

Étude de l'austénisation de l'acier martensitique 15-5PH lors de cinétiques thermiques rapides caractéristiques de l'usinage

A. MONDELIN^{a,b}, M. CORET^b, E. FEULVARCH^a, J. RECH^a

a. Université de Lyon, ENISE, LTDS, UMR CNRS 5513, 58 Rue Jean Parot, 42023 Saint-Etienne

b. Université de Lyon, INSA, LaMCoS, UMR CNRS 5259, 27 avenue Jean Capelle, 69621 VILLEURBANNE

Résumé :

L'étude des changements de phase dans les procédés de fabrication métalliques est un point crucial lorsque l'on s'intéresse à l'intégrité des pièces produites. En usinage, la zone de coupe présente des conditions de température et de pression extrêmes. Par conséquent, les modèles à mettre en œuvre pour simuler les conséquences métallurgiques induites doivent être adaptés à ce type de cinétiques thermiques très rapides. Le modèle phénoménologique proposé par Leblond est une approche adaptée nécessitant une calibration préalable à partir d'observations expérimentales. Ainsi, dans un premier temps, des essais de dilatométrie libre ont été réalisés afin de mettre en évidence les cinétiques d'austénisation de l'acier 15-5PH. Les vitesses de chauffe employées varient de $6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ à $11000^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Dans un second temps, en se basant sur les résultats expérimentaux de dilatométrie libre, les paramètres du modèle de changement de phase de Leblond sont identifiés. Le modèle de changement de phase, ainsi calibrés pour des cinétiques thermiques élevées, permet de tester diverses combinaisons de vitesse de chauffe, de refroidissement et de température maximale atteinte. Finalement, on montre que la prise en compte des changements de phase en usinage ne peut pas se résumer à la prévision de la température maximale atteinte comparée à une pseudo-température de début de transformation calibrée pour des cinétiques thermiques lentes.

Abstract :

The modeling of microstructural changes is a key issue when considering the manufacture of critical metallic parts. During machining, extreme conditions of pressure and temperature appear in the cutting zone. Consequently, metallurgical models used to simulate the impact of the process, must be adapted to these very fast thermal kinetics. The phenomenological model proposed by Leblond is suitable approach but need to be previously calibrated experimentally. Thus, firstly a stress-free dilatometric study has been performed to determine the austenization kinetic of the martensitic stainless steel 15-5PH. Heating rates vary from $6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ to $11000^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Secondly, the parameters of the Leblond model have been identified using the experimental results of the stress-free dilatometry. The change of phase model, calibrated for very high heating rate, is able to reproduce different combination of heating rate, cooling rate and maximal reached temperature. Finally, it has been shown that microstructural changes cannot be concluded from the basic comparison between the maximal reached temperature and a transformation start temperature calibrated using low heating rate.

Mots clefs: dilatométrie libre, modèle de Leblond, changement de phase, usinage, chauffe rapide

1 Introduction

De nombreuses études ont montré que les procédés de fabrication et en particulier l'usinage, induisent des cycles thermiques extrêmement rapides. [1] estime à $2.1 \times 10^6 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ la montée en température de l'acier durant une opération de tournage dur. Le modèle de Chou and Evans [2] met en évidence un refroidissement de $3.6 \times 10^4 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ pour le tournage à sec d'un acier AISI 52100 ce qui est bien supérieur aux vitesses de refroidissement associées aux opérations de trempe « classiques » estimées de 10 à $1000 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ d'après [3].

Ces vitesses de chauffe extrêmement élevées vont à l'encontre de la décomposition classique de la martensite en austénite par diffusion du carbone. Plusieurs études ont montré que la martensite pouvait se transformer en austénite sans diffusion par une opération appelée « transformation martensitique inverse ». Selon [4], en dessous d'un taux de chauffe de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ la transformation de la martensite vers l'austénite se fait par diffusion, au-delà de cette valeur la transformation se fait par transformation martensitique inverse. Cette

conclusion est justifiée par la dépendance des températures de début (AC1) et de fin d'austénisation (AC3) à la vitesse de chauffe jusqu'à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ tandis que pour des valeurs de chauffe supérieures, AC1 et AC3 se stabilisent. [5] étudie l'impact de la vitesse de chauffe sur la transformation martensite vers austénitique dans un acier 17-4PH (acier inoxydable martensitique proche du 15-5PH). Ses conclusions rejoignent celles de [4] à partir d'une analyse de l'énergie d'activation nécessaire à la formation d'austénite. Néanmoins, à l'inverse de [4], les températures AC1 et AC3 ne se stabilisent pas. Cette dépendance à la cinétique de chauffe semble s'opposer au principe d'une transformation *displacive* (type martensitique) où la transformation est contrôlée uniquement par la température. De même, [6] se basant sur les travaux de [7] nous donne des courbes illustrant les transformations dans un acier 34CrMo4 lors d'un chauffage rapide sans maintien. Les travaux présentés vont jusqu'à une vitesse de $2400^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. On note une évolution permanente (augmentation) des températures AC1 et AC3 lorsque la vitesse de chauffe croît. Il n'y a pas de stabilisation de ces vitesses.

[8] a réalisé une étude numérique de la transformation austénitique à des vitesses de chauffe rapides. Il montre en particulier que si les cinétiques thermiques sont importantes c'est en particulière à travers leur influence sur le temps de maintien au-delà de la température de début d'austénisation (« dwell time »).

Tous ces travaux nous montrent finalement que les cinétiques de changement de phase sont généralement fortement dépendantes du cycle thermique subit et du matériau. Ainsi, si on s'intéresse à la simulation de ces transformations pour des évolutions thermiques rapides, il est nécessaire de calibrer les modèles employés à des vitesses de chauffe et de refroidissement élevées. Le travail présenté va donc étudier l'influence de la vitesse de montée en température sur la transformation austénitique puis calibrer le modèle de Leblond en vue d'une future utilisation dans un modèle de coupe complet.

2 Essais de dilatation libre

2.1 Conditions expérimentales

La dilatométrie libre (figure 2) consiste à mesurer la déformation d'un échantillon libre de toutes contraintes autres que la température. Les débuts de transformation s'identifient par la perte de la linéarité de la courbe déformation-température. Ce type de courbe permet en outre d'obtenir la fraction de phase transformée lors du changement de phase, comme l'a montré [9].

Pour un essai de dilatométrie libre, la déformation totale est égale à la déformation thermique. En tenant compte de la possibilité d'existence de différentes phases, par exemple pour une transformation d'une phase austénitique γ vers une phase martensitique α' , la déformation thermique moyenne est donnée par :

$$E^{tot} = E^{therm} = (1 - Z_{\gamma})E_{\alpha'}^{therm} + Z_{\gamma}(E_{\gamma}^{therm} + \Delta\varepsilon_{\alpha\gamma}^{T_0}) \quad (1)$$

où E représente la déformation moyenne sur un volume d'homogénéisation, les exposants *tot* et *therm* s'associent respectivement à la déformation moyenne totale et thermique. L'indice indique la phase sur laquelle la moyenne est réalisée, et $\Delta\varepsilon_{\alpha\gamma}^{T_0}$ est la différence de compacité de la phase α' par rapport à la phase γ à la température T_0 .

L'objectif de cette série d'essais de dilatation libre est l'étude de l'austénisation lors de cinétiques de chauffe très importantes. Le matériau étudié est un acier inoxydable martensitique 15-5PH (acier bas carbone à 3% mass. de Cu) en condition H1025 (40HRC). Les capacités du simulateur thermomécanique Gleeble[®] piloté en puissance, ont été exploitées pour atteindre des vitesses de chauffe élevées. La chauffe se fait par effet joule et dépend de l'intensité du courant envoyé et se localise dans la zone de plus petit diamètre de l'éprouvette (figure 1). Une des extrémités de l'éprouvette est fixe, l'autre est laissée libre de se déplacer axialement. Les mesures de dilatation sont réalisées à l'aide d'un dilatomètre radial. Cette méthode permet de s'affranchir des problèmes liés à des gradients de température axiaux importants. La mesure de température se fait à l'aide d'un thermocouple de type K de diamètre 80 μm soudé sur le diamètre mesuré.

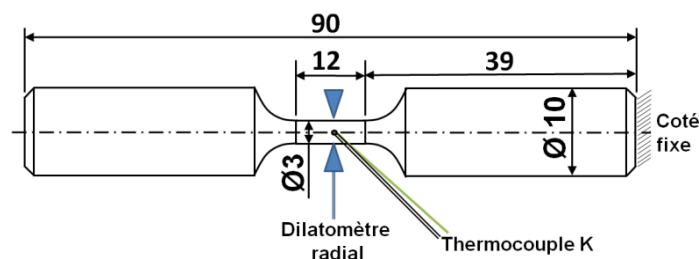


FIG.1 – Eprouvette de dilatation libre et emplacement des mesures de dilatation et de température

La chauffe se fait de façon quasi-linéaire et dure entre 160s ($6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) et 0.1s ($11000^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$). Le refroidissement est laissé libre (convection avec l'air ambiant et conduction dans les mors de fixation). La vitesse de refroidissement maximale est d'environ $-90^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ lors de l'arrêt de la chauffe.

2.2 Résultats de dilatométrie

La figure 2 présente les mesures de dilatation libre réalisées pour différentes vitesses de chauffe de $6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ à $11000^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

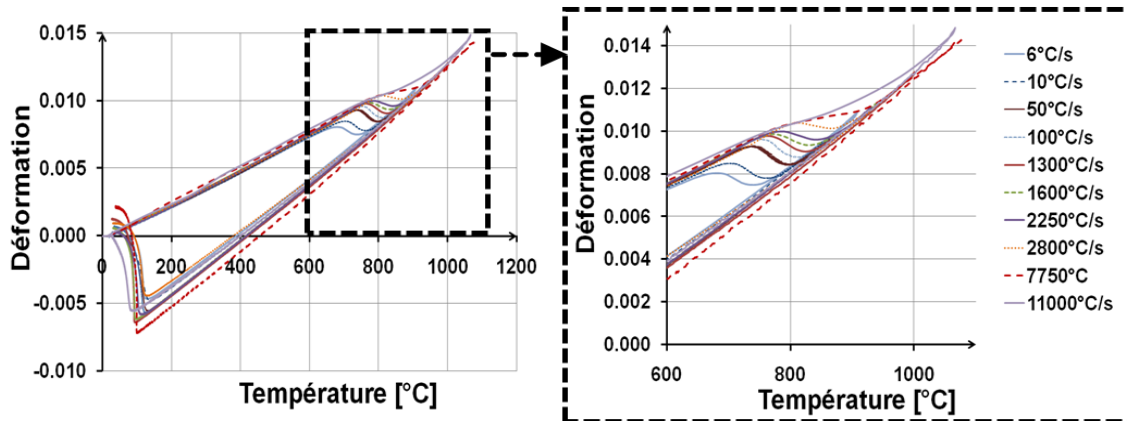


FIG. 2 – Mesures de dilatation libre pour des vitesses de chauffe allant de $6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ à $11000^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

On peut noter que l'évolution de la transformation en fonction de la vitesse de chauffe peut se décomposer en deux zones. Pour les vitesses de chauffe comprises entre $6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et $100^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la vitesse de transformation augmente et la plage d'austénisation diminue légèrement (passant de 146 à 123°C entre AC1 et AC3). La température de début de transformation AC1 se décale notablement vers les hautes températures (passant de 642 à 720°C). Ensuite, pour les vitesses de chauffe de $1300^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ à $11000^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la température AC1 se stabilise aux alentours de 725°C . Cependant, la température de fin de transformation AC3 continue d'augmenter. Ainsi, la plage de transformation s'étend pour atteindre 335°C à $11000^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

2.3 Conclusions

Finalement lors des essais de dilatation libre, on constate que les températures AC₁ et AC₃ restent directement dépendantes de la cinétique thermique. En effet, même si la température de début de transformation AC1 semble se stabiliser, la plage de transformation continue d'augmenter avec la cinétique de chauffe, même pour les vitesses les plus élevées. Cette dépendance à la vitesse de chauffe s'oppose directement au principe d'une transformation de type martensitique par cisaillement.

Ainsi, le passage d'une transformation austénitique classique (par diffusion) à une transformation *displacive* ne peut pas être appliqué dans notre cas. L'utilisation et la calibration du modèle de transformation de Leblond semble donc adaptée à la modélisation du 15-5PH.

3 Développement d'un modèle métallurgique pour les cinétiques thermiques rapides

3.1 Hypothèses et paramètres du modèle

Le modèle métallurgique recherché vise à reproduire les cinétiques d'austénisation observées expérimentalement pour des vitesses de chauffe élevées (supérieure à $500^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$). Afin d'assurer une continuité pour des vitesses de chauffe (ou de refroidissement) plus basses, les paramètres du modèle ont été établis à partir des essais de dilatation libre sur la plage de $6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ à $11000^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

La transformation austénitique est définie par la loi de Leblond [10] (équation 3). Le modèle de Leblond est un modèle phénoménologique. Il est basé sur une loi simplifiée en utilisant la proportion de phase transformée à l'équilibre et une constante de temps. La transformation martensitique est modélisée par la loi de Koistinen-Marburger[11] (équation 2) (dans le cadre de cette étude les paramètres sont fixés et indépendants de l'historique thermique).

$$Z_{\alpha} = Z_{\gamma}(1 - e^{-\beta[M_s - T]}) \quad (2)$$

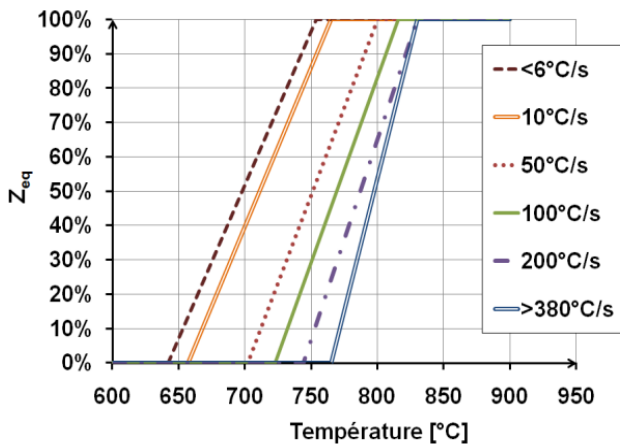
où Z_α et Z_γ sont respectivement les proportions de martensite et d'austénite, M_s est la température de début de transformation martensitique ($M_s=150^\circ\text{C}$) et β est un paramètre matériau ($\beta=0.02$).

$$Z_\gamma = \frac{Z_{eq}(T, \dot{T}) - Z_\gamma}{\tau(T, \dot{T})} \quad (3)$$

où Z_{eq} est la proportion volumique de l'austénite à l'équilibre et τ est une constante de temps (un « retard »).

Ces différents paramètres ont été calibrés à partir des essais de dilatation libre. Les hypothèses suivantes seront prises en compte :

- Etant donné les variations des températures AC1 et AC3 constatées lors de l'évolution de la vitesse de chauffe, Z_{eq} sera considérée comme dépendante de la température mais également de la vitesse de chauffe. L'évolution de Z_{eq} sera considérée comme linéaire entre AC1 et AC3 (figure 3).



AC1_{Zeq}:

$$|\dot{T}| < 6^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} \rightarrow \text{AC1}_{Zeq} = 642^\circ\text{C}$$

$$|\dot{T}| > 200^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} \rightarrow \text{AC3}_{Zeq} = 830^\circ\text{C}$$

$$6^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} < |\dot{T}| < 380^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} \rightarrow \text{AC1}_{Zeq} = 597 \cdot |\dot{T}|^{0.04}$$

AC3_{Zeq}:

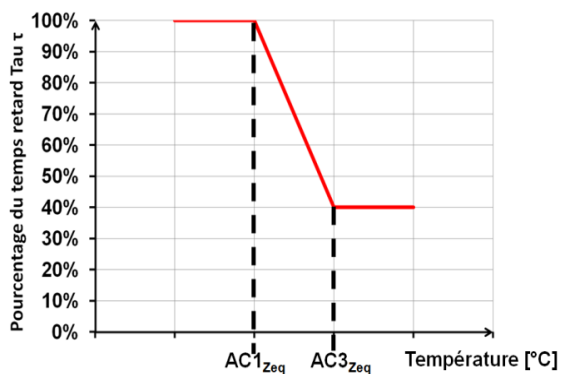
$$|\dot{T}| < 6^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} \rightarrow \text{AC3}_{Zeq} = 754^\circ\text{C}$$

$$|\dot{T}| > 380^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} \rightarrow \text{AC1}_{Zeq} = 765^\circ\text{C}$$

$$6^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} < |\dot{T}| < 200^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} \rightarrow \text{AC3}_{Zeq} = 717 \cdot |\dot{T}|^{0.03}$$

FIG.3 – Évolution de proportion d'austénite à l'équilibre en fonction de la vitesse de chauffe

- Le temps retard associé à la réaction sera considéré comme dépendant de la vitesse de chauffe et diminuera de 60% de sa valeur initiale durant la réaction afin de modéliser l'augmentation du taux d'austénisation entre AC1 et AC3 (figure 4).



Temps retard τ :

$$|\dot{T}| < 6^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} \rightarrow \tau = 8.75\text{s}$$

$$|\dot{T}| > 1300^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} \rightarrow \tau = 0.026\text{s}$$

$$6^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} < |\dot{T}| < 1300^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1} \rightarrow \tau = 36 \cdot |\dot{T}|^{-1}$$

FIG.4 – Évolution du temps retard en fonction de l'avancement de la transformation

- L'austénisation pourra se poursuivre au refroidissement si la proportion d'austénite n'est pas de 100% à la fin de chauffe et tant que la température reste supérieure à AC1. Cette hypothèse, confirmée par les travaux de [8], est importante pour la simulation de chauffés rapides (ne permettant pas une austénisation totale). L'évolution des paramètres du modèle et leur dépendance à $|\dot{T}|$ seront considérées comme identiques lors de la chauffe ou du refroidissement.

On peut souligner que pour $|\dot{T}|$ supérieure à $1300^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, le modèle se simplifie car l'ensemble des paramètres du modèle (Z_{eq} , τ , ...) deviennent indépendants de $|\dot{T}|$.

3.2 Modélisation de l'essai de dilatation libre

On peut modéliser l'essai de dilatation libre afin de comparer les résultats du modèle de Leblond ainsi calibré avec les données expérimentales. On utilise pour cela l'équation 1 avec les coefficients (non thermo-dépendants) suivants :

$$-\Delta \varepsilon_{\alpha\gamma}^{T_0} = -8 \times 10^{-3} \text{ (pour } T_0 = 20^\circ\text{C)}$$

$$\text{- entre } T \text{ et } T_0 : E_{\alpha}^{therm} = k_{\alpha'} (T - T_0) \text{ avec le coefficient de dilatation thermique } k_{\alpha'} = 1.45 \times 10^{-5}$$

$$\text{- entre } T \text{ et } T_0 : E_{\gamma}^{therm} = k_{\gamma} (T - T_0) \text{ avec le coefficient de dilatation thermique } k_{\gamma} = 2.2 \times 10^{-5}$$

On obtient alors la figure 5 représentant l'évolution de dilatation libre d'un volume unitaire pour différentes vitesses de chauffe (de 6°C.s^{-1} à $11000^\circ\text{C.s}^{-1}$). La concordance avec les données expérimentales (figure 2) confirme les paramètres identifiés pour le modèle métallurgique. On notera entre autres, les évolutions des températures AC1 et AC3 pour des vitesses de chauffe jusqu'à $1300^\circ\text{C.s}^{-1}$. Puis, la stabilisation de la température AC1 mais l'augmentation continue de la température AC3 (augmentation de la plage d'austénisation).

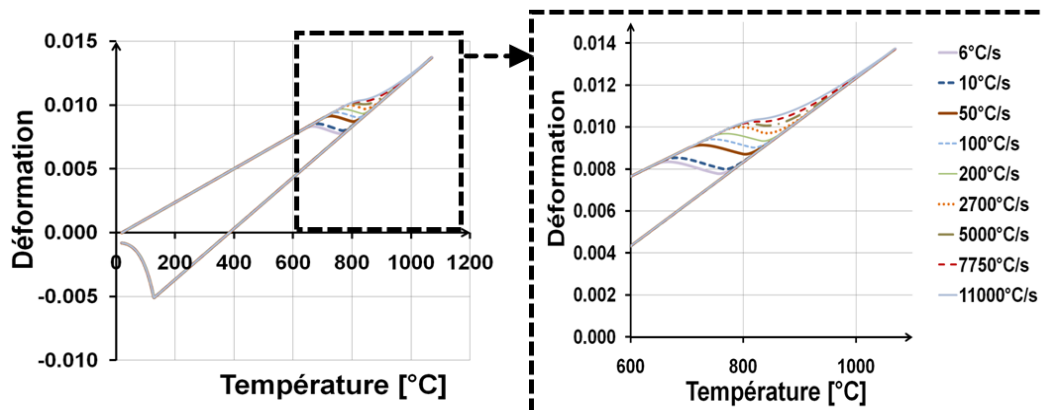


FIG.5 – Modélisation de l'essai de dilatation libre à partir du modèle de Leblond identifié

3.3 Extrapolation à des cinétiques thermiques plus sévères

On remarquera que les cinétiques thermiques associées aux procédés de fabrication développés en introduction restent largement supérieures aux vitesses mesurables expérimentalement. Néanmoins, les paramètres du modèle (Zeq , τ , ...) n'évoluant plus à partir de $|\dot{T}| = 1300^\circ\text{C.s}^{-1}$ et ayant été validés expérimentalement jusqu'à $11000^\circ\text{C.s}^{-1}$, on peut extrapoler le modèle pour des cinétiques de chauffe et de refroidissement plus rapides.

Ainsi, on peut reproduire des cycles thermiques complets (chauffe/refroidissement) et s'intéresser au pourcentage d'austénite formée (figure 6). La température maximale de chauffe est maintenue à 1000°C et on fait varier la vitesse de montée en température. Le refroidissement se fait suivant une décroissance exponentielle de constante de temps égale à 20s identifiée expérimentalement lors des essais de dilatation sur machine Gleeble[®] (soit une valeur maximale de vitesse de refroidissement de -90°C.s^{-1}).

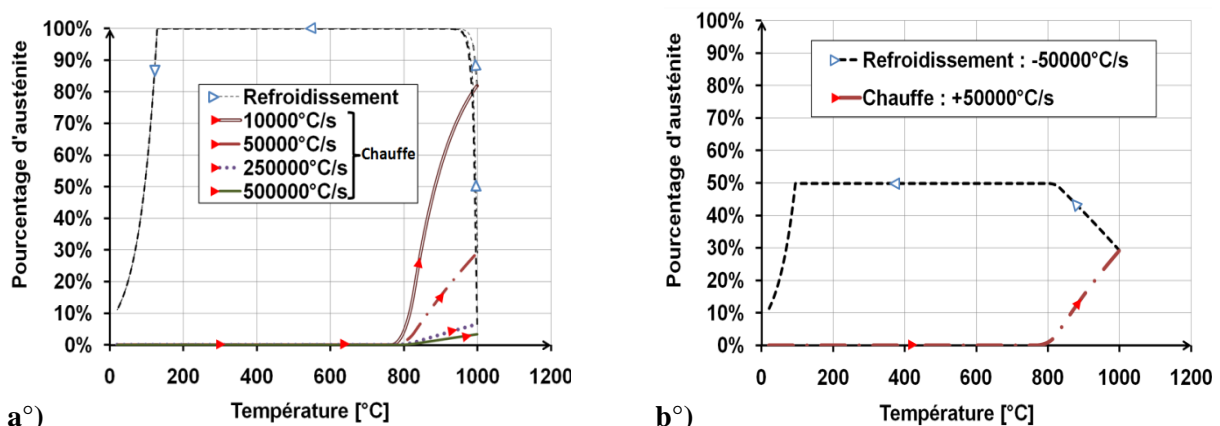


FIG.6 – Évolution du taux d'austénite en fonction de la température: a°) Chauffes rapides et refroidissement lent (-90°C.s^{-1}) ; b°) Chauffage rapide et refroidissement rapide ($\pm 5.10^4^\circ\text{C.s}^{-1}$)

La figure 6,a nous montre alors que la transformation austénitique n'est pas nécessairement complète à la fin de la chauffe. Ainsi dès $10000^\circ\text{C.s}^{-1}$, le pourcentage d'austénite à 1000°C est de 82%. Cette valeur chute à 3.3% à $5.10^5^\circ\text{C.s}^{-1}$. La vitesse de refroidissement relativement lente (-90°C.s^{-1} max.) permet néanmoins une austénisation totale durant le refroidissement.

On peut alors imaginer que la vitesse de chauffe et de refroidissement soient très rapides. C'est le cas du faible volume chauffé lors d'une opération d'usinage où le refroidissement se fait quasi-instantanément par conduction dans le reste du matériau. On obtient alors la figure 6,b pour une chauffe et un refroidissement à $5.10^4 \text{ }^\circ\text{C.s}^{-1}$. Le taux d'austénite a atteint 30% lors de la chauffe et 50% lors du refroidissement.

4 Discussion et conclusion

Dans un premier temps, des essais de dilatométrie libre ont été réalisés afin de mettre en évidence les cinétiques d'austénisation de l'acier inoxydable martensitique 15-5PH. Des vitesses de chauffe élevées ont été employées (de 6°C.s^{-1} à $11000^\circ\text{C.s}^{-1}$) afin de se rapprocher des cycles thermiques caractéristiques des procédés de fabrication métallique (en particulier l'usinage). On constate que les températures de début et de fin d'austénisation (AC1 et AC3) restent directement dépendantes de la vitesse de chauffage. De même, la plage d'austénisation varie continuellement. Ainsi, le passage d'une transformation austénitique classique (par diffusion) à une transformation *displacive* ne peut pas être appliqué dans notre cas.

Dans un second temps, en se basant sur les résultats expérimentaux de dilatométrie libre, les paramètres du modèle de changement de phase de Leblond sont identifiés. Le modèle autorise l'austénisation du matériau dès lors que la température est supérieure à la température AC1. De ce fait, le changement de phase peut se produire indépendamment du fait qu'on se trouve dans une phase de chauffage ou de refroidissement. Le modèle de changement de phase, ainsi calibré pour des cinétiques thermiques élevées, permet alors de tester diverses combinaisons de vitesse de chauffe, de refroidissement et de température maximale atteinte.

On peut établir un parallèle avec une opération d'usinage du 15-5PH où les vitesses de chauffe et de refroidissement sont supérieures à celles testées dans cette étude. On comprend alors que la proportion d'austénite formée sera quasi-nulle même si la température maximale atteinte dépasse largement la température de début d'austénisation AC1. On comprend alors l'importance de calibrer les modèles de transformation métallurgique employés à des vitesses de chauffés élevées.

Enfin, il est important de noter que cette étude considère uniquement un apport d'énergie thermique. L'influence de niveaux de contraintes et de déformations élevés sur les cinétiques de changement de phase n'a pas été prise en compte. Il s'agit pourtant du contexte généralement rencontré lors d'une opération de mise en forme. Ce point constitue donc une perspective directe pour cette étude.

5 Remerciements

Les auteurs remercient les sociétés EUROCOPTER, AREVA NP et CETIM pour leur soutien à cette étude.

Références

- [1] Poulachon G., Aspects phénoménologiques, mécaniques et métallurgiques en tournage c-BN des aciers durcis, PhD Thesis, Cluny, France, 1999.
- [2] Chou Y.K. et Evans C.J., White layers and thermal modeling of hard turned surfaces. International Journal of Machining Tools and Manufacture, Vol. 39, 1863-1881, 1999.
- [3] Krauss G., Steels : Heat Treatment and Processing Principles, ASM International, 156-163, 1989.
- [4] Leem et al., Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe13%-Cr7%-Ni3%-Si martensitic stainless steel. Scripta Mat., Vol. 45, 767-772, 2001.
- [5] Kappoor, Rajeev et Batra, On the α' to γ transformation in maraging (grade 350), PH 13-8 Mo and 17-4 PH steels, Materials Science and Engineering, Vol. 371, 1-2, 324-334, 2004.
- [6] Constant A., Henry G. et Charbonnier J.-C, Principes de base des traitements thermiques, thermomécaniques et thermochimiques des aciers, ISBN 2-85330-110-9, 1992.
- [7] Orlich J., Rose A. et Wiest P., Atlas zur Wärmebehandlung der Stähle. Zeit Temperatur Austenitisierung Schaubilder MPI, 1973.
- [8] Katsamas A.I., A computational study of austenite formation kinetics in rapidly heated steels, Surface and Coatings Technology, Vol. 201, Issue 14, 6414-6422, 2007.
- [9] Leblond J.B., Mottet G., Devaux J.C., A theoretical and numerical approach to the plastic behavior of steels during phase transformations, Derivation of general relations, J. Mech. Phys. Solids 34: 395-409, 1986.
- [10] Leblond J.B. et Devaux J., A new kinetic model for anisothermal metallurgical transformations in steel including effect of austenite grain size, Acta Metal, Vol. 32, 1, 137-146, 1984.
- [11] Koistinen D.P. et Marburger R.E, A general equation prescribing extent of austenite-martensite transformation in pure Fe-C alloys and plain carbon steels, Acta Metallurgica, 7:59-60, 1959.