

INFLUENCE DES PARAMETRES DE TRAITEMENT THERMIQUE SUR LES PROPRIETES MECANQUES ET LA MICROSTRUCTURE D'UN ACIER A OUTILS DE TRAVAIL A CHAUD.

Athmani. M¹, Fares. M. L², Kahlouche³. A et Bougouizi. N⁴

1: Département de métallurgie et génie des matériaux, univ Annaba ,BP12, athmanimoussa@gmail.com.

2: laboratoire de recherche en mécanique des matériaux, Département de métallurgie et génie des matériaux, univ Annaba ,BP12, fares.lamine@univ-annaba.org.

3: Département de métallurgie et génie des matériaux, univ Annaba ,BP12, salem21204@gmail.com.

4 : Département de métallurgie et génie des matériaux, univ Annaba ,BP12, norametallurgie@yahoo.fr.

Résumé :

Les effets des traitements thermiques classiques (trempe et revenu) sur les caractéristiques mécaniques d'un acier à outil industriel de travail à chaud sont étudiés. L'objectif des traitements thermiques est d'obtenir un outil efficace et performant en termes de dureté, de résistance à l'usure et de résistance au choc. Les résultats expérimentaux des traitements thermiques préconisés fournissent une compréhension explicite des propriétés de surface principalement par rapport à la composition chimique et les paramètres optimaux de traitements. Après austénitisation à 1050 °C pendant 15 min, l'acier trempé à l'huile révèle une structure entièrement martensitique liée à une petite fraction d'austénite résiduelle et des carbures complexes de type M₂₃C₆. Un double revenu à 500 et 600 °C contribue au phénomène de durcissement secondaire. Le pourcentage de carbures augmente de 2 à 3% tandis que la fraction volumique de l'austénite résiduelle diminue jusqu'à 0%. En conséquence, les propriétés mécaniques requises en termes de dureté et de résistance à l'usure sont atteintes pour une durée de vie définie. La caractérisation métallurgique est effectuée par la microscopie optique (MO) et électronique à balayage (MEB) équipé par la technique (EDS) et les techniques de diffraction des rayons X. Les propriétés mécaniques sont déterminées principalement par les essais de dureté et d'usure abrasive.

Mots clés : trempe, revenu, austénitisation, martensite, austénite résiduelle, carbures.

1 Introduction

Les termes "*outils de travail à chaud*" sont appliqués à un grand nombre de différents types d'outils de travail ou de déformation des métaux à des températures relativement élevées. Dans ce contexte, il existe un certain nombre de qualités standard utilisé pour ces outils de travail à chaud, à savoir AISI H10-H19, ainsi que plusieurs aciers spéciaux commerciaux. Les principales propriétés de base sont une ténacité appropriée, une résistance aux chocs, une dureté élevée, une résistance à l'usure et la résistance durant les conditions de service. Aucun des aciers étudiés ne peut satisfaire les exigences que requièrent ces outils dans les différents domaines d'applications mentionnées ci-dessus. En règle générale, les grades d'acier, comme AISI H11 et H13 sont les plus utilisés. De nombreux travaux issus de la littérature englobant des aspects comme la composition chimique, les paramètres de traitements, la durée de service de l'outil utilisant des traitements thermiques classiques [1-6]. Les modifications de la composition chimique et/ou



des paramètres de traitements thermiques peuvent avoir des impacts significatifs sur les propriétés mécaniques des outils. Ces conditions peuvent être remplies par le choix judicieux du matériau répondant à une certaine composition chimique déterminée conjugué à un traitement approprié de façon à produire une microstructure avec très bonne répartition des carbures dans une matrice ferritique à partir de traitements thermiques fiables de l'outil. Une trempe sévère peut conduire à un risque de fissuration. D'autre part, une trempe plus douce ne développe pas des microstructures induisant des résistances mécaniques suffisantes. Par conséquent. Si les propriétés de surface tels que la dureté, ainsi que la résistance à l'usure sont nos principales préoccupations d'autres propriétés telles que la ténacité, la résistance à la fatigue thermique, etc. ne doivent pas être négligées afin de d'obtenir un outil performant.

L'objectif de ce travail se focalise principalement sur l'examen d'une nouvelle nuance d'acier, proche de AISI H11 ou H13, subissant un durcissement par trempe. La procédure de durcissement considérée comprend trois étapes essentielles à savoir l'austénitisation, la trempe et le revenu. En effet, la transformation de phase martensitique est le mécanisme le plus habituellement considéré afin d'améliorer la résistance à l'usure et la résistance à la fatigue thermique des aciers [3].

2 Matériaux et techniques expérimentales

Dans cette présente étude, une nouvelle nuance d'acier à outil de qualité industrielle a été considérée. Comparé aux nuances de mêmes types tels que AISI H11 et H13, ce matériau présente de certaines différences de composition chimique notamment dans le carbone, le vanadium et le silicium. Sa composition chimique identifiée à l'aide d'un spectromètre de type l'ARL Scientific Thermo 4460 Spectromètre d'émission optique (OES).

Des échantillons de forme cubique (10x10x10) mm³ ont été soumis à un traitement de recuit afin d'éliminer les contraintes résiduelles résultant du pré-usinage et de leur conférer une microstructure appropriée au durcissement escompté. Ensuite, les échantillons ont été successivement austénitisés, trempés à l'huile et doublement revenus dans un four selon un cycle thermique de traitement présenté en Figure1. Pour les observations métallographiques, les échantillons ont été polis selon les procédés classiques (papier 240-1200) pour être finalement poli à l'aide de la pâte diamantée de 3 et 1 µm respectivement. Puis ils ont subi une attaque chimique dans une solution de NITAL 3% à température ambiante. Les observations métallographiques ont été réalisées à l'aide de deux microscopes l'un optique de type *GX.51 Olympus* et l'autre électronique à balayage de type *JEOL SJM-6500F* équipé par la technique EDS.

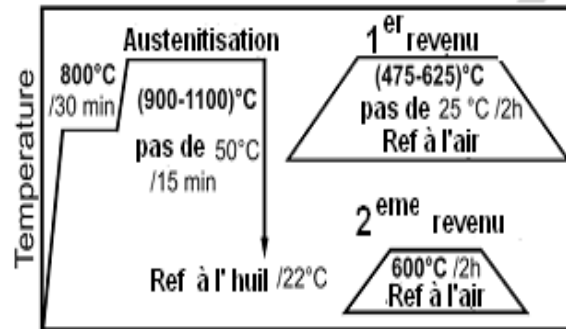


Figure 1. Cycle des traitements thermiques préconisés

Afin de réduire l'effet d'écrouissage induit par l'opération de polissage mécanique, les échantillons traités ont subi un polissage électrolytique. Par la suite, les fractions volumique de l'austénite résiduelle et celles des carbures ont été déterminées par des techniques de diffraction de rayons X [7] à l'aide d'un diffractomètre de type Philips PW1730/10 opérant à 40 kV et 200 mA, utilisant une anticathode de cobalt de $\lambda K\alpha = 0,179026$ nm. L'angle 2θ scanné a été enregistrée dans la gamme 35-135 ° avec une vitesse de 0,036 ° / 35 s. La méthode Rockwell a été retenue pour les essais de dureté sur les échantillons trempés ainsi que ceux revenus, une machine universelle de type Wolper a été utilisée. Le critère d'usure abrasive considéré dans cette étude est la perte en masse [8]. La résistance à l'abrasion a été réalisée à l'air et à température ambiante. Les essais d'usure ont été effectués au moyen d'un disc-pion [9] sur des échantillons cubique (10x10x10) mm³. Ces échantillons ont été soumis à un polissage sur un papier abrasif de grade 240 sous une charge normale de 3,5 N. Le papier a été installé sur un disque en acier tournant à une vitesse de 50 tr/min sur polisseuse mécanique. Après une certaine distance de glissement (180 secondes), les échantillons ont été retirés et rincés complètement. Une microbalance de précision de 10⁻³ g été utilisée afin de mesurer les pertes en masse.

3 Results and discussions

Selon les résultats obtenus à partir de l'analyse chimique (Tableau 1), l'acier d'étude peut être classé dans le groupe des aciers à outils de travail à chaud proche de ceux normalisés tels que l'**AISI H11** et **H13**. Sa comparaison avec ces derniers laisse entrevoir différence dans les éléments carbone, vanadium et silicium.

Tableau 1 – Composition chimique de l'acier d'étude

Elément	C	Mn	Si	Al	Ni	Cr	V	Ti	Mo
Acier d'étude	0.52	0.42	0.55	0.03	0.22	5.20	0.34	0.004	1.10

La Figure 2(a) affiche les résultats des niveaux de dureté obtenus en fonction des températures d'austénitisation réalisées dans la gamme de 900 à 1100 °C avec un pas de 50 °C pour un temps de maintien de 15 min. On observe que la valeur de la dureté maximale 57 HRC (633HV) (échantillon Q1) est obtenue à 1050 °C. Ce résultat concorde avec des études présentées par les auteurs [4,6] pour les aciers H13 et H11, respectivement. En outre, Yikuan [10,11] montre également, que l'acier H13 trempé à 1050 °C permet d'obtenir une ténacité optimale et une grande résistance à la fatigue thermique. On remarque qu'au-delà de 1050 °C, l'augmentation de la température d'austénitisation provoque une diminution importante de la dureté jusqu'à une valeur de 42 HRC. Cette baisse de dureté est due probablement au degré relatif de grossissement des grains austénitiques.

L'échantillon Q1 a été soumis à un premier revenu selon la gamme de température (450-625) °C avec un pas de 25 °C, pour un temps de maintien de 2 h. La Figure 2(b) montre l'influence de la température de revenu sur les niveaux des duretés. On peut constater dans la fourchette de 475 à 500 °C, une augmentation de la dureté de 51 jusqu'à 54 HRC. Cette augmentation est associée à trois différentes transformations se produisant pendant l'opération de revenu, (i) une déstabilisation de l'austénite qui est sensibilisée par le revenu et qui se transforme au moment du refroidissement par modification de sa composition chimique, (ii) une transformation en martensite revenue (iii) une précipitation des carbures associée au phénomène de durcissement secondaire. Ainsi, à 500 °C, l'échantillon (QT1) présente un durcissement significatif d'environ 54 HRC correspondant à la valeur maximale qui devrait normalement conduire à une précipitation homogène et fine des carbures. Cette étape correspond à l'échange de carbone entre la cémentite et les carbures, comme énoncée par M. Bonek et al. [12]. L'étude menée par Dobrzanski et al [13], sur l'acier H13 conduit à une dureté optimale de 53.5 HRC après trempé et revenu à 1060 et 510 °C respectivement. Au-delà de la température de 525 °C, cette la valeur de la dureté affiche une chute atteignant 43 HRC à la température de revenu de 625 °C.

Par conséquent, augmenter la température de revenu au-delà de 500 °C conduira à la coalescence des carbures qui en fait, est la raison de l'importante diminution de la dureté. A ce stade, la basse teneur du silicium (~0,55%) peut avoir un effet favorable sur les propriétés de l'acier à outil ainsi trempé et revenu. En effet, Delagnes et al. [14] suggèrent qu'une grande teneur de silicium peut avoir un effet néfaste sur l'acier AISI H11, en déplaçant le pic de durcissement secondaire vers des températures plus basses de revenu.

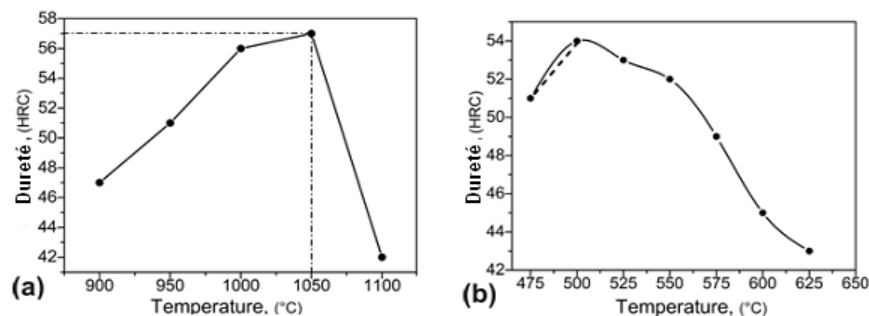


Figure 2. Méthode de trempe : (a) austénitisation, (b) 1er revenu.

La Figure 3(a) illustre la structure de l'acier d'étude après chaque traitement, à l'état recuit, l'acier est composé principalement de ferrite dans laquelle des carbures sont distribués de façon homogène. Le niveau de dureté mesuré, variant entre (180 ÷ 210) HB.

Après refroidissement rapide dans l'huile à la température ambiante, on obtient une structure martensitique en lattes, associée à une fraction volumique d'austénite résiduelle (Fig. 3(b)). Le diamètre moyen de la taille de grains primaires d'austénite, étant d'environ de 15 μm , permet de conférer au matériau des propriétés mécaniques avantageuses [10]. Selon la Figure 3(c), la microstructure optique relative à l'échantillon QT1 révèle la disparition des aiguilles de martensite qui est transformée en martensite de revenu composée des lattes plus larges que celles de la martensite formée dans l'échantillon Q1. Lors du premier revenu, l'austénite résiduelle se transformant en carbures dans une martensite revenue provoque ce que l'on appelle le "durcissement secondaire" [7]. En outre, les contraintes résiduelles de trempe sont relâchées [9]. Tous ces mécanismes multiples conduisent à une diminution de la valeur de la dureté de 57 HRC (après trempe) à 54 HRC. La température du second revenu (600 °C) a pour but la stabilité thermique de la structure obtenue après le premier revenu. La Figure 3(d) montre la microstructure optique de l'échantillon QT2 soumis à un deuxième revenu. La valeur mesurée de la dureté est de l'ordre de 53 HRC.

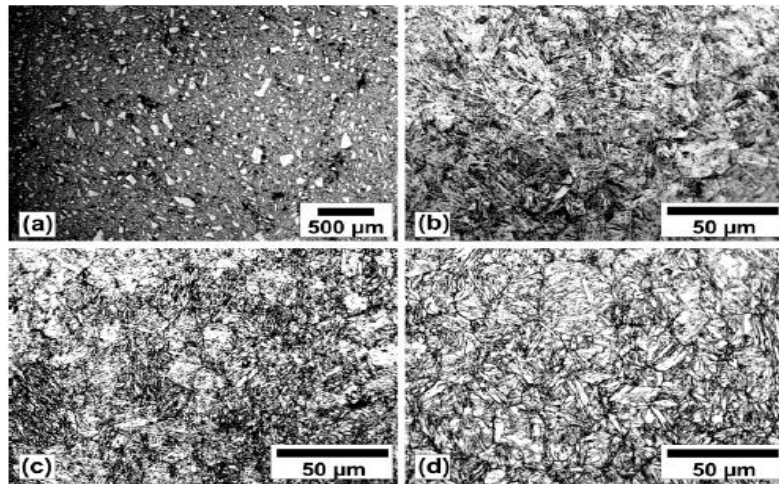


Figure 3. Micrographie de l'acier d'étude. (a) recuit, (b) trempe, (c) 1^{er} revenu, (d) 2^{ème} revenu.²

Les spectres de diffraction des Rayons-X (Fig. 4) montre l'évolution des phases se déroulant au cours des trois traitements thermiques appliqués (recuit, trempe, revenu à 500 °C et revenu à 600 °C). La diffraction des rayons X après recuit (Fig. 3) révèle l'existence des carbures de types, M_3C et $M_{23}C_6$ et M_7C_3 , ainsi que des oxydes de fer de type M_2O_3 et M_3O_4 . Après trempe seuls les carbures de type ont précipités. La précipitation produite qui correspond au phénomène de durcissement secondaire s'est faite probablement par la formation d'une multitude de germes de carbures (nucléation). Les fractions volumiques des carbures $M_{23}C_6$ et de l'austénite résiduelle sont respectivement 2 et 4% alors que celle de

la martensite est de 96%. Le niveau élevé de ces valeurs explique le degré de durcissement structural causé par la transformation martensitique et la dissolution plus ou moins complète des carbures.

Après le 1^{er} revenu une baisse sensible de la fraction volumique de l'austénite résiduelle est observée de 4 à 2% tandis que celle des carbures $Cr_{23}C_6$ évolue légèrement de 2 à 3%. La température du second revenu n'a pas d'influence sur les carbures puisque l'on retrouve les mêmes types de précipités qu'à la fin du premier revenu (Fig. 4). La fraction volumique de l'austénite résiduelle (de 2% à 0%) tandis que la teneur en carbures reste inchangée (3%); cependant, la teneur de la martensite augmente à la valeur 97 %.

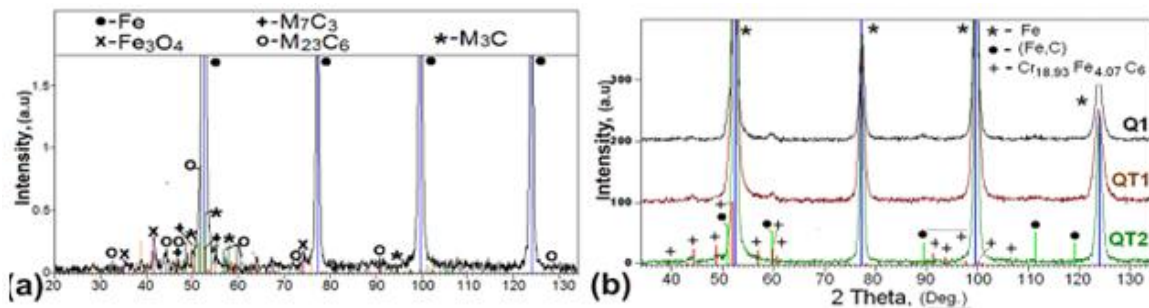


Figure 4. Spectres de rayon X de l'acier d'étude après traitements thermiques, (a) recuit, (b) Q1, QT1 et QT2.

La Figures 5 obtenues par MEB pour l'échantillon QT2 montre la précipitation de carbures ayant une taille de 0.2 à 1 μm (fine précipitation). L'analyse chimique des précipités dans la zone marquée (Fig. 5 (a)) par EDS a montré que ces derniers sont de type $M_{23}C_6$, où M représente le Chrome (20.71 wt. %). Ces carbures peuvent contenir des éléments tels que le molybdène (1.79 wt. %) et le Vanadium (2.63 wt. %) en solution solide. Si le second revenu est réalisé à une température supérieure à 600 °C, il conduira inévitablement à la coalescence des précipités $M_{23}C_6$ formés lors du premier revenu [15].

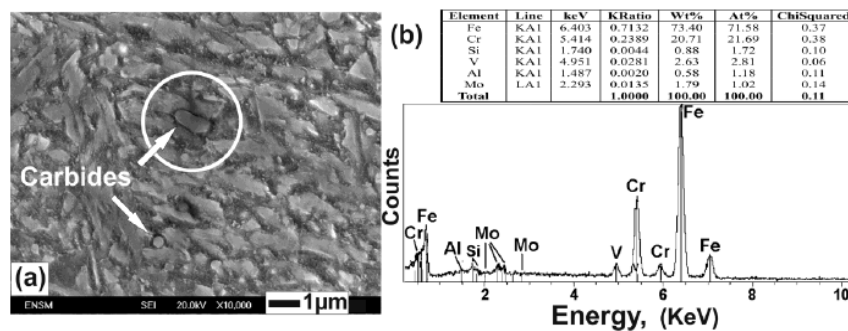


Fig.5. Analyse par MEB de l'échantillon QT2, (a) microstructure, (b) analyse EDS.

La Figure 6 illustre la courbe d'usure qui représente la perte en masse en fonction de la distance de glissement globale de 1690 m. On remarque que le matériau affiche deux comportements différents. En premier lieu, à une distance parcourue d'environ 113 m, le taux d'usure est de l'ordre de $\sim 25,75 \cdot 10^{-5} \text{ g} \cdot \text{m}^{-1}$. Ce dernier est lié à la dégradation de la couche d'oxyde formée au cours du traitement thermique. A cause



de sa fragilité et sa faible adhérence avec la surface de l'acier l'arrachement de cette couche est ainsi facilité [16]. Au delà de cette distance de glissement et jusqu'à 1690 m, le régime d'usure change et prend une allure linéaire. Le taux d'usure est de l'ordre de $7,75 \cdot 10^{-5} \text{ g.m}^{-1}$. Le comportement de l'acier au cours de ce stade est identique en envisageant que les propriétés mécaniques sont les mêmes dans tout le volume de l'échantillon. Il est également concevable que des mécanismes d'usures semblables seront attribués aux échantillons Q1 et QT1. Cependant, l'échantillon Q1 affiche la plus petite valeur de perte en masse due à un niveau de dureté plus élevé et à une fraction volumique d'austénite résiduelle plus importante favorisant ainsi la résistance à l'usure en diminuant le coefficient de frottement.

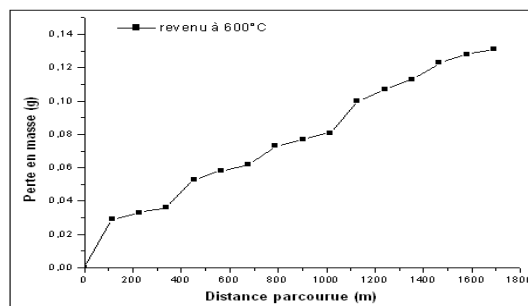


Fig. 6. Comportement à l'usure abrasive de l'acier d'étude après revenu à 600°C.

4 Conclusion

Sur la base de nos résultats issus des investigations entreprises, les conclusions suivantes peuvent être tirées:

- Des informations sur la microstructure et sa relation avec les propriétés citées sont fournies. Ainsi, après le recuit d'homogénéisation, l'acier étudié présente une structure ferritique englobant des carbures du type de M_3C et M_7C_3 ainsi que $M_{23}C_6$ dispersés dans la matrice. Après austénitisation à 1050 ° C pendant 15 min et une trempe à l'huile à température ambiante, l'acier acquiert une structure martensitique en lattes avec une fraction volumique d'austénite résiduelle de 4% liée à une teneur de 2% en carbures de type $M_{23}C_6$. Après un double revenu à 500 °C et 600 °C respectivement, l'acier affiche certains processus de transformation au niveau de la martensite, consistant principalement en une diminution de la teneur en austénite résiduelle (jusqu'à 0%) et à une légère augmentation de la teneur des carbures $M_{23}C_6$ (jusqu'à 3%). Les valeurs relatives à la dureté et à la résistance à l'usure après traitement global suggèrent confirmer la fiabilité de l'outil de part la microstructure obtenue. Pour ce qui est des propriétés telles que la ténacité et la stabilité dimensionnelle, les résultats ne sont pas satisfaisants en raison du choix de la trempe à l'huile à température ambiante conduisant à la fissuration du matériau.



Références

- [1] H. Coldwell, R. Woods, M. Paul, P. Koshy, R. Dewes and D. Aspinwall: *J. Mater. Process. Technol.*, 2003, **135**, 301-311.
- [2] J. Rodriguez, D. Martinez, A. Perez, R. Gonzalez, E. Rodriguez, and S. Valtierra: *Wear*, 2007, **263**, 301-308.
- [3] D. Klobcar, J. Tusek and B. Taljat: *Thermal Science and Engineering*, 2008, **A472**, 198-207.
- [4] V. Leskovsek, B. Sustarsic and G. Jutrisa: *J. Mater. Process. Technol.*, 2006, **178**, 328-334.
- [5] N. Mebarki, D. Delagnes, P. Lamesle, F. Delmas and C. Levaillant: *Mater. Sci. Eng.*, 2004, **A387-389**, 171-175.
- [6] A. Bahrami, S. H. Mousavi Anijdan, M.A. Golozar, M. Shamanian and N. Varahram: *Wear*, 2005, **258**, 846-851
- [7] A. Guinier: 'Théorie et technique de la radiocristallographie', 1956, Paris, Ed. Dunod.
- [8] K. H. Zum-Gahr: *Wear*, 1989, **133**, (1), 1-22.
- [9] M. L. Fares, M. Z. Touhami, M. Belaid and H. Bruyas: *Surf. Interface Anal.*, 2009, **41**, (3), 179-186.
- [10] M. R. Chmielewski, J. W. Grzymała-Busse, N. W. Peterson, S. Than: *The Rule Induction System LERS – A Version for Personal Computers*, *Found. Comp & Decision Sci.*, 1993 (18, 3-4) 181, 211.
- [11] L. Yikuan: *Heat Treat. Met.*, 1990, **2**, 51-56.
- [12] L. A. Dobrzanski, J. Mazurkiewicz, E. Hajduczek and J. Madejski: *J. Mater. Process. Technol.*, 2001, **113**, 527-536.
- [13] D. Delagnes, P. Lamesle, M. H. Mathon, N. Mebarki and C. Levaillant: *Mater. Sci. Eng., A.*, 2005, **394**, 435-444
- [14] N. Mebarki: 'Relation microstructure propriétés mécaniques d'aciers martensitiques revenus destinés aux outillages de mise en forme d'alliages légers', PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France, 2003.
- [15] S. P. Lim, "Published Conference Proceedings style," in *Proc. 4th Annu. Allerton Conf. Circuits and Systems Theory*, New York, 1994, pp.8-16.
- [16] S. Mohan, V. Prakash and J. P. Pathak: *Wear*, 2002, **252**, (1-2), 16-25.