



**HAL**  
open science

# Influence de la composition chimique sur le comportement mécanique, la formabilité et la trempabilité des aciers C18E et 22MnB5 utilisés dans l'industrie automobile

Thomas Chiavazza

► **To cite this version:**

Thomas Chiavazza. Influence de la composition chimique sur le comportement mécanique, la formabilité et la trempabilité des aciers C18E et 22MnB5 utilisés dans l'industrie automobile. Matériaux. Normandie Université, 2023. Français. NNT : 2023NORMC224 . tel-04301564

**HAL Id: tel-04301564**

**<https://theses.hal.science/tel-04301564>**

Submitted on 23 Nov 2023

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Normandie Université



UNIVERSITÉ  
CAEN  
NORMANDIE

## THÈSE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité CHIMIE

Préparée au sein de l'Université de Caen Normandie

**Influence de la composition chimique sur le comportement mécanique, la formabilité et la trempabilité des aciers C18E et 22MnB5 utilisés dans l'industrie automobile**

**Présentée et soutenue par  
THOMAS CHIAVAZZA**

**Thèse soutenue le 05/07/2023  
devant le jury composé de**

M. CLEMENT KELLER	Professeur des universités, EC NAT INGENIEURS TARBES	Rapporteur du jury
M. DENIS NAJJAR	Professeur des universités, ECOLE CENTRALE LILLE	Rapporteur du jury
MME SOPHIE EVE	Maître de conférences, Université de Caen Normandie	Membre du jury Co-encadrante
MME LORÈNE HERAUD	Maître de conférences, ENSAM CER BORDEAUX	Membre du jury
MME MARGAUX MARNIER	Docteur, Forvia Faurecia	Membre du jury
MME DELPHINE RETRAINT	Professeur des universités, UNIVERSITE TECHNOLOGIE TROYES	Président du jury
M. ERIC HUG	Professeur des universités, Université de Caen Normandie	Directeur de thèse

**Thèse dirigée par ERIC HUG (Laboratoire de cristallographie et sciences des matériaux (Caen))**





*Life is like riding a bicycle. To keep balance, you must keep moving*

A. Einstein, dans une lettre à son fils, 1930

*L'âme [...] est réellement distincte du corps, et toutefois, elle lui est si étroitement conjointe et unie qu'elle ne compose que comme une même chose avec lui*

R. Descartes, *Médiations métaphysiques*, 1641

# Remerciements

---

J'adresse en premier lieu mes remerciements à Eric Hug, mon directeur de thèse pour sa confiance et son encadrement pendant ces trois années, ses conseils lors de nos discussions formelles et informelles durant mes passages au laboratoire.

Je tiens ensuite à remercier Sophie Eve, ma co-encadrante de thèse pour son suivi, son aide, ses précieux conseils et les heures passées sur les corrections du manuscrit et de la présentation finale.

Je tiens également à remercier Margaux Marnier, encadrante industrielle, pour son suivi, ses conseils et son soutien lors de ces trois années.

Je remercie Aurélie Achille, co-encadrante industrielle, pour son suivi, son coaching, son soutien sans faille sur les aspects métallurgiques et fonctionnels qui m'ont permis d'évoluer durant trois ans.

Je remercie ensuite Delphine Retraint qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse. Ces remerciements s'adressent aussi à Clément Keller et Denis Najjar d'avoir accepté de rapporter mon travail réalisé sur ces trois dernières et pour le temps passé et les remarques très constructives sur ce travail. Je remercie enfin Laurène Hérault d'avoir accepté d'intégrer mon jury de thèse.

Ce travail n'aurait également pas été possible sans l'aide de l'ensemble de la Plateforme Collaborative des Matériaux, Olivier, Stéphane, Laurent, Corine, Jean-Philippe mais également Laurie ma stagiaire pendant cette thèse qui m'a permis d'obtenir de très nombreux résultats et ouvert sur des possibilités d'analyses complémentaires. Je remercie vivement les membres actifs durant cette thèse, David Even, Valérie Woimbée, Claude Colasse, Dominique Osmond pour l'ensemble des conseils, aide, travail réalisé pendant cette thèse. Je remercie également les personnes de Faurecia ayant travaillé de près ou de loin sur ce travail.

Je remercie également Cendrine Folton et les personnes du CRISMAT, Gael, Lydie, Jade, Rémi, Alix, Antoine pour les discussions et échanges qui me changeaient du monde industriel. Merci également à Xavier pour ses conseils précieux sur le MEB, Mayerling pour les échanges le long de la thèse et d'avoir accepté de me suivre lors du CSI. Merci aussi à Xavier Portier d'avoir accepté de participer à ce CSI.

Je tiens également à remercier ma famille, en ayant une pensée particulière à mes deux grands-mères, pour leur soutien à distance durant ces trois dernières années et également mes proches et camarades de route qui m'ont accompagné de longues heures sur le vélo à l'entraînement et sur les courses et qui m'ont aidé aussi à vulgariser mon travail.

# Table des matières

---

Introduction : Contexte et problématique de l'étude.....	1
Chapitre 1 : Etude bibliographique.....	5
1    Généralités sur les aciers.....	6
2    Le procédé de découpage fin .....	8
2.1    Principe général.....	8
2.2    Simulation de la mise en forme par découpage fin.....	11
3    Les inclusions dans les aciers.....	12
3.1    Les inclusions endogènes .....	13
3.2    Les inclusions exogènes (Kozakevitch et al, 1968; Pokorny et al, 1998).....	16
4    Le traitement thermique de carbonituration .....	17
5    Modification du cycle thermique et ses impacts sur les propriétés physico-chimiques. ....	20
5.1    Modification de la température et du temps de maintien .....	21
5.2    Rôle de la vitesse de refroidissement .....	22
6    Impact des éléments chimiques sur les transformations lors du refroidissement.....	28
7    Propriétés mécaniques associées aux aciers industriels.....	30
8    Conclusion et objectifs de la thèse.....	31
Chapitre 2 : Matériaux et méthodes.....	33
1    Matériaux utilisés .....	34
2    Méthodes et outils .....	34
2.1    Observations microstructurales .....	34
2.2    Essais mécaniques .....	43
2.3    Le simulateur thermomécanique Gleeble.....	46
Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial.....	57
1    Composition chimique et traitements thermiques utilisés.....	59
2    Propriétés des aciers initiaux .....	60
2.1    Analyse microstructurale.....	60
2.2    Propriétés mécaniques.....	66
3    Influence des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques ...	67
3.1    Analyse des microstructures selon les traitements thermiques.....	67
3.2    Analyse des propriétés mécaniques.....	83

Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe.....	101
1    Choix des cycles thermiques et mesure de la taille des anciens grains austénitiques .....	102
1.1    Cycles thermiques utilisés .....	102
1.2    Attaques chimiques et mesure de la taille de grain austénitique.....	102
1.3    Influence de la température et du temps de maintien sur les dga .....	105
1.4    Influence de la taille des grains austénitiques sur la structure après trempe et la dureté de l'acier C18E .....	109
2    Reproduction des traitements thermiques sur le 22MnB5.....	115
3    Construction des diagrammes de Transformation en Refroidissement Continu (TRC) .....	118
3.1    Détermination des vitesses de refroidissement utilisées pour tracer les diagrammes TRC des deux aciers .....	118
3.2    Exploitation des courbes dilatométriques et détermination des températures de début et fin de changement de phase .....	119
3.3    Essais dilatométriques.....	120
3.4    Observations microstructurales et dureté .....	121
3.5    Diagrammes TRC .....	121
4    Impact de la structure austénitique sur les propriétés mécaniques après trempe .....	126
Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés .....	135
1    Influence des vitesses de déformation sur les propriétés mécaniques .....	136
1.1    Choix des vitesses de déformation.....	136
1.2    Influence des vitesses de déformation sur les propriétés mécaniques .....	136
1.3    Etude du comportement mécanique .....	138
2    Création d'un outil instrumenté de semi-découpe .....	140
2.1    Présentation de l'outil .....	140
2.2    Mise en opération de l'outil .....	143
2.3    Choix des hauteurs de semi-découpe .....	144
2.4    Réalisation des échantillons .....	146
3    Analyses dimensionnelles et microstructurales des échantillons .....	147
3.1    Géométries des échantillons avant et après carbonituration .....	148
3.2    Analyse de la microstructure avant et après carbonituration .....	152
4    Impact de la présence d'inclusions sur la fissuration.....	163
4.1    Observation de la présence d'inclusions.....	163
4.2    Identification des inclusions .....	165
4.3    Comportement mécanique des inclusions lors de la mise en forme .....	177
Conclusion générale.....	183

## Table des matières

Références bibliographiques.....	187
Table des Figures.....	194
Table des tableaux.....	202



# Introduction : Contexte et problématique de l'étude

---

Dans le contexte actuel d'augmentation des coûts d'achat de la matière et du prix de l'énergie, la maîtrise du procédé de fabrication de pièces pour le secteur automobile est primordiale. Le mécanisme permettant le mouvement d'un siège de voiture est composé de dizaines de pièces avec des géométries plus ou moins complexes. La Figure 1 présente les différents mécanismes fabriqués par Forvia Faurecia.

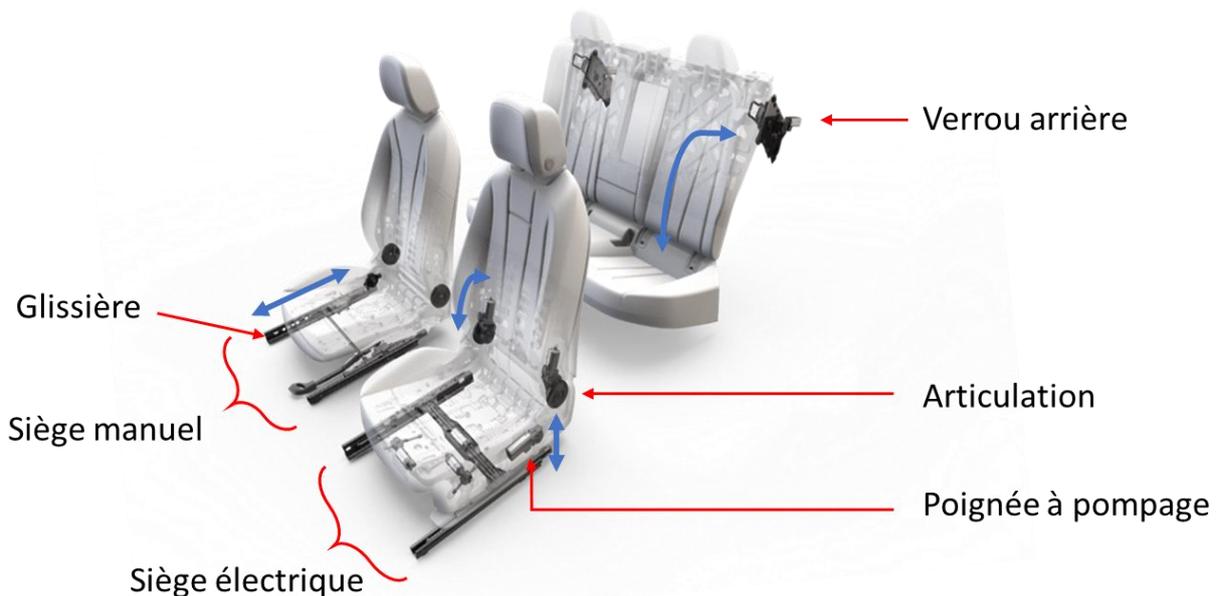


Figure 1 : Position des mécanismes fabriqués par Forvia Faurecia dans les sièges automobiles (Données Forvia Faurecia)

Les flasques mobiles sont des pièces développées et fabriquées sur le site Forvia Faurecia de Caligny. Ces flasques mobiles font partie d'un ensemble nommé « articulation » qui permet de modifier l'inclinaison du dossier du siège automobile. Elles possèdent des géométries très complexes (Figure 2), et nécessitent une excellente tenue mécanique pour résister aux chocs pouvant survenir lors d'un accident. Pour répondre au cahier des charges de ce type de pièces, une succession de procédés de mise en forme, de traitements thermiques, de nettoyage et de soudage doit intervenir.

L'acier utilisé doit pouvoir être mis en forme facilement, sans provoquer de fissuration ou de bavures en surface de la pièce. Sa microstructure doit pouvoir être modifiée par traitement thermique pour obtenir la résistance nécessaire, tout en permettant une bonne soudabilité ultérieure sur l'articulation.

## Introduction : Contexte et problématique de l'étude

La compréhension du comportement des aciers utilisés lors de la mise en forme par semi-découpe et du traitement thermique de carbonituration sont deux points primordiaux pour anticiper le comportement de la pièce en cas d'accident.

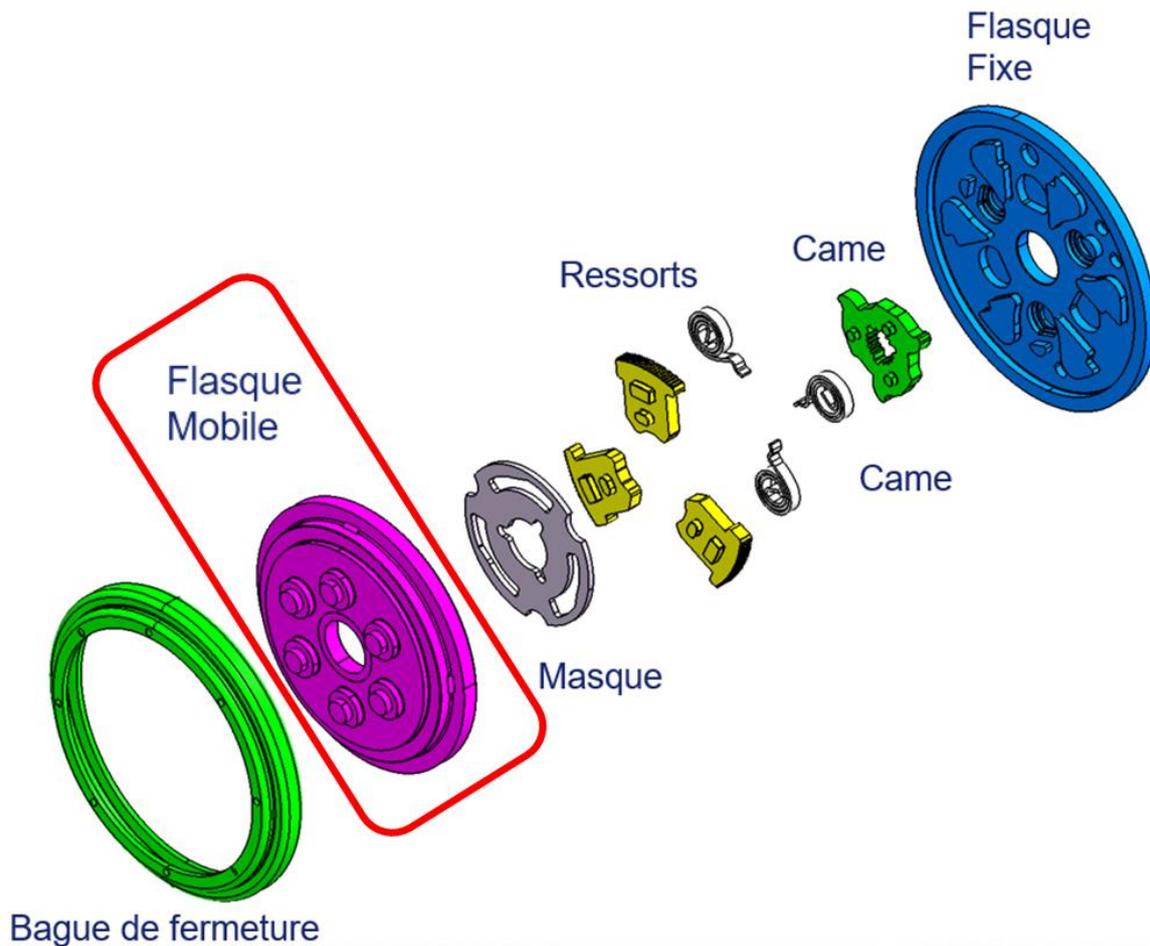


Figure 2 : Décomposition d'une articulation fabriquée par Forvia Faurecia. La pièce encadrée en rouge représente le flasque mobile

Une brève explication des problématiques rencontrées par Forvia Faurecia avec les flasques mobiles va permettre de comprendre quels sont les actuels points bloquants et quels sont les axes de travail qui seront considérés dans ce travail.

Les demandes des constructeurs automobiles en termes de tenue mécanique étant de plus en plus élevées pour satisfaire les contraintes de sécurité dans le véhicule, les flasques mobiles deviennent de plus en plus complexes à mettre en forme et le traitement thermique de plus en plus délicat à réaliser. Un acier bas carbone, utilisé depuis de très nombreuses années chez Forvia Faurecia, l'acier C18E, présente de nombreux avantages en termes de formabilité et permet une trempabilité (capacité à former une structure martensitique après refroidissement) qui jusqu'alors était satisfaisante pour la fabrication ce type de pièces. Cependant, les critères qualité devenant de plus en plus complexes, ces

## Introduction : Contexte et problématique de l'étude

deux premières étapes posent des problèmes. De la fissuration ainsi que des criques ont été observées sur les pièces après mise en forme provoquant des rebuts. Après traitement thermique, des pièces se retrouvent donc qualifiées de non-conformes. Deux causes majeures sont relevées. Dans un premier temps, les pièces ne respectent plus les spécifications en termes de dureté superficielles et à cœur. Dans un second temps, les cotes des pièces ne sont plus conformes aux spécifications, la micro-denture de la pièce (Figure 3) n'est plus en phase avec les cotes initiales. Un acier faiblement allié, l'acier 20MnB5, testé depuis quelques années permet un très bon comportement en traitement thermique. Toutefois, l'utilisation de cet acier conduit à la chute de la durée de vie des outils de semi-découpe et de nombreuses pièces se retrouvent fissurées dans les zones où les contraintes internes sont les plus concentrées.



**Figure 3 : Flasque mobile avec micro-denture**

La mise en forme étant très complexe sur ce type d'acier, il devient crucial de comprendre les comportements de la matière face à ce procédé et d'anticiper les microstructures qui se créent après la trempe à l'huile des pièces. Cette trempe à l'huile est l'étape finale du procédé de carbonituration permettant d'obtenir des duretés de surface de l'ordre de 700 à 900 HV<sub>0.3</sub> afin d'éviter le matage des micro-dentures lors du verrouillage de l'articulation. Des duretés à cœur supérieures à 400 HV<sub>10</sub> sont nécessaires pour garantir la tenue mécanique de l'articulation. Des tolérances dimensionnelles pouvant aller jusqu'au centième de millimètre en fonction des cotes de la pièce s'appliquent alors.

### **Choix des matériaux**

Ainsi, pour les besoins du procédé industriel, les aciers doivent combiner une excellente formabilité, une trempabilité élevée, une soudabilité importante, et une disponibilité mondiale permettant une mise en production dans les différentes usines dans le monde, tout en garantissant un prix contenu. Pour répondre à ces différentes problématiques, le choix des aciers devient très restreint. Un travail avec le fournisseur CD Waelzholz a permis d'identifier une première alternative possible à l'acier C18E. Cet acier, évolution du 20MnB5 utilisé couramment par Forvia Faurecia, nommé « 22MnB5 low Yield Strength », présente des propriétés mécaniques plus favorables à la semi-découpe que le 20MnB5, du fait de son allongement plus élevé et sa contrainte maximale plus faible. En outre, ce nouvel acier se rapproche, par ses propriétés mécaniques, de l'acier C18E.

De plus, l'expérience a montré que la trempabilité des aciers micro-alliés au bore était très supérieure à celle des aciers non-alliés. L'utilisation d'une combinaison d'un acier allié au bore avec des propriétés mécaniques proches de celles de l'acier non allié devrait entraîner une amélioration du comportement en mise en forme et en traitement thermique. Cet acier allié au bore voit également une diminution du nombre d'éléments dits « résiduels », *i.e.* présents naturellement dans l'acier. Ces éléments, souvent nuisibles aux propriétés, proviennent généralement des premières étapes de coulée et sont difficilement éliminables dans les aciers non alliés.

### **Plan du mémoire de thèse**

Une première étude bibliographique permettra d'explicitier les procédés utilisés pour fabriquer un flasque mobile. Une énumération des méthodes et outils utilisés pour caractériser et étudier les comportements des deux aciers sera ensuite donnée, ce qui permettra de poursuivre sur la caractérisation complète des deux aciers avant et après quatre traitements thermiques couramment utilisés par Forvia Faurecia. Les premières conclusions tirées à l'issue de cette étude permettront de comprendre l'impact d'une modification des paramètres de traitement thermique sur les aciers et montrera la nécessité de créer le diagramme de Transformation en Refroidissement Continu (TRC) des aciers pour anticiper leur comportement face au traitement thermique. Une discussion scientifique montrant l'impact des inclusions et des éléments présents dans les aciers considérés sur les étapes du procédé sera proposée. L'augmentation des connaissances lors de la mise en forme permettra finalement une meilleure appréhension des propriétés d'usage des aciers nécessaires pour un meilleur contrôle du procédé complet.

# Chapitre 1 : Etude bibliographique

---

La mise en forme et le traitement thermique des aciers sont deux domaines de la métallurgie particulièrement importants à considérer par l'industrie automobile pour la création de pièces nécessitant une excellente formabilité et une résistance mécanique importante. Le traitement thermique complète le procédé de mise en forme, pour conférer à la pièce des propriétés mécaniques finales adéquates avec son utilisation future.

Pour la fabrication de pièces complexes, un procédé de mise en forme par découpage fin peut être utilisé. Cette technique, présente depuis plus de 20 ans, a été continuellement améliorée pour permettre une production cadencée et reproductible de pièces répondant à une grande finesse dimensionnelle imposée par le cahier des charges (Lange et *al.*, 1997).

L'utilisation d'aciers bas carbone pour la fabrication de flasques mobiles par un procédé de semi-découpe est extrêmement répandue. Ces aciers, possédant pour la plupart une structure composée de ferrite et de globules de cémentite, sont employés en raison de leur faible résistance mécanique et de leur allongement important. Cependant, les aciers bas carbone contiennent souvent des éléments dits « résiduels », c'est-à-dire des éléments présents de manière involontaire et qui ne peuvent pas être enlevés. Ces éléments, dont certains peuvent nuire au procédé de mise en forme et au traitement thermique ultérieur, sont présents en quantités non contrôlées et variables dans la matière. Après traitement thermique, les phases métallurgiques obtenues peuvent ainsi varier en fonction du lot de matière reçu, et certaines pièces formées peuvent s'avérer défectueuses ou non conformes aux spécifications du cahier des charges.

Après quelques généralités sur les aciers, un état de l'art est réalisé, visant dans un premier temps à décrire les procédés de fabrication utilisés pour les flasques mobiles. Les types d'inclusions présents dans les aciers et leur influence sur la mise en forme et les phases métallurgiques obtenues après le traitement thermique seront ensuite décrits.

# 1 Généralités sur les aciers

Un acier est un alliage de fer et de carbone (pourcentage massique de carbone inférieur à 2,14%). L'alliage Fe-C présente, à l'équilibre, trois solutions solides d'insertion en fonction de la gamme de températures à laquelle il est observé (Figure 4) pour deux structures cristallines. Pour des températures inférieures à 912 °C, une première solution solide cubique centrée est la ferrite  $\alpha$ . Dans les gammes élevées de températures (supérieures à 912 °C), l'alliage se stabilise en une solution solide cubique à faces centrées nommée austénite  $\gamma$ . Entre 1394 °C et 1538 °C, une seconde solution solide cubique centrée nommée ferrite  $\delta$  apparaît. Les atomes de carbone se positionnent sur les sites tétraédriques dans la maille cubique centrée alors qu'ils se retrouvent sur les sites octaédriques pour la maille cubique à faces centrées.

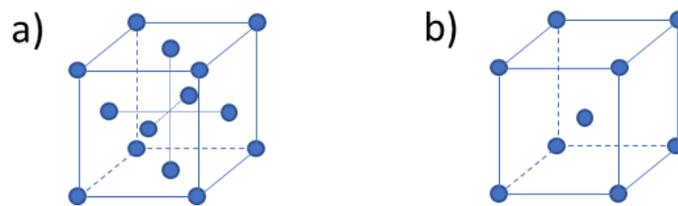


Figure 4 : Structure des mailles cristallines d'équilibre de l'alliage Fe-C : a) cubique à faces centrées ; b) cubique centrée

Le paramètre de maille de la ferrite  $\alpha$  est de 28,6 nm à 20 °C, celui de l'austénite  $\gamma$  de 35,8 nm, du fait de la plus grande distorsion du réseau cristallin de l'austénite, liée à une plus forte teneur en carbone. Aussi, lors du changement de phase austénite en ferrite, une variation de volume est observée.

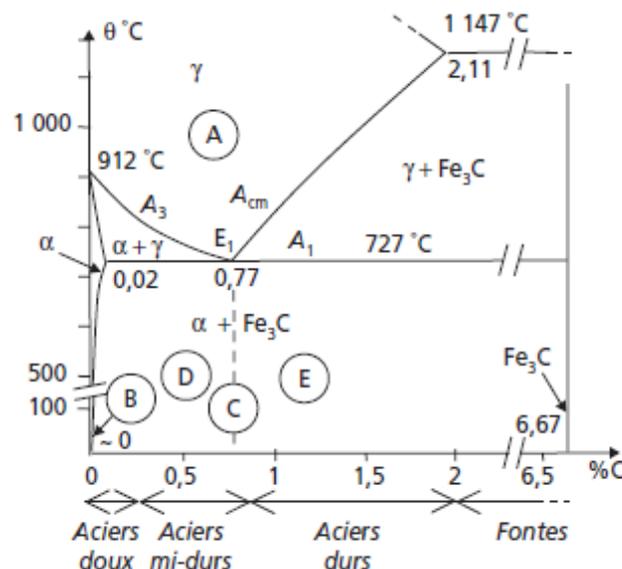


Figure 5 : Diagramme de phase métastable FeC. De A à E, les structures des phases en présence (A, Austénite ; B Ferrite ; C, Perlite ; D, Ferrite et Perlite ; et E, Cémentite et Perlite). (Dumas 2008)

Des éléments d'additions et résiduels, tels que le manganèse, le silicium ou le chrome, sont présents en faible quantité dans les aciers. Ces éléments modifient le tracé du diagramme d'équilibre Fe-C (Figure 5) et les domaines de stabilité des phases  $\alpha$  et  $\gamma$ . On trouve d'un côté les éléments dits « alphagènes », qui augmentent le domaine d'existence de la phase  $\alpha$  tout en réduisant le domaine de stabilité de la phase  $\gamma$ . Les éléments alphagènes usuels sont Si, Al, Cr, Mo, et Ti. D'un autre côté, les éléments dits « gammagènes » augmentent le domaine d'existence de la phase  $\gamma$  tout en diminuant la stabilité de la phase  $\alpha$ . Les éléments gammagènes sont Ni, Mn, Co, N et Cu.

La cémentite, composé défini  $\text{Fe}_3\text{C}$  se retrouve dans les aciers sous forme de lamelles dans la perlite (alternance de ferrite et de cémentite) ou sous la forme de globules, appelés carbures. On trouve également dans les aciers des éléments appelés « carburigènes », qui ont une affinité avec le carbone plus importante que le fer tel que Mn, Cr, Mo, V ou W. Ces éléments vont se combiner avec le carbone de l'acier pour former, entre autres, des carbures de type  $\text{M}_3\text{C}$ , avec M un métal, en lieu et place de la cémentite  $\text{Fe}_3\text{C}$ . Le diagramme de phase Fe-C (Figure 5) fournit des informations sur les transformations possibles et les phases résultantes de ces transformations à l'équilibre thermodynamique lors d'un refroidissement très lent.

Pour la fabrication des plaques mobiles, on utilise généralement des aciers hypoeutectoïdes (gamme de composition comprise entre 0.02 et 0.77%C) possédant une teneur en carbone comprise entre 0,1% et 0,3% massique, qui présentent une bonne déformation à froid. A la suite d'un chauffage à une température supérieure à 900 °C et un maintien à cette température permettant la transformation complète des phases présentes dans l'acier en austénite (zone A), un refroidissement lent va permettre la formation d'un acier situé dans la zone D. Au cours du refroidissement, de la ferrite proeutectoïde se forme, avant le passage du palier eutectoïde, à 727 °C, pour lequel une réaction isotherme conduit à la formation de perlite lamellaire (Figure 6). Ainsi, à température ambiante, les aciers hypoeutectoïdes stables contiennent de la ferrite et de la perlite.

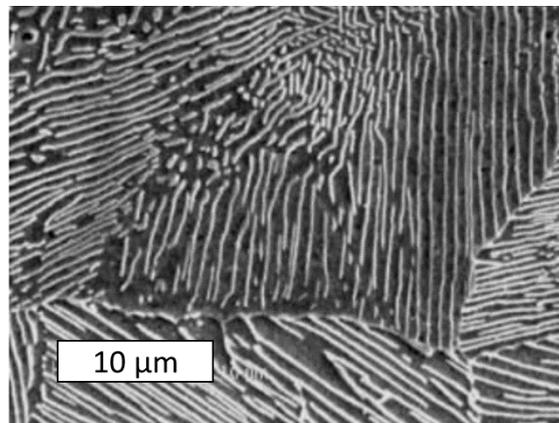


Figure 6 : Microstructure perlitique (Ruste, 2008)

Les autres zones du diagramme montrent les microstructures créées après refroidissement d'aciers possédant d'autres teneurs en carbone. La zone B représente la structure d'un acier très bas carbone (< 0.02%), composé entièrement de ferrite. La zone C représente un acier à la composition de l'eutectoïde (0.77%C), composé uniquement de perlite issue de la transformation eutectoïde, et présentant une microstructure lamellaire (Figure 6). Enfin la zone E correspond à la composition des aciers dont la teneur en carbone est supérieure à celle de l'eutectoïde (> 0.77%), possédant une microstructure composée de cémentite proeutectoïde et de perlite.

Les aciers destinés au découpage fin subissent généralement un recuit de globularisation transformant la perlite lamellaire en globules de cémentite dans la ferrite, favorisant la mise en forme (Lange et al., 1997)

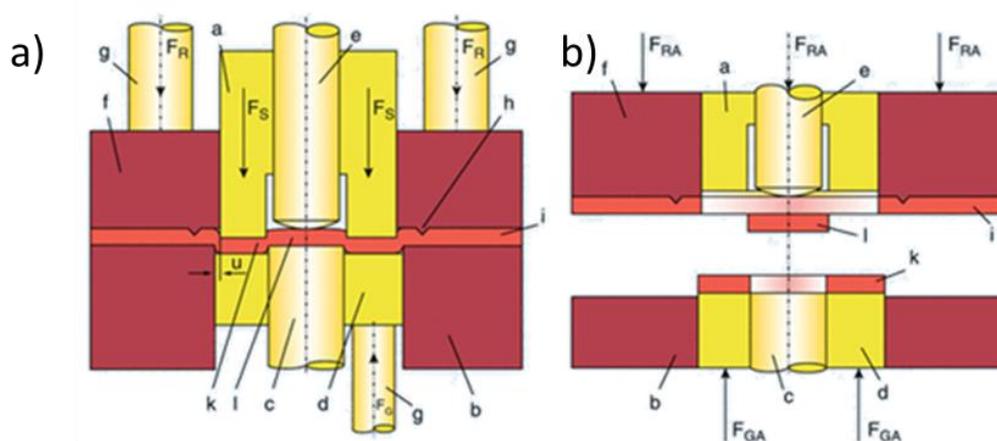
## 2 Le procédé de découpage fin

### 2.1 Principe général

Le formage est un procédé de mise en forme consistant à changer la forme d'une pièce sans changement de masse ou de composition chimique ((DIN 8580, 2003)). La dénomination de formage à froid est utilisée quand le procédé est utilisé à température ambiante, sans chauffage préalable. Le découpage fin correspond ainsi à ce type de mise en forme (Lange et al., 1997) et utilise un ensemble poinçon/matrice permettant de donner des géométries précises aux pièces.

Ainsi, le découpage fin permet l'obtention de pièces présentant des géométries complexes, tout en garantissant une précision dimensionnelle de l'ordre du micron, l'obtention d'une surface propre et lisse, et une cadence de production élevée.

Schulz (Schulz, 2014) décrit les principales forces mises en jeu lors du procédé et les différentes pièces qui composent l'outil (Figure 7). Lors du cycle de coupe, une force  $F_R$  est appliquée sur les guides et les bagues en V visant à maintenir la plaque d'acier. Les guides plaquent la pièce sur la matrice et les bagues en V entrent dans la matière, assurant son maintien complet lors du process. Les goupilles de pression permettent d'assurer une contre force  $F_G$ , nécessaire pour garder l'éjecteur plaqué sur la pièce pendant que la force de découpe  $F_S$  conduit à la découpe de l'acier. Une fois la hauteur de la semi-découpe atteinte, la force d'éjection  $F_{GA}$  permet de ramener la matrice à sa position d'origine en soulevant la pièce. La chute, correspondant à l'acier découpé lors de la découpe complète, est alors éjectée par la force de chute  $F_{RA}$ , libérant ainsi le squelette (matière restante une fois la pièce découpée) du poinçon (Figure 7 b)).



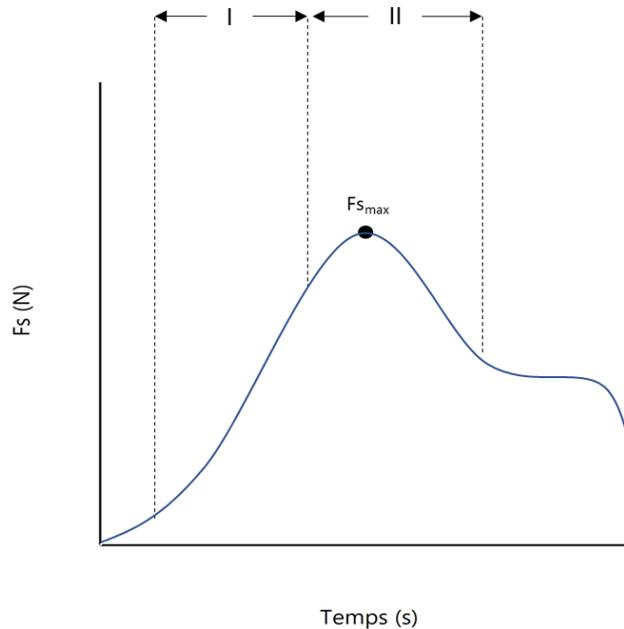
- a – Poinçon
- b – Matrice
- c – Perforateur
- d – Ejecteur
- e – Ejecteur de chute
- f – Guide
- g – Goupille de pression
- h – Bague en V
- i – Plaque métallique
- k – Pièce finale
- l – Chute
- $F_S$  – Force de découpe
- $F_R$  – Force de maintien
- $F_G$  – Contre force
- $F_{GA}$  – Force d'éjection
- $F_{RA}$  – Force de chute

Figure 7 : a) Principe du découpage fin et b) Schéma de l'éjection de la pièce et sa chute (Lange et al., 1997)

Thipprakmas (Thipprakmas, 2009) et Kwak (T. Kwak et al., 2003) ont étudié l'impact de la taille de la bague en V sur l'écroutissage local de la pièce obtenue et sur le comportement de l'outil lors de la découpe. Plus l'empreinte en V occupe de volume, plus les risques d'écroutissage en surface de la pièce sont importants, et peuvent entraîner une fissuration superficielle. Aussi Wang, (Wang, 2015) propose un modèle permettant d'éviter l'utilisation de bagues en V en utilisant un creux dans la matrice. Ce creux permet à l'outil de s'ancrer efficacement dans la matière. Wang indique que la qualité des découpes réalisées sans bagues en V est supérieure à celles obtenues par découpe classique. La force de maintien et la contre force doivent également être optimisées pour éviter une rotation de l'écoulement de la matière lors du cycle. Des essais menés par Forvia Faurecia avec un procédé similaire à Wang ont conduit à l'utilisation d'un outillage de découpage fin sans bagues en V.

Lorsque le poinçon rentre dans la matière, la force de découpe augmente (domaine de comportement élastique (domaine I, Figure 8)), puis dans le domaine de comportement plastique (domaine II, Figure 8, mise en forme). La force de découpe va alors atteindre un maxima ( $F_{S_{max}}$ ), puis diminuer au fur et à

mesure jusqu'à atteindre un plateau de force (force minimum pour achever la découpe) et enfin s'annuler lorsque la découpe est complète.



**Figure 8 : Schéma du cycle de découpage fin représentant la force de découpe en fonction du temps**

Pour réaliser les géométries complexes des flasques mobiles, plusieurs étapes de semi-découpe sont nécessaires. Une étape intègre la découpe complète tandis que les autres étapes sont dites de semi-découpe. Ces étapes intermédiaires permettent la création des étages présents sur les pièces, et également des dentures (Figure 3).

Pour garantir des semi-découpes de qualité, il est nécessaire d'optimiser le jeu entre le poinçon et la matrice. Le jeu se définit comme l'écart entre la dimension du poinçon et celle de la matrice. Un jeu positif signifie que la matrice est plus grande que le poinçon, alors qu'un jeu négatif utilise une matrice plus étroite que le poinçon (Figure 9). Les jeux négatifs sont généralement utilisés pour les étapes de semi-découpes, car ils conduisent à une plus grande précision dimensionnelle des pièces formées.

La question de l'optimisation du jeu dans le procédé industriel a été étudiée de manière expérimentale et également numérique. Sahli (Sahli et *al.*, 2020) indique qu'une réduction du jeu conduit à une diminution de la fissuration de la pièce, et augmente la qualité de surface. Quasi (Quasi et *al.*, 2012) a étudié l'impact d'une modification d'un jeu positif et montre qu'une minimisation de la fissuration et des bavures est possible en utilisant un jeu inférieur à 5% par rapport à l'épaisseur de la tôle. Faura (Faura et al 97) a proposé une méthodologie permettant l'obtention de paramètres optimaux du jeu en utilisant la méthode des éléments finis. Cependant, l'influence de jeux négatifs est très peu étudiée dans la littérature. Fan et Li (Fan et al, 2009) ont été les premiers à examiner l'utilisation d'un jeu

négatif pour le procédé de découpage fin. Par la suite, Huang et Fan ((Huang et *al.*, 2011), (W. Fan et *al.*, 2012)) ont montré que malgré une amélioration de l'état de surface en évitant les bavures, la force nécessaire à une semi-découpe avec un jeu négatif entre la matrice et le poinçon était significativement plus importante que pour le procédé avec un jeu positif, et que la durée de vie de l'outil utilisé en était réduite. Cela étant, les presses utilisées industriellement permettent de compenser l'augmentation de la force nécessaire à la fabrication des pièces, et les retours d'expériences permettent d'optimiser la conception des outils afin de les rendre rentables malgré leur usure prématurée.

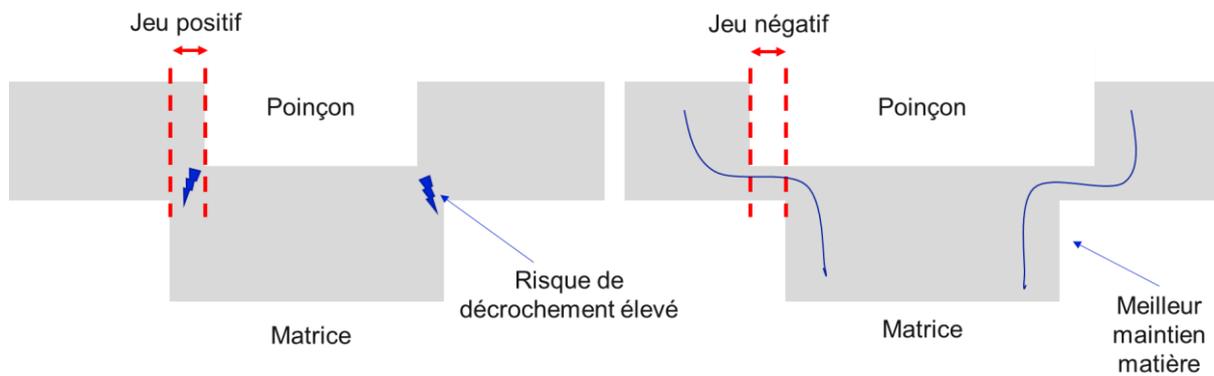


Figure 9 : Représentation du jeu positif et négatif présent sur une éprouvette semi-découpée par découpage fin

## 2.2 Simulation de la mise en forme par découpage fin

La simulation du découpage fin est un domaine très étudié, car il nécessite la mise en œuvre de peu de moyens expérimentaux coûteux, et permet la prédiction du comportement d'un matériau pendant la découpe. Les phénomènes de fissurations et de bavures, les contraintes internes se développant dans le matériau et dans l'outil, ainsi que les déformations associées, ont été particulièrement étudiés dans la littérature (Quasi et al, 2012 ; Sahli et *al.*, 2020).

Les outils de simulation basent leurs prédictions sur des cartes matériaux, qui sont créées principalement à partir des lois de comportement en traction et des lois d'écoulement de la matière.

La courbe de traction d'un matériau permet de caractériser son comportement plastique. Pour les pièces impliquant une déformation très importante au cours de leur mise en forme, la composante élastique du comportement de la matière est négligeable par rapport à sa composante plastique. La représentation graphique de cette courbe (contraintes vraies en fonction de la déformation vraie) donne la courbe d'écoulement du matériau (Figure 10). Les cartes matériaux sont ensuite créées, notamment en utilisant l'équation d'Hensel et Spittel (équation 1) ((Chadha et *al.*, 2018; Hensel et al,

1978; Meyer et *al.*, 1997). Cette loi empirique s'applique aux matériaux présentant un comportement viscoélastique ( $T, \dot{\epsilon}$ ) et prend en compte les phénomènes d'écroutissage et d'adoucissement. Les courbes d'écoulement permettent ainsi une extrapolation aux grandes déformations.

$$\sigma = A e^{m_1 T} T^{m_9} \epsilon^{m_2} e^{\frac{m_4}{\epsilon}} (1 + \epsilon)^{m_5 T} e^{m_7 \epsilon} \dot{\epsilon}^{m_3} \dot{\epsilon}^{m_8 T} \quad (1)$$

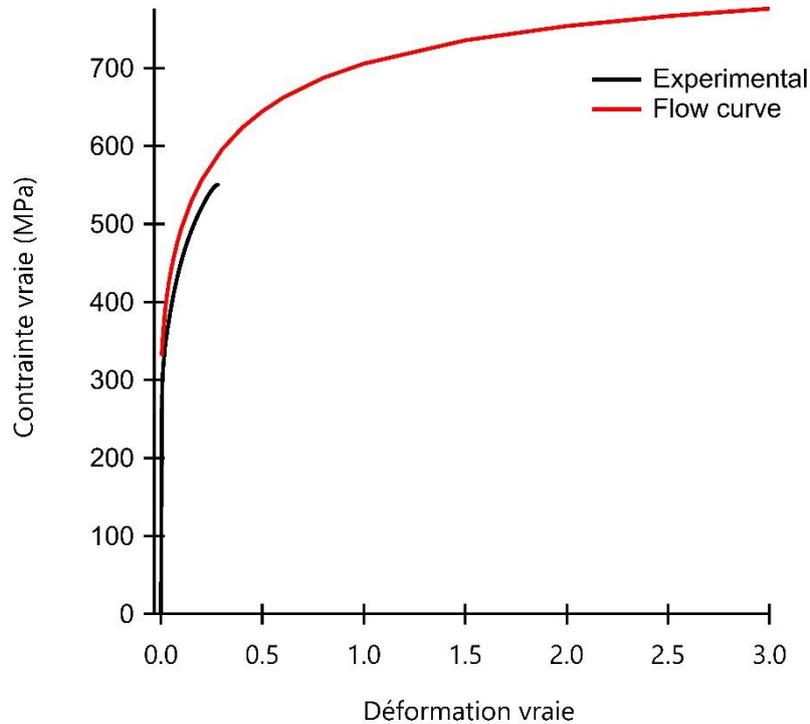


Figure 10 : Courbe d'écoulement (valeurs de contraintes et déformations vraies, en rouge) comparée à la courbe issue de la machine de traction de l'acier 22MnB5

### 3 Les inclusions dans les aciers

Les propriétés intrinsèques des aciers, et donc leurs utilisations, dépendent principalement de leur composition chimique. Outre le fer et le carbone, les aciers peuvent contenir deux types d'éléments. Tout d'abord, les éléments d'addition sont intentionnellement ajoutés à l'acier afin de lui procurer certaines caractéristiques. Au contraire, les éléments résiduels sont présents involontairement, et induisent des propriétés généralement non voulues. Une description plus détaillée de ces éléments, leur origine, la forme qu'ils prennent dans l'acier final, ainsi que les propriétés qui en découlent, va être explicitée dans ce chapitre.

Pour comprendre l'origine de la présence des éléments résiduels dans les aciers, il faut remonter au début du procédé de production du matériau, c'est-à-dire dans les hauts fourneaux. Avant et pendant la solidification de l'acier, trois types d'inclusions non métalliques peuvent se former : des oxydes, des nitrures et des sulfures.

- Les oxydes peuvent se former (i) par addition des agents désoxydants (Mn, Si, Al, Ca), qui fixent l'oxygène présent dans l'acier sous forme d'oxydes qui restent dans la matière ; (ii) par réoxydation volontaire pendant la coulée d'aciers non calmés (principalement utilisée pour réduire la proportion d'aluminium dans l'acier) ; ou encore (iii) par réoxydation involontaire pour les aciers contenant des éléments d'alliages ayant une forte affinité avec l'oxygène, tels que Al, Cr, etc. Ces inclusions sont généralement visibles après polissage miroir sous forme de zones sombres observables au microscope optique.
- Les nitrures de Ti, V, Zr, Nb, se solidifiant dans l'acier liquide dans des zones de sursaturation du soluté, entraînant leur germination et leur croissance, sont facilement reconnaissables par leur forme géométrique et leur coloration orangée par observation au microscope optique sans attaque chimique.
- Comme les nitrures, les sulfures de Mn, V, Ti se forment dans l'acier liquide et se solidifient avant la solidification du métal. Ils sont visibles au microscope optique et identifiables à leur forme allongée et sombre.

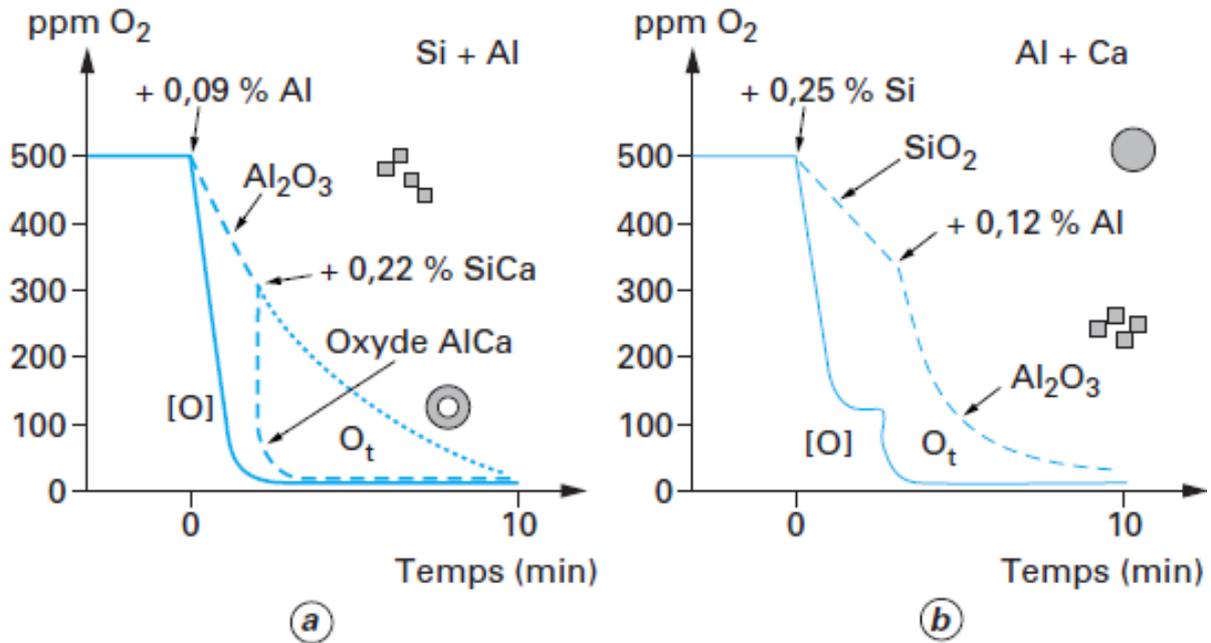
La formation des inclusions non métalliques doit donc être décrite pour comprendre quelles peuvent être les différences de composition chimique entre ces inclusions et leur impact sur les propriétés finales de l'acier.

### 3.1 Les inclusions endogènes

Les éléments ajoutés volontairement à l'acier forment lors de la désoxydation des inclusions endogènes (Pokorny et *al.*, 1998). Ces inclusions sont formées après plusieurs étapes :

- Une sursaturation locale est d'abord créée par la dissolution du désoxydant.
- Une germination homogène de l'oxyde est induite par une sursaturation suffisante alors qu'une germination hétérogène est induite par une sursaturation insuffisante, épitaxie sur les particules existantes dans l'acier liquide.
- La sursaturation diminue localement du fait de la croissance des oxydes, alimentée par la diffusion.
- Les particules créées décantent et s'agglomèrent. De l'oxygène est encore présent dans le liquide, mais ne permet plus la formation d'oxydes.
- Des désoxydants sont réintroduits pour éliminer le reste des oxydes. Des inclusions primaires sont alors à nouveau formées, suivies par l'apparition d'inclusions secondaires dues à la diminution de la solubilité des éléments lors du refroidissement.

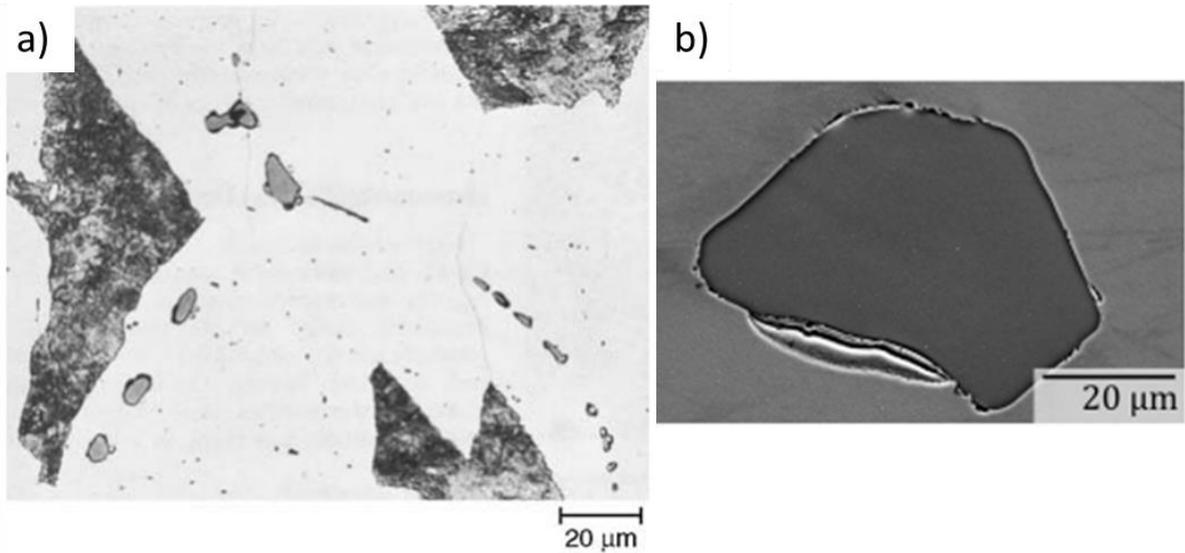
Pour favoriser la dissolution des éléments ajoutés, une agitation du métal liquide sous argon est nécessaire. Cette agitation en bullage permet également une homogénéisation de la répartition des inclusions formées, et une décantation des plus denses. Celles restant dans le liquide s'agglomèrent alors, et s'amalgament en diminuant la quantité d'oxygène restant (Figure 11).



- [O] teneur en oxygène dissous dans le métal
- O<sub>t</sub> teneur totale en oxygène (désoxydation Si + Al ou Al + Ca)
- teneur totale en oxygène (désoxydation Al seul)

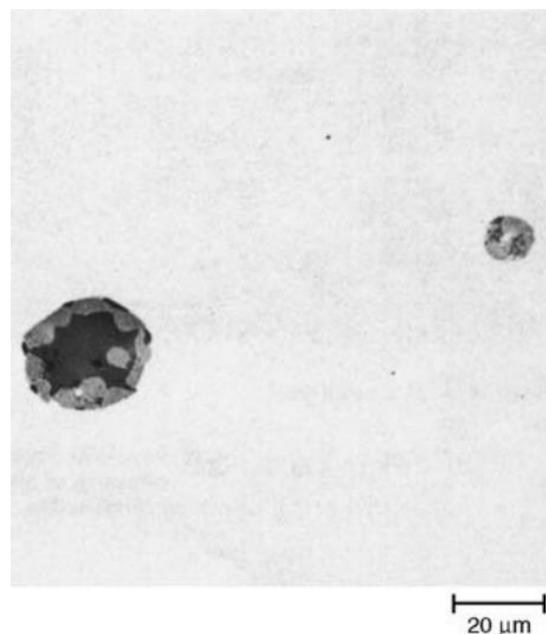
Figure 11 : Evolution de la concentration en O<sub>2</sub> lors d'une désoxydation séquentielle (Pokorny et al., 1998)

Suivant ce mécanisme de formation des inclusions endogènes, plusieurs autres types d'inclusions peuvent se former lors de la fabrication de lingots d'aciers bas carbone. On retrouve, dans les aciers possédant une teneur en manganèse supérieure à 0.5%, principalement des sulfures de manganèse (Figure 12). Ces inclusions possèdent une forme arrondie et sont alignées.



**Figure 12 : a) Sulfures de manganèse présent aux joints de grain d'un acier XC15 contenant de la perlite (sombre) dans une matrice ferritique (clair) (attaque au Picral) (Stefanescu et *al.*, 2004). b) Sulfure de manganèse présent dans un acier 16MnCr5S brut de fonderie (C. Kusche et *al.*, 2020)**

Des inclusions mixtes peuvent également se former dans les aciers par association de sulfures avec d'autres éléments tels que Ca, Al, et Si. Ces inclusions sont composées d'une enveloppe de sulfure et d'un noyau fragile composé des éléments cités (Figure 13).



**Figure 13 : inclusion mixte composée d'une enveloppe de sulfure de calcium et d'un cœur d'aluminate de calcium (Stefanescu et *al.*, 2004)**

### 3.2 Les inclusions exogènes (Kozakevitch et al, 1968; Pokorny et al, 1998)

Des inclusions exogènes sont des inclusions qui ne sont pas liées à des éléments volontairement introduits dans l'alliage, mais qui apparaissent durant le processus de fabrication du métal. Par exemple, pendant les étapes où le métal est liquide, celui-ci est en contact avec les matériaux réfractaires du creuset, dont des particules peuvent se détacher et s'incorporer dans le métal. Si cet entrainement se produit tardivement pendant le processus (*i.e.* lors de la coulée), les inclusions alors formées sont dites « exogènes ». Elles peuvent alors réagir avec le métal et donner des inclusions mixtes. Les éléments résiduels présents dans le minerai peuvent être également à l'origine d'inclusions (formation des nitrures ou carbonitrures de titane particulièrement). Les éléments d'alliages ou résiduels restent cependant la première source de formation des inclusions exogènes. Les étapes amenant à la formation de ces inclusions peuvent se décrire comme suit :

- Glaçage par fusion superficielle des réfractaires (permettant la réduction de l'impact de la porosité du réfractaire par création d'une couche fondue de réfractaire en surface de celui-ci)
- Attaque chimique de la couche visqueuse créée suivant la différence de basicité du laitier (soit les scories, exemptes de fer, et contenant les impuretés et éléments chimiques éliminés lors des étapes de désoxydation) et du réfractaire, et formation d'un flux
- Entrainement des gouttelettes de flux dans la lingotière
- Attaque des réfractaires par les désoxydants (Mn, Al, Ca) créant les oxydes correspondants
- Réintroduction des produits d'attaque du laitier pendant la coulée suivante en poche

Les désoxydants tels que Mn, Al et Ca attaquent chimiquement le revêtement réfractaire de la poche de coulée et le répartiteur (Figure 14), ce qui libère dans le métal des éléments qui s'intègrent alors dans les inclusions déjà présentes dans le métal liquide.

L'acidité des réfractaires va entraîner une variabilité de la résistance à l'attaque chimique par Al et Ca. Plus le réfractaire sera acide (à base de Si, Zr ou Cr), plus il servira de réservoir d'oxygène et l'obtention d'aciers à bas taux d'oxygène sera difficile. En outre, les basses teneurs en soufre ne permettent pas une réoxydation du bain par les réfractaires. La réaction Métal-Oxyde + [Soufre] → Métal-Soufre + [Oxyde] est favorisée par les désoxydants tels que le calcium. Il est donc important de contrôler les réfractaires, la désoxydation, et les éléments présents dans le métal afin d'obtenir une quantité d'inclusion la plus faible possible et ne pas être impacté par la réaction décrite précédemment.

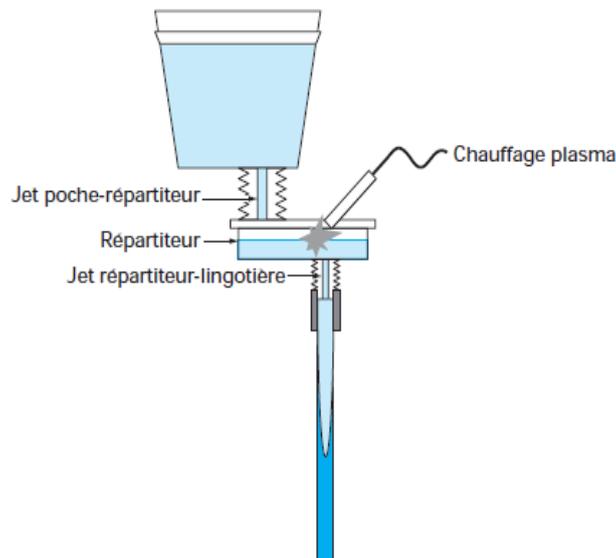


Figure 14 : représentation poche, répartiteur pendant le processus de formation de l'acier (Dulcy et *al.*, 2007)

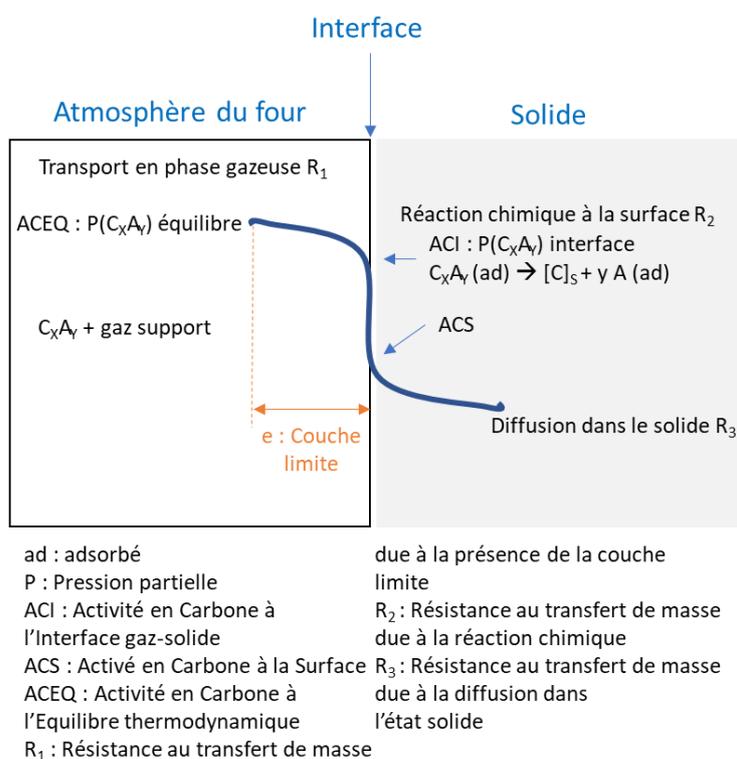
La considération des inclusions dans la structure finale de l'acier est donc essentielle pour l'interprétation des comportements mécaniques des matériaux, en particulier lors de la mise en forme. Cependant, peu d'études à ce jour prennent en compte les inclusions dans les discussions des mécanismes de déformation lors des étapes de mise en forme par découpage fin.

## 4 Le traitement thermique de carbonituration

Après l'étape de mise en forme, un traitement thermique de carbonituration est réalisé sur les pièces dans des fours industriels. La carbonituration est un traitement thermo-chimique de diffusion de carbone et d'azote depuis la surface des échantillons. Ces éléments vont se placer dans les sites interstitiels libres de la maille de fer et vont former des solutions solides d'insertion. La diffusion du carbone permet une sursaturation de la solution solide, ce qui entraîne l'obtention de martensite riche en carbone après trempe. Un faible taux d'azote permet l'augmentation du domaine de solubilité du carbone dans l'austénite à température donnée en abaissant les températures de transformation ferrite austénite (Jeyabalan et *al.*, 2020). L'austénite en surface est ainsi stabilisée, ce qui augmente sa trempabilité. Cependant, une concentration trop importante d'azote peut provoquer l'apparition, après trempe, d'austénite résiduelle, qui peut nuire aux propriétés mécaniques de la structure finale (Wang et *al.*, 2020).

Dans la pratique, le traitement de carbonituration fait intervenir une réaction hétérogène gaz-solide permettant le transfert de matière entre l'atmosphère et l'acier considéré. Cette réaction se décompose en trois étapes. Dans un premier temps, les espèces réactives en phase gazeuse migrent

vers la surface de l'acier. Ensuite, une réaction physico-chimique a lieu à la surface de l'acier, permettant l'incorporation d'atomes de carbone et d'azote dans l'acier. Enfin, les atomes de carbone et d'azote diffusent dans l'acier permettant l'enrichissement en carbone et azote de la surface vers le cœur (Figure 15) (Dulcy et al, 2007).



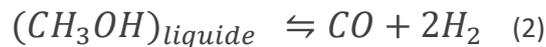
**Figure 15 : Schéma de la réaction gaz-solide se produisant lors de la carbonituration (adapté de Dulcy et al., 2007)**

Une cinétique est affectée à chaque étape de la réaction. Les vitesses des processus partiels sont obtenues en supposant que le transfert a lieu par un enchainement d'états quasi-stationnaires. Une résistance de transfert (R) et une force motrice peuvent alors être définies. Une variation des fractions massiques ou des activités en carbone et azote va influencer sur la force motrice. L'intensité du transfert sera décrite par le facteur de résistance. Trois flux de carbone s'expriment alors en fonction de l'état chimique du carbone : le flux sous forme gazeux, le flux transféré lors de la réaction chimique, et enfin celui prenant en compte la diffusion dans l'acier. Dulcy et Gantois (Dulcy et al., 2007)(Figure 15) décrivent trois relations du flux permettant de remonter aux résistances de transfert. La première résistance de transfert est liée au gradient de vitesse des molécules sous forme gazeuse présent entre la surface de l'acier et le gaz. Le carbone, sous forme gazeux, crée un gradient de composition massique entraînant la résistance de transfert R<sub>1</sub>. La seconde résistance de transfert apparait lors de la réaction à la surface de l'acier. Le carbone, sous forme C<sub>x</sub>A<sub>y</sub>, avec A l'oxygène ou l'hydrogène, est adsorbé en surface de l'acier. Les sites réactionnels vacants se combrent en partie de C<sub>x</sub>A<sub>y</sub>, avant de désorber les

atomes A. Cependant, la présence des atomes A entraîne une résistance à la réaction de transfert, et crée des réactions parasites (comme de l'oxydation en surface). Enfin une résistance à la diffusion du carbone est visible en fonction des aciers. La composition chimique des aciers, et les phases présentes, influent sur ce paramètre.

Les fours industriels utilisent généralement une atmosphère à fraction massique surfacique en carbone et en azote constantes (l'atmosphère du four est donc constante), et une température de traitement constante. Il vient alors que l'étape limitante de la réaction est l'étape de diffusion. La fraction massique superficielle correspond à la fraction massique à saturation en carbone dans l'austénite à la température donnée. Une variation de la température peut ainsi augmenter ou diminuer cette concentration maximale. Cependant, généralement, la température maximale atteinte au cours du traitement de carbonituration industriel est de 920°C. Ainsi la concentration superficielle maximale en carbone de l'austénite sera de 1% massique.

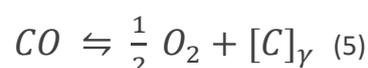
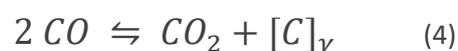
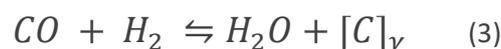
Un liquide organique (méthanol pur) couplé à du diazote est utilisé dans les fours de carbonituration de Forvia Faurecia. A des températures supérieures à 900°C, le méthanol se décompose en CO et H<sub>2</sub> suivant l'équation 2, avec des concentrations très faibles en sous-produits H<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub> :



Cependant, à des températures inférieures à 900°C, des problématiques de dépôts de suie peuvent apparaître. Le méthanol ne se décompose plus suivant la stœchiométrie définie par l'équation 2, mais conduit à l'obtention de carbone, à hauteur d'environ 2% de la quantité massique initiale de méthanol.

L'atmosphère résultante de la décomposition du méthanol, riche en H<sub>2</sub>, permet la réduction de la résistance de transfert R<sub>2</sub>, ce qui accélère l'incorporation du carbone dans l'acier, et également sa diffusion.

La fraction massique de carbone dans l'acier à l'équilibre thermodynamique avec l'atmosphère est nommée le potentiel carbone, notée P<sub>c</sub>. Cette grandeur est caractéristique de l'atmosphère dans le four de traitement, mais également de l'acier considéré. Les trois équilibres chimiques suivants (équations 3 à 5) doivent être considérés à l'équilibre thermodynamique pour décrire le système complet :



Avec  $[C]_{\gamma}$  le carbone dissous dans l'austénite.

Ellis décrit la loi d'activité du carbone dissous par la relation suivante (Dulcy et al., 2007) (équation 6) :

$$Ac = Q \times 1.07 \times \left( \frac{Pc}{100 - 19.6 \%C} \right) e^{\frac{4.798.6}{T}} \quad (6)$$

Avec T la température (en K), Pc le potentiel carbone en pourcentage massique, et Q le facteur d'élément d'alliage, qui dépend de la composition chimique du matériau.

Le potentiel carbone dépend de la fraction massique en carbone et de la vitesse de diffusion dans l'acier, mais surtout de la teneur en carbone en surface de l'acier traité (Figure 16). L'activité du carbone est impactée également par la température du traitement.

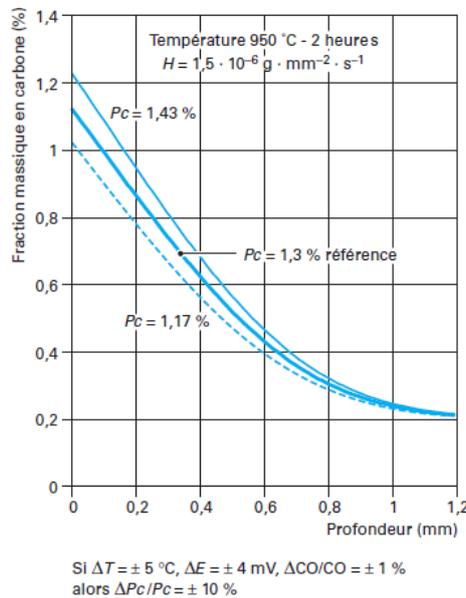


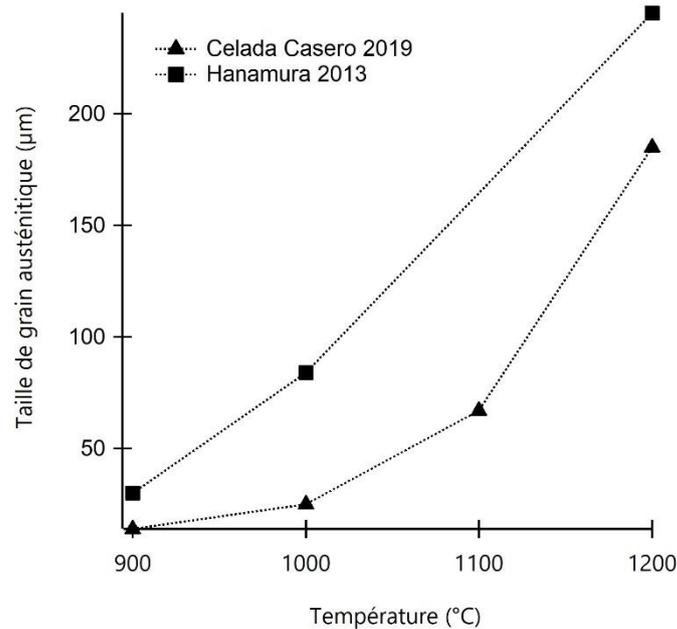
Figure 16 : impact du potentiel carbone sur la fraction massique en carbone dans l'acier (Pokorny et al, 1998)

## 5 Modification du cycle thermique et ses impacts sur les propriétés physico-chimiques.

Les paramètres de traitement thermique nécessitent un contrôle des paramètres du four tels que la température d'austénitisation, les temps de passage, les potentiels utilisés, etc. Un changement de ces paramètres peut entraîner une variation de la microstructure de la pièce traitée, donc de ses propriétés mécaniques. Une description de ces possibles modifications va permettre de mieux comprendre comment obtenir les propriétés microstructurales et mécaniques souhaitées.

## 5.1 Modification de la température et du temps de maintien

Lors de l'austénitisation, la température du traitement et le temps de maintien à cette température sont deux paramètres impactant la taille des grains austénitiques, et donc la structure après refroidissement. Hanamura (Hanamura et *al.*, 2013) et Celada-Casero (Celada-Casero et *al.*, 2019) mesurent des variations de plus de 100  $\mu\text{m}$  de la taille de ces grains pour des températures d'austénitisation allant de 900 à 1200  $^{\circ}\text{C}$  (Figure 17).



**Figure 17 : Taille de grain austénitique en fonction de la température de maintien austénitique (Hanamura et *al.*, 2013, Celada-Casero et *al.*, 2019)**

Lee et *al.* (Lee et *al.*, 2008) montrent également une variation de la vitesse de croissance des grains austénitiques pour des temps de maintien longs à 900  $^{\circ}\text{C}$  (plusieurs heures). La croissance est très marquée lors des 30 premières minutes puis ralentie ensuite (Figure 18).

Cependant, les études montrent des comportements variables de l'impact du temps de maintien à la température austénitique sur la croissance des grains austénitiques en fonction des aciers considérés. En effet, certains éléments d'additions permettent un contrôle de la taille de grain austénitique. Ainsi, Chamanfar (Chamanfar et *al.*, 2020) a étudié différents aciers et indique des tailles de grain après traitement allant de 280  $\mu\text{m}$  à 600  $\mu\text{m}$ , en fonction des températures d'austénitisation et des temps de maintien choisis. De nombreux auteurs ont étudié l'influence de la dissolution de carbures pendant le traitement sur la croissance de l'austénite. Constant (Constant et *al.*, 1992) montre que les éléments carburigènes forment des carbures et nitrures stables à haute température, ne se dissolvant pas pendant le traitement et bloquant ainsi la croissance des grains d'austénite. Certains aciers vont alors

conserver une taille de grain austénitique identique jusqu'à la dissolution de carbures/nitrides dans l'austénite à haute température.

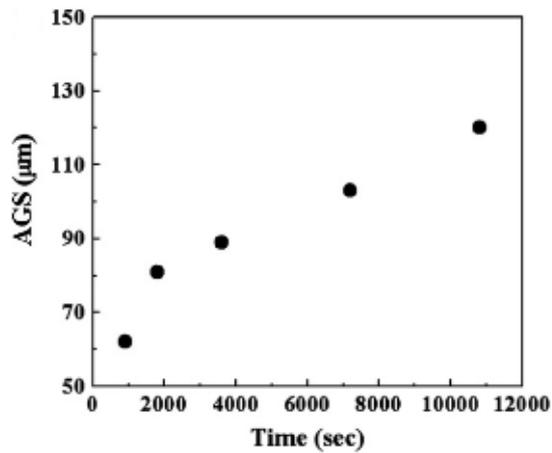


Figure 18 : Impact du temps de maintien à 900 °C sur la taille de grain austénitique d'un acier au chrome (Lee et *al.* 2008)

## 5.2 Rôle de la vitesse de refroidissement sur la microstructure

Une fois le maintien à la température d'austénitisation choisie effectué, le retour à température ambiante peut être effectué à différentes vitesses, permettant l'obtention d'une multitude de microstructures. Il convient donc de définir les principales phases qu'il est possible de créer au cours du refroidissement, ainsi que les conditions pour leur obtention.

La ferrite se forme pour des vitesses de refroidissement très faibles. Sa formation est généralement accompagnée de celle de perlite lamellaire (Figure 19) ou globulaire. Ces transformations sont contrôlées par la diffusion du carbone, et sont ainsi nommées « diffusives ».

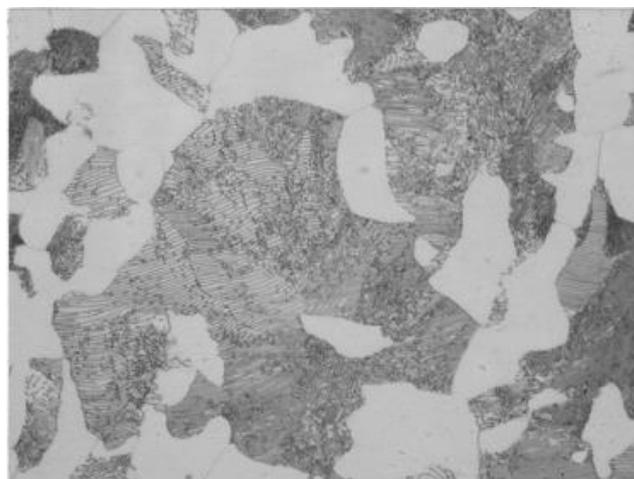
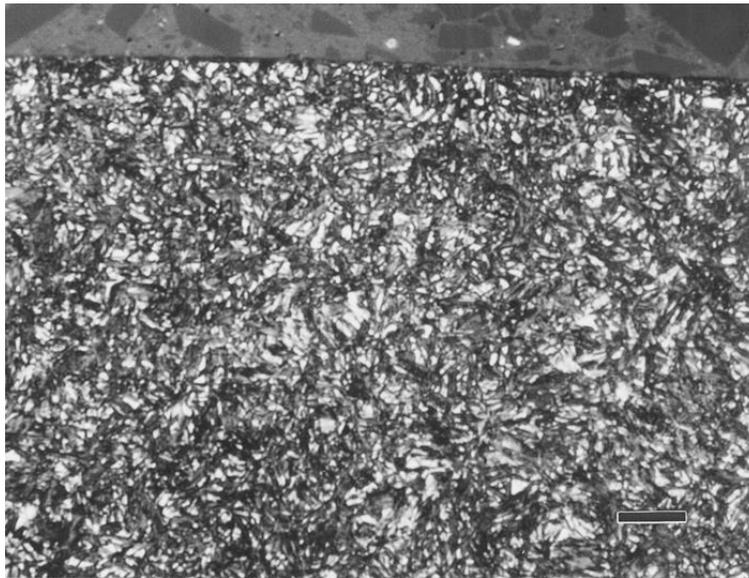


Figure 19 : Microstructure ferrito-perlitique, révélée par attaque au Nital 2%, d'un acier 1040 (0.4%C, 0.75% Mn) (G. VanderVoort, 2006)

Lorsque l'on augmente la vitesse de refroidissement, la diffusion du carbone n'est plus possible. Une transformation dite « displacive » est alors observée. De la martensite, possédant une concentration en carbone identique à celle de l'austénite créée à haute température, est alors formée. Le mécanisme de la transformation martensitique a été décrit par Fisher et Hollomon (J. Fisher et *al.*, 1949) puis par Olson et Ghosh (Ghosh et *al.*, 1994; Olson et *al.*, 1990; Olson et *al.*, 1976a, 1976b). La maille cubique face centrée de l'austénite se transforme par cisaillement en une maille tétragonale permettant d'intégrer une forte teneur en carbone à basse température (J. Fisher et *al.*, 1949). Cette transformation apparaît instantanément à partir d'une température critique nommée « température de début de transformation martensitique », notée  $M_s$  (Gladman et *al.*, 1974). La martensite la plus observée dans les aciers bas carbone utilisés dans l'automobile est une martensite sous forme de lattes (Figure 20). De l'austénite résiduelle est également observée (Figure 20), la température de fin de transformation martensitique  $M_f$ , très inférieure à la température ambiante, n'est pas atteinte à la fin de refroidissement (Krauss, 1995). La dureté de la martensite en résultant est dépendante de la concentration en carbone de celle-ci (Ohring, 1995).



**Figure 20 : Microstructure en surface d'un acier 8720 cémenté, attaqué au Nital avec 1% de Chlorure de benzalkonium (agent de surface cationique), montrant en noir de la martensite et en blanc de l'austénite résiduelle (G. VanderVoort, 2006)**

La bainite est une phase qui se crée pour des vitesses de refroidissements intermédiaires. De nombreux auteurs se sont intéressés aux mécanismes de formation de la bainite, en particulier Bhadeshia, qui a permis de grandes avancées dans la compréhension de la formation de la bainite et les différentes formes qu'elle peut prendre (Bhadeshia et *al.*, 2017b, 2017a ; Bhadeshia et *al.*, 1990 ; Bhadeshia et *al.*, 1980). La Figure 21 résume, en fonction des températures de transformations isothermes, les phases attendues. Lors du refroidissement, deux types de bainite peuvent se

former, en plus de la ferrite de Widmanstätten : (i) la bainite supérieure, qui apparaît pour les températures les plus proches de la température de début de transformation bainitique, et (ii) la bainite inférieure, qui se forme à plus basses températures

La bainite est généralement décrite comme formée d'agrégats de plaquettes de ferrite et de particules de cémentite. Ainsi Bhadeshia (Bhadeshia et *al.*, 2017a) décrit la bainite supérieure comme une succession de fines plaquettes de ferrite, avec une taille comprise entre 0.2  $\mu\text{m}$  et 10  $\mu\text{m}$  de long, qui croissent sous forme de paquets de plaquettes parallèles, d'orientation cristallographique identique (Figure 21). Une désorientation de ces plaquettes, due à la présence de cémentite ou d'austénite, crée un joint de grain bainitique. Le changement de structure cristalline provoquée par la transformation bainitique induit une contrainte qui est relaxée par la transformation de l'austénite environnante. La bainite inférieure est très similaire à la bainite supérieure. Cependant, on observe pour ce type de bainite une précipitation de la cémentite également à l'intérieur des plaquettes de ferrite (Figure 21). Cette cémentite peut ségréger depuis l'austénite riche en carbone, mais également depuis la ferrite sursaturée en carbone.

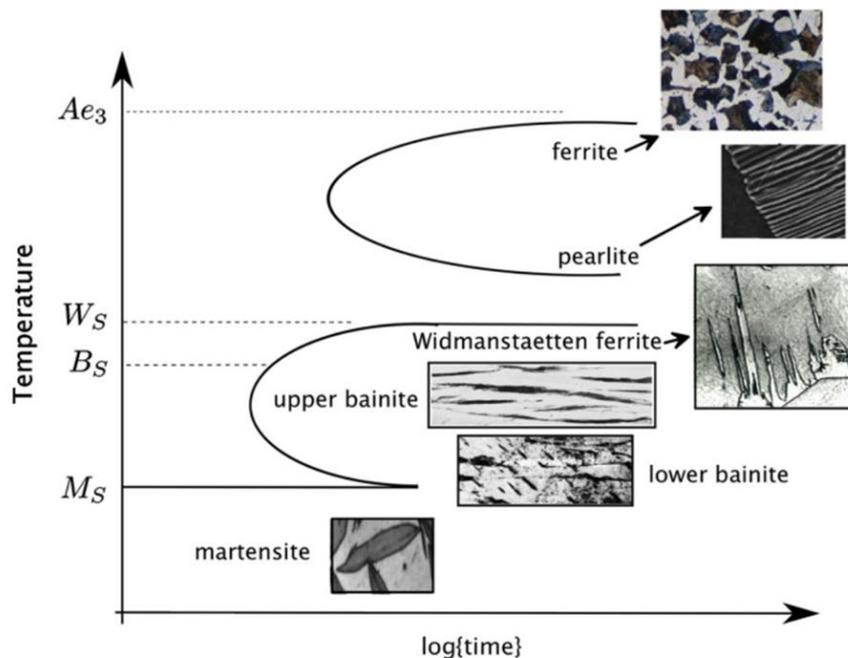


Figure 21 : Microstructures obtenues après transformation de l'austénite à différentes températures lors du refroidissement (upper bainite : bainite supérieure, lower bainite : bainite inférieure) (Bhadeshia et *al.*, 2017a)

La température de fin de transformation de la bainite correspond généralement à la température de début de la transformation martensitique  $M_s$ . Il est cependant admis que la transformation bainitique

se poursuit, tant qu'un gap reste maintenu entre la température de début de transformation martensitique et celle de la fin de transformation bainitique.

Par ailleurs, la ferrite de Widmanstätten croît de manière displacive, avec une vitesse contrôlée par la diffusion du carbone en amont de l'interface. Cette ferrite donne ainsi des aiguilles similaires à de la bainite mais avec un taux de carbone identique à celui de la ferrite  $\alpha$ . Ce type de ferrite croît généralement à partir des joints de grain austénitiques mais peut également croître à partir de la ferrite déjà formée à ces joints de grain.

Ainsi, plusieurs phases peuvent être créées en fonction des conditions de refroidissement. La transformation de ces phases est caractérisée par des températures de début et de fin de transformation, qu'il est important de déterminer. Pour cela, il est possible, dans un premier temps, de créer des diagrammes TTT (Transformation – Temps – Température), mais les diagrammes TRC (Transformations en Refroidissement Continu) présentent une grande importance industrielle.

Les diagrammes TTT (Figure 22) sont par définition (Constant et *al.*, 1992) des ensembles de courbes tracées dans un système logarithmique temps/température, définissant pour chaque température les temps de début et fin de la transformation de l'austénite.

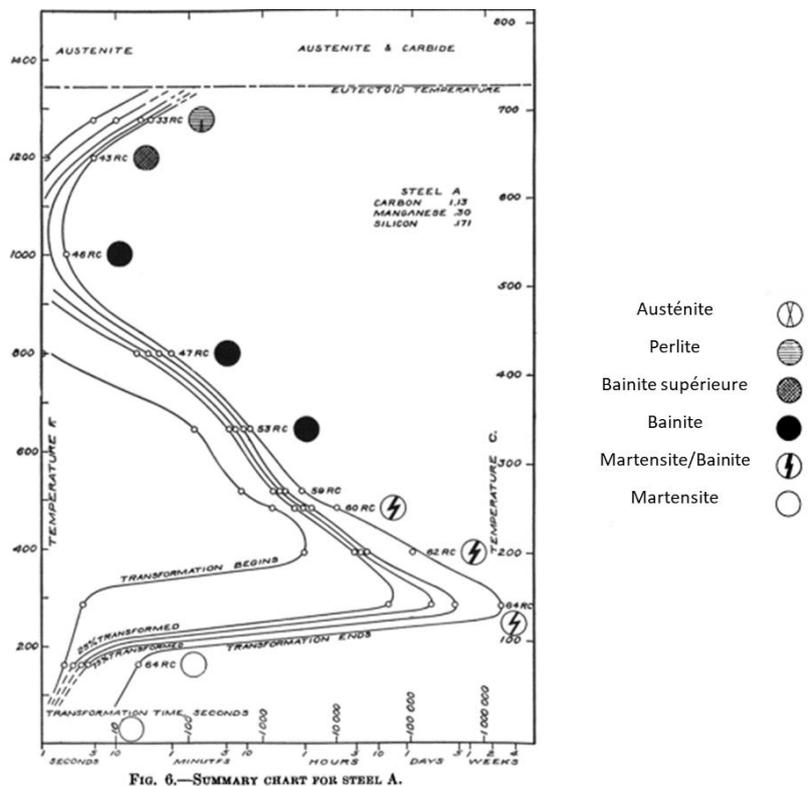


Figure 22 : Diagramme TTT d'un acier contenant 1.13% de carbone, 0.30% de manganèse et 0.17% de Silicium (Davenport et *al.*, 1970). La ligne la plus à gauche représente le début de la transformation, les lignes suivantes 25%, 50%, et 75% de transformation. La dernière ligne correspond à la fin de la transformation

La courbe correspondant au temps nécessaire pour réaliser 50% de la transformation de l'austénite est également représentée (ainsi qu'éventuellement les courbes correspondant à d'autres pourcentages de transformation). Les phases créées en fonction des conditions de traitement thermique sont alors connues. La transformation de la phase austénitique en une autre phase s'accompagnant d'un changement de volume, la méthode la plus utilisée pour suivre ces transformations est la dilatométrie.

Les diagrammes TRC sont des diagrammes utilisés pour prédire les performances de trempe des pièces après traitement thermique, et ainsi sélectionner un acier en fonction des performances désirées. Ce diagramme permet d'identifier, pour une vitesse de refroidissement donnée, les phases présentes dans l'acier et leur pourcentage, ainsi que la dureté du matériau obtenu après refroidissement (Figure 23).

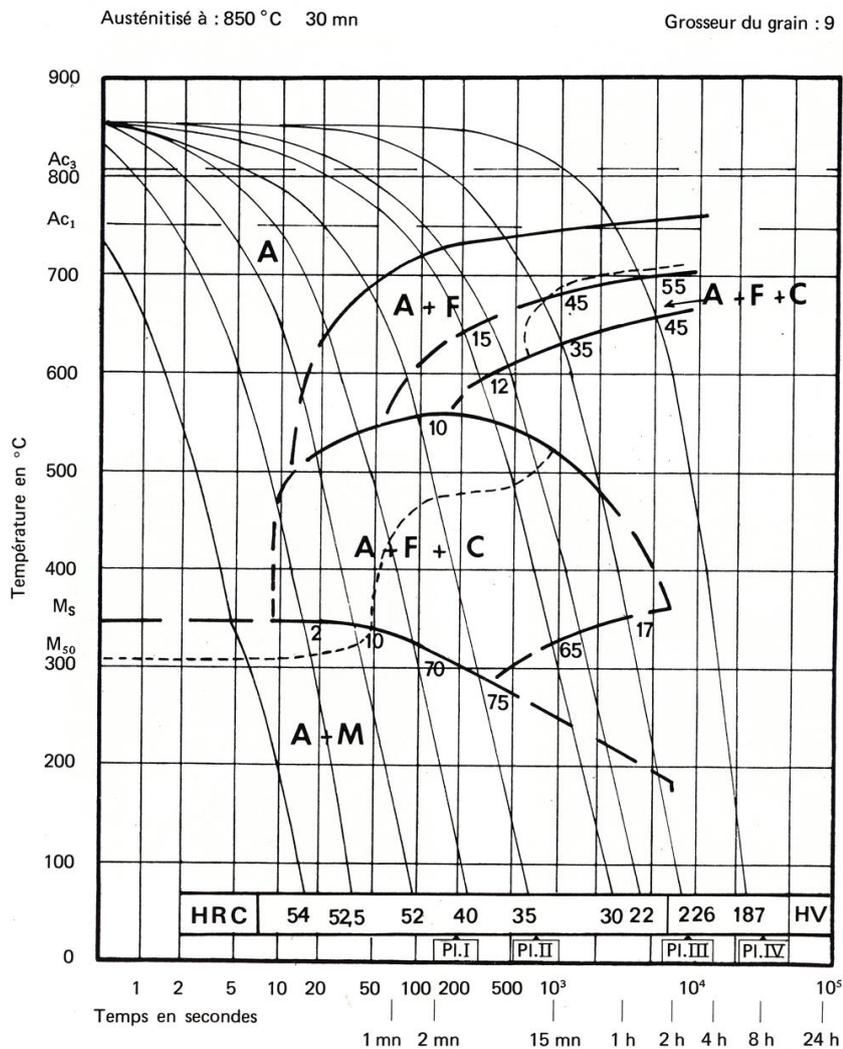


Fig. 10 – Courbe T R C de l'acier 35 CD 4  
et repérage des planches de l'étude micrographique suivante

**Figure 23 : Diagramme TRC du 35CD4 (VanderVoort, 1991)**

La méthode la plus utilisée pour créer ce type de diagramme est d'utiliser la courbe dilatométrique d'un échantillon. Cette courbe décrit la dilatation d'une éprouvette pendant la phase de chauffage à la température d'austénitisation, le maintien austénitique et le refroidissement la vitesse choisie pour l'essai et permet de déterminer les températures de début et de fin de transformation de l'austénite (Constant et *al.*, 1992). En dérivant les mesures de la dilatation du matériau par rapport à la température, il est possible d'identifier finement les températures de changement de phase : une variation du signe de la dérivée indique un changement de phase. La Figure 24 montre ainsi le changement de pente observée sur une courbe dilatométrique pour la transformation martensitique d'un acier haute résistance faiblement allié (courbe en pointillés). La dérivée de cette courbe (courbe en trait plein, Figure 24) permet de déterminer les valeurs de température  $M_s$  et  $M_f$ . Une autre méthode de détermination de ces températures de début et de fin de transformation, en s'appuyant sur les tangentes, peut être également utilisé, comme montré en Figure 25 (Tong et *al.*, 2021).

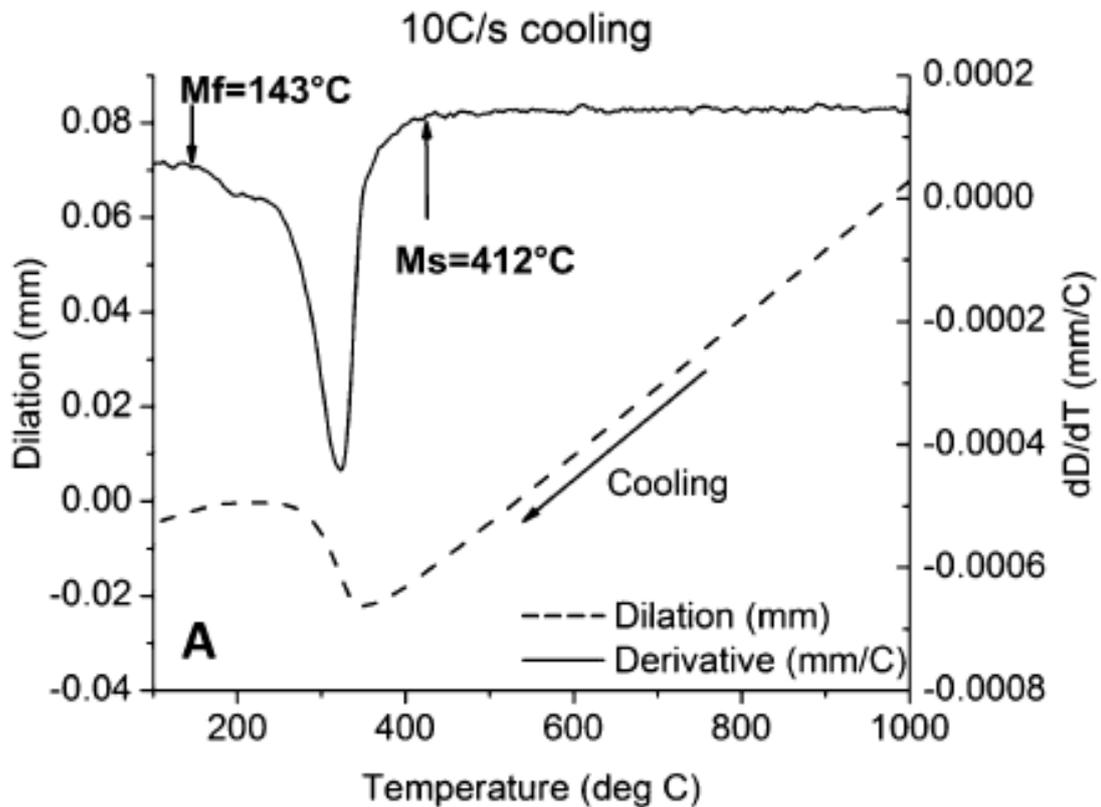


Figure 24 : Courbes représentant la dilatation mesurée au cours du refroidissement à 10°C/s d'un acier Eglin martensitique (acier haute résistance faiblement allié), et la dérivée de cette courbe en fonction de la température pour (Leister et *al.*, 2015)

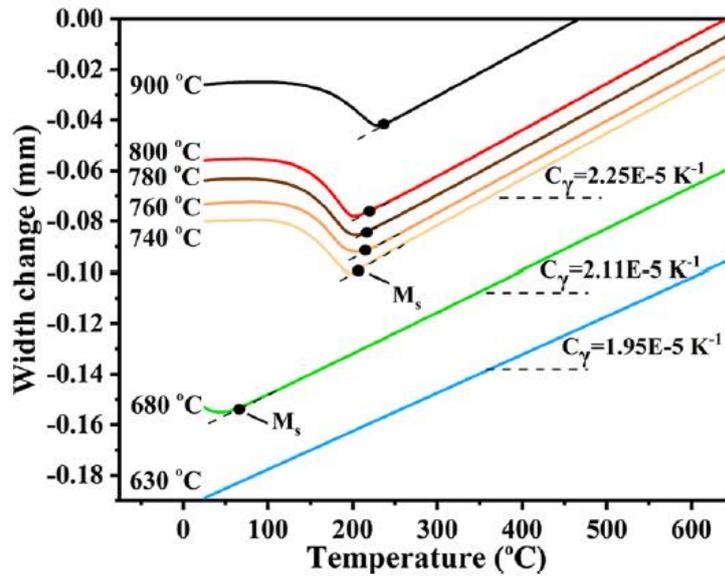


Figure 25 : Méthode des tangentes appliquée à la détermination des températures de début et de fin de transformation martensitique d'un acier possédant un taux de manganèse moyen, pour 7 températures d'austénitisation différentes (Tong et al., 2021)

Une fois les températures de début et de fin de transformations obtenues, les points sont placés sur le diagramme TRC et les domaines fermés. L'observation et l'analyse des microstructures obtenues après refroidissement, ou bien l'utilisation de la règle des leviers sur les courbes de refroidissement, permet d'obtenir la proportion volumique des phases créées (Constant et al., 1992). Finalement, des mesures de dureté permettent de terminer la construction du diagramme.

## 6 Impact des éléments chimiques sur les transformations lors du refroidissement

Les éléments chimiques ajoutés ou résiduels à la matière possèdent une forte influence sur la stabilité des phases, et donc sur les températures de début et de fin de transformation des celles-ci. La position des courbes de transformations des diagrammes TTT et TRC sera impactée par la présence de ces éléments, ainsi que la microstructure de l'acier après refroidissement.

Plusieurs auteurs proposent des équations permettant de calculer les températures de début de transformation de l'austénite en martensite et en bainite en fonction de la teneur en éléments d'addition des aciers. Steven (Steven et al., 1956) propose ainsi une relation empirique permettant de calculer la température du début de transformation bainitique ( $B_s$ ) (équation 7) :

$$B_s(^{\circ}C) = 830 - 270\omega_C - 90\omega_{Mn} - 37\omega_{Ni} - 70\omega_{Cr} - 83\omega_{Mo} \quad (7)$$

Avec  $\omega$  pourcentage massique de chacun des éléments considérés.

De la même façon, plusieurs équations empiriques existent pour évaluer la température de début de transformation martensitique. Les plus couramment utilisées sont celles proposées par Stevens (Stevens 1956) (équation 8) et Andrews (Andrews, 1965) (équation 9) :

$$M_S(^{\circ}C) = 561 - 474\omega_C - 33\omega_{Mn} - 17\omega_{Ni} - 17\omega_{Cr} - 21\omega_{Mo} \quad (8)$$

$$M_S(^{\circ}C) = 539.0 - 423.0\omega_C - 30.4\omega_{Mn} - 17.7\omega_{Ni} - 12.1\omega_{Cr} - 11.0\omega_{Si} - 7.0\omega_{Mo} \quad (9)$$

Dans ces trois équations, on voit que le carbone possède le coefficient le plus important de tous les éléments considérés. Le carbone est un élément stabilisant l'austénite, donc une teneur plus élevée en carbone va décaler les courbes des diagrammes TTT et TRC vers la droite (Bhadeshia et *al.*, 2017a ; Ohring, 1995). Les éléments dits gammagènes, tels que Mn et Ni, décalent également les courbes de stabilité des diagrammes vers la droite. Ainsi, à vitesse de refroidissement constant, une structure martensite va pouvoir se créer plus facilement dans un acier possédant ces éléments. Au contraire, les éléments dits alphagènes, comme Cr et Mo, vont stabiliser la ferrite et ainsi décaler les courbes des diagrammes vers la gauche, rendant la transformation plus difficile.

Par ailleurs, il est connu que le bore réduit considérablement la possibilité de la transformation de l'austénite en perlite (Constant et *al.*, 1992 ; Ohring, 1995) et ainsi, en sa présence, le domaine perlitique des diagrammes de stabilité est décalé vers la droite (Figure 26).

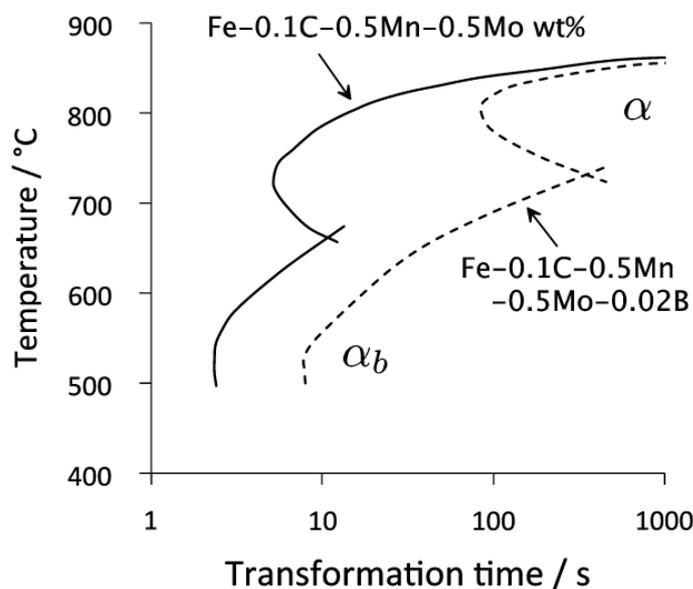


Figure 26 : Influence de l'addition de bore sur le début de transformation bainitique d'un diagramme TTT ((Bhadeshia et *al.*, 2017a))

## 7 Propriétés mécaniques associées aux aciers industriels

Chacune des phases pouvant être présente dans les aciers, après coulée ou après traitement thermique, possède des propriétés mécaniques qui lui sont propres. Ainsi, les valeurs de la contrainte maximale en traction des aciers est variable en fonction des phases obtenues après refroidissement ou traitement, et donc des éléments présents dans le matériau (Figure 27). Le choix de la composition chimique de l'acier est étroitement lié à son utilisation industrielle avant et après traitement thermique.

Par exemple, un acier ayant une microstructure ferrito-perlitique possède les propriétés de ductilité et de faible résistance à la traction de la ferrite (Figure 28) permettant son utilisation pour les procédés de mise en forme industrielle (Lange et *al.*, 1997). Par ailleurs, il est connu que les aciers martensitiques possèdent une excellente résistance à la traction, pouvant atteindre des valeurs de 1600 MPa (Figure 28), associée à une faible ductilité, et donc une certaine fragilité. Cette structure est recherchée industriellement pour garantir la tenue mécanique des pièces lors de leur utilisation.

La phase bainitique possède une résistance à la traction comprise entre celle de la ferrite et celle de la martensite, ainsi qu'une ductilité moyenne. L'obtention d'une structure entièrement bainitique reste cependant difficile avec les aciers pour traitement thermique. Une structure mixte composée de ferrite, de bainite et de martensite dans des proportions variables est généralement observée. Le pourcentage de chaque phase oriente alors les propriétés mécaniques des aciers vers un matériau plutôt ductile ou fragile.

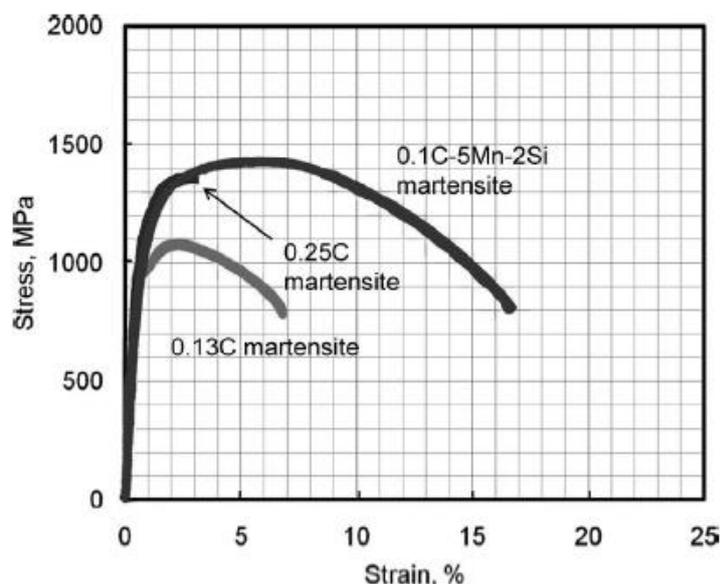


Figure 27 : Courbes de traction de trois aciers martensitiques contenant des proportions variables de carbone, manganèse et silicium. (Hanamura et *al.*, 2013)

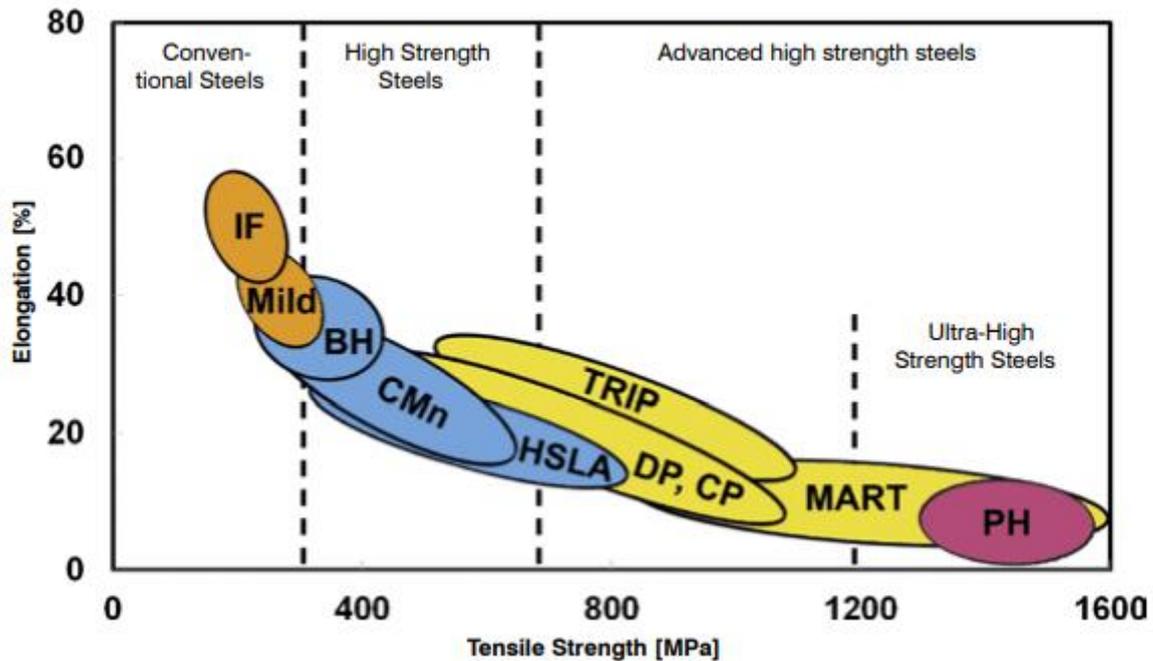


Figure 28 : Allongement en fonction de la résistance maximale à la traction montrant la combinaison de propriétés mécaniques de plusieurs types d'aciers. Les aciers ferrito-perlitiques, possédant très peu de carbone sont représentés par les bulles « IF » et « Mild » (aciers doux). Les aciers BH (Bake Hardening) durcissent durant la cuisson de la peinture. Ensuite, viennent les aciers « HSLA » (High Strength Low Alloyed) durcis par addition de titane et niobium. Le domaine des aciers AHSS (Advanced High Strength Steels) commencent par les aciers TRIP (TRansformed Induced Plasticity) et DP, CP (Dual et Complex Phase) suivis des aciers martensitiques et PH (Press Hardening). Adapté de (Esterl *et al.*, 2018)

## 8 Conclusion et objectifs de la thèse

L'étude bibliographique a permis de montrer que la mise en forme des aciers pouvait être impactée par de multiples facteurs allant de la composition chimique de l'acier, de la présence d'inclusion à cœur mais également des propriétés mécaniques de la matière initiale. Les bandes de ségrégations composées d'inclusions décrites précédemment nuisent également à l'obtention d'une semi-découpe de qualité. Cependant peu d'études lient l'impact des types d'inclusions sur le comportement de la matière lors de sa mise en forme.

De plus, les paramètres du traitement thermique de carbonituration sont décrits comme affectant les propriétés microstructurales et mécaniques des aciers considérés. La trempe utilisée n'est que très rarement étudiée, et les diagrammes TRC des aciers permettant de caractériser les effets d'une modification des vitesses de trempe ne sont que très peu disponibles.

L'objectif de ce travail est donc d'obtenir une meilleure compréhension des phénomènes liés à la mise en forme et au traitement thermique des aciers utilisés dans l'industrie automobile. Le comportement mécanique des deux aciers après différents traitements thermiques permettra de

statuer sur l'acier le plus adapté à la fabrication industrielle des flasques mobiles. Le rôle des inclusions et des éléments chimiques, ajoutés ou résiduels à la matière, sera finalement lié à la formabilité et à la trempabilité de ces aciers, et aux propriétés finales des pièces.

## Chapitre 2 : Matériaux et méthodes

---

Ce chapitre a pour but de présenter les matériaux considérés dans cette étude, ainsi que les méthodes de caractérisation utilisées.

Dans un premier temps, les méthodes de caractérisation microstructurale seront décrites. Des attaques chimiques sont utilisées pour révéler l'ensemble des microstructures des matériaux, et permettre de mesurer les tailles de grains des aciers, avant et après traitement thermique. La caractérisation mécanique des aciers est effectuée au travers d'essais de traction et d'indentation de dureté. Les phénomènes de dilatation de la matière pendant les traitements thermiques sont étudiés en utilisant un simulateur thermomécanique qui sera présenté.

## 1 Matériaux utilisés

Deux nuances d'aciers, présentant des teneurs en carbone proches, sont étudiées dans cette thèse. Le premier acier est un acier bas carbone non allié nommé C18E, utilisé pour la fabrication des flasques mobiles par Forvia Faurecia depuis de nombreuses années. Le second, nommé 22MnB5, est un acier faiblement allié au manganèse et au bore, utilisé principalement pour des procédés de mise en forme à chaud. L'acier 22MnB5 présente un taux de manganèse plus élevé que l'acier C18E, et une faible quantité de bore, de l'ordre de 30 ppm. Une concentration de 15-30 ppm est indiquée comme optimale pour l'augmentation de la trempabilité des aciers (Białobrzeska, 2021).

Les tôles utilisées sont obtenues par laminage à froid, suivis d'un recuit de globularisation permettant d'obtenir un acier malléable ferrito-perlitique, avec la cémentite sous forme globulaire.

Les compositions chimiques et les propriétés mécaniques de ces deux aciers, issues des données du fournisseur, sont présentées dans le Tableau 1. Les propriétés mécaniques des deux aciers sont très proches, ce qui devrait leur conférer une formabilité proche.

**Tableau 1 : Données fournisseur des compositions chimiques (en pourcentages massiques) et des propriétés mécaniques des matériaux utilisés**

Elément	C	Mn	Si	Cr	P	S	B	Al	R <sub>m</sub>	R <sub>p0.2</sub>	A%
Unité									MPa	MPa	%
C18E	0.197	0.658	0.185	0.028	0.012	0.006	N/A	0.087	460	325	>30
22MnB5	0.230	1.232	0.241	0.198	0.016	0.001	0.003	0.036	460	340	39

## 2 Méthodes et outils

Pour l'ensemble des écarts types donnés, une incertitude de type A a été calculée. Un écart type à la moyenne a été calculé pour déterminer l'intervalle de confiance à 95%.

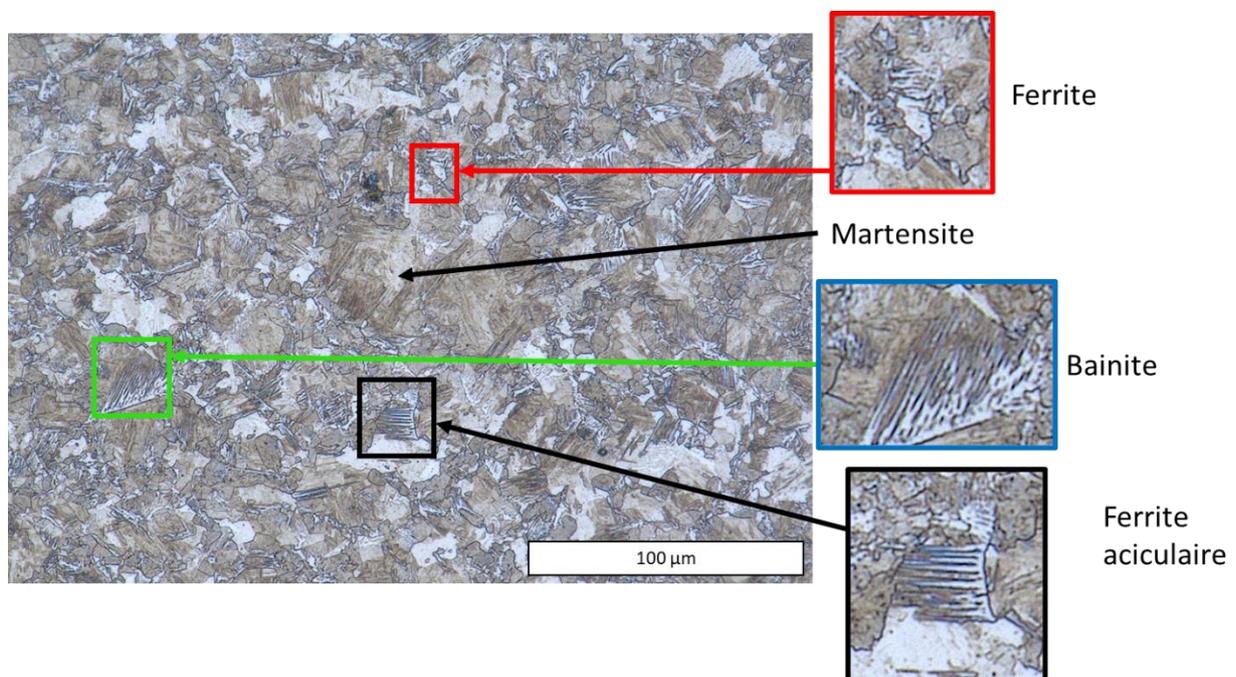
### 2.1 Observations microstructurales

#### 2.1.1 Préparation des échantillons et attaques chimiques

L'analyse microstructurale nécessite une préparation métallographique des échantillons. Les échantillons sont découpés et enrobés à chaud (180 °C, 60 bars) puis polis mécaniquement jusqu'à utilisation d'une solution diamantée de 1 µm permettant l'obtention finale d'une surface polie miroir.

Une fois les échantillons polis, deux attaques chimiques ont été utilisées pour révéler leur microstructure.

- Dans un premier temps, la microstructure ferritique est révélée par une attaque au Nital à 3.5% (acide nitrique, éthanol), avec un temps d'attaque entre 2 et 15 secondes en fonction des échantillons. Cette attaque chimique permet de distinguer des phases ferritiques (révélé en blanc), bainitiques et martensitiques (bruns), ainsi que les globules de cémentite (points blancs) (Figure 29).
- Une attaque colorée au réactif Klemm I est également utilisée, pour les aciers trempés, pour améliorer l'estimation du pourcentage des phases présentes dans l'échantillon. Cette attaque chimique colore en bleu la bainite et la ferrite (pour des échantillons possédant les deux phases), et en brun la martensite (Figure 30). La cémentite ou l'austénite résiduelle, n'étant pas attaquées, apparaissent en blanc. Par ailleurs, l'attaque d'un échantillon non trempé entraîne une coloration fonction de l'orientation des grains ferritiques : les grains ferritiques se colorent ainsi en nuances de bleu et de marron (Figure 31). Une attention particulière doit donc être apportée lors de l'observation des échantillons attaqués au Klemm I pour correctement identifier les phases en présence. Une vitesse de refroidissement lente entraîne une coloration complexe à analyser (Figure 32). Les temps d'attaques varient entre 15 s et 45 s en fonction des échantillons.



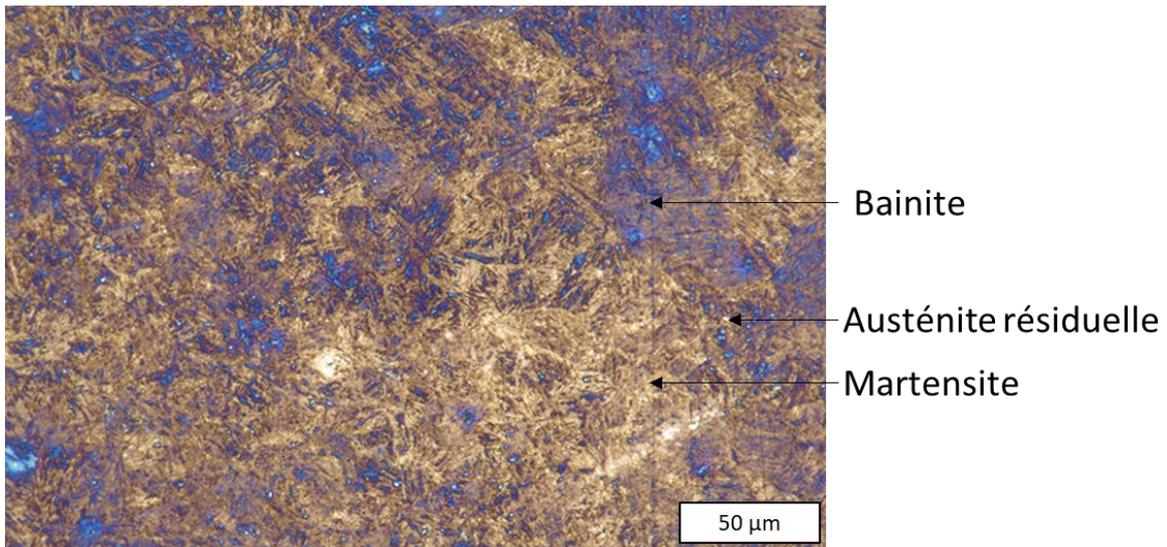


Figure 30 : Observation au microscope optique après attaque au Klemm I d'un échantillon de C18E trempé. On note la présence de bainite en bleu et de martensite en brun ; les zones blanches correspondent à de l'austénite résiduelle

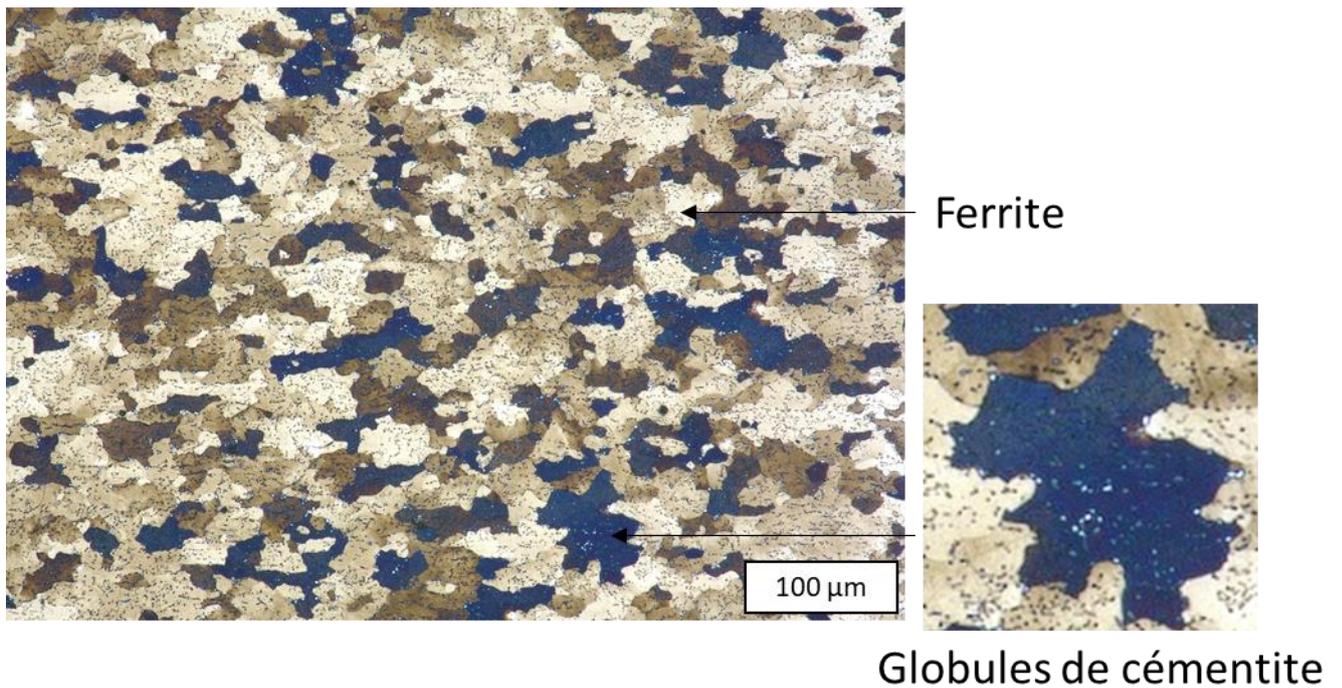
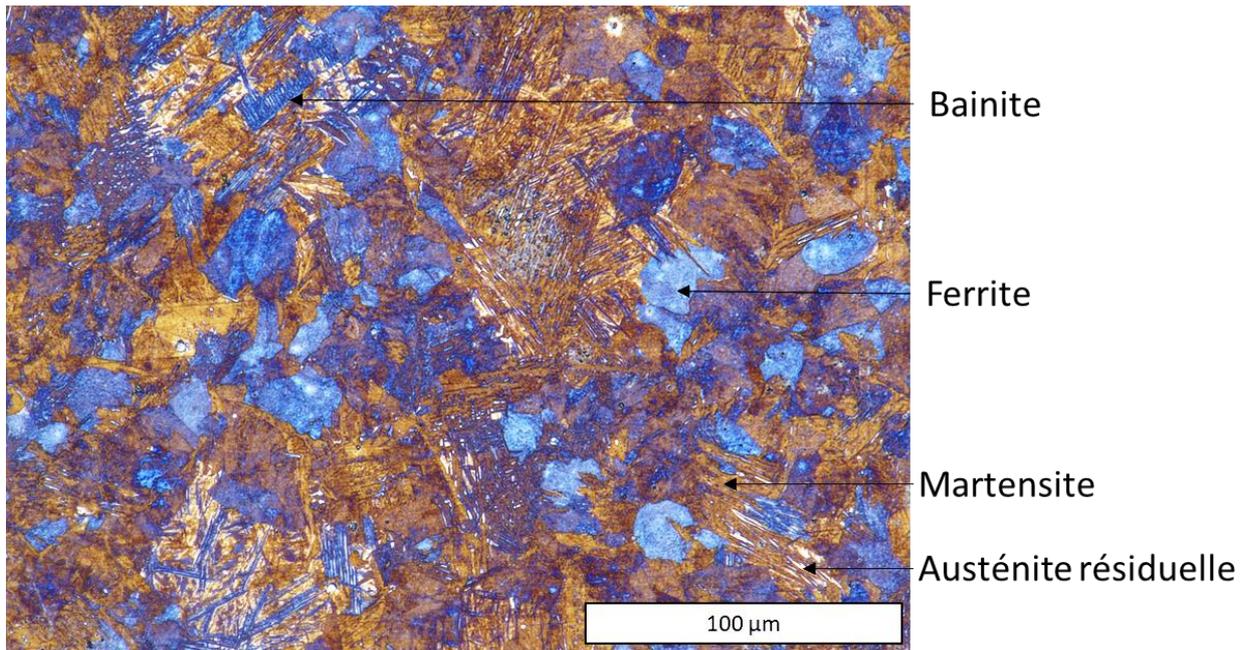


Figure 31 : Microstructure après attaque au Klemm I d'un échantillon de C18E non traité thermiquement. Les grains de ferrite apparaissent avec les différentes teintes de bleu et de marron. Les globules de cémentite restent blancs dans les grains bleus ou noir dans les grains clairs



**Figure 32 : Microstructure après attaque au Klemm I d'un échantillon de C18E trempé suivant une vitesse de 50 °C par seconde. Présence de martensite en brun, d'austénite résiduelle en blanc, de ferrite en nuances de bleu et de bainite en bleu**

Enfin, pour révéler les anciens joints de grain austénitiques après trempe, deux autres attaques sont possibles, une attaque avec une solution aqueuse saturée en acide picrique (Figure 33), et une attaque utilisant une solution industrielle à base d'acide picrique, nommée Crida Chem (dans la suite du manuscrit, cette attaque sera nommée Crida) (Figure 34). Ces deux attaques mettent en évidence les anciens joints de grains austénitiques par réaction de l'acide picrique avec le phosphore présent dans ces zones. La structure martensito-bainitique présente peut également être accentuée. Des temps d'attaque longs sont préconisés avec ces réactifs (de 10 min à 15 min pour la solution saturée en acide picrique et jusqu'à 45 min pour le Crida). Pour une meilleure visualisation des joints de grains sur certains échantillons, un post polissage a été réalisé : les échantillons attaqués sont repolisés 10 s sur le disque feutré avec une pâte diamantée de 1 µm. La taille des anciens grains austénitiques peut alors être déterminée.

La solution au Crida offre une meilleure visualisation des joints de grain austénitiques et sera donc utilisée dans la suite de cette étude.

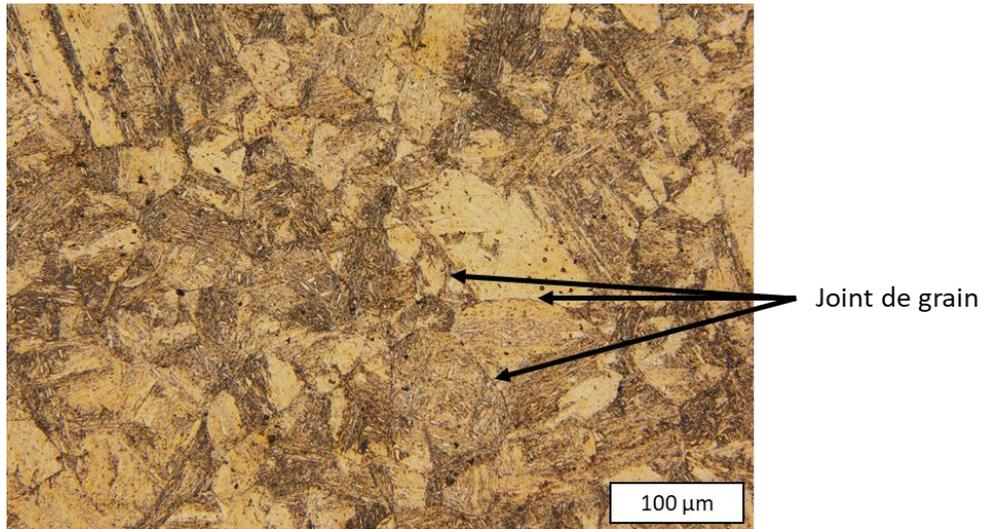


Figure 33 : Microstructure après attaque pendant 15 min par la solution saturée en acide picrique d'un échantillon de C18E trempé à 250 °C/s

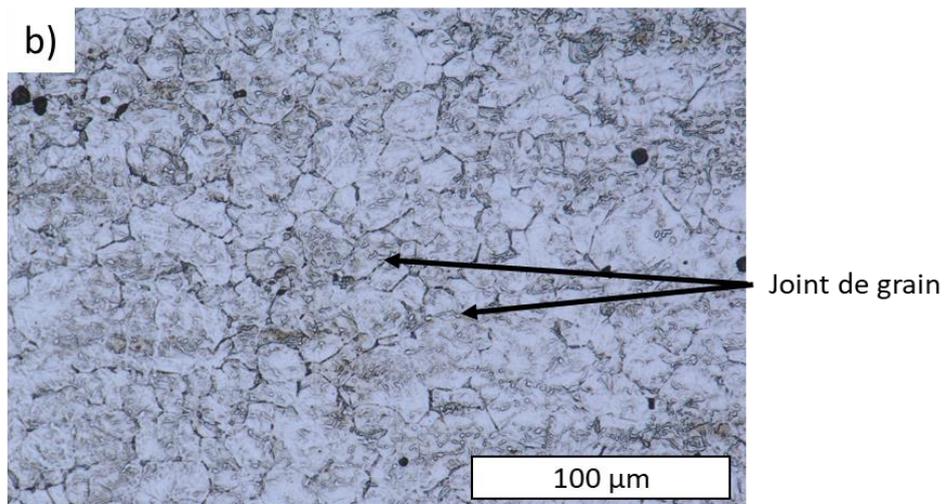
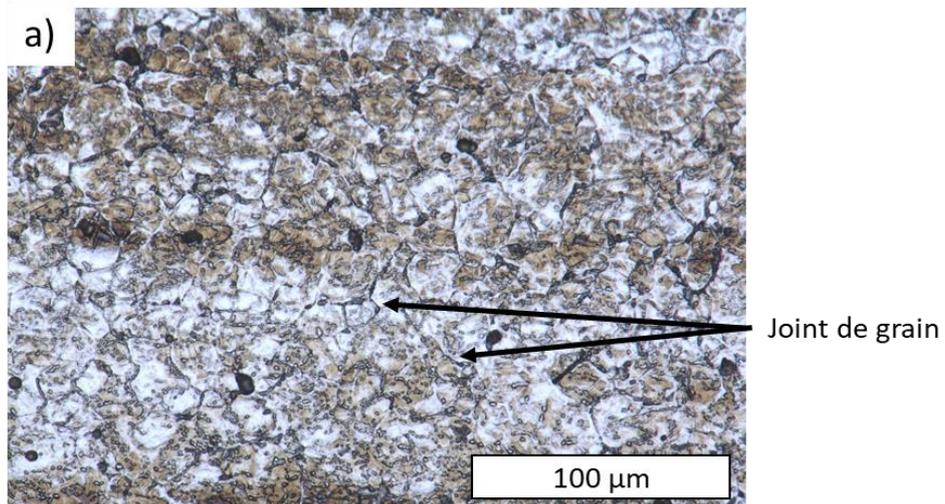


Figure 34 : Microstructure après attaque pendant 40 min au Crida d'un échantillon de 22MnB5 trempé à 100 °C/s a) sans post-polissage b) avec post-polissage

Le Tableau 2 résume les compositions, temps d'attaque et les observations qui sont réalisées avec les trois attaques chimiques utilisées dans ce manuscrit.

**Tableau 2 : Attaques chimiques utilisées pour cette étude, précisant leur composition, les phases révélées et le temps d'attaque associé**

Attaque chimique	Composition	Observation	Temps d'attaque
Nital 3,5%	Acide nitrique (3.5% en volume) et éthanol	Microstructure classique (ferrite (blanc), bainite, martensite (brun))	3 à 10 sec
Crida®	Solution d'acide picrique	Grains austénitiques	20 à 45 min
Klemm I	Solution aqueuse saturée en thiosulfate de sodium et disulfite de potassium	Coloration de la ferrite et de la bainite en bleu, et de la martensite en brun Cémentite en blanc (non attaqué)	15 à 30 sec Peut nécessiter deux attaques successives

Pour les échantillons observés au MEB, un polissage électrochimique est réalisé avec une solution A21 (à base d'éthanol, butoxyéthanol, et d'acide perchlorique) avec un masque de 0.5 cm<sup>2</sup>, une tension de 32 V, un flux de 14 et un temps de contact de 17 s.

### 2.1.2 Observations microstructurales

Après attaque chimique des échantillons, l'observation par microscopie optique, simple ou instrumenté (« microscope numérique »), et par microscopie électronique peut être réalisée. Les échantillons sont d'abord observés sur un microscope optique droit Zeiss® AX10 Imager A1m. Pour une meilleure qualité d'image, le microscope 3D numérique Keyence® VHX 7000 peut être utilisé. Ce microscope numérique permet la reconstruction d'images en 3 dimensions grâce à un système d'enregistrement d'images à différentes focales et un mouvement automatique de la table. Une précision au centième de millimètre est possible, permettant des mesures dimensionnelles précises. Un logiciel de traitement d'image, associé au microscope, sélectionne automatiquement des zones possédant un contraste ou une couleur identique, et peut donc être utilisé pour déterminer les proportions des différentes phases présentes. La mesure de la taille de grain par la méthode des intersections est également automatisée sur ce logiciel. Les résultats ainsi obtenus ont été comparés, pour différents échantillons, aux valeurs de taille de grain obtenues grâce aux deux autres méthodes présentées dans la partie suivante (2.1.3), et ont révélé un bon accord.

Pour des observations plus fines des échantillons, deux microscopes électroniques à balayage (MEB) ont été utilisés. Le premier, un microscope Hitachi® TM3030, permet une observation rapide des microstructures et des faciès de rupture à des grossissements jusqu'à x4000. Au-delà, un MEB JEOL® JSM 7200F a été utilisé. Des analyses EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) et EBSD (Electron BackScatter Diffraction) ont également été réalisées grâce à ce dernier.

L'EDS est une technique d'analyse chimique élémentaire se basant sur l'émission de photons X d'un volume de solide lorsqu'il est bombardé par un faisceau d'électrons, permettant l'identification et la quantification atomique et massique des éléments présents dans l'échantillon. Cependant, les résultats quantitatifs d'éléments présents en faible concentration peuvent s'avérer approximatifs, d'autant plus que les éléments sont légers, comme c'est le cas pour le carbone. Pour les analyses réalisées, une tension de 15 kV a été utilisée avec une distance de travail de 10 mm sur des échantillons massifs. Le diaphragme du canon a été ouvert au maximum afin d'obtenir le meilleur contraste possible.

L'EBSD est une technique d'analyse cristallographique se basant sur l'étude des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés. Les figures de pôles permettent de déterminer les orientations préférentielles d'un plan donné par rapport aux axes de l'échantillon. On peut ainsi remonter à la texture de l'échantillon qui correspond à une intensité de présence en une position précise sur la figure de pôle (Figure 35).

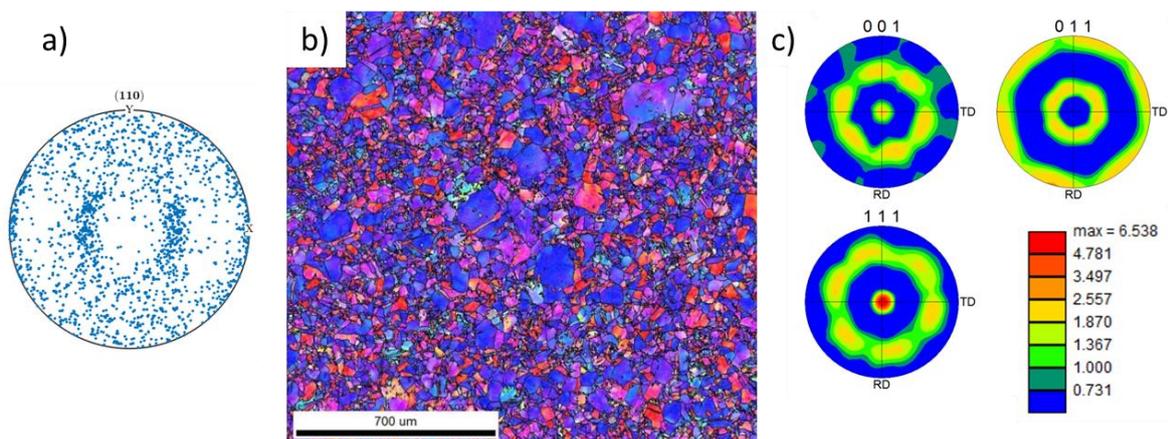


Figure 35 : a) Figure de pôle sur le plan (110), b) image correspondante et c) texture de l'échantillon obtenue par traitement des données collectées par EBSD (formation interne)

### 2.1.3 Mesure de la taille des grains

Pour mesurer la taille des grains ferritiques, trois méthodes ont été utilisées.

Tout d'abord, nous avons comparé 10 images de l'échantillon considéré avec les images types listés dans la norme ISO 643 (ISO 643, 2019). Selon cette norme, les tailles de grains sont déterminées sur

des images obtenues au microscope optique avec un grossissement x100, et classées de 0 à 10, avec un pas de 0.5 en fonction de la taille des grains. Une fois les 10 images comparées avec les images types, la norme définit la relation donnant le nombre de grains comptabilisés sur une surface de 1mm<sup>2</sup> m en fonction de l'indice G (équation 10) et définissant l'équation pour déterminer G (équation 11).

$$m = 8 \times 2^G \quad (10)$$

$$G = \frac{\log m}{\log 2} - 3 \quad (11)$$

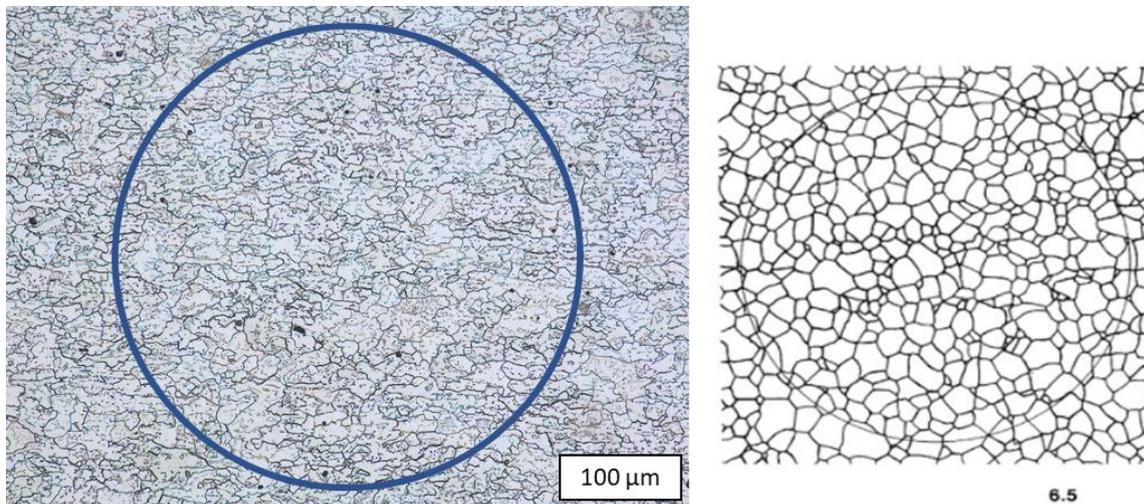
Avec m le nombre de grains comptabilisés sur une surface de 1mm<sup>2</sup>.

Dans le cas où l'utilisation d'un grossissement x100 n'était pas adaptée à la taille des grains de l'échantillon considéré, l'équation suivante est utilisée (équation 12) :

$$G = M + 6,64 \times \log \frac{g}{100} \quad (12)$$

avec G l'indice de taille de grain, M le nombre obtenu des images types et g le grossissement.

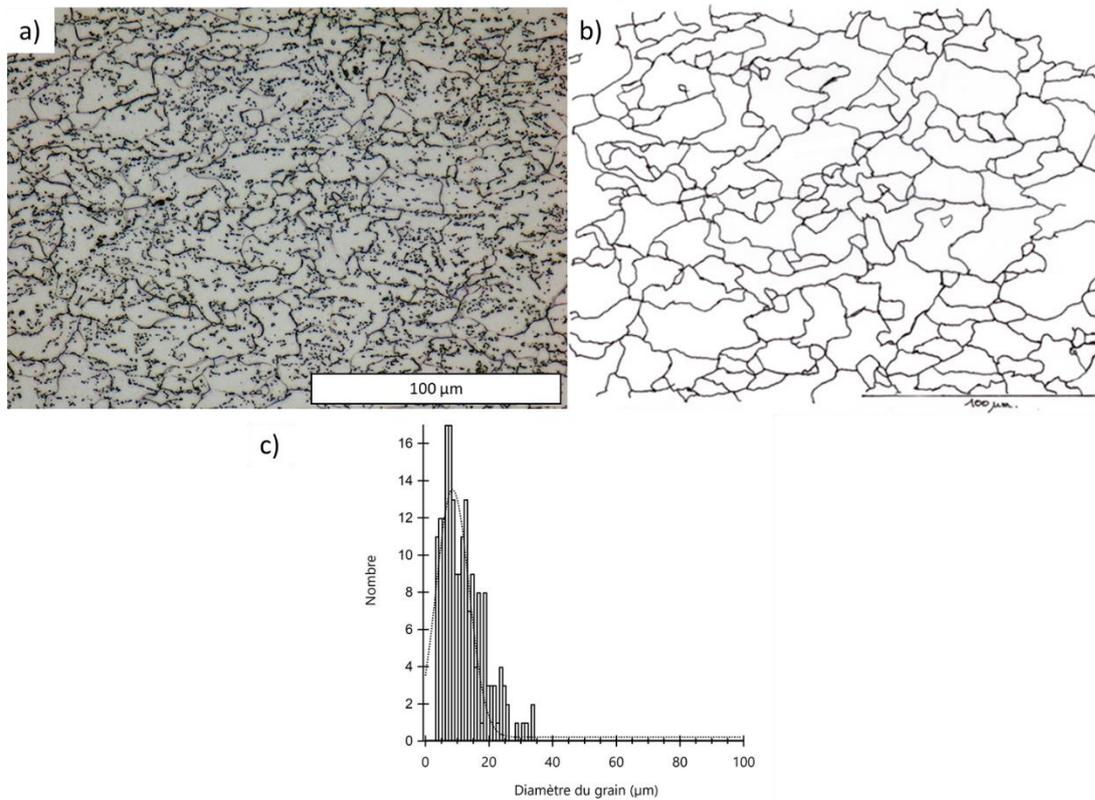
La Figure 36 montre l'équivalence entre une microstructure révélée au Nital 3.5% d'un C18E non traité observé avec un grossissement x500, et l'image type correspondante à la taille de grain du même échantillon suivant la norme ISO 643.



**Figure 36 : Comparaison de la microstructure d'un échantillon de C18E avec l'image type correspondante telle que donnée dans la norme ISO 643 : Indice G9 avec une taille de grain en micron correspondante de 16 μm**

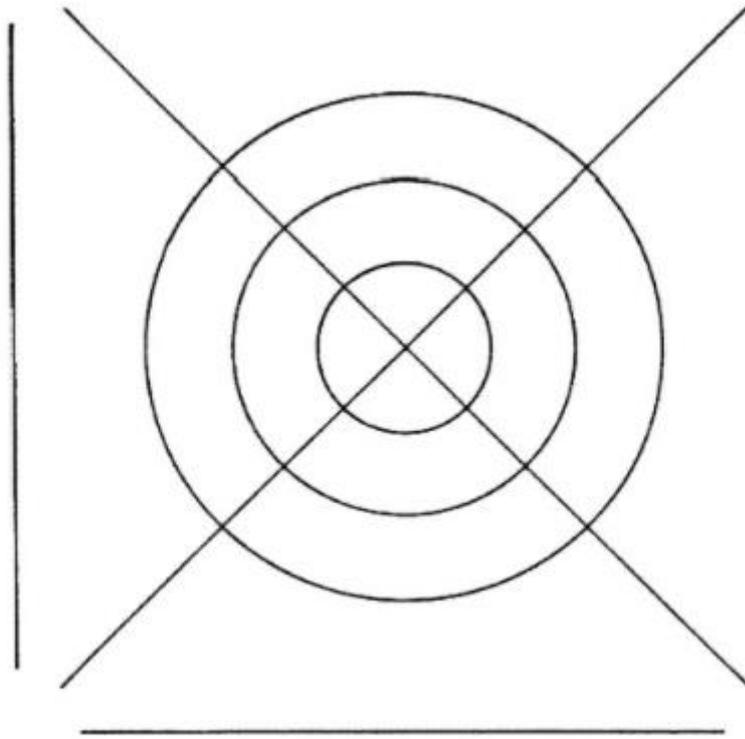
La seconde technique consiste à décalquer les microstructures afin d'obtenir une représentation des contours des grains ferritiques à mesurer, puis de procéder à une analyse d'image en utilisant le logiciel IGOR®. La détermination du diamètre équivalent moyen des grains est complétée d'un histogramme de répartition de ceux-ci. Un calque des grains est importé dans IGOR, puis les grains sont détournés

par le logiciel avec un seuillage fixé à 200 et en fixant une taille minimum de 5 pixels de diamètre pour éliminer les défauts de l'image scannée. Les surfaces des grains sont ensuite converties en diamètre en pixels, puis en microns en se référant à la barre d'échelle de l'image. Un histogramme des diamètres de grains est ensuite tracé pour figurer la répartition de la taille des grains (Figure 37). C'est cette technique qui sera utilisée pour la mesure des tailles de grains austénitiques dans le chapitre 4.



**Figure 37 : Cheminement de la mesure de la taille de grain par la méthode des calques. a) micrographie après attaque au Nital 3.5% d'un échantillon de C18E non traité, b) calque reproductif de la microstructure et c) histogramme du diamètre des grains correspondant après traitement par le logiciel IGOR®**

La dernière technique consiste à appliquer la méthode des intersections des segments linéaires, telle que décrite également dans la norme ISO 643. Cette méthode consiste à tracer trois cercles concentriques de trois diamètres différents pour une circonférence totale de 500 mm, et également quatre lignes : deux droites diagonales de l'image, de 150 mm de long, passant par le centre des cercles, et une droite verticale et une droite horizontale de 100 mm de long chacune, à l'extérieur des cercles (Figure 38), et comptabiliser le nombre d'intersections des joints de grains avec ces tracés.



**Figure 38 : Grille de mesure recommandée pour la méthode d'intersection des segments (ISO 643, 2019)**

Cette dernière méthode est appliquée numériquement, en utilisant le microscope numérique 3D Keyence® VHX 7000. L'analyse numérique donne l'indice G de la taille de grain, tel que défini dans la norme ISO 643, et également sa conversion en microns. Cette méthode, très reproductible, a été choisie pour la mesure de la taille de grains ferritiques des échantillons.

## 2.2 Essais mécaniques

Pour la caractérisation mécanique des aciers, des essais de traction ainsi que des mesures de dureté ont été réalisées. Les machines et méthodes utilisées sont décrites ci-dessous.

### 2.2.1 Essais de traction

Des essais de traction ont été réalisés sur les aciers en utilisant une machine MTS® Exceed 50kN, équipée d'une cellule de force de 50kN. La machine est asservie en déplacement de traverse, à une vitesse de 1.5 mm/min permettant d'obtenir une vitesse de déformation de  $10^{-3}$ . Quatre autres vitesses de déformation ont été utilisées ( $2 \cdot 10^{-1}$ ,  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$ ,  $10^{-5}$ ) dans le chapitre 5. La caractérisation des matériaux initiaux a été réalisée sur des éprouvettes de type C (Figure 39) selon la norme ISO 6892 (ISO 6892, 2019), prédécoupées au laser et fraisées à température ambiante à partir des plaques des deux aciers. La déformation des échantillons est calculée à partir du déplacement enregistré par un extensomètre mécanique MFL® placé sur l'échantillon, au niveau de la zone utile des éprouvettes. Les

courbes contrainte–déformation nominales et vraies ont été tracées, et les caractéristiques mécaniques principales (contrainte maximale, limite élastique et allongement à rupture) ont été extraites de ces courbes. Cinq essais ont été effectués par nuance d’acier et traitement réalisé (carbonituration, carbonituration et revenu, trempe et trempe et revenu), afin d’étudier la reproductibilité de leur comportement.

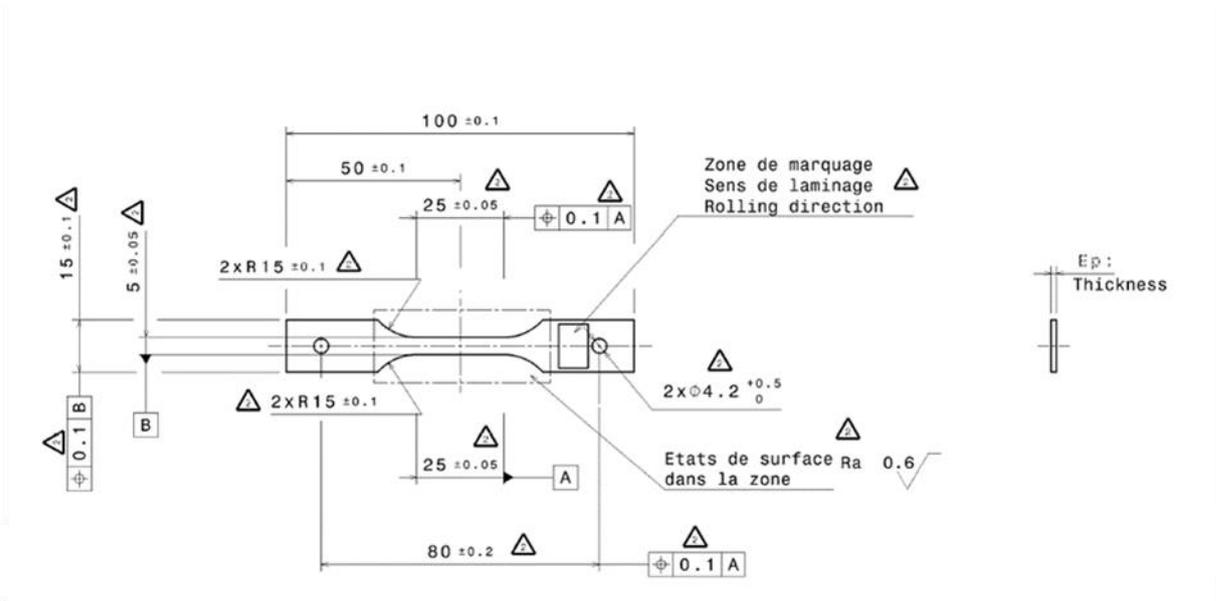


Figure 39 : Géométrie d’une éprouvette de traction de type C (selon la norme ISO 6892, 2019)

### 2.2.2 Mesures de dureté

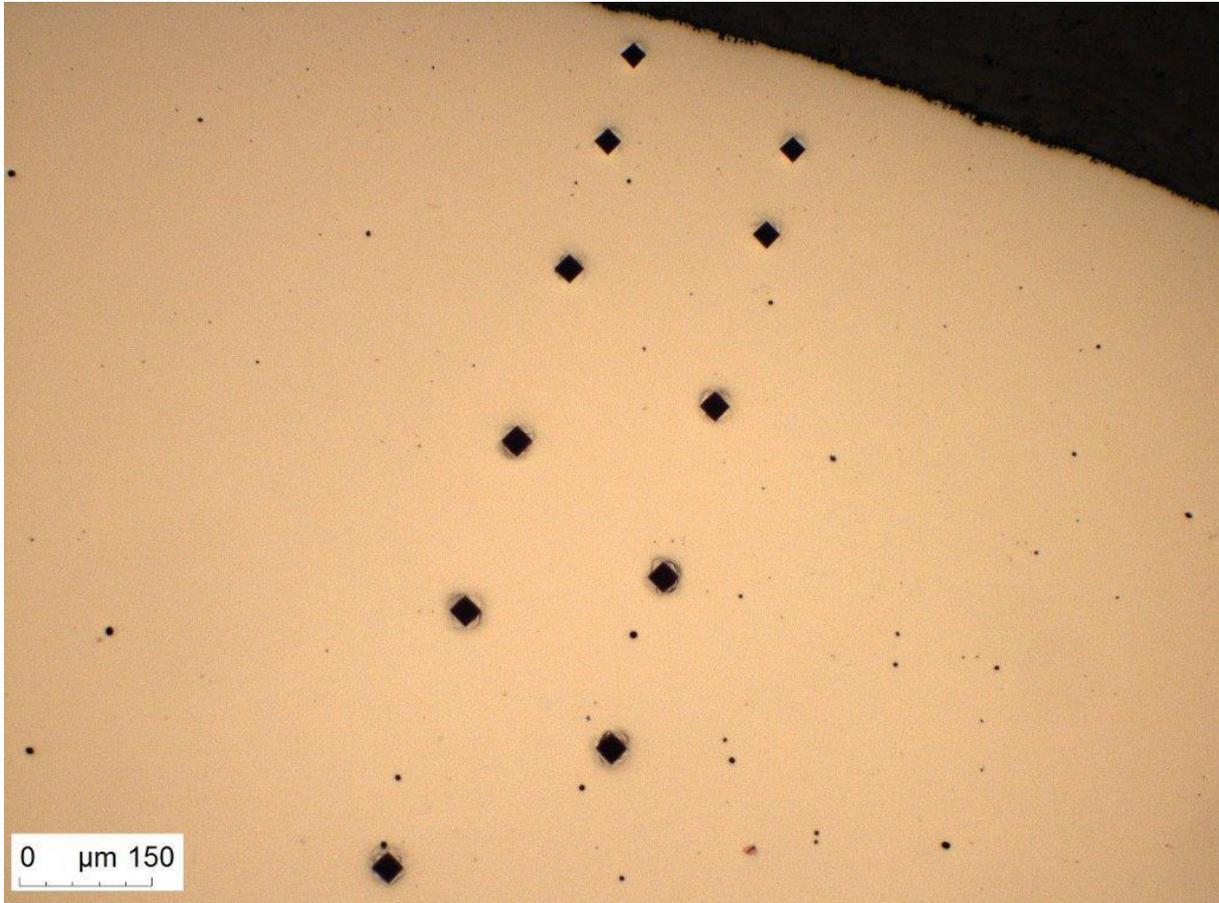
Des mesures de dureté Vickers sont utilisées pour confirmer la présence des différentes phases dans les échantillons, et donner des indications sur la profondeur de diffusion de carbone atteinte par la carbonituration réalisée. Grâce à des cartographies de dureté, la mesure de l’écrouissage local dans les échantillons après mise en forme est possible (Chapitre 5). Des filiations (mesures suivant une ligne) sont effectuées pour mesurer la profondeur de la diffusion du carbone (Figure 40). Selon la spécification industrielle et pour les aciers considérés, cette profondeur est déterminée pour une valeur de dureté à 550 HV<sub>0.3</sub>.

Les mesures de dureté ont été réalisées suivant la norme ISO 6507 (ISO 6507, 2018), en utilisant deux micro-duromètres et un macro-duromètre.

Ces mesures sont basées sur un essai d’indentation, qui consiste à appliquer, à la surface d’une pièce ou d’une éprouvette, un pénétrateur diamant et à analyser l’empreinte obtenue. L’indenteur Vickers utilisé dans cette étude possède une forme pyramidale à base carré, d’angle au sommet  $\alpha$  de 136°. Il est appliqué sur la surface de l’échantillon avec une force  $F$  variable pendant 10 secondes. La norme

ISO 6507 donne la formule permettant d'obtenir la valeur de dureté Vickers à partir de la taille des diagonales de l'empreinte obtenue (équations 13).

$$\text{Dureté Vickers} = \text{Constante} \times \frac{\text{Charge d'essai}}{\text{Aire de l'empreinte}} \quad (13)$$



**Figure 40 : Exemple de filiation de dureté réalisée sur une pièce C18E carbonitrurée (Rapport interne)**

Les micro-duromètres semi-automatique Buehler® M4623 et automatique Buehler® VH3100, sont utilisés pour réaliser les filiations et cartographies de duretés sous une charge de 300 gf. Les mesures de dureté variant en fonction des phases présentes ou de l'écrouissage local d'un échantillon sont enregistrées. Un minimum de 2.5x la longueur de la diagonale de l'empreinte est fixé entre chaque empreinte pour éviter de mesurer l'écrouissage causé par l'empreinte précédente.

Enfin, des points de dureté individuels sous fortes charges (supérieures à 3kgf) ont été réalisés en utilisant un macro-duromètre Struers® M4729.

Les aciers considérés dans cette étude, d'une teneur en carbone proche de 0.2% massique, contiennent, suivant le traitement qui leur a été appliqués, de la ferrite, de la bainite et de la martensite. Les duretés Vickers correspondantes à ces différentes phases sont résumées dans le

Tableau 3. Après carbonituration, la martensite présente en surface des pièces possède une concentration en carbone proche de 0.8% en masse. Sa dureté varie alors entre 800 et 1000 HV<sub>0.3</sub>.

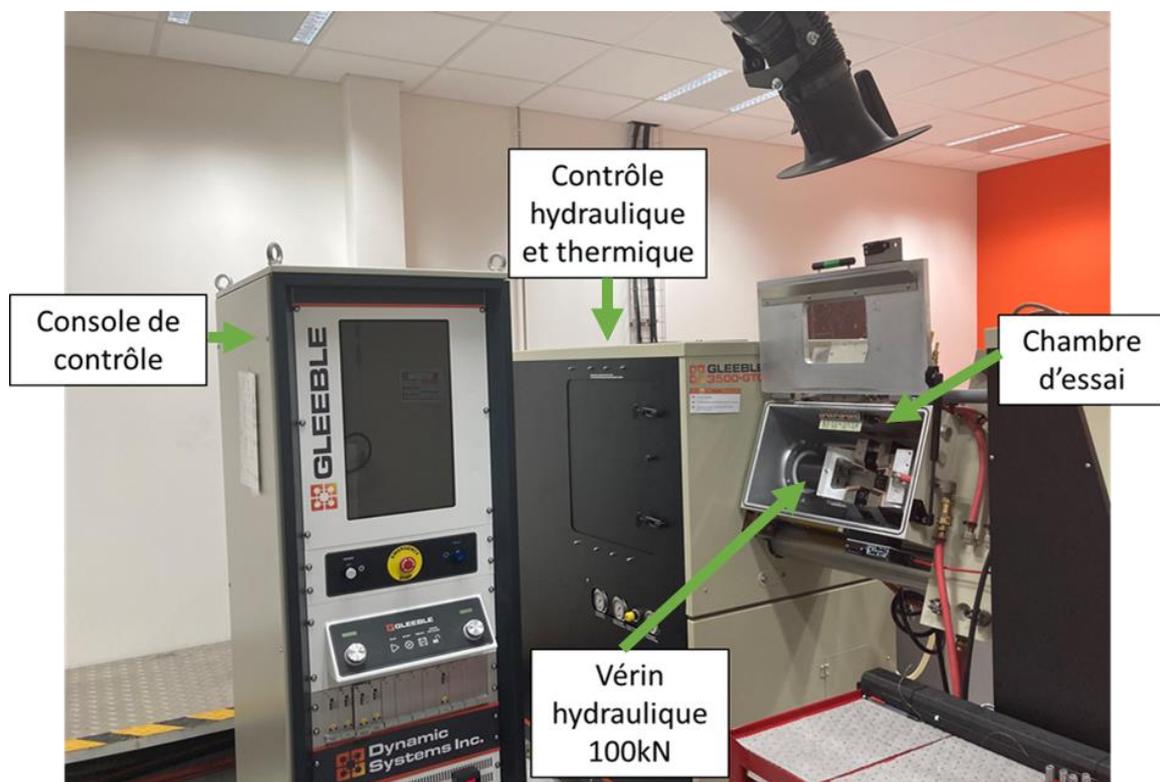
**Tableau 3 : Duretés Vickers correspondant aux différentes phases principalement observées dans les aciers utilisés**

Phase	Ferrite	Bainite	Martensite
Dureté Vickers (HV <sub>10</sub> )	90-140	250-350	350-500

## 2.3 Le simulateur thermomécanique Gleeble

### 2.3.1 Présentation de l'appareil

Le simulateur thermomécanique Gleeble 3500 DSI<sup>®</sup> (Figure 41) est un appareil de simulation physique permettant la reproduction des cycles mécaniques et thermiques que peut subir une pièce lors de son processus de fabrication. La simulation physique permet d'apporter des données précises pour l'optimisation du processus métallurgique dans son ensemble, le choix de nouveaux matériaux, et pour reproduire les conditions réelles de température (chauffage et refroidissement) et/ou de déformation vues par des pièces manufacturées sur un échantillon en laboratoire.



**Figure 41 : Simulateur thermomécanique Gleeble 3500 DSI<sup>®</sup>, utilisé pour les traitements thermiques et les essais dilatométriques**

La chambre d'essai est composée de la sortie du vérin hydraulique sur lequel sont fixés les modules de mesure de force ou de dilatométrie. Cette partie est mobile (Figure 42 b)) alors que celle de droite (identifiée sur la figure comme sortie machine) reste fixe dans la chambre. Deux accumulateurs de pression hydraulique (Figure 42 a)) permettent un déplacement du vérin de faible ou forte amplitude.

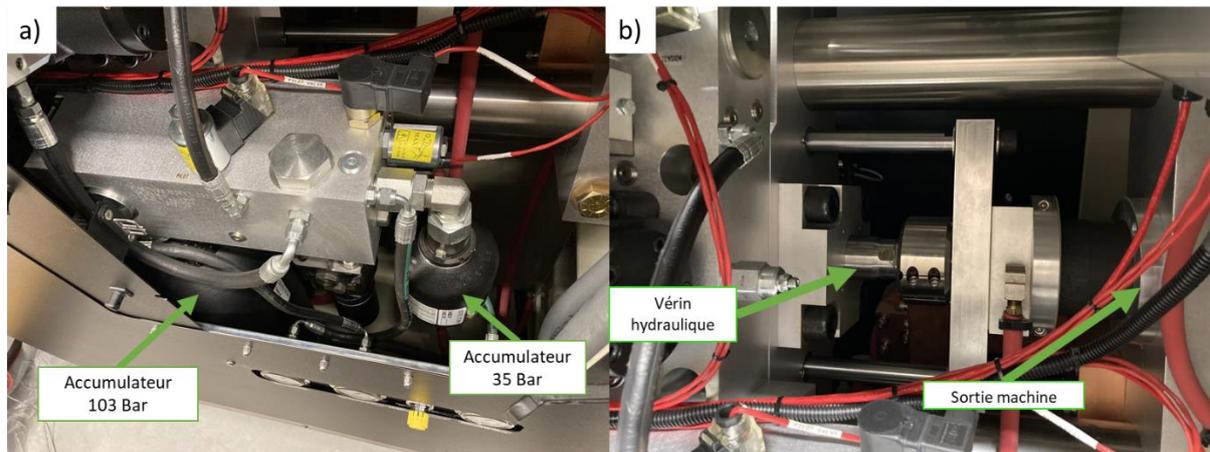


Figure 42 : a) Accumulateurs de pression hydraulique alimentant la presse hydraulique, b) Vérin hydraulique

Le chauffage de l'échantillon se fait par effet Joule, suivant une vitesse pouvant aller de 0.01 °C/s à 10000 °C/s. Pour réaliser ce chauffage, la machine est connectée au convertisseur de tension électrique par des parties en cuivre, comme montré en Figure 43.

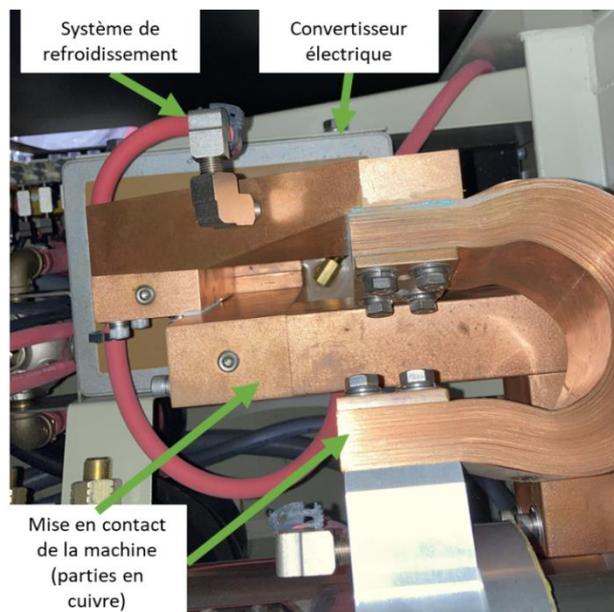


Figure 43 : Contact électrique entre la machine et le convertisseur de tension électrique

Des thermocouples de type K ont ainsi été soudés sur l'éprouvette, dans sa zone centrale, grâce à un soudeur de thermocouple Gleeble® (Figure 44). Une tension de 42 mV est utilisée pour souder

l'ensemble des éprouvettes testées, le choix de la tension a été optimisé pour avoir des soudures qui résistent aux montées en température rapides et lentes que peut effectuer la machine. Le système de chauffage par effet Joule crée un gradient de température au niveau de l'éprouvette, aussi les thermocouples sont positionnés sur au centre géométrique de l'échantillon afin d'obtenir une mesure précise de la température dans la zone la plus chauffée. Cette soudure centrale permet de contrôler et mesurer la température dans la zone où la résistance électrique est maximale donc où le chauffage est maximal (Figure 45).

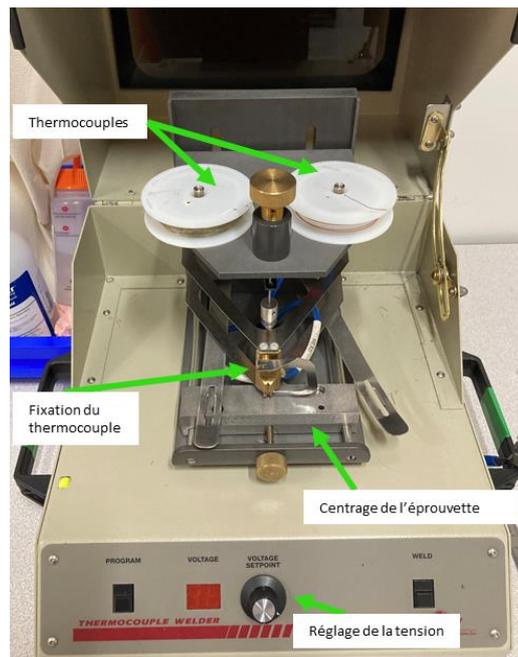


Figure 44 : Soudeur de thermocouples

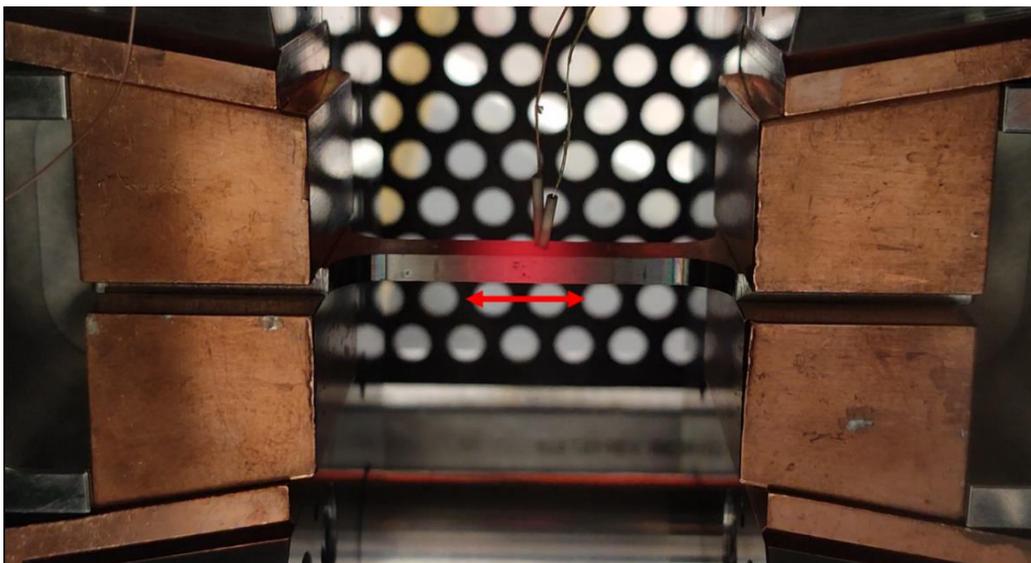


Figure 45 : Gradient thermique observé pendant le maintien à 800 °C d'une éprouvette de traction dans la chambre du simulateur thermomécanique (flèche rouge)

Après chauffage, le refroidissement de l'échantillon est assuré par une douchette, qui se positionne de part et d'autre du centre de l'éprouvette (Figure 46). Ce système permet un refroidissement par air ou par eau, ou par un mélange air/eau. Le système de trempe est relié au réseau d'air comprimé pour assurer une pression d'air constante, garantissant la même vitesse tout au long du refroidissement. Le refroidissement utilise deux réservoirs (Figure 47). Un réglage des flux sur chaque réservoir, ainsi que de la pression d'air en entrée du système est possible. Des vitesses de refroidissement allant de quelques degrés par seconde jusqu'à 700 °C/s sur nos éprouvettes sont alors obtenues.

Quel que soit le type d'essai réalisé sur le simulateur Gleeble, le contact entre les parties cuivrées (mors au contact de l'éprouvette et mors externes) et l'éprouvette doit être parfaitement assuré pour éviter tout arc électrique et mise en défaut de la machine. La mise en tension de l'ensemble éprouvette/mors et le contact électrique sont assurés par des systèmes de fixation type U-jacks (Figure 46). Pour assurer le maintien de l'éprouvette dans les mors, une précharge de 1 kN est appliquée sur l'éprouvette.

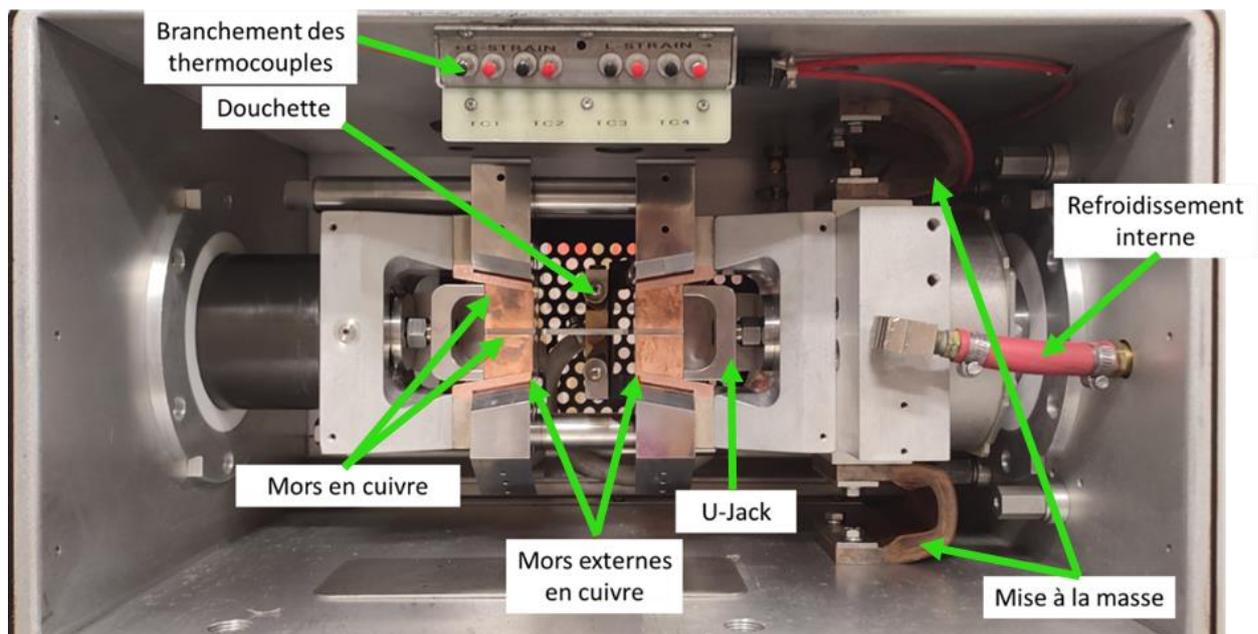


Figure 46 : Intérieur de la chambre d'essai du simulateur Gleeble avec le montage de traction

Pendant les essais de traction, la déformation est mesurée en utilisant un extensomètre, qui vient se fixer sur les mors de l'appareil.

Pour les mesures dilatométriques, un autre montage doit être installé sur le simulateur thermomécanique (Figure 48). Ce montage permet une mobilité de l'échantillon selon l'axe de traction, éliminant les contraintes éventuelles qui pourraient nuire aux essais dilatométriques. La mesure de la dilatation de l'échantillon est obtenue en utilisant un dilatomètre à transducteur LVDT (pour Linear

Variable Differential Transformer). Ce dilatomètre est composé de deux quartz, dont un coudé, permettant le maintien de l'éprouvette. Le capteur LVDT mesure le déplacement et un système de refroidissement à air protège le capteur LVDT des températures excessives (Figure 49).

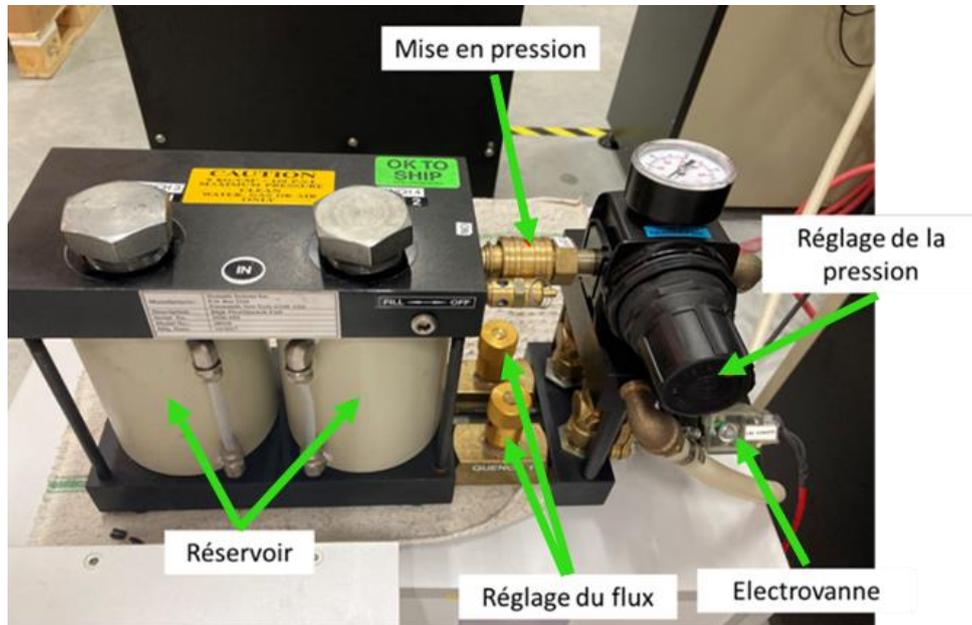


Figure 47 : Système de refroidissement du simulateur Gleeble

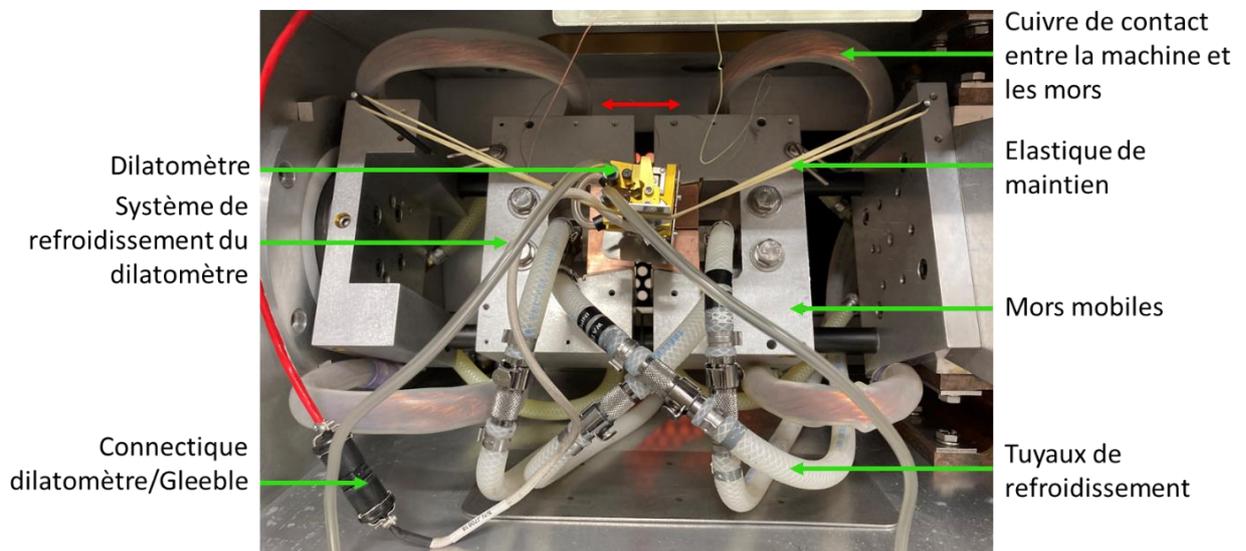


Figure 48 : Montage dilatométrique complet dans la chambre du simulateur Gleeble

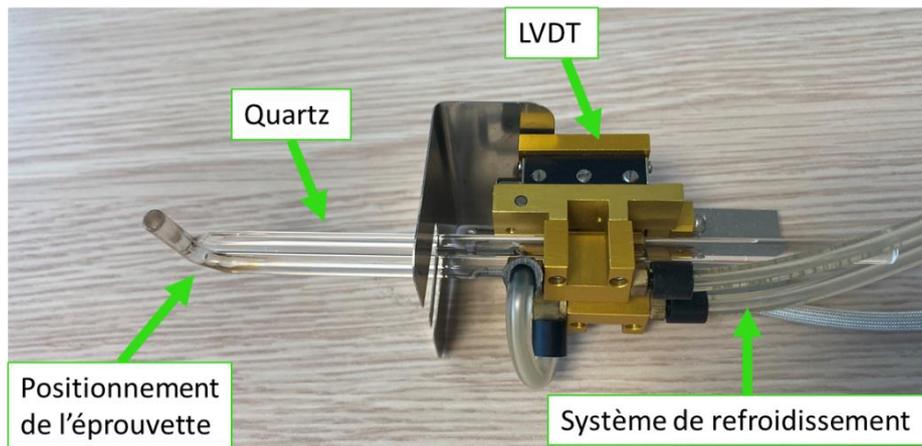


Figure 49 : Dilatomètre LVDT utilisé pour les mesures dilatométriques

### 2.3.2 Epreuves utilisées

Pour l'étude des traitements thermiques réalisée sur le simulateur thermomécanique, des éprouvettes plates de traction de type haltère ont été utilisées (Figure 50). Ces éprouvettes permettent d'obtenir des vitesses de refroidissement contrôlables entre 1 et 700 °C/s grâce au système de refroidissement et elles ont également été utilisées lors d'essais de traction à température ambiante sur le simulateur Gleeble.

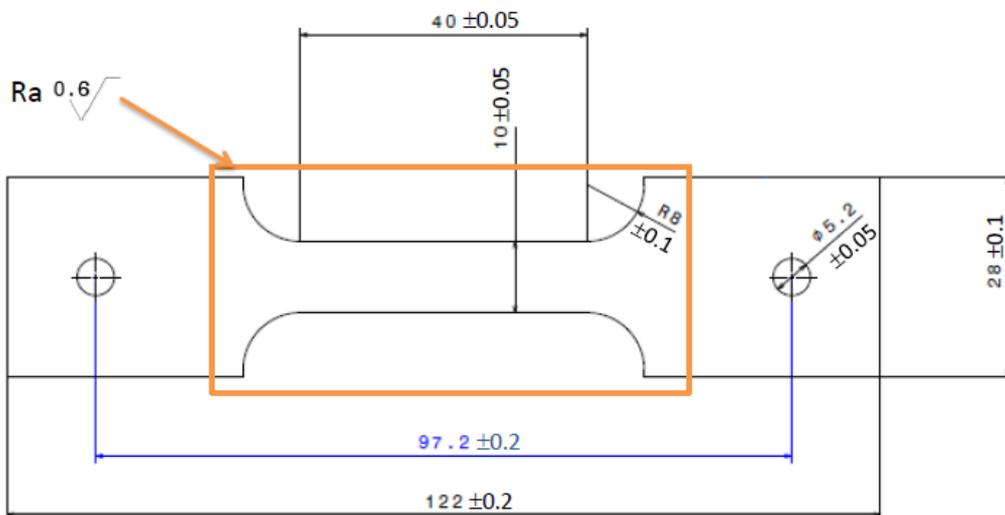


Figure 50 : Epreuve de traction utilisée pour les essais de caractérisation mécanique sur le simulateur Gleeble

Pour réaliser les essais dilatométriques, des éprouvettes de type « ISO Quench » sont habituellement utilisées (Figure 51). Grâce à ce type d'éprouvettes, des vitesses de refroidissement comprises entre 0.1°C/s et 700°C/s sont atteignables. Ces éprouvettes présentent un diamètre externe de 10mm. Or,

les plaques reçues pour cette étude possèdent une épaisseur de 4mm, il nous était donc impossible d'usiner ce type d'éprouvettes dans notre matière initiale.

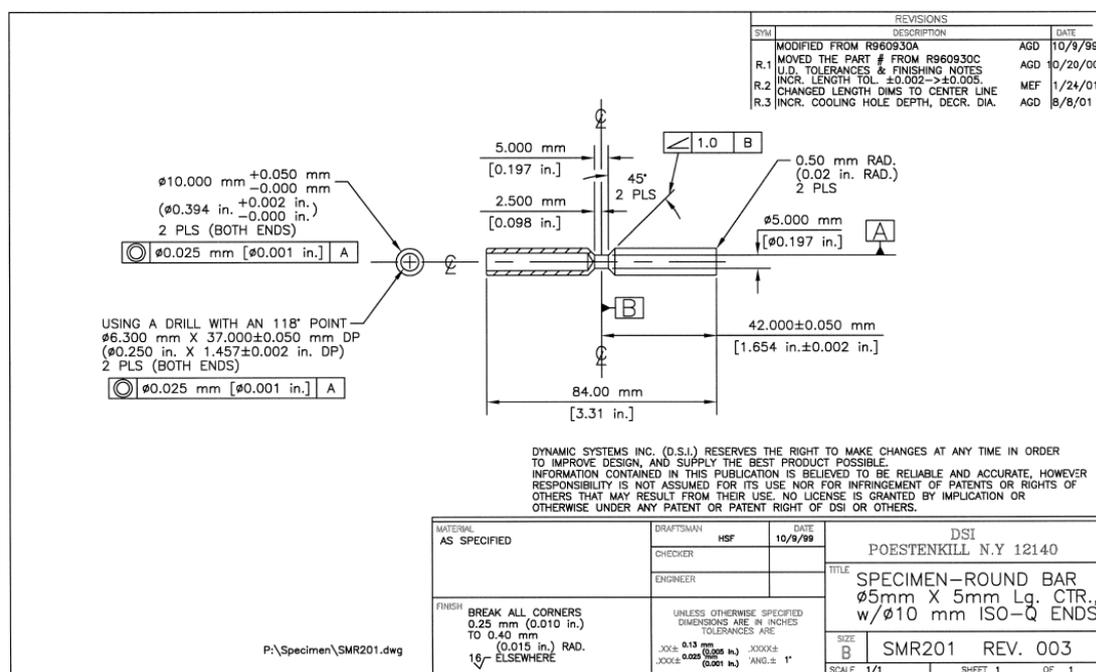


Figure 51 : Plan des éprouvettes ISO-Quench habituellement utilisées pour les études dilatométriques sur le simulateur Gleeble

Pour pallier ce problème, une nouvelle géométrie d'éprouvette a été conçue (Figure 52). Cependant aucun système de refroidissement ne pouvait être installé en externe. En effet, les deux méthodes de refroidissement projettent de l'air ou de l'eau sur l'éprouvette rendant la mesure dilatométrique inexploitable. La géométrie choisie utilise le refroidissement des mors en cuivre durant l'essai à 20 °C pour refroidir l'éprouvette.

La surface utile de l'éprouvette a été réduite à une section très faible, pour assurer un refroidissement comparable à l'éprouvette ISO-Quench, tout en restant suffisante pour assurer un bon contact avec le quartz du dilatomètre et le soudage des thermocouples. Pour valider le design de la nouvelle éprouvette, des simulations thermiques ont été réalisées sur Forge®. Une vitesse de refroidissement en simulation de 300 °C/s est alors obtenue.

Avec cette nouvelle géométrie d'éprouvettes plates (Figure 52), des vitesses de refroidissement allant de 0.1 à 250 °C/s, ont été atteintes expérimentalement sans utiliser un système de refroidissement externe.

La position du dilatomètre et des thermocouples sur l'éprouvette est présentée sur les Figure 52 à Figure 53.

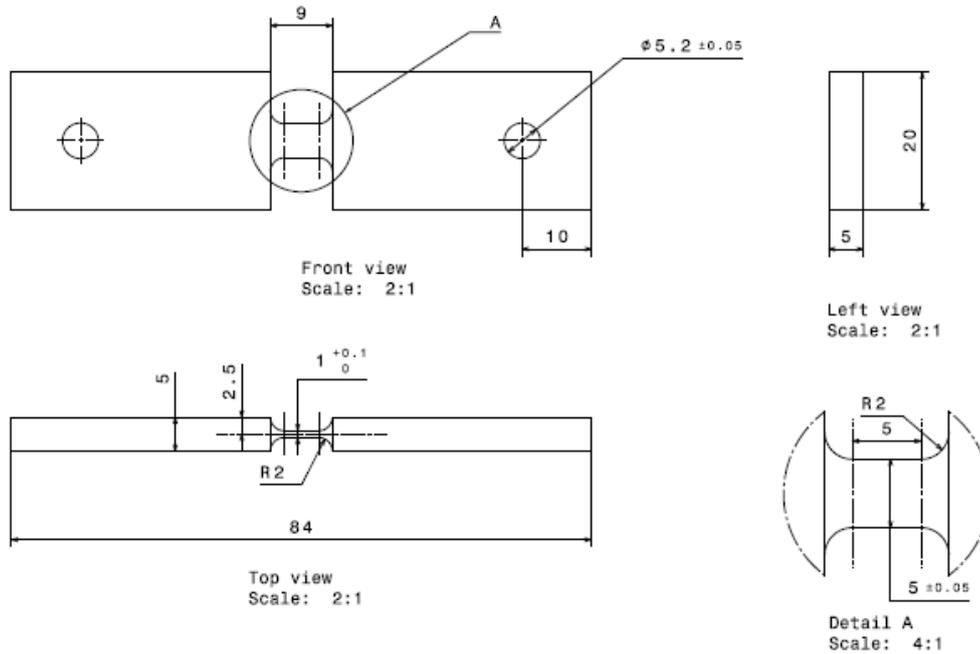


Figure 52 : Eprouvette de dilatométrie créée pour les essais dilatométriques Faisabilité et validation du protocole expérimental

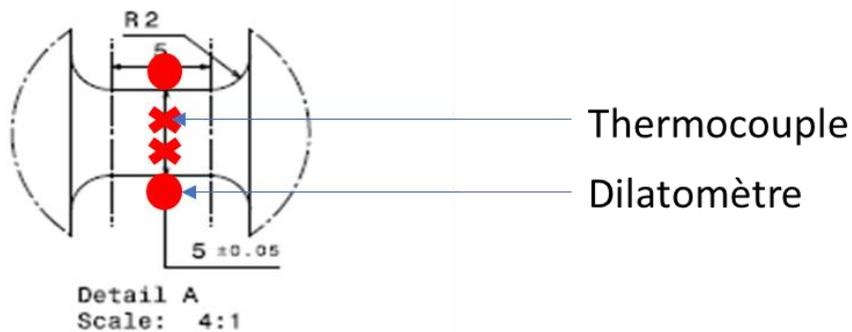


Figure 53 : Positionnement des thermocouples et du dilatomètre sur l'éprouvette

Pour l'analyse microstructurale des échantillons issues du simulateur thermomécanique Gleeble, une attention particulière a été apportée pour observer les microstructures à la position exacte des thermocouples.

Une première étude de faisabilité de différents traitements thermiques a ensuite été menée. Des éprouvettes en acier CP1200, d'épaisseur 1.2 mm, ont été soumises à différents traitements thermiques. Ce matériau a été utilisé lors de la thèse de Pauline Martin (Martin, 2019), et de nombreuses éprouvettes étaient disponibles pour réaliser les tests. Six configurations incluant des trempes à l'air et à l'eau ont été considérées, et sont résumées dans le Tableau 4. Cinq éprouvettes

ont été testées pour chacune de ces configurations. Une même vitesse de chauffage de 320 °C/s a été utilisée pour chauffer la pièce sous vide jusqu'à 900 °C. Ensuite, deux temps de maintien courts, d'une seconde ou d'une minute, ont été appliqués. Finalement, trois conditions de refroidissement ont été appliquées : deux refroidissements sans trempe (refroidissement naturel par conduction à travers les mors, avec ou sans la présence de la douchette) et un refroidissement par trempe à l'air grâce à la douchette (pression de 40 PSI avec les deux vannes de flux ouvertes).

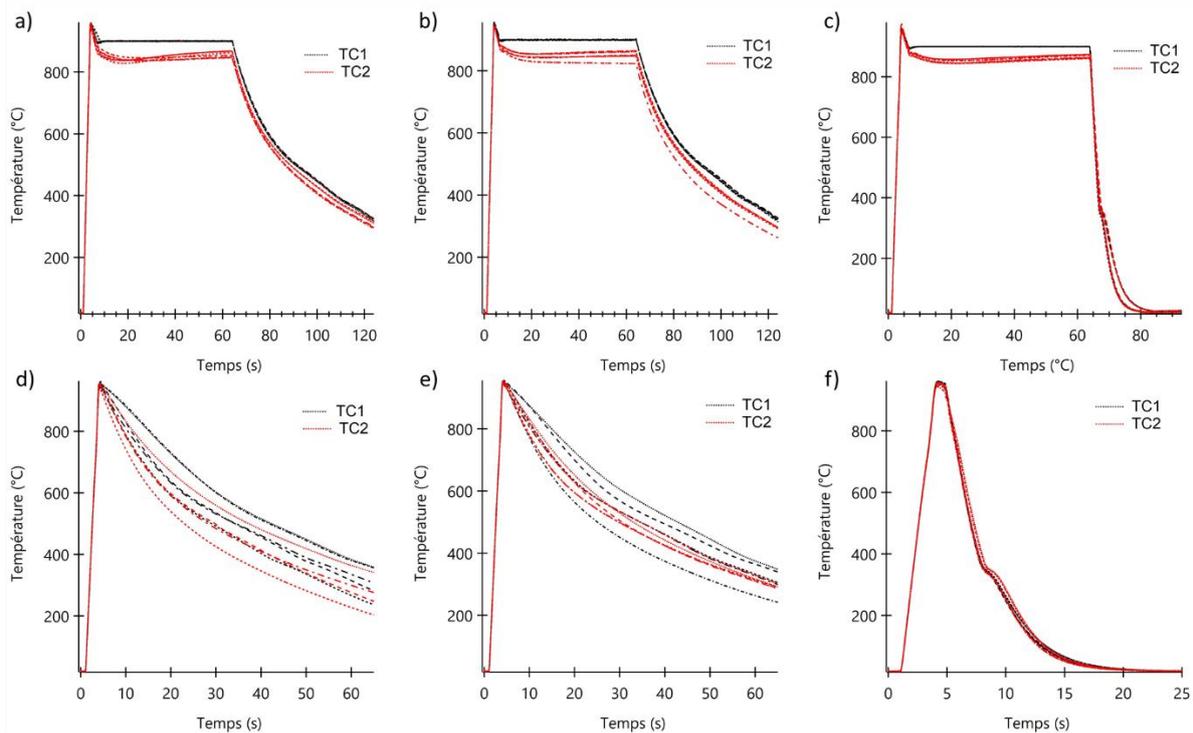
**Tableau 4 : Résumé des essais réalisés sur le simulateur thermomécanique afin de vérifier la reproductibilité des mesures sur acier CP1200 à 900°C, cinq éprouvettes par essai**

Essai	1	2	3	4	5	6
Temps de maintien	1 min	1 min	1 min	1 sec	1 sec	1 sec
Douchette	×	✓	✓	×	✓	✓
Trempe air	×	×	✓	×	×	✓

Pour chaque configuration, la température de l'éprouvette a été mesurée en fonction du temps. Pour cela, deux thermocouples ont été utilisés. Un premier thermocouple (TC1) a été soudé au centre de l'éprouvette, et servait à contrôler la température durant l'essai. Un second thermocouple (TC2) a été soudé à 10 mm du centre de l'éprouvette quantifiant le gradient thermique le long de l'éprouvette. Lors des essais, la température maximale atteinte, les vitesses de chauffage et de refroidissement, ainsi que le nombre d'éprouvettes défectueuses ont été quantifiés. La Figure 54 présente les variations de la température en fonction du temps, mesurées par les deux thermocouples (en noir CT1, en rouge CT2), pour les cinq éprouvettes réussies dans chacune des configurations considérées. Pour tous les essais, un dépassement de la température de consigne de 900 °C utilisée pour le traitement est visible. Ce problème a été réglé par la suite, en changeant les paramètres PID (Proportional-Integral-Derivative controller) de la machine et en ajoutant une étape intermédiaire à la fin du chauffage.

On remarque que les cinq mesures réalisées au centre de l'éprouvette par le thermocouple TC1 se superposent, sauf les configurations utilisant des refroidissements sans trempe. Dans ces cas (Figure 54 d) et e)), des écarts de plus de 100 °C apparaissent entre les différents échantillons. On note également lors du chauffage une température homogène sur 10 mm de part et d'autre du centre de l'échantillon (superposition des courbes de TC1 et TC2). Un gradient thermique apparaît ensuite lors du maintien d'une minute à 900 °C (Figures 49 a) à c)). La température mesurée par TC1 ne varie pas et respecte la température de consigne. En revanche, les températures mesurées par TC2 montrent une fluctuation importante (en fonction des échantillons). Dans les premiers instants du maintien, la

température mesurée par TC2 est égale à celle mesurée par TC1, mais à la fin du maintien, une différence de 50 °C à 80 °C par rapport à la consigne a été enregistrée. Une fois la température de traitement atteinte, une homogénéisation de la température s'opère depuis le centre de l'éprouvette dans toute la zone utile. Au fur et à mesure du maintien, un gradient thermique apparaît entre les mors refroidis à 20 °C et le centre de l'échantillon maintenu à 900 °C. En conséquence, l'observation de la microstructure des échantillons correspondante à un traitement thermique doit se faire sur un échantillon prélevé au niveau du thermocouple TC1 c'est-à-dire au centre de l'éprouvette.



**Figure 54 : Variation de la température enregistrée par les deux thermocouples en fonction du temps, lors des essais préliminaires : les graphiques de a) à f) correspondent aux configurations d'essai de 1 à 6**

Cette étude a également montré qu'en moyenne, les données issues d'un essai sur quatre n'étaient pas utilisables (les courbes de la Figure 54 ont été tracées à partir de cinq essais réussis). Trois problèmes sont apparus pendant les essais, liés aux thermocouples. Certains se sont dessoudés pendant l'essai, certains ont vu leur gaine protectrice fondre à cause d'un chauffage par rayonnement de l'acier, enfin la régulation de température est entrée en résonance, provoquant la fusion du centre de l'éprouvette et l'arrêt de l'essai.

En conclusion de cette étude de faisabilité, le simulateur Gleeble peut être utilisé pour reproduire des traitements thermiques avec des vitesses de chauffage, des temps de maintien et des vitesses de refroidissement contrôlés et reproductibles, à condition de s'assurer que les essais sont bien réalisés dans les conditions optimales déterminées ici.

## Chapitre 2 : Matériaux et méthodes

Dans ce chapitre, les méthodes expérimentales permettant l'observation microstructurale, le comptage des phases métallurgiques présentes et la mesure de la taille de grain, ont été explicitées. Les outils d'observation et de mesures utilisés au cours de cette étude ont été présentés. Il est désormais possible de caractériser la microstructure et le comportement mécanique des aciers initiaux ainsi qu'après quatre traitements thermiques industriels.

## Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

---

La complexité de la géométrie du flasque mobile, oblige à utiliser des aciers doux pour sa fabrication. Un procédé de découpage fin est utilisé industriellement. Ce procédé permet, à partir d'une tôle de matière ductile, de former des pièces possédant des géométries complexes, tout en garantissant le dimensionnel souhaité sans usinage ultérieur, avec une cadence élevée, primordiale pour les besoins industriels. Cependant, les caractéristiques mécaniques des aciers doux utilisés, ne répondent pas aux demandes de résistance et de fiabilité exigées lors de leur utilisation. Un traitement thermique de carbonituration après mise en forme permet d'apporter une dureté importante aux pièces. Cependant, ce traitement peut entraîner une variabilité dimensionnelle.

A l'heure actuelle, un acier bas carbone type C18E est utilisé industriellement pour la réalisation des flasques mobiles. Cet acier possède une bonne formabilité, liée à son élongation à rupture élevée et à sa faible résistance mécanique. Cependant, sa composition chimique ne lui confère pas de prédisposition à la trempe. En effet, une vitesse de trempe très élevée ( $>200$  °C/s) serait nécessaire afin d'obtenir la structure martensitique stable recherchée. Ainsi, après traitement thermique, plusieurs phases peuvent être présentes dans l'acier : de la ferrite, de la bainite, et de la martensite, phases qui possèdent des mailles cristallines de nature et de dimensions différentes. De plus, des variabilités de composition entre lots de matière reçus, et/ou au sein d'un même lot, entraînent des modifications du pourcentage des phases présentes au cœur de la pièce, donc de la géométrie de la pièce finale. Afin d'éviter ces problèmes dimensionnels, il est nécessaire de comprendre l'influence des éléments chimiques présents dans le matériau, en fonction de la température considérée.

Par ailleurs, un acier faiblement allié, le 20MnB5 a été pressenti et testé depuis quelques années, pour remplacer le C18E pour une partie des pièces. Cet acier, faiblement allié au bore, possède également un taux plus élevé en manganèse que le C18E. Son comportement face à la trempe en est amélioré, avec la formation de martensite à des vitesses de refroidissement bien inférieures à celles nécessaires pour le C18E. Une microstructure contenant plus de 95% de martensitique est présente à la suite d'un refroidissement à 50 °C/s, correspondant au minimum des vitesses enregistrées sur les fours industriels. Cependant, des problèmes ont été observés sur cette matière lors du découpage fin. Des fissures apparaissent dans des zones fonctionnelles de la pièce formée (zones subissant des sollicitations en usage), et la durée de vie de l'outil de découpe est fortement diminuée. Le comportement mécanique des aciers face au procédé de mise en forme par découpage fin étant très

## Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

peu étudié, une caractérisation des pièces après mise en forme doit être menée pour une meilleure compréhension des phénomènes de fissuration.

Après avoir décrit la composition chimique des aciers et les traitements thermiques considérés, la caractérisation microstructurale des deux aciers à l'état initial sera menée, la taille de grain sera mesurée, et les ségrégations seront classifiées. L'influence des traitements thermiques utilisés industriellement (carbonitruration, trempe, revenu) sur la microstructure et les propriétés mécaniques des aciers sera ensuite étudié. Un comptage des phases sera réalisé sur les différents échantillons grâce à une attaque colorée. Une comparaison des modes de rupture complétera l'étude.

## 1 Composition chimique et traitements thermiques utilisés

Deux nuances d'aciers ont été étudiées au cours de cette thèse. Un acier C18E a tout d'abord été considéré. Largement utilisé industriellement depuis de nombreuses années, il satisfait les besoins de formabilité en termes de découpage fin, mais s'avère poser des problèmes dimensionnels liés à la nature des phases présentes dans les pièces finies, les proportions des phases martensitiques, ferritiques et bainitiques dans les pièces variant en fonction des lots de matière reçus.

Le 22MnB5 est le second acier étudié. Celui-ci est proche d'un matériau déjà utilisé par Forvia Faurecia, le 20MnB5. Cependant, selon les données fournisseur, l'allongement à rupture du 22MnB5 reçu est supérieur à celui du 20MnB5. La mise en forme devrait en être favorisée.

Les deux nuances d'acier diffèrent par leurs teneurs en éléments d'addition et résiduels présents. Ces derniers sont inhérents à la matière et difficilement éliminables. Leur pourcentage dépend du type de minerai et de la méthode de coulée utilisés. Les compositions chimiques des deux aciers, telles que mesurées via un spectromètre à décharge lumineuse (GDOES) et fournies sur le certificat du fournisseur, sont comparées dans le Tableau 5 (précision à 0.001%). La mesure GDOES quantifie les pourcentages faibles en éléments tels que le molybdène, le plomb ou le calcium, n'apparaissant pas obligatoirement dans les données du fournisseur, ces données n'étant pas dans les spécifications et normes pour certains aciers. Pour le 22MnB5, le taux de silicium mesuré est inférieur à la donnée fournisseur. Il en est de même pour le taux de chrome des deux aciers. Ces faibles variations de concentration ne devraient pas impacter pas la trempabilité des aciers.

**Tableau 5 : Valeurs moyennes des compositions des deux aciers étudiés, en masse, et comparaison avec les valeurs données par le fournisseur Waelzholz (CCPU). Le pourcentage en fer complète la balance (N/A, non présent dans les données du fournisseur), cinq échantillons mesurés**

C18E	%C	%Mn	%Si	%Cr	%P	%S	%Mo	%Pb	%Ca	%Al
Mesurée	0,194	0,667	0,183	0,018	0,010	0,003	0,005	0,018	0,002	0,009
CCPU	0,197	0,658	0,185	0,028	0,012	0,005	0,000	0,000	0,000	0,009
22MnB5	%C	%Mn	%Si	%Cr	%P	%S	%Mo	%Pb	%Ca	%Al
Mesurée	0.224	1.235	0.213	0.183	0.011	0.000	0.006	0.005	0.001	0.036
CCPU	0.230	1.232	0.241	0.198	0.016	0.001	N/A	N/A	N/A	0.036

Plusieurs traitements thermiques sont utilisés par l'industrie automobile sur les pièces en C18E, la carbonituration étant principalement appliquée. Afin de bien comprendre l'intérêt de ce traitement, nous l'avons comparé à un traitement de trempe simple, en utilisant les mêmes températures et durée

## Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

d'austénitisation, et les mêmes vitesses de refroidissement ultérieurs. Pour cela, des éprouvettes ont été enrobées de pâte anti-cémentation évitant la diffusion du carbone en surface des pièces, et l'ensemble des éprouvettes ont été positionnées dans le four de carbonituration. Un revenu a été ensuite réalisé en accord avec les conditions utilisées pour le traitement des flasques mobiles. Les différentes températures et temps de maintien de ces traitements sont résumés dans le Tableau 6.

**Tableau 6 : Températures et temps de maintien utilisés pour les traitements thermiques réalisés sur les deux nuances d'acier**

Traitements	Temps de maintien (min)		Température du four (°C)	
Non-traité	0		0	
Carbonituration	70		900	
Carbonituration + revenu	70	60	900	180
Trempe	70		900	
Trempe + revenu	70	60	900	180

## 2 Propriétés des aciers initiaux

### 2.1 Analyse microstructurale

La caractérisation microstructurale des aciers nécessite une préparation des échantillons, consistant en un polissage miroir de la surface, suivi d'une attaque chimique. Une procédure spécifique déjà utilisée par le laboratoire matériaux de Forvia Faurecia, utilise le cycle de polissage qui a été décrit dans le chapitre précédent.

Après polissage, la microstructure de l'acier est révélée à l'aide des deux attaques chimiques décrites dans le chapitre 2.

La Figure 55 présente les microstructures des deux aciers étudiés, après polissage et attaque au Nital, et révèle une isotropie de leur microstructure au niveau macroscopique. L'acier 22MnB5 présente en outre des bandes de ségrégation, qui ne sont pas observées dans l'acier C18E (Figure 56).

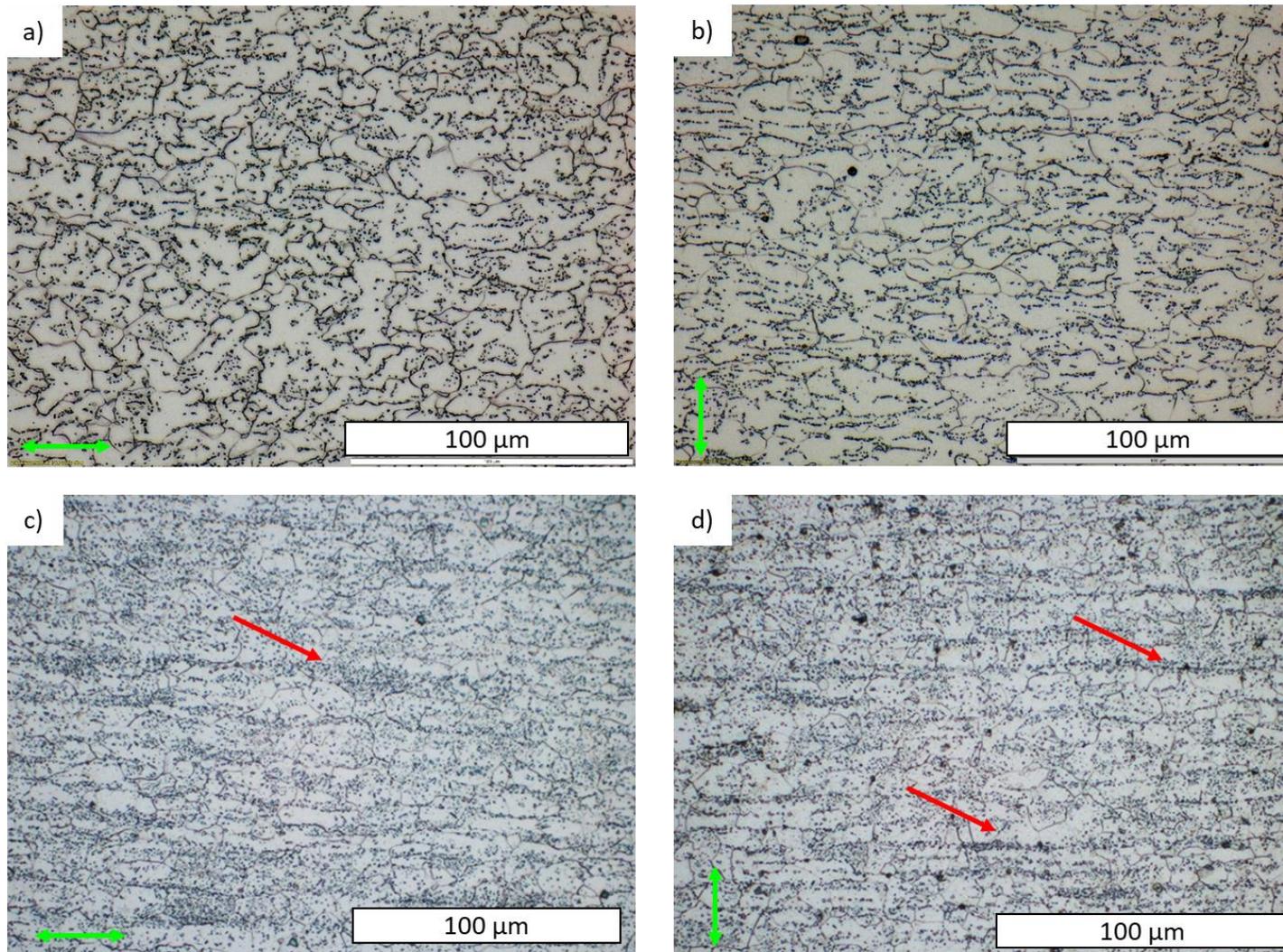


Figure 55 : Micrographies après attaque au Nital du a) C18E longitudinal au sens de laminage, b) C18E transverse au sens de laminage, c) 22MnB5 longitudinal au sens de laminage et d) 22MnB5 transverse au sens de laminage. Les traits noirs correspondent aux joints de grains ferritiques et les points noirs aux globules de cémentite. Des ségrégations sont visibles pour le 22MnB5 (flèches rouges). La double flèche verte montre le sens de laminage

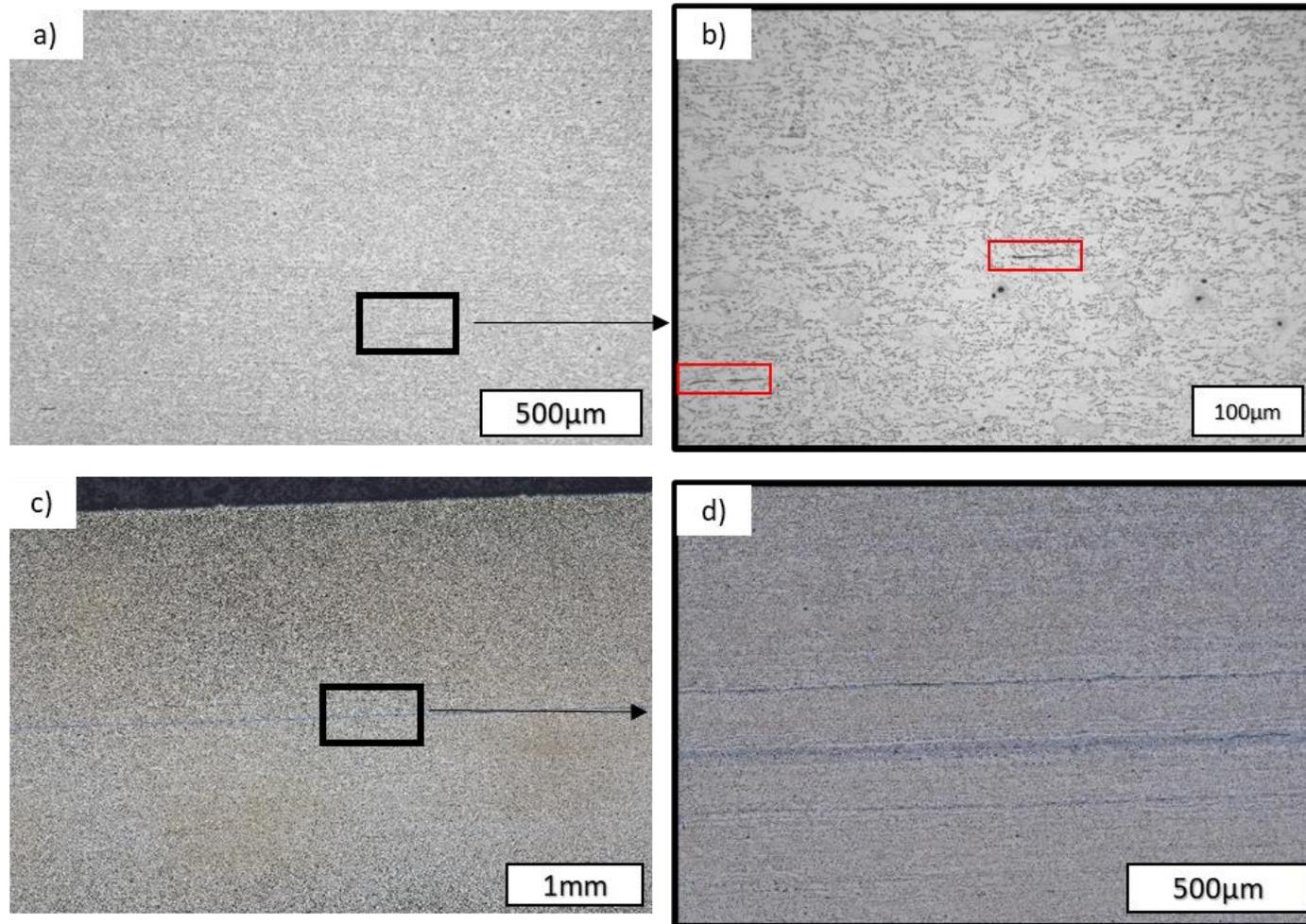


Figure 56 : Microstructure après attaque au Nital, d'échantillons prélevés à cœur selon le sens longitudinal au sens de laminage, montrant la présence ou non de bandes de ségrégation : a) et b) C18E, présence d'inclusions de MnS à cœur (cadres rouge), c) et d) 22MnB5, présence de bandes de globules de cémentite au milieu de l'épaisseur de la plaque analysée

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

La présence de ces bandes de ségrégation, parfaitement visibles à faible grossissement dans l'acier 22MnB5, est tolérée par Forvia Faurecia. Cependant il est à craindre qu'une présence plus importante de ce type de bandes puisse conduire à un risque élevé de fissuration interne à la suite du procédé de semi-découpe. Les plaques d'acier seraient alors refusées pour la fabrication des flasques mobiles.

Un traitement de normalisation à 920 °C pendant 1 heure, suivi d'un refroidissement lent selon le diagramme d'équilibre a conduit à l'apparition de ségrégations de perlite lamellaire en bandes dans l'acier C18E (Figure 57 (a)). Les mécanismes de diffusion ne permettant pas une mobilité assez importante du carbone pour créer de telles bandes (Chaussin et *al.*, 1973), il vient que les globules de cémentite étaient déjà alignés avant le traitement. Par ailleurs, les bandes de globules de cémentite, déjà visibles sur le 22MnB5 avant traitement (Figure 55 c) et d)) se retrouvent plus marquées sous forme de perlite lamellaire après traitement de normalisation (Figure 56 b)).

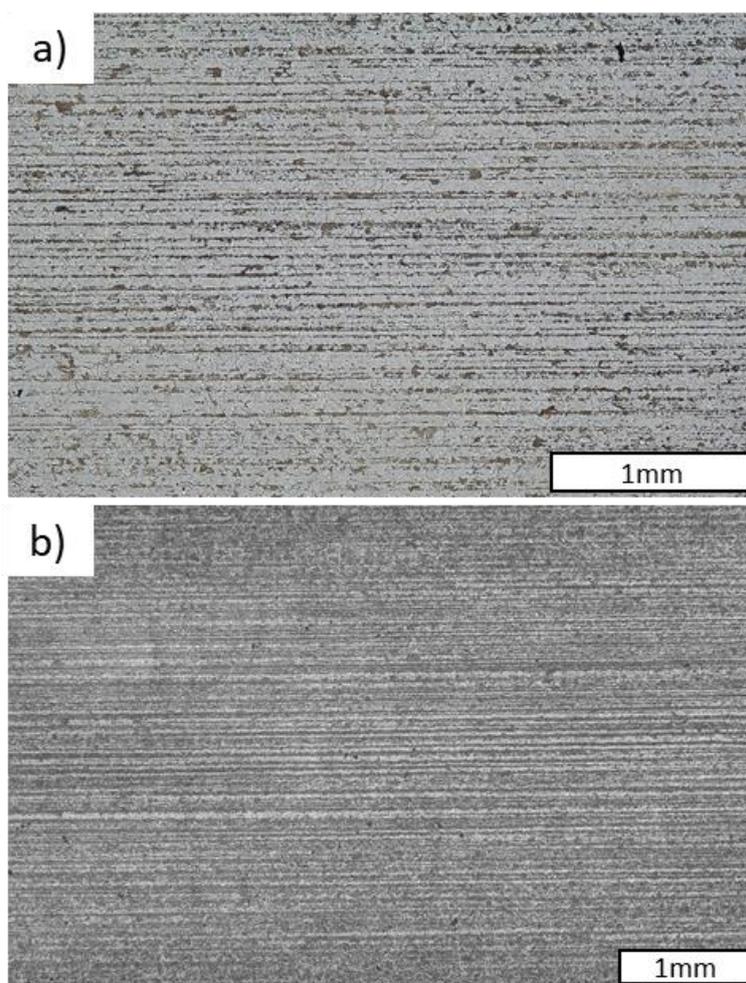
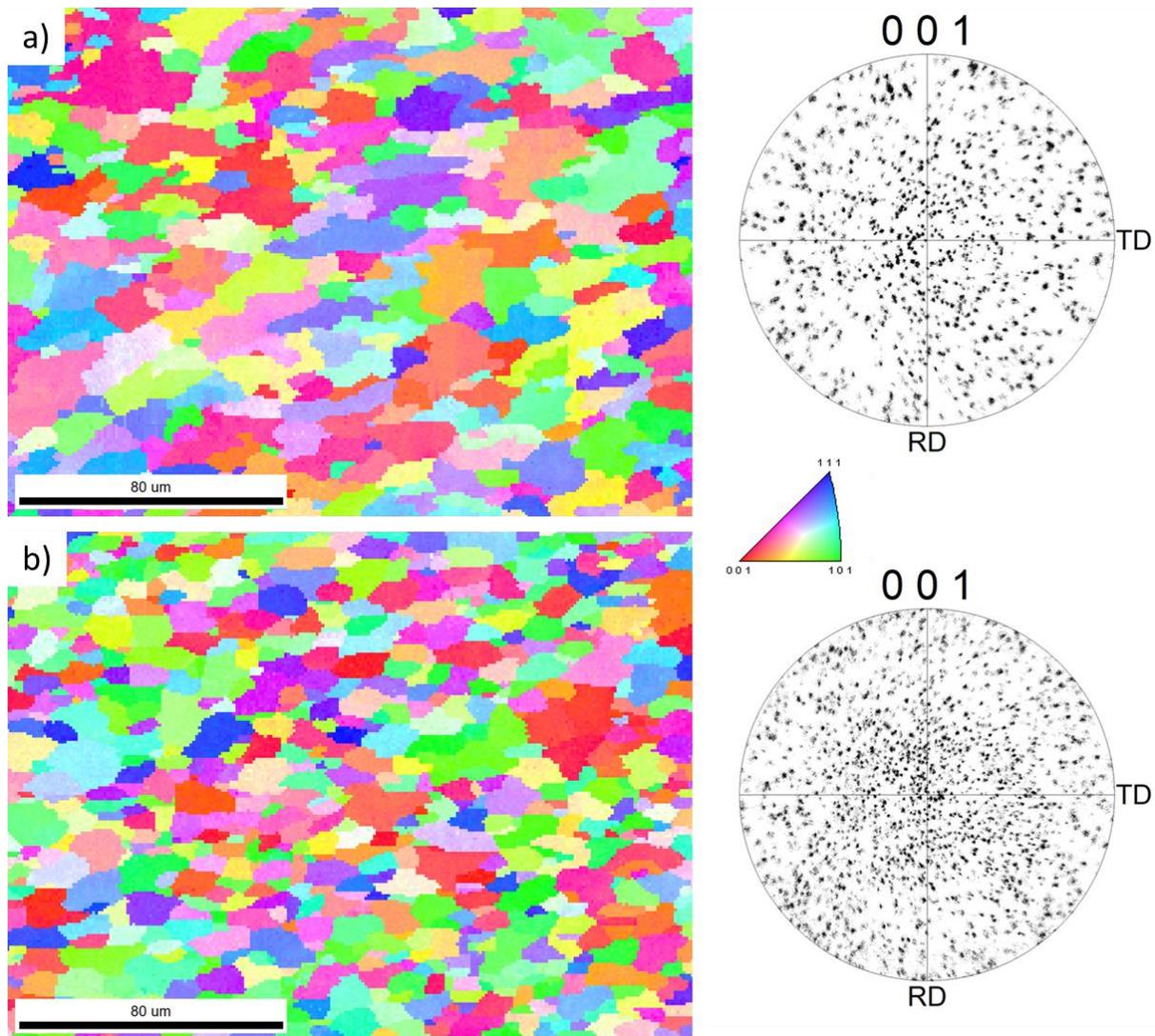


Figure 57 : Bandes de perlite révélées après traitement de normalisation à 920 °C pendant 1 h, suivi d'un refroidissement lent. Microstructure révélée par attaque au Nital a) C18E et b) 22MnB5

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

Une cartographie EBSD a également été réalisée sur les deux aciers. Une absence d'orientation privilégiée est observée pour les deux aciers, les figures de pôle ne montrant pas de zones d'intensité privilégiées. Cette première analyse montre l'isotropie macroscopique observée précédemment (Figure 58), des essais complémentaires ont été réalisés et confirment cette première analyse.



**Figure 58 : Cartographies EBSD réalisées dans le sens de laminage avec la texture correspondante pour a) le C18E et b) le 22MnB5**

Une fois la microstructure révélée par attaque chimique, la taille des grains dans les échantillons a été mesurée. Pour rappel, trois méthodes de mesure de la taille de grain (manuelle avec calque, comparative avec l'abaque de la norme ISO 643, et numérique avec le microscope Keyence) ont été utilisées et comparées dans cette étude. La taille de grain donnée ici a été mesurée numériquement avec le microscope numérique Keyence. Pour l'acier C18E, une taille de grain moyenne de  $12,2 \pm 0,3 \mu\text{m}$  a été mesurée (Figure 59 a) et c)), contre  $13 \pm 0,4 \mu\text{m}$  pour l'acier 22MnB5 (Figure 59 b) et d)). La taille de grain ne sera donc pas un point de variabilité entre les deux aciers lors de leur mise en forme.

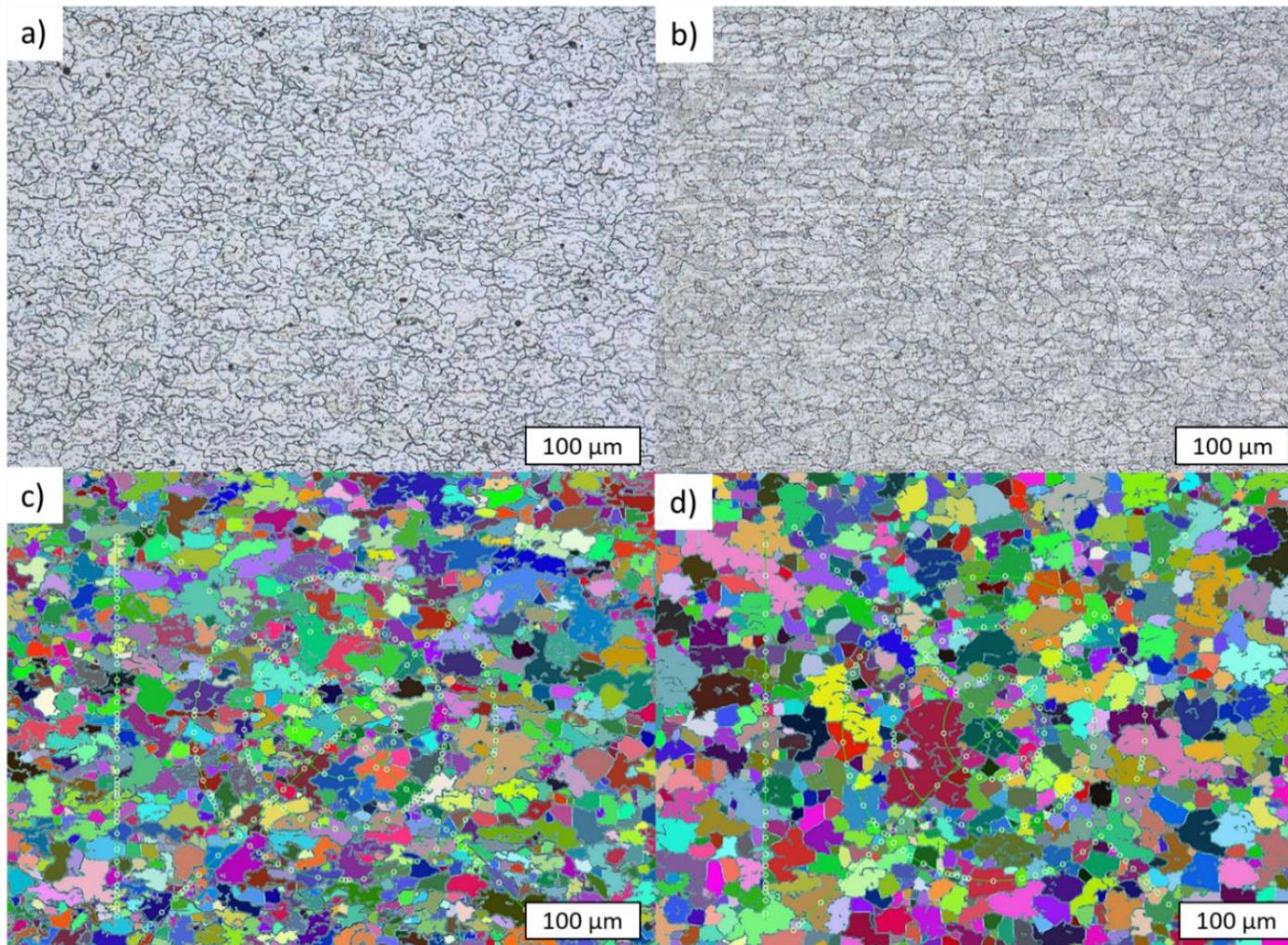
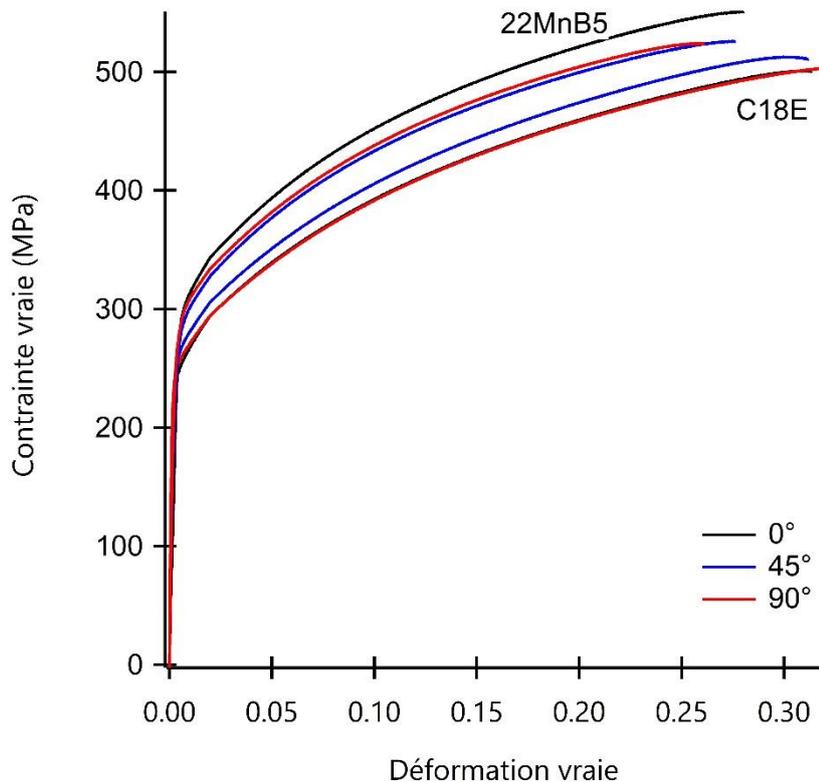


Figure 59 : Mesures de la taille de grain a) microstructure après attaque au Nital de l'acier C18E, b) microstructure après attaque au Nital de l'acier 22MnB5, c) Image de mesure de la taille de grain issue de a), et d) image de mesure de la taille de grain issue de b)

## 2.2 Propriétés mécaniques

Les deux aciers bruts se présentent sous forme de tôles obtenues par laminage à froid. Leurs propriétés mécaniques ont été obtenues grâce à des essais de traction selon trois directions par rapport au sens de laminage (0°, 45° et 90°) vérifiant l'anisotropie mécanique nécessaire pour une mise en forme optimale de la matière (cinq éprouvettes par configuration testées). Une comparaison des courbes contrainte vraie - déformation vraie (courbes rationnelles) des deux aciers est présentée sur la Figure 60. Les propriétés mécaniques extraites de ces courbes sont résumées dans le Tableau 7.



**Figure 60 : Courbes rationnelles de traction des deux aciers étudiés non traités. Les courbes avec les valeurs de contrainte les plus basses sont associées à l'acier C18E et les courbes avec les valeurs de contraintes les plus élevées au 22MnB5 (éprouvettes de traction type C)**

Des valeurs de limite d'élasticité et de la contrainte maximale supérieures d'environ 30 MPa sont mesurés pour l'acier 22MnB5 par rapport au C18E, combinées à un allongement à rupture plus faible de 5%. Comparé à l'acier C18E, le 22MnB5 possède donc une meilleure résistance mécanique initiale, mais sa formabilité est légèrement plus faible. La dureté moyenne de l'acier C18E est de 135 HV<sub>0,3</sub>, alors que celle du 22MnB5 est de 158HV<sub>0,3</sub>. La différence de teneur en carbone des deux aciers implique une augmentation du pourcentage de globules de cémentite (de 1% à 2%), qui conduit à une augmentation de la dureté d'environ 30 HV<sub>0,3</sub>, expliquant nos résultats.

Tableau 7 : Moyenne des propriétés mécaniques mesurées sur les aciers à l'état initial

Matière	C18E	22MnB5
R <sub>p0.2</sub> (MPa)	243 ± 6	275 ± 3
R <sub>m</sub> (MPa)	381 ± 4	411 ± 7
A%	46 ± 1	41 ± 1
Dureté Vickers 300 gf	135 ± 6	158 ± 6

### 3 Influence des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques

#### 3.1 Analyse des microstructures selon les traitements thermiques

##### 3.1.1 Carbonituration

Dans l'industrie automobile, le principal traitement thermique réalisé sur les flasques mobiles est un traitement de carbonituration. Il consiste à faire diffuser un pourcentage précis de carbone et d'azote dans la pièce depuis sa surface, afin de lui conférer des propriétés mécaniques différentes de celles de l'acier trempé. Dans notre cas, un pourcentage de carbone variant entre 0.7% et 0.8% en masse est attendu en surface de la pièce après traitement. La martensite créée en surface présentera une sursaturation en carbone plus importante que celle créée à cœur, améliorant ses propriétés mécaniques.

L'évolution de la teneur en carbone et en azote en fonction de la profondeur depuis la surface (Figure 61) a été analysée à l'aide d'un spectromètre à décharge lumineuse afin de vérifier la bonne pénétration du carbone et de l'azote dans les matériaux. Le Tableau 8 fournit les résultats expérimentaux. La diffusion de l'azote se fait sur une courte distance alors que la profondeur de diffusion du carbone, mesurée avec les filiations de dureté (partie 3.2), peut s'étendre jusqu'à 500 μm (Figure 62). Par ailleurs, les taux de carbone et d'azote en surface des deux aciers après traitement sont équivalents.

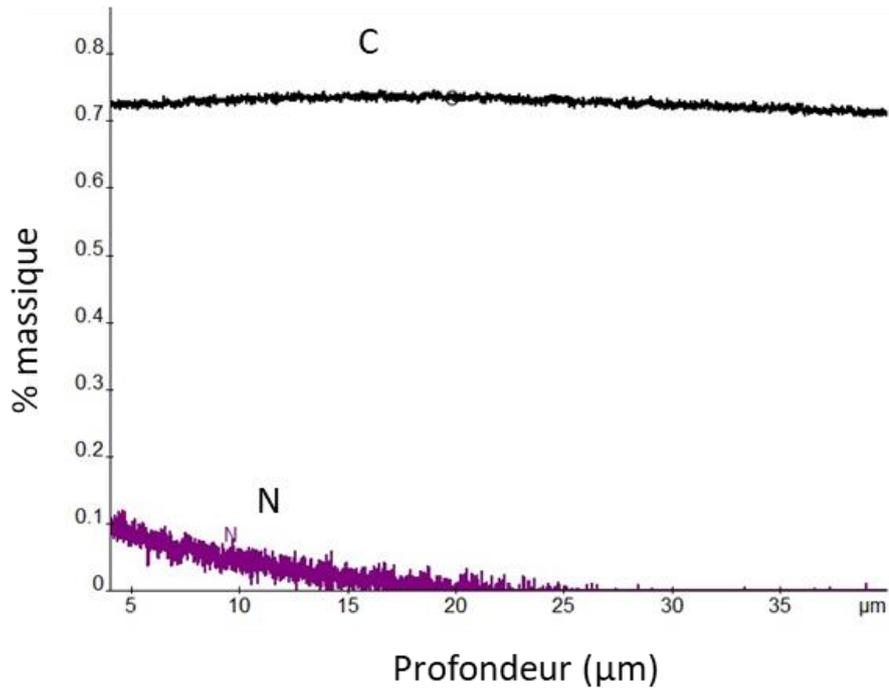


Figure 61 : Evolution du pourcentage de carbone (noir) et d'azote (violet) en fonction de la profondeur depuis la surface de l'échantillon (Les 4 premiers microns sont enlevés des mesures afin de pallier les problèmes de planéité des échantillons)

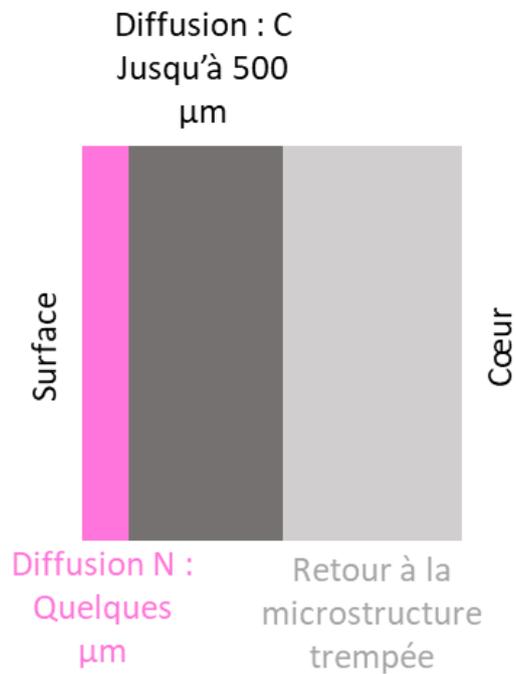


Figure 62 : Schéma de l'évolution des éléments diffusés de la surface jusqu'à cœur

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

**Tableau 8 : Taux de carbone et d'azote moyens (moyennes de 5 à 40  $\mu\text{m}$  et mesures répétées à trois reprises) de la couche superficielle des deux aciers carbonitrurés. Les mesures du carbone sont données à  $\pm 0.001\%$  et les mesures d'azote à  $\pm 0.003\%$**

C18E	1	2	3
C	0.732	0.736	0.728
N	0.013	0.012	0.012
22MnB5	1	2	3
C	0.783	0.778	0.787
N	0.021	0.018	0.017

Les microstructures après attaque au Nital, des échantillons prélevés à cœur après carbonituration sont présentées à la Figure 63. Les phases présentes sont différentes de celles observées avant traitement. L'acier C18E présente un mélange de ferrite, bainite et martensite, alors que le 22MnB5 est entièrement composé de martensite. En surface, le traitement de carbonituration donne aux deux aciers une structure martensitique fine. Cette structure redevient, pour l'acier C18E, mixte en s'éloignant de la surface, alors qu'elle reste martensitique à cœur pour l'acier 22MnB5.

La proportion des phases présentes après traitement du C18E évolue également en fonction de la zone étudiée. Le taux de ferrite a été mesuré dans le C18E après attaque au Nital. Un second comptage a été réalisé après attaque chimique au Klemm I (Figure 64) (révélant en bleu la bainite et la ferrite, et en brun la martensite ; les globules de cémentite et l'austénite résiduelle, non attaqués, apparaissent en blanc). Le pourcentage « ferrite + bainite » (phases colorées en bleu) de l'échantillon est calculé (Figure 65). Le pourcentage martensitique correspond alors à la différence par rapport à 100%. Le pourcentage de bainite est ensuite déduit du pourcentage « ferrite + bainite » et du pourcentage de ferrite déterminé après l'attaque au Nital. Le comptage a été réalisé sur cinq images à l'aide du microscope numérique Keyence, après création d'une méthode permettant de réutiliser les mêmes réglages pour chaque mesure.

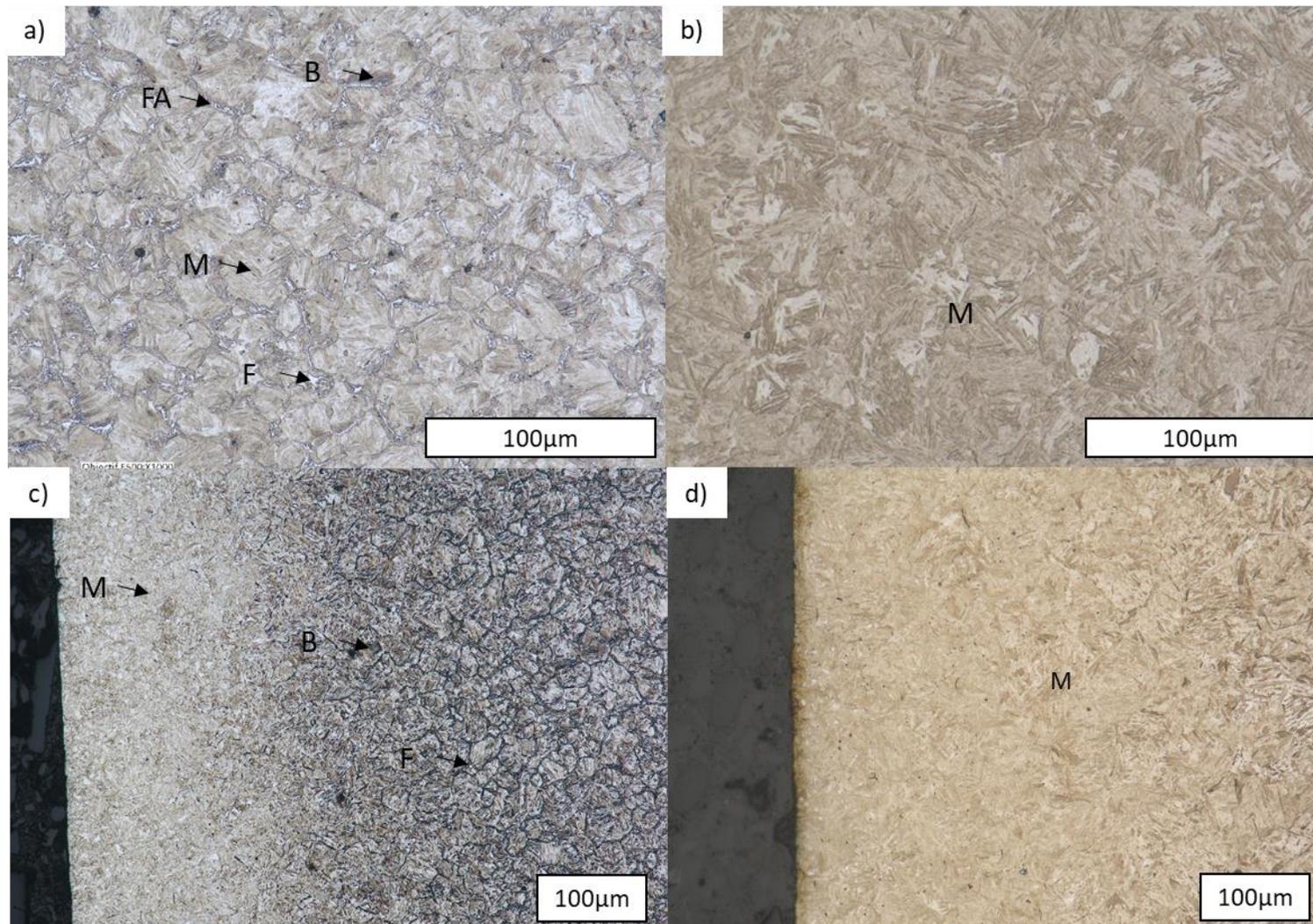


Figure 63 : Microstructures après attaque au Nital des deux aciers carbonitrurés. a) C18E à cœur, b) 22MnB5 à cœur, c) C18E en surface et d) 22MnB5 en surface.  
FA : Ferrite Aciculaire ; F : Ferrite ; B : Bainite ; M : Martensite

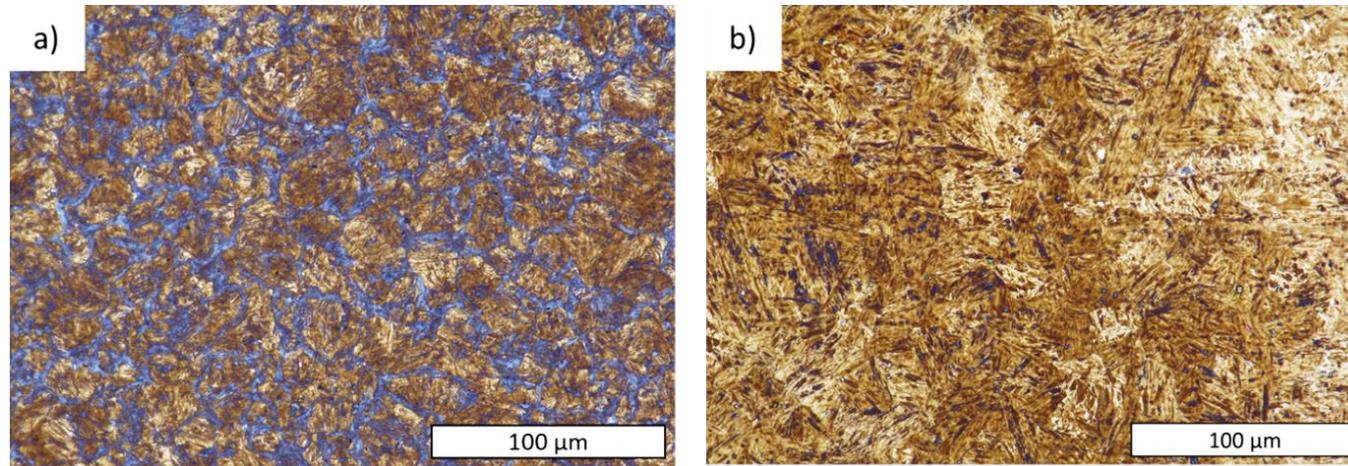


Figure 64 : Microstructures après attaque au Klemm I, permettant de visualiser la bainite et la ferrite en bleu et martensite en brun pour un échantillon de a) C18E carbonitruré et b) 22MnB5 carbonitruré

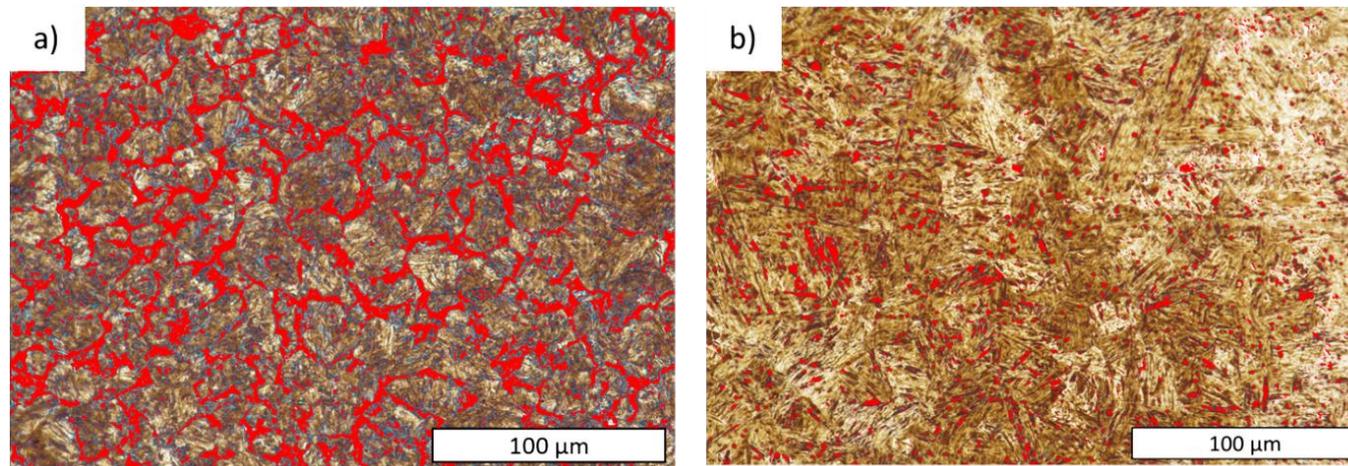


Figure 65 : Images extraites du traitement opéré par le logiciel couplé au microscope Keyence, permettant de mesurer le pourcentage de « ferrite + bainite » à partir des microstructures présentées en Figure 64, pour un échantillon de a) C18E carbonitruré et b) 22MnB5 carbonitruré

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

Le Tableau 9 et le Tableau 10 résument les pourcentages des phases obtenus, pour l'acier C18E et l'acier 22MnB5 après carbonituration. Cinq mesures par échantillon ont été réalisées.

**Tableau 9 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier C18E carbonitruré**

Attaque	% Bainite/Ferrite	% Bainite	% Ferrite	% Martensite
Klemm I	20	/	/	80
Nital	/	/	4	/
Total	20	16	4	80
Ecart type	10	10	4	14

**Tableau 10 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier 22MnB5 carbonitruré**

Attaque	% Bainite/Ferrite	% Bainite	% Ferrite	% Martensite
Klemm I	3	/	/	97
Nital	/	/	0	/
Total	3	3	0	97
Ecart type	2	2	/	2

Le pourcentage de martensite après carbonituration diffère pour les deux aciers. Le 22MnB5 présente une structure presque totalement martensitique, tandis que l'acier C18E contient également des proportions non négligeables de bainite et de ferrite. Pour le C18E, le pourcentage moyen de ferrite est de 4%, avec un écart type de 4%, lié à une grande variabilité entre les échantillons observés. Le taux de bainite est lui aussi très variable en fonction des échantillons, avec une valeur moyenne à 16% associée à un écart type de 10%. Cela influe directement sur le taux de martensite ses échantillons de C18E présentant une valeur moyenne de 80% et un écart type de 14%.

L'acier 22MnB5 possède des proportions de phases relativement semblables entre les échantillons. Le taux de ferrite est nul pour l'ensemble des échantillons, celui de la bainite est faible (valeur moyenne de 3% et écart type à 2%). Le taux de martensite suit les mêmes variations que le taux de bainite, avec une valeur moyenne de 97% et un écart type à 2%.

On retiendra donc que la stabilité de l'acier 22MnB5 au traitement thermique de carbonituration est supérieure à celle du C18E.

### 3.1.2 Carbonitruration et revenu

A la suite de la carbonitruration, le revenu utilisé industriellement à 180 °C pendant 1 h a été appliqué aux éprouvettes. Ce revenu diminue les contraintes internes dues à la trempe, et homogénéise le taux de carbone dans la couche carbonitrurée en surface des pièces.

La Figure 66 montre que les microstructures en surface et à cœur varient peu par rapport à celles observées après la carbonitruration. La structure martensitique de l'acier 22MnB5 et mixte (ferrite-bainite-martensite) de l'acier C18E sont toujours présentes.

Comme pour les éprouvettes carbonitrurées, un comptage de phases a été mené (Figure 67). Les résultats de ce comptage sont visibles dans le Tableau 11 et le Tableau 12. Pour l'acier 22MnB5, les pourcentages de phases ne varient pas par rapport à ceux relevés après carbonitruration seule. Pour l'acier C18E, les taux de ferrite et de bainite sont de 9%, avec des écart-types à 5 et 4%, respectivement. Le taux de martensite reste dans les mêmes proportions également qu'avant revenu, avec un taux moyen de 82% et un écart type de 9%. Les valeurs restent dans les intervalles issus des écart-types, les évolutions observées par rapport à la carbonitruration ne sont donc pas significatives. L'observation des microstructures en surface permet de voir l'évolution de la diffusion de carbone lors de la carbonitruration en fonction de la profondeur. La martensite fine et dense proche de la surface, typique d'une structure riche en carbone (0.8%), devient de moins en moins fine, pour à cœur retrouver la structure martensitique issue de la matière initiale (0.2% de carbone).

Ainsi, après revenu, les phases présentes dans les aciers et leurs proportions sont similaires à celles présentes après carbonitruration. De plus, le revenu n'a pas conduit à l'homogénéisation espérée pour l'acier C18E, dont le taux de martensite reste variable en fonction de la zone considérée, en surface comme à cœur.

**Tableau 11 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier C18E carbonitruré et revenu**

Attaque	% Bainite/Ferrite	% Bainite	% Ferrite	% Martensite
Klemm I	18	/	/	82
Nital	/	/	9	/
Total	18	9	9	82
Ecart type	4	4	5	9

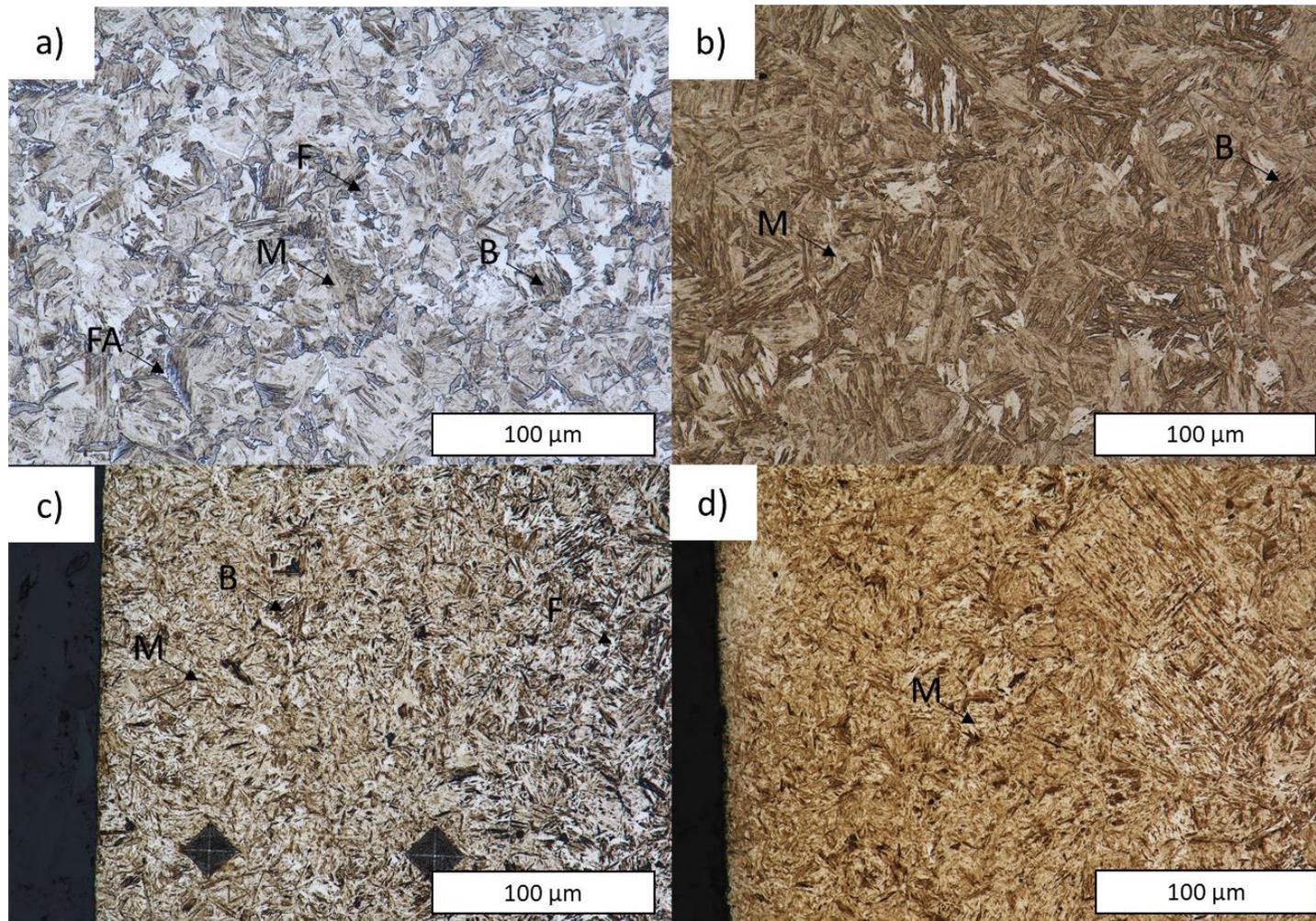
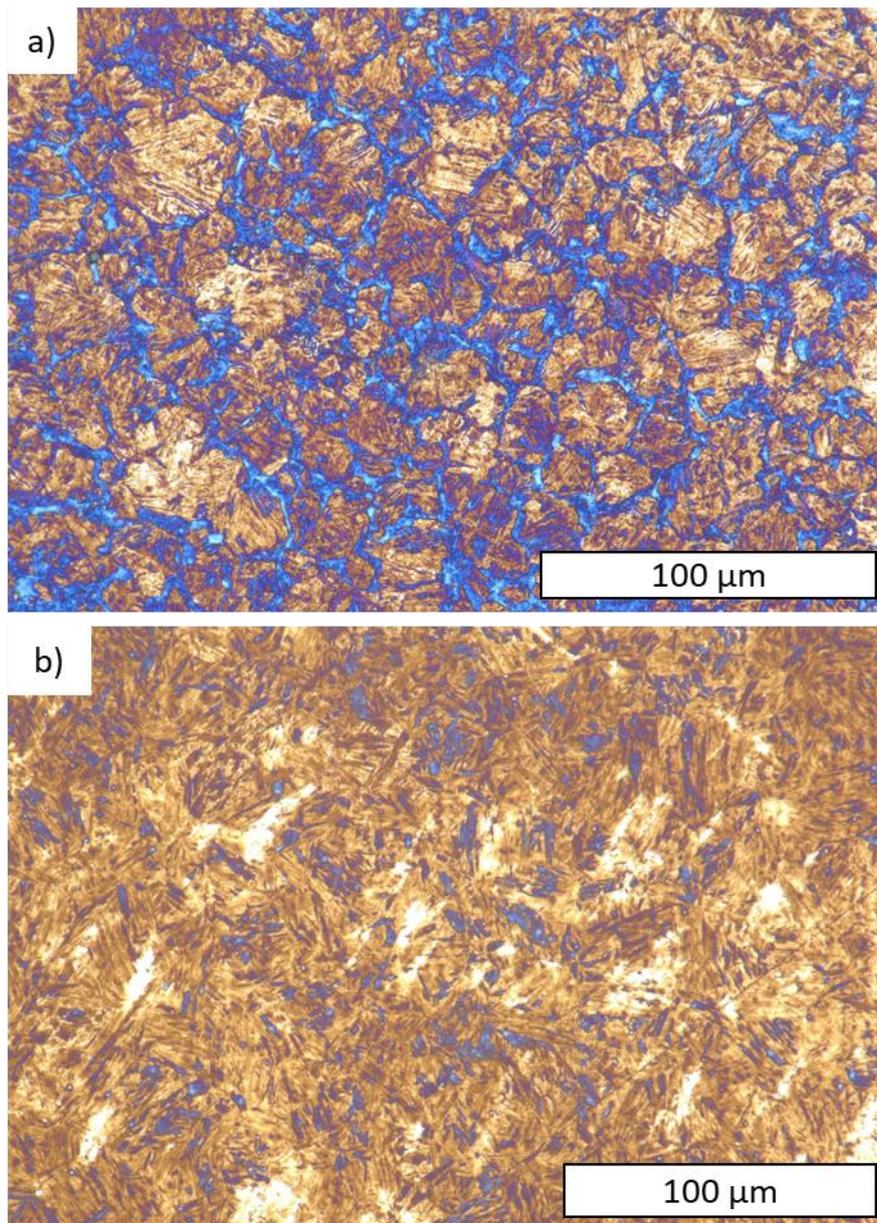


Figure 66 : Microstructures carbonitrurées et revenues (attaque au Nital) du : a) C18E à cœur, b) C18E en surface, c) 22MnB5 à cœur et d) 22MnB5 en surface. Comme après le traitement de carbonituration, l'acier C18E présente un mélange de Ferrite Aciculaire (FA), Ferrite (F), Bainite (B) et Martensite (M). L'acier 22MnB5 est composé principalement de Martensite (M)

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

**Tableau 12 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier 22MnB5 carbonitruré et revenu**

Attaque	% Bainite/Ferrite	% Bainite	% Ferrite	% Martensite
Klemm I	4	/	/	96
Nital	/	/	0	/
Total	4	4	0	96
Ecart type	2	2	/	2



**Figure 67 : Microstructures après attaque colorée au Klemm I des aciers carbonitrurés et revenus : a) C18E et b) 22MnB5**

### 3.1.3 Trempe

Des échantillons ont été entièrement recouverts d'une pâte anti-cémentation, empêchant la diffusion de carbone en surface de l'échantillon, et placées dans le four de carbonituration en même temps que les éprouvettes non revêtues pour subir le même cycle thermique. La Figure 68 présente les microstructures Nital à cœur des deux aciers trempés (les microstructures en surface étant identiques). Les microstructures observées après trempe sont identiques à celles observées sur les aciers carbonitrurés à cœur (Figure 68, Figure 69) avec un pourcentage de phases proches (Tableau 13 et Tableau 14).

Après trempe, une structure martensitique est révélée pour le 22MnB5, alors que le C18E montre une structure mixte de martensite, bainite, ferrite, en proportions variables en fonction des échantillons. De la ferrite aciculaire est également présente aux anciens joints de grain austénitiques, suggérant un retard à la trempe du C18E, la ferrite aciculaire étant présente pour des vitesses de refroidissement plus lentes que celle utilisées pour la trempe dans la carbonituration (100 °C/s). La trempe seule, étant identique à la trempe effectuée lors du procédé de carbonituration, les microstructures à cœurs ne sont pas impactées et restent similaires à celles déjà observées sur les microstructures des éprouvettes carbonitrurées. La surface possède également cette même structure.

**Tableau 13 : Pourcentages moyen et écart-types des phases présentes dans l'acier C18E trempé**

Attaque	% Bainite/Ferrite	% Bainite	% Ferrite	% Martensite
Klemm I	31	/	/	69
Nital	/	/	6	/
Total	31	25	6	69
Ecart type	5	5	5	10

**Tableau 14 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier 22MnB5 trempé**

Attaque	% Bainite/Ferrite	% Bainite	% Ferrite	% Martensite
Klemm I	2	/	/	98
Nital	/	/	0	/
Total	2	2	0	98
Ecart type	1	1	/	1

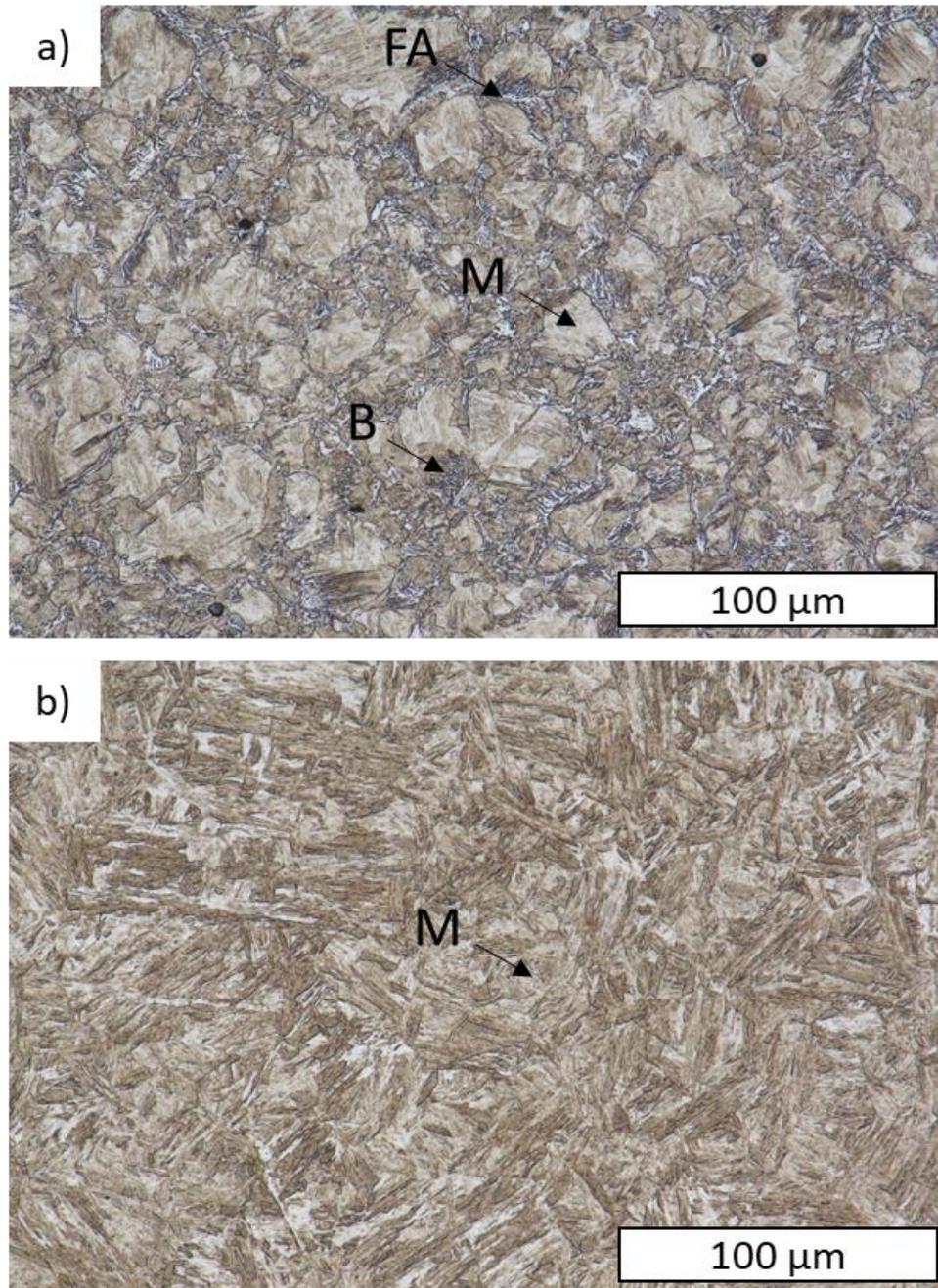


Figure 68 : Microstructures à cœur après attaque au Nital des aciers trempés. a) C18E ; b) 22MnB5. FA : Ferrite Aciculaire, B : Bainite et M : Martensite

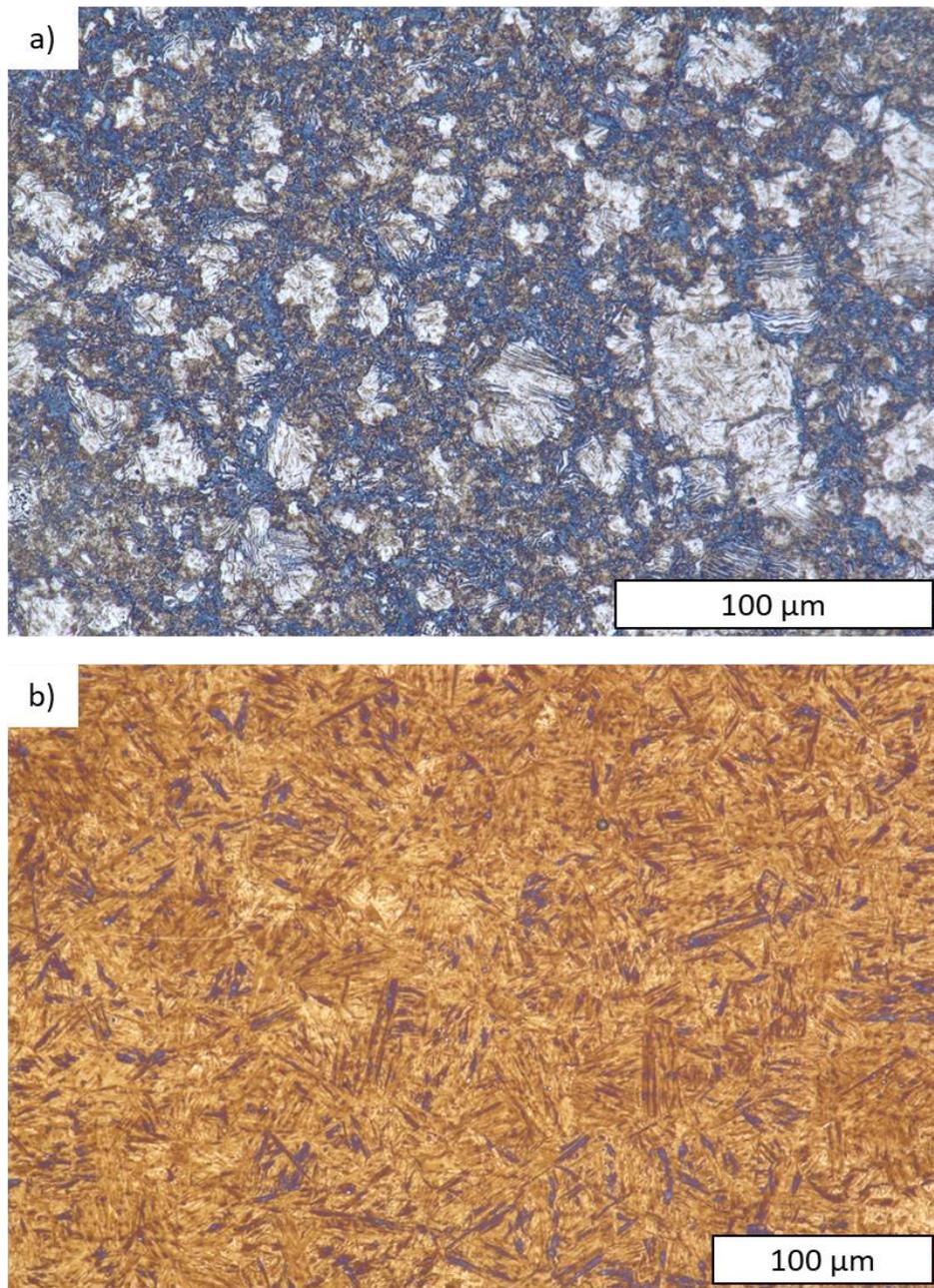


Figure 69 : Microstructures après attaque colorée au Klemm I des aciers trempés. a) C18E et b) 22MnB5

#### 3.1.4 Trempe et revenu

Le même revenu a été appliqué aux éprouvettes trempées et à celles carbonitrurées. À la suite de ce revenu, peu de modifications microstructurales sont observées. Les différentes phases ferrite, bainite, martensite et ferrite aciculaire sont toujours présentes dans l'acier C18E, ainsi qu'une structure martensitique dans le 22MnB5 (Figure 70, Figure 71, Tableau 15 et Tableau 16).

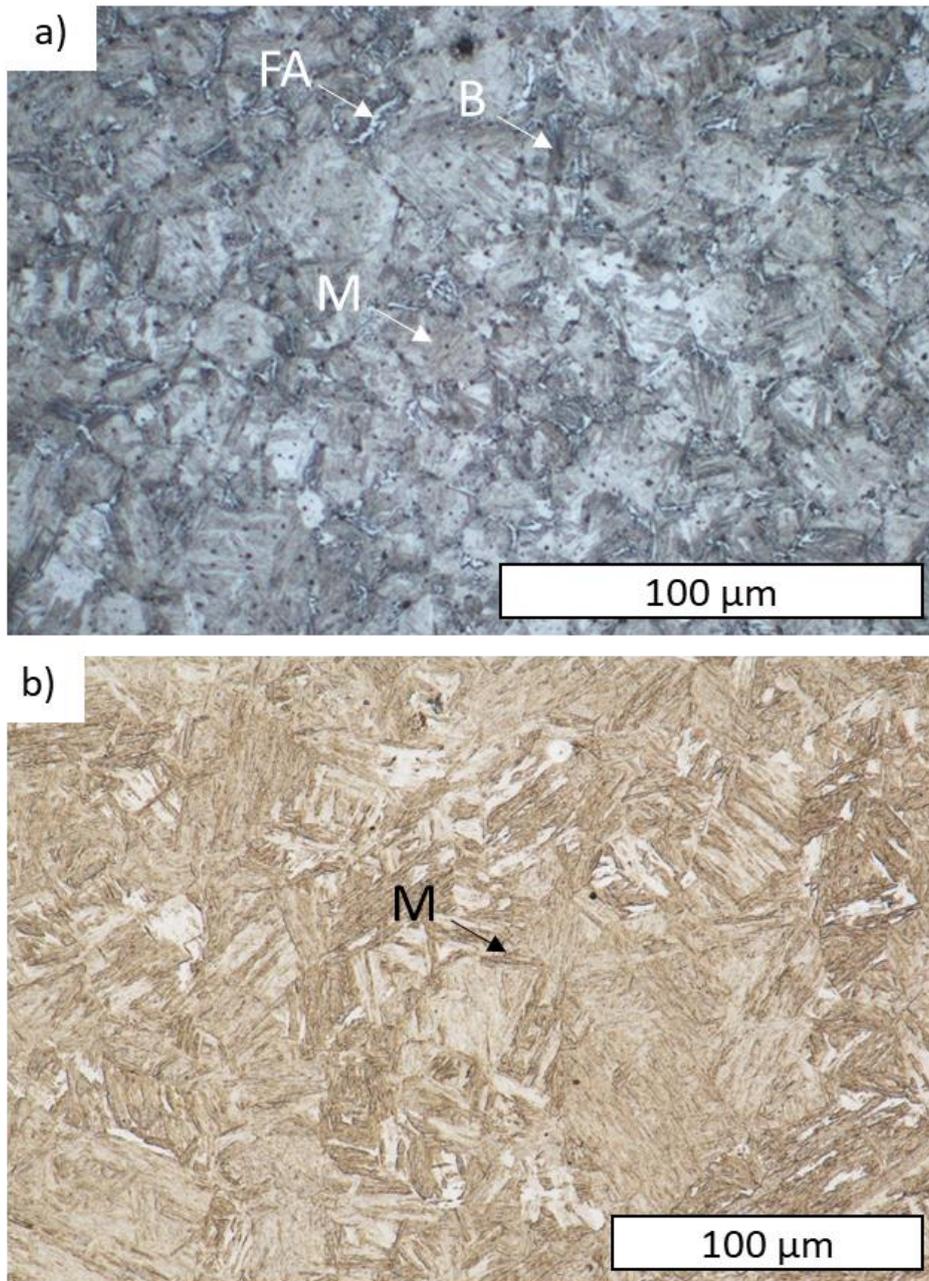


Figure 70 : Microstructures à cœur après attaque au Nital des aciers trempés et revenus. a) C18E, mélange de ferrite, bainite et martensite. b) 22MnB5, martensite

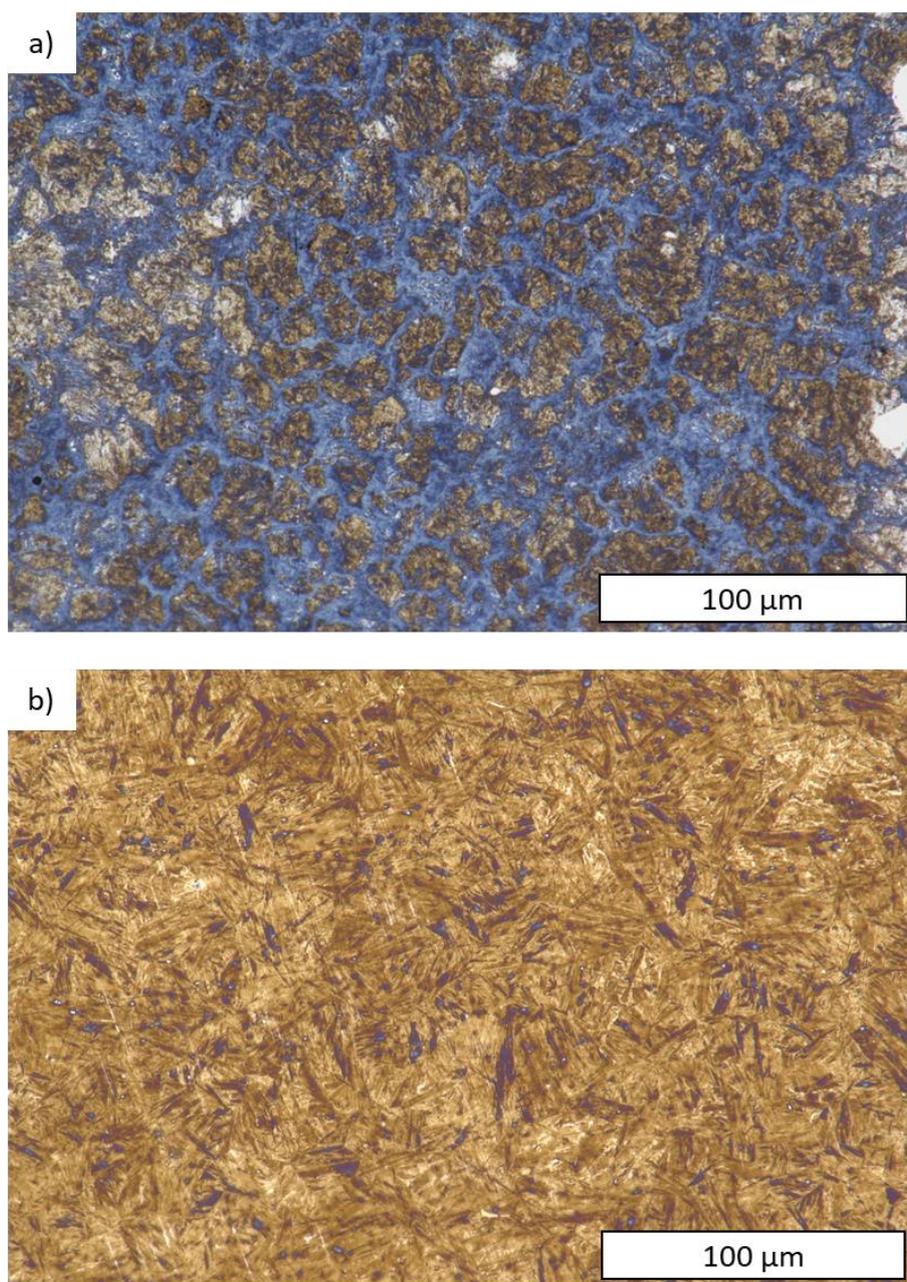
Tableau 15 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier C18E trempé et revenu

Attaque	% Bainite/Ferrite	% Bainite	% Ferrite	% Martensite
Klemm I	32	/	/	68
Nital	/	/	9	/
Total	32	23	9	68
Ecart type	5	5	6	11

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

**Tableau 16 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier 22MnB5 trempé et revenu**

Attaque	% Bainite/Ferrite	% Bainite	% Ferrite	% Martensite
Klemm I	1	/	/	99
Nital	/	/	0	/
Total	1	1	0	99
Ecart type	1	1	/	1



**Figure 71 : Microstructures à cœur après attaque colorée au Klemm I des aciers trempés et revenus pour a) le C18E et b) le 22MnB5**

## Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

Le comptage des phases réalisé à partir de ces micrographies montre une nouvelle fois la meilleure trempabilité de l'acier 22MnB5 par rapport au C18E. Une structure à plus de 95% de martensite est ainsi observée.

L'évolution de la microstructure des aciers avec les différents traitements thermiques est résumée dans le tableau (Tableau 17) qui regroupe les micrographies après attaque au Nital, obtenues pour les quatre traitements thermiques.

Le traitement thermique de carbonituration appliqué aux deux aciers permet l'obtention d'une microstructure martensitique fine enrichie en carbone en surface de la pièce. Cependant, pour l'acier C18E, la structure à cœur est un mélange de ferrite, bainite et martensite, dont les proportions varient entre les échantillons ayant subi un même traitement. L'acier 22MnB5 offre, une répétabilité de la microstructure en fonction des échantillons et également en fonction des traitements, ce qui lui assurera une meilleure stabilité dimensionnelle.

Les revenus réalisés ne montrent pas d'évolution de la microstructure à cœur par rapport aux pièces non revenues. L'étude des propriétés mécaniques est nécessaire pour comprendre les modifications apportées par ce revenu.

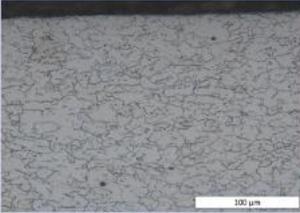
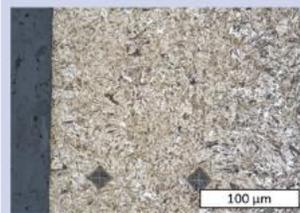
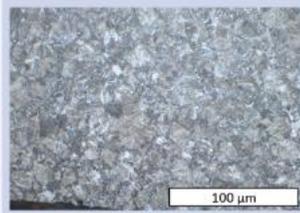
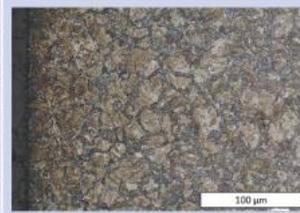
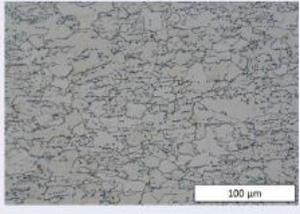
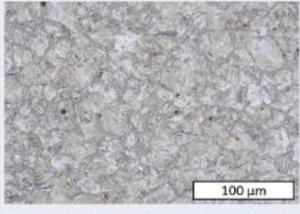
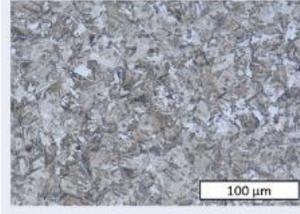
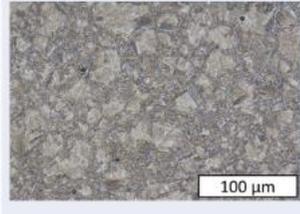
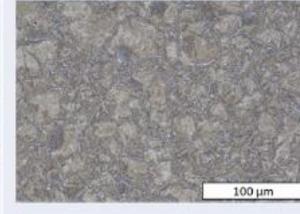
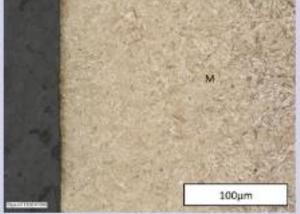
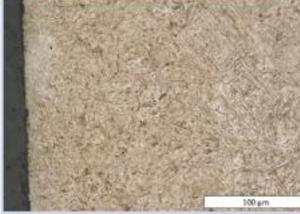
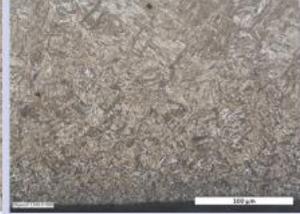
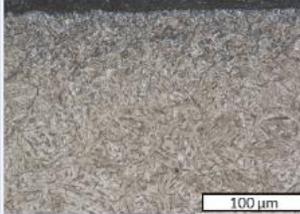
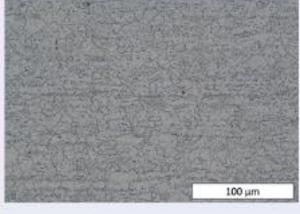
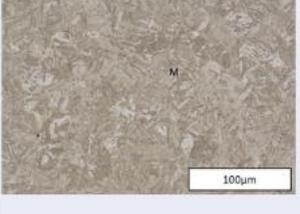
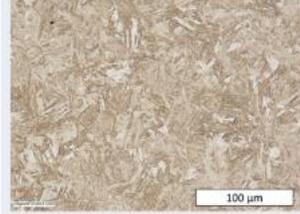
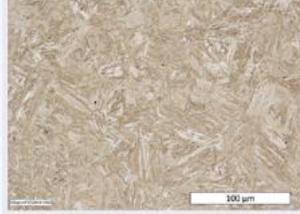
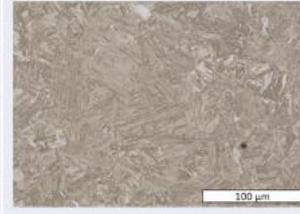
Traitement thermique	Non traité	Carbonituration	Carbonituration + revenu	Trempe	Trempe + revenu
C18E en surface (Nital)					
C18E à cœur (Nital)					
22MnB5 en surface (Nital)					
22MnB5 à cœur (Nital)					

Tableau 17 : Récapitulatif des microstructures obtenues après attaque au Nital en fonction des traitements thermiques réalisés durant ce chapitre : initial, carbonitruré, carbonitruré et revenu, trempé, trempé et revenu

## 3.2 Analyse des propriétés mécaniques

### 3.2.1 Essais de traction

Cinq éprouvettes de traction, prélevées selon trois directions (0°, 45° et 90°) par rapport au sens de laminage, ont été soumises aux traitements thermiques préalablement explicités : carbonitruration, trempe, et revenu.

#### 3.2.1.1 Carbonitruration

La Figure 72 présente les courbes rationnelles de traction des éprouvettes carbonitrurées pour les deux aciers considérés. On constate que la direction de traction par rapport à la direction de laminage n'a pas d'impact sur le comportement en traction.

Toutes les éprouvettes testées présentent après carbonitruration des taux d'allongement très faibles, de quelques pourcents, comparés aux matières non traitées (allongement à rupture de 46% et 41% pour l'acier C18E et 22MnB5 non traités, respectivement). De plus, les deux aciers présentent une très faible déformation plastique (déformation élastique suivie de la rupture), comprise entre 0.5% et 1% en fonction des éprouvettes. Le comportement des aciers est donc passé de ductile à fragile après carbonitruration.

En comparaison avec les éprouvettes brutes, le C18E voit sa résistance à la traction doubler tandis que sa limite élastique est quadruplée. L'acier 22MnB5 triple sa résistance à la traction et quadruple sa limite élastique grâce à la carbonitruration. Par ailleurs, les valeurs de contrainte maximale et de limite élastique de l'acier 22MnB5 carbonitruré sont supérieures de 400 MPa à celles de l'acier C18E ayant subi le même traitement.

La dispersion des courbes de traction obtenues avec les éprouvettes de C18E est nettement supérieure à celle des échantillons en 22MnB5, avec un écart de plus de 200 MPa pour la contrainte à rupture pour le C18E entre les cinq essais réalisés dans chaque direction. Les contraintes à rupture des éprouvettes de 22MnB5 montrent une dispersion plus faible, avec un écart des valeurs de moins de 100 MPa pour l'ensemble des essais. Ceci peut s'expliquer par l'homogénéité de la microstructure présentée par les éprouvettes de 22MnB5 conduisant à une bonne reproductibilité des essais de traction.

Les faciès de rupture à cœur et en surface des éprouvettes ont ensuite été observés au MEB (Figure 73). Une propagation intergranulaire de fissures dans la couche carbonitrurée provoque la rupture de l'éprouvette dans les premiers temps de l'essai de traction (Figure 73 a) et b)). La couche carbonitrurée

peut se fissurer sans entrainer la rupture globale de l'éprouvette. La rupture de cette couche est audible durant l'essai de traction avant la rupture brutale de l'éprouvette.

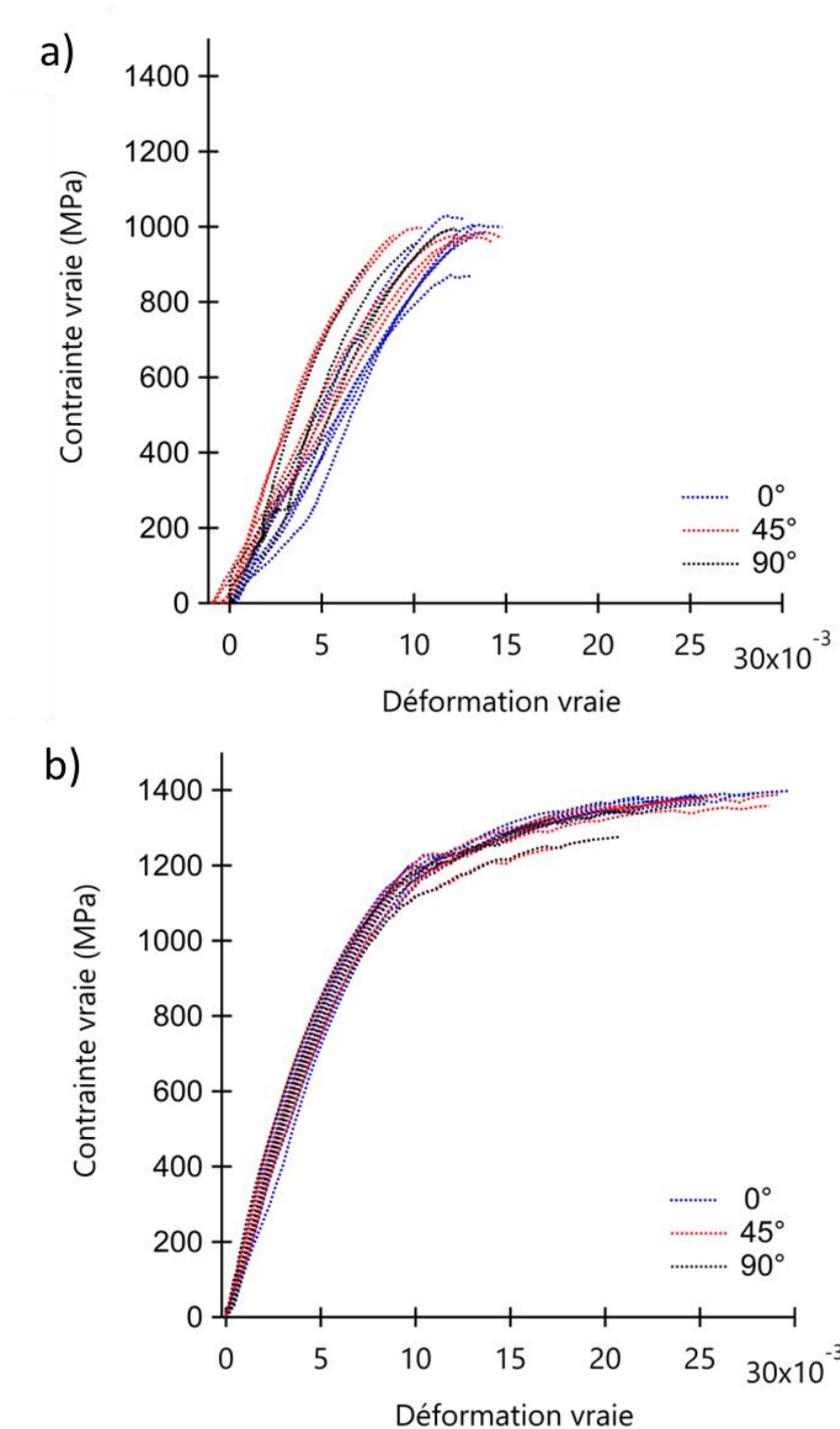


Figure 72 : Courbes rationnelles de traction des éprouvettes carbonitrurées, a) C18E et b) 22MnB5 (éprouvettes de traction type C)

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

Par ailleurs, l'analyse des faciès montrent une rupture des échantillons de type fragile. Des marches de clivage sont visibles sur les Figure 73 c) et d). La présence de cupules est également détectée indiquant la fin de la rupture. La prédominance du clivage, ainsi que la propagation intergranulaire corréle bien une rupture fragile des éprouvettes carbonitrurées observées.

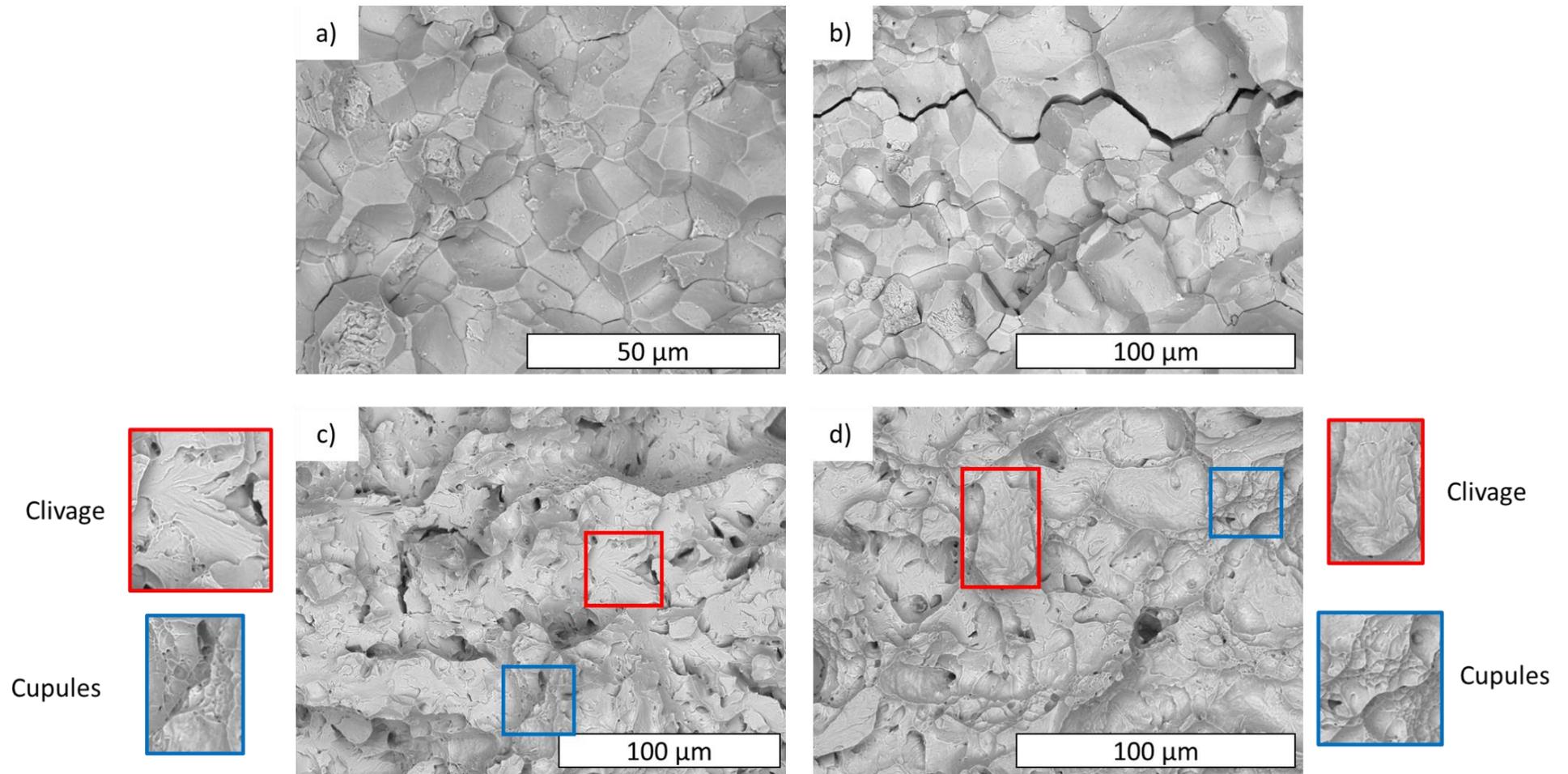


Figure 73 : Faciès de rupture des éprouvettes carbonitrurées a) C18E en surface, fissuration intergranulaire ; b) 22MnB5 en surface, fissuration intergranulaire dans la couche carbonitrurée ; c) C18E à cœur, présence de marches de clivage et de cupules et d) 22MnB5 à cœur, présence de marches de clivages et de cupules

## 3.2.1.2 Carbonitruration et revenu

Les éprouvettes carbonitrurées et revenues présentent un comportement élastique suivi d'une rupture quasiment sans plasticité. Ici encore, les courbes rationnelles (Figure 74) montrent que la direction de traction par rapport au sens de laminage n'a pas d'impact sur le comportement mécanique.

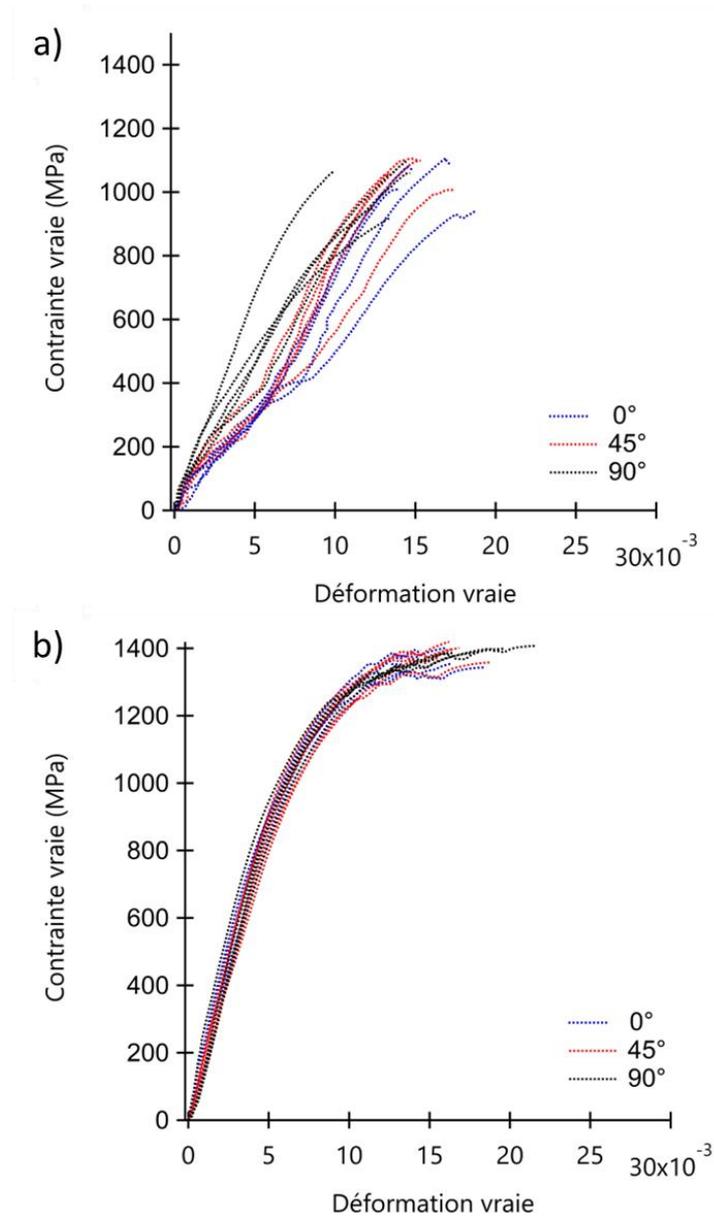


Figure 74 : Courbes rationnelles de traction des éprouvettes carbonitrurées après revenu, a) C18E et b) 22MnB5 (éprouvettes de traction type C)

La couche carbonitrurée ayant une teneur en carbone plus homogène grâce au revenu, les fissures intergranulaires sont moins nombreuses dans la zone en surface des éprouvettes. Le revenu permet une augmentation de la résistance à la traction et de la limite élastique par rapport à la

## Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

carbonituration simple, de quelques dizaines de MPa. L'allongement à rupture reste cependant identique à celui obtenu après carbonituration.

La variabilité des proportions des phases dans le C18E à cœur peut expliquer la dispersion observée entre les essais. Pour l'acier 22MnB5, la microstructure martensitique stable conduit à de très faibles écarts entre les courbes obtenues (Figure 74 b)).

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes carbonitrurées et revenues (Figure 75) montre, comme pour les éprouvettes simplement carbonitrurées, une rupture intergranulaire dans la zone de diffusion du carbone, puis la présence de marches de clivage et de cupules à cœur.

### 3.2.1.3 Trempe

Les courbes rationnelles de traction des deux aciers après trempe sont présentées sur la Figure 76. Là encore, les résultats obtenus pour les éprouvettes d'acier C18E montrent une dispersion très importante de plus de 150 MPa sur les valeurs de contrainte maximale et de limite d'élasticité. Les propriétés mécaniques du 22MnB5 sont très peu dispersées, avec un écart-type de 20 MPa au maximum sur l'ensemble des essais.

La trempe conduit à une augmentation significative de la contrainte maximale et de la limite élastique en comparaison avec la matière initiale. Cependant, la déformation à rupture est très fortement diminuée après la trempe, par présence de martensite dans les deux aciers après traitement. L'augmentation des caractéristiques mécaniques est d'autant plus importante pour l'acier 22MnB5, en lien avec sa microstructure principalement martensitique, alors que celle du C18E présente un mélange de martensite, ferrite et bainite.

En comparaison avec les éprouvettes carbonitrurées, les éprouvettes trempées en C18E présentent une contrainte maximale inférieure de 100 MPa et une limite élastique inférieure de plus de 200 MPa. Cette baisse s'accompagne d'une augmentation de l'allongement à rupture des éprouvettes trempée, jusqu'à une valeur moyenne de déformation de 8%. Les effets de la couche de carbonituration sont donc clairement visibles : son absence conduit à des contraintes plus faibles et une augmentation de l'allongement à rupture. La couche carbonitrurée possède un caractère fragile dû à la présence de martensite à forte teneur en carbone près de la surface.

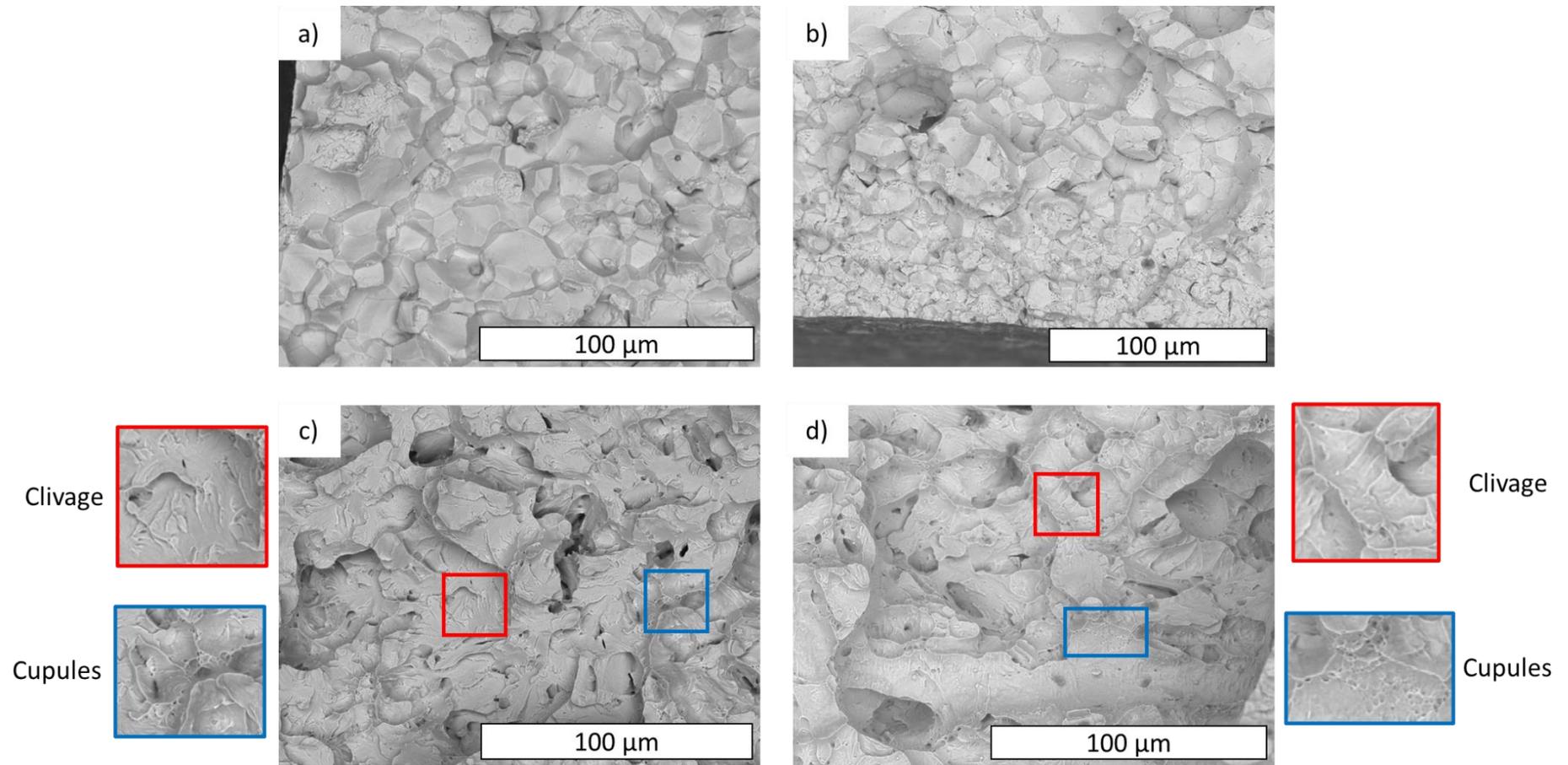


Figure 75 : Faciès de rupture des éprouvettes carbonitrurées et revenues. a) C18E en surface, fissuration intergranulaire ; b) 22MnB5 en surface, fissuration intergranulaire dans la couche carbonitrurée ; c) C18E à cœur, présence de marches de clivage et de cupules et d) 22MnB5 à cœur, présence de marches de clivages et de cupules

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

Au contraire, dans le cas des éprouvettes trempées en 22MnB5, la valeur de la contrainte maximale est supérieure de plus de 100 MPa par rapport aux éprouvettes carbonitrurées, alors que la valeur de la limite élastique reste équivalente. L'allongement à rupture est également plus important par rapport à celui des éprouvettes carbonitrurées, avec une valeur moyenne de 6%. L'absence de couche carbonitrurée implique une microstructure martensitique homogène dans l'ensemble de l'éprouvette. Les microfissures intergranulaires présentes dans la couche carbonitrurée n'initient pas, dans ce cas, la rupture anticipée de l'éprouvette.

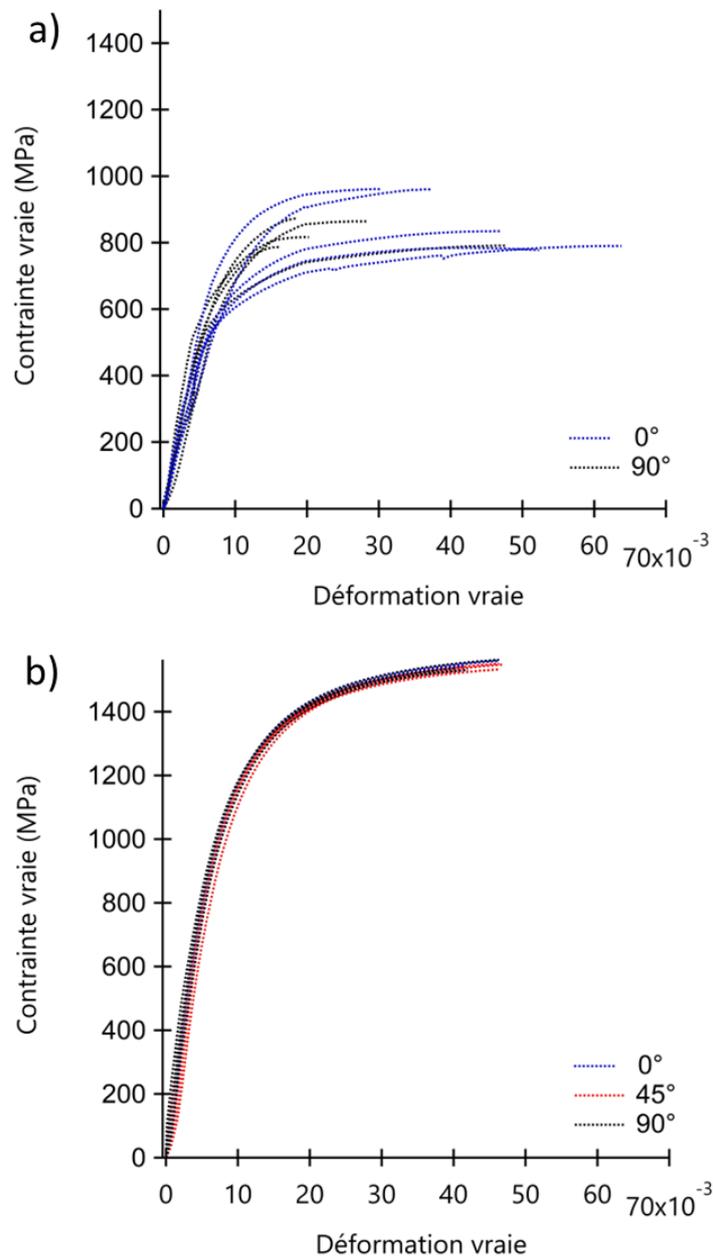


Figure 76 : Courbes de traction rationnelles des éprouvettes trempées : a) C18E et b) 22MnB5. La direction de traction par rapport au sens de laminage ne semble pas avoir d'impact sur le comportement mécanique du matériau (éprouvettes de traction type C)

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

Les faciès de rupture des éprouvettes trempées sont présentés sur la Figure 77. L'acier C18E trempé présente de nombreux cupules, que l'on n'observait pas sur les faciès décrits précédemment. En effet, une rupture de type « cup and cone » est observée, typique d'une rupture par cupules (les macro-faciès de rupture sont présentés en fin de chapitre). Des zones inclusionnaires macroscopiques avec des cupules larges, sont également visibles.

Au contraire, l'acier 22MnB5 présentant une microstructure identique à celle observée sur les éprouvettes carbonitrurées, les faciès de rupture sont similaires à ceux observés précédemment, soit un mélange de marches de clivage et cupules.

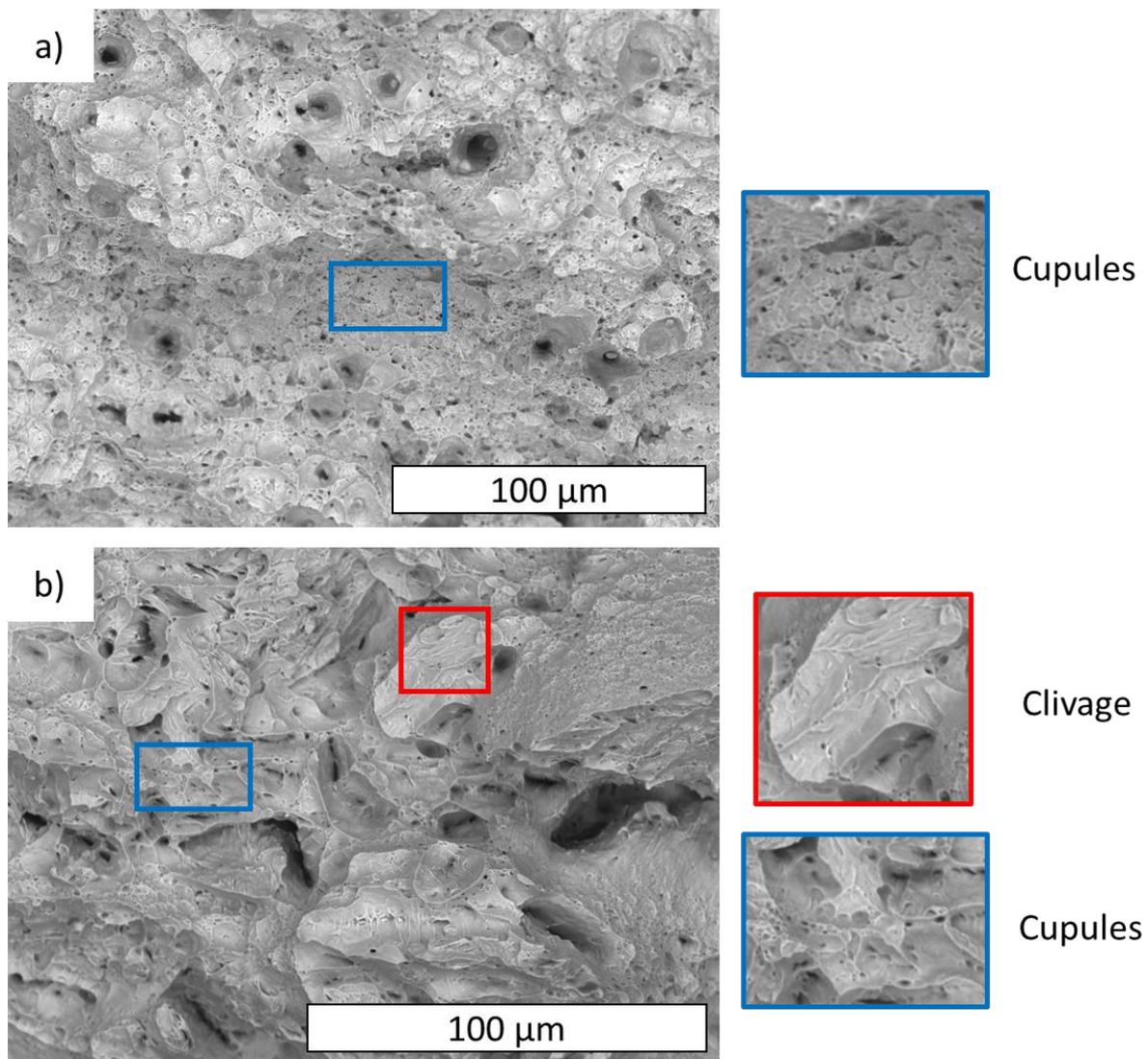


Figure 77 : Faciès à cœur des éprouvettes trempées et revenues a) C18E, forte présence de cupules et b) 22MnB5, présence de marches de clivage et de cupules

3.2.1.4 Trempe et revenu

Les courbes rationnelles de traction des éprouvettes trempées et revenues sont présentées sur la Figure 78 pour les deux aciers. Une variabilité des paramètres mécaniques plus importante est observée pour le C18E comparées au 22MnB5. Un écart de plus de 200 MPa est ainsi observé sur la contrainte maximale pour les éprouvettes en C18E, alors que celles en 22MnB5 présentent un écart de moins de 20 MPa. Cette variabilité des caractéristiques mécaniques des éprouvettes trempées et revenues en acier C18E s'explique une nouvelle fois par l'instabilité des proportions des phases présentes dans cet acier. L'acier 22MnB5, de structure essentiellement martensitique quel que soit le traitement thermique qui lui est appliqué, montre une très faible dispersion.

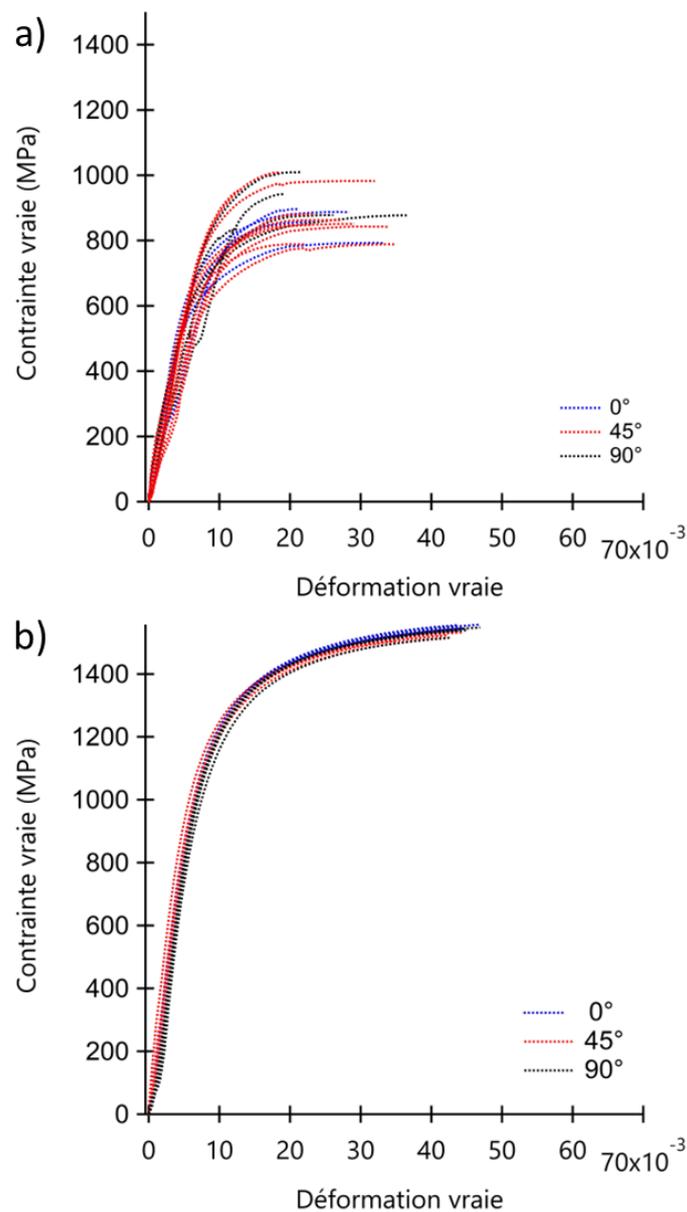


Figure 78 : Courbes de traction rationnelles des éprouvettes trempées et revenues, a) C18E et b) 22MnB5 (éprouvettes de traction type C)

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

De plus, comme pour les éprouvettes trempées, les valeurs de la contrainte maximale et de la limite élastique varient très fortement entre les deux aciers, avec un écart de plus de 700 MPa en faveur de l'acier 22MnB5. Cependant, les allongements à rupture des deux aciers trempés et revenus sont très proches, de 5 et 6% pour le C18E et le 22MnB5, respectivement.

Le revenu n'a donc qu'un très faible impact sur les propriétés mécaniques obtenues pour les éprouvettes trempées.

Les faciès de ruptures des éprouvettes trempées et revenues sont identiques à ceux observés pour les éprouvettes trempées, avec pour l'acier C18E un faciès comportant de nombreux cupules, et pour l'acier 22MnB5, un faciès mixte avec cupules et marches de clivage (Figure 79).

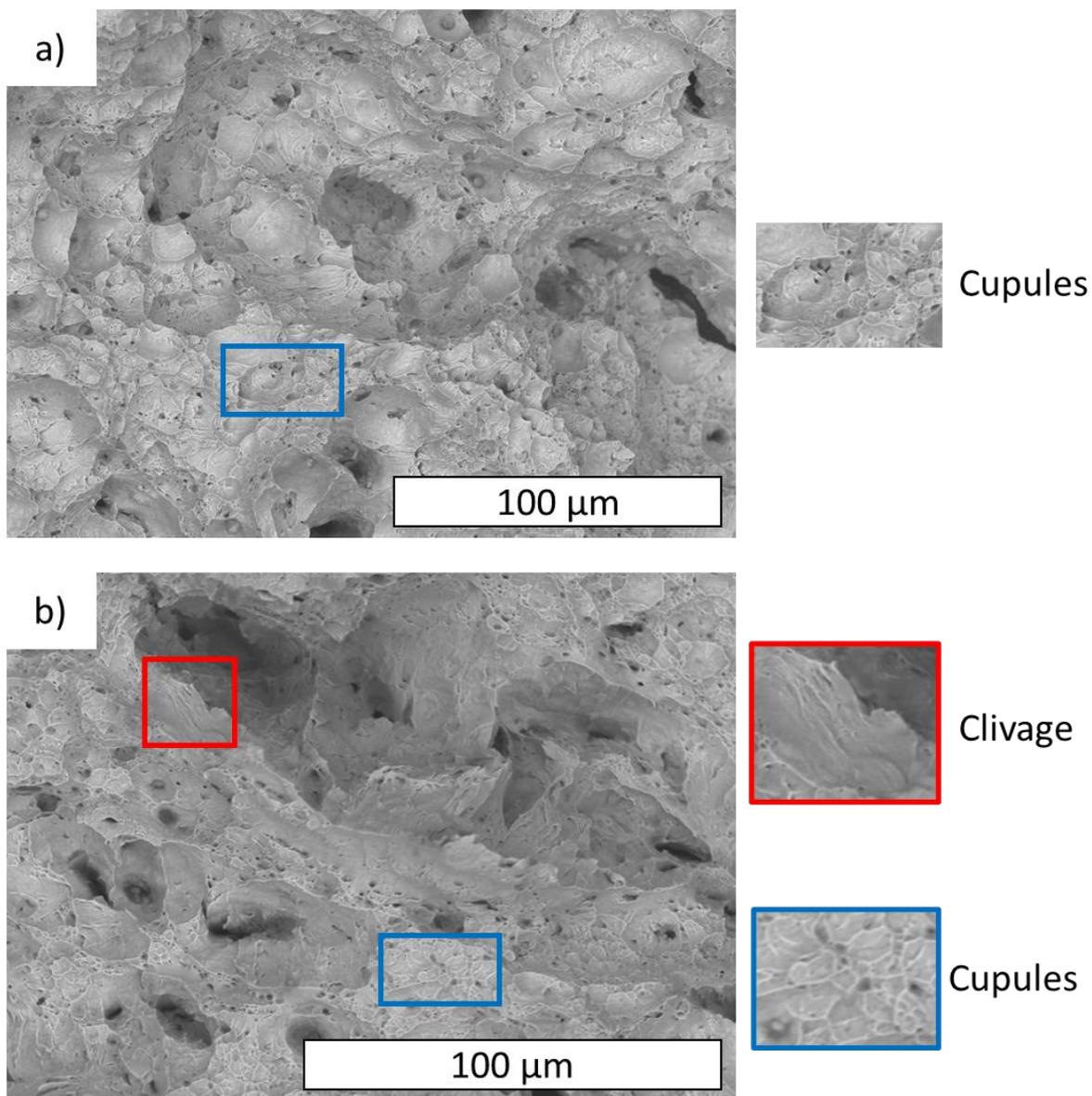


Figure 79 : Faciès de rupture à cœur des éprouvettes trempées et revenues a) C18E, présence de cupules et b) 22MnB5, présence de cupules et de marches de clivage

### 3.2.2 Duretés

Pour mesurer les profondeurs de la diffusion de la carbonituration notés Eht (Einsatzhärtetiefe), des filiations de dureté (HV<sub>0.3</sub>) ont été réalisées sur les échantillons polis depuis la surface vers le cœur conformément à l'ISO 18203 (ISO 18203, 2016). Le Tableau 18 et le Tableau 19 résument les valeurs moyennées d'au moins quatre filiations réalisées par éprouvette. Pour comparaison, des filiations sont réalisées sur les éprouvettes non carbonitrurées. L'allure des filiations en fonction de la profondeur est présentée en Figure 80.

**Tableau 18 : Valeurs de duretés pour les différents traitements réalisés sur le C18E (NT : Non Traité, C : Carbonituration, T : Trempe et R : Revenu). La distance à partir la surface vers le cœur est exprimée en mm**

Distance (mm)	NT	C	C+R	T	T+R
0.05	122	928	811	450	427
0.1	128	890	759	419	396
0.15	135	827	728	389	396
0.2	132	730	674	359	357
0.3	141	561	510	303	381
0.4	139	475	444	298	344
0.5	141	457	404	318	334
0.6	142	430	424	320	373
0.7	135	423	384	310	354
0.8	136	431	403	298	326
1	131	409	404	290	330
Moyenne	135	N/A	N/A	341	365
Ecart type	6	N/A	N/A	55	32
Eht (mm)	N/A	0.30	0.30	N/A	N/A

**Tableau 19 : Valeurs de duretés pour les différents traitements réalisés sur le 22MnB5 (NT : Non Traité, C : Carbonituration, T : Trempe et R : Revenu). La distance à partir la surface vers le cœur est exprimée en mm**

Distance (mm)	NT	C	C+R	T	T+R
0.05	157	902	868	518	493
0.1	155	890	805	493	486
0.15	154	842	777	500	484
0.2	159	733	712	482	469
0.3	160	607	600	476	485
0.4	155	538	535	486	475
0.5	155	528	487	470	458
0.6	156	500	510	474	476
0.7	165	495	485	484	475
0.8	172	511	499	480	479
1	153	503	498	471	482
Moyenne	158	N/A	N/A	485	478
Ecart Type	6	N/A	N/A	14	9
EHT (mm)	N/A	0.34	0.38	N/A	N/A

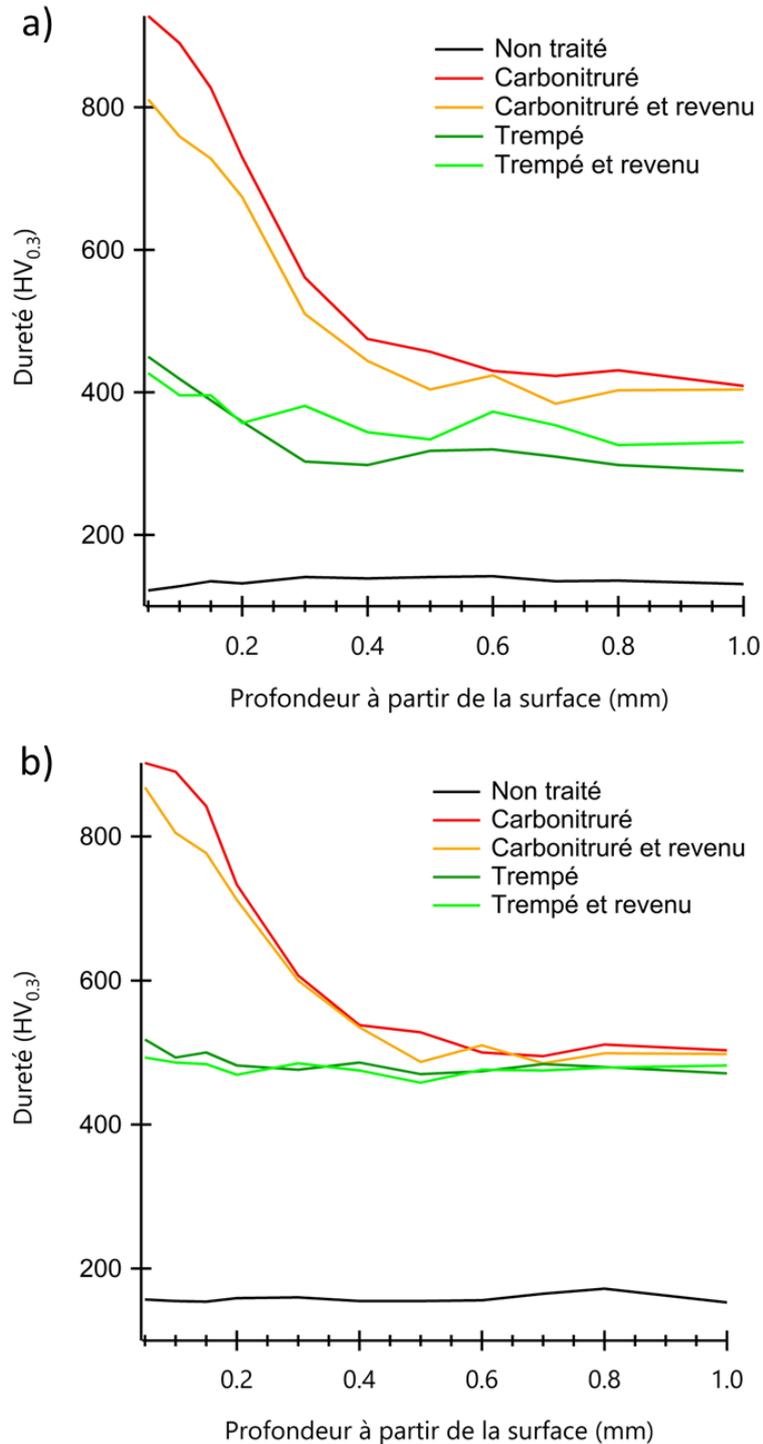


Figure 80 : Evolution de la dureté en fonction de la profondeur depuis la surface obtenue par filiations pour les cinq conditions de traitement considérées pour les aciers a) C18E et b) 22MnB5

Les éprouvettes traitées thermiquement possèdent toutes des valeurs de dureté bien supérieures à celle des éprouvettes non traitées. De plus, les valeurs de dureté de la martensite créée à la surface des éprouvettes par carbonituration sont comprises entre 850-900 HV<sub>0.3</sub>. Elles sont donc très supérieures à la valeur moyenne de la martensite pour ces types d'aciers (450 HV<sub>0.3</sub>). La

### Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

carbonituration augmente le pourcentage massique de carbone jusqu'à 0,8%C permettant ainsi l'obtention d'une martensite très dure à la surface des éprouvettes.

Le revenu après carbonituration conduit à une diminution de la dureté en surface. Cette diminution est significative après carbonituration avec une perte de 100 HV<sub>0.3</sub> pour le C18E. Pour le 22MnB5, une perte de 20HV<sub>0.3</sub> en moyenne est notée. Lors du revenu à 180°C, la martensite initiale  $\alpha'$  tend à se décomposer en carbure de fer Fe<sub>3</sub>C et en martensite  $\alpha''$ , diminuant sa dureté. Par ailleurs le revenu augmentant l'homogénéité du pourcentage de carbone en surface, une faible dispersion des valeurs est notée. Les valeurs des profondeurs du traitement thermique (Eht) ne sont pas modifiées avec le revenu.

Les mesures de dureté confirment les microstructures observées précédemment. Les valeurs moyennes pour le C18E sont de 400 HV<sub>0.3</sub>, alors qu'ils restent aux alentours des 500 HV<sub>0.3</sub> pour le 22MnB5, la structure martensitique obtenue pour le 22MnB5 ayant une dureté plus élevée que la structure mixte obtenue avec le C18E (mélange de martensite, bainite et ferrite).

Le revenu appliqué après trempe ne conduit pas à des évolutions notables de la dureté. Des valeurs moyennes de dureté autour de 350 HV<sub>0.3</sub> et de 480 HV<sub>0.3</sub> sont mesurées pour les éprouvettes d'acier C18E et 22MnB5, respectivement.

Pour la mesure des duretés à cœur une charge plus élevée est utilisée (HV<sub>10</sub>). Les résultats de ces mesures sont résumés dans le Tableau 20. Pour l'acier C18E, les valeurs carbonitrurées, avec et sans revenu, présentent des valeurs de dureté proches, avec une moyenne de 373 HV<sub>10</sub>, alors que celles trempées et trempées et revenues possèdent des valeurs de 320 HV<sub>10</sub>. Une fois encore, la variabilité des microstructures obtenues pour les éprouvettes de C18E après les traitements semble être l'explication de cette dispersion des valeurs de dureté.

Pour les éprouvettes en 22MnB5, la stabilité de la microstructure martensitique conduit à une très faible variation des valeurs de dureté à cœur pour les éprouvettes traitées thermiquement, avec des valeurs de dureté regroupées autour de 450 HV<sub>10</sub>.

**Tableau 20 : Moyennes et écart-types des duretés à cœur pour les différences configurations de traitement thermique (NT : Non Traité, C : Carbonituration, T : Trempe et R : Revenu) sous forte charge (HV<sub>10</sub>)**

Echantillon	NT	C	C+R	T	T+R
C18E	125	373	374	319	338
Ecart type	3	4	4	8	9
22MnB5	153	455	452	450	451
Ecart type	2	4	4	5	3

## Chapitre 3 : Caractérisation des aciers dans leur état initial

En conclusion, le Tableau 21 résume les faciès de rupture ainsi que les propriétés mécaniques moyennes obtenues selon les cinq configurations testées et la Figure 81 résume la moyenne des courbes de traction obtenues. Pour représenter l'ensemble des courbes sur le même graphe, deux échelles sont utilisées. En abscisse gauche et ordonnées bas, sont représentées les courbes issues des éprouvettes traitées thermiquement. En abscisse droite et ordonnées haut, sont représentées les courbes issues des éprouvettes non-traitées thermiquement, les allongements de ce type d'éprouvettes étant très élevés, les courbes des éprouvettes traitées ne seraient pas visibles. Ce résumé montre clairement le changement de comportement mécanique observé précédemment après traitement thermique mais également l'homogénéité observée pour les éprouvettes en 22MnB5 comparé à celles en C18E. Les macro-faciès typiques obtenus sont présentés en Figure 82.

En conclusion, les essais de traction et de dureté réalisés confirment la stabilité microstructurale de l'acier 22MnB5 face aux différents traitements considérés. Pour le C18E, la proportion de phases varie d'un traitement à l'autre, mais également d'une éprouvette à l'autre pour un même traitement entraînant une très grande dispersion des résultats.

Les valeurs des contraintes maximales et des limites d'élasticités après traitements sont supérieures pour le 22MnB5 comparé au C18E. Ainsi, pour des valeurs d'élongation identiques, la résistance des pièces en 22MnB5 face aux sollicitations sera supérieure. De plus, les mesures de dureté montrent une profondeur de traitement thermique plus élevée pour l'acier 22MnB5 par rapport au C18E (carbonituration avec et sans revenu).

Le revenu réalisé possède une très faible influence sur les propriétés mécaniques de l'acier 22MnB5. L'impact est plus marqué pour le C18E, avec une diminution de plus de 100 HV<sub>10</sub> entre les éprouvettes carbonitrurées avec et sans revenu. Ceci nous amène à conclure que les performances de l'acier C18E face aux traitements thermiques considérés ne sont pas optimales, du fait de l'instabilité microstructurale de cet acier.

Les propriétés mécaniques des matériaux non-traités associent une excellente ductilité, un allongement à rupture élevé et une contrainte maximale faible. L'étude de l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques après traitement thermique met en avant la stabilité mécanique et microstructurale de l'acier 22MnB5.

Afin d'anticiper les microstructures pouvant être obtenues industriellement, les diagrammes TRC de ces deux aciers vont être tracés. L'impact des températures d'austénitisation sur les microstructures formées après trempe et les propriétés mécaniques correspondantes sera ensuite exploré.

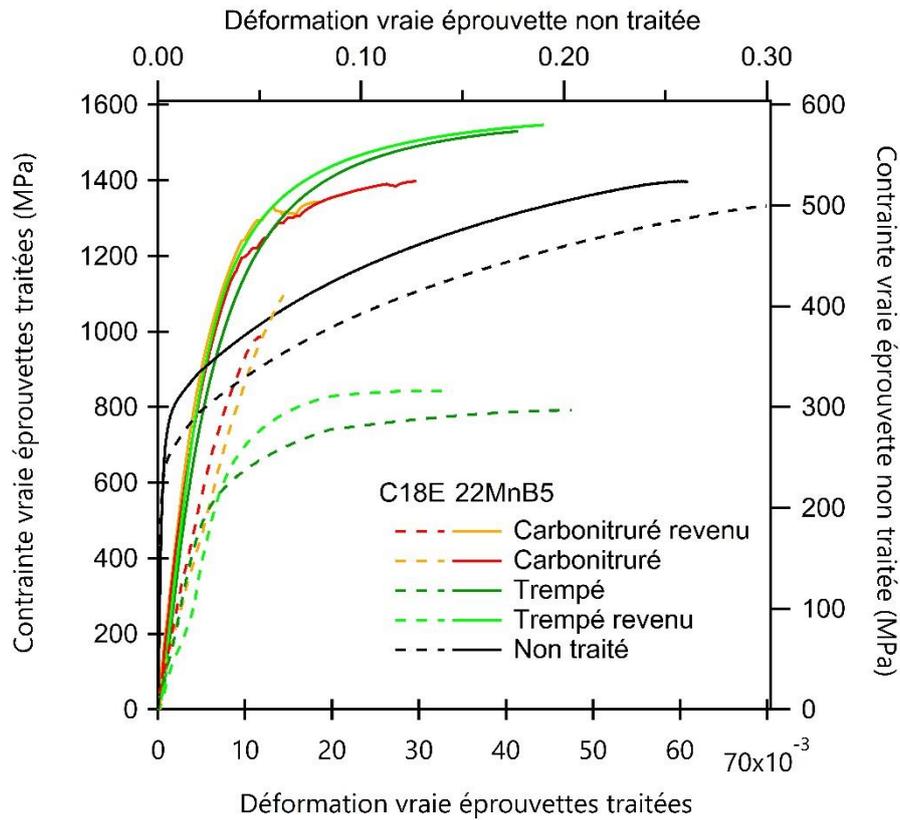


Figure 81 : Courbes rationnelles de traction des deux matériaux pour les cinq configurations de traitement testées (éprouvettes de traction type C)

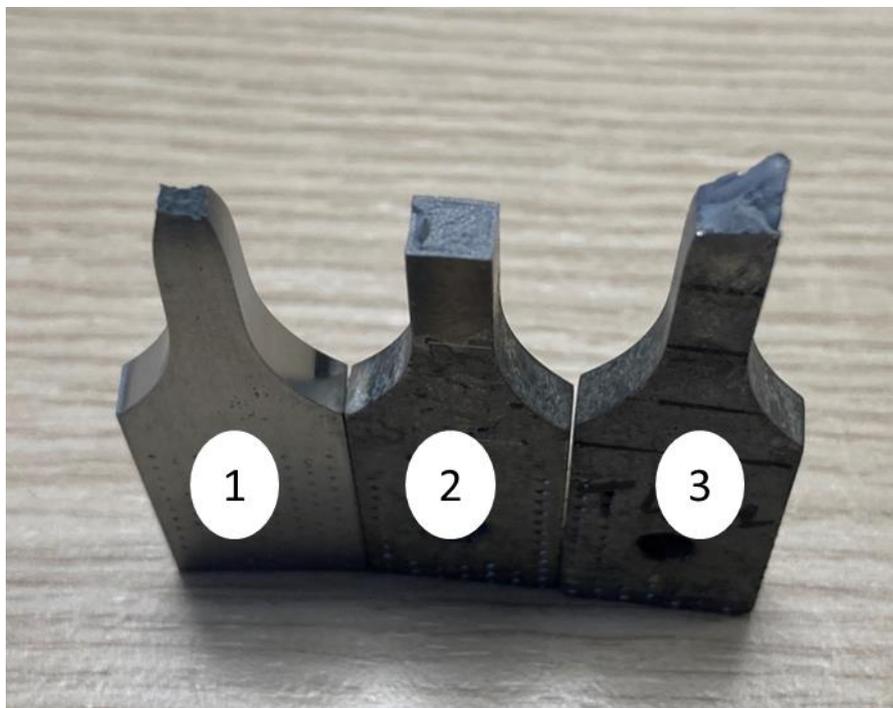


Figure 82 : Macro-faciès de rupture obtenus après traction. 1 : faciès « cup and cone » C18E non traité ; 2 : rupture fragile à 90° du sens de traction 22MnB5 carbonitruré ; 3 : rupture fragile à 45° du sens de traction C18E carbonitruré

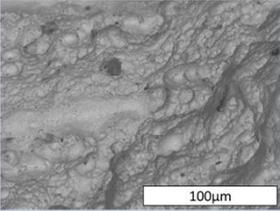
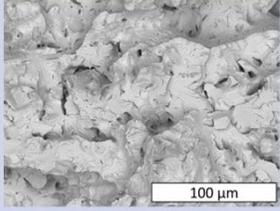
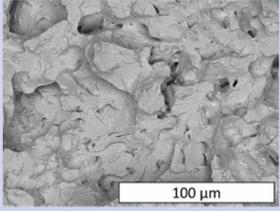
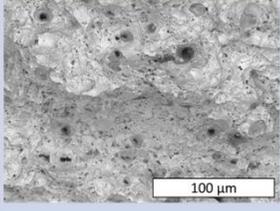
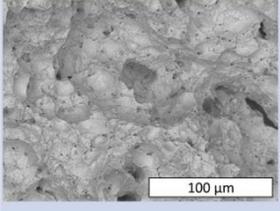
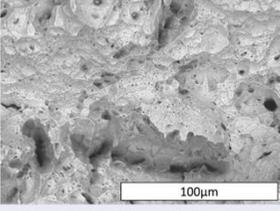
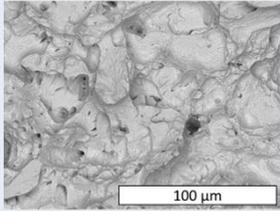
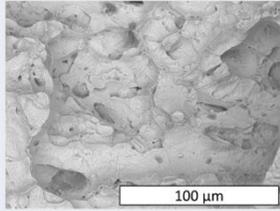
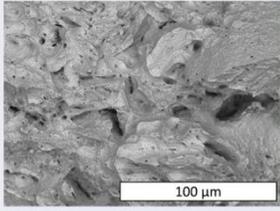
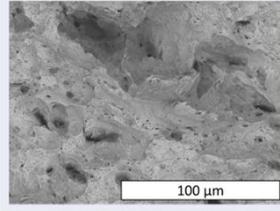
Traitement thermique		Non traité	Carbonituration	Carbonituration + revenu	Trempe	Trempe + revenu
Faciès de rupture du C18E						
Faciès de rupture du 22MnB5						
R <sub>m</sub> (MPa)	C18E	505	975	1032	818	869
	22MnB5	411	1341	1378	1483	1477
R <sub>p0.2</sub> (MPa)	C18E	243	905	980	613	646
	22MnB5	274	1221	1309	1189	1315
A%	C18E	43	1	1	8	5
	22MnB5	41	1	1	6	6
Dureté à cœur (HV <sub>10</sub> )	C18E	125	373	374	319	338
	22MnB5	153	455	452	450	451

Tableau 21 : Récapitulatif des propriétés mécaniques moyennes mesurées et faciès de rupture des différents échantillons non-traités, carbonitrés, carbonitrés et revenus, trempés et trempés et revenus



## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

---

Les conditions de traitement thermique (températures et temps de maintien) sont déterminées et appliquées pour garantir l'homogénéité de comportement des pièces dans les fours industriels. Lors du traitement de carbonituration, une température maximale de 920 °C est utilisée, avec des temps de maintien variables en fonction de l'enrichissement en carbone souhaité. Au cours de ce traitement thermique, le matériau va être amené en phase austénitique, puis cette structure va être trempée, conduisant à la formation de martensite. Cependant, de l'austénite résiduelle subsiste après trempe, la transformation martensitique n'étant jamais complète. La taille des grains finale est liée à la taille des grains d'austénite.

Un changement des paramètres de la carbonituration peut entraîner des modifications de la microstructure des pièces, et donc de leurs propriétés mécaniques, et dans certains cas aboutir à des non-conformités. En effet, des structures de surchauffe peuvent apparaître lors de mauvaises manipulations ou réglages des fours, induisant une croissance exagérée des grains austénitiques.

L'influence de la taille de grain austénitique sur les microstructures après trempe, et les propriétés mécaniques des aciers, reste à étudier pour s'assurer l'obtention des structures conformes au cahier des charges industriel.

Des mesures de la taille de grain austénitique ont été réalisées à cœur sur les pièces carbonitrurées. Une méthode pour révéler et mesurer les grains austénitiques a dû être développée et optimisée. Des cycles thermiques visant à modifier la taille de grain austénitique ont ensuite été réalisés sur des éprouvettes de C18E et de 22MnB5 grâce au simulateur thermomécanique Gleeble 3500, dans le but d'étudier l'influence de la taille de ces grains sur les microstructures et les propriétés mécaniques obtenues.

# 1 Choix des cycles thermiques et mesure de la taille des anciens grains austénitiques

## 1.1 Cycles thermiques utilisés

Le simulateur thermomécanique Gleeble utilise l'effet Joule pour chauffer les échantillons. Cette méthode permet d'obtenir des vitesses de chauffage importantes, allant jusqu'à 10 000 °C/s. Ces vitesses n'étant pas utilisées lors du traitement industriel de pièces massives, une montée en température plus lente, de 5 °C/s, a été choisie, jusqu'à une température de maintien de 920 °C. Trois temps de maintien ont été étudiés : 5, 10 et 30 min. Il s'agit d'une température de traitement basse, et de temps de maintien courts, en comparaison de ce qui est couramment rapportés dans la littérature pour des études théoriques portant sur les grains austénitiques (Celada-Casero et *al.*, 2019 ; Lee et *al.*, 2013 ; Maropoulos, et *al.*, 2007, 2008 ; Yang et *al.*, 2009), où des températures de traitement de 1000°C et des temps supérieurs à une heure de maintien sont souvent utilisés. Aussi, d'autres essais ont été réalisés à une température de 1000 °C, en utilisant les trois mêmes temps de maintien, afin de pouvoir comparer nos résultats à ceux reportés dans la littérature. Les vitesses de refroidissement utilisées par Forvia Faurecia varient de 50 °C/s à 250 °C/s, en fonction de la taille et de l'épaisseur des pièces. Deux vitesses de refroidissement, 70 °C/s et 250 °C/s, correspondant à la vitesse de trempe moyenne et la plus rapide utilisée par l'entreprise, ont été choisies.

## 1.2 Attaques chimiques et mesure de la taille de grain austénitique

Une méthodologie de mesure de la taille des anciens grains austénitiques ( $d_{ga}^1$ ) a été développée. Dans la littérature, plusieurs auteurs utilisent une attaque chimique à base d'acide picrique dans le but de révéler l'ancienne structure austénitique. Forvia Faurecia utilise un réactif similaire à base d'acide picrique, le Crida® (Crida Chemie), pour révéler la structure austénitique dans les zones affectées thermiquement de soudures. L'utilisation de ce réactif n'étant pas complètement maîtrisée pour notre application, une étude expérimentale a tout d'abord été entreprise pour définir et valider un protocole expérimental relatif à l'utilisation du Crida sur les pièces traitées thermiquement. Ce protocole comprend une méthode de polissage, d'attaque (temps variant en fonction des échantillons) et enfin des étapes de nettoyage et de post-polissage, nécessaires pour une mesure fiable du  $d_{ga}$ .

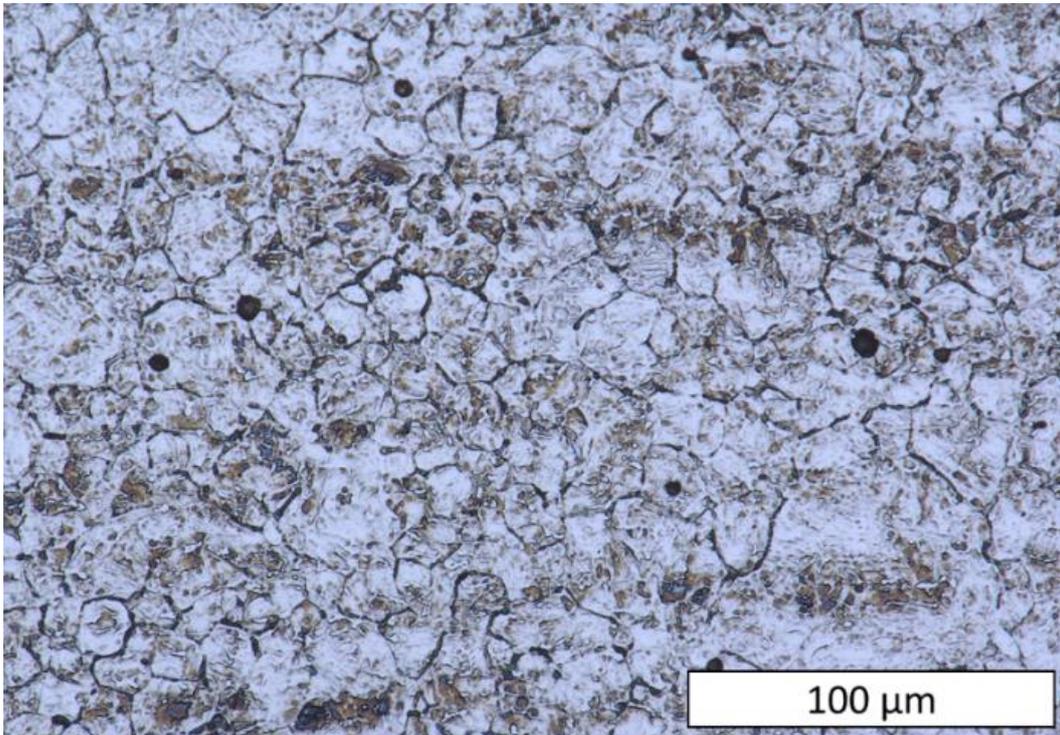
Dans un second temps, une fois l'attaque chimique au Crida contrôlée, la méthode de mesure utilisée pour déterminer la taille de grain a été modifiée. En effet, la technique utilisée dans le chapitre

---

<sup>1</sup>  $d_{ga}$  : diamètre moyen des anciens grains austénitiques

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

précédent n'était pas utilisable ici, du fait du peu de contraste obtenu par observation au microscope optique (Figure 83).



**Figure 83 : Microstructure de l'acier C18E après une austénitisation à 920°C pendant 5 min, et attaque au Crida pendant 20 min**

Les mesures du dga ont dû être réalisées de façon manuelle. Les micrographies ont été décalquées pour obtenir une image en noir et blanc de la structure austénitique. Une analyse utilisant le logiciel de traitement d'image d'IGOR a permis ensuite de retranscrire en diamètre équivalent des anciens grains d'austénite, et d'obtenir l'indice G de taille de grain suivant l'ISO 643. Un minimum de cinq images a été analysé pour chaque échantillon, afin de garantir un nombre de grains comptabilisé suffisant pour obtenir une bonne statistique.

Cette méthodologie a été validée en mesurant la taille des anciens grains austénitiques sur des pièces produites et traitées par Forvia Faurecia. Des dga de  $23\pm 13$  µm pour le C18E et  $40\pm 23$  µm pour le 22MnB5 (Figure 84) ont ainsi été obtenues.

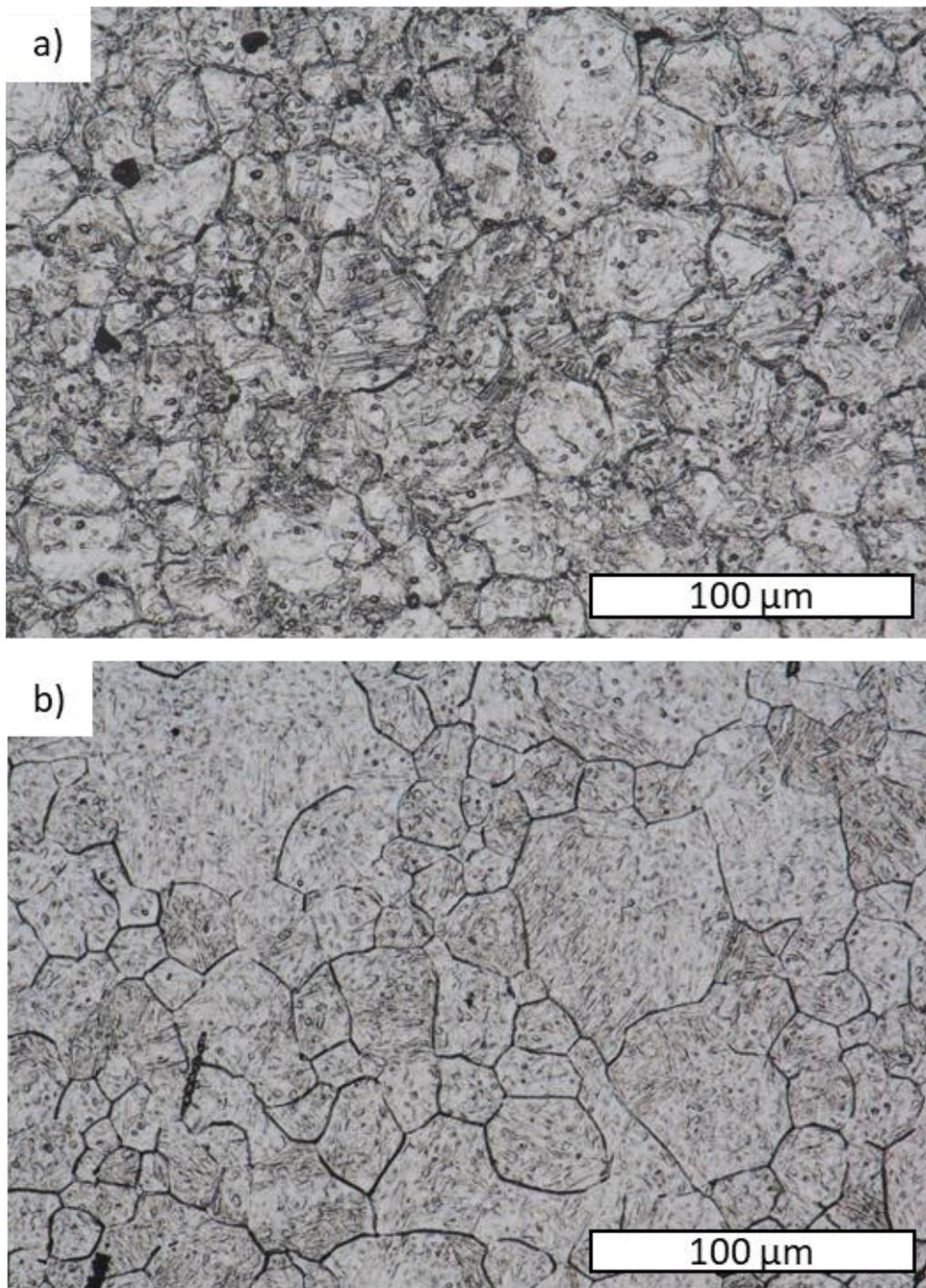


Figure 84 : Microstructures à cœur après attaque au Crida (20 min) réalisées sur les aciers carbonitrurés  
a) C18E et b) 22MnB5

### 1.3 Influence de la température et du temps de maintien sur les dga

Une fois la taille des anciens grains austénitiques de pièces carbonitrurées mesurée, nous pouvons la comparer à celle obtenue avec des éprouvettes de traction ayant subi un traitement thermique avec le simulateur Gleeble. Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes de traction (géométries présentées au chapitre 2, Figure 50) en C18E. Le cycle thermique appliqué est le suivant : une montée en température jusqu'à la température d'austénitisation (920 °C ou 1000 °C) à une vitesse de 5 °C/s, un maintien à cette température pendant 5, 10 ou 30 minutes, et un refroidissement à une vitesse de 70 °C/s. Après refroidissement, des échantillons ont été découpés dans les éprouvettes de traction au niveau de la zone entre les thermocouples, afin que la microstructure observée corresponde bien à la température enregistrée par les thermocouples.

Les échantillons ont ensuite été polis et attaqués au réactif Nital et leur microstructure a été observée au microscope optique. Les micrographies obtenues sont présentées sur la Figure 85. Des microstructures composées de ferrite, ferrite aciculaire, bainite et martensite sont observées. Une évolution de la microstructure est visible avec l'augmentation du temps de maintien. Pendant ce palier de température, une dissolution de la cémentite dans l'austénite s'opère. Après trempe, la martensite et la bainite voient leur pourcentage augmenter avec le temps de maintien. La dissolution totale de la cémentite est obtenue pour un temps de maintien de 30 min. Après 5 et 10 min d'austénitisation, des globules de cémentite restent présents (cadres rouge Figure 85).

Une évolution de la microstructure des échantillons avec l'augmentation de la température d'austénitisation est également visible. La proportion des ilots de martensite augmente avec la température, pendant que la proportion de ferrite diminue. La proportion de martensite dans la microstructure augmente ainsi de 50% pour un traitement réalisé à 920 °C pendant 5 minutes, à 85% pour un traitement à 1000 °C pendant 30 min. Cependant, la présence de ferrite inhibe l'attaque au Crida, de telle sorte qu'il n'est pas possible d'obtenir une mesure de la taille de grain austénitique sur ces éprouvettes (Figure 86). En effet, l'attaque chimique au Crida est utilisée pour révéler les anciens grains d'austénite pour une microstructure martensitique. En utilisant une vitesse de trempe de 70 °C/s, une structure martensitique-bainitique est créée, et n'est donc pas adaptée au protocole défini pour la mesure de la taille des anciens grains austénitiques.

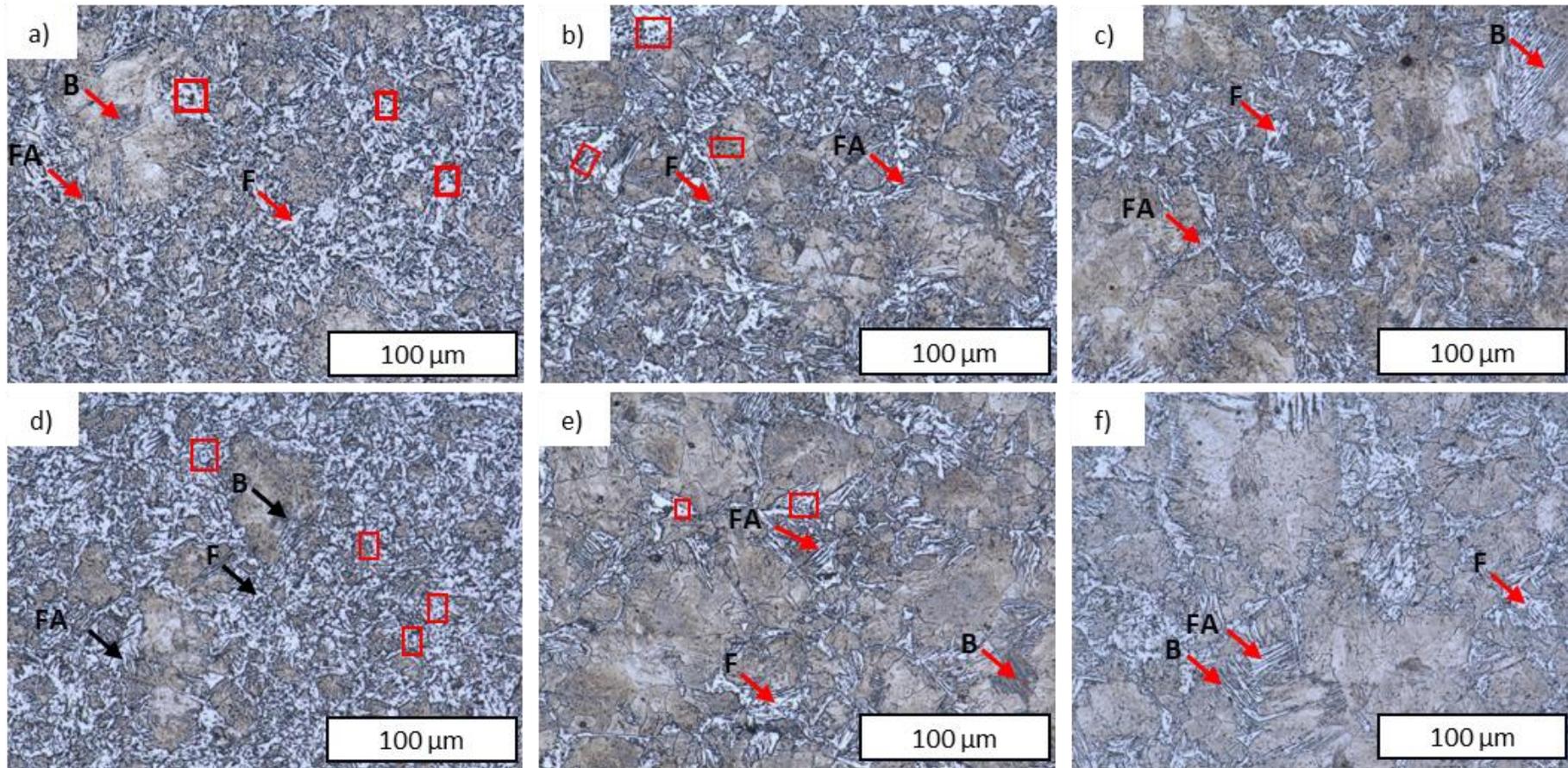
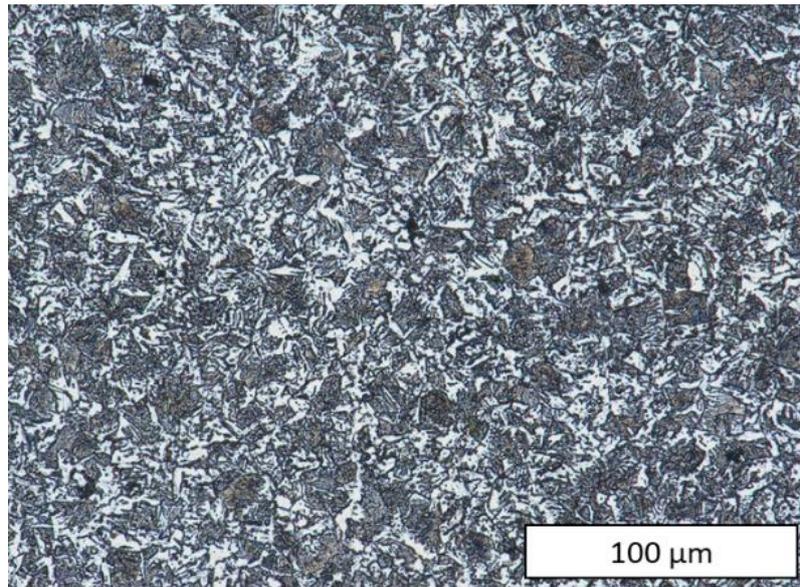


Figure 85 : Microstructures après attaque au Nital du C18E suivant différentes conditions de traitement thermique et refroidissement à 70 °C/s. a) 920 °C – 5 min, b) 920 °C – 10 min, c) 920 °C – 30min, d) 1000 °C – 5 min, e) 1000 °C – 10 min et f) 1000 °C – 30 min. F : Ferrite, FA : Ferrite Aciculaire, B : Bainite et M : Martensite



**Figure 86 : Microstructure après attaque au Crida (20 min) de l'acier C18E austénitisé à 920 °C pendant 5 min et refroidi à 70 °C/s**

Une nouvelle vitesse de trempe doit être utilisée afin d'augmenter la proportion de martensite dans les éprouvettes de C18E traitées thermiquement, et ainsi pouvoir mesurer la taille des anciens grains austénitiques. Une trempe à 250 °C/s a donc été appliquée sur des échantillons traités suivant les six cycles thermiques décrits précédemment. Après trempe, les échantillons contiennent plus de 90% de martensite, autorisant de fait l'attaque au Crida pour révéler l'ancienne structure austénite. Les micrographies correspondantes sont présentées sur la Figure 87.

Une évolution du dga avec l'augmentation de la température d'austénitisation est notée. D'un autre côté, on ne remarque pas d'évolution significative de la taille de grain austénitique avec le temps de maintien (Tableau 22).

**Tableau 22 : Tailles des anciens grains austénitiques (moyennées sur 5 images par configuration) du C18E obtenues pour les différentes conditions de traitement thermique et un refroidissement à 250 °C/s**

Température (°C)	Temps de maintien (min)	Taille de grain austénitique (µm)	Ecart type
920	5	15	7
920	10	15	8
920	30	16	12
1000	5	45	31
1000	10	40	23
1000	30	45	25

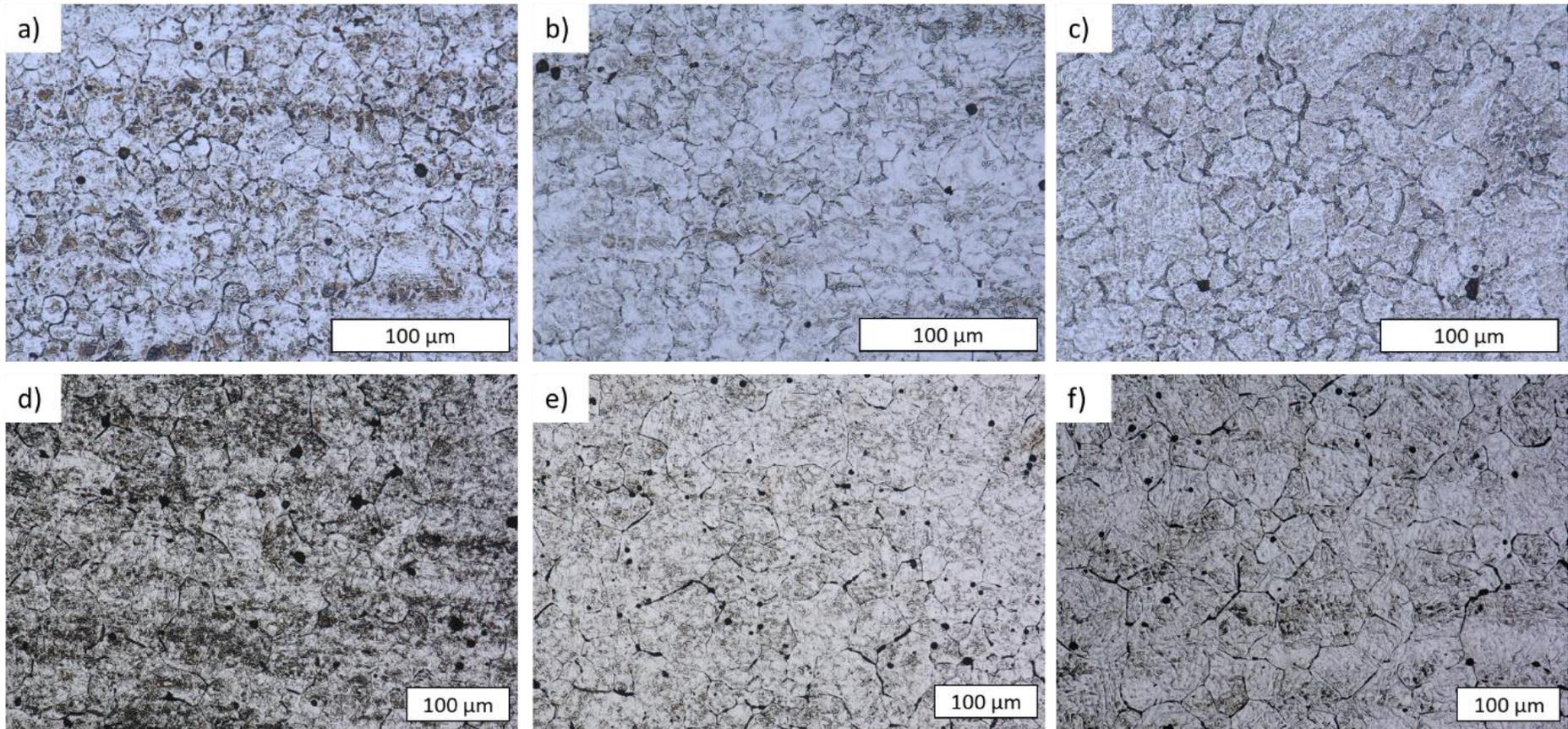


Figure 87 : Micrographies après attaque au Crida du C18E obtenues pour les différentes conditions de traitement thermique et un refroidissement à 250 °C/s a) 920 °C – 5 min, b) 920 °C – 10 min, c) 920 °C – 30min, d) 1000 °C – 5 min, e) 1000 °C – 10 min et f) 1000 °C – 30 min

## 1.4 Influence de la taille des grains austénitiques sur la structure après trempe et la dureté de l'acier C18E

Il est connu que le dga modifie la microstructure obtenue après traitement thermique des aciers bas carbone (Celada-Casero et *al.*, 2019; Lee et *al.*, 2013; Yang et *al.*, 2009; Zhang et *al.*, 2015). Par exemple, Celada Casero a étudié l'influence de la taille des anciens grains austénitiques sur la température du point de transformation martensitique  $M_s$  dans un acier contenant 3.5% de manganèse. Ils ont observé une diminution de 30 °C de la température  $M_s$  avec le dga variant de 185  $\mu\text{m}$  à 6  $\mu\text{m}$ , conduisant à la formation de martensite fine. Leurs résultats montrent donc qu'il est possible de décaler le point de début de transformation en changeant le dga, et donc de privilégier une microstructure plutôt qu'une autre. Lee et al ont également montré une évolution du pourcentage des phases présentes dans un acier 16MnCr5 avec la modification de la taille de grain austénitique.

Les traitements thermiques effectués dans nos premières études sur le C18E montrent que les temps de maintien considérés n'entraînent pas une modification du dga. Aussi quatre nouvelles températures d'austénitisation ont été considérées afin de modifier la taille de grain austénitique : 950, 975, 1050 et 1100 °C. La même vitesse de chauffage (5 °C/s) et un temps de maintien de 30 minutes ont été utilisés, la vitesse de refroidissement a été fixée à 250 °C/s.

Dans un premier temps, les microstructures des échantillons ont été révélées au Nital. Les micrographies obtenues sont présentées sur la Figure 88. A 920 °C, une structure ferrito-bainitique est observée. En augmentant la température à 950 °C, la structure martensitique apparaît en complément de la ferrite et de la bainite déjà présentes. Aux températures plus élevées, la structure ferritique disparaît au profit de la bainite et de la martensite. Par ailleurs, dans les échantillons traités aux températures d'austénitisation les moins élevées (920, 950 et 975 °C), de la ferrite aciculaire est visible. Pour une austénitisation à une température supérieure à 975 °C, cette ferrite aciculaire disparaît au profit de la bainite. Cependant, pour l'acier C18E, une structure totalement martensitique, n'a pas pu être créée. Ceci s'explique, comme suggéré par Cohen et Celada Casero (Celada-Casero et *al.*, 2019 ; Olson et *al.*, 1976a, 1976b), par le fait que le nombre de sites de nucléation de la martensite présents par unité de volume est supérieur lorsque la taille de grain austénitique est faible. Cependant, pour une vitesse de refroidissement (*i.e.* une énergie) donnée, il est impossible de former des lattes de martensite sur l'ensemble des sites de nucléations du grain austénitique. Ces zones peuvent alors être utilisées pour former des phases demandant moins d'énergie comme la ferrite.

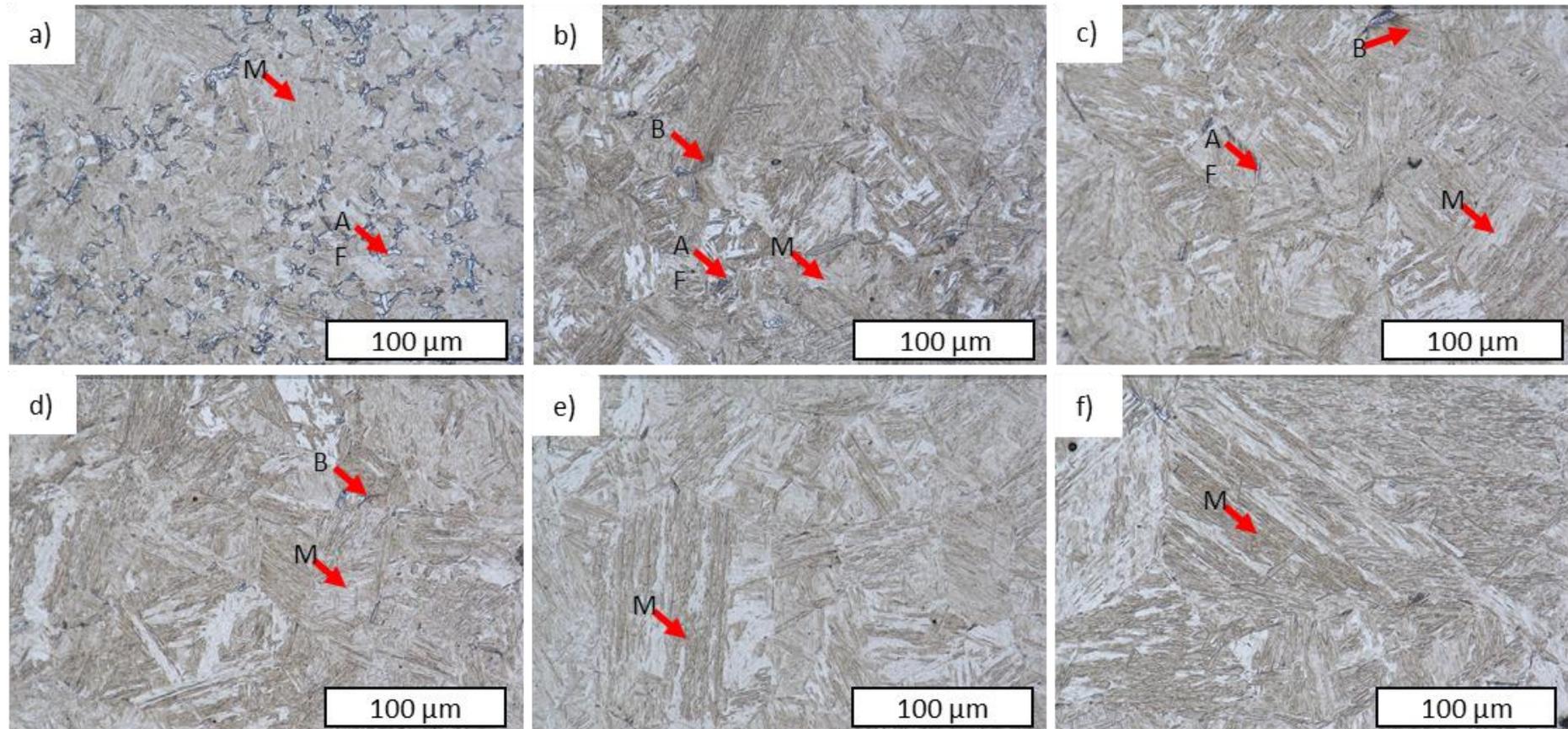


Figure 88 : Evolution de la microstructure de l'acier C18E en fonction de la température d'austénitisation, après attaque au Nital. a) 920 °C, b) 950 °C, c) 975 °C, d) 1000 °C, e) 1050 °C, et f) 1100 °C. M : martensite, B : bainite, AF : ferrite aciculaire

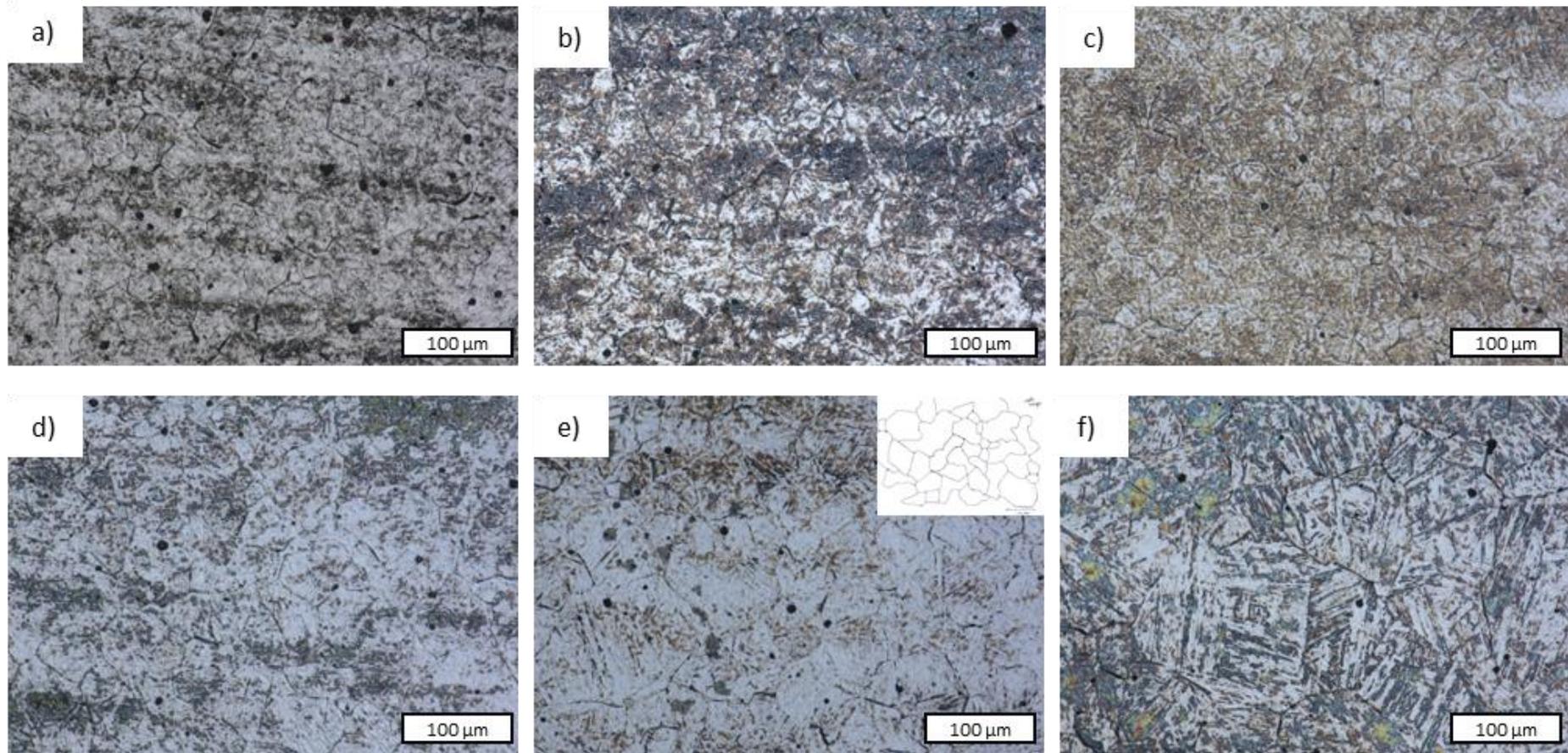


Figure 89 : Evolution de la taille des anciens grains austénitiques de l'acier C18E en fonction des températures d'austénitisation, après attaque au Crida. a) 920 °C, 15 μm ; b) 950 °C, 28 μm ; c) 975 °C, 37 μm ; d) 1000 °C, 45 μm ; e) 1050 °C, 60 μm et f) 1100 °C, 90 μm. Une structure de surchauffe avec un grossissement exagéré des grains apparaît pour les essais à 1100 °C

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

Une évolution significative de la taille de grains austénitiques, de 15  $\mu\text{m}$  à 90  $\mu\text{m}$  pour des températures comprises entre 920  $^{\circ}\text{C}$  à 1100  $^{\circ}\text{C}$  a ainsi été mise en évidence (Figure 89). La martensite créée est d'autant plus grossière que les grains austénitiques dans lesquels elle grandit sont de taille importante. Ceci est aussi lié au fait que la croissance des grains austénitiques réduit le nombre de sites de nucléations (joints de grains) sur une surface donnée.

L'augmentation de la proportion de martensite dans les aciers C18E a un impact sur la dureté du matériau. Les valeurs de dureté mesurées sur les différents échantillons sont résumées sur la Figure 90. Après une légère augmentation des valeurs de dureté, un plateau est détecté à partir de 975  $^{\circ}\text{C}$  (lignes vertes sur la Figure 90), ce qui correspond à une taille des anciens grains austénitiques de 37  $\mu\text{m}$ . La martensite créée à partir des grains austénitiques de faible taille est une martensite dense, augmentant significativement la dureté générale des échantillons. A partir d'une certaine taille de grain, la densité de la martensite atteint un maximum, stabilisant la valeur de la dureté autour de 450  $\text{HV}_{0,3}$ .

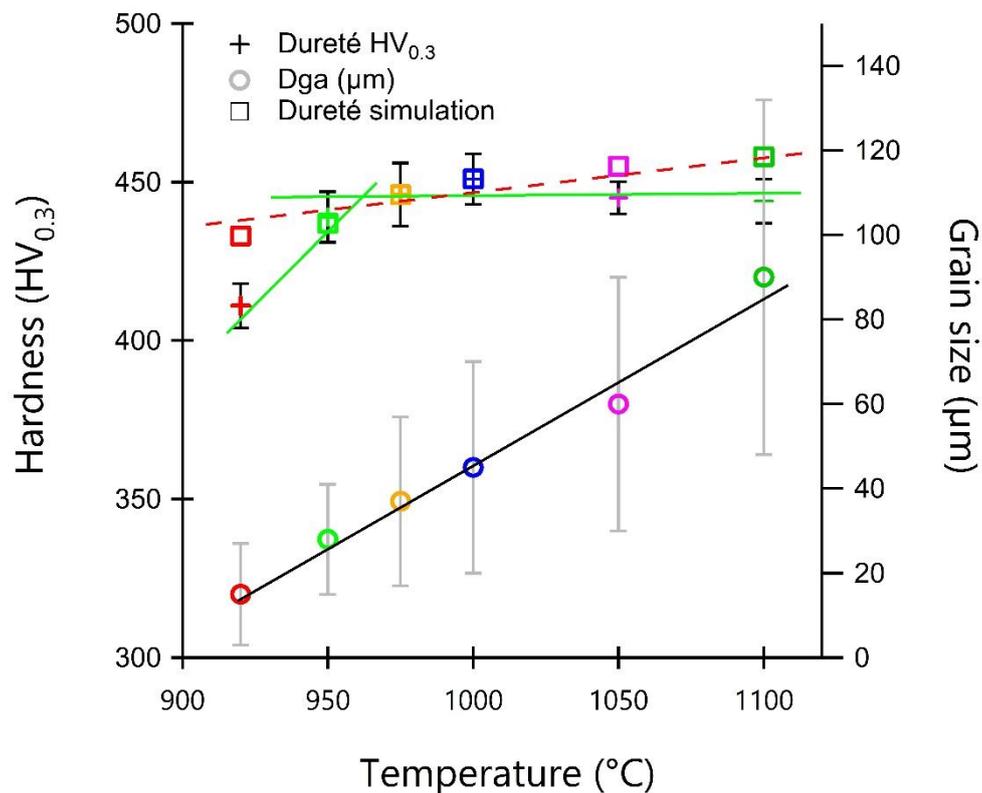


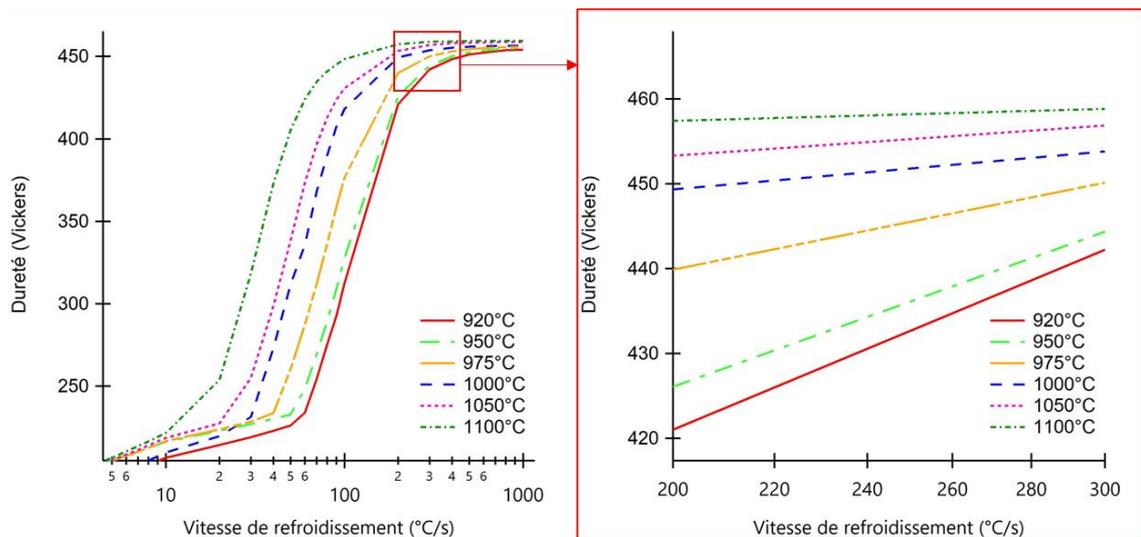
Figure 90 : Evolution de la dureté mesurée et simulée par JMatPro<sup>®</sup> et de la taille des anciens grains austénitiques en fonction de la température d'austénitisation

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

Les valeurs de dureté obtenues expérimentalement ont été comparées avec celles obtenues par simulation en utilisant le logiciel JMatPro qui calcule la dureté obtenue pour une vitesse de refroidissement et un pourcentage de phase donnés. Les valeurs de dureté simulées, présentées à la Figure 90 en fonction de la température de traitement thermique, sont systématiquement supérieures à celles obtenues expérimentalement, mais restent très proches. De plus, elles ne montrent pas de plateau de dureté, mais augmentent linéairement avec la température (ligne pointillée rouge sur la Figure 90 et Figure 91). Cependant, l'augmentation de dureté avec la température ralentit significativement quand la dureté approche une valeur de 460 HV<sub>0,3</sub> (dureté théorique de la martensite avec 0.18% de carbone).

Le logiciel considère une composition chimique homogène du matériau, alors que celle observée varie localement en fonction de la présence de carbures ou de bandes de ségrégations entraînant des variabilités de duretés.

D'après JMatPro®, des variabilités de duretés sont observées dans les gammes de vitesses de refroidissement utilisées industriellement (de 230 HV<sub>0,3</sub> à 460 HV<sub>0,3</sub>). Ces valeurs vont être vérifiées avec la création des diagramme TRC.



**Figure 91 : Evolution de la dureté Vickers en fonction de la vitesse de refroidissement obtenue par simulation sur le logiciel JMatPro pour différentes températures d'austénitisation**

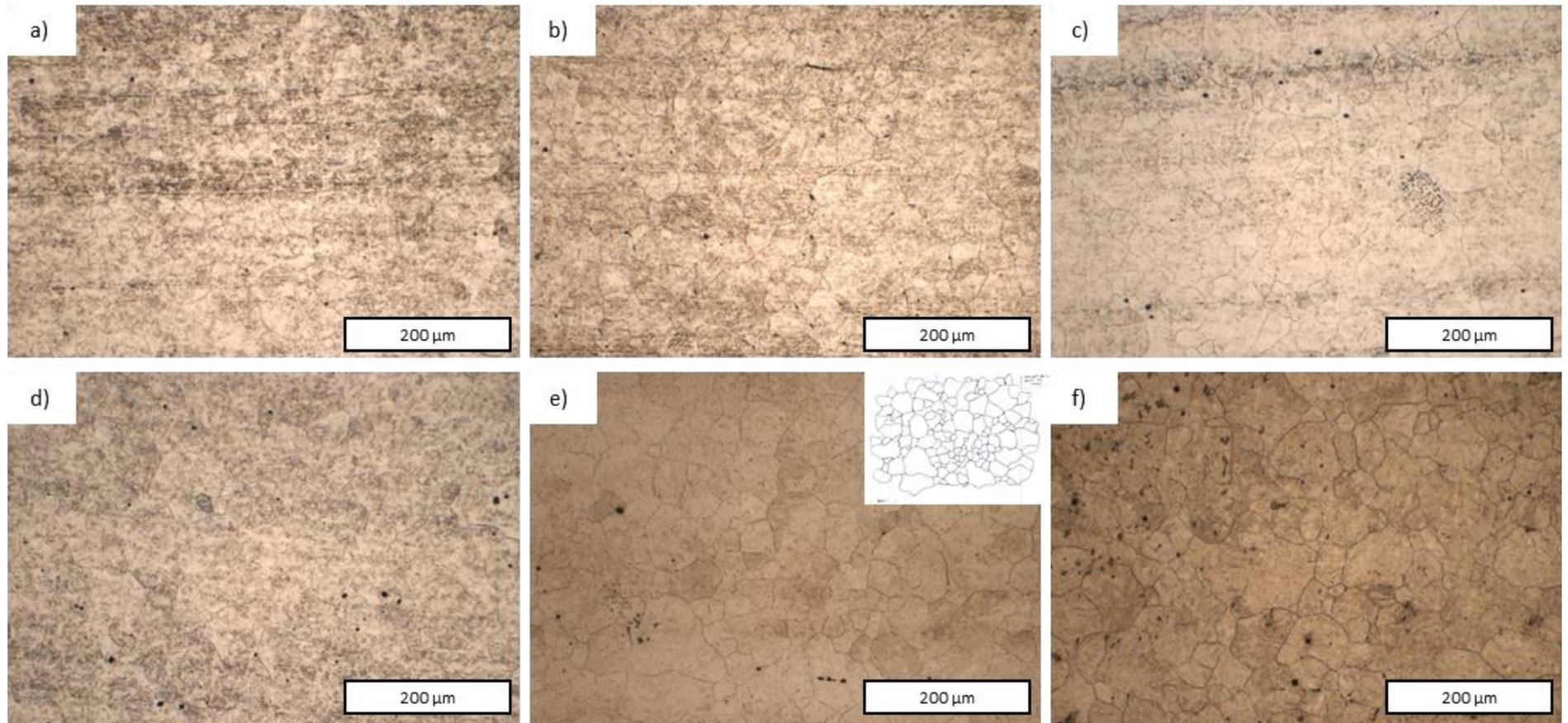


Figure 92 : Microstructures après attaque au Crida des échantillons d'acier 22MnB5 pour des températures d'austénitisation de a) 920 °C, b) 950 °C, c) 975 °C, d) 1000 °C, e) 1050 °C et f) 1100 °C

## 2 Reproduction des traitements thermiques sur le 22MnB5

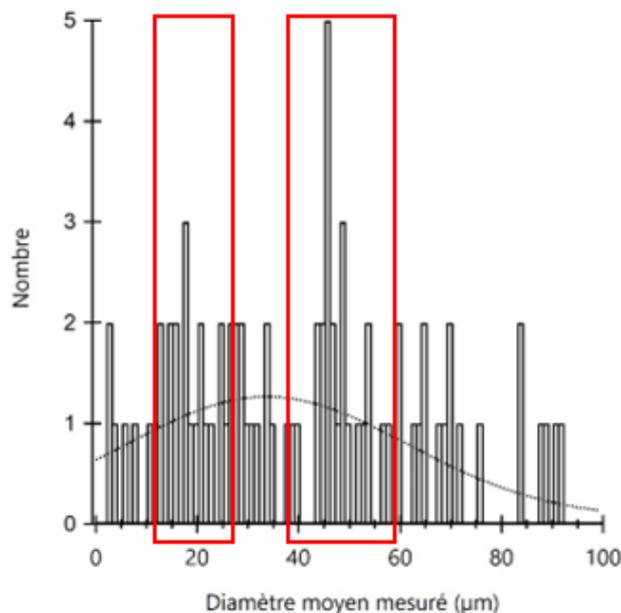
Les six conditions de traitement thermique ont été reproduites sur des éprouvettes d'acier 22MnB5. Les microstructures, révélées par attaque au Crida, sont montrées sur la Figure 92.

L'ancienne structure austénitique apparaît plus nettement à partir de 1050 °C. Les tailles de grains associées, sont données dans le Tableau 23.

**Tableau 23 : Tailles des anciens grains austénitiques d'acier 22MnB5 traité aux différentes températures d'austénitisation (chauffage 5 °C/s puis maintien 30 min)**

Température (°C)	Taille de grain austénitique (µm)	Ecart type
920	40	21
950	37	19
975	39	22
1000	38	15
1050	37	21
1100	36	21

Le dga ne semble pas évoluer avec la température d'austénitisation, dans la gamme de température considérée. Il reste proche des 40 µm. Cependant, une disparité est visible sur les histogrammes des tailles de grain. Un exemple est donné sur la Figure 93. Les tailles de grains mesurées vont de quelques microns à 90 µm. De plus, deux populations semblent se dessiner pour chaque température d'austénitisation : une avec des grains d'environ 20 µm et une autre pour une taille de grain autour de 45-50 µm.



**Figure 93 : Histogramme de répartition du nombre de grains en fonction de leur taille dans l'acier 22MnB5 austénitisé à 1000°C**

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

Une stabilisation de la croissance austénitique est donc mise en évidence. Des études (Gladman et *al.*, 1974 ; Huang et *al.*, 2016 ; Moon et *al.*, 2012, 2007 ; Zhang et *al.*, 2015) ont montré que l'addition d'éléments chimiques lors de la coulée, le titane notamment, permettaient de réguler la croissance austénitique. Les nitrures de titane sont principalement cités pour agir sur la croissance granulaire, par l'effet d'épinglage de Zener. La dispersion de ces particules freine le mouvement des joints de grain lors du changement de phase. Les grains ne peuvent alors pas croître de manière classique. Zhang (Zhang et *al.*, 2015) indique que le contrôle de la croissance granulaire est obtenu avec une concentration massique en titane de l'ordre de 0.02%. Les grains austénitiques mesurés ont un diamètre moyen d'environ 50  $\mu\text{m}$ . Dans l'acier 22MnB5, de nombreux nitrures de titane ont été observés, et pourraient donc expliquer l'absence de croissance austénitique observée.

Le dga n'évoluant pas avec la température du traitement d'austénitisation, aucune modification microstructurale n'est attendue dans le 22MnB5. Les microstructures correspondantes aux six températures de traitements thermiques sont présentées sur la Figure 94. Une structure martensitique est bien visible pour tous les échantillons analysés.

Les valeurs de dureté correspondantes sont résumées dans le Tableau 24. Toutes les mesures sont comprises dans le même intervalle 500-520 HV<sub>0.3</sub>. Ces valeurs sont cohérentes avec les microstructures martensitiques observées.

**Tableau 24 : Valeurs de dureté HV<sub>0.3</sub> mesurées pour les six échantillons traités thermiquement d'acier 22MnB5**

Température (°C)	Dureté (HV <sub>0.3</sub> )	Ecart type
920	500	6
950	501	7
975	515	6
1000	512	5
1050	512	8
1100	502	9

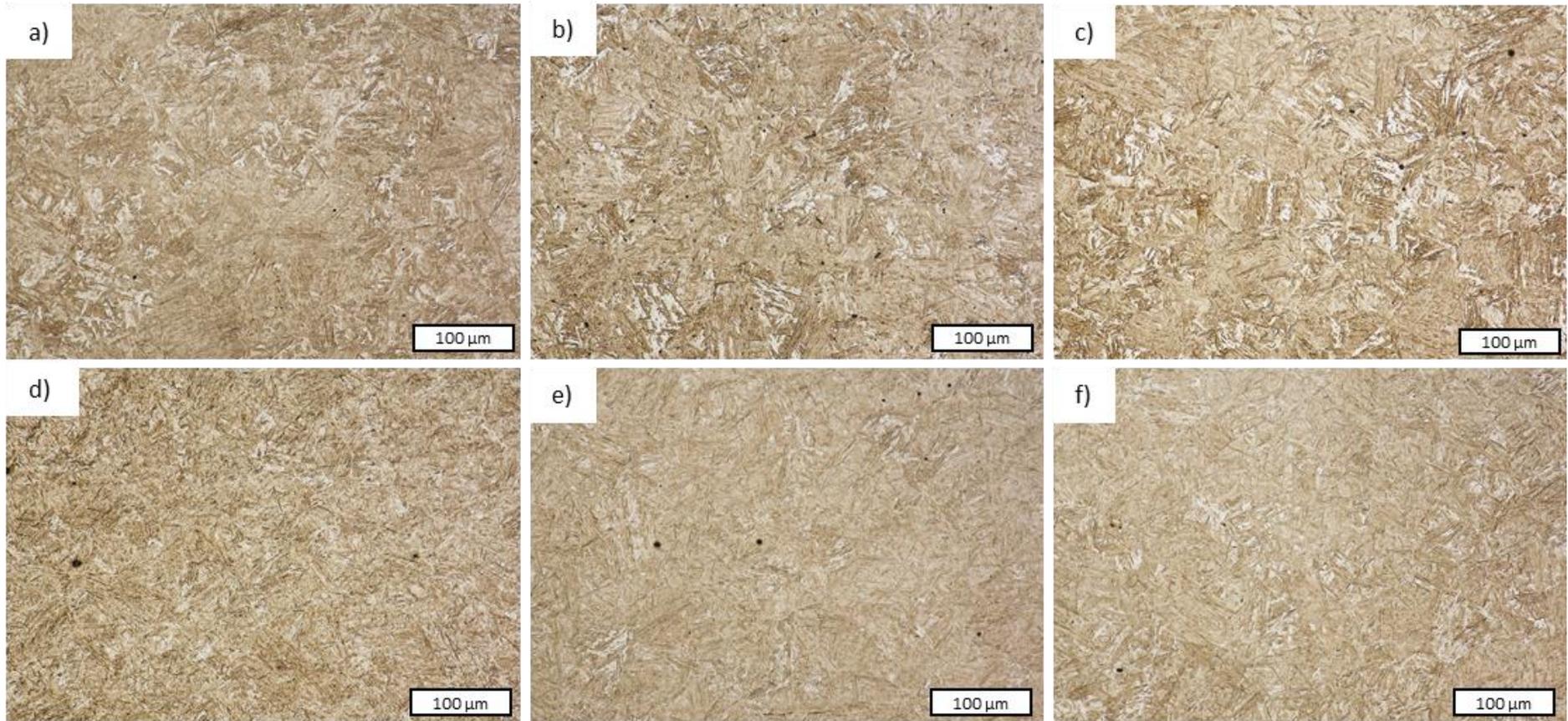


Figure 94 : Microstructures après attaque au Nital de l'acier 22MnB5s pour les différentes températures d'austénitisation : a) 920 °C ; b) 950 °C ; c) 975 °C ; d) 1000 °C ; e) 1050 °C et f) 1100 °C

### 3 Construction des diagrammes de Transformation en Refroidissement Continu (TRC)

Le diagramme TRC est très utile pour comprendre les mécanismes de transformation ayant lieu lors du refroidissement des aciers. Considérant une température d'austénitisation et une vitesse de trempe données, il est alors possible de connaître les phases créées, leurs proportions ainsi que les valeurs de dureté associées. Le diagramme TRC des deux aciers pour une température d'austénitisation de 920°C et d'un temps de maintien de 30 min a donc été construit. Pour identifier les transformations de phases lors du chauffage et du refroidissement, des mesures dilatométriques ont été réalisées en s'appuyant sur les travaux de la littérature (Chupatanakul et *al.*, 2006 ; Kawulok et *al.*, 2015 ; Siefert et *al.*, 2015 ; Zhang et *al.*, 2012).

#### 3.1 Détermination des vitesses de refroidissement utilisées pour tracer les diagrammes TRC des deux aciers

Un diagramme TRC de l'acier 22MnB5, présentant une composition chimique proche de notre matériau, est disponible dans la littérature (Naderi et *al.*, 2008) (Figure 95), et montre qu'à partir d'une vitesse de refroidissement de 25 °C/s, on obtiendrait une structure entièrement martensitique pour cette nuance. Ces données sont par ailleurs en bon accord avec celles issues de simulations réalisées avec le logiciel JMatPro®. Aussi pour l'acier 22MnB5, les essais visant à obtenir son diagramme TRC se sont focalisés sur la plage de vitesses de refroidissement allant de 0.1 à 100 °C/s.

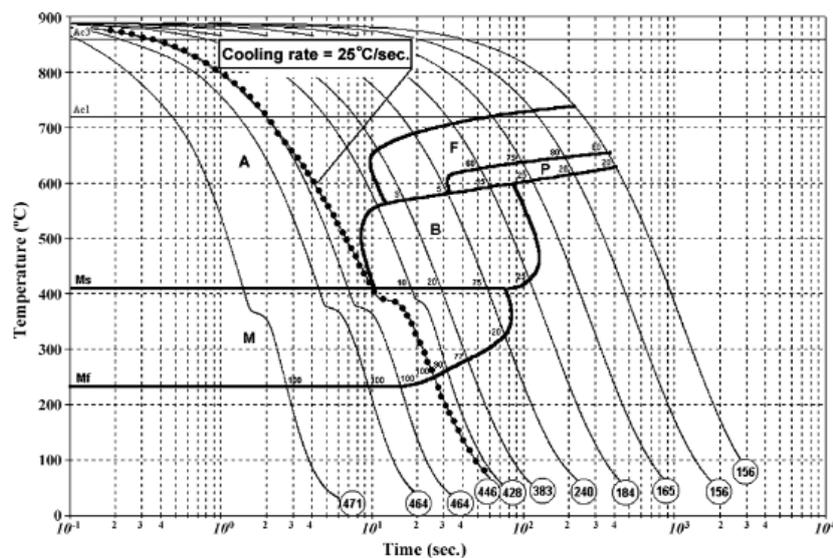


Figure 95 : Diagramme TRC d'un 22MnB5 (Naderi et al., 2008)

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

Pour l'acier C18E, des diagrammes TRC d'aciers de compositions chimiques proches sont disponibles dans l'atlas de l'IRSID (Institut de la Recherche de la SIDérurgie), mais les températures d'austénitisation utilisées pour leur construction sont éloignées de celles couramment utilisées par Forvia Faurecia. Aussi pour l'acier C18E, des essais ont été menés avec des vitesses de refroidissement comprises entre 1 et 250 °C/s, après avoir vérifié par simulation sur le logiciel JMatPro® que cette gamme de vitesse permettrait d'isoler les différentes transformations de phases qu'il est possible d'observer pour ce matériau.

### 3.2 Exploitation des courbes dilatométriques et détermination des températures de début et fin de changement de phase

Les changements de phases entraînant des variations de volume, la dérivée de la dilatation permet de déterminer le nombre de transformations lors du refroidissement (Grajcar et *al.*, 2014 ; Leister et *al.*, 2015 ; Liu et *al.*, 2016 ; Zhou et *al.*, 2017). Néanmoins, il est possible qu'un changement de phases s'opère alors qu'une première transformation n'est pas terminée. Par exemple, la transformation bainitique peut se confondre avec la transformation ferritique. Ces deux changements de phases, présents mais peu visibles sur la courbe de refroidissement dilatométrique, sont distingués avec le tracé de la courbe dérivée (Figure 96). La dilatation (D) en fonction de la température (T) est tracée, ainsi que la dérivée cette courbe ( $\frac{dD}{dT}$ ) (Figure 97). Deux changements de phases sont visibles sur la Figure 97 a), correspondant à l'acier C18E, alors qu'un seul est observable sur la Figure 97 b) de l'acier 22MnB5.

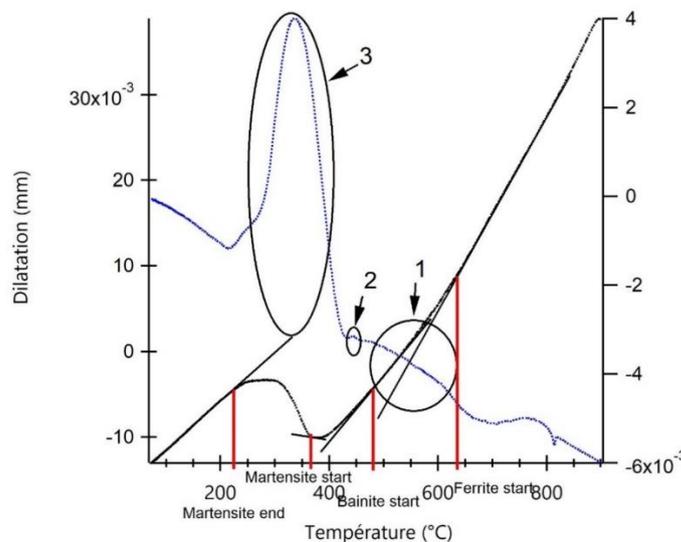


Figure 96 : Courbe dilatométrique présentant trois transformation (ferritique (1), bainitique (2) et martensitique (3)). Les températures de début et fin de transformations sont notifiées par les traits rouges

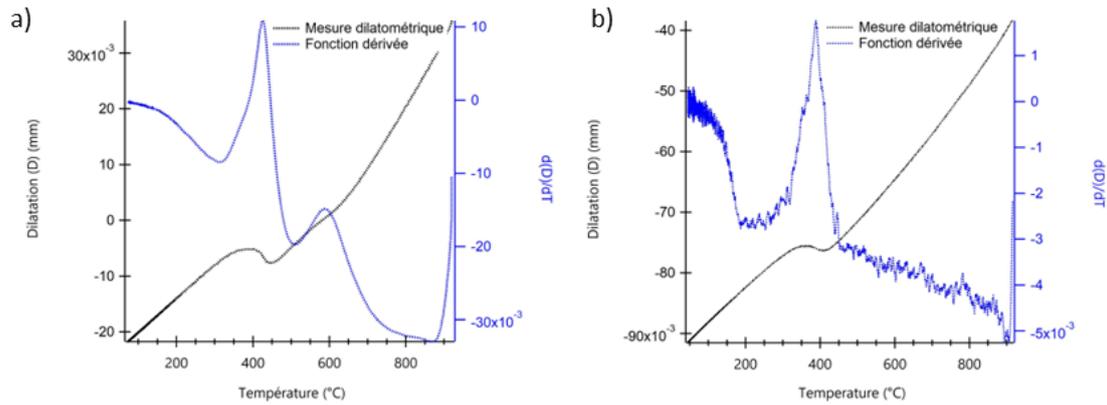


Figure 97 : Courbe de contraction au refroidissement (noire) et dérivée de la dilatation en fonction du temps (en bleue) pour a) l'acier C18E avec une vitesse de refroidissement de 250 °C/s et b) l'acier 22MnB5 avec une vitesse de refroidissement de 50 °C/s, après une austénitisation de 30 minutes à 920 °C

### 3.3 Essais dilatométriques

L'analyse de la courbe par la méthode des tangentes (cf. exemple sur la Figure 96) permet d'obtenir les températures associées aux changements de phases. Les échantillons ont été doublés garantir les températures mesurées. Les températures de début et fin des différents changements de phases observés dans les deux aciers sont résumées dans le Tableau 25. Les débuts de transformations sont notés par « s » en indice et les fins de transformations par « f ». F correspond à la ferrite, P à la perlite, B à la bainite.  $M_{90}$  est utilisé pour la martensite et correspond à la transformation de 90% de l'austénite en martensite, la température  $M_f$  étant généralement en dessous de la température ambiante, de l'austénite résiduelle se crée ainsi dans la structure.

Tableau 25 : Températures de début et fin de transformation de phases en fonction des vitesses de refroidissement, pour les deux aciers

	Vitesse de refroidissement (°C/s)	10	20	50	150	200	250
	C18E	Fs	731	727	725	697	680
Ff		N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
Ps		635	662	N/A	N/A	N/A	N/A
Pf		N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
Bs		575	576	575	522	507	458
Bf		533	429	N/A	N/A	N/A	N/A
Ms		N/A	N/A	412	423	416	410
$M_{90}$		N/A	N/A	339	357	343	344
22MnB5	Vitesse de refroidissement (°C/s)	0.1	1	5	20	25	50
	Fs	774	727	683	613	614	N/A
	Ff	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	Ps	685	665	N/A	N/A	N/A	N/A
	Pf	648	628	N/A	N/A	N/A	N/A
	Bs	N/A	N/A	593	520	440	N/A
	Bf	N/A	N/A	532	N/A	N/A	N/A
	Ms	N/A	N/A	N/A	424	400	420
$M_{90}$	N/A	N/A	N/A	310	303	297	

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

Ces essais dilatométriques ont été réalisés en utilisant l'éprouvette de dilatation dite « à gorge » présentée dans le chapitre 2 (Figure 52).

### 3.4 Observations microstructurales et dureté

Une fois les essais dilatométriques effectués, les échantillons obtenus ont été découpés dans la zone entre les thermocouples, puis polis, attaqués au Nital et observés au microscope optique afin d'estimer les pourcentages des phases présentes. Les microstructures obtenues sont présentées sur la Figure 99. Le comptage des phases est réalisé comme décrit dans le chapitre 2. Les résultats sont résumés dans le Tableau 26.

Ensuite, la dureté de chaque échantillon a été mesurée, grâce à deux filiations linéaires traversant l'échantillon de 11 points de mesure chacune, avec une masse de 300 g. Les valeurs moyennes de dureté sont également présentées dans le Tableau 26.

**Tableau 26 : Pourcentage des différentes phases présentes dans les différents échantillons et dureté Vickers, en fonction de la vitesse de refroidissement appliquée**

	Vitesse de refroidissement (°C/s)	10	20	50	100	200	250		Vitesse de refroidissement (°C/s)	0.1	1	5	20	25	50
	C18E	%Ferrite	50	43	20	26	7		3	22MnB5	%Ferrite	67	57	70	10
	%Perlite	5	2	N/A	N/A	N/A	N/A		%Perlite	33	43	N/A	N/A	N/A	N/A
	%Bainite	45	55	30	34	31	27		%Bainite	N/A	N/A	30	12	8	N/A
	%Martensite	N/A	N/A	53	40	62	70		%Martensite	N/A	N/A	N/A	78	90	100
	Dureté (HV0.3)	202	228	235	245	420	435		Dureté (HV0.3)	229	315	430	449	476	480

### 3.5 Diagrammes TRC

Une fois toutes ces informations réunies, il est possible de construire les diagrammes TRC des deux aciers. Ce diagramme exprime la température en fonction du logarithme du temps. On reporte alors sur ce diagramme les températures de changements des phases pour les vitesses de refroidissement choisies. Le temps reporté en abscisse correspond au temps mis par l'échantillon pour atteindre cette température de changement de phase. Les pourcentages de ces dernières sont indiqués en fin de domaine considéré. Figurent également sur le diagramme les lignes de refroidissement correspondantes aux différentes vitesses de refroidissement, en partant de la température d'austénitisation jusqu'à 20 °C, en fonction du temps. Enfin, les duretés correspondantes à chaque échantillon sont ajoutées sur les lignes de refroidissement. Les diagrammes TRC que nous avons obtenus pour nos deux aciers sont présentés sur la Figure 98 et la Figure 99.

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

L'analyse de ces deux diagrammes montre dans un premier temps, une différence marquée des transformations que les deux aciers subissent au cours de leur refroidissement. Ces différences, qui sont en bon accord avec les données disponibles dans la littérature (Naderi *et al.*, 2008), pourraient s'expliquer par la présence ou non d'éléments d'additions et résiduels.

Tout d'abord, la teneur en carbone des deux aciers est différente. Cet élément est connu pour être le premier facteur influençant la trempabilité des aciers bas carbone, et donc leur diagramme TRC (Gillam *et al.*, 1953 ; Koistinen *et al.* 1959 ; Van Bohemen *et al.*, 2009). Ensuite le taux de manganèse, connu lui aussi pour augmenter la trempabilité des aciers (Constant *et al.*, 1992 ; Grange, 1973 ; Wang *et al.*, 2000), est significativement plus élevé pour l'acier 22MnB5 que pour le C18E. Il conduit donc à un décalage significatif du diagramme du 22MnB5 vers la droite. Le bore, présent à hauteur de 30 ppm dans l'acier 22MnB5, contribue à augmenter la trempabilité de cette nuance. En effet, une augmentation de la trempabilité est notée pour des teneurs en bore comprises généralement entre 20 et 30 ppm, (Kapadia *et al.*, 1968 ; Karlsson *et al.*, 1988 ; Llewellyn *et al.*, 1974). Enfin, d'autres éléments dits résiduels de la matière, comme le molybdène, ont aussi été définis comme favorables à la trempabilité des aciers (Hu *et al.*, 2015, 2016 ; Kong *et al.*, 2006 ; Zackay *et al.*, 1962).

D'un autre côté, certains éléments résiduels sont connus pour dégrader la trempabilité des aciers. Ainsi, le phosphore, le soufre et l'aluminium sont principalement cités dans la littérature pour diminuer la capacité de trempe des aciers (Llewellyn *et al.*, 1980). Or ces éléments s'avèrent difficilement éliminables lors du procédé de fabrication de l'acier, et sont donc présents à l'état de traces dans les aciers.

Le Tableau 27 résume les différences de composition entre les deux aciers étudiés, et souligne l'impact positif ou négatif des éléments présents sur la trempabilité. L'acier 22MnB5 possède des éléments nuisant à la trempabilité (cases orange, Tableau 27), mais ceux-ci sont compensés par la présence forte d'éléments la favorisant (cases vertes, Tableau 27), ce qui conduit finalement à augmenter sa trempabilité. Au contraire, l'acier C18E ne possède que des éléments résiduels nuisant à la trempabilité. Aussi, pour une même vitesse de refroidissement, la martensite se formera plus aisément dans l'acier 22MnB5, ce qui permet l'obtention d'une microstructure martensitique homogène à vitesse de refroidissement plus faible, comparé à l'acier C18E.

Pour la trempe des flasques mobiles en C18E l'obtention d'une structure martensitique semble donc très difficile, comparé au 22MnB5. Le choix de ce dernier dans un procédé de carbonituration industriel semble donc plus adapté.

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempé

**Tableau 27 : Résumé des compositions chimiques des deux aciers et impact des éléments sur la trempabilité (+++ : très favorable à --- : très défavorable)**

Elément	C18E	22MnB5	Trempabilité
C	0.194	0.224	+++
N	0.012	0.000	=
Cr	0.019	0.183	+
Mn	0.667	1.235	++
Si	0.183	0.213	=
P	0.010	0.011	-
S	0.003	0.000	-
Mo	0.006	0.006	+
Pb	0.018	0.005	-
Ca	0.002	0.001	-
Al	0.009	0.036	--
Ti	0.000	0.009	=
B	0.000	0.002	+++ (<30ppm)

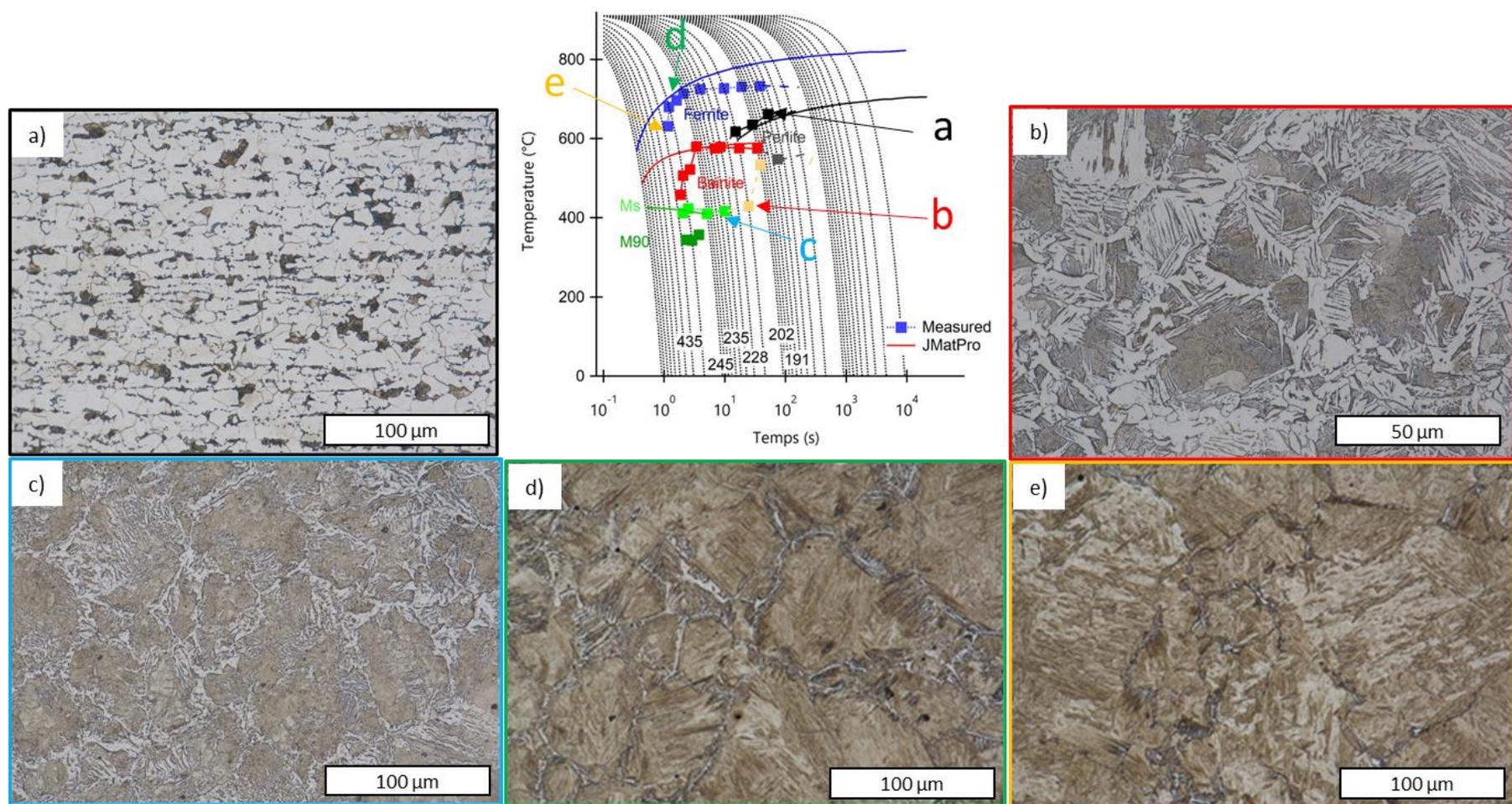


Figure 98 : Diagramme TRC du C18E, et micrographies de quelques microstructures caractéristiques associées

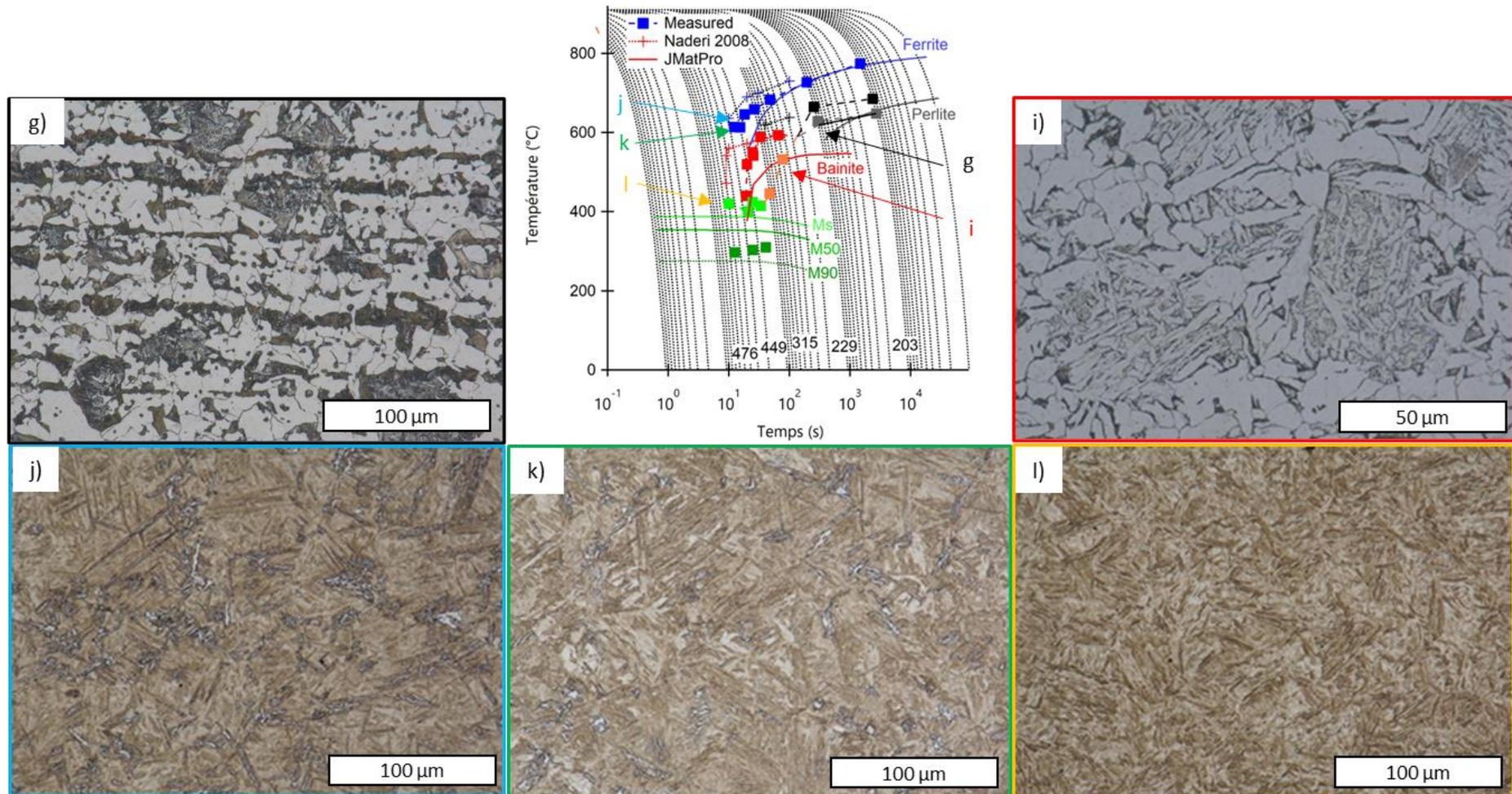


Figure 99 : Diagramme TRC du 22MnB5, et micrographies de quelques microstructures caractéristiques associées

## 4 Impact de la structure austénitique sur les propriétés mécaniques après trempe

La modification du dga permet de modifier la microstructure après trempe. Pour le C18E, une évolution du dga de plusieurs dizaines de microns, avec la température d'austénitisation a été enregistrée, alors qu'elle était très faible (quelques microns) pour l'acier 22MnB5.

Pour déterminer si une variation de la taille de grains austénitiques modifie les propriétés mécaniques de la martensite obtenue après trempe, des essais complémentaires de traction ont été réalisés sur des éprouvettes de traction type Gleeble (Figure 50). Pour cela, des échantillons ont été traités dans un four traditionnel (Nabertherm C290), suivant les six conditions utilisées pour les traitements avec le simulateur thermomécanique. Une trempe à l'huile a ensuite été réalisée sur les échantillons, comme à l'issue des traitements thermiques industriels pratiqués pour les flasques mobiles.

Pour s'assurer que les éprouvettes traités dans le four traditionnel montrent des tailles de grains austénitiques comparables à celles après traitement avec la Gleeble, des observations au microscope optique après attaque au Crida ont été effectuées. Le Tableau 28 résume les tailles de grain obtenues pour les deux aciers et les six températures d'austénitisation considérées.

**Tableau 28 : Evolution de la taille de grain austénitique pour les deux aciers. N/A est utilisé quand la mesure de la taille de grain austénitique n'a pas pu être réalisée du fait d'une microstructure non appropriée**

Température (°C)	C18E		22MnB5	
	Taille de grain austénitique (µm)	Ecart type	Taille de grain austénitique (µm)	Ecart type
920	20	10	40	20
950	N/A		38	21
975	N/A		40	24
1000	40	20	39	21
1050	N/A		38	22
1100	65	23	39	17

Pour l'acier 22MnB5, la taille de grain austénitique après traitement au four traditionnel reste dans le même ordre de grandeur que celle mesurée après traitement sur le simulateur thermomécanique, avec des valeurs proches des 40 µm pour les six températures d'austénitisation (pour comparaison cf. Figure 90).

Pour l'acier C18E, les tailles de grains austénitiques restent également cohérentes avec celles qui avait été mesuré sur les éprouvettes issues du simulateur thermomécanique bien que certaines micrographies ne soient pas exploitables (à cause de la présence de ferrite dans la structure, inhibant l'attaque au Crida).

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

Des observations après attaque au Nital ont également été réalisées. Les microstructures sont montrées sur la Figure 100 pour l'acier C18E et sur la Figure 101 pour le 22MnB5. Les résultats de ces observations sont résumés dans le Tableau 29.

**Tableau 29 : Comparaison schématique des microstructures issues des traitements réalisés dans le simulateur Gleeble et dans le four traditionnel.**

Température (°C)	C18E						22MnB5					
	Microstructure						Microstructure					
	Gleeble			Four traditionnel			Gleeble			Four traditionnel		
	Ferrite	Bainite	Martensite	Ferrite	Bainite	Martensite	Ferrite	Bainite	Martensite	Ferrite	Bainite	Martensite
920	✓	✓	✓	✓	✓	✗	✗	✗	✓	✗	✗	✓
950	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✗	✗	✓	✗	✗	✓
975	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✗	✗	✓	✗	✗	✓
1000	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✗	✗	✓	✗	✗	✓
1050	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✗	✗	✓	✗	✗	✓
1100	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✗	✗	✓	✗	✗	✓

Pour l'acier 22MnB5, les structures obtenues dans les différentes conditions sont en accord avec celles observées après traitement dans le simulateur Gleeble, (structure martensitique, Tableau 29). Cependant, de la ferrite est observée au niveau des anciens joints de grain pour les éprouvettes dont la température d'austénitisation est supérieure à 1000 °C. Pour les éprouvettes en acier C18E traitées dans le four traditionnel, plus la température d'austénitisation augmente, plus la proportion de martensite augmente, sans qu'une structure totalement martensitique soit obtenue, comme pour les traitements réalisés avec le simulateur Gleeble. On peut ici conclure que les microstructures obtenues par traitement au four traditionnel ou en utilisant le simulateur Gleeble sont comparables.

Des essais de traction ont ensuite été réalisés. Ces essais ont été menés grâce au dispositif de traction disponible sur le simulateur thermomécanique Gleeble, sous contrôle de déplacement de traverse. La déformation a été mesurée à l'aide d'un extensomètre LVDT fixé sur les mors.

Les courbes nominales contraintes-déformation (absence d'extensomètre sur l'éprouvette) ainsi que les microstructures associées sont présentées à la Figure 102 pour l'acier C18E et la Figure 103 pour le 22MnB5. Les valeurs des contraintes maximales associées sont résumées dans le Tableau 30. L'acier 22MnB5 possède une résistance mécanique supérieure au C18E pour chacune des températures considérées. Les contraintes maximales obtenues pour le 22MnB5 dépassent 1050 MPa, alors qu'elles n'atteignent pas 550 MPa pour les éprouvettes en C18E. En revanche, les valeurs de déformation à rupture de l'acier 22MnB5 sont bien plus faibles (moins de 15%) que celles obtenues pour l'acier C18E (jusqu'à 25%). Ces différences de comportement en traction s'expliquent principalement par les microstructures. La martensite compose principalement l'acier 22MnB5 traité thermiquement. Elle possède une contrainte maximale plus élevée et une déformation plus faible que les structures ferrite-bainite-martensite obtenues après traitement de l'acier C18E.

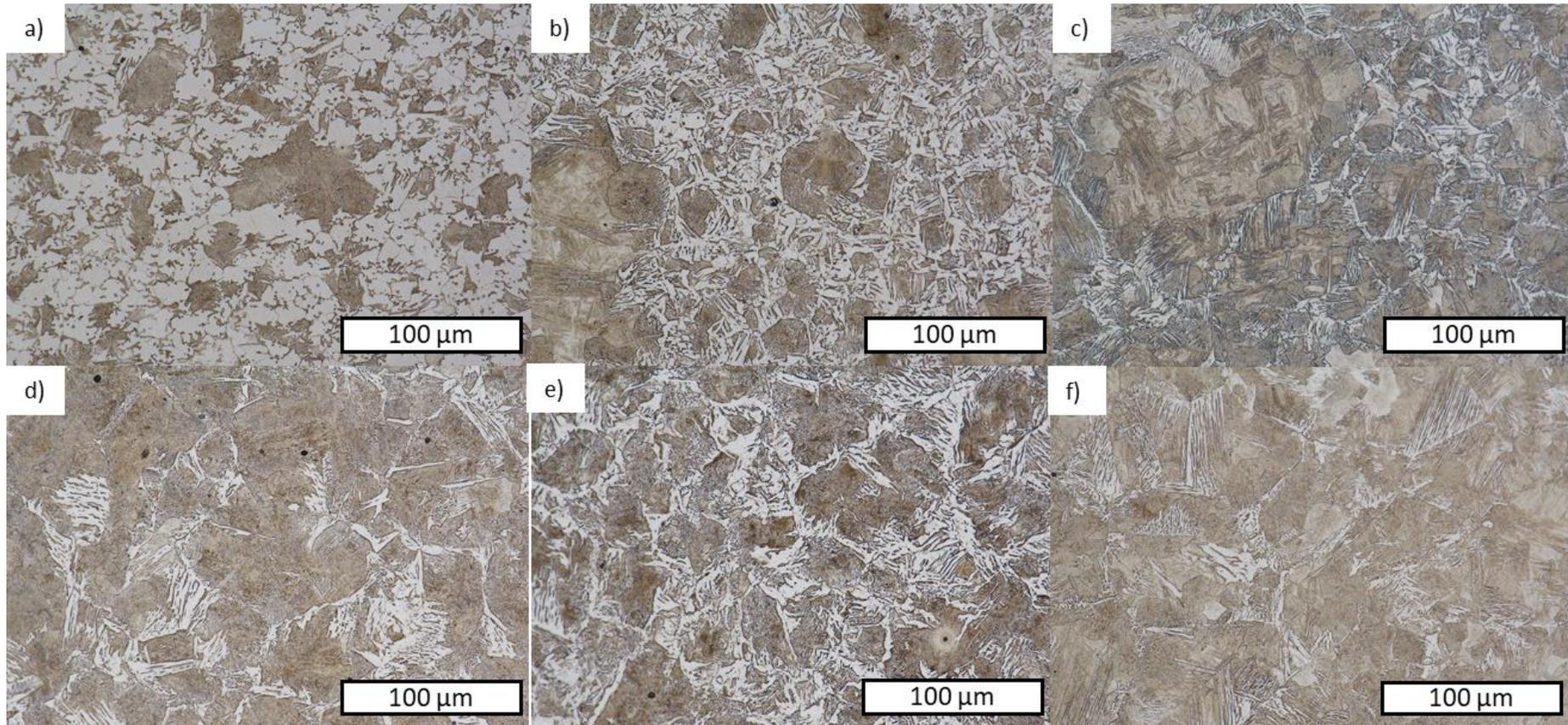


Figure 100 : Microstructures après attaque au Nital des échantillons de C18E austénitisés dans le four traditionnel à a) 920 °C, b) 950 °C, c) 975 °C, d) 1000 °C, e) 1050 °C et f) 1100 °C

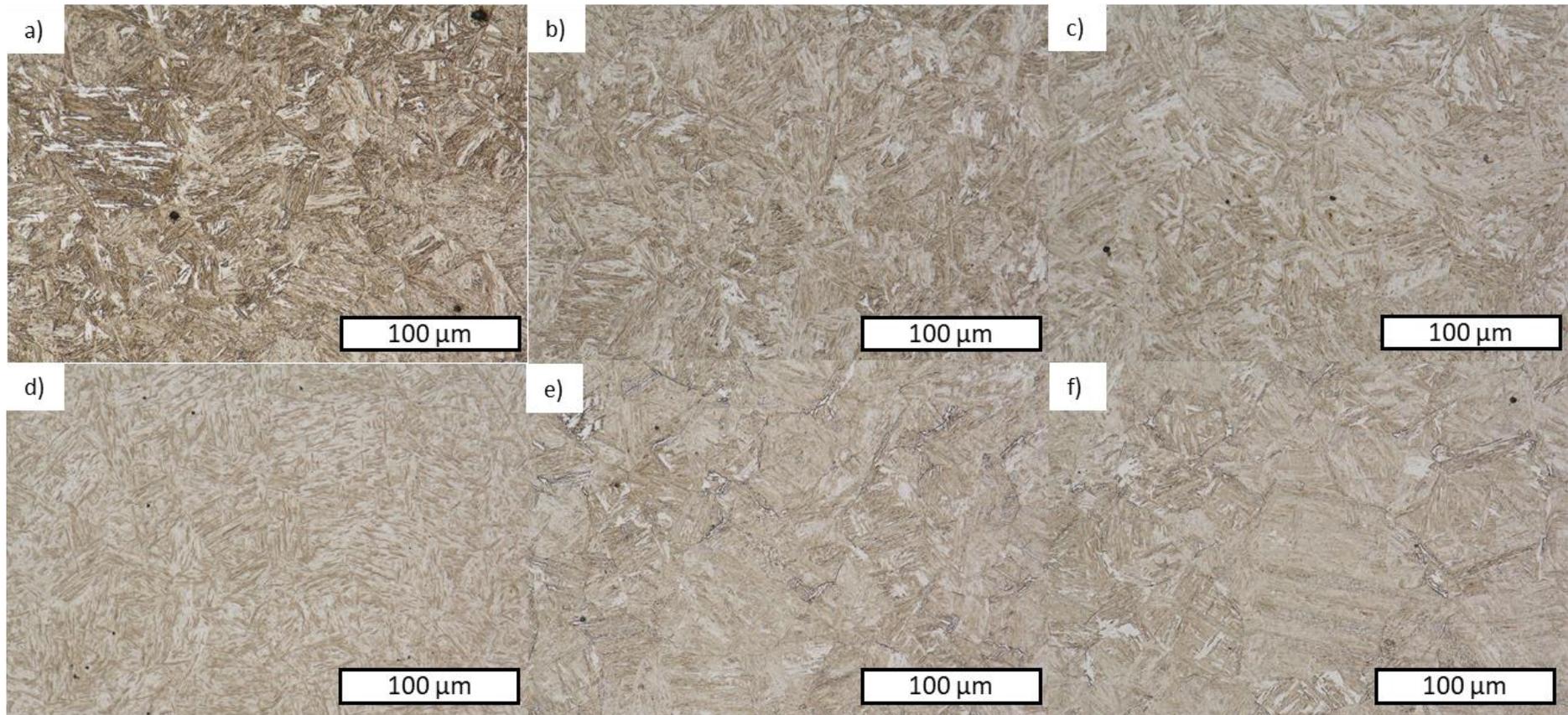


Figure 101 : Microstructures après attaque au Nital des échantillons de 22MnB5 austénitisés dans le four traditionnel à a) 920 °C, b) 950 °C, c) 975 °C, d) 1000 °C, e) 1050 °C et f) 1100 °C

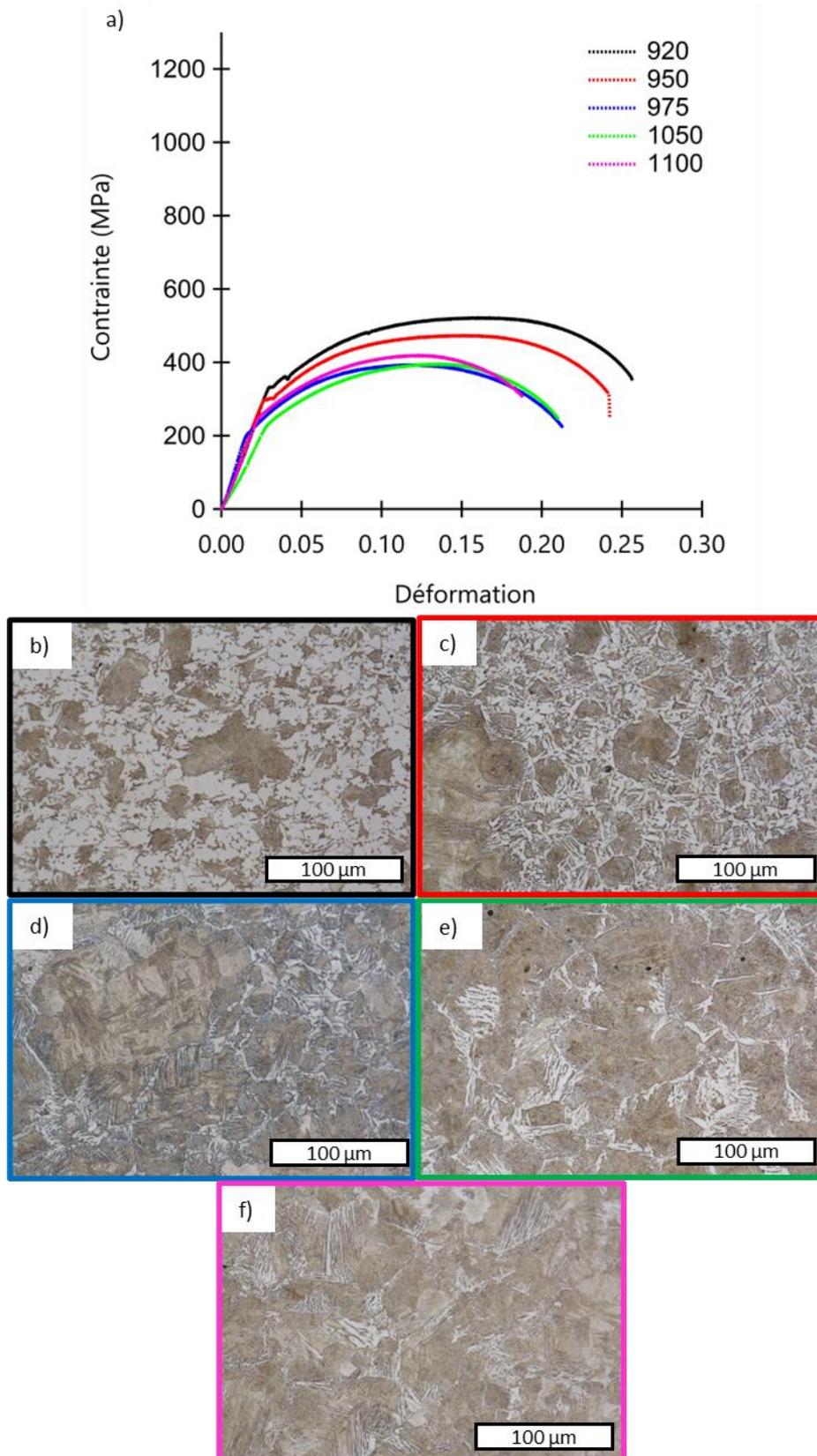


Figure 102 : Microstructures des éprouvettes traitées dans le four traditionnel, associées aux courbes nominales contrainte-déformation obtenues pour le C18E. a) Courbes nominales de traction ; microstructures à b) 920 °C ; c) 950 °C ; d) 975 °C ; e) 1050 °C ; f) 1100 °C

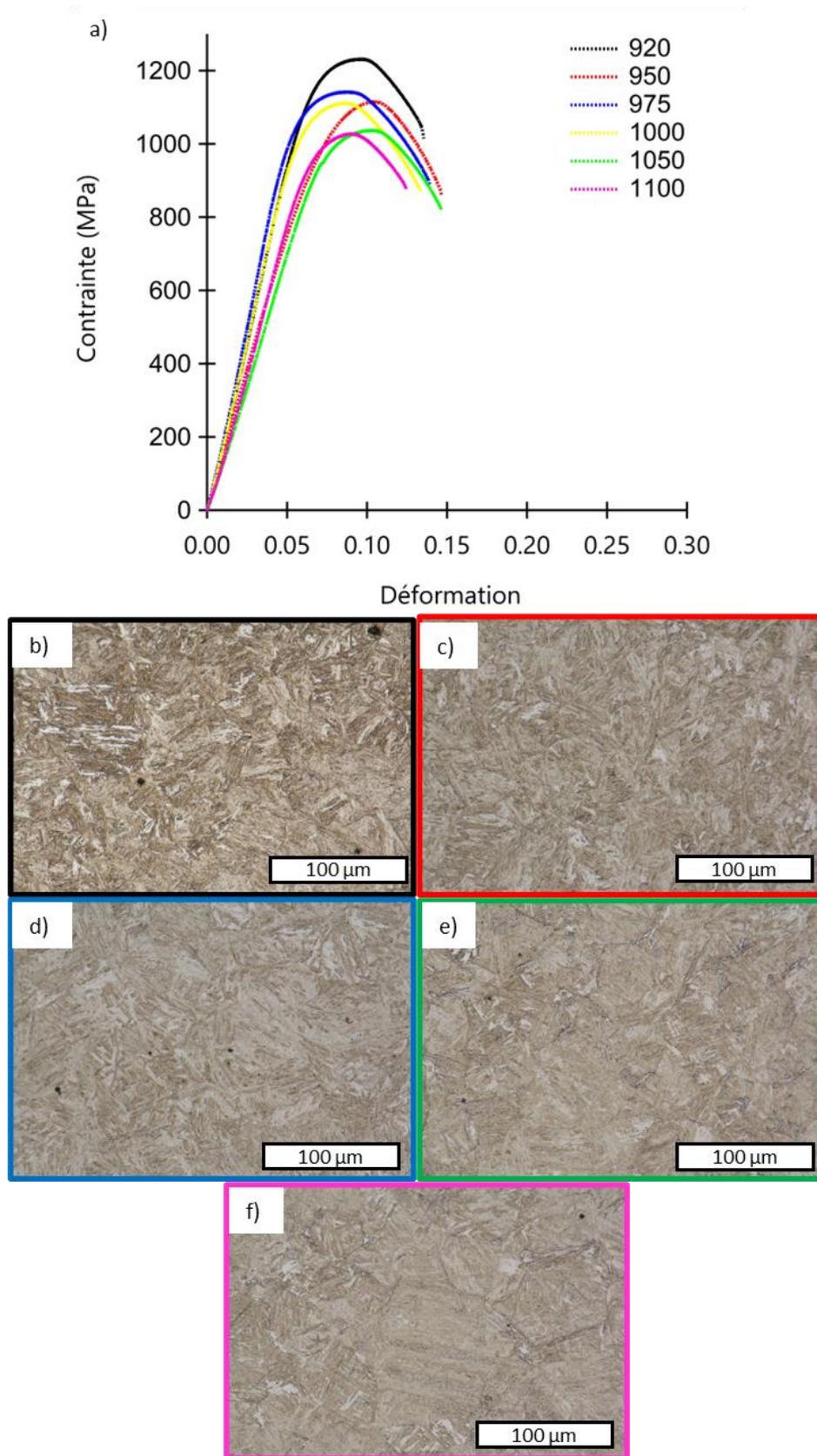


Figure 103 : Microstructures des éprouvettes traitées dans le four traditionnel, associées aux courbes nominales contrainte-déformation obtenues pour le 22MnB5. a) Courbes nominales de traction ; Microstructures à b) 920 °C ; c) 950 °C ; d) 975 °C ; e) 1050 °C ; f) 1100 °C

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

**Tableau 30 : Résumé des valeurs de la contrainte maximale obtenues pour les deux aciers après traitement thermique dans le four traditionnel, en fonction des températures d'austénitisation considérées**

Température (°C)	Rm C18E (MPa)	Rm 22MnB5 (MPa)
920	521	1232
950	466	1115
975	392	1142
1000	N/A	1112
1050	390	1037
1100	418	1028

Une évolution des caractéristiques mécaniques du C18E est observée. La contrainte maximale et la déformation à rupture diminuent avec l'augmentation de la température de traitement. Or, cette évolution n'est pas triviale. En effet une augmentation de la proportion de martensite est notée. On s'attendrait donc à ce que les échantillons traités aux plus hautes températures présentent des valeurs de contrainte maximale plus élevées. Pour expliquer ces résultats, un effet combiné de la taille de grain avec la microstructure doit être pris en considération. L'augmentation de la proportion de martensite liée à l'augmentation de la température de traitement thermique conduit également à une augmentation des dga. La relation de Hall et Petch, décrivant la relation entre la taille de grain et les propriétés mécaniques (équation 14) (Petch, 1953), montre qu'une augmentation de la taille de grain implique une diminution de la contrainte.

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (14)$$

Avec  $\sigma$  la contrainte,  $\sigma_0$  et  $k$  des constantes et  $d$  le diamètre moyen des grains.

Ainsi l'augmentation des dga du C18E pourrait expliquer la décroissance de la contrainte maximale avec la température de traitement.

Les courbes de traction obtenues pour le 22MnB5 montrent également une diminution de plus de 200 MPa de la contrainte maximale, avec l'augmentation de la température d'austénitisation de 920°C à 1100°C. Or, pour cette nuance, la taille de grain austénitique n'évolue pas avec la température d'austénitisation. Cependant, une faible présence de ferrite aciculaire le long des anciens joints de grains austénitique a été observée pour les échantillons traités à 1050 °C et 1100 °C. Aussi, des zones ductiles (ferrite) apparaissent dans des zones fragiles (martensite). Une diminution des propriétés en traction est donc attendue.

Cependant cette faible proportion de ferrite ne permet pas d'expliquer totalement la forte diminution de la contrainte maximale observée. Un troisième phénomène pouvant entrer en jeu est la présence d'austénite résiduelle. Chandan et Hanamura (Chandan et *al.*, 2019 ; Hanamura et *al.*, 2013) ont

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

observé qu'un échantillon d'acier au manganèse possédant un taux d'austénite résiduelle important possède une résistance mécanique et un allongement plus élevé qu'un échantillon en contenant moins. Après mesure du taux d'austénite résiduelle dans les échantillons d'acier 22MnB5 (Figure 101, Tableau 31), il apparaît que les échantillons traités à 920 °C montrent un taux d'austénite résiduelle supérieur à celui présenté pour les échantillons traités autres températures choisies. La proportion d'austénite résiduelle après traitement à 920 °C peut alors expliquer les propriétés mécaniques élevées obtenues pour ces échantillons.

**Tableau 31 : Pourcentage d'austénite résiduelle des échantillons de 22MnB5**

Température (°C)	Austénite résiduelle (%)
920	6.1
950	1.6
975	1.2
1000	0.8
1050	1.8
1100	2.1

En conclusion de ce chapitre, il a été montré que l'acier C18E voit son dga augmenter de 15 à 90  $\mu\text{m}$  en faisant varier la température d'austénitisation de 920 °C à 1100 °C. Or la taille des grains d'austénite est un facteur influençant la microstructure obtenue après refroidissement, et donc leurs propriétés mécaniques des aciers. Ainsi une faible taille de grain peut entraîner la formation de ferrite après trempe. Cette phase entraîne alors des propriétés mécaniques faibles (<500MPa), comme observé pour le C18E. L'augmentation de la taille de grain austénitique conduit, pour une même vitesse de refroidissement, à une réduction du nombre de sites de nucléation. Une fois ces sites utilisés pour former la martensite, aucune autre phase sera formée entraînant une microstructure homogène et dure. Pour l'acier 22MnB5, la variation de la température d'austénitisation n'a pas permis de faire varier le dga. Cette stabilité pourrait s'expliquer par la présence d'une faible teneur en titane dans cet acier, stabilisant le dga autour de 40  $\mu\text{m}$ .

De plus, comme observé après la trempe industrielle, la microstructure de l'acier 22MnB5 est complètement martensitique, alors qu'elle est toujours constituée d'un mélange de ferrite, bainite et martensite pour l'acier C18E.

L'analyse des propriétés mécaniques en fonction des six températures de traitement choisies a montré que la contrainte maximale du 22MnB5 était obtenue avec le matériau contenant le taux d'austénite résiduelle le plus élevé. Cependant, la présence de ferrite aciculaire, visible au niveau des anciens joints de grains austénitiques, diminue la contrainte maximale obtenue. Par ailleurs, ces contraintes restent

## Chapitre 4 : Influence du traitement thermique sur les propriétés après trempe

inférieures à celles présentées dans le chapitre 3, la trempe étant plus homogène avec le traitement industriel (homogénéisation et maintien de la température de l'huile dans le bain de trempe par agitation).

Finalement, la création des diagrammes TRC montre l'avantage d'utiliser l'acier 22MnB5 dans un contexte industriel, la vitesse critique de formation de la martensite étant obtenue autour de 20 °C/s pour le 22MnB5 alors qu'il faut refroidir le C18E à une vitesse au-delà de 250 °C/s pour obtenir cette même phase. La compréhension complète du comportement de ces aciers face aux procédés industriels se termine par l'étude du comportement des matériaux lors de l'étape de mise en forme par découpage fin, objet du prochain et dernier chapitre de ce mémoire.

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

---

La taille de grain austénitique influence les pourcentages de phases présentes dans les aciers non alliés, et donc leurs propriétés mécaniques. Utiliser des paramètres procédés constants doit permettre un contrôle des phases créées après carbonituration, mais également de maîtriser les dimensions de la pièce formée. Dans le cas des pièces réalisées par Forvia Faurecia, une mise en forme de la tôle par découpage fin et découpe complète permet l'obtention de flasques mobiles avec une très grande précision dimensionnelle. Ces pièces sont formées à partir de l'acier C18E, qui est ensuite carbonitruré afin d'obtenir une pièce pouvant résister aux sollicitations mécaniques. Leur géométrie complexe peut entraîner de la fissuration au niveau des zones écrouies. Cette fissuration est observée ou non en fonction des lots matières possédant des compositions chimiques variables.

Le procédé de découpage fin implique des vitesses de déformations élevées (de l'ordre de 20-50 mm/s) grâce à des presses hydrauliques de forte charge (250-500 tonnes). L'utilisation de telles presses dans un contexte d'essais expérimentaux étant difficilement envisageable, un outil de caractérisation adaptable sur une machine de traction a été développé. Cet outil a été conçu pour appliquer des jeux négatifs variables, sur plusieurs hauteurs de semi-découpe. Une fois les échantillons mis en forme, ils ont ensuite été traités thermiquement dans les fours industriels.

Dans ce chapitre, une étude du procédé de semi-découpe est menée. Dans un premier temps, une analyse mécanique va permettre de statuer si les vitesses de déformation appliquées avec l'outil de caractérisation exercent une influence sur les propriétés mécaniques des aciers. Une description de l'outil de caractérisation va ensuite être proposée, ainsi qu'une description de la matrice d'expérience élaboré pour comprendre le comportement des matériaux en fonction des paramètres de semi-découpe utilisés. Enfin, la caractérisation fine des échantillons permettra de discuter de l'impact des éléments résiduels dans la création des inclusions présentes dans les deux aciers. La compréhension du comportement de ces inclusions lors de la déformation terminera cette discussion.

## 1 Influence des vitesses de déformation sur les propriétés mécaniques

Les vitesses de déformation utilisées en découpage fin sont très élevées, en comparaison avec les vitesses couramment utilisées sur une machine de traction ( $10$  et  $10^{-1}$ , respectivement). Il n'est donc pas possible de reproduire les vitesses des presses de semi-découpe sur une machine de traction. Cependant, une étude de l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques de nos deux aciers est pertinente, pour permettre de vérifier l'invariance des propriétés mécaniques avec les vitesses utilisées lors des découpes avec l'outil créé. D'autres tests aux vitesses industrielles permettront de statuer sur le comportement des aciers face aux conditions réelles.

### 1.1 Choix des vitesses de déformation

Pour déterminer l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques des aciers utilisés, cinq vitesses de déformation, ont été retenues :  $10^{-5}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-2}$ ,  $10^{-1}$ ,  $2.10^{-1}$ . Ces vitesses de déformation permettent de prendre en compte des déformations quasi-statiques ( $10^{-5}$ ) et des déformations rapides ( $2.10^{-1}$ ).

### 1.2 Influence des vitesses de déformation sur les propriétés mécaniques

Des essais de traction à vitesse de déformation variables ont été réalisés en utilisant des éprouvettes type Gleeble (Figure 50) et un extensomètre longitudinal pour trois éprouvettes par configuration. Les courbes rationnelles des deux aciers sont présentées sur la Figure 104.

Pour les deux aciers, une évolution de la contrainte maximale et de la limite élastique en fonction de la vitesse de déformation est notée. Dans les deux cas, plus la vitesse de déformation augmente, plus les valeurs des paramètres mécaniques augmentent. Cependant, une saturation semble apparaître pour les fortes vitesses de déformation. Pour vérifier cette hypothèse, les valeurs moyennes de la contrainte maximale et de limite élastique ont été tracées en fonction du logarithme de la vitesse de déformation (Figure 105).

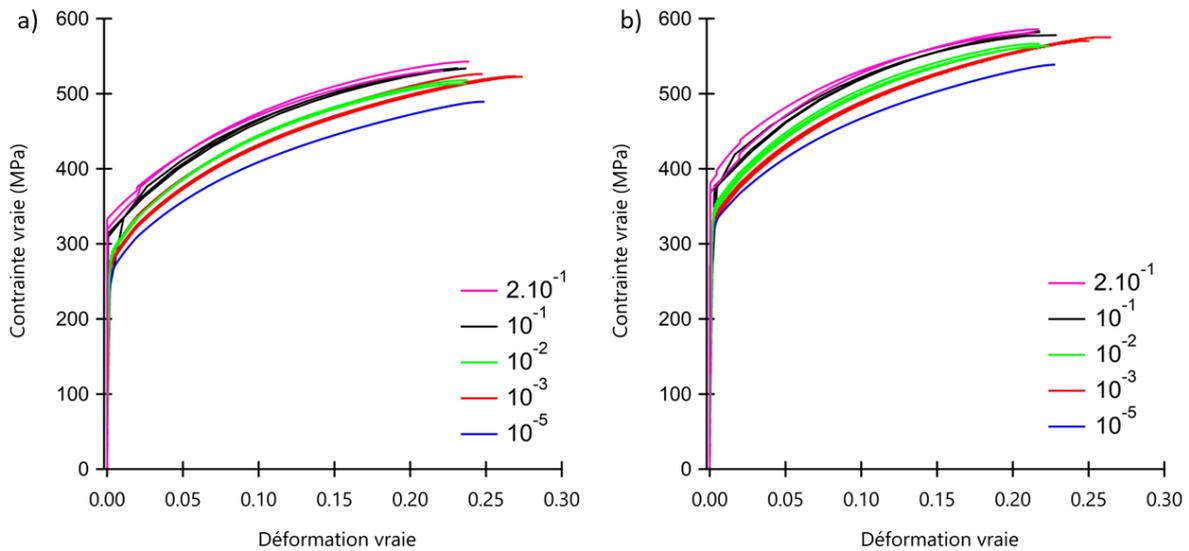


Figure 104 : Courbes rationnelles de traction en fonction de la vitesse de déformation pour a) C18E et b) 22MnB5

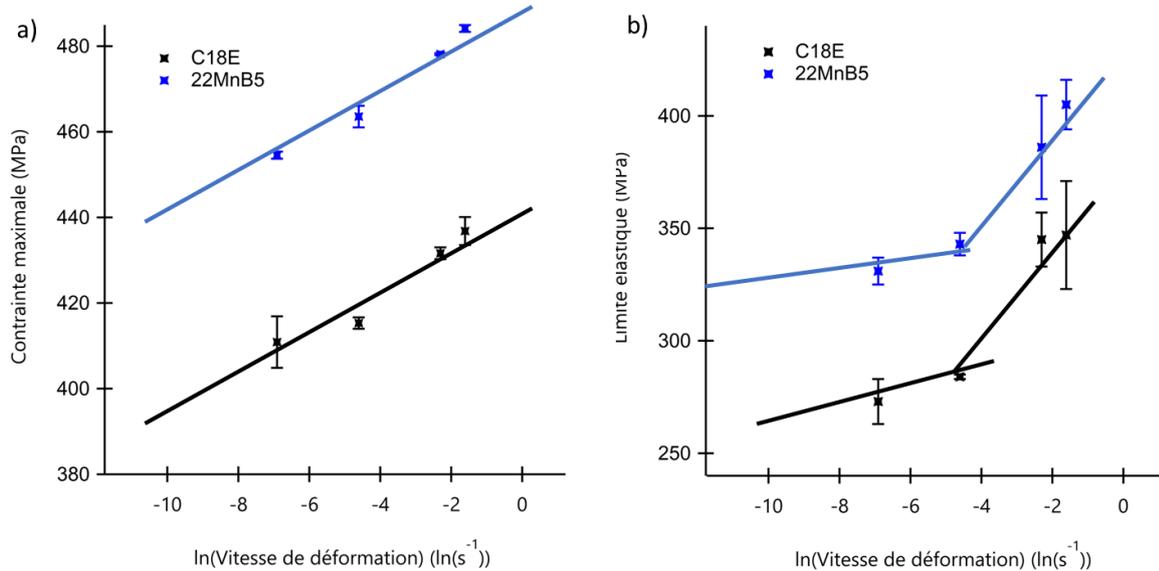


Figure 105 : a) Contraite maximale et b) limite d'élasticité en fonction du logarithme de la vitesse de déformation, pour les deux aciers

Les valeurs de contrainte maximale des deux aciers suivent une croissance logarithmique avec la vitesse de déformation. Une régression linéaire appliquées aux courbes conduit à un coefficient directeur de 4.9, avec un coefficient de corrélation de 0.98, pour les deux aciers. En extrapolant la valeur de l'ordonnée à l'origine, une contrainte maximale de 442 MPa est obtenue pour le C18E et de 489 MPa pour le 22MnB5. Ces valeurs correspondent à une vitesse de déformation de 1 soit la vitesse minimum utilisée en semi-découpe.

La courbe obtenue avec la limite élastique ne permet pas de tracer une régression linéaire sur les valeurs correspondantes aux deux aciers. Cependant on observe une croissance en deux temps. Tout

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

d'abord, pour les vitesses de déformation les plus lentes, une première pente, identique pour les deux aciers, est observée. Pour les vitesses de déformation les plus rapides, une seconde pente semble se dessiner montrant une augmentation plus rapide de la limite élastique de l'acier. Pour vérifier ce comportement, des essais avec des vitesses de déformation plus élevées doivent être réalisées.

### 1.3 Etude du comportement mécanique

La loi de Fields et Backofen permet de prévoir si les propriétés mécaniques de l'acier vont être influencées par la vitesse de déformation (Fields et *al.*, 1957).

A partir de la contrainte vraie  $\sigma_v$  et la déformation vraie  $\varepsilon_v$ , la loi puissance de Hollomon (équation 15) est définie dans le domaine plastique de comportement, telle que :

$$\sigma_v = K \varepsilon_v^n \quad (15)$$

Les coefficients  $n$  et  $K$  associés peuvent être déterminés en utilisant le logarithme népérien, appliqué sur l'équation 15 on obtient (équation 16) :

$$\ln(\sigma_v) = \ln(K) + n \ln(\varepsilon_v) \quad (16)$$

Les valeurs de  $K$  et de  $n$  obtenues à partir de cette loi sont ensuite utilisées dans l'équation de Fields et Backofen (équation 17) :

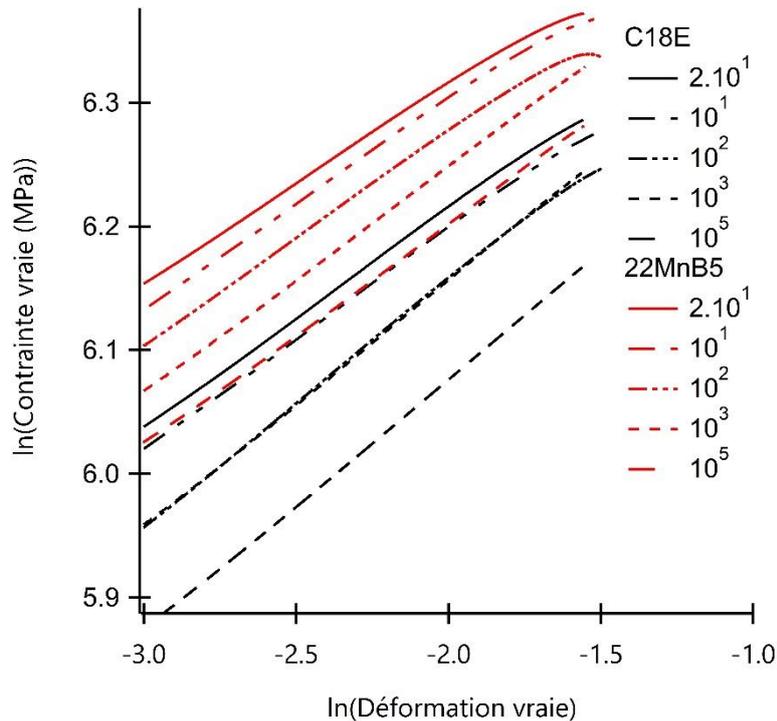
$$\sigma_v = K \varepsilon_v^n \dot{\varepsilon}^m \quad (17)$$

Le coefficient  $n$  obtenu précédemment permet alors de statuer sur la constance du coefficient  $\varepsilon_v^n$  de l'équation 17. Les lois de comportement peuvent alors être comparées entre elles, et l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques peut être montrée.

La Figure 106 montre les courbes  $\ln(\sigma_v)$  en fonction de  $\ln(\varepsilon_v)$  dans le domaine plastique pour les deux aciers. Les moyennes des coefficients  $n$  et  $K$  obtenus pour les différentes vitesses sont résumées dans le Tableau 32.

**Tableau 32 : Valeurs de  $n$  et  $K$  selon les vitesses de déformation et l'acier considéré**

C18E	Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )	$10^{-5}$	$10^{-3}$	$10^{-2}$	$10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-1}$	Moyenne	Ecart type
	$n$		0.21	0.21	0.20	0.19	0.18	0.20
$K$		659	692	699	713	692	691	20
22MnB5	Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )	$10^{-5}$	$10^{-3}$	$10^{-2}$	$10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-1}$	Moyenne	Ecart type
	$n$		0.18	0.18	0.17	0.17	0.16	0.17
$K$		706	742	765	750	735	740	22



**Figure 106 : Courbes  $\ln(\sigma_v)$  en fonction de  $\ln(\epsilon_v)$  dans le domaine plastique pour les deux aciers et les 5 vitesses de déformation**

$n$  et  $K$  ne varient quasiment pas avec les vitesses de déformation considérées. Ainsi le paramètre  $K \epsilon_v^n$  peut être considéré comme une constante, avec  $n$  équivalent à 0.20 et 0.17 et  $K$  équivalent à 691 MPa et 740 MPa, pour les aciers C18E et 22MnB5, respectivement. Il est alors possible de tracer la loi de Fields et Backofen. Pour une meilleure représentabilité des résultats, les valeurs de contraintes et déformations ont été divisées par une valeur dite de référence, correspondante à la vitesse de déformation la plus faible.

En prenant les valeurs de contraintes vraies correspondantes à des valeurs de déformation vraies fixées pour les cinq vitesses de déformation, il est alors possible de tracer  $\ln\left(\frac{\sigma_v}{\sigma_{v0}}\right)$  en fonction de  $\ln\left(\frac{\epsilon_v}{\epsilon_{v0}}\right)$  (Figure 107). Les valeurs des coefficients  $m$  sont alors déduites pour des valeurs de déformation vraies fixées à 0.05, 0.1, 0.15 et 0.2.

Quand le coefficient  $m$  se rapproche de 0, la valeur du terme  $\epsilon^m$  tend vers 1, impliquant une invariance des propriétés mécaniques avec la vitesse de déformation. Pour les deux aciers testés, les valeurs de  $m$  sont très proches de 0, ce qui signifie que la vitesse de déformation n'a quasiment pas d'impact sur les propriétés mécaniques de la matière, dans la plage de vitesses de déformations considérées.

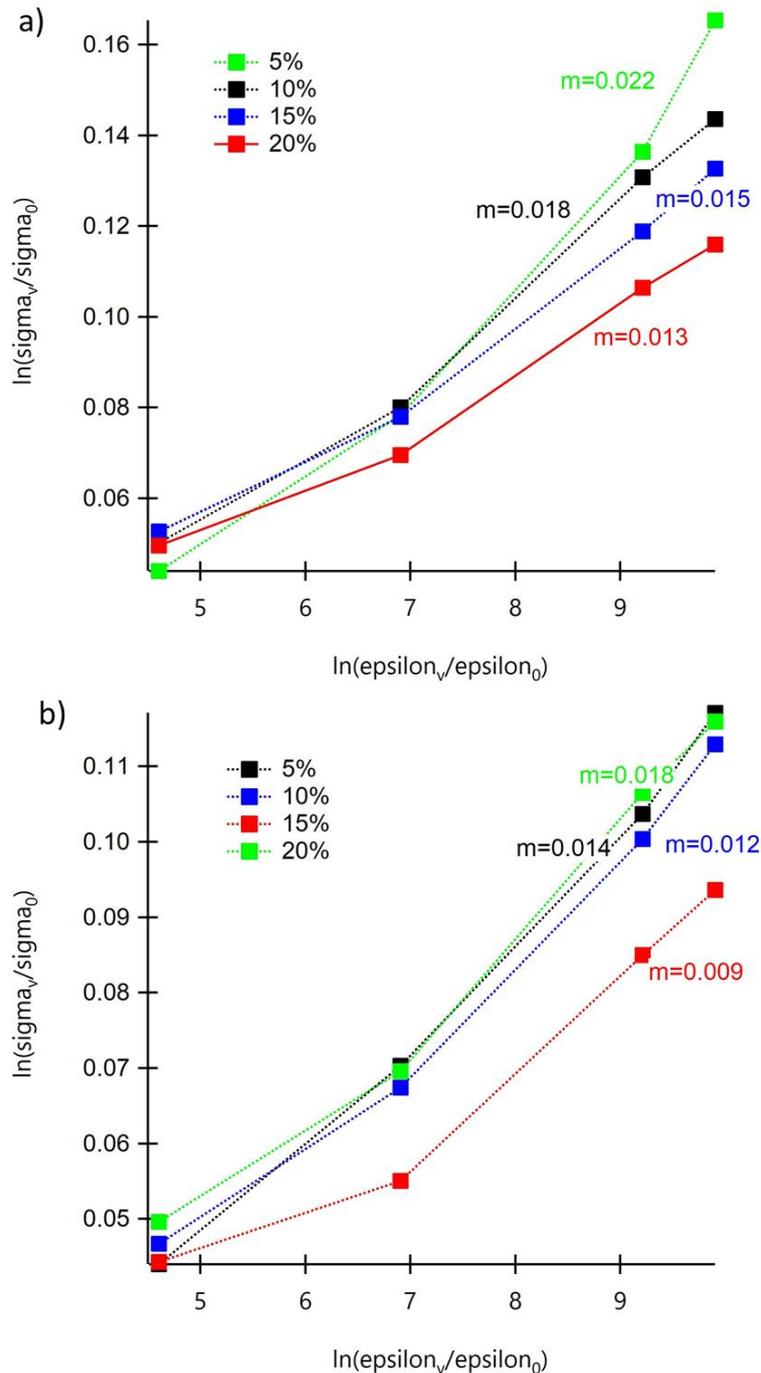


Figure 107 : Calcul du coefficient m en fonction du pourcentage de déformation pour a) C18E et b) 22MnB5

## 2 Création d'un outil instrumenté de semi-découpe

### 2.1 Présentation de l'outil

Les géométries des pièces (micro-dentures) réalisées par un procédé de semi-découpe étant très complexes, une caractérisation des micro-dentures sur pièces réelles est difficilement réalisable. Nous

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

avons donc choisi de travailler sur une géométrie simple pour caractériser une pièce semi-découpée. Un outil, adéquat à cette découpe, adaptable sur une machine de traction, a été dessiné en collaboration avec les experts en outillage et découpage fin de Forvia Faurecia.

Pour cela, nous avons pris en considération plusieurs paramètres :

- L'outil devait être monté sur une machine de traction, et la force maximale exercée par cette machine (cellule de charge de 100 kN) devait permettre la fabrication des pièces envisagées pour l'étude.
- Un effort de serre-flanc suffisant devait être appliqué par l'outil sur l'éprouvette afin de fixer celle-ci pendant la mise en forme, tout en évitant l'utilisation de bagues en V, couramment employées en semi-découpe, mais pas dans les procédés Forvia Faurecia.
- L'éjecteur devait pouvoir rejeter la pièce sans que celle-ci ne se coince dans la matrice.
- Les poinçons et matrices devaient être facilement modifiables, pour permettre une modularité entre les configurations testées.

Une fois toutes ces considérations prises en compte, un premier dessin de l'outil a été réalisé, et diverses solutions techniques ont été mises en œuvre.

L'outil compact dessiné comprend :

- Des ressorts mécaniques assurant un effort serre-flanc de 10 kN,
- Un système éjecteur composé d'un ressort mécanique, reposant sous la matrice de l'outil, qui permet la remontée de l'éjecteur.
- Un poinçon, guidé par la force appliquée sur le haut de l'outil. Des guides permettent de faire glisser la partie supérieure de l'outil pour aligner l'ensemble.

En considérant les besoins industriels, un poinçon de diamètre 10 mm a été utilisé et trois diamètres de matrice ont été retenus : 9.9 mm, 9.8 mm et 9.7 mm.

La Figure 108 a) montre l'outil réalisé, monté sur la machine de traction utilisée pour réaliser l'étude. La Figure 108 b) présente la partie supérieure de l'outil, comprenant les ressorts mécaniques serre-flanc, le poinçon et le système d'adaptation permettant de monter l'outil sur la machine de traction. La Figure 108 c) met en avant l'outil ouvert et montre la position du poinçon et de la matrice dans l'outil. Enfin la Figure 108 d) présente une éprouvette obtenue par découpage fin grâce à ce montage.

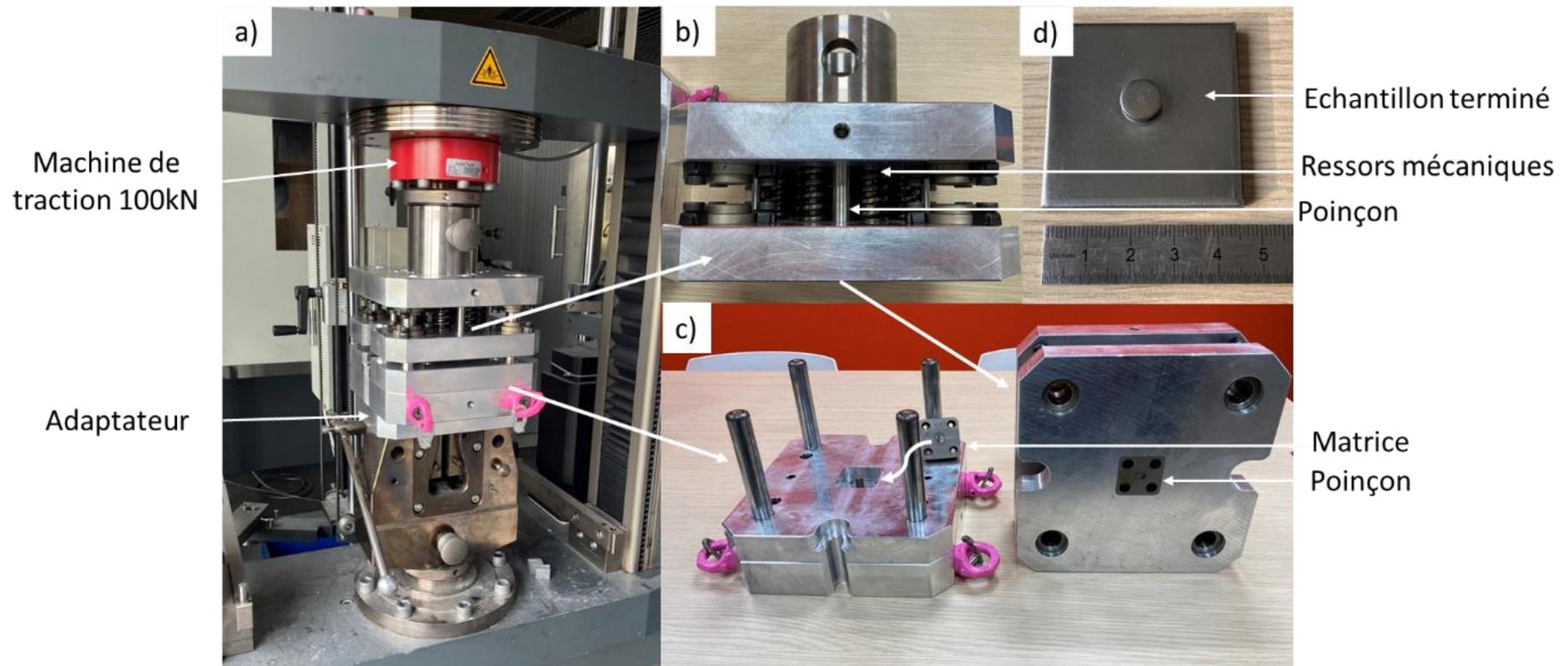
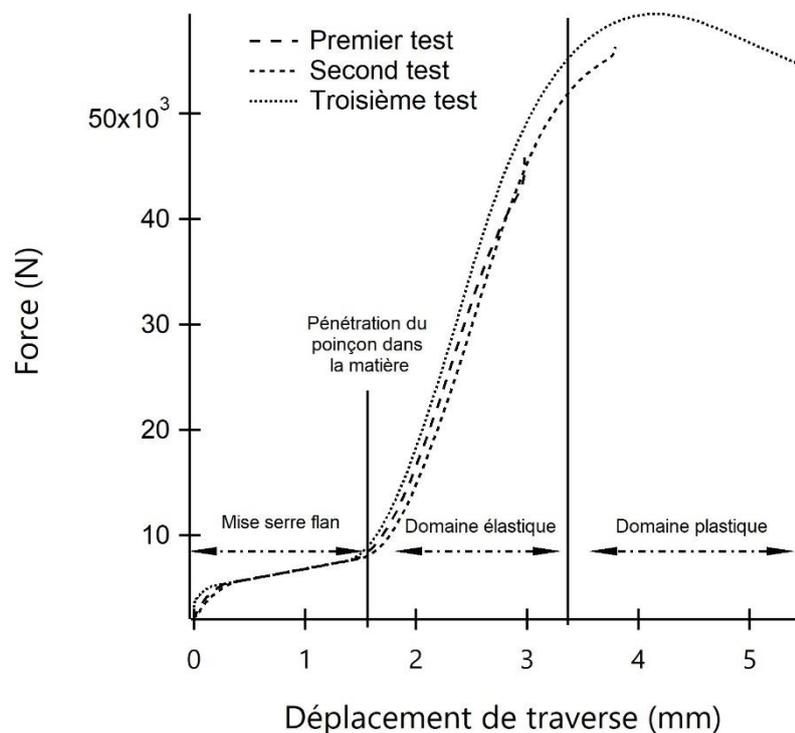


Figure 108 : a) Outil de caractérisation installé sur la machine de traction. b) Partie supérieure de l’outil comprenant les ressorts mécaniques et le poinçon. c) Outil ouvert : la matrice et le poinçon sont intégrés dans l’outil, les guides permettent l’alignement de l’outil. d) Echantillon obtenu après l’opération de semi-découpe réalisée grâce à ce montage

## 2.2 Mise en opération de l'outil

Une fois l'outil monté sur la machine de traction, la mise en opération de l'outil a été réalisée. La Figure 109 présente les courbes force – déplacement de traverse obtenues sur trois échantillons testés suivant la même configuration d'essai (la force est celle appliquée par la cellule de force de la machine de traction). La première partie de la courbe correspond à la mise serre-flanc (application d'une précontrainte de maintien de l'éprouvette par les serre-flancs). On note que les trois courbes, correspondant aux trois échantillons testés se superposent parfaitement durant cette étape. La force exercée sur l'échantillon est alors de 8 kN et permet de maintenir la plaque de matière avant la pénétration du poinçon. Passé cette étape, le poinçon commence à pénétrer dans la matière et une augmentation de la force, représentée par un trait vertical sur la Figure 109, est notée.



**Figure 109 : Courbes force – déplacement de traverse enregistrées lors du découpage fin de 3 échantillons en utilisant l'outil créé et la même configuration d'essai (vitesse de déformation  $10^0$ )**

Une fois le poinçon dans la matière, la force augmente très fortement de façon linéaire : cette partie correspond à une déformation élastique de la matière. La partie finale de la courbe correspond à sa déformation plastique, qui permet de former la pièce. À la suite des essais, la hauteur de la déformation résiduelle (déformation plastique) des échantillons a été mesurée grâce à un pied à coulisse étalonné au centième de millimètre. Le premier test n'a pas permis d'obtenir une déformation de la matière (l'essai s'est terminé dans le domaine de déformation élastique). Une légère déformation plastique (0.2 mm) a été enregistrée à l'issue du second test. On observe sur la courbe force-

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

déplacement associée à ce second essai que l'éprouvette est entrée dans le domaine plastique, et que la matière a commencé à s'écraser. Le troisième test réalisé a vu la déformation plastique de l'échantillon augmenter très fortement (2.3 mm de hauteur de semi-découpe mesurée), alors qu'une très faible variation des paramètres a été appliquée sur la machine de traction. Le déplacement de la traverse et la pénétration du poinçon ne sont pas proportionnels. Cette observation est à prendre en compte pour les réglages ultérieurs.

Une comparaison des échantillons créés avec des pièces réelles a été réalisée (Figure 110). Il en résulte que la microstructure de la semi-découpe créée avec l'outil correspond bien à celle observée sur les pièces produites industriellement (les angles de découpes sont optimisés pour la pièce série). On peut donc postuler que la différence de vitesse de déformation entre le procédé industriel et celui utilisé dans cette étude n'a pas d'impact sur la microstructure obtenue.

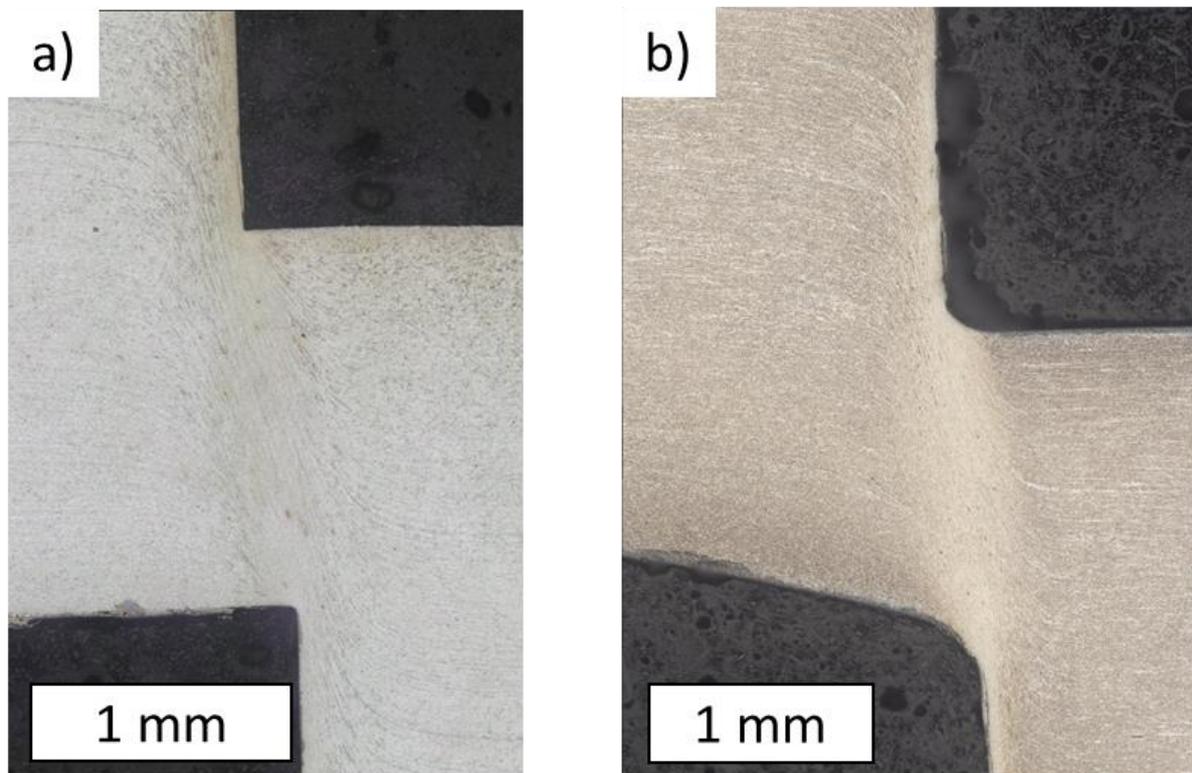


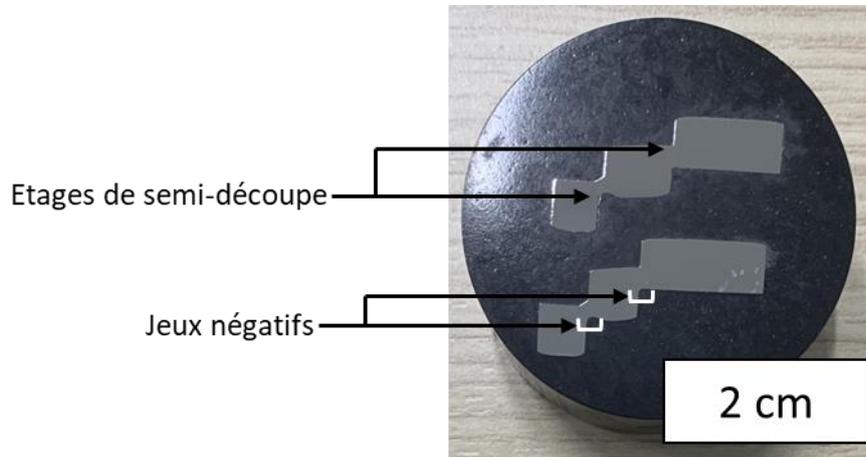
Figure 110 : Semi-découpes attaquées au Nital issues a) de l'outil de caractérisation et b) d'un outil industriel

### 2.3 Choix des hauteurs de semi-découpe

Pour la suite de l'étude, plusieurs hauteurs de semi-découpe ont été choisies et la matrice d'expérience élaborée. Pour cela, nous nous sommes basés sur les conditions utilisées par Forvia Faurecia pour la mise en forme des flasques mobiles. Les tôles d'acier utilisées pour notre étude mesurant une épaisseur de 4 mm, une correspondance avec les pièces réelles était envisageable. Plusieurs hauteurs

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

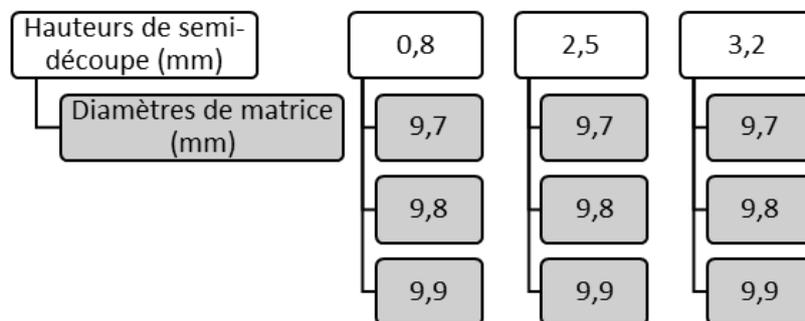
de semi-découpe sont utilisées pour la fabrication des étages des flasques mobiles (Figure 111), ces hauteurs varient entre 0.8 et 3.2 mm. Pour nos essais, nous avons retenu ces deux valeurs, et une hauteur intermédiaire de 2.5 mm.



**Figure 111 : Partie de flasque mobile de trois étages de semi-découpe coupé et enrobé (rapport interne)**

De même, plusieurs jeux négatifs sont utilisés pour la fabrication des flasques mobiles (Figure 111). Les jeux couramment utilisés sont des jeux négatifs de 0.1, 0.2 et 0.3 mm, valeurs que nous retiendrons également pour notre étude. Cela correspond à des diamètres de la matrice de 9.9, 9.8 et 9.7 mm, respectivement.

La matrice d'expérience, comprenant les configurations explicitées, est présentée sur la Figure 112, deux éprouvettes seront créées par configuration pour chaque acier, et une sera ensuite carbonitrurée. Un échantillon de chaque configuration a été testé sauf pour la configuration 9.8 mm de diamètre de matrice et 2.5 mm de hauteur de semi-découpe.



**Figure 112 : Configurations considérées dans la matrice d'expérience établie**

## 2.4 Réalisation des échantillons

Des plaques de 45x45 mm<sup>2</sup> ont été découpées pour les deux aciers initiaux puis placées au centre de l'outil sur la matrice. La partie supérieure de l'outil a été positionnée de telle sorte qu'un contact avec la plaque soit établi. La vitesse de consigne de déplacement de traverse de la machine de traction a été fixée à une valeur de 750 mm.min<sup>-1</sup>, correspondant à une vitesse de déformation de 2.10<sup>-1</sup>.

Une fois la machine réglée pour s'arrêter aux hauteurs de semi-découpe souhaitées, les essais ont été réalisés et les courbes force – déplacement de traverse ont été enregistrées. Comme précédemment, les courbes obtenues présentent toutes une première étape, identique, de mise serre-flanc, qui ne correspond pas à la mise en forme de la matière par l'outil. Toutes les données ont ainsi été corrigées pour enlever cette précontrainte, on obtient alors les courbes présentées en Figure 113.

Dans un premier temps, on note que la force à appliquer pour déformer l'acier 22MnB5 est supérieure à celle nécessaire à la mise en forme de l'acier C18E. Les forces les plus élevées, sont celles nécessaires pour créer la semi-découpe avec la matrice de diamètre 9.7 mm, soit avec un jeu négatif de 0.3 mm, la quantité de matière déplacée lors de la mise en forme alors étant plus importante que pour les deux autres jeux.

La Figure 113 a) présente les courbes relatives aux essais de déformation pour une hauteur de semi-découpe de 0.8 mm. Sur ces courbes, le déplacement s'arrête au début du domaine plastique des aciers, avant que le maximum de force n'ait été atteint.

La Figure 113 b) montre que le maximum de force atteint pour une valeur de déplacement de traverse comprise entre 2.2 et 2.5 mm. La force diminue ensuite jusqu'à l'arrêt de l'outil, une fois la valeur de consigne de déplacement atteinte. Pour une hauteur similaire, l'outil se déplace de 0.2 mm de moins avec le diamètre de matrice de 9.8 mm par rapports aux matrices de 9.7mm et 9.9mm. Cette configuration de combinaison poinçon/matrice serait donc préférée pour la fabrication d'une hauteur de 2.5 mm.

La Figure 113 c) présente les courbes force – déplacement pour la hauteur maximale testée, soit 3.2 mm. Le déplacement de traverse entre les échantillons avec une hauteur de semi-découpe fixée à 2.5 mm et à 3.2 mm n'évolue que très faiblement, la valeur maximale de déplacement passe de 3.5 mm à 3.9 mm. Ainsi, il semble que le déplacement de la matière soit facilité une fois la valeur maximale de force atteinte.

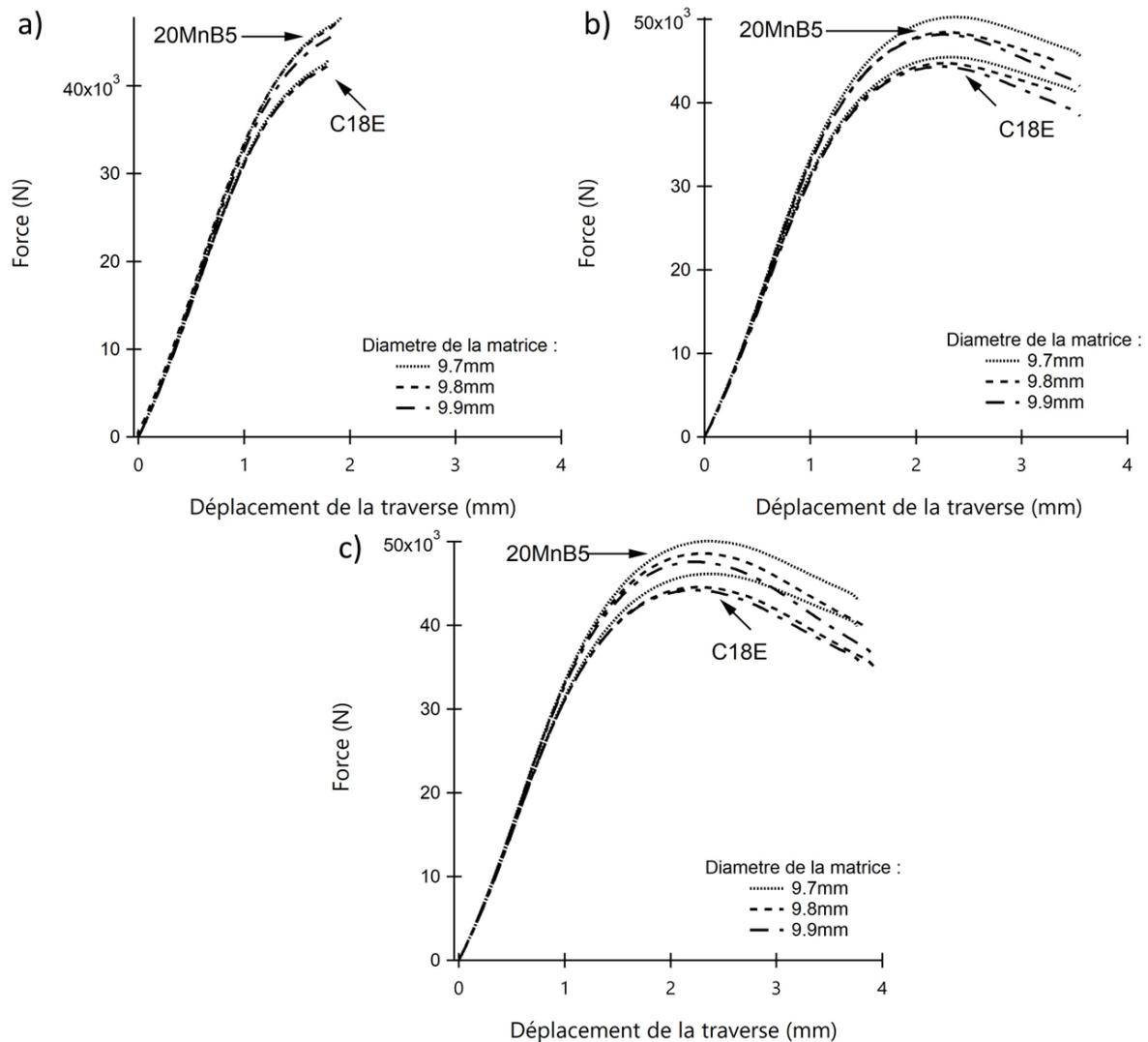


Figure 113 : Courbes force – déplacement de la traverse lors des essais de semi-découpe des deux aciers, pour différentes hauteurs de semi-découpe fixées à a) 0.8 mm, b) 2.5 mm et c) 3.2 mm

### 3 Analyses dimensionnelles et microstructurales des échantillons

Après mise en forme, une éprouvette de chaque configuration a été carbonitrurée. Les diamètres internes et externes des échantillons ont ensuite été mesurés et comparés à ceux des pièces non carbonitrurées, pour vérifier si ce traitement induit une variation dimensionnelle. Enfin la microstructure des éprouvettes a été caractérisée afin d'observer les phases présentes dans les échantillons avant et après carbonitruration, mais également pour vérifier la présence éventuelle de fissures dans les zones écrouies des pièces.

### 3.1 Géométries des échantillons avant et après carbonituration

#### 3.1.1 Géométrie externe

Des mesures au microscope numérique ont été réalisées sur les échantillons semi-découpés pour mesurer les écarts de diamètre entre la consigne de mise en forme et le diamètre des échantillons obtenus, puis pour déterminer si la carbonituration exerce une influence sur les dimensions des pièces. Le Tableau 33 résume les valeurs des diamètres extérieurs obtenues avant et après carbonituration. Les valeurs sont données avec une précision à 0.01 mm.

**Tableau 33 : Mesures du diamètre externe des différents échantillons avant et après carbonituration, un écart maximal de 0,03 mm avec la consigne est admissible**

Diamètre matrice (mm)	Hauteur de semi-découpe (mm)	Diamètre extérieur (mm)			
		C18E Non traité	C18E Carbonitruré	22MnB5 Non traité	22MnB5 Carbonitruré
9.9	0.8	9.90	9.91	9.90	9.90
	2.5	9.90	9.91	9.90	9.90
	3.2	9.90	9.92	9.90	9.91
9.8	0.8	9.79	9.81	9.79	9.80
	2.5	9.80	9.83	9.79	9.81
	3.2	9.79	9.81	9.79	9.80
9.7	0.8	9.70	9.73	9.69	9.71
	2.5	9.70	9.72	9.70	9.71
	3.2	9.70	9.74	9.70	9.71

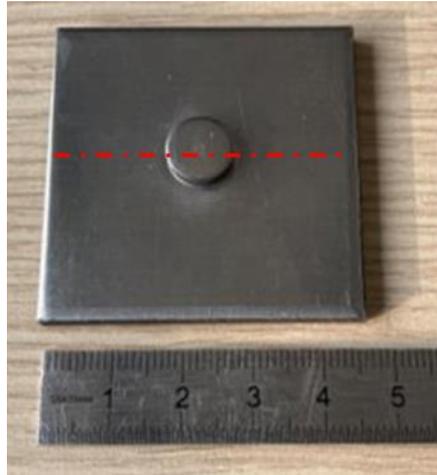
Avant traitement de carbonituration, de très faibles variations sont observées (de l'ordre du centième de millimètre) entre les valeurs de diamètre extérieur, et le diamètre de consigne. Après traitement de carbonituration, des variations plus notables sont observées, notamment pour l'acier C18E, avec des écarts allant jusqu'à 0,04 mm par rapport à la consigne. Ces échantillons ne seraient pas acceptés industriellement, car l'assemblage final ne serait pas possible. L'acier 22MnB5 semble lui garder une bonne stabilité dimensionnelle après traitement, avec des variations de l'ordre d'un centième de millimètre du diamètre extérieur obtenu par rapport à la valeur de consigne.

#### 3.1.2 Géométrie interne

Pour observer la géométrie interne des échantillons, une section transversale de l'échantillon a été réalisée en passant par le centre de l'éprouvette. L'observation des zones les plus écrouies lors de la mise en forme est alors possible. Pour cela, les échantillons ont été découpés selon la ligne illustrée sur la Figure 114, puis ils ont été mesurés, enrobés et rectifiés jusqu'à atteindre le centre du cercle de découpe (la polisseuse automatique permettant un contrôle au centième de millimètre de la

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

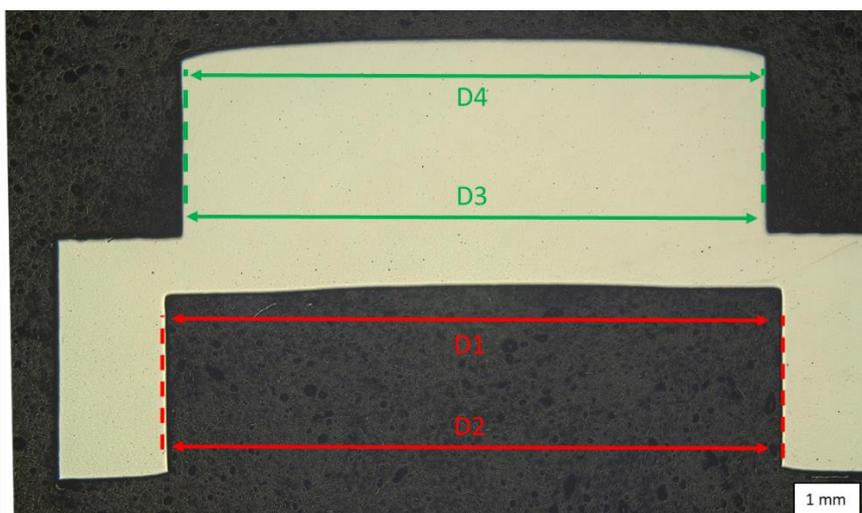
rectification). De cette façon, les mesures sont réalisées de manière reproductible pour l'ensemble des échantillons caractérisés.



**Figure 114 : Echantillon après semi-découpe, avec en trait mixte rouge, le positionnement de la découpe pour les mesures géométriques et les observations microstructurales des échantillons**

Après polissage, la caractérisation dimensionnelle des échantillons a été réalisée sur le microscope 3D Keyence.

La Figure 115 présente les différentes mesures réalisées sur les échantillons. Les diamètres du poinçon sont notés D1 et D2, ceux de la matrice D3 et D4. Deux mesures sont réalisées sur le diamètre du poinçon et de la matrice afin de vérifier si un effet « parapluie », c'est-à-dire une variation de la mesure en fonction de la profondeur de découpe, est présent, notamment pour les hauteurs les plus élevées. La valeur du rayon en fond de découpe n'est pas mesurée, du fait que le poinçon était parfaitement plat (rayon de courbure nul).



**Figure 115: Visualisation des différentes dimensions caractéristiques de la semi-découpe**

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

La vérification des cotes liées aux diamètres et jeux négatifs correspondants est nécessaire pour comprendre l'évolution de la matière lors du traitement thermique. Les diamètres intérieurs et extérieurs ont donc été mesurés (Tableau 34). Une analyse statistique a été réalisée pour mettre en avant les échantillons non conformes.

Les échantillons en C18E présentent les écarts à la consigne les plus importants avec des écarts allant jusqu'à 0.2 mm par rapport à la consigne après traitement thermique. Ces échantillons sont donc considérés non conformes. Les échantillons en 22MnB5 restent dans les spécifications avant et après carbonituration avec des écarts à la consigne inférieurs à 0.15 mm et une variabilité entre échantillons plus faible que pour les pièces en acier C18E.

Le comportement du 22MnB5 semble ainsi plus en adéquation avec les attentes industrielles.

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

**Tableau 34 : Diamètres internes et externes (D1-D2-D3-D4) de l'ensemble des échantillons pour les différentes configurations de semi-découpe et pour les deux matières**

Diamètre matrice (mm)	Hauteur (mm)	Carbonitruration	Matière	D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	D4 (mm)	Matière	D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	D4 (mm)
9.70	0.80	Sans	C18E	9.96	9.95	9.57	9.58	22MnB5	10.06	10.03	9.68	9.70
9.70	0.80	Avec		9.90	9.89	9.40	9.37		9.99	9.98	9.63	9.63
9.70	2.50	Sans		10.07	9.99	9.65	9.69		10.01	9.97	9.65	9.69
9.70	2.50	Avec		9.99	9.99	9.65	9.65		9.90	9.87	9.55	9.58
9.70	3.20	Sans		10.01	9.95	9.68	9.71		10.03	9.99	9.69	9.71
9.70	3.20	Avec		9.99	9.99	9.65	9.64		10.02	9.99	9.66	9.69
9.80	0.80	Sans		10.02	10.04	9.79	9.80		9.97	10.01	9.77	9.78
9.80	0.80	Avec		10.03	10.03	9.80	9.80		9.95	9.97	9.73	9.72
9.80	2.50	Sans		10.08	10.01	9.84	9.91		10.06	10.01	9.78	9.82
9.80	2.50	Avec		10.03	10.02	9.77	9.78		9.92	9.93	9.75	9.78
9.80	3.20	Sans		9.98	9.94	9.75	9.76		10.02	9.96	9.79	9.81
9.80	3.20	Avec		10.03	10.04	9.81	9.82		9.97	9.97	9.78	9.81
9.90	0.80	Sans		10.02	10.00	9.87	9.91		10.04	10.09	9.87	9.88
9.90	0.80	Avec		10.02	10.03	9.86	9.87		9.90	9.99	9.80	9.80
9.90	2.50	Sans		9.86	9.85	9.69	9.74		9.97	9.95	9.75	9.79
9.90	2.50	Avec		10.05	10.03	9.88	9.90		10.00	9.98	9.87	9.90
9.90	3.20	Sans		9.92	9.86	9.66	9.68		10.03	9.98	9.84	9.85
9.90	3.20	Avec		9.91	9.86	9.69	9.74		9.98	9.98	9.86	9.89

## 3.2 Analyse de la microstructure avant et après carbonituration

### 3.2.1 Fissuration avant carbonituration

Il a été observé que certains flasques mobiles fabriqués industriellement présentent de la fissuration dans la zone écrouie. Cette fissuration peut être interne ou débouchante (Figure 116). L'observation des pièces après polissage, et avant attaque chimique, permet de repérer cette fissuration. Une fois les mesures dimensionnelles réalisées, les zones écrouies des échantillons ont été observées à l'aide du microscope numérique 3D. Le Tableau 35 résume la présence de fissuration sur les différents échantillons observés.

**Tableau 35 : Présence de fissuration sur l'ensemble des échantillons obtenus par semi-découpe, non carbonitrurés (la croix correspond à l'absence de fissures et la flèche la présence de fissure), un échantillon observé par configuration sauf configuration avec le diamètre de matrice 9.8 mm et hauteur de semi-découpe 2.5 mm**

Diamètre de la matrice (mm)	Hauteur de semi-découpe (mm)	Carbonituration	Fissuration	
			C18E	22MnB5
9.9	0.8	Non	✗	✗
		Oui	✗	✗
	2.5	Non	✓	✗
		Oui	✗	✗
	3.2	Non	✓	✓
		Oui	✗	✗
9.8	0.8	Non	✗	✗
		Oui	✗	✗
	2.5	Non	✓	✗
		Oui	✗	✗
	3.2	Non	✓	✗
		Oui	✗	✗
9.7	0.8	Non	✗	✗
		Oui	✗	✗
	2.5	Non	✗	✗
		Oui	✗	✗
	3.2	Non	✗	✗
		Oui	✗	✗

Les échantillons en acier C18E non traités présentent de la fissuration à partir d'une hauteur de semi-découpe de 2.5 mm, et pour les diamètres de matrice de 9.8 et 9.9 mm. Pour les échantillons en 22MnB5, cette fissuration n'est présente que pour la configuration la plus extrême de semi-découpe, soit pour une hauteur de semi-découpe de 3.2 mm et un diamètre de matrice de 9.9 mm. De plus, la fissuration dans l'acier C18E apparaît pour des forces de mise en œuvre plus faibles que pour l'acier 22MnB5 (Figure 113).

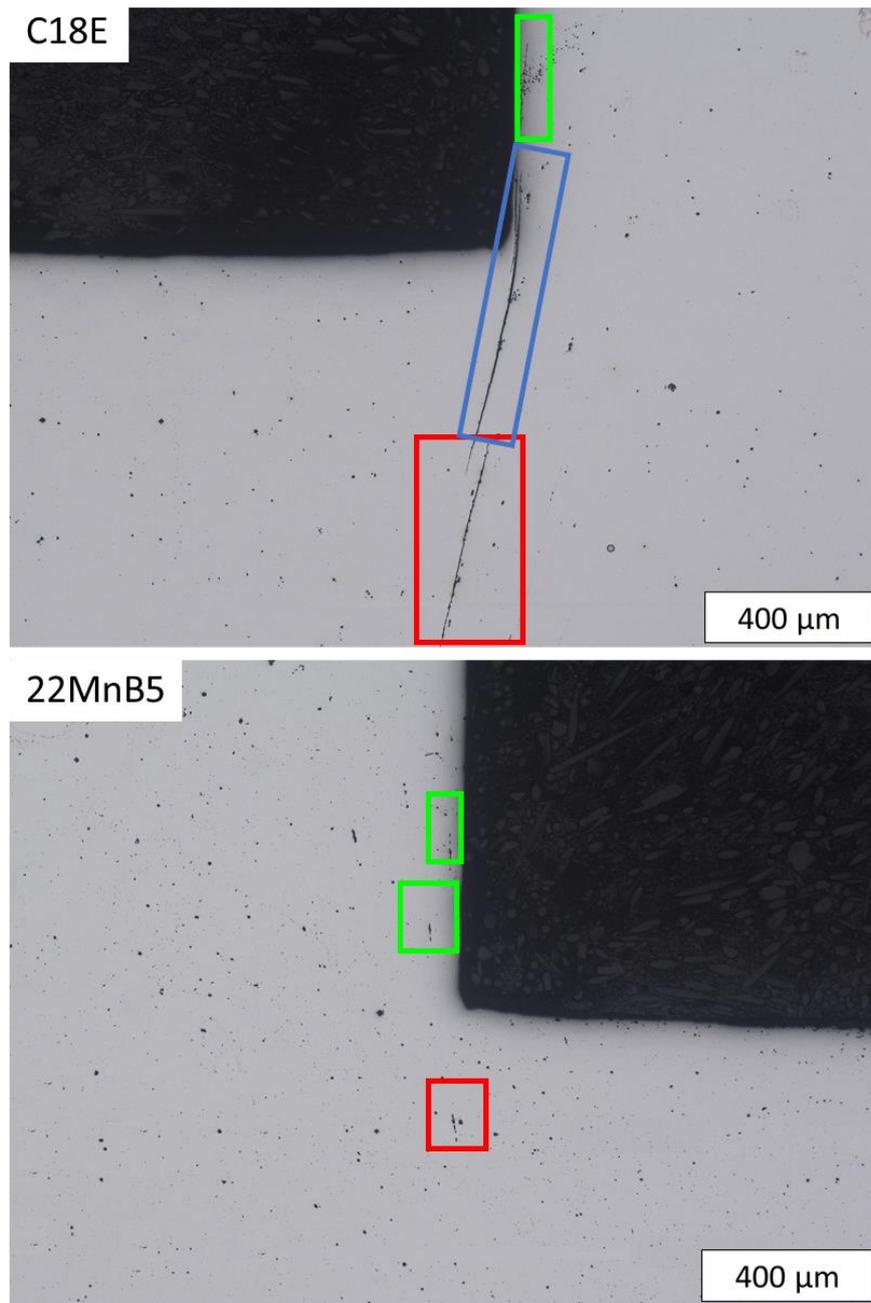


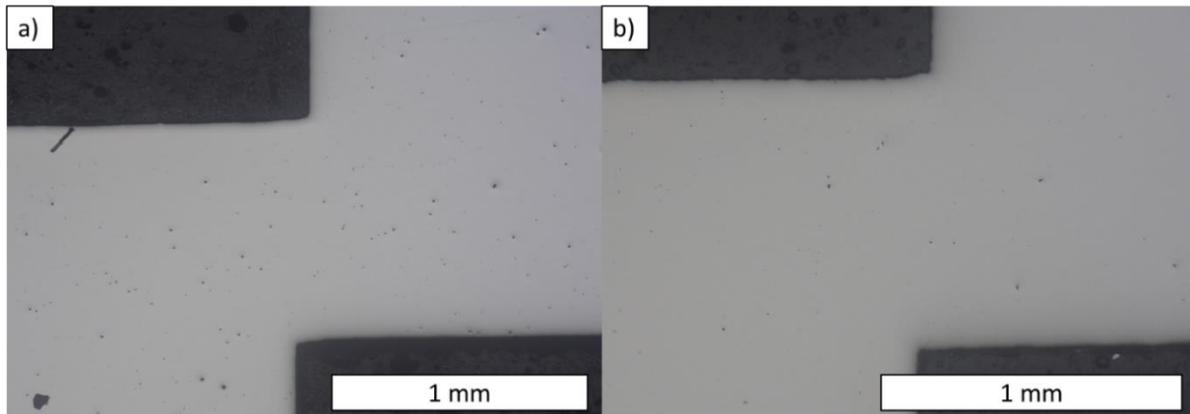
Figure 116 : Fissuration présente lors des observations microscopiques pour un diamètre de matrice de 9.9 mm et une hauteur de semi-découpe de 3.2 mm pour les aciers a) C18E et b) 22MnB5. Les cadres rouges représentent les fissures internes, les bleues les fissures débouchantes, et les vertes les défauts de surface

Deux types de fissurations sont observés, avec dans un premier temps de la fissuration interne. Cette fissuration est présente pour les deux matériaux dans la configuration d'essai la plus extrême (Figure 116, cadres rouges). On observe également des défauts de surface (cadres verts) sur les échantillons dans les deux matières, et la fissuration débouchante (cadre bleu) est visible principalement sur les échantillons en acier C18E. Pour la configuration d'essai la plus extrême, la taille des fissures dans

l'acier C18E, dépassant les 500  $\mu\text{m}$ . Elles sont supérieures à celle présentes dans l'acier 22MnB5, qui présentent une longueur d'environ 100  $\mu\text{m}$ .

### 3.2.2 Fissuration après carbonituration

Les échantillons ont également été observés après carbonituration, toujours pour détecter la présence de fissures. La Figure 117 présente les éprouvettes carbonitrurées suivant la configuration la plus extrême.



**Figure 117 : Observation des échantillons de semi-découpe carbonitrurés en acier a) C18E et b) 22MnB5 mis en forme suivant la configuration la plus extrême**

Ainsi, même sur les échantillons où de la fissuration a été observée après mise en forme, aucune fissure n'a été détectée après carbonituration. La pièce après mise en forme possède une microstructure composée de ferrite et de globules de cémentite, qui se transforme pendant la carbonituration en austénite. Cette transformation entraîne un gonflement de la pièce, et fait que les grains d'austénite croissent en recouvrant les fissures. Après refroidissement, les fissures préexistantes ont donc été comblées. Cependant la fissuration existante à l'état post-mise en forme reste sous forme résiduelle après traitement thermique. Ainsi il a été observé que des pièces soumises à de fortes sollicitations peuvent fissurer dans ces zones.

### 3.2.3 Evolution des pourcentages des phases après carbonituration

Les phases présentes dans les aciers semi-découpés après carbonituration ont été identifiées. Les microstructures à cœur et dans la zone écrouie sont montrés sur la Figure 118. Comme observé dans lors de la caractérisation initiale des deux aciers, l'acier C18E possède après trempe, une microstructure mixte composée de ferrite, de bainite et de martensite alors que l'acier 22MnB5 présente une structure purement martensitique.

La Figure 119 présente l'évolution des microstructures observées pour l'acier C18E, après semi-découpe et carbonituration, en fonction de la hauteur de semi-découpe. Les proportions des

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

différentes phases présentes dans l'acier C18E varient en fonction des configurations de mise en forme. Un important pourcentage de ferrite est mesuré dans les échantillons présentant une hauteur de semi-découpe faible et semble diminuer pour les configurations plus extrêmes. L'acier 22MnB5 reste toujours essentiellement martensitique après carbonituration, quelle que soit la configuration de semi-découpe.

Pour obtenir des valeurs quantitatives des proportions des phases ferritique, bainitique et martensitique, une attaque métallographique au réactif Klemm I a été appliquée. Pour rappel, il s'agit d'une attaque colorée permettant de révéler en brun la martensite et en bleu la bainite et la ferrite. Ces données sont résumées dans le Tableau 36.

**Tableau 36 : Résultats du comptage des phases réalisé sur l'ensemble des échantillons et diamètres moyens des anciens grains austénitiques à cœur correspondantes.**

Hauteur de semi-découpe (mm)	Diamètre de la matrice (mm)	Matière	Taux de ferrite	Taux de bainite	Taux de martensite
0.8	9.7	C18E	45	9	46
0.8	9.7	22MnB5	0	10	90
0.8	9.8	C18E	20	4	76
0.8	9.8	22MnB5	0	0	100
0.8	9.9	C18E	10	5	86
0.8	9.9	22MnB5	0	0	100
2.5	9.7	C18E	15	4	81
2.5	9.7	22MnB5	0	5	95
2.5	9.8	C18E	10	5	86
2.5	9.8	22MnB5	0	2	98
2.5	9.9	C18E	15	4	81
2.5	9.9	22MnB5	0	2	98
3.2	9.7	C18E	10	5	86
3.2	9.7	22MnB5	0	2	98
3.2	9.8	C18E	10	2	88
3.2	9.8	22MnB5	0	2	98
3.2	9.9	C18E	10	9	81
3.2	9.9	22MnB5	0	5	95

Pour l'acier C18E, une analyse statistique du pourcentage de ferrite, après attaque au Nital (Figure 120) montre que l'échantillon possédant une hauteur de semi-découpe de 0.8 mm et un diamètre de matrice de 9.7 mm possède un taux de ferrite trois fois supérieur à l'écart-type de la valeur moyenne des taux de ferrite des autres échantillons (échantillon référencé 10 sur la carte de la Figure 120). La variabilité du taux de ferrite semble se réduire pour les échantillons possédant une hauteur de semi-découpe de 3.2 mm (échantillons 16, 17 et 18).

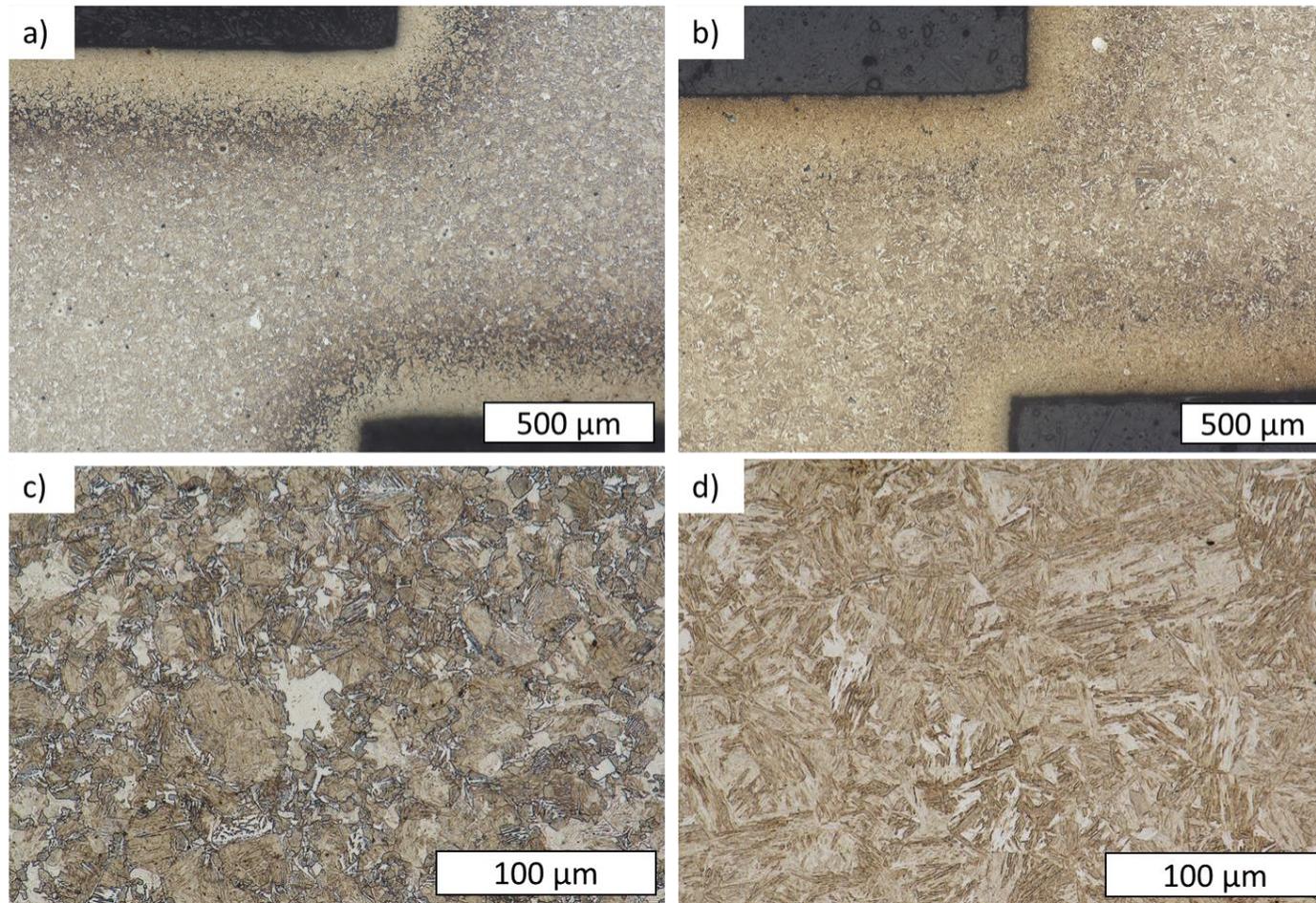


Figure 118 : Microstructures après attaque au Nital des échantillons mis en forme par semi-découpe suivant la configuration extrême (diamètre de la matrice de 9.9 mm et hauteur de semi-découpe de 3.2 mm) et carbonitrurés : a) C18E dans la zone écaillée et b) 22MnB5 dans la zone écaillée, c) C18E à cœur et d) 22MnB5 à cœur. La microstructure à cœur est homogène quelle que soit la zone de l'échantillon observée

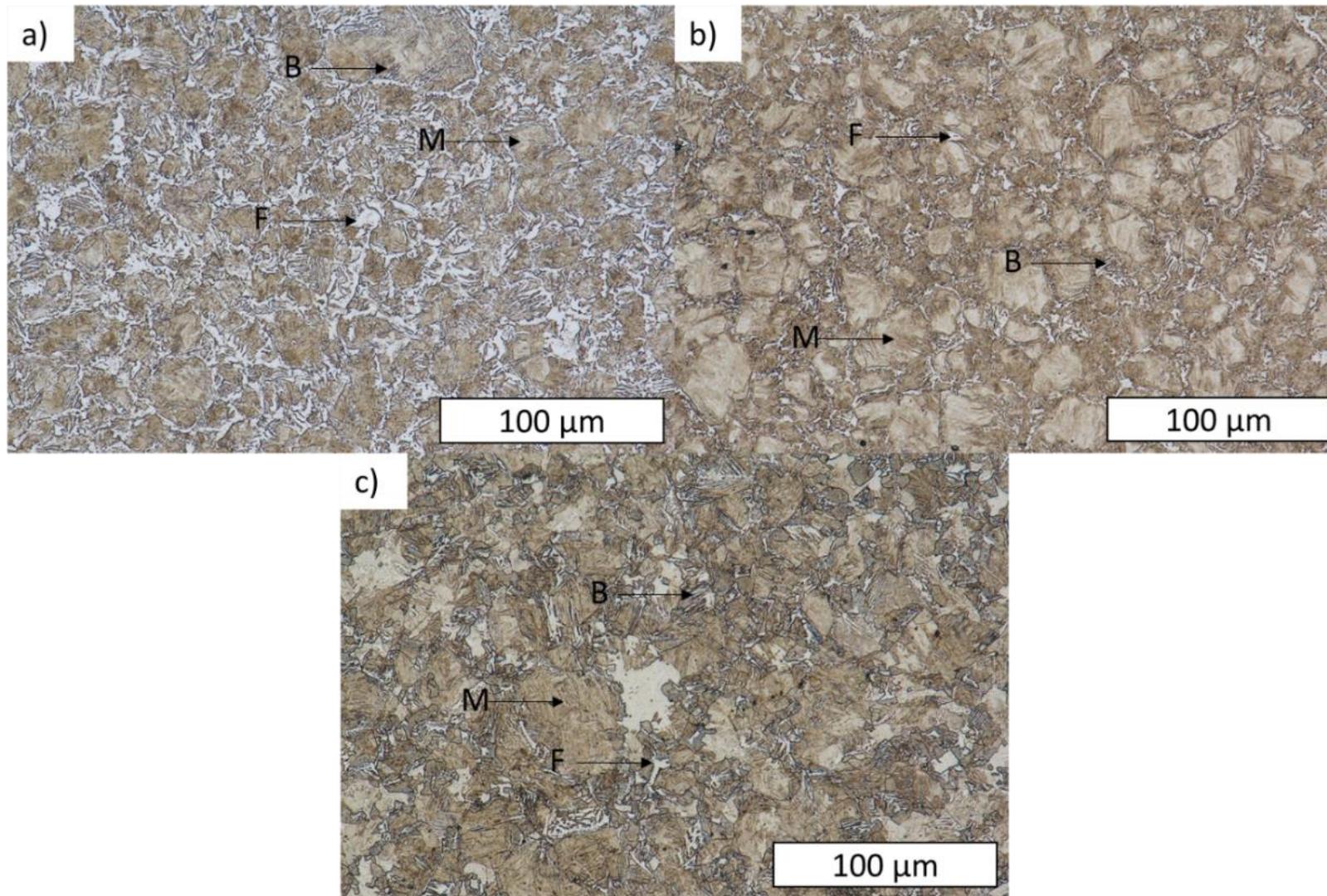


Figure 119 : Evolution de la microstructure de l'acier C18E après semi-découpe et carbonitruration en fonction de la hauteur de semi-découpe : a) 0.8 mm, b) 2.5 mm et c) 3.2 mm

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

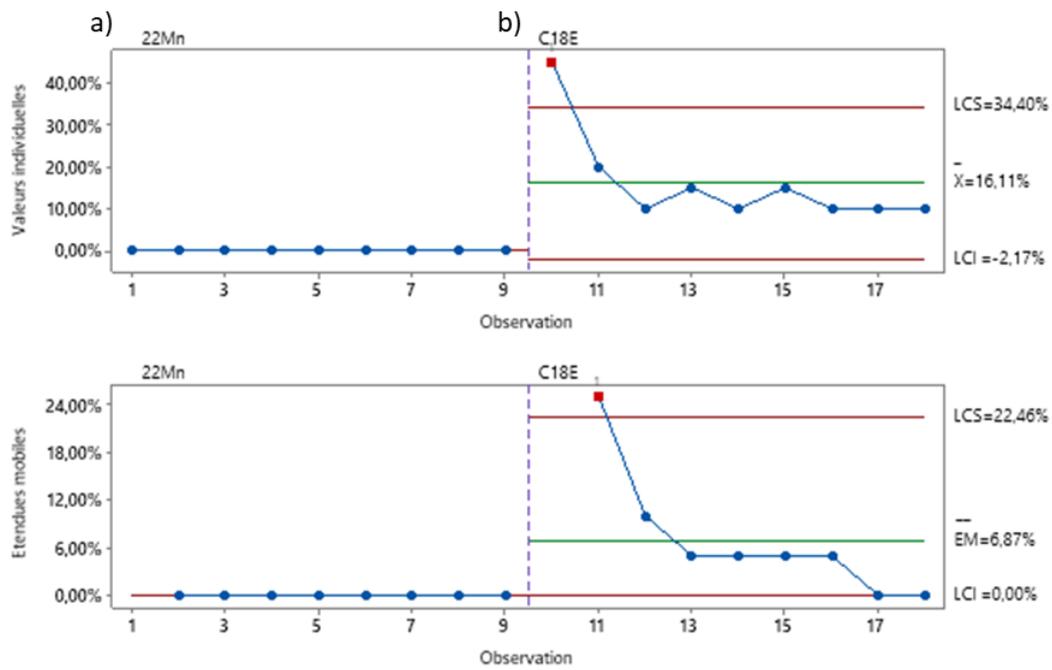


Figure 120 : Carte des étendues mobiles du pourcentage de ferrite selon les aciers : a) l'acier 22MnB5 et b) l'acier C18E

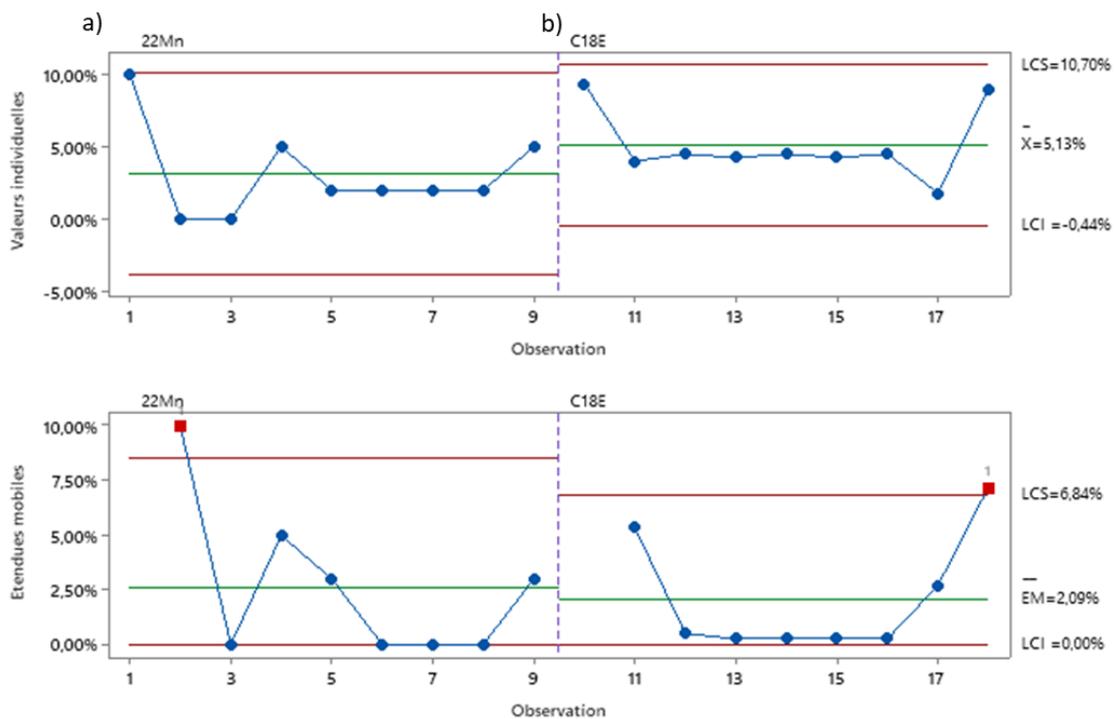


Figure 121 : Carte des étendues mobiles du pourcentage de bainite selon les aciers : a) l'acier 22MnB5 et b) l'acier C18E

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

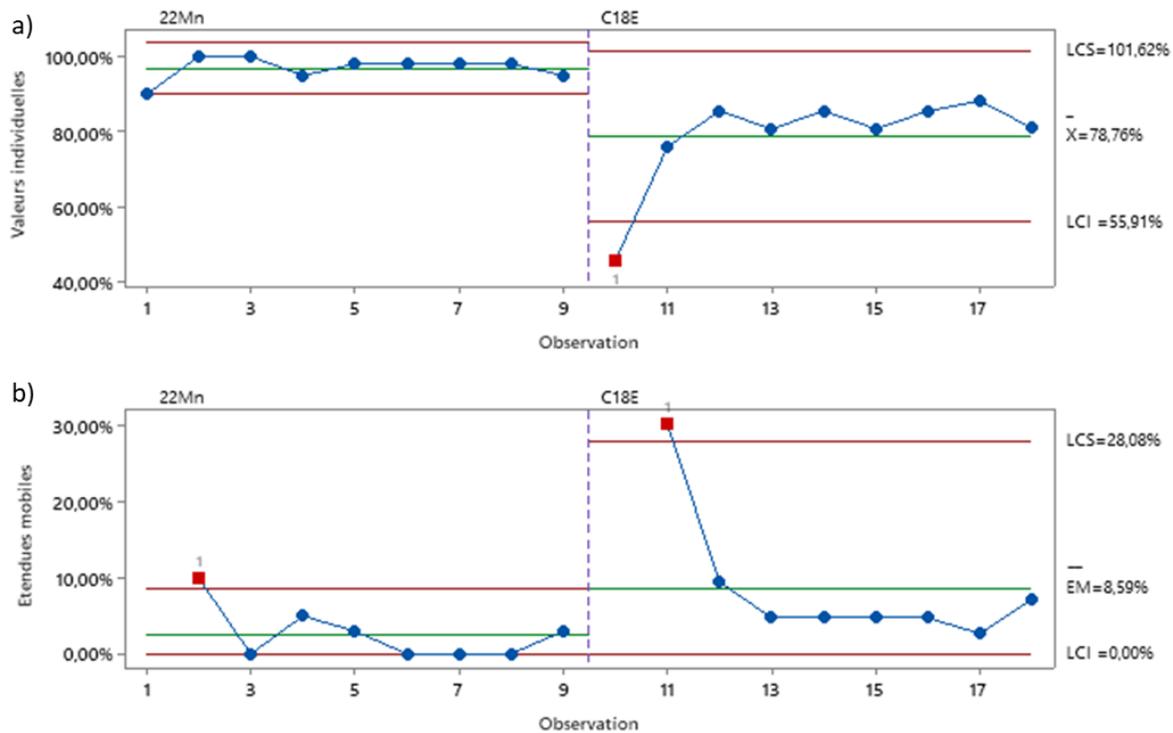


Figure 122 : Carte des étendues mobiles du pourcentage de martensite selon les aciers : a) l'acier 22MnB5 et b) l'acier C18E

Les taux de bainite mesurés pour les deux matières étant plus faibles, l'écart type sur les valeurs est plus restreint (Figure 121). Pour l'acier 22MnB5, les valeurs individuelles sont comprises entre 0 et 10%, avec une valeur moyenne à 3%. Pour l'acier C18E, les valeurs individuelles sont comprises entre 2 et 9%, avec une valeur moyenne à 5%. Sur les cartes des étendues mobiles, on observe que chaque matière présente au moins une valeur du pourcentage de bainite supérieure à la limite supérieure de contrôle, qui correspond à un taux de bainite de 10%. Une valeur supérieure à la limite signifie que l'échantillon possède une valeur en dehors de l'écart type issue du groupe et n'est donc pas « sous contrôle ». Les échantillons issus des essais avec une hauteur de semi-découpe de 0.8 mm et un diamètre de matrice de 9.7 mm possèdent des taux de ferrite (pour le C18E) et de bainite (pour le 22MnB5) supérieurs aux autres configurations.

Enfin, les valeurs individuelles du taux de martensite (Figure 122) du 22MnB5 sont comprises entre 90 et 100% avec une valeur moyenne à 97%. Pour l'acier C18E, les valeurs individuelles sont comprises entre 45 et 88% avec une valeur moyenne à 79%. Les cartes d'étendues mobiles montrent un écart entre les deux matières, l'acier C18E montrant une limite de contrôle supérieure trois fois plus grande que pour l'acier 22MnB5.

Les taux de bainite, ferrite et martensite de l'acier C18E après semi-découpe et carbonituration montrent des variations importantes, alors que la microstructure de l'acier 22MnB5 reste stable avec

la mise en forme et le traitement, avec des taux moyens de martensite à plus de 95%. Ainsi les pièces issues de l'acier 22MnB5 présentent une nouvelle fois les meilleurs comportements face à la carbonituration réalisée.

### 3.2.4 Cartographies de duretés dans les zones écrouies

Pour compléter l'analyse microstructurale, des cartographies de dureté ont été réalisées sur l'ensemble des échantillons au niveau des zones écrouies. Ces cartographies sont réalisées grâce au microduromètre Buehler® VH3100 sous une charge de 300 gf, avec un minimum de 100 points par cartographie (ce nombre varie en fonction de la hauteur de semi-découpe, la surface de matière à couvrir étant plus ou moins importante).

Les valeurs de dureté sont en accord avec les résultats microstructuraux, à cœur et dans les zones écrouies, reflétant la variabilité de microstructure entre le C18E et le 22MnB5. Pour les aciers mis en forme avant traitement, la dureté dans la zone écrouie augmente jusqu'à 360 HV<sub>0,3</sub>, en comparaison d'une dureté de l'ordre de 120 HV<sub>0,3</sub> à 150 HV<sub>0,3</sub> en dehors de cette zone (Figure 123 a) et b)).

Pour les échantillons carbonitrurés (Figure 123 c) et d)), les variations de dureté sont encore plus marquées. La dureté en surface des pièces augmente significativement, jusqu'à plus de 690 HV<sub>0,3</sub>, ce qui correspond à des valeurs de dureté d'une martensite fortement enrichie en carbone. A cœur, les valeurs de dureté sont plus faibles, particulièrement pour l'acier C18E, qui présente des valeurs de dureté de 330-350 HV<sub>0,3</sub>, correspondant à la dureté d'une microstructure mixte ferrite-bainite-martensite. La dureté à cœur de l'acier 22MnB5 est de 470-500 HV<sub>0,3</sub>, soit une valeur caractéristique de la microstructure martensitique observée pour ces échantillons après carbonituration.

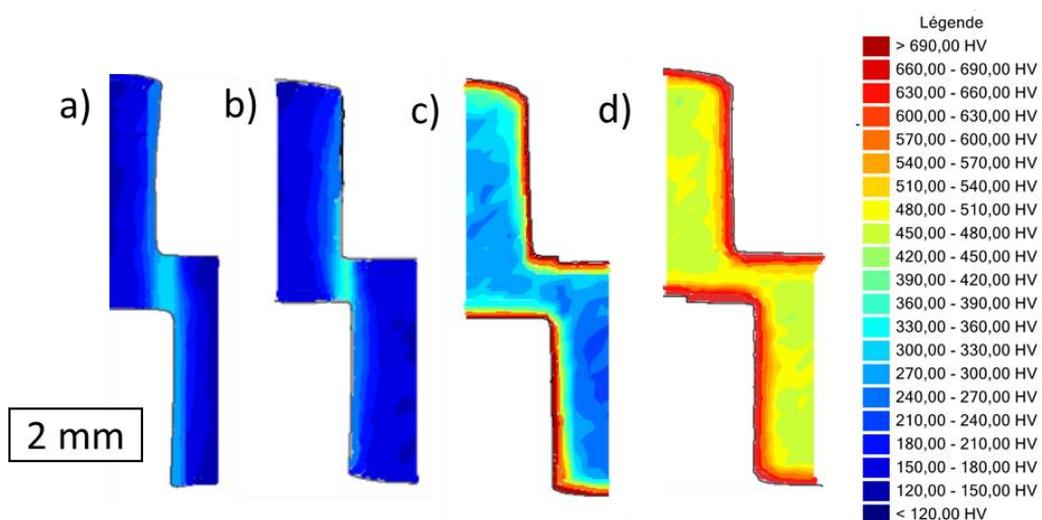


Figure 123 : Cartographies de dureté pour les échantillons semi-découpés suivant la configuration telle que hauteur de semi-découpe 3.2 mm et diamètre de matrice 9.9 mm pour a) l'acier C18E non traité, b) l'acier 22MnB5 non traité, c) l'acier C18E carbonitruré et d) l'acier 22MnB5 carbonitruré

### 3.2.5 Mise en relation des résultats de dureté après mise en forme avec les valeurs de contrainte issues de la simulation

Afin de vérifier que l'augmentation des valeurs de dureté à cœur mesurées sur les pièces est bien causée par un écrouissage de la matière lors de la mise en forme par semi-découpe, des simulations de la semi-découpe sur Forge® ont été réalisées par l'équipe simulation de Forvia Faurecia en utilisant un modèle viscoplastique. Ces simulations utilisent les données matériaux issues de la base de données du logiciel pour l'acier ferritique (Figure 124) ont permis de calculer les contraintes de Von Mises, résultant de la déformation imposée lors du procédé de semi-découpe en considérant que le comportement des deux aciers est isotrope (ce qui a été vérifié dans le chapitre 3). Les valeurs de ces contraintes ont été comparées avec les valeurs de dureté  $HV_{0,3}$ , converties en valeurs de contraintes maximales en MPa (ISO 18265, 2014).

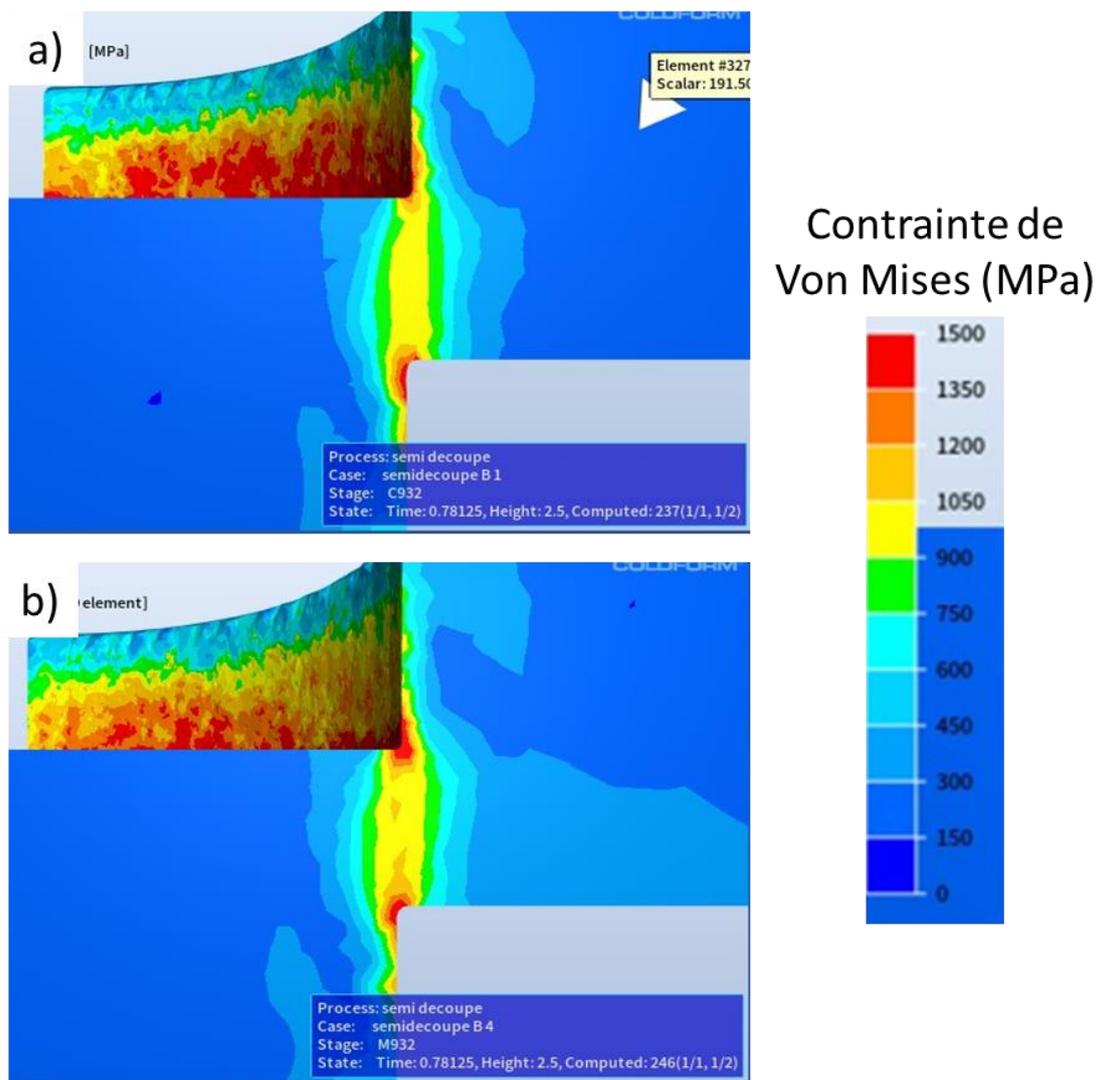


Figure 124 : Contraintes de Von Mises calculées par le logiciel Forge® par modélisation du procédé de semi-découpe dans la configuration hauteur de semi-découpe 3.2 mm et diamètre de matrice 9.9 mm pour a) l'acier C18E et b) l'acier 22MnB5

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

La répartition des contraintes de Von Mises après mise en forme, telles que calculées par le logiciel Forge®, correspond à la répartition des valeurs de dureté mesurées sur les échantillons après semi-découpe (Figure 125). Cependant, en utilisant le formalisme de conversion des valeurs de duretés en valeurs de contraintes maximales  $R_m$  décrit dans la norme ISO 18265 (ISO 18265, 2014) (tableaux de conversions Annexe A), les valeurs de contraintes maximales obtenues, ne correspondent pas aux valeurs de contraintes de Von Mises.

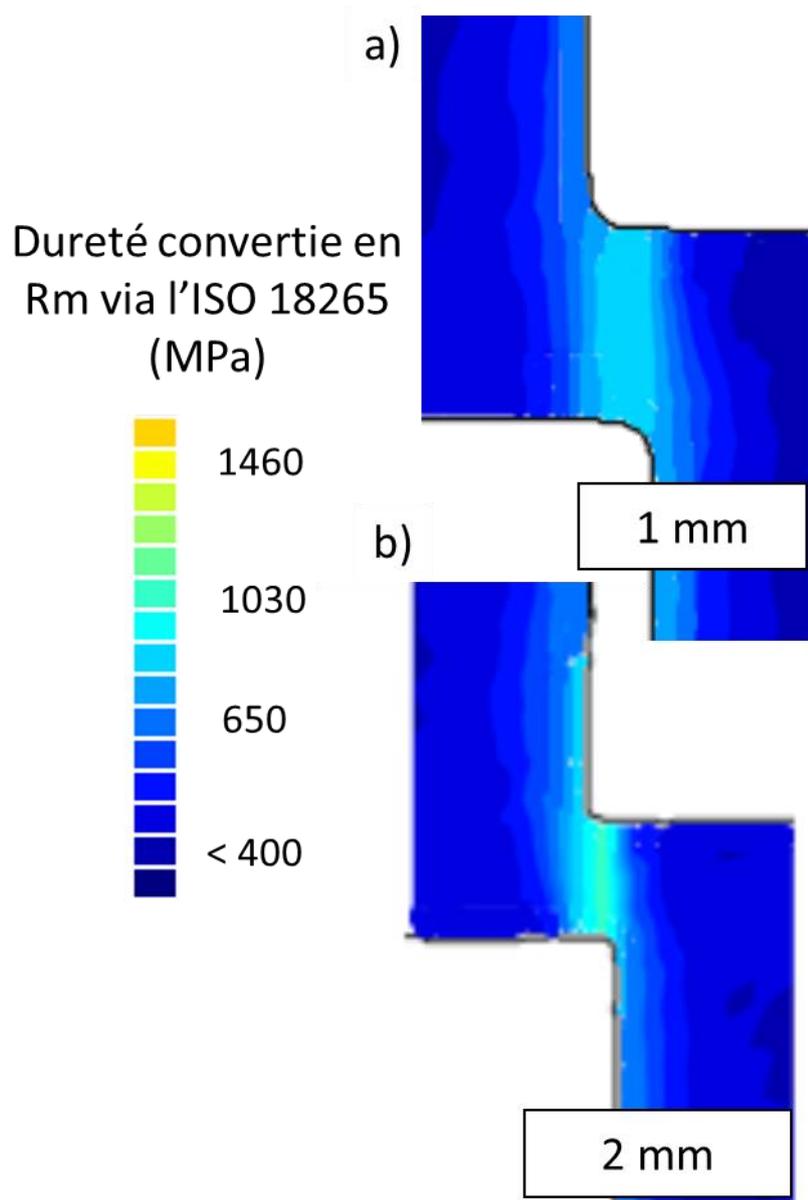


Figure 125 : Valeurs de  $R_m$ , calculées à partir des valeurs de dureté (norme ISO 18265) a) C18E, b) 22MnB5

De nouvelles simulations sont en cours à partir d'une nouvelle carte matière, utilisant les courbes d'écoulement créées à partir des données matériaux issus des essais à vitesses de déformation variables, décrits au début de ce chapitre (*cf.* Chapitre 5 paragraphe 1).

## 4 Impact de la présence d'inclusions sur la fissuration

Des inclusions non-métalliques ont été observées sur les pièces semi-découpées avant traitement thermique, à la fois dans la matière non déformée et au niveau de la zone écrouie. L'initiation des fissures dans les pièces en acier C18E pourrait être liée à la présence de ces inclusions. Plusieurs types d'inclusions ont été détectées et sont décrites dans cette partie.

### 4.1 Observation de la présence d'inclusions

Forvia Faurecia demande à ces fournisseurs de matière une propreté inclusionnaire forte et stricte, afin d'éviter l'apparition des bandes de ségrégations à mi-épaisseur de la matière, phénomène connu pour provoquer de la fissuration lors du procédé de semi-découpe (Zhuang et *al.*, 2017).

Cependant, il a été effectivement observé, lors de l'analyse des aciers initiaux la présence de bandes, contenant des carbures ainsi que d'autres inclusions non-métalliques à cœur, comme illustré sur la Figure 126. On observe ainsi des inclusions de type sulfures, de forme allongée (Figure 127), et dans l'acier 22MnB5, des inclusions de type nitrures (Figure 128) (spécifications internes).

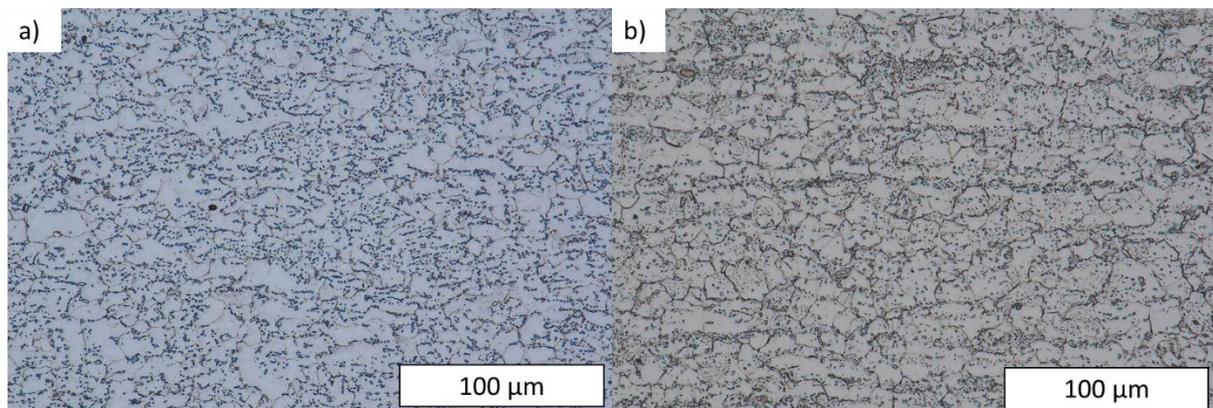


Figure 126 : Microstructure initiale après attaque au Nital des deux aciers a) C18E et b) 22MnB5

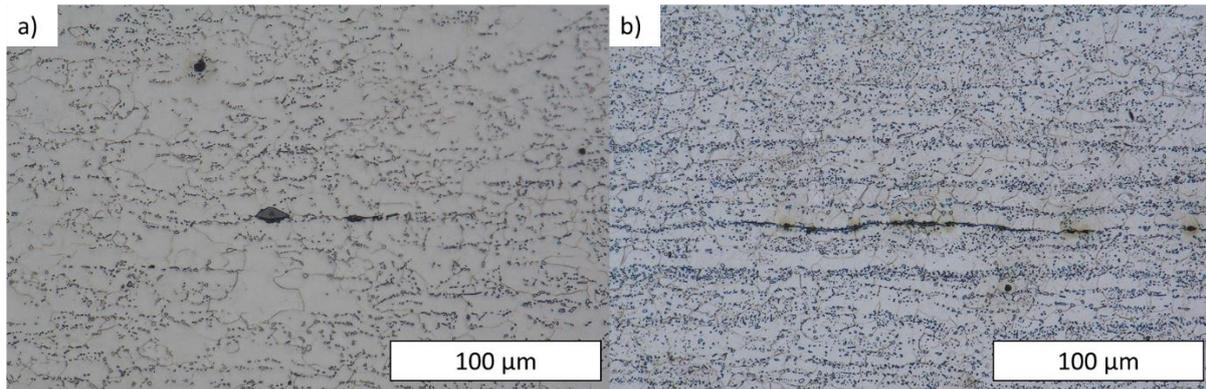


Figure 127 : Microstructure à cœur, après attaque au Nital, des deux aciers a) C18E et b) 22MnB5, révélant la présence d'inclusions de type sulfures

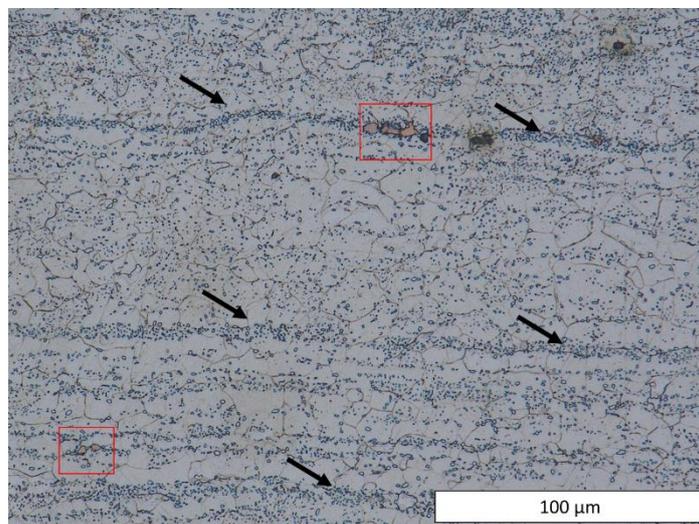
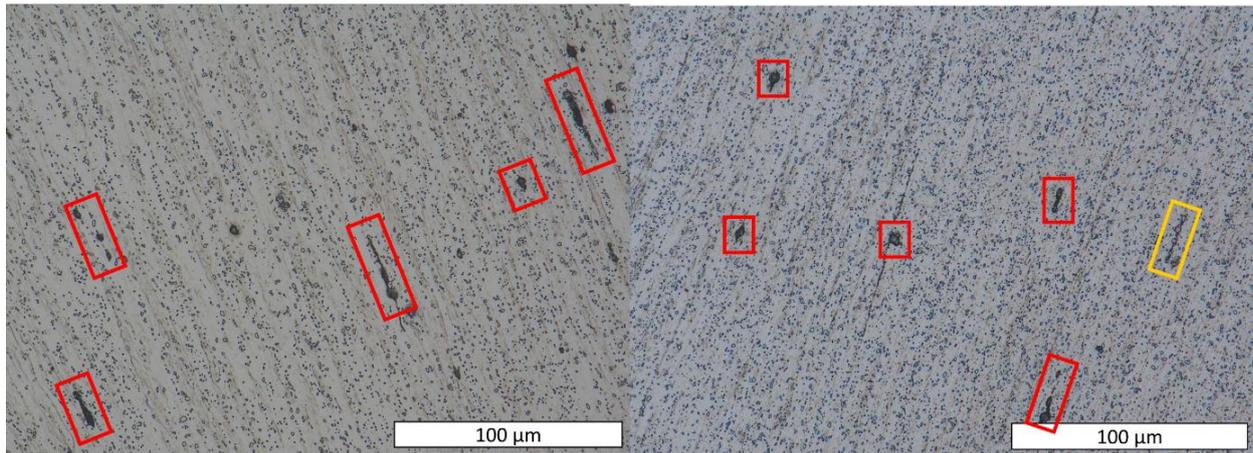


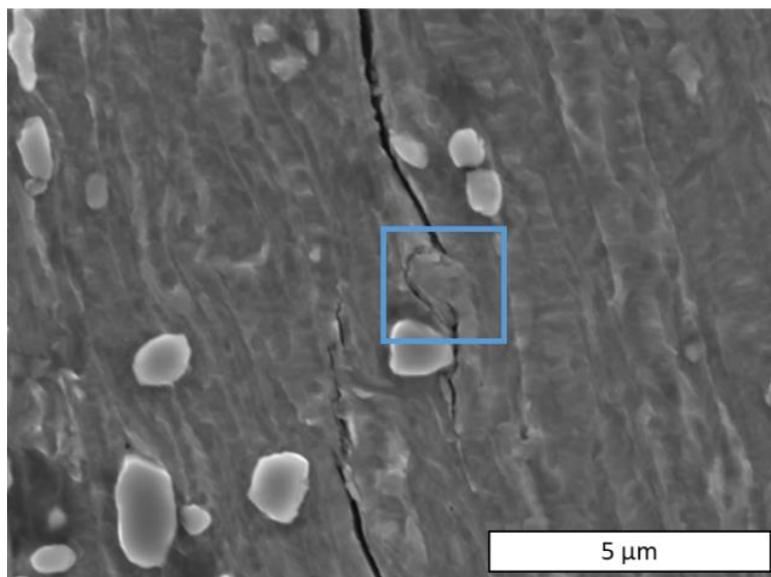
Figure 128 : Microstructure à cœur, après attaque au Nital, de l'acier 22MnB5, révélant la présence de bandes de ségrégations (flèches noires) et d'inclusions de type nitrures (cadres rouge)

Après mise en forme des pièces, les inclusions dans la matière sont toujours présentes, et particulièrement visibles dans la zone écrouie (Figure 129). Ces inclusions semblent s'aligner selon la direction de déformation de la matière. Les inclusions conservent généralement une morphologie telle qu'observée dans la matière initiale, mais des cavités apparaissent autour de certaines (encadrées en rouge sur la Figure 129), même s'il est à noter qu'aucune de ces cavités n'a été observée autour des nitrures (cadre jaune).



**Figure 129 : Microstructures, après attaque au Nital, de la zone écrouie des pièces mises en forme par semi-découpe, pour les aciers a) C18E et b) 22MnB5. Les inclusions type nitrures sont encadrées en jaune et les autres inclusions, présentant des cavités autour, sont encadrées en rouge**

Dans la plupart des échantillons, ces cavités ne semblent pas être à l'origine de la fissuration observée. Cependant, pour les échantillons où la présence de fissures a été détectée (cf. Tableau 35), des inclusions non-métalliques dans la zone d'initiation sont observées (Figure 130, cadre bleu).



**Figure 130 : Micrographie MEB d'un échantillon après semi-découpe selon la configuration diamètre de matrice 9,9 mm et hauteur de semi-découpe 3,2 mm. Encadrée en bleu une inclusion non métallique, avec des cavités visibles autour d'elle**

## 4.2 Identification des inclusions

Pour caractériser plus finement les inclusions visibles par microscopie optique dans les échantillons semi-découpés, des analyses chimiques élémentaires ont été menées au niveau de la zone écrouie de

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

la semi-découpe, en utilisant une microsonde de Castaing<sup>2</sup>. Cette technique, d'une grande sensibilité de détection, permet d'identifier des éléments résiduels à échelle macroscopique dans la matière. Nous nous sommes principalement concentrés sur la détection du soufre, du phosphore, du calcium, de l'aluminium, du magnésium, du titane, du vanadium, du manganèse et du silicium, éléments résiduels et/ou carburigènes que l'on sait présents dans les deux aciers. A la suite de ces analyses, des cartographies des inclusions présentes dans la zone écrouie ont été réalisés par EDS, à échelle microscopique, cette fois, dans le MEB, en se focalisant sur ces mêmes éléments. Trois types d'inclusions ont ainsi pu être mis en avant.

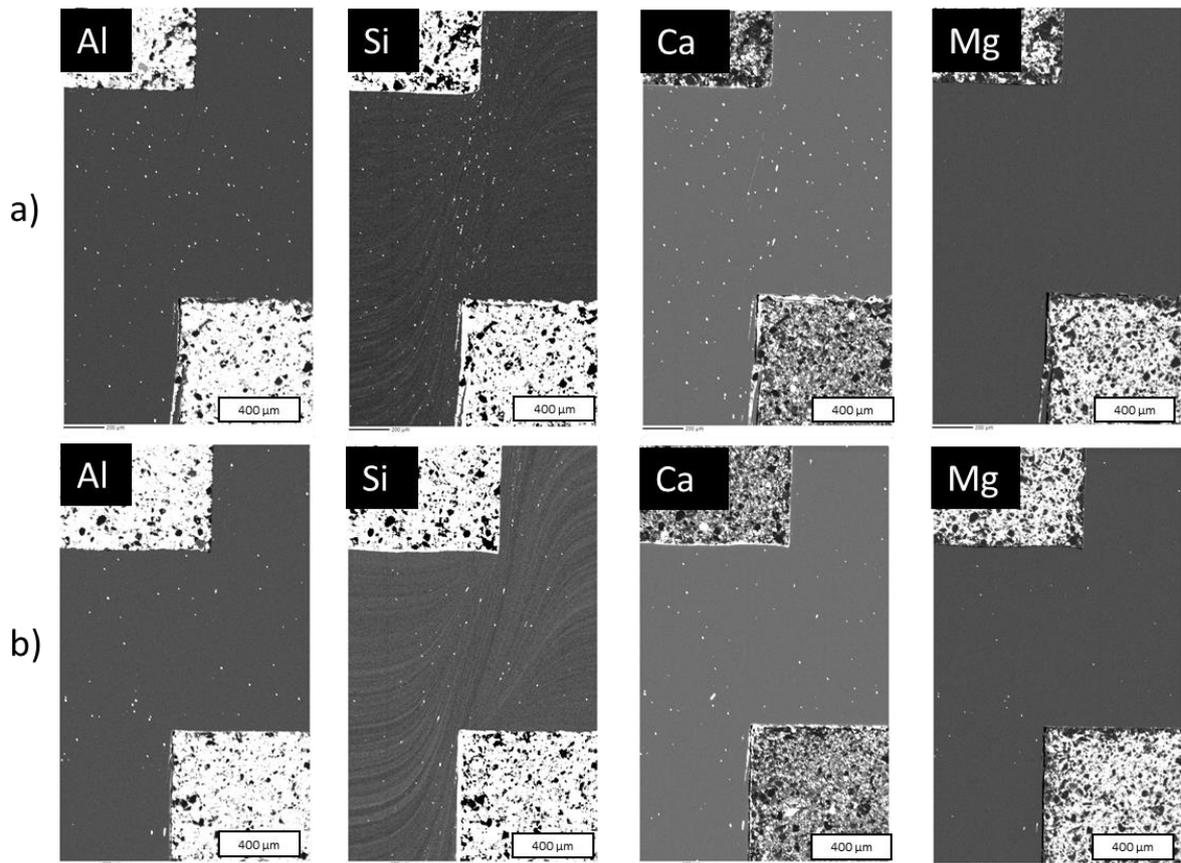
### 4.2.1 Inclusions de type alumino-calciques

Les inclusions alumino-calciques sont un type de précipités non-métalliques fréquemment rencontrés dans les aciers. De formule chimique  $Al_2O_3 - (Ca, Mg)O$ , ils peuvent être identifiés par la présence d'aluminium, de calcium et de magnésium.

La Figure 131 montre la répartition et la concentration macroscopique de ces éléments dans les deux aciers étudiés, telle qu'obtenue par analyse à la sonde de Castaing. On note que cette répartition est différente suivant l'acier considéré. Pour l'acier C18E, l'aluminium, le calcium et le silicium semblent fortement présents dans la zone écrouie (points clairs concentrés dans la zone écrouie sur les cartographies). De plus, des lignes montrant une augmentation de la concentration en silicium sont visibles (présence de lignes blanches de forte intensité lumineuses). Pour l'acier 22MnB5, on note d'une part une concentration en aluminium, silicium, calcium et magnésium moindre que pour l'acier C18E, ce qui est lié à une propreté inclusionnaire supérieure pour l'acier 22MnB5. D'autre part, aucune localisation particulière de ces éléments n'est observée dans la zone écrouie.

---

<sup>2</sup> Prestation externe : Bureau Véritas Pessac



**Figure 131 : Cartographies élémentaires de la zone écrouie de semi-découpe obtenues par sonde de Castaing, représentant l'aluminium, le silicium, le calcium et le magnésium dans les deux aciers a) C18E et b) 22MnB5 (les points blancs correspondent à la présence de l'élément considéré en forte concentration, potentiellement sous forme d'inclusion)**

Les zones inclusionnaires ont ensuite été étudiées par EDS dans le MEB. Des cartographies chimiques de zones proches des fissures et à cœur des échantillons ont été réalisées.

Nous avons identifié dans les deux aciers, des inclusions présentant de l'aluminium, du calcium et du magnésium, au niveau des points d'initiation de fissures, tel que visible sur la Figure 132 et la Figure 133 (les flèches rouges soulignent les fissures initiées sur l'inclusion étudiée).

Une quantification des éléments présents dans l'inclusion observée dans l'acier C18E montre qu'elle est composée de 40% d'oxygène, de 43% d'aluminium, de 7% de calcium, 5% de manganèse et des traces de magnésium et silicium (% massiques). Pour l'inclusion de l'acier 22MnB5, les pourcentages massiques de magnésium et de calcium dans l'inclusion sont plus élevés, proches de 8%, tandis que les pourcentages d'oxygène et d'aluminium restent dans les mêmes ordres de grandeurs que pour l'acier C18E.

D'autres inclusions de ce type ont été observées dans les deux aciers, majoritairement dans l'environnement des fissures. Lors de la déformation, les inclusions fragiles ne semblent pas se

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

déformer, mais des cavités se créent de part et d'autre de l'inclusion dans le sens de la déformation, et initient la fissuration. Ceci est avéré par la présence de ce type d'inclusion sur les faciès de rupture de l'acier C18E (Figure 134). Le début de fissuration (cadre rouge) suit la direction de traction (double flèche en bas à gauche de l'image) depuis l'inclusion (flèche).

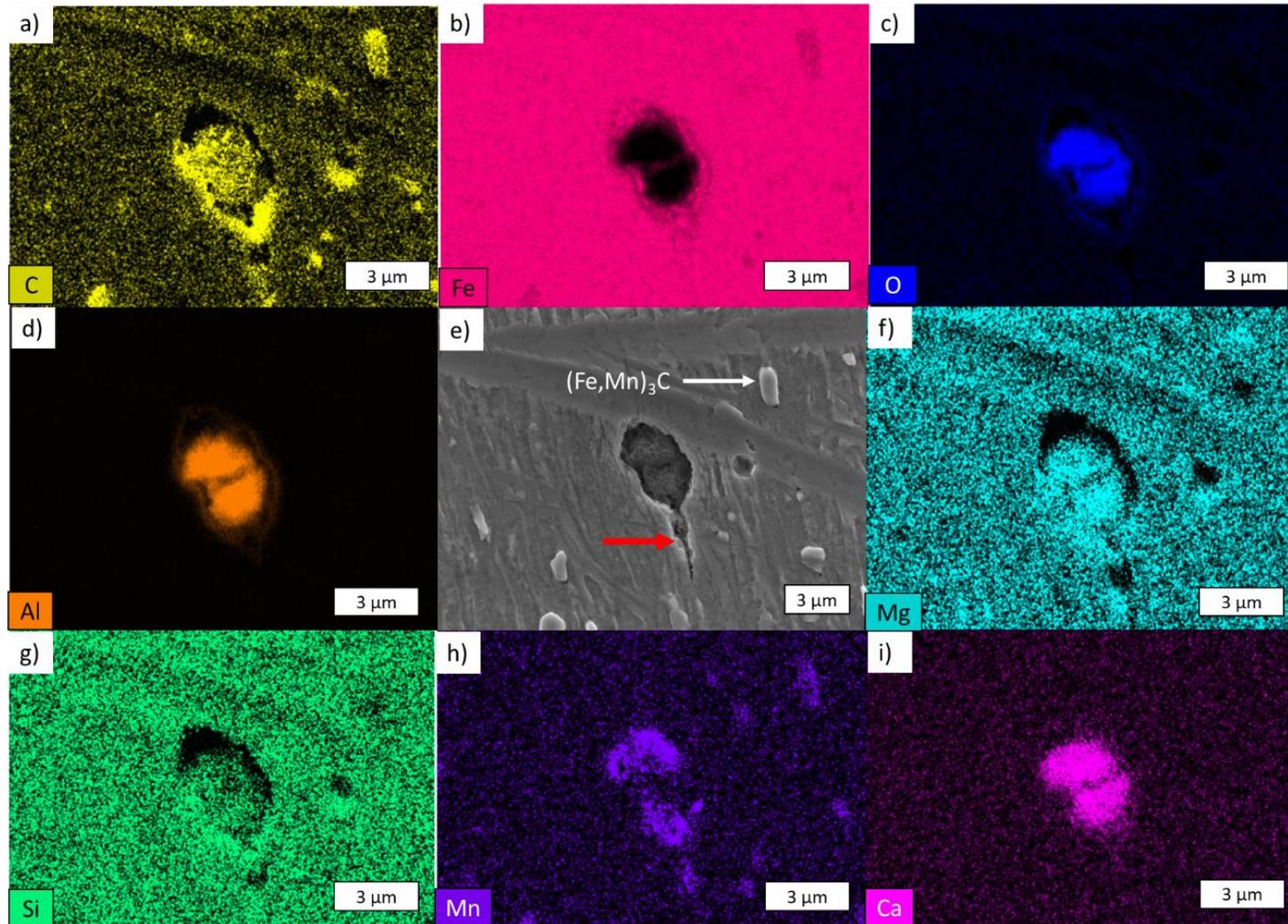


Figure 132 : Initiation de fissure sur une inclusion (micrographie en e)), pour l'échantillon en acier C18E après semi-découpe suivant la configuration expérimentale telle que hauteur de semi-découpe 3.2 mm et diamètre de matrice 9.9 mm. Les cartographies EDS des éléments (en couleurs aléatoires) présentent la concentration de différents éléments a) carbone, b) fer, c) oxygène, d) aluminium, f) magnésium, g) silicium, h) manganèse et i) calcium

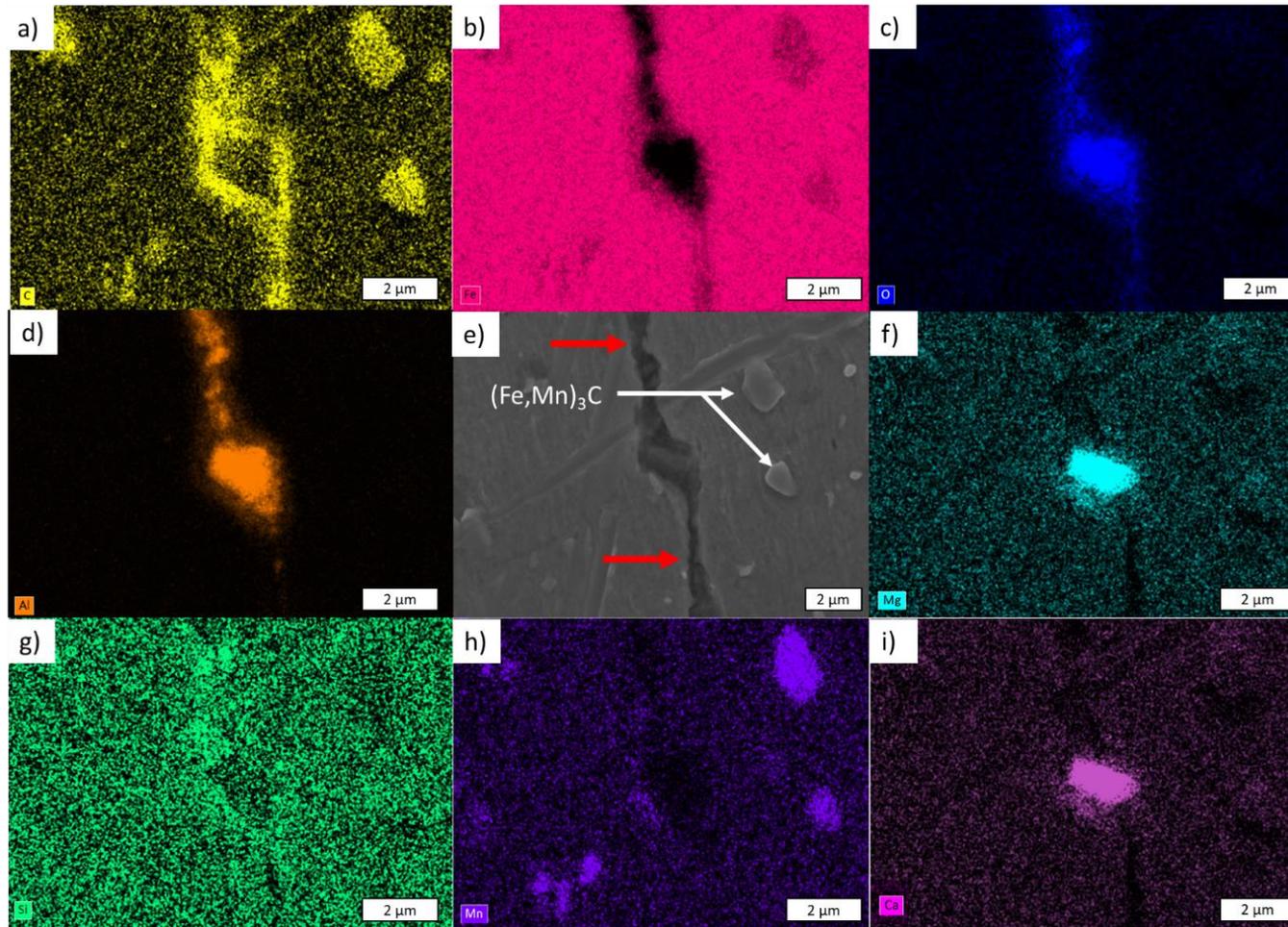


Figure 133 : Inclusion au cœur d'une fissure (micrographie en e) pour l'échantillon d'acier 22MnB5, pour la configuration hauteur de semi-découpe 3.2 mm et diamètre de matrice 9.9 mm. Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires représentent la répartition des différents éléments considérés : a) carbone, b) fer, c) oxygène, d) aluminium, f) magnésium, g) silicium, h) manganèse et i) calcium. Les globules pointés en blanc sont des carbures  $(Fe,Mn)_3C$ , inhérents à la matière

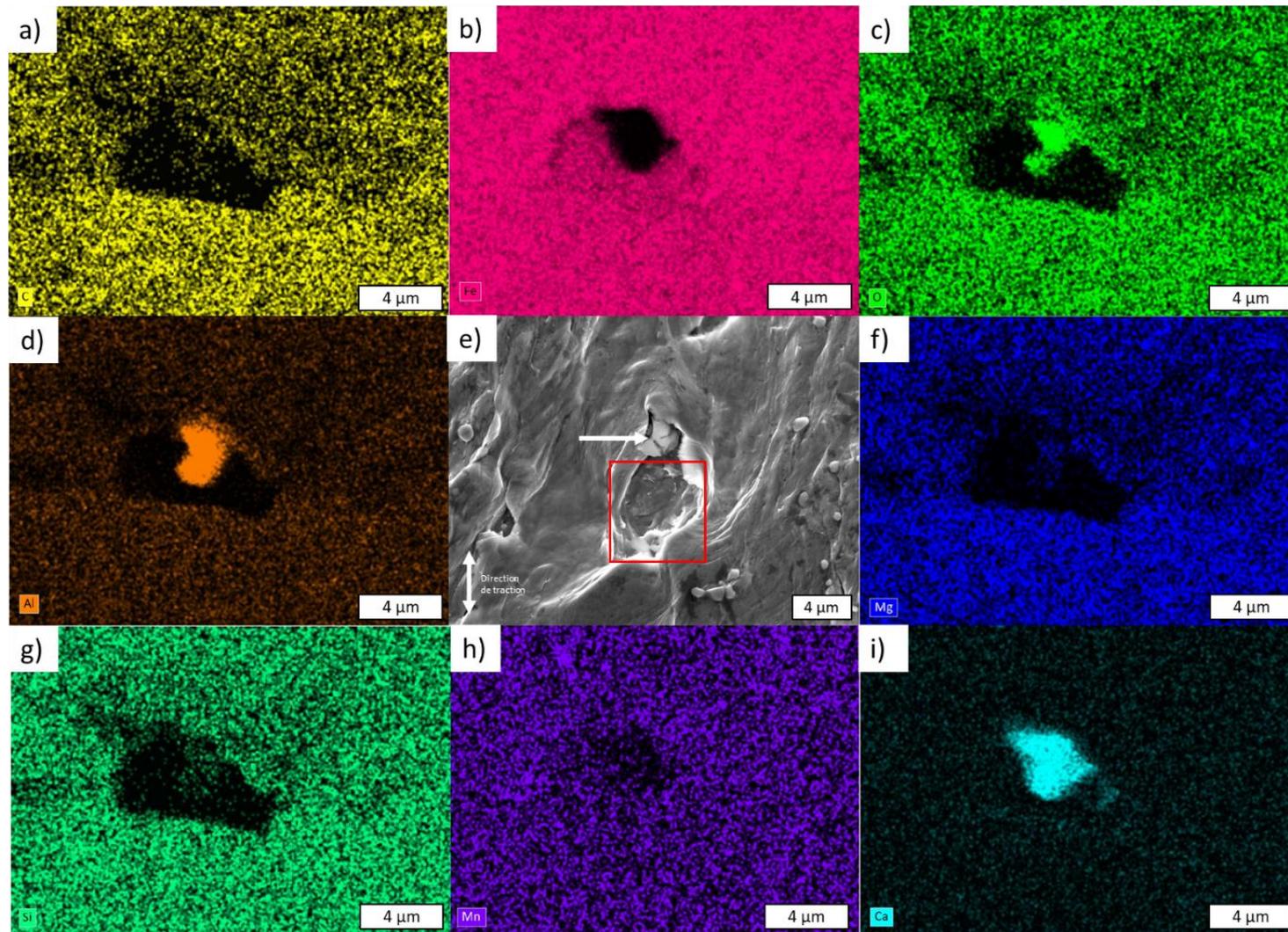
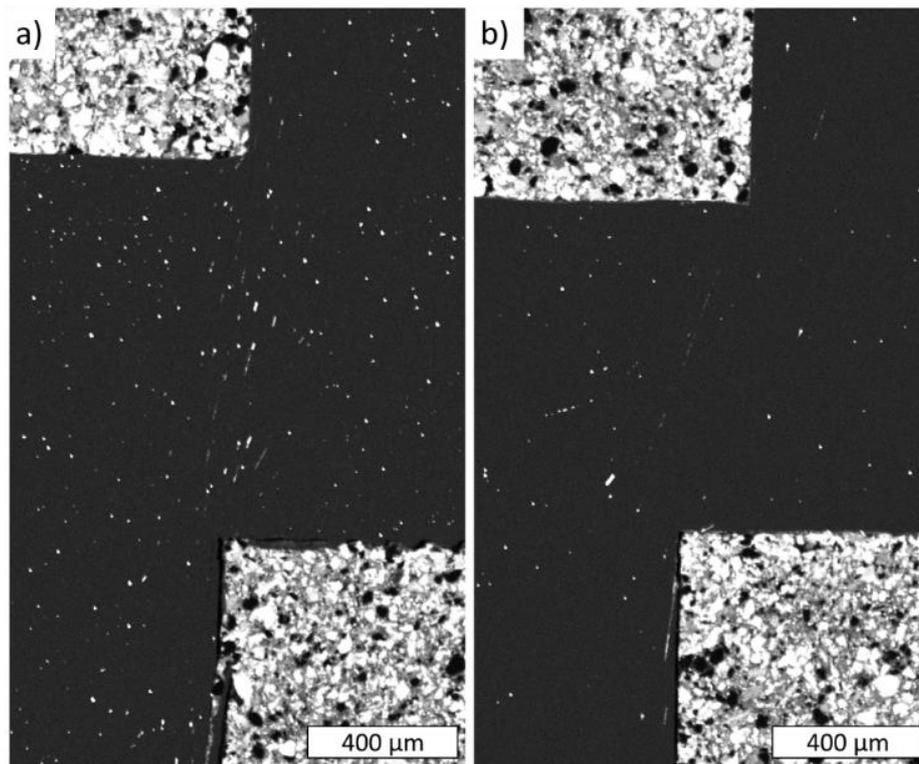


Figure 134 : Aluminate de calcium identifié lors de l'étude du faciès de rupture d'un acier C18E (micrographie en e)). Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : a) carbone, b) fer, c) oxygène, d) aluminium, f) magnésium, g) silicium, h) manganèse et i) calcium

#### 4.2.2 Inclusions de type sulfures

D'autres inclusions ont été observées par microscopie optique dans les zones écrouies des deux aciers après découpage fin, en particulier des inclusions de type sulfure (Figure 128). Ces inclusions sont facilement reconnaissables à leur forme allongée selon le sens de déformation de la matière.

L'analyse chimique élémentaire à la microsonde de Castaing révèle de manière macroscopique la présence de soufre, fortement localisé dans la zone écrouie pour l'acier C18E (Figure 135 a)) alors qu'il est observé en plus faible concentration dans la zone écrouie de l'acier 22MnB5 (3.5% de soufre détecté dans la zone écrouie pour l'acier C18E contre 1% pour le 22MnB5) (Figure 135).



**Figure 135 : Cartographie du soufre réalisée par analyse à la microsonde de Castaing pour les aciers a) C18E et b) 22MnB5**

L'observation à échelle microscopique au MEB des échantillons, couplée à des analyse EDS, permet d'identifier ses inclusions, de type sulfure de manganèse (MnS) (Figure 136 et Figure 137). Ces inclusions sont principalement présentes dans l'acier C18E pour lequel une quantité résiduelle de soufre supérieure dans la zone écrouie est montrée par les analyses à la sonde de Castaing.

Certaines de ces inclusions ont été allongées dans le sens de la déformation, sans provoquer de fissuration (Figure 137), d'autres sont présentes dans des fissures (Figure 136).

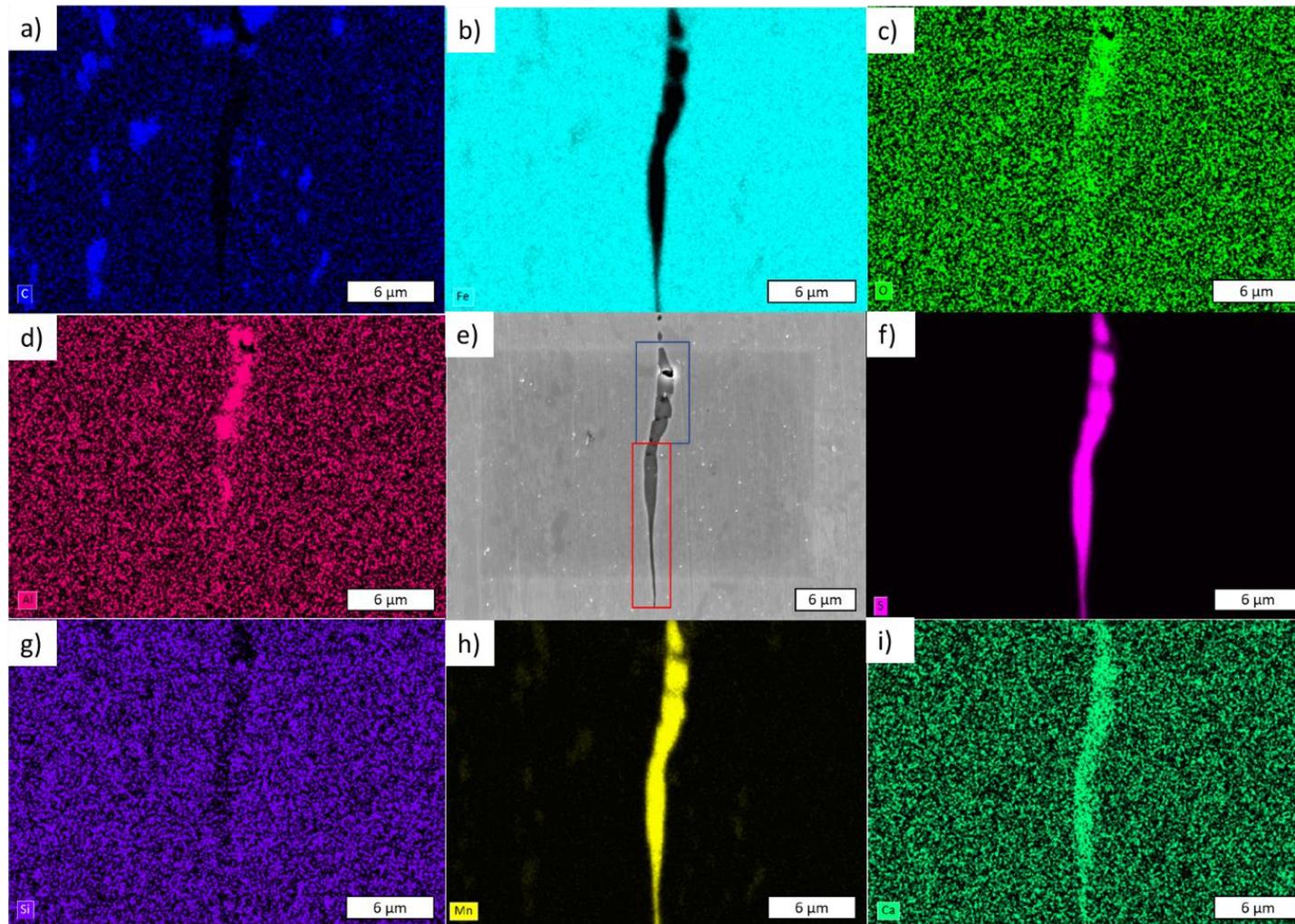


Figure 136 : Sulfure de manganèse allongé (cadre rouge) selon le sens de la déformation et aluminates de calcium entouré de sulfure de manganèse (cadre bleu) (micrographie en e)), observés dans un échantillon d'acier C18E semi-découpé selon la configuration hauteur de semi-découpe 0.8 mm diamètre de matrice 9.9 mm. Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : a) Carbone, b) Fer, c) Oxygène, d) Aluminium, f) Soufre, g) Silicium, h) Manganèse et i) Calcium

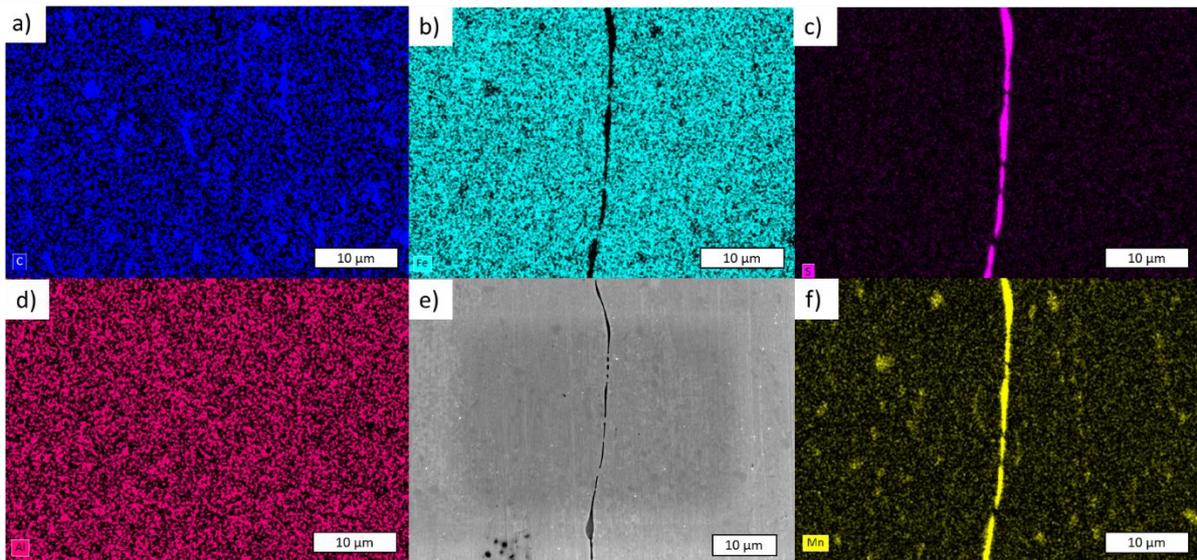


Figure 137 : Sulfure de manganèse allongé selon le sens de la déformation (micrographie en e)), n'ayant pas provoqué de fissuration, observé dans un échantillon d'acier C18E après semi-découpe, selon la configuration hauteur de semi-découpe 0.8 mm diamètre de matrice 9.9 mm. Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : a) carbone, b) fer, c) soufre, d) aluminium, et f) manganèse

#### 4.2.3 Les nitrures

Un autre type d'inclusions a été identifié dans l'acier 22MnB5 : des nitrures. Les analyses à la microsonde de Castaing ont permis de montrer une forte présence de titane, localisé dans les lignes de flux de la matière, ainsi que du vanadium dans la zone écrouie des échantillons semi-découpés d'acier 22MnB5 (Figure 138), alors que l'acier C18E ne semble pas contenir ses éléments (ou en trop faibles proportions pour être détectées). L'analyse EDS montre en effet la présence de nitrure de titane associée au vanadium (Figure 139).

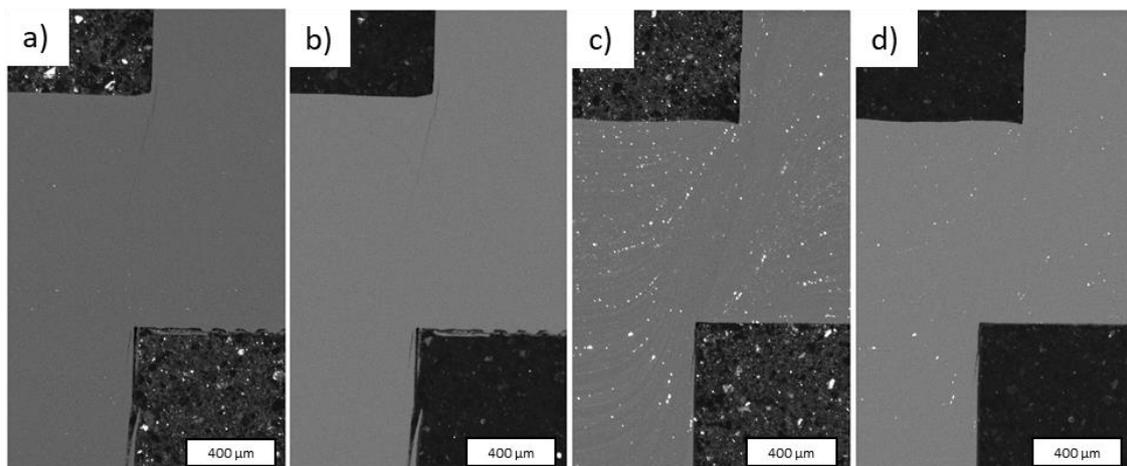
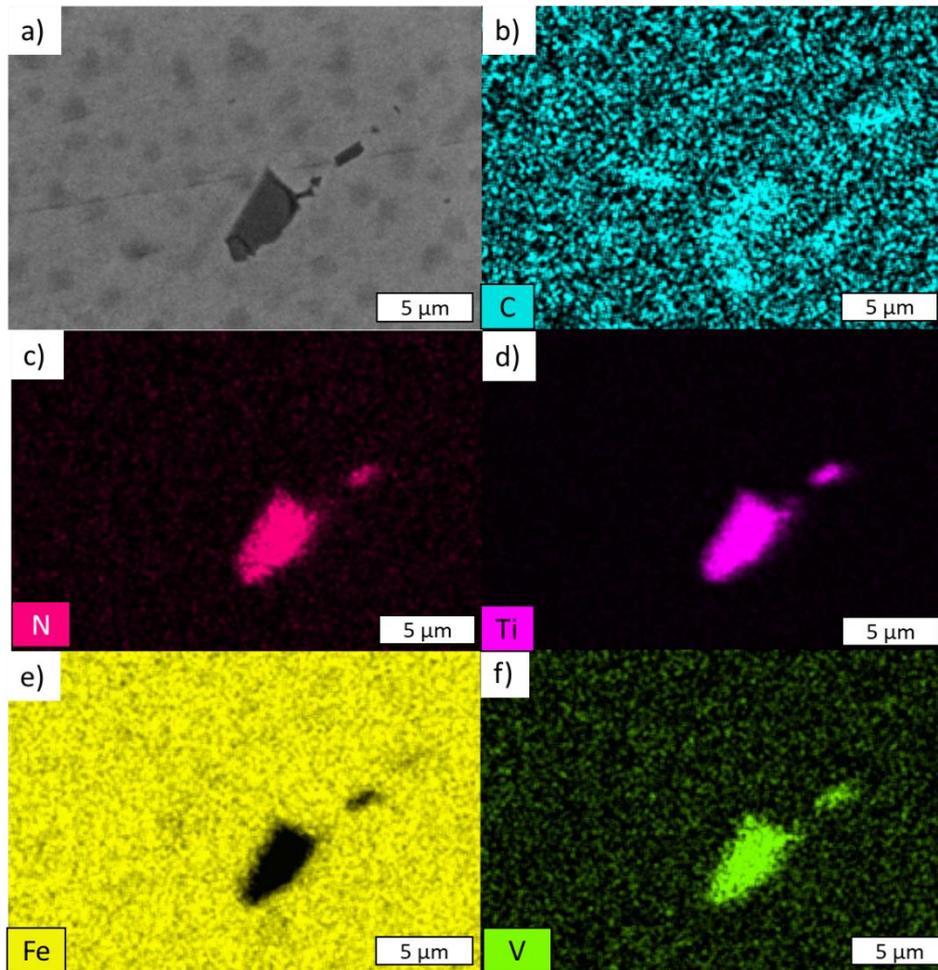


Figure 138 : Cartographies issues de la microsonde de Castaing pour a) C18E, Titane, b) C18E, Vanadium, c) 22MnB5, Titane et d) 22MnB5, Vanadium

Il est à noter que tous les nitrures que nous avons observés dans les aciers 22MnB5 n'étaient jamais associés à des fissures. Certains ont été brisés par la déformation imposée par le procédé de semi-découpe (Figure 129).



**Figure 139 : Nitrure de titane/vanadium (micrographie en a)), observé dans la zone écrouie d'un échantillon semi-découpé d'acier 22MnB5, selon la configuration hauteur de semi-découpe 0.8 mm diamètre de matrice 9.9 mm. Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : b) carbone, c) azote, d) titane, e) fer et f) vanadium**

### 4.2.4 Inclusions mixtes

Un dernier type d'inclusions a été observé, au niveau de faciès de rupture d'échantillons en acier C18E. Ces inclusions, dites « mixtes », sont composées d'un corps de calcium et d'une membrane de sulfure de manganèse, ou d'un corps d'aluminium et de calcium et d'une membrane de sulfure de manganèse (Figure 136 et Figure 140).

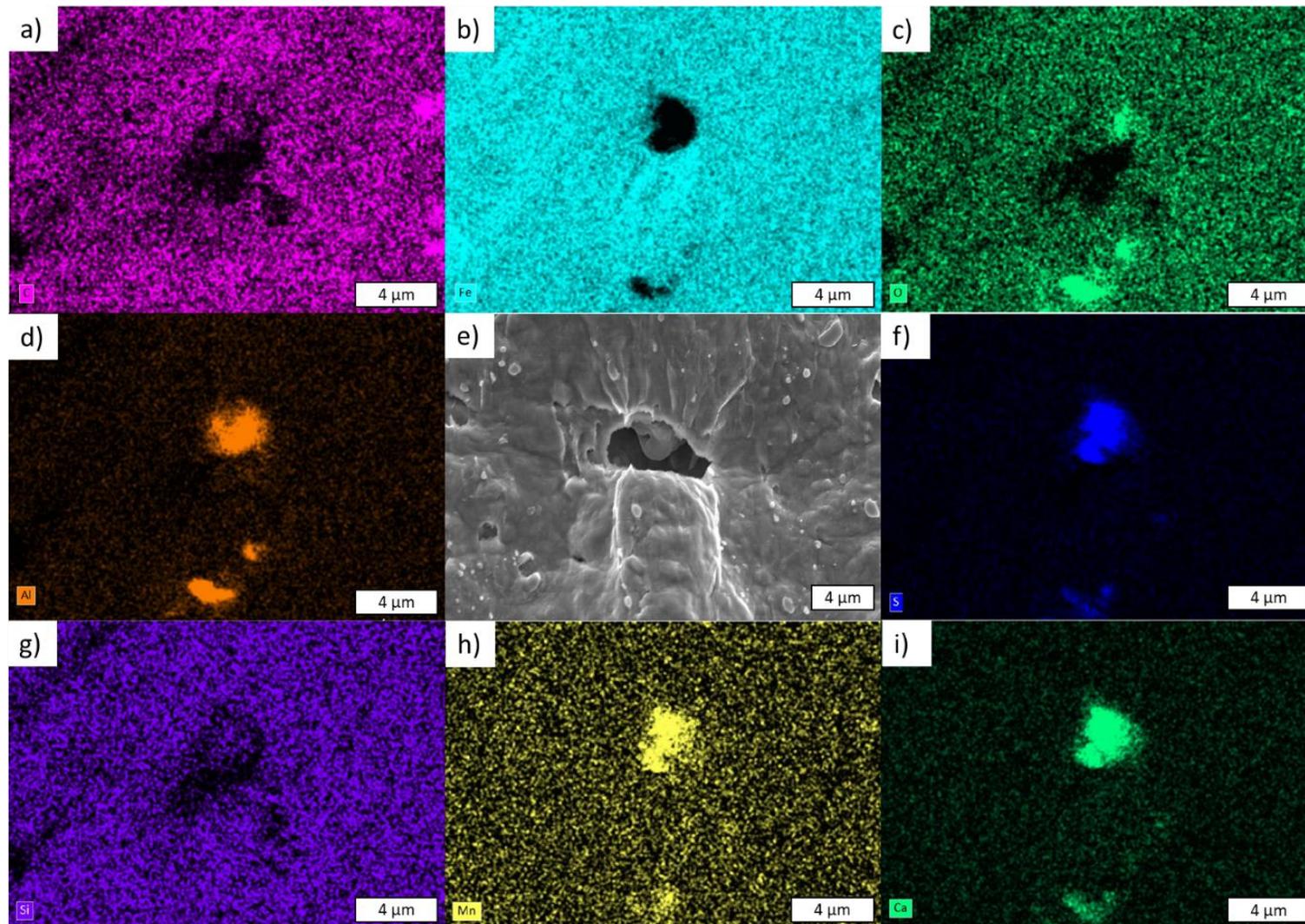


Figure 140 : Aluminat de calcium entourée d'un sulfure de manganèse (micrographie en e)), observé la zone de rupture d'un échantillon d'acier C18E). Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : a) carbone, b) fer, c) oxygène, d) aluminium, f) soufre, g) silicium, h) manganèse et i) calcium

### 4.3 Comportement mécanique des inclusions lors de la mise en forme

Nous avons donc identifié dans nos deux aciers différents types d'inclusions : des aluminates de calcium, des sulfures de manganèse, des nitrures de titane-vanadium, ou encore des inclusions mixtes aluminates de calcium/sulfure de manganèse. Ces inclusions, issues des procédés d'élaboration de l'acier, sont constituées des éléments résiduels difficilement évitables.

#### 4.3.1 Formation des inclusions non-métalliques

Lors des observations et analyses précédentes, des sulfures de manganèse ont été identifiés dans les deux aciers. Le diagramme binaire de ces composés MnS est donné à la Figure 141. L'analyse EDS ne permet pas d'obtenir une quantification fiable des éléments légers, tels que le S. Malgré tout, les quantifications réalisées conduisent à une fraction molaire d'un pour un du S et du Mn, ce qui tendrait à identifier le composé défini MnS.

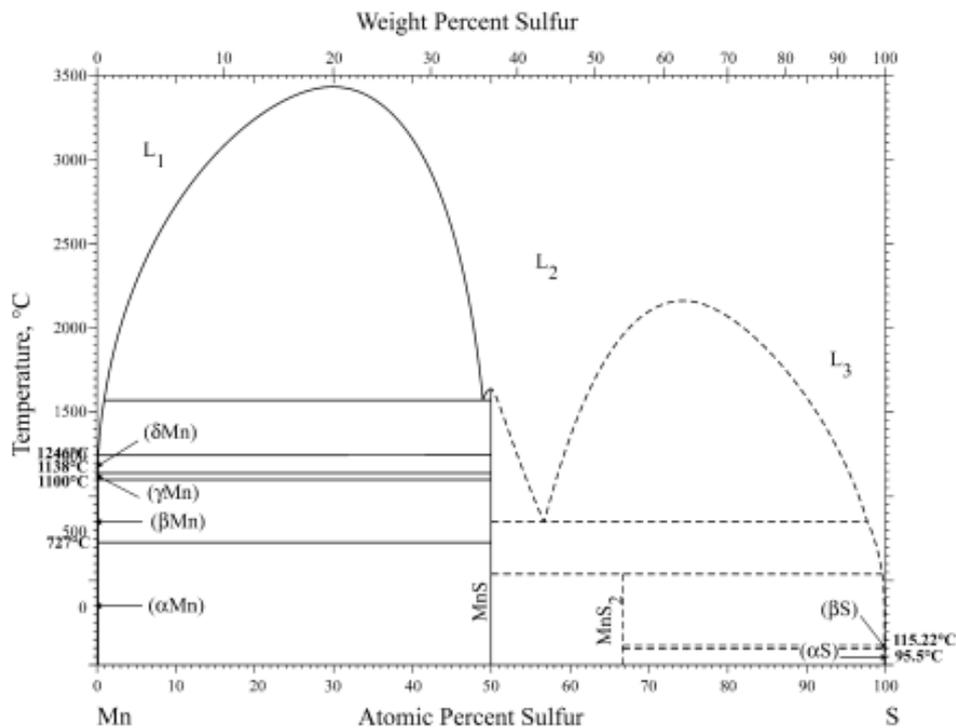


Figure 141 : Diagramme binaire MnS (Okamoto, 2011)

Des inclusions composées d'oxydes de calcium, de magnésium et d'aluminium ont également été identifiées. Les inclusions de ce type sont généralement dues au décollement des composés aluminocalciques déposés sur les parois des buses de coulée.

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

Ces inclusions font donc appel au diagramme ternaire CaO-MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Figure 142 a)) à l'état liquide, disponible dans la base de données du CRCT (Centre for Research in Computational Thermochemistry, Université de Montréal). Ce diagramme, permet d'identifier les différents composés stœchiométriques qui pourraient être obtenus après solidification de l'acier à 1200 °C (Figure 142 b)).

Les lignes du liquidus binaire de la Figure 143 indiquent à quelle température se forment les types d'inclusions stœchiométriques qui pourraient être détectées dans les aciers utilisés. Les inclusions (Ca-Mg)O se forment en premier lors du refroidissement de l'acier liquide, et les inclusions Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO se forment en dernier. Les inclusions qui ont une composition à stœchiométrie un pour un se forment elles à la limite de solidification de l'acier (autour des 1500°C).

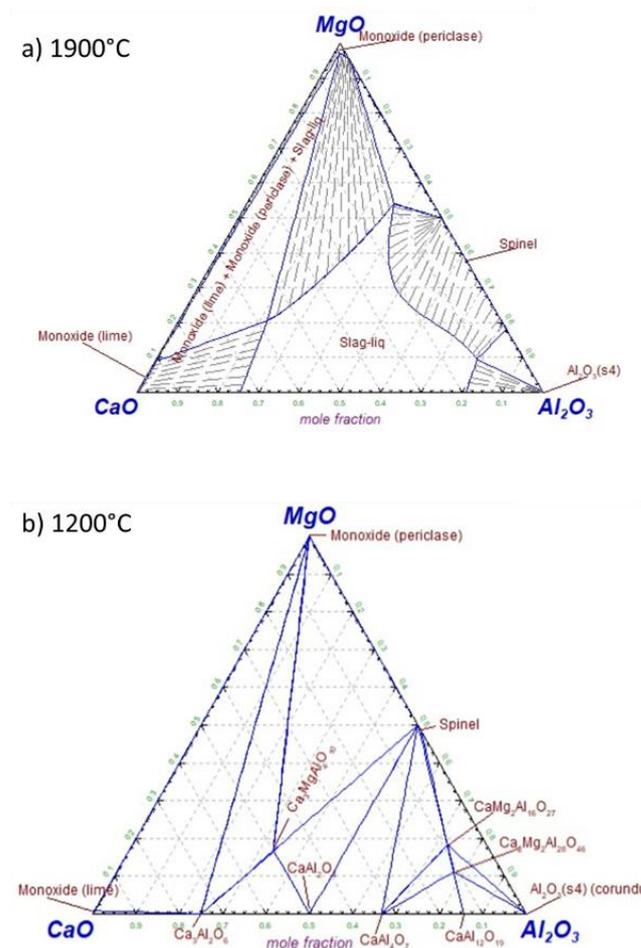


Figure 142 : Diagrammes ternaires MgO-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pour les températures a) 1900 °C et b) 1200 °C (CRCT)

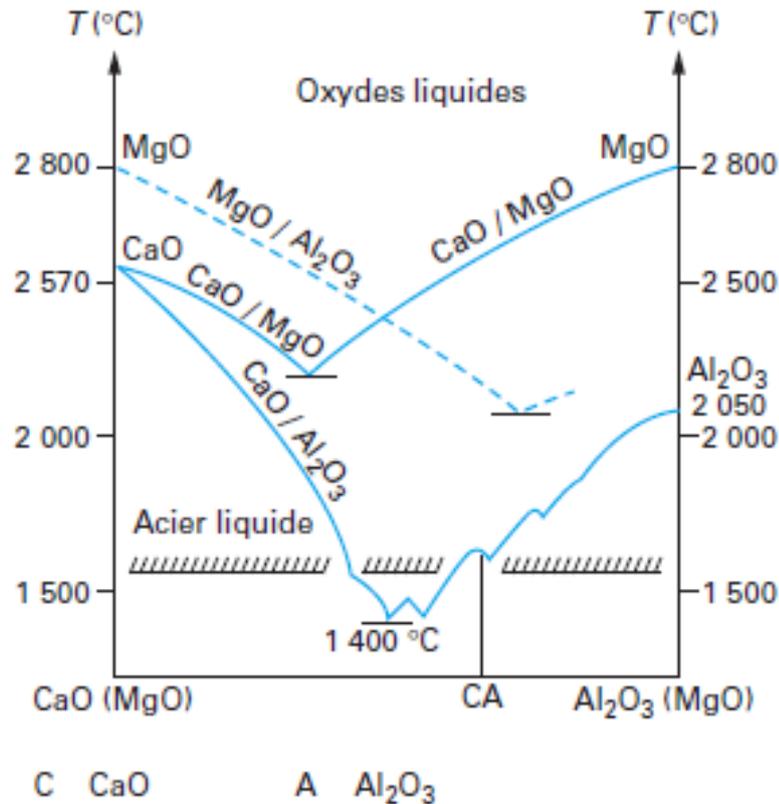


Figure 143 : Diagrammes binaires CaO (ou MgO) –  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (ou MgO) montrant la formation des inclusions solides dans l'acier liquide (Pokorny et al., 1998)

Il en découle qu'en fonction de la teneur en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et en CaO, les inclusions composées d'oxydes de calcium, de magnésium et d'aluminium peuvent se former à très hautes températures, ce qui va impacter leur dissolution lors des traitements thermiques ultérieurs. Les aciers étant pauvres en magnésium, très peu d'inclusions de ce type se forment à haute température (2200 °C) mais la majorité de celles-ci se forment autour de 1400-1500 °C.

Plusieurs types d'inclusions mixtes  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CaO}$  se forment lors du refroidissement de l'acier au cours de la coulée, ce jusqu'à 1400 °C. Un mélange peut alors se produire à haute température avec les MnS, composé stœchiométrique du diagramme binaire MnS solidifiant autour de 1600 °C. A cette température, des inclusions mixtes MnS- $\text{Al}_2\text{O}_3$ -CaO peuvent se former en proportion équivalente (Figure 144).

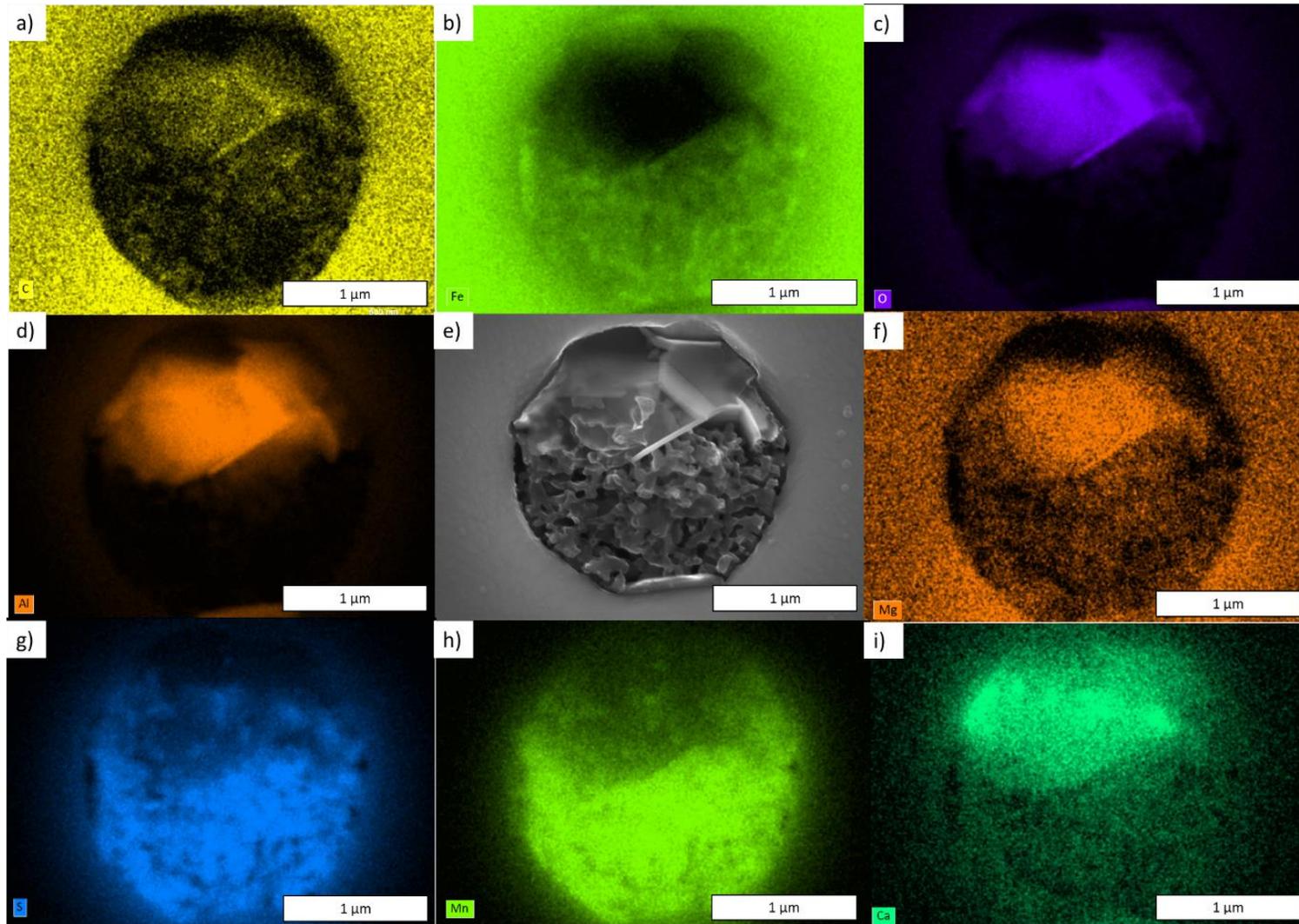


Figure 144 : Inclusion mixte aluminat de calcium – sulfure de manganèse (micrographie en e)), observée dans l'acier C18E non déformé. Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : a) carbone, b) fer, c) oxygène, d) aluminium, f) magnésium, g) soufre, h) manganèse et i) calcium

### 4.3.2 Propriétés mécaniques de l'inclusion lors de la mise en forme

Les inclusions identifiées possèdent des comportements mécaniques propres lorsqu'elles sont soumises à une sollicitation mécanique (comportements fragiles ou ductile selon le type d'inclusion). Dans la littérature, il est désormais admis que ces inclusions concentrent les contraintes autour d'elles, et des modèles de formation de la fissuration lors de procédés de mise en forme des aciers ont été développés.

Kuhlmann-Wilsdorf et Thomason (Kuhlmann-Wilsdorf et *al.*, 1982) ont décrit un processus de décohésion autour d'une particule d'alumine, provoquant la création d'une fissure suivant le sens de la déformation appliquée. La fissure s'initie où la concentration de contrainte est la plus grande, c'est-à-dire autour de l'inclusion d'alumine.

Eid et Thomason (Eid et *al.*, 1979) ont montré une décohésion autour des particules d'alumine (ou les sulfures de manganèse). Cette décohésion est accentuée par l'application de fortes déformations, et entraîne par la suite l'apparition de fissure. Wang (Wang et *al.*, 2020) a montré l'impact des inclusions de MnS sur la fissuration à haute température. La création de cavités autour des sulfures de manganèse, et l'augmentation de la vitesse de propagation des fissures en présence de ces sulfures, induisant une réduction de la plasticité de l'acier, ont été observés dans l'acier C18E. Pendant la déformation, les amorces de fissures se transforment et provoquent la fissuration interne observée. Une réduction de la plasticité de l'acier est alors notée conduisant à une réduction de sa formabilité.

Dans l'acier 22MnB5, les sulfures de manganèse ne sont pas observés, au contraire des nombreux nitrures de titane. Ces nitrures, très fragiles, ne se déforment pas lors de la mise en forme de l'acier. Il se brisent sans entraîner la formation de cavité, ni de fissuration. Les amorces de fissures observées sur l'acier 22MnB5 proviennent principalement d'inclusions de type alumino-calciques, très peu nombreuses.

En conclusion de ce chapitre, nous avons montré que les propriétés mécaniques des deux aciers ne sont pas impactées par les vitesses de déformations utilisées. L'outil de caractérisation créé pour reproduire le procédé de semi-découpe a permis la fabrication d'échantillons suivant neuf configurations de mise en forme différentes pour les deux aciers. La caractérisation géométrique et métallurgique de ces échantillons a mis en avant les variabilités des diamètres obtenus pour le C18E. Une variabilité de composition des phases a été à nouveau observée dans cet acier, et pourrait expliquer les différences dimensionnelles.

## Chapitre 5 : Influence du découpage fin sur les microstructures et les propriétés

De nombreuses inclusions ont également été détectées dans les deux aciers. Les inclusions alumino-calciques, repérées dans l'acier C18E en très grand nombre, se retrouvent dans la plupart des cas à l'origine de la fissuration interne. Sur ce même acier, des fissures ont aussi été détectées se propageant le long des sulfures de manganèse allongés. Pour le 22MnB5, très peu d'inclusions alumino-calciques ont été observées et les sulfures de manganèse sont rarement repérés, ce qui limite la propagation des fissures en interne. En revanche, l'acier 22MnB5 présente un grand nombre des nitrures de titane, mais ils se révèlent sans impact sur la fissuration.

Le traitement thermique de carbonituration réalisé les pièces semi-découpées confirme les résultats déjà obtenus, favorisant l'utilisation de l'acier 22MnB5 avec ce procédé, une structure martensitique étant obtenue pour l'ensemble des configurations. Cependant, les fissures obtenues dans le C18E semblent ne plus être présentes après la carbonituration. Ceci pourrait être expliqué par le fait que lors de l'austénitisation, la dilatation permettrait de reboucher les fissures obtenues après semi-découpe. De futures investigations permettront de vérifier cette hypothèse.

Finalement, le 22MnB5 possède des propriétés mécaniques permettant une formabilité identique, voire supérieure, au C18E, grâce à l'absence d'inclusions en décohésion avec la matière. De plus sa trempabilité permet l'obtention d'une microstructure stable en fonction des lots utilisés et n'entraîne pas de variabilité en fonction des vitesses de trempe choisies.

# Conclusion générale

---

## Bilan des travaux effectués :

Le principal objectif de cette thèse était d'apporter une meilleure compréhension du comportement des aciers usuellement utilisés pour la fabrication des flasques mobiles chez Forvia Faurecia. Dans un second temps, une nouvelle nuance d'acier devait être recherchée et testée, selon les critères suivants : d'excellentes propriétés de formabilité et de trempabilité, tout en garantissant la soudabilité, une disponibilité mondiale, un coût contenu, et utilisable sans modifier les paramètres des procédés déjà en place chez Forvia Faurecia. L'acier 22MnB5 a ainsi été étudié.

L'étude bibliographique a présenté les procédés utilisés industriellement pour la fabrication des flasques mobiles. Cette étude a montré des manques dans (i) la compréhension des comportements en trempe des aciers bas carbone, et de l'influence de (ii) la taille des grains austénitiques sur les propriétés physicochimiques après refroidissement. De plus, le rôle de certains éléments chimiques (résiduels), pouvant former des inclusions dans la matière, n'est pas bien compris pendant le procédé de semi-découpe, les propriétés de mise en forme n'étant pas seulement liées aux propriétés mécaniques des inclusions.

Le comportement en semi-découpe des aciers a finalement été étudié grâce à un outil de caractérisation modulable.

Etant connu que la taille des grains austénitiques permet de modifier les phases présentes après refroidissement, un protocole faisant varier les températures d'austénitisation et les temps de maintien a été mis en place pour visualiser les conséquences sur la microstructure des aciers. A l'issue de cette étude, les diagrammes TRC des deux aciers ont été tracés.

Pour résumer, ce travail de doctorat a donc permis de mettre en avant quatre aspects :

- L'acier 22MnB5 présente des propriétés mécaniques proches de celles de l'acier C18E, actuellement utilisé par Forvia Faurecia pour fabriquer les flasques mobiles, nécessaire à la mise en forme des pièces par découpage fin.
- Les propriétés physicochimiques face aux traitements thermiques du 22MnB5 sont supérieures à l'acier C18E. L'augmentation du pourcentage en manganèse et la présence de bore sont des éléments clés permettant d'obtenir une structure martensitique supérieure à 95% dès une vitesse de refroidissement de 25 °C/s. La vitesse de trempe doit être augmentée à plus de 250 °C/s pour obtenir des résultats similaires avec l'acier C18E. Considérant la

structure martensitique de l'acier 22MnB5 après trempe, les paramètres mécaniques obtenus en traction et la dureté montrent des valeurs avantageuses pour l'acier 22MnB5.

- Aucune évolution de la taille de grain austénitique n'a été observée par traitement thermique pour l'acier 22MnB5, quelle que soit la température d'austénitisation et temps de maintien choisis, avec une taille de grain austénitique autour des 40 µm. Les nitrures de titane, présents dans l'acier 22MnB5, bloquent la croissance des grains austénitiques lors de l'austénitisation. Au contraire, l'acier C18E, dépourvu de nitrures, voit ses grains croître avec l'augmentation de la température d'austénitisation.
- Des essais de semi-découpe, selon plusieurs configurations, ont mis en évidence le rôle des inclusions dans la fissuration internes apparaissant au cours de la mise en forme. Les inclusions alumino-calciques montrent un comportement fragile lors de la déformation, entraînant la création de cavités autour de l'inclusion, et donc des amorces de fissures. De la même façon, les sulfures de manganèse créent une décohésion avec la matière lors de la déformation. Lorsqu'une fissure se propage, et arrive dans l'environnement du sulfure de manganèse, la propagation de cette fissure est favorisée par la décohésion présente. Un contrôle inclusionnaire des aciers est donc primordial pour éviter la fissuration interne lors des étapes de semi-découpe. Les inclusions sont plus nombreuses dans l'acier C18E que pour le 22MnB5. Les taux de soufre, de calcium et d'aluminium sont plus faibles dans l'acier 22MnB5, de telle sorte que les inclusions de type alumino-calciques, provoquant l'initiation des fissures, sont peu présentes dans le 22MnB5, qui fissure donc moins lors de la mise en forme.

L'acier 22MnB5 testé semble donc un bon remplaçant de l'acier C18E pour la fabrication des flasques mobiles par Forvia Faurecia. En effet, il présente des propriétés mécaniques lui permettant d'être mis en forme par découpage fin, une excellente trempabilité face aux différents traitements thermiques utilisés, une stabilité microstructurale après trempe, et l'absence d'éléments favorisant la formation d'inclusions provoquant les fissures internes.

### **Perspectives :**

Comme perspectives industrielles à ces travaux de recherche, un troisième acier, le 16MnCr5 est considéré. Le diagramme TRC (Figure 145) de cet acier montre en effet ses meilleures capacités face au traitement thermique par rapport au C18E, mais sa trempabilité reste inférieure à celles de l'acier 22MnB5. Les microstructures obtenues après trempe sur l'acier 16MnCr5 confirment la présence d'une structure mixte ferrite-bainite-martensite pour les vitesses de refroidissement les plus lentes utilisées, comme pour l'acier C18E.





## Références bibliographiques

---

- Andrews, K. W. (1965). Heat Treatment for Improvement in Low Temperature Mechanical Properties of 0.40 pct C-Cr Steels. *The Journal of the Iron and Steel Institute*, 203, 721.
- Bhadeshia, H., & Christian, J. (1990). Bainite in steels. *Metallurgical Transactions A*, 21(3), 767-797. <https://doi.org/10.1007/BF02656561>
- Bhadeshia, H., & Edmonds, D. (1980). Mechanism of bainite formation in steels. *Acta Metallurgica*, 28(9), 1265-1273. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(80\)90082-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(80)90082-6)
- Bhadeshia, H., & Honeycombe, R. (2017a). Bainite. In *Steels: Microstructure and Properties* (p. 179-202). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100270-4.00006-8>
- Bhadeshia, H., & Honeycombe, R. (2017b). Formation of Martensite. In *Steels: Microstructure and Properties* (p. 135-177). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100270-4.00005-6>
- Białobrzeska, B. (2021). Effect of alloying additives and microadditives on hardenability increase caused by action of boron. *Metals*, 11(4). <https://doi.org/10.3390/met11040589>
- Celada-Casero, C., Sietsma, J., & Santofimia, M. J. (2019). The role of the austenite grain size in the martensitic transformation in low carbon steels. *Materials and Design*, 167. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107625>
- Chadha, K., Shahriari, D., & Jahazi, M. (2018). An Approach to Develop Hansel–Spittel Constitutive Equation during Ingot Breakdown Operation of Low Alloy Steels. In *Frontiers in Materials Processing, Applications, Research and Technology* (p. 239-246). Springer Singapore. [https://doi.org/10.1007/978-981-10-4819-7\\_20](https://doi.org/10.1007/978-981-10-4819-7_20)
- Chamanfar, A., Chentouf, S., Jahazi, M., & Lapierre-Boire, L. (2020). Austenite grain growth and hot deformation behavior in a medium carbon low alloy steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(6), 12102-12114. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.08.114>
- Chandan, A., Bansal, G., Kundu, J., Chakraborty, J., & Chowdhury, S. (2019). Effect of prior austenite grain size on the evolution of microstructure and mechanical properties of an intercritically annealed medium manganese steel. *Materials Science and Engineering A*, 768. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138458>
- Chaussin, C., & Hilly, G. (1973). *Métallurgie : Alliages métalliques*. Dunod.
- Chupatanakul, S., & Nash, P. (2006). Dilatometric measurement of carbon enrichment in austenite during bainite transformation. *Journal of Materials Science*, 41(15), 4965-4969. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0127-3>
- Constant, A., Henry, G., & Charbonnier, J. (1992). *Principes de base des traitements thermiques, thermomécaniques et thermochimiques des aciers*. PYC Edition.
- Davenport, E., & Bain, E. (1970). Transformation of austenite at constant subcritical temperatures. *Metallurgical Transactions*, 1(12), 3503-3530. <https://doi.org/10.1007/BF03037892>
- DIN 8580. (2003). *Manufacturing processes*. www.din.de

- Dulcy, J., & Gantois, M. (2007). Théorie des traitements thermochimiques - Cémentation. Carburation. In *Traitements des métaux*. Techniques de l'ingénieur. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m1222>
- Eid, N., & Thomason, P. (1979). The nucleation of fatigue cracks in a low-alloy steel under high-cycle fatigue conditions and uniaxial loading. *Acta Metallurgica*, 27(7), 1239-1249. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(79\)90140-8](https://doi.org/10.1016/0001-6160(79)90140-8)
- Esterl, R., Sonnleitner, M., Stadler, M., Wölger, G., & Schnitzer, R. (2018). Microstructural characterization of ultra-high strength martensitic steels. *Praktische Metallographie/Practical Metallography*, 55(4), 203-222. <https://doi.org/10.3139/147.110491>
- Fan, W., & Li, J. (2009). An investigation on the damage of AISI-1045 and AISI-1025 steels in fine-blanking with negative clearance. *Materials Science and Engineering A*, 499(1-2), 248-251. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.11.108>
- Fan, W., Li, J., & Li, F. (2012). The Optimized Negative Clearance Value with Reason in ASTM-Gr.D Fine-Blanking with Negative Clearance Blanking. *Advanced Materials Research*, 588-589, 80-83. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.588-589.80>
- Fields, D., & Backofen, W. (1957). Determination of strain hardening characteristics by torsion testing. *American Society for Testing and Materials, Proceedings of the Sixtieth Annual Meeting of the Society*, 57, 1259-1272.
- Fisher, J., Hollomon, J., Aime, & Turnbull. (1949). Kinetics of the Austenite to Martensite Transformation. *Metals Transactions*, 185, 691-700.
- Ghosh, G., & Olson, G. (1994). Kinetics of F.C.C. → B.C.C. heterogeneous martensitic nucleation-I. The critical driving force for athermal nucleation. *Acta Metallurgica Et Materialia*, 42(10), 3361-3370. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90468-5](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90468-5)
- Gillam, E., & Cole, D. (1953). Studies of continuous phase transformations with x-rays. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 44(356), 999-1010. <https://doi.org/10.1080/14786440908521068>
- Gladman, T., & Dulieu, D. (1974). Grain-Size Control in Steels. In *J. Sheffield Univ. Met. Soc* (Vol. 55, Numéro 9).
- Grajcar, A., Zalecki, W., Skrzypczyk, P., Kilarski, A., Kowalski, A., & Kołodziej, S. (2014). Dilatometric study of phase transformations in advanced high-strength bainitic steel. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 118(2), 739-748. <https://doi.org/10.1007/s10973-014-4054-2>
- Grange, R. (1973). Estimating the hardenability of carbon steels. *Metallurgical Transactions*, 4(10), 2231-2244. <https://doi.org/10.1007/BF02669363>
- Hanamura, T., Torizuka, S., Tamura, S., Enokida, S., & Takechi, H. (2013). Effect of austenite grain size on transformation behavior, microstructure and mechanical properties of 0.1c-5mn martensitic steel. *ISIJ International*, 53(12), 2218-2225. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.53.2218>
- Hensel, A., & Spittel, T. (1978). *Kraft – und Arbeitsbedarf bildsamer Formgebungsverfahren* (1st Editio). Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie.

- Hu, H., Xu, G., Wang, L., Xue, Z., Zhang, Y., & Liu, G. (2015). The effects of Nb and Mo addition on transformation and properties in low carbon bainitic steels. *Materials and Design*, 84, 95-99. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.06.133>
- Hu, H., Xu, G., Zhou, M., & Yuan, Q. (2016). Effect of mo content on microstructure and property of low-carbon bainitic steels. *Metals*, 6(8). <https://doi.org/10.3390/met6080173>
- Huang, X., Xiang, H., Zhuang, X., & Zhao, Z. (2011). Improvement of die-roll quality in compound fine-blanking forming process. *Advanced Materials Research*, 337, 236-241. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.337.236>
- Huang, Y., Li, Q., Huang, X., & Huang, W. (2016). Effect of bainitic isothermal transformation plus Q&P process on the microstructure and mechanical properties of 0.2C bainitic steel. *Materials Science and Engineering A*, 678, 339-346. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.10.011>
- ISO 643. (2019). *Aciers - Détermination micrographique de la grosseur de grain apparente*. [www.iso.org](http://www.iso.org)
- ISO 6507. (2018). *Metallic materials-Vickers hardness test*. [www.afnor.fr](http://www.afnor.fr)
- ISO 6892. (2019). *Metallic materials-Tensile testing*. [www.iso.org](http://www.iso.org)
- ISO 18203. (2016). *Steel-Determination of the thickness of surface-hardened layers*. [www.iso.org](http://www.iso.org)
- ISO 18265. (2014). *Metallic materials –Conversion of hardness values*. [www.din.de](http://www.din.de)
- Jeyabalan, K., Catteau, S. D., Teixeira, J., Geandier, G., Denand, B., Dulcy, J., Denis, S., Michel, G., & Courteaux, M. (2020). Modeling of the austenite decomposition kinetics in a low-alloyed steel enriched in carbon and nitrogen. *Materialia*, 9. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100582>
- Kapadia, B., Brown, R., & Murphy, W. (1968). The Influence of Nitrogen, Titanium, and Zirconium on the Boron Hardenability Effect in Constructional Alloy Steels. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 242(8), 1689-1694. <https://www.osti.gov/biblio/4485450>
- Karlsson, L., & Norden, H. (1988). Non-equilibrium grain boundary segregation of boron in austenitic stainless steel. Precipitation behavior and distribution of elements at grain boundaries. *Acta metallogr.*, 36(1).
- Kawulok, R., Schindler, I., Kawulok, P., Rusz, S., Opěla, P., Solowski, Z., & Čmiel, K. M. (2015). Effect of deformation on the continuous cooling transformation (CCT) diagram of steel 32CRB4. *Metalurgija*, 54(3), 473-476.
- Koistinen, D., & Marburger, R. (1959). A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. In *Acta Metallurgica* (Vol. 7, Numéro 1, p. 59-60). [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(59\)90170-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(59)90170-1)
- Kong, J., & Xie, C. (2006). Effect of molybdenum on continuous cooling bainite transformation of low-carbon microalloyed steel. *Materials and Design*, 27(10), 1169-1173. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2005.02.006>
- Kozakevitch, P., & Lucas, L. (1968). Rôle des phénomènes de surface dans l'élimination d'inclusions solides d'un bain métallique. *Revue de Métallurgie*, 589-598.
- Krauss G. (1995). Heat Treated Martensitic Advanced Manufacture Systems for Advanced Manufacture. *ISIJ International*, 35(1), 349-359.

- Kuhlmann-Wilsdorf, D., & Thomason, P. (1982). The role of vacant lattice sites in the low-amplitude fatigue failure at inclusions in steel. *Acta Metallurgica*, 30(6), 1243-1245.  
[https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90020-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90020-7)
- Kusche, C., Gibson, J., Wollenweber, M., & Korte-Kerzel, S. (2020). On the mechanical properties and deformation mechanisms of manganese sulphide inclusions. *Materials and Design*, 193.  
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108801>
- Kwak, T., Kim, Y., Seo, M., & Bae, W. (2003). The effect of V-ring indenter on the sheared surface in the fine-blanking process of pawl. *Journal of Materials Processing Technology*, 143-144(1), 656-661.  
[https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00311-X](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00311-X)
- Lange, K., Birzer, F., Höfel, P., Mukhoty, A., & Singer, H. (1997). *Cold Forming and Fineblanking*.
- Lee, S., & Lee, Y. (2008). Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels. *Materials and Design*, 29(9), 1840-1844. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2008.03.009>
- Lee, S., & Van Tyne, C. (2013). Grain size dependence of austenite decomposition in air-cooled 16MnCr5 Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 44(6), 2455-2460. <https://doi.org/10.1007/s11661-013-1706-y>
- Leister, B., & DuPont, J. (2015). Development of a continuous cooling transformation diagram for Eglin steel. *Materials Science and Technology*, 31(12), 1425-1432.  
<https://doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000720>
- Liu, G., Li, J., Zhang, S., Wang, J., & Meng, Q. (2016). Dilatometric study on the recrystallization and austenization behavior of cold-rolled steel with different heating rates. *Journal of Alloys and Compounds*, 666, 309-316. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.01.137>
- Llewellyn, D., & Cook, W. (1974). Metallurgy of boron-treated low-alloy steels. *Metals Technology*, 1(1), 517-529. <https://doi.org/10.1179/030716974803287924>
- Llewellyn, D., Marriott, J., Naylor, D., & Thewlis, G. (1980). The Effects of Residual Elements on the Properties of Engineering Steels. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 295(1413), 69-85. <https://www.jstor.org/stable/36459>
- Maropoulos, S., Karagiannis, S., & Ridley, N. (2007). Factors affecting prior austenite grain size in low alloy steel. *Journal of Materials Science*, 42(4), 1309-1320. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-1191-4>
- Maropoulos, S., Karagiannis, S., & Ridley, N. (2008). The effect of austenitising temperature on prior austenite grain size in a low-alloy steel. *Materials Science and Engineering A*, 483-484(1-2 C), 735-739. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.11.172>
- Martin, P. (2019). *Plasticity and damage mechanisms in specific multiphased steels with bainitic matrix under various mechanical loading paths : influence of temperature*. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02585794>
- Meyer, L., Weise, A., & Hahn, F. (1997). Comparison of Constitutive Flow Curve Relations in Cold and Hot Forming. *Journal de Physique IV Proceedings*, C3, 7.  
<https://doi.org/10.1051/jp4:1997305i>

- Moon, J., & Lee, C. (2012). Pinning efficiency of austenite grain boundary by a cubic shaped TiN particle in hot rolled HSLA steel. *Materials Characterization*, 73, 31-36.  
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.07.003>
- Moon, J., Lee, J., & Lee, C. (2007). Prediction for the austenite grain size in the presence of growing particles in the weld HAZ of Ti-microalloyed steel. *Materials Science and Engineering A*, 459(1-2), 40-46. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.12.073>
- Naderi, M., Saeed-Akbari, A., & Bleck, W. (2008). The effects of non-isothermal deformation on martensitic transformation in 22MnB5 steel. *Materials Science and Engineering A*, 487(1-2), 445-455. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.10.057>
- Ohring, M. (1995). How engineering materials are strengthened and toughened. In *Engineering Materials Science* (p. 431-500). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/b978-012524995-9/50033-7>
- Okamoto, H. (2011). Mn-S (manganese-sulfur). In *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* (Vol. 32, Numéro 1, p. 78). Springer. <https://doi.org/10.1007/s11669-010-9810-9>
- Olson, G., & Cohen, M. (1976a). A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC  $\rightarrow$  HCP transformation. *Metallurgical Transactions A*, 7(12), 1897-1904. <https://doi.org/10.1007/BF02659822>
- Olson, G., & Cohen, M. (1976b). A general mechanism of martensitic nucleation: Part II. FCC $\rightarrow$ BCC and other martensitic transformations. *Metallurgical Transactions A*, 7(11), 1905-1914. <https://doi.org/10.1007/BF02654988>
- Olson, G., Bhadeshia, H., & Cohen, M. (1990). Coupled diffusional/displacive transformations: Part II. Solute trapping. *Metallurgical Transactions A*, 21(3), 805-809. <https://doi.org/10.1007/BF02656563>
- Petch, N. J. (1953). The Cleavage Strength of Polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 174, 25-28.
- Pokorny, A., & Pokorny, J. (1998). Inclusions non métalliques dans l'acier. In *Étude et propriétés des métaux*. Techniques de l'Ingénieur. <https://doi.org/10.51257/a-v2-m220>
- Quasi, T., & Shaikh, R. (2012). An Overview of Clearance Optimization in Sheet Metal Blanking Process. *International Journal of Modern Engineering Research*, 2(6), 4547-4558.
- Ruste, J. (2008). *Les différentes classes d'aciers*. [http://micro.icaunais.free.fr/04\\_acier.pdf](http://micro.icaunais.free.fr/04_acier.pdf)
- Sahli, M., Roizard, X., Colas, G., Assoul, M., Carpentier, L., Cornuault, P., Giampiccolo, S., & Barbe, J. (2020). Modelling and numerical simulation of steel sheet fine blanking process. *Procedia Manufacturing*, 50, 395-400. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2020.08.072>
- Schulz, J. (2014). Blanking and Fineblanking. In T. Mang (Éd.), *Encyclopedia of Lubricants and Lubrication* (p. 172-182). Springer Berlin Heidelberg. [https://doi.org/10.1007/978-3-642-22647-2\\_139](https://doi.org/10.1007/978-3-642-22647-2_139)
- Siefert, J., Leister, B., & DuPont, J. (2015). Considerations in development of CCT diagrams for complex ferritic materials. *Materials Science and Technology (United Kingdom)*, 31(6), 651-660. <https://doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000626>

- Stefanescu, D., & Ruxanda, R. (2004). Solidification Structures of Steels and Cast Irons. In *Metallography and Microstructures* (p. 97-106). ASM International.  
<https://doi.org/10.31399/asm.hb.v09.a0003725>
- Steven, W., & Haynes, A. (1956). The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low-Alloy Steels. *Journal of the Iron and Steel Institute, Vol. 183*(8), 349-359.
- Thipprakmas, S. (2009). Finite-element analysis of V-ring indenter mechanism in fine-blanking process. *Materials and Design, 30*(3), 526-531. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2008.05.072>
- Tong, C., Zhu, G., Rong, Q., Yardley, V. A., Shi, Z., Li, X., Luo, J., & Lin, J. (2021). Investigation of austenitising behaviour of medium-Mn steel in the hot-stamping heating process. *Journal of Materials Processing Technology, 297*. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2021.117269>
- Université de Montréal. (2022). *CRCT Centre for Research in Computational Thermochemistry*.  
<https://www.crct.polymtl.ca/fact/download.php>.
- Van Bohemen, S., & Sietsma, J. (2009). Effect of composition on kinetics of athermal martensite formation in plain carbon steels. *Materials Science and Technology, 25*(8), 1009-1012.  
<https://doi.org/10.1179/174328408X365838>
- Vander Voort, G. F. (1991). *Atlas of time-temperature diagrams for irons and steels*. ASM International.
- VanderVoort, G. (2006). *Analytical characterization of aluminum, steel, and superalloys*.
- Wang, B., He, Y., Liu, Y., Tian, Y., You, J., Wang, Z., & Wang, G. (2020). Mechanism of the microstructural evolution of 18Cr2Ni4WA steel during vacuum low-pressure carburizing heat treatment and its effect on case hardness. *Materials, 13*(10).  
<https://doi.org/10.3390/ma13102352>
- Wang, C., Liu, X., Gui, J., Du, Z., Xu, Z., & Guo, B. (2020). Effect of MnS inclusions on plastic deformation and fracture behavior of the steel matrix at high temperature. *Vacuum, 174*.  
<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109209>
- Wang, J. (2015). A novel fine-blanking approach. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 78*(5-8), 1015-1019. <https://doi.org/10.1007/s00170-014-6701-y>
- Wang, J., Van Der Wolk, P., & Van Der Zwaag, S. (2000). On the influence of alloying elements on the bainite reaction in low alloy steels during continuous cooling. *Journal of Materials Science, 35*(17), 4393-4404. <https://doi.org/10.1023/A:1004865209116>
- Yang, H., & Bhadeshia, H. (2009). Austenite grain size and the martensite-start temperature. *Scripta Materialia, 60*(7), 493-495. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.11.043>
- Zackay, V. F., & Justusson, W. M. (1962). High strength steels. *Iron Steel Institute, 14*.
- Zhang, M., Wan, Z., & Li, L. (2015). Transformation Characteristics and Properties of B Steel 22MnB5. *Materials Today: Proceedings, 2*, S697-S700.  
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.07.378>
- Zhang, Y., Cui, C., & Han, J. (2012). Dynamic CCT curve of hot deformation austenite in 55SiCr steel. *Advanced Materials Research, 548*, 225-228.  
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.548.225>

Zhou, M., Xu, G., Tian, J., Hu, H., & Yuan, Q. (2017). Bainitic transformation and properties of low carbon carbide-free bainitic steels with Cr addition. *Metals*, 7(7).  
<https://doi.org/10.3390/met7070263>

Zhuang, X., Ma, S., & Zhao, Z. (2017). A microstructure-based macro-micro multi-scale fine-blanking simulation of ferrite-cementite steels. *International Journal of Mechanical Sciences*, 128-129, 414-427. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2017.05.018>

# Table des Figures

Figure 1 : Position des mécanismes fabriqués par Forvia Faurecia dans les sièges automobiles (Données Forvia Faurecia).....	1
Figure 2 : Décomposition d'une articulation fabriquée par Forvia Faurecia. La pièce encadrée en rouge représente le flasque mobile .....	2
Figure 3 : Flasque mobile avec micro-denture.....	3
Figure 4 : Structure des mailles cristallines d'équilibre de l'alliage Fe-C : a) cubique à faces centrées ; b) cubique centrée .....	6
Figure 5 : Diagramme de phase métastable FeC. De A à E, les structures des phases en présence (A, Austénite ; B Ferrite ; C, Perlite ; D, Ferrite et Perlite ; et E, Cémentite et Perlite). (Dumas 2008).....	6
Figure 6 : Microstructure perlitique (Ruste, 2008) .....	7
Figure 7 : a) Principe du découpage fin et b) Schéma de l'éjection de la pièce et sa chute (Lange et <i>al.</i> , 1997) ...	9
Figure 8 : Schéma du cycle de découpage fin représentant la force de découpe en fonction du temps .....	10
Figure 9 : Représentation du jeu positif et négatif présent sur une éprouvette semi-découpée par découpage fin .....	11
Figure 10 : Courbe d'écoulement (valeurs de contraintes et déformations vraies, en rouge) comparée à la courbe issue de la machine de traction de l'acier 22MnB5 .....	12
Figure 11 : Evolution de la concentration en O <sub>2</sub> lors d'une désoxydation séquentielle (Pokorny et <i>al.</i> , 1998)....	14
Figure 12 : a) Sulfures de manganèse présent aux joints de grain d'un acier XC15 contenant de la perlite (sombre) dans une matrice ferritique (clair) (attaque au Picral) (Stefanescu et <i>al.</i> , 2004). b) Sulfure de manganèse présent dans un acier 16MnCrS5 brut de fonderie (C. Kusche et <i>al.</i> , 2020) .....	15
Figure 13 : inclusion mixte composée d'une enveloppe de sulfure de calcium et d'un cœur d'aluminate de calcium (Stefanescu et <i>al.</i> , 2004) .....	15
Figure 14 : représentation poche, répartiteur pendant le processus de formation de l'acier (Dulcy et <i>al.</i> , 2007) .....	17
Figure 15 : Schéma de la réaction gaz-solide se produisant lors de la carbonituration (adapté de Dulcy et <i>al.</i> , 2007) .....	18
Figure 16 : impact du potentiel carbone sur la fraction massique en carbone dans l'acier (Pokorny et <i>al.</i> , 1998)20	
Figure 17 : Taille de grain austénitique en fonction de la température de maintien austénitique (Hanamura et <i>al.</i> , 2013, Celada-Casero et <i>al.</i> , 2019) .....	21
Figure 18 : Impact du temps de maintien à 900 °C sur la taille de grain austénitique d'un acier au chrome (Lee et <i>al.</i> 2008) .....	22
Figure 19 : Microstructure ferrito-perlitique, révélée par attaque au Nital 2%, d'un acier 1040 (0.4%C, 0.75% Mn) (G. VanderVoort, 2006) .....	22
Figure 20 : Microstructure en surface d'un acier 8720 cémenté, attaqué au Nital avec 1% de Chlorure de benzalkonium (agent de surface cationique), montrant en noir de la martensite et en blanc de l'austénite résiduelle (G. VanderVoort, 2006) .....	23
Figure 21 : Microstructures obtenues après transformation de l'austénite à différentes températures lors du refroidissement (upper bainite : bainite supérieure, lower bainite : bainite inférieure) (Bhadeshia et <i>al.</i> , 2017a) .....	24
Figure 22 : Diagramme TTT d'un acier contenant 1.13% de carbone, 0.30% de manganèse et 0.17% de Silicium (Davenport et <i>al.</i> , 1970). La ligne la plus à gauche représente le début de la transformation, les lignes suivantes 25%, 50%, et 75% de transformation. La dernière ligne correspond à la fin de la transformation .....	25

Figure 23 : Diagramme TRC du 35CD4 (VanderVoort, 1991) .....	26
Figure 24 : Courbes représentant la dilatation mesurée au cours du refroidissement à 10°C/s d'un acier Eglin martensitique (acier haute résistance faiblement allié), et la dérivée de cette courbe en fonction de la température pour (Leister et al., 2015) .....	27
Figure 25 : Méthode des tangentes appliquée à la détermination des températures de début et de fin de transformation martensitique d'un acier possédant un taux de manganèse moyen, pour 7 températures d'austénitisation différentes (Tong et al., 2021).....	28
Figure 26 : Influence de l'addition de bore sur le début de transformation bainitique d'un diagramme TTT ((Bhadeshia et al., 2017a)) .....	29
Figure 27 : Courbes de traction de trois aciers martensitiques contenant des proportions variables de carbone, manganèse et silicium. (Hanamura et al., 2013).....	30
Figure 28 : Allongement en fonction de la résistance maximale à la traction montrant la combinaison de propriétés mécaniques de plusieurs types d'aciers. Les aciers ferrito-perlitiques, possédant très peu de carbone sont représentés par les bulles « IF » et « Mild » (aciers doux). Les aciers BH (Bake Hardening) durcissent durant la cuisson de la peinture. Ensuite, viennent les aciers « HSLA » (High Strength Low Alloyed) durcis par addition de titane et niobium. Le domaine des aciers AHSS (Advanced High Strength Steels) commencent par les aciers TRIP (TRansformed Induced Plasticity) et DP, CP (Dual et Complex Phase) suivis des aciers martensitiques et PH (Press Hardening). Adapté de (Esterl et al., 2018) .....	31
Figure 29 : Microstructure après attaque au Nital 3.5% d'un échantillon de C18E trempé. On note la présence de ferrite, bainite, martensite et ferrite aciculaire .....	35
Figure 30 : Observation au microscope optique après attaque au Klemm I d'un échantillon de C18E trempé. On note la présence de bainite en bleu et de martensite en brun ; les zones blanches correspondent à de l'austénite résiduelle.....	36
Figure 31 : Microstructure après attaque au Klemm I d'un échantillon de C18E non traité thermiquement. Les grains de ferrite apparaissent avec les différentes teintes de bleu et de marron. Les globules de cémentite restent blancs dans les grains bleus ou noir dans les grains clairs.....	36
Figure 32 : Microstructure après attaque au Klemm I d'un échantillon de C18E trempé suivant une vitesse de 50 °C par seconde. Présence de martensite en brun, d'austénite résiduelle en blanc, de ferrite en nuances de bleu et de bainite en bleu .....	37
Figure 33 : Microstructure après attaque pendant 15 min par la solution saturée en acide picrique d'un échantillon de C18E trempé à 250 °C/s.....	38
Figure 34 : Microstructure après attaque pendant 40 min au Crida d'un échantillon de 22MnB5 trempé à 100 °C/s a) sans post-polissage b) avec post-polissage .....	38
Figure 35 : a) Figure de pôle sur le plan (110), b) image correspondante et c) texture de l'échantillon obtenue par traitement des données collectées par EBSD (formation interne) .....	40
Figure 36 : Comparaison de la microstructure d'un échantillon de C18E avec l'image type correspondante telle que donnée dans la norme ISO 643 : Indice G9 avec une taille de grain en micron correspondante de 16 µm..	41
Figure 37 : Cheminement de la mesure de la taille de grain par la méthode des calques. a) micrographie après attaque au Nital 3.5% d'un échantillon de C18E non traité, b) calque reproductif de la microstructure et c) histogramme du diamètre des grains correspondant après traitement par le logiciel IGOR® .....	42
Figure 38 : Grille de mesure recommandée pour la méthode d'intersection des segments (ISO 643, 2019) .....	43
Figure 39 : Géométrie d'une éprouvette de traction de type C (selon la norme ISO 6892, 2019) .....	44
Figure 40 : Exemple de filiation de dureté réalisée sur une pièce C18E carbonitrurée (Rapport interne) .....	45
Figure 41 : Simulateur thermomécanique Gleeble 3500 DSI®, utilisé pour les traitements thermiques et les essais dilatométriques .....	46
Figure 42 : a) Accumulateurs de pression hydraulique alimentant la presse hydraulique, b) Vérin hydraulique	47
Figure 43 : Contact électrique entre la machine et le convertisseur de tension électrique .....	47

Figure 44 : Soudeur de thermocouples.....	48
Figure 45 : Gradient thermique observé pendant le maintien à 800 °C d'une éprouvette de traction dans la chambre du simulateur thermomécanique (flèche rouge).....	48
Figure 46 : Intérieur de la chambre d'essai du simulateur Gleeble avec le montage de traction .....	49
Figure 47 : Système de refroidissement du simulateur Gleeble .....	50
Figure 48 : Montage dilatométrique complet dans la chambre du simulateur Gleeble .....	50
Figure 49 : Dilatomètre LVDT utilisé pour les mesures dilatométriques .....	51
Figure 50 : Eprouvette de traction utilisée pour les essais de caractérisation mécanique sur le simulateur Gleeble .....	51
Figure 51 : Plan des éprouvettes ISO-Quench habituellement utilisées pour les études dilatométriques sur le simulateur Gleeble.....	52
Figure 52 : Eprouvette de dilatométrie créée pour les essais dilatométriques Faisabilité et validation du protocole expérimental .....	53
Figure 53 : Positionnement des thermocouples et du dilatomètre sur l'éprouvette .....	53
Figure 54 : Variation de la température enregistrée par les deux thermocouples en fonction du temps, lors des essais préliminaires : les graphiques de a) à f) correspondent aux configurations d'essai de 1 à 6.....	55
Figure 55 : Micrographies après attaque au Nital du a) C18E longitudinal au sens de laminage, b) C18E transverse au sens de laminage, c) 22MnB5 longitudinal au sens de laminage et d) 22MnB5 transverse au sens de laminage. Les traits noirs correspondent aux joints de grains ferritiques et les points noirs aux globules de cémentite. Des ségrégations sont visibles pour le 22MnB5 (flèches rouges). La double flèche verte montre le sens de laminage.....	61
Figure 56 : Microstructure après attaque au Nital, d'échantillons prélevés à cœur selon le sens longitudinal au sens de laminage, montrant la présence ou non de bandes de ségrégation : a) et b) C18E, présence d'inclusions de MnS à cœur (cadres rouge), c) et d) 22MnB5, présence de bandes de globules de cémentite au milieu de l'épaisseur de la plaque analysée .....	62
Figure 57 : Bandes de perlite révélées après traitement de normalisation à 920 °C pendant 1 h, suivi d'un refroidissement lent. Microstructure révélée par attaque au Nital a) C18E et b) 22MnB5.....	63
Figure 58 : Cartographies EBSD réalisées dans le sens de laminage avec la texture correspondante pour a) le C18E et b) le 22MnB5.....	64
Figure 59 : Mesures de la taille de grain a) microstructure après attaque au Nital de l'acier C18E, b) microstructure après attaque au Nital de l'acier 22MnB5, c) Image de mesure de la taille de grain issue de a), et d) image de mesure de la taille de grain issue de b).....	65
Figure 60 : Courbes rationnelles de traction des deux aciers étudiés non traités. Les courbes avec les valeurs de contrainte les plus basses sont associées à l'acier C18E et les courbes avec les valeurs de contraintes les plus élevées au 22MnB5 (éprouvettes de traction type C) .....	66
Figure 61 : Evolution du pourcentage de carbone (noir) et d'azote (violet) en fonction de la profondeur depuis la surface de l'échantillon (Les 4 premiers microns sont enlevés des mesures afin de pallier les problèmes de planéité des échantillons) .....	68
Figure 62 : Schéma de l'évolution des éléments diffusés de la surface jusqu'à cœur.....	68
Figure 63 : Microstructures après attaque au Nital des deux aciers carbonitrurés. a) C18E à cœur, b) 22MnB5 à cœur, c) C18E en surface et d) 22MnB5 en surface .....	70
Figure 64 : Microstructures après attaque au Klemm I, permettant de visualiser la bainite et la ferrite en bleu et martensite en brun pour un échantillon de a) C18E carbonitruré et b) 22MnB5 carbonitruré.....	71
Figure 65 : Images extraites du traitement opéré par le logiciel couplé au microscope Keyence, permettant de mesurer le pourcentage de « ferrite + bainite » à partir des microstructures présentées en Figure 64, pour un échantillon de a) C18E carbonitruré et b) 22MnB5 carbonitruré .....	71

Figure 66 : Microstructures carbonitrurées et revenues (attaque au Nital) du : a) C18E à cœur, b) C18E en surface, c) 22MnB5 à cœur et d) 22MnB5 en surface. Comme après le traitement de carbonituration, l'acier C18E présente un mélange de Ferrite Aciculaire (FA), Ferrite (F), Bainite (B) et Martensite (M). L'acier 22MnB5 est composé principalement de Martensite (M) .....	74
Figure 67 : Microstructures après attaque colorée au Klemm I des aciers carbonitrurés et revenus : a) C18E et b) 22MnB5.....	75
Figure 68 : Microstructures à cœur après attaque au Nital des aciers trempés. a) C18E ; b) 22MnB5. FA : Ferrite Aciculaire, B : Bainite et M : Martensite .....	77
Figure 69 : Microstructures après attaque colorée au Klemm I des aciers trempés. a) C18E et b) 22MnB5 .....	78
Figure 70 : Microstructures à cœur après attaque au Nital des aciers trempés et revenus. a) C18E, mélange de ferrite, bainite et martensite. b) 22MnB5, martensite .....	79
Figure 71 : Microstructures à cœur après attaque colorée au Klemm I des aciers trempés et revenus pour a) le C18E et b) le 22MnB5.....	80
Figure 72 : Courbes rationnelles de traction des éprouvettes carbonitrurées, a) C18E et b) 22MnB5 (éprouvettes de traction type C) .....	84
Figure 73 : Faciès de rupture des éprouvettes carbonitrurées a) C18E en surface, fissuration intergranulaire ; b) 22MnB5 en surface, fissuration intergranulaire dans la couche carbonitrurée ; c) C18E à cœur, présence de marches de clivage et de cupules et d) 22MnB5 à cœur, présence de marches de clivages et de cupules .....	86
Figure 74 : Courbes rationnelles de traction des éprouvettes carbonitrurées après revenu, a) C18E et b) 22MnB5 (éprouvettes de traction type C) .....	87
Figure 75 : Faciès de rupture des éprouvettes carbonitrurées et revenues. a) C18E en surface, fissuration intergranulaire ; b) 22MnB5 en surface, fissuration intergranulaire dans la couche carbonitrurée ; c) C18E à cœur, présence de marches de clivage et de cupules et d) 22MnB5 à cœur, présence de marches de clivages et de cupules .....	89
Figure 76 : Courbes de traction rationnelles des éprouvettes trempées : a) C18E et b) 22MnB5. La direction de traction par rapport au sens de laminage ne semble pas avoir d'impact sur le comportement mécanique du matériau (éprouvettes de traction type C) .....	90
Figure 77 : Faciès à cœur des éprouvettes trempées et revenues a) C18E, forte présence de cupules et b) 22MnB5, présence de marches de clivage et de cupules .....	91
Figure 78 : Courbes de traction rationnelles des éprouvettes trempées et revenues, a) C18E et b) 22MnB5 (éprouvettes de traction type C).....	92
Figure 79 : Faciès de rupture à cœur des éprouvettes trempées et revenues a) C18E, présence de cupules et b) 22MnB5, présence de cupules et de marches de clivage .....	93
Figure 80 : Evolution de la dureté en fonction de la profondeur depuis la surface obtenue par filiations pour les cinq conditions de traitement considérées pour les aciers a) C18E et b) 22MnB5 .....	95
Figure 81 : Courbes rationnelles de traction des deux matériaux pour les cinq configurations de traitement testées (éprouvettes de traction type C) .....	98
Figure 82 : Macro-faciès de rupture obtenus après traction. 1 : faciès « cup and cone » C18E non traité ; 2 : rupture fragile à 90° du sens de traction 22MnB5 carbonitruré ; 3 : rupture fragile à 45° du sens de traction C18E carbonitruré .....	98
Figure 83 : Microstructure de l'acier C18E après une austénitisation à 920°C pendant 5 min, et attaque au Crida pendant 20 min .....	103
Figure 84 : Microstructures à cœur après attaque au Crida (20 min) réalisées sur les aciers carbonitrurés a) C18E et b) 22MnB5 .....	104
Figure 85 : Microstructures après attaque au Nital du C18E suivant différentes conditions de traitement thermique et refroidissement à 70 °C/s. a) 920 °C – 5 min, b) 920 °C – 10 min, c) 920 °C – 30min, d) 1000 °C – 5 min, e) 1000 °C – 10 min et f) 1000 °C – 30 min. F : Ferrite, FA : Ferrite Aciculaire, B : Bainite et M : Martensite .....	106

Figure 86 : Microstructure après attaque au Crida (20 min) de l'acier C18E austénitisé à 920 °C pendant 5 min et refroidi à 70 °C/s .....	107
Figure 87 : Micrographies après attaque au Crida du C18E obtenues pour les différentes conditions de traitement thermique et un refroidissement à 250 °C/s a) 920 °C – 5 min, b) 920 °C – 10 min, c) 920 °C – 30min, d) 1000 °C – 5 min, e) 1000 °C – 10 min et f) 1000 °C – 30 min .....	108
Figure 88 : Evolution de la microstructure de l'acier C18E en fonction de la température d'austénitisation, après attaque au Nital. a) 920 °C, b) 950 °C, c) 975 °C, d) 1000 °C, e) 1050 °C, et f) 1100 °C. M : martensite, B : bainite, AF : ferrite aciculaire .....	110
Figure 89 : Evolution de la taille des anciens grains austénitiques de l'acier C18E en fonction des températures d'austénitisation, après attaque au Crida. a) 920 °C, 15 µm ; b) 950 °C, 28 µm ; c) 975 °C, 37 µm ; d) 1000 °C, 45 µm ; e) 1050 °C, 60 µm et f) 1100 °C, 90 µm. Une structure de surchauffe avec un grossissement exagéré des grains apparait pour les essais à 1100 °C .....	111
Figure 90 : Evolution de la dureté mesurés et simulés par JMatPro® et de la taille des anciens grains austénitiques en fonction de la température d'austénitisation .....	112
Figure 91 : Evolution de la dureté Vickers en fonction de la vitesse de refroidissement obtenue par simulation sur le logiciel JMatPro pour différentes températures d'austénitisation .....	113
Figure 92 : Microstructures après attaque au Crida des échantillons d'acier 22MnB5 pour des températures d'austénitisation de a) 920 °C, b) 950 °C, c) 975 °C, d) 1000 °C, e) 1050 °C et f) 1100 °C .....	114
Figure 93 : Histogramme de répartition du nombre de grains en fonction de leur taille dans l'acier 22MnB5 austénitisé à 1000°C.....	115
Figure 94 : Microstructures après attaque au Nital de l'acier 22MnB5s pour les différentes températures d'austénitisation : a) 920 °C ; b) 950 °C ; c) 975 °C ; d) 1000 °C ; e) 1050 °C et f) 1100 °C .....	117
Figure 95 : Diagramme TRC d'un 22MnB5 (Naderi et al., 2008) .....	118
Figure 96 : Courbe dilatométrique présentant trois transformation (ferritique (1), bainitique (2) et martensitique (3)). Les températures de début et fin de transformations sont notifiés par les traits rouges ...	119
Figure 97 : Courbe de contraction au refroidissement (noire) et dérivée de la dilatation en fonction du temps (en bleue) pour a) l'acier C18E avec une vitesse de refroidissement de 250 °C/s et b) l'acier 22MnB5 avec une vitesse de refroidissement de 50 °C/s, après une austénitisation de 30 minutes à 920 °C .....	120
Figure 98 : Diagramme TRC du C18E, et micrographies de quelques microstructures caractéristiques associées .....	124
Figure 99 : Diagramme TRC du 22MnB5, et micrographies de quelques microstructures caractéristiques associées .....	125
Figure 100 : Microstructures après attaque au Nital des échantillons de C18E austénitisés dans le four traditionnel à a) 920 °C, b) 950 °C, c) 975 °C, d) 1000 °C, e) 1050 °C et f) 1100 °C .....	128
Figure 101 : Microstructures après attaque au Nital des échantillons de 22MnB5 austénitisés dans le four traditionnel à a) 920 °C, b) 950 °C, c) 975 °C, d) 1000 °C, e) 1050 °C et f) 1100 °C .....	129
Figure 102 : Microstructures des éprouvettes traitées dans le four traditionnel, associées aux courbes nominales contrainte-déformation obtenues pour le C18E. a) Courbes nominales de traction ; microstructures à b) 920 °C ; c) 950 °C ; d) 975 °C ; e) 1050 °C ; f) 1100 °C.....	130
Figure 103 : Microstructures des éprouvettes traitées dans le four traditionnel, associées aux courbes nominales contrainte-déformation obtenues pour le 22MnB5. a) Courbes nominales de traction ; Microstructures à b) 920 °C ; c) 950 °C ; d) 975 °C ; e) 1050 °C ; f) 1100 °C .....	131
Figure 104 : Courbes rationnelles de traction en fonction de la vitesse de déformation pour a) C18E et b) 22MnB5.....	137
Figure 105 : a) Contrainte maximale et b) limite d'élasticité en fonction du logarithme de la vitesse de déformation, pour les deux aciers .....	137

Figure 106 : Courbes $\ln(\sigma_v)$ en fonction de $\ln(\epsilon_v)$ dans le domaine plastique pour les deux aciers et les 5 vitesses de déformation .....	139
Figure 107 : Calcul du coefficient m en fonction du pourcentage de déformation pour a) C18E et b) 22MnB5	140
Figure 108 : a) Outil de caractérisation installé sur la machine de traction. b) Partie supérieure de l’outil comprenant les ressorts mécaniques et le poinçon. c) Outil ouvert : la matrice et le poinçon sont intégrés dans l’outil, les guides permettent l’alignement de l’outil. d) Echantillon obtenu après l’opération de semi-découpe réalisée grâce à ce montage .....	142
Figure 109 : Courbes force – déplacement de traverse enregistrées lors du découpage fin de 3 échantillons en utilisant l’outil créé et la même configuration d’essai (vitesse de déformation $10^0$ ) .....	143
Figure 110 : Semi-découpes attaquées au Nital issues a) de l’outil de caractérisation et b) d’un outil industriel .....	144
Figure 111 : Partie de flasque mobile de trois étages de semi-découpe coupé et enrobé (rapport interne) ....	145
Figure 112 : Configurations considérées dans la matrice d’expérience établie.....	145
Figure 113 : Courbes force – déplacement de la traverse lors des essais de semi-découpe des deux aciers, pour différentes hauteurs de semi-découpe fixées à a) 0.8 mm, b) 2.5 mm et c) 3.2 mm .....	147
Figure 114 : Echantillon après semi-découpe, avec en trait mixte rouge, le positionnement de la découpe pour les mesures géométriques et les observations microstructurales des échantillons.....	149
Figure 115: Visualisation des différentes dimensions caractéristiques de la semi-découpe.....	149
Figure 116 : Fissuration présente lors des observations microscopiques pour un diamètre de matrice de 9.9 mm et une hauteur de semi-découpe de 3.2 mm pour les aciers a) C18E et b) 22MnB5. Les cadres rouges représentent les fissures internes, les bleues les fissures débouchantes, et les vertes les défauts de surface .	153
Figure 117 : Observation des échantillons de semi-découpe carbonitrurés en acier a) C18E et b) 22MnB5 mis en forme suivant la configuration la plus extrême .....	154
Figure 118 : Microstructures après attaque au Nital des échantillons mis en forme par semi-découpe suivant la configuration extrême (diamètre de la matrice de 9.9 mm et hauteur de semi-découpe de 3.2 mm) et carbonitrurés : a) C18E dans la zone écrouie et b) 22MnB5 dans la zone écrouie, c) C18E à cœur et d) 22MnB5 à cœur. La microstructure à cœur est homogène quelle que soit la zone de l’échantillon observée .....	156
Figure 119 : Evolution de la microstructure de l’acier C18E après semi-découpe et carbonituration en fonction de la hauteur de semi-découpe : a) 0.8 mm, b) 2.5 mm et c) 3.2 mm.....	157
Figure 120 : Carte des étendues mobiles du pourcentage de ferrite selon les aciers : a) l’acier 22MnB5 et b) l’acier C18E.....	158
Figure 121 : Carte des étendues mobiles du pourcentage de bainite selon les aciers : a) l’acier 22MnB5 et b) l’acier C18E.....	158
Figure 122 : Carte des étendues mobiles du pourcentage de martensite selon les aciers : a) l’acier 22MnB5 et b) l’acier C18E.....	159
Figure 123 : Cartographies de dureté pour les échantillons semi-découpés suivant la configuration telle que hauteur de semi-découpe 3.2 mm et diamètre de matrice 9.9 mm pour a) l’acier C18E non traité, b) l’acier 22MnB5 non traité, c) l’acier C18E carbonitruré et d) l’acier 22MnB5 carbonitruré.....	160
Figure 124 : Contraintes de Von Mises calculées par le logiciel Forge® par modélisation du procédé de semi-découpe dans la configuration hauteur de semi-découpe 3.2 mm et diamètre de matrice 9.9 mm pour a) l’acier C18E et b) l’acier 22MnB5.....	161
Figure 125 : Valeurs de $R_m$ , calculées à partir des valeurs de dureté (norme ISO 18265) a) C18E, b) 22MnB5..	162
Figure 126 : Microstructure initiale après attaque au Nital des deux aciers a) C18E et b) 22MnB5 .....	163
Figure 127 : Microstructure à cœur, après attaque au Nital, des deux aciers a) C18E et b) 22MnB5, révélant la présence d’inclusions de type sulfures .....	164

Figure 128 : Microstructure à cœur, après attaque au Nital, de l'acier 22MnB5, révélant la présence de bandes de ségrégations (flèches noires) et d'inclusions de type nitrures (cadres rouge).....	164
Figure 129 : Microstructures, après attaque au Nital, de la zone écrouie des pièces mises en forme par semi-découpe, pour les aciers a) C18E et b) 22MnB5. Les inclusions type nitrures sont encadrées en jaune et les autres inclusions, présentant des cavités autour, sont encadrées en rouge.....	165
Figure 130 : Micrographie MEB d'un échantillon après semi-découpe selon la configuration diamètre de matrice 9,9 mm et hauteur de semi-découpe 3,2 mm. Encadrée en bleu une inclusion non métallique, avec des cavités visibles autour d'elle .....	165
Figure 131 : Cartographies élémentaires de la zone écrouie de semi-découpes obtenues par sonde de Castaing, représentant l'aluminium, le silicium, le calcium et le magnésium dans les deux aciers a) C18E et b) 22MnB5 (les points blancs correspondent à la présence de l'élément considéré en forte concentration, potentiellement sous forme d'inclusion) .....	167
Figure 132 : Initiation de fissure sur une inclusion (micrographie en e)), pour l'échantillon en acier C18E après semi-découpe suivant la configuration expérimentale telle que hauteur de semi-découpe 3.2 mm et diamètre de matrice 9.9 mm. Les cartographies EDS des éléments (en couleurs aléatoires) présentent la concentration de différents éléments a) carbone, b) fer, c) oxygène, d) aluminium, f) magnésium, g) silicium, h) manganèse et i) calcium .....	169
Figure 133 : Inclusion au cœur d'une fissure (micrographie en e)) pour l'échantillon d'acier 22MnB5, pour la configuration hauteur de semi-découpe 3.2 mm et diamètre de matrice 9.9 mm. Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires représentent la répartition des différents éléments considérés : a) carbone, b) fer, c) oxygène, d) aluminium, f) magnésium, g) silicium, h) manganèse et i) calcium. Les globules pointés en blanc sont des carbures (Fe,Mn) <sub>3</sub> C, inhérents à la matière .....	170
Figure 134 : Aluminate de calcium identifié lors de l'étude du faciès de rupture d'un acier C18E (micrographie en e)). Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : a) carbone, b) fer, c) oxygène, d) aluminium, f) magnésium, g) silicium, h) manganèse et i) calcium .....	171
Figure 135 : Cartographie du soufre réalisée par analyse à la microsonde de Castaing pour les aciers a) C18E et b) 22MnB5.....	172
Figure 136 : Sulfure de manganèse allongé (cadre rouge) selon le sens de la déformation et aluminate de calcium entouré de sulfure de manganèse (cadre bleu) (micrographie en e)), observés dans un échantillon d'acier C18E semi-découpé selon la configuration hauteur de semi-découpe 0.8 mm diamètre de matrice 9.9 mm. Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : a) Carbone, b) Fer, c) Oxygène, d) Aluminium, f) Soufre, g) Silicium, h) Manganèse et i) Calcium ....	173
Figure 137 : Sulfure de manganèse allongé selon le sens de la déformation (micrographie en e)), n'ayant pas provoqué de fissuration, observé dans un échantillon d'acier C18E après semi-découpe, selon la configuration hauteur de semi-découpe 0.8 mm diamètre de matrice 9.9 mm. Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : a) carbone, b) fer, c) soufre, d) aluminium, et f) manganèse .....	174
Figure 138 : Cartographies issues de la microsonde de Castaing pour a) C18E, Titane, b) C18E, Vanadium, c) 22MnB5, Titane et d) 22MnB5, Vanadium .....	174
Figure 139 : Nitrure de titane/vanadium (micrographie en a)), observé dans la zone écrouie d'un échantillon semi-découpé d'acier 22MnB5, selon la configuration hauteur de semi-découpe 0.8 mm diamètre de matrice 9.9 mm. Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : b) carbone, c) azote, d) titane, e) fer et f) vanadium .....	175
Figure 140 : Aluminate de calcium entourée d'un sulfure de manganèse (micrographie en e)), observé la zone de rupture d'un échantillon d'acier C18E). Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : a) carbone, b) fer, c) oxygène, d) aluminium, f) soufre, g) silicium, h) manganèse et i) calcium .....	176
Figure 141 : Diagramme binaire MnS (Okamoto, 2011) .....	177
Figure 142 : Diagrammes ternaires MgO-CaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> pour les températures a) 1900 °C et b) 1200 °C (CRCT) ...	178

Figure 143 : Diagrammes binaires CaO (ou MgO) – Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (ou MgO) montrant la formation des inclusions solides dans l'acier liquide (Pokorny et <i>al.</i> , 1998).....	179
Figure 144 : Inclusion mixte aluminat de calcium – sulfure de manganèse (micrographie en e)), observée dans l'acier C18E non déformé. Les cartographies EDS des éléments en couleurs aléatoires présentent les concentrations des éléments suivants : a) carbone, b) fer, c) oxygène, d) aluminium, f) magnésium, g) soufre, h) manganèse et i) calcium .....	180
Figure 145 : Diagramme TRC obtenu pour l'acier 16MnCr5, et comparé avec le diagramme issu de la littérature (IRSID) et de simulations réalisées sur le logiciel JMatPro .....	185

# Table des tableaux

Tableau 1 : Données fournisseur des compositions chimiques (en pourcentages massiques) et des propriétés mécaniques des matériaux utilisés _____	34
Tableau 2 : Attaques chimiques utilisées pour cette étude, précisant leur composition, les phases révélées et le temps d'attaque associé _____	39
Tableau 3 : Duretés Vickers correspondant aux différentes phases principalement observées dans les aciers utilisés _____	46
Tableau 4 : Résumé des essais réalisés sur le simulateur thermomécanique afin de vérifier la reproductibilité des mesures sur acier CP1200 à 900°C, cinq éprouvettes par essai _____	54
Tableau 5 : Valeurs moyennes des compositions des deux aciers étudiés, en masse, et comparaison avec les valeurs données par le fournisseur Waelzholz (CCPU). Le pourcentage en fer complète la balance (N/A, non présent dans les données du fournisseur), cinq échantillons mesurés _____	59
Tableau 6 : Températures et temps de maintien utilisés pour les traitements thermiques réalisés sur les deux nuances d'acier _____	60
Tableau 7 : Moyenne des propriétés mécaniques mesurées sur les aciers à l'état initial _____	67
Tableau 8 : Taux de carbone et d'azote moyens (mesures répétées à trois reprises) de la couche superficielle des deux aciers carbonitrurés. Les mesures du carbone sont données à $\pm 0.001\%$ et les mesures d'azote à $\pm 0.003\%$ _____	69
Tableau 9 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier C18E carbonitruré _____	72
Tableau 10 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier 22MnB5 carbonitruré _____	72
Tableau 11 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier C18E carbonitruré et revenu _____	73
Tableau 12 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier 22MnB5 carbonitruré et revenu _____	75
Tableau 13 : Pourcentages moyen et écart-types des phases présentes dans l'acier C18E trempé _____	76
Tableau 14 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier 22MnB5 trempé _____	76
Tableau 15 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier C18E trempé et revenu _____	79
Tableau 16 : Pourcentages moyens et écart-types des phases présentes dans l'acier 22MnB5 trempé et revenu _____	80
Tableau 17 : Récapitulatif des microstructures obtenues après attaque au Nital en fonction des traitements thermiques réalisés durant ce chapitre : initial, carbonitruré, carbonitruré et revenu, trempé, trempé et revenu _____	82
Tableau 18 : Valeurs de duretés pour les différents traitements réalisés sur le C18E (NT : Non Traité, C : Carbonituration, T : Trempe et R : Revenu). La distance à partir la surface vers le cœur est exprimée en mm _____	94
Tableau 19 : Valeurs de duretés pour les différents traitements réalisés sur le 22MnB5 (NT : Non Traité, C : Carbonituration, T : Trempe et R : Revenu). La distance à partir la surface vers le cœur est exprimée en mm _____	94
Tableau 20 : Moyennes et écart-types des duretés à cœur pour les différences configurations de traitement thermique (NT : Non Traité, C : Carbonituration, T : Trempe et R : Revenu) sous forte charge ( $HV_{10}$ ) _____	96
Tableau 21 : Récapitulatif des propriétés mécaniques moyennes mesurées et faciès de rupture des différents échantillons non-traités, carbonitrurés, carbonitrurés et revenus, trempés et trempés et revenus _____	99
Tableau 22 : Tailles des anciens grains austénitiques (moyennées sur 5 images par configuration) du C18E obtenues pour les différentes conditions de traitement thermique et un refroidissement à 250 °C/s _____	107
Tableau 23 : Tailles des anciens grains austénitiques d'acier 22MnB5 traité aux différentes températures d'austénitisation (chauffage 5 °C/s puis maintien 30 min) _____	115

Tableau 24 : Valeurs de dureté HV <sub>0.3</sub> mesurées pour les six échantillons traités thermiquement d'acier 22MnB5	116
Tableau 25 : Températures de début et fin de transformation de phases en fonction des vitesses de refroidissement, pour les deux aciers	120
Tableau 26 : Pourcentage des différentes phases présentes dans les différents échantillons et dureté Vickers, en fonction de la vitesse de refroidissement appliquée	121
Tableau 27 : Résumé des compositions chimiques des deux aciers et impact des éléments sur la trempabilité (+++ : très favorable à --- : très défavorable)	123
Tableau 28 : Evolution de la taille de grain austénitique pour les deux aciers. N/A est utilisé quand la mesure de la taille de grain austénitique n'a pas pu être réalisée du fait d'une microstructure non appropriée	126
Tableau 29 : Comparaison schématique des microstructures issues des traitements réalisés dans le simulateur Gleeble et dans le four traditionnel.	127
Tableau 30 : Résumé des valeurs de la contrainte maximale obtenues pour les deux aciers après traitement thermique dans le four traditionnel, en fonction des températures d'austénitisation considérées	132
Tableau 31 : Pourcentage d'austénite résiduelle des échantillons de 22MnB5	133
Tableau 32 : Valeurs de n et K selon les vitesses de déformation et l'acier considéré	138
Tableau 33 : Mesures du diamètre externe des différents échantillons avant et après carbonituration, un écart maximal de 0,03 mm avec la consigne est admissible	148
Tableau 34 : Diamètres internes et externes (D1-D2-D3-D4) de l'ensemble des échantillons pour les différentes configurations de semi-découpe et pour les deux matières	151
Tableau 35 : Présence de fissuration sur l'ensemble des échantillons obtenus par semi-découpe, non carbonitrurés (la croix correspond à l'absence de fissures et la flèche la présence de fissure), un échantillon observé par configuration sauf configuration avec le diamètre de matrice 9.8 mm et hauteur de semi-découpe 2.5 mm	152
Tableau 36 : Résultats du comptage des phases réalisé sur l'ensemble des échantillons et diamètres moyens des anciens grains austénitiques à cœur correspondantes.	155





## Influence de la composition chimique sur le comportement mécanique, la formabilité et la trempabilité des aciers C18E et 22MnB5 utilisés dans l'industrie automobile

L'objectif de cette thèse est de comprendre le comportement d'aciers faiblement alliés face aux procédés de mise en forme par semi-découpe et de traitement thermique pour utilisation dans les mécanismes de sièges automobile. La structure ferrite-globules de cémentite initialement présente dans les aciers permet une mise en forme complexe mais ne donne pas lieu à une tenue mécanique viable pour des fortes sollicitations mécaniques. Le traitement thermique de carbonituration permet d'obtenir une structure martensitique améliorant cette tenue mécanique pour une utilisation courante. Cependant, pour l'acier C18E usuellement utilisé, une microstructure mixte ferrite, bainite et martensite est observée après traitement thermique, ce qui entraîne des variabilités dimensionnelles et mécaniques. Une seconde nuance, le 22MnB5, a été mise en production mais peut provoquer de la fissuration pour des géométries très complexes. Une évolution de cette nuance a été finalement choisie permettant la comparaison avec des aciers ayant des propriétés mécaniques similaires. Cela permettra d'anticiper le comportement des aciers utilisés en fonction des étapes du procédé, et donc d'appréhender les éléments pouvant nuire à la formabilité de l'acier et au traitement thermique.

Cette thèse s'est déroulée selon deux axes principaux. Dans un premier temps, la caractérisation avancée des aciers a été réalisée conduisant à un sujet plus académique analysant l'impact de la taille de grain austénitique sur les transformations de phases et les propriétés mécaniques après traitement thermique. Ensuite, la compréhension du procédé industriel de découpage fin a été réalisée avec la création d'un outil instrumenté de semi-découpe permettant de reproduire des étapes simples du procédé de mise en forme. Cet outil a permis de mettre en avant le rôle des inclusions dans la fissuration lors de la mise en forme et également de créer des liens entre les approches expérimentales et la simulation numérique du procédé utilisée industriellement. L'avantage de la nouvelle nuance a ainsi pu être mise en avant et va pouvoir, à l'issue de ce travail, être testée à échelle industrielle.

Mots clés : Formabilité, trempabilité, propriétés mécaniques, aciers bas carbone, aciers faiblement alliés, éléments résiduels, semi-découpe, inclusions non-métalliques.

## Influence of chemical composition on mechanical behavior, formability, and hardenability of C18E and 22MnB5 steels used in automotive industry

The objective of this PhD is to understand the behavior of low-alloyed steels under half-cutting forming and heat treatment processes for use in automotive seat mechanisms. The ferrite-cementite globules structure initially present in the steels allows complex forming but is not relevant for high stresses noticed in seat mechanism parts. The carbonitriding heat treatment makes it possible with a martensitic structure that allows this mechanical strength for current use. However, for the steel usually used, C18E, a mixed ferrite, bainite and martensite microstructure is observed after heat treatment. A second grade, 22MnB5, has been put into production but can lead to cracks in very complex geometries. An evolution of this grade was finally chosen to compare steels with similar mechanical properties. The anticipation of the behavior of the steel as a function of the process stages need to be understood, and therefore to figure out the elements that can affect the formability of the steel and its hardenability.

This thesis was divided into two ways. Firstly, the advanced characterization of the steels was carried out, which led to an academic subject linking the austenitic grain size with the phase transformations and the resulting mechanical properties. Finally, the understanding of the industrial process was achieved with the creation of an instrumented half-cutting tool allowing the reproduction of simple half-cuts. This tool allowed to highlight the role of inclusions in cracking during shaping and to create links between the experimental and the industrial simulation. The advantage of the new grade was thus highlighted and, through this work, will be tested on an industrial scale.

Key words: Formability, hardenability, mechanical properties, low carbon steels, low alloy steels, residual elements, half-cutting, non-metallic inclusions.