

DIAGRAMME TRC ET STRUCTURES DE TREMPÉ ET DE REVENU D'UN ACIER FAIBLEMENT ALLIÉ AU MANGANESE-CHROME

Reçu le 17/05/2005 – Accepté le 24/02/2008

Résumé

Cette étude concerne un acier faiblement allié au manganèse et chrome. L'utilisation principale de cet acier est la fabrication des tubes sans soudure, employés pour le forage ou le transport pétrolier. Les tubes traités thermiquement doivent supporter d'importantes contraintes de tension et de compression, sans risque de rupture. Les tubes trempés à l'eau souffrent d'une hétérogénéité structurale impliquant une diminution de dureté à la surface interne. Le but de cette étude est de déterminer les structures de l'acier après différents types de traitements, au cours de refroidissement continu dans les conditions industrielles de trempe (930°C) et de revenu (670°C). Les résultats montrent que la vitesse critique de trempe est de 50°C/sec et, pour éviter la formation de la ferrite, une vitesse plus grande que 12°C/sec est nécessaire. Cet acier a une bonne trempabilité (11mm). La décroissance de la dureté de la martensite revenue est remarquable lorsque la température atteint 600°C.

Mots clés: Trempe, revenu, trempabilité, martensite, bainite, ferrite, dureté, TRC, acier faiblement allié.

Abstract

The present study concerns a manganese –chromium low alloy steel. This steel is manufactured as tubes without welding. The tubes, heat treated or not, are used for drilling oil wells and oil transport respectively. The heat treated tubes have to bear high tension and compression stresses without a risk of failure. The examination of the water quenched tube shows that it suffers from a structure heterogeneity with low hardness at the internal surface. The objective of this study is to determine the different structures after continuous cooling, with various rates for industrial quenching (930°C) and tempering (670°C) treatment. The results show that the critical quenching rate is 50°C/sec and it is possible to prevent the formation of ferrite if the cooling rate is more than 12°C/sec. It is found that the present steel has an adequate hardenability (11mm). It is worth to mention that 600°C is the tempering temperature above which the hardness of tempered martensite decreases.

Keywords: Quenching, tempering, hardenability, martensite, bainite, ferrite, hardness, CCT, low alloy steel.

Z. LAROUK
N. ROUAG

Laboratoire Microstructures et
Défauts des Matériaux
Département de Physique -
Université Mentouri
Constantine.

ملخص

تهتم هذه الدراسة بالخواص البنيوية لفولاذ سبائكي ضعيف ل Mn و Cr ويستعمل لصناعة الأنابيب غير الملحمة التي تستخدم في التنقيب عن البترول و نقله. تُعالج الأنابيب معالجات حرارية من سقاية في الماء و تطبيع بهدف تحمل إجهادات الشد و الإنضغاط. تعاني هذه الأنابيب من تباين في البنية المجهرية بعد السقاية في الماء (930°C, 1h) مما يؤدي إلى تقويم الطبقة السطحية. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد خواص مختلف البنى البلورية الناتجة بعد التبريد بسرعات مختلفة و بعد التطبيع في نفس الشروط الصناعية. بينت النتائج أن سرعة التبريد الحرجة للسقاية هي 50°C/s و يمكن تفادي تكوين الفريت بتبريد مستمر بسرعة أكبر من 12°C/s. وُجد أن لهذا الفولاذ قابلية جيدة للسقاية و تقدر ب 11mm. أظهرت نتائج المعالجة الحرارية للتطبيع أنه ابتداءً من 600°C تنخفض الخواص الميكانيكية للفولاذ ذي البنية المارتزيتية ليصبح ليّنًا.

الكلمات المفتاحية:

I

NTRODUCTION

Cette étude concerne un acier faiblement allié au manganèse et chrome. L'utilisation principale de cet acier est la fabrication des tubes sans soudure, employés pour les colonnes de cuvelage ; les tubes sont soumis à des efforts de tension (poids de la colonne) et de compression (pression du gaz et du liquide sur les parois internes). Les tubes peuvent être également utilisés pour le transport pétrolier (pipe-lines). La rupture d'un tube en utilisation conduit à des fuites, néfastes pour l'environnement, ces tubes traversant des terres agricoles. Elle conduit aussi évidemment à un arrêt de la station de production.

Du point de vue métallurgique, les tubes de forage traités thermiquement, ou les tubes de transport pétrolier non traités, doivent présenter des propriétés structurales et mécaniques uniformes, non seulement pour les parois externes mais aussi pour les parois internes, ils doivent être capables de supporter d'importantes contraintes et posséder donc des propriétés mécaniques d'un niveau élevé. Pour obtenir ces propriétés, on utilise des aciers de dureté moyenne, contenant un pourcentage considérable de carbone et d'autres éléments d'alliages. La présence des éléments comme Al, Ti, V et Nb assure la présence de petits précipités de carbures ou carbo-nitrures ; ces particules bloquent le grossissement des grains d'austénite [1] et des grains de ferrite au cours de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ [2]. Il est nécessaire de noter que des traitements thermiques, comme la trempe à l'eau par exemple, améliorent les propriétés mécaniques mais peuvent fragiliser le matériau. Ce type de traitements thermiques ne doit pas produire des fissures superficielles ou des micro-fissures internes qui peuvent initier des ruptures. L'addition de faibles pourcentages de Nb et B réduit la tendance à la fissuration par trempe [3].

Le but de la présente étude est de déterminer les structures et certaines caractéristiques physiques de l'acier considéré, après différents types de traitements de trempe et de revenu, afin de définir les propriétés optimales d'emploi. Nous nous sommes donc plus particulièrement intéressés aux structures formées au cours de refroidissements continus, après un traitement d'austénitisation, dans des conditions voisines de celles pratiquées industriellement (930°C).

2. Matériau

Les principaux éléments d'addition, outre le carbone, sont le manganèse et le chrome, la composition chimique est reportée sur le tableau suivant.

Elément	C	Mn	Cr	Si	P	S	Cu	Nb	Al	Ti	Ni	Mo	V
% en poids	0.360	1.28	0.57	0.24	0.017	0.068	0.068	0.032	0.029	0.038	0.032	0.015	0.04

Cet acier est élaboré au four électrique, puis coulé sous forme de lingots. Il subit ensuite les traitements thermiques de trempe et de revenu. La température d'austénitisation est 930°C, avec un maintien de 1 heure ; la surface externe du tube est ensuite refroidie par jet d'eau. Le revenu est effectué à 670°C pendant 2 heures, il est suivi d'un refroidissement à l'air. Les dimensions des tubes à l'utilisation sont : longueur $l = (10-11)m$, épaisseur = 12mm, diamètre $\varnothing = (119-224)mm$.

Avant utilisation, les tubes traités subissent le traitement de dressage.

3. Techniques expérimentales

Les principales techniques habituellement employées dans l'étude de transformations structurales des aciers ont été utilisées, à savoir :

3.1. Dilatométrie de trempe

Le dilatomètre ultra rapide de trempe (type LK02) à four image a été utilisé pour la construction de diagramme de transformation en refroidissement continu (TRC). Le chauffage des échantillons cylindriques ($l=12mm$, $\varnothing=2mm$) est réalisé à 150°C/sec, sous vide primaire. Le refroidissement est obtenu par souffle d'hélium sur toute la surface de l'éprouvette. La vitesse maximale de refroidissement est de l'ordre de 250°C/sec. Un dispositif annexe est prévu pour abaisser la température de l'éprouvette au voisinage de la température de l'azote liquide. La mesure de la température au cours des cycles thermiques est effectuée à l'aide d'un thermocouple chromel-alumel, soudé sur l'échantillon. Ce dilatomètre permet le tracé des courbes dilatation-température et dilatation-temps ou des courbes d'analyse thermique dérivée pour le tracé du diagramme TRC.

3.3. Dureté Vickers (Hv)

Les essais de dureté ont été effectués avec des charges de 30Kg sur une machine WOLPERT-WERKE.

3.4. Essais Jominy

Etant donné son importance dans la pratique industrielle, nous avons effectué également cet essai. Il permet de caractériser rapidement la trempabilité d'un acier. L'éprouvette cylindrique ($l = 100mm$, $\varnothing=25mm$) est chauffée à 925°C pendant 30min. Le refroidissement d'une seule extrémité de l'éprouvette est effectué par arrosage à l'eau, dans des conditions normalisées [4]. Les valeurs de la dureté, en fonction de la distance du point de mesure par rapport à l'extrémité trempée, permettent de tracer la courbe de trempabilité.

3.5. Microscopie optique

L'observation a été réalisée à l'aide d'un microscope métallographique LEITZ type MM6. Les différentes structures ont été révélées par attaque au nital de 2 à 5% .

4. Résultats et Discussion

4.1. Echantillons à l'état de réception

L'observation micrographique des échantillons prélevés sur tube non traité montre qu'elle est du type ferrito-perlitique fine (Fig.1). La ferrite protoïde se trouve aux anciens joints de grains de l'austénite. Cette observation prouve que l'acier étudié est de type hypo-eutectoïde. Il est caractérisé par une dureté Hv=220. Il est nécessaire de rappeler que de faibles additions de Cr et Mn réduisent le pourcentage de la ferrite pro-eutectoïde, diminuent la taille de grains et augmentent la teneur en perlite [1], ce qui accroît la dureté. L'explication est bien connue, l'affinité du carbone au chrome et au manganèse conduit à la formation du composé carbonique, la cémentite substituée (M_3C).

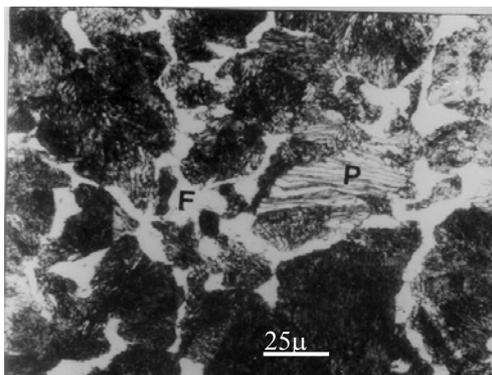
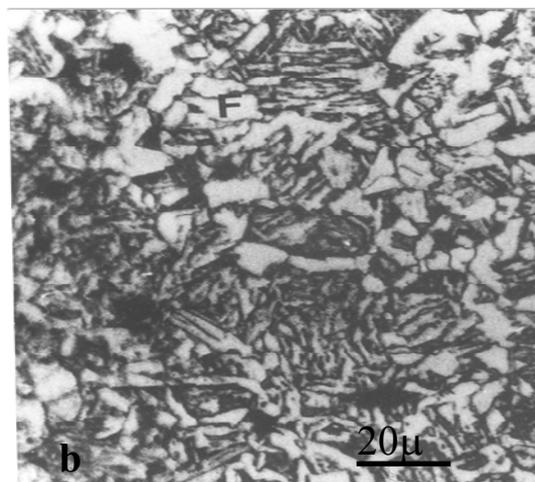
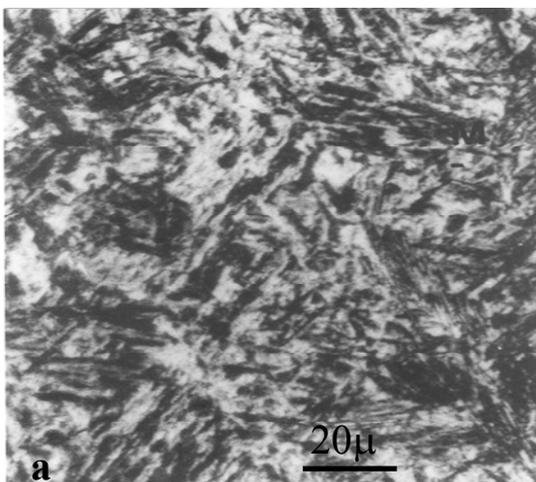


Figure 1 : Structure ferrito-perlitique de l'état de réception d'un tube non traité :

La figure (2) montre la microstructure d'un échantillon prélevé sur tube trempé (930°C, 1h), la morphologie varie de l'extérieur vers l'intérieur du tube.



On peut remarquer le mélange de structures, avec la présence de petits grains de ferrite au voisinage du rayon interne du tube, région où la dureté n'évolue pas beaucoup par trempe (Hv=250). La structure à la surface externe du tube est de type martensitique, avec une augmentation importante de la dureté (Hv=600).

Après le traitement de revenu (670°C, 2h), la structure devient plus homogène, de type martensite revenue, caractérisée par une dureté Hv =300.

4.2. Détermination des points de transformations

L'objectif de cette détermination est de fixer les températures optimales pour l'austénitisation ($T = A_{c3} + 50$) et pour le revenu ($T < A_{c1}$).

La dilatométrie permet de déterminer le début et la fin de la transformation de la ferrite en austénite au cours du chauffage ; pour cet acier, les points de transformations sont $A_{c1}=740^{\circ}C$ et $A_{c3}= 805^{\circ}C$, respectivement.

Plusieurs formules empiriques ont été proposées pour calculer les valeurs des températures A_{c1} et A_{c3} en fonction de la composition chimique de l'acier. Les formules empiriques d'ANDREWS [5] peuvent être appliquées aux aciers faiblement alliés. D'après ces formules, les températures A_{c1} et A_{c3} de l'acier considéré sont respectivement égales à $725^{\circ}C$ et $805^{\circ}C$. Toutefois, il faut remarquer que la détermination expérimentale des points de transformation reste toujours la plus précise. De plus, il y a un accord entre les valeurs expérimentales et les valeurs données par les formules d'ANDREWS, en particulier pour A_{c3} . Ces résultats permettent de conclure que la température d'austénitisation industrielle de cet acier ($930^{\circ}C$) est assez élevée, par rapport à la température optimale de trempe qui doit être de l'ordre de $860^{\circ}C$.

Figure 2 : Etat de réception d'un tube trempé à l'eau :
 (a) structure aciculaire (rayon externe du tube).
 (b) mélange de structure (rayon interne du tube).

4.3 Diagramme TRC

Les traitements thermiques utilisés dans la pratique industrielle sont, en général, des traitements effectués en refroidissement continu ; ces traitements sont faciles à réaliser.

Pour le tracé du diagramme TRC dans les conditions industrielles, la température d'austénitisation est égale à 925°C et le temps de maintien a été fixé à 15 minutes, ce temps est largement suffisant, étant donné les petites dimensions des échantillons utilisés.

La figure (3) montre le diagramme TRC tracé à 925°C ; les échantillons utilisés sont prélevés à partir de tube non traité. Trois domaines de transformations ont été distingués, suivant la vitesse de refroidissement :

- Le premier domaine est défini pour des vitesses de refroidissements élevées (supérieures à 40°C/sec) : l'austénite se transforme en martensite à partir de $M_s = 290^\circ\text{C}$. Durant cette transformation, la diffusion des éléments d'addition est impossible, bien qu'ils influent sur la température M_s .

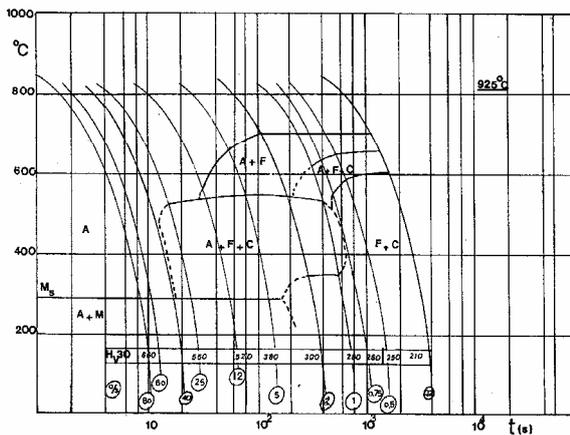


Figure 3 : Diagramme TRC à 925°C

Plusieurs formules empiriques ont été proposées pour relier la température M_s à la composition chimiques [6]. D'après ces formules, le manganèse est, après le carbone, l'élément d'alliage le plus efficace pour abaisser la température M_s . A partir de la formule de PAYSON et SAVAGE [7], la valeur du point M_s (322°C) est en accord avec la valeur expérimentale. La détermination de la fin de la transformation de la martensite M_f a été difficile, car la transformation de l'austénite ne semble pas complète ; toutefois, l'austénite résiduelle n'a pas été détectée, ni par dilatométrie, ni par analyse radiocristallographique. sa teneur doit être faible (< 5%) [8]. La dureté de l'acier est maximale (Hv= 600). L'effet durcissant des autres éléments d'alliage est moins important que celui du carbone. La martensite sans carbone a un réseau non distordu, elle n'est donc ni dure ni fragile [9].

- Le deuxième domaine correspond au domaine des refroidissements intermédiaires (0.75°C/sec <

$V_r < 40^\circ\text{C}/\text{sec}$). La perlite disparaît pour $V_r = 2^\circ\text{C}/\text{sec}$, la ferrite pour $V_r = 12^\circ\text{C}/\text{sec}$ et la bainite pour $V_r = 40^\circ\text{C}/\text{sec}$. La martensite commence à apparaître pour $V_r = 5^\circ\text{C}/\text{sec}$. Pour cette vitesse de refroidissement, la structure présente un mélange de ferrite, de bainite et de martensite. La dureté Hv de ce mélange de structures est de 380.

- Le troisième domaine correspond au domaine des vitesses de refroidissements inférieures ou égales à 0.75°C/sec. La structure est ferrito-perlitique ; cette transformation commence vers 700°C, par la formation de la ferrite eutectoïde, suivie par celle de la perlite à 650°C. La transformation s'achève vers 600°C (pour la vitesse de refroidissement de 0.2°C/sec). Pour $V_r \geq 0.75^\circ\text{C}/\text{sec}$, la formation de la bainite en faible quantité est observée. La figure (4) montre la présence de la structure en bandes pour $V_r < 0.5^\circ\text{C}/\text{sec}$. Cette structure est néfaste pour les opérations d'usinage, étant donnée la ségrégation des éléments d'alliage entre les zones perlitiques et ferritiques. Dans ce domaine, la variation de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement est faible.

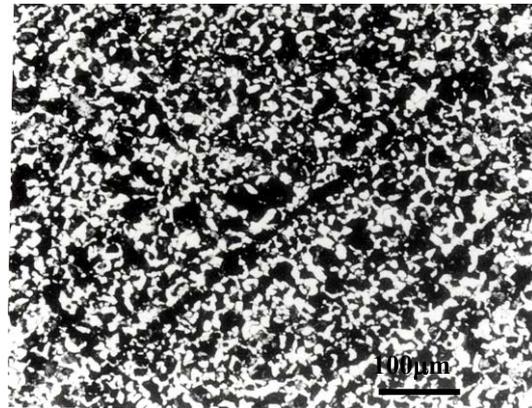


Figure 4 : Structure en bandes obtenue pour $V_r = 0.2^\circ\text{C}/\text{sec}$.

4.4 Trempabilité

L'essai Jominy a permis de mesurer la trempabilité de l'acier à 925°C. La figure (5) montre l'évolution de la dureté Hv en fonction de la distance d, mesurée à partir de l'extrémité refroidie. Trois domaines peuvent être distingués : sur une distance de 3mm, la dureté est assez élevée et la structure est totalement martensitique ; au-delà de 30mm, la dureté atteint une valeur minimale, la structure est du type ferrito-perlitique ; les deux régions sont séparées par un domaine intermédiaire où la dureté diminue assez rapidement et plusieurs type de structures moins dures (bainite, perlite et ferrite) peuvent se succéder avec l'augmentation de d. La trempabilité est généralement définie comme la distance correspondant à la moyenne arithmétique des duretés maximale et minimale. Dans le cas de l'acier étudié, cette distance est de l'ordre de 11mm. Plusieurs formules empiriques ont été proposées pour l'utilisation de routine [10-11]. La valeur de la trempabilité calculée à partir des formules de Just [10] est de l'ordre de 8 mm. Cette valeur est en accord avec la valeur déterminée expérimentalement.

A partir de l'utilisation du diagramme TRC, la vitesse de refroidissement déterminée pour $d = 11\text{mm}$ est comprise entre $12^\circ\text{C}/\text{sec}$ et $5^\circ\text{C}/\text{sec}$. Il est clair que cet acier présente une trempabilité assez élevée par comparaison avec l'acier XC32, qui contient la même teneur en carbone, avec des teneurs en éléments d'alliages plus faibles. Rappelons que dans le cas de l'acier XC32 [5], il est impossible d'obtenir, quelle que soit la vitesse de refroidissement élevée retenue, une structure martensitique (la notion de vitesse critique de trempé n'a, dans ce cas, aucun sens) et bien évidemment la trempabilité est pratiquement nulle. Il est nécessaire de signaler que le chrome et le manganèse sont parmi les éléments les plus efficaces pour améliorer la trempabilité [1].

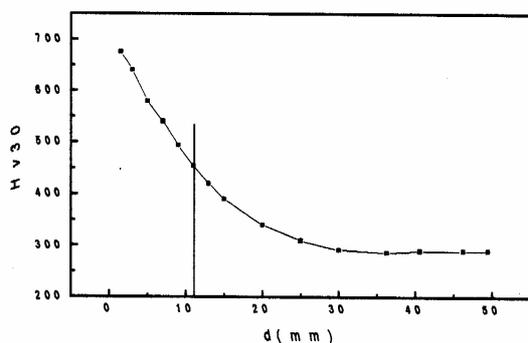


Figure 5 : Variation de la dureté Vickers (Hv) en fonction de la distance d(mm) (essai Jominy)

4.5 Revenu

Les pièces d'acier trempé présentent en général une grande dureté et une fragilité élevée, de sorte qu'il est très difficile de les utiliser dans cet état. De plus, la trempé conduit, pour certains aciers, à des déformations importantes des pièces ; ces déformations sont dues aux distorsions qui se produisent lors de la transformation martensitique. Il est alors nécessaire de procéder à un revenu après le traitement de trempé.

Après un premier chauffage des échantillons à 925°C pendant 15 min, suivi d'une trempé à l'eau, les échantillons sont chauffés à des températures variant entre 200°C et 700°C pendant une heure, puis refroidis à l'air. La figure (6) montre la variation des valeurs de dureté, mesurées en fonction de la température de revenu. La dureté décroît lorsque la température augmente, cette décroissance est relativement rapide pour les températures intermédiaires de revenu (300°C à 600°C), elle se ralentit nettement lorsque la température atteint 600°C . Cette variation est expliquée par la décomposition de la martensite pendant le revenu et présente trois stades [3,9] :

- la transformation a lieu entre 20°C et 200°C . La diffusion du carbone de la martensite vers les défauts du réseau, entraîne la précipitation du carbure ϵ . Cette diffusion provoque une diminution de la distorsion du réseau de la martensite.
- la précipitation du carbure ϵ s'achève entre 200°C et 300°C , domaine de températures où commence celle du carbure χ . Dans ce domaine, si la teneur en austénite résiduelle est suffisante, sa décomposition se traduit par une expansion en volume, ce qui n'est pas observé dans notre cas.
- entre 300°C et 450°C , le réseau de la martensite devient cubique, le carbure formé est la cémentite.

A partir de ces observations, on peut conclure qu'un revenu au-dessus de 600°C n'est pas utile.

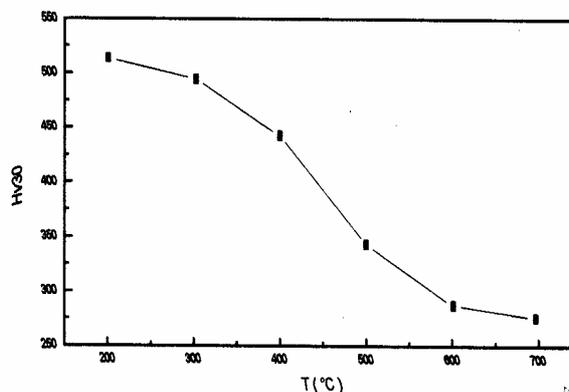


Figure 6 : Variation des valeurs de dureté, mesurées en fonction de la température de revenu.

CONCLUSIONS

L'hétérogénéité de la structure présentée par les tubes trempés, nécessite un traitement de dressage des tubes pour enlever la partie de faible dureté, ce qui conduit à une perte de matière.

Les résultats de la détermination des points de transformation montrent que la température d'austénitisation industrielle de cet acier (930°C) est assez élevée, par rapport à la température optimale de trempe, qui doit être de l'ordre de 860°C.

Le tracé du diagramme TRC montre l'existence de trois domaines ; pour des refroidissements lents, la structure est du type ferrito-perlitique ; pour des refroidissements rapides, la structure est martensitique ; pour des refroidissements à vitesse moyenne, plusieurs structures sont en présence : ferrite, perlite, bainite et martensite. Les vitesses critiques de recuit, bainitique et de trempe sont respectivement 0.75°C/sec, 15°C/sec et 50°C/sec.

La trempabilité de l'acier est relativement bonne, de l'ordre de 11 mm.

Les résultats de revenu ont mis en évidence le rôle essentiel joué par la martensite, lors des phénomènes de précipitation de carbures. Une température de revenu 600°C est suffisante.

RÉFÉRENCES

- [1] T. Gladman, Materials Science and Technology, Constitution and properties of steels, vol. 7, pp 413-450, Edited by R.W.Cahn , 1992.
- [2] R.W.K. Honeycombe, HSLA Steels Metallurgy and applications;1986.
- [3] H. Ohtani, Materials Science and Technology, Constitution and properties of steels, vol. 7, pp168, Edited by R.W.Cahn , 1992.
- [4] Norme NF04-303, Juin,1979.
- [5] Atlas des courbes de transformations, IRSID,1975.
- [6] G. Krauss, Steels: Heat treatment and Processing Principles. Materials Park: ASM International. , 1990.
- [7] L. Soustre , dans: Tech de L'ing. M1150, 1968.
- [8] G. Murry, Tech. de L'ing., M1116,1980.
- [9] J. Benard , A. Michel, J. Philibert et J. Talbot, Métallurgie Générale, Ed. Masson et C^{ie}, 1969.
- [10] E. Just, Metal Pogress ,96, 1969.
- [11] D. H.. Been, G. H. Walter J.T. Sponzilli, Metal Pogress ,103, 1973.