REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATQIUE ET POPULAIRE MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE FRERES MENTOURI CONSTANTINE 1 FACULTE DES SCIENCES EXACTES DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

Travaux pratiques : Caractérisation morphostructurale (C.M.S)

Dr. Z. BELAMRI

2020/2021



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية وزارة التعليم العالي والبحث العلمي جامعة الإخوة منتوري – قسنطينة 1



PEOPLE'S DEMOCRATIC REPUBLIC OF ALGERIA MINISTRY OF HIGHER EDUCATION AND SCIENTIFIC RESEARCH Frères Mentouri University – Constantine 1

Faculty of Exacts Sciences

كليمسة العلوم الدقيقة

E-mail : fac.sciencesexactes@umc.edu.dz

Website : fac.umc.edu.dz/fse

🌃 et 🛥 Secrétariat : 031.81-11.07

Extrait du Procès-verbal N° 68 du 15 octobre 2020 du Conseil Scientifique de la Faculté.

Suite aux rapports d'expertise favorables de Messieurs GUEMINI Rebai et DJARI Ahmed chargés d'expertiser le polycopié pédagogique présenté par Mme **BELAMRI Zahira** intitulé : «caractérisation morphostructurale C.M.S», destiné aux étudiants de 1^{ère} année Master et Licence Le Conseil scientifique donne un avis favorable pour la publication.

2 7 JAN 2021

Fait à Constantine le,

P/ Le Président du Conseil Scientifique



Sommaire

Introduction générale	1
-----------------------	---

Matériaux et méthodes expérimentales

1.	Introduction	3
2.	Microscope optique	3
3.	Microdureté	5

TP I : Métallographie

I-1.	Introduction	10
I-2.	Etapes de préparation des échantillons	10
I-2-1.	Enrobage	10
I-2-2.	Polissage	12
I-2-3.	Attaque métalographique	19
I-3.	Travail demandé	21
I-3-1.	Préparation des échantillons	21
I-3-2.	Questions	22

TP II : Diagramme d'équilibre Pb-Sn

II-1.	Introduction	23
II-2.	Description du diagramme d'équilibre Pb-Sn	23
II-3.	Etude métallographique de chaque alliage dans le diagramme d'équilibre	27
II-4.	Travail demandé	36
II-4-1.	Préparation des échantillons	36
II-4-2.	Questions	36

TP III : Traitements thermiques

	III-1.	Introduction	37
	III-2. Diagramme de phases Fe-C.		37
	III-3. Propriétés et rôle des constituants		38
III-4. Les fontes		Les fontes	41
	III-5.	Les aciers	43
	III-5-1.	Traitements thermiques des aciers	44
	III-5-2.	Austénitisation des aciers avant traitement thermique	45
	III-5-3.	Transformations isothermes de l'austénite hors équilibre	47
III-6. Microdureté Vickers des deux types d'acier étudiés		Microdureté Vickers des deux types d'acier étudiés	55
	III-7.	Travail demandé	58
Annexe			60
Т	Terminologies		
R	Références		

Introduction générale

Les alliages métalliques constituent un rôle important pour tout développement industriel ou amélioration technologique. Vu les besoins de l'industrie moderne, de nombreux travaux de recherche sont en cours pour le développement d'autres matériaux plus appropriés et moins coûteux tels que les composites, les céramiques, les polymères etc....; toutefois les alliages métalliques occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour.

Les propriétés d'utilisation des métaux et des alliages métalliques sont déterminées en grande partie par la morphologie et le degré de dispersion des phases qui les constituent, c'est-àdire par leurs microstructures. Actuellement, maîtriser les microstructures en vue d'optimiser une propriété physique est réalisable par des traitements thermiques ou thermomécaniques adéquats, qui sont engendrés sur les possibilités de transformations structurales. A cet égard les métallurgistes cherchent à comprendre pourquoi une transformation se produit-elle ? et comment se produit une telle transformation ?

La compréhension des divers aspects des transformations de phases devient donc nécessaire pour la maîtrise de la technologie des matériaux métalliques.

La connaissance des équilibres thermodynamiques et chimiques, ainsi que la maîtrise des transformations de phases ; diffusives ou displacives, ouvre sur la possibilité d'obtenir une structure favorable à une utilisation, non seulement dans les alliages métalliques, mais dans tous les types de matériaux, grâce à des traitements thermiques.

Ce polycopié contient des travaux pratiques destinés aux étudiants de master 1, et licence à l'université Frères Mentouri Constantine 1. Le premier TP a pour but de montrer aux étudiants les procédures de préparation de la surface des échantillons pour l'observation microstructurale.

Le deuxième TP étudie quelques alliages du système Pb-Sn pour montrer aux étudiants les différentes microstructures en fonction de la composition des différents alliages.

Dans le troisième TP on a essayé de suivre l'effet de traitement thermique des aciers sur leurs microstructures et leurs propriétés mécaniques.

1

Avant chaque séance, l'étudiant devra avoir lu et compris la partie de la brochure liée au TP, pour être en mesure de suivre correctement les explications de l'enseignant. Pendant la séance, les étudiants devront suivre les instructions données dans la brochure et par l'enseignant, pour effectuer les manipulations exigées.

A la fin de TP, chaque étudiant rendra un compte-rendu dirigé sur la technique employée lors du TP, et sur les résultats obtenus. Ce compte-rendu pourra avoir le schéma suivant:

- Introduction
- But et principe de la technique et la procédure de TP,
- Une partie bibliographique
- Résultats et interprétation
- Conclusion

La note de TP comprend une évaluation du travail pratique effectué durant les séances de TP, et une évaluation de l'aptitude à la rédaction, à la synthèse et à l'interprétation des résultats obtenus.

Cette polycopie a été améliorée avec l'appui de Prof. Z. Laarouk professeur à l'université Frères Mentouri-Constantine 1 à laquelle je présente mes remerciements.

Matériaux et méthodes expérimentales

Dr. Z. BELAMRI

1. Introduction

Dans cette partie on va citer les différentes techniques utilisées dans les différents travaux pratiques. Ces méthodes ont pour but de mettre en évidence les constituants des produits métallurgiques : solutions solides, eutectiques et eutectoides. Pour cela, on procède à l'examen au microscope optique d'une surface polie et attaquée par un réactif approprié.

2. Microscope optique

L'étude au microscope optique permet d'observer l'évolution de la microstructure des échantillons. Le microscope optique est un instrument à lentilles dont le but est d'obtenir une image agrandie de l'objet observé, ce dernier est placé devant l'objectif. Si l'objet est au-delà de la distance focale, cela forme une image réelle inversée de taille différente, l'image est plus grande que l'objet si celui-ci est situé à une distance inférieure au double de la distance focale de l'objectif. L'oculaire est positionné de sorte que l'image soit dans son plan focal. Ainsi, l'œil observe une image à l'infini, donc en relâchant les muscles chargés de l'accommodation, offrant une meilleur vue. La figure 1 montre un schéma représentatif du principe de microscope optique.



Fig. 1 : Principe d'un microscope optique.

Les observations microstructurales ont été faites dans nos présents travaux pratiques à l'aide d'un microscope métallographique de type *euromex* relié à un microordinateur (Fig. 2). C'est un appareil optique muni de lentilles qui permettent le grossissement de l'image et donc voir de petits détails. Les calculs des proportions des phases et la photographie se font à l'aide d'un logiciel particulier (Image Focus v3.0) illustré dans la figure 3. La méthode de calcul est expliquée dans l'annexe. Les grossissements correspondants sont donnés dans le tableau suivant :

N° de l'objectif	Grossissement
1	10
2	40
3	60
4	100



Fig. 2 : Le microscope optique de type euromex relié à un microordinateur



Fig. 3 : Logiciel utilisé pour la photographie et pour les calculs des proportions des phases.

1.3. Microdureté

La microdureté est un paramètre permettant de caractériser les propriétés mécanique des matériaux. Il existe plusieurs manières de déterminer la microdureté d'un matériau :

- La dureté Brinell
- La dureté Vickers
- La dureté Knoop
- La dureté Rockwell

✤ Test Brinell HB

L'essai Brinell utilise comme pénétrateur une bille en acier trempé ou en carbure de tungstène de 10 mm de diamètre (D) (fig. 4). On applique une charge (F) et on mesure le diamètre (d) de l'empreinte en millimètre. La pression est maintenue pendant 15 à 30 s selon le métal. La dureté brinell HB est donnée par l'expression suivante :

$$HB = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

Où :

- F: la force en N
- D : diamètre de la bille en mm
- d : rayon de l'empreinte en mm



Fig. 4 : Principe de l'essai Brinell.

* Test Vickers HV

La microdureté Vickers a été créée dans les années 1920 par les ingénieurs de la société Vickers en Angleterre. Elle est caractérisée par l'empreinte faite par un pénétrateur sous une charge donnée durant 15 secondes. Ce pénétrateur est formé d'une pyramide en diamant à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136° (fig. 5). La mesure s'effectuant à l'aide d'un microscope. La microdureté Vickers (HV) est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$HV = 1.854 \frac{F}{d^2}$$

Où :

- F : la charge appliquée en kgf
- d : diagonale de l'empreinte en mm

On écrit $HV_{0.1}$ pour F= 100 kgf



Fig. 5 : Principe de l'essai Vickers.

* Test Knoop HK

L'essai de Knoop permet spécialement la mesure de dureté des matériaux fragiles comme le verre et la céramique. Le pénétrateur Knoop est particulièrement bien adapté pour mesurer la dureté des couches minces, il est en diamant est de forme pyramidale à base rectangulaire avec un angle de 172,5° entre deux faces opposées et 130° pour les deux autres faces (fig. 6). Les charges appliquées sont inférieures à 1 kgf. Le pénétrateur laisse une empreinte dont la taille est comprise entre 0,01 et 0,1 mm.

Si on mesure la longueur de l'empreinte à l'aide d'un microscope, la dureté de Knoop (HK) est donnée par la formule suivante :

$$HK = 1,451\frac{F}{D^2}$$

Où :

- F : la charge appliquée en N
- D : diagonale de l'empreinte en mm



Fig. 6 : Principe de l'essai Knoop.

Dr. Z. BELAMRI

Test Rockwell HR

L'essai Rockwell est la mesure de la dureté d'un matériau selon le pénétration d'une bille d'acier (appelé dureté Rockwell B (HRB)) ou d'un cône de diamant de 120° (dureté Rockwell (HRC)). La dureté Rockwell est alors donnée par l'expression suivante :

$$HR=K-\frac{h'}{2}$$

Où :

- K : constant
- h': profondeur rémanente

L'essai se déroute de la manière suivante :

- Une précharge F₀ de 98,07 N est d'abord appliquée sur la surface par le pénétrateur.
 Elle permet de "faire le zéro" en fixant la profondeur de mesure de référence, h₀.
- La surcharge de mesure F est alors appliquée. II existe trois valeurs de surcharges normalisées : 490,3, 882,6 et 1373 N.
- Après un temps de l'ordre de la dizaine de secondes, la charge F est retirée et la profondeur de pénétration de l'indenteur h', avec la précharge F₀ maintenue, est mesurée.



Fig. 7 : Déroulement d'un essai de dureté Rockwell

• Rockwell HRC

Le pénétrateur est un cône de diamant de 120° et d'extrémité sphérique (0,2 mm). La charge F est de 1400 N (150 kgf).

• Rockwell HRB

Le pénétrateur est une bille d'acier de 1,59 mm de diamètre. La charge F est de 900 N (100 kgf).

Dans nos travaux pratiques on utilise la microdureté Vickers. Le microduromètre équipé de deux objectifs : x10 et x40. La mesure de l'indentation se fait après placement d'un échantillon sur une table XY de l'appareil, après le réglage de la clarté et choix de la charge appliquée. Une fois l'empreinte réalisée, le zéro réalisé et les mesures de diagonales faites à l'aide des repères mobiles présents sur l'oculaire, l'appareil donne la valeur de la microdureté, dans les conditions de l'essai, il faut réaliser au moins 5 mesures et faire la moyenne.

TP I : Métallographie



I-1. Introduction

La connaissance des propriétés des matériaux passe par le suivi de la forme, de la distribution, de la quantité et de l'identité des phases qui les composent. L'examen microscopique de l'échantillon permet d'obtenir des renseignements très divers tels que :

- **Pureté** : présence aléatoire d'inclusions ou corps étrangers, de précipités, de fissures, de porosités, de phases diverses et d'hétérogénéités de composition.
- **Microstructure** : mise en évidence des joints de grain, taille des grains, morphologie et distribution des différentes phases.
- **Histoire thermomécanique** : lignes de glissements, macles de déformation, bandes de pliages, structures fibreuses, recristallisation ...

L'examen métallographique des échantillons nécessite une préparation fine et correcte; d'abord la préparation d'une surface parfaitement plane et polie en aspect miroir et exempte de rayures, ensuite la mise en évidence de la microstructure par un réactif d'attaque approprié.

Dans la procédure de préparation de surface d'un échantillon pour l'observation microscopique, le polissage est essentiellement une opération de finition, qui a pour but de diminuer la rugosité et diminuer la topologie de surface en éliminant les défauts superficiels mis en évidence par l'opération d'abrasion tels que les microfissures, les porosités et les inclusions. Le polissage est d'abord mécanique ; pour les métaux, on termine parfois par un polissage électrolytique.

Le polissage est également utilisé nécessairement lorsque l'on veut faire un essai mécanique comme la dureté. Enfin, le polissage peut être utilisé pour enlever la couche superficielle et avoir accès au cœur du matériau, qui n'a pas nécessairement les mêmes propriétés.

I-2. Etapes de préparation des échantillons

I-2-1. Enrobage

L'enrobage permet de limiter les effets de bords pendant l'étape de polissage. De plus cette opération permet :

- Lors d'un polissage manuel : de faciliter la prise de l'échantillon
- Lors d'un polissage automatique : de réunir plusieurs échantillons dans un porteéchantillons dans des conditions optimales de serrage.

Avant toute procédure d'enrobage, il faut bien nettoyer les échantillons afin que la résine légende aux contours de la pièce. La résine doit avoir une dureté proche de celle du matériau à enrober. La procédure d'enrobage est la suivante :

- L'échantillon est placé au fond du moule,
- Procéder au mélange des composants de la résine en respectant les doses indiquées par la fiche technique. Mélanger doucement pour éviter de créer des bulles d'air.
- Verser la résine dans le moule jusqu'au niveau souhaité et laisser durcir à l'air libre.

La figure I-1 montre les éléments utilisés pour la procédure d'enrobage dans ce TP 1.



- (1) Résine
- (2) Liquide durcisseur
- (3) Moule en plastique
- (4) Doseur
- (5) Echantillon non coupé
- (6) Des échantillons coupés
- (7) Echantillon enrobé dans le moule
- (8) Echantillon enrobé et préparé pour le polissage.

Fig. I-1 : Moyens utilisés pour l'enrobage des échantillons.

I-2-2. Polissage

On réalisera des passages successifs à l'aide de particules abrasives de plus en plus fines. Le polissage peut être divisé en deux processus :

a) Polissage mécanique

C'est une opération qui consiste à rendre une surface lisse et brillante par des mouvements corrélatifs et par une pression entre la pièce et l'outil abrasif sans enlèvement significatif de matière.

Pour le polissage mécanique, on utilise des papiers avec des particules abrasives (sorte de toile émeri, de papier du verre) mais avec une taille de particules plus fine et maîtrisée, en général en carbure de silicium (SiC) ou en alumine (Al₂O₃) (fig. I-2). On commence par un papier à gros grain, puis on passe successivement à des papiers à grains plus fins (On commence par le plus petit indice pour évoluer vers le plus grand). On trouve sur chaque papier un chiffre qui indique le nombre de gains/cm² (fig. I-3)

Entre deux papiers, il faut :

- bien nettoyer l'échantillon, afin de le débarrasser des particules du papier précédent qui auraient pu s'introduire ; on utilise en général un bain à ultrasons;
- croiser la direction de polissage : pour un papier donné, on polit toujours dans le même sens, et on croise les sens d'un papier à l'autre (il faut tourner l'échantillon de 90° lors du passage d'un disque à l'autre), ce qui permet de faire ressortir les rayures résiduelles de l'étape précédente.

Dans ce cas, la lubrification et le refroidissement se fait à l'eau pure. Elle permet d'éliminer les particules et éviter l'échauffement local de l'échantillon.

Pour le polissage de finition, on utilise une toile sur laquelle on dépose l'alumine de taille différente (1h, 3h, 6h, 12h, 24h) et ensuite on dépose des diamants artificiels de taille maîtrisée (6 μ m, 3 μ m et 1 μ m).

En fonction du type de matériau et de l'étape de préparation, différents lubrifiants pourront être choisis pour assurer la lubrification et le refroidissement nécessaires.

TP I : Métallographie

On trouve que les matériaux très durs sont longs à polir et usent beaucoup de consommables (papiers, pâte ou aérosol diamantés). Les matériaux très mous (comme le cuivre) sont difficiles à polir car on crée facilement des facettes (des plans).



- (1) Echantillon enrobé
- (2) Disques abrasifs.
- (3) Alumine (Al_2O_3)
- (4) Toile (papier feutre)

Fig. I-2 : Différents outils de polissage



Fig. I-3 : Disque abrasif.

b) Polissage électrolytique :

Cette étape de polissage peut s'intégrer dans une gamme de traitement en complément d'un polissage mécanique et a pour but de donner de très bonnes qualités de brillance et d'adhérence aux traitements ultérieurs.

Le polissage électrolytique se fait en général avec un acide, ou plutôt un mélange d'acides dépendant du métal considéré, et en appliquant une tension électrique de l'ordre de quelques volts. Le danger de ce mélange impose des précautions : ne pas manipuler en étant seul dans le laboratoire, porter des équipements de protection individuelle (blouse, lunettes, gants), respecter les consignes selon les produits. Parmi les avantages d'une surface électropolie :

- Une diminution de la rugosité, qui permet de réduire l'adhérence des produits sur la surface
- Une facilité de nettoyage accrue
- Une surface plus lisse et une brillance d'un aspect miroir

Pour vérifier la qualité du polissage effectué, un contrôle de l'état de surface au microscope optique sera réalisé avant de passer à l'étape suivante de la préparation qui est l'attaque métallographique.

La figure I-4 montre une cellule de polissage électrolytique typique. Il s'agit d'une configuration simple qui nécessite un courant électrique et une tension contrôlés. Le courant passe à travers l'électrolyte, qui est une solution électriquement conductrice de l'anode (+) à la cathode (-). L'échantillon est l'anode, et la cathode est constituée d'un matériau non dissous tel que l'acier inoxydable ou le fer pur. Le polissage électrolytique est également appelé polissage anodique car l'échantillon, qui est l'anode de l'électrolyte, subit le processus de dissolution anodique. Les variables suivantes doivent être contrôlées:

- Densité de courant
- Voltage
- Composition de l'électrolyte, température et temps de débit
- Composition, taille et forme de la cathode



Fig. I-4: Polissage électrolytique

Les figures I-5 (a) et I-5 (b) suivantes sont des micrographies obtenues des échantillons d'acier (alliages Fe-C). On observe des défauts de polissage sur ces microstructures qu'il faut éviter.

Dans les premières étapes de polissage, la surface de l'échantillon peut être déformée où des plans (deux ou trois plans) peuvent être apparaitre. Ce sont des grands défauts de polissage (fig. I-5 (a) et (b)).



Fig. I-5: Microstructures des échantillons montrant la création des plans

Il est peut être difficile de distinguer les rayures agrandies par les étapes de polissage finales de l'introduction des traces de rayures au cours de la phase de polissage précédente. Le problème peut être résolu en rendant l'ensemble de rayures unidirectionnel et parallèle à une seule direction dans la surface de l'échantillon (fig. I-6).



Fig. I-6 : Microstructure montre les lignes de polissage parallèles

Au cours du polissage mécanique il faut qu'on ne passe pas d'un papier à l'autre si les lignes de polissage ne sont pas parallèles (fig. I-7 (a) à fig. I-7 (f).

Si nous soumettons une surface à un polissage grossier et que nous finissons par un polissage plus fin jusqu'à ce que la première série de rayure ait été enlevée, des rayures résiduelles apparaissent comme le montre les microcristographies de la figure I-8 (b) et I-8 (c), donnant l'impression qu'une partie de la première série de rayures est réapparue.

Une surface exempte de ces effets serait obtenue si le polissage de finition avait été poursuivi assez longtemps pour éliminer tous les dommages de polissage préexistants.

Le polissage final élimine les imperfections de surface qui impliquant l'utilisation d'un tissu abrasif, enlevant la plupart ou la totalité de la zone restante de la déformation de surface et les rayures plus profondes. La figure I-8 (e) montre une micrographie d'un échantillon bien polie.



Fig. I-7 : Microstructures des échantillons montrent l'intersection des lignes de polissage

Le séchage après le polissage (rinçage de l'échantillon à l'eau puis à l'éthanol et un séchage) est nécessaire pour éliminer les traces de gouttes d'eau sur la surface de l'échantillon (fig. I-8 (d)).



Fig. I-8 : Microstructures des échantillons polis en alumine

I-2-3. Attaque métallographique

Une attaque chimique sera réalisée avec un réactif approprié (composition et concentration choisies) pour l'alliage ou le matériau étudié.

En fonction du réactif choisi, le temps d'attaque (quelques secondes à plusieurs minutes) devra être suffisant pour obtenir la différenciation des phases en présence et ce que l'on souhaite observer au microscope c'est-à-dire : les grains, les phases et constituants de la structure.

Dans tous les cas, il est plus attentif d'effectuer d'abord une attaque de courte durée à compléter ensuite par une seconde attaque (un échantillon trop attaqué devra être repoli). Après attaque, l'échantillon est rincé à l'eau puis à l'éthanol et séché.

Les deux figures I-9 (a) et I-9 (b) montrent des micrographies des échantillons attaqués légèrement, on observe que les phases n'apparaissent pas clairement. Cela à cause de la courte durée d'exposition de l'échantillon au réactif d'attaque.

Comme le montre la figure I-9 (d), l'image est sombre en raison de la présence d'une couche endommagée par une attaque forte. Cela est dû à un long temps d'exposition de l'échantillon au réactif d'attaque ou dû à la forte concentration de celui-ci. Pour que l'attaque apparaisse homogène, il faut que le rinçage de la surface de l'échantillon soit de la même manière (du même niveau), ce défaut est montré sur la figure I-9 (e). Si la surface de l'échantillon n'est pas plane, cela influe aussi sur la microstructure (fig. I-9 (f)).

Les rayures étaient en fait là tout le temps, mais elles étaient trop fines pour être détectées lorsque l'échantillon était à l'état non attaqué; elles ont été agrandies, ou montrées en plus grand contraste par l'attaque (fig. I-9 (c)).

Les rayures sont attaquées préférentiellement lors de l'attaque puisque elles sont considérées comme des défauts dans l'échantillon. L'apparition de rayures dépend également du temps d'attaque.



Fig. I-9 : Microstructures des échantillons attaqués

Un polissage et une attaque appropriés mènent à une microstructure parfaite comme le montre les deux figures I-10 (a) et I-10 (b).



Fig. I-10 : Microstructures des échantillons attaqués convenablement :

- (a) Acier martensitique
- (b) Acier ferrite-perlite

I-3. Travail demandé

Dans ce présent TP, l'étudiant étudie quelques échantillons d'alliages Fe-C (des aciers) au point de vue de leur microstructure. En même temps, il se familiarise avec la pratique de la métallographie: polissage des échantillons, attaque chimique.

Avant de commencer le travail, l'étudiant devra avoir comprendre le but du TP, pour être en mesure de suivre correctement les explications de l'enseignant au cours de l'expérience. Des questions concernant les manipulations devront être posées pour voir la compréhension de l'étudiant.

Pendant chaque séance, les étudiants devront suivre les instructions données par l'enseignant, pour effectuer les manipulations demandées. En fin de séance chaque sousgroupe nettoiera son lieu de travail.

I-3-1. Préparation des échantillons pour le TP

Les échantillons étudiés dans ce présent travail sont des alliages hypoeutctoide du système Fe-C. Pour préparer ces échantillons pour l'étude métallographique, il est conseillé de commencer le polissage par des papiers abrasifs de P320 jusqu'à P1200.

Le réactif d'attaque utilisé pour l'attaque chimique à la température ambiante est le Nital (2 ou 5%).

Acide nitrique HNO₃ : 2 à 5 ml

Alcool éthylique : 98 à 95 ml

Les observations microstructurales ont été faites à l'aide d'un microscope métallographique de type *euromex* relié à un microordinateur (voir méthodes expérimentales).

I-3-2. Questions

A partir des micrographies réalisées pour chaque échantillon, les étudiants se rapporteront au diagramme fer-cémentite.

- 1. Prendre l'image micrographique obtenue pour chaque étape de polissage,
- 2. Déterminer les différentes phases qui apparaissent,
- 3. Calculer le pourcentage des phases d'après la méthode expliquée ci-dessus,
- 4. Calculer la concentration en carbone dans les échantillons étudiés.

Il faut tenir compte des calculs d'erreur pour différentes mesures.



II-1. Introduction

Les composés eutectiques ont des applications technologiques importantes en raison de leur température de fusion qui est inférieure à celle des constituants. C'est le cas des alliages de brassage utilisés pour l'assemblage en électronique et en plomberie : alliages Pb-Sn. Par ailleurs, en fonderie les alliages eutectiques présentent l'avantage de ne pas comporter d'intervalle de solidification. Ceci limite fortement l'apparition de défauts tels que les ségrégations et le retrait volumique.

Ce TP est désigné aux étudiants de master 1. Le but de ce présent travail est d'étudier le diagramme d'équilibre Pb-Sn, sachant bien que ce système contient une transformation eutectique, qui est étudiée dans le cours, donc on peut montrer aux étudiants ce type de transformation pratiquement. Une autre raison pour l'utilisation de ce système c'est les faibles températures de fusion de deux éléments $T_{Sn}= 231.9^{\circ}C$ et $T_{Pb} = 327.5^{\circ}C$ (voir diagramme d'équilibre), donc la préparation des alliages étudiés n'est pas couteuse énergétiquement.

II-2. Description de diagramme d'équilibre Pb-Sn

• Etude cristallographique de l'étain pur

L'étain pur se trouve sous forme de plusieurs variétés allotropiques. Sa température de fusion est de 231.9°C. Au-dessus de 13°C, il est stable sous forme de la phase β , c'est l'étain blanc. La maille cristalline de cette phase est représentée sur la figure II-2.

Au-dessous de 13°C, la phase stable est la phase α ou l'étain gris, de structure cubique diamant (fig. II-3), les liaisons deviennent essentiellement covalentes donc, cette phase possède peu de caractéristique métalliques. Elle est isolante, dure et fragile. Sa densité est de 5750 kg.m⁻³



Fig. II-1 : Etain pur.



Fig. II-2 : Maille cristalline de l'étain sous forme β , La maille est représentée en pointillés, certaines liaisons sont représentées par commodité par les pointillés fins. Paramètres de maille : a = b = 0,58197 nm, c = 0,31750 nm, $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$. Chaque sphère blanche représente un atome d'étain.



Fig. II-3 : Maille cristalline de l'étain sous forme α , La structure de type diamant est une maille cubique à face centrée avec occupation de la moitié des sites tétraèdriques (4 sur 8) de façon alternée, ce qui donne finalement 8 atomes par maille élémentaire. Paramètres de maille : $a = b = c = 0,3567 \text{ nm}, \alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$.

Le tableau II-1 résume propriétés physico-chimique de l'étain.

Aspect	Gris argenté
Structure cristalline	 Au-dessus de 13°C : tétragonale (forme β) c'est l'étain blanc En dessous de 13 °C, l'étain blanc se transforme lentement en étain gris, de structure diamant (forme α) c'est l'étain gris.
Masse atomique	118,7 g.mol ⁻¹
Nombre atomique	50
Température de fusion	231,9°C
Masse volumique	5,77 g·cm ⁻³ (gris), 7,29 g. cm ⁻³ (blanc)
Conductivité électrique à 20°C	$9,17 \times 10^6 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$

Tableau II-1 : Propriétés physico-chimique de l'étain

• Etude cristallographique du plomb

Le plomb est un métal de couleur grise bleutée de masse atomique 207,2 g.mol⁻¹ et de masse volumique à 20°C est de 11,35 g.cm-³. Ces caractéristiques en font un bon protecteur contre les rayonnements ionisants. Son point de fusion est situé à 327,5°C. Le plomb possède une bonne conductivité thermique et électrique où sa résistivité est de 20,65 $\mu\Omega$.cm à 20°C, mais un module d'Young et une limite d'élasticité faible, respectivement 16,7 GPa et 1,4 MPa à 20°C. Il est malléable, ductile et peu résistant au fluage. A l'état naturel, on le trouve sous forme PbS allié à d'autres sulfures comme CuS, CdS, Ag2S, SnS, As₂S₃, Ba₂S et ZnS (blende). On trouve aussi de la cérusite (carbonate de plomb, PbCO₃) dans des minerais contenant du fer et du zinc. Le plomb cristallise dans le système C.F.C. (fig. II-5) et appartient au groupe spatial de symétrie Fm3m. Le plomb est un métal peu réactif, très résistant à la corrosion acide (phosphorique, sulfurique ou chromique).



Fig. II-4 : Plomb pur



Fig. II-5 : Maille cristalline du plomb, la structure est une maille cubique à face centré. Paramètres de la maille : a = b = c = 0,4950 nm, $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$.

Grâce à sa malléabilité et à son faible point de fusion, le plomb a été très tôt employé comme matériaux de coffrage ou de canalisation. Il sert également de matériau de couverture pour les toitures.

Le plomb entre aussi dans l'élaboration des joints de vitraux pour les monuments anciens. S'il est allié à l'étain, il compose les tuyaux des orgues. Le tableau II-2 suivant résume quelques propriétés physico-chimiques du plomb.

Aspect	Gris argenté
Structure cristalline	Cubique à faces centrées
Masse atomique	$207,2 \text{ g.mol}^{-1}$
Nombre atomique	82
Température de fusion	327,42°C
Masse volumique	11,35 g⋅cm ⁻³
Conductivité électrique à 20°C	$4,81 \times 10^6 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$

• Diagramme d'équilibre Pb-Sn

Le diagramme d'équilibre Pb-Sn est présenté dans la figure II-6. Le système Pb-Sn présente un point eutectique à 61,9 % mass. Sn à 183°C. La solubilité de l'élément Sn à 183°C est 19 % et diminue jusqu'à 1,9 % à 25°C. La diminution de la solubilité avec la température mène à un durcissement des alliages Pb-Sn via la précipitation de Sn.

Dans les alliages de 2 % - 20 % Sn, les précipités de Sn forment une solution solide via une réaction de précipitation discontinue. Les joints de grain, comme des cellules résultantes de la ségrégation de Sn, ainsi facilitent la nucléation et la multiplication des précipités lamellaires.



Fig. II-6 : Diagramme de phase du système Pb-Sn (ref. 2).

II-3. Etude métallographique de chaque alliage dans le diagramme d'équilibre

Les figures : II-7 à II-16 montrent les différentes microstructures obtenues avec les courbes de refroidissements correspondant à chaque alliage.

Les calculs de pourcentage en poids des phases existant dans chaque alliage ce fait sur plusieurs photos (plusieurs plages de l'échantillon), et on fait la moyenne, la méthode de calcul est illustrée dans l'annexe. La surface de l'échantillon du système Pb-Sn montré dans la figure II-7- (a) est homogène et presque noire et aucune autre phase n'a été observée. Cela confirme que cet alliage est riche en Pb avec une faible addition de Sn. On peut le classer comme étant la phase α . La courbe de refroidissement correspondante est schématisée (fig. II-7- (b)).



Fig. II-7-

* La règle des segments inverses

À la température T₀ (fig. II-8-), l'alliage de composition X en élément B est caractérisé par une fraction $(1 - \chi)$ de phase α et par une fraction (χ) de la phase β . Les écarts de la concentration sont les segments algébriques m et n.

On considère que l'alliage de concentration X contient N atomes, et que n_B^x , n_B^α et n_B^β sont les nombres des atomes B dans l'alliage considéré, la phase α et la phase β respectivement. Sachant que :

$$n_B^{\chi} = n_B^{\alpha} + n_B^{\beta}$$

ce qui donne :

$$NX_B = NX_B^{\alpha}(1-\chi) + NX_B^{\beta}(\chi)$$

On trouve donc :

2020/2021

$$\%\beta = \chi = \frac{(X_B - X_B^{\alpha})}{\left(X_B^{\beta} - X_B^{\alpha}\right)} = \frac{m}{(m+n)}$$

$$\%\alpha = (1-\chi) = \frac{\left(X_B^{\beta} - X_B\right)}{\left(X_B^{\beta} - X_B^{\alpha}\right)} = \frac{n}{(m+n)}$$

et $\frac{\chi}{(1-\chi)} = \frac{m}{n}$ (Loi de Levier).

Cette loi exprime aussi qu'une balance qui repose sur un couteau placé à la concentration moyenne est équilibrée lorsque les masses suspendues à ses extrémités sont celles de phases voisines. Le segment χM correspond à la fraction massique m_{α} et le segment χP correspond à la faction massique m_{β}.

 $\frac{m_{\beta}}{m_{\alpha}} = \frac{m}{n}$ ce qui donne la balance de levier (fig. II-9) où m_{\beta} n = m_{\alpha} m



Fig. II-8 : La règle de l'horizontale et de segments inverses dans un domaine biphasé de diagramme de phase.


Fig. II-9 : Balance de Levier

La figure II-10- (a) montre la microstructure d'un alliage qui contient 3% mass. Sn. Le calcul donne le pourcentage de la phase riche en Sn (β) qui apparait blanche sur la figure, il est estimé à 3%.

La figure II-11- montre un alliage du système Pb-Sn hypoeutctique, où on observe des plages noires riche en Pb qui est la phase α proeutectique d'une proportion de 36 %. On observe aussi des plages blanches avec des points noires qui est l'eutectique. Les calculs des pourcentages des phases se font à l'aide de la règle de segments inverses, ces calculs donnent le pourcentage de Sn dans cet alliage qui est de 35%.

Pour un mélange de cette composition la solidification commence par la formation d'une phase solide primaire (la phase α proeutectique) et se termine par la solidification du mélange eutectique lorsque la phase liquide restante atteint le point E en suivant le liquidus. Le même mécanisme se fait pour l'échantillon de la figure II-12-.

La figure II-13- montre bien un alliage d'une composition eutectique. A la température ambiante cet alliage contenant 61,5% Sn. La solidification du mélange eutectique s'effectue à température constante, comme celle d'un corps pur, elle conduit toujours à une microstructure formée d'un mélange très fin (lamellaire ou globulaire) des deux phases produites.



Fig. II-10-



Fig. II-11-



Fig. II-12-



Fig. II-13-

La figure II-14- suivante montre une autre plage du même alliage précédent (Fig. II-13-). Cette figure montre que cet échantillon n'est pas homogène. Il contient une zone riche en Pb sur les cotés de l'échantillon, ce qui peut être formé pendant la procédure d'élaboration de cet alliage (peut être due au mauvaise agitation pendant la fusion du mélange Pb-Sn). On peut dire que cet échantillon est un mélange de deux alliages : un alliage eutectique et un alliage hypoeutectique.



Figure II-14-

La figure II-15- montre un alliage hypereutectique, le calcul des pourcentage des phases montre que cette échantillon contient 65,59 % de β proeutectique, le pourcentage massique de Sn dans cet alliage est 84%.



Fig. II-15-

La figure II-16- montre un autre alliage hypereutectique contenant une proportion de la phase β proeutectique de 72 %. Le calcul montre que cet alliage contient 87% de Sn.



Fig. II-16-

Après les calculs des proportions des phases en présence dans les alliages étudiés ainsi que le pourcentage de Sn on peut les classer sur le diagramme de phase Pb-Sn de la figure II-17-.





II.4. Travail demandé

Dans ce Tp, l'étudiant étudie quelques alliages Pb-Sn du point de vue de leur microstructure et les classer sur le diagramme d'équilibre Pb-Sn après les calculs des concentrations des éléments Pb et Sn. A la fin du travail, chaque étudiant rendra un compte-rendu qui contient les résultats et l'interprétation.

II-4-1. Préparation des échantillons

Les échantillons étudiés dans ce présent travail sont des alliages Pb-Sn de différentes concentrations. Pour la préparation des échantillons pour l'étude métallographique, il est conseillé de commencer le polissage par des papiers abrasifs de P 320 jusqu'à P1200.

Pour la différenciation des phases présentes dans ces alliages on utilise le Nital (2 ou 5%) :

Acide nitrique HNO₃ : 2 à 5 ml

Alcool éthylique : 98 à 95 ml

Les observations microstructurales ont été faites à l'aide d'un microscope métallographique de type *euromex* relié à un microordinateur (voir méthodes expérimentales).

II-4-2. Questions

- 1- Décrire le diagramme de phase du système Pb-Sn (Fig. II-6-).
- 2- Faire une étude métallographique de chaque alliage, et décrire la solidification de chaque alliage à partir de la phase liquide à la température ambiante (donner le mécanisme de formation des phases au cours de refroidissement de chaque alliage).
- 3- Calculer les pourcentages en poids des phases et conclure les pourcentages massiques des éléments Pb et Sn dans chaque alliage étudié.
- 4- Préciser chaque alliage sur le diagramme d'équilibre de la figure II-6-.



III-1. Introduction

Les industries mécaniques utilisent des aciers de construction après traitement thermique qui doivent avoir les propriétés idéales qui leur permettent de satisfaire aux exigences imposées par les sollicitations auxquelles ils sont soumis pendant leur emploi. Donc il est nécessaire que leurs caractéristiques de résistance soient portées aux valeurs maximales compatibles avec les niveaux que doivent atteindre les caractéristiques de ductilité pour assurer la sécurité du fonctionnement en service. Ce résultat est généralement obtenu en faisant subir aux aciers un traitement thermique de consolidation par trempe et revenu.

Ce TP a pour buts de :

- Comprendre les différents traitements thermiques que peut subir un acier,
- Préparation des échantillons pour l'analyse métallographique afin de mettre en évidence sa microstructure,
- Détermination du pourcentage en carbone dans chaque type d'échantillon
- Mesure de la microdureté des différents échantillons,
- Comparaison quantitative et qualitative entre les différents échantillons préparés afin de connaitre l'influence de la composition chimique (%C) et de la vitesse de refroidissement.

III-2. Diagramme de phases Fe-C

La figure III-1- présente le diagramme d'équilibre Fe-C ; en traits pleins représentant le système métastable Fer-cémentite, alors qu'en pointillé on a le tracé du diagramme stable Fe-C.

Dans des conditions habituelles de refroidissement on a la cémentite (le carbure de fer (Fe_3C)), il a tendance à se décomposer en Fe et C (graphite), donc elle n'est pas stable d'où son état dit métastable. Un refroidissement lent donne le temps au graphite de se former et l'alliage évolue dans le système Fe-C; alors que si la vitesse est plus rapide on obtient la cémentite.

La différence entre les deux systèmes est la teneur limite à 6,67% de C dans le système métastable alors qu'elle est de 100% de C dans le système stable. Les points caractéristiques sont déplacés vers le haut et à droite ou à gauche selon le système considéré : par exemple le point eutectique E_2 est à 4,3% C à 1148°C alors que E'₂ indique 4,25% Fe₃C pour 1154°C.

III-3. Propriétés et rôle des constituants

✤ Constituants métallographiques issus des traitements thermiques

Les différentes phases résultantes des traitements thermiques dans le système Fe-C sont :

Austénite : solution solide de carbone dans le fer γ , de structure C.F.C, ductile et stable uniquement au-dessus de la ligne A1 (voir diagramme d'équilibre Fe-C) dans les aciers non alliés.

La ferrite : solution solide du C dans le Fe α . Les propriétés de la ferrite dépendent de la taille du grain, de la nature et de la quantité des éléments présents. Les éléments Be, Si, Ti, et le Mn augmente la résistance à la traction de la ferrite même qu'ils soient introduits en petites quantités. L'effet du Mo, du W, ou du Ni sur cette propriétés est moins sensible. Le Cr et le Co est moindre. La dureté est améliorée surtout par l'addition P, Cu, Si, et Mn. Elle est moins sensible au Ni, Mo, V, W, et Cr.

La perlite : C'est un mélange de cémentite et de ferrite disposée en lamelles c'est le mélange eutectoide. Si la distance entre les lamelles est faible, la perlite est plus dure. Les caractéristiques mécaniques de la perlite dépendent de sa finesse.

La transformation perlitique commence par la germination de la ferrite ou de la cémentite ; la croissance de l'une de phase engendre un enrichissement ou un appauvrissement en carbone de l'austénite voisine, ce qui conduit alors à la germination et la croissance de l'autre constituant. Donc il y a une alternance des grains de ferrite et des grains de cémentite.

Dans les aciers hypereutectoïdes, la présence de la cémentite proeutectoïde accélère la formation de la perlite. Il est trouvé que la cémentite de la perlite se formerait en épitaxie sur les grains de cémentite proeutectoïde.

Dans les aciers hypoeutectoïdes, la ferrite proeutectoïde apparaît sous forme de plaquettes et a une orientation en relation avec l'austénite initiale ; mais il n y a pas de relation d'orientation entre la ferrite de la perlite et l'austénite initiale.

Au sein de l'austénite, l'avancement du front de la perlite se réalisé par la croissance des grains de cémentite et des grains de ferrite en même temps, ce qui conduit à une redistribution du

carbone en avant de ce front (fig. III-2). Il est connu que la diffusion du carbone se fait dans l'austénite mais peut-être dans les joints austénite/ferrite aussi.

La cémentite : c'est un carbure du fer (Fe₃C), elle est très dure et peut être augmentée par l'addition d'éléments spéciaux tels que le chrome qui entre en solution dans ce carbure.

Ferrite+*perlite* : Ce mélange caractéristique des aciers hypoeutectoïdes, leurs proportions sont variables suivant la teneur en carbone.

Martensite : Solution solide de fer sursaturée en carbone, à structure quadratique. Elle a une structure en aiguilles, obtenue uniquement si la vitesse de refroidissement est supérieure à la vitesse critique de trempe martensitique. Selon la température finale de la trempe elle est associée à l'austénite résiduelle en proportions variables. La martensite est ferromagnétique, très dure et fragile.

Bainite : C'est une distribution de fines plaquettes dans une matrice de ferrite. Accompagne souvent la martensite dans les aciers trempés. Elle est moins dure, mais moins fragile que la martensite.

Troostite : Agrégat de très fines lamelles de Fe α et la cémentite Fe₃C, invisibles au microscope optique, analogue à une perlite très fine obtenue par refroidissement rapide. Habituellement associée à la bainite et à la martensite dans les aciers trempés.

Sorbite : Structure spécifique des aciers trempés et revenus, dérivée de la décomposition de la martensite et de l'austénite résiduelle. C'est un mélange de grains globulaires de cémentite dans une matrice de ferrite, d'autant plus fin que la température de revenu est basse.



Fig. III-1 : Diagramme d'équilibre Fer-C



Fig. III-2 : Schéma de la croissance de perlite lamellaire

III-4. Les fontes

Les fontes se sont des alliages à base de fer à 2% en poids de carbone. On peut trouver de 1% à 3% dee Si comme un deuxième élément. Il joue a un rôle graphitisant, si sa teneur est faible le carbone sera lié chimiquement surtout avec le fer. Le Mn peut être aussi existe comme un troisième élément, contrairement au silicium, il favorise la formation du carbone chimiquement lié. C'est un blanchissant. Le S et le P sont rencontrés en quantité assez limitées.

La figure III-3- montre une micrographie d'une fonte à graphite sphéroïdale. Les grains clairs sont des grains de ferrite. On observe les nodules de graphite (les cercles noirs). Les nodules de graphite sont en fait constitués d'un amoncellement de petites lamelles de graphite orientées perpendiculairement aux rayons du nodule. Ceci résulte de leur formation dans un solide avec diffusion suivant tous les rayons.

La trempe à l'eau de la même fonte mène à l'apparition de la martensite où on observe les nodules dispersés dans toute la surface (fig. III-4).



Fig. III-3 : Fonte à graphite sphéroïdale refroidit au four.



Fig. III-4 : Fonte à graphite sphéroïdale refroidit trempé à l'eau

***** Fontes blanche et fonte grise

Selon la fracture on peut observer une cassure blanche ou une cassure grise.

-Une fracture de couleur blanche indique que c'est une fonte blanche, due à la présence du carbone chimiquement lié qui forme un carbure très rencontré dans les alliages ferreux c'est la cémentite, elle est dure et fragile, mais elle a une bonne tenue à l'abrasion et à l'érosion; elle est difficile à fabriquer.

Mn est l'élément qui favorise la formation du carbone chimiquement lié et assure à la pièce une vitesse de refroidissement assez grande pour que son refroidissement s'effectue dans le système métastable fer-cémentite.

- Une fracture de couleur grise est plus pure qu'à la fonte grise. Cette couleur provient du C libre. Elle contient du graphite au lieu de la cémentite. Le graphite est un constituant important dans les fontes grises qui prend plusieurs formes : lamelles, sphéroïdes, nodules, particules, ... la dureté de la fonte grise est moins élevée que celle de la blanche, donc elle est moins fragile, elle a une bonne usinabilité. La présence de C libre mène à un coefficient de frottement peu élevé de l'échantillon. Ce qui conduit à une absorbation des vibrations. On peut l'obtenir en favorisant un refroidissement assez lent et en introduisant des éléments graphitisants comme le Si.

Selon la quantité de perlite ou de ferrite contenue dans la matrice, une fonte peut être aussi bien perlitique que ferritique ou encore ferrito-perlitique. La forme du graphite lui donne le

nom de fonte grise lamellaire ou sphéroïdale. Donc on peut avoir une fonte malléable à cœur noir ferritique ou à cœur noir perlitique.

III-5. Les aciers

Les aciers sont des alliages Fe-C à teneur inférieure à 2% en pois de C. Ils traversent tous le domaine monophasé γ au cours de leur refroidissement et contiennent à l'équilibre une plus ou moins grande proportion du mélange eutectoïde (perlite) formé en E1 (voir diagramme d'équilibre). On distingue plusieurs types d'aciers selon le pourcentage du carbone :

- *Les aciers eutectoïdes* : ils contiennent 0,77% du C, à température ambiante, leur structure d'équilibre est uniquement de la perlite.
- Les aciers hypoeutectoïdes : le taux de carbone dans ce type d'acier est inférieur à 0,77%. A basse température leur structure est un mélange de ferrite et de perlite où la proportion de ferrite inversement proportionnelle à la concentration du C.
- Les aciers hypereutectoïdes : ils ont un taux de carbone supérieur à 0,77% avec une limite à 2%. A température ambiante, leur structure est un mélange de cémentite et de perlite. Plus l'acier contient du C, plus la proportion de cémentite est importante.

III-5-1. Traitements thermiques des aciers

On peut subdiviser les traitements thermiques des aciers en trois groupes: les recuits, les trempes ; et les traitements d'amélioration (revenus).

* Les traitements de recuit

On distingue le recuit de diffusion, le recuit d'adoucissement, le recuit de normalisation et le recuit de détente suivant le but recherché.

- *Le recuit de diffusion* a pour but de diminuer l'hétérogénéité chimique résultant de ségrégations produites au cours de la solidification de l'acier. Comme la vitesse de diffusion est une fonction croissante de la température, ce type de recuit se fera à la température la plus élevée possible. Les hétérogénéités dues à la précipitation au cours du refroidissement de phases solides insolubles ne seront pas éliminées par un ce traitement.

- Le recuit d'adoucissement a pour objectif de donner à l'acier la structure correspondant à la dureté minimale. On obtiendra ainsi les meilleures conditions pour le formage par pliage, laminage à froid et la meilleure usinabilité dans le cas des aciers à plus de 0,5% de carbone,
- Le recuit de normalisation (ou perlitisation) produit une structure à grains fins régulièrement répartis dans un acier perlitique. Les hétérogénéités mécaniques et cristallographiques qui proviennent du laminage ou de l'hétérogénéité du grain caractérisant l'état brut de coulée sont ainsi éliminées.
- Le recuit de détente a pour but de supprimer les contraintes produites par la solidification, le refroidissement, la déformation à froid ou des traitements thermiques spécifiques. Ce traitement s'effectue toujours à une température inférieure à 720°C.

✤ Le traitement de trempe

La trempe

La trempe d'un acier consiste en un refroidissement rapide à partir du domaine austénitique dans un bain de trempe, afin d'éviter la formation des phases intermédiaires et obtenir la martensite. On cherche généralement dans ce cas une dureté maximale pour la nuance d'acier traité.

Lorsque l'on désire une dureté moindre, il est possible de jouer sur la vitesse de refroidissement en modifiant la nature du bain de trempe (l'huile par exemple a une possibilité de refroidissement inférieur à celui de l'eau).

Les traitements d'amélioration

Ces traitements spécifiques visant à attribuer à l'acier les meilleures propriétés mécaniques pour une application déterminée. Généralement la meilleure résistance mécanique correspond à une structure la plus fine et la plus homogène. Ces traitements auront d'abord pour but d'affiner la structure de l'acier, non seulement d'affiner le grain mais aussi d'obtenir la plus fine dispersion des carbures dans la ferrite.

III-5-2. Austénitisation des aciers avant traitement thermique

Pour donner à l'acier de hautes caractéristiques de résistance mécanique, on peut mettre en jeu différents mécanismes de durcissement où le plus efficace est celui qui fait contribuer à la formation de précipités ; le plus souvent des carbures de fer ou des carbures d'éléments d'alliage au sein de la matrice de fer. Ce mode de durcissement est commun à de nombreux alliages, il est réalisé selon trois opérations successives : austénitisation, trempe et revenu.

• Condition d'austénitisation

Après solidification, les précipités sont généralement beaucoup plus gros par rapport aux dimensions optimales qui permettraient un durcissement maximal. Pour mettre les carbures (les précipités) en solution, il faut porter l'acier à une température où le fer ait acquis sa structure cubique-face-centrée (Fe γ) qui peut dissoudre le carbone présent en solution interstitielle, contrairement au fer cubique centré (Fe α) où le carbone est pratiquement insoluble. Donc on transforme l'acier en solution solide de carbone dans le Fe γ , c'est l'austénite, cette opération s'appelle *austénitisation*. Cette étape s'effectue selon deux conditions essentielles :

- La première condition est métallurgique où l'existence d'un domaine austénitique sur le diagramme des phases à l'équilibre est essentielle,
- La seconde et thermique c'est à dire la possibilité de refroidir la nuance austénitisée à une vitesse plus rapide qu'à la vitesse d'équilibre (refroidissement lent) pour qu'on puisse atteindre des structures hors équilibre.

• Paramètres d'austénitisation

L'étape d'austénitisation consiste à chauffer l'acier jusqu'à une température dans le domaine de l'austénite où tous les éléments d'alliage sont mis en solution solide. L'état précédent de l'acier constitué de perlite se transforme à partir de Ac_1 progressivement en austénite (voir diagramme d'équilibre). Le mécanisme de transformation est simple : autour d'un grain de ferrite et d'un grain de cémentite, il y a création du germe d'austénite. Ce germe est formé par transformation eutectoïde avec une composition chimique à son apparition de 0,77% en pois de C. Il croit au fur et à mesure que la température augmente, avec un changement ordonné de sa composition. Elle suit en effet les limites de solubilité marquée par les segments Ac_3 et Ac_m selon que l'acier est hypo en hypereutectoïde (voir les limites de solubilité sur le diagramme d'équilibre Fe-C).

• Vitesse de chauffage

Pour réaliser l'opération de chauffage d'un acier à sa température d'austénitisation, on doit considérer en particulier sa composition chimique, sa structure cristalline, la forme de la pièce et de ses dimensions. Le chauffage à une vitesse donnée mène un gradient thermique entre la surface et le cœur de la pièce et un peu de décalage dans la température de transformation. Par conséquence, ces deux facteurs entraînants la naissance de contraintes internes d'autant plus importantes que l'acier contient une concentration élevée en C et en élément d'alliage. Lorsque l'acier est voué à la création d'une forte densité de contrainte, il doit être soumis à un chauffage à vitesse plus lente. Il s'agit soit de chauffage contenu ou de chauffage par étape avec maintien isotherme à des températures intermédiaires et spécialement autour du point de transformation Ac_1 .

• Température d'austénitisation

Le choix de la température d'austénitisation est fonction des propriétés du produit de transformation qui varient selon le type d'austénitisation que se soit complète ou partielle. L'austénitisation complète conduit à une mise en solution de tous les éléments d'alliage dans la maille CFC de l'austénite. La température correspondante est située au dessus de Ac_3 pour les aciers hypoeutectoïdes et Ac_m pour les aciers hyportectoïdes.

L'austénitisation partielle qui concerne le domaine mixte (α + Fe₃C) du diagramme d'équilibre Fe-C correspond aux aciers hypereutectoïdes. Le niveau de température choisi est situé entre Ac₁ et Ac_m.

III-5-3. Transformations isothermes de l'austénite hors équilibres

Les traitements isothermes nous ont permis d'étudier séparément l'influence du temps et de la température sur les transformations de l'austénite. Un échantillon de petite dimension est austénitisé puis refroidi très rapidement jusqu'à une température Ti < Ac₁ (fig. III-5), puis maintenu à cette température ; lors du passage rapide de Ta à Ti (fig. III-5), l'austénite ne subit aucune variation.

Les différents domaines des transformations isothermes sont fonction des compositions chimiques des nuances et de leur traitement. Un autre domaine peut être existe pour certaines nuances c'est le domaine de transformation ferritique. On distingue deux classe de transformation métallurgique de l'austénite en conditions isothermes (avec ou sans diffusion) :

• Transformations avec diffusion

Lorsque la température de maintien Ti est comprise entre celle du point Ac_1 et celle du point Ms (fig. III-5), les transformations isothermes de l'austénite mènent à la formation d'agrégats ferrite-carbone mettant en jeu des phénomènes de diffusion qui dirigeant la cinétique de ce type de transformations.

A une température de maintien isotherme Ti précise, la transformation de l'austénite γ (fig. III-6 (b)) débute après un certain temps d'incubation t₀ déterminé au bout du temps t₁ (fig. III-6 (a)). Entre t₀ et t₁, l'austénite se transforme progressivement en ferrite+carbure et les moyens expérimentaux permettent d'évaluer le temps t_y au bout du quel la fraction massique (y) d'austénite s'est transformée.

Donc on peut tracer un ensemble de courbes isoausténitiques définissant, pour chaque valeur de Ti, la cinétique de transformation de l'austénite. Les points critiques de transformation permettent de construire le diagramme TTT (température, temps, transformation ((fig. III-6 (b)). Dans cette transformation avec diffusion on peut distinguer deux types correspondants à deux mécanismes différents de formation de l'agrégat ferrite +carbure :

- La transformation perlitique (500 à 550°C) $< T < A_1$.

- La transformation bainitique Ms < T< (500 à 550°C).



Fig. III-5- : Types de transformations (perlitique pour les températures élevées, bainitique pour les moyennes et martensitique pour les basses températures)



Fig. III-6- : Transformations isothermes des aciers et schéma d'un diagramme TTT.

- Transformation perlitique

Elle contribue pour les températures élevées du domaine des transformations isothermes de l'austénite. L'agrégat (ferrite + carbure) formé est de type perlite lamellaire. Au fur et à mesure que la température T s'abaisse, les lamelles de perlite ont une épaisseur de plus en plus fine. En plus, la perlite est plus dure si sa température de formation est basse.

La figure III-7- (a) montre une micrographie d'un acier hypoeutectoïde refroidit au four. Cette figure présente une structure en bandes due à la ségrégation interdendritique d'éléments en solution de substitution (exemple : Mn) au cours de la solidification. Dans les zones riches en manganèse, la réaction eutectoïdes est retardée, et la perlite se forme principalement dans les zones contenant moins de manganèse, d'où l'apparition d'une structure alternée en bandes de perlite (la bande en noire) et de ferrite (la bande blanche).



Fig. III-7- : Structure en bandes dans un acier hypoeutectoïde refroidit au four (a) X 10 (b) X 60

La figure III-8- (a) montre une micrographie d'un autre acier hypoeutectoïde refroidit au four. Cette figure illustre des zones claires qui sont de la ferrite et des zones sombres celui de perlite. La quantité de la perlite apparait inférieure à celui de la ferrite ce qui indique que l'échantillon est pauvre en carbone. On remarque que la perlite localisée aux joints de grains de la ferrite. En augmentant le grossissement (figure III-8- (b)), on peut voir les lamelles de la perlite (le mélange eutectoïde (Fea^{eut'} + Fe₃C^{eut'})).

Une petite surfusion (une faible vitesse de refroidissement) donne un petit nombre de germes de cémentite avec des lamelles épaisses, mais quand la vitesse est assez considérable (le degré de surfusion est élevé) dans ce cas le nombre de grains est plus grand et les lamelles de la perlite sont plus fines c'est-à-dire on a le constituant sorbite ou troostite. Donc la perlite, la sorbite et la troostite se distinguent entre elles par l'épaisseur des lamelles.



Fig. III-8- : Micrographies d'un acier hypoeutectoïde (0.048 % C) refroidit au four (a) X 10 (b) X 100

La même microstructure a été observée pour un autre type d'acier hypoeutectoïde représenté sur la figure III-9- (a). On observe bien les lamelles de perlite où il y a une alternance de ferrite eutectoide et de cémentite eutectoide. Dans ce type d'acier la quantité de perlite est plus élevé par rapport à l'acier précédent (fig. III-8-) ce qui indique que le pourcentage de carbone est plus élevé dans cet acier.

Dans cet état (refroidissement lent est un état d'équilibre) on peut calculer le pourcentage de carbone dans les deux types d'acier (la méthode de calcul est illustrée dans l'annexe).

Pour le premier acier le pourcentage de perlite est de 6.24 % ce qui donne 0.048 % de carbone, alors que le deuxième acier contient 62.08% de perlite ce qui donne un pourcentage de 0.48 % de carbone dans cet échantillon.





- (a) X 10
- (b) X 60

- Transformation bainitique

On distingue deux principaux types de bainite :

La bainite supérieure : ce type existe dans la zone supérieure du domaine bainitique en lattes. La présence interlatte de carbures fragiles donne à ces constituants de mauvaises caractéristiques de résiliences.

La bainite inférieure aciculaire : les carbures de fer précipitent à l'intérieur des aiguilles de ferrites sous forme de plaquettes très fines menant à un durcissement par précipitation. La bainite inférieure présente un excellent accord entre la limite élastique et la résilience.

La figure III-10- montre une micrographie d'un acier refroidi au sable. Il présente des grains de ferrite probainitique et d'autres de bainite supérieure. Au cours de la transformation bainitique, un germe de ferrite prend naissance sur le joint de grain et se développe dans l'austénite conduisant à une plaquette de ferrite sursaturée en carbone. Au cours de leur développement, la plaquette rejette le carbone en excès dans l'austénite proche. Cette étape et suivi par la précipitation de cémentite provoquant le développement latéral de bainitique. La finesse de la structure de bainite est très variée selon la vitesse de refroidissement.



Fig. III-10- : Micrographie d'un acier hypoeutectoïde refroidi au sable

Les deux figures III-11- (a) et (b) montrent les micrographies obtenues des deux types d'acier hypoeutectoide refroidis à l'air. Elles révèlent que l'acier pauvre en carbone a une proportion de ferrite plus élevé que celui dans l'acier riche en carbone, alors que ce dernier contient une proportion important de perlite. La micrographie présente des grains blancs qui sont la ferrite probainitique, des aiguilles de bainite et la perlite

Le refroidissement à l'air de l'acier étudié mène au ralentissement de diffusion de C et la transformation perlitique est progressivement remplacée par une nouvelle transformation, dite bainitique (c'est une transformation intermédiaire). La bainite, comme la perlite, un agrégat hétérogène de ferrite et de carbure de fer mais elle se forme au contraire par germination et croissance d'une aiguille de ferrite, le carbure se formant dans les zones austénitique voisines enrichies en C. La quantité d'austénite résiduelle peut se transformer en martensite lors d'un refroidissement. La bainite possède une dureté assez élevée.



Fig. III- 11- : Micrographies de deux types d'aciers hypoeutectoide refroidis à l'air
(a) Acier à 0.048 % C
(b) Acier à 0.48 % C

• Transformation sans diffusion ou martensitique

Au-dessous d'une température indiquée par le point Ms dans la figure III-5, la transformation de l'austénite provoque de faibles déplacements des atomes de fer avec des distances inférieures à une distance interatomique; donc on peut dire qu'elle se fait sans diffusion. Cette transformation est appelée *transformation martensitique*, elle se produit par un mouvement coopératif d'atomes de fer qui passent par un mécanisme de cisaillement, de leurs positions dans le réseau de l'austénite à de nouvelles positions correspondant à une disposition plus stable à basse température.

L'évolution de la transformation pour les aciers hypoeutectoides non alliés ou faiblement alliés est décrite par une relation expérimentale de la forme :

$$Y = 1 - \exp[-0.011(Ms - Ti)]$$

La martensite est obtenue par cisaillement du réseau de l'austénite. A l'échelle micrographique, elle apparaît sous forme d'aiguille. La présence d'atomes de C en position interstitielle ne permet pas d'obtenir une maille CC parfaite (fig. III-12), la martensite a la même composition que l'austénite initiale mais elle est saturée en carbone par rapport à une ferrite d'équilibre : elle est une solution solide d'insertion de carbone dans un réseau quadratique centré QC de la ferrite où c/a = 1+0,045% mass. C.

L'interface entre l'austénite (la phase mère) et la martensite est un plan invariant appelé *plan d'habitat* ou plan d'accolement. Il est caractérisé par deux propriétés : la conservation de son orientation qui n'est pas changée par la transformation, et la conservation des positions atomiques relatives dans ce plan ne sont pas modifiées par la transformation.

Le mécanisme de formation de la martensite peut être décrit par le processus proposé par l'inventeur Bain : la maille quadratique centrée peut se former à partir d'éléments prélevés dans deux mailles cubiques à faces centrées d'austénite accolées (fig. III-12). Les arêtes a et b de la maille quadratique seraient alors égales à $(a_A \sqrt{2})$ où (a_A) est le paramètre de la maille de l'austénite alors que l'arête c serait égale à (a_A) .

Pour que la maille quadratique prenne ses dimensions normales il faut qu'elle soit comprimée selon c et dilatée dans le plan perpendiculaire à c. Cela est dû à la présence, dans les sites octaédriques de l'austénite, des atomes de carbone en solution solide (atomes qui subsistent en position dans la maille quadratique et gênant le repositionnement des atomes de fer). La formation de la martensitique mène à une augmentation du volume ce qui crée de fortes déformations et de nombreux défauts de structure.

La micrographie présentée sur la figure III-13- montre la structure d'un acier trempé à l'eau, où on observe des aiguilles de martensite avec des fissures de trempe (tapures de trempe). La formation de la martensite s'accompagne d'un léger gonflement ; le passage de la perlite à la martensite se traduit par un gonflement d'autant plus important que la teneur en carbone est importante. Les changements de phases ne se font pas au même moment ni de la même manière

à travers la section de la pièce. Si le matériau a une trop forte trempabilité, la trempe de la surface est suivie par celle du cœur. L'expansion de la martensite du cœur crée des contraintes de traction dans la martensite de surface et peut y provoquer des tapures.

Pour éviter les tapures il faut :

- Réduire les hétérogénéités de refroidissement à la trempe : agitation de fluide.....
- Ne pas austéniser à des températures trop élevés (risque de l'augmentation de la taille des grains qui augmente la trempabilité)

Les deux figures III-14- (a) et III-14-(b) montrent des micrographies des deux types d'aciers trempés à l'eau, où on observe l'apparition du martensite d'une proportion majoritaire d'une structure aiguillée très fine et de bainite inférieure qui apparait sous forme d'aiguilles un peu larges pour l'acier pauvre en carbone (fig. III-15-). L'acier riche en carbone ne contient que de la martensite d'après la micrographie obtenue, dans ce cas nous nous attendons à ce que la dureté de ce dernier acier soit supérieure à celle du premier acier.

III-6. Microdureté Vickers de deux types d'acier étudiés

La méthode de calcul de la microdurete est illustré dans la partie des méthodes expérimentales, et les résultats des calcules sont résumés dans le tableau III-1, la charge appliquée est 200 kgf.

Type de l'acier	Traitements thermiques	Valeurs de la microdureté (N/mm ²)
Acier 1	Trempe dans l'eau	139.64 ± 9.50
(0,048% C)	Trempé à l'air	114.28 ± 8.75
	Refroidissement au four	100.68 ± 10.03
Acier 2 (0,48% C)	Trempe dans l'eau	649.42 ± 7.89
	Trempé à l'air	334.35 ± 10.10
	Refroidissement au four	210.37 ± 9.65

Tableau III-1- : Valeurs de la microdureté des deux types d'acier en fonction de traitement thermique



2 Mailles de l'austénite (CFC)

Fig. III-12- : Origine de la maille quadratique de la martensite selon Bain.



Fig. II-13- : Micrographie d'un acier hypoeutectoide trempé dans l'eau



Fig. III-14- : Micrographies des deux types d'aciers trempés dans l'eau :

- Acier à 0,048 % C Acier à 0,48 % C (a)
- (b)



Fig. III-15- : Micrographie de l'acier à 0,048 % C trempés dans l'eau (X 100)

III-7. Travail demandé

Des échantillons du système Fe-C (des aciers hypoeutectoïdes) notés S1 et S2 de compositions différentes sont étudiés dans ce TP. Après austénitisation à 900°C pendant 20 min, les échantillons subissent un refroidissement suivant trois vitesses :

- Refroidissement dans le four (très long),
- Refroidissement à l'huile (moyen),
- Refroidissement à l'air (long),
- Refroidissement (trempe) dans l'eau (rapide)

Le réactif d'attaque utilisé pour les observations microstructurales de ces échantillons est Nital (2 ou 5%).

Acide nitrique $HNO_3 : 2 a 5 ml$

Alcool éthylique : 98 à 95 ml

Les observations microstructurales ont été faites à l'aide d'un microscope métallographique de type *euromex* relié à un microordinateur

• Questions

- 1- Décrire le diagramme de phase du système Fe-C.
- 2- Définir les différentes transformations (transformation avec diffusion et sans diffusion).
- 3- Interpréter les résultats obtenus pour chaque alliage traité en se basant sur les observations par microscopie optique (description de la microstructure).
- 4- Donner le mécanisme de formation des phases dans chaque alliage.
- 5- Calculer le pourcentage de carbone si c'est possible.
- 6- Conclusion

Annexe

I. Utilisation de l'ogiciel « Image Focus v3.0 » :

Les images suivantes sont des illustrations de procedure du travail par le logiciel « Image Focus v3.0 » utilisé au cours des traveaux pratiques pour les calculs des pourcentages des phases. Les étapes sont oganisées suivant l'ordre des images.

1. Ouverture du logiciel



2. Ouverture d'une image





3. Pour commencer les mesures on sélectionne : Analyse + Mesure



4. On commence par la sélection d'un rectangle ; c'est la surface choisie où on veut calculer le pourcentage des phases





5. On peut choisir n'importe quelle couleur
6. Pour sélectionner des surfaces libres c'est-à-dire les phases on suit les étapes suivants :



7. A chaque fois qu'on sélectionne une surface, le logiciel donne la valeur de l'air sélectionnée automatiquement :



8. On continu le même travail c'est-à-dire on sélectionne les différentes plages (les phases) à l'intérieur du rectangle choisi :



II. Méthode de calcul des proportions de phases à partir d'une image micrographique:

- a. On prend l'image micrographique obtenue par un grossissement donné (l'exemple est illustré sur la figure ci-dessous).
- b. On détermine une surface rectangle ($R=S_{tot}$).
- c. On détermine des petites surfaces libres (F_i=S_i) pour la même phase observée dans la surface totale donc :

$$\alpha \ \% = (S_{\alpha 1} + S_{\alpha 2} + S_{\alpha 3} \ldots)/S_{tot}$$

$$\beta \% = ((S_{\beta 1} + S_{\beta 2} + S_{\beta 3} \dots)/S_{tot}$$

2020/2021



• Exemple de calcul de pourcentage de carbone dans un acier

Pour un acier hypoeutectoide qui contient P % de perlite et F % de ferrite. Dans ce cas : $\alpha \% = P \%$ $\beta \% = F \%$ Le pourcentage de carbone est donné par : % C = (P % * 0,8)/100

• Calcul d'erreur

Puisque on utilise la sélection de petites surfaces manuelles donc il y a une erreur à calculer où on effectue deux mesures d'une même aire et on fait la différence comme suit :

 $\Delta F = F1 - F2$

F1 : la première mesure

F2 : la deuxième mesure de la même surface

2020/2021

Terminologies

Terminologies :

Terme en françaisTerme en anglaisTerme en arabe

A

Adhérence	Adherence	تمسك والتصاق
Acide	Acid	حامض
Aciers		
Alliage	Alloy	سبيكة
Attaque	Etching	تنمیش // کمیائی
// chimique	A C C	- 1
Austenite	Austenite	اوسيديت

B

С

Carbone (C)	Carbon (C)	کربون (C)
Cémentite	Cementite	سيمنتيت
Composition // chimique	Composition Chimical composition	تركيب // كميائي
Concentration	Concentration	تركيز
Contrainte	Stress	إجهاد
// conventionnel	Engineering stress	إجهاد إصطلاحي
// vraie	True stress	إجهاد حقيقي

Corrosion	Corrosion	تآكل
Coulage	Casting	صب

Croissance	Growth	نمو
Cycle	Cycle	الدورة

D

Défauts de	e structure	Structure defects	عيوب البنية
Déformati	on	Deformation, Strain	تشويه
Déformati	ons élastique	Elastic deformation	تشوه المرونة
//	de cisaillement	Shear //	تشوه القص
//	plastiques	Plastic //	تشوه لدن
Diamant		Diamond	الماس
Diffusion		Diffusion	إنتشار
Dureté		Hardness	صلادة
		E	
Ecrouissag	ge	Cold working	عمل على البارد
Enrobage		Embeding	الاكساء
		F	
Fer (Fe)		Iron	حديد
Ferrite		Ferrite	فريت
Fonte		Cast iron	حديد الصب، حديد الز هر
Fragile		Fragile	هش, سهل الإنكسار
		G	
Germe		Embryos	نوي
Germina	tion	Nucleation	تنوي

Grain	Grain	حبيبة
	Н	
Hypereutectoide	Hypereutectoide	فرط اوتيكتيك
Hypoeutectoide	Hypoeutectoide	هبط او تيكتيك
	Ι	
Inclusions	Inclusions	شوائب
	J	
Joints de grains	Grain boundaries	حبيبات حدود
	L	
Laminage	Rolling	دلفنة ،درفلة
	Μ	
Maille	Cell	خلية
// élémentaire (primitive)	Primitive cell	خلية أولية
Martensite	Martensite	مارتنزيت
Mécanisme	Mechanism	تركيبة, آلية
Métallographie	Metallography	ميتالوغرافيا
Métallurgie	Metallurgy	علم المعادن
Cissures	Cracks	الشقوق
Micrographie	Micrographics	صورة مجهرية
Microscope optique	Optical microscope	مجهر ضوئي
Microscopique	Microscopic	مجهري
Miroir	Mirror	مرآة

	р	
Perlite	Perlite	برليت
Phase	Phase	طور
Polissage	Polishing	صقل
Polissage électrolytique	Electro polishing	صقل كهربائي
Précipitation	Precipitation	ترسيب
Propriété	Property	ملكية, خاصية
Propriétés mécaniques	Mechanical properties	خواص ميكانيكية
// chimiques	Chemical //	// كميا ئية
// physiques	Physical //	// ال فزياد ية
// électriques	Electrical //	// الالكترونية
// magnétiques	Magnetic //	// المغناطيسية

R

Rayure	Scratch	حز ,خدش
Recuit	Annealing	تلدين
Revenu	Tempering	تطبيع
Réactif	Reagent	الكواشف
Résilience	Resilience	إرتدادية , رجوعية
Rugosité	Roughness	خشونة
Rupture	Failure, Rupture	إنكسار تصدع تمزق
	Kupture	

S

Solubilité	Solubility	ذوبانبة
Solution	Solution	محلول
// solide	Solid solution	محلول جامد

//	réel	Actual //	محلول حقيقي
//	binaire	Binary //	محلول ثنائي
//	idéal	Ideal //	محلول مثالي
//	régulier	Regular //	محلول منتظم
//	de substitution	Substitution //	محلول إحلالي
//	interstitielle	Interstitial //	محلول إنغراسي (بيني)
//	sursaturée	Supersaturated //	محلول مشبع

Structure	Structure	البنية
// lamellaire	Lamellar structure	// رقائقيه
// en aiguille	Needle structure	// ابرية
// en latte	Lath structure	// شرائحية
Striction	Necking	تخصر, تعنق
superficielle	superficial	سطحي
Sursaturation	Sursaturation	التشبع

Т

Tension électrique	Electrical tension	جهد كهربائي
Topologie	Topology	طوبولوجيا
Traitement thermique	Heat treatment	حرارية معالجة
Transformation	Transformation	تحول
Trempe	Quenching	سريع ، تبريد سقاية
Transformation structurale	Structural transformation	التحول البنيوي
Transformations de phases	Phase transformations	التحولات الطورية
	U	
Usinage	Machining	تصنيع آلي

e sinage	C	÷ C
Ultrasons	Ultrasonic	الموجات فوق الصوتية

Références

Référence :

- J. Benard, A. Michel, J. Philibert, J. Talbot, Métallurgie Générale, Masson et C^{ie} Editeurs, Paris, 1969.
- Metals Handbook, Volume 8: Metallography, Structures and Phase Diagrams. American Society for Metals, 8th Edition, 1973.
- P. M. Hansen, construction of Binary alloy, Materials Science and Engineering series, Now York, 1958.
- R. W. Cahn, P. M. Hansen, E. J. Kramer, Materials Science and Technology, Vol. 8, Now York, 1996.
- 5) P. Papon, J. Leblond, Paul H.E. Meijer, Physique des transitions de phases, Dunod, Paris, 1999.
- 6) T. B. Massalski, Binary Alloy Phase Diagrams, ASM International, Materials Park, 1990.
- 7) M. Dupeux, aide-mémoire science des matériaux. Dunod, Paris, 2005.
- 8) C. Chaussin, G. Hilly, métallurgie (alliage métalliques), tome 1, Dunod, Paris, 1978.
- J. P. Bailon, J. M. Dorlot, Des Matériaux, 3ème édition, Presses Internationales Polytechnique, Canada, 2000.
- P. F. Cardey et A. Fleurentin, Influence de structure en bandes sur l'usinabilité des pièces forgées, Traitements & Matériaux, Cetim, Paris, 2010.
- 11) B. L. Bramfitt, A. O. Benscoter, Metallographer's Guide: Practice and Procedures for Irons and Steels, ASTM international, France, 2002.
- R. Rezakhanlou, l'essai de dureté : un essai mécanique a part entière ?, Direction des Etudes et Recherches, France, 1993.
- G. Murry, Transformations dans les aciers, Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, Doc. M 1 115