

TP UEF MATA - 01

Traitements thermiques des aciers

Influence des conditions d'austénitisation, du milieu de trempe et de la nuance d'acier

Résumé *Ce TP a pour objectif l'étude des conditions de traitements thermiques des aciers, en particulier de trempe. Il s'agit de caractériser l'évolution des propriétés métallurgiques et mécaniques des pièces trempées en fonction des conditions de trempe (milieu, conditions aux limites...) et matériaux (composition chimique, taille de grains...).*

Important : le rendu sera de la forme rapport scientifique, en format électronique, regroupant les 2 séances de TP. La date limite de rendu vous sera précisée lors des séances de TP. Le rapport sera évalué tant sur la qualité scientifique du contenu que la forme.

Documents à disposition :

- Annexes de A à I ;
- Tableau de correspondance des duretés ;
- Extrait du *Précis de Métallurgie - Élaboration, Structures-Propriétés, Normalisation*, J. Barralis, G. Maeder, Éd. Nathan (2005).

Documents de référence :

- Norme NF EN ISO 10083-1 (2006-12-01), *Acier pour trempe et revenu - Partie 1 : Conditions techniques générales de livraison* ;
- *Conseils pour le traitement thermique des aciers à outils*, Collection ATS-OTUA (1983) ;
- *Méthode pratique de prévision de la réponse d'un acier aux traitements thermiques - Applications au choix de la nuance et à la mise au point du traitement thermique*, G. Murry, 2nd Éd., Collection ATS-OTUA (1984) ;
- *Atlas of Time-Temperature Diagrams for Irons and Steels*, Éd. G.F. Vander Voort, Collection ASM-International (1991).

1 Étude des milieux de trempe

On se propose d'étudier l'influence du milieu de traitement thermique de trempe sur la microstructure d'une nuance d'acier 42CrMo4. Des informations relatives à cette nuance sont reportées dans le tableau 1. Le diagramme TRC de cette nuance est fournie en annexe A.

Nuance : 42CrMo4 (AFNOR : 42CD4)								
%m. d'éléments						Température [°C]		
C	Mn	Si	S	Cr	Mo	Ac ₁	Ac ₃	M _s
0,42	0,75	0,25	<0,035	1,10	0,22	750	810	350

Tableau 1 – Composition chimique et températures caractéristiques de la nuance 42CrMo4

1.1 Courbe de refroidissement

En pratique, différents milieux de trempe peuvent être utilisés : les saumures, l'eau, les émulsions d'huiles, les gaz, l'air ou encore les sels fondus. Chaque milieu se caractérise par son indice de sévérité, ou encore indice de *Grossmann*, couramment noté H [mm^{-1}] :

$$H = \frac{\alpha}{2 \cdot \lambda} \quad (1)$$

avec α le coefficient de transfert de chaleur entre la pièce et le milieu de trempe, λ la conductivité thermique du milieu de trempe. Le tableau 2 donne des ordres de grandeur de l'indice H pour les milieux Air, Huile et Eau.

Agitation	Indice H [mm^{-1}]		
	Air	Huile	Eau
Aucune	0,0008	0,010 - 0,012	0,035 - 0,039
Moyenne		0,012 - 0,014	0,039 - 0,043
Modérée		0,014 - 0,016	0,047 - 0,051
Bonne		0,016 - 0,020	0,055 - 0,059
Forte		0,020 - 0,030	0,063 - 0,079
Violente		0,030 - 0,043	0,16

Tableau 2 – Ordres de grandeur de l'indice de *Grossmann*, H .

En fonction du milieu de trempe et de la dimension des pièces (cas d'un cylindre de révolution), il est possible de déterminer de manière rapide et approximative les vitesses de refroidissement. Plusieurs méthodes sont alors possibles en fonction des abaques à disposition :

- Courbes de refroidissement tracées sur transparent (Annexes B à D) ;
- Abaque $\Delta t_{300}^{700} = f(D, H, r/R)$ de l'Office Technique pour l'Utilisation des Aciers (OTUA), où t est le temps, D le diamètre de l'éprouvette, r et R les rayons d'étude et d'éprouvette respectivement (Annexe E).

L'utilisation de ces abaques conjointement aux diagrammes TRC permet d'estimer le durcissement après trempe de pièces en acier. Pour cela, **il sera nécessaire de tracer pour la nuance d'acier considérée la courbe $\Delta HRC = f(\Delta t_{300}^{700})$.**

1.2 Caractérisation des microstructures

Afin d'observer des microstructures, il est essentiel d'éliminer tous les défauts de surfaces pouvant empêcher, dégrader ou encore modifier les observations et les conclusions métallurgiques. Les surfaces à observer sont ainsi polies « miroirs ».

Pour faciliter le polissage, les échantillons peuvent être enrobés dans une résine à chaud (sombre de type bakélite) ou à froid (transparente de type époxy).

Afin de réaliser des observations de meilleure qualité et ne pas passer à côté d'informations, le polissage est une opération qui demande patience, rigueur et propreté.

Le polissage miroir est obtenu par différents polissages successifs. Un exemple de protocole dans le cas des aciers vous est donné ci-après :

- Polissage abrasif P180 ;
- Nettoyage à l'eau ;
- Polissage abrasif P500 ;
- Nettoyage à l'eau ;
- Polissage abrasif P1200 ;
- Nettoyage à l'eau ;
- Séchage éthanol puis sèche-cheveux ;
- Polissage feutrine avec solution de carbure de silicium 3 microns ;
- Nettoyage à l'eau ;
- Séchage éthanol puis sèche-cheveux ;
- Polissage feutrine avec solution de carbure de silicium 1 microns ;
- Nettoyage à l'eau ;
- Séchage éthanol puis sèche-cheveux ;

Afin de minimiser la présence de rayures sur les surfaces polies, il est conseillé :

- dans le cas d'un polissage manuel, de tenir l'échantillon en une position fixe sur le disque de polissage et de ne pas le déplacer sur ce dernier.
- nettoyer l'échantillon sous un filet d'eau entre chaque disque de polissage tout en passant son doigt propre sur la surface.
- nettoyer les disques de polissage sous l'eau après utilisation.

Il peut être judicieux de contrôler au microscope optique l'état de la surface lors des polissages successifs, notamment lors des dernières étapes de polissage sur feutrines. Si des rayures persistent, il peut être utile de nettoyer le disque ou encore de revenir au disque précédent.

Le temps de polissage et la force exercée sur l'échantillon lors du polissage sont deux paramètres empiriques propres à chaque opérateur. Des protocoles sont proposés en fonction de la dureté des matériaux et de leur composition chimique mais ne constituent pas de recettes miracles. De manière générale, il est conseillé de tourner l'échantillon de 90 degrés entre deux disques de polissage afin d'identifier plus facilement le temps à partir duquel il est possible de passer au disque suivant (élimination des rayures à 90 degrés dues au polissage précédent). La présence de rayures peut également être due à une force de polissage insuffisante.

Une fois le polissage miroir satisfaisant (sans rayures, sans poussières), la microstructure est révélée grâce à une attaque chimique par attaque différentielle des différentes phases et défauts composant le matériau. Dans le cas des aciers, une attaque couramment employée permettant de révéler les différentes phases est le Nital 3, 5 ou 8 % (solution d'acide nitrique dilué dans de l'éthanol). L'attaque dure quelques secondes à quelques minutes. Il est essentiel d'être attentif au changement de teinte de la surface. L'attaque chimique est stoppée en passant l'échantillon sous un filet d'eau. Il est ici déconseillé de toucher la surface de l'échantillon au risque de la rendre inobservable. L'échantillon est de nouveau séché à l'éthanol puis au sèche-cheveux.

Il peut être judicieux de vérifier au microscope optique l'état de la surface après attaque chimique. Si la microstructure n'est pas évidente, poursuivez l'attaque chimique. Si la microstructure présente un aspect brulée, trop sombre, sans possibilité de distinguer les différentes composantes microstructurales, il est nécessaire de repolir la surface par un polissage feutrine avec solution de carbure de silicium 1 microns jusqu'à éliminer l'attaque chimique, puis de recommencer cette dernière en adaptant le temps d'attaque.

1.3 Travail expérimental

Vous avez à disposition trois échantillons de nuance 42CrMo4 ayant subits trois trempes différentes. Chaque échantillon vous est fourni découpé et enrobé dans de la résine bakélite.

Observez la microstructure de ces trois échantillons en prenant soin d'explorer toutes les surfaces disponibles. Localisez, décrivez (nature, composition...) et schématisez les composantes microstructurales observées.

Déterminez les milieux de trempes associés. Vous prendrez soin de justifier vos réponses.

Vous pourrez vous aider du diagramme TRC (Annexe A) et du diagramme d'équilibre fer-carbone (Annexe F).

En fonction du temps qu'il vous reste à la fin des 2 heures, réalisez au moins trois essais de dureté Vickers sur chaque échantillon (HV0.2 = charge de 200 g pendant 10 à 15 s). Reportez les valeurs de dureté, leur moyenne ainsi que l'écart type associé dans un tableau. Les essais de dureté Vickers doivent être réalisés sur des surfaces polies miroirs. Deux empreintes de dureté Vickers doivent être distantes d'au moins 2,5 fois la diagonale du premier essai.

Ces mesures sont-elles en accord avec vos observations des microstructures et des diagrammes TRC ?

Vous prendrez soin de justifier vos réponses.

2 Étude de la composition chimique des aciers

On se propose d'étudier l'influence de la composition chimique des aciers sur le traitement thermique de trempe. Des informations relatives aux nuances étudiées sont reportées dans les tableaux 1, 3 et 4. Les diagrammes TRC de ces nuances sont fournis en annexes A, G et H.

Nuance : C45E (AFNOR : XC48)							
%m. d'éléments					Température [°C]		
C	Mn	Si	S	P	Ac ₁	Ac ₃	M _s
0,50	0,67	0,24	0,022	0,031	730	775	300

Tableau 3 – Composition chimique et températures caractéristiques de la nuance C45E

Nuance : 36NiCrMo16 (AFNOR : 35NCD16)											
%m. d'éléments									Température [°C]		
C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Cu	Ac ₁	Ac ₃	M _s
0,36	0,39	0,30	0,005	0,01	3,70	1,65	0,23	0,12	700	785	275

Tableau 4 – Composition chimique et températures caractéristiques de la nuance 36Ni-CrMo16

2.1 Travail experimental

Vous avez à disposition trois échantillons de nuances 42CrMo4, 36NiCrMo16 et C45E.

Mesurez la dureté (Rockwell HRC) initiale à coeur. Vous prendrez soins d'ébavurer puis de réaliser un léger polissage (papier abrasif P120 ou P180) de la surface analysée.

Austénitisez les échantillons à 875 °C pendant 15 min (42CrMo4, 36NiCrMo16) et 35 min (C45E). Après austénitisation, effectuez une trempe à l'huile. Attention de bien respecter le temps de refroidissement nécessaire à cette trempe.

Réalisez un léger polissage sur les deux faces planes (papier abrasif P120 ou P180) puis mesurez la dureté (Rockwell HRC) à coeur de ces trois échantillons après trempe ainsi qu'à 0,75 fois le rayon.

Remarque : pour chaque zone d'analyses, trois empreintes de dureté devront être réalisées au minimum. Les résultats de mesures de dureté (moyenne et écart-type) devront être reportés au sein d'un tableau. Deux empreintes de dureté HRC doivent être distantes d'au moins 4 fois le diamètre du premier essai.

2.2 Questions

1. Les conditions d'austénitisation vous semblent-elles correctes? Vous pourrez vous aider des diagrammes TRC. Argumentez votre réponse.
2. A partir des diagrammes TRC, décrivez les transformations lors de chaque trempe envisagée pour ces trois échantillons. Vous déterminerez entre autre le taux d'austénite résiduelle pour chaque échantillon en vous aidant de l'annexe I.
3. Estimez pour chaque nuance la dureté après trempe. Détaillez votre démarche.
4. Les valeurs de dureté obtenues sont-elles cohérentes les unes envers les autres? Argumentez votre réponse.
5. Comparez les valeurs de dureté mesurées avec celles préalablement estimées. Si des écarts de plus de 5 % sont obtenus, quelles hypothèses proposez-vous pour les justifier? Argumentez votre réponse.

3 Étude de paramètres thermique et matériaux

On se propose d'étudier l'influence des conditions d'austénitisation des aciers sur le traitement thermique en conditions isothermes. Les diagrammes TTT de la nuance étudiée (C35) sont fournis en annexes J et K.

1. Commentez l'évolution de ces diagrammes. Expliquez ces observations.
2. En considérant les mêmes conditions d'austénitisation que ces deux diagrammes TTT (850 °C pendant 1 h, et 1300 °C pendant 30 min), feriez-vous le même constat dans le cas d'un refroidissement continu (diagramme TRC)? Schématisez les diagrammes TRC correspondant.
3. On considère deux éprouvettes cylindriques de même diamètre et de nuance C35. Chaque éprouvette est austénitisée suivant une des conditions d'austénitisation ci-dessus (soit 850 °C pendant 1 h, soit 1300 °C pendant 30 min), trempée à l'eau puis découpée en deux. Sur un même graphique, tracez, de manière qualitative, les profils de dureté attendus après trempe en fonction de la position le long du diamètre des éprouvettes. Répondez en considérant deux cas de diamètres : cas d'un petit diamètre et cas d'un très grand diamètre de pièce.
4. Concluez quant à l'influence des conditions d'austénitisation.