# TRANSFORMATION ISOTHERME D'UN ACIER A HAUTE RESISTANCE 40 CDV 13

Reçu le13/09/2000 - Accepté le 20/05/2001

## Résumé

L'étude dilatométrique du comportement de l'austénite en condition isotherme d'un acier ternaire, à haute résistance mécanique de nuance 40 CDV 13, nous a permis de tracer son diagramme TTT. L'austénitisation a été réalisée pendant 10 minutes à  $\theta_{\gamma} = 950^{\circ}$ C (utilisée dans l'industrie). Les températures de maintien sont comprises entre Ac<sub>1</sub> = 810°C et M<sub>s</sub> = 310°C. Dans ce diagramme TTT, on distingue deux domaines de transformation isotherme de l'austénite. Le domaine I ( $625^{\circ}$ C  $\leq \theta_{iso} < Ac_1 = 810^{\circ}$ C) dans lequel l'austénite se transforme en ferrite et en perlite, et le domaine II ( $325^{\circ}$ C  $\leq \theta_{iso} < 475^{\circ}$ C) où l'austénite se transforme en bainite ou en ferrite probainitique. Ces transformations sont précédées pour toutes les températures de maintien isotherme d'une précipitation de carbures. En outre, ces deux domaines de transformation de l'austénite sont séparés par une large zone de stabilité de l'austénite comprise entre 500°C et 600°C. L'analyse approfondie des courbes dilatométriques enregistrées durant le maintien isotherme t le refroidissement final jusqu'à l'ambiante, nous a permis de déterminer qualitativement et quantitativement les phase mises en jeu par ces transformations isothermes de l'austénite.

Mots clés: Acier Cr Mo V, transformations de phases, dilatométrie, diagramme TTT.

#### Abstract

The dilatometric study of the austenite behaviour in isotherm condition of a ternary steel 40 CDV 13, with high mechanical resistance, allowed us to draw its TTT diagram. The austenitisation has been realised during 10 minutes at  $\theta_{\gamma} = 950^{\circ}$ C (used in industry). The isothermal holdings were ranged between Ac<sub>1</sub> = 810°C and M<sub>s</sub> = 310°C. In this TTT diagram two domains of isothermal transformation of the austenite are observed. Domain I ( $625^{\circ}$ C  $\leq \theta_{iso} < Ac_1 = 810^{\circ}$ C) in which the austenite changes into ferrite and pearlite and the domain II ( $325^{\circ}$ C  $\leq \theta_{iso} \leq 475^{\circ}$ C) where the austenite changes in bainite or probainitic ferrite. These transformations are preceded, for all isothermal maintain temperatures, by a carbide precipitation. Besides, these two domains of transformation of the austenite are separated by a large zone of stability of the austenite between 500°C and 600°C. The analysis of dilatometric curves recorded during the isotherm holding and the final cooling down to the ambient temperature, led to determine qualitatively and quantitatively the phases resulting from these isotherm transformations of the austenite.

Key words: Cr Mo V steel, structural changes, dilatometry, TTT diagram.

### A. BOUTEFNOUCHET D. HAMANA

Unité de Recherche Physique des Matériaux et Applications Université Mentouri Constantine, Algérie

#### G. CIZERON

Laboratoire de Structure des Matériaux Métalliques Université Paris Sud Centre d'Orsay 91405 Orsay, France

# ملخص

دراسة التمدد الطولى في حالة ثبوت درجة الحرارة لفو لاذ ذو مقاومة ميكانيكية عالية 40CDV13 سمحت لنا برسم المخطط (TTT تحولات، زمن، درجة حرارة). تمت الأستنة (التحول إلى الأستنيت) عند 0°95=0 لمدة 10 الأستنة دقائق (مستعملة في الصناعة). درجات حرارة التثبيت محصورة بين Cمدا=810°C و Ms =310°C. في هذا المخطط TTT نلاحظ مجالين لتحويل الأستنيت: المجال C (625°C) I وريت و الأستنيت إلى فريت و  $\theta_{iso} < Ac_1 = 810^{\circ}C$ برليت و المجال II (325°C ≤ θiso ≤ 475°C) الذي يتحول فيه إلى بنيت أو إلى فريت بروبيبيتية. تسبق هذه التحولات بترسب الكاربيدات عند جميع درجات حرارة التثبيت. من جهة أخرى تفصل منطقة واسعة هذين المجالين بين C°500 و C°600 حيث يبقى فيها الأستنيت ثابتا لا يتحلل. سمح التحليل المعمق لمنحنيات التمدد الطولي المسجلة عند تبوت درجة الحرارة و بعد التبريد النهائي إلى درجة حرارة المحيط بتحديد كمي وكيفي للأطوار الناتجة عن تحولات الأستنيت المختلفة في درجات حرارة ثابتة. الكلمات المفتاحية: فولاذ CrMoV، التحولات البنيوية، . قباس التمدد الطولي، مخطط TTT .

L'étude des changements de structure des aciers s'avère d'une importance capitale pour le choix des traitements thermiques adéquats et l'obtention de meilleures propriétés d'emploi. Notre acier 40 CDV 13 a été étudié dans son état de réception; un diagramme TRC a ensuite été tracé à partir d'une température d'austénitisation de 950°C [1, 2]. Cependant une caractérisation globale de l'acier 40CDV13 doit se faire, en plus du diagramme TRC par le tracé d'un diagramme TTT.

L'ensemble des deux diagrammes (TRC et TTT) donne, en fonction des conditions d'austénitisation et de refroidissement, la nature et la proportion des constituants formés au cours de la transformation de l'austénite; ils sont de ce fait utilisés pour définir les conditions à respecter pour obtenir une structure présentant les caractéristiques désirées pour l'emploi envisagé de l'acier 40CDV13.

La transformation isotherme de l'austénite s'effectue après trempe rapide à partir d'une température d'austénitisation  $\theta_{\gamma}$  jusqu'à une température de maintien  $\theta_{iso}$  comprise entre  $Ac_1$  et  $M_s;$  l'austénite ainsi obtenue étant métastable, se transformera durant le maintien à  $\theta_{iso}$ .

L'étude de l'influence des éléments d'alliage comme le Chrome, le Molybdène et le Vanadium, sur l'allure générale du diagramme TTT a montré que ces éléments carburigènes repoussent, d'une part, ce diagramme TTT vers la droite, donc ralentissent les cinétiques de transformation de l'austénite en condition isotherme, d'autre part, ils mettent en évidence les nez respectifs des domaines perlitique et bainitique [3-5]. En outre, la présence du chrome sépare généralement ces deux domaines par une région où l'austénite reste stable [5].

# MATERIAU ET METHODES EXPERIMENTALES

Le matériau étudié est un acier ternaire du type 40CDV13 très utilisé en industrie en raison des propriétés mécaniques qui peuvent lui être conférées, de sa bonne aptitude à la nitruration et de son comportement à chaud. Sa composition chimique, déterminée par fluorescence X et par émission optique, est donnée dans le tableau 1.

Elt	С	Cr	Mo	V	Cu
% mass	0.390	3.257	0.935	0.250	0.068
Elt	Ni	Р	Si	Mn	
% mass	0.285	0.008	0.160	0.610	

Tableau 1: Composition chimique de l'acier 40CDV13.

Ce matériau a été élaboré dans un four à induction. Le lingot obtenu a subi une refusion ESR (le lingot sert d'électrode consommable). Cette méthode permet d'éliminer les ségrégations et les hétérogénéités chimiques existant au sein de ce lingot. Les échantillons étudiés ont été prélevés dans une barre  $(60 \times 5 \times 6.5 \text{ cm}^3)$  obtenue par forgeage.

L'analyse dilatométrique est une technique de choix pour l'étude des changements de structure. Les grandes

possibilités dont dispose le dilatomètre de trempe utilisé (DT 1000) nous ont permis de suivre qualitativement et quantitativement les évolutions de l'austénite en condition isotherme. A partir des résultats obtenus, le diagramme TTT pour  $\theta_{\gamma} = 950^{\circ}$ C a été tracé. Cette étude a été complétée par l'analyse de la structure micrographique (microscopies optique et électronique à balayage) et par des mesures de microdureté Hv 0,1 (sous une charge de 100 gf), effectuées au terme de chaque cycle thermique.

### RESULTATS OBTENUS ET INTERPRETATIONS

La transformation isotherme de l'austénite a été suivie par dilatométrie, les échantillons utilisés ayant les dimensions suivantes: Ø: 2×L: 12 (mm); ils ont été chauffés à la vitesse 5°C/s température de jusqu'à la d'austénitisation  $\theta_{\gamma} = 950^{\circ}C$  et maintenus pendant  $t_{\gamma} = 10$  mn à cette température pour leur assurer une austénitisation complète. Ces échantillons sont ensuite refroidis à une vitesse V<sub>r</sub> égale à 20°C/s jusqu'à une température  $\theta_{iso}$  comprise entre Ac<sub>1</sub> = 810°C et  $M_s = 310^{\circ}$ C. Un maintien de 3 à 4 heures à cette température permet à l'austénite initialement instable de se transformer (complètement ou partiellement) en condition isotherme. L'interruption quasi instantanée de maintien a été opérée ce par un refroidissement rapide  $V_r = 5^{\circ}C/s$  depuis  $\theta_{iso}$  jusqu'à 20°C. Au terme de chaque évolution isotherme, un enregistrement  $\delta L/L = f(\theta)$  a été effectué afin de suivre l'état d'achèvement de la transformation isotherme de l'austénite. Dans le cas où la transformation isotherme n'a été que partielle, on observe alors une transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  (martensite) ou  $\gamma \rightarrow B$  (bainite) sur cette courbe de refroidissement final. Le schéma de la figure 1 illustre le cycle thermique réalisé à l'aide du dilatomètre de trempe.



Figure 1: Schéma du cycle thermique appliqué aux échantillons initialement dans l'état de réception.

Sur les figures 2 sont représentées les diverses courbes dilatométriques isothermes obtenues pour des températures de maintien isotherme comprises dans l'intervalle  $325^{\circ}C \leq \theta_{iso} \leq 800^{\circ}C$ . L'ensemble des résultats obtenus permet de distinguer deux domaines I et II de transformation de l'austénite:





Figure 3 : Structures développées après trempe interrompue à différentes  $\theta_{iso}$ . $\mathbf{a} - \theta_{iso} = 800^{\circ}$ C (attaquée au Villéla). $\mathbf{b} - \theta_{iso} = 675^{\circ}$ C (attaquée au nital 5%). $\mathbf{c} - \theta_{iso} = 350^{\circ}$ C (attaquée au Villéla). $\mathbf{d} - \theta_{iso} = 475^{\circ}$ C (attaquée au Villéla).

<u>Domaine I</u>:  $625^{\circ}C \le \theta_{iso} < Ac_1 = 810^{\circ}C$ 

Dans ce domaine, les courbes dilatométriques isothermes présentent une contraction "oa" suivie d'une expansion débutant aux points "a". Cette expansion est suivie d'une deuxième contraction (en "b") pour les températures de maintien de 800°C, 775°C et 625°C; l'expansion reste inachevée pour  $\theta_{iso}$  comprise entre 750°C et 650°C après un temps de maintien de 4 heures. (Fig. 2a et 2b). L'examen micrographique des échantillons, au terme des cycles thermiques, montre une structure ferritique sur fond de bainite et de martensite pour  $\theta_{iso}$  comprise entre 700°C et 800°C (Fig.3a); en-dessous de  $\theta_{iso} = 700°C$ , la structure est constituée de perlite, de bainite et de martensite (Fig.3b).

### <u>Domaine II</u>: $325^{\circ}C \le \theta_{iso} \le 475^{\circ}C$

Les courbes dilatométriques enregistrées dans ce domaine (Fig. 2c et 2d) présentent toutes une première contraction "oc" suivie, soit d'une seule expansion progressive à partir des points "c" qui s'achève aux points "d" (325°C  $\leq \theta_{iso} \leq 400$ °C), sinon de deux expansions débutant respectivement aux point "c" et "d' " (425°C  $\leq \theta_{iso}$  $\leq 475$ °C). Pour cette dernière tranche de maintiens, la deuxième expansion reste inachevée pour  $\theta_{iso} = 425$ °C, tandis que pour les maintiens à 450°C et 475°C, elle est suivie d'une contraction. L'examen micrographique, effectué au terme du cycle thermique, montre une structure essentiellement bainitique avec un peu de martensite pour  $\theta_{iso} \leq 425$ °C (Fig. 3c) et une structure essentiellement martensitique au-delà de 425°C (Fig. 3d).

Les courbes dilatométriques enregistrées pendant le refroidissement final à partir des températures de maintien  $\theta_{iso}$  jusqu'à l'ambiante (Fig. 4), présentent des anomalies mettant en évidence l'évolution de l'austénite (non transformée durant le maintien isotherme) au cours de ce refroidissement final. Par ailleurs, la présence de martensite et de bainite dans la structure finale résulte du fait que la transformation de l'austénite durant le maintien isotherme n'a été que partielle et que, durant le refroidissement final, l'austénite non transformée pendant ce maintien s'est



**Figure 4:** Courbes dilatométriques (et leurs dérivées) enregistrées lors du refroidissement final ( $\theta_{iso} \rightarrow 20^{\circ}$ C), mettant en évidence la transformation de l'austénite en bainite et en martensite (**a**) ou en martensite (**b**).

transformée en bainite et martensite (domaine I) ou en martensite (domaine II).

Pour l'ensemble des températures de maintien isotherme  $(325^{\circ}C \le \theta_{iso} \le 800^{\circ}C)$  et au terme du cycle thermique, ont été effectuées des mesures de microdureté ainsi que la détermination des pourcentages des constituants micrographiques.

Ces derniers ont été déterminés graphiquement à partir des courbes dilatométriques selon une méthode proposée par l'IRSID [6] se basant sur la différence des coefficients de dilatation thermique moyens de l'austénite et des divers produits résultants de sa transformation. Les anomalies dilatométriques associées aux transformations sont alors supposées directement proportionnelles aux fractions volumiques des divers constituants formés. Les résultats obtenus sont reportés sur le tableau 2. Une première lecture de ces résultats permet de remarquer, d'une part, la valeur élevée des microduretés, et d'autre part, la présence de martensite avec des proportions assez importantes dans presque l'ensemble des structures finales obtenues à chaque fin de cycle. Les figures 5a et 5b montrent que l'évolution de la microdureté de la structure finale en fonction de la température de maintien isotherme est étroitement liée à la variation du pourcentage de martensite présente dans cette structure.

θiso	t <sub>iso</sub>	Dureté Hv	% μ-constituants	
800	4h	660	16%F+9%B+75%M	
775	4h	555	9%F+41%B+50%M	Þ
750	2h30'	690	18%F+8,5%B+73,5%M	NO
700	3h	270	93%P+7%M	IAI
675	4h	360	78%P+22%B	NE
650	2h30'	680	8,5%P+79%M+12,5%B	Ι
625	4h	745	7%P+93%M	
475	4h	815	3,8%FpB+96,2%M	
450	3h	715	$5,5\%$ FpB + $8,5\%$ B+ $80\%$ M+ $6\%\Upsilon_R$	D
425	3h	790	2,5%FpB+1%B+96,5%M	MO
400	4h	760	23%FpB+77%M	AI
375	2h30'	595	$46\%B+42\%M+12\%\Upsilon_R$	NE
350	4h	525	80%B+12,5%M+7,5%Y <sub>R</sub>	Π
325	1h30'	565	65%B+25%M+10%Υ <sub>R</sub>	

**<u>Tableau</u>** 2: Mesures de microdureté et pourcentages des constituants micrographiques pour l'ensemble des températures de maintien isotherme des domaines I et II.

Dans le domaine I, la dureté atteint une valeur maximale très élevée de 745 Hv pour  $\theta_{iso} = 625^{\circ}$ C; la structure finale est formée de 93 % de martensite et seulement 7 % de perlite. La valeur minimale de la dureté est de 270 Hv pour  $\theta_{iso} = 700 \,^{\circ}$ C et ce, pour une structure finale constituée de 93 % de perlite contre 7 % de martensite.

Dans le domaine II, la dureté atteint sa plus grande valeur de 815 Hv pour  $\theta_{iso} = 475$  °C dans le cas d'une structure comportant 96 % de martensite. La valeur minimale, qui reste relativement élevée (525 Hv), est obtenue pour  $\theta_{iso} = 350$  °C et  $t_{iso} = 4h$ ; la structure micrographique correspondante est constituée de 80 % de bainite, 12,5 % de martensite et 7,5 % d'austénite résiduelle.



**Figure 5:** Variations de la microdureté de la structure finale et du pourcentage de martensite se trouvant dans cette structure en fonction de la température de maintien isotherme.

bainite, 12,5 % de martensite et 7,5 % d'austénite résiduelle.

Le tracé du diagramme TTT pour une température d'austénitisation de 950°C, réalisé sur la base d'un dépouillement minutieux des courbes dilatométriques isothermes et de leurs courbes dérivées, est représenté sur la figure 6. Dans ce diagramme, on distingue deux régions I et II de transformation: la première à haute température ( $800^{\circ}C \rightarrow 600^{\circ}C$ ), et la seconde à température plus basse ( $500^{\circ}C \rightarrow 325^{\circ}C$ ); elles sont séparées par une région "morte" où l'austénite reste stable entre  $600^{\circ}C$  et  $500^{\circ}C$ . Pour toutes les températures de maintien isotherme considérées, l'austénite est en premier lieu le siège d'une précipitation rapide de carbures. Sur les courbes

dilatométriques de maintien isotherme, cette précipitation est représentée par les contractions "oa", pour le domaine I, et "oc" pour le domaine II (Fig.2); elle débute pour des temps de maintien assez courts variant entre 34 et 72 secondes selon la valeur de la température  $\theta_{iso}$ . La deuxième contraction qui se manifeste sur les courbes dilatométriques de maintien isotherme à 450°C, 475°C, 625°C, 775°C et 800°C correspond à la coalescence des carbures durant ces maintiens. Il faut cependant noter que, généralement, les carbures qui précipitent à haute température sont différents de ceux précipitant à basse température [7].

Dans le domaine I, on distingue une séparation nette entre la région où se forme la perlite ( $600^{\circ}C \rightarrow 700^{\circ}C$ ) et celle correspondant à la formation de ferrite ( $700^{\circ}C \rightarrow 810^{\circ}C$ ). Le nez ferritique est observé à 750°C, la transformation débutant après un temps de maintien de 9 minutes. Cette dernière reste toutefois inachevée après un temps de maintien

isotherme ne dépassant pas 4 heures, laissant une quantité importante d'austénite non transformée (jusqu'à 91% pour  $\theta_{iso} = 775^{\circ}$ C). Cette austénite restante donne naissance, lors du refroidissement final jusqu'à 20°C, à une martensite qui prédomine dans la structure de notre acier et lui confère une dureté assez élevée (660 Hv pour  $\theta_{iso} = 800^{\circ}$ C). La formation de la perlite, contrairement à celle de la ferrite, peut conduire - pour certaines températures de maintien - à des proportions très importantes de perlite (jusqu'à 93 % pour  $\theta_{iso} = 700^{\circ}$ C). La quantité d'austénite non transformée pendant le maintien est alors minimisée et la structure finale après trempe à 20°C est essentiellement perlitique, de dureté relativement faible (270 Hv pour  $\theta_{iso} = 700^{\circ}$ C). Cette transformation présente un nez à 675°C pour un temps de maintien de 20 minutes.

Dans le domaine II, correspondant essentiellement au domaine bainitique, les courbes de transformation se positionnent plus vers la gauche du diagramme TTT. En effet, pour les températures de maintien comprises entre 325°C et 400°C, la formation de bainite commence respectivement à partir de temps de maintien respectivement égaux à 47 et 175 secondes. Cette transformation reste toutefois inachevée et la cinétique de formation de la bainite demeure très lente à partir des temps de maintien considérés (Tab. II). Durant le refroidissement final, seule une fraction de l'austénite, non transformée durant le maintien isotherme, se transforme en martensite; par suite, une certaine quantité d'austénite résiduelle sera conservée à la fin de ce refroidissement (jusqu'à 12 % pour  $\theta_{iso} = 375^{\circ}C$ ). La structure finale obtenue est alors un mélange de bainite, de martensite et d'austénite résiduelle  $(80 \% B, 12.5 \% M \text{ et } 7.5 \% \Upsilon_R \text{ pour } \theta_{iso} = 350^{\circ}\text{C})$ . Dans le cas des températures de maintien supérieures à 400°C l'austénite, se transforme d'abord en ferrite probainitique



**Figure 6:** Diagramme 111 (Transformation – Temps - Temperature) de l'acier 40CDV13 déterminé pour une température d'austénitisation  $\theta \gamma = 950^{\circ}$ C et t $\gamma = 10$  min.

puis en bainite jusqu'à  $\theta_{iso} = 450^{\circ}$  ou seulement en ferrite probainitique au-delà de cette température. Sur les courbes dilatométriques correspondant à ces maintiens, il apparaît deux expansions successives mettant en évidence la formation de ferrite probainitique suivie de celle de bainite (Fig. 2d). La cinétique de transformation de l'austénite, pour cette tranche de températures de maintien isotherme, est très lente, de sorte qu'une proportion importante d'austénite reste non transformée au terme de 3 heures de maintien. La structure finale récupérée à l'ambiante est donc essentiellement martensitique (96% de martensite pour  $\theta_{iso}$ = 475°C) avec des proportions ne dépassant pas 5.5 % de ferrite probainitique et 8.5 % de bainite ( $\theta_{iso}$  = 450°C).

### CONCLUSION

L'étude des transformations isothermes de l'austénite dans le cas de l'acier 40CDV13, après une austénitisation de 10 mn à 950°C, a permis de dégager les faits suivants:

\* L'austénite est d'abord le siège d'une précipitation de carbures et cela dans toute la gamme des températures de transformation isotherme comprises entre  $M_s$  et  $Ac_1$ .

\* A haute température, l'austénite se transforme, après la précipitation des carbures, en ferrite (entre  $Ac_1$  et 725°C) et en perlite (entre 725°C et 600°C). Les deux régions ferritique et perlitique sont, alors, nettement distinctes.

\* La transformation ferritique présente un nez à 750°C; sa cinétique de transformation est très lente et une quantité très importante d'austénite reste non transformée après 4h de maintien et ne se transforme que durant le refroidissement final, soit en bainite, soit en martensite. La structure finale obtenue est alors composée de ferrite, de bainite et de

martensite, et sa dureté atteint des valeurs assez élevée (jusqu'à 690 Hv pour  $\theta_{iso}$  = 750°C et t<sub>iso</sub> = 2h 30mn).

\* La transformation perlitique présente un nez à 675°C; elle reste inachevée même après 4 heures de maintien ( $\theta_{iso}$ = 675°C). La quantité de perlite formée peut atteindre des proportions assez importantes (jusqu'à 93 % pour  $\theta_{iso}$ = 700°C). L'austénite non transformée en condition isotherme se transforme, durant le refroidissement final, en bainite ( $\theta_{iso}$  = 675°C) ou en martensite ( $\theta_{iso}$  = 625°C) sinon en bainite et en martensite ( $\theta_{iso}$  = 650°C).

\* A basse température (entre 310°C et 500°C), et après la précipitation des carbures, l'austénite se transforme en bainite (310°C - 450°C) ou en ferrite probainitique (425°C - 475°C). Durant le refroidissement final, l'alliage est le siège d'une transformation martensitique affectant l'austénite non transformée. Une fraction de cette austénite reste, cependant, non transformée même après le refroidissement final à 20°C, de sorte que la structure finale est bainitique sur fond de martensite pouvant contenir jusqu'à 12 % d'austénite résiduelle ( $\theta_{iso} = 375^{\circ}$ C) et 5.5 % de ferrite

probainitique. Un domaine de stabilité de l'austénite d'étendue non négligeable, est observé entre 500 et 600°C séparant ainsi les domaines bainitique et perlitique.

#### REFERENCES

- [1]- Rapports d'activité de l'Unité de Recherche de Physique, Constantine, Projet de recherche, code D 2051/02/97, (1997), (1998).
- [2]- Boutefnouchet A., Hamana D., Cizeron G., Les Annales de l'Académie, Université de Constantine, Vol. 1, A (1999), p. 20.
- [3]- "Steel and its heat treatment", Bofors Handbook, Butterworth, (1975).
- [4]- Batte A.D., Honeycombe R.W.K., "Precipitation of V carbide in ferrite", *J.I.S.I.*, April (1973), pp.284-289,
- [5]- Kumar R., "Physical metallurgy of steel", Asia Publ. House, (1968).
- [6]- I.R.S.I.D. "Atlas des courbes de transformation", (1975), p. 35.
- [7]- Rose A., Peter W., Stahl und Eisen, (1958), pp. 1063-1075.