mécaniques avec la température pour l'austénite et la martensite

## Références

[DENI80] S. Denis, Influence du comportement plastique d'un acier pendant la transformation martensitique sur la genèse des contraintes au cours de la trempe, *Thèse de INPL*, Nancy, 1980

## Annexe 4 : Effet de la chaleur latente de transformation sur les résultats de simulation numérique de la trempe martensitique

Les figures A4.1 à A4.4 présentent des résultats de simulation numérique obtenus avec et sans prise en compte de l'enthalpie de transformation martensitique ( $\Delta H_M$ ).

Les évolutions de température (figure A4.1) sont clairement affectées par l'enthalpie de transformation, notamment au centre où nous voyons le ralentissement du refroidissement. Il s'en suit des modifications des cinétiques de transformation martensitique (figure A4.2) en particulier à cœur.

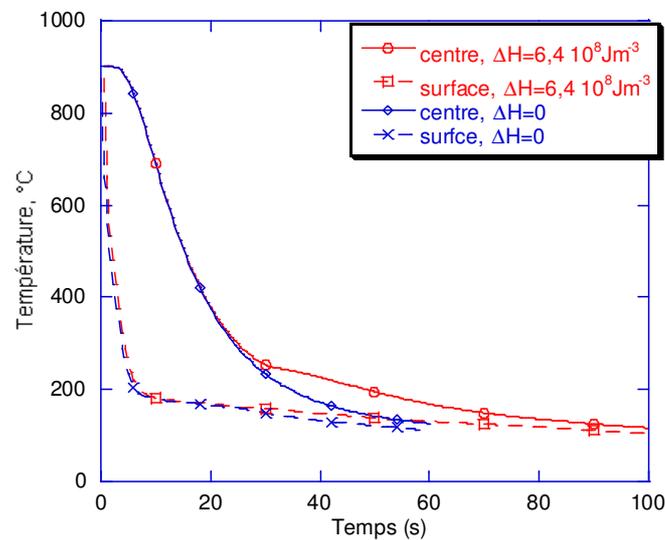


Figure A4.1 Effet de l'enthalpie de transformation martensitique sur les résultats thermiques

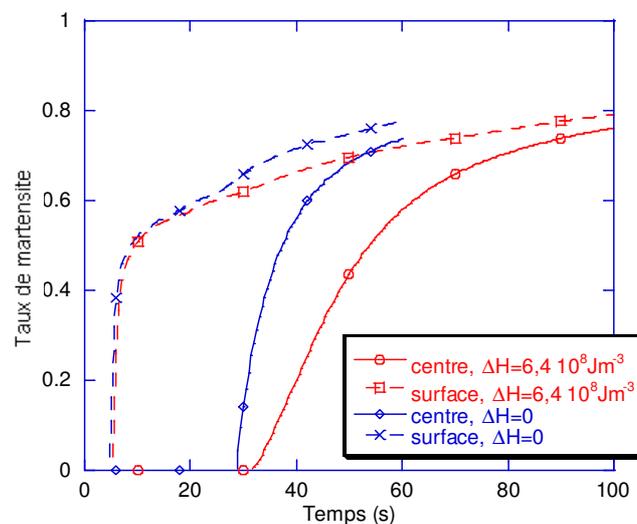
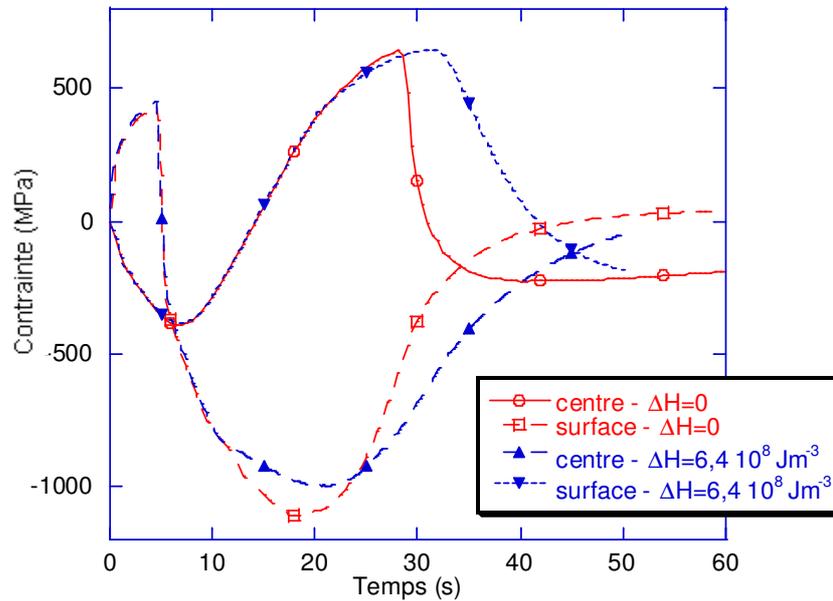


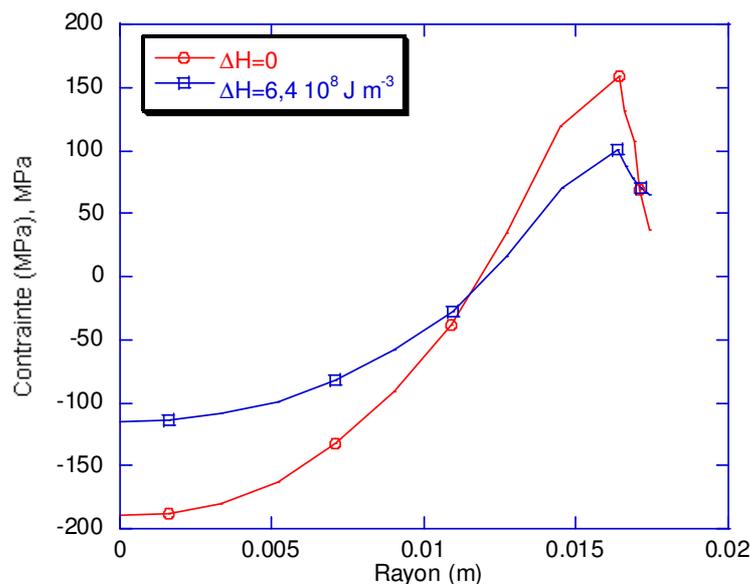
Figure A4.2 Effet de l'enthalpie de transformation martensitique sur les résultats métallurgiques

Les évolutions de contraintes internes se trouvent bien sûr affectées par ces modifications de cinétiques (figure A4.3) . En particulier, on peut voir à cœur que la diminution des contraintes de traction est beaucoup plus lente avec prise en compte de  $\Delta H_M$ .



**Figure A4.3 Evolutions des contraintes axiales calculés avec et sans pris pris en compte de  $\Delta H_M$**

Les profils de contraintes résiduelles (figure A4.4) conservent quant à eux la même forme mais les niveaux de contraintes sont modifiés avec globalement une diminution des contraintes de compression à cœur et des contraintes maximales de traction.



**Figure A4.4 Profils de contrainte axiale le long du rayon dans le plan médian du cylindre calculés avec et sans pris en compte de  $\Delta H_M$**

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE  
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL  
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :  
**Monsieur Georges CAILLETAUD, Directeur de Recherche, Ecole des Mines de Paris, Evry**  
**Monsieur Philippe MAUGIS, Directeur de Recherche Associé, CIRIMAT, Toulouse**

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

**Monsieur WANG Yunning**

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,  
une thèse intitulée :

**"Etude et modélisation de l'effet du revenu sur les évolutions des microstructures, du  
comportement thermomécanique et des contraintes résiduelles de temps"**

en vue de l'obtention du titre de :

**DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

Spécialité : « **Science et ingénierie des matériaux** »

Fait à Vandoeuvre, le 26 septembre 2006

Le Président de l'I.N.P.L.,  
L. SCHUFFENECKER



NANCY BRABCO  
2, AVENUE DE  
FORET-DE-HA  
BOITE POSTALE  
F - 54500  
VANDOEUVRE CED

## **Etude et modélisation de l'effet du revenu sur les évolutions des microstructures, du comportement thermomécanique et des contraintes résiduelles de trempe**

La relaxation des contraintes résiduelles de trempe au cours du revenu dépend fortement des évolutions des microstructures et du comportement thermomécanique. Ainsi, la prévision de l'évolution des contraintes résiduelles nécessite le couplage entre les calculs des champs de température, des transformations de phases, des contraintes et des déformations au cours du traitement.

Dans ce travail, nous avons développé un modèle métallurgique pour décrire les cinétiques de précipitation au cours du revenu : la germination, la croissance et la coalescence (ou dissolution) du carbure epsilon et de la cémentite. Ce modèle permet de calculer les évolutions de la composition chimique de la matrice, du type, des distributions de taille des précipités lors du revenu de la martensite d'aciers faiblement alliés.

Dans une deuxième étape, nous avons développé un modèle thermomécanique permettant de prédire l'évolution de la contrainte d'écoulement de la martensite revenue, basé sur les évolutions des paramètres microstructuraux obtenus par le modèle métallurgique. Le modèle thermomécanique prend en compte les différents mécanismes de durcissement (durcissement par solution solide, durcissement par les précipités et durcissement par dislocations), et l'effet de la température de déformation. Une validation expérimentale de ces modèles a été menée dans le cas de l'acier 80MnCr5 en s'appuyant sur des résultats obtenus par microscopie électronique à transmission et dilatométrie thermomécanique.

Les modèles métallurgique et thermomécanique ont finalement été introduits dans le logiciel de calcul par éléments finis ZeBuLoN pour simuler l'évolution des contraintes internes lors de la trempe et du revenu. Une première analyse de la relaxation des contraintes au cours du revenu a été effectuée.

**Mots clés :** revenu, carbure epsilon, cémentite, germination, croissance, comportement thermomécanique, contrainte résiduelle, modélisation

---

## **Study and modelling of the influence of the tempering process on the evolutions of the microstructure, thermomechanical behaviour and quenching residual stress**

The relaxation of the residual stress during the tempering process is strongly related to the evolutions of the microstructure and thermomechanical properties. Thus, the simulation of the evolution of residual stresses requests the coupling of the temperature field, the phase transformations and the stress and strain evolutions all along the process.

In this work, firstly, a metallurgical model has been developed to describe the tempering kinetics: nucleation, growth (or dissolution) and coarsening of the epsilon carbide and the cementite. This model allows to predict the evolutions of the matrix composition, the type, size and distribution of the precipitates during the tempering of martensite for low and middle alloyed steels.

Secondly, based on the microstructure parameters calculated by the metallurgical model, a thermomechanical model has been also developed to predict the evolution of the flow stress of tempered martensite. The thermomechanical model not only takes into account the different hardening mechanisms (solution hardening, precipitate hardening and the dislocation hardening), but also the effect of deformation temperature. An experimental validation of the two models has been performed for a 80MnCr5 steel using the results obtained by electron transmission microscopy and thermomechanical dilatometry.

Finally, the metallurgical model and the thermomechanical model have been implemented into the finite element calculation software ZeBuLoN to simulate the evolution of internal stress during the quenching and tempering process. A first analysis of the stress relaxation during tempering has been performed.

---

**Discipline:** Science et Ingénierie des Matériaux

---

**Key words:** tempering, epsilon carbide, cementite, nucleation, growth, thermomechanical behaviour, residual stress, modelling

---

**Laboratoire de Science et Génie des Matériaux et de Métallurgie, UMR CNRS 7584, Ecole des Mines de Nancy, 54042, Nancy Cedex**