



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

Université LAGHROR –
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIE

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme de Master 2
(L.M.D)

Filière : Physique

Spécialité : Physique des matériaux

Intitulé :

*Etude des transformations de phases se
produisant dans les aciers maraging au
cours de différents traitements
thermiques*

Présenté Par:
Bouhzem Sifia
Laiche Latifa

Dirigé par :
Pr. Bouzid
Noureddine

- Devant le jury :**
- *Président M. Bensuisse Faysal*
 - *Examinatrice Mme. Aissani Linda*

Année universitaire: 2021-2022

Remerciements

Nous tenons à remercier le bon dieu pour le courage et la patience qu'il nous a offert pour aboutir à la réalisation de ce mémoire.

Nos sincères remerciements vont à tous nos collègues de l'université et du campus pour avoir été là pendant les moments difficiles et les moments merveilleux que nous avons passés avec eux toutes ces années

Nos sincères et profonds remerciements pour notre encadreur Pr. Bouzid Noureddine qui n'a épargné aucun effort pour nous diriger durant la réalisation de ce travail, nous lui sont très reconnaissantes pour la patience dont il a fait preuve le long de ce travail.

Nous tenons à exprimer nos sincères remerciements à Mme Aissani Linda, et à monsieur Bensuisse Faysal, pour avoir accepté de juger notre travail .

Je dédie ce mémoire à :

*Mon père ,qui s'est sacrifié pour me donner
l'espoir dans la vie, qui m'a donné l'amour sans
limite, à toi mon chère père, je t'aime.*

*Ma chère mère, celle qui m'a toujours
soutenue, encouragée, aidée, aimée, et qui m'a
témoignée la confiance, je t'estime fort et je
t' aime.*

Bouhzem Sifia



Je dédie ce mémoire à :

*Ma mère, celle qui m'a rempli de sa
tendresse et de son amour, puisse Dieu te
prêter longue vie, je t'aime maman,*

*Mon père bien-aimé qui s'est sacrifié pour
moi tout au long de sa vie, qui n'a cessé de
m'encourager et qui m'a donné l'amour
sans limite, à toi mon cher père je t'aime.*

Laiche Latifa



Sommaire

Introduction générale	8
Chapitre I : Etude bibliographique et théorique	132
I.Introduction.....	13
I.1. Fabrication de l'acier.	13
I.2.Classification des aciers	14
I.2.1. Aciers au carbone.....	14
I.2.1.1.Aciers alliés.....	14
I.2.1.2. Aciers inoxydables	15
I.2.1.3. Aciers à outils.....	15
I.2.2.Aciers maraging	15
I.2.2.1.Composition et nuances d'acier maraging.....	16
I.2.2.2.Propriétés des aciers maraging.....	17
I.2.2.3.Production et transformation d'acier maraging	17
I.2.2.4. Domaines d'applications de l'acier maraging	18
I.3.Changement de phase à l'état solide	19
I.3.1.Transformation avec diffusion	19
I.3.2.Réaction de précipitation	19
I.3.3.Théorie classique de la germination	19
I.3.4.Influence de la température sur le processus de la germination	21
I.3.5.Croissance.....	22
I.3.6.Coalescence.....	22
I.3.7.Phénomènes de précipitation :	22
I.4.Traitements thermiques.....	23
I.4.1. Différents types de traitements thermiques des aciers	24
I.4.1.1 .Trempe	24
I.4.1.1.1.Trempe martensitique	24
I.4.1.1.2. Trempe bainitique.....	24
I.4.1.1.3.Trempe des aciers austénitiques ou hypertrempe.....	24
I.4.1.1.4. Cycle de trempe	24
I.4.1.2. Revenu.....	25
I.4.1.2.1. Revenu de relaxation ou de détente	26
I.4.1.2.2.Revenu de structure ou classique.....	26

I.4.1.2.3.Revenu de durcissement	26
I.4.1.3.Recuit	27
I.4.1.3.1.Recuit complet.....	27
I.4.1.3.2. Recuit d'adoucissement.....	27
I.4.1.3.3. Recuit de coalescence.....	28
I.4.1.3.4. Recuit d'homogénéisation.....	28
I.4.1.3.5. Recuit de normalisation.....	28
I.4.1.3.6. Recuit de détente ou de stabilisation.....	28
I.4.1.3.7. Recuit de recristallisation ou de restauration.....	28
I.5.Action générale des éléments d'addition sur les propriétés des aciers	29
1.5.1 : Eléments gammagènes	30
1.5.2 : Eléments alphagènes	31
I.6. Effet de la vitesse de chauffage sur l'austénitisation	31
I.7. Effet de la vitesse de refroidissement sur les transformations des aciers	31
I.8. Transformation martensitique	32
Chapitre II: Méthodes Expperimentales	33
II.1. Elaboration des alliages et méthodes expérimentales	33
II.2.Expansion thermique, dilatométrie	35
II.2.1. Dilatométrie absolue.....	35
II.2.2. Dilatation différentielle.....	35
II.3.Analyse dilatométrique des évolutions structurales se produisant entre les points <i>Acd et Acf</i>	36
Chapitre III : Résultats et disussion	37
III.1.Analyse dilatométrique des évolutions structurales se produisant entre les points <i>Acd et Acf</i>	38
III.2.Interprétation des résultats.....	39
<i>Conclusion</i>	43
Références bibliographiques	44
Perspectives	46

Liste des figures

Figure I.1 : Variation totale de l'enthalpie libre en fonction du rayon des germes.....	20
Figure I.2: Cycle de la trempe.....	25
Figure I.3 : Cycle complet (trempe, revenu).....	26
Figure I.4 : Cycle thermique du recuit	27
Figure I.5: Cycles thermiques des différents recuits	27
Figure III.1 : Courbes dilatométriques enregistrées jusqu'à différentes températures θ_1 comprises dans l'intervalle $[A_{cd} - A_{cf}]$	41
Figure III.2 : Courbes dilatométriques enregistrées au réchauffage, l'état initial étant dans chaque cas celui obtenu au terme d'un des refroidissements représentés sur la figure III.1	42.

Liste des tableaux

Tableau I.1: Classification des aciers au carbone suivant la composition chimique.....	14
Tableau I.2 : Différentes nuances d'acier maraging et leur composition.....	16
Tableau I.3 : Propriétés physiques et thermiques de l'acier maraging 18 Ni.....	17
Tableau I.4 : Propriétés mécaniques de différentes nuances d'acier maraging 18 Ni.....	17



Introduction générale



Introduction générale

Les aciers maraging sont des alliages d'acier à très haute résistance, c'est une classe spéciale d'aciers à faible teneur en carbone, qui présentent une résistance et une ténacité supérieures à la plupart des autres aciers, tout en ayant une ductilité similaire. L'appellation « Maraging » est un terme dérivé de martensite de vieillissement (Ageing en anglais).

La découverte des aciers maraging fut fortuite, c'est en réalisant des recherches sur les propriétés magnétiques des aimants de type Al-Ni et Al-Ni-Co que des alliages Fe-Ni-Co ont été élaborés par R.F.DECKER [1].

Certains de ces aciers contenant de 20 à 25 % en masse de Nickel avec de faibles additions de Ti et de Nb avaient acquis des propriétés mécaniques intéressantes au terme d'un traitement thermique de revenu de quelques heures à des températures de 450-480°C.

La composition chimique de l'acier maraging est généralement riche en nickel, cobalt et molybdène. Le carbone dans ces alliages est considéré comme une impureté, sa teneur est volontairement maintenue à des valeurs inférieures à 0,03 %. Les éléments d'addition ont un rôle bien spécifique :

Le Nickel favorise la formation de la phase martensitique,

Le molybdène est l'élément durcisseur responsable de la précipitation,

Le cobalt abaisse le point de solubilité du molybdène dans le fer, ce qui permet d'avoir une précipitation à des températures relativement basses.

Le terme maraging est dérivé du processus de durcissement par vieillissement de la martensite qui a lieu en l'absence de carbone dans une matrice martensitique.

L'acier maraging diffère des autres alliages d'acier en ce sens qu'il n'est pas durci par la présence de carbone mais par la précipitation d'autres composés intermétalliques. L'absence de carbone et la précipitation de composés intermétalliques permettent à l'acier maraging d'obtenir des combinaisons de résistance et de ténacité élevées tout en maintenant une ductilité relativement élevée. Certaines des propriétés les plus avantageuses des aciers maraging sont leur haute limite d'élasticité et leur bonne résistance à la traction ; ils possèdent une grande résistance aux chocs, une grande maniabilité, une haute résistance à la propagation des fissures, une bonne soudabilité et un faible coefficient de dilatation thermique; leur résistance à la fatigue est très élevée.

Les nuances d'acier maraging sont nommées en fonction de leur limite d'élasticité nominale MPa. Les aciers maraging disponibles dans le commerce sont conçus pour fournir des limites d'élasticité

spécifiques comprises entre 1.030 et 2.040 MPa, certains de ces aciers atteignent des limites d'élasticité allant jusqu'à 3.450 MPa ou plus.

L'étape clé de la fabrication de l'acier maraging est le vieillissement (ou traitement thermique de vieillissement); il s'agit de chauffer l'acier à une température d'environ 850 °C afin de former une phase entièrement austénitique. S'ensuit un refroidissement lent qui permet la formation d'une microstructure martensitique responsable de la ductilité et de la ténacité élevée de l'acier. La phase finale après la trempe est le durcissement par vieillissement thermique, où l'acier maraging subit un traitement thermique isotherme à des températures comprises entre 480 °C et 500 °C.

Les aciers maraging ont un large éventail d'application, ils sont utilisés dans l'aviation et l'aérospatial pour la fabrication de rails d'ancrage, des crochets d'arrêt, des boîtiers de moteur de fusée. Certains outils tels que les matrices en aluminium et zinc, les matrices de fonderie et de forgeage, les matrices et conteneurs de presse d'extrusion, les engrenages pour machines-outils, sont également fabriqués à partir d'aciers maraging. Dans le domaine militaire, sont fabriqués les ressorts de recul de canon, les ponts militaires portables et légers et les boîtiers de moteur de fusée. Dans l'industrie automobile on fabrique des pièces de voiture de course, alors que dans le domaine nucléaire certaines pièces d'usines d'enrichissement d'uranium (rotors, arbres) sont fabriquées à partir de ces aciers. De très nombreuses études ont été effectuées sur différents types d'aciers maraging, ces études avaient pour but de mettre en évidence les transformations structurales dont ces aciers étaient le siège au cours de différents traitements thermiques effectués en conditions anisothermes et isothermes ; les travaux ont été effectués en parallèle sur des aciers industriels et des alliages synthétiques élaborés au laboratoire.

Dans le présent travail nous avons choisi d'étudier les transformations structurales observés dans le cas d'un acier synthétique de composition: *Fe-18Ni-8Co-10W (% poids)*, nous avons substitué au Molybdène du Tungstène dont l'effet est également le durcissement du à l'abondante précipitation observée dans le cas de différents alliages étudiés et dont les principales conséquences sont l'amélioration des propriétés mécaniques de ces aciers.

Des études montrent que lors du traitement thermique, la nucléation des précipités se produit principalement sur les dislocations. De plus, une densité de dislocations élevée accélère la croissance de ces précipités au cours du vieillissement [2].

La formation de précipités de Ni_3X ($X=Ti, Mo$) se produit au cours du vieillissement, et la formation d'une phase Fe-Mo plus stable (Fe_2Mo ou Fe_7Mo_6) nécessite des temps d'exposition plus longs [3], [4].

Le manuscrit de ce mémoire comprend trois chapitres, précédés d'une introduction générale.

Dans le chapitre I nous avons fait une étude bibliographique et théorique en rapport avec le sujet.

Au chapitre II de ce mémoire , nous décrivons les méthodes d'élaboration des échantillons étudiés ainsi que les techniques expérimentales d'investigation employées pour mettre en évidence , et tenter d'expliquer les divers phénomènes observés au cours de différents traitements thermiques.

Nous exposerons enfin dans le chapitre III les principaux résultats obtenus, leurs discussions et leurs interprétations.



***CHAPITRE I : ETUDE
BIBLIOGRAPHIQUE ET
THEORIQUE***



I. Etude bibliographique et théorique

I.1. Introduction

L'acier joue un rôle très important dans la vie quotidienne des hommes. Il est utilisé dans plusieurs domaines grâce à ses propriétés, il est à l'origine de toutes révolutions scientifiques et industrielles.

L'acier est un matériau contenant essentiellement du fer avec une teneur en carbone inférieure à 2 %, il est produit sous forme de lingots ou de tôles. Certains éléments d'alliage sont :

- soit ajoutés volontairement à l'acier pour améliorer certaines propriétés (mécaniques, physiques et chimiques) ou pour obtenir des structures bien définies; ces éléments sont souvent le Manganèse, du Chrome, du Nickel

-soit incorporés involontairement du fait du mode d'élaboration de l'acier au carbone, le produit obtenu est un alliage à n éléments Fe-C-Mn-Si-P-S-Cu-N-O... Certains de ces éléments influent parfois de manière essentielle sur les propriétés mécaniques de l'acier.

I.1. Fabrication de l'acier.

Pour fabriquer de l'acier, il faut du minerai de fer, du charbon, de la chaux et des ferro-alliages tels que : l'aluminium, le chrome, le manganèse, le silicium, le titane, le vanadium...etc. Ces derniers confèrent à l'acier des caractéristiques particulières adaptées à ses divers usages : architecture, ameublement, machines-outils, conditionnements alimentaires, etc. Le fer contenu dans l'acier provient soit de minerai, soit du recyclage. il est produit sous forme de lingots ou de tôles, La fabrication de l'acier nécessite aussi beaucoup d'eau pour le refroidissement des installations, la température de fusion dépassant 1500 °C.

L'acier peut être confectionné dans deux types d'usines : dans un haut fourneau, à partir du minerai de fer et de coke (du carbone presque pur extrait du charbon), ou dans un four électrique, à partir d'acier de récupération (acier de recyclage).

Le charbon fournit le coke qui sert de combustible aux hauts-fourneaux où le minerai est fondu. Le métal liquide qui en sort est la fonte. Celle-ci est mélangée à de la ferraille dans un gros récipient dit convertisseur. Le tout est oxygéné pendant 15 minutes, délai au bout duquel on obtient l'acier de base.

La fabrication de l'acier nécessite les étapes suivantes :

- 1. La formation de la fonte:** le minerai de fer et le coke sont introduits dans un haut fourneau dont la chaleur provoque la combustion du coke et l'élimination des éléments chimiques contaminants. Le fer se charge ensuite de carbone et se transforme en fonte, qu'il faut alors séparer d'un mélange de déchets appelé laitier.
- 2. La conversion de la fonte en acier :** la fonte en fusion est ensuite versée sur de la ferraille dans un convertisseur à oxygène où de l'oxygène est insufflé pour éliminer le carbone sous forme de CO₂.

3. **L'affinage:** l'acier obtenu est affiné en ajoutant certains éléments (nickel, chrome...) pour former différents alliages et modifier les propriétés mécaniques de l'acier en fonction des besoins.
4. **La coulée :** l'acier est refroidi progressivement jusqu'à solidification.
5. **Le laminage :** l'acier est à nouveau monté en température pour le rendre malléable ; il est ensuite aplati dans des laminoirs et la forme voulue lui est donnée.

I.2. Classification des aciers

Il existe plusieurs variétés d'aciers qui sont classés en fonction de leur usage, leur dureté et leur teneur en carbone pour les aciers au carbone, d'autres nuances d'aciers qui ne contiennent pas ou très peu de carbone ont été développés pour des usages bien particuliers grâce à leur propriétés physiques remarquables, ce sont les aciers maraging objet de cette étude dont les propriétés seront largement discutées plus loin.

1.2.1. Aciers au carbone

Les aciers au carbone contiennent des traces d'éléments d'alliage et représentent 90% de la production mondiale. Les aciers au carbone peuvent être classés en trois groupes en fonction de leur teneur en carbone:

- Les aciers à faible teneur en carbone (aciers doux), ils contiennent jusqu'à 0,3% de carbone,
- Les aciers au carbone moyen contiennent de 0,3 à 0,6% de carbone,
- Les aciers à haute teneur en carbone qui en contiennent plus de 0,6%.

Qualité	C(%masse)	Mn(%masse)	P(%masse)	Si(%masse)	S(%masse)	A(%)
Extra-doux	0.15	0.4	0.04	0.03	0.02	30
Doux	0.25	0.4	0.04-0.06	0.03-0.10	0.02-0.03	25
Mi-doux	0.35	0.4	0.06	0.15	0.03	20
Mi-dur	0.45	0.5	0.06	0.20	0.03	15
Dur	0.55	0.6	0.06	0.25	0.03	10

Tableau I.1: Classification des aciers au carbone suivant la composition chimique.

I.2.1.1. Aciers alliés

Les aciers alliés contiennent des éléments d'alliage tels que le manganèse, le silicium, le nickel, le titane, le cuivre, le chrome et l'aluminium, dans des proportions variables afin de manipuler les propriétés de l'acier : trempabilité, résistance à la corrosion, résistance, formabilité, soudabilité et ductilité. Ces aciers sont utilisés dans la fabrication des pipelines, pièces automobiles, transformateurs, groupes électrogènes et des moteurs électriques.

I.2.1.2. Aciers inoxydables

Les aciers inoxydables contiennent généralement entre 10 et 20% de chrome comme principal élément d'alliage et sont appréciés pour leur haute résistance à la corrosion. Avec plus de 11% de chrome, l'acier est environ 200 fois plus résistant à la corrosion que l'acier doux. Ces aciers peuvent être divisés en trois groupes en fonction de leur structure cristalline:

- Austénitique: Les aciers austénitiques sont non magnétiques et non traitables thermiquement, ils contiennent généralement 18% de chrome, 8% de nickel et moins de 0,8% de carbone. Les aciers austénitiques constituent la plus grande partie du marché mondial de l'acier inoxydable et sont souvent utilisés dans les équipements de transformation des aliments, les ustensiles de cuisine et la tuyauterie.
- Ferritique: Les aciers ferritiques contiennent des traces de nickel, 12-17% de chrome, moins de 0,1% de carbone, ainsi que d'autres éléments d'alliage, tels que le molybdène, l'aluminium ou le titane. Ces aciers magnétiques ne peuvent pas être durcis par traitement thermique mais peuvent être renforcés par écrouissage.
- Martensitique: Les aciers martensitiques contiennent 11 à 17% de chrome, moins de 0,4% de nickel et jusqu'à 1,2% de carbone. Ces aciers magnétiques et thermotraitables sont utilisés dans les couteaux, les outils de coupe, ainsi que dans les équipements dentaires et chirurgicaux.

I.2.1.3. Aciers à outils

Les aciers à outils contiennent du tungstène, du molybdène, du cobalt et du vanadium en quantités variables pour augmenter la résistance à la chaleur et la durabilité, ce qui les rend idéaux pour les équipements de coupe et de forage.

I.2.2. Aciers maraging

Les aciers maraging sont des alliages d'acier à ultra haute résistance, c'est une classe spéciale d'aciers à faible teneur en carbone, qui présentent une résistance et une ténacité supérieures à la plupart des autres aciers, tout en ayant une ductilité similaire. L'appellation « Maraging » est un terme dérivé de martensite de vieillissement (Ageing en anglais). Les aciers maraging sont des aciers martensitiques à faible teneur en carbone qui peuvent être durcis par précipitation de phases intermétalliques [3, 5].

L'acier maraging diffère des autres alliages d'acier en ce sens qu'il n'est pas durci par la présence de carbone mais par la précipitation d'une sélection spéciale d'autres composés intermétalliques.

L'absence de carbone et la précipitation de composés intermétalliques permettent à l'acier maraging d'obtenir des combinaisons de résistance et de ténacité élevées tout en maintenant une ductilité relativement élevée, [6]

Le terme maraging est dérivé du processus de durcissement par vieillissement de la martensite qui a lieu en l'absence de carbone dans une matrice martensitique, [7]

Les aciers maraging sont largement utilisés dans l'industrie aérospatiale ainsi que dans la fabrication des pièces à outils et en armement [8, 9, 10].

I.2.2.1. Composition et nuances d'acier maraging

Les aciers maraging commerciaux sont des alliages fer-nickel-cobalt ou fer-manganèse-cobalt avec des ajouts de molybdène, de titane de tungstène et d'aluminium [11, 12].

Les nuances d'acier maraging sont nommées en fonction de leur limite d'élasticité nominale MPa. Les aciers maraging disponibles dans le commerce sont conçus pour fournir des limites d'élasticité spécifiques comprises entre 1.030 et 2.040 MPa. Certains de ces aciers maraging atteignent des limites d'élasticité allant jusqu'à 3.450 MPa ou plus [13].

La composition chimique de l'acier maraging est généralement riche en nickel, cobalt et molybdène. Le carbone dans ces alliages est considéré comme une impureté sa teneur est volontairement maintenue à des valeurs inférieures à 0,03 %. Certaines des nuances les plus courantes d'alliages d'acier maraging sont données dans le tableau I.2. Dans la désignation de l'acier sont inclut les valeurs entre parenthèses de la limite élastique (MPa).

Nuance	Composition (%)				
	Ni	Mo	Co	Ti	Al
18Ni(1.380)	18	3.3	8.5	0.2	0.1
18Ni(1.725)	18	5.0	8.5	0.4	0.1
18Ni(2.070)	18	5.0	9.0	0.7	0.1
18Ni(2.414)	18	4.2	12.5	1.6	0.1

Tableau I.2 : Différentes nuances d'acier maraging et leur composition.

I.2.2.2. Propriétés des aciers maraging

Certaines des propriétés les plus avantageuses des aciers maraging sont les suivantes:

Une haute limite d'élasticité et une résistance à la traction ultime,

Une ténacité et une ductilité élevées,

Une grande résistance aux chocs, une grande maniabilité et une résistance à la fatigue élevée,

Une haute résistance à la propagation des fissures, une bonne soudabilité et un faible coefficient de dilatation thermique.

Nous avons regroupé certaines valeurs des propriétés physiques thermiques et mécaniques des aciers maraging standard 18 Ni (18 % nickel) dans les tableaux I.3 et I.4.

Propriété	Valeur
Densité	8.2 g/cm ³ à 20°C
Coefficient d'expansion thermique	1.3x10 ⁻⁵ /K à 20°C
Point de fusion	1425 -1505 °C
Chaleur spécifique	440 J/(kg.K) à 20°C
Conductivité thermique	20-25 W/(m.K) à 20°C

Tableau I.3 : Propriétés physiques et thermiques de l'acier maraging 18 Ni.

Nuances	Résistance à la traction MPa	Limite élastique MPa	Allogement (%)	Traitement thermique
18Ni(1.380)	1500	1400	10	1 heure à 815°C et 3 heures à 480°C
18Ni(1.725)	1800	1700	8	1 heure à 815°C et 3 heures à 480°C
18Ni(2.070)	2050	2000)	7	1 heure à 815°C et 3 heures à 480°C
18Ni(2.414)	2450	2400	6	1 heure à 815°C et 12 heures à 480°C

Tableau I.4 : Propriétés mécaniques de différentes nuances d'acier maraging 18 Ni.

I.2.2.3. Production et transformation d'acier maraging

Comme son nom l'indique (**martensitique + aging**), l'étape clé de la fabrication de l'acier maraging est le vieillissement (ou traitement thermique). Il s'agit de chauffer l'acier à une température d'environ 850 °C afin de former une phase entièrement austénitique. S'ensuit un refroidissement lent qui permet la formation d'une microstructure martensitique. A partir de ces deux phases, la martensite se forme après refroidissement rapide par trempe dans l'eau ou l'huile. Cette structure martensitique est responsable de la ductilité et de la ténacité élevée de l'acier maraging. L'étape finale après la trempe est le durcissement par vieillissement thermique, où l'acier maraging est chauffé à des températures comprises entre 480 °C et 500 °C pendant un temps plus ou moins long. La microstructure martensitique des aciers maraging est caractérisée par une matrice sursaturée d'éléments d'alliage contenant une forte densité de défauts cristallins, principalement des dislocations. Cette microstructure se forme lors de la trempe du domaine austénitique [14, 15].

I.2.2.3. Domaines d'applications de l'acier maraging

Les aciers maraging sont utilisés dans diverses applications industrielles qui nécessitent des matériaux avec un rapport résistance/poids élevé. Certaines des applications les plus courantes de ces aciers sont énumérées ci-dessus.

Dans l'aviation et l'aérospatial les aciers maraging sont utilisés pour la fabrication de rails d'ancrage, des crochets d'arrêt, des boîtiers de moteur de fusée et des amortisseurs pour rover lunaire.

Certains outils sont fabriqués à partir d'aciers maraging on distingue les matrices en aluminium et zinc, les matrices de fonderie et de forgeage, les matrices et conteneurs de presse d'extrusion, les engrenages pour machines-outils, etc.

Dans le domaine militaire, sont fabriqués les ressorts de recul de canon, les ponts militaires portables et légers et les boîtiers de moteur de fusée.

dans l'industrie automobile on fabrique des pièces de voiture de course (bielles, arbres, engrenages) alors que dans le domaine nucléaire certaines pièces d'usines d'enrichissement d'uranium (rotors, arbres) sont fabriquées à partir de ces aciers, [16].

En plus de leurs propriétés et de leur large éventail d'applications, y compris leur utilisation répandue dans l'industrie aérospatiale, les aciers maraging se sont récemment révélés adaptés à la fabrication de pièces par impression 3D [17].

I.3.Changement de phase à l'état solide

Les changements de phases solides que nous étudierons sont ceux qui ont eu lieu à températures décroissantes. Dans le cas où l'alliage est formé d'une seule phase solide, la transformation de phase se fait par deux mécanismes différents : Avec ou sans diffusion.

I.3.1.Transformation avec diffusion

Les transformations de phase avec diffusion appelées également transformation par germination et croissance correspondent au refroidissement très lent, il existe deux types de ces réactions

- Réaction de précipitation,
- Transformations Eutectoides.

I.3.2.Réaction de précipitation

Au début de la précipitation l'alliage passe d'un domaine à solution solide unique () vers un domaine biphasé composé de deux phases solides (+), la phase apparaît au cours du chauffage ou du refroidissement, cette phase est souvent appelée précipité, c'est une phase qui est différente de la phase qui lui a donnée naissance ou phase mère(), qui est une solution solide saturée, dont la composition évolue en fonction de la température.

La réaction de précipitation provoque nécessairement la diffusion des atomes, elle comporte deux étapes successives : la germination des particules de précipités et la croissance de ces précipités.

I.3.3.Théorie classique de la germination

La formation des germes peut être interprétée thermodynamiquement, lorsque la phase supposé au départ homogène, donne naissance à une nouvelle phase , qui ne devient stable que lorsqu'elle atteint un certain volume critique.

L'enthalpie libre ΔG du premier germe doit être négative pour que ce germe soit stable, elle comprend deux termes :

Le premier correspond à l'enthalpie libre de volumique $\Delta G_v = (G_\beta - G_\alpha)$ qui est négative, en effet si la température T est inférieure à la température d'équilibre T_E alors $G_\beta < G_\alpha$ et $\Delta G_v < 0$,

Le second terme correspond à la variation d'enthalpie libre interfaciale ΔG_s proportionnel à l'aire de l'embryon ;

ΔG_s est associé à la formation de l'interface α/β .

Si l'on considère que les germes sont sphériques et de rayons r alors :

$$\Delta G_v = \frac{4}{3} \pi r^3 (G_\beta - G_\alpha)$$

et

$$\Delta G_s = 4\pi r^2 \gamma_{SL}$$

G_β et G_α sont les enthalpies libres spécifiques de volume des phases α et β respectivement

γ_{SL} représente l'enthalpie libre superficielle de l'interface α/β .

La variation totale de l'enthalpie libre liée à la formation du germe β est la contribution des deux termes, soit :

$$\Delta G = \Delta G_v + \Delta G_s = \frac{4}{3} \pi r^3 (G_\beta - G_\alpha) + 4\pi r^2 \gamma_{SL}$$

La représentation graphique de $\Delta G = f(r)$ (figure I.1) montre l'existence d'un maximum correspondant à $r = r_c$; r_c est le rayon critique des germes de la phase β .

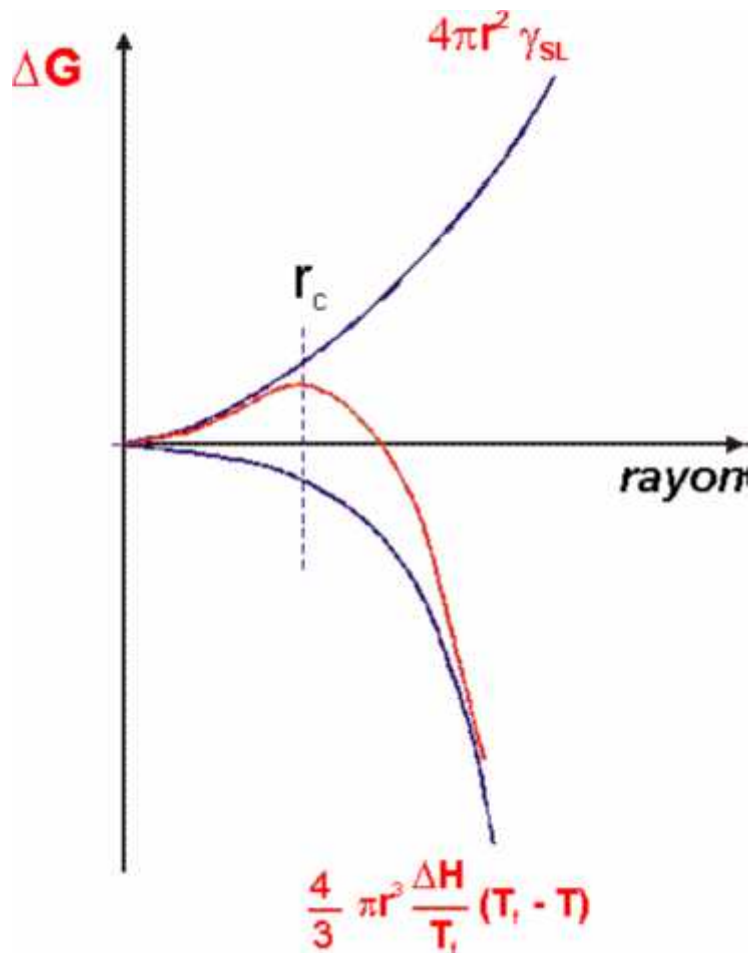


Figure I.1: Variation totale de l'enthalpie libre en fonction du rayon des germes

r_c s'obtient facilement par annulation de la dérivée de ΔG par rapport à r : $\frac{d\Delta G}{dr} = 0$

$$\text{Soit : } 4\pi r_c^2(G_\beta - G_\alpha) + 8\pi r_c \gamma_{SL} = 0$$

$$\text{D'où la valeur de } r_c : r_c = -\frac{2\gamma_{SL}}{G_\beta - G_\alpha} = -\frac{2\gamma_{SL}}{\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta}}$$

La valeur particulière de r_c dépend de la température T à travers $\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta}$, on peut en effet considérer les deux cas suivant :

-Si $r < r_c$ c'est à dire $\frac{dG}{dr} > 0$, donc pour tout germe dont le rayon r est inférieur au rayon critique r_c , une augmentation du rayon du germe entraîne une augmentation de l'enthalpie, cette situation est simplement improbable.

-Si maintenant $r > r_c$ c'est à dire $\frac{dG}{dr} < 0$ alors toute augmentation de volume du germe de rayon supérieur à r_c entraîne une diminution de l'enthalpie libre du système ceci accroît donc la stabilité du germe formé.

Au vu des considérations précédentes on peut penser qu'à une température donnée et pour une population de germes β de rayons quelconques, tous ceux dont les rayons sont inférieurs à r_c vont disparaître (car instables), les autres, dont les rayons sont supérieurs à r_c , vont se développer (ils vont croître).

I.3.4. Influence de la température sur le processus de la germination

$$\Delta G = \Delta G_{\alpha \rightarrow \beta} = (H_\beta - H_\alpha) - T(S_\beta - S_\alpha)$$

A la température d'équilibre ou température finale ($T_E = T_f$) on a $\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta} \approx 0$ donc

$$(H_\beta - H_\alpha) - T(S_\beta - S_\alpha) = 0, \text{ c'est-à-dire } S_\beta - S_\alpha = \Delta S_{\beta \rightarrow \alpha} = \frac{H_\beta - H_\alpha}{T_E},$$

Si l'on suppose que ΔH et ΔS sont indépendantes de la température (hypothèse valable tant que T est proche de T_E) alors on peut écrire :

$$\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta} = (H_\beta - H_\alpha) - T(S_\beta - S_\alpha) = \Delta H - T \frac{\Delta H}{T_E} = \frac{\Delta H \cdot \Delta T}{T_E} = \frac{\Delta H \cdot \Delta T}{T_f}$$

Avec $\Delta T = T_E - T = T_f - T$

$$\text{Or } r_c = -\frac{2\gamma_{SL}}{\Delta G_{\alpha \rightarrow \beta}} \text{ donc } r_c = -\frac{2T_E \gamma_{SL}}{\Delta H \cdot \Delta T} \approx -\frac{2T_f \gamma_{SL}}{\Delta H \cdot \Delta T}$$

Pour atteindre une taille critique un germe doit donc obligatoirement franchir la barrière de potentiel ΔG_c telle que :

$$\Delta G_c = \Delta G(r = r_c) = \frac{4}{3}\pi r_c^3(G_\beta - G_\alpha) + 4\pi r_c^2\gamma_{SL} = \frac{4}{3}\pi\left(-\frac{2\gamma_{SL}}{\Delta G_{\alpha\rightarrow\beta}}\right)^3(G_\beta - G_\alpha) + 4\pi\left(-\frac{2\gamma_{SL}}{\Delta G_{\alpha\rightarrow\beta}}\right)^2\gamma_{SL}$$

$$\Delta G_c = \frac{16\pi\gamma_{SL}^3}{3(G_\beta - G_\alpha)^2}$$

On obtient après remplacement de $G_\beta - G_\alpha$ dans cette expression la valeur de ΔG_c :

$$\Delta G_c = \frac{16\pi\gamma_{SL}^3}{3\left(\frac{\Delta H \cdot \Delta T}{T_f}\right)^2} = \frac{16\pi\gamma_{SL}^3}{3} \frac{T_f^2}{\Delta H^2(T_f - T)^2} = cte. \frac{T_f^2}{\Delta H^2(T_f - T)^2}$$

I.3.5. Croissance

La phase précipitée a en général une composition différente de celle de la phase mère, les germes formés croissent par diffusion, la vitesse de croissance dépend fortement de la température : c'est un phénomène thermiquement activé ; il est par conséquent fortement ralenti pour les basses températures, la diffusion devient alors quasiment nulle et la transformation ne se produit pas malgré un grand nombre de germes.

I.3.6. Coalescence

Les précipités formés prennent des formes arrondies ou même sphériques, ils diminuent en nombre et augmentent en volume ; cette évolution se fait par un grossissement des plus gros au détriment des plus petits. La coalescence des précipités est un processus contrôlé par diffusion, qui est d'autant plus rapide que la température est élevée, et en général négligeable à faible ou moyenne températures.

I.3.7. Phénomènes de précipitation

La microdureté, la diffraction des rayons X, la diffusion classique ou anormale des rayons X ou de neutrons aux petits angles sont les méthodes d'investigations indirectes employées pour étudier les phénomènes de précipitation observés lors des revenus isothermes.

La microscopie électronique à transmission étant la méthode directe qui permet de déterminer la nature des précipités, de suivre leur évolution (taille et morphologie) en fonction du temps et de la température de vieillissement mis en jeu.

Des études montrent que lors du traitement thermique, la nucléation des précipités se produit principalement sur les dislocations. De plus, une densité de dislocations élevée accélère la croissance de ces précipités au cours du vieillissement [18].

La formation de précipités de Ni_3X ($X=Ti, Mo$) se produit au cours du vieillissement, et la formation d'une phase Fe-Mo plus stable (Fe_2Mo ou Fe_7Mo_6) nécessite des temps d'exposition plus longs [19 , 20].

De plus, la nucléation de l'austénite pendant des temps de vieillissement plus longs peut entraîner à la fois la dissolution du précipité Ni_3X ($X=Ti, Mo$) et la formation de précipité

Fe-Mo. Cela provoque un enrichissement en nickel dans la matrice, stabilisant l'austénite et diminuant la température du début de transformation de la martensite en austénitique [21, 22, 23, 24, 26]. La morphologie des précipités varie de l'aspect globulaire (voir sphérique) à l'aspect en bâtonnet.

I.4.Traitements thermiques

L'exploitation du changement de structures métalliques du fer est à la base de nombreux traitements thermiques appliqués aux aciers (trempe, recuit, cémentation, etc.)

En cours de l'opération, par chauffage ou par refroidissement, on provoque des changements de structure métallique appelés « *Transformations* ».

Les conditions de transformation de l'austénite des aciers (phase) en ferrite (phase) + cémentite sont celles qui ont le plus d'influence sur les caractéristiques de l'acier traité.

Les traitements thermiques ne changent généralement pas la composition chimique de l'alliage ; ils sont constitués par un certain nombre d'opérations combinées de chauffage et de refroidissement ayant pour but d'améliorer les caractéristiques des matériaux et rendre ceux ci plus favorables à un emploi donné, à partir des modifications suivantes :

1- Augmentation de la résistance à la rupture et de la limite élastique R_{em} , R_e , A % en donnant une meilleure tenue de l'élément.

2-Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs.

3- De régénérer un métal qui présente un grain grossier (affiner les grains, homogénéiser la structure) c'est le cas des matériaux ayant subi le forgeage.

4-De supprimer les tensions internes (écrouissage) des matériaux ayant subi une déformation plastique à froid (emboutissage, fluotournage).

I.4.1. Différents types de traitements thermiques des aciers

Le but du traitement thermique étant d'améliorer les caractéristiques des matériaux (résistance à la rupture, augmentation de la limite d'élasticité, dureté) pour éventuellement, une meilleure adaptation aux conditions en service. Cette amélioration vient des modifications structurales de l'acier entraînant une meilleure homogénéisation et une amélioration de la taille des grains.

Les traitements permettent de régénérer par exemple un métal qui a subi le forgeage et dont les grains ont fortement grossi, un affinement de ces derniers. Ils permettent également de réduire les contraintes internes des matériaux induites de par son histoire et qui peuvent être néfastes pour la pièce, on peut les subdiviser en trois groupes :

- Les trempes,
- Les traitements d'amélioration (revenus),
- Les recuits.

I.4.1.1. Trempe

La trempe est un traitement thermique de durcissement consistant à chauffer la pièce à une température supérieure au point de transformation fer fer (austénisation), suivi d'un refroidissement rapide pour obtenir une dureté maximale, il existe différents types de trempe .

I.4.1.1.1. Trempe martensitique

La trempe martensitique est un traitement thermique qui consiste à faire un refroidissement assez rapide de l'acier depuis l'état austénitique conduisant à l'apparition d'une phase de structure cristalline différente de celle de la phase mère, elle possède une de très grande dureté. La transformation de l'austénite en martensite se fait à des températures relativement basses .

I.4.1.1.2. Trempe bainitique

C'est une austénisation suivie d'un refroidissement rapide jusqu'à T_b (température de trempe bainitique), un maintien pendant un temps est nécessaire à la transformation complète de l'austénite. On refroidit ensuite jusqu'à température ambiante.

I.4.1.1.3. Trempe des aciers austénitiques ou hypertrempe

Sur certains aciers austénitiques, cette trempe crée une structure d'austénite homogène à température ambiante. Elle provoque l'adoucissement du matériau (comme certains aciers inox), elle se produit si la température de trempe est trop élevée.

I.4.1.1.4. Cycle de trempe

Le but recherché étant l'obtention de la transformation de l'austénite qui est stable à haute

température, en constituants métastables. Le cycle de trempe comprend 2 étapes : l'austénisation puis le refroidissement (figure I.2).

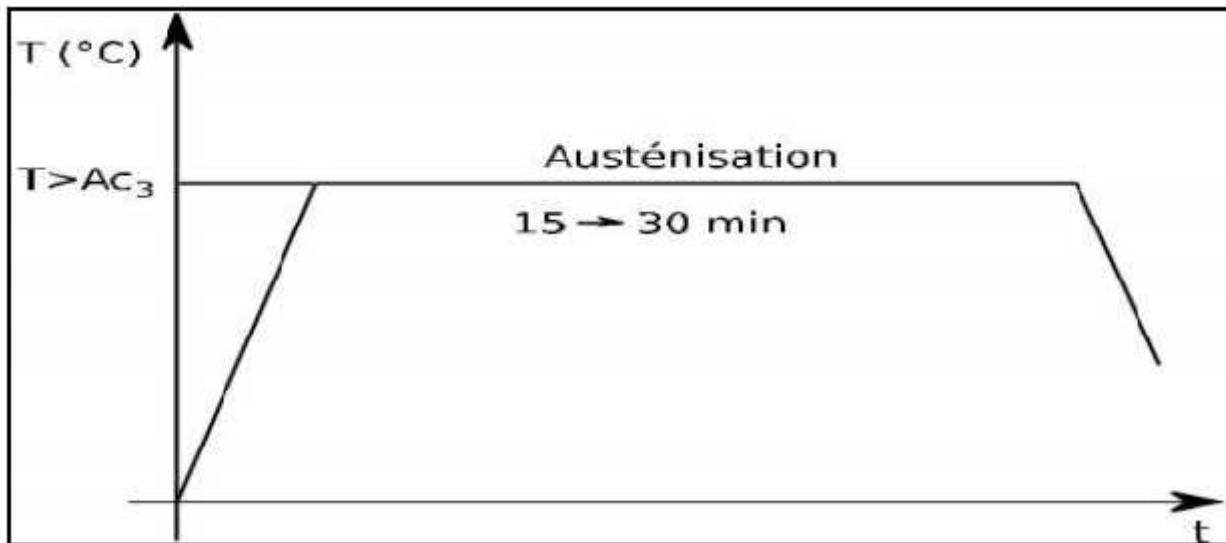


Figure I.2: Cycle de la trempe.

I.4.1.2. Revenu

Si l'on tient compte du niveau des contraintes propres dues à la trempe qui sont très souvent assez importants, il est évident qu'un acier ne peut être utilisé en service directement à l'état trempé. La trempe anisotherme est en général un traitement énergétique conduisant à un métal à R_m , R_e , H élevées et dont la ductilité ($A\%$) et la résilience (K) sont très faibles.

L'opération de revenu consiste donc à corriger plus ou moins complètement ces inconvénients. Elle conduit à un métal de caractéristiques convenables présentant un compromis satisfaisant entre R_m , R_e , d'une part et $A\%$, K d'autre part. Contrairement à la trempe qui est une opération rapide et de contrôle difficile, le revenu permet un contrôle aisé des transformations et des propriétés du métal.

Le revenu est un traitement thermique effectué après trempe en continu (figure I.3), il consiste en:

- Un réchauffage à une température $T_R < A_{c1}$,
- Un maintien de durée t_R à T_R .
- Un refroidissement lent jusqu'à la température ambiante.

Le revenu provoque une évolution du matériau vers un état plus proche de l'état physico-chimique d'équilibre sans toutefois rechercher à atteindre celui-ci. Le choix de la température de maintien T_R et du temps t_R permet de contrôler ce retour plus ou moins complet vers l'état d'équilibre, En fonction du résultat souhaité, on distingue plusieurs types de revenu :

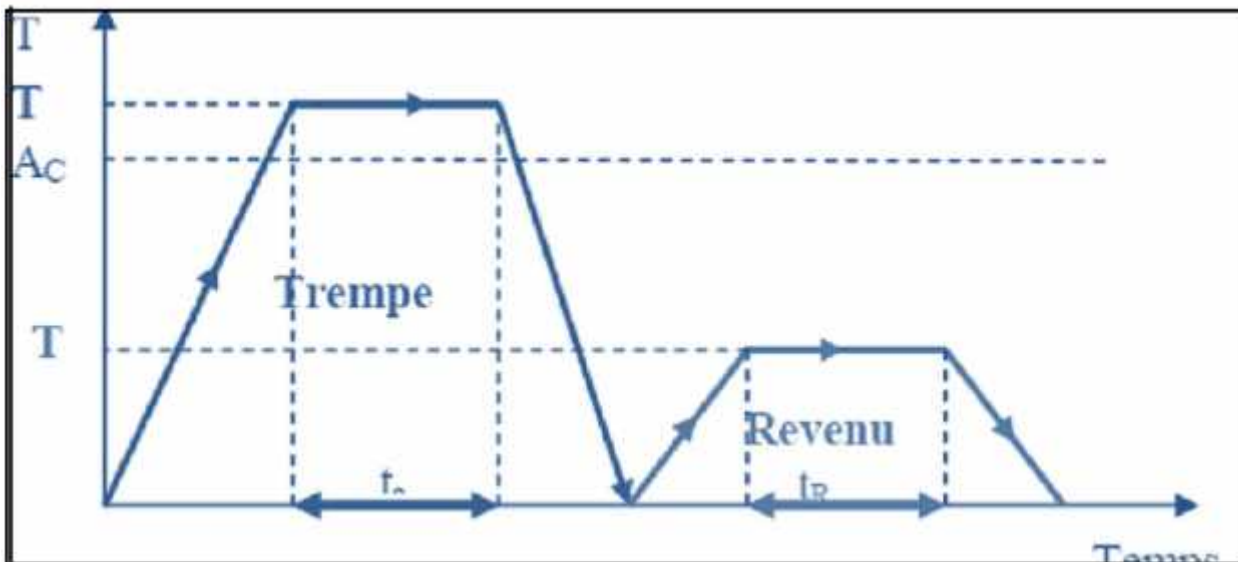


Figure I.3 : Cycle complet (trempe, revenu).

I.4.1.2.1. Revenu de relaxation ou de détente

Il s'effectue entre 180°C et 220°C -250°C. Il ne provoque aucune modification de structure mais une relaxation des contraintes multiples dues au refroidissement brusque de la trempe et au changement de structure austénite et martensite. Il provoque une légère diminution de la dureté et une légère remontée de la résilience. Il est réalisé sur des pièces soumises à de fortes sollicitations sans choc ou devant conserver une forte dureté superficielle.

I.4.1.2.2. Revenu de structure ou classique

Dans ce cas, le revenu s'effectue entre 500°C et AC₁. On observe une augmentation des caractéristiques K, A et Z et une diminution plus importante de H, R_m et Re. Ce type de revenu permet d'établir un compromis entre les caractéristiques mécaniques suivant l'emploi des aciers.

I.4.1.2.3. Revenu de durcissement

Des revenus effectués entre 450 et 600°C sur des aciers alliés peuvent provoquer des durcissements appelés durcissements secondaires, c'est le cas des aciers à outils au chrome ou des aciers rapides. Il y a d'abord précipitation des carbures complexes maintenu en solution dans un reste d'austénite résiduelle puis une déstabilisation de cette dernière qui se transforme en martensite au moment du refroidissement. Ces deux transformations successives nécessitent un second revenu pour éviter que la martensite secondaire ne provoque de fragilité excessive.

I.15.3.Recuit

Le recuit d'une pièce métallique ou d'un matériau est un procédé correspondant à un cycle de chauffage qui consiste en une montée graduelle en température avec maintien à cette température pendant un moment, suivie d'un refroidissement contrôlé figure I.4. Ceci permet de modifier les caractéristiques physiques du métal ou du matériau étudié. Cette action est particulièrement employée pour faciliter la relaxation des contraintes mécaniques ou thermiques pouvant s'accumuler au cœur de la matière.

Le chauffage se fera à vitesse modérée ; certains aciers "difficiles" demanderont des paliers intermédiaires ou des vitesses de montée en température précises. La température de recuit (T_R sur le graphe) est spécifique à chaque acier. Idéalement, le refroidissement doit être adapté à chaque type d'acier, certains aciers (particulièrement ceux au Chrome) exigent un refroidissement très lent. Il existe différents types de recuits.

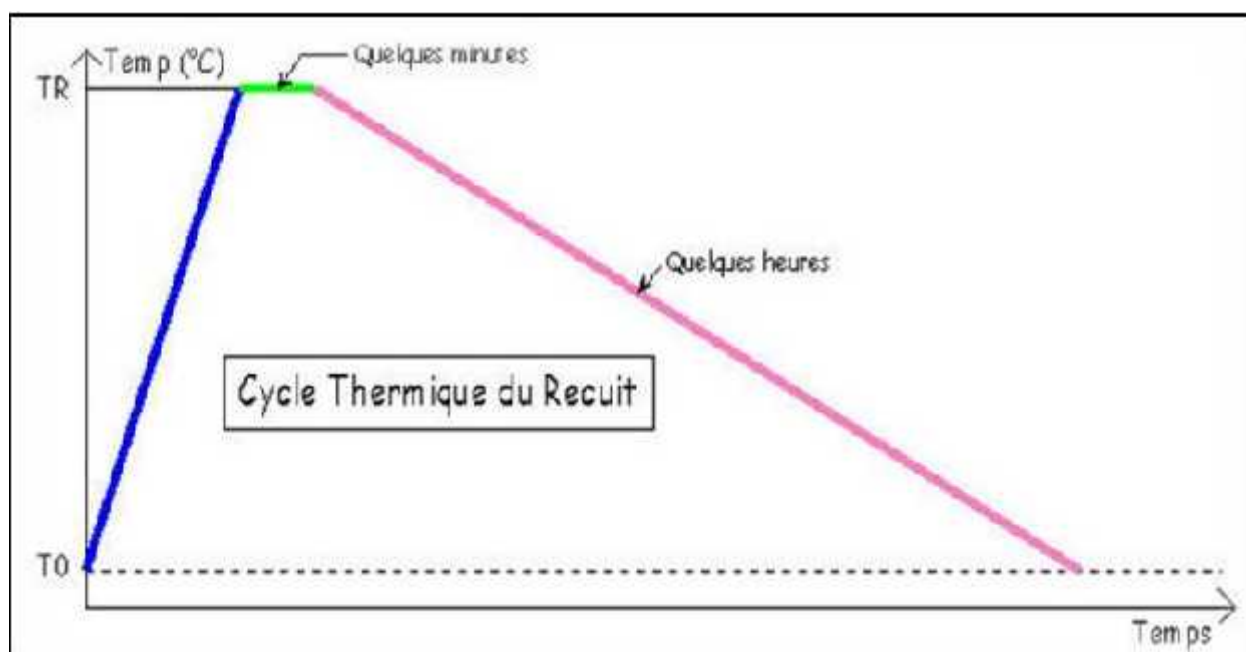


Figure I.4 : Cycle thermique du recuit

I.15.3.3.1. Recuit complet

Couramment appelé recuit, il est effectué sur des pièces ayant subi des traitements thermiques ou mécaniques dont on désire supprimer certains effets néfastes (constituants durs) pour en faciliter l'usinage. La pièce est portée à $AC_3 + 50^\circ C$ environ 30mn puis refroidie lentement à l'air ou au four éteint, il existe plusieurs types de recuits (figure I. 5)

I.4.1.3.2. Recuit d'adoucissement

Il est effectué sur des aciers auto - trempant. La pièce est chauffée à une température inférieure à

AC₁ pendant suffisamment longtemps (6 à 8 heures) puis refroidie à l'air libre. Cette basse température évite la réalisation d'une trempe

I.4.1.3.3. Recuit de coalescence

Il est effectué sur des pièces à fort pourcentage de carbone, dans le but d'obtenir l'adoucissement maximal. La pièce est chauffée en dessous de AC₁ pendant 30 mn puis refroidie à l'air libre.

I.4.1.3.4. Recuit d'homogénéisation

Ce recuit est aussi appelé recuit de diffusion il est surtout effectué sur des aciers bruts de coulée ou sur des aciers moulés aux dimensions importantes pour supprimer l'hétérogénéité chimique.

La pièce est portée à une température aussi élevée que possible sans atteindre le solidus réel. En pratique

la température est de l'ordre de AC₃ + 200°C et la durée de ce traitement est de quelques heures.

I.4.1.3.5. Recuit de normalisation

C'est une variante du recuit de régénération qui s'applique aux pièces brutes de forgeage ou de laminage. Il s'effectue dans les mêmes conditions de chauffe ; la pièce est ensuite refroidie à l'air calme.

I.4.1.3.6. Recuit de détente ou de stabilisation

Il est effectué sur des pièces après moulage ou soudage pour éliminer les tensions internes avant l'usinage. La pièce est chauffée vers 600°C pendant environ une heure puis refroidie à l'air libre.

I.4.1.3.7. Recuit de recristallisation ou de restauration

Dans le cas du tréfilage par exemple l'écrouissage provoque une grande augmentation de la fragilité et dans certains cas, il est impossible de continuer le travail de l'acier, intervient alors le Recuit de recristallisation qui est réalisé sur les pièces écrouies à une température de l'ordre de 600°C.

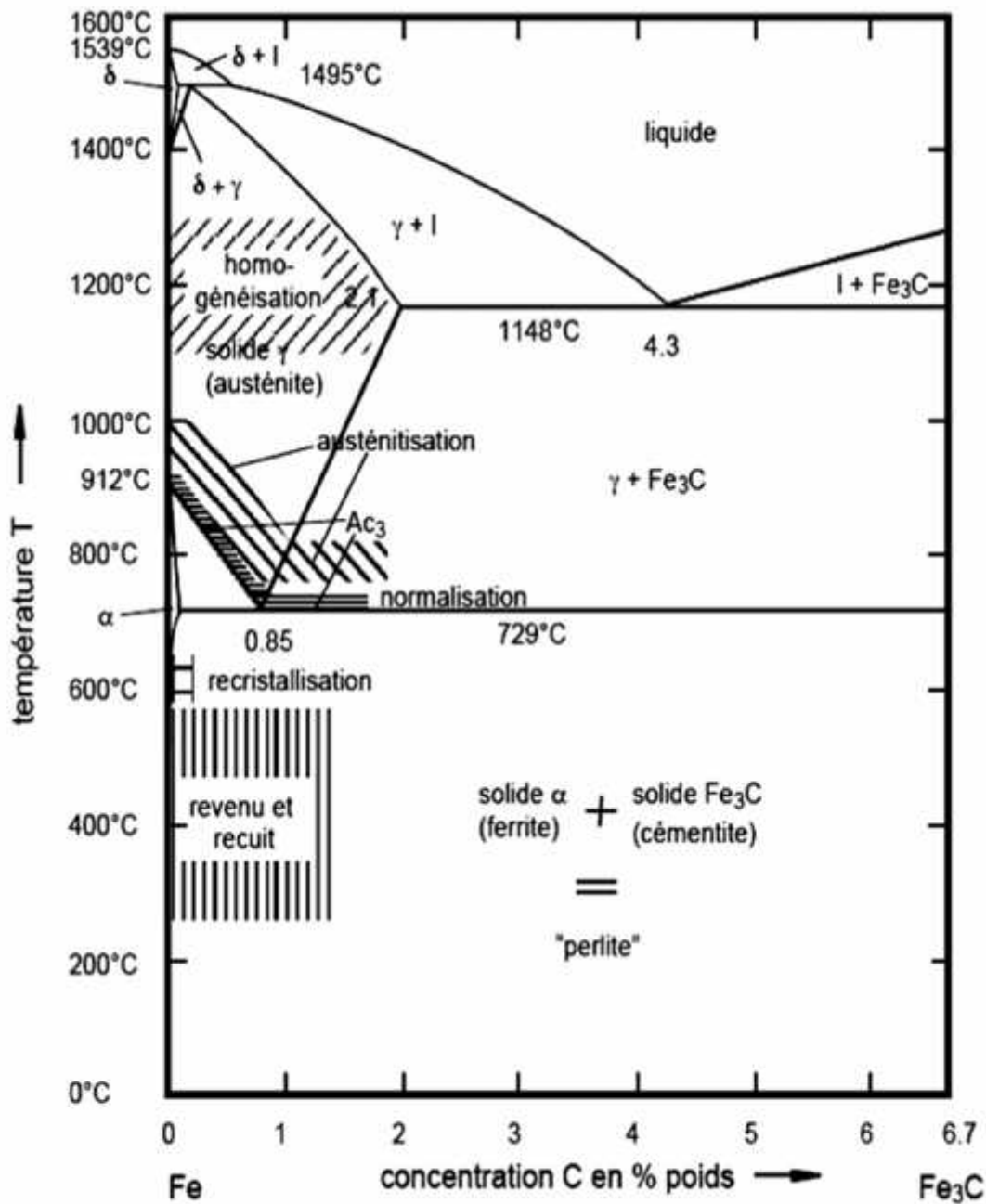


Figure I.5 : Cycles thermiques des différents recuits [17].

I.5 .Action générale des éléments d'addition sur les propriétés des aciers

L'action des éléments d'addition sur les caractéristiques des aciers dépend essentiellement des deux facteurs suivants :

1-Le type de modification qu'ils apportent au domaine de stabilité de l'austénite. Certains éléments, comme le nickel et le manganèse, élargissent le domaine de stabilité de l'austénite et abaissent les températures de transformations. Avec des teneurs en nickel ou en manganèse suffisamment élevées

(plus de 20% de nickel ou plus de 10% de manganèse). L'acier présente, même à la température ambiante, une structure austénitique ; ces éléments sont dits gammagènes.

D'autres éléments, par contre, dit alphagènes, diminuent le domaine de stabilité de l'austénite et élèvent les températures de transformations, ces éléments sont le Cr, Mo, Ti, W, V, Nb et le Si.

2- La tendance des éléments à se substituer en partie aux atomes de fer de la cémentite, Fe_3C (cas du manganèse), ou à former des carbures, c'est le cas du Cr, W, Mo, V, Ti et du Nb. Le silicium et le nickel, ne forment par contre pas de carbures et se retrouvent en solution solide dans la ferrite. La présence de carbures est souvent souhaitable dans les aciers, car ces carbures favorisent l'augmentation de la résistance à l'usure et la tenue à chaud.

Toutefois, à cause de la stabilité de ces carbures à haute température, il est souvent difficile de les mettre entièrement en solution dans l'austénite sans provoquer un grossissement des grains, qui est toujours préjudiciable aux propriétés des pièces trempées.

1.5.1 : Eléments gammagènes

Le manganèse et le nickel sont deux éléments gammagènes dont certains effets seront décrits brièvement ci-dessous.

Le manganèse durcit légèrement la ferrite et pour de faibles teneurs en carbone ($<0.20\%$), il abaisse la température de transition ductile-fragile des aciers, alors qu'il élève cette dernière pour les fortes teneurs en carbone ($>0.50\%$). Par ailleurs sans que lui-même forme de carbures, il se substitue en partie aux atomes de fer de la cémentite; son action sur le revenu est négligeable.

Le manganèse est surtout utilisé pour améliorer les propriétés des aciers d'usage général et la trempabilité des aciers de traitements thermiques, et ce à un faible coût, il présente quelques inconvénients tels que :

- Une sensibilité à la surchauffe au cours de l'austénitisation,
- Une sensibilité qui provoque une croissance des grains;
- Une augmentation de la fragilité au revenu ;
- Une diminution de la ductilité et de la résistance mécanique.

Le Ni qui ne forme pas de carbures, agit principalement sur les propriétés de la ferrite provoquant une augmentation de la résistance mécanique. Les aciers qui contiennent plus de 5% de Ni conservent une bonne résilience, même à des températures très basses (aciers à 9% de Ni utilisés pour les réservoirs). Le Ni freine en outre la croissance des grains austénitiques (aciers de cémentation) et il exerce une action moyenne sur la trempabilité. (facteur d'augmentation de la trempabilité de 1,4/1%Ni).

I.5.2 : Eléments alphagènes

Le silicium, le chrome et le molybdène sont des éléments alphagènes :

Tout comme le Ni, le Silicium ne forme pas de carbures, cet élément augmente la stabilité de revenu et accroît la fragilité de l'acier ; il améliore la résistance à l'oxydation à chaud et la résistance au fluage ; c'est pourquoi on peut le retrouver dans les aciers aux Cr. On le retrouve également en présence de Mn (1.5% de Si et 0.6 à 0.9% de Mn) dans les aciers mangano-siliceux utilisés pour la fabrication des ressorts (limite d'élasticité élevée).

Le Chrome rétrécit le domaine austénitique, il se combine au carbone pour former des carbures de Cr, durs et solubles dans l'austénite à partir 900°C. Le Cr améliore la résistance au revenu et la tenue à chaud grâce à la formation des carbures, ces derniers confèrent à l'acier un effet de durcissement par précipitation. Le chrome est employé dans les aciers de cémentation lorsqu'on veut améliorer la résistance à l'usure des surfaces carburées, il a pour rôle de lutter contre la corrosion, c'est l'élément d'addition le plus important des aciers inoxydables.

Le Molybdène rétrécit le domaine austénitique; sa concentration ne dépasse jamais 1% dans les aciers de traitement thermiques, elle est par contre plus importante dans les aciers inoxydables et à outils. Le Mo améliore la résistance au revenu en favorisant l'apparition d'un durcissement secondaire du à la formation de carbures Mo_2C , et diminue la sensibilité à la fragilisation au revenu.

I.6. Effet de la vitesse de chauffage sur l'austénitisation

La vitesse de réchauffement est un paramètre important pendant l'austénitisation, qui peut influencer la microstructure et les températures de transformation d'un acier. Lors du réchauffement de l'austénite, la phase martensitique α' se transforme en phase austénitique γ . Idéalement, l'acier doit être chauffé lentement afin que les mécanismes de transformation de phases s'effectuent correctement. Il est démontré que la vitesse de chauffage influence le grossissement des grains et la fraction de phase de l'austénite aux températures d'austénitisation.

I.7. Effet de la vitesse de refroidissement sur les transformations des aciers

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

- Si la vitesse de refroidissement est faible (inférieure à $1^\circ C/s$), on est dans un état proche de l'équilibre, la diffusion du carbone est alors possible. Le refroidissement de la phase austénitique va conduire à la formation d'un mélange de fer α et de cémentite Fe_3C .
- Si la vitesse de refroidissement est rapide (supérieure à $80^\circ C/s$), le carbone ne peut pas diffuser et se retrouve alors piégé dans la maille. La transformation se produit hors équilibre et conduit à la

formation d'une phase métastable obtenue par trempe c'est la martensite ; la température de début de transformation martensitique est notée M_s .

La capacité d'un acier à former de la martensite dépend de sa trempabilité, c'est-à-dire de son aptitude à éviter dans le cas des aciers au carbone, la formation du fer α et de Fe_3C lors du refroidissement. La trempabilité peut être augmentée à l'aide d'éléments d'alliage, les plus efficaces sont, par ordre décroissant d'influence : C, Mo, Va, Cr, Mn, Ni, Si.

Un refroidissement à une vitesse suffisamment lente de l'austénite donne lieu à une transformation diffusionnelle.

I.8. Transformation martensitique

La martensite est ferromagnétique, elle possède une grande dureté et une fragilité notable. Elle a une structure en aiguilles ou en lattes, visibles avec un grossissement suffisant, après attaque par les réactifs classiques. Ces aiguilles correspondent à des plaquettes orientées à l'intérieur de chaque grain initial d'austénite. Les points de début (M_s =Martensite Start) et fin (M_f =Martensite Finish) de transformation dépendent de la teneur en éléments d'alliage.

La martensite a une structure très dure, le phénomène de durcissement a un caractère physico-chimique avec le réseau cristallin très déformé par la présence des éléments d'alliage ce qui explique son durcissement.



CHAPITRE II : ***METHODES*** ***EXPERIMENTALES***



II.1. Elaboration des alliages et méthodes expérimentales

L'acier étudié est un acier maraging Fe-18Ni-8Co-10W (%poids) élaboré à partir de métaux en poudre de grande pureté.

La métallurgie des poudres est un procédé qui se fait habituellement en deux étapes essentielles comprenant la compression de la poudre d'un ou plusieurs métaux dans une matrice ce qui permet l'obtention d'un aggloméré vert (fragile). Il existe plusieurs méthodes de fabrication de poudres métalliques, ce processus se fait généralement par réaction chimique, précipitation électrolytique, moyens mécaniques à partir du métal brut (broyage) ou par atomisation des métaux à l'état liquide. Tout élément métallique peut être réduit en poudre par l'une ou l'autre des quatre procédés cités ci-dessus qui dépendent, en pratique des conditions économiques de production, de la pureté exigée, de certaines qualités physiques, électriques ou magnétiques exigés par les clients désireux d'obtenir une poudre donnée.

L'aggloméré sera ensuite chauffé à une température élevée sous atmosphère neutre ou contrôlée, cette deuxième opération s'appelle frittage au cours de laquelle les particules de métal se soudent entre elles. Le frittage consiste donc en un traitement thermique d'un mélange de poudre afin d'améliorer ses propriétés par soudage des particules les unes aux autres.

A quelques exceptions (étain, plomb, zinc et germanium), tous les métaux peuvent être frittés.

Le frittage comprend deux phénomènes principaux, l'adhésion ou soudure des surfaces entre elles et le changement de forme des particules entraînant une augmentation constante de l'attraction moléculaire entre les surfaces des particules en contact.

Les échantillons ont donc été mis en forme sous une pression de 500MPa, puis traités pendant 2 heures à 1400°C sous atmosphère dynamique d'hydrogène purifiée : ils se présentent sous forme de pastille de dimensions ($\phi = 20$ mm, $e = 2$ mm).

Les transformations structurales ont été étudiées par dilatométrie à l'aide d'un dilatomètre ADAMEL type DHT 60 (différentiel par rapport à 'alumine), sous atmosphère dynamique d'hydrogène avec des vitesses de chauffage et de refroidissement $300 \text{ }^\circ\text{C.h}^{-1}$ et $450 \text{ }^\circ\text{C.h}^{-1}$ respectivement. La mise en température de l'échantillon est assurée par des fours présentant des plages de température et des vitesses d'échauffement variables.

II.2.Expansion thermique, dilatométrie

La dilatation est une propriété physique fondamentale des métaux et alliages, elle traduit à l'échelle macroscopique l'expansion du volume occupé par les atomes conséquence de leur vibration thermique. La dilatation peut ainsi être considérée comme reliée directement aux principales propriétés thermodynamiques caractéristiques d'un corps et notamment sa chaleur spécifique.

La dilatométrie est une technique d'analyse thermique qui permet l'étude à partir des variations de longueur d'un échantillon, la variation d'une des grandeurs thermodynamiques : extensive (le volume) en fonction d'une grandeur intensive (la température). Elle permet donc l'étude des variations dimensionnelles d'un matériau ou alliage en fonction de la température et du temps. Si lors d'un chauffage l'augmentation de la longueur de l'éprouvette est régulière alors aucune transformation structurale ne se produit, par contre s'il s'en suit un changement de dimensions, donc une variation du coefficient de dilatation du métal, on assiste alors à une transformation qui se produit pour une température donnée qui se traduit par une anomalie sur les courbes dilatométriques.

On distingue deux cas de dilatométrie :

II.2.1. Dilatométrie absolue

L'enregistrement de la dilatation de l'échantillon à analyser en fonction de la température est réalisé à l'aide d'un thermocouple ou d'un étalon dont on connaît exactement la dilatation en fonction de la température ; la dilatation de l'échantillon est enregistré suivant l'ordonnée y et les variations de températures sont enregistrées suivant l'abscisse x : on obtient ainsi une courbe dilatation-température.

II.2.2.Dilatation différentielle

Dans ce cas le principe consiste à enregistrer la différence de dilatation (Y) entre l'échantillon et un étalon dont on connaît précisément le coefficient de dilatation. L'étalon doit être choisi de manière à ce qu'il ne présente aucune anomalie de dilatation dans domaine de température étudiée (généralement on prend l'alumine Al_2O_3).

Les dilatations étant très faibles pour les deux types de dilatométries, absolue ou différentielle on a forcément recours à une amplification mécanique et optique par triangle de Chevenard.

Y est donné par la relation : $Y = KL_0(\Delta_{éch} - \Delta_{éta}) = KL_0(\Delta_{éch} - \Delta_{Al_2O_3})$

Dans laquelle K est le coefficient d'amplification égale à 10^3 ,

L_0 est la longueur en mm à $0^\circ C$ de l'échantillon et de l'étalon,

L est la longueur en mm à T°C de l'échantillon et de l'étalon,

$$\text{Et } \Delta = \frac{L - L_0}{L_0} .$$

II.3. Analyse dilatométrique des évolutions structurales se produisant entre les points A_{cd} et A_{cf} .

Une série de cycles non cumulatifs interrompus à différentes températures θ_i se situant dans l'intervalle $A_{cd} - A_{cf}$ a été réalisée afin de définir les processus mis en jeu lors de la transformation martensite austénite. L'incidence d'une transformation martensitique incomplète sur la transformation austénitique ultérieure a été examinée grâce à des cycles de réchauffage jusqu'à la température de 950°C. Les vitesses moyennes de chauffage et de refroidissement étaient de 300°C.h⁻¹ et 450°C.h⁻¹



CHAPITRE III :
RESULTATS ET DISCUSSIONS



III. Résultats et discussion

III.1. Analyse dilatométrique des évolutions structurales se produisant entre les points A_{cd} et A_{cf} .

Les résultats de l'analyse dilatométrique sont reportés sur la figure III.1 sur laquelle sont représentés en plus du cycle complet effectué entre 20 et 950°C, d'autres cycles réalisés sur des échantillons distincts, au cours desquels la température maximale atteinte θ_i se situe dans le domaine de la transformation austénitique (on désignera dans tout ce qui suit par α' et γ les structures martensitiques et austénitique respectivement).

Au cours du chauffage à la vitesse de 300°C/heure, On observe tout d'abord une dilatation linéaire de la martensite jusqu'à la température du début de la transformation A_{cd} égale à 580 °C, la transformation martensite \rightleftharpoons austénite s'effectue en deux étapes successives distinctes marquées par deux nettes contractions de différentes amplitudes. Au cours du refroidissement aucun changement de pente n'a été constaté, la seule transformation observée est donc de type martensitique, elle débute au point $M_{S_0} = 285^\circ\text{C}$ et se termine au point $M_{f_0} = 150^\circ\text{C}$.

Lorsque le chauffage est interrompu à une température $\theta_i = 665^\circ\text{C}$ relative au domaine I de la transformation, on constate au cours du refroidissement subséquent, un faible changement de pente à partir du point noté N correspondant à transformation martensitique partielle (courbe de la figure III-1), ceci montre que la transformation martensitique est très partielle pour laquelle la température du point M_S est beaucoup plus basse que celle du point M_{S_0} .

Si l'on fait subir à ce même échantillon, un deuxième cycle à la même vitesse de chauffage (courbe... figure III.2), on n'observe plus qu'une seule contraction de moyenne amplitude. La transformation de l'austénite commence à une température supérieure à celle du point A_{cd} correspondant au point de transformation de l'alliage homogénéisé à 1050 °C.

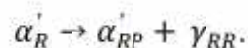
Lorsque le chauffage s'effectue dans le domaine II ($\theta_i = 760, 780, \text{ et } 800, ^\circ\text{C}$), on observe au cours des refroidissements subséquents, une transformation partielle d'austénite en martensite (absence de point d'inflexion sur les courbes de refroidissement); le point M_S correspondant s'élève en fonction de θ_i croissante.

III.2. Interprétation des résultats.

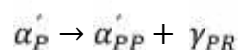
Par comparaison aux résultats trouvés en littérature, notamment ceux réalisés par C.SERVANT [27] sur des aciers maraging Fe Ni Co Mo et ceux réalisés par N. BOUZID [11] sur des aciers maraging Fe Mn Co Mo, on peut s'inspirer des interprétations données par ces auteurs dans le cas de leurs études pour expliquer le comportement de l'acier Fe Ni Co W. Ces auteurs ont pu mettre en évidence l'intervention de phénomènes diffusionnels aux faveurs de chauffages interrompus à différentes températures θ_i comprises dans l'intervalle $[A_{cd} - A_{cf}]$. La variation des températures des points M_s observés sont dus à la création d'hétérogénéités au sein de la matrice martensitique de départ : ces variations de compositions sont dues à la formation d'amas de (Ni+Mo) selon C.SERVANT [27] et de (Mo +Mn) selon N. BOUZID [11], puis de précipités dont les évolutions ultérieures entraînent la formation d'austénite de différentes compositions.

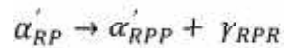
Pour notre alliage (Fe Ni Co W) on peut imaginer la séquence suivante des différents processus intervenant lors de la transformation de la structure initialement martensitique α'_0 lorsqu'elle subit un chauffage progressif depuis la température ambiante.

- A la température ambiante, la composition de l'alliage est C_0 correspondant à celle de la martensite homogénéisée α'_0 ,
- Pour $20^\circ\text{C} < \theta_i < 580^\circ\text{C}$ des amas riches en (Ni + W) se forment entraînant un appauvrissement de la matrice avoisinante qui devient du type α'_p
- Pour $580^\circ\text{C} < \theta_i < 700^\circ\text{C}$, certains amas de (Ni + W) dont la taille critique ne donne pas de germes de précipités commencent à se dissoudre dans la matrice ce qui entraîne la formation d'une phase ex-martensitique localement enrichie : elle sera notée α'_R ,
- Pour les températures de 760°C , 780°C , et 800°C , les amas susceptibles de se dissoudre continuent de donner des zones du type α'_R , intervient ensuite l'étape de la transformation austénitique :



- Dans le domaine de température $[800^\circ\text{C} - A_{cf}]$ se poursuit la transformation en austénite des ex-phases martensitiques appauvries en (Ni + W) formées précédemment, à savoir: α'_p et α'_{Rp} . Puisque les vitesses de chauffage mises en jeu sont relativement basses, ces deux phases mettent en jeu des processus diffusionnels; dans ce qui suit sont données les réactions schématiques qui ont eu lieu lors de ces transformations :





Lors du refroidissement les deux austénites γ_{PR} et γ_{RPR} se transforment pour donner des martensites dont le point M_s est forcément supérieur à M_{S_0} (Courbes 2,3 et 4 de la figure III.1); ceci étant principalement dû au fait que ces martensites ont été obtenues à partir d'austénite dont la teneur moyenne en (Ni + W) est inférieure à la teneur nominale de l'alliage (C_0) :

γ_{PR} et γ_{RPR} sont deux phases austénitiques de compositions respectives en (Ni + W) $C_{\gamma_{PR}}$ et $C_{\gamma_{RPR}}$ telles que :

$$C_{\alpha'_P} < C_{\gamma_{PR}} < C_0$$

et

$$C_{\alpha'_{RP}} < C_{\gamma_{RPR}} < C_0$$

Un deuxième cycle consécutif au premier, au cours duquel la transformation martensitique ne s'était achevée (Courbes 1,2,3 et 4 de la figure III.2) met en évidence et confirme le rôle des températures d'interruption du chauffage du premier cycle. Au cours du réchauffage, la transformation austénitique ne débute qu'à une température supérieure à celle du point A_{c_d} ceci s'explique désormais par le fait que l'alliage comporte des ilots de martensite α'_P appauvrie en (Ni + W) non transformée au cours du précédent chauffage (repérée sur les courbes dilatométriques par la deuxième contraction des courbes 1, 2, 3 et 4 de la figure III.2 et un peu de martensite riche (repérés sur les courbes dilatométriques par la première contraction des courbes 2, 3 et 4 de la figure III.2).

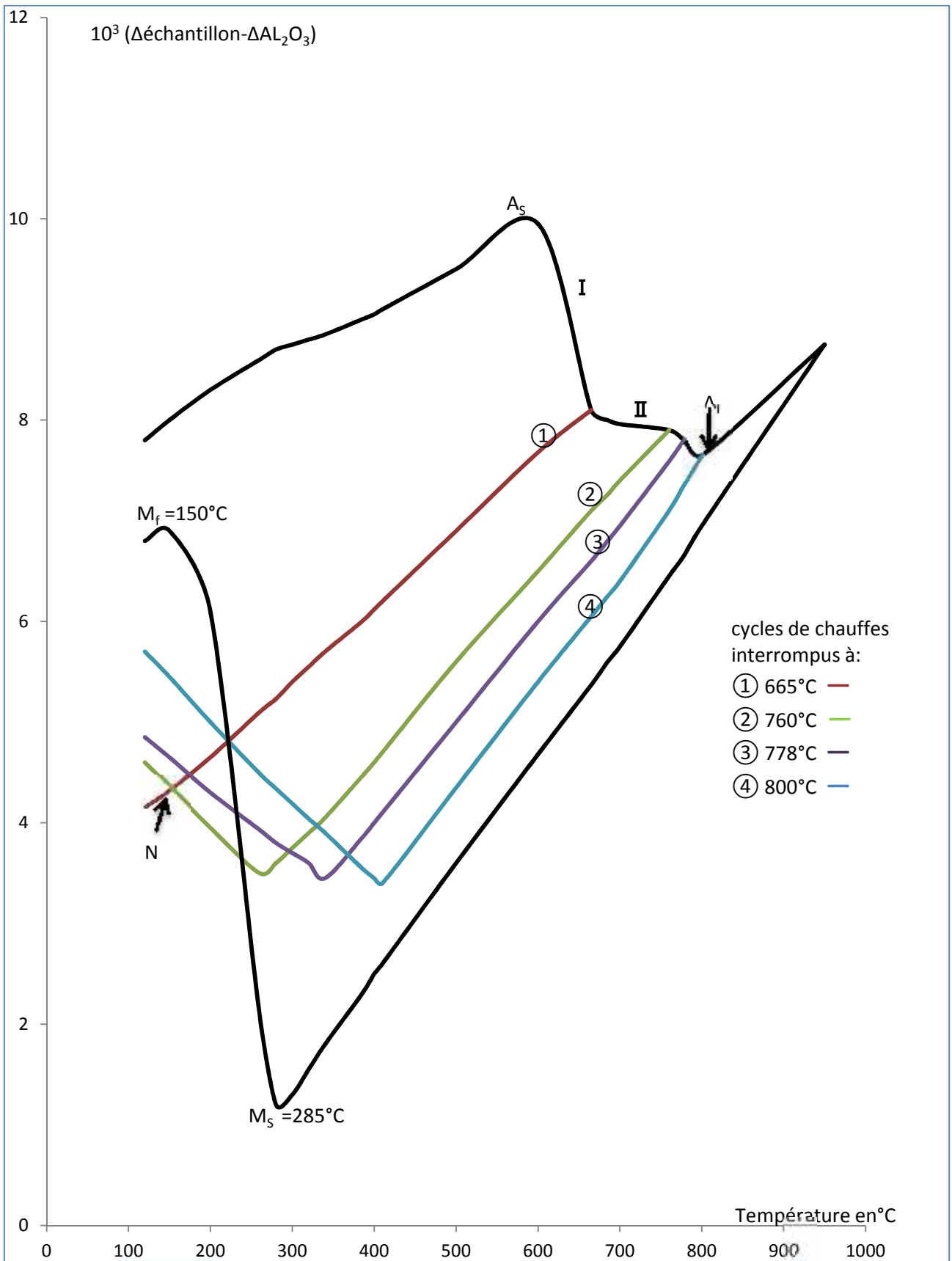


Figure III.1 : Courbes dilatométriques enregistrées jusqu'à différentes températures θ_i comprises dans l'intervalle $[A_{cd} - A_{cf}]$.

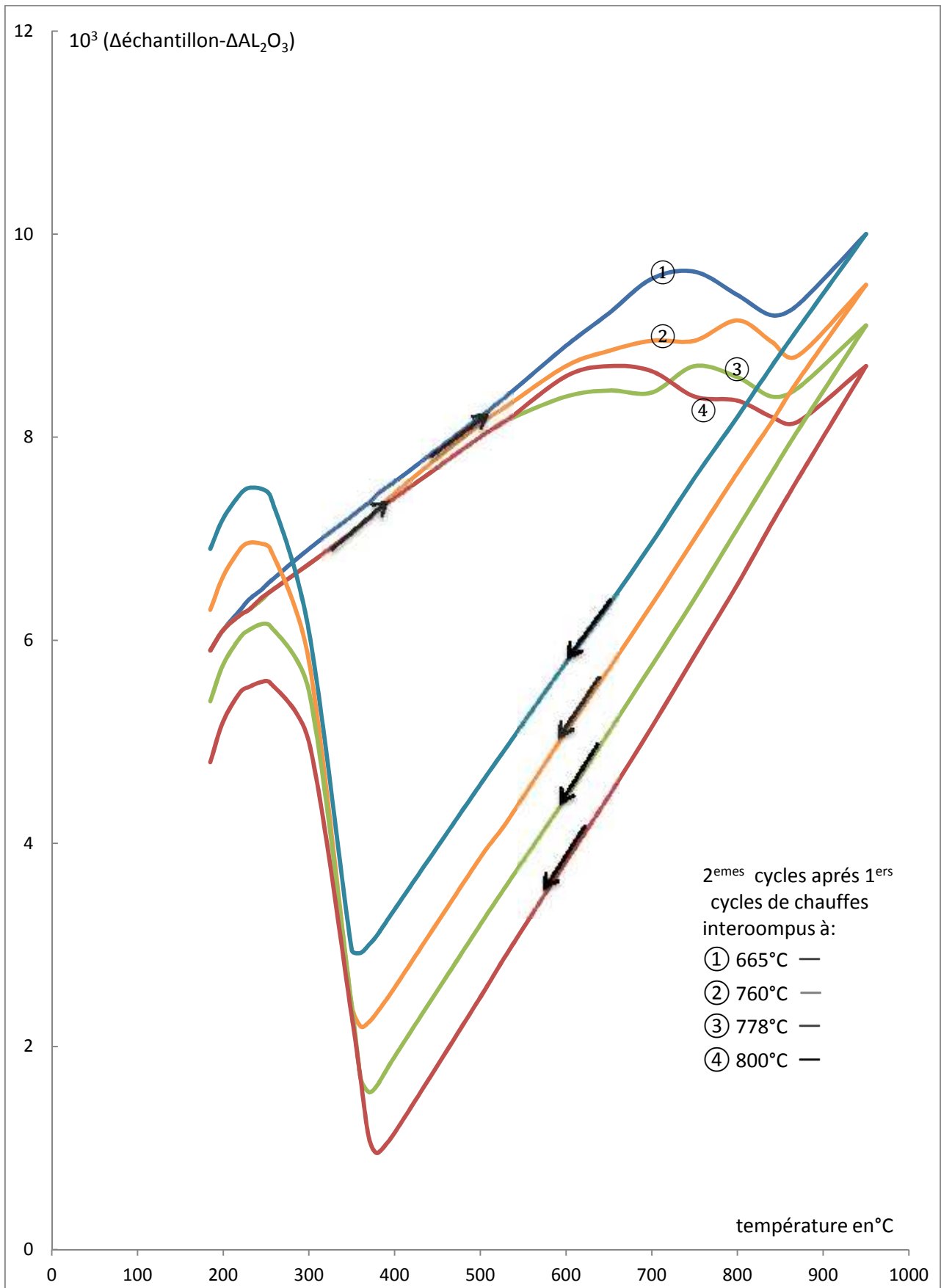


Figure III.2. Courbes dilatométriques enregistrées au réchauffage, l'état initial étant dans chaque cas celui obtenu au terme d'un des refroidissements représentés sur la figure III.1.

Conclusion

L'étude comparative de l'alliage de type maraging quaternaire de composition massique :

Fe-18Ni-8Co-10W, effectuée principalement par analyse dilatométrique a permis de suivre son évolution structurale au cours de divers traitement thermiques effectués en conditions anisothermes. La séquence des différents processus intervenant lors de la transformation de la structure initialement martensitique α_0' lorsqu'elle subit un chauffage progressif depuis la température ambiante a été largement discutée.

Lors du premier cycle dilatométrique effectué entre 20 et 950°C, à la vitesse de 300°C.h⁻¹ la transformation *austénite* → *martensite* s'effectue en deux étapes successives distinctes qui se traduisent par deux contractions d'amplitudes inégales.

Lors du refroidissement subséquent aucune anomalie n'a été observée sur la courbe dilatométrique avant le point M_{S0} , l'acier est alors entièrement martensitique.

Nous avons pu mettre en évidence l'intervention de phénomènes diffusionnels aux faveurs de chauffages interrompus à différentes températures θ_i comprises dans l'intervalle $[A_{cd} - A_{cf}]$. La variation des températures des points M_s observés sont du à la création d'hétérogénéités au sein de la matrice martensitique de départ : ces variations de compositions sont dues à la formation d'amas de (Ni+W), puis de précipités dont les évolutions ultérieures entraînent la formation d'austénite de différentes compositions.

Un deuxième cycle consécutif au premier, au cours duquel la transformation martensitique ne s'était achevée met en évidence et confirme le rôle des températures d'interruption du chauffage du premier cycle. Au cours du réchauffage, la transformation austénitique ne débute qu'à une température supérieure à celle du point A_{cd} ceci s'explique désormais par le fait que l'alliage comporte des ilots de martensite α_p' appauvrie en (Ni + W) non transformés au cours du précédent chauffage et de la martensite riche.

Références bibliographiques

1. R.F.DECKER, J.T. EASH, A.J.GOLDMA (1962)- Trans. A.S.M. 55 , p.58.
2. Vasudevan VK, Kim SJ and Wayman CM. Precipitation reactions and strengthening behavior in 18 wt pct nickel maraging steels. *Metallurgical Transactions A*. 1990; 21(10):2655-2668. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02646061>.
3. Rao MN. Progress in understanding the metallurgy of 18% nickel maraging steels. *International Journal of Materials Research*. 2006; 97(11):1594-1607.
4. Vasudevan VK, Kim SJ and Wayman CM. Precipitation reactions and strengthening behavior in 18 wt pct nickel maraging steels. *Metallurgical Transactions A*. 1990; 21(10):2655-2668. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02646061>.
5. Garrison Junior WM. Martensitic non-stainless steels: high strength and high alloy. In: Buschow KHJ, Cahn RW, Flemings MC, Ilshner B, Kramer EJ and Mahajan S, editors. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. London: Pergamon; 2008. v. 6, p. 5197-5203.
6. Sha, W. and Guo, Z. 2009, *Maraging steels: Modelling of microstructure, properties, and applications*, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, UK.
7. Davis, J., 1995, "Tool Materials", ASM Specialty Handbook, ASM International, Online.
8. Avadhani GS. Optimization of process parameters for manufacturing of rocket casings: A study using processing maps. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2003; 12(6):609-622. <http://dx.doi.org/10.1361/105994903322692394>.
9. Hamaker JC and Bayer AM. Applications des aciers maraging. *Cobalt*. 1968; 24:3-12.
10. Mouritz, A.P., 2012, *Introduction to Aerospace Materials*, Woodhead Publishing, Online.
11. N.Bouzid Thèse de doctorat en sciences des matériaux, université Paris Sud, centre d'Orsay, 1987.
12. Garrison Junior WM. Martensitic non-stainless steels: high strength and high alloy. In: Buschow KHJ, Cahn RW, Flemings MC, Ilshner B, Kramer EJ and Mahajan S, editors. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. London: Pergamon; 2008. v. 6, p. 5197-5203.
13. Davis, J., 1995, "Tool Materials", ASM Specialty Handbook, ASM International, Online.
14. Schmidt M and Rohrbach K. Heat treatment of maraging steels. In: *Metals Handbook*. 10th ed. Materials Park: ASM International; 1990. v. 1, p. 219-228.
15. Mouritz, A.P., 2012, *Introduction to Aerospace Materials*, Woodhead Publishing, Online.
16. Habiby, F., ul Haq, A., and Khan, A.Q, 1994, The Properties and Application of 18% Nickel Maraging Steels, *Technology Review*, Vol 9, p. 246-252.

17. Strakosova, A., Kubásek, J., Michalcová, A., Pr °uša, F., Vojtech, D., and Dvorsky, D., 2019, *High Strength X3NiCoMoTi 18-9-5 Maraging Steel Prepared by Selective Laser Melting from Atomized Powder, Materials*, vol 12, No. 41.
18. Vasudevan VK, Kim SJ and Wayman CM. Precipitation reactions and strengthening behavior in 18 wt pct nickel maraging steels. *Metallurgical Transactions A*. 1990; 21(10):2655-2668. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02646061>.
19. Rao MN. Progress in understanding the metallurgy of 18% nickel maraging steels. *International Journal of Materials Research*. 2006; 97(11):1594-1607.
20. Vasudevan VK, Kim SJ and Wayman CM. Precipitation reactions and strengthening behavior in 18 wt pct nickel maraging steels. *Metallurgical Transactions A*. 1990; 21(10):2655-2668. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02646061>.
21. Steels. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 1994; 3(2):248-254. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02645850>.
22. Li X and Yin Z. Reverted austenite during aging in 18Ni (350) maraging steel. *Materials Letters*. 1995; 24(4):239-242. [http://dx.doi.org/10.1016/0167-577X\(95\)00109-3](http://dx.doi.org/10.1016/0167-577X(95)00109-3).
23. Peters DT. A Study of austenite reversion during aging of maraging steels. *Transactions of ASM*. 1968; 61:62-74.
24. Tavares SSM, Abreu HFG, Maria Neto J, Da Silva MR and Popa I. A thermomagnetic study of the martensite-austenite transition in the maraging 350 steel. *Journal of Alloys and Compounds*. 2003; 358:153-156. [http://dx.doi.org/10.1016/S0925-8388\(03\)00335-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0925-8388(03)00335-9).
25. Tavares SSM, Da Silva MR, Maria Neto J, Pardal JM and Cindra Fonseca MP. Magnetic properties of a Ni- Co-Mo-Ti maraging 350 steel. *Journal of Alloys and Compounds*. 2004; 373:304-311. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2003.11.009>.
26. Viswanathan UK, Dey G and Sethumandhavan V. Effects of austenite reversion during overageing on the mechanical properties of 18Ni (350) maraging steel. *Materials Science and Engineering*. 2005; 398:367-372. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2005.03.074>.
27. C.SERVANT Thèse de doctorat es-sciences Physiques, université Paris Sud, centre d'Orsay,1972.

Perspectives

Il serait souhaitable de poursuivre ce travail pour confirmer les interprétations proposées, à savoir :

- 1-Réaliser des mesures de microdureté sur des aciers vieillis en conditions isothermes,
- 2-Faire des observations en microscopie électronique à transmission sur lames minces afin de poursuivre l'évolution de la précipitation dans ces aciers.

