

UNIVERSITE DE LIEGE

Faculté des Sciences - Département de Chimie

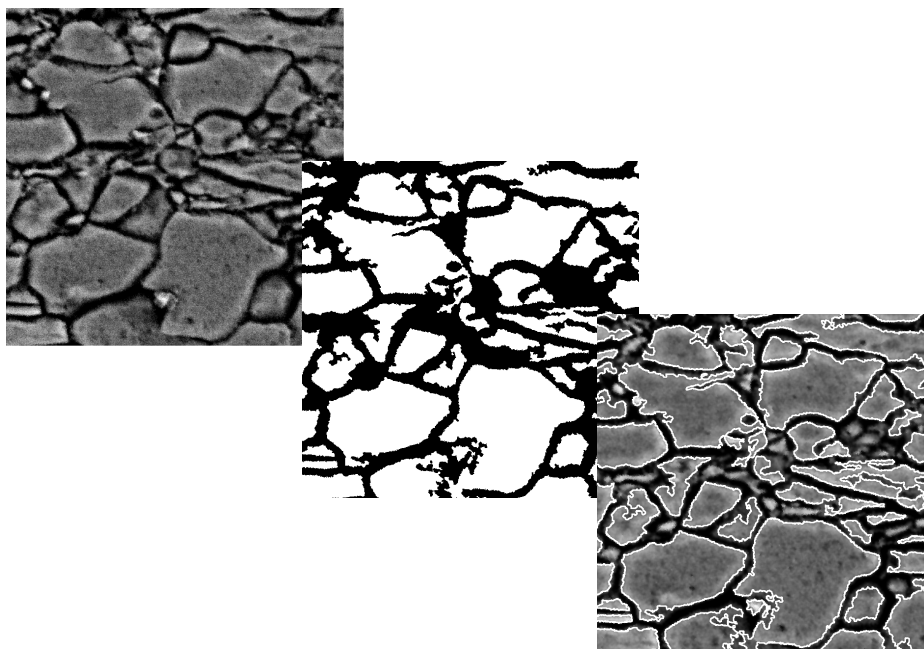
Université
de Liège



Groupe de Recherche en Énergie et Environnement à partir des Matériaux –
Laboratoire de Chimie Inorganique et Structurale (GREENMAT - LCIS)

Professeurs R. CLOOTS et B. VERTRUYEN

Étude de la sphéroïdisation de la perlite et de la recristallisation de la ferrite sous champ magnétique



Dissertation présentée par
Nicolas NUTAL
pour l'obtention du grade de
Docteur en Sciences
Année académique 2012-2013

Remerciements

Ce travail arrive à son terme. Voici donc venu le moment de remercier les nombreuses personnes qui ont collaboré, de près ou de loin, à l'aboutissement de celui-ci.

Ainsi, je souhaiterais tout d'abord remercier le Professeur Rudi Cloots, promoteur principal de cette thèse, pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire LCIS. Sans ses encouragements, son intelligence et son dynamisme, ce travail n'aurait jamais pu voir le jour.

Le professeur André Rulmont occupe également une place toute particulière dans ces remerciements. En effet, son expérience, ses idées et sa perspicacité m'ont permis d'entamer ce travail sur de bonnes bases.

Ce travail n'aurait également pas pu voir le jour sans la contribution essentielle du CRM, et notamment de son directeur général Jean-Claude Herman. Ses convictions, son intérêt, son obstination et ses judicieux conseils ont grandement contribué à la réalisation de cette thèse.

De même, je tiens à remercier les docteurs Catherine Elgoyhen et Philippe Pouteau, à présent ex-CRM. En effet, les nombreuses discussions que nous avons eues et le suivi fréquent de ce travail ont été grandement utiles à l'heure d'élaborer ce manuscrit.

Je tiens également à remercier très chaleureusement le docteur Frédéric Boschini pour le temps qu'il m'a consacré durant la réalisation de cette étude. Les nombreuses discussions que nous avons eues ont grandement contribué à l'aboutissement de ce travail. De même, ses encouragements m'ont empêché de baisser les bras durant la rédaction de cette thèse.

Les docteurs Cédric Gomme et Silvia Blacher ont également été indispensables à la réalisation de ce travail. Ainsi, sans leurs conseils et leur connaissance de l'analyse d'images, je serais encore, à l'heure actuelle, en train de compter manuellement les globules et lamelles de cimentite...

L'utilisation d'un aimant supraconducteur dans ce travail n'aurait pas été possible sans l'aimable collaboration du Professeur Philippe Vanderbemden et de l'ensemble du laboratoire SUPRATECS. Plus singulièrement, je tiens à exprimer ma gratitude aux docteurs Jan Mucha et Marek Pekala. En effet, ceux-ci ont consacré de leur temps afin de réaliser mon écolage dans l'utilisation de l'aimant supraconducteur.

La réalisation des recuits sous champ magnétique n'a pu être possible que grâce aux fours de recuit mis au point dans les différents aimants. De ce fait, je tiens à remercier Raymond Vanderlinden ainsi que les différentes personnes du CRM qui ont contribué à la mise au point du four dans l'aimant supraconducteur (Pierre Simon, Jean-Paul Fischback, Philippe Desneux, Pierre Hemricourt, Dimitri Wilders, Rudy Simon, ...).

La vie au laboratoire ne serait pas ce qu'elle est sans la présence des autres chercheurs. Ainsi, je tiens à remercier particulièrement :

- Karl Traina, pour sa bonne humeur, sa disponibilité et les nombreuses discussions que nous avons eues durant ces quelques années,
- Bernard Guillaume, pour son humour et les nombreuses conversations de coin de paillasse,
- David Marguillier, pour sa gentillesse,
- José-Carlos Arrebola et David Wicky, pour les discussions au sujet du football (ô combien essentielles),
- Audrey Schrijnemakers et Natacha Krins, pour leur amabilité,
- Catherine Henrist et Jean-Philippe Mathieu, pour m'avoir écolé lors de l'utilisation de l'ESEM,
- Bénédicte Vertruyen et Pierre Colson, pour les discussions concernant le magnétisme,
- Tous les autres chercheurs pour les moments passés ensemble...

Enfin, last but not least, je tiens à remercier ma famille et plus particulièrement mes parents et Charlotte. Les premiers pour m'avoir soutenu inconditionnellement durant tout mon parcours universitaire et la seconde pour son amour et sa patience pour tous les week-ends et congés consacrés à la rédaction de ce manuscrit.

Nicolas.

Table des matières

Préambule.....	1
Abstract.....	4
Partie I : Introduction générale.....	6
CHAPITRE I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers.....	7
1) Diagramme d'équilibre Fe-C, diagramme CCT et diagramme TTT.....	7
2) Magnétisme.....	9
2.1) Paramagnétisme.....	9
2.2) Ferromagnétisme	10
2.3) Modification de l'énergie libre d'un matériau par un champ magnétique.....	12
3) Effets des champs magnétiques homogènes sur les aciers.....	14
3.1) Diagramme binaire Fe-C.....	14
3.2) Température de transformation lors d'un refroidissement au départ de l'état austénitique	16
3.3) Cinétique de transformation lors d'un refroidissement au départ de l'état austénitique. 17	
3.3.1) Temps d'incubation.....	17
3.3.2) Vitesse de nucléation.....	18
3.4) Transformations martensitiques induites par champ magnétique.....	19
3.5) Formation de structures alignées.....	20
3.5.1) Type 1: phase ferromagnétique précipitée dans une matrice non magnétique.....	21
3.5.2) Type 2: phase non magnétique précipitée dans une matrice ferromagnétique.....	22
3.6) Cas particulier : Refroidissement au départ de l'état austénitique, acier 42CrMo.....	23
3.6.1) Microstructure avant recuit et microstructures obtenues sans champ magnétique.....	23
3.6.2) Microstructure obtenue sous champ magnétique (15T).....	25
3.7) Conclusions.....	26
CHAPITRE II : Analyse d'images : principes et méthodes.....	27
1) Définitions et notions élémentaires.....	27
2) Prétraitement de l'image.....	29
2.1) Restauration de l'image.....	29
2.2) Amélioration de l'image.....	30
2.2.1) Modification d'histogramme.....	31
2.2.2) Rehaussement de contraste	32
2.2.2.i) Rehaussement de contraste à l'aide du laplacien de l'image.....	32
2.2.2.ii) Rehaussement de contraste à l'aide d'opérateurs morphologiques.....	33
3) Segmentation des images.....	35
4) Caractérisations des régions.....	36
4.1) Mesures 2D – région par région.....	36
4.2) Mesures 2D - stéréologie.....	38
5) Possibilités et limitations de l'analyse d'images & logiciels disponibles.....	39
6) Domaines d'application.....	40
Partie II : Étude de la sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique.....	41

CHAPITRE III : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique -	
Introduction.....	42
1) Description générale et microstructure de la perlite.....	42
2) Mécanismes de la sphéroïdisation de la cémentite.....	44
2.1) Théorie de la perturbation de Rayleigh.....	44
2.2) Théorie de Mullins et Nichols	44
2.3) Théorie du thermal groove.....	45
2.4) Théorie de la migration des extrémités.....	46
2.5) Théorie des mécanismes multiples.....	46
2.6) Facteurs influençant la cinétique de la sphéroïdisation.....	46
3) Mûrissement d'Ostwald.....	48
3.1) Équations de mûrissement & relation diamètre-temps.....	48
3.2) Vitesse de croissance des globules et diamètre critique	50
4) Effets des champs magnétiques sur la sphéroïdisation de la cémentite.....	51
4.1) Modification de l'énergie interfaciale.....	51
4.2) Modification de la diffusion atomique.....	52
4.3) Conclusions.....	53
CHAPITRE IV : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique –	
Matériel et méthodes.....	54
1) Techniques de caractérisation.....	54
1.1) Analyse des propriétés mécaniques par mesures de dureté.....	56
1.1.1) Préparation des échantillons.....	56
1.1.2) Mise au point de la procédure de mesure.....	57
1.2) Analyse des propriétés microstructurales par analyse d'images.....	58
1.2.1) Acquisition des images.....	58
1.2.2) Prétraitement.....	60
1.2.3) Segmentation.....	61
1.2.4) Caractérisations.....	65
1.3) Note : relation propriétés mécaniques - propriétés microstructurales.....	68
2) Description des recuits réalisés.....	69
2.1) Criblage préliminaire des températures et durées de traitement thermique.....	69
2.2) Description du four utilisé pour réaliser les recuits.....	71
2.3) Caractéristiques des traitements thermiques réalisés.....	74
2.3.1) Concepts de durée et température réelle des recuits.....	75
CHAPITRE V : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique –	
Résultats.....	77
1) Effet de la température et de la durée du recuit.....	77
1.1) Caractéristiques des échantillons étudiés.....	77
1.2) Mesure de dureté.....	78
1.3) Analyse micrographique	80
1.4) Analyse d'images – État d'avancement de la transformation.....	81
1.4.1) Fraction sphéroïdisée.....	81
1.4.1.i) Optimisation du nombre d'images analysées.....	81
1.4.1.ii) Optimisation du rapport longueur/largeur.....	82
1.4.1.iii) Résultats des mesures de fractions sphéroïdisées.....	85
1.4.1.iv) Nombre d'éléments lamellaires et globulaires.....	86
1.4.2) Facteur de Fischmeister.....	87
1.4.2.i) Énergie d'activation de la sphéroïdisation de la cémentite.....	88

1.5) Analyse d'images – Caractéristiques locales.....	89
1.5.1) Mûrissement des globules.....	89
1.5.2) Longueur et largeur des lamelles.....	91
1.5.2.i) Identification des éléments intermédiaires.....	93
1.6) Conclusions.....	94
2) Effet d'un champ magnétique.....	95
2.1) Mesure de dureté.....	95
2.2) Analyse micrographique.....	97
2.3) Analyse d'images – État d'avancement de la transformation.....	99
2.3.1) Fraction sphéroïdisée.....	99
2.3.1.i) Nombre d'éléments lamellaires et globulaires.....	102
2.3.2) Facteur de Fischmeister.....	103
2.4) Analyse d'images – Caractéristiques locales.....	105
2.4.1) Mûrissement des globules.....	105
2.4.2) Longueur et largeur des lamelles.....	106
2.5) Conclusions.....	107

Partie III : Étude de la recristallisation de la ferrite sous champ magnétique **109**

CHAPITRE VI : Recristallisation de la ferrite sous champ magnétique - Introduction..... 110

1) Description générale de la ferrite et des défauts de structure cristalline.....	110
1.1) Défauts ponctuels & défauts linéaires (dislocations).....	111
1.2) Description et classement des différents processus d'élimination des défauts.....	112
2) Restauration : annihilation et réarrangement des dislocations.....	113
2.1) Mécanismes et cinétique d'élimination des dislocations.....	113
3) Recristallisation primaire : nucléation et croissance de nouveaux grains.....	114
3.1) Nucléation des nouveaux grains de ferrite : généralités et mécanisme.....	115
3.2) Croissance des grains de ferrite : généralités et mécanisme.....	116
3.3) Cinétique de la recristallisation primaire.....	117
3.4) Résumé du mécanisme et de la cinétique de la recristallisation primaire.....	118
4) Recristallisation secondaire : mûrissement des grains recristallisés.....	119
5) Effets des champs magnétiques sur la restauration et les recristallisations primaires et secondaires.....	120
5.1) Restauration de la ferrite.....	120
5.2) Recristallisation primaire.....	121
5.3) Recristallisation secondaire	122
5.4) Conclusions.....	123

CHAPITRE VII : Recristallisation de la ferrite sous champ magnétique – Matériel et méthodes..... 124

1) Techniques de caractérisation.....	124
1.1) Analyse des propriétés mécaniques par mesure de dureté.....	125
1.1.1) Mise au point de la procédure de mesure.....	126
1.2) Analyse des propriétés microstructurales par analyse d'image.....	126
1.2.1) Acquisition des images.....	126
1.2.2) Prétraitement.....	127
1.2.3) Segmentation.....	129
1.2.4) Sélection des grains d'intérêt.....	130
1.2.5) Caractérisations.....	132

2) Description des recuits réalisés.....	133
2.1) Caractéristiques des traitements thermiques réalisés.....	133
CHAPITRE VIII : Recristallisation de la ferrite sous champ magnétique –	
Résultats.....	134
1) Effet de la température et de la durée du recuit.....	134
1.1) Caractéristiques des échantillons étudiés.....	134
1.2) Mesures de dureté	134
1.3) Analyse micrographique	136
1.4) Analyse d'images - Fraction recristallisée et nombre de grains recristallisés.....	138
1.4.1) Corrélation entre la dureté et la fraction recristallisée.....	140
1.5) Analyse d'image - Caractérisations locales	140
1.5.1) Introduction aux distributions en nombre.....	140
1.5.2) Distributions en nombre.....	143
1.5.2.i) Effet de la température de recuit.....	143
1.5.2.ii) Effet de la durée du recuit.....	144
1.5.2.iii) Différenciation d'échantillons de propriétés mécaniques et microstructurales proches...147	
1.6) Conclusions.....	149
2) Effet d'un champ magnétique.....	150
2.1) Mesures de dureté.....	150
2.2) Analyse micrographique.....	152
2.3) Analyse d'images - Fraction recristallisée, nombre et aire moyenne des grains recristallisés.....	155
2.3.1) Corrélation entre la dureté et la fraction recristallisée.....	158
2.4) Analyse d'image - Caractérisations locales.....	158
2.4.1) Distributions en nombre.....	158
2.5) Conclusions.....	162
Partie IV : Conclusions et perspectives.....	164
CHAPITRE IX : Conclusions générales.....	165
CHAPITRE XIII : Perspectives.....	169
Bibliographie.....	170
Annexes.....	176
Annexe A : Effets des gradients de champ magnétique sur les aciers.....	177
Annexe B : Composantes de l'énergie libre des alliages Invar et non-Invar.....	180
Annexe C : Segmentation fondée sur le partage de régions.....	181
Annexe D : Segmentation fondée sur les contours des régions.....	184
Annexe E : Indentation Vickers.....	188
Annexe F : Four 1T.....	189
Annexe G : Étalonnage de l'aimant supraconducteur.....	191
Annexe H : Tests statistiques.....	193
Annexe I : Lois de la recristallisation primaire.....	195
Annexe J : Recristallisation primaire de la ferrite - forces motrices et d'ancrage.....	197
Annexe K : Publication : Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles (Image Anal Stereol 2010;29:91-98).....	201
Annexe L : Logiciel d'analyse d'images ASAP !.....	209

PRÉAMBULE

Les sidérurgistes, et le monde industriel en général, sont en perpétuelle recherche d'innovations et de moyens permettant d'améliorer leurs procédés et leurs produits. Actuellement, les procédés de production et de préparation des aciers se basent sur des technologies mûres, résultat de nombreuses années de recherche. Les innovations à apporter à ces procédés doivent donc résulter de sauts technologiques susceptibles d'induire des modifications considérables en termes de technique de production ou encore des propriétés des produits.

Les traitements thermiques sous champ magnétique constituent une option pour atteindre ces deux objectifs. En effet, des études récentes ont démontré que les champs magnétiques permettent de modifier considérablement les cinétiques de transformations des aciers. Des retombées positives peuvent donc être attendues. Néanmoins, les recherches portant sur ce sujet en sont encore à leurs débuts, de nombreux phénomènes restent inexpliqués et de nombreuses voies n'ont pas encore été explorées.

C'est dans ce contexte que ce travail se situe. L'objectif principal de celui-ci est d'étudier l'effet des champs magnétiques sur des transformations très utilisées dans l'industrie. Les deux transformations étudiées, à savoir la sphéroïdisation de la cémentite et la recristallisation de la ferrite, nécessitent des traitements thermiques plus ou moins longs et à haute température. Une réduction du temps de transformation ou encore une amélioration des propriétés des aciers traités sous champ magnétique, constituerait une évolution importante pour ce type de traitement thermique.

Les transformations étudiées présentent la particularité d'induire des modifications importantes de microstructure : rupture des lamelles en globules et recristallisation de la ferrite. C'est pourquoi le développement de techniques de caractérisation adaptées à l'analyse de ces microstructures constitue un objectif concomitant de cette recherche. Comme nous le verrons dans la suite, notre choix s'est porté sur le développement et l'optimisation de techniques d'analyse d'images.

Plus concrètement, l'aboutissement de ce travail a nécessité la poursuite de quatre objectifs :

- **Objectif 1** : développer une technique d'analyse d'images adaptée à l'étude de la sphéroïdisation de la perlite,
- **Objectif 2** : étudier l'effet d'un champ magnétique sur la sphéroïdisation de la cémentite,
- **Objectif 3** : développer une technique d'analyse d'images adaptée à l'étude de la recristallisation de la ferrite,
- **Objectif 4** : étudier l'effet d'un champ magnétique sur la recristallisation de la ferrite.

Ce travail est scindé en quatre parties décrites ci-dessous.

L'introduction générale constitue la première partie. Celle-ci est composée de deux chapitres.

Le **Chapitre I** a pour thème une étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers. La première section de ce chapitre traite des notions de base en métallurgie et en magnétisme nécessaires à la compréhension de ce travail. Fort de ce bagage, le lecteur trouvera ensuite une revue bibliographique des effets des champs magnétiques homogènes sur les transformations des aciers.

Comme nous l'avons dit plus haut, la spécificité de ce travail réside dans le fait que les deux transformations étudiées ont été analysées et caractérisées par analyse d'images. Le **Chapitre II** est consacré à cette technique d'analyse. Les notions élémentaires concernant l'analyse d'images sont rappelées dans la première section de ce chapitre. Ensuite, une section spécifique est dédiée à chacune des étapes principales de l'analyse d'images : le prétraitement, la segmentation des images et les différentes caractérisations qui peuvent être réalisées sur les régions. Les limites de cette technique ainsi que ses domaines d'applications sont alors brièvement introduits dans les deux dernières sections de ce chapitre.

La seconde partie de ce travail est scindée en trois chapitres et traite de la sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique.

Le **Chapitre III** propose une introduction détaillée de la sphéroïdisation de la cémentite. La première section de ce chapitre sera l'occasion d'introduire en détail la perlite ainsi que sa microstructure. A l'aide de ces notions, les mécanismes et la cinétique de la sphéroïdisation de la cémentite et du mûrissement des globules, seront présentés. Enfin, la dernière section portera sur les résultats identifiés dans la littérature indiquant une influence potentielle d'un champ magnétique sur la sphéroïdisation de la cémentite.

Après cette introduction détaillée, les moyens utilisés pour étudier la sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique seront décrites dans le **Chapitre IV**. La première section traitera des techniques de caractérisation utilisées pour étudier la sphéroïdisation de la perlite. Ensuite, les recuits réalisés ainsi que le four utilisé pour réaliser ceux-ci seront détaillés.

A l'aide des moyens présentés au Chapitre IV, nous présenterons dans le **Chapitre V** les résultats obtenus concernant la sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique. Dans un premier temps, nous détaillerons l'effet de la température et de la durée du recuit sur la sphéroïdisation de la cémentite. Nous aurons ainsi l'occasion d'étudier en détail le mécanisme de sphéroïdisation de la cémentite et du mûrissement des globules. Les évolutions de microstructure induites par ces deux transformations seront également décrites. La dernière section de ce chapitre sera l'occasion de présenter les résultats obtenus concernant l'effet d'un champ magnétique sur la sphéroïdisation de la cémentite.

L'analyse de l'effet d'un champ magnétique sur la recristallisation de la ferrite constitue la troisième partie de ce travail. Elle est composée de trois chapitres.

Le **Chapitre VI** constitue une introduction détaillée de la recristallisation de la ferrite. La première section de ce chapitre traite des défauts de structures cristallines induits par la mise en forme de l'acier. La description détaillée des mécanismes et de la cinétique d'élimination de ces défauts par les processus de restauration, de recristallisation primaire et secondaire constituent les trois sections suivantes de ce chapitre. La dernière section de ce chapitre regroupe les résultats bibliographiques pertinents de différentes études traitant des effets des champs magnétiques sur ces trois processus.

Ce chapitre sera suivi par une description détaillée des techniques de caractérisation utilisées dans le cadre de ce travail ainsi que des recuits réalisés pour étudier la recristallisation de la ferrite (**Chapitre VII**).

Les résultats obtenus concernant l'étude de la recristallisation de la ferrite sous champ magnétique seront alors présentés dans le **Chapitre VIII**. Ainsi, nous étudierons l'effet de la température et de la durée du recuit sur la recristallisation de la ferrite. Ces deux sections seront l'occasion d'étudier en détail les transformations impliquées. Enfin, l'effet de l'induction magnétique sur la recristallisation de la ferrite sera abordé dans la dernière section de ce chapitre.

Les conclusions générales et perspectives liées au travail réalisé seront évoquées dans la quatrième partie de ce travail, respectivement dans les **Chapitres IX** et **X**.

ABSTRACT

The steel industry is constantly looking for innovations and solutions to improve production processes as well as product properties. However, current technologies result from decades of development and thus have already reached maturity. Therefore, bright innovations have to arise from technological breakthroughs. The objective of those novelties is to induce drastic changes in terms of process or product.

Magnetic heat treatment might be a solution to reach both objectives. Indeed, recent researches have shown that magnetic fields can significantly modify the transformation kinetics in steels. This can turn into very positive impacts on the metallurgical processes. However, researches on this topic are in the early stage and a lot of fields have not been studied yet.

This work has been carried out in this challenging context. The main objective is to study the effect of magnetic fields on cementite spheroidization and ferrite recrystallization. So far, these two transformations involve long thermal treatments at high temperatures. Thus, a reduction of the processing time or an improvement of the mechanical properties of the steels by using magnetic field processing would be a significant improvement for this kind of thermal treatment.

The transformations that are studied imply large microstructure modifications: lamellae breaks into spheroids while ferrite recrystallizes. As a consequence, the developments of dedicated microstructure characterization techniques are concomitant objectives. As it will be shown later, we decided to develop and optimize image analysis tools.

Practically, the completion of this work has required the pursuit of four objectives:

- Objective 1: develop an image analysis tool dedicated to pearlite spheroidization study,
- Objective 2: study the effect of magnetic field on cementite spheroidization,
- Objective 3: develop an image analysis tool dedicated to ferrite recrystallization study,
- Objective 4: study the effect of magnetic field on ferrite recrystallization.

This work is divided in four parts described below.

A general introduction constitutes the first part. It contains two chapters.

Chapter I focuses on a literature review of the effect of magnetic fields on steels. The first section of this chapter deals with the basics of metallurgy and magnetism required to understand this work. Then, the reader will find a literature review about the effects of homogeneous magnetic fields on steel transformations.

As it has been said before, the specificity of this work lies in the fact that the transformations studied were analysed and characterized using image analysis. The **Chapter II** is dedicated to this technique. The basics of image analysis are summarized in the first section of this chapter. Then, specific sections are dedicated to each step of image analysis: pre-treatment, image segmentation and characterizations. The limits of this technique, as well as its applications are described in the two last sections of this chapter.

The second part of this work is divided in three chapters and deals with cementite spheroidization under magnetic field.

Chapter III provides a detailed introduction to cementite spheroidization. The first section of this chapter introduces the pearlite as well as its microstructure. Using these concepts, the mechanisms and the kinetic of cementite spheroidization and cementite ripening will be introduced. Finally, the last section of this chapter will focus literature results which indicate that a potential effect of magnetic field on cementite spheroidization might be expected.

After this detailed introduction, the tools used to study the cementite spheroidization under magnetic field will be described in **Chapter IV**. The first section deals with the characterization techniques used to study pearlite spheroidization. Then, the furnace and the heat treatments that have been performed will be described.

With these tools, we will describe, in **Chapter V**, the results that have been achieved about cementite spheroidization under magnetic field. First, we will deeply analyse the effect of temperature and heat treatment duration on cementite spheroidization. This will be the opportunity to study in details the mechanism of cementite spheroidization and spheroids ripening. Microstructure evolutions induced by these two transformations will also be analysed. The effects of magnetic field on cementite spheroidization are described in the last section of this chapter.

The analysis of the effect of magnetic field on ferrite recrystallization constitutes the third part of this work. It is divided in three chapters.

Chapter VI provides a detailed introduction to ferrite recrystallization. The first section of this chapter deals with the crystalline structure defects induced by the steel forming. The detailed description of the mechanisms and the kinetics of defects elimination by the recovery, primary recrystallization and secondary recrystallization constitute the three next sections of this chapter. The last section of this chapter summarizes the results of different relevant studies on the effects of magnetic fields on these three processes.

The chapter VI is followed by a detailed description of the characterization techniques as well as the heat treatment performed to study ferrite recrystallization (**Chapter VII**).

Chapter VIII describes the results that have been obtained about ferrite recrystallization under magnetic field. We will study the effect of temperature and heat treatment duration on ferrite recrystallization. The involved transformations will be studied in detail. Finally, the effect of magnetic field on ferrite recrystallization will be discussed in the last section of this chapter.

The general conclusions as well as the prospects of this work will be addressed in the fourth part of this work, respectively in **Chapters IX** and **X**.

PARTIE I : INTRODUCTION GÉNÉRALE

En vue de justifier l'intérêt de ce travail et de situer le cadre dans lequel celui-ci s'intègre, nous avons réalisé une étude bibliographique portant sur les effets des champs magnétiques sur les aciers et leurs transformations. Le résultat de la compilation de ces résultats est présenté dans le premier chapitre de cette introduction générale. Le second chapitre consiste en une introduction à l'analyse d'images et à ses principes.

CHAPITRE I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

Avant de présenter en détail les différents résultats identifiés dans la littérature, nous allons procéder à quelques rappels concernant la métallurgie de l'acier et le magnétisme. Ensuite, à l'aide des outils qui auront été introduits, nous présenterons et expliquerons les résultats de diverses recherches ayant trait à l'effet des champs magnétiques homogènes sur les aciers et leurs transformations.

1) Diagramme d'équilibre Fe-C, diagramme CCT et diagramme TTT

Les aciers sont constitués d'un mélange de fer, de carbone ainsi que d'un certain nombre d'éléments d'addition tels le manganèse, le chrome, le molybdène ou encore le nickel. Comme le montre le diagramme Fe-C à l'équilibre présenté à la Fig. 1 ^[1], on est amené à faire des distinctions entre les aciers en fonction de leur teneur en carbone. Les aciers dont la teneur en carbone est inférieure ou supérieure à 0.77 % en masse sont dits respectivement hypoeutectoïdes et hypereutectoïdes.

La température joue un rôle important concernant le type de phases rencontrées dans les aciers. En dessous de 727°C, on a, dans le cas d'un acier hypoeutectoïde, de la ferrite (désignée par α) (1) et de la perlite (2). Au-delà du point eutectoïde, de la perlite et de la cémentite (3) sont obtenues.

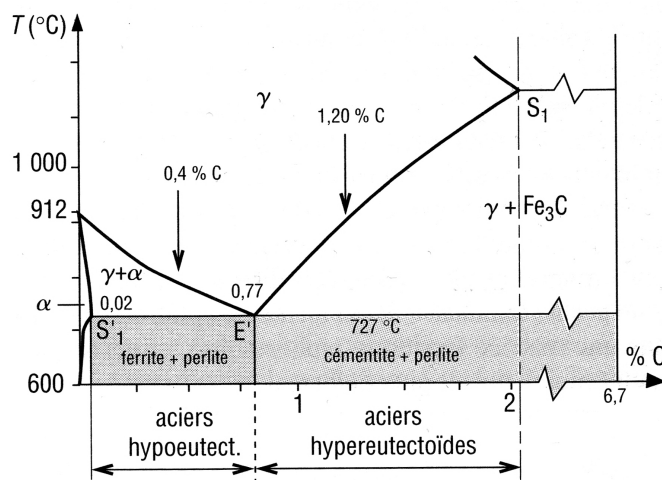


Fig. 1: Diagramme d'équilibre binaire Fe-C.

Au-delà de leur température d'austénitisation, les aciers hypo et hypereutectoïdes se transforment en austénite (4), désignée par γ . Cette température dépend de la teneur en carbone de l'acier.

1 La ferrite, solution solide de carbone dans l'allotrope α du fer, est très ductile (80 à 100HV). Elle contient 0.006 % en C et cristallise dans la structure cubique centrée

2 La perlite est un agrégat lamellaire formé de 89 % de ferrite et de 11 % de cémentite. Sa dureté dépend de la microstructure de la perlite (lamellaire ou globulaire)

3 La cémentite (Fe_3C) est un composé chimique très dur (800 HV) mais très fragile de structure cristalline orthorhombique. La cémentite contient 6.67 % en masse de carbone.

4 L'austénite, solution solide de carbone dans l'allotrope γ du fer possède la structure cristallographique cubique face centrée. Cette structure permet une grande solubilité du carbone.

Chapitre I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

Les compositions de phases déterminées à l'aide du diagramme fer-carbone présenté ci-dessus ne sont valables que si le système dispose de suffisamment de temps pour se stabiliser. Or, il est fréquent de travailler avec de l'acier dont l'état est hors d'équilibre. C'est notamment le cas lors des refroidissements réalisés au départ de l'état austénitique.

Dans ce cas, le diagramme binaire de la Fig. 1 ne permet plus de rendre compte des microstructures obtenues : on observe au cours du refroidissement l'apparition de phases métastables telles la bainite (5) ou la martensite (6).

Un autre type de diagramme a alors été introduit afin de rendre compte des microstructures obtenues. Il s'agit des diagrammes CCT (continuous cooling transformation) ou TRC (transformation en refroidissement continu). Ces diagrammes permettent de prédire, pour un acier et une vitesse de refroidissement donnés, la microstructure obtenue lors d'un refroidissement au départ de l'état austénitique. La Fig. 2 présente le diagramme CCT typique pour un acier hypothétique ainsi qu'une explication concernant les phases formées [2].

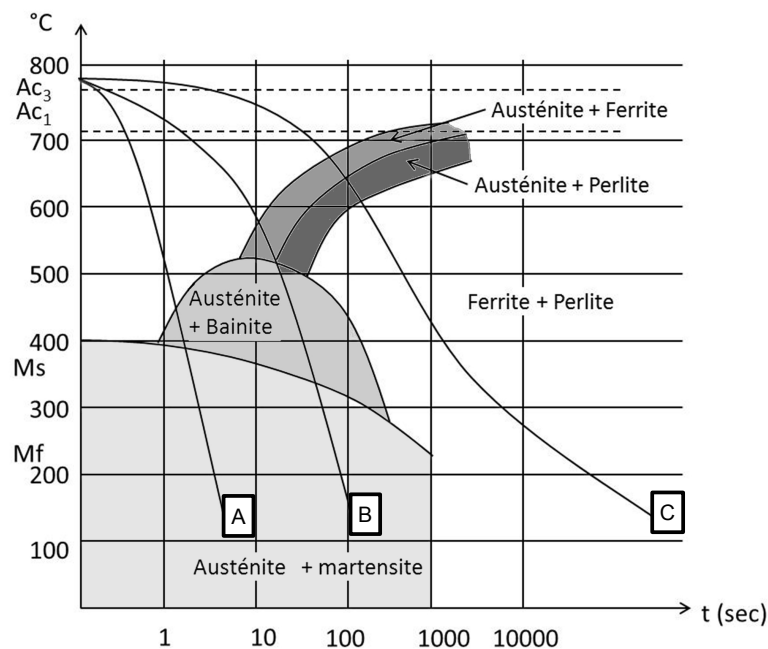


Fig. 2: Diagramme CCT d'un acier hypothétique. Les phases obtenues pour les différentes vitesses de refroidissement sont les suivantes :

- Rapide (A) : Bainite (450°C) + Martensite (<400°C)
- Modéré (B) : Ferrite (575°C) + Bainite (500°C) + Martensite (350°C)
- Lent (C) : Ferrite (675°C) + Perlite (650°C)

Les transformations qui se produisent dans les aciers hors de l'état d'équilibre peuvent également être étudiées via un traitement thermique isotherme faisant suite à un refroidissement ultra-rapide au départ de l'état austénitique. Dans ce cas, c'est la température à laquelle se déroule la transformation qui est importante.

5 La bainite est un agrégat de ferrite et de cémentite. Sa structure est plus fine que celle de la perlite. Ses propriétés mécaniques sont donc différentes.

6 La martensite est une solution solide d'insertion sursaturée en carbone dans le fer α . Elle possède une dureté élevée (HV>800) mais elle est fragile.

Le diagramme utilisé pour rendre compte des transformations observées est appelé diagramme TTT (temps-température-transformation). Le diagramme TTT de l'acier 41Cr4 [1], présenté à la Fig. 3, illustre ce concept.

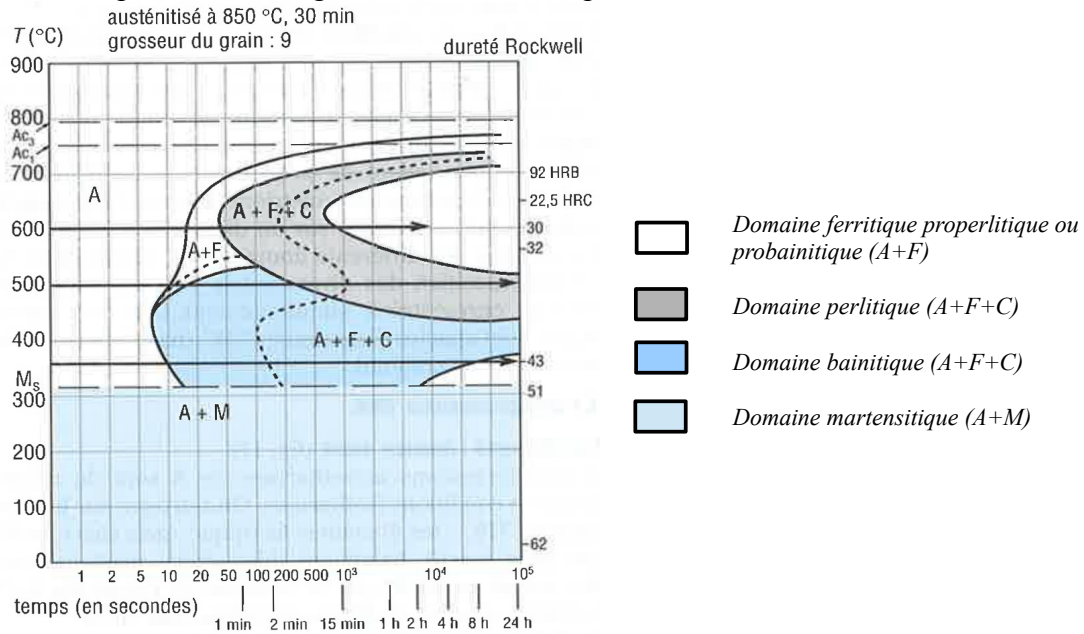


Fig. 3: Diagramme TTT de l'acier 41Cr4. Un traitement thermique à 600°C conduit à un mélange de ferrite properlitique et de perlite. A 500°C, un mélange de ferrite probainitique, de bainite et de perlite est formé. A basse température (350°C), l'austénite est entièrement transformée en bainite.

2) Magnétisme

Dans la partie expérimentale de ce manuscrit, nous allons étudier l'effet d'un champ magnétique homogène sur la sphéroïdisation de la cémentite dans la perlite et sur la recristallisation de la ferrite. A la température où les recuits sont réalisés, la cémentite est dans l'état paramagnétique et la ferrite dans l'état ferromagnétique. L'objet de ce point est donc d'introduire en détails ces deux états magnétiques et de décrire l'effet qu'un champ magnétique exerce sur eux.

2.1) Paramagnétisme

Au sein d'un matériau paramagnétique, les moments magnétiques permanents portés par tous les atomes ou une partie de ceux-ci, sont orientés aléatoirement et n'interagissent pas entre eux (Fig. 4 (a)). Sans champ magnétique, un composé paramagnétique ne présente donc pas d'aimantation spontanée. Sous l'action d'un champ magnétique (Fig. 4 (b)), l'orientation des moments est modifiée et une aimantation induite \vec{M} , parallèle à la direction du champ magnétique appliqué, apparaît.

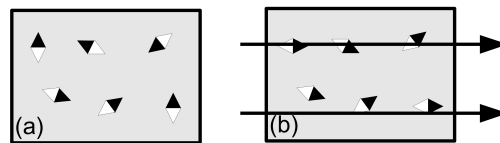


Fig. 4: Comportement des moments magnétiques d'un matériau paramagnétique : (a) à l'état initial et (b) soumis à un champ magnétique de direction horizontale.

L'aimantation induite (\vec{M}) est proportionnelle à l'intensité de l'induction magnétique appliquée (\vec{H}). L'équation [1] exprime cette relation :

$$\vec{M} = \chi_m(T) \vec{H} \quad [1]$$

Le facteur de proportionnalité χ_m est appelé susceptibilité magnétique du matériau [3]. Dans le cas d'un matériau paramagnétique, la valeur de χ_m est de l'ordre de 10^{-3} à 10^{-5} à température ambiante.

Idéalement, l'inverse de la susceptibilité magnétique varie proportionnellement avec la température. C'est la loi de Curie. Celle-ci est illustrée sur la Fig. 5 (a), C étant la constante de Curie [3]. Ainsi, sous l'effet de l'agitation thermique, l'aimantation induite dans un matériau paramagnétique par un champ magnétique diminue quand la température augmente. D'autre part, comme nous pouvons le voir sur la Fig. 5 (b), l'aimantation d'un matériau paramagnétique devient de plus en plus linéairement proportionnelle à l'induction magnétique quand la température augmente.

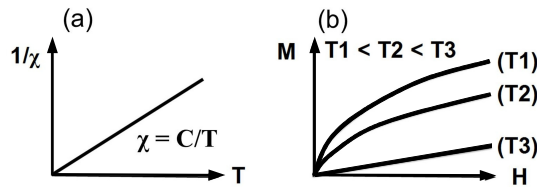


Fig. 5: Composé paramagnétique : (a) inverse de la susceptibilité magnétique d'un composé paramagnétique en fonction de la température, (b) aimantation d'un composé paramagnétique en fonction de l'intensité de l'induction magnétique à différentes températures.

2.2) Ferromagnétisme

Au sein d'un matériau ferromagnétique, des interactions positives existent entre les moments magnétiques d'atomes voisins. En deçà de la température de Curie (T_c), ces interactions dominent l'agitation thermique et favorisent le parallélisme des moments même sans l'application d'un champ magnétique externe. Les groupes d'atomes présentant des moments magnétiques de mêmes directions s'organisent en domaines, appelés domaines de Weiss (Fig. 6 (a)). Au sein d'un échantillon, ces domaines présentent des moments d'orientation aléatoire ce qui implique que, sans champ magnétique externe, le moment magnétique total est nul.

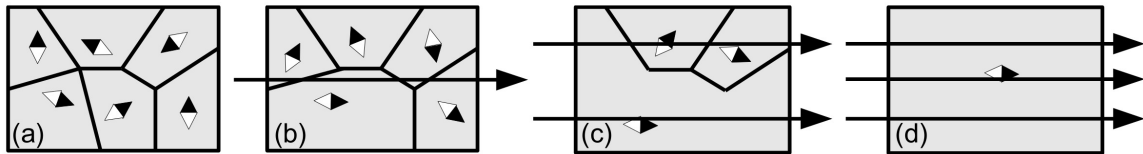


Fig. 6: Composé ferromagnétique : (a) comportement d'un matériau ferromagnétique à l'état initial et (b), (c), (d) soumis à un champ magnétique de direction horizontale d'intensité de plus en plus élevée.

Sous l'action du champ magnétique, l'orientation des moments est modifiée et une aimantation induite parallèle à la direction du champ magnétique appliqué apparaît (Fig. 6 (b) et (c)). Si l'intensité de l'induction magnétique continue de croître, tous les domaines vont alors être orientés dans la direction du champ magnétique. L'aimantation macroscopique arrive alors à saturation (Fig. 6 (d)).

Chapitre I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

L'aimantation spontanée des domaines de Weiss (\vec{M}_s), atteint à température nulle sa valeur maximale (\vec{M}_0) correspondant au parallélisme de tous les moments individuels (Fig. 7 ^[3]).

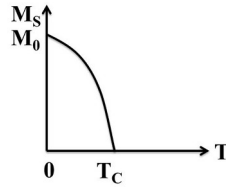


Fig. 7: Aimantation spontanée d'un composé ferromagnétique en fonction de la température.

Le comportement présenté à la Fig. 6 induit un autre phénomène propre aux matériaux ferromagnétiques, à savoir la courbe d'hystérésis (Fig. 8). Cette courbe est décrite ci-dessous.

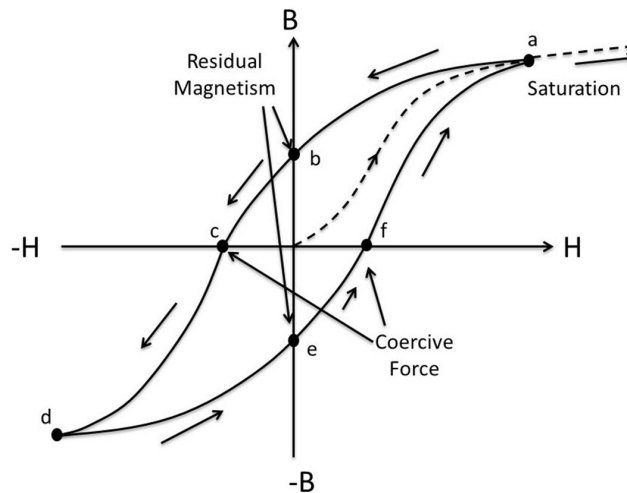


Fig. 8: Courbe d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique.

Comme nous l'avons vu sur la Fig. 6, lorsque qu'un matériau ferromagnétique est soumis à une induction magnétique \vec{H} de plus en plus élevée, les domaines qui le constituent se réorganisent et une aimantation apparaît. Cette aimantation va croître, comme l'indique la ligne en pointillés sur la Fig. 8, jusqu'au moment où l'ensemble des domaines sont orientés dans la même direction (aimantation à saturation : point a, Fig. 8). Cette étape est appelée courbe de première aimantation. Nous pouvons observer sur la Fig. 8 que si l'on annule ensuite l'induction magnétique, le matériau conserve une certaine aimantation (aimantation rémanente : point b, Fig. 8). Si l'on souhaite annuler cette aimantation, il est nécessaire d'appliquer un champ magnétique d'induction \vec{H}_c , appelé champ coercitif (point c, Fig. 8). La courbe d'hystérésis est une conséquence de l'irréversibilité des mouvements des parois des domaines, elle-même causée par la présence de défauts dans le matériau.

Chapitre I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

Les matériaux ferromagnétiques présentent une dernière caractéristique importante induite par les interactions existantes entre les moments magnétiques, dénommée température de Curie (T_c). La T_c est la température au-delà de laquelle un matériau ferromagnétique passe dans l'état paramagnétique. Cette transition est due au fait que l'agitation thermique prend le pas sur l'interaction positive existant entre les atomes. Au-delà de cette température, le matériau adopte une susceptibilité similaire à celle d'un paramagnétique : c'est la loi de Curie-Weiss (Fig. 9^[3,4]).

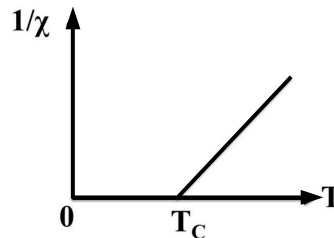


Fig. 9: Susceptibilité paramagnétique d'un composé ferromagnétique au-delà de sa température de Curie.

Le Tableau 1 regroupe les T_c , moments magnétiques par atome à l'état ferromagnétique ainsi que la susceptibilité paramagnétique molaire de la ferrite et de la cémentite^[5-8].

Phase	T_c	Moments magnétiques par atomes à l'état ferromagnétique ($\mu_b = 0,9274 \cdot 10^{-23} \text{Am}^2$)	Susceptibilité paramagnétique molaire ($\text{ému mol}^{-1} \text{Oe}^{-1}$)
Ferrite	769°C	2,2	1,23/(T-1093)
Cémentite	208°C	1,95	1,95/(T-506)

Tableau 1: Températures de Curie, susceptibilité ferromagnétique et paramagnétique de la ferrite et de la cémentite.

2.3) Modification de l'énergie libre d'un matériau par un champ magnétique

L'aimantation qu'acquiert un matériau en présence d'une induction magnétique extérieure modifie l'énergie libre de celui-ci. Cette contribution de type magnétique est donnée par la formule [2] dans le cadre d'un matériau ferromagnétique :

$$G_m = - \int_0^H M dH \quad [2]$$

Pour un matériau paramagnétique de susceptibilité χ , la contribution à l'énergie libre est donnée par la formule [3]:

$$G_{para} = - \int_0^H \chi H dH \quad [3]$$

Ce qui donne après intégration l'équation [4] :

$$G_{para} = -1/2 \chi H^2 \quad [4]$$

Jaramillo *et al.*^[9] indiquent que la variation d'énergie libre causée par un champ magnétique à une ferrite ferromagnétique vaut 12J/mole et par Tesla. Un aimant d'induction magnétique égale à 5T modifie donc l'énergie libre d'une ferrite ferromagnétique d'approximativement 60 J/mol.

Chapitre I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

Il est à noter que la formulation -MdH, généralement reprise dans les publications pour exprimer l'effet d'un champ magnétique sur l'énergie libre d'un matériau est incomplète [3,10]. L'expression complète est donnée par la formule [5] :

$$dG = 1/2 \vec{M} \vec{B}_d + \vec{B}_0 \vec{M} + \int_0^H \vec{B}_0 d\vec{M} \quad [5]$$

où \vec{B}_d est l'induction magnétique du champ démagnétisant et \vec{B}_0 est l'induction magnétique.

- Le premier terme, appelé énergie de démagnétisation, est le travail nécessaire pour aligner tous les domaines magnétiques parallèlement à la direction de l'induction magnétique,
- Le second terme est l'énergie de Zeeman. Elle correspond au travail nécessaire, le matériau étant déjà porté à une aimantation M , pour accroître le champ magnétique de 0 à \vec{H}_0 ,
- Le dernier terme est l'énergie d'aimantation intrinsèque, qui est le travail fourni au matériau pour élever son aimantation à M par un champ magnétique externe \vec{B}_0 .

Des trois composantes citées, seules l'énergie de démagnétisation et d'aimantation intrinsèque doivent être retenues pour rendre compte de la modification d'énergie interne du matériau. D'autre part, l'énergie intrinsèque d'aimantation est bien plus grande que l'énergie de démagnétisation. Seule cette dernière contribution est donc généralement retenue pour déterminer l'influence d'un champ magnétique sur l'énergie libre d'un matériau.

Il nous semble également opportun de signaler que l'effet d'un champ magnétique sur l'énergie libre d'un matériau doit être déterminé à l'aide du champ magnétique total \vec{B} et non pas uniquement de l'induction magnétique initiale \vec{H} [11]. Le champ magnétique total est donné par la somme de l'induction magnétique originale et de l'aimantation induite dans le matériau (équ. [6] [5,12]) :

$$B_{tot} = B_0 + \mu_0 M \quad [6]$$

Cette équation est équivalente à l'expression [7] :

$$B_{tot} = \mu_0 (H + M) \quad [7]$$

En exprimant l'aimantation en fonction de la susceptibilité, on obtient la formule [8] :

$$B_{tot} = \mu_0 H (1 + \chi_m) \quad [8]$$

Le terme $1 + \chi_m$ est appelé perméabilité magnétique relative du matériau.

3) Effets des champs magnétiques homogènes sur les aciers

Dans cette section, une liste non-exhaustive des thèmes de recherche et des résultats obtenus concernant les effets des champs magnétiques homogènes sur les aciers va être introduite. Les différentes notions qui viennent d'être rappelées permettront d'avancer une explication aux effets observés.

Ainsi, nous détaillerons l'effet des champs magnétiques sur le diagramme fer-carbone ainsi que sur les températures et cinétiques de transformations au refroidissement au départ de l'état austénitique. Les transformations martensitiques induites par champ magnétique et la formation de structures alignées sous champ magnétique seront également abordées. Pour conclure, nous détaillerons le cas particulier de l'acier 42CrMo car il fait intervenir différents concepts qui auront été définis.

L'effet des gradients de champs magnétiques sur les aciers ne sera pas abordé dans ce chapitre. Le lecteur intéressé trouvera dans l'annexe A une brève introduction sur ce sujet.

3.1) Diagramme binaire Fe-C

Les températures d'équilibre indiquées dans le diagramme binaire Fe-C présenté à la Fig. 1, page 7, dépendent de l'énergie libre des différentes phases. Or, comme cela vient d'être expliqué (sous-section 2.3, page 12), un champ magnétique modifie l'énergie libre des phases ferromagnétiques et paramagnétiques. Par conséquent, sous l'effet d'un champ magnétique, les frontières séparant les différentes phases vont être déplacées.

Ces effets vont être présentés et expliqués dans le cas d'un acier à 0.4 % C refroidi au départ de l'état austénitique (Fig. 10 (a)). Pour comprendre les modifications induites, il est nécessaire de s'appuyer sur la Fig. 10 (b) qui schématise l'évolution de l'énergie libre de l'austénite et de la ferrite en fonction de la température avec et sans champ magnétique.

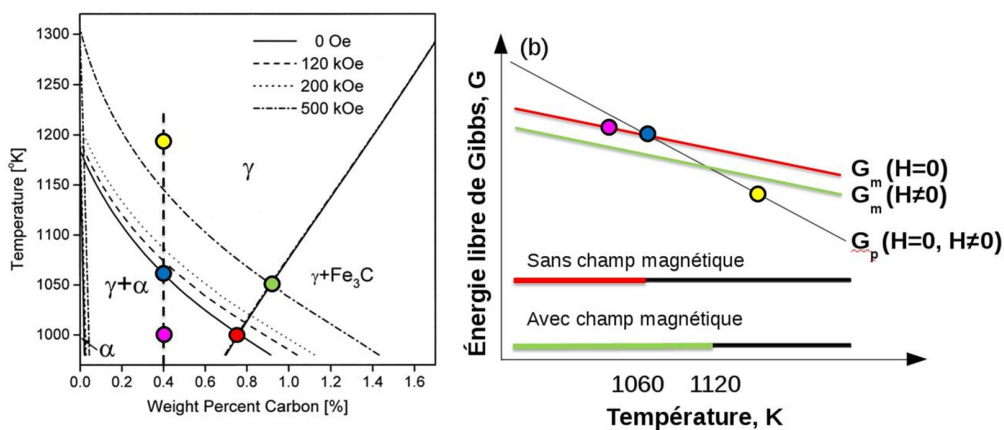


Fig. 10: Effet d'un champ magnétique sur le diagramme binaire Fe-C : (a) modification du diagramme fer-carbone par un champ magnétique, (b) énergie libre de Gibbs des phases paramagnétiques (G_p , austénite) et ferromagnétiques (G_m , ferrite) en fonction de la température avec et sans champ magnétique. Les lignes horizontales bicolores illustrent, à une température donnée, la phase produite sans (rouge/noir) et avec champ magnétique (vert/noir).

Chapitre I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

Analysons la situation sans champ magnétique en fonction de la température pour un acier à 0.4 % C :

- 1200K : La Fig. 10 (a) ^[5], indique qu'à cette température, l'acier est sous forme austénitique (rond jaune). En effet, comme on peut le voir sur la Fig. 10 (b), l'austénite γ (ligne noire G_p) est la phase qui, à 1200K, a l'énergie libre la plus faible.
- 1060K : Nous pouvons voir sur la Fig. 10 (a) qu'à cette température l'acier est à l'équilibre entre austénite γ et un mélange austénite/ferrite proeutectoïde ($\alpha+\gamma$) (rond bleu). En effet, à 1060K, ces deux phases ont la même énergie libre (Fig. 10 (b) : intersection entre la ligne rouge $G_m(H=0)$ et la ligne noire G_p).
- 1000K : A cette température, la Fig. 10 (a) indique que l'austénite γ se transforme en ferrite α (rond rose). La ferrite étant en effet la phase la plus stable à 1000K (Fig. 10 (b) : ligne rouge $G_m(H=0)$).

Sous l'effet d'un champ magnétique, l'énergie libre de Gibbs des différentes phases va être modifiée ^[13,14]. L'amplitude de cette influence étant nettement plus élevée sur les phases ferromagnétiques que paramagnétiques.

La Fig. 10 (b) illustre ce constat. Ainsi, l'énergie libre de l'austénite γ , représentée par une ligne noire, ne se trouve presque pas modifiée par le champ magnétique ($G_p(H\neq 0)$, $G_p(H=0)$). Par contre, sous l'effet du champ magnétique, l'énergie libre de la ferrite ($\alpha+\gamma$) diminue et passe de la ligne rouge ($G_m(H=0)$) à la ligne verte ($G_m(H\neq 0)$). Il est important de noter qu'à cette température, il faut considérer la susceptibilité paramagnétique de la ferrite et non la susceptibilité ferromagnétique. La susceptibilité paramagnétique de la ferrite étant supérieure à celle de l'austénite, la température de transformation de l'austénite en ferrite est déplacée vers les températures les plus hautes. Elle passe ainsi de 1060 à 1120K. L'effet de champs magnétiques d'inductions différentes sur la frontière $\gamma/\alpha+\gamma$ est illustré sur la Fig. 10 (a) ^[5] sous forme de pointillés. Les mêmes effets sont observés pour l'ensemble des aciers hypoeutectoïdes.

En ce qui concerne les aciers hypereutectoïdes, la situation est différente car aux hautes températures, tant la cémentite que l'austénite sont paramagnétiques. De plus, elles possèdent des susceptibilités paramagnétiques proches. Leur énergie libre est donc très peu influencée. Nous observons donc, sur la partie droite de la Fig. 10 (a), que la température d'équilibre $\gamma/\gamma+\text{Fe}_3\text{C}$ n'est presque pas déplacée par l'application d'un champ magnétique.

Suite à ces deux effets, le point eutectoïde (Fig. 10 (a), rond rouge) se déplace vers de plus hautes températures et de plus hautes teneurs en carbone sous champ magnétique (Fig. 10 (a), rond vert). Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 10 (a) ^[8,12,15], sous 50T, celui-ci se situe à une température de $\sim 1051\text{K}$ et à un taux en carbone proche de 0,91 %.

Joo *et al.* ^[5,16] ont déterminé l'influence de l'intensité d'un champ magnétique sur la teneur en carbone, la température du point eutectoïde ainsi que sur la température de transformation γ/α pour de l'acier pur. Le résultat des modélisations et des différents essais est présenté dans le Tableau 2 ci-après.

Chapitre I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

Intensité du champ magnétique (Tesla)	Composition eutectoïde (wt. %)	Température eutectoïde (K)	Température de transformation γ/α pour de l'acier pur (K)
0	0,76	728 (728)	912 (903)
10	0,79	738 (736)	919 (909)
20	0,82	746	936
30	0,85	758	961
40	0,88	767	994
50	0,91	778	1033

Tableau 2: Effet de l'intensité de l'induction magnétique sur la position du point eutectoïde et sur la température de transformation γ/α pour de l'acier pur. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux mesures expérimentales.

Le déplacement du point eutectoïde vers de plus hautes températures et teneurs en carbone accroît la solubilité du carbone dans la ferrite [6,17]. Les propriétés mécaniques des aciers se trouvent modifiées. Ainsi, Choi *et al.* [6] ont constaté que la dureté moyenne de la ferrite d'un acier Fe-0.44C-0.23Si-1.2Mn soumis à un champ magnétique de 10 T s'accroît de 7 Vickers.

3.2) Température de transformation lors d'un refroidissement au départ de l'état austénitique

L'effet décrit dans la sous-section précédente s'applique également lors des transformations qui ne sont pas à l'état d'équilibre. C'est notamment le cas lors d'un refroidissement au départ de l'état austénitique. L'effet de stabilisation des phases ferromagnétiques (G_m : ferrite/perlite/bainite/martensite) et paramagnétique (G_p : austénite) est illustré à la Fig. 11 [18-20].

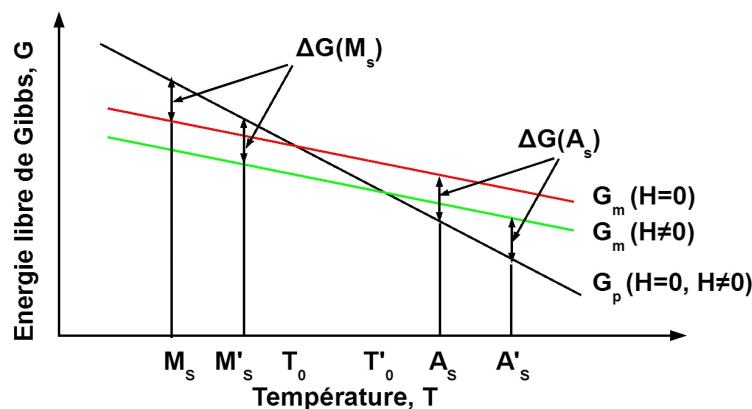


Fig. 11: Énergie libre de Gibbs des phases paramagnétiques (G_p , ligne noire) et ferromagnétiques (G_m , lignes rouge et verte) en fonction de la température avec et sans champ magnétique.

Nous pouvons voir sur la Fig. 11 que, sous l'effet du champ magnétique, tant les températures de transformation martensitique ($M_s \rightarrow M'_s$) que d'austénitisation ($A_s \rightarrow A'_s$) se trouvent augmentées. Les différences existantes entre les températures de formation d'austénite ($\Delta G(A_s)$) ou de martensite ($\Delta G(M_s)$) avec la température où l'énergie libre des deux phases est la même (T_0) proviennent du fait qu'un petit surplus d'énergie est nécessaire pour induire les transformations au cours d'une transformation rapide.

Chapitre I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

Le Tableau 3 ^[11,21-28] présente les augmentations de températures de transformation au départ de l'état austénitique observées sous champ magnétique lors d'un refroidissement.

Type de transformation	Type d'acier	Augmentation de la température de transformation
Ferritique	Fer pur	0.8°C/T
Ferritique	Fe25Co	1.6°C/T
Ferritique	1045 Steel	3°C/T
Perlitique	Acier eutectoïde	1.5°C/T
Perlitique	Fe-0.8C	1.5°C/T
Bainitique	Fe-3.6Ni1.5Cr0.5C	4°C/T
Martensitique	18Ni maraging steel	2°C/T.

Tableau 3: Influence d'un champ magnétique sur les températures de transformation au cours d'un refroidissement au départ de l'état austénitique.

Cet effet a des implications pratiques. Ainsi *Zhang et. al* ^[15] ont observé que, suite à l'augmentation de température de transformation induite par le champ magnétique, l'espace inter-lamellaire obtenu lors d'une transformation perlitique se trouve augmenté.

3.3) Cinétique de transformation lors d'un refroidissement au départ de l'état austénitique

L'équation de Johnson-Mehl ^[29] permet de déterminer la fraction volumique d'une nouvelle phase produite lors d'une transformation par diffusion à l'état solide. Elle s'exprime suivant l'équation [9] :

$$f = 1 - \exp\left(\frac{-A}{4} \dot{N} v^3 (t - \tau)^4\right) \quad [9]$$

où f est la fraction de phase produite, A est un facteur de forme, \dot{N} est la vitesse de nucléation, v est la vitesse de croissance, t est le temps de transformation et τ est le temps d'incubation.

Comme cela va être montré ci-dessous, un champ magnétique influence tant le temps d'incubation nécessaire pour initier la transformation, que la vitesse de nucléation.

3.3.1) Temps d'incubation

Le temps d'incubation τ d'une transformation austénite/ferrite est exprimé comme suit (éq. [10] ^[29]) :

$$\ln(\tau) = B \ln\left(\frac{1}{1-f}\right) + \frac{CQ}{RT} + \frac{E\sigma^3}{\Delta G_v^2} - F \ln \frac{x^\gamma - x}{x^\gamma - x^\alpha} \quad [10]$$

où B , C , E , R et F sont des constantes, Q est l'énergie d'activation pour la diffusion, T est la température, σ est l'énergie interfaciale, ΔG_v est la différence d'énergie libre entre les phases parentes (austénite) et produites (ferrite). x^α , x^γ et x sont respectivement la solubilité du carbone dans la ferrite et l'austénite à la température T et le contenu initial en carbone de l'austénite.

Chapitre I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

Comme cela a été dit auparavant, l'énergie libre des phases ferromagnétiques est nettement plus influencée par l'application d'un champ magnétique que celles des phases paramagnétiques. Sous l'application d'un champ magnétique, la différence d'énergie libre existant entre les phases parentes et produites ΔG_V est donc augmentée d'une force motrice supplémentaire de même signe ΔG_M . $\ln(t)$ se trouve donc réduit [29].

Des formulations identiques peuvent être obtenues pour les transformations perlitiques et bainitiques. Par conséquent, comme l'indique la Fig. 12 [29], l'ensemble du diagramme CCT se trouve déplacé vers des temps plus courts et des températures plus élevées.

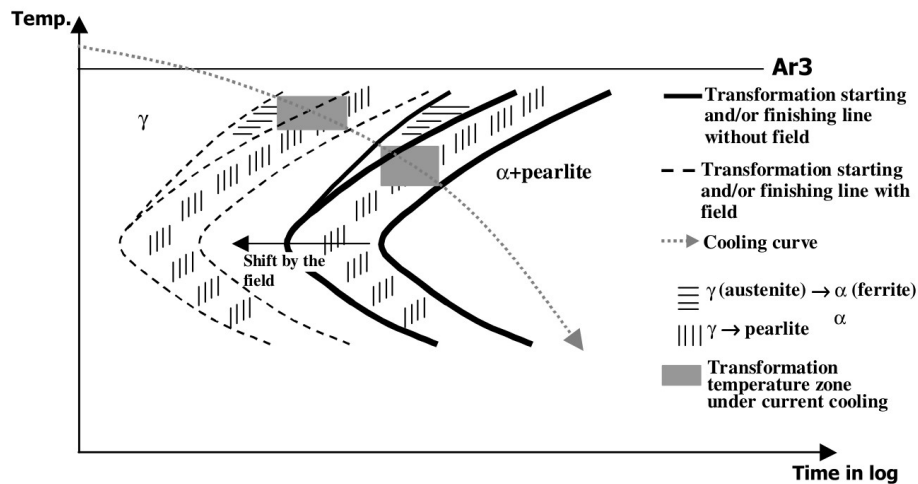


Fig. 12: Effet d'un champ magnétique sur le diagramme CCT et le temps de nucléation. Le début des transformations sans et avec champ magnétique sont indiquées respectivement en traits gras et pointillés.

Ces deux effets permettent d'obtenir, au départ de l'état austénitique et pour une vitesse de refroidissement égale, des phases différentes avec et sans champ magnétique. Jaramillo *et al.* ont publié différents résultats traitant de ces effets :

- Dans le cas d'un acier 52100 refroidi rapidement au départ de l'état austénitique, la microstructure obtenue sous champ magnétique n'est plus martensitique mais ferritique [11].
- De même, le refroidissement à vitesse égale d'un acier hypereutectoïde sous un champ magnétique de 30T, mène à la formation de perlite et non plus de bainite. La particularité et l'intérêt de ce cas précis, est que l'acier perlitique obtenu possède un espace inter-lamellaire de 50nm. Or, un tel espace inter-lamellaire induit de très bonnes propriétés mécaniques et est difficile à atteindre via des traitements thermiques usuels [9].

3.3.2) Vitesse de nucléation

Le champ magnétique peut également influencer la vitesse de nucléation des transformations. Celle-ci est donnée, pour une transformation par diffusion en phase solide, par l'équation [11] :

$$\dot{N} = N_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \exp\left(\frac{-\Delta G^x}{RT}\right) \quad [11]$$

où N_0 est une constante, Q est l'énergie d'activation pour la diffusion, R est la constante des gaz parfaits et T est la température.

La barrière de nucléation ΔG^x est définie comme suit (équation [12]):

$$\Delta G^x = \frac{C\sigma^3}{\Delta G_V^2} \quad [12]$$

où C est une constante, σ est l'énergie interfaciale et ΔG_V est la différence d'énergie libre entre les phases parentes et produites.

Comme cela a été indiqué plus haut, pour la transformation de l'austénite en une phase ferromagnétique (par exemple ferrite), le terme ΔG_V doit être remplacé par $\Delta G_V + \Delta G_M$. Suite à cela, la barrière de nucléation ΔG^x se trouve réduite et la vitesse de nucléation augmente.

Différents chercheurs se sont intéressés à ce phénomène. Voici un résumé de quelques-unes de leurs observations :

- Xu *et al.* [30] ont observé que, sous un champ magnétique de 10T, la vitesse de nucléation de la perlite dans un acier FeMn₁₃C₁ est accélérée de 1,5 à 3 fois. Tant les nucléations intra-granulaire qu'inter-granulaire semblent être affectées. Xu *et al.* [31] ont réalisé des observations similaires pour un acier FeMn_{1.5}C_{0.1}Nb_{0.05}.
- Enomoto *et al.* [32] se sont intéressés à l'effet d'un champ magnétique de 7.5T sur la vitesse de nucléation de la ferrite lors de la recristallisation de différents aciers (FeC_{0.39} - FeC_{0.11}B_{0.0005} - FeC_{0.39}Ni_{2.92}). Ils ont constaté que pour des traitements thermiques équivalents, la fraction de ferrite transformée et le nombre de grains de ferrite formés sous champ magnétique sont plus élevés que dans les échantillons de référence.

Il a également été observé que la vitesse de croissance des différentes phases peut être accélérée par un champ magnétique [17,27,29-36]. Cependant, aucune explication n'a pu être avancée et validée jusqu'à présent.

3.4) Transformations martensitiques induites par champ magnétique

Les transformations martensitiques induites par champ magnétique constituent un autre thème de recherche pour lequel des résultats importants ont été obtenus. Ces transformations sont basées sur le principe exposé à la Fig. 11, page 16. Le but étant ici de se placer à une température supérieure à M_s et à déclencher la transformation martensitique par l'application d'un champ magnétique. Le Tableau 4 [37-40] regroupe, à la page suivante, différents résultats observés dans la littérature concernant ce sujet.

Chapitre I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

Composition	Type d'alliage	Type de transformation	Composantes	Amplitude (K/T)
FeMn _{3,9} C _{5,0}	Non-invar	Paramagnétique vers Ferromagnétique	Zeeman	2,5
FeNi ₂₁ Mn _{4,0}	Non-invar	Paramagnétique vers Ferromagnétique	Zeeman	1
FeNi _{29,9}	Invar	Ferromagnétique vers Ferromagnétique	Zeeman, susceptibilité et magnétostriction	1.5
FeNi _{31,7}	Invar	Ferromagnétique vers Ferromagnétique	Zeeman, susceptibilité et magnétostriction	2
FeNi _{32,5}	Invar	Ferromagnétique vers Ferromagnétique	Zeeman, susceptibilité et magnétostriction	2.5

Tableau 4 : Caractéristique et amplitude des transformations martensitiques induites par un champ magnétique.

Comme nous pouvons le voir dans le Tableau 4, des effets significatifs ont été observés concernant ce type de transformation. De plus, l'utilisation de champs magnétiques pulsés est possible. Or, ceux-ci permettent d'atteindre des inductions magnétiques d'intensités fort élevées et sont plus faciles à mettre en œuvre.

Le lecteur intéressé trouvera dans l'annexe B plus de détail concernant les composantes impliquées dans le calcul de la modification d'énergie libre des matériaux Invar (7) et non-Invar.

Enfin, il faut encore signaler qu'il existe des transformations martensitiques très particulières induites par champ magnétique : les transformations magnéto-élastiques ^[41]. Ici, la transformation de l'austénite en martensite n'est réalisée que quand le champ magnétique est appliqué. Une fois celui-ci supprimé, la transformation inverse de la martensite en austénite se produit spontanément. Kakeshita *et al.* ^[18,38,42-44] ont observé cet effet pour l'alliage à mémoire de forme FeNi_{31,9}Co_{9,8}Ti_{4,1}.

3.5) Formation de structures alignées

Outre une influence sur la thermodynamique et la cinétique des transformations dans les aciers, il a été observé qu'un champ magnétique peut influencer les microstructures formées. Dans cette sous-section, la formation de structures alignées et allongées dans la direction du champ magnétique va être présentée. Cet alignement peut être obtenu par la précipitation d'une phase ferromagnétique dans une matrice non-magnétique (type 1) ou par la précipitation d'une phase non magnétique dans une phase ferromagnétique (type 2).

7 Alliage dont le coefficient de dilatation en fonction de la température est très faible. D'autre part, les paramètres de maille d'un alliage invar à l'état austénitique où martensitique sont très différents. Ils présentent également une très forte magnétostriction.

3.5.1) Type 1: phase ferromagnétique précipitée dans une matrice non magnétique

La transformation de type 1 est habituellement observée lors de refroidissements continus. La Fig. 13 [45-48] illustre la microstructure obtenue pour un acier à 0.4 % C lors d'un refroidissement lent au départ de l'état austénitique sans (a) et avec champ magnétique de 10T (b). La direction du champ magnétique est verticale.

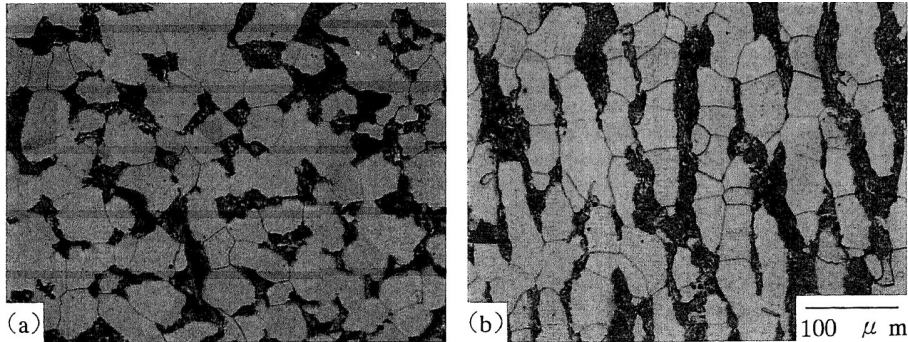


Fig. 13: Structure ferrite (en blanc)/perlite (en noir) obtenue lors d'un refroidissement lent (a) sans champ magnétique et (b) avec un champ magnétique de 10T de direction verticale.

Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 13 (b), les grains de ferrite et de perlite s'allongent et s'alignent dans la direction verticale sous l'effet du champ magnétique. Pour expliquer cette observation, Ohtsuka *et al.* [47] ont proposé que les grains de ferrite qui nucléent s'alignent afin de réduire leur champ démagnétisant et donc réduire l'énergie libre du système.

Zhang *et al.* [49,50] considèrent qu'un second facteur doit également être pris en compte. Il s'agit de l'interaction favorable naissant les nuclei de ferrite orientés dans la direction du champ magnétique. Selon eux, cette interaction, illustrée à la Fig. 14 [34], favorise la formation et la croissance de structures alignées [49].

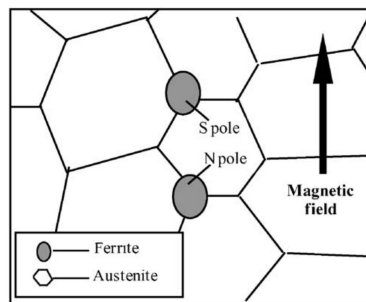


Fig. 14: Interaction positive entre les atomes de fer orientés dans la direction du champ magnétique induisant la formation de structures ferritiques alignées.

L'énergie d'interaction entre deux particules W_{dd} est exprimée par l'équation [13] [51] :

$$W_{dd} = [m_1 m_2 - 3(m_1 r)(m_2 r)r^{-2}] / 4\pi\mu_0 r^3 \quad [13]$$

où v , r et m sont respectivement le volume des particules, la distance qui les sépare et leur moment magnétique. Ce dernier est égal au produit de leur aimantation et de leur volume. Cette équation implique qu'une paire de particules alignées parallèlement à la direction du champ magnétique s'attire tandis que d'éventuelles particules alignées perpendiculairement à la direction du champ magnétique s'opposent [51].

A l'aide de ces éléments théoriques, il est à présent possible d'expliquer la formation de la microstructure illustrée à la Fig. 13 (b). Le mécanisme impliqué ^[34] est illustré sur la Fig. 15. Dans un premier temps, lors de leur nucléation et de leur croissance, les grains de ferrite rejettent le carbone dans l'austénite qui ne s'est pas encore transformée (Fig. 15 (a) et (b)). Sous l'effet du champ magnétique, ces particules ont tendance à s'aligner et à s'allonger. A des températures plus basses, la perlite nucléée à son tour dans l'austénite restante. Cependant, étant donné que la ferrite a nucléé et a cru de façon alignée, la perlite adopte également une formation alignée (Fig. 15 (c)). A la fin du refroidissement, une structure ferrite/perlite alignée est donc obtenue (Fig. 15 (d)).

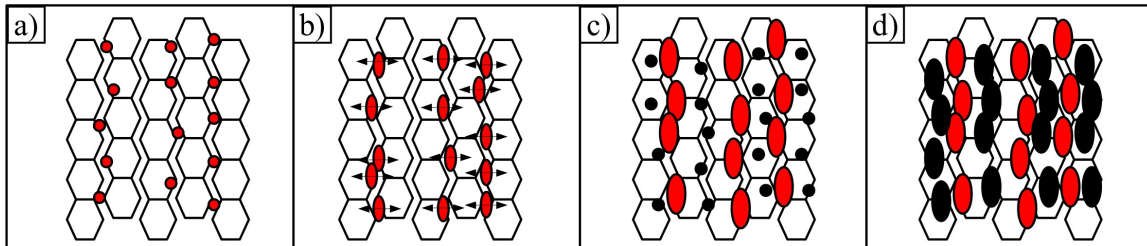


Fig. 15: Mécanisme de formation de structures alignées lors d'un refroidissement lent au départ de l'état austénitique (hexagones) sous champ magnétique de direction verticale : (a) nucléation de la ferrite (en rouge), (b) croissance de la ferrite de façon alignée et rejet du carbone excédentaire dans l'austénite (flèches noires), (c) nucléation de la perlite (en noir) dans l'austénite restante et (d) obtention d'une structure en bande ferrite/perlite allongée.

L'aspect allongé, de type ellipsoïde, est issu ^[51] d'un compromis entre le champ démagnétisant, qui tend à allonger les particules afin de réduire la section offerte au champ magnétique, et l'énergie interfaciale entre la ferrite et l'austénite, qui tend à former des structures isotropes.

Il a été observé pour différents aciers ^[45,51-53] que la formation de structures alignées sous champ magnétique peut également être obtenue lors d'un maintien isotherme faisant suite à un refroidissement rapide au départ de l'état austénitique. L'explication concernant le mécanisme et l'aspect allongé des particules est le même que pour un refroidissement lent au départ de l'état austénitique.

3.5.2) Type 2: phase non magnétique précipitée dans une matrice ferromagnétique

Shimotomai et Maruta ^[53,54] ont été les premiers à observer la précipitation de façon alignée sous champ magnétique d'une phase non-magnétique dans une phase ferromagnétique. Pour cela, ils ont réalisé un revenu partiel d'une martensite dans le domaine $\alpha+\gamma$ suivi d'une trempe. La structure obtenue est composée de ferrite tempérée et de martensite. La Fig. 16 ^[54], présentée ci-dessous, illustre la microstructure alignée obtenue pour un acier à (a) 0.6 % C et (b) 0.1 % C sous un champ magnétique de 8T.

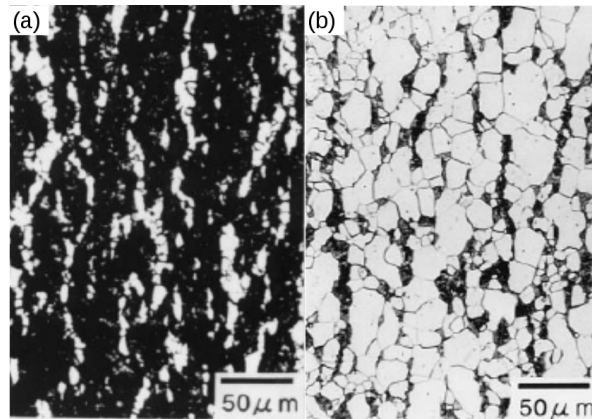


Fig. 16: Formation de structures alignées ferrite (en blanc)/martensite (en noir) lors de la transformation inverse de la martensite sous un champ magnétique de $8T$: (a) acier à 0.6 % C et (b) acier à 0.1 % C.

Nous pouvons observer sur les Fig. 16 (a) et (b) que pour les deux aciers, une structure en bande ferrite/perlite allongée est obtenue. Cet effet a été observé pour différents types d'aciers hypoeutectoïdes à 0.1 % C ^[53,54], 0.4 % C ^[45,46,55] et 0.6 % C ^[54].

Selon Shimotomai ^[54], le mécanisme de formation de telles structures est le suivant. Tout d'abord, lors du revenu, une partie de la martensite est austénitisée. Sous l'effet du champ magnétique, ce noyau d'austénite se comporte comme un trou de volume v de moment magnétique m ($= -Mv$, où M est l'aimantation de la phase α sous l'induction magnétique H). Comme cela a été expliqué à la sous-section précédente, des interactions dipolaires apparaissent alors entre deux noyaux de phase γ et ces trous adoptent le comportement décrit dans la Fig. 14. Une structure austénitique alignée est donc obtenue. Enfin, avant que l'ensemble de la structure martensitique ne soit austénitisée, la trempe est réalisée. L'austénite se transforme alors en martensite (en noir). Le reste de la martensite se transforme en une structure ferrite tempérée (en blanc). Une structure mixte ferrite martensite allongée et alignée dans la direction du champ magnétique est donc obtenue.

3.6) Cas particulier : Refroidissement au départ de l'état austénitique, acier 42CrMo

Le cas de l'acier 42CrMo refroidi à différentes vitesses sans et avec champ magnétique constitue un parfait exemple pour terminer cette introduction. En effet, la description des phénomènes impliqués lors des traitements thermiques sans et avec champ magnétique font intervenir plusieurs éléments de métallurgie et de magnétisme introduits dans les sections précédentes. Celui-ci a été étudié par Zhang *et al.* ^[36]

3.6.1) Microstructure avant recuit et microstructures obtenues sans champ magnétique

Comme nous pouvons le voir à la page suivante sur la Fig. 17 ^[34], la structure austénitique de départ n'est pas isotrope. En effet, suite à une déformation non-homogène lors du laminage à chaud, cette dernière est constituée d'une alternance de bandes de grains austénitiques larges et fins.

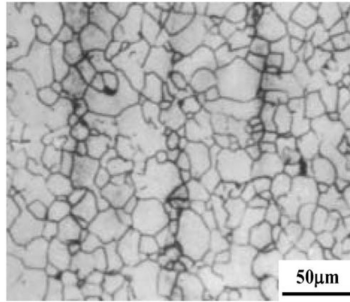


Fig. 17: Microstructure austénitique de départ de l'acier 42CrMo.

Les Fig. 18 (a), (b) et (c) présentent les microstructures obtenues pour différentes vitesses de refroidissements au départ de l'état austénitique sans champ magnétique.

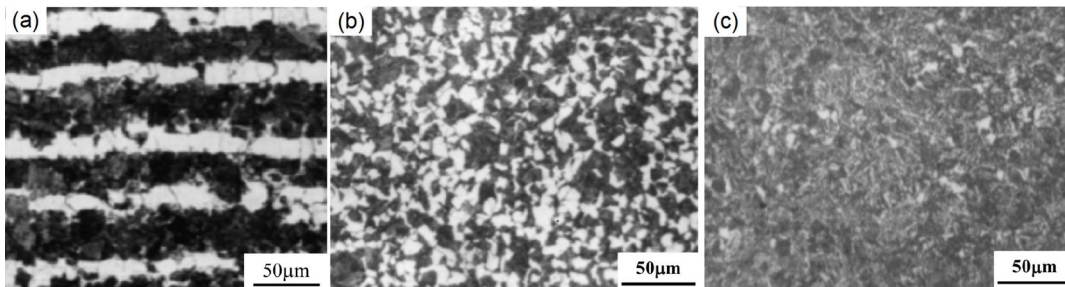


Fig. 18: Effet de la vitesse de refroidissement au départ de l'état austénitique sur la microstructure obtenue pour un acier 42CrMo : (a) refroidissement à 1°C/min, (b) refroidissement à 10°C/min et (c) refroidissement à 46°C/min. La direction de laminage est horizontale.

Les mécanismes de formations des microstructures illustrées aux Fig. 18 (a), (b) et (c) sont décrits ci-dessous et font intervenir le concept de diagrammes CCT (section 1, page 7) :

- *Refroidissement lent à 1°C/min* ^[19,33-35] : la vitesse de refroidissement étant lente, le temps d'incubation est écoulé alors que l'acier est toujours dans le domaine de transformation ferritique. Celui-ci étant à haute température, les forces motrices disponibles pour initier la nucléation sont faibles. La nucléation se déroule donc préférentiellement aux joints de grains austénitiques. Étant donné que la structure austénitique initiale de l'acier est anisotrope (Fig. 19 (a)), la nucléation des grains de ferrite est plus dense dans les zones de grains fin (Fig. 19 (b)). Au fur et à mesure que la nucléation se produit et que les grains de ferrite croissent, les atomes de carbone excédentaires sont évacués par la ferrite dans les gros grains d'austénite restants. A plus basse température, ces grains vont se transformer en perlite (Fig. 19 (c)). Une structure ferrite/perlite en bande est donc obtenue (Fig. 18 (a)).

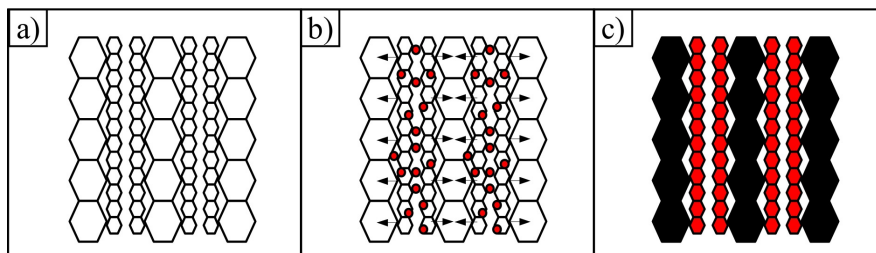


Fig. 19: Mécanisme de formation de structure alignée lors d'un refroidissement lent sans champ magnétique : (a) structure austénitiques anisotrope (hexagones), (b) nucléation de la ferrite (en rouge) accompagné du rejet du carbone dans l'austénite (flèches noires) et (c) structure obtenue.

- *Refroidissement moyen à 10°C/min* [12,34,36] : à cette vitesse de refroidissement, les forces motrices pour la nucléation de la ferrite sont plus élevées. En effet, durant le temps d'incubation, l'acier refroidit. Par conséquent, la nucléation se déroule tant aux joints de grains austénitiques que dans les grains d'austénite (Fig. 20 (b)). Comme précédemment, les grains de ferrite qui croissent rejettent les atomes de carbones excédentaires dans l'austénite restante. Celle-ci va alors se transformer à plus basse température en perlite (Fig. 20 (c)). Une microstructure isotrope constituée de ferrite et de perlite est donc obtenue (Fig. 18 (b)).

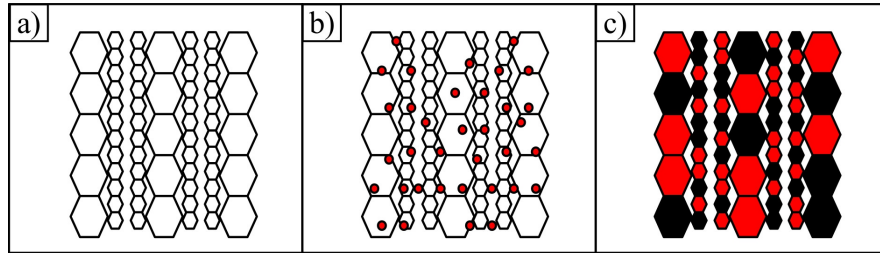


Fig. 20: Mécanisme de formation d'une structure ferrite perlite homogène lors d'un refroidissement intermédiaire sans champ magnétique : (a) structure austénitique anisotrope (hexagones), (b) nucléation de la ferrite (en rouge) et (c) structure obtenue.

- *Refroidissement rapide de 46°C/min* [27]: ici, la situation est bien plus extrême. En effet, la vitesse de refroidissement est telle que la nucléation de la ferrite a à peine le temps de débiter. Ensuite, à plus basse température, une partie de l'austénite restante enrichie en carbone se transforme en perlite. Cependant, le temps passé dans le domaine perlitique est insuffisant pour transformer toute l'austénite enrichie en carbone. La dernière portion de celle-ci va se transformer en bainite à la fin du refroidissement. Une microstructure constituée d'un peu de ferrite, d'une majorité de perlite et de bainite est donc obtenue (Fig. 18 (c)).

3.6.2) Microstructure obtenue sous champ magnétique (15T)

Les microstructures obtenues pour les refroidissements (a) à 10°C/min et (b) 46°C/min réalisés sous champ magnétique (15T) sont illustrées respectivement sur la Fig. 21 (a) et (b).

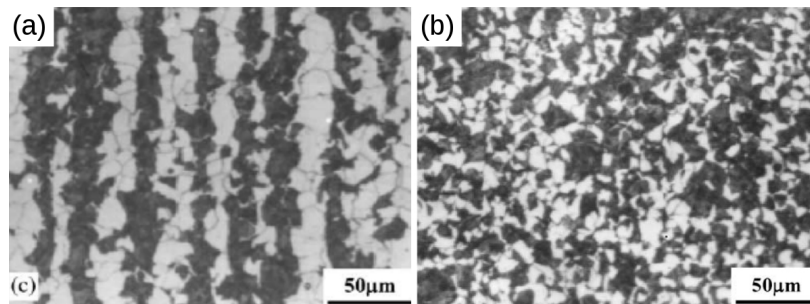


Fig. 21: Effet de la vitesse de refroidissement au départ de l'état austénitique sur la microstructure obtenue sous champ magnétique de 15T pour un acier 42CrMo. Refroidissement (a) à 10°C/min et (b) à 46°C/min. Les directions de laminage et de champ magnétique sont verticales.

Nous pouvons ainsi voir [34] qu'un refroidissement à 10°C/min sous champ magnétique permet d'obtenir une structure en bande ferrite/perlite (Fig. 21 (a)) et qu'un refroidissement rapide à 46°C/min sous champ magnétique aboutit à la formation d'un mélange homogène de ferrite et de perlite (Fig. 21(b)).

Chapitre I : Étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers

Si l'on procède à la comparaison des microstructures illustrées sur les Fig. 21 et Fig. 18, on peut observer que le temps de refroidissement nécessaire pour former une microstructure en bande est divisé par 10 ($1^{\circ}\text{C}/\text{min} \rightarrow 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$) tandis que le temps nécessaire pour former une microstructure homogène est divisé par 4.6 ($10^{\circ}\text{C}/\text{min} \rightarrow 46^{\circ}\text{C}/\text{min}$). L'origine de ces changements est un mélange des différents effets exercés par le champ magnétique sur les aciers.

Pour rappel, il a été expliqué au point 3.2 que lors d'un refroidissement au départ de l'état austénitique, un champ magnétique permet d'augmenter les températures de transformation. Le champ magnétique permet également d'accélérer la vitesse de nucléation (point 3.3). D'autre part, il a été indiqué dans le point 3.5 qu'un champ magnétique induit la formation de structures ferrite/perlite alignées dans la direction du champ magnétique. Ces différents effets ainsi que les notions acquises dans cette introduction permettent d'avancer une explication concernant les modifications de structure observées [27,29,33,35,36] :

- *Refroidissement intermédiaire à $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ sous champ magnétique* [12,27,34,36] : bien que la vitesse de refroidissement soit assez élevée, la nucléation de la ferrite va pouvoir, sous l'effet du champ magnétique, se dérouler à haute température. De ce fait, comme cela a été expliqué pour l'échantillon refroidi à $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ sans champ magnétique, cette nucléation va se dérouler aux joints de grains austénitiques fins. Une structure ferrite/perlite en bandes va donc être obtenue (Fig. 21 (a)). La formation de cette structure en bande sera également favorisée par les interactions dipolaires induites par le champ magnétique et décrites au point 3.5.
- *Refroidissement rapide de $46^{\circ}\text{C}/\text{min}$ sous champ magnétique* : ici aussi, l'application du champ magnétique va permettre de réduire le temps d'incubation et d'augmenter les températures de transformation. Cependant, à cette vitesse de refroidissement, le temps passé par l'échantillon à haute température est insuffisant pour permettre à la nucléation de la ferrite d'avoir lieu à haute température. Celle-ci va donc se dérouler à plus basse température où les forces motrices sont élevées. On se retrouve donc dans une situation équivalente à un refroidissement à $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ sans champ magnétique. Une microstructure ferrite/perlite homogène est donc obtenue (Fig. 21 (b)).

3.7) Conclusions

Comme cela vient d'être montré, un champ magnétique influence la cinétique, la thermodynamique et la microstructure des aciers.

Un recuit sous champ magnétique permet ainsi d'obtenir des microstructures présentant de très bonnes propriétés mécaniques mais également dans certains cas, de réduire le temps nécessaire pour obtenir une microstructure donnée.

Ces deux points illustrent l'importance économique que peuvent revêtir des traitements thermiques sous champ magnétique. Ainsi, en accroissant la vitesse de nucléation, en diminuant le temps d'incubation et en augmentant les températures de transformation, on peut penser à réduire les durées des traitements thermiques et ainsi augmenter la productivité.

CHAPITRE II : Analyse d'images : principes et méthodes

L'étude bibliographique de l'effet des champs magnétiques sur les aciers a montré que les champs magnétiques sont responsables d'effets marqués lors des transformations dans les aciers. Dans la plupart de ces recherches, les effets exercés par les champs magnétiques ont été détectés par mesures de dureté. Ensuite, ceux-ci ont été confirmés et détaillés par une analyse microstructurale. Cette étude microstructurale revêt une importance fondamentale dès qu'il s'agit de comprendre l'origine, et donc le mécanisme, de l'effet exercé par le champ magnétique sur une transformation donnée.

Dans ce manuscrit, nous avons décidé de caractériser les effets des champs magnétiques sur la sphéroïdisation de la cémentite et la recristallisation de la ferrite par mesure de dureté et par analyse micrographique couplée à l'analyse d'image. Au contraire de l'analyse micrographique seule, l'analyse d'image permet d'obtenir, si elle est bien réalisée, des informations quantitatives et objectives concernant la microstructure des échantillons. Il nous apparaît donc utile de réaliser dans cette introduction générale un avant-propos concernant l'analyse d'image.

Le processus menant à la mesure quantitative des éléments présents dans les images comporte trois étapes principales :

- **Les prétraitements de l'image** : processus qui permettent d'améliorer l'image acquise avant de réaliser sa segmentation.
- **La segmentation de l'image** : processus permettant de sélectionner les éléments d'intérêt dans l'image améliorée.
- **L'analyse de l'image** : caractérisation des différentes régions identifiées.

Avant de détailler ces trois étapes, voici quelques rappels concernant différentes notions ayant trait aux caractéristiques des images traitées dans ce travail.

1) Définitions et notions élémentaires

Une image est une représentation bidimensionnelle d'une scène tridimensionnelle. Elle résulte d'une projection partielle de l'information lumineuse de la scène sur un plan. Le résultat de la projection, c'est-à-dire l'image, est constituée de pixels.

Dans le cas qui nous occupe, les images analysées sont dites « en niveaux de gris ». Chaque pixel dans l'image peut prendre une valeur comprise entre 0 et 255. Une valeur de zéro correspond à un pixel noir et une valeur de 255 un pixel blanc. L'image ci-dessous illustre ce concept (Fig. 22).

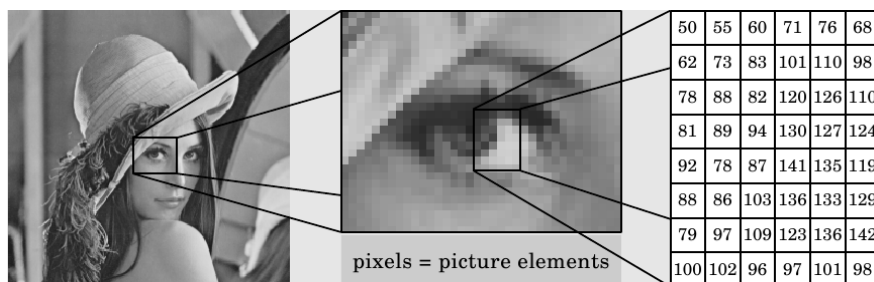


Fig. 22: Concept de pixel (picture elements).

A l'aide de ces deux notions, il est possible d'en définir deux autres, fréquemment confondues. Il s'agit de la définition et de la résolution d'une image :

- La définition d'une image correspond au nombre de pixels qui la composent. La Fig. 23 présente l'effet de différentes définitions sur une même image.

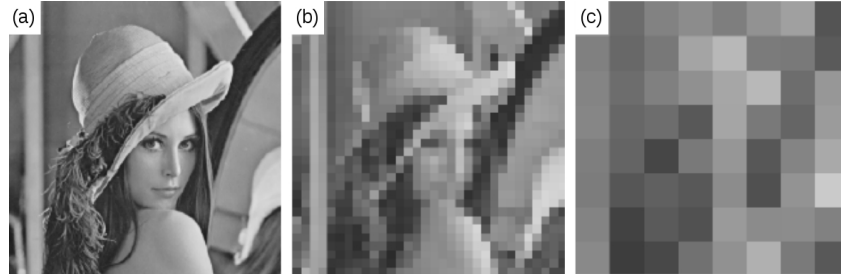


Fig. 23: Effet de la définition d'une image sur son rendu : (a) 256*256 pixels, (b) 32*32 pixels et (c) 8*8 pixels.

- La résolution est définie comme étant le rapport entre le nombre de pixels qui composent une image et les dimensions réelles de celle-ci. La Fig. 24 illustre ce concept pour différentes images de tailles et de résolutions différentes.

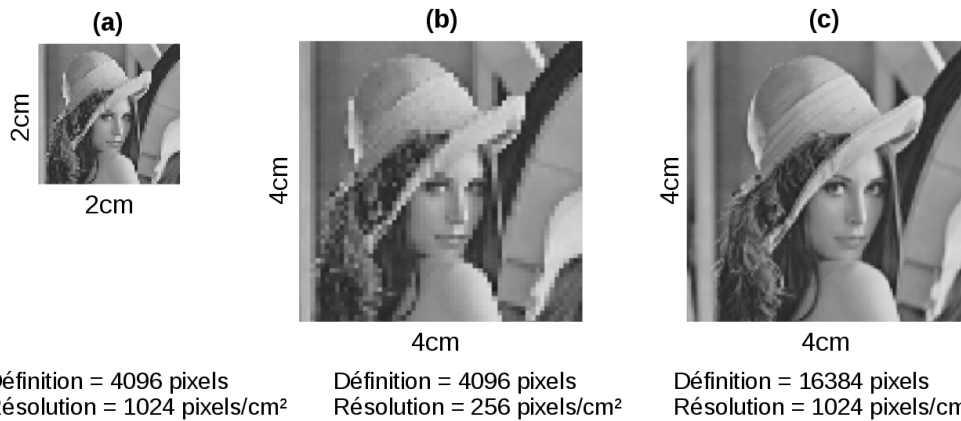


Fig. 24: Illustration de la résolution d'une image : (a) image d'origine. (b) image d'origine agrandie à définition constante. (c) image d'origine agrandie à résolution constante.

Le nombre de valeurs que peut prendre un pixel constitue une autre caractéristique essentielle d'une image. Celui-ci influence le poids de l'image ainsi que sa qualité. Comme on peut le voir sur la Fig. 25, une diminution du nombre de niveaux entraîne une perte d'informations. Après segmentation, le résultat obtenu comporte 2 niveaux. On parle alors d'image binaire.

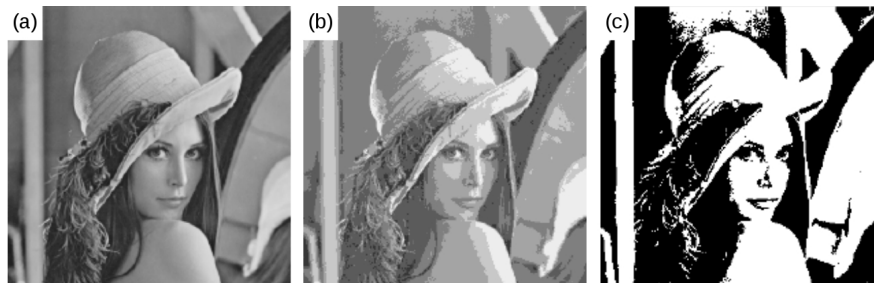


Fig. 25: Effet du nombre de niveaux de gris sur la qualité d'une image : (a) 256 niveaux, (b) 8 niveaux et (c) 2 niveaux.

Dans la suite de ce travail, le terme région sera utilisé pour parler d'un groupe de pixels de valeur 1 interconnectés constituant ainsi un objet.

2) Prétraitement de l'image

L'image obtenue lors de l'analyse microstructurale peut présenter des défauts. Les origines des distorsions, appelés bruits, sont multiples. Ainsi, le bruit peut être lié au contexte de l'acquisition (bougé, dérive lumineuse, distorsions géométriques, mauvaise mise au point...) ou à la numérisation (effets de poivre et sel (8) ou de moiré (9)). La Fig. 26 illustre différents types de bruits cités ci-avant.

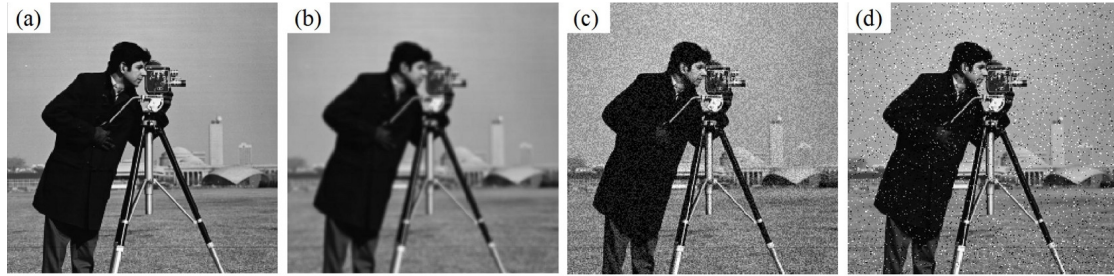


Fig. 26: Différents types de bruits : (a) image d'origine, (b) flou de mise au point, (c) bruit uniforme et (d) bruit aléatoire de type poivre et sel.

L'image peut également présenter un contraste trop faible.

Ces différents défauts peuvent être supprimés lors de l'étape de prétraitement par des moyens de restauration ou d'amélioration de l'image.

2.1) Restauration de l'image

La restauration d'images a pour objectif la réduction des distorsions présentes dans l'image à l'aide de différents filtres. Les filtres utilisés afin de lisser les images, dits filtres passe-bas, peuvent être linéaires, non-linéaires ou encore fréquentiels. Dans le cadre de ce travail, seuls les filtres passe-bas linéaires et non-linéaires ont été utilisés et seront développés ci-dessous. Nous invitons le lecteur intéressé par les filtres fréquentiels à se référer à la référence [56].

Comme son nom l'indique, un filtre linéaire attribue à un pixel donné une valeur qui est une combinaison linéaire de ses pixels voisins. Ce concept est illustré à la Fig. 27.

Image			Masque		
56	42	88	1	1	1
137	112	32	1	2	1
11	9	23	1	1	1

Valeur du pixel central après avoir appliqué le masque : 62.
 Cette valeur est déterminée comme suit:
 1) Calcul du produit :
 $[(1*56+1*42+1*88+1*137+2*112+1*32+1*11+1*9+1*23) = 622$
 2) Normalisation par 10] : $|1+1+1+1+2+1+1+1+1|$

Fig. 27: Exemple de l'application (calcul et normalisation) d'un filtre linéaire gaussien (masque 3x3).

8 Dégradation de l'image où certains pixels deviennent aléatoirement blancs ou noirs

9 Effet de contraste changeant avec la déformation d'un objet, indépendamment des effets d'ombre.

Les deux principaux filtres linéaires utilisés pour éliminer le bruit sont les filtres moyens et gaussiens, dont les effets sont illustrés sur la Fig. 28. L'influence de la taille des masques sur le résultat obtenu après lissage sont présentés sur les Fig. 28 (b) et (c) et sur les Fig. 28 (d) et (e).

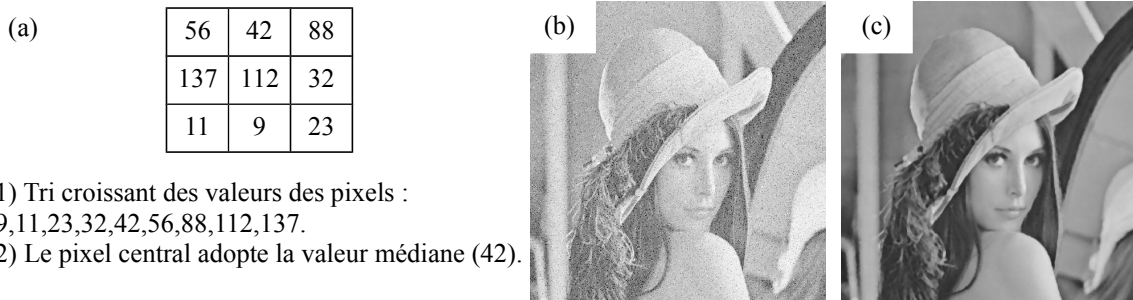


Fig. 28: Filtres linéaires : (a) image d'origine, (b) et (c) image d'origine traitée avec un filtre moyen [3 3] et un filtre moyen [5 5], (d) et (e) image d'origine traitée avec un filtre gaussien [3 3] ($\sigma=0.6$) et un filtre gaussien [5 5] ($\sigma=1$).

Comme nous pouvons le voir sur les Fig. 28 (b) et (c) ainsi que (d) et (e), plus la taille du masque est grande, plus le lissage réalisé est conséquent, et plus la perte d'informations est importante.

Au contraire d'un filtre linéaire, un filtre non-linéaire ne peut être exprimé par une combinaison linéaire de pixels. Ce type de filtre est plus complexe à mettre en œuvre que les filtres linéaires mais les résultats obtenus sont très souvent de meilleures qualités. Les filtres les plus souvent utilisés sont le filtre médian, le filtre de Nagao et le filtre de Kuwahara. Seul le fonctionnement du filtre médian est développé ci-dessous étant donné que nous utiliserons celui-ci dans la suite de ce travail.

Le processus de calcul utilisé pour un filtre médian est illustré à la Fig. 29 (a). Les Fig. 29 (b) et (c) présentent respectivement une image bruitée et une image traitée avec un filtre médian [5 5].



- 1) Tri croissant des valeurs des pixels : 9,11,23,32,42,56,88,112,137.
- 2) Le pixel central adopte la valeur médiane (42).

Fig. 29: Filtre médian : (a) principe et calcul, (b) image bruitée et (c) image bruitée traitée avec un filtre médian [5 5].

2.2) Amélioration de l'image

Les techniques d'amélioration de l'image visent principalement à améliorer le contraste afin de faciliter la différenciation des zones composant une scène. Pour cela, un opérateur peut procéder à une modification de l'histogramme des niveaux de gris, à un rehaussement du contraste ou encore à une détection de contours. Seuls les deux premiers points sont détaillés dans ce chapitre.

2.2.1) Modification d'histogramme

L'histogramme des niveaux de gris d'une image correspond à une distribution en nombre de l'ensemble des valeurs des pixels qui constituent l'image. Ce concept est illustré sur les Fig. 30 (a), (b) et (c) qui illustrent respectivement une image sous-exposée, une image correctement exposée et une image surexposée. Les histogrammes de niveaux de gris correspondants sont présentés en dessous des images.

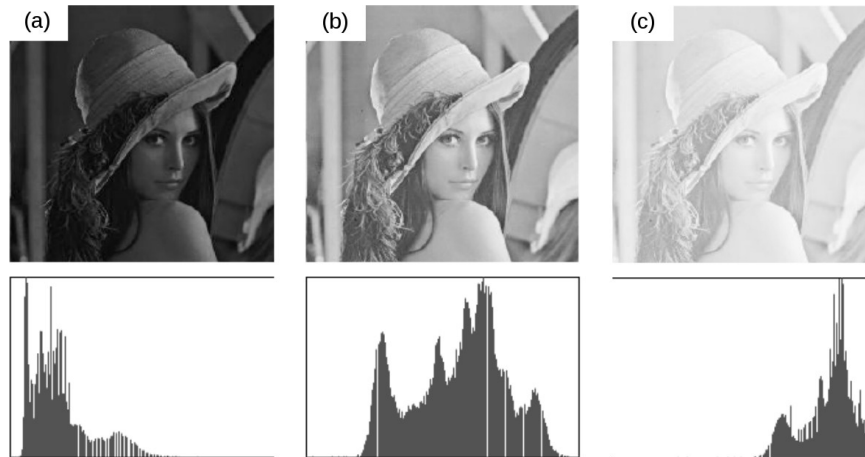


Fig. 30: Image et histogramme d'une image : (a) sous-exposée, (b) correctement exposée et (c) surexposée.

Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 30 (b), une image correctement exposée possède un histogramme en niveaux de gris qui « remplit » l'ensemble des valeurs de niveaux de gris de 0 à 255. Par contre, les images sur ou sous-exposées ne « remplissent » pas l'ensemble des valeurs de niveaux de gris. Pour ces dernières, il est possible de modifier l'histogramme de sorte à améliorer l'image et à la rendre plus « agréable » à l'œil humain. Pour cela, on peut alors procéder à une égalisation ou alors une spécification de l'histogramme :

- L'égalisation est une transformation de l'image qui a pour but de rendre l'histogramme de l'image aussi plat que possible. Cette fonction tend à associer un nombre égal de pixels par intervalle de niveaux de gris et permet ainsi de profiter au maximum de l'intervalle utile de 256 valeurs de gris en récupérant les plages où peu de pixels sont présents. Pour ce faire, on utilise l'histogramme cumulé et normalisé comme fonction de transformation. Le résultat de l'égalisation d'histogramme de la Fig. 31 (a) est illustré à la Fig. 31 (b), page suivante.
- La spécification d'un histogramme vise à modifier l'histogramme de départ afin que celui-ci ait une forme choisie. Cette transformation favorise certaines plages d'intensité où l'on recherche des détails. La Fig. 31 (c) illustre ce concept. Ici, l'histogramme en niveaux de gris de la Fig. 31 (a) a été modifié afin qu'il ressemble à un histogramme de type gaussien.

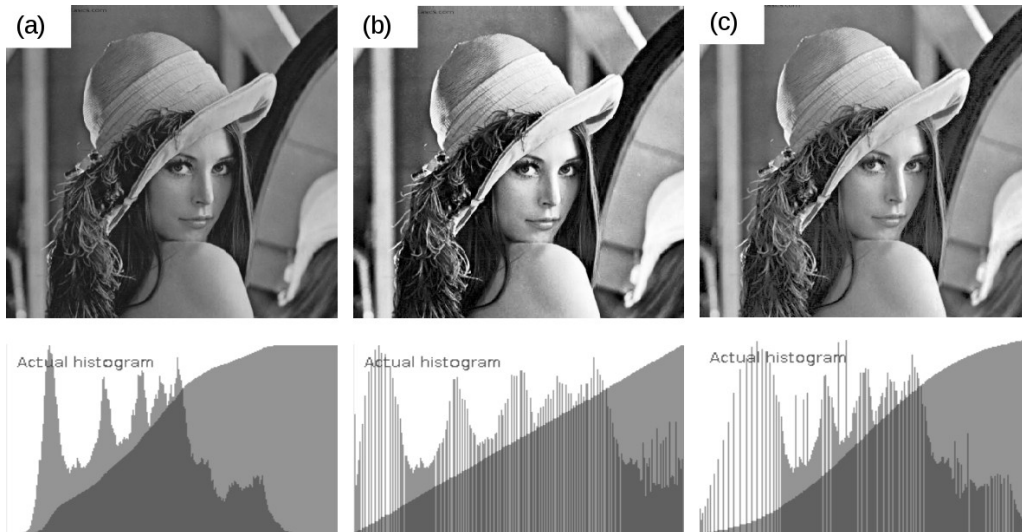


Fig. 31: Image et histogramme correspondant pour : (a) l'image d'origine, (b) l'image de départ ayant subi une égalisation de l'histogramme et (c) l'image de départ ayant subi une spécification d'histogramme de type gaussienne.

2.2.2) Rehaussement de contraste

La seconde possibilité pour améliorer une image consiste à réaliser le rehaussement du contraste de celle-ci. Le rehaussement part de l'hypothèse que l'image est altérée par un flou gaussien. De ce fait, un bord franc se présente comme une transition de niveau de gris douce et progressive. L'objectif du rehaussement de contraste est de diminuer l'étendue de la zone de transition sans affecter l'intensité moyenne des zones qui l'entourent et de limiter le risque de fusion de régions distinctes lors de la segmentation.

Pour réaliser le rehaussement de contraste, on identifie entre-autre une méthode qui utilise le laplacien de l'image et une autre qui emploie les opérateurs morphologiques.

2.2.2.i) Rehaussement de contraste à l'aide du laplacien de l'image

Le laplacien de l'image correspond, à peu de choses près, à la dérivée seconde de l'image. Une fois déterminé, l'inverse de celui-ci est ajouté à l'image de départ. Ce concept est illustré sur les Fig. 32 (a) à (e). Cette transformation permet de rendre la transition plus raide et fait apparaître des franges claires et sombres de part et d'autre du bord.

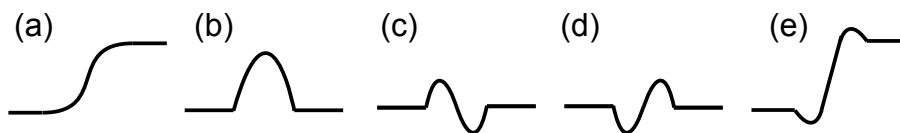


Fig. 32: Rehaussement de contraste à l'aide du laplacien de l'image : (a) coupe d'un bord, (b) dérivée primaire de la coupe, (c) dérivée seconde (laplacien) de la coupe, (d) négatif de la dérivée seconde et (e) résultat de la somme de la coupe d'un bord et du négatif du laplacien.

En pratique, comme cela est illustré ci-après, les filtres « laplacien » (Fig. 33 (a)) sont utilisés pour déterminer la dérivée d'une image. Appliquer un tel filtre sur la Fig. 33 (b) permet de rehausser le contraste de l'image, comme nous pouvons le voir sur la Fig. 33 (c).



Fig. 33: Rehaussement de contraste à l'aide du Laplacien : (a) Laplacien utilisé, (b) image d'origine et (c) image d'origine traitée avec le masque Laplacien.

2.2.2.ii) Rehaussement de contraste à l'aide d'opérateurs morphologiques

Pour pouvoir décrire le principe du rehaussement de contraste par opérateurs morphologiques, il est nécessaire d'introduire les concepts d'éléments structurants, d'érosion, de dilatation, d'ouverture, de fermeture, de chapeau haut de forme et bas de forme :

- Un élément structurant est un ensemble de pixels qui va servir de sonde pour les différentes opérations exercées sur les images. L'élément structurant peut avoir toutes les formes et toutes les dimensions. Différents éléments structurants sont illustrés sur la Fig. 34.

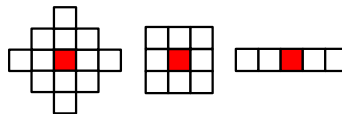


Fig. 34: Éléments structurants : (a) type diamant de taille 2 (distance entre le pixel central et le pixel le plus éloigné), (b) type carré de taille 1 et (c) ligne horizontale de taille 2.

- Pour réaliser l'opération morphologique dite d'érosion, le centre de l'élément structurant, marqué par un carré rouge (Fig. 35 (a)), est placé sur chaque pixel de la région considérée (Fig. 35 (b)). Si l'ensemble des pixels du motif de l'élément structurant fait partie de la région, ce pixel est conservé. Les autres pixels prennent une valeur de zéro, représentée par un carré rouge sur la Fig. 35 (c). Ceci conduit donc à la Fig. 35 (d).

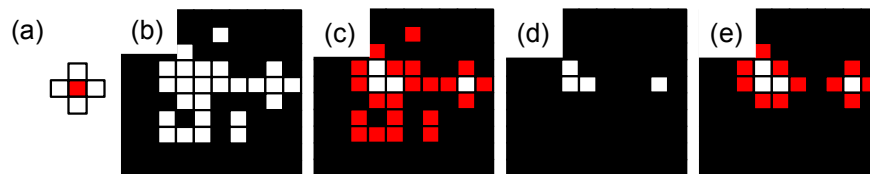


Fig. 35: Érosion et dilatation, ouverture : (a) élément structurant diamant de taille 1, (b) image à éroder, (c) résultat de l'érosion de l'image (b) par l'élément structurant (a), (d) image à dilater et (e) résultat de la dilatation de l'image (d) par l'élément structurant (a).

- La dilatation est l'opération inverse de l'érosion. Ici, pour toute position de l'élément structurant (Fig. 35 (a)) dont un pixel touche une région de la Fig. 35 (d), le pixel du centre de l'élément structurant prend une valeur égale à 1, représentée par un carré rouge sur la Fig. 35 (e).
- L'ouverture équivaut à une érosion suivie d'une dilatation. L'enchaînement des Fig. 35 (b), (c), (d) et (e) correspondent à une ouverture. L'ouverture permet de supprimer des petits éléments parasites tout en adoucissant les bords des objets.

- La fermeture correspond à une dilatation suivie d'une érosion. Les Fig. 36 (b), (c), (d) et (e) illustrent respectivement le résultat de la fermeture des régions de la Fig. 36 (a) à l'aide d'un élément structurant de type diamant de taille 1. La fermeture permet de refermer les objets et de boucher des trous dans les régions.

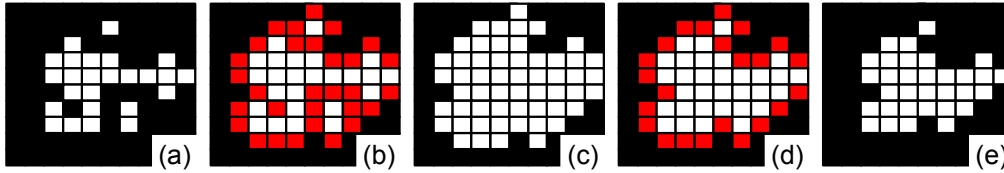


Fig. 36: Fermeture : (a) régions initiales, (b) dilatation de l'image (a) par un élément structurant diamant de taille 1, (c) résultat de la dilatation, (d) érosion de la région obtenue après dilatation par un élément structurant diamant de taille 1 et (e) résultat de la fermeture.

- Le résultat de la transformation top-hat du profil de niveau de gris en bleu de la Fig. 37 (a) par un élément structurant de taille 2 est illustré en vert. Cette transformation correspond à la différence entre le profil de départ et son profil ouvert, illustré en jaune. Le top-hat met en évidence les creux de l'image.
- La transformation bottom-hat d'une image correspond à la différence entre l'image ayant subi la fermeture et l'image de départ. Ce concept est illustré en vert à la Fig. 37 (b) pour un profil de niveau de gris (en bleu) et un élément structurant de taille 2. Le bottom-hat met en évidence les sommets de l'image.

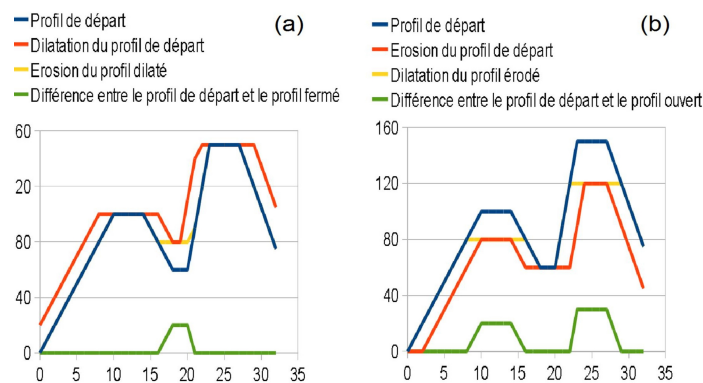


Fig. 37: Illustration des transformations : (a) top-hat et (b) bottom-hat.

A l'aide de ces concepts, le rehaussement du contraste par opérateurs morphologiques peut maintenant être décrit. Il consiste à déterminer la proximité, pour chaque zone dans l'image, entre les valeurs des pixels de la zone étudiée et le résultat de l'érosion et de la dilatation de celle-ci. Ensuite, les pixels de la zone étudiée sont remplacés par les valeurs du profil érodé ou dilaté dont la valeur est la plus proche. Le résultat de ce processus est illustré en gras à la Fig. 38 (a) pour un profil quelconque et sur la Fig. 38 (c) pour l'image présentée à la Fig. 38 (b).

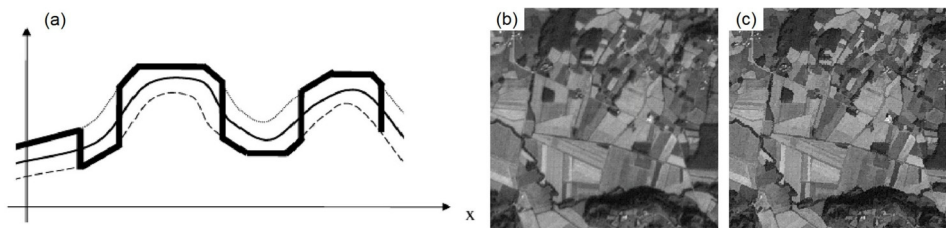


Fig. 38: Rehaussement du contraste à l'aide des opérateurs morphologiques : (a) principe et résultat (trait continu gras) d'un profil (trait continu fin), (b) image à traiter et (c) résultat du rehaussement de contraste.

3) Segmentation des images

L'image à traiter ayant été restaurée et améliorée, la distinction des différents éléments d'intérêt qui la compose peut être réalisée. Il s'agit ici de regrouper les pixels des images qui partagent une même propriété pour former des régions connexes. Cette étape du procédé d'analyse d'image est appelé segmentation. Dans le cadre de ce travail, le nombre de classes d'éléments d'intérêts étant égal à deux, on parle de binarisation. Trois approches sont possibles pour réaliser la segmentation : sur base de l'histogramme, des régions ou des contours. Seule la première, celle qui a été utilisée dans ce travail, va être décrite. Le lecteur intéressé trouvera quelques informations sur les deuxièmes et troisièmes approches respectivement dans l'annexe C et l'annexe D.

Deux méthodologies sont disponibles pour distinguer les éléments d'intérêt sur base de l'histogramme : le seuillage global ou alors le seuillage local adaptatif.

Le seuillage global est la technique la plus intuitive. Le postulat de cette méthode est que chaque mode présent dans l'histogramme des niveaux de gris correspond à une classe d'objet dans l'image. La position des minima présents dans l'histogramme permet ainsi de fixer les seuils nécessaires pour séparer les différentes classes. Les Fig. 39 (a) et (b), qui présentent respectivement une image à segmenter et l'histogramme de niveaux de gris correspondant, illustrent cette approche.

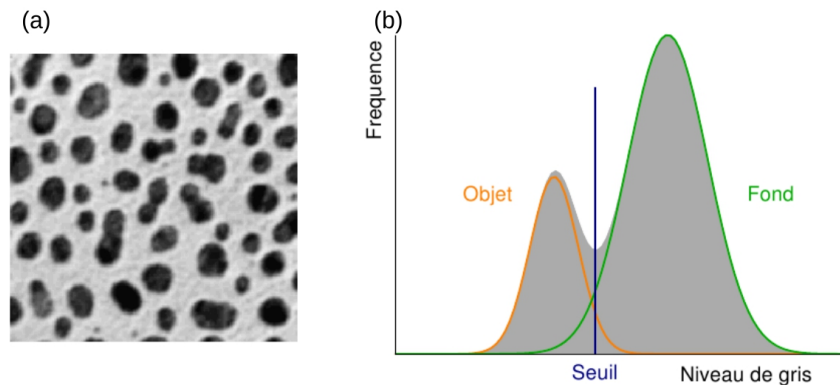


Fig. 39: Segmentation : (a) image à segmenter et (b) histogramme des niveaux de gris de l'image à segmenter.

Pratiquement, la méthode d'Otsu est la méthode la plus utilisée par les logiciels pour déterminer de façon automatique le seuil permettant de séparer les deux populations. Cette méthode ^[57] vise à maximiser l'homogénéité des classes. Ainsi, le seuil choisi permet de définir, dans le cas de l'histogramme illustré à la Fig. 39 (b), deux classes C_0 et C_1 . Celles-ci sont caractérisées par des proportions p_0 et p_1 , des moyennes μ_0 et μ_1 et des variances σ_0^2 et σ_1^2 . Maximiser la séparation des classes revient à maximiser la variance inter-classes σ_b^2 , définie par l'équation [14] :

$$\sigma_b^2 = p_0(\mu_0 - \mu_T)^2 + p_1(\mu_1 - \mu_T)^2 \quad [14]$$

Ceci revient également à minimiser la variance intra-classes σ_w^2 déterminée par l'équation [15].

$$\sigma_w^2 = (p_0 \sigma_0^2) + (p_1 \sigma_1^2) \quad [15]$$

Le seuillage global est en réalité assez peu employé car les images analysées présentent, même si elles ont subi un prétraitement, des histogrammes bruités d'aspect souvent unimodal. C'est le cas notamment de la Fig. 40 (a). Du fait de l'éclairage non-uniforme de cette image, le résultat obtenu par le seuillage global n'est pas du tout celui attendu (Fig. 40 (b)).

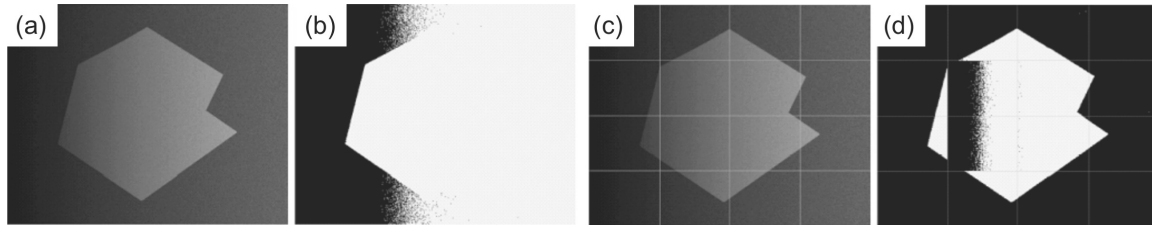


Fig. 40: *Seuillage local adaptatif*: (a) image éclairée non-uniformément, (b) image segmentée par un seuillage global, (c) séparation de l'image en sous-image et (d) résultat du seuillage des différentes sous-images (seuillage local adaptatif).

Pour améliorer la situation, un seuillage local adaptatif peut être réalisé. Pour cela, on divise l'image originale en sous-images (Fig. 40 (c)) et on détermine, pour chacune de ces sous-images, un seuil de segmentation (Fig. 40 (d)). Cette image montre que le résultat de la segmentation est plus proche de celui attendu même si des problèmes subsistent dans la zone centrale de l'image.

4) Caractérisations des régions

Il existe pour ainsi dire une infinité de mesures réalisables sur les régions identifiées dans les images. Cependant, on peut classer celles-ci en deux grandes catégories suivant que ces mesures sont effectuées région par région ou s'il s'agit de mesures réalisées sur l'ensemble de l'image en vue de caractériser la structure en trois dimensions. Dans ce second cas, on parle de stéréologie.

4.1) Mesures 2D – région par région

Différentes mesures peuvent être réalisées sur les régions identifiées dans les images :

- Aire : L'aire A d'une région correspond au nombre de pixels qui la composent. Cette mesure permet de caractériser la taille d'un objet. A partir de cette valeur, il est possible de déterminer le diamètre de la particule sphérique qui possède la même aire que la région de départ. Cette mesure est appelée diamètre équivalent.
- Périmètre : Dans notre travail, le logiciel a déterminé le périmètre des régions en mesurant la distance centre à centre des pixels qui le composent.
- Diamètre de Feret : Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 41 (a), le diamètre de Feret $b_{\omega}(X)$ d'une région correspond à l'étendue spatiale de la région X dans la direction donnée ω . En répétant cette mesure dans toutes les directions, nous pouvons retirer quatre paramètres clés : le diamètre de Feret maximum, le diamètre de Feret dans la direction orthogonale au diamètre de Feret maximum, le diamètre de Feret minimum et le diamètre de Feret moyen. Si la région ne comporte pas de trou, cette dernière mesure est proportionnelle au périmètre de la région.

- Distance géodésique : Pour les particules plus complexes, il est préférable de déterminer leur distance géodésique ((Fig. 41 (b), en rouge). Celle-ci correspond à la plus grande distance interne reliant deux points de la particule. Dans le cas de particules très ramifiées, la distance géodésique correspond à la longueur de la plus grande ramification. Le rapport du carré de la longueur géodésique sur l'aire de la région est appelé allongement géodésique.
- Tortuosité : Cette valeur est obtenue en divisant la distance géodésique séparant deux points extrêmes par la distance euclidienne séparant ces deux mêmes points (Fig. 41 (b), en vert)).
- Convexité : La convexité permet d'évaluer la complexité d'une particule. Cette valeur est obtenue en divisant l'aire de la particule par l'aire de son enveloppe convexe (Fig. 41 (c)). Des particules sphériques auront une valeur de 1 tandis que des particules aux formes complexes auront des valeurs proches de 0.
- Moments d'inertie et élongation : Les moments d'inertie d'ordre deux permettent de définir une ellipse équivalente ayant les mêmes moments que la particule. A titre d'illustration, les grands et petits axes de l'ellipse possédant les mêmes moments d'ordre deux que la région illustrée sur la Fig. 41 (d) sont indiqués par des traits verts. Le rapport des grands axes sur les petits axes permettent de définir l'élongation de la particule.

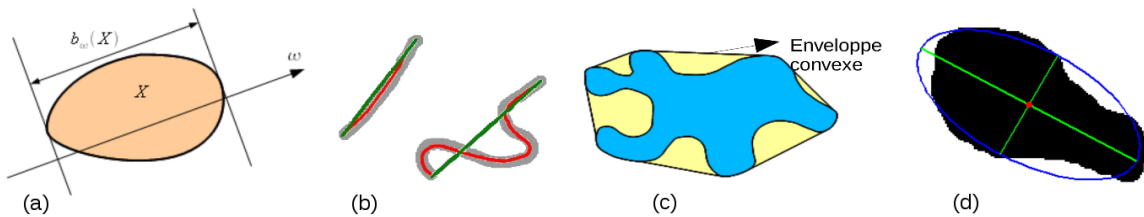


Fig. 41: Caractéristiques mesurées des régions :(a) diamètre de ferret $b_w(x)$ dans la direction w de la particule X , (b) distance euclidienne (en vert) et géodésique (en rouge), (c) enveloppe convexe (en jaune) et (d) grands et petits axes de l'ellipse possédant les mêmes moments que la particule (traits verts).

A partir des différents paramètres définis ci-dessus, il est possible de décrire les objets à l'aide d'autres descripteurs appelés facteurs de formes. Ceux-ci permettent de s'affranchir des effets de la taille des régions :

- Circularité : La circularité est définie par la formule [16] :

$$f = \frac{4\pi A}{P^2} \quad [16]$$

Ce facteur de forme prend une valeur de 1 pour une particule circulaire et prend une valeur proche de zéro pour une particule allongée.

- Indice d'écart au cercle inscrit : L'indice d'écart au cercle inscrit peut également être utilisé pour caractériser la forme d'une particule. Son expression est la suivante (éq. [17]) :

$$f = \frac{1 - \pi R^2}{A} \quad [17]$$

où R est le rayon du plus grand cercle inscrit dans la particule d'aire A . Pour une région circulaire, ce facteur de forme prend une valeur nulle. Plus la forme est complexe et fine, plus le facteur prend une valeur proche de 1.

- Allongement de la particule : L'allongement d'une particule peut être caractérisé par le facteur de forme suivant (éq. [18]) :

$$f = \frac{\pi L^2}{4A} \quad [18]$$

où L est la longueur géodésique et A l'aire de la particule. Ce facteur de forme prend une valeur de 1 pour un cercle et une valeur élevée pour un objet allongé.

4.2) Mesures 2D - stéréologie

La stéréologie est une technique complexe qui permet de déterminer des paramètres de la microstructure en trois dimensions, au départ de mesures réalisées en deux dimensions. L'hypothèse de base de la stéréologie est que le matériau est isotrope. Sur base de ce postulat, on peut dire qu'une coupe est représentative du volume.

En stéréologie, il existe quatre paramètres essentiels accessibles au départ de mesures en deux dimensions : la fraction volumique V_v , la surface spécifique S_v , l'intégrale de courbure moyenne/unité de volume M_v et le nombre de connexité par unité de volume (nombre d'objets si objets convexes) N_v . Les relations stéréométriques existantes entre les paramètres issus de dimensions différentes sont présentées dans le Tableau 5.

Paramètre microstructural	Dimensions des paramètres			
	mm ⁰	mm ⁻¹	mm ⁻²	mm ⁻³
Points	N _p	N _l	N _a	N _v
Lignes	L _l = N _p	L _a = π * N _l	M _v = 2 * π * N _a	
Surfaces	A _a = N _p	S _v = 4 * N _l		
Volumes	V _v = N _p			

Tableau 5: Relations stéréométriques.

Le Tableau 5 indique qu'il est possible, à l'aide des paramètres A_a (fraction en aire de la zone d'intérêt), N_l (nombre d'éléments interceptés par une ligne d'essai unitaire) et N_a (nombre d'éléments interceptés par une surface d'essai unitaire), de déterminer les quatre paramètres stéréologiques V_v , S_v , M_v et N_v . Voici comment déterminer les trois paramètres essentiels :

- A_a : La Fig. 42 indique qu'il existe trois manières d'obtenir cette caractéristique. La première méthode, consiste à mesurer la fraction d'aire des objets d'intérêt (côté gauche de la Fig. 42). C'est le principe de Delesse. La seconde méthode, dite de Rosiwal, consiste à superposer une grille de lignes parallèles sur l'image et à mesurer la fraction de longueur L_l des segments présents dans les objets d'intérêt (milieu de la Fig. 42). La méthode de Glagoleff, illustrée sur la droite de la Fig. 42 constitue la troisième méthode. Ici, une trame est superposée à l'image à analyser et la fraction de points P_p se situant dans la phase d'intérêt est déterminée. Ces trois paramètres sont équivalents à V_v , comme nous pouvons le voir à la page suivante (Fig. 42).

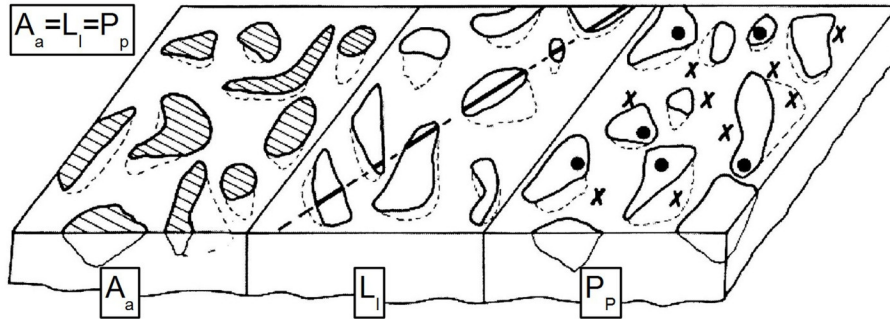


Fig. 42: Illustration des trois méthodes utilisables pour obtenir le paramètre A_a .

- \underline{N}_l : est obtenu en disposant sur l'image une trame de ligne de longueur totale L_l et en comptant le nombre d'intersections I de ces lignes avec les régions. La formule suivante (éq. [19]) permet de déterminer N_l à l'aide de la mesure réalisée:

$$N_l = \frac{\pi I}{2L_l} \quad [19]$$

- \underline{N}_a est le rapport du nombre d'éléments identifiés dans un plan divisé par la surface analysée.

Ces trois paramètres essentiels permettent également de définir un paramètre de forme qui sera utilisé par la suite pour caractériser la sphéroïdisation de la cémentite : le facteur f de Fischmeister. Celui-ci est défini par l'équation [20]. Il prend une valeur de 1 pour des particules parfaitement isotropes et des valeurs élevées pour des microstructures allongées.

$$f = \frac{2N_l^2}{3\pi V_v N_a} \quad [20]$$

5) Possibilités et limitations de l'analyse d'images & logiciels disponibles

Avant de présenter les logiciels disponibles pour réaliser l'analyse d'images, il est utile de faire le point sur les qualités et les défauts de cette technique.

L'analyse d'images présente un nombre d'*applications limitées*. Ainsi, il arrive fréquemment que des éléments d'intérêt facilement détectés à l'œil nu ne puissent être détectés par analyse d'images. De plus, cette technique requiert une *préparation optimale* des échantillons et une analyse minutieuse. Si l'une de ces étapes est mal réalisée, la suite du processus peut se trouver compromis. Enfin, l'analyse d'images est une technique dont la prise en main n'est pas aisée et *gourmande en termes de temps*. En effet, il est souvent nécessaire de procéder par tâtonnements lors de la mise au point du script d'analyse.

Par contre, quand les circonstances sont favorables, l'analyse d'images est un outil présentant de nombreux avantages. Ainsi, c'est une méthode *rapide*. En effet, la mise au point de routines permet de traiter les images par lots. Ceci résulte en un gain de temps indéniable. Cet avantage se traduit également par un coût *limité* de la technique. En effet, au contraire de l'analyse manuelle, la présence d'un opérateur n'est pas requise. C'est également une méthode *objective* et *sensible*. Cette dernière caractéristique dépend évidemment de la qualité de la technique mise au point.

De très nombreux logiciels sont disponibles pour réaliser de l'analyse d'images. Parmi les plus simples, on peut citer ImageJ (logiciel libre) ou encore NIH (pour macintosh). Ces logiciels sont intuitifs et faciles à prendre en main. Cependant, ce sont des « boîtes noires ». En effet, leur système « presse bouton » ne permet pas de déterminer ce qu'il se passe lors d'une analyse et leur réglage en fonction des objectifs à atteindre s'en trouve compliqué. Matlab est un logiciel plus complet mais plus lent à prendre en main. Avec Matlab, il est possible de préparer des routines pour analyser de nombreuses images en une seule étape, ce qui représente un gain de temps important.

Dans le cadre de ce travail, nous avons choisi de travailler avec Matlab au vu des possibilités qu'il propose mais également suite à la présence de personnes susceptibles de nous aider dans ce travail.

6) Domaines d'application

L'analyse d'images est utilisée dans de très divers domaines. Son importance ne cesse de croître avec l'avènement d'ordinateurs toujours plus puissants et plus rapides. Parmi les domaines où l'analyse d'images est fréquemment utilisée, on retrouve :

- Domaine industriel : L'analyse d'images est utilisée dans le domaine industriel pour remplacer le contrôle visuel de la qualité d'un objet par un opérateur. Le système contrôle les dimensions ainsi que l'aspect des objets. (Exemples d'applications : contrôle de la maturation des fruits, de la propreté des bouteilles de bières, etc.)
- Chimie des matériaux : L'analyse et le contrôle de la microstructure des poudres constituent une application typique de l'analyse d'images. Il est ainsi possible de déterminer la granulométrie d'une poudre, la forme des grains qui la compose, la porosité et l'épaisseur d'un dépôt... (Exemples d'applications : contrôle de la pureté et de la granulométrie du sucre, de la farine, du ciment, etc.)
- Domaine médical : Différentes techniques d'imagerie médicale font appel à l'analyse d'images pour traiter les images obtenues lors d'un examen. Ainsi, la reconnaissance de forme est utilisée pour identifier les tissus présentant les caractéristiques anormales ou recherchées. D'autre part, l'analyse d'images est indispensable pour quantifier et caractériser les structures en trois dimensions obtenues à l'aide de la tomographie ou l'IRM. (Exemples d'applications : toutes les techniques d'imagerie médicale et plus principalement la tomographie.)
- Téledétection : L'analyse d'images est également utilisée dans le domaine de la géographie et de la géologie où elle permet l'identification et la quantification des surfaces (étendue de forêts ou de déserts). (Exemples d'applications : cartographie routière, surveillance des migrations, espionnage militaire et industriel, domaine agricole, météorologie, etc.)
- Biométrie : La dernière application abordée, et non des moindres, est la biométrie. Ce terme reprend ici l'identification automatique de personnes lors de contrôles d'accès. L'analyse d'images est ici utilisée pour caractériser et reconnaître des caractéristiques propres aux personnes telles l'iris ou les empreintes digitales. (Exemples d'applications : contrôles d'accès dans les zones sensibles, reconnaissance d'empreintes digitales, reconnaissance de l'iris, etc.)

PARTIE II : ÉTUDE DE LA SPHÉROÏDISATION DE LA CÉMENTITE SOUS CHAMP MAGNÉTIQUE

Cette seconde partie traite de la sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique. Elle est scindée en trois chapitres.

Le premier chapitre constitue une introduction sur la perlite. Dans un premier temps, nous allons présenter celle-ci de façon générale. Ensuite, nous allons décrire en détail le mécanisme de la sphéroïdisation des lamelles de cémentite ainsi que le mûrissement des globules. Ce premier chapitre nous permettra également de rapporter les résultats identifiés dans la littérature indiquant que l'application d'un champ magnétique lors du recuit permettrait d'influencer la sphéroïdisation de la cémentite.

Le second chapitre constitue une introduction à l'approche expérimentale réalisée. Ainsi, nous décrirons dans une première section les techniques de caractérisation utilisées pour étudier la sphéroïdisation de la cémentite. Ensuite, nous décrirons les traitements thermiques réalisés ainsi que l'équipement utilisé pour réaliser ceux-ci.

Le troisième chapitre présente les résultats obtenus. Dans un premier temps, nous décrirons les résultats obtenus concernant l'effet de la température et de la durée du recuit sur la sphéroïdisation de la cémentite. Ensuite, nous discuterons de l'effet du champ magnétique sur la sphéroïdisation de la cémentite.

CHAPITRE III : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique - Introduction

1) Description générale et microstructure de la perlite

La perlite est un agrégat eutectoïde composé de cémentite et de ferrite qui peut se trouver sous forme lamellaire ou globulaire ^[1]. La perlite peut être issue soit d'un refroidissement lent au départ de l'état austénitique, soit d'un traitement thermique isotherme faisant suite à un refroidissement rapide au départ de l'état austénitique (voir point 1 page 7) ^[58].

Sous sa forme lamellaire, la perlite présente une ductilité moyenne à faible et une dureté relativement élevée ^[1]. Son usinabilité est très mauvaise car lors de la déformation à froid, les lamelles de cémentite se brisent et des fissurations peuvent apparaître. Pour améliorer cette situation, un traitement thermique dit de sphéroïdisation est appliqué ^[58]. Celui-ci permet de transformer la cémentite de forme lamellaire en cémentite de forme globulaire. On dit alors que l'on a sphéroïdisé, ou globularisé, la cémentite. La perlite sphéroïdisée, ou globulaire, possède une dureté et une charge à la rupture plus faible mais son usinabilité et sa capacité à être mise en forme à froid sont accrues.

Les applications de la perlite, sous ses formes lamellaires et globulaires, sont nombreuses : fils pour pneus, câbles de ponts, rails de chemin de fer, etc ^[59].

La Fig. 43 présente une micrographie de la microstructure initiale des échantillons perlitiques étudiés dans ce travail. Les lamelles de cémentite apparaissent en gris clair tandis que la matrice ferritique apparaît en gris foncé.

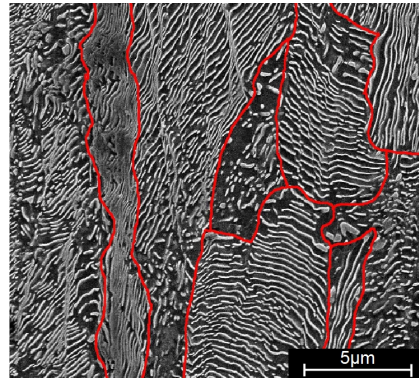


Fig. 43: Microstructure initiale des échantillons de perlite. Les limites de différentes colonies de perlite sont indiquées en rouge.

On peut observer sur la Fig. 43 que les lamelles de cémentite présentent différentes orientations. Les groupes de lamelles présentant une même orientation forment un ensemble appelé colonie de perlite. Plusieurs colonies de perlite d'orientation différentes composent un nodule de perlite ^[60,61]. Les limites probables des différentes colonies de perlite sont indiquées en rouge sur la Fig. 43.

L'espace inter-lamellaire existant entre les lamelles de cémentite constitue une caractéristique essentielle de l'acier étudié. Celui-ci est fonction du traitement thermique réalisé et est, par conséquent, le même pour l'ensemble des colonies de perlite de l'échantillon. L'espace inter-lamellaire d'un acier perlitique influence ses propriétés mécaniques. Ainsi, plus celui-ci est faible, plus la dureté de l'acier est élevée. Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 43, les espaces inter-lamellaires des différentes colonies visibles dans l'image ne semblent pas identiques. Ceci est une conséquence de la préparation de l'échantillon et de la microstructure tridimensionnelle de la perlite. En effet, l'échantillon étant observé au travers d'une coupe, les colonies de perlite présentent des orientations aléatoires. Ceci donne l'illusion que les espaces inter-lamellaires observés d'une colonie à l'autre sont différents, bien que ce ne soit pas le cas.

Pour une perlite issue d'un traitement isotherme, il a été observé que l'espace inter-lamellaire et la taille des colonies de perlite sont d'autant plus faibles que la température de transformation est basse [58]. Ces observations résultent de l'influence de la température sur la vitesse de diffusion du carbone ainsi que sur la différence d'énergie libre entre le couple ferrite/cémentite et l'austénite :

- La formule [21] [58], qui relie la vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite (D_c^y) à la température T , indique que celle-ci décroît exponentiellement quand la température diminue (R étant la constante des gaz parfaits).

$$D_c^y = 0.12e^{\left(\frac{-32.000}{RT}\right)} \quad [21]$$

- Plus la température est faible, plus la différence d'énergie libre entre l'austénite et le couple ferrite/cémentite est élevée. Ainsi, plus la température est basse, plus la force motrice de la transformation est élevée.

Ces deux faits permettent d'expliquer les observations réalisées concernant l'espace inter-lamellaire de la perlite. Ainsi [58,62,63]:

- À haute température, les vitesses de nucléation et de croissance de la perlite sont lentes car les forces motrices sont faibles. Par contre, la vitesse de diffusion du carbone est élevée. Sous ces deux effets, la perlite qui se forme a un espace inter-lamellaire élevé et est constituée de grosses colonies.
- À basse température, la vitesse de nucléation et de croissance de la perlite sont élevées tandis que la vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite est faible. Le carbone ne peut donc pas diffuser sur de longues distances. Les colonies de perlite seront donc nombreuses et auront un faible espace inter-lamellaire.

L'équation [22] [58] permet d'estimer l'espace inter-lamellaire S en fonction de la température de transformation isotherme T :

$$S = \frac{4 \sigma_{\alpha/Fe_3C} T_E}{\Delta H_V \Delta T} \quad [22]$$

où σ_{α/Fe_3C} est l'énergie interfaciale par unité d'aire d'interface α/Fe_3C . T_E est la température A_{e1} (10). ΔH_V est la variation d'enthalpie par unité de volume lors de la transformation austénite/perlite. ΔT est la différence de température entre la température de transformation et la température A_{e1} .

10 Température d'équilibre définissant la limite inférieure d'existence de l'austénite : température de transformation eutectoïde.

2) Mécanismes de la sphéroïdisation de la cémentite

Généralement, cinq modèles sont retenus pour expliquer le mécanisme de sphéroïdisation des lamelles de cémentite. Ceux-ci sont décrits dans les points suivants.

2.1) Théorie de la perturbation de Rayleigh

Lord Rayleigh a émis la première théorie permettant d'expliquer la sphéroïdisation des lamelles de cémentite en 1878 [64,65]. Cette théorie est basée sur l'hypothèse que les lamelles de cémentite sont assimilables à des cylindres de longueur infinie.

Suivant la théorie de la perturbation de Rayleigh, la rupture des lamelles de cémentite en de petits éléments résulte d'une perturbation sinusoïdale causée par des forces capillaires. Au départ faibles, ces perturbations prennent de l'ampleur au fur et à mesure que le temps passe. In fine, elles mènent à la rupture du cylindre. La Fig. 44 [64] illustre ce mécanisme.

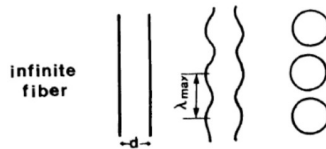


Fig. 44: Théorie de Rayleigh - fragmentation d'un cylindre de cémentite causée par une onde induite par des forces capillaires.

Pour pouvoir briser le cylindre de cémentite, les perturbations doivent présenter une longueur d'onde λ plus grande qu'une longueur d'onde critique λ_c . Si c'est le cas, le cylindre va alors se rompre en particules sphériques à des intervalles λ_{Max} . Les valeurs de λ_c et λ_{Max} dépendent des mécanismes de transport de matière. Ainsi, si la diffusion au travers de l'interface ferrite/cémentite est le mécanisme contrôlant la vitesse de ce transfert, un cylindre infini de rayon r va se rompre, pour une longueur d'onde λ_c égale à $2\pi r$, à des intervalles donnés par la formule [23] [64].

$$\lambda_{Max} = 2\pi\sqrt{2r} \quad [23]$$

Cette théorie n'est en réalité pas tout à fait applicable dans le cas de la sphéroïdisation de lamelles de cémentite. En effet, celle-ci présume que les lamelles de cémentite soient cylindriques alors qu'en réalité, elles présentent plutôt la forme de plateaux. Cette forme particulière présente une grande stabilité contre les perturbations induites par des forces capillaires. Mullins et Nichols ont donc modifié la théorie de Rayleigh afin de la rendre compatible avec la morphologie réelle des lamelles [64].

2.2) Théorie de Mullins et Nichols

Le modèle de Mullins et Nichols indique que la sphéroïdisation est initiée aux bords des plateaux de cémentite. Ceux-ci présentent, comme l'indique la Fig. 45(a) [64,65], une courbure plus élevée que la zone centrale plate. Cette courbure va exercer une influence sur le potentiel chimique au bord du plateau. L'amplitude de cette influence peut être déterminée par l'équation de Gibbs-Thomson (éq. [24]) :

$$\ln\left(\frac{a_c}{a_e}\right) = \frac{2\gamma v_m}{RT r} \quad [24]$$

où a_c est l'activité chimique à l'interface ferrite/cémentite, a_e est l'activité chimique à l'équilibre, γ est l'énergie interfaciale ferrite/cémentite, v_m est le volume molaire de la particule, R est la constante des gaz parfaits, T est la température et r le rayon de la particule.

La formule [24] indique que le centre du plateau, de courbure infinie, présente un potentiel chimique inférieur à celui du bord du plateau de courbure définie. Cette différence génère un gradient de potentiel chimique. Pour contrebalancer celui-ci, un flux de diffusion de matière entre le centre et le bord du plateau s'établit. Dès lors, le bord du plateau va se contracter et gonfler pour tendre vers une forme de beignet (Fig. 45 (b)). Le bord du beignet, dont l'apparence est proche de celle d'un cylindre, va alors voir naître une perturbation induite par des forces de capillarité comme l'indique la théorie de Rayleigh (Fig. 45 (c)). A terme, cette perturbation cause la fragmentation des bords du plateau (Fig. 45 (d)).

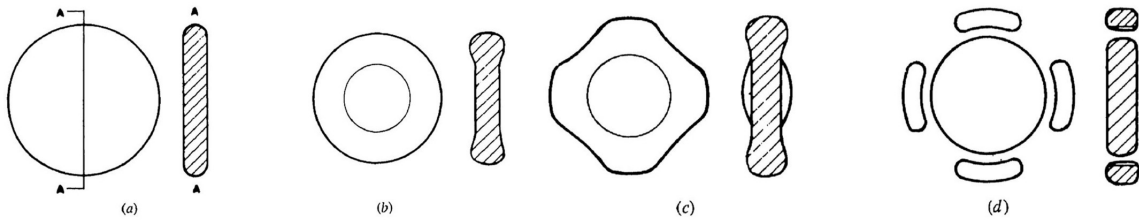


Fig. 45: Mécanisme de désagrégation d'une platelet expliqué par la modèle de Mullins et Nichols : (a) platelet de cémentite, (b) épaississement du bord du plateau, (c) déstabilisation du bord du plateau par une perturbation et (d) désagrégation du bord du plateau en une série de sphères.

2.3) Théorie du thermal groove

Cette théorie stipule que les platelets de cémentite se rompent suite à une diffusion de matière le long de sous-joints de grains présents au sein de ceux-ci^[64]. Ces petites fissures seraient introduites lors de la formation de la perlite et lors des traitements thermomécaniques que celle-ci subit.

Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 46^[64,65] (a), ces fissures forment des jonctions triples entre la ferrite et la cémentite. La courbure de cette fissure va alors induire une différence de potentiel chimique donnée par l'équation [24]. Ici aussi, la matière va diffuser hors de la fissure afin de réduire cette différence de potentiel chimique. La fissure va donc s'élargir (Fig. 46 (b)). Ce processus se poursuit jusqu'à rupture de la lamelle en plusieurs fragments (Fig. 46 (c)).

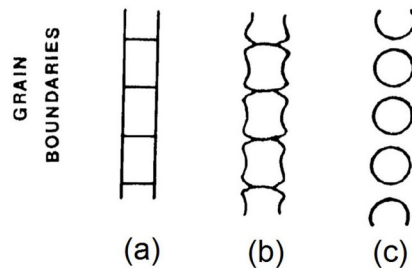


Fig. 46: Mécanisme de fragmentation d'une lamelle de cémentite par la théorie du thermal groove : (a) illustration d'une lamelle présentant des fissures, (b) élargissement des fissures suite à l'effet du gradient de potentiel chimique et (c) fragmentation des lamelles en sphères.

2.4) Théorie de la migration des extrémités

Les théories qui viennent d'être présentées ont comme hypothèse de base que les cylindres ou les plateaux de cémentite sont isolés. Or, la perlite est en réalité constituée d'un empilement de plateaux de cémentite. De ce fait, des interactions entre ces plateaux, et plus particulièrement entre le bord d'un plateau et la surface plane d'un autre plateau, doivent donc être prises en compte (Fig. 47) [64,65].

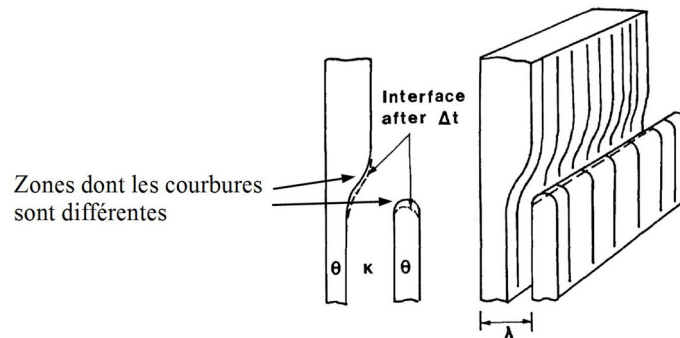


Fig. 47: Mécanisme de sphéroïdisation des lamelles par le modèle de la migration des extrémités.

Dans le cas illustré à la Fig. 47, la courbure de la petite lamelle est plus grande que celle de la grosse lamelle. Un gradient de potentiel chimique va donc apparaître entre les deux zones indiquées par des flèches sur la Fig. 47 [64]. Sous l'effet de ce gradient de potentiel chimique, l'extrémité de la petite lamelle se dissout et diffuse vers la surface de plus faible gradient. Celle-ci va donc s'épaissir tandis que la petite lamelle va disparaître.

2.5) Théorie des mécanismes multiples

L'ensemble du processus de sphéroïdisation de la cémentite ne peut être expliqué par un seul modèle parmi ceux cités ci-dessus. Il est à présent reconnu que plusieurs mécanismes interviennent lors de la sphéroïdisation de la cémentite [64].

Ainsi, Tian et Kraft [64] suggèrent que le début de la sphéroïdisation serait dominé par la rupture des grandes lamelles par le processus de thermal groove. Ensuite, certaines lamelles parmi les lamelles restantes s'épaissiraient aux dépens des autres via le processus de migration des extrémités. Enfin, les cylindres et les plateaux de cémentite restants se briseraient et se transformeraient en globules via les modèles de Rayleigh et de Mullins et Nichols.

Chattopadhyay [66] suggère néanmoins que l'ensemble du processus pourrait être uniquement contrôlé par la théorie de Mullins et Nichols.

2.6) Facteurs influençant la cinétique de la sphéroïdisation

Les différents mécanismes généralement reconnus pour expliquer la sphéroïdisation de la cémentite ayant été abordés, nous pouvons à présent nous intéresser aux différents facteurs influençant la cinétique de cette transformation. Ainsi, on compte principalement :

Chapitre III : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique - Introduction

- Traitements thermomécaniques : Comme nous l'avons vu dans les sous-sections précédentes, la sphéroïdisation des lamelles est bien souvent initiée dans des endroits où celle-ci possède des défauts. Les défauts les plus fréquemment rencontrés dans les lamelles sont les franges, les stries, les fissures et les trous. Tian et kraft [64] indiquent que les lamelles pliées ou incurvées constituent les deux types de défauts qui exercent l'influence la plus considérable sur la cinétique de sphéroïdisation. Augmenter le nombre de ces défauts par un traitement thermomécanique durant la sphéroïdisation de l'acier permet donc d'accroître la cinétique de transformation [59,64].
- Distance inter-lamellaire : La sphéroïdisation de la cémentite nécessite la diffusion atomique intralamellaire ou inter-lamellaire. Un espace inter-lamellaire faible induit des distances de diffusion courtes et conduit donc à une cinétique de sphéroïdisation élevée [67,68].
- Température de recuit : La littérature indique que dans l'acier, la diffusion atomique du carbone se produit par diffusion interstitielle tandis que la diffusion des atomes de fer se produit par diffusion lacunaire [1]. Une concentration élevée en lacunes permettra donc d'atteindre une vitesse de diffusion élevée et une cinétique de transformation rapide. Or, la densité de sites vacants est proportionnelle à la température. Par conséquent, augmenter la température de recuit permet d'accroître la vitesse de sphéroïdisation [65,67,69]. Il faut également signaler que réaliser un traitement thermomécanique durant la sphéroïdisation permet également d'accroître le nombre de lacunes.

Pour conclure cette sous-section, voici quelques considérations concernant la diffusion atomique lors de la sphéroïdisation.

Le Tableau 6 reprend les énergies d'activation de diffusion du fer en volume dans la ferrite, la diffusion du fer à l'interface ferrite/cémentite et la diffusion en volume du carbone dans la ferrite [67,69,70] :

Système	Énergie d'activation (kJ/mole et kcal/mole)
Diffusion en volume du fer dans la ferrite	254-268 (60.7-64.0)
Diffusion du fer à l'interface ferrite/cémentite	167-174 (40.0-41.5)
Diffusion en volume du carbone dans la ferrite	80-84 (19.2-20.1)

Tableau 6: Énergies d'activation de diffusion pour le fer et le carbone.

Connaissant ces données, plusieurs chercheurs ont tenté de déterminer quel processus de diffusion atomique limite la sphéroïdisation de la cémentite. Tian et kraft [69] proposent d'utiliser la mesure du facteur de Fischmeister F, décrite en détail à la page 67, pour obtenir, par régression, la valeur de l'énergie d'activation de la sphéroïdisation. Pour cela, il est nécessaire de porter, pour des valeurs égales de F, le logarithme du temps en fonction de 1/T comme l'indique la formule [25] :

$$\log(t) = A' + \frac{Q}{RT} \quad [25]$$

La valeur de la pente équivaut donc à l'énergie d'activation divisée par la constante des gaz parfaits.

Plusieurs chercheurs ont tenté de déterminer à l'aide de ce cet outil le type de diffusion qui limite la cinétique de sphéroïdisation. Certains chercheurs ^[69] ont démontré que la diffusion en volume des atomes du fer dans la ferrite constitue le mécanisme limitant de la transformation. Pour d'autres ^[67,70], il s'agirait plutôt de la diffusion des atomes de fer le long de l'interface ferrite/cémentite. Il n'y a donc pas d'unanimité à ce sujet.

Chattopadhyay a observé ^[66] que l'ensemble des étapes du processus de sphéroïdisation, à savoir la rupture des lamelles et le mûrissement des globules, est contrôlé par un coefficient de diffusion « effectif » du carbone D_C^{eff} qui implique la diffusion du fer. L'équation [26] ^[66,71], permet d'estimer ce coefficient de diffusion effectif :

$$x_C D_C^{eff} = \frac{(x_C D_C x_{Fe} D_{Fe})}{\left(\frac{V_{Fe_3C} - 3 V_{Fe}}{V_{Fe}}\right) x_C D_C + x_{Fe} D_{Fe}} \quad [26]$$

Où x_C et x_{Fe} sont respectivement les fractions molaires du carbone et du fer, D_C et D_{Fe} sont respectivement les coefficients de diffusion du carbone et du fer et V_{Fe_3C} et V_{Fe} sont respectivement les volumes molaires de la cémentite et du fer. Ce coefficient de diffusion effectif résulte d'une contrainte de volume et requiert la diffusion simultanée des lacunes ^[66].

3) Mûrissement d'Ostwald

La transformation microstructurale ne prend pas fin quand les globules ont été produits par rupture des lamelles. Ainsi, on observe dans un second temps que ceux-ci ont tendance à se rassembler et à grossir afin de diminuer leur rapport surface/volume. Ceci permet de diminuer l'énergie interfaciale existante entre les globules produits et la matrice qui les entoure, tout en maintenant le volume total de sphéroïdes constant. Ce phénomène est appelé mûrissement d'Ostwald. Il faut signaler que le mûrissement d'Ostwald et la sphéroïdisation des lamelles sont deux processus concomitants.

3.1) Équations de mûrissement & relation diamètre-temps

Les équations de Lifshitz, Slyozov et Wagner ^[72] traduisent l'évolution du rayon des particules en fonction du temps écoulé lors de leur mûrissement. Ces équations prennent des formes différentes en fonction des différents processus limitants : vitesse de réaction interfaciale, vitesse diffusion en volume, vitesse de diffusion le long des joints de grains ou encore vitesse de diffusion le long des dislocations.

Le Tableau 7, illustré ci-dessous, présente les différentes équations exprimant l'évolution du rayon des particules en fonction du temps pour les différents processus limitants ^[73].

Chapitre III : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique - Introduction

Processus limitant	Équation	Signification des constantes
Réaction à l'interface cémentite/ferrite	$r^2 - r_0^2 = \frac{8 \gamma V_m^2 D k X_c (t - t_0)}{9RT}$	r : Diamètre des particules au temps t, r ₀ : Diamètre des particules au temps t ₀ γ : énergie interfaciale existant entre la ferrite et la cémentite par unité d'aire, V _m : volume molaire de la cémentite
Diffusion en volume	$r^3 - r_0^3 = \frac{8 \gamma V_m^2 D X_c (t - t_0)}{9RT}$	D : coefficient de diffusion effectif du carbone dans la ferrite k : constante de réaction interfaciale X _c : concentration en carbone dans la ferrite qui est en équilibre avec la cémentite, R : constante des gaz parfaits
Diffusion le long des joints de grains	$r^4 - r_0^4 = \frac{8 \gamma D_{gb} C_0 V_m^2 \delta (t - t_0)}{3GRT}$	T : température t : temps D _{gb} : constante de diffusion aux joints de grains, δ : épaisseur du joint de grains G : constante C ₀ : concentration atomique à l'équilibre loin de l'influence des précipités
Diffusion le long des dislocations	$r^5 - r_0^5 = \frac{0.311 \gamma D_d C_0 V_m^2 q N (t - t_0)}{\pi RT}$	D _d : constante de diffusion aux dislocations q : section transversale d'une dislocation N : nombre de dislocations intersectant le précipité.

Tableau 7: Équations exprimant l'évolution du rayon des particules en fonction du temps pour les différents processus limitants

Ici aussi, il n'existe pas d'unanimité concernant le processus limitant du mûrissement des globules :

- Atasoy *et al.* [67] estiment que la vitesse de réaction à l'interface cémentite/ferrite constitue l'étape limitante du mûrissement des globules. Sakuma *et al.* [74] sont également arrivés à cette conclusion dans le cadre de leurs recherches,
- Chattopadhyay [68], Tian [69] et Moon [75] soutiennent quant à eux que la vitesse de diffusion des éléments en volume est le processus limitant du mûrissement des globules,
- Lindsey et Marder [76] ont observé que les vitesses de mûrissement des globules étaient contrôlées par la vitesse de diffusion le long des joints de grains. Lindsey et Marder [76] évoquent également que les vitesses de mûrissement des globules seraient également influencées par la vitesse de diffusion le long des dislocations.

Les différentes équations présentées dans le Tableau 7 peuvent être reprises sous une formulation plus générale exprimée par l'équation [27] [76-79]:

$$r^n - r_0^n = k_0 t \quad [27]$$

Si l'on pose que r₀ⁿ est égal à 0 et que m est égal à 1/n, on obtient l'équation [28] :

$$r = (k_0 t)^m \quad [28]$$

Enfin, si l'on considère que k est égal à $(2 \cdot k_0)^m$, on obtient la relation suivante (éq. [29]) :

$$d = kt^m \quad [29]$$

où m est fonction du mécanisme contrôlant le mûrissement [67,69,73,77]. Ainsi, en portant $\ln(d)$ en fonction de $\ln(t)$, la pente de la régression linéaire obtenue m vaut :

- 0.2 pour une cinétique limitée par la diffusion le long des dislocations,
- 0.25 pour une cinétique limitée par la diffusion le long des joints de grains,
- 0.33 pour une cinétique limitée par la diffusion en volume,
- 0.5 pour une cinétique limitée par la diffusion interfaciale.

Cependant, comme nous le verrons plus loin, dans le cadre de ce travail, nous nous situons à des durées de mûrissement trop courtes pour pouvoir obtenir ces valeurs.

3.2) Vitesse de croissance des globules et diamètre critique

Les différentes relations existantes entre le diamètre des globules et le temps ayant été introduites, il reste à présent à aborder quelques points essentiels concernant la cinétique de mûrissement. Nous traiterons ici de la vitesse de croissance des globules lors de leur mûrissement ainsi que du diamètre critique à partir duquel un globule peut croître.

Chattopadhyay et Sellars [68,80] ont proposé la relation suivante (éq. [30]) pour décrire la vitesse de croissance des particules lors de leur mûrissement dans une microstructure sphéroïdisée :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{2 \gamma V_{Fe_3C} X_C D_c^{eff}}{V_{Fe} R T r_1} \left(\frac{1}{\bar{r}} - \frac{1}{r_1} \right) \quad [30]$$

Où γ est l'énergie interfaciale ferrite/cémentite par unité d'aire, V_{Fe_3C} et V_{Fe} sont respectivement le volume molaire de la cémentite et de la ferrite, X_C est la fraction molaire en carbone à l'équilibre avec la cémentite dans la ferrite, D_c^{eff} est le coefficient de diffusion effectif du carbone présenté au point 2.6, R est la constante des gaz parfaits, T est la température, r_1 est le rayon des particules nouvellement sphéroïdisées et \bar{r} est le rayon moyen des particules déjà sphéroïdisées.

La composition chimique de l'acier a également un effet sur le mûrissement des globules de cémentite. Ainsi, Xu *et al.* [31] ont observé que l'ajout de Si, Mn et Cr retardait très nettement le mûrissement des particules de cémentite. Les effets du Si et du Mn ont été confirmés par Ozbilen [71]. Une autre étude menée par Sakuma *et al.* [74] a montré que le P et Sb jouaient également un rôle négatif dans le mûrissement des particules en empêchant la diffusion des atomes au travers de l'interface cémentite/ferrite.

La loi de Gibbs-Thomson (éq. [24]), permet de déterminer à partir de quelle taille critique C_r , un globule va avoir tendance à croître ou à se dissoudre. Ainsi, cette formule indique qu'une petite particule possède une concentration en soluté à l'interface particule/matrice plus grande que celle d'une grosse particule. De ce fait, les atomes solutés de la petite particule vont se dissoudre dans la matrice et rejoindre la grosse particule jusqu'à ce que la petite particule disparaisse.

Moon *et al.* [75] ont modifié l'équation [24] de sorte à obtenir le rayon critique r_{crit} au-delà duquel les petites particules vont se dissoudre au profit des plus grosses (éq. [31]) :

$$r_{cr} = \frac{2\gamma v_m}{RT} \left(\ln \frac{C_0 - f C_p}{(1-f)C_\infty} \right)^{-1} \quad [31]$$

Où C_0 et C_p sont respectivement la concentration initiale en soluté et la concentration en soluté dans la particule. f est la fraction volumique de la particule et est donné par l'équation [32] [75] :

$$f = f_0 \left(1 - \frac{2\alpha D_m t}{r_0^2} \right)^{1,5} \quad [32]$$

Où f_0 est la fraction volumique de la particule au temps initial, α est une constante, D_m est la diffusivité des atomes solutés, r_0 est la taille de la particule au temps initial et t est la durée du maintien.

4) Effets des champs magnétiques sur la sphéroïdisation de la cémentite

La littérature concernant un éventuel effet du champ magnétique sur la sphéroïdisation de la perlite n'est pas très vaste. En réalité, aucun résultat concernant directement les effets des champs magnétiques sur la sphéroïdisation de la perlite lamellaire ou encore sur le mûrissement des globules de cémentite n'a encore été publié. Néanmoins, plusieurs résultats issus de la littérature nous permettent de penser qu'un champ magnétique pourrait influencer ces deux processus.

4.1) Modification de l'énergie interfaciale

Ainsi, Zhang *et al.* [19,36,81] ont observé que, lors d'un recuit de revenu d'un acier martensitique, un champ magnétique favorise la formation d'une structure perlitique de type globulaire (Fig. 48 (b)). Comme le montre la Fig. 48 (a), des structures d'aspect plus allongés sont obtenues sans champ magnétique.

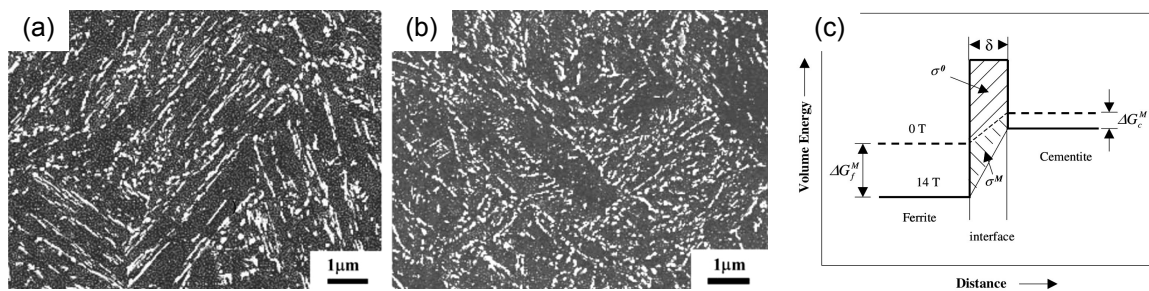


Fig. 48: Effet d'un champ magnétique sur le revenu d'un acier martensitique : (a) microstructure obtenue sans champ magnétique, (b) microstructure obtenue sous champ magnétique et (c) effet du champ magnétique sur l'énergie interfaciale ferrite/cémentite.

Selon Zhang *et al.* [19,36,81] cette modification résulte de deux effets.

La modification des énergies libres de Gibbs de la ferrite et de la cémentite constitue le premier effet. Ainsi, comme nous l'avons vu, à la température où les recuits ont été réalisés, ses effets sont plus élevés sur la ferrite (ferromagnétique) que sur la cémentite (paramagnétique) ^[81]. Par contre, sous champ magnétique, le niveau d'énergie libre de l'interface ferrite/cémentite reste inchangé. En effet, l'aimantation de l'interface ferrite/cémentite est très faible en raison du désordre dans l'agencement des atomes qui y règne et du grand nombre de défauts cristallins présents ^[81]. Sous la somme de ces deux effets, l'énergie interfaciale existant entre la ferrite et la cémentite se trouve accrue comme l'illustre la Fig. 48 (c). Par conséquent, la forme des particules de cémentite qui présente la surface interfaciale la plus faible est donc favorisée ^[19,36,81]. En d'autres termes, sous champ magnétique, une morphologie globulaire est préférable à une morphologie lamellaire.

D'autre part, Zhang *et al.* ^[19,36,81] indiquent que les magnétostrictions (voir annexe B) de la cémentite et de la ferrite devraient également favoriser la formation de particules circulaires. En effet, étant donné que les magnétostrictions de la ferrite et de la cémentite sont différentes, la croissance sous champ magnétique de la cémentite dure dans la ferrite molle se traduit par une différence de volume et donc une augmentation de l'énergie de déformation. Le meilleur moyen de limiter cette augmentation d'énergie consiste à limiter le rapport surface/volume des précipités et donc à former des précipités de forme sphérique.

4.2) Modification de la diffusion atomique

Comme nous l'avons vu dans les sections 2 et 3, la sphéroïdisation de la cémentite et le mûrissement des globules font intervenir tant la diffusion du carbone que du fer dans la ferrite. Or, il a été observé que ces vitesses de diffusion sont influencées par un champ magnétique.

Ainsi, Xu *et al.* ^[(30)] et Nakamichi *et al.* ^[82] indiquent que la vitesse de diffusion du carbone dans la ferrite pourrait être ralentie par la présence d'un champ magnétique. Cet effet serait dû à un raidissement du réseau cristallin par le champ magnétique qui compliquerait la diffusion interstitielle du carbone. Ces résultats ont été confirmés récemment par Fujii et Tsurekawa ^[83]. Ceux-ci indiquent que sous 6T, la diffusivité du carbone dans la ferrite serait diminuée de 67 %.

Liu *et al.* ^[84] ont observé, dans une publication de 2011, que le coefficient d'autodiffusion du fer dans la ferrite serait diminué sous champ magnétique. Selon eux, ce ralentissement serait causé par le fait que, sous un champ magnétique, les atomes de fer sont plus ordonnés que sans champ magnétique. Suite à cet effet, l'énergie d'activation nécessaire à la diffusion du fer serait augmentée. Ainsi, à 650°C et sous 20T, le coefficient d'autodiffusion du fer serait réduit de moitié (voir Fig. 49, page suivante).

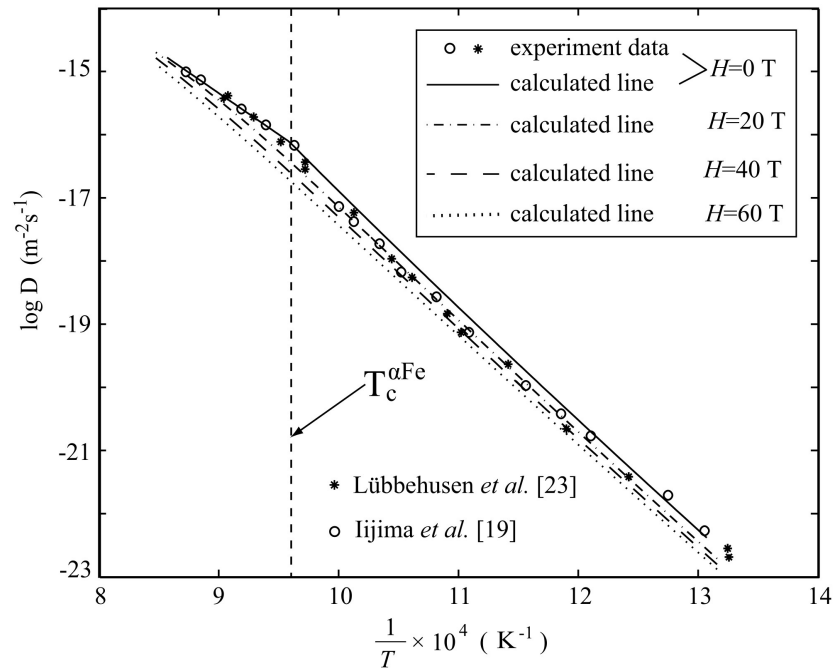


Fig. 49: Coefficients de diffusion du carbone en fonction de la température pour différentes valeurs de champs magnétique.

Par contre, dans un rapport daté de 2005, Ludtka ^[85] indique qu'un champ magnétique permettrait de réduire significativement la durée des procédés de sphéroïdisation. Selon son estimation, la durée des traitements devrait être réduite de 60 %. Cependant, il n'évoque aucune explication concernant cette estimation.

4.3) Conclusions

Comme on peut le voir dans ces quelques références, il est escompté qu'un champ magnétique puisse influencer la vitesse de sphéroïdisation et de mûrissement de la cémentite, notamment suite aux modifications d'énergie libre et de vitesses de diffusion. Néanmoins, étant donné que les effets déjà observés dans la littérature semblent être antagonistes, une étude expérimentale est requise pour déterminer l'effet du champ magnétique sur la sphéroïdisation de la cémentite.

CHAPITRE IV : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique – Matériel et méthodes

1) Techniques de caractérisation

La sphéroïdisation de la cémentite est une transformation qui influence tant les propriétés microstructurales que les propriétés mécaniques de l'acier. Ces deux caractéristiques propres aux échantillons peuvent donc être étudiées afin de suivre l'état d'avancement de la transformation.

La mesure de dureté constitue la technique la plus rapide et la plus simple pour obtenir des informations sur un acier en cours de sphéroïdisation ^[86]. En effet, au fur et à mesure que les lamelles se brisent et sphéroïdisent, la dureté chute. Dans un second temps, lorsque les globules mûrissent, on observe encore une diminution, bien que faible, de la dureté. Cependant, comme nous le verrons plus loin, dissocier les processus de sphéroïdisation, de mûrissement et de recristallisation de la matrice ferritique uniquement par mesure de dureté s'avère être délicat, voir impossible.

La sphéroïdisation de la cémentite peut également être étudiée par mesure de formabilité ^[86,87]. Cette mesure destructrice consiste à simuler la déformation d'un acier afin de déterminer sa limite de déformation. Pour cela, un trou est foré de part en part de l'échantillon et un cône est introduit dans le trou créé. Une pression exercée sur ce cône va induire la déformation de l'acier jusqu'à sa fissuration. Le diamètre limite atteint lors de la fissuration permet d'obtenir une indication sur la capacité du matériau à se déformer. Ainsi, plus l'acier sera dans un état de sphéroïdisation avancé, plus il pourra se déformer.

Les mesures de traction ^[88] bien que destructrices, permettent d'obtenir beaucoup d'informations concernant les propriétés mécaniques de l'échantillon. Cette technique consiste à soumettre une éprouvette à une force de traction de plus en plus élevée jusqu'à rupture. A l'aide de cette technique, la limite d'élasticité et la résistance à la traction peuvent être obtenues.

L'analyse des propriétés microstructurales de la perlite peut être réalisée par microscopie optique ^[64,68]. Cette technique demande peu de préparation et est rapide. Malheureusement, sa résolution et les grossissements accessibles sont très limités. De ce fait elle ne peut être utilisée que pour donner une indication générale de l'état d'avancement de la sphéroïdisation. De même, suite à des problèmes d'illumination inhomogène et d'effets de diffraction induits par les lamelles qui ont été révélées, le couplage de cette technique à l'analyse d'images est très compliqué voire impossible.

La microscopie électronique à balayage (SEM) permet d'atteindre des grossissements adéquats pour étudier la sphéroïdisation de la cémentite ^[67,68]. Elle ne nécessite pas plus de préparation que l'analyse par microscopie optique, bien que la prise des images soit un peu plus longue. Par contre, afin de pouvoir analyser de grandes surfaces, il est nécessaire d'augmenter le nombre de prises de vue. Une seconde solution, utilisée dans ce travail, consiste à enregistrer les images à un grossissement plus faible et donc à une résolution plus élevée. Il est possible à l'aide de la microscopie SEM de réaliser de la topographie 3D, à savoir reconstituer une lamelle en trois dimensions à l'aide de coupes multiples réalisées à différentes profondeurs ^[89].

Si les échantillons ont été bien préparés, la microscopie de force atomique (AFM) peut également être utilisée pour caractériser les échantillons en cours de sphéroïdisation. En effet, l'attaque chimique préalable dissout la matrice ferritique. De ce fait, les particules de cémentite apparaissent sous la forme de pics tandis que la matrice ferritique apparaît sous la forme de vallées. Cependant, cette technique très sensible ne permet pas l'analyse rapide de grandes surfaces d'échantillon.

L'observation des dislocations présentes dans la ferrite ainsi que dans la cémentite ne peut se faire qu'à l'aide de la microscopie électronique à transmission (TEM) ^[64,89]. Cette technique permet également d'observer certains défauts présents dans les lamelles de cémentite, à savoir les stries et d'autres défauts de surface ^[64]. Cependant, cette technique demande beaucoup de préparation et n'est donc pas applicable pour étudier de nombreux échantillons.

Bien que nettement moins souvent utilisées pour caractériser la sphéroïdisation de la cémentite, les techniques de caractérisation par diffraction telles l'EBSD (electron back-scattered diffraction) ^[90] ou la XRD (X-ray diffraction) ^[91] permettent d'obtenir des informations concernant la cristallographie de la cémentite et de la ferrite. De plus, ces techniques permettent de déterminer la fraction de ferrite recristallisée dans un échantillon.

Étant donné le temps imparti pour la réalisation de ce travail, nous avons dû effectuer un choix parmi les techniques de caractérisation disponibles pour étudier la sphéroïdisation de la cémentite. Nous avons donc écarté les techniques de caractérisation destructrices (mesures de traction ou de formabilité) ainsi que les techniques de caractérisation microstructurales présentant une résolution inadéquate (microscopie optique) ou nécessitant une préparation trop longue (EBSD, TEM, AFM).

Nous nous sommes donc focalisés sur l'étude de la sphéroïdisation de la cémentite à l'aide de mesures de dureté et d'analyse d'images couplée à la microscopie électronique à balayage (SEM).

1.1) Analyse des propriétés mécaniques par mesures de dureté

La technique d'indentation par mesure de dureté Vickers est détaillée dans l'annexe E. Pour rappel, cette méthode consiste à déterminer la résistance du matériau à la pénétration d'un prisme. Cette résistance dépend de la composition du matériau et de la microstructure de celui-ci. Dans cette sous-section, nous allons présenter la préparation qu'ont subi les échantillons avant la réalisation des mesures ainsi que la mise au point de la procédure utilisée pour réaliser ces mesures.

1.1.1) Préparation des échantillons

Avant toute étude des échantillons, il est nécessaire de préparer soigneusement ceux-ci. La préparation de ces échantillons passe par quatre étapes :

- Le prélèvement : Les échantillons sont sectionnés à l'aide d'une cisaille en leur milieu de sorte que la face orthogonale à la direction de laminage soit étudiée. Ainsi, la direction du champ magnétique est transversale à la surface analysée.
- L'enrobage : Après avoir été découpés, les échantillons sont enrobés à chaud à l'aide d'une enrobeuse LaboPress3. La résine utilisée est une résine polyfast. Lors de la prise de la résine, la pression exercée est de 10 kN et la température de 150°C. Cette température est maintenue durant 12 minutes et est ensuite suivie d'un refroidissement de 5 minutes. Ce traitement thermique permet d'induire la polymérisation et donc le durcissement de la résine.
- Le polissage : Les échantillons mis en résine sont polis jusqu'à une qualité dite «poli-miroir ». Pour cela, une polisseuse RotoPol 2 est utilisée. Les différentes étapes du polissage, leur durée ainsi que les grains des draps utilisés sont repris dans le Tableau 8 :

Étapes	Grain du drap	Lubrifiant	Force appliquée (N)	Durée (sec)
Pre-polissage	220	Eau	20	120 (et plus)
	500	Eau	20	180
Polissage	1200	Eau	15	180
	4000	Eau	10	240
Polissage fin	Silice colloïdale (suspension OP-S 0,05 µm)	Silice colloïdale	10	150

Tableau 8: Étapes du polissage des échantillons mis en résine.

- L'attaque chimique (etching) : Les échantillons polis sont alors attaqués chimiquement afin de révéler leur microstructure. La solution d'attaque utilisée est le Nital (solution de 2 % en volume d'acide nitrique à 98 % dans de l'éthanol). Afin de réaliser un bonne attaque, les échantillons sont humidifiés et séchés juste avant d'être plongés dans la solution d'attaque. Les échantillons restent entre 5 et 10 secondes dans la solution et sont ensuite sortis, rincés à l'eau et éponnés. La surface lors de l'attaque présente un aspect laiteux dans la solution et semble doré une fois séché. Un tel aspect indique, dans notre cas, que l'attaque est réussie. Après cette préparation, les échantillons sont prêts à être indentés et à être analysés au microscope électronique.

1.1.2) Mise au point de la procédure de mesure

Nous avons mis au point et fixé la procédure utilisée pour caractériser les échantillons par mesure de dureté dès le début de ce travail. Pour cela, nous avons optimisé tant la position des indentations que leur nombre. A l'aide des paramètres fixés, nous pouvons ainsi espérer obtenir des mesures représentatives de la dureté des échantillons.

Afin de déterminer les positions des indentations, nous avons effectué une cartographie de la dureté de la surface d'un échantillon. Celui-ci a été préparé comme expliqué ci-dessus. La surface de l'échantillon, de 15*2mm, a été indentée avec une force de 3kgF (29.43N) durant 30 secondes. Les indentations ont été réalisées à une distance minimale de 0,5mm de chaque bord. Trois séries parallèles d'indentations, espacées de 0,5mm, ont été réalisées sur la largeur de l'échantillon. Ces séries parallèles d'indentations ont été répétées, avec un espacement de 0,35mm sur toute sa longueur. Ce faisant, un total de 120 mesures ont été réalisées sur la section de l'échantillon. La Fig. 50 (a) présente le résultat de la première cartographie de dureté de cet échantillon.

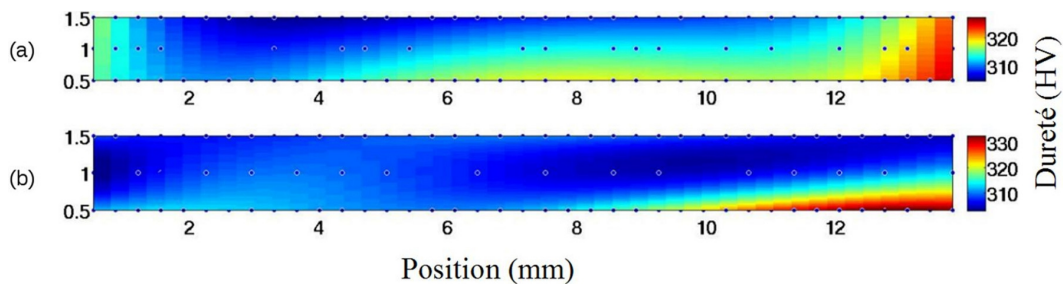


Fig. 50: Cartographie de la dureté d'un échantillon après (a) un polissage et (b) après deux polissages.

Certaines tendances peuvent être observées sur cette cartographie. Ainsi, nous pouvons voir que les extrémités de celle-ci, et particulièrement le côté droit, semblent présenter des duretés plus élevées qu'au centre de l'échantillon. Le bord inférieur semble également présenter ce comportement. Pour affiner cette analyse et vérifier que les effets observés ne sont pas dus à un artefact, l'échantillon analysé a été poli de nouveau et analysé une seconde fois avec la même méthodologie. La Fig. 50 (b) présente le résultat de la seconde cartographie. Le résultat obtenu après le second polissage semble être plus homogène. Cette seconde cartographie confirme néanmoins que les extrémités semblent être la source de problèmes.

Le nombre de mesures de dureté à réaliser afin d'avoir une valeur représentative de la dureté des échantillons a également été optimisé. Pour cela, les mesures de dureté réalisées au centre des deux cartographies présentées ci-dessus ont été ré-utilisées. Les Fig. 51 (a) et (b), présentées à la page suivante, présentent l'évolution de la dureté moyenne obtenue en fonction du nombre d'essais réalisés pour les deux séries de mesures.

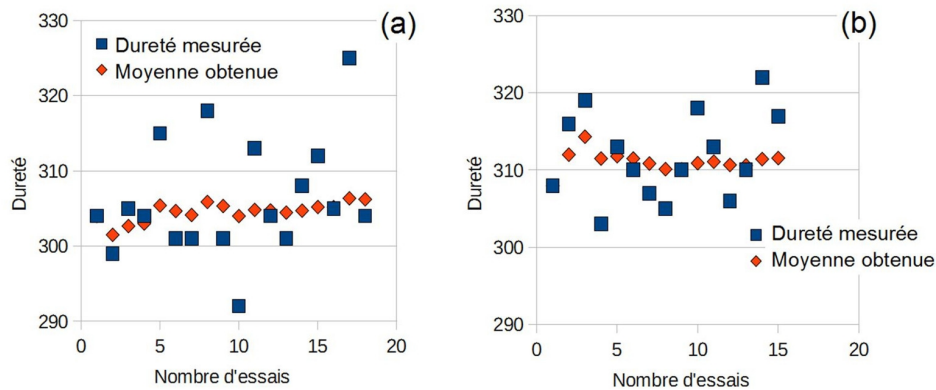


Fig. 51: Évolution de la dureté moyenne (en rouge) obtenue en fonction du nombre d'essais réalisés (en bleu) pour (a) la première cartographie et (b) pour la seconde cartographie.

Comme nous pouvons le voir sur les Fig. 51 (a) et (b) les valeurs moyennes de dureté ne se déplacent plus significativement après avoir réalisé 5 mesures de dureté.

Sur la base de ce qui vient d'être présenté, nous déterminerons la valeur moyenne de la dureté d'un échantillon à l'aide de cinq indentations réalisées à égales distances des bords de l'échantillon et de préférence à plus de 3 mm des extrémités de celui-ci. Néanmoins, s'il s'avère que les mesures de dureté réalisées présentent de grandes différences, d'autres indentations pourront être réalisées pour affiner le résultat obtenu.

1.2) Analyse des propriétés microstructurales par analyse d'images

Comme cela a été indiqué dans l'introduction du second chapitre, l'analyse d'images est un processus qui nécessite l'optimisation de quatre étapes : l'acquisition des images, le prétraitement des images, la segmentation des images et la mesure des caractéristiques des éléments qui constituent les images. L'optimisation de ces différentes étapes va être décrite dans les points suivants.

1.2.1) Acquisition des images

Nous avons à notre disposition deux modes d'imagerie disponibles pour prendre les images, à savoir le mode « électrons rétro-diffusés » (BSE) et le mode « électrons secondaires » (SE). Les Fig. 52 (a) et (b) présentent respectivement des zones perlitiques analysées en mode BSE et SE.

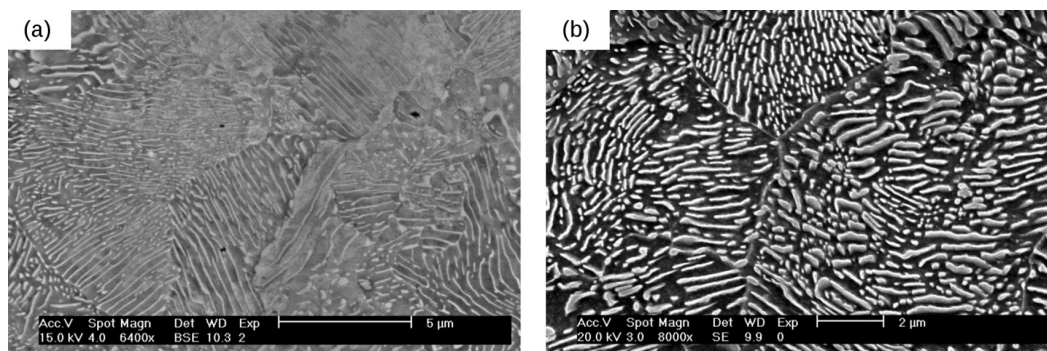


Fig. 52: Zones perlitiques observées en mode (a) BSE et (b) SE.

Comme nous pouvons le voir sur le cliché présenté à la Fig. 52 (a), le mode BSE ne permet pas de distinguer clairement et uniformément la cémentite de la ferrite. La teinte des zones ferritiques varie d'une colonie perlitique à l'autre ce qui rend la caractérisation par analyse d'images compliquée voir impossible. Par contre, les clichés enregistrés en mode SE (Fig. 52 (b)) permettent de révéler de manière précise la microstructure de l'échantillon. Ce mode est particulièrement sensible à la topographie de l'échantillon révélée par l'attaque chimique préalable. Les lamelles de cémentite apparaissent en gris clair tandis que la matrice ferritique apparaît en gris foncé. Notre choix s'est donc porté sur ce second mode pour enregistrer les images destinées à être traitées par analyse d'images.

Plusieurs essais d'analyse d'images nous ont indiqué que pour distinguer correctement la microstructure des échantillons, une résolution de 712×484 pixels ($7,12 \times 4,84 \mu\text{m}^2$) et un grossissement de $8000\times$ devaient être utilisés. Cependant, avec un tel grossissement, les microstructures observées d'une image à l'autre sont inhomogènes. Ce problème est illustré sur les Fig. 53 (a), (b) et (c) qui présentent pour un même échantillon (a) des zones perlitiques lamellaires, (b) des zones perlitiques partiellement globularisées et (c) des zones globulaires.

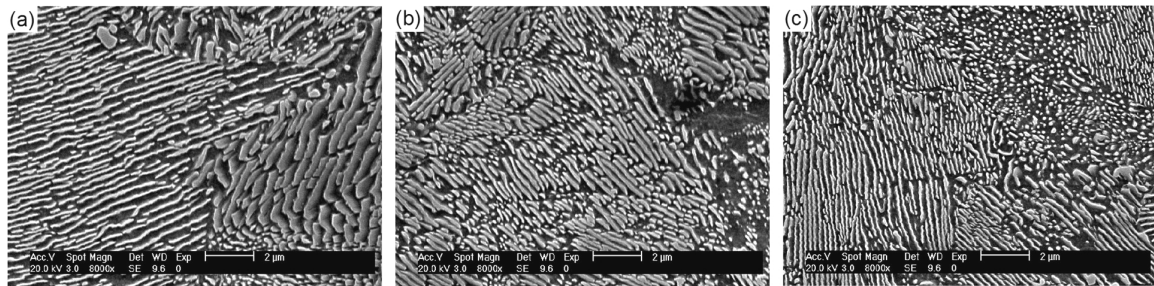


Fig. 53: Illustration du problème d'inhomogénéité lors de différentes prises de vues réalisées à un grossissement élevé dans un même échantillon : (a) zone lamellaire, (b) zone intermédiaire et (c) zone globulaire.

Ces inhomogénéités risquent de produire de grandes variations dans les mesures réalisées par analyse d'images. Ainsi, à ce grossissement, il est donc nécessaire de prendre un grand nombre d'images pour avoir des valeurs moyennes mesurées représentatives de l'ensemble de la microstructure.

Pour éviter ces problèmes, nous avons décidé de travailler à un grossissement de $1500\times$. Ceci permet d'observer une plus grande surface de l'échantillon par image et donc d'obtenir des images représentatives de la microstructure de l'échantillon. Cependant, à ces grossissements, des problèmes de résolution risquent de compromettre l'analyse d'images. Par conséquent, nous avons veillé à conserver une résolution proche de celle obtenue pour une image prise à un grossissement de $8000\times$ et à une définition de 712×484 pixels. Pour cela, la définition utilisée est de 8192×6400 pixels. La surface analysée est donc de $81.92 \times 64.00 \mu\text{m}^2$ (1pixel = $0,01 \mu\text{m}$).

1.2.2) Prétraitement

Réaliser l'analyse d'images sur les images directement issues du microscope électronique ne permet pas d'atteindre des résultats satisfaisants. En effet, comme cela a été mentionné précédemment (point 2, page 29), les images présentent de multiples défauts : effet poivre et sel, illuminations non-homogène, contraste entre les lamelles de cémentite et la matrice ferritique insuffisant, etc. Ces différents défauts risquent de fausser le résultat de l'analyse d'images puisque certaines lamelles peuvent être considérées à tort comme brisées en plusieurs segments. Pour éviter ces problèmes, il est donc nécessaire de restaurer et d'améliorer les images.

Pour supprimer le bruit poivre et sel, nous avons appliqué dans notre processus d'analyse d'images un filtre médian de taille 3X3 (point 2.1, page 29). Ensuite, afin de résoudre les problèmes de luminosité inhomogène et de contraste insuffisant, nous avons fait appel à une méthode qui utilise les concepts de bottom-hat et de top-hat définis au point 2.2.2, page 32. Le processus utilisé est réalisé en deux étapes. Tout d'abord, nous réalisons la somme de l'image de départ (Fig. 54 (a)) et de son top-hat (Fig. 54 (b)). Cela permet de mieux mettre en évidence les particules de cémentite (Fig. 54 (c)).

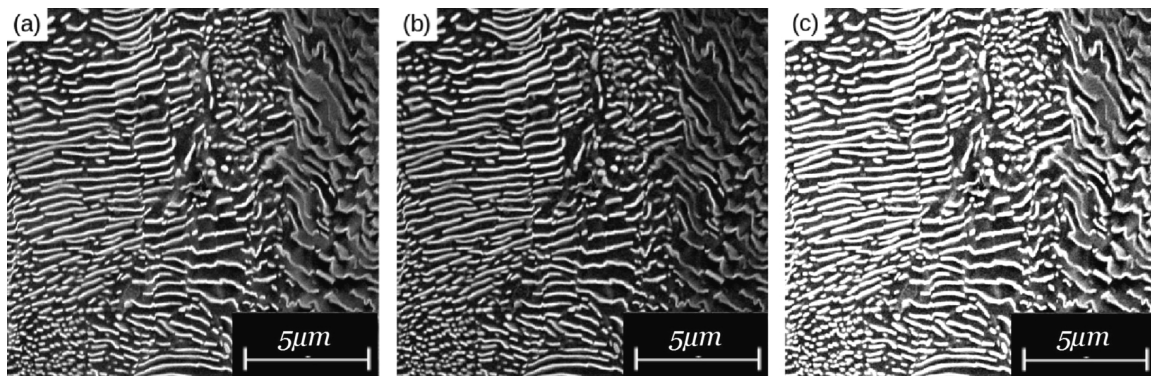


Fig. 54: Illustration de la première étape du processus d'amélioration du contraste : (a) image de départ, (b) top-hat de l'image de départ et (c) somme de l'image de départ et de son top-hat.

Ensuite, dans une seconde étape, nous réalisons la différence entre l'image obtenue à la fin de la première étape (Fig. 55 (a)) et le résultat du bottom-hat (Fig. 55 (b)) de l'image de départ. Le résultat obtenu est illustré sur la Fig. 55 (c).

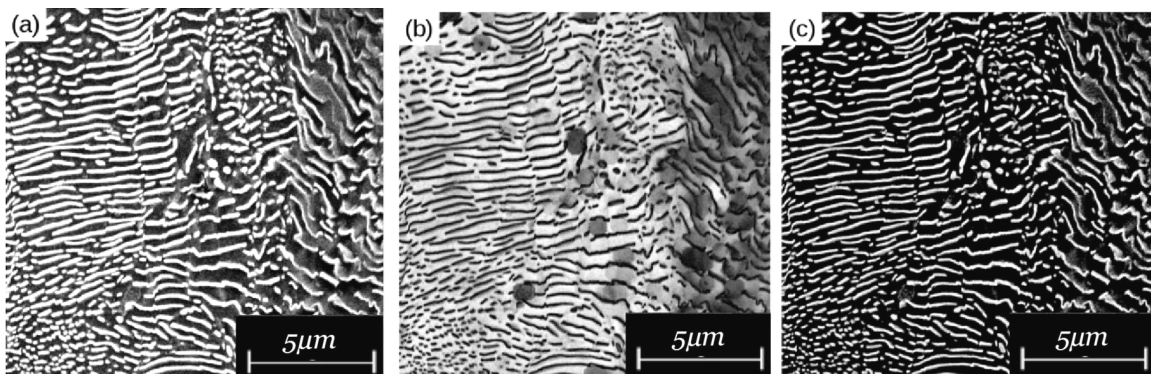


Fig. 55: Illustration de la seconde étape d'amélioration du contraste : (a) Image issue de la première étape, (b) bottom-hat de l'image de départ et (c) soustraction du bottom-hat de l'image de départ au résultat de la première étape.

Comme nous pouvons le voir en comparant l'image de départ (Fig. 54 (a)) et le résultat de l'amélioration de contraste (Fig. 55 (c)), les particules de cémentite se trouvent bien mises en évidence. Cette méthode permet également de corriger les problèmes de luminosité présents dans l'image de départ tout en conservant les détails présents dans la microstructure.

Dans le cadre de notre travail, les tailles des éléments structurants utilisés pour le bottom-hat et le top-hat ont été optimisés pour chaque échantillon.

1.2.3) Segmentation

Pour réaliser la distinction entre les particules de cémentite et la matrice ferritique nous avons utilisé la méthode d'Otsu, décrite au point 3, page 35. Le résultat de la segmentation de la Fig. 56 (a) à l'aide d'un seuil fixé par la méthode de Otsu est illustré sur la Fig. 56 (b).

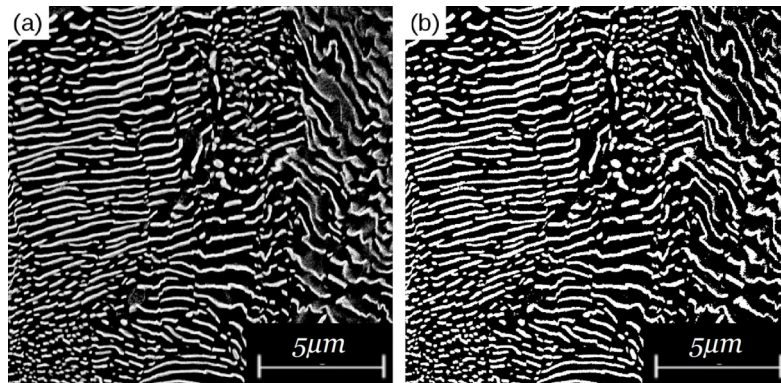


Fig. 56: Segmentation de l'image en niveaux de gris à l'aide de la méthode d'Otsu : (a) image originale et (b) image seuillée avec un seuil de 117.

A ce stade, l'image binaire obtenue (Fig. 57 (a)) contient encore un certain nombre d'éléments parasites. Afin de supprimer les fines connections entre les lamelles, une ouverture avec un élément structurant carré de taille 3 est réalisé. Ensuite les éléments de taille inférieure à 50 pixels ($0,005\mu\text{m}^2$) ou supérieure à 20000 pixels ($2\mu\text{m}^2$) sont supprimés. Enfin, les trous présents dans les lamelles ou les globules sont comblés. Le résultat de tous ces traitements appliqués à la Fig. 57 (a) est illustré à la Fig. 57 (b).

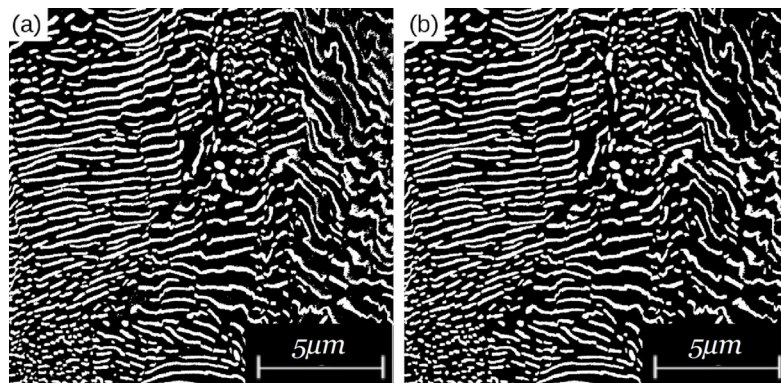


Fig. 57: Suppression des éléments parasites contenus dans l'image binaire : (a) image d'origine et (b) image traitée.

A ce point, un problème subsiste. Il réside dans la fraction de cémentite présente dans les images. Etant donné que les aciers utilisés dans ce travail ont été obtenus lors de refroidissement lents, la fraction de cémentite théoriquement présente dans les images peut être estimée par la loi des leviers, dont la formule est la suivante (éq. [33])^[1]:

$$V_{Fe_3C} = \frac{C_0 - C_\alpha}{C_{Fe_3C} - C_\alpha} \quad [33]$$

où C_{Fe_3C} est le contenu en carbone de la cémentite (6.67 wt. % C), C_α est le contenu en carbone de la ferrite (0.02 wt % C) et C_0 est le contenu en carbone de l'acier hypoeutectoïde.

L'acier eutectoïde étudié dans ce travail contient 0.7wt% de carbone. Par conséquent, la formule [33] indique que la fraction de cémentite théorique présente dans les échantillons devrait être de 10.2 %. Or, la fraction en surface de cémentite présente dans la Fig. 57 (b), obtenue en divisant la somme du nombre total de pixels « blancs » par le nombre de pixels composant l'image, est de 27.3 % ! La fraction de cémentite présente dans les échantillons est donc surestimée de 17.1 % ! Cette surestimation trouve trois origines :

- Le prétraitement des lamelles : Comme cela a été expliqué précédemment (point 1.2.1, page 58) le contraste entre les lamelles et la matrice ferritique est accentué afin de ne pas briser les lamelles ou de perdre des détails de celles-ci lors de leur segmentation. Suite à ces transformations, la surface de cémentite présente dans l'image de départ, peut se trouver artificiellement augmentée.
- L'origine de la teinte blanche des lamelles : Les lamelles apparaissent blanches parce que des électrons s'accumulent sur les crêtes des lamelles de cémentite mises à jour par l'attaque chimique. Sous cette accumulation, une arête fine peut prendre une apparence diffuse et présenter une épaisseur plus élevée que celle qu'elle possède réellement.
- L'attaque chimique : La surestimation de la fraction de cémentite obtenue après binarisation peut également être expliquée partiellement par l'attaque chimique que subit l'échantillon^[68]. Comme l'indique Chattopadhyay^[68], l'attaque chimique nécessaire pour révéler la microstructure dissout préférentiellement la ferrite. Ainsi, comme on peut le voir sur la Fig. 58, la taille des particules de cémentite mises à jour est le résultat de la projection de la zone mise à jour sur la surface et non sa section réelle. La surestimation qui en résulte sera d'autant plus grande que l'attaque chimique sera profonde. Ceci souligne l'importance de préparer les échantillons de manière identique et méticuleuse.

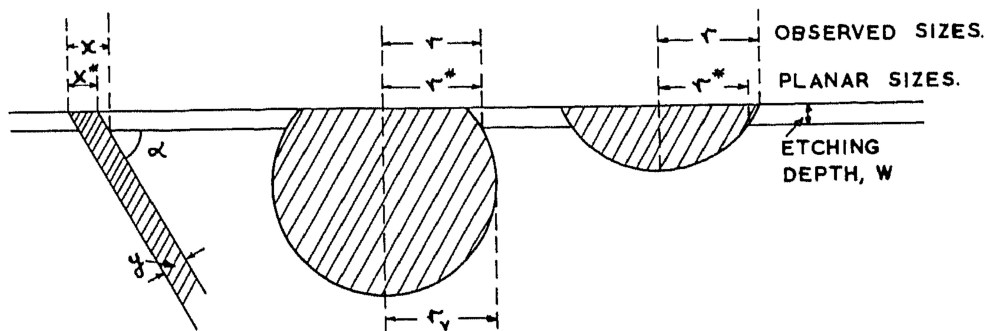


Fig. 58: Effet de la profondeur d'attaque chimique sur la surface de cémentite mise à jour.

Afin d'estimer l'ampleur de ces trois effets sur l'épaisseur réelle des lamelles, une analyse SEM couplée à l'analyse d'images ainsi qu'une analyse à l'aide de la microscopie de force atomique (AFM) ont été réalisées sur un zone identique d'un échantillon perlitique. Les résultats obtenus sont présentés sur les Fig. 59 (a), (b), (c) et (d).

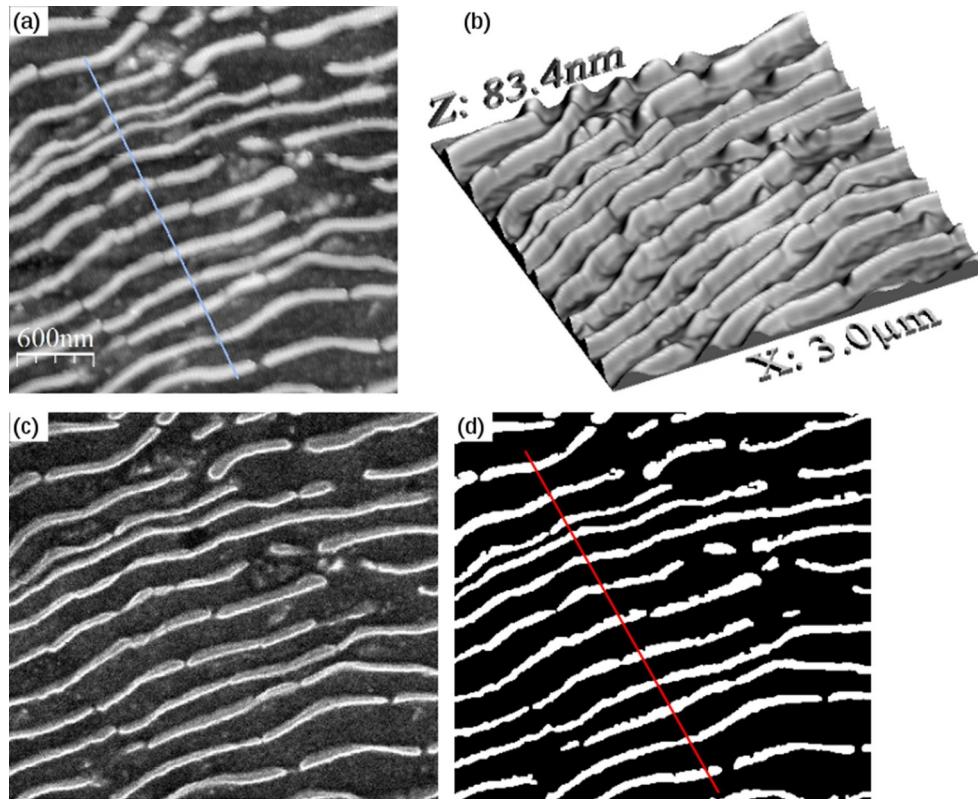


Fig. 59: Comparaison de la largeur des lamelles obtenue par les techniques AFM et SEM : (a) balayage de la zone test à l'aide de l'AFM, (b) vue 3D de la zone balayée à l'aide de l'AFM, (c) zone test analysée à l'aide du SEM et (d) image (c) segmentée par analyse d'images.

Afin de pouvoir comparer l'épaisseur des lamelles déterminée à l'aide de ces deux méthodes, intéressons-nous aux profils indiqués par une ligne bleue sur la Fig. 59 (a) et une ligne rouge sur la Fig. 59 (d). Les profils obtenus sont présentés sur les Fig. 60 (a) et (b).

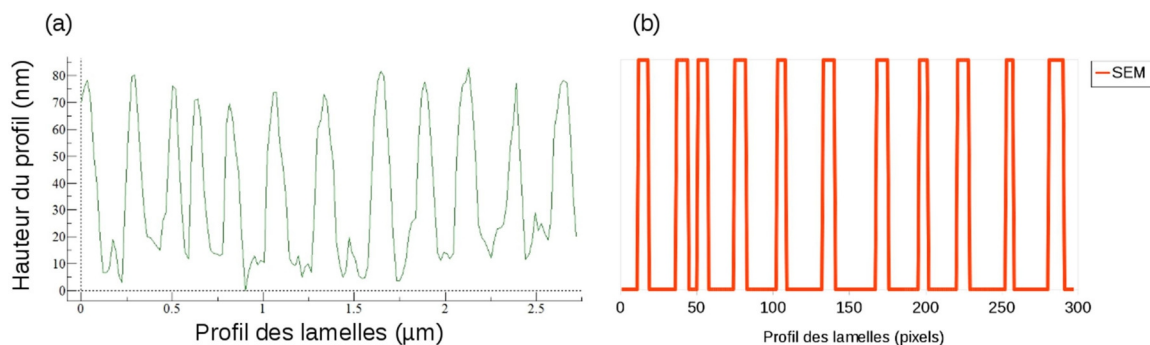


Fig. 60: Comparaison des profils obtenus pour une zone identique par (a) AFM et (b) par microscopie SEM couplée à l'analyse d'images.

Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 60 (a), le profil des lamelles déterminé par AFM va en s'épaississant quand la profondeur d'attaque chimique augmente. Ceci signifie que les lamelles ne sont pas rigoureusement orthogonales au plan de coupe.

Afin de pouvoir comparer ces deux profils et avoir une indication concernant la surestimation de la fraction perlitique induite par les trois effets indiqués plus haut, une sélection partielle du profil obtenu par AFM a été réalisée. Afin d'éviter les problèmes liés à la profondeur d'attaque chimique, nous avons considéré la largeur des pics 5 nm en dessous des sommets. Le profil obtenu est alors superposé à celui obtenu par analyse d'image (Fig. 60 (b)). Le résultat obtenu est présenté à la Fig. 61.

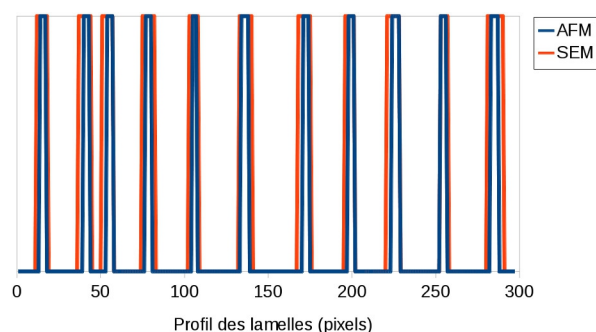


Fig. 61: Superposition des profils obtenus pour une zone identique par AFM (en bleu) et analyse d'images couplée à la microscopie SEM (en rouge).

La Fig. 61 nous permet d'observer que la largeur des lamelles obtenue par analyse d'images couplée à la microscopie SEM est supérieure à la largeur obtenue par AFM.

Pour résoudre ce problème, et pouvoir ainsi rendre la fraction de cémentite observée aussi proche que possible de la fraction théorique, une série d'amincissements ont été réalisés sur les images binarisées. Cette opération consiste à enlever des pixels sur le pourtour des régions tout en conservant leur intégrité. Cette manœuvre est répétée à plusieurs reprises jusqu'à ce que la fraction de cémentite obtenue soit proche de la fraction théorique. En répétant cette opération six fois sur la Fig. 62 (a) nous obtenons la Fig. 62 (b). Ce faisant, la fraction en cémentite observée passe de 27,3 % à 10,3 %. Ce qui ne représente plus qu'une différence de 0,1 % par rapport à la valeur théorique de 10.2 %.

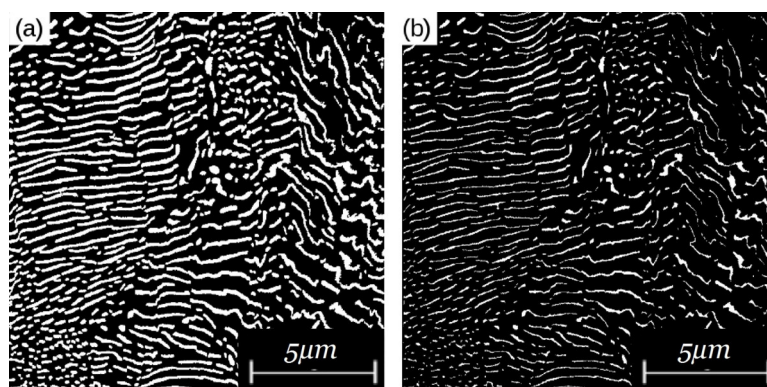


Fig. 62: Effet de l'amincissement sur la fraction de cémentite présente dans l'image : (a) image d'origine (27.2 %) et (b) image amincie (10.3 %).

1.2.4) Caractérisations

Dès que les images des échantillons ont été segmentées, les éléments qui les composent peuvent être caractérisés. Les caractérisations peuvent être faites en considérant l'ensemble de la microstructure ou alors en prenant en compte les éléments un par un. Dans les paragraphes qui suivent, nous allons présenter l'ensemble des caractérisations réalisées sur les images enregistrées.

L'espace inter-lamellaire constitue la caractéristique principale de l'état initial de nos échantillons. En effet, cette caractéristique est en partie responsable des cinétiques de transformation observées par la suite. Plus l'espace inter-lamellaire est faible, plus la cinétique de sphéroïdisation est rapide. De manière générale, il est très difficile de déterminer la vraie valeur de l'espace inter-lamellaire au sein d'un échantillon. En effet, comme cela a été expliqué précédemment (point 1, page 42), la variabilité de l'espace inter-lamellaire est grande au sein d'un échantillon. Ceci est visible sur la Fig. 63 (voir traits rouges), qui présente la microstructure d'un échantillon avant traitement thermique.

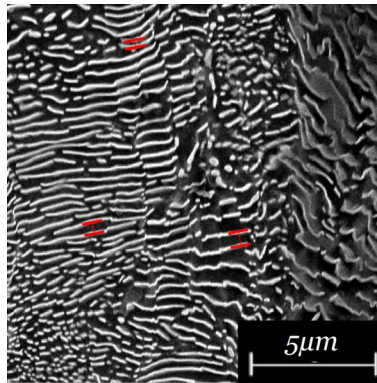


Fig. 63: Illustration des différents espaces inter-lamellaires observés (en rouge) au sein d'une même image.

De nos jours, des groupes de recherches utilisent encore une méthode visuelle pour déterminer l'espace inter-lamellaire. Cette méthode consiste à identifier à l'œil nu sur une micrographie le plus petit espace inter-lamellaire apparent (Fig. 65 ^[92], σ_a) et à considérer que celui-ci correspond à l'espace inter-lamellaire réel (Fig. 65, σ_r).

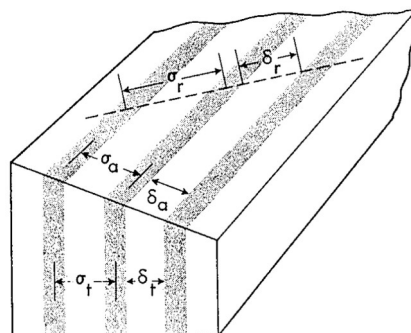


Fig. 64: Schéma illustrant l'espace inter-lamellaire vrai (σ_r), l'espace inter-lamellaire apparent (σ_a) et l'espace inter-lamellaire aléatoire (σ).

En plus d'être subjective, cette méthode laisse planer un doute concernant la représentativité de la mesure réalisée par rapport à l'espace inter-lamellaire réel.

Afin d'éviter les problèmes liés à la méthode visuelle, nous avons tenté de déterminer ce paramètre par analyse d'images. Pour réaliser cette mesure, nous avons utilisé une méthode stéréologique, proposée par Underwood [93-96]. Celle-ci vise à déterminer dans un premier temps l'espace inter-lamellaire aléatoire moyen (Fig. 65, σ_r). Pour ce faire, Underwood propose de superposer un cercle de diamètre D connu sur les micrographies et de compter le nombre d'intersections n de celui-ci avec les particules de cémentite. Ensuite, connaissant le grossissement M, l'espace inter-lamellaire moyen aléatoire σ_r est obtenu à l'aide de formule [34] [94]:

$$\sigma_r = \frac{\pi D}{nM} \quad [34]$$

Dans le cadre de ce travail, nous avons utilisé un cercle de diamètre D de 800 pixels (8 μ m). Une fois le nombre d'intersections n déterminé pour une position, ce cercle est alors déplacé avec un pas de 400 pixels (4 μ m) et les mesures sont reproduites. Ainsi, le nombre de mesures réalisées sur une image de 8192*6400 pixels (81,92 μ m*64,00 μ m) est de 252. Ce nombre élevé de mesures permet de réduire l'erreur de mesure.

Underwood indique que l'espace inter-lamellaire réel σ_t équivaut à la moitié de l'espace inter-lamellaire aléatoire moyen σ_r (éq. [35] [94]) :

$$\sigma_t = \frac{\sigma_r}{2} \quad [35]$$

L'état d'avancement de la sphéroïdisation a été déterminé à l'aide de deux mesures. Il s'agit du pourcentage de cémentite globularisée et du facteur f de Fischmeister.

La mesure du pourcentage de cémentite globularisée constitue un paramètre fréquemment utilisé pour suivre l'état d'avancement de la sphéroïdisation [67,68,87,94,97-100]. Le seul bémol de cette technique est le faible consensus concernant le ratio longueur/largeur à partir duquel un élément est considéré comme étant une lamelle ou un globule. Ainsi certains utilisent un rapport limite de 3 [87,97,101], 5 [68,100], 6 [99] ou encore 8 [67]... Dans le cadre de ce travail, nous avons utilisé, après optimisation, un rapport égal à 8 (paragraphe 1.4.1.ii, page 82).

Afin de pouvoir utiliser ce rapport pour discriminer nos particules (lamelles et globules), il est nécessaire de calculer leur longueur et leur largeur. Pour ce faire, nous avons assimilé la section des particules à un ruban. Ces rubans sont caractérisés par une aire A et un périmètre P. A l'aide de ces deux valeurs, il est possible de calculer la longueur (L_r) et la largeur (l_r) des rubans en utilisant les formules décrites ci-dessous (éq. [36]) :

$$L_r = \frac{(P + (P^2 - 16A)^{\frac{1}{2}})}{4}, l_r = \frac{(P - (P^2 - 16A)^{\frac{1}{2}})}{4} \quad [36]$$

Les longueurs et largeurs mesurées permettent de classer, en déterminant le rapport L_r/l_r , les différents éléments dans les catégories « lamelles » et « globules ». Finalement, la fraction de cémentite sphéroïdisée est déterminée en divisant l'aire de tous les éléments classés comme éléments globulaires par l'aire de l'ensemble de tous les éléments constituant l'image.

Le facteur f de Fischmeister constitue une méthode alternative pour suivre le progrès de la sphéroïdisation ^[69,102,103]. Cette méthode faisant appel aux mesures stéréologiques a été introduite par DeHoff ^[104] et généralisée par Fischmeister ^[105]. Le facteur f est défini comme suit (éq. [37]) :

$$f = \frac{2N_L^2}{3\pi V_V N_A} \quad [37]$$

où N_L est le nombre d'intersections entre une grille de lignes parallèles de longueur totale l et les interfaces ferrite/cémentite, V_V est la fraction de cémentite et N_A est le nombre de particules de cémentite par unité d'aire. Dans notre travail, nous avons utilisé des grilles constituées de droites parallèles séparées de 150 pixels (1,5 μ m) d'une longueur totale l de 345000 pixels ou encore de 3450 μ m. Afin d'éviter les problèmes d'anisotropie, des grilles orientées à 0, 45, 90 et 135° ont été utilisées. Le facteur F défini par la formule [37] prend une valeur de 1 pour des particules parfaitement isotropes et des valeurs élevées pour des microstructures lamellaires ^[69]. L'avantage de ce facteur est qu'il ne nécessite pas la distinction de la perlite lamellaire et globulaire.

Afin de mieux comprendre le mécanisme de sphéroïdisation de la cémentite et de déterminer si la morphologie des lamelles a un effet sur leur vitesse de sphéroïdisation, nous avons mesuré la tortuosité de celles-ci par analyse d'images (voir page 37).

En vue de limiter le temps de calcul lié à la mesure de tortuosité des structures lamellaires présentes dans les images, nous avons décidé de réaliser ces mesures sur les « squelettes » des particules. Ceux-ci sont obtenus en réalisant des amincissements successifs jusqu'à ce qu'aucun pixel de la structure ne puisse être enlevé sans risquer de briser celle-ci. Le squelette de la particule illustrée à la Fig. 65 (a) est présenté à la Fig. 65 (b).

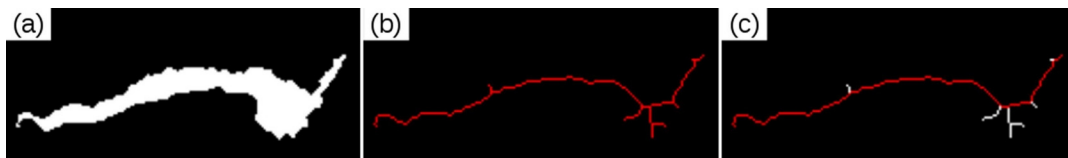


Fig. 65: Squelette d'une particule : (a) particule d'origine, (b) squelette de la particule et (c) chemin pris en compte pour déterminer la distance géodésique.

Dans le cas d'éléments présentant des branches (Fig. 65 (b)), la tortuosité est calculée en utilisant les branches permettant d'obtenir la plus longue distance géodésique (en rouge sur la Fig. 65 (c)).

Néanmoins, les résultats obtenus par mesure de tortuosité ne seront pas présentés. En effet, comme nous pouvons le voir à la page suivante sur les Fig. 66 (a) et (b), des défauts de segmentation, indiqués en rouge, peuvent survenir pour les globules de cémentite. Ces globules seront identifiés à tort comme étant des lamelles présentant une tortuosité élevée. Ces éléments risquent donc de fausser les mesures de tortuosité des échantillons.

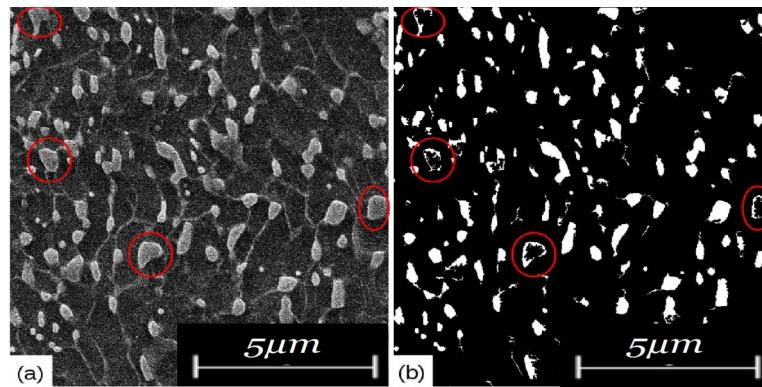


Fig. 66: Illustration des défauts de segmentation induisant la présence d'éléments lamellaires fortement tortueux dans les images : (a) image d'origine et (b) image segmentée.

Par contre, dans le cas d'échantillons fortement lamellaires, ce type de mesures reste intéressant.

Comme cela a été dit dans l'introduction, la sphéroïdisation des lamelles de cémentite est suivie par le mûrissement des globules produits. Le début de ce mûrissement a également été étudié dans ce travail. Pour ce faire, les particules globulaires ont été sélectionnées dans les images et le diamètre de celles-ci a été mesuré. Les mesures réalisées ont alors été présentées sous forme de distributions en aire.

Afin de pouvoir mesurer la fraction de cémentite sphéroïdisée, la longueur et la largeur de chacune des lamelles présentes dans les images sont déterminées. Ces valeurs, présentées sous formes de distributions en aire, permettront de comprendre plus en détail le processus de sphéroïdisation ^[103].

1.3) Note : relation propriétés mécaniques - propriétés microstructurales

Dans la suite de ce travail, et plus précisément au point 1.4.1.ii, nous avons optimisé le rapport longueur/largeur des lamelles qui permet d'avoir une relation proportionnelle entre la dureté et la fraction de cémentite sphéroïdisée. Cette optimisation n'est que qualitative et ne vise qu'à obtenir une relation linéaire entre ces deux paramètres pour faciliter l'analyse des résultats.

En effet, étant donné que les échantillons ont été laminés à froid afin d'accélérer leur sphéroïdisation, il est dangereux d'expliquer la dureté des échantillons uniquement au travers de leur fraction sphéroïdisée. Comme l'indiquent différents auteurs ^[90,106,107], la ferrite déformée durant le laminage réalise sa restauration et sa recristallisation durant la sphéroïdisation de la cémentite. Par conséquent, comme cela sera détaillé dans la partie traitant de la recristallisation de la ferrite, la dureté de la ferrite va également évoluer durant les recuits. On ne peut donc établir avec certitude une relation directe entre la chute de dureté durant les traitements thermiques et les modifications structurales induites par la sphéroïdisation. Nous pourrions tout au plus donner des tendances à titre indicatif (11).

11 Cependant, comme cela sera expliqué à la page 125, la restauration peut être suivie par mesure de résistivité électrique. Après étalonnage, on pourrait donc penser à pouvoir dissocier les contributions de la morphologie de la cémentite et de la recristallisation de la ferrite à la dureté des échantillons.

2) Description des recuits réalisés

Le choix et la réalisation des traitements thermiques nécessaires à l'étude de la sphéroïdisation de la cémentite constitue un élément important de ce travail étant donné qu'il en détermine ses limites. C'est pourquoi ces deux points vont être détaillés ci-dessous.

2.1) Criblage préliminaire des températures et durées de traitement thermique

Afin de définir les caractéristiques des traitements thermiques à réaliser sous champ magnétique, un criblage en température et en durée a été réalisé. Les traitements thermiques choisis devront permettre d'étudier tant la sphéroïdisation que le début du mûrissement des globules. Pour bénéficier d'une cinétique de sphéroïdisation rapide, les essais de criblage ont été menés sur les échantillons qui viennent d'être laminés et ce, sans subir une nouvelle austénitisation. Le criblage a été réalisé à une température fixe de $\sim 605^{\circ}\text{C}$ et les échantillons ont été caractérisés par mesure de dureté. L'étude a été réalisée avec le four « 1T » décrit dans l'annexe F. Le Tableau 9 regroupe les caractéristiques des différents traitements thermiques réalisés ainsi que les duretés obtenues.

Identifiant	Durée (min)	Température ($^{\circ}\text{C}$)	Dureté (HV)	Intervalle de confiance (95 %)
X66	16	608	341	3
X68	29	604	333	2
X62	60	604	323	3
X50	119	604	308	2
X49	357	604	286	2
X46	2496	605	260	4

Tableau 9: Paramètres du criblage en durée des traitements thermiques et propriétés mécaniques observées.

La Fig. 67 présente les valeurs de dureté mesurées indiquées dans le Tableau 9 en fonction de la durée du recuit.

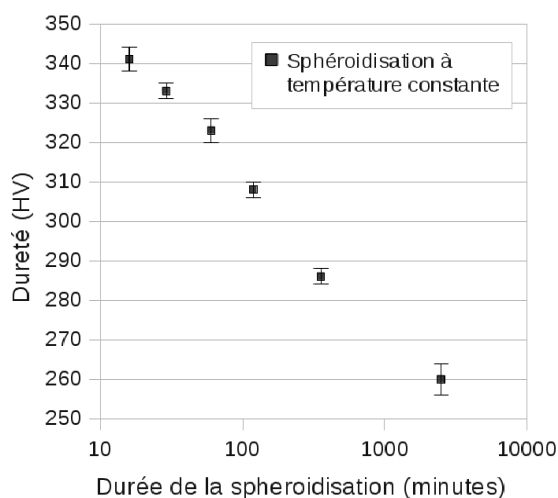


Fig. 67: Criblage de l'effet de la durée du traitement thermique.

Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 67, à la température de 605°C, la dureté des échantillons diminue presque linéairement avec la durée du recuit pour atteindre une valeur de dureté de 260HV. Les analyses micrographiques ont montré qu'à partir de 2h de recuit, la sphéroïdisation des échantillons est déjà bien avancée. A partir de 6h de recuit, le mûrissement de certains globules a débuté.

Cependant, pour atteindre les états de sphéroïdisation les plus avancés, des traitements thermiques d'une durée de 42h sont nécessaires. Or, au vu de l'autonomie de l'aimant supraconducteur utilisé, de l'ordre de 24h, et du coût lié à l'utilisation de celui-ci, il serait intéressant de se limiter à des recuits dont la durée de traitement thermique ne dépasse pas 1 à 2 heures. La solution consiste donc à travailler avec des durées de recuit limitées mais à des températures différentes.

Afin d'avoir accès tant au début de la sphéroïdisation qu'au mûrissement des globules, nous avons décidé de travailler à des températures multiples. Afin de choisir celles-ci, une autre série de traitements thermiques, à durée constante de 1/2h, a été réalisée. Le Tableau 10 présente les caractéristiques des différents traitements thermiques réalisés ainsi que les duretés obtenues.

Identifiant	Durée (min)	Température (°C)	Dureté (HV)	Intervalle de confiance (95 %)
X80	31	569	338	3
X83	31	588	326	3
X68	29	604	333	2
X81	31	619	322	5
X82	31	640	304	4
X79	31	656	275	3

Tableau 10: Paramètres du criblage en température des traitements thermiques et propriétés mécaniques observées.

La Fig. 68 présente les valeurs de dureté observées en fonction de la température du recuit.

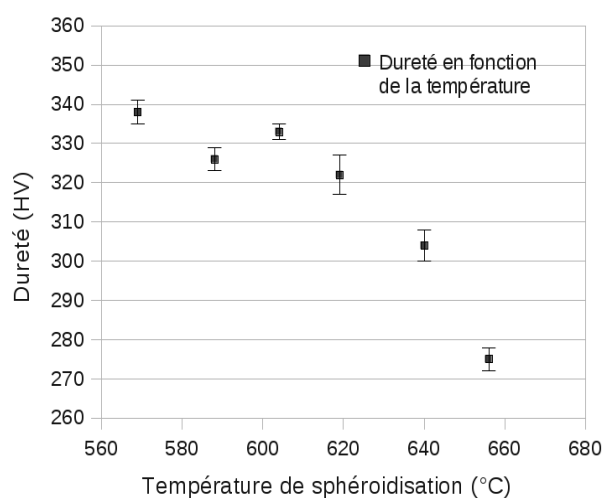


Fig. 68: Criblage de l'effet de la température du traitement thermique.

Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 68, il semblerait qu'il y ait deux régimes de transformation en fonction de la température de recuit. Ainsi, pour une durée de recuit constante de 30 minutes, la dureté des échantillons semble diminuer lentement jusqu'aux alentours de 600°C. Ensuite, pour des températures plus élevées, la dureté des échantillons paraît chuter plus brutalement. Nous pouvons également remarquer qu'un recuit de 30 minutes à 650°C permet d'obtenir une dureté proche de celle obtenue pour un recuit de 42 heures à 600°C.

Au vu de ces résultats, et afin de pouvoir étudier en détail tant le début que la fin de la sphéroïdisation, nous avons décidé de réaliser les traitements thermiques à deux températures :

- Une température basse (580°C) afin d'étudier le début de la sphéroïdisation,
- Une température élevée (650°C) afin d'observer la fin de la transformation ainsi que le début du mûrissement des globules.

Compte tenu de l'évolution de la dureté observée sur la Fig. 67, six durées de traitements thermiques comprises entre 2 et 140 minutes seront étudiées.

Afin de pouvoir déterminer l'éventuel effet du champ magnétique, des échantillons équivalents seront également réalisés sous champ magnétique. Le Tableau 11 reprend les différentes variables étudiées par la suite et les valeurs de celles-ci :

Variable	Valeurs
Température (°C)	580, 650
Durée (min)	2, 5, 12, 26, 60, 140
Induction magnétique (T)	0, 4

Tableau 11: Variables et valeurs utilisées pour étudier la sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique.

2.2) Description du four utilisé pour réaliser les recuits

Le four utilisé pour réaliser les recuits constitue en lui-même un élément crucial de la réalisation de ce travail. Celui-ci a été développé en collaboration avec le CRM Group. L'aimant dans lequel celui-ci a été intégré a été étalonné préalablement. La procédure utilisée ainsi que les résultats obtenus lors de l'étalonnage sont indiqués dans l'annexe G. L'étalonnage réalisé a permis de déterminer qu'en injectant un courant de 50A dans l'aimant, une induction magnétique de 4T est obtenue au centre de celui-ci dans une sphère d'au moins 2 cm de diamètre. Cette sphère est centrée au milieu des échantillons réalisés.

L'ensemble du système ainsi mis au point est illustré à la Fig. 69 et est composé de :

- Un four cylindrique (entouré en vert) placé au centre de l'aimant (entouré en rouge),
- Un panneau de régulation des fluides de refroidissement contrôlé par ordinateur (entouré en rose),
- Un générateur de courant et de tension variable contrôlé par ordinateur (en jaune),
- Un logiciel de pilotage.

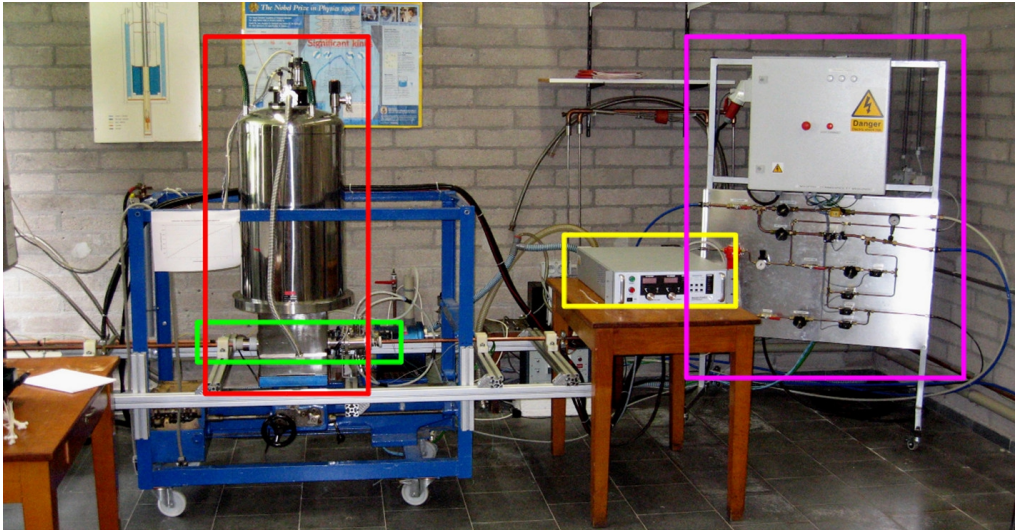


Fig. 69: Équipement permettant de réaliser des recuits sous champ magnétique. Celle-ci est composée d'un four (entouré en vert), d'un aimant supraconducteur (entouré en rouge), d'une unité de contrôle de traitement thermique (entourée en rose) et d'un générateur de courant (entouré en jaune).

La première étape des recuits consiste à introduire les caractéristiques du traitement thermique voulu dans le logiciel de pilotage (durée de la rampe, du palier, température du palier, type de refroidissement). Ensuite, les échantillons de $180 \times 20 \times 1 \text{ mm}^3$ ou de $180 \times 20 \times 0,6 \text{ mm}^3$ sont boulonnés à des barreaux de cuivre (Fig. 70 (b)) et introduits dans l'aimant (Fig. 70 (a)). L'aimant est alors chargé jusqu'à la valeur de champ magnétique souhaitée. Une fois l'induction magnétique stabilisée, le traitement thermique est lancé par l'intermédiaire du logiciel. Celui-ci contrôle le générateur de courant qui injecte dans les barreaux en cuivre un courant de tension et d'intensité variable afin de chauffer les échantillons par effet Joules. A la fin du traitement thermique, le logiciel de pilotage gère l'ouverture des différentes électrovannes ce qui permet de réaliser la trempe ou le refroidissement des échantillons (Fig. 70 (c)).

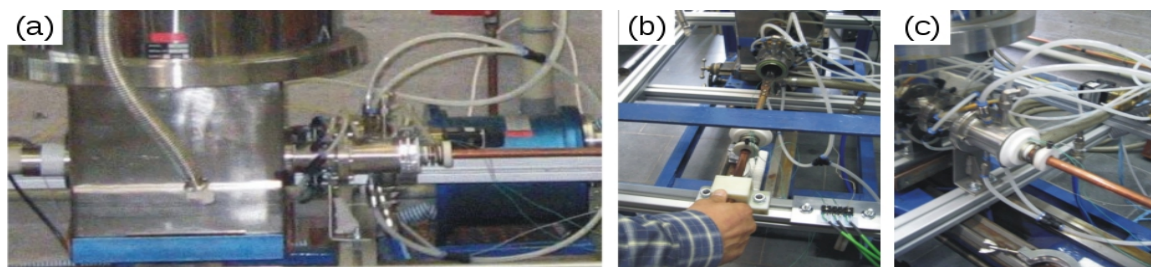


Fig. 70: Four « 4T »: (a) vue rapprochée du four placé dans l'aimant, (b) vue de l'introduction d'un échantillon boulonné dans le four et (c) vue rapprochée du système de refroidissement du four.

La Fig. 71 présente un schéma de l'intérieur du four.

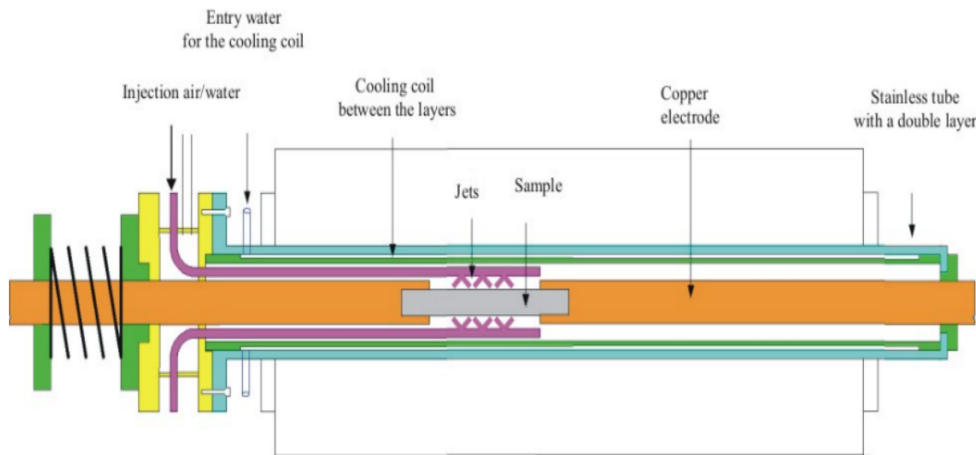


Fig. 71: Schéma illustratif du four utilisé pour réaliser les recuits.

A l'aide de cette installation, il est possible d'atteindre en quelques minutes la température d'austénitisation des échantillons ($\sim 900^{\circ}\text{C}$). En fonction des vitesses de refroidissement sélectionnées, il est possible d'étudier les transformations au refroidissement ou de réaliser des transformations isothermes. L'enceinte peut également être placée sous azote afin d'éviter l'oxydation des échantillons.

Deux types de thermocouples sont soudés sur les échantillons :

- Le thermocouple à perle : celui-ci est très peu influencé par le courant qui parcourt l'échantillon. Ce thermocouple sert à donner en temps-réel une indication au logiciel de pilotage concernant la température en peau de l'échantillon. Le logiciel modifie alors le courant et la tension produite par le générateur pour suivre le plus fidèlement possible la température de consigne.
- La paire de thermocouples : celle-ci est constituée de deux fils de thermocouple séparés approximativement de 1 mm. Ce thermocouple mesure la température au sein de l'échantillon et sert à corriger la température de consigne. En effet, étant donné que le générateur de courant est régulé à l'aide du thermocouple à perle qui mesure la température en peau de l'échantillon, il peut exister une incertitude concernant la température atteinte au cœur de l'échantillon. C'est pourquoi, une fois arrivé à 25°C de la température de consigne demandée, le générateur cesse pendant 2 secondes d'injecter du courant dans l'échantillon. Pendant ce laps de temps, une mesure précise de la température au cœur de l'échantillon est réalisée à l'aide de la paire de thermocouples. La température de consigne est alors corrigée en comparant la valeur obtenue par la paire de thermocouples à celle mesurée par le thermocouple « à perle ».

La Fig. 72 illustre ces propos.

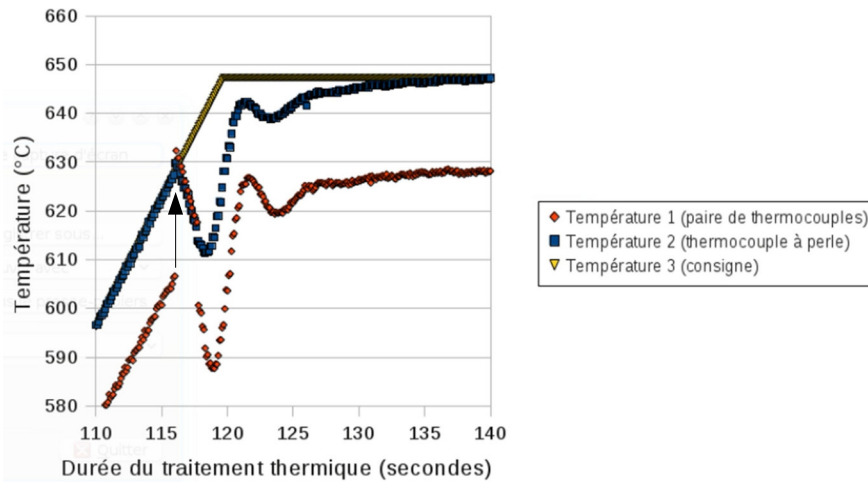


Fig. 72: Zoom sur la zone de correction de la température de consigne.

Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 72, le chauffage à effet Joules permet d'atteindre la température de 650°C en seulement deux minutes. Comme cela a été expliqué ci-dessus, une fois la température de l'échantillon arrivée à 25°C de la température de consigne, le générateur cesse d'injecter du courant. La température mesurée par la paire de thermocouples, indiquée par des losanges rouge, est alors brutalement modifiée car elle n'est plus influencée par le courant parcourant l'échantillon. Ceci permet de corriger la température de consigne. Dans ce cas, celle-ci devient 648°C.

2.3) Caractéristiques des traitements thermiques réalisés

Le criblage réalisé (point 2.1, page 69) a indiqué que, pour étudier l'ensemble du processus de sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique, les recuits devraient être réalisés à 580°C et 650°C pour des durées de 2, 5, 11, 26, 60 et 140 minutes. Le Tableau 12, présenté ci-après, regroupe les identifiants et caractéristiques des traitements thermiques réalisés.

Identifiant	Durée exigée (min)	Durée réelle (min)	Température exigée (°C)	Température réelle (°C)	Courant (A)
I0	/	/	/	/	/
I1	2	3	580	576	0
I2	5	6	580	577	0
I3	11	12	580	577	0
I4	26	27	580	578	0
I5	60	61	580	578	0
I6	140	141	580	576	0
I7	2	3	650	648	0
I8	5	6	650	644	0
I9	11	12	650	647	0
I10	26	27	650	644	0
I11	60	61	650	651	0
I12	140	141	650	647	0
I1C	2	3	580	575	50
I2C	5	6	580	579	50
I3C	11	12	580	581	50
I4C	26	27	580	577	50
I5C	60	61	580	580	50
I6C	140	141	580	580	50
I7C	2	3	650	647	50
I8C	5	6	650	649	50
I9C	11	12	650	647	50
I10C	26	27	650	648	50
I11C	60	61	650	645	50
I12C	140	141	650	648	50

Tableau 12: Caractéristiques des traitements thermiques réalisés pour étudier la sphéroïdisation de la cémentite.

2.3.1) Concepts de durée et température réelle des recuits

Nous pouvons observer dans le Tableau 12 qu'une distinction est effectuée entre les durées et températures exigées des recuits et les durées et températures réelles.

En effet, en analysant en détail les recuits réalisés nous avons observé que la durée réelle du recuit dépassait souvent celle demandée. Ceci résulte de l'approche asymptotique de la température de consigne (Fig. 72). Afin de tenir compte de cette variabilité, le concept de « durée réelle de traitement thermique » a été introduit. Cette durée représente le temps écoulé entre le moment où la température de l'échantillon dépasse 500°C et le moment où la trempe est effectuée. En effet, on peut considérer qu'en deçà de cette température (<500°C), et pour un temps de résidence inférieur à 2 minutes, il n'y a peu ou pas d'évolution au sein de la microstructure des échantillons.

D'autre part, comme nous l'avons indiqué précédemment (point 2.2, page 71), la température de consigne est corrigée pour que la température atteinte en cours de recuit soit aussi proche que possible de la température demandée. La température de consigne devrait donc être proche de la valeur exigée. Néanmoins, si la température de peau n'est pas mesurée correctement lors de la correction, par exemple à cause d'un courant résiduel, ou encore d'un point chaud, la température de consigne présentera une erreur. Afin de tenir compte de cette éventualité, nous avons considéré que la température réellement atteinte lors du recuit est la première mesure réalisée par la paire de thermocouples lorsque l'alimentation est coupée juste avant la trempe (dernier point rouge sur la Fig. 73). Dans le cas illustré sur la Fig. 73, la température réelle de recuit est donc de 645°C.

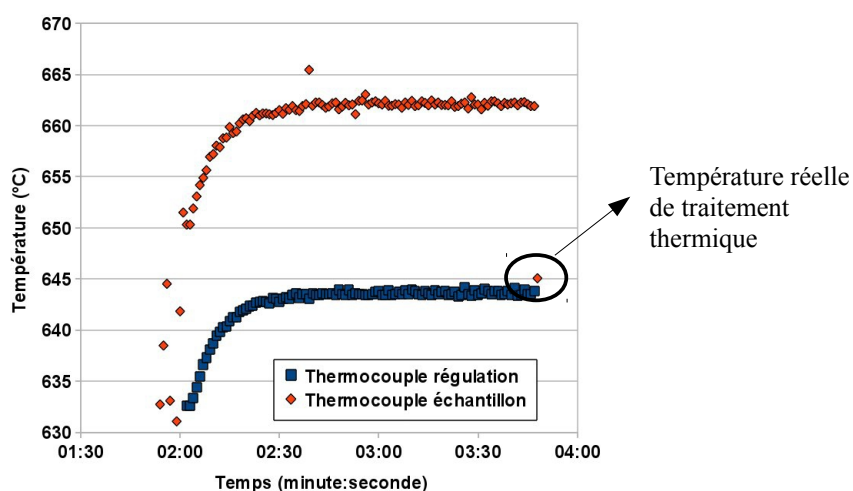


Fig. 73: Illustration de la température réelle de traitement thermique.

Comme nous pouvons le voir sur le Tableau 12, les durées réelles de traitement thermique surpassent d'une minute les durées demandées. On peut également observer que de manière générale, les températures de recuit sont bien respectées. L'écart maximum observé à la température de consigne n'est que de 6°C. Ceci souligne l'efficacité du four développé.

CHAPITRE V : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique – Résultats

1) Effet de la température et de la durée du recuit

1.1) Caractéristiques des échantillons étudiés

La composition chimique des aciers perlitiques étudiés dans ce travail est indiquée dans le Tableau 13 :

Carbone	Manganèse	Silicium	Molybdène	Chrome	Fer
0.7	1.5	0.5	<0.1	0.2	Bal.

Tableau 13: Composition chimique (en poids) des aciers perlitiques étudiés.

Après avoir été austénitisés pendant 1 heure à 1250°C, les échantillons ont subi un laminage en 4 passes (30-20-12-7-3.8 mm) et ont été bobinés à 680°C. Une fois refroidi, l'acier a été laminé à froid jusqu'à une épaisseur de 1mm et des échantillons de 180×20×1 mm³ ont été découpés. Comme cela a été indiqué au point 1.2.3, la fraction en volume de cémentite présente dans les échantillons, obtenue par la loi des leviers, est de 10.2 %.

La microstructure des échantillons avant recuit est caractérisée par une structure largement lamellaire. Cependant, suite aux laminage à froid que l'acier a subi, une partie des lamelles présente déjà un aspect fragmenté (Fig. 74). La dureté des échantillon de départ est de 377 +/- 5HV.

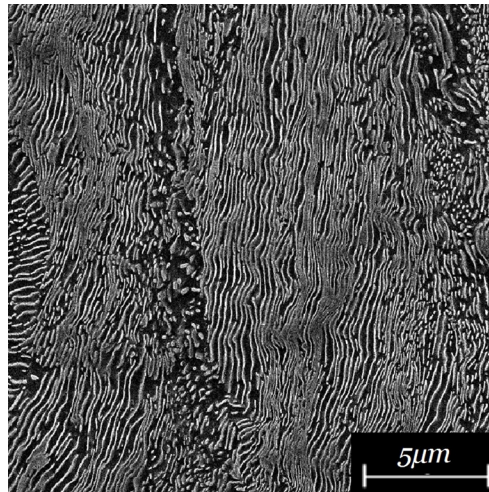


Fig. 74: Microstructure des échantillons avant recuit.

Nous avons employé la méthode décrite au point 1.2.4 pour déterminer l'espace interlamellaire de la perlite qui constitue les échantillons. Le nombre moyen d'intersections entre le cercle et les interfaces ferrite/cémentite obtenu est de 60,3. Étant donné que, dans le cas qui nous occupe, le disque a été créé directement pour chaque image, nous connaissons son diamètre réel D_r (8µm).

La formule [34], utilisée pour déterminer l'espace inter-lamellaire apparent aléatoire peut donc être transformée comme suit (formule [38]):

$$\sigma_r = \frac{\pi D_r}{n} \quad [38]$$

En remplaçant les valeurs de D_r et de n par 8 et 60.3 dans la formule [38], nous pouvons déterminer que l'espace inter-lamellaire apparent aléatoire est de 417nm. Suivant ce qu'indique la formule [35], l'espace inter-lamellaire réel est donc de 208nm.

Les échantillons ayant été laminés à froid avant les recuits, les cinétiques de transformations attendues sont élevées. En effet, comme nous pouvons le voir sur la Fig. 75, de nombreux défauts sont présents dans les lamelles suite à ce laminage. Ainsi, des bandes de cisaillement sont visibles dans l'échantillon (Fig. 75 (a)) et les lamelles qui pointent dans la direction de laminage sont étirées et affinées (Fig. 75 (b)). Par contre, les lamelles de direction orthogonales à cette direction sont brisées (Fig. 75 (c)) ou du moins déformées (Fig. 75 (d)).

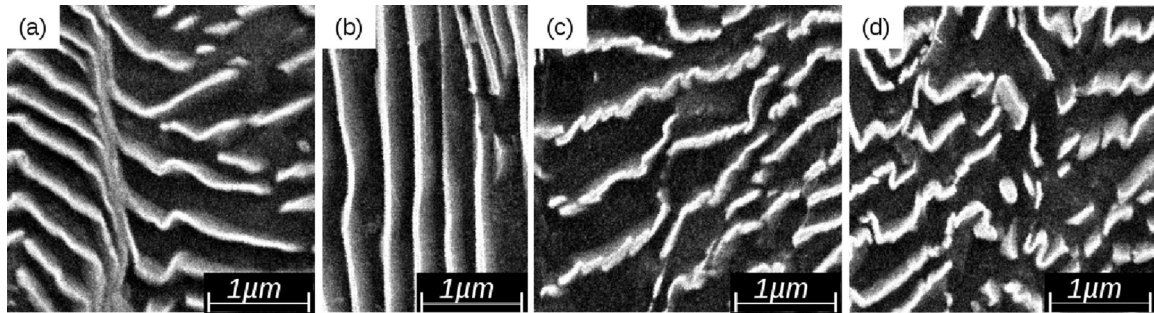


Fig. 75: Défauts présents dans la microstructure perlitique initiale : (a) bande de cisaillement, (b) lamelles étirées et affinées, (c) lamelles brisées et (d) lamelles déformées. Direction de laminage verticale.

1.2) Mesure de dureté

Avant d'être analysés par microscopie électronique, les échantillons ont été caractérisés par mesure de dureté. Le Tableau 14, voir ci-dessous, présente les températures et durées réelles des traitements thermiques réalisés sans champ magnétique ainsi que le résultat des mesures de dureté correspondantes.

Identifiant des échantillons	Durée traitement thermique (min)	Température traitement thermique (°C)	Dureté (HV)	Ecart-type	Intervalle de confiance (95 %)
I0	/	/	378,2	6,1	5,3
I1	3	576	360,4	3,0	2,6
I2	6	577	345,0	4,9	3,9
I3	12	577	341,8	2,3	2,0
I4	27	578	333,2	8,1	7,1
I5	61	578	318,0	2,3	2,1
I6	141	576	315,7	2,1	1,6
I7	3	648	326,4	3,4	2,9
I8	6	644	313,2	5,9	5,1
I9	12	647	297,2	6,1	5,3
I10	27	644	284,8	3,7	3,2
I11	61	651	277,2	3,1	2,1
I12	141	647	268,8	1,5	12

Tableau 14: Dureté des échantillons recuits sans champ magnétique (I0 à I12).

La Fig. 76 présente les valeurs de dureté indiquées dans le Tableau 14 en fonction de la durée du traitement thermique pour les deux températures de recuit.

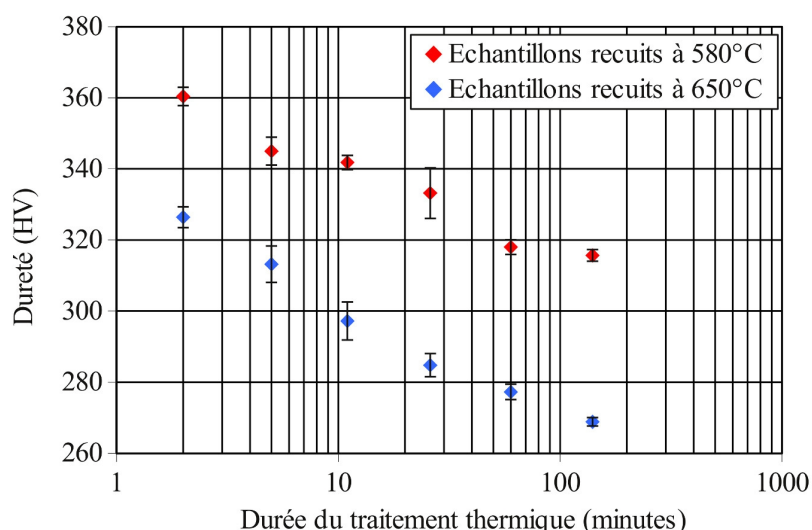


Fig. 76: Évolution de la dureté en fonction de la durée du recuit pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C.

La Fig. 76 nous permet de voir les effets de la durée et de la température du recuit sur la dureté des échantillons. Ainsi, aux températures constantes de 580°C et de 650°C, la dureté des échantillons diminue quand la durée du recuit augmente. Il semble que cette chute de dureté soit plus rapide à 650 qu'à 580°C. D'autre part, à durée de recuit constante, la dureté des échantillons chute quand la température de recuit augmente. Ces évolutions des propriétés mécaniques sont dues à la sphéroïdisation de la cémentite et sans doute à la recristallisation de la ferrite présente dans les échantillons.

Cette figure confirme également que les gammes de température et de durée des recuits ont été correctement choisies car la dureté des échantillons couvre l'intégralité des duretés comprises entre 360 et 270HV.

1.3) Analyse micrographique

Les Fig. 77 et Fig. 78 présentent respectivement les microstructures des échantillons recuits sans champ magnétique pendant 2, 5, 11, 26, 60 et 140 minutes à 580°C (I1 à I6) et à 650°C (I7 à I12). Ces images représentent 9 % des images d'origine.

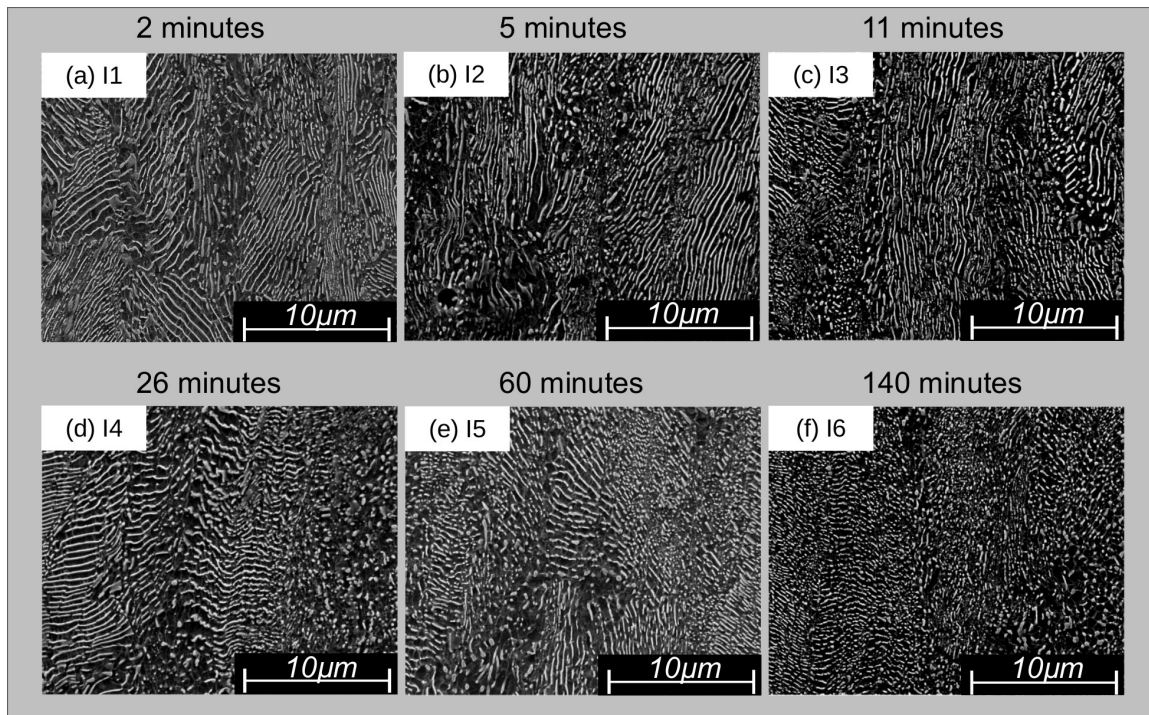


Fig. 77: Micrographies des échantillons recuits à 580°C : (a) I1, (b) I2, (c) I3, (d) I4, (e) I5 et (f) I6. Grossissement de 1500X.

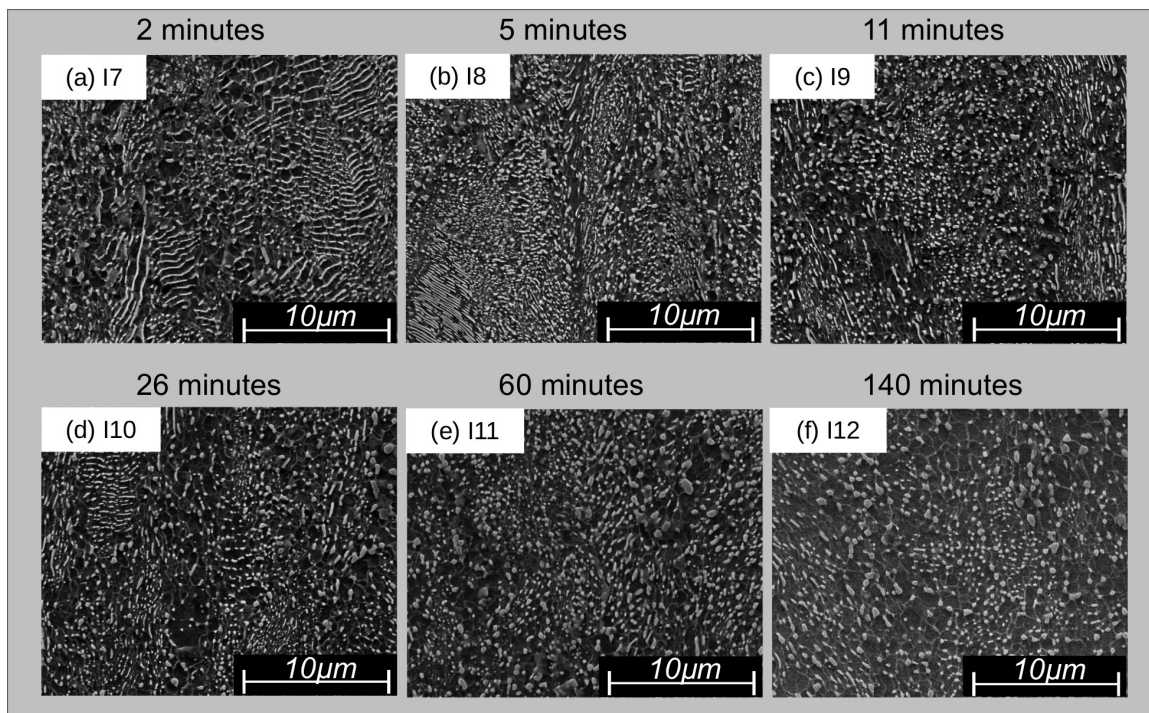


Fig. 78: Micrographies des échantillons recuits à 650°C : (a) I7 (b) I8, (c) I9, (d) I10, (e) I11 et (f) I12. Grossissement de 1500X.

Ces micrographies nous permettent d'observer l'évolution de la microstructure des échantillons lors de l'augmentation de la durée ou la température du recuit.

Ainsi, on peut voir que pour un recuit de 2 minutes à 580°C (Fig. 77 (a)), la microstructure présente toujours une tendance fort lamellaire. Par contre, après 5 minutes à 580°C (Fig. 77 (b)), une partie des lamelles est déjà brisée. Cette segmentation se poursuit lorsque l'on augmente la durée du recuit jusqu'à 140 minutes. Il est à noter qu'à partir de 11 minutes de recuit (Fig. 77 (c)), une quantité significative de perlite globulaire est observée.

Augmenter la température de recuit de 70°C induit une grande différence de microstructure. Ainsi, dès deux minutes de recuit, les lamelles sont fort fragmentées et des globules sont présents (Fig. 78 (a)). Cependant, comme nous pouvons l'observer sur la Fig. 78 (b), des lamelles sont encore présentes après 5 minutes de recuit à 650°C. Ces lamelles sont très régulières et présentent peu de défauts. Elles sont donc très stables vis-à-vis de la sphéroïdisation. En analysant les micrographies des échantillons recuits entre 11 et 140 minutes à 650°C (Fig. 78 (c) à Fig. 78 (f)), nous pouvons visualiser un début de mûrissement de certains globules conduisant à un grossissement de ceux-ci.

Ces modifications de microstructures sont à mettre en relation avec l'évolution des propriétés mécaniques observées préalablement. Pour obtenir des informations quantitatives concernant ces microstructures, il est nécessaire de recourir à l'analyse d'images.

1.4) Analyse d'images – État d'avancement de la transformation

Nous avons à notre disposition deux mesures pour quantifier l'état d'avancement de la sphéroïdisation des échantillons, à savoir la mesure de la fraction sphéroïdisée et le facteur de Fischmeister. Les résultats obtenus avec ces deux méthodes sont présentés dans les deux points suivants.

1.4.1) Fraction sphéroïdisée

1.4.1.i) Optimisation du nombre d'images analysées

Afin d'optimiser le nombre d'images à analyser, nous avons mesuré les fractions sphéroïdisées dans 14 images de l'échantillon de référence I0. Le rapport longueur/largeur utilisé pour séparer les lamelles des globules a été fixé à 8, comme expliqué au point suivant, une valeur souvent usitée dans la littérature ^[67,68,99]. Nous avons alors déterminé l'évolution de la fraction sphéroïdisée moyenne en fonction du nombre d'images analysées.

La Fig. 79 présente le résultat obtenu.

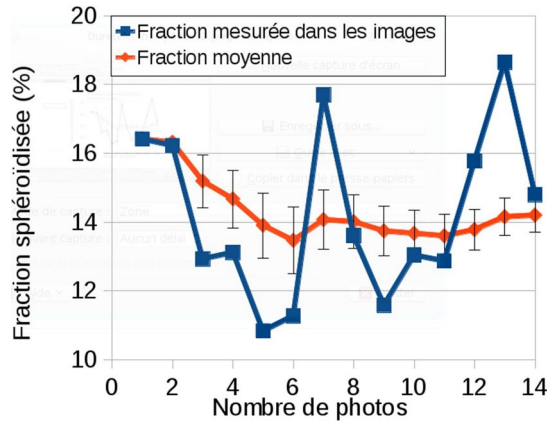


Fig. 79: Fraction sphéroïdisée mesurée par image et fraction sphéroïdisée moyenne.

Nous pouvons observer sur la Fig. 79 que même si les surfaces analysées sont importantes, de larges fluctuations de fraction sphéroïdisée sont observées entre certaines images d'un même échantillon. Les valeurs mesurées varient entre 10.8 et 18.7 %. La courbe rouge indique que la valeur moyenne de fraction sphéroïdisée mesurée ne semble plus fortement varier à partir de 7 images. Seul l'intervalle de confiance continue de diminuer, en passant de 0.86 à 0.50.

Sur base de cette figure et du temps nécessaire à l'enregistrement et à l'analyse des images, nous avons considéré qu'étudier 7 images par échantillon constitue un bon compromis entre la précision de la mesure et le temps d'analyse.

1.4.1.ii) Optimisation du rapport longueur/largeur

Les valeurs de rapport longueur/largeur utilisées dans la littérature pour dissocier les lamelles des globules sont, de manière générale, choisies arbitrairement. Dans le cadre de ce travail, nous avons choisi ce rapport longueur/largeur sur base des caractéristiques de nos échantillons.

Pour ce faire, nous avons déterminé les fractions sphéroïdisées des échantillons recuits à 580°C et à 650°C pour différentes valeurs de rapports longueur/largeur comprises entre 1 et 20. Ensuite, nous avons déterminé, pour chacune de ces valeurs, la qualité de la régression linéaire obtenue en portant la dureté des échantillons en fonction de la fraction sphéroïdisée pour chacune de ces valeurs. Le paramètre utilisé pour déterminer la qualité de la régression est le χ^2 donné par la formule [39] :

$$\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y_{iobs} - y_{icalc})^2}{y_{iobs}} \quad [39]$$

où y_{iobs} est la valeur de dureté observée pour une fraction de perlite sphéroïdisée donnée et y_{icalc} est la valeur de dureté déterminée à l'aide de la régression pour une fraction de perlite sphéroïdisée donnée.

La Fig. 80 illustre la valeur du χ^2 en fonction du rapport longueur/largeur utilisé pour distinguer les lamelles des globules pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C.

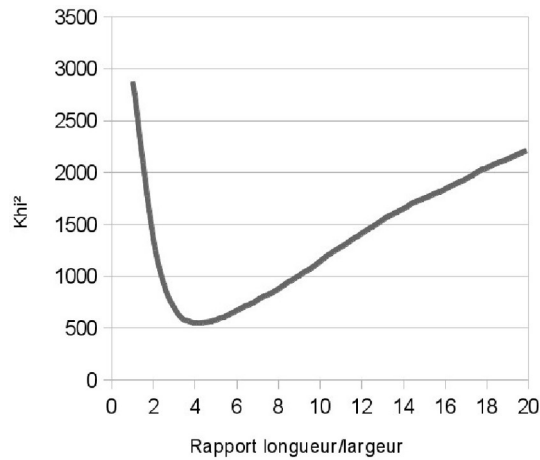


Fig. 80: Chi² en fonction du rapport longueur/largeur utilisé pour distinguer les lamelles des globules pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C.

Cette figure nous indique qu'un rapport de 4 semble être le meilleur compromis pour distinguer les lamelles des globules. En effet, ce critère permet d'obtenir la meilleure régression linéaire de la dureté en fonction de la fraction sphéroïdisée.

Cependant, un problème surgit si l'on présente la dureté en fonction de la fraction sphéroïdisée pour les échantillons I1 à I12 (Fig. 81).

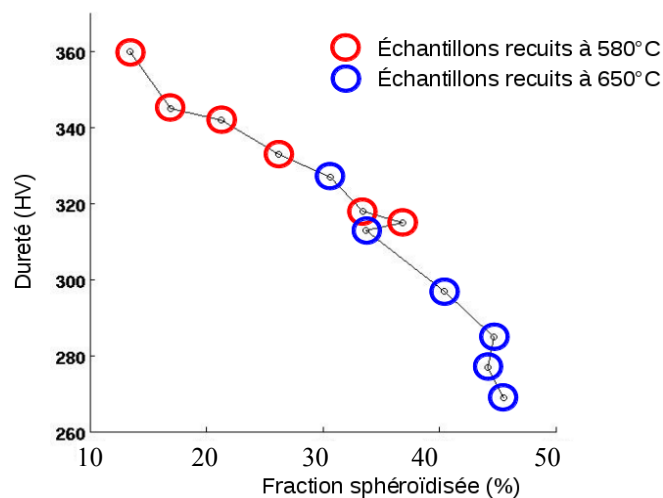


Fig. 81: Évolution de la dureté en fonction de la fraction sphéroïdisée pour les échantillons recuits à 580°C et à 650°C.

Ainsi, nous pouvons observer sur la Fig. 81 que la dureté des échantillons recuits à 580°C semble bien évoluer proportionnellement à la fraction sphéroïdisée. Par contre, l'évolution observée ne semble plus être proportionnelle pour les échantillons recuits à 650°C. De plus, la fraction sphéroïdisée des échantillons recuits à 650°C semble atteindre une « limite », située aux alentours de 45 %, tandis que leur dureté continue de chuter.

Afin d'éviter ce problème, nous avons décidé d'optimiser le rapport longueur/largeur en séparant les contributions des échantillons recuits à 580°C et 650°C. En d'autres termes, nous avons cherché la valeur de χ^2_{somme} qui permet de minimiser :

$$\chi^2_{\text{somme}} = (\chi^2_{580}) + (\chi^2_{650}) \quad (40)$$

où χ^2_{580} et χ^2_{650} sont respectivement les valeurs du χ^2 de la régression des duretés des échantillons recuits à 580°C et à 650°C en fonction de leur fraction sphéroïdisée.

La Fig. 82 présente le résultat des mesures.

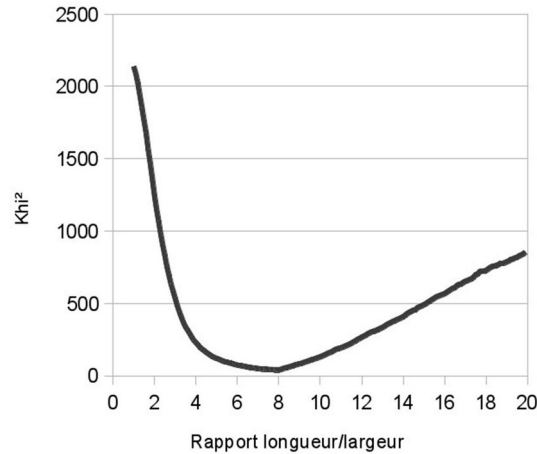


Fig. 82 : χ^2_{somme} en fonction du rapport longueur/largeur utilisé pour distinguer les lamelles des globules pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C.

Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 82, un rapport longueur/largeur de 8 permet d'obtenir une régression quasi linéaire entre la dureté et la fraction sphéroïdisée. Ceci est confirmé par la Fig. 83 qui présente l'évolution de la dureté en fonction de la fraction sphéroïdisée pour les échantillons recuits à 580°C et à 650°C.

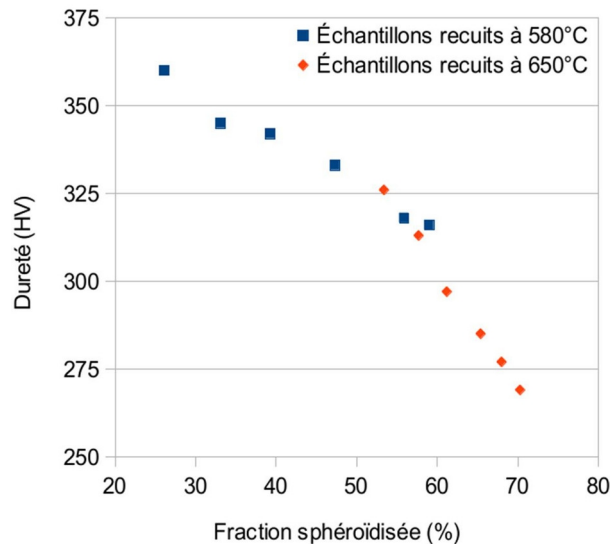


Fig. 83 : Évolution de la dureté en fonction de la fraction sphéroïdisée pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C.

Dès lors, le rapport longueur/largeur 8 sera utilisé par la suite pour distinguer les lamelles des globules.

1.4.1.iii) Résultats des mesures de fractions sphéroïdisées

Les fractions de cémentite sphéroïdisée des échantillons recuits à 580°C et 650°C sans champ magnétique ont été déterminées à l'aide du rapport longueur/largeur déterminé ci-dessus. Le Tableau 15 présente les résultats obtenus.

Identifiant	Durée traitement thermique (min)	Température traitement thermique (°C)	Fraction sphéroïdisée (%)	Ecart-type	Intervalle de confiance à 95%
I0	/	/	14,2	2,4	1,3
I1	3	576	26,1	3,8	3,0
I2	6	577	33,1	3,1	2,3
I3	12	577	39,3	4,4	3,3
I4	27	578	47,3	5,7	4,2
I5	61	578	55,9	9,4	7,0
I6	141	576	59,0	10,2	5,3
I7	3	648	53,4	4,8	3,6
I8	6	644	57,7	3,5	2,6
I9	12	647	61,2	9,5	5,0
I10	27	644	65,4	5,4	5,3
I11	61	651	68,0	4,6	3,4
I12	141	647	70,3	3,2	2,3

Tableau 15: Fractions sphéroïdisées des échantillons recuits sans champ magnétique (I0 à I12).

Les valeurs indiquées dans le Tableau 15 sont portées en fonction de la durée du recuit sur la Fig. 84.

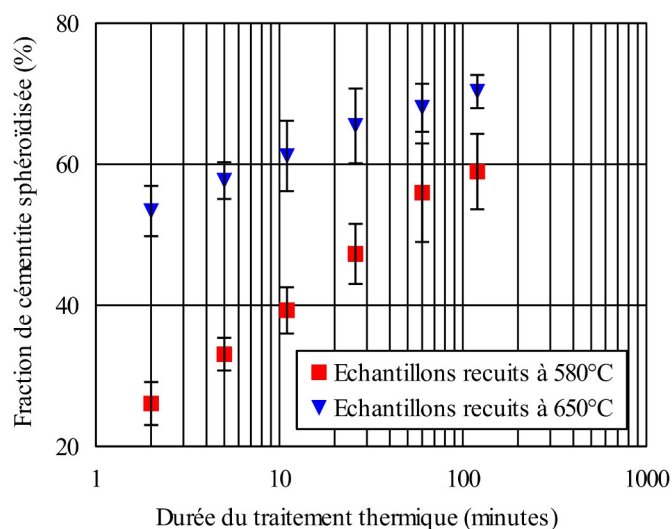


Fig. 84: Évolution de la fraction sphéroïdisée en fonction de la durée du recuit pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C.

Nous pouvons constater à l'aide de cette figure que les fractions de cémentite sphéroïdisée augmentent quand la température ou la durée du recuit augmente. Cette évolution est plus marquée pour les échantillons recuits à 580°C qu'à 650°C.

1.4.1.iv) Nombre d'éléments lamellaires et globulaires

La distinction des lamelles et des globules ayant été effectuée dans les images des différents échantillons, il est à présent possible de déterminer le nombre d'éléments appartenant à chacune de ces populations. Le Tableau 16 reprend ces valeurs pour les échantillons I0 à I12.

Identifiant des échantillons	Durée traitement thermique (min)	Température traitement thermique (°C)	Nombre moyen d'éléments lamellaires (par image)	Nombre moyen d'éléments globulaires (par image)
I0	/	/	13925	4952
I1	3	576	10427	9039
I2	6	577	8778	9881
I3	12	577	8245	12787
I4	27	578	6853	13914
I5	61	578	4981	13934
I6	141	576	5856	17499
I7	3	648	5603	13820
I8	6	644	6642	16687
I9	12	647	4861	14522
I10	27	644	2694	13810
I11	61	651	3290	10756
I12	141	647	2994	11452

Tableau 16: Nombre d'éléments lamellaires et globulaires des échantillons recuits sans champ magnétique (I0 à I12).

Pour plus de lisibilité, les valeurs indiquées dans le Tableau 16 sont présentées sous forme graphique pour les échantillons traités à 580°C et 650°C (Fig. 85 (a) et (b)).

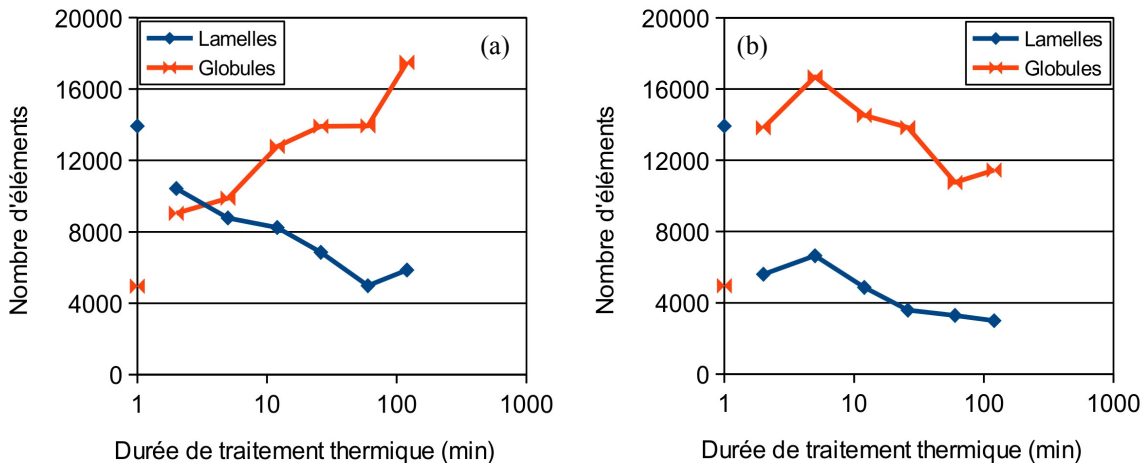


Fig. 85: Évolution du nombre d'éléments lamellaires et globulaires en fonction de la durée de recuit pour les échantillons recuits (a) à 580°C et (b) à 650°C.

La Fig. 85 nous permet de voir que sous l'effet de la sphéroïdisation de la cémentite, le nombre de lamelles des échantillons recuits à 580°C (I1 à I6), décroît de façon quasi constante quand la durée du recuit augmente. L'échantillon I5, traité pendant 60 minutes semble présenter un nombre de lamelles trop faible. Parallèlement à cela, le nombre de globules, indiqué en rouge, augmente constamment quand la durée du recuit augmente. Ceci nous amène à penser que le mûrissement de ceux-ci n'a pas encore débuté ou que le mûrissement possède une cinétique très lente.

En ce qui concerne les échantillons recuits à 650°C (I7 à I12), la Fig. 85 nous indique que le nombre de lamelles décroît quand la durée du recuit augmente. De ce fait, nous pouvons penser que la production de globule a encore lieu, même pour les plus longues durées de recuit. Suite à une erreur de mesure, l'échantillon I8 possède trop de lamelles par rapport aux autres échantillons. Pour les plus longues durées de recuit, le nombre de lamelles semble se stabiliser aux alentours de 3000 unités par image. Contrairement à ce qui a été observé pour les recuits réalisés à 580°C, le nombre de globules par image tend à diminuer quand la durée du recuit augmente. Ceci nous indique qu'à 650°C, et pour des durées de recuit supérieures à 11 minutes, le mûrissement de certains globules a débuté.

1.4.2) Facteur de Fischmeister

Comme cela a été expliqué dans le point 1.2.4 (page 65), nous avons réalisé des mesures stéréologiques sur les micrographies des différents échantillons pour évaluer leur état de sphéroïdisation. La mesure utilisée est le facteur de Fischmeister. Pour rappel, celui-ci prend des valeurs élevées pour une structure lamellaire et des valeurs proches de 1 pour une structure composée uniquement de globules. Le Tableau 17 présente le résultat des mesures pour les échantillons I0 à I12.

Identifiant des échantillons	Durée traitement thermique (min)	Température traitement thermique (°C)	Facteur de Fischmeister	Ecart-type	Intervalle de confiance (95%)
I0	/	/	8,7	1,8	0,9
I1	3	576	4,4	0,7	0,5
I2	6	577	3,6	0,4	0,3
I3	12	577	3,1	0,2	0,2
I4	27	578	2,7	0,2	0,2
I5	61	578	2,3	0,3	0,2
I6	141	576	2,4	0,4	0,2
I7	3	648	2,5	0,2	0,1
I8	6	644	2,4	0,1	0,1
I9	12	647	2,3	0,4	0,2
I10	27	644	2,1	0,2	0,2
I11	61	651	2,1	0,1	0,1
I12	141	647	2,0	0,2	0,1

Tableau 17: Facteur de Fischmeister des échantillons recuits sans champ magnétique (I0 à I12).

Les valeurs indiquées dans le Tableau 17 sont présentées en fonction de la durée du recuit sur la Fig. 86.

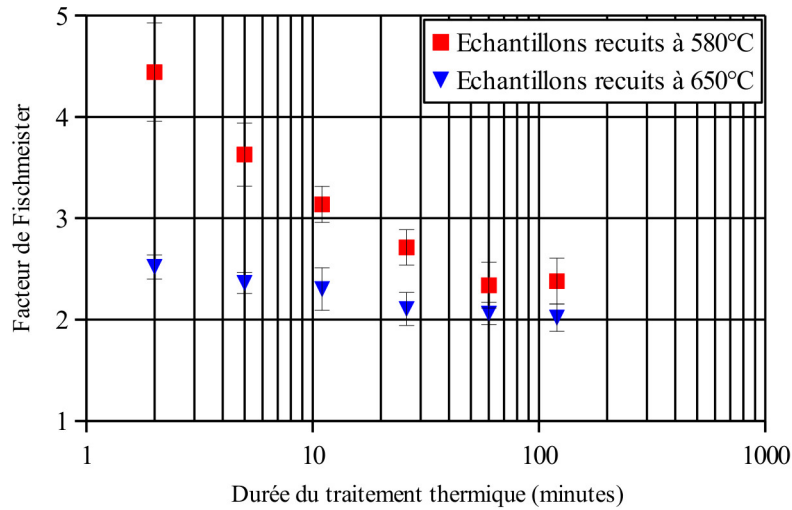


Fig. 86: Évolution du facteur de Fischmeister en fonction de la durée du recuit des échantillons recuits à 580°C et 650°C.

Nous pouvons observer sur la Fig. 86 que les valeurs du facteur de Fischmeister des échantillons recuits à 580°C, en rouge, diminuent très rapidement quand la durée du recuit augmente. Après 140 minutes, on atteint une valeur proche de 2,5. Le facteur de Fischmeister est donc fort sensible à l'évolution de la microstructure de ces échantillons.

Par contre, les valeurs du facteur de Fischmeister des échantillons recuits à 650°C présentent une évolution nettement moins marquée. La mesure semble décroître pour les échantillons recuits 2 à 26 minutes. Par contre, pour les plus longs recuits, le facteur de Fischmeister semble rester constant et tendre vers une valeur de 2. En ce sens, nous pouvons donc dire que cette mesure n'est pas très sensible à l'évolution de la microstructure des échantillons recuits à 650°C.

1.4.2.i) Énergie d'activation de la sphéroïdisation de la cémentite

Comme l'ont indiqué Tian et Kraft ^[69], les mesures de facteur de Fischmeister permettent d'estimer la valeur de l'énergie d'activation de la transformation de sphéroïdisation de la cémentite. Pour cela, ils recommandent de trouver dans l'ensemble des échantillons réalisés, ceux qui présentent des valeurs de facteur F très proches. Dans ce but, nous avons utilisé, hormis les échantillons déjà traités, un échantillon qui n'a pas encore été pris en compte jusqu'à présent dans ce travail. Les caractéristiques des échantillons utilisés sont repris dans le Tableau 18.

Identifiant des échantillons	Durée traitement thermique (min)	Température traitement thermique (°C)	Facteur de Fischmeister	Intervalle de confiance (95%)
I5	61	578	2,3	0,2
I8	6	644	2,4	0,1
IX	12	608	2,3	0,1

Tableau 18: Caractéristiques des traitements thermiques et valeur du facteur f de Fischmeister des échantillons utilisés pour déterminer la valeur de l'énergie d'activation de la sphéroïdisation de la cémentite sans champ magnétique.

Comme nous pouvons le voir dans le Tableau 18, les échantillons sélectionnés ont des valeurs proches de facteur de Fischmeister. En portant le logarithme de la durée des recuits (en secondes) en fonction de l'inverse de la température, nous obtenons la figure Fig. 87.

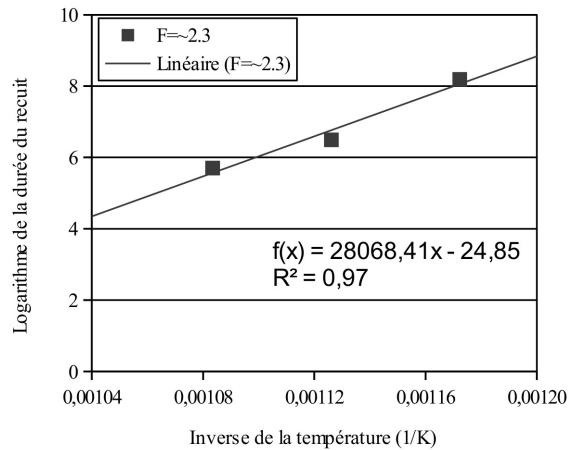


Fig. 87: Régression du logarithme de la durée du recuit en fonction de l'inverse de la température pour les échantillons présentant un facteur de Fischmeister proche de 2.3.

La valeur de la pente de la droite de régression, égale à Q/R , nous permet de déterminer la valeur de l'énergie d'activation (Q) de la transformation. Celle-ci est de $\sim 233\text{kJ}$ ou encore de 55.7kcal . Cette valeur est proche de l'énergie d'activation nécessaire à la diffusion du fer dans la ferrite (60.7kcal/mol , voir Tableau 6, page 47). Par conséquent, dans notre cas, c'est cette diffusion qui joue le rôle de mécanisme limitant de la sphéroïdisation de la cémentite sans champ magnétique.

1.5) Analyse d'images – Caractéristiques locales

Les mesures locales constituent le deuxième type de mesures qui peuvent être réalisées sur les échantillons. Ces mesures sont destinées à obtenir des informations plus détaillées concernant le mécanisme de sphéroïdisation.

1.5.1) Mûrissement des globules

La mesure du diamètre de chacun des globules identifiés dans les images nous permet d'évaluer le mûrissement de ceux-ci. Au vu de ce qui a été dit plus haut, les mûrissements les plus élevés sont attendus pour les échantillons recuits durant de longues périodes à 650°C . Afin de bénéficier d'une résolution suffisante, nous avons choisi d'utiliser un pas de un pixel ($0,01\mu\text{m}$) pour réaliser les distributions en aire des échantillons.

Les Fig. 88 (a) et (b), illustrée ci-dessous, présentent respectivement les distributions en aire des globules de cémentite en fonction de l'aire de ceux-ci pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C . Les données de l'échantillon de référence (I0) sont également indiquées.

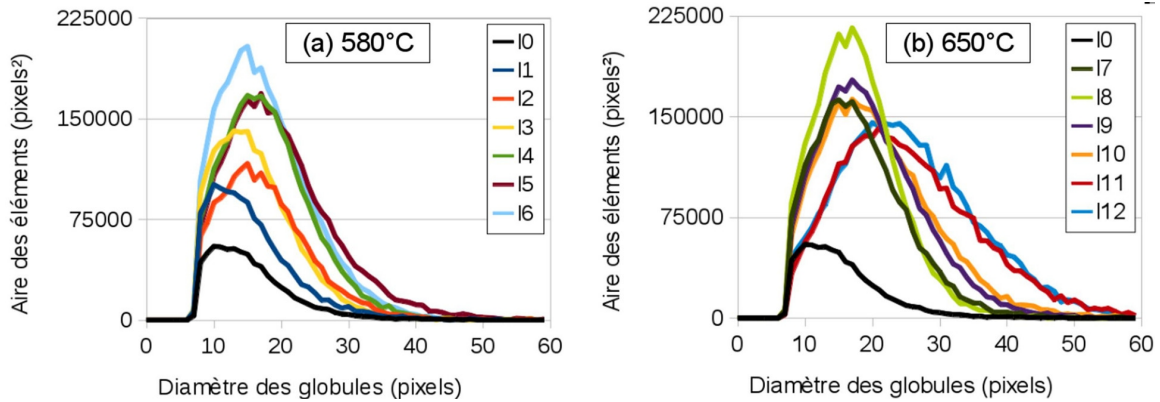


Fig. 88: Distributions en aire des globules de cémentite en fonction du diamètre de ceux-ci pour les échantillons recuits (a) à 580°C et (b) à 650°C. 1 pixel = 0,01 μ m, 1pixel²= 0,0001 μ m².

Ces deux graphiques nous permettent de distinguer deux types de comportement en fonction de la température où le recuit se déroule :

- À 580°C (Fig. 88 (a)), on observe une augmentation de l'aire représentée par les globules ainsi que le début de mûrissement des premiers globules produits. En effet, quand la durée du recuit augmente, les distributions se déplacent vers les plus hautes valeurs de diamètre. Il semblerait également que l'échantillon I5 soit en avance sur l'échantillon I6, ce qui est anormal au vu des traitements thermiques réalisés. On est donc en droit de penser que les images analysées pour l'échantillon I5 ne sont pas représentatives de l'ensemble de celui-ci.
- À 650°C (Fig. 88 (b)), l'évolution des distributions est telle qu'attendue. En effet, nous pouvons observer que les distributions en aire se tassent et se déplacent vers les plus grandes valeurs de diamètre quand la durée du recuit augmente. Ces deux effets sont facilement observables à l'aide des échantillons I9 à I12.

Les différents effets observés sont clairement visibles sur la Fig. 89 qui illustre la taille moyenne des globules des différents échantillons traités sans champ magnétique en fonction de la durée du recuit.

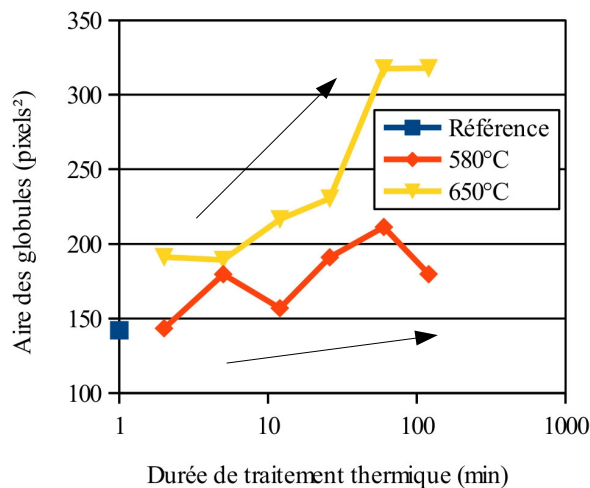


Fig. 89: Évolution de l'aire moyenne des globules de cémentite en fonction de la durée de recuit pour les échantillons recuits à 580°C et à 650°C. 1 pixel² = 0,0001 μ m²

La Fig. 89 nous indique qu'aux deux températures de recuit, l'aire moyenne des globules s'accroît quand la durée du recuit augmente. Cette évolution n'est pas très marquée pour les échantillons traités à 580°C. Le mûrissement de certains globules a donc débuté mais celui-ci n'est pas rapide. Par contre, à 650°C, et bien que la production des globules ait encore lieu comme nous l'avons vu au point 1.4.1.iv, la taille moyenne des globules augmente rapidement.

1.5.2) Longueur et largeur des lamelles

La longueur et la largeur des lamelles identifiées dans les images ont été déterminées comme indiqué au point 1.2.4. Les mesures réalisées vont nous permettre d'obtenir des informations concernant l'évolution morphologique des lamelles de cémentite lors de leur sphéroïdisation. Afin de garder une certaine lisibilité dans les graphiques, nous avons choisi un pas de 10 pixels (0,1µm) pour les distributions des longueurs des lamelles et un pas de 1 pixel (0,01µm) pour les distributions en largeur des lamelles. Les Fig. 90 (a) et (b) présentent respectivement les distributions en aire des longueurs des lamelles pour les échantillons recuits à 580 (I1 à I6) et 650°C (I7 à I12). Les données de l'échantillon de référence I0 sont également indiquées sur ces deux figures.

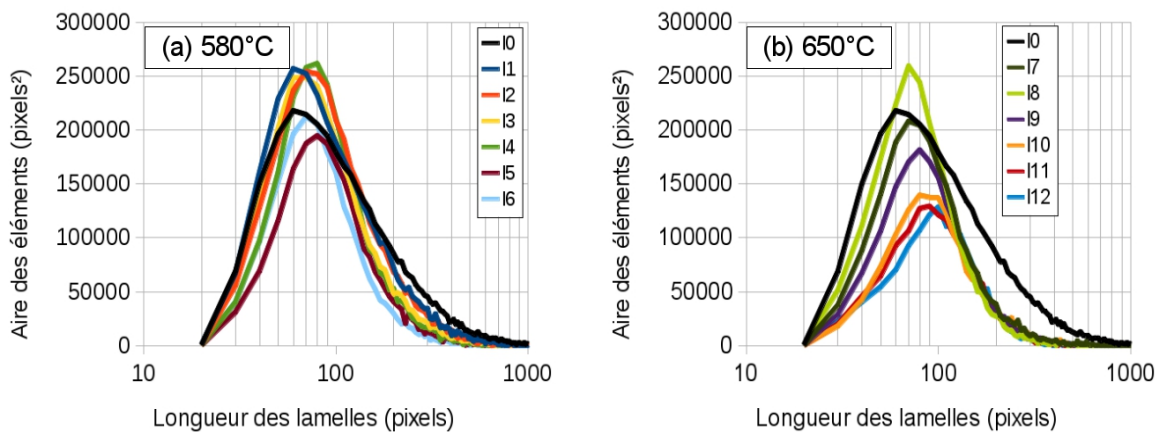


Fig. 90: Distributions en aire des éléments lamellaires en fonction de la longueur de ceux-ci pour les échantillons recuits (a) à 580°C et (b) à 650°C. 1 pixel = 0,01µm ; 1 pixel² = 0,0001µm².

Les distributions illustrées sur les Fig. 90 (a) et (b) nous permettent de mettre à jour différents éléments particuliers liés à la température et à la durée du recuit de sphéroïdisation :

- Ainsi, on observe la disparition des plus longues lamelles dès les premières minutes de recuit à 580°C (I1, 2 minutes, Fig. 90 (a)). Cette tendance se poursuit lorsque la durée du recuit augmente. Parallèlement à cela, les lamelles les plus courtes tendent également à disparaître. Sous ces deux effets conjugués, les distributions en longueur des lamelles ont ainsi tendance à se resserrer et former une distribution gaussienne aux alentours de 100 pixels (1µm).
- Des comportements similaires, bien que plus marqués, sont observés sur les distributions des échantillons recuits à 650°C (Fig. 90 (b)). Cependant, à cette température, on n'observe pas de disparition des plus longues lamelles. Dès les plus courtes durées de recuit (2 minutes), celles-ci ont donc déjà été sphéroïdisées.

Les distributions en aire présentées sur les Fig. 90 (a) et (b) permettent d'obtenir des informations concernant l'évolution microstructurale des échantillons. Pour aller plus loin, il est nécessaire de déterminer les longueurs moyennes des lamelles. La Fig. 91 présente le résultat de ce calcul pour les échantillons I0 à I12.

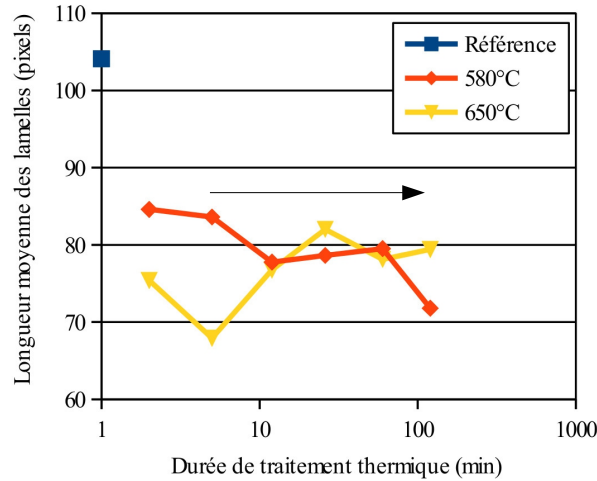


Fig. 91: Évolution de la longueur moyenne des lamelles en fonction de la durée du recuit des échantillons recuits à 580°C et à 650°C. 1 pixel = 0,01µm.

La Fig. 91 (a) nous indique qu'aux deux températures de recuit, la longueur moyenne des lamelles chute rapidement, comparé à l'échantillon de référence. Les lamelles les plus longues et donc les plus fragiles sont donc rapidement rompues. Ensuite, hormis peut-être à 580°C, les longueurs moyennes des lamelles ne semblent plus évoluer avec une tendance nette. Ceci indique que les longues lamelles et les courtes lamelles disparaissent simultanément. Ces dernières étant probablement sphéroïdisées par un mécanisme par lequel elles se tassent pour former des globules épais. Cette hypothèse reste néanmoins à confirmer.

La mesure des largeurs des lamelles constitue une autre caractéristique qui nous permet de mieux comprendre le mécanisme de sphéroïdisation de la cémentite. Les Fig. 92 (a) et (b) présentent respectivement les distributions en aire des largeurs des lamelles pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C. Les données de l'échantillon de référence I0 sont également indiquées sur ces deux figures.

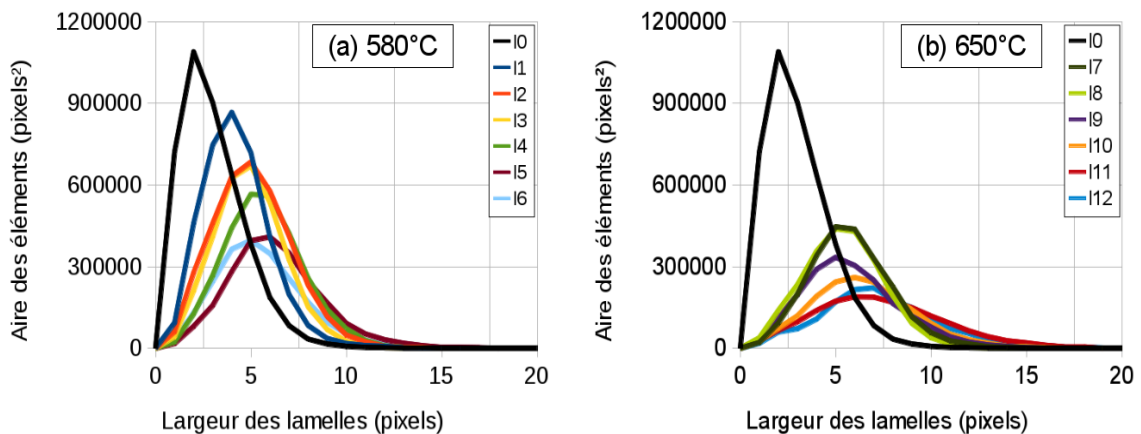


Fig. 92: Distributions en aire des éléments lamellaires en fonction de la largeur de ceux-ci pour les échantillons recuits (a) à 580°C et (b) à 650°C. 1 pixel = 0,01µm, 1 pixel² = 0,0001µm².

En comparant les distributions des échantillons I0 et I1 illustrées sur la Fig. 92 (a) nous pouvons avancer avec certitude qu'au début de la sphéroïdisation, ce sont les lamelles les plus étroites, et donc les plus fragiles, qui disparaissent en premier lieu. Ensuite, les distributions des échantillons recuits à 580°C ont alors tendance à se décaler vers des plus hautes valeurs de largeur. Les lamelles qui ne sont pas sphéroïdisées ont donc tendance à s'épaissir. Elles deviennent ainsi plus stables vis-à-vis de la sphéroïdisation.

A 650°C (Fig. 92 (b)), la situation est un peu plus particulière. D'une part, étant donné que la sphéroïdisation est déjà bien avancée, les lamelles les plus étroites ont déjà disparu. Par contre, l'épaississement des lamelles est clairement visible. Nous pouvons également observer sur la Fig. 92 (b) qu'un épaulement est présent pour l'échantillon I12, recuit 140 minutes. Celui-ci est centré aux alentours de 3 pixels ($0,03\mu\text{m}$).

Ici aussi, l'utilisation de valeurs moyennes permet de caractériser plus quantitativement l'évolution de ces distributions. La Fig. 93 présente les largeurs moyennes des lamelles des échantillons I0 à I12.

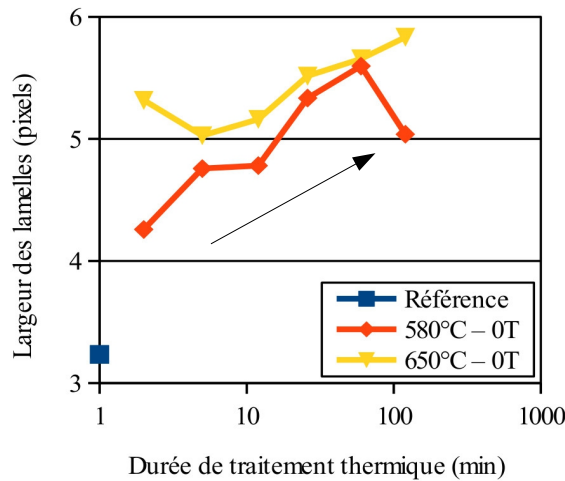


Fig. 93: Évolution de la largeurs moyennes des lamelles en fonction de la durée du recuit des échantillons recuits à 580°C et à 650°C. 1 pixel = $0,01\mu\text{m}$.

La Fig. 93 confirme que la largeur moyenne des lamelles des échantillons recuits à 580°C et 650°C augmente quand la durée du recuit augmente. Il est à noter que pour les plus courtes durées de recuit (I1 et I7, 2 minutes), des différences significatives sont observées par rapport à l'échantillon de référence I0. L'accroissement de la largeur des lamelles est donc un processus rapide. Cependant, nous n'observons pas de différence significative de largeur entre les échantillons traités à 580°C et 650°C

1.5.2.i) Identification des éléments intermédiaires

Nous avons observé la présence d'un épaulement sur la distribution en aire des largeurs des lamelles de l'échantillon recuit à 650°C durant 140 minutes (Fig. 92 (b)). Afin de déterminer l'origine de cet épaulement, nous avons procédé à une sélection et à une identification des lamelles de cet échantillon dont la largeur correspond à cet épaulement. Les Fig. 94 (a) et (b) présentent respectivement une micrographie de l'échantillon I12 et le résultat de la sélection réalisée.

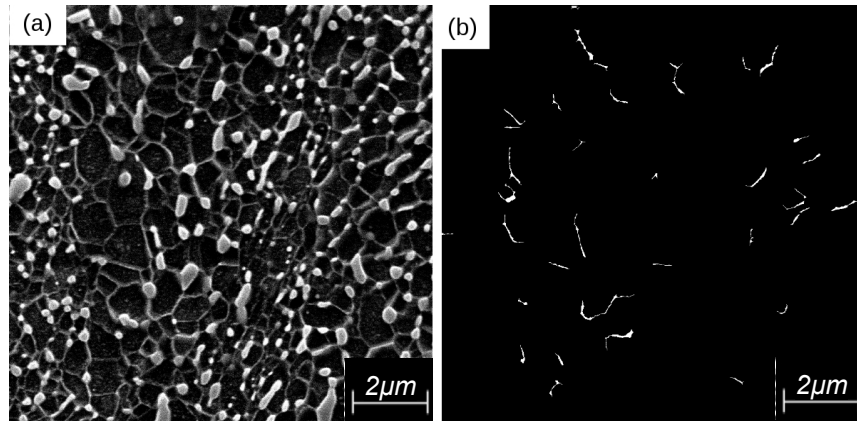


Fig. 94: Identification des éléments correspondant à l'épaulement des distributions en largeur des lamelles : (a) micrographie de l'échantillon I12 et (b) éléments de l'image (a) dont la largeur est inférieure à 4 pixels ($0,04\mu\text{m}$).

Comme nous pouvons le voir en comparant les Fig. 94 (a) et (b), les éléments intermédiaires correspondent en réalité à des crêtes reliant les globules. Ces crêtes sont peut-être d'anciens joints de grains ou encore des restes de lamelles. Ils constituent une fraction très faible de la fraction totale de cémentite présente dans les images.

1.6) Conclusions

Dans cette première partie traitant de l'effet de la température et de la durée du recuit sur la sphéroïdisation de la cémentite, nous avons pu nous familiariser avec les différentes techniques de caractérisations disponibles dans le cadre de ce travail. Nous avons ainsi pu étudier l'évolution des caractéristiques de nos échantillons en fonction des paramètres de traitement thermique.

Ainsi, il a été observé qu'augmenter la température ou la durée du recuit induit une forte chute de dureté des échantillons. Cette modification des propriétés mécaniques est à mettre en relation avec l'évolution des propriétés microstructurales comme l'ont indiqué les analyses micrographiques. Nous avons ainsi pu observer que les lamelles disparaissent au profit de globules quand la durée ou la température de recuit augmente.

Ce comportement a été confirmé par analyse d'images. Pour cela, nous avons tout d'abord optimisé le rapport longueur/largeur permettant de discriminer les lamelles et les globules. Nos analyses ont montré que la meilleure sensibilité était obtenue pour un rapport longueur/largeur de 8. Comme attendu, il a été observé que les fractions de cémentite sphéroïdisée augmentent quand la durée ou la température du recuit augmente.

Nous avons également observé que le facteur de Fischmeister présente une sensibilité élevée pour les échantillons recuits à 580°C mais une sensibilité limitée pour les échantillons recuits à 650°C . Ce paramètre nous a permis de déterminer l'énergie d'activation de la sphéroïdisation de la cémentite sans champ magnétique. La valeur obtenue, proche de 60kcal , indique que pour l'acier étudié, le facteur limitant la cinétique de transformation est la vitesse de diffusion du fer dans la ferrite.

A l'aide du rapport longueur/largeur déterminé, nous avons pu discriminer les lamelles des globules dans les images analysées. Les éléments composant ces deux populations ont alors été analysés séparément en détail.

Concernant les lamelles, nous avons pu constater que :

- Aux deux températures de recuit, sous l'effet de la sphéroïdisation, le nombre de lamelles des échantillons diminue constamment quand la durée du recuit augmente.
- Les plus longues lamelles disparaissent dès le début de la sphéroïdisation. D'autre part, les plus courtes lamelles tendent à disparaître lorsque la durée des recuits augmente. Sous ces deux effets conjugués, les longueurs moyennes varient peu.
- Les lamelles les plus étroites, et donc les moins stables vis-à-vis de la sphéroïdisation, disparaissent rapidement. Parallèlement à cela, les distributions en aire des largeurs des lamelles se déplacent vers les plus grandes valeurs quand la durée du recuit augmente.

Plusieurs observations concernant les globules ont pu également être réalisées :

- Il semblerait qu'à 580°C, le mûrissement des globules n'ait pas encore lieu car leur nombre augmente constamment quand la durée du recuit augmente. D'autre part, à cette température, les globules qui commencent à mûrir sont de suite remplacés par de petits globules produits par la sphéroïdisation. La taille moyenne des globules à cette température n'évolue donc pas rapidement.
- Par contre, nous pouvons dire que le mûrissement des globules se produit à 650°C car le nombre de ceux-ci diminue pour des recuits d'une durée supérieure à 5 minutes. Ce mûrissement se traduit également par une augmentation marquée de la taille moyenne des globules.

Plus généralement, le nombre élevé d'observations réalisées confirme que la technique d'analyse d'images mise au point est sensible à la sphéroïdisation. L'ensemble des analyses effectuées confirme que les conditions opératoires ont été bien choisies. Ainsi, nous pouvons, comme attendu, étudier le début et la fin de la sphéroïdisation ainsi que le début du mûrissement des globules.

2) Effet d'un champ magnétique

Afin de déterminer l'effet du champ magnétique sur la sphéroïdisation de la cémentite, nous avons soumis des échantillons à des traitements thermiques équivalents à ceux présentés dans la section précédente mais sous un champ magnétique de 4T. Dans cette partie, ces échantillons vont être étudiés à l'aide des outils d'analyse développés précédemment et comparés aux échantillons traités sans champ magnétique.

2.1) Mesure de dureté

Le Tableau 19, illustré ci-dessous, présente les résultats des mesures de dureté pour les échantillons traités sous champ magnétique ainsi que les caractéristiques de leurs traitements thermiques. Les valeurs obtenues pour les échantillons traités sans champ magnétique sont présentées dans le Tableau 14, page 79.

Chapitre V : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique – Résultats

Identifiant des échantillons	Durée TT (min)	Température TT (°C)	Induction magnétique (T)	Dureté (HV)	Écart-type	Intervalle de confiance (95%)
I1C	3	575	4	348,3	6,9	5,5
I2C	6	579	4	343,4	3,6	3,2
I3C	12	581	4	338,0	4,8	4,2
I4C	27	577	4	331,6	2,4	2,1
I5C	61	580	4	318,7	3,8	2,3
I6C	141	580	4	313,1	4,3	3,2
I7C	3	647	4	319,2	1,9	1,7
I8C	6	649	4	308,0	4,0	3,5
I9C	12	647	4	296,0	4,6	4,0
I10C	27	648	4	285,6	2,9	2,5
I11C	61	645	4	275,8	3,3	2,5
I12C	141	648	4	268,4	5,1	3,7

Tableau 19: Dureté des échantillons recuits sous champ magnétique (I1C à I12C).

Les différentes valeurs de dureté des échantillons présentées dans les Tableau 19 et Tableau 14 sont illustrées sur la Fig. 95.

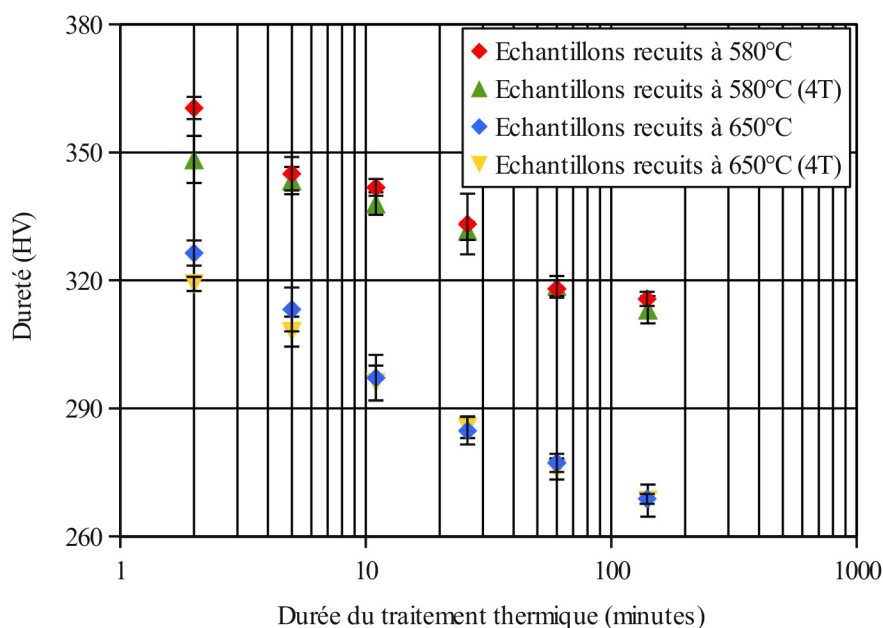


Fig. 95: Évolution de la dureté en fonction de la durée du recuit pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C avec et sans champ magnétique.

Le Tableau 19 et la Fig. 95 nous permettent de voir que l'évolution de dureté des échantillons traités sous champ magnétique présente un comportement proche de celui des échantillons de référence. Ainsi, quand la durée ou la température du recuit augmente, leur dureté chute.

La Fig. 95 indique également que les échantillons recuits durant de faibles durées (2 minutes) sous champ magnétique (I1C et I7C) semblent présenter des duretés plus faibles que celles des échantillons de référence.

Pour estimer plus précisément les effets observés et déterminer si les différences observées sont significatives, nous avons eu recours à l'analyse statistique. Le déroulement des tests statistiques sont décrits dans l'annexe H. Cette procédure a été appliquée aux paires d'échantillons ayant subi des traitements thermiques équivalents avec et sans champ magnétique. Le Tableau 20 regroupe, pour chaque paire d'échantillons, le résultat du test d'homogénéité des variances pour une valeur limite de F de 6.4. La colonne suivante indique, en fonction du résultat du test « F », le nombre de degrés de liberté obtenus. La colonne t_{max} contient la valeur obtenue dans la table t de Student correspondant au degré de liberté déterminé. Enfin, la valeur Z du test de Student obtenue pour chaque paire est présentée dans la dernière colonne. Les couleurs des cases indiquent le résultat des tests. Si celles-ci sont vertes, les tests sont réussis et si elles sont rouges, les tests sont ratés.

Identifiant	Température de recuit (°C)	Durée de recuit (min)	F (limite 6,4)	Degrés de liberté	t_{max}	Z
I1 / I1C	580	2	5,4	8	2,30	-3,52
I2 / I2C	580	5	1,6	8	2,30	-0,70
I3 / I3C	580	11	6,2	8	2,30	-1,66
I4 / I4C	580	26	16,0	5	2,57	-0,27
I5 / I5C	580	60	4,0	8	2,30	+0,50
I6 / I6C	580	140	4,0	8	2,30	-1,50
I7 / I7C	650	2	2,2	8	2,30	-4,34
I8 / I8C	650	5	2,2	8	2,30	-1,55
I9 / I9C	650	11	1,4	8	2,30	-0,29
I10 / I10C	650	26	1,8	8	2,30	+0,45
I11 / I11C	650	60	1,0	8	2,30	-0,53
I12 / I2C	650	140	25,0	5	2,57	-0,44

Tableau 20: Résultat des tests de comparaison des moyennes des valeurs de dureté pour les paires d'échantillons ayant subi un même traitement thermique avec et sans champ magnétique.

Le Tableau 20 nous indique que seuls les échantillons recuits 2 minutes à 580°C et à 650°C sous champ magnétique présentent des dureté qui sont statistiquement inférieures à celles des échantillons de référence. Les différences de dureté observées sont de 12HV (I1-I1C) et de 7HV (I7-I7C). En dehors de cela, les autres échantillons traités sous champ magnétique présentent des duretés équivalentes à celles des échantillons de référence.

2.2) Analyse micrographique

Les Fig. 96 et Fig. 97 présentent respectivement les microstructures des échantillons recuits à 580°C et 650°C pendant 2, 5, 11, 26, 60 et 140 minutes sous champ magnétique. Les microstructures des échantillons de référence sont présentées sur les Fig. 77 et Fig. 78 page 80. La taille des images est de 24*20 μ m, ce qui représente approximativement 9 % des images d'origine.

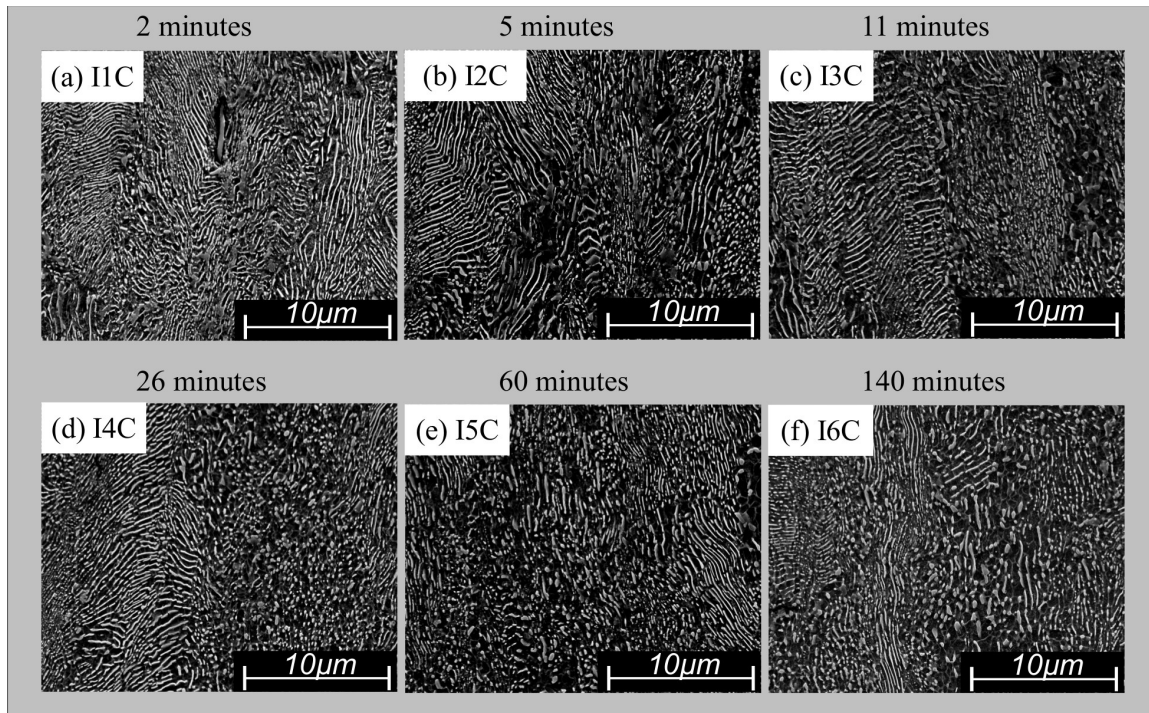


Fig. 96: Micrographies des échantillons recuits à 580°C sous champ magnétique de 4T : (a) I1C, (b) I2C, (c) I3C, (d) I4C, (e) I5C et (f) I6C. Grossissement de 1500X.

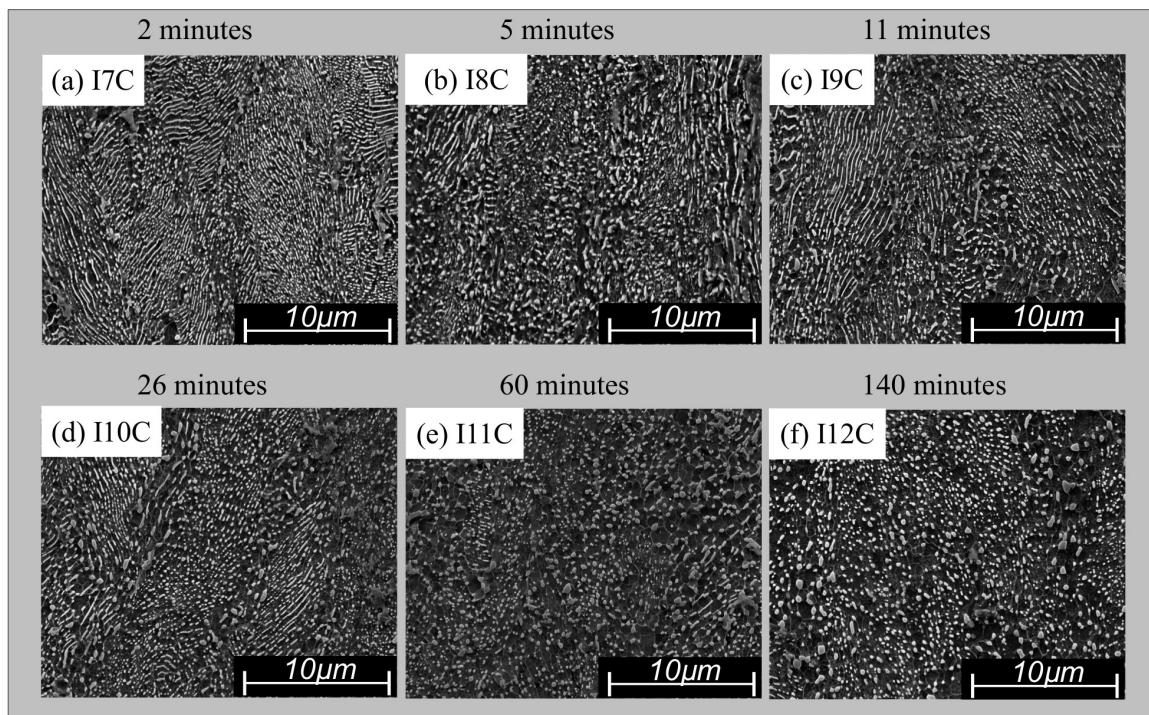


Fig. 97: Micrographies des échantillons recuits à 650°C sous champ magnétique de 4T : (a) I7C, (b) I8C, (c) I9C, (d) I10C, (e) I11C et (f) I12C. Grossissement de 1500X.

Les micrographies illustrées sur les Fig. 96 et Fig. 97 nous permettent de voir que l'évolution de la microstructure sous champ magnétique est identique à celle observée sans champ magnétique. Ainsi, lorsque la durée du recuit augmente, la sphéroïdisation de la cémentite se produit.

Au vu de l'hétérogénéité des microstructures, nous ne pouvons clairement visualiser la présence ou non d'éventuelles différences entre les échantillons traités avec et sans champ magnétique. Pour détecter et quantifier d'éventuelles différences, il est nécessaire de recourir à l'analyse d'images.

2.3) Analyse d'images – État d'avancement de la transformation

L'état d'avancement de la sphéroïdisation des échantillons traités avec et sans champ magnétique a été caractérisé à l'aide des mesures de fraction sphéroïdisée et de facteur de Fischmeister. Les résultats obtenus à l'aide de ces deux méthodes sont décrits ci-dessous.

2.3.1) Fraction sphéroïdisée

La distinction entre les lamelles et les globules a été effectuée conformément à ce qui a été décrit dans la partie 1.4.1, page 81. Nous avons ainsi pu mesurer les fractions sphéroïdisées des échantillons traités sous champ magnétique et le nombre d'éléments lamellaires et globulaires contenus dans chacune des images.

Le résultat des mesures de fraction sphéroïdisée est présenté dans le Tableau 21. Les valeurs des échantillons traités sans champ magnétique sont reprises dans le Tableau 15, page 85.

Identifiant échantillon	Durée TT (min)	Température TT (°C)	Induction magnétique (T)	Fraction sphéroïdisée (%)	Écart-type	Intervalle de confiance (95%)
I1C	3	575	4	23,2	1,5	1,1
I2C	6	579	4	28,3	6,1	2,2
I3C	12	581	4	38,5	1,5	1,0
I4C	27	577	4	46,5	5,5	4,0
I5C	61	580	4	49,2	4,6	2,3
I6C	141	580	4	48,7	1,7	2,7
I7C	3	647	4	47,5	4,3	3,5
I8C	6	649	4	48,2	4,6	2,5
I9C	12	647	4	53,9	6,5	2,8
I10C	27	648	4	61,9	2,9	2,2
I11C	61	645	4	68,5	6,0	3,2
I12C	141	648	4	66,9	6,7	2,5

Tableau 21: Fractions sphéroïdisées des échantillons recuits sous champ magnétique (I1C à I12C).

Les valeurs présentées dans le Tableau 21 et le Tableau 15 sont représentées ci-dessous sur la Fig. 98.

Chapitre V : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique – Résultats

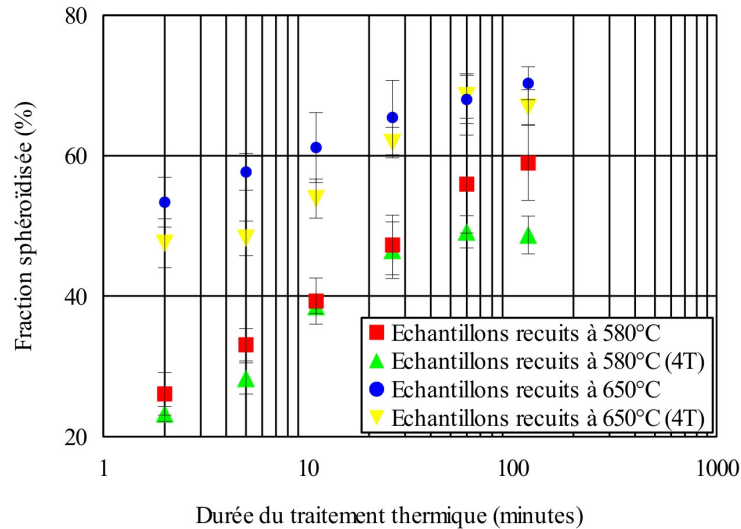


Fig. 98: Évolution de la fraction sphéroïdisée en fonction de la durée du recuit pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C avec et sans champ magnétique.

Nous pouvons observer sur la Fig. 98 que les fractions sphéroïdisées des échantillons traités sous champ magnétique augmentent quand la température ou la durée du recuit augmente.

Quelques échantillons traités sous champ magnétique semblent présenter une différence de dureté significative par rapport à leurs échantillons de référence. Cependant, pour s'assurer que différences observées sont significatives, il est nécessaire, ici aussi, de recourir à l'analyse statistique décrite à l'annexe H. Le Tableau 22 regroupe, pour chaque paire d'échantillons, le résultat arrondi du test d'homogénéité des variances, le nombre de degrés de liberté obtenus tenant compte du résultat de ce test, la valeur obtenue dans la table t de Student correspondant au degré de liberté déterminé et la valeur Z du test de Student. Les cases vertes indiquent des tests réussis et les cases rouges indiquent des tests ratés.

Identifiant	Température de recuit (°C)	Durée de recuit (min)	F (limite 3,8)	Degrés de liberté	t_{\max}	Z
I1 / I1C	580	2	2,5	12	2,18	-1,86
I2 / I2C	580	5	2,0	12	2,18	-1,84
I3 / I3C	580	11	3,0	12	2,18	-0,45
I4 / I4C	580	26	1,0	12	2,18	-0,25
I5 / I5C	580	60	2,1	12	2,18	-1,71
I6 / I6C	580	140	6,0	6	2,44	-2,63
I7 / I7C	650	2	1,1	12	2,18	-2,39
I8 / I8C	650	5	1,3	12	2,18	-4,31
I9 / I9C	650	11	1,5	12	2,18	-1,67
I10 / I10C	650	26	1,8	12	2,18	-1,54
I11 / I11C	650	60	1,3	12	2,18	0,18
I12 / I2C	650	140	2,1	12	2,18	-1,22

Tableau 22: Résultat des tests de comparaison des moyennes des valeurs de fraction sphéroïdisée pour les paires d'échantillons ayant subi un même traitement thermique avec et sans champ magnétique.

Le Tableau 22 indique que des différences de fractions sphéroïdisées statistiquement significatives sont observées entre les paires d'échantillons I6-I6C (580°C, 140min), I7-I7C (650°C, 2min) et I8-I8C (650°C, 5min). Celles-ci indiquent que le champ magnétique semble diminuer significativement le pourcentage de cémentite sphéroïdisée présent dans ces échantillons.

A ce stade, les données obtenues à l'aide des mesures de dureté et d'analyse d'images semblent être contradictoires. En effet, les mesures de dureté indiquent que l'échantillon I7C, recuit 2min à 650°C, présente une dureté plus faible que celle de son échantillon de référence. Cette mesure indique donc que les échantillons traités sous champ magnétique seraient dans un état de sphéroïdisation plus avancé que leurs échantillons de référence. Par contre, un comportement opposé est observé à l'aide de l'analyse d'images, à savoir que l'échantillon I7C présente un pourcentage de cémentite sphéroïdisée moins élevé que celui de son échantillon de référence, traduisant un état de sphéroïdisation moins avancé.

En réalité, comme nous l'avons fait remarquer au point 1.3, il est imprudent d'établir une relation directe entre la fraction sphéroïdisée et la dureté des échantillons. En effet, la perlite présentant une microstructure très disparate, de la perlite globulaire peut côtoyer de la perlite lamellaire. De ce fait, comme nous pouvons le voir sur la Fig. 99, l'empreinte de dureté réalisée, qui ne couvre que quelques colonies de perlite, peut ne représenter que partiellement la microstructure de l'échantillon.

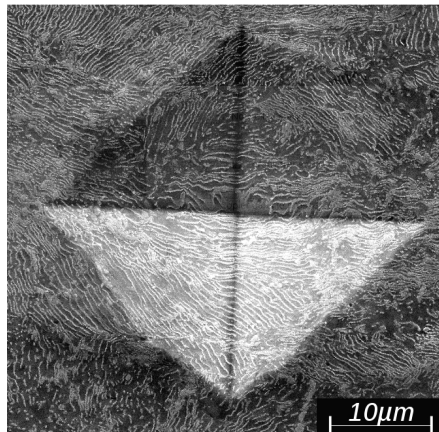


Fig. 99: Micrographie d'une empreinte de dureté.

D'autre part, la dureté des échantillons ne dépend pas uniquement de la microstructure perlitique. Celle-ci dépend en effet aussi de l'état de restauration de la structure ferritique. Ce dernier point peut également être influencé par le champ magnétique, comme nous le verrons dans la troisième partie de ce travail. Par conséquent, il n'est donc pas impossible que les fractions de cémentite sphéroïdisée et les duretés des échantillons traités sous champ magnétique soient plus faibles que celles de leurs échantillons de référence.

2.3.1.i) Nombre d'éléments lamellaires et globulaires

La distinction des lamelles et des globules ayant été effectuée dans nos échantillons, il est à présent possible de déterminer le nombre d'éléments appartenant à chacune de ces deux populations. Le Tableau 23 reprend le nombre d'éléments lamellaires et globulaires moyen par image pour les échantillons traités sous champ magnétique I1C à I12C. Les valeurs des échantillons traités sans champ magnétique sont reprises dans le Tableau 16, page 86.

Identifiant échantillon	Durée TT (min)	Température TT(°C)	Induction magnétique (T)	Nombre moyen d'éléments lamellaires (par image)	Nombre moyen d'éléments globulaires (par image)
I1C	3	575	4	10149	6978
I2C	6	579	4	9876	9027
I3C	12	581	4	7883	11778
I4C	27	577	4	6809	11724
I5C	61	580	4	6316	13844
I6C	141	580	4	6377	11385
I7C	3	647	4	7329	15367
I8C	6	649	4	6121	11300
I9C	12	647	4	5544	13566
I10C	27	648	4	4912	13615
I11C	61	645	4	3536	14002
I12C	141	648	4	3677	10187

Tableau 23: Nombre d'éléments lamellaires et globulaires des échantillons recuits sous champ magnétique (I1C à I12).

Pour plus de facilité dans la comparaison des échantillons, les données présentées dans le Tableau 23 et le Tableau 16, sont présentées respectivement sur les Fig. 100 (a) et (b), en ce qui concerne les échantillons traités à 580°C et sur les Fig. 101 (a) et (b), en ce qui concerne les échantillons traités à 650°C.

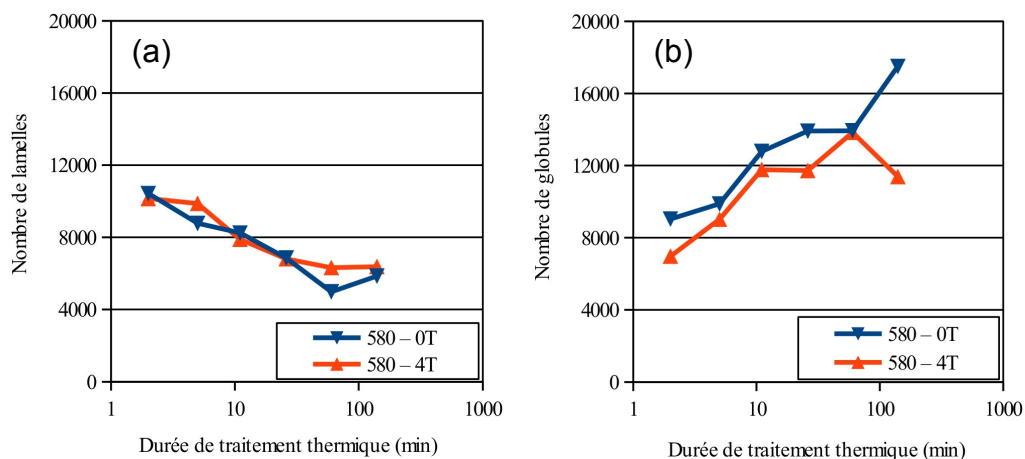


Fig. 100 : Évolution (a) du nombre de lamelles et (b) du nombre de globules en fonction de la durée du recuit pour les échantillons recuits à 580°C avec et sans champ magnétique.

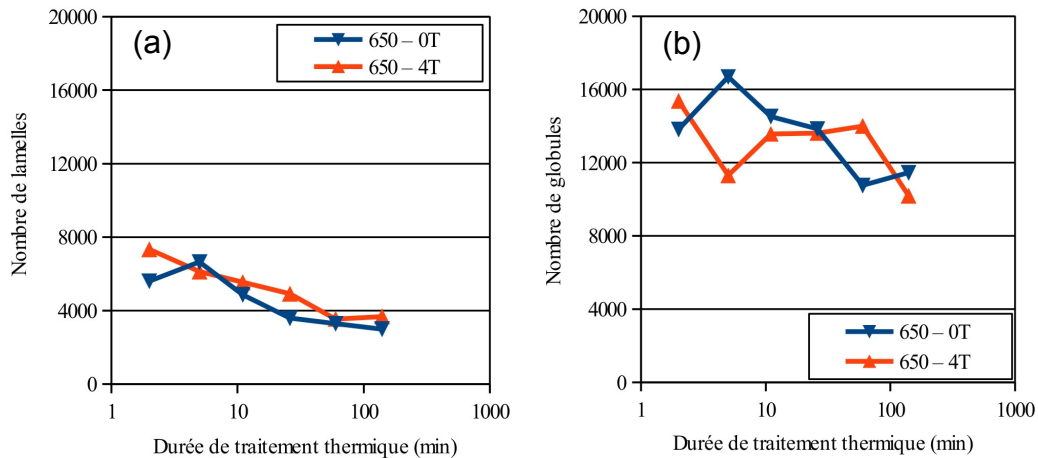


Fig. 101 : Évolution (a) du nombre de lamelles et (b) du nombre de globules en fonction de la durée du recuit pour les échantillons recuits à 650°C avec et sans champ magnétique.

La Fig. 100 (a) nous permet de voir qu'à 580°C, le nombre de lamelles dans les échantillons traités avec (en rouge) et sans champ magnétique (en bleu) semblent être approximativement les mêmes. Par contre, nous pouvons constater, à l'aide de la Fig. 100 (b), que le nombre de globules dans les échantillons traités sous champ magnétique à 580°C sont inférieurs à ceux des échantillons de référence.

Nous avons fait remarquer à la page 87 que l'échantillon traité 5 minutes à 650°C sans champ magnétique possède un nombre trop élevé de lamelles, probablement suite à une erreur de mesure. Suivant cette observation nous pouvons donc dire que les échantillons traités à 650°C sous champ magnétique possèdent plus de lamelles que leurs échantillons de référence. Par contre, la Fig. 101 (b) ne nous permet pas de pointer de différence concernant le nombre de globules des échantillons traités à 650°C avec et sans champ magnétique.

2.3.2) Facteur de Fischmeister

Le Tableau 24 reprend les valeurs du paramètre de Fischmeister des échantillons recuits à 580°C et 650°C sous champ magnétique. Les valeurs des échantillons traités sans champ magnétique sont reprises dans le Tableau 17, page 87.

Identifiant échantillons	Durée TT (min)	Température TT (°C)	Facteur de Fischmeister	Écart-type	Intervalle de confiance (95%)
I1C	3	575	5,2	0,6	0,4
I2C	6	579	4,2	0,7	0,3
I3C	12	581	3,3	0,1	0,1
I4C	27	577	3,0	0,3	0,2
I5C	61	580	2,7	0,2	0,2
I6C	141	580	2,8	0,1	0,0
I7C	3	647	3,0	0,2	0,2
I8C	6	649	2,8	0,2	0,2
I9C	12	647	2,5	0,2	0,1
I10C	27	648	2,3	0,1	0,1
I11C	61	645	2,0	0,2	0,1
I12C	141	648	2,1	0,2	0,2

Tableau 24: Facteur de Fischmeister des échantillons recuits sous champ magnétique (I1C à I12C).

Pour plus de lisibilité, les valeurs indiquées dans le Tableau 24 et le Tableau 17 sont présentées sous forme graphique sur la Fig. 102.

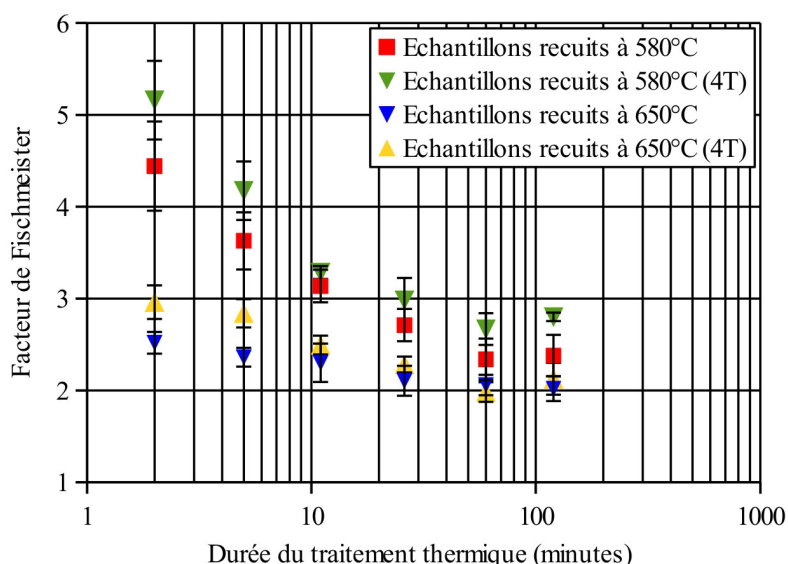


Fig. 102: Évolution du facteur f de Fischmeister en fonction de la durée du recuit pour les échantillons recuits à 580°C et 650°C avec et sans champ magnétique.

Comme attendu, nous pouvons observer sur la Fig. 102 que les valeurs de Fischmeister des échantillons traités sous champ magnétique décroissent quand la durée ou la température du recuit augmente. Il semblerait également qu'il y ait des différences significatives entre certains échantillons traités avec et sans champ magnétique.

Cependant, comme précédemment, il est nécessaire de recourir à l'analyse statistique, décrite dans l'annexe H, pour valider les éventuelles différences. Le Tableau 25 regroupe, pour chaque paire d'échantillons, le résultat du test d'homogénéité des variances F, le nombre de degrés de liberté obtenus tenant compte du résultat de ce test, la valeur obtenue dans la table t de Student correspondant au degré de liberté déterminé et la valeur Z du test de Student. Les cases vertes indiquent des tests réussis et les cases rouges indiquent des tests ratés et donc des différences significatives.

Chapitre V : Sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique – Résultats

Identifiant	Température de recuit (°C)	Durée de recuit (min)	F (limite : 3,8)	Degrés de liberté	t _{max}	Z
I1 / I1C	580	2	1,1	12	2,18	-2,19
I2 / I2C	580	5	1,8	12	2,18	-1,69
I3 / I3C	580	11	2,5	12	2,18	-1,52
I4 / I4C	580	26	1,4	12	2,18	-1,77
I5 / I5C	580	60	1,3	12	2,18	-2,26
I6 / I6C	580	140	6,9	6	2,44	-2,64
I7 / I7C	650	2	1,5	12	2,18	-3,54
I8 / I8C	650	5	1,5	12	2,18	-5,06
I9 / I9C	650	11	1,7	12	2,18	-1,09
I10 / I10C	650	26	1,4	12	2,18	-2,30
I11 / I11C	650	60	1,4	12	2,18	0,82
I12 / I2C	650	140	1,3	12	2,18	-0,93

Tableau 25: Résultat des tests de comparaison des moyennes des valeurs de Fischmeister pour les paires d'échantillons ayant subi un même traitement thermique sans et avec champ magnétique.

Le Tableau 25 indique que des différences significatives de facteur de Fischmeister sont observées entre les paires d'échantillons traitées avec et sans champ magnétique à 580°C pendant 2min (I1-I1C), 60min (I5-I5C) et 140min (I6-I6C). Il en va de même pour les paires d'échantillons traitées à 650°C durant 2min (I7-I7C), 5min (I8-I8C) et 26min (I10-I10C). Nous pouvons également observer que, pour ces paires d'échantillons, tous les échantillons traités sous champ magnétique possèdent un facteur de Fischmeister supérieur à celui des échantillons de référence. Leur état de sphéroïdisation est donc moins avancé que celui de leurs échantillons de référence.

Nous avons également tenté de déterminer l'énergie d'activation de la sphéroïdisation de la cémentite sous champ magnétique, en suivant la démarche présentée au point 1.4.2.i. Malheureusement, dans l'ensemble des échantillons traités sous champ magnétique, nous n'avons pu trouver trois échantillons présentant des valeurs de facteur de Fischmeister proches. Cette mesure n'a donc pas pu être réalisée sous champ magnétique.

2.4) Analyse d'images – Caractéristiques locales

Comme nous venons de le voir, des différences de microstructure ont été mises en exergue entre les paires d'échantillons traités sans et avec champ magnétique. Pour pouvoir avancer une explication concernant les effets observés, il est nécessaire de recourir à des analyses plus poussées de la microstructure des échantillons.

2.4.1) Mûrissement des globules

La mesure des caractéristiques des globules obtenus lors de la sphéroïdisation de la cémentite constitue une mesure susceptible de nous permettre d'obtenir des informations concernant les effets du champ magnétique.

Les Fig. 103 (a) et (b) présentent respectivement les aires moyennes des globules des échantillons recuits à 580°C et 650°C avec et sans champ magnétique.

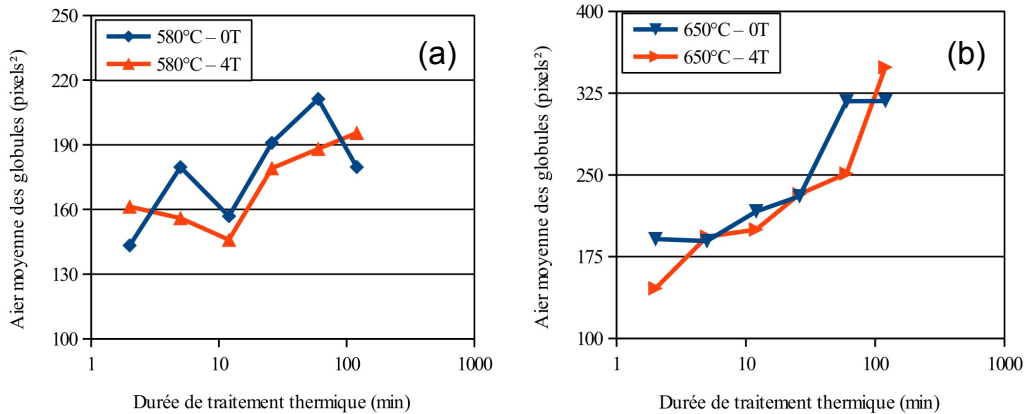


Fig. 103: Évolution de l'aire moyenne des globules en fonction de la durée du recuit pour les échantillons recuits (a) à 580°C et (b) à 650°C avec et sans champ magnétique. $1 \text{ pixel}^2 = 0,0001 \mu\text{m}^2$.

Comme attendu, l'aire moyenne des globules des échantillons traités avec champ magnétique tend à augmenter avec la durée de recuit. Par contre, les Fig. 103 (a) et (b) ne nous permettent pas de nous prononcer avec certitude concernant une différence de taille moyenne des globules des échantillons traités avec et sans champ magnétique.

2.4.2) Longueur et largeur des lamelles

L'analyse des longueurs et largeurs des lamelles de cémentite constitue une autre source potentielle d'informations concernant les effets des champs magnétiques. Les longueurs et largeurs des lamelles ont été déterminées comme indiqué au point 1.2.4, page 65.

Les Fig. 104 (a) et (b) présentent les longueurs moyennes des lamelles des échantillons recuits à 580°C et à 650°C sans et avec champ magnétique.

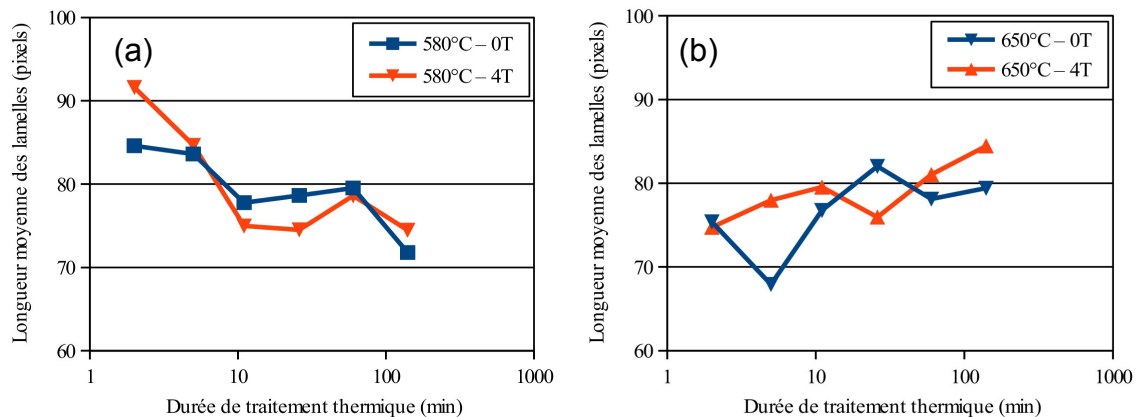


Fig. 104: Évolution de la longueur moyenne des lamelles en fonction de la durée du recuit pour les échantillons recuits (a) à 580°C et (b) à 650°C avec et sans champ magnétique. $1 \text{ pixel} = 0,01 \mu\text{m}$.

Ici aussi, les échantillons traités sous champ magnétique présentent le même comportement que les échantillons de référence. L'analyse des Fig. 104 (a) et (b) nous indique qu'il n'y a pas de différences significatives concernant la longueur moyenne des lamelles des échantillons traités avec et sans champ magnétique.

Des différences significatives sont par contre observées en ce qui concerne les largeurs moyennes des lamelles des échantillons recuits à 580°C et à 650°C sans et avec champ magnétique (Fig. 105 (a) et (b)).

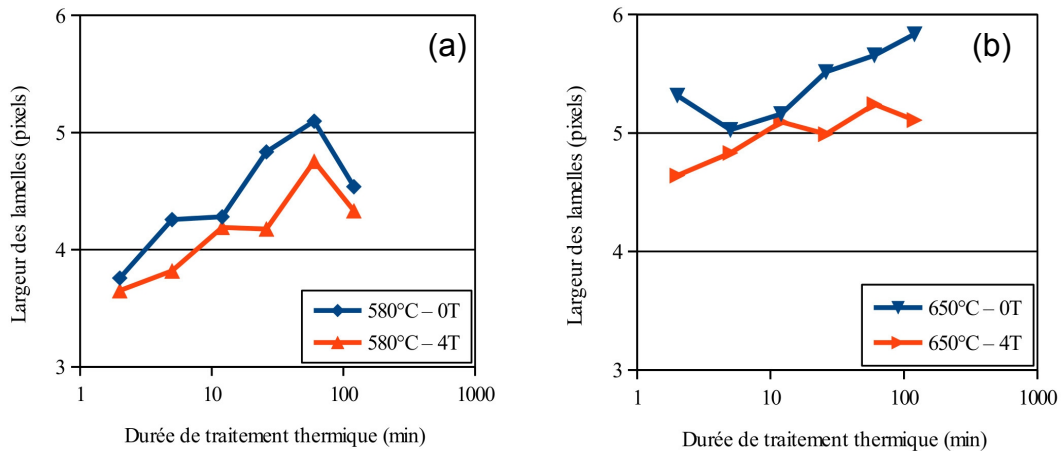


Fig. 105: Évolution de la largeur moyenne des lamelles en fonction de la durée du recuit pour les échantillons recuits (a) à 580°C et (b) à 650°C avec et sans champ magnétique. 1 pixel = 0,01 μ m².

Nous pouvons clairement observer sur les Fig. 105 (a) et (b) que les lamelles des échantillons traités sous champ magnétique sont plus étroites que celles des échantillons de référence, et ce, quelle que soit la température ou la durée de recuit.

2.5) Conclusions

Comme nous venons de le voir dans cette section, un champ magnétique exerce une influence significative sur la sphéroïdisation de la cémentite.

Concernant l'effet du champ magnétique sur l'état de sphéroïdisation de nos échantillons, nous avons observé que :

- Les duretés des échantillons I1C et I7C, traités sous champ magnétique, sont statistiquement inférieures à celles de leurs échantillons de référence. Ces deux échantillons seraient donc dans un état de sphéroïdisation plus avancé que celui des échantillons de référence.
- La mesure de fraction sphéroïdisée et le facteur de Fischmeister indiquent que les échantillons traités 140min à 580°C (I6C), 2min à 650°C (I7C) et 5min à 650°C (I8C) sont dans un état de sphéroïdisation statistiquement moins avancé que leurs échantillons de référence. Le facteur de Fischmeister indique également que, comparé à leurs références, la sphéroïdisation est moins avancée dans les échantillons traités sous champ magnétique 2min à 580°C (I1C), 60min à 580°C (I5C) et 26min à 650°C (I10C).

Les observations réalisées à l'aide des mesures de dureté et d'analyse d'image (fraction sphéroïdisée et facteur de Fischmeister) concernant l'état d'avancement de la transformation sont donc contradictoires. Selon nous, comme cela a été expliqué au point 2.3, ceci résulte d'erreurs et d'artefacts issus des mesures de dureté mais également du fait que la dureté ne dépend pas uniquement de la microstructure de la cémentite.

Nous avons alors complété l'analyse d'images des structures perlitiques en vue de détailler les observations réalisées. Nous avons ainsi observé que :

- Le nombre de lamelles par images des échantillons traités sous champ magnétique à 650°C est plus élevé que dans les échantillons de référence (**observation 1, voir Fig. 101**),
- Les échantillons recuits à 580°C sous champ magnétique possédaient moins de globules par image que les échantillons de référence (**observation 2, voir Fig. 100**),
- Les largeurs moyennes des lamelles des échantillons traités avec champ magnétique sont moins élevées que celles des échantillons de référence (**observation 3, voir Fig. 105**).

Pour rappel (point 4, page 51), le champ magnétique exerce deux effets antagonistes sur la sphéroïdisation de la cémentite. D'une part, il augmente l'énergie interfaciale existant entre la ferrite et la cémentite et, d'autre part, il ralentit la diffusion atomique du carbone et du fer dans la ferrite. Le premier effet devrait accélérer la sphéroïdisation tandis que le second devrait la ralentir.

Selon nous, ces deux effets se traduisent par les observations réalisées. Ainsi, sous l'effet de l'augmentation de l'énergie interfaciale ^[19,36,81], les lamelles vont tenter de se rompre en globules. Pour cela, au vue du mécanisme de sphéroïdisation indiqué dans le Chapitre III, elles vont devoir s'amincir. La largeur moyenne des lamelles des échantillons traités sous champ magnétique va donc être plus faible que celle des échantillons de référence (**observation 3**).

Au vu de cette observation, comment expliquer que la cinétique de sphéroïdisation semble être ralentie sous champ magnétique et non accélérée?

Nous pensons que cette particularité résulte de l'influence du champ magnétique sur la vitesse de diffusion atomique sous champ magnétique. En effet, comme rapporté dans la littérature ^[30,82-84], celle-ci semble être plus faible sous champ magnétique. Si cet effet est réel, les lamelles de cémentite devraient donc avoir plus de difficultés à terminer leur sphéroïdisation. Au vu des **observations 1 et 2**, ceci semble être le cas pour les échantillons traités sous champ magnétique : les lamelles restantes sont plus nombreuses à 650°C et les globules moins nombreux à 580°C. En outre, cet effet permet d'expliquer pourquoi certains échantillons traités sous champ magnétique sont dans un état de sphéroïdisation moins avancé que leurs échantillons de référence.

Au vu des observations réalisées, nous pouvons dire que, même si les deux effets du champ magnétique semblent bel et bien être présents, les effets négatifs (vitesse de diffusion atomique réduite) surpassent les effets positifs (augmentation de l'énergie interfaciale).

PARTIE III : ÉTUDE DE LA RECRISTALLISATION DE LA FERRITE SOUS CHAMP MAGNÉTIQUE

La troisième partie de ce travail est consacrée à la recristallisation de la ferrite sous champ magnétique. Elle est constituée de trois chapitres.

Le premier propose une description des différents processus de restauration, recristallisation primaire et secondaire ainsi qu'une revue bibliographique traitant des effets des champs magnétiques sur ces transformations.

Le second chapitre traite de l'approche expérimentale réalisée. Nous aborderons ainsi successivement les différentes techniques de caractérisation utilisées pour étudier la recristallisation de la ferrite ainsi que les recuits réalisés.

Enfin, l'analyse de l'effet de la température et de la durée de recuit ainsi que d'un champ magnétique sur la recristallisation de la ferrite seront détaillés dans le troisième chapitre.

CHAPITRE VI : Recristallisation de la ferrite sous champ magnétique - Introduction

1) Description générale de la ferrite et des défauts de structure cristalline

La ferrite, qui cristallise dans la structure cubique centrée, est une solution solide d'insertion de carbone dans l'allotrope α du fer. Contrairement à la perlite, elle contient très peu de carbone (0,035 %). La ferrite peut être formée lors d'un maintien isotherme faisant suite à un refroidissement rapide au départ de l'état austénitique ou alors par un refroidissement lent au départ de l'état austénitique ^[1] (section 1, page 7).

Les aciers ferritiques, principalement inoxydables, trouvent de nombreuses applications dans des domaines aussi divers que l'automobile, ou encore la construction.

Ces applications nécessitent différents types de mise en forme de l'acier tels que le laminage, le tréfilage, la compression, la torsion... Lors de ces étapes, la ductilité du matériau diminue et sa dureté augmente. Cette modification des propriétés mécaniques est associée à une augmentation de l'énergie interne du matériau sous forme de défauts de structure cristalline (Fig. 106 ^[1]).

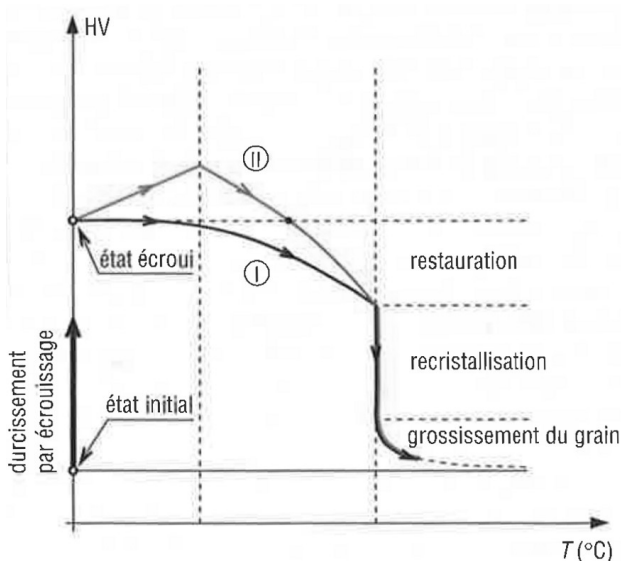


Fig. 106: Influence de la déformation et de la température de recuit sur la dureté d'un acier ferritique.

Pour retrouver les propriétés mécaniques initiales du matériau et ainsi pouvoir éventuellement continuer sa mise en forme, il est nécessaire de lui faire subir un nouveau traitement thermique. En fonction de la température de celui-ci, il pourra être caractérisé de « restauration » (basse température, Fig. 106) ou de « recristallisation » (haute température, Fig. 106). Au cours de ces recuits, l'énergie interne emmagasinée par le matériau sous forme de défauts de structure cristalline est éliminée. A basse température, on observe une élimination des dislocations alors qu'à haute température, on assiste à la nucléation et à la croissance d'une nouvelle structure ferritique exempte de contraintes ^[108].

1.1) Défauts ponctuels & défauts linéaires (dislocations)

Comme on peut le voir sur la Fig. 107 (a) ^[1], on distingue quatre types de défauts ponctuels : les atomes auto-interstitiels, les atomes étrangers interstitiels ou étrangers substitutionnels et les sites atomiques vacants (lacunes) ^[1].

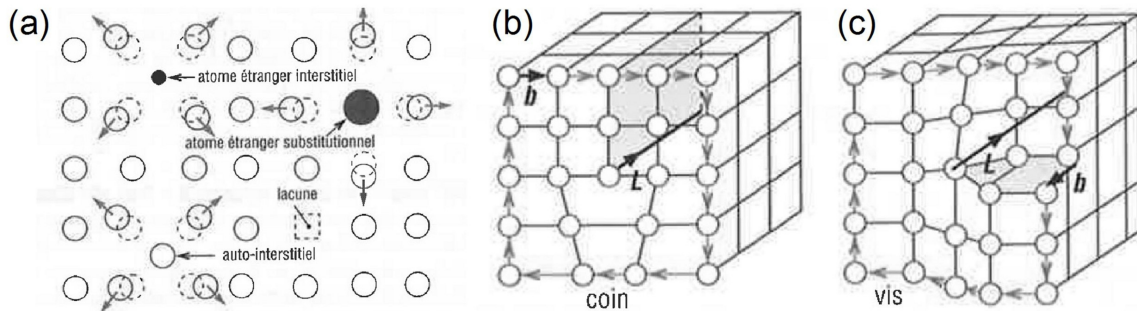


Fig. 107: Illustration des différents types de défauts rencontrés dans les cristaux : (a) défauts ponctuels, (b) et (c) défauts linéaires.

Les défauts ponctuels font leur apparition lors de la trempe d'un acier porté à une température proche de sa température de fusion ou encore lors de la déformation de celui-ci à basse température. Dans ce dernier cas, le type de défaut ponctuel le plus souvent rencontré est la lacune ^[109].

Les deux types de défauts linéaires, la dislocation-coïn et la dislocation-vis, sont illustrés respectivement sur les Fig. 107 (b) et (c) ^[1]. La dislocation-coïn correspond à l'introduction d'un demi-plan atomique supplémentaire dans le réseau cristallin ^[1] tandis que la dislocation-vis est constituée par une rampe hélicoïdale autour de la ligne de dislocation L ^[1,109]. Comme nous pouvons le voir sur les Fig. 107 (b) et (c), ces deux types de dislocation sont entièrement définis par leur position dans le cristal et par un vecteur b , appelé vecteur de Burgers. Ce dernier correspond au défaut de fermeture du circuit (circuit de Burgers) reliant les atomes voisins et encerclant la ligne de dislocation, notée L. Dans le cas d'une dislocation-coïn, le vecteur de Burgers est perpendiculaire à la ligne de dislocation L, tandis qu'il est parallèle à la ligne de dislocation L dans le cas d'une dislocation-vis ^[1,109].

Suite à une nouvelle déformation plastique ou à un traitement thermique approprié, les dislocations vont pouvoir se déplacer. Deux types de mouvement sont possibles :

- Le « glissement » : Celui-ci est caractérisé de conservatif car il se produit par rupture successive des liaisons et ne nécessite donc pas de transport de matière (Fig. 108 ^[1]). Ce type de mouvement est particulièrement efficace pour propager la déformation et se produit généralement sans autre apport énergétique qu'une faible contrainte extérieure.

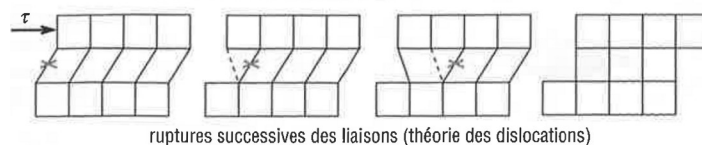


Fig. 108: Déplacement d'une dislocation par ruptures successives des liaisons atomiques.

Chapitre VI: Recristallisation de la ferrite sous champ magnétique - Introduction

- La « montée »^[110]: Ce processus non-conservatif nécessite la diffusion de lacunes ou d'atomes interstitiels dans le matériau vers le cœur de la dislocation. Étant donné que la production des lacunes et des atomes interstitiels ainsi que leur diffusion sont des processus thermiquement activés, le mécanisme de montée apparaît généralement à haute température.

Les dislocations ont une importance capitale pour les propriétés physiques des matériaux cristallins. En effet en se déplaçant, elles propagent la déformation plastique. Ceci permet la mise en forme des pièces métalliques.

1.2) Description et classement des différents processus d'élimination des défauts

Suite aux traitements thermomécaniques qu'il a subi, le matériau se trouve dans un état thermodynamiquement instable. En effet, à chaque dislocation est associé un champ de déformation et de contrainte qui augmente l'énergie interne du matériau. Si l'on chauffe le matériau au-delà d'une certaine température, celui-ci va pouvoir diminuer son énergie libre en éliminant ces défauts. Comme indiqué sur la Fig. 109^[112], différents processus peuvent participer à cette diminution.

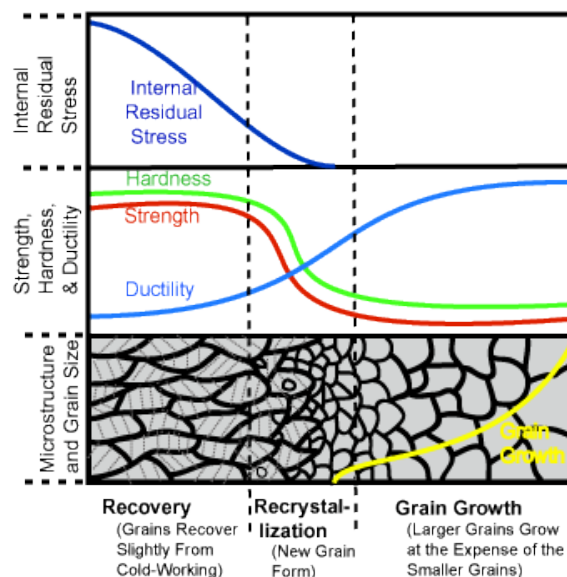


Fig. 109: Illustration des processus de restauration, de recristallisation primaire et de recristallisation secondaire.

Ainsi on distingue^[1,108,110,111] :

- La restauration : cette transformation réalisée à basse température est caractérisée par la réaction de défauts ponctuels ainsi que par l'annihilation de dislocations de signes opposés et le rétrécissement des boucles de dislocation. Le ré-arrangement des dislocations menant à la formation de joints de grains à petits angles et de sous-grains, appelé polygonisation, fait également partie du processus de restauration.

- La recristallisation primaire : à température moyenne, le ré-arrangement des dislocations mène à la formation de joints de grains à grand angle. Les nuclei ainsi formés vont alors croître dans la matrice ferritique déformée et absorber les défauts ponctuels et les dislocations.
- La recristallisation secondaire : dès que l'ensemble de la structure ferritique déformée a été transformée, on observe un début de croissance des grains de ferrite. Celle-ci peut être caractérisée de continue (l'ensemble des grains de ferrite croissent) ou de discontinue (uniquement certains grains de ferrite croissant). Dans ce second cas, on parle de recristallisation secondaire. La recristallisation secondaire permet de réduire l'énergie interfaciale par croissance de certains grains formés lors de la recristallisation primaire. Cette transformation conduit à la formation d'une structure anisotrope.

2) Restauration : annihilation et réarrangement des dislocations

Le processus de restauration, réalisé à basse température, permet d'éliminer une partie des dislocations, de réduire l'énergie libre du matériau et de retrouver en partie les propriétés physiques et mécaniques initiales du matériau ^[110]. Cette restauration se déroule sans modification apparente de la microstructure, il n'y a donc pas de formation de nouveaux grains ^[1]. La restauration est appelée dynamique si elle est accompagnée d'une déformation du matériau et statique si elle se déroule sans déformation, ce qui est le cas dans ce travail ^[108,110].

2.1) Mécanismes et cinétique d'élimination des dislocations

Les dislocations sont éliminées ou ré-organisées suivant les deux mécanismes illustrés à la Fig. 110 (a) ^[113] annihilation et (b) ré-arrangement ^[108].

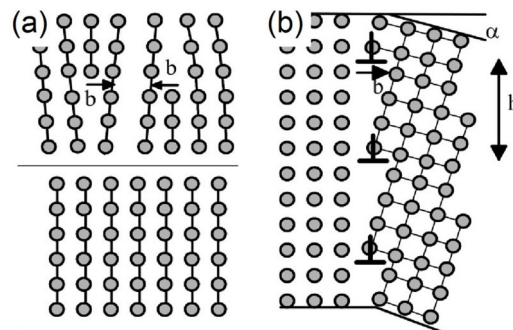


Fig. 110: Illustration du mécanisme de restauration : (a) annihilation de deux dislocations-coin de signes opposés et (b) réarrangement des dislocations en un sous-joint.

On distingue donc :

- L'annihilation : lors du recuit de restauration, les dislocations acquièrent une certaine mobilité. Si deux dislocations de signe opposé se rencontrent, celles-ci vont s'annihiler ^[110] et le cristal va retrouver sa structure initiale (Fig. 110 (a)). Ce processus se poursuit, en principe, jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dislocations.

- Le réarrangement : cependant, il est possible qu'il y ait un excès de dislocations dotées d'une même direction. Dans ce cas, un autre processus va intervenir pour diminuer encore l'énergie libre du matériau : le réarrangement des dislocations. Dans ce processus, l'excès de dislocations tend à s'orienter parallèlement en associant leur champ de contrainte ^[110]. On assiste alors à la formation de sous-joints de grain ayant une faible désorientation ($< 5^\circ$, Fig. 110 (b)). Ce processus est appelé la polygonisation. La rotation de ces sous-joints peut conduire in fine à une coalescence des sous-grains.

Ces deux processus ne sont visibles qu'à l'aide de la microscopie électronique à transmission. Néanmoins, la cinétique d'élimination des défauts peut être suivie par des mesures de résistivité électrique ou de dureté ^[1].

La cinétique de restauration dépend du métal étudié, de sa pureté, de la présence éventuelle de phases précipitées et de la nature des défauts éliminés. De manière générale, la vitesse de restauration augmente avec la température du recuit. Par contre, la cinétique diminue au fur et à mesure que les dislocations sont annihilées ou réarrangées car la distance que les dislocations doivent parcourir pour se rencontrer devient de plus en plus longue ^[108].

3) Recristallisation primaire : nucléation et croissance de nouveaux grains

Bien qu'il ait réalisé sa restauration et donc éliminé une grande partie des dislocations, le métal écroui comporte toujours un excès d'énergie libre. Afin d'éliminer cet excès d'énergie et de retrouver la formabilité initiale du matériau, il est nécessaire de réaliser un recuit à plus haute température ^[80]. La structure distordue et écrouie par le travail mécanique à froid est alors remplacée par une nouvelle structure à grains reformés ^[1]. Cette transformation nécessite la germination de nouveaux grains (Fig. 111 (a) ^[1]) ainsi que la croissance de ceux-ci jusqu'à contact (Fig. 111 (b), (c) et (d) ^[1]). La force motrice de ces deux transformations réside essentiellement dans la différence de densité de dislocations entre le nucleus ou le grain recristallisé et la matrice dont il est issu.

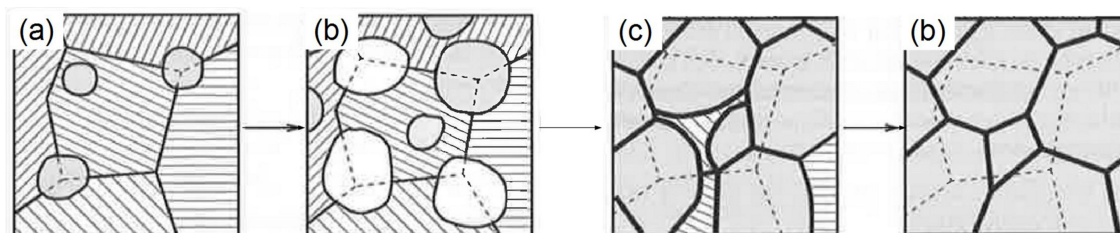


Fig. 111: Illustration du mécanisme de recristallisation : (a) de nouveaux grains de ferrite exempts de contraintes nucléent et (b), (c), (d) croissent jusqu'à remplacer intégralement la structure initiale.

Plusieurs lois empiriques gouvernant la recristallisation primaire ont été exposées ^[114,110]. Celles-ci sont présentées et expliquées dans l'annexe I. Le diagramme ternaire découlant de ces lois reliant le taux d'écrouissage, la température de recuit et la grosseur de grain obtenue après recuit y est également décrit.

3.1) Nucléation des nouveaux grains de ferrite : généralités et mécanisme

La première étape de la recristallisation primaire de la ferrite est la nucléation. Avant de détailler celle-ci, il est nécessaire de procéder à quelques mises au point.

Tout d'abord, contrairement à ce que son nom indique, la germination des grains de ferrite n'est pas une germination au sens thermodynamique ^[108,115]. En effet, tant l'énergie emmagasinée lors de l'écrouissage que l'agitation thermique induite par le recuit ne suffisent pas à expliquer la formation subite d'un petit domaine ordonné et désorienté par rapport à la structure désordonnée qui l'entoure. Une telle germination demanderait énormément d'énergie pour se produire, la nucléation serait donc peu probable et sa vitesse faible.

En réalité, les germes de nucléation de la ferrite préexistent au sein de la structure déformée sous la forme de petites cellules, des sous-grains ^[115,116]. Ces germes sont essentiellement localisés où le degré de déformation est le plus grand ^[108,110,115] : anciens joints de grains, bandes de déformation, régions voisines des gros précipités indéformables... Plus le matériau est déformé, plus ces zones sont nombreuses et donc plus la vitesse de nucléation dans celui-ci est élevée ^[110,115].

Un nucleus ne peut croître dans un matériau de même orientation cristallographique. En effet, dans ce cas, ses joints de grains présenteraient une faible désorientation et auraient donc une faible mobilité ^[108,110]. De plus, il a été observé ^[110] que les orientations cristallographiques des nuclei sont dépendantes de l'orientation cristallographique de la matrice dont ils sont issus.

Il existe trois modèles validés sur base d'études expérimentales pour expliquer la formation d'un nucleus de ferrite. Ceux-ci sont classés en fonction du taux de déformation.

Si le matériau a été très fortement déformé, le mécanisme de nucléation est relativement simple car aucun ré-arrangement des dislocations n'est nécessaire ^[111,115]. Des petites régions entourées de joints de grains désorientés peuvent directement croître et former le nucleus.

Par contre, si le matériau a été plus modérément déformé, il n'existe pas de régions dotées de joints de grains de désorientation élevée qui pourraient croître et ainsi former un nucleus. Les nuclei potentiels doivent donc être issus d'un ré-arrangement des dislocations au début du traitement thermique ^[110,115]. Deux mécanismes sont alors proposés pour expliquer la formation du nucleus :

- Le premier est appelé « strain-induced boundary migration » (SIBM) ^[110,111,115,116]. Ici, la migration des joints de grains est causée par la déformation. Dans ce modèle, un sous-grain en grande partie exempt de dislocations (notées s sur la Fig. 112 (a), voir ci-après), va grandir dans le grain voisin qui possède un nombre élevé de dislocations. Le joint de grains va donc présenter une courbure, laissant derrière lui une région libre de dislocations. Ce sous-grain constitue alors le germe de recristallisation (Fig. 112.b) ^[110].

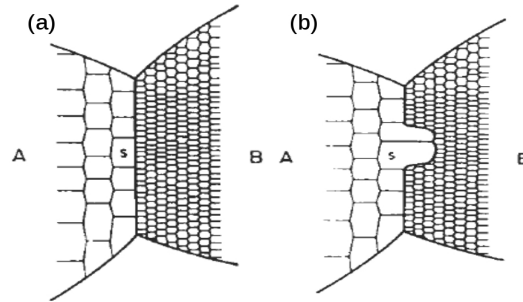


Fig. 112 (a) et (b) : Illustration du modèle de nucléation par migration des joints de grains induite par déformation (déformations moyennes à modérées).

- Le second modèle est appelé « coalescence » ^[110,111,115,116]. Des degrés modérés de déformation favorisent ce mécanisme. Comme dans le cas précédant, il n'existe pas de régions dotées de joints de grains de désorientation élevée. Les nuclei potentiels résultent donc d'un réarrangement au début du traitement thermique. Ce réarrangement débute par l'annihilation des dislocations le long d'un joint de grains (Fig. 113 (a)). Ensuite, le sous-grain consomme les dislocations qui l'entourent et commence à croître dans toutes les directions (Fig. 113 (b) et (c)). Il forme ainsi un nucleus (Fig. 113 (d)).

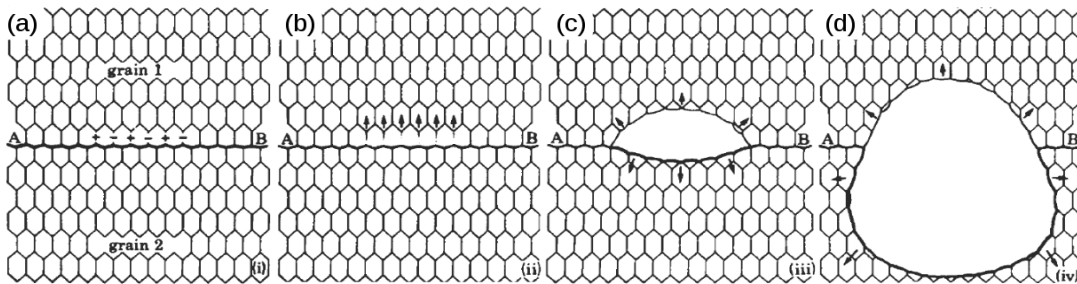


Fig. 113 (a) à (d) : Illustration du modèle de nucléation par coalescence (déformations moyennes à modérées).

3.2) Croissance des grains de ferrite : généralités et mécanisme

La croissance des grains de ferrite, qui constitue la seconde partie de la recristallisation primaire de la ferrite, implique la migration de joints de grains à grands angles ^[108,115,116]. Ces joints de grains vont se déplacer afin de diminuer l'énergie libre du système et suivant la résultante des forces, motrices ou d'ancrages, qui s'exercent sur lui.

Dans les métaux écrouis, la principale force motrice (12) de migration provient de l'énergie stockée sous forme de dislocations et de lacunes ^[108,110,111,116]. Cette énergie se trouve réduite par la restauration qui précède la recristallisation ^[1], mais également par la présence d'atomes solutés ou de précipités ^[108,110,111,116]. Dans la plupart des alliages, la force d'ancrage est inférieure à la force motrice due aux dislocations. Cependant, dans certaines conditions, la force d'ancrage peut être suffisante pour bloquer en partie la germination et ralentir considérablement la recristallisation primaire. Ainsi, cela se produit si la distance moyenne entre les phases précipitées est très petite et que, suite à un faible écrouissage ou une déformation réalisée à chaud, la force propulsive est faible.

12 On compte également les forces motrices dues aux joints de grains, à l'énergie de surface, à l'énergie magnétique, etc. Une description détaillée des forces motrices et d'ancrage est proposée en annexe J.

La croissance du germe de ferrite se produit par la migration dans la matrice écrouie d'un joint de grains de forte désorientation. Ce déplacement se fait via des sauts d'atomes. Ceux-ci sont plus fréquents dans le sens de la zone écrouie vers la zone recristallisée, car ces sauts correspondent à une diminution de l'énergie libre du système [108,115].

3.3) Cinétique de la recristallisation primaire

Les différents concepts de base concernant la recristallisation primaire ayant été abordés, nous pouvons à présent nous intéresser à la cinétique de cette transformation.

La Fig. 114 montre l'évolution de la fraction volumique recristallisée d'un acier à 0.08 % C-1.45 % Mn-0.2 % Si laminé à 50 % en fonction de la durée de recuit pour différentes températures de traitement thermique [80].

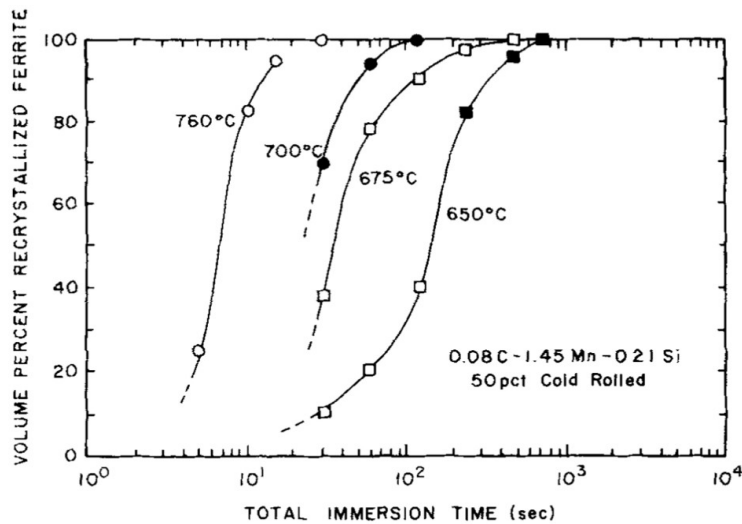


Fig. 114: Fraction volumique de ferrite recristallisée d'un acier à 0.08 % C-1.45 % Mn-0.2 % Si laminé à 50 % en fonction de la durée de recuit pour différentes températures.

Nous pouvons observer sur la Fig. 114 que l'évolution de la fraction volumique de ferrite recristallisée f en fonction du temps présente une évolution de type sigmoïdale. Après un temps d'incubation nécessaire à la nucléation, le taux de ferrite recristallisée s'accroît relativement rapidement pour atteindre un palier [116]. La cinétique de recristallisation illustrée à la Fig. 114, et plus généralement toute cinétique de recristallisation, est décrite par une relation de type «Avrami» [41] [108]:

$$f = 1 - \exp\left(-Kt^\alpha \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)\right) \quad [41]$$

où K et α sont des constantes faisant intervenir la densité des germes de recristallisation formés au cours du temps, la répartition spatiale de ces germes et la vitesse de migration des joints de grains. Q , t , T et R sont respectivement l'énergie d'activation apparente de la recristallisation, le temps, la température et la constante des gaz parfaits.

Usuellement, au lieu de suivre l'évolution de la fraction recristallisée, les métallurgistes s'intéressent à la température nécessaire pour observer la recristallisation complète ou partielle de la ferrite pour un recuit de durée donnée. Le temps de recuit $t_{1/2}$ correspondant à la demi-recristallisation est donné par la relation [42] [108] :

$$t_{1/2} \approx 0.55 \frac{d_m}{v_t} \quad [42]$$

où d_m est le diamètre moyen des grains en fin de recristallisation et v_t la vitesse de migration des joints de grains à la température T.

Plusieurs paramètres influencent la cinétique de la recristallisation primaire. Nous pouvons ainsi citer :

- Le taux et le mode de déformation : ces deux paramètres influencent l'énergie stockée dans la structure ferritique déformée et le nombre de sites disponibles pour la nucléation. Ainsi, une augmentation de l'intensité de la déformation a pour conséquence d'augmenter la cinétique de recristallisation ^[110]. La traction est le mode de déformation qui augmente le plus la cinétique de recristallisation. Ce mode de déformation est suivi par le tréfilage, le laminage et la compression.
- Température de recuit et vitesse de la rampe : la recristallisation, dont la cinétique suit une relation de type Avrami, est un processus thermiquement activé. Ainsi, pour une déformation égale, plus la température de recuit est élevée et plus la cinétique est élevée. D'autre part, la vitesse de la rampe de température utilisée pour atteindre le palier de traitement thermique influence la cinétique de la recristallisation. Si cette vitesse est élevée, peu de ferrite déformée a le temps d'effectuer sa restauration ^[110]. Par conséquent, la force motrice de la recristallisation et donc sa cinétique seront élevées.
- Taille initiale des grains de ferrite : comme cela a été dit au point 3.1 (page 115), la nucléation se produit notamment aux anciens joints de grains ferritique. Ainsi, à déformation et à température de recuit égales, plus les grains de ferrite avant déformation sont petits, plus le nombre de sites de nucléation est élevé et plus la vitesse de recristallisation est rapide.
- Présence d'éléments en solution et de précipités : il a été mentionné dans la sous-section 3.2 (page 116) que les éléments en solution ou les précipités influencent la mobilité des joints de grains. De ce fait, plus ceux-ci sont élevés, plus la croissance de la ferrite est lente.

3.4) Résumé du mécanisme et de la cinétique de la recristallisation primaire

Pour résumer, nous pouvons dire que :

- La germination est le résultat de la croissance progressive d'une cellule d'érouissage située près d'une hétérogénéité d'orientation. L'orientation du nouveau grain qui va recristalliser sera donc déterminée par la microstructure déformée dont il est issu. Le mécanisme de nucléation dépend de l'intensité de la déformation appliquée.
- La croissance des grains de ferrite se produit au début par des mécanismes mal connus de coalescence de cellules, ou de migration de parois de dislocations. Ce mécanisme de croissance change suite à l'accumulation des dislocations, ce qui donne naissance à des joints de grains de forte désorientation capables de migrer et de commencer à croître. Leur déplacement se fait via des sauts d'atomes et la vitesse de ce déplacement est dépendante des forces mises en jeu. Celles-ci peuvent favoriser le déplacement du joint de grains ou l'entraver.

- La cinétique de recristallisation primaire est définie par la loi d'Avrami. La présence d'un temps d'incubation avant l'augmentation de la fraction de ferrite recristallisée résulte des mécanismes nécessaires pour initier la nucléation. Il est très compliqué de distinguer la vitesse de nucléation de la vitesse de croissance des grains de ferrite. Les cinétiques de ces deux mécanismes sont influencées par de nombreux paramètres expérimentaux : taux et mode de déformation, température de recuit, vitesse de la rampe, taille initiale et forme des grains de ferrite, présence d'éléments en solution, précipités...

4) Recristallisation secondaire : mûrissement des grains recristallisés

Après l'étape de recristallisation primaire, le matériau possède toujours un faible excès d'énergie sous forme de joints de grains^[110]. De plus, l'équilibre des tensions interfaciales aux joints de grains n'est pas réalisé car des grains de dimensions différentes se font face^[108]. Afin de diminuer ce surplus d'énergie, la recristallisation secondaire va se mettre en place. Ce processus est caractérisé par la migration des joints menant à l'augmentation de la taille moyenne des grains^[108].

Les facteurs qui gouvernent le choix des grains qui vont être amenés à croître de manière anormale ainsi que le début du mécanisme de croissance sont encore mal compris. Tout au plus est-il admis^[110] que les grains qui vont croître sont généralement dès le départ un peu plus gros que la moyenne et possèdent des orientations cristallographiques qui divergent de la texture primaire principale.

La cinétique de la migration des joints de grains résulte du compromis^[108,111] entre la force motrice (les joints de grains) et les forces d'ancrage (impuretés). Le début de la recristallisation secondaire est relativement lent et est précédé par une période d'incubation^[110]. Il semble acquis que la croissance uniforme normale des grains est inhibée par une texturation particulière voir par une phase dispersée. De plus^[110], ce n'est que quand la croissance des grains est lente que des gros grains peuvent initier la croissance secondaire. L'évolution du diamètre moyen des grains lors d'un grossissement continu, est donné par l'équation [43]^[108,110] :

$$D = D_0 + K_4 t^{n_1} \quad [43]$$

où K_4 est une constante déterminée expérimentalement, n_1 est une constante prise entre 0.3 et 0.5 et D_0 est le diamètre initial du grain.

Cette transformation ne peut se dérouler qu'au-delà d'une température critique donnée. La structure obtenue après recristallisation secondaire sera composée de grains de taille élevée si la température de recuit est juste supérieure à ce seuil. Pour des températures plus élevées, une structure secondaire composée de grains moins gros est obtenue^[110]. Le diamètre limite des grains obtenus après recristallisation secondaire dépend essentiellement^[108,111] de l'orientation moyenne des grains, des dimensions externes de l'échantillon et de la fraction de particules précipitées.

5) Effets des champs magnétiques sur la restauration et les recristallisations primaires et secondaires

On distingue deux sujets principaux dans la littérature traitant de la recristallisation de la ferrite sous champ magnétique. Le premier porte sur l'influence des champs magnétiques sur la texture des aciers recristallisés [81,117-123]. Le second traite de la modification par les champs magnétiques des cinétiques de restauration et de recristallisation [19,36,81,117,119-122,124-126]. Dans ce travail, notre attention s'est portée sur les changements de microstructures induits par les champs magnétiques. Ces changements de structure résultent d'une modification de cinétique de restauration et de recristallisation. Par conséquent, la littérature traitant des textures induites par les champs magnétiques lors des recuits de recristallisation ne sera pas abordée.

Historiquement, les premières études abordant l'effet des champs magnétiques d'inductions supérieures à 1T sur la cinétique de recristallisation de la ferrite ont été conduites par Martikainen et Lindroos en 1981 [122]. Lors de leurs travaux, ils ont observé que l'état de recristallisation des échantillons traités sous champ magnétique était systématiquement en retard par rapport à celui des échantillons de référence. Selon eux [122], ce retard serait dû à une diminution de la mobilité des joints de grains sous champ magnétique. Cette diminution résulterait de trois effets conjugués :

- La formation d'un état magnétique ordonné limitant la vitesse de diffusion des atomes de fer,
- Une obstruction causée par les parois des domaines magnétiques,
- Une altération de la structure des joints de grains.

Suite à cette étude, de nombreuses recherches ont été menées afin d'étudier l'effet des champs magnétiques sur la restauration, la recristallisation primaire et la recristallisation secondaire. Les principales observations réalisées sont décrites dans les sections suivantes.

5.1) Restauration de la ferrite

Dans le cadre d'une étude sur des aciers au silicium laminés à froid, Xu *et al.* [124] ont observé que la restauration de la ferrite semblait être accélérée par le champ magnétique. En effet, la dureté des aciers recuits à 500°C durant différentes durées sous 10T était plus faible que celle des échantillons de référence (Fig. 115).

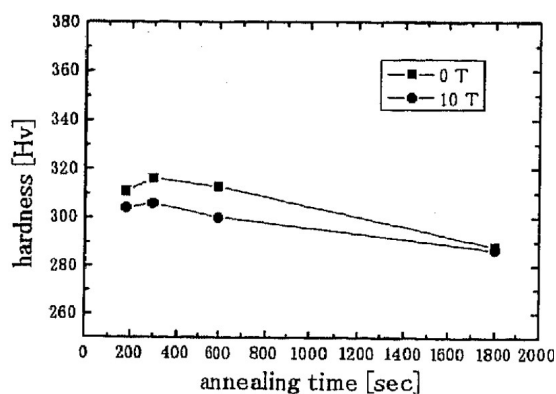


Fig. 115: Effet d'un champ magnétique de 10T sur la restauration à 500°C.

Selon Xu *et al.* [124] le champ magnétique modifie la distribution et l'arrangement des dislocations, ce qui aurait pour effet d'accélérer la restauration.

Zhang *et al.* [19,36,81] ont étudié la restauration de la ferrite sous champ magnétique d'un acier 42CrMo laminé à froid à l'aide de la technique EBSD (electron back-scattered diffraction). Les fractions de ferrite restaurées déterminées par EBSD pour les échantillons recuits à 600 et 650°C avec et sans champ magnétique sont présentées respectivement sur les Fig. 116 (a) et (b) [81]:

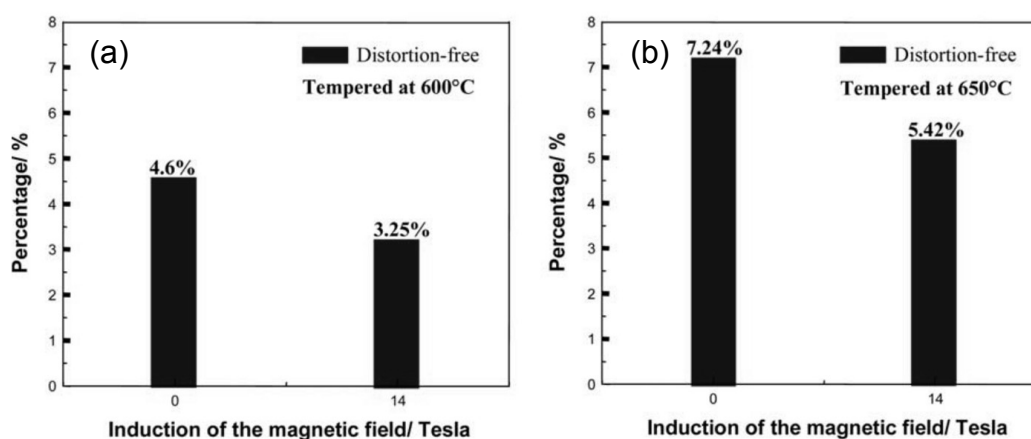


Fig. 116: Effet du champ magnétique sur la restauration d'un acier 42 CrMo. Fraction de ferrite restaurée avec et sans champ magnétique (a) à 600°C et (b) à 650°C.

Les graphiques présentés sur les Fig. 116 (a) et (b) indiquent que la restauration des échantillons traités sous champ magnétique est dans un état moins avancé que celle des échantillons de référence (13). Zhang *et al.* [19,36,81] se réfèrent aux travaux de Martikainen et Lindroos pour expliquer l'origine des effets observés. Ainsi, la restauration se trouverait ralentie car le champ magnétique entrave le ré-arrangement des dislocations et le déplacement des sous-joints de grains.

5.2) Recristallisation primaire

Plusieurs publications rapportent que le champ magnétique influence la nucléation de la ferrite lors de la recristallisation primaire.

Ainsi, dans leur étude portant sur l'effet d'un champ magnétique sur le recuit d'un acier IF (interstitial-free) laminé à froid, Wu *et al.* [117,120] ont observé que le champ magnétique accélère la nucléation de la ferrite. Par contre, Bacaltchuck a observé un effet opposé dans le cas d'un acier au silicium [126].

L'effet d'un champ magnétique sur la croissance des grains de ferrite recristallisés a également fait l'objet de plusieurs études.

Ainsi, Bacaltchuck [126] a observé que, pour un acier au silicium, la mobilité des joints de grains ayant une orientation cristallographique bien déterminée était favorisée par le champ magnétique. Dans ce cas précis, le retard pris lors de la nucléation sous champ magnétique serait ainsi résorbé lors de la croissance.

13 Cette observation est opposée à celle réalisée par Xu *et al.*!

Par ailleurs, Wu *et al.* ^[117,120] rapportent que les fractions de ferrite recristallisées d'échantillons IF traités sous champ magnétique de 12T sont toujours inférieures à celles des échantillons de référence (Fig. 117).

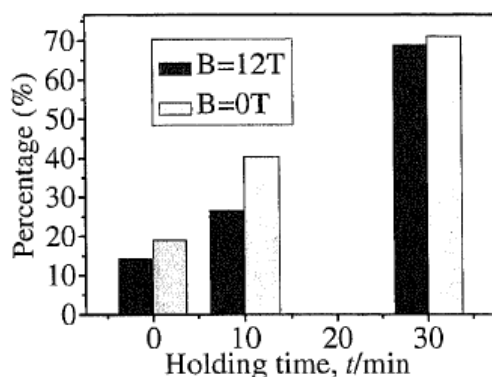


Fig. 117: Fraction de ferrite recristallisée pour les échantillons recuits à 650°C avec et sans champ magnétique pour différentes durées de recuit.

Dans ce cas-ci, la recristallisation de la ferrite sous champ magnétique serait donc retardée et aucun effet positif sur la croissance de la ferrite ne serait observé ^[117]. Tout comme Martikainen et Lindroos, ils émettent l'hypothèse qu'un champ magnétique réduirait la vitesse de diffusion du carbone par un raidissement du réseau cristallin. La diffusion atomique et la migration des joints de grains seraient également entravées par un réarrangement des parois des domaines ^[82].

Xu *et al.* ^[124], se sont également intéressés à l'effet d'un champ magnétique de 10T sur la recristallisation primaire de la ferrite pour des aciers au silicium ayant subi des laminages à chaud et à froid. Ils ont ainsi observé un effet retardateur du champ magnétique sur la recristallisation primaire. En effet, les échantillons traités avec champ magnétique étaient dans tous les cas à un stade de recristallisation primaire moins avancé que celui des échantillons de référence. Selon eux ^[124], ces observations s'expliquent par l'accélération de la restauration de la ferrite sous champ magnétique. Ainsi, les échantillons traités sous champ magnétique présenteraient moins de dislocations que les échantillons de référence et auraient donc une force motrice plus faible pour initier la recristallisation.

5.3) Recristallisation secondaire

Seuls Xu *et al.* ^[124] ont publié des résultats de recherches portant sur l'effet du champ magnétique sur la recristallisation secondaire de la ferrite. Pour pouvoir observer l'effet du champ magnétique uniquement sur la recristallisation secondaire, ils ont tout d'abord recristallisé entièrement des échantillons laminés à froid et à chaud sans champ magnétique. Ces échantillons ont ensuite été recuits à haute température avec et sans champ magnétique puis analysés. Les Fig. 118 (a) et (b), illustrées ci-dessous, présentent respectivement les tailles moyennes des grains recristallisés obtenues sans et avec champ magnétique pour les échantillons (a) laminés à froid (87 %) et (b) laminés à chaud.

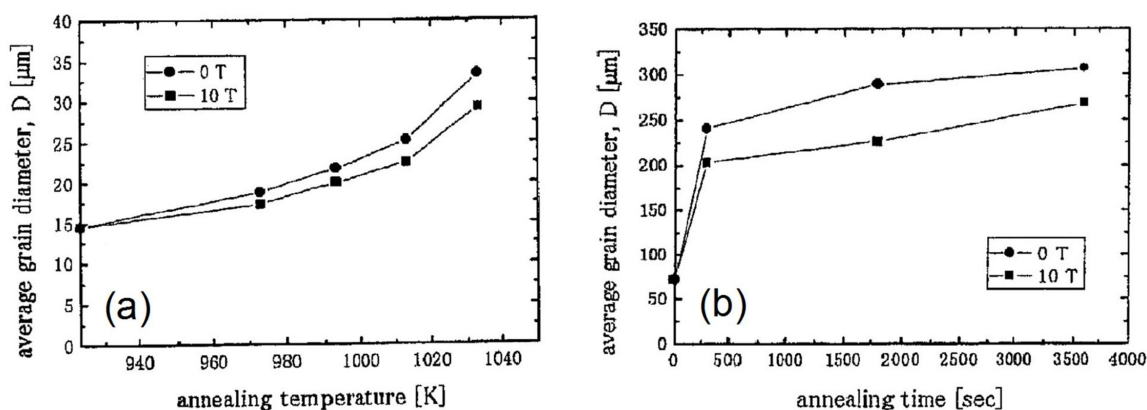


Fig. 118: Effet des champs magnétiques (10T) sur la recristallisation secondaire pour : (a) des échantillons laminés à froid recuit pendant 1 heure à différentes températures et (b) des échantillons laminés à froid recuit pendant différentes durées à 850°C.

Les Fig. 118 (a) et (b) montrent que, tant pour les aciers laminés à chaud que laminés à froid, la taille moyenne des grains de ferrite recristallisés des échantillons traités sous champ magnétique est plus faible que celle des échantillons de référence. Ceci indique que la recristallisation secondaire est ralentie par le champ magnétique.

5.4) Conclusions

Comme cela vient d'être montré, de nombreuses études concernant la recristallisation ont déjà été réalisées. En fonction des aciers étudiés, des observations divergentes concernant les effets des champs magnétiques sur la recristallisation ont été réalisées. Ainsi, certains avancent que la restauration est accélérée ^[124], d'autres estiment qu'elle est ralentie ^[81]. La nucléation serait également, pour certains accélérée ^[120] et pour d'autres, ralentie ^[126]...

Il serait donc intéressant d'apporter un nouvel éclairage à ces différents effets. C'est l'objet de cette étude qui vise à spécifier, dans le cas d'un acier à 0.1 % en carbone laminé à froid à 80%, l'effet d'un champ magnétique de 4T sur la recristallisation de la ferrite.

CHAPITRE VII : Recristallisation de la ferrite sous champ magnétique – Matériel et méthodes

1) Techniques de caractérisation

La restauration et les recristallisations primaire et secondaire peuvent être suivies par différents types de techniques de caractérisation. Ces techniques permettent d'analyser l'évolution des propriétés mécaniques, microstructurales ou encore électriques du matériau en cours de transformation.

La technique la plus simple et la plus rapide pour obtenir une information sur les caractéristiques mécaniques d'un échantillon en cours de restauration, de recristallisation primaire ou secondaire, est la mesure de dureté. Comme cela a été mentionné dans la section 1.1, page 56, cette technique non destructive donne une information sur l'aptitude du matériau à se déformer sous une contrainte (sa ductilité). Cette technique est donc applicable à l'étude de la restauration et des recristallisations, étant donné que ces transformations induisent une modification de la ductilité des métaux. Néanmoins, cette technique ne permet pas de dissocier les contributions de la restauration et des recristallisations primaire et secondaire à la propriété mesurée. Dans ce cas, il est nécessaire de corroborer les mesures réalisées avec des caractérisations microstructurales.

Des mesures de traction peuvent également être utilisées pour étudier la restauration et les recristallisations primaire et secondaire de la ferrite. Cette technique de caractérisation permet d'obtenir plus d'informations concernant les propriétés mécaniques du matériau : module de Young, limite d'élasticité ou encore résistance à la rupture. L'inconvénient majeur de cette technique est qu'elle est destructrice.

Parmi toutes les techniques d'analyse microstructurales, la microscopie optique est la plus rapide et est celle qui nécessite le moins de préparations. Sa résolution limitée constitue son principal défaut. L'analyse devient compliquée à un grossissement de 500X. De ce fait, bien que cette technique de caractérisation puisse être utilisée pour obtenir une vue d'ensemble sur l'état d'avancement de la recristallisation d'un échantillon, elle ne permet pas d'observer les détails de celle-ci.

Pour pouvoir observer plus finement la recristallisation, l'emploi de la microscopie électronique à balayage (SEM) est nécessaire. Cette technique ne nécessite pas plus de préparation que la microscopie optique et permet d'atteindre de plus forts grossissements et une meilleure résolution. Cependant, pour une résolution donnée, la surface analysée est inversement proportionnelle au grossissement utilisé. Par conséquent, si l'on souhaite analyser de grandes surfaces et ainsi avoir une information statistique plus fiable concernant l'échantillon, on doit augmenter le nombre de prises de vue ou alors enregistrer des images à haute définition à un grossissement plus faible.

La microscopie de force atomique (AFM) peut également être utilisée pour caractériser l'état de surface des échantillons en cours de recristallisation. Pour cela, une bonne préparation de l'échantillon est nécessaire. Si celle-ci est bien réalisée, cette technique peut alors distinguer les grains recristallisés et non recristallisés sur base de leur rugosité.

L'observation de détails plus petits encore, n'est possible qu'à l'aide de la microscopie électronique à transmission (TEM). Cette technique demande beaucoup de préparations mais permet l'observation de détails inaccessibles à l'aide des trois autres techniques, tels des dislocations. De ce fait, la TEM permet donc d'observer la restauration.

Les techniques de caractérisation par diffraction telles l'EBSD (electron back-scattered diffraction) ou la XRD (X-ray diffraction) constituent un groupe de techniques d'analyse à part entière. Ces techniques offrent la possibilité d'obtenir des informations relatives à la texture de l'échantillon. L'EBSD peut également être utilisée pour déterminer la fraction de ferrite restaurée ou recristallisée dans un échantillon.

La restauration de la ferrite écrouie est accompagnée d'une chute de sa résistivité électrique. Il est donc possible, après étalonnage, de connaître la fraction de ferrite restaurée par la mesure de résistivité électrique.

Dès le début de ce travail, nous avons été amenés à fixer les limites de celui-ci, notamment concernant les transformations à étudier. Étant donné le temps nécessaire à la caractérisation de la restauration, nous avons décidé de ne pas nous concentrer sur ce sujet.

Nous nous sommes donc limités à l'étude de la recristallisation primaire de la ferrite. Les mesures de dureté ont été utilisées pour obtenir une information générale sur l'état d'avancement de la transformation. Ces informations ont ensuite été vérifiées et complétées par analyse micrographique couplée à l'analyse d'images.

1.1) Analyse des propriétés mécaniques par mesure de dureté

La mesure de dureté par indentation a déjà été employée et optimisée lors de l'étude de la sphéroïdisation de la cémentite. La préparation des échantillons a été réalisée comme décrit à la sous-section 1.1, page 56.

Une fois mis en résine et polis, les échantillons ont été attaqués chimiquement pour révéler la microstructure des grains de ferrite. La solution d'attaque utilisée est le réactif de Marshall. Cet attaque se déroule en deux étapes.

- Une attaque rapide par du Nital (10s, 2 % en volume d'acide nitrique à 98 % dans de l'éthanol), puis sans rincer, au picral (30s, 4% d'acide picrique dans l'éthanol) est réalisé. L'échantillon est alors rincé à l'eau, au méthanol puis séché.
- D'égales proportions d'une solution aqueuse contenant 8g d'acide oxalique et 2.5ml d'acide sulfurique et d'une solution à 30 % en peroxyde d'hydrogène sont mélangées. Cette solution est portée à 80°C. L'échantillon est alors plongé dans la solution d'attaque chimique, rincé à l'eau, au méthanol puis séché.

Après cette préparation, les échantillons sont indentés et analysés au microscope.

1.1.1) Mise au point de la procédure de mesure

Comme cela a été expliqué dans le point 1.1.2, page 57, la dureté moyenne des échantillons est obtenue en effectuant la moyenne de 5 mesures réalisées à l'aide de l'indenteur (Instron Wilson – Wolpert Tukon ® 2100B) au milieu de l'échantillon. Les mesures ont été réalisées avec une force de 30N pendant 30 secondes.

1.2) Analyse des propriétés microstructurales par analyse d'image

L'analyse d'image et ses principes ont déjà été décrits en détails dans les chapitres II et V. Pour rappel, l'analyse d'images est un processus qui nécessite l'optimisation de quatre étapes : l'acquisition des images, le prétraitement des images, la segmentation des images et la mesure des caractéristiques des éléments qui constituent les images. Ces différentes étapes vont être décrites dans les points suivants.

1.2.1) Acquisition des images

Les échantillons ont été analysés à l'aide des deux techniques de microscopie que nous avons à notre disposition. La Fig. 119 présente trois micrographiques obtenues respectivement à l'aide (a) de la microscopie optique, (b) de la microscopie électronique en mode SE et (c) de la microscopie électronique en mode BSE.

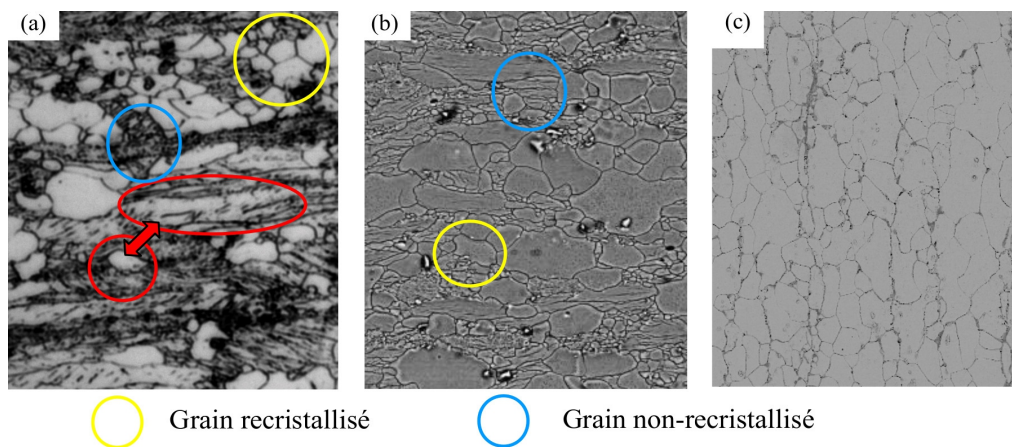


Fig. 119: Structure ferritique en cours de recristallisation : (a) micrographie optique, (b) micrographie électronique en mode SE et (c) microscopie électronique en mode BSE.

Comme nous pouvons le voir sur les Fig. 119 (a), (b) et (c), les microscopies optique et électronique à balayage donnent des résultats fort différents concernant la distinction des grains de ferrite recristallisés (cercle jaune) et non-recristallisés (cercle en bleu) :

- En microscopie optique, cette distinction se fait à l'aide d'une différence de niveaux de gris : les grains recristallisés apparaissent en gris clair et la structure ferritique déformée apparaît en gris foncé. Comme on peut le voir dans les zones entourées de rouge indiquées sur la Fig. 119 (a), les différences de teintes entre les grains recristallisés, ou presque recristallisés, peuvent être fort ténues. D'autre part, comme l'indique le cercle jaune sur la Fig. 119 (a), les joints de grains ne sont pas toujours clairement marqués. Par conséquent, la précision de la sélection des grains recristallisés et des analyses qui vont en découler ne sont pas assurées.

- La microscopie électronique à balayage rend la distinction des grains recristallisés et non-recristallisés par analyse d'images plus aisée. En effet, comme on peut le voir sur la Fig. 119 (b), l'attaque chimique réalisée révèle clairement les joints de grains et permet de distinguer plus aisément les grains recristallisés lisses de la matrice ferritique déformée rugueuse en mode SE. Le mode BSE permet également d'identifier facilement les joints de grains. Cependant, ce mode offre un faible contraste entre les grains recristallisés et non-recristallisés (Fig. 119 (c)).

Sur base de ces essais, nous avons décidé de travailler sur des micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage en mode SE. Le grossissement employé pour enregistrer les images a été fixé à 750X sous une tension de 15 keV. Ce grossissement résulte d'un compromis entre la surface analysée par image et la résolution de celle-ci. La surface analysée par image est de l'ordre de $23120\mu\text{m}^2$ (8192×6400 pixels, 1 pixel = $0.021\mu\text{m}$). Par la suite, nous avons pris 4 images par échantillon.

1.2.2) Prétraitement

Comme on peut le voir sur la Fig. 120 (a), les images obtenues par microscopie électronique à balayage présentent des défauts de netteté. La présentation des moyens mis en œuvre pour éliminer ou du moins atténuer ceux-ci constitue l'objet de ce point.

L'effet poivre-et-sel provient du fait que le temps d'intégration nécessaire pour prendre l'image est trop faible. Afin de supprimer celui-ci de l'image de départ (Fig. 120 (a)), un filtre médian de taille [2 2] est appliqué sur les images. Ensuite, afin de réduire le bruit présent dans les images, un filtre passe-bas de type Wiener de taille [5 5] est appliqué. Le résultat de ces deux traitements est illustré à la Fig. 120 (b). L'image paraît plus « lisse ».

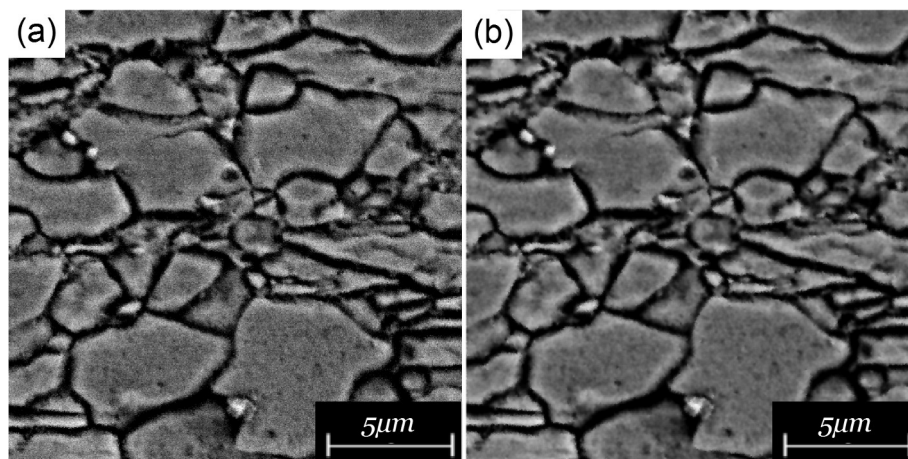


Fig. 120: prétraitement des images : (a) image d'origine et (b) effet du filtre médian [2 2] sur une micrographie d'un échantillon recuit à 650°C pendant 60 secondes.

Afin de faciliter la segmentation des images, il est encore nécessaire d'accroître le contraste entre les grains et les joints de grains. Pour cela, une fermeture en niveau de gris avec un élément structurant de type disque de taille 16 est appliquée à la Fig. 121 (a). Le résultat de cette transformation est illustré à la Fig. 121 (b). Ensuite, la Fig. 121 (a) est soustraite à la Fig. 121 (b). Cette opération permet d'obtenir la Fig. 121 (c). Pour terminer, la Fig. 121 (d) est obtenue en soustrayant la Fig. 121 (c) à la Fig. 121 (a).

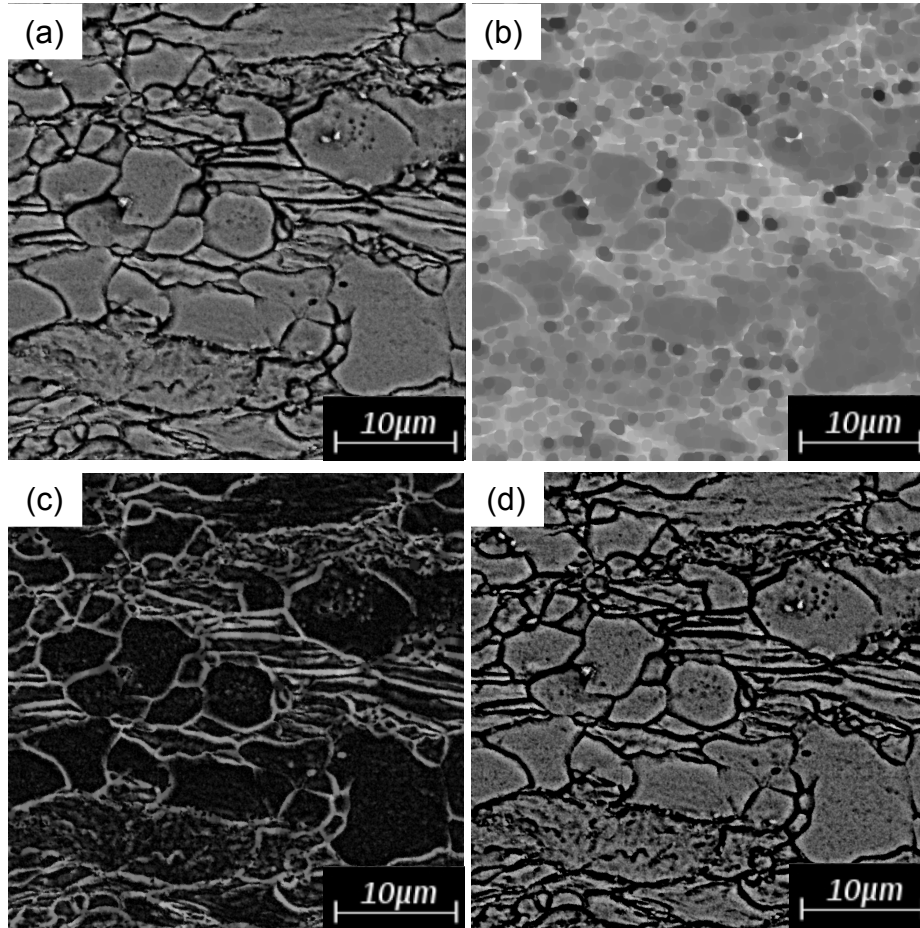


Fig. 121: Accroissement du contraste afin de dissocier plus facilement les grains recristallisés : (a) Fig. 120 (b), (b) fermeture en niveaux de gris avec un élément structurant de type disque de taille 16 de la Fig. 121 (a), (c) résultat de la soustraction de la Fig. 121 (b) à la Fig. 121 (a), (d) résultat de la différence entre la Fig. 121 (a) et la Fig. 121 (d).

Comme on peut le voir en comparant les Fig. 121 (a) et (d), le contraste entre les grains recristallisés et les joints de grains est amélioré. D'autre part les grains non recristallisés apparaissent plus rugueux. Ceci va permettre de supprimer plus aisément une partie de ceux-ci lors de l'étape de segmentation.

1.2.3) Segmentation

La segmentation doit permettre de distinguer les grains recristallisés des grains non-recristallisés. Pour ce faire, il est nécessaire de mettre en valeur les joints de grains par un seuillage. Pour cela, le complément (14) de l'image illustrée à la Fig. 121 (d) est déterminé (Fig. 122 (a)). Le seuillage de la Fig. 122 (a) est ensuite effectué par la méthode d'Otsu^[127] (Fig. 122 (b)).

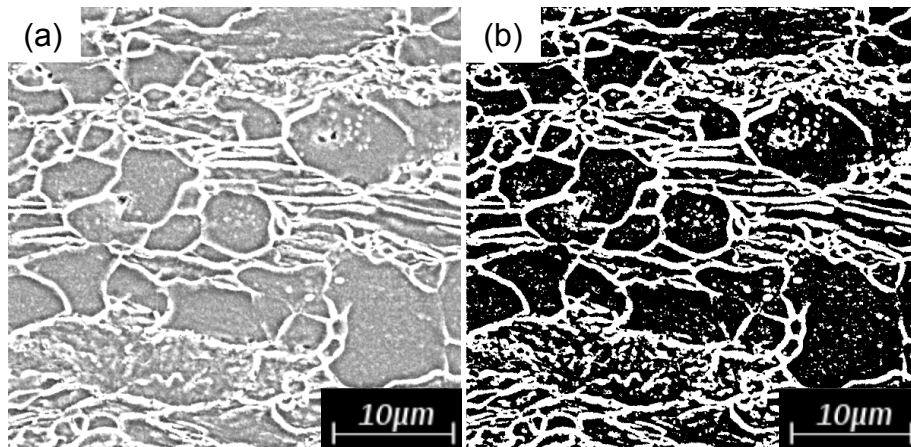


Fig. 122: (a) complément de la Fig. 121 (d) et (b) Fig. 122 (a) segmentée par la méthode d'Otsu.

L'image illustrée à la Fig. 122 (b) comporte encore de nombreux éléments parasites blancs. C'est pourquoi les régions qui présentent une aire inférieure à 1000 pixels ($0,44\mu\text{m}^2$) sont supprimées (Fig. 123 (a)). Enfin, le complément de la Fig. 123 (a) est déterminé et les trous présents au sein des grains sont remplis (Fig. 123 (b)).

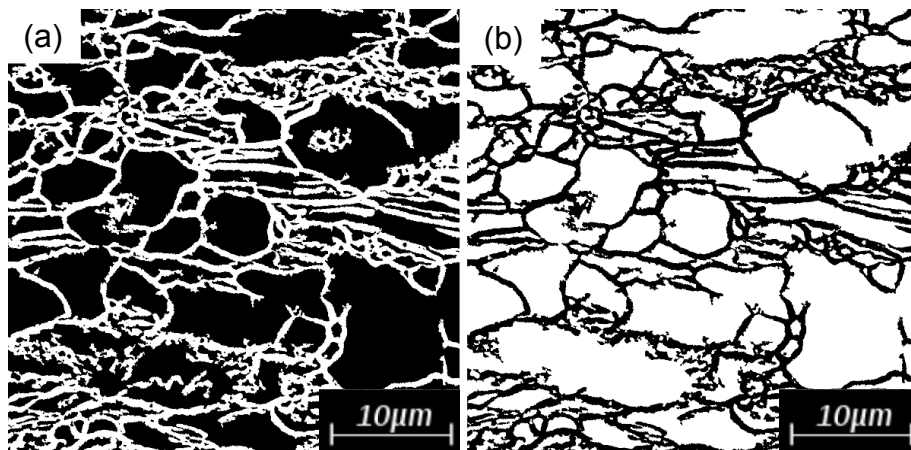


Fig. 123: (a) suppression des éléments de taille inférieure à 1000 pixels ($0,44\mu\text{m}^2$) de la Fig. 122 (b) et (b) complément et remplissage des trous de la Fig. 123 (a).

Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 123 (b), les joints de grains apparaissent clairement. Suite aux transformations réalisées, l'aspect rugueux des grains de ferrite non-recristallisés apparaît sous forme de maillage blanc ou de grains dont les joints de grains sont faiblement définis.

14 Déterminer le complément d'une image consiste à soustraire la valeur de chaque pixel de l'image d'origine à 256. Ceci permet de construire une image dont la somme à l'image d'origine vaut en chaque pixel 256.

Pour terminer, un dernier tri en aire est réalisé pour supprimer les éléments de taille inférieure à 500 pixels ($0,22\mu\text{m}^2$). Le résultat de cette opération est illustré à la Fig. 124.

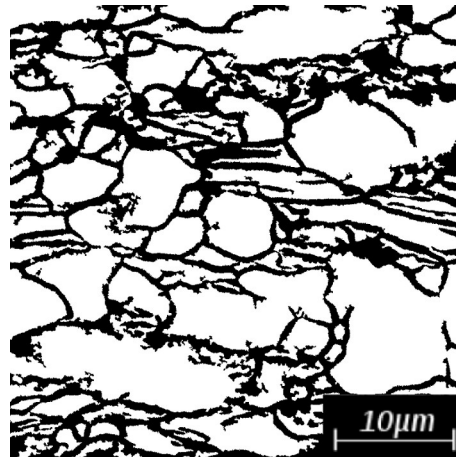


Fig. 124: Suppression des éléments de taille inférieure à 500 pixels ($0,22\mu\text{m}^2$).

1.2.4) Sélection des grains d'intérêt

Au début de ce travail, nous avons tenté de développer des scripts permettant de détecter et de sélectionner automatiquement les grains de ferrite recristallisés. Cependant, le taux de sélection, c'est-à-dire le ratio entre le nombre de grains recristallisés sélectionnés automatiquement par rapport au nombre total de grains recristallisés identifiés visuellement était très faible, de l'ordre de 20 %. De plus, des grains non-recristallisés étaient identifiés par erreur comme étant recristallisés. Ces mauvais résultats résultent des multiples défauts présents dans les images :

- Nombreux artefacts issus de de la préparations des échantillons (illustrés en rouge sur la Fig. 125 (a)) : griffes, impuretés...

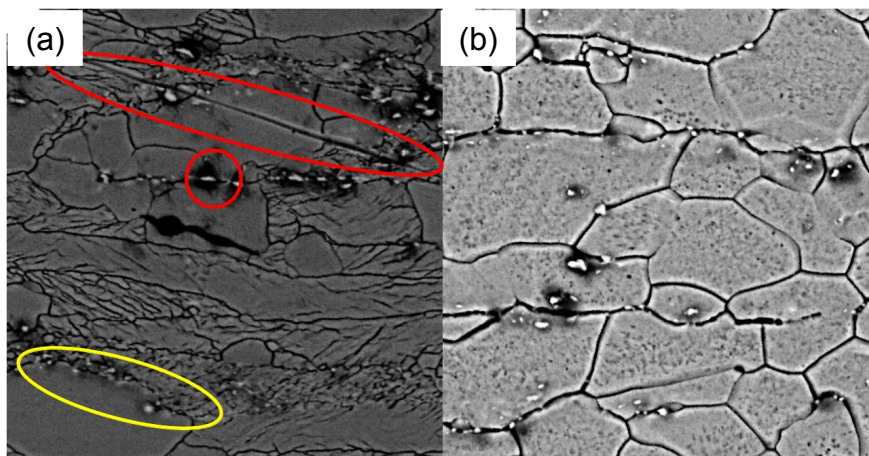


Fig. 125: Illustration des défauts des images : (a) griffes (rouge, en haut), joint de grains insuffisamment définis (jaune), impuretés (rouge, au milieu), (b) attaque de certains grains recristallisés.

- Un mauvais contrôle de l'attaque chimique de l'échantillon constitue également une source de problèmes. Ainsi celle-ci peut résulter en une attaque partielle des grains de ferrite (Fig. 125 (b)). Elle peut également être insuffisante pour marquer clairement les joints de grains (zone entourée en jaune sur la Fig. 125 (a)).

A ce point, il nous paraît important d'insister sur le fait qu'il nous semble possible de pouvoir réaliser une sélection automatique des grains recristallisés. Pour cela, il faudrait améliorer la qualité de préparation des échantillons et de l'attaque chimique qui l'accompagne. Le polissage électrochimique semble être une solution prometteuse, mais elle n'a pas été testée étant donné le temps nécessaire à son optimisation.

- La différence d'aspect insuffisante entre les grains recristallisés et non-recristallisés fausse également la sélection. La Fig. 126 illustre ce problème. Sur celle-ci, les grains recristallisés, d'aspect lisse, sont marqués par des points rouges tandis que les grains non-recristallisés apparaissent rugueux. Une détection automatique, basée sur la rugosité des grains, pourrait donc être réalisée. Malheureusement, certains grains non recristallisés, indiqués par des flèches vertes sur la Fig. 126, présentent un aspect très proche des grains recristallisés. Ceux-ci vont donc interférer dans l'identification des grains. Quelques nuclei, de petite taille, sont également indiqués par des cercles rouges sur la Fig. 126.

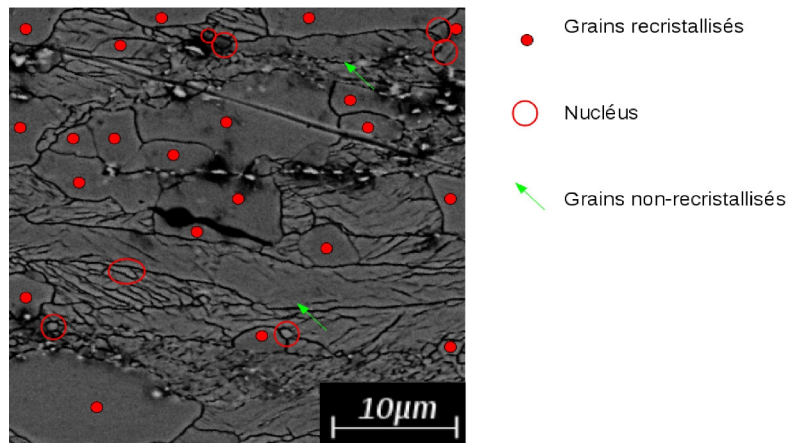


Fig. 126: Identification des grains recristallisés, des nuclei et des grains non recristallisés.

Suite à ces problèmes, nous avons dû réaliser manuellement la sélection des grains recristallisés et des nuclei. En vue de faciliter celle-ci, nous avons développé un script permettant de mettre en valeur les grains de ferrite. Pour cela, les grains recristallisés et non recristallisés identifiés à la Fig. 124 ont été « vidés » puis additionnés à l'image illustrée à la Fig. 121 (d). Le résultat de cette opération est illustré à la Fig. 127.

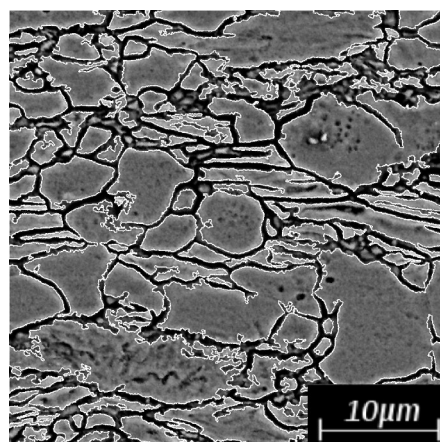


Fig. 127: Résultat de la somme de l'image originale et de la Fig. 124 dont les grains ont été vidés.

Le résultat de la sélection manuelle des grains considérés comme recristallisés est illustré à la Fig. 128 (a). A titre de comparaison, l'image originale est présentée à la Fig. 128 (b).

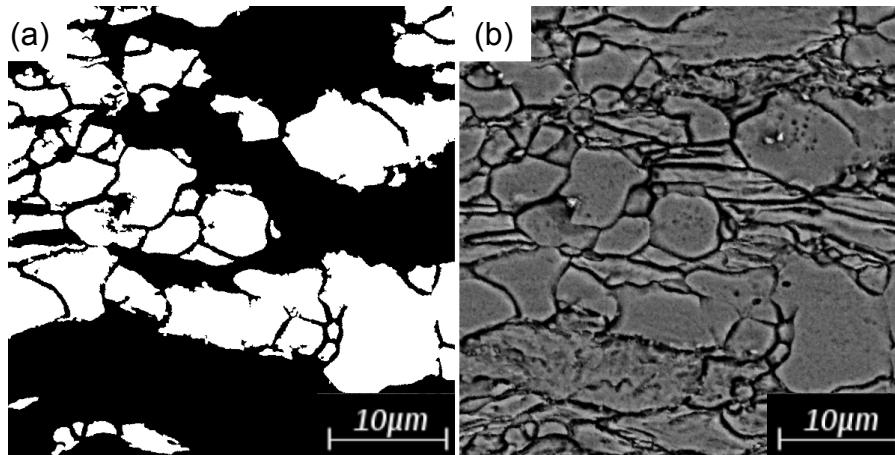


Fig. 128: Sélection des grains recristallisés : (a) résultat de la sélection des grains considérés recristallisés et (b) image de départ.

Enfin, afin de ne pas trop biaiser la mesure de fraction recristallisée, une dilatation avec un disque de taille 10 est utilisé pour remplir les joints de grains vidés autour des grains recristallisés.

1.2.5) Caractérisations

Sur base de l'image obtenue après traitement, il est possible de réaliser diverses mesures pour déterminer l'état d'avancement de la recristallisation. Dans la suite de ce travail, nous distinguerons les mesures « globales » et les mesures réalisées sur chaque grain, dites « locales » :

- les mesures globales comprennent la fraction recristallisée (ratio de l'aire des grains recristallisés par rapport à la taille totale de l'image), le nombre de grains recristallisés et l'aire moyenne de ceux-ci.
- les mesures locales traitent des caractéristiques particulières des grains de ferrite recristallisés présents dans les images. Sur base de la mesure de l'aire de chacun des grains de ferrite, nous pouvons réaliser des distributions en nombre ou encore des distributions de fréquence relative cumulée en nombre de l'aire des grains de ferrite recristallisée. Les informations quantitatives qui sont retirées de ces distributions sont le nombre de nuclei et de grains en croissance.

2) Description des recuits réalisés

2.1) Caractéristiques des traitements thermiques réalisés

Afin de pouvoir étudier la recristallisation primaire de la ferrite sous champ magnétique, des maintiens isothermes de 60 et 300 secondes ont été réalisés. Ces maintiens isothermes se sont déroulés dans une gamme de température comprise entre 600 et 700°C (600, 625, 650, 675 et 700°C). Une partie des échantillons a été traitée sans champ magnétique et l'autre sous un champ magnétique d'une intensité de 4 Teslas. Le four utilisé pour réaliser ces recuits a été décrit au point 2.2.

Le Tableau 26 regroupe les caractéristiques des traitements thermiques appliqués aux échantillons et les identifiants correspondants. Les mêmes différences sont établies entre les durées et les température de recuit exigées et réelles (voir point 2.3.1, page 75).

Identifiant	Durée exigée (sec)	Durée réelle (sec)	Température exigée (°C)	Température réelle (°C)	Champ (T)
R1	60	102	600	595	0
R2	60	120	625	622	0
R3	60	120	650	645	0
R4	60	113	675	674	0
R5	60	132	700	696	0
R6	300	354	600	599	0
R7	300	360	625	622	0
R8	300	372	650	645	0
R9	300	372	700	694	0
R1C	60	102	600	598	4
R2C	60	108	625	621	4
R3C	60	108	650	649	4
R5C	60	120	700	697	4
R6C	300	348	600	598	4
R7C	300	348	625	619	4
R8C	300	352	650	649	4
R9C	300	366	700	697	4

Tableau 26: Caractéristiques des traitements thermiques des échantillons réalisés pour étudier la recristallisation.

Comme on peut le voir dans le Tableau 26, la différence maximale entre la température exigée et réelle est de 6°C. C'est une précision tout à fait acceptable. On peut donc ignorer par la suite les différences de températures de traitement thermiques pour l'analyse des échantillons. Le Tableau 26 indique également que, pour les échantillons recuits avec et sans champ magnétique, les différences de durée de traitement thermique sont faibles, de l'ordre de 10 %. Comme cela a été expliqué au point 2.3.1, page 75, ces différences résultent du mode de chauffage utilisé pour réaliser les recuits.

CHAPITRE VIII : Recristallisation de la ferrite sous champ magnétique – Résultats

1) Effet de la température et de la durée du recuit

1.1) Caractéristiques des échantillons étudiés

Les aciers ferritiques étudiés dans ce travail contiennent, hormis le fer, environ 0.11 % de carbone et 1.46 % de manganèse. Suivant la règle des leviers (équation [33]), la fraction de cémentite présente dans les échantillons est estimée de ~1.32 %. Celle-ci se présente sous forme de perlite écrouie et, dans une moindre mesure, sous forme de carbures précipités aux joints de grains. Compte tenu de la teneur en cémentite de la perlite, la fraction de ferrite totale présente dans les images est donc théoriquement de 88 %.

La microstructure des échantillons avant recuit est caractérisée par une forte déformation orientée des grains ferritiques, voire une disparition des joints de grains. La structure écrouie des échantillons résulte de la mise en forme en quatre étapes qu'ils ont subi. Dans un premier temps, des blocs d'une épaisseur de 30 mm ont été austénitisés à 1250°C pendant une heure. Ensuite, leur épaisseur a été ramenée à 3 mm par un laminage à chaud en quatre passes (30-16-9-5-3). Les tôles de 3 mm ont alors été bobinées à 680°C. Pour finir, un laminage à froid avec un taux de réduction de 80% a été réalisé afin d'obtenir des échantillons d'une épaisseur égale à 0.6 mm. A ce stade, la dureté des échantillons est de 265HV.

1.2) Mesures de dureté

Le Tableau 27 reprend le résultat des mesures de dureté associées aux échantillons traités 60 secondes sans champ magnétique (R1 à R5) et 300 secondes sans champ magnétique (R6 à R9). La dureté de l'échantillon de départ, R0, est également mentionnée.

Identifiant	Température (°C)	Dureté moyenne (HV)	Écart-type	IC (95%)
R0	/	265,0	3,9	3,3
R1	600	250,3	3,4	2,6
R2	625	242,8	2,1	1,7
R3	650	193,2	1,9	1,6
R4	675	180,2	2,4	1,9
R5	700	168,2	3,7	3,2
R6	600	241,4	2	1,3
R7	625	197,8	2,1	1,7
R8	650	166,2	2,7	2,2
R9	700	163,9	2,5	1,7

Tableau 27: Résultat des mesures de dureté des échantillons recuits 60 secondes sans champ magnétique (R1 à R5) et 300 secondes sans champ magnétique (R6 à R9).

Les processus de restauration et de recristallisation de la ferrite sont thermiquement activés. Par conséquent, passé une certaine température et une certaine durée de recuit, la restauration et/ou la recristallisation primaire de la ferrite peuvent débuter. Cette température limite, pour les durées de recuit réalisées, n'a pas été déterminée. Nous pouvons néanmoins observer une évolution de dureté des échantillons à partir de 600°C (Tableau 27). En effet, après seulement 60 secondes de recuit (R1), la dureté est sensiblement plus faible (15HV) que celle de l'échantillon R0.

Cette évolution apparaît sur la Fig. 129 qui présente la dureté des échantillons traités 60 et 300 secondes sans champ magnétique en fonction de la température de recuit.

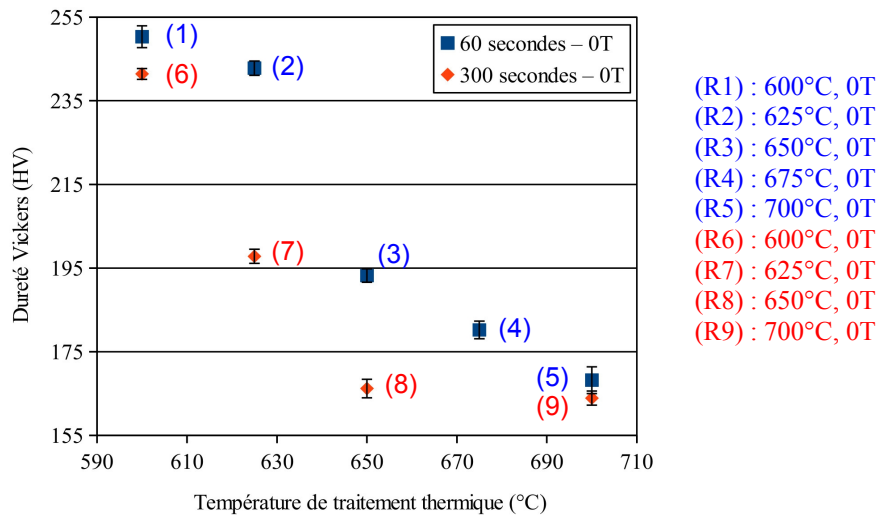


Fig. 129: Évolution de la dureté en fonction de la température de traitement thermique pour les échantillons recuits durant 60 secondes et 300 secondes.

La Fig. 129 montre très clairement que l'augmentation de la température de recuit a pour effet de diminuer la dureté des échantillons. Cette figure indique également que l'augmentation de la durée du recuit a pour conséquence d'accentuer la diminution de dureté des échantillons.

Nous pouvons également observer qu'une chute brutale de la dureté se produit entre 625 et 650°C pour les échantillons recuits 60 secondes sans champ magnétique. Cette chute se produit entre 600 et 625°C pour les échantillons recuits 300 secondes sans champ magnétique. Ce phénomène résulte du fait que la cinétique de recristallisation est décrite par une relation de type « Avrami »^[128]. Ainsi, à une température donnée, correspond un temps d'incubation nécessaire pour débuter la transformation. Par conséquent, à température égale, plus le temps de recuit est élevé, plus la chance de voir débuter la recristallisation est élevée.

Pour des recuits de 300 secondes à 650 et à 700°C, la dureté n'évolue plus de façon marquée. Un palier est donc atteint. Celui-ci semble presque atteint pour l'échantillon recuit de 60 secondes à 700°C.

Ce graphique nous permet également d'observer que les paires d'échantillons R2-R6, R3-R9 et R5-R8 présentent des propriétés mécaniques proches même si ceux-ci ont été recuits à des températures et des durées différentes.

Pour expliquer ces observations, il est nécessaire de recourir à l'analyse micrographique et à l'analyse d'image.

1.3) Analyse micrographique

Les micrographies des échantillons recuits durant 60 et 300 secondes sans champ magnétique à différentes températures sont présentées en vis à vis sur la Fig. 130. La taille des images est de $42.0\mu\text{m} \times 31.5\mu\text{m}$, ce qui représente approximativement 6 % des images d'origine. La micrographie de l'échantillon R4, intermédiaire à celles des échantillons R3 et R5 n'est pas présentée.

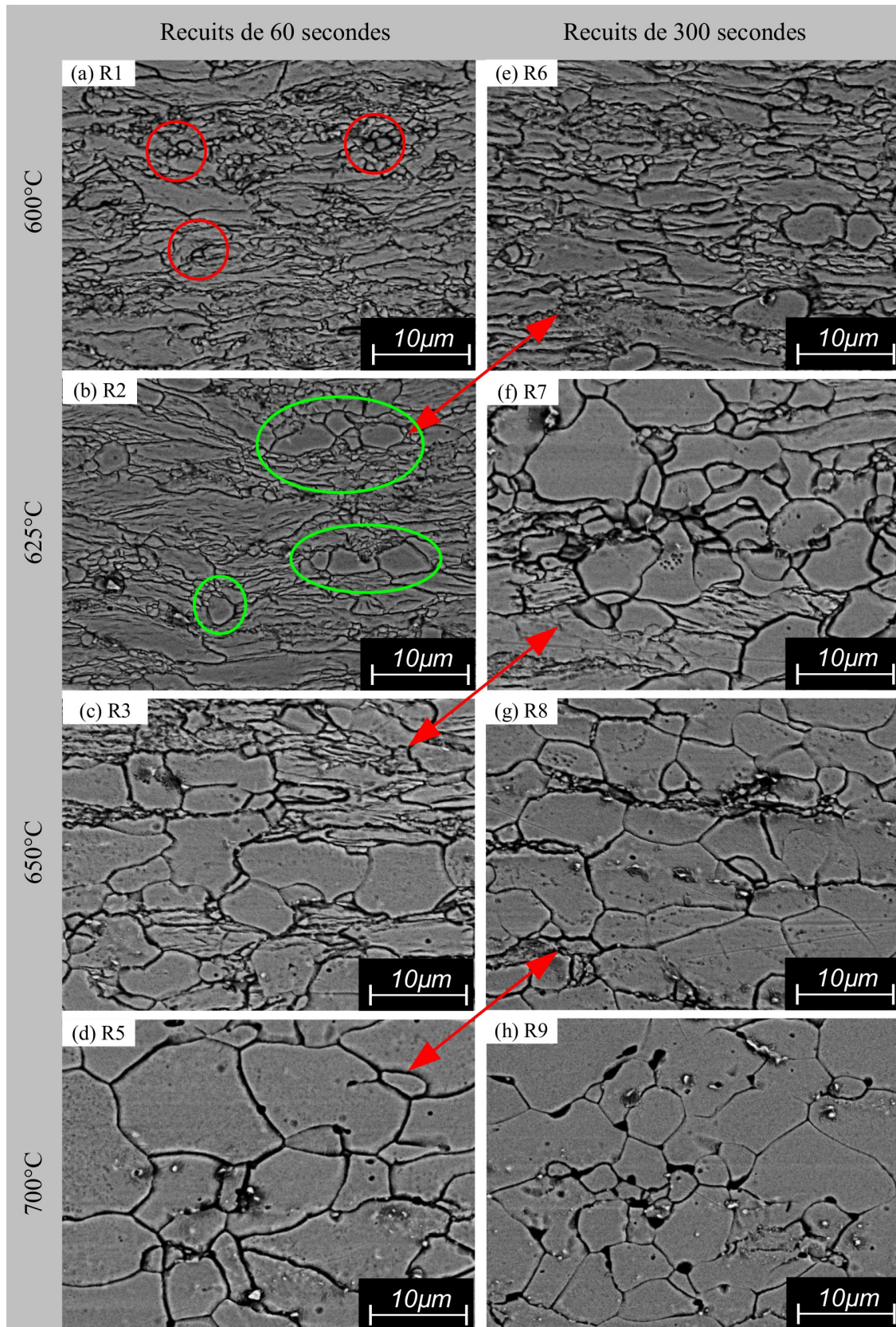


Fig. 130: Micrographies des échantillons (a) R1, (b) R2, (c) R3, (d) R5, (e) R6, (f), R7, (g), R8, (h) R9. Grossissement de 750X. Les flèches rouges indiquent les échantillons présentant des microstructures proches. Quelques nuclei sont entourés en rouge tandis que des grains en croissance sont indiqués en vert

La Fig. 130 nous permet de réaliser de nombreuses observations concernant la microstructure de nos échantillons:

- La Fig. 130 (a) montre qu'un recuit de 60 secondes à 600°C (R1) est suffisant pour induire l'apparition de petits nuclei (ronds rouges) mais est insuffisant pour permettre à ceux-ci de commencer à croître.
- Un recuit de 60 secondes à 625°C (R2, Fig. 130 (b)) ou encore de 300 secondes à 600°C (R6, Fig. 130 (e)) permet d'initier la recristallisation de la ferrite. En effet, en plus des nombreux petits nuclei, nous pouvons observer quelques grains en tout début de croissance (ronds verts).
- La recristallisation de la ferrite est nettement avancée pour les échantillons recuits 60 secondes à 650°C (R3, Fig. 130 (c)) et 300 secondes à 625°C (Fig. 130 (f)). On peut ainsi observer la présence de grains de grandes tailles et une modification structurale importante.
- Un recuit de 60 secondes à 700°C (R5, Fig. 130 (d)) ou de 300 secondes à 650°C (R8, Fig. 130 (g)), est suffisant pour recristalliser presque totalement la ferrite présente dans l'échantillon. Seuls quelques îlots de ferrite déformée subsistent. Peu ou pas de grains de taille anormale sont observés ce qui confirme que la recristallisation secondaire n'a pas encore débuté.
- L'échantillon traité à 700°C pendant 300 secondes (R9, Fig. 130 (h)) est totalement recristallisé. Certains grains de cet échantillon sont caractérisés par une surface élevée due à une croissance continue de certains grains.

1.4) Analyse d'images - Fraction recristallisée et nombre de grains recristallisés

Afin de quantifier les différences observées entre les échantillons repris à la Fig. 130, nous avons traité par analyse d'images les échantillons R1 à R9. Les fractions recristallisées mesurées, le nombre de grains recristallisés ainsi que l'aire moyenne de ceux-ci sont présentés dans le Tableau 28.

Identifiant	Température (°C)	Fraction recristallisée (%)	Écart-type	IC (95%)	Nombre de grains recristallisés	Aire moyenne des grains recristallisés (µm ²)
R1	600	0,73	0,18	0,17	349	2
R2	625	5,15	1,32	1,29	883	5
R3	650	50,97	6,56	6,43	2477	18
R4	675	73,18	2,19	2,15	2854	22
R5	700	81,58	1,02	1,00	2290	31
R6	600	3,75	0,58	0,56	648	5
R7	625	44,13	3,42	3,35	2749	14
R8	650	77,90	2,76	2,70	2177	31
R9	700	88,06	1,46	1,43	1603	48

Tableau 28: Résultat des mesures d'analyse d'images des échantillons recuit 60 secondes sans champ magnétique (R1 à R5) et 300 secondes sans champ magnétique (R6 à R9).

Les fractions recrystallisées mesurées sont présentées sous forme graphique à la Fig. 131.

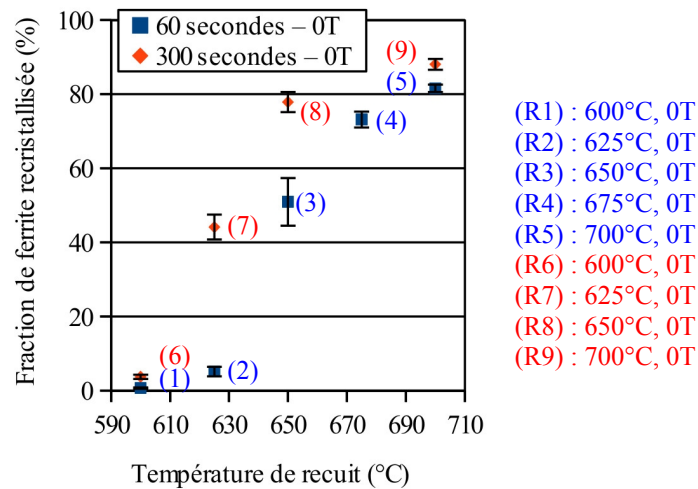


Fig. 131: Évolution de la fraction recrystallisée en fonction de la température de traitement thermique pour les échantillons recuits durant 60 secondes et 300 secondes.

A l'aide du Tableau 28 et de la Fig. 131 nous pouvons réaliser de nombreuses observations concernant l'effet de la température et de la durée de recuit sur recrystallisation de la ferrite :

- Le faible nombre de grains recrystallisés ainsi que la faible fraction recrystallisée permettent de confirmer que la chute de dureté observée pour les échantillons recuits 60 secondes à 600°C (R1, 0,73 %), 60 secondes à 625°C (R2, 5,15 %) et 300 secondes à 600°C (R6, 3,75 %) est due en grande partie à la restauration de la ferrite. D'autre part, la taille moyenne des grains de ferrite de ces échantillons, inférieure à $6\mu\text{m}^2$, indique que la croissance des grains de ferrite est lente.
- Pour les recuits de 60 secondes à 650°C (R3) et 300 secondes à 625°C (R7), le nombre et la taille moyenne des grains recrystallisés augmente fortement. Approximativement la moitié de la ferrite a déjà recrystallisé (R3 : 50,97 %, R7 : 44,13 %). La forte chute de dureté observée entre les échantillons R2 et R3 ainsi que R6 et R7 est donc due en majorité à la recrystallisation de la ferrite.
- La recrystallisation de la ferrite n'est pas tout à fait terminée pour l'échantillon R4 (73,18 %). Par contre, elle semble se terminer pour les échantillons recuits 60 secondes à 700°C (R5, 81,58 %), 300 secondes à 650°C (R8, 77,90 %) et 300 secondes à 700°C (R9, 88,06 %). De plus, le nombre de grains recrystallisés de ces trois échantillons diminue et la taille moyenne des grains de ferrite augmente. Ceci démontre que certains grains de ces échantillons ont donc commencé à croître aux dépens des autres.
- Dans tous les cas, la fraction de ferrite recrystallisée augmente quand on augmente la durée de recuit de 60 à 300 secondes.
- Comme cela a été observé lors de l'analyse micrographique (Fig. 130), les paires d'échantillons R2-R6, R3-R7 et R5-R8 présentent des caractéristiques proches (fraction de ferrite recrystallisée, nombre de grains recrystallisés et aire moyenne des grains recrystallisés).
- Enfin, le Tableau 28 indique que la fraction de ferrite recrystallisée, le nombre de grains recrystallisés et l'aire moyenne des grains recrystallisés de l'échantillon R8 sont proches de ceux de l'échantillon R5, même si sa température de recuit est inférieure de 50°C !

1.4.1) Corrélation entre la dureté et la fraction recristallisée

La Fig. 132 montre l'évolution de la dureté en fonction de la fraction recristallisée pour les échantillons recuits sans champ magnétique durant 60 secondes (R1 à R5) et 300 secondes (R6 à R9).

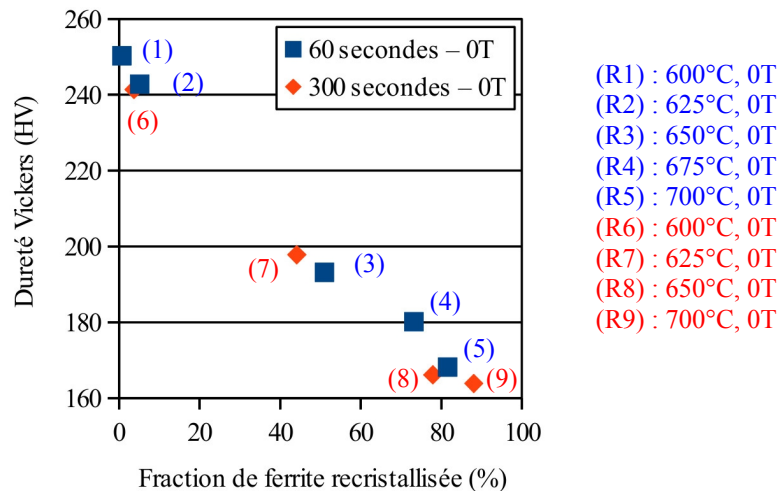


Fig. 132: Évolution de la dureté en fonction de la fraction recristallisée pour les échantillons recuits durant 60 secondes et 300 secondes.

Sur base de la Fig. 132, nous pouvons dire que la recristallisation de la ferrite débute entre 625 et 650°C pour une durée de recuit de 60 secondes et entre 600 et 625°C pour une durée de recuit de 300 secondes. Ce graphique montre également qu'il existe une corrélation entre la dureté et la fraction de ferrite recristallisée.

1.5) Analyse d'image - Caractérisations locales

La dureté d'un échantillon et la mesure de sa fraction de ferrite recristallisée permettent d'avoir un aperçu général de l'état d'avancement de la recristallisation de la ferrite. A l'aide des informations obtenues par l'analyse d'images, il est possible de construire des distributions en nombre des grains de ferrite recristallisés. Ces distributions permettent d'analyser plus en détail le processus de recristallisation.

1.5.1) Introduction aux distributions en nombre

Comme nous l'avons observé, les microstructures des échantillons recristallisés sont composés de nuclei et de grains en croissance. Déterminer le nombre de grains composant ces deux populations constitue une information intéressante pour analyser la recristallisation primaire. Pour ce faire, il est donc nécessaire de fixer une frontière en aire délimitant ces deux populations.

La Fig. 133, présentée à la page suivante, illustre la distribution en nombre des grains de ferrite recristallisés en fonction de leur aire pour les échantillons recuits 60 secondes à différentes températures sans champ magnétique (R1 à R5).

Le pas de ces distributions a été déterminé à l'aide de la formule [44] :

$$N = 1 + \frac{10 * \log(n)}{3} \quad [44]$$

où n est égal au nombre de grains recristallisés pour l'échantillon R1. Dans le cas qui nous occupe le nombre de grain n est égal à 349. Par conséquent, le nombre de pas N équivaut à 9.47, arrondi à 9. Le plus petit grain a une aire de 548 pixels ($0,24\mu\text{m}^2$) et le plus grand de 37452 pixels ($16,51\mu\text{m}^2$). L'intervalle de cet échantillon est donc de 2.73 ($=\log(548)$) à 4.57 ($=\log(37452)$). La valeur du pas logarithmique est donc de $1.83/9 : 0.20$. Le pas ainsi déterminé a été appliqué pour chacun des autres échantillons et sera utilisé dans toutes les distributions suivantes.

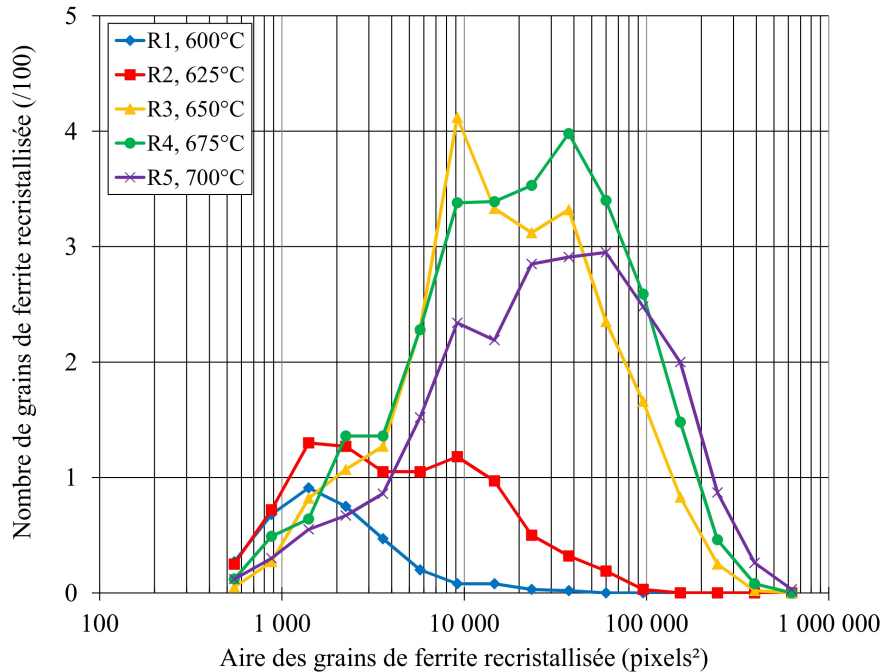


Fig. 133: Distribution du nombre de grains recristallisés (/100) en fonction de l'aire de ceux-ci pour les échantillons recuits sous 0T pendant 60 secondes à différentes températures (R1 à R5). $1 \text{ pixel}^2 = 4,41 * 10^{-4} \mu\text{m}^2$.

Comme nous pouvons l'observer sur la Fig. 133 les distributions en nombre de grains recristallisés en fonction de leur aire présentent un aspect bimodal. Ceci est particulièrement vrai pour l'échantillon R2. La première population, centrée aux alentours de 2000pixels ($0,882\mu\text{m}^2$), semble s'atténuer lorsque la température de recuit augmente. La seconde population apparaît à partir de 625°C et se déplace vers les plus grandes valeurs d'aires quand la température de recuit augmente.

A l'aide de l'analyse micrographique et des distributions en nombre illustrées à la Fig. 133, nous pouvons donc essayer de définir à quel type de grains correspondent ces deux populations :

- La quasi totalité des grains de l'échantillon recuit à 600°C appartient à la population centrée à ~ 2000 pixels ($0,882\mu\text{m}^2$). Or, l'analyse micrographique a montré que la majorité des grains recristallisés de cet échantillon sont en fait des nuclei. On peut donc considérer que la première population, centrée à ~ 2000 pixels ($0,882\mu\text{m}^2$), correspond aux « nuclei ».

- La seconde population, clairement identifiée à partir de 625°C correspond aux grains en croissance. Cette seconde population va ensuite s'étaler et se déplacer vers les valeurs d'aires plus élevées. Cette croissance est facilement observable sur les Fig. 130 (c) et (d).

Pour déterminer la frontière en aire délimitant ces deux populations, nous avons analysé en détail l'échantillon R1. Une analyse microstructurale fine a montré que cet échantillon possédait entre 311 et 323 nuclei. Nous avons ensuite utilisé une distribution gaussienne pour essayer de suivre au mieux la population de petits grains de l'échantillon R1 illustrée à la Fig. 133. Les paramètres de cette distribution ont été ajustés afin d'obtenir un nombre de grains compris sous la courbe gaussienne entre 311 et 323 pour $\mu \pm 2\sigma$. Le résultat de cette opération est illustré en rouge à la Fig. 134.

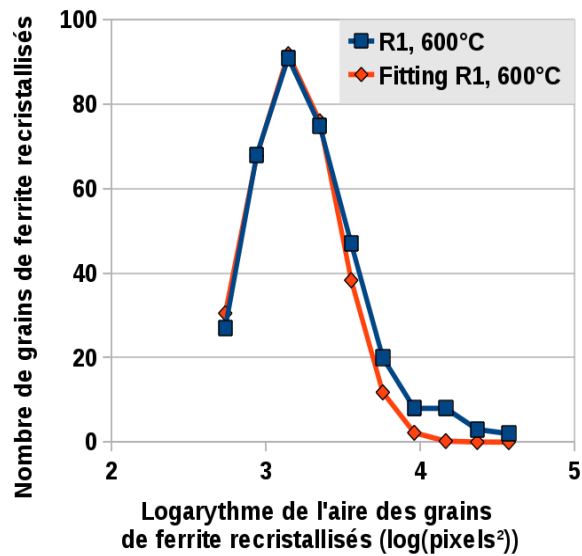


Fig. 134: Distribution du nombre de grains de ferrite recristallisés en fonction du logarithme de l'aire de ceux-ci pour l'échantillon recuit sous 0T pendant 60 secondes à 600°C (R1). Le résultat de l'ajustement de cette distribution à l'aide d'une distribution de type gaussienne est représenté en rouge.

L'équation de la distribution gaussienne ainsi déterminée est la suivante [45] :

$$y = \frac{Z}{\sigma \sqrt{2 * \pi}} * e^{-0.5 * \left(\frac{x - \mu}{\sigma}\right)^2} \quad [45]$$

où Z, σ et μ valent respectivement 67, 0.29 et 3.17. Le nombre de grains sous la courbe rouge ainsi déterminée entre $3.17 - 2 * 0.29$ (2.59) et $3.17 + 2 * 0.29$ (3.75) vaut ainsi 316. Cette valeur est comprise entre les limites fixées au paragraphe précédent. A l'aide des valeurs de σ et de μ , nous pouvons déterminer que la frontière entre nuclei et grains recristallisés est située à $10^{3,75}$ pixels, ce qui correspond à 5623 pixels ou encore $2,48 \mu\text{m}^2$.

Cette limite va nous permettre de déterminer le nombre de nuclei et de grains en croissance des différents échantillons.

1.5.2) Distributions en nombre

Dans ce point, nous allons tout d'abord aborder l'effet de la température et de la durée de recuit sur la recristallisation de la ferrite. D'autre part, nous allons montrer comment, à l'aide de l'analyse d'images et des distributions en nombre, nous pouvons différencier des échantillons aux propriétés mécaniques et microstructurales proches.

1.5.2.i) Effet de la température de recuit

La Fig. 135 regroupe le nombre de nuclei et de grains en croissance des échantillons recuits 60 secondes à différentes températures sans champ magnétique (R1 à R5).

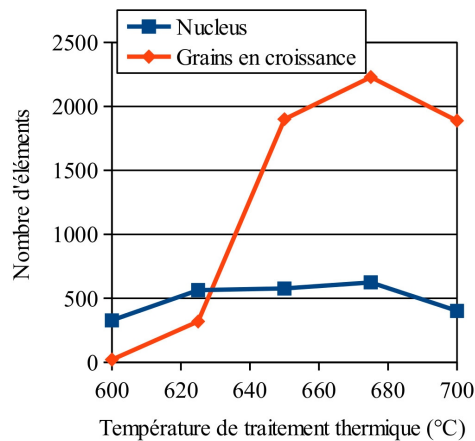


Fig. 135 : Évolution du nombre de nuclei et de grains en croissance en fonction de la température de traitement thermique pour les échantillons recuits durant 60 secondes (R1 à R5).

La Fig. 136 présente les distributions de fréquence relative cumulée en nombre de l'aire des grains de ferrite recristallisée des échantillons R1 à R5.

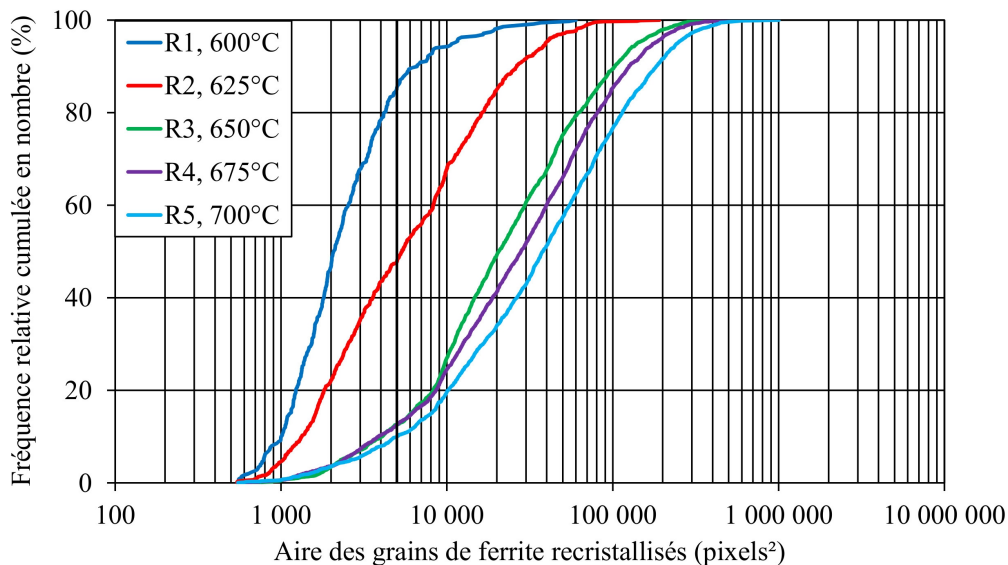


Fig. 136: Distributions de fréquence relative cumulée en nombre en fonction de l'aire des grains de ferrite recristallisée pour les échantillons recuits 60 secondes sans champ magnétique (R1 à R5). $1 \text{ pixel}^2 = 4,41 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}^2$.

Sur la base des Fig. 135 et Fig. 136, il est à présent possible de décrire, sur des bases quantitatives, l'effet de la température de recuit sur les distributions des différents échantillons.

Ainsi, pour les échantillons recuits 60 secondes à 600°C (R1) et 625°C (R2), le nombre de grains recristallisés reste inférieur à 300. Les nuclei constituent donc la majorité des grains de ferrite.

Nous pouvons observer une modification brutale de la microstructure pour l'échantillon recuit 60 secondes à 650°C (R3). En effet, la distribution en nombre de cet échantillon se déplace vers les plus grandes valeurs d'aires. Cette augmentation est à mettre en relation avec l'accroissement de fraction de ferrite recristallisée observée.

La Fig. 135 indique que la nucléation se produit encore à 675°C (R4). En effet, le nombre de nuclei reste approximativement constant.

A 700°C (R5), nous observons une diminution du nombre de nuclei et de grains en croissance. D'autre part, nous avons vu qu'à cette température, presque l'ensemble de la matrice ferritique déformée a été recristallisée. Il ne peut donc plus y avoir de nucléation. Ces observations nous permettent de penser que les grains classés dans la catégorie « nucleus », sont en réalité des grains qui subissent la croissance d'un grain voisin...

1.5.2.ii) Effet de la durée du recuit

Les Fig. 137 (a) et (b) présentent respectivement le nombre de nuclei et de grains en croissance des échantillons recuits durant 60 secondes et 300 secondes en fonction de la température de recuit.

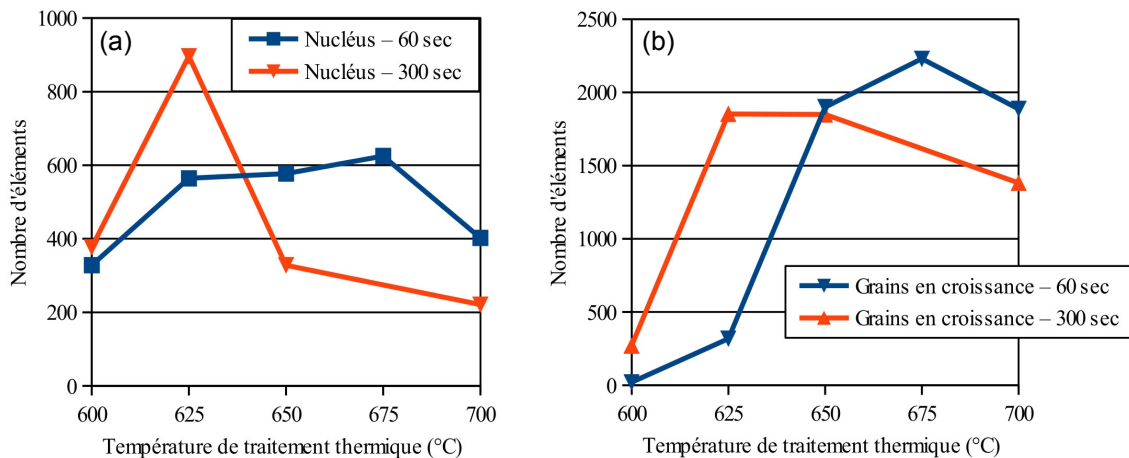


Fig. 137: Évolution (a) du nombre de nuclei et (b) du nombre de grains en croissance en fonction de la température de traitement thermique pour les échantillons recuits durant 60 secondes et 300 secondes.

Les Fig. 137 (a) et (b) permettent d'observer l'effet de la durée du recuit aux différentes températures de maintien.

Ainsi, à 600°C, l'augmentation de la durée de recuit (R6) induit une augmentation du nombre de grains en croissance tandis que le nombre de nuclei ne varie pas beaucoup. Après 300 secondes de recuit à 600°C, la vitesse de nucléation de la ferrite reste donc constante.

Suite à l'augmentation de la durée de recuit, l'échantillon recuit à 625°C (R7) voit son nombre de nuclei et de grains en croissance augmenter nettement.

Par contre après 300 secondes de recuit à 650°C (R8), le nombre de nuclei diminue. Cependant, bien que la nucléation semble ralentir, le nombre de grains en croissance reste stable.

La croissance préférentielle de certains grains aux dépens des autres est très marquée pour l'échantillon recuit de 300 secondes à 700°C (R9). En effet, le nombre de grains en croissance diminue par rapport à l'échantillon R5. Ceci confirme que les « nuclei » ne sont que des grains dont la taille diminue suite à la croissance d'un grain voisin.

Les Fig. 138 (a), (b), (c) et (d), illustrées ci-dessous, présentent respectivement les distributions de fréquence relative cumulée en nombre de l'aire des grains de ferrite recristallisée des échantillons recuits durant 60 et 300 secondes à 600°C (R1 et R6), 625°C (R2 et R7), 650°C (R3-R8) et 700°C (R5-R9).

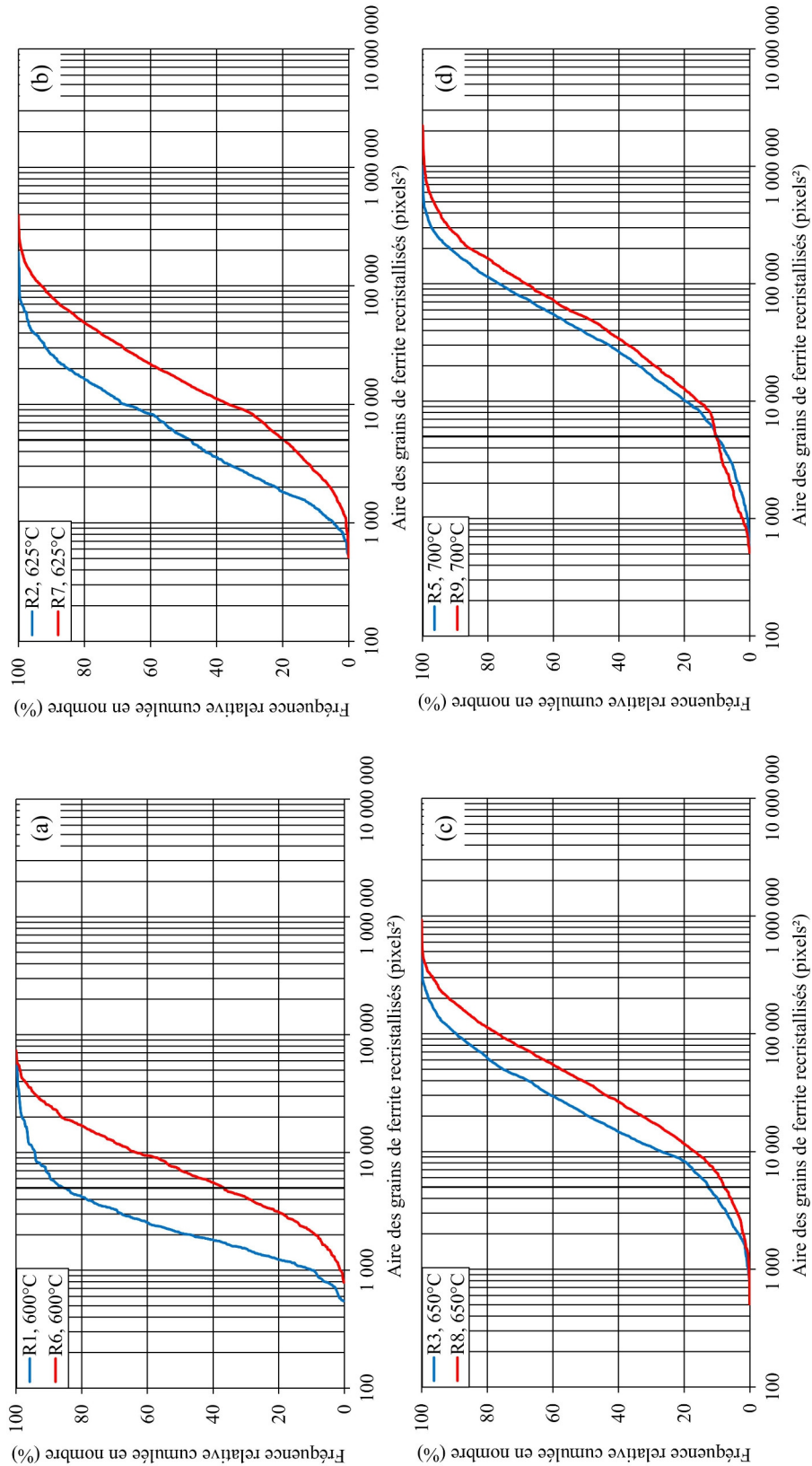


Fig. 138: Distributions de fréquence relative cumulée en nombre en fonction de l'aire des grains de ferrite recristallisée pour les échantillons (a) R1 et R6, (b) R2 et R7, (c) R3 et R8 et (d) R5 et R9. Les lignes de couleurs bleues et rouges représentent respectivement les échantillons recuits durant 60 et 300 secondes. $1 \text{ pixel}^2 = 4,41 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}^2$.

Les distributions illustrées à la Fig. 138 permettent de visualiser clairement l'effet de la durée du traitement thermique sur les différentes paires d'échantillons. Ainsi, nous pouvons observer qu'aux différentes températures, les distributions se décalent vers les plus grandes valeurs d'aires lorsque l'on passe d'un recuit de 60 secondes à 300 secondes. De même, la Fig. 138 indique que la fraction de nuclei de l'échantillon R9 est égale à celle de l'échantillon R5. Ceci confirme que certains grains ont commencé à croître aux dépens des autres.

1.5.2.iii) Différenciation d'échantillons de propriétés mécaniques et microstructurales proches

Comme nous l'avons vu, les paires d'échantillons R2-R6, R3-R7 et R5-R8 présentent des propriétés de dureté mais également des fractions recristallisées proches. Nous allons montrer ici comment discriminer ces échantillons à l'aide des caractérisations locales.

La Fig. 139 regroupe le nombre de nuclei et de grains en croissance des paires d'échantillon R2-R6, R3-R7 et R5-R8.

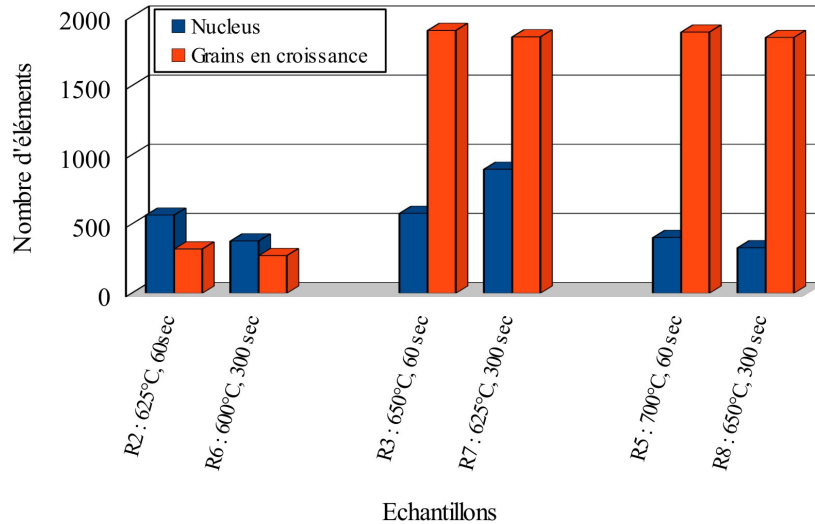


Fig. 139: Nombre de nuclei et de grains en croissance des paires d'échantillon R2-R6, R3-R7 et R5-R8.

Les histogrammes présentés à la Fig. 139 nous permettent déjà de pointer certaines différences entre ces paires d'échantillons. Ainsi, l'échantillon R6 est caractérisé par un nombre de nuclei inférieur à celui de l'échantillon R2. L'échantillon R7 possède plus de nuclei que l'échantillon R3. Leur nombre de grains en croissance est quant à lui équivalent. Par contre, il n'y a aucune différence significative entre les échantillons R5 et R8.

Les distributions de fréquence relative cumulée en nombre de l'aire des grains de ferrite recristallisée permettent de distinguer plus clairement les paires d'échantillon R2-R6, R3-R7 et R5-R8. Ces distributions sont présentées ci après sur les Fig. 140 (a), (b) et (c).

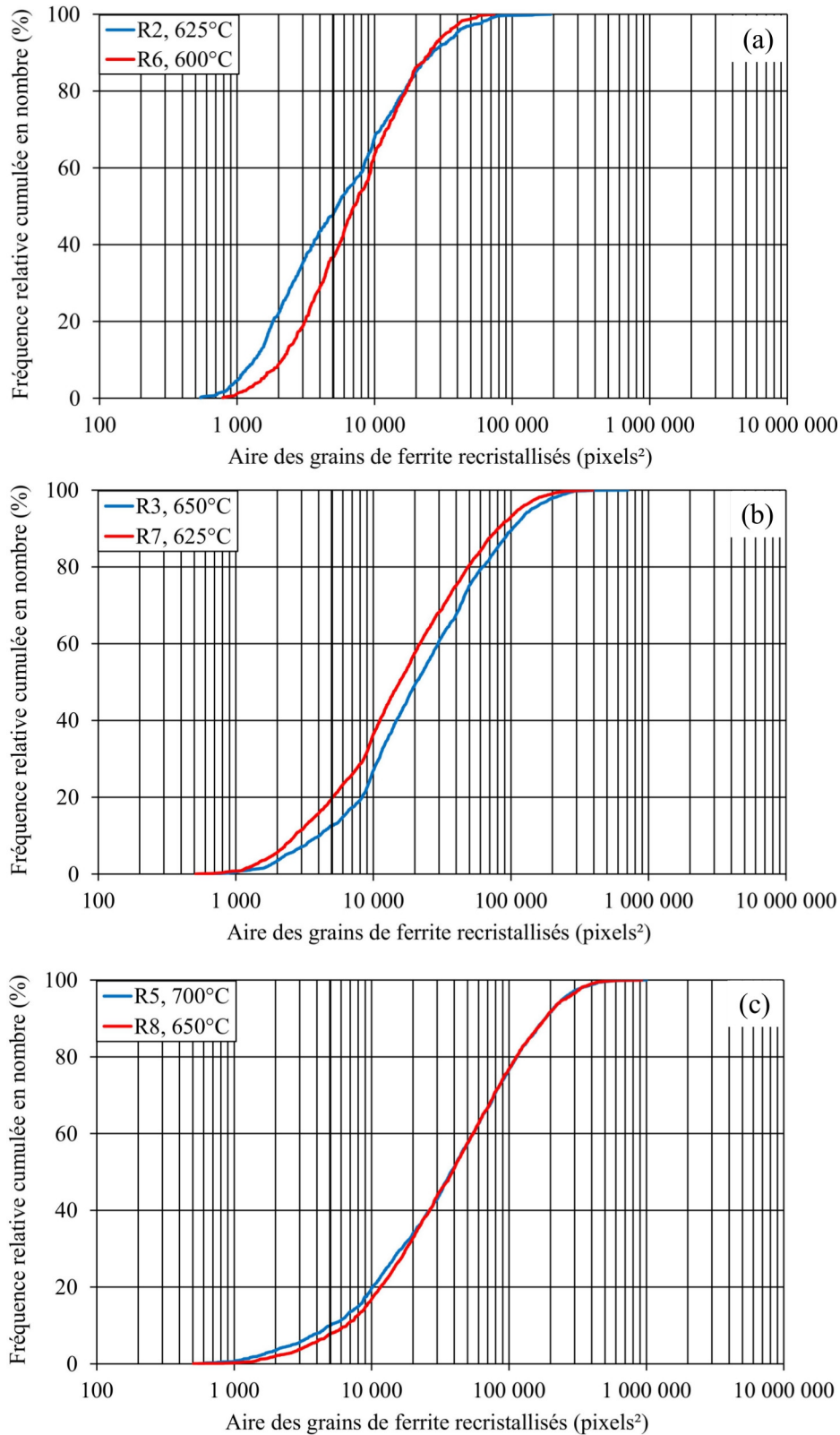


Fig. 140: Distributions de fréquence relative cumulée en nombre en fonction de l'aire des grains de ferrite recristallisée pour les paires d'échantillons (a) R2-R6, (b) R3-R7 et (c) R5-R8. Les lignes de couleurs bleues et rouges représentent respectivement les échantillons recuits durant 60 et 300 secondes. $1 \text{ pixel}^2 = 4,41 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}^2$.

Les distributions illustrées sur la Fig. 140 (a) permettent de différencier l'état d'avancement de la recristallisation des échantillons R2 et R6. Tout d'abord, nous pouvons voir sur la Fig. 140 (a) que la fraction en nombre de nuclei de l'échantillon R2 (~50 %) est plus élevée que celle de l'échantillon R6 (~35 %). D'autre part, nous pouvons observer que l'échantillon R2 possède des grains en croissance plus grands que l'échantillon R6. La croissance des grains de ferrite est donc nettement plus rapide à 625°C qu'à 600°C.

Les échantillons R3 et R7 peuvent également être discriminés à l'aide de la Fig. 140. Ainsi, la Fig. 140 (b) indique que l'échantillon R3 possède une fraction de nuclei (~15 %) en nombre plus faible que celle de l'échantillon R7 (~20 %). D'autre part, la distribution en nombre de l'échantillon R3 (en bleu) est décalée vers les plus grandes valeurs d'aires que l'échantillon R7 (en rouge). Ainsi, bien que les échantillons R3 et R7 aient une fraction recristallisée proche, leur état de recristallisation, et plus particulièrement la taille de leurs grains en croissance, sont différents.

Même avec un examen attentif des distributions illustrées sur les Fig. 140 (c), il n'est pas possible de dissocier les microstructures des échantillons R5 et R8. Ceci confirme qu'à 650°C, un recuit de 372 secondes permet d'obtenir une microstructure équivalente à celle d'un recuit de 138 secondes à 700°C.

1.6) Conclusions

A l'aide des caractérisations par mesures de dureté et par analyse d'images, différentes observations concernant l'effet de la température et de la durée de recuit sur la recristallisation de la ferrite ont pu être réalisées.

Tout d'abord, nous avons pu vérifier que, comme attendu, la dureté chute quand la température ou la durée de traitement thermique augmente. Cette chute est associée à une modification des propriétés microstructurales des échantillons, à savoir une augmentation de la fraction de ferrite recristallisée.

Nous avons également pu observer qu'un allongement de la durée du traitement thermique a pour conséquence une réduction de la dureté des échantillons. Cette constatation découle du fait que la recristallisation primaire est décrite par une loi de type « Avrami ». Ainsi, pour une température donnée, plus la durée du recuit augmente, plus la fraction de ferrite transformée s'accroît, ce qui a pour conséquence de faire chuter la dureté de l'échantillon.

Les mesures de fractions recristallisées et les informations retirées des distributions en nombre apportent des informations complémentaires :

- La faible chute de dureté observée pour les échantillons R1, R2 et R6 est due en majorité à la restauration de la ferrite écrouie associée à un début de recristallisation primaire.
- Pour les échantillons R3 et R7, la moitié de la recristallisation est approximativement réalisée. Ceci conduit à une chute dureté très nette.

- La recristallisation primaire semble ralentir pour l'échantillon R4, et se terminer pour les échantillons R5, R8 et R9. De ce fait, la chute de dureté et l'évolution de la fraction recristallisée sont moins marquées. Les distributions en nombre ont indiqué que pour ces échantillons, certains grains commencent à croître aux dépens des autres.

L'analyse d'images a également permis, grâce aux distributions en nombre, d'observer la présence de deux populations au sein des grains de ferrite. La première population, dont l'aire s'étend jusqu'à ~ 5500 pixels ($2.48\mu\text{m}^2$), correspond aux nuclei. Le nombre de ceux-ci reste faible, quelle que soit la température ($< \sim 900$), ce qui indique que les grains de ferrite qui viennent de nucléer se mettent rapidement à croître. Au-delà de 5500 pixels ($2.48\mu\text{m}^2$), les grains appartiennent à la population des « grains en croissance ». Le nombre de ceux-ci évolue très nettement avec la température, jusqu'à approximativement 2500 pour décroître suite à la maturation de certains grains.

Des parallèles ont pu être établis entre les valeurs de duretés et de fractions recristallisées des échantillons recuits pendant 60 secondes et 300 secondes. Sur base de ces observations, nous pouvons dire que tripler la durée de la recristallisation produit les mêmes effets qu'une augmentation de température de recuit de 25°C .

Nous avons également montré comment, à l'aide de la mesure du nombre de nuclei, du nombre de grains en croissance et des distributions en nombre des grains de ferrite recristallisés, il est possible de différencier les échantillons R2-R6 et R5-R8.

2) Effet d'un champ magnétique

L'objet de cette section est d'étudier l'effet d'un champ magnétique sur la recristallisation de la ferrite d'aciers à 0.1 % C laminés à froid. Pour ce faire, nous caractériserons les échantillons traités sous champ magnétique à l'aide des différentes techniques appliquées précédemment et nous comparerons le résultat des mesures réalisées à celui des échantillons traités sans champ magnétique.

2.1) Mesures de dureté

Le Tableau 29 regroupe les résultats des mesures de dureté en regard des conditions expérimentales de traitement thermique des échantillons R1 à R9C.

Identifiant	Durée (sec)	Température (°C)	Induction magnétique (T)	Dureté moyenne (HV)	Écart-type	IC (95%)
R1	102	595	0	250,3	3,4	2,6
R2	120	622	0	242,8	2,1	1,7
R3	130	645	0	193,2	1,9	1,6
R5	132	696	0	168,2	3,7	3,2
R6	354	599	0	241,4	2	1,3
R7	360	622	0	197,8	2,1	1,7
R8	372	645	0	166,2	2,7	2,2
R9	372	694	0	163,9	2,5	1,7
R1C	102	598	4	257,2	2,2	1,5
R2C	108	621	4	244,3	1,4	1,1
R3C	108	649	4	206,2	1,9	1,7
R5C	120	697	4	163,9	2,4	1,9
R6C	348	598	4	240,2	1,5	1,2
R7C	348	619	4	204,1	2,4	1,7
R8C	352	649	4	172,1	2,6	1,9
R9C	366	697	4	161,4	2,4	1,7

Tableau 29: Résultat des mesures de dureté des échantillons R1 à R9C.

Le Tableau 29 indique que la dureté des échantillons traités sous champ magnétique diminue quand la température ou la durée du recuit augmente.

Les Fig. 141 (a) et (b) présentent respectivement l'évolution de la dureté des échantillons traités avec et sans champ magnétique pendant 60 et 300 secondes en fonction de la température de recuit.

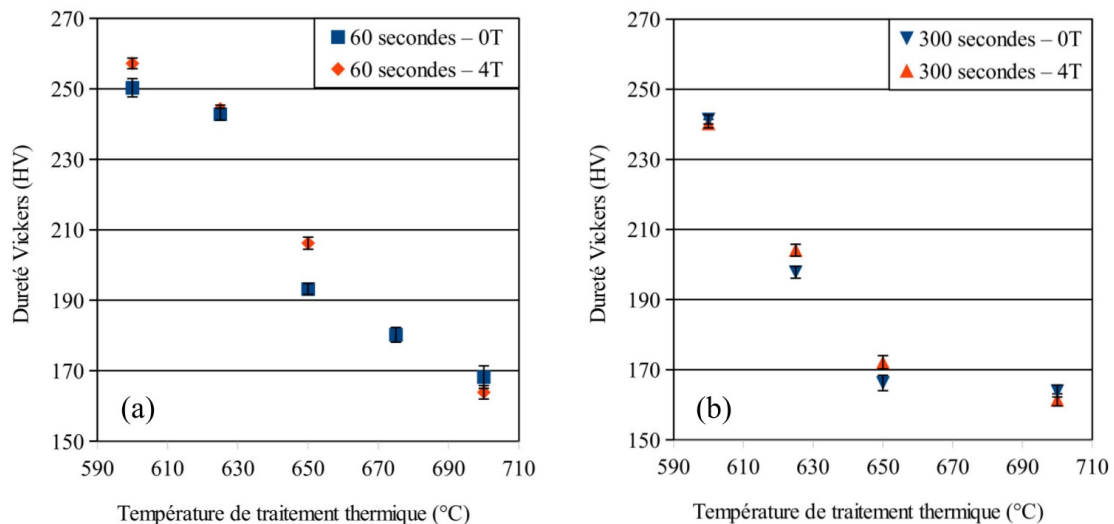


Fig. 141: Évolution de la dureté en fonction de la température de traitement thermique pour les échantillons recuits durant (a) 60 secondes et (b) 300 secondes avec et sans champ magnétique.

Les Fig. 141 (a) et (b) nous permettent d'observer certaines différences entre les échantillons traités avec et sans champ magnétique. Néanmoins, afin de s'assurer que les différences visibles sur les Fig. 141 (a) et (b) sont significatives, il est nécessaire de recourir à l'analyse statistique.

Chapitre VIII : Recristallisation de la ferrite sous champ magnétique – Résultats

Les différents tests statistiques sont décrits dans l'annexe H. Cette procédure a été appliquée aux paires d'échantillons ayant subi des traitements thermiques équivalents avec et sans champ magnétique. Le Tableau 30 regroupe, pour chaque paire d'échantillons, le résultats des tests statistiques. Les couleurs des cases indiquent le résultat des tests. Si celles-ci sont vertes, les tests sont réussis et si elles sont rouges, les tests sont ratés.

Identifiant	Durée de recuit (sec)	Température de recuit (°C)	Test d'homogénéité des variances F (limite 6.4)	Degrés de liberté / Valeur de Student t_{max}	Résultat Z du test de Student
R1 / R1C	60	600	2,4	8 / 2,30	3,81
R2 / R2C	60	625	2,2	8 / 2,30	1,33
R6 / R6C	300	600	2,2	8 / 2,30	-1,49
R3 / R3C	60	650	1,0	8 / 2,30	10,81
R7 / R7C	300	625	1,3	8 / 2,30	4,42
R8 / R8C	300	650	1,1	8 / 2,30	3,52
R5 / R5C	60	700	2,4	8 / 2,30	-2,19
R9 / R9C	300	700	1,1	8 / 2,30	-1,61

Tableau 30: Résultat des tests de comparaison des moyennes des valeurs de dureté pour les paires d'échantillons ayant subi un même traitement thermique avec ou sans champ magnétique.

A l'aide du Tableau 30, nous pouvons dire que :

- Parmi les échantillons n'ayant pas encore initié quantitativement la recristallisation ($HV > 250$), seule la paire R1-R1C présente des valeurs de dureté statistiquement différentes. Ainsi, la dureté de l'échantillon traité avec champ magnétique durant 60 secondes à 600°C (R1C) est plus élevée que celle de l'échantillon de référence (R1). Par contre, les paires d'échantillons R2-R2C et R6-R6C ne présentent pas des valeurs de dureté significativement différentes.
- Dans la partie intermédiaire de la recristallisation ($250 > HV > 180$), les échantillons traités sous champ magnétique durant 60 secondes à 650°C (R3C) et 300 secondes à 625°C (R7C) présentent une dureté statistiquement plus élevée que celle de leurs échantillons de référence R3 et R7.
- En fin de transformation, seul l'échantillon traité sous champ magnétique à 650°C pendant 300 secondes (R8C) présente une différence de dureté significative par rapport à son échantillon de référence (R8). Les échantillons traités avec et sans champ magnétique à 700°C ne présentent pas de différence significative de dureté (R5-R5C et R9-R9C).

2.2) Analyse micrographique

Les micrographies des paires d'échantillons recuits pendant 60 et 300 secondes sans et avec champ magnétique à des températures équivalentes sont présentées en vis à vis respectivement sur les Fig. 142 et Fig. 143 à la page suivante.

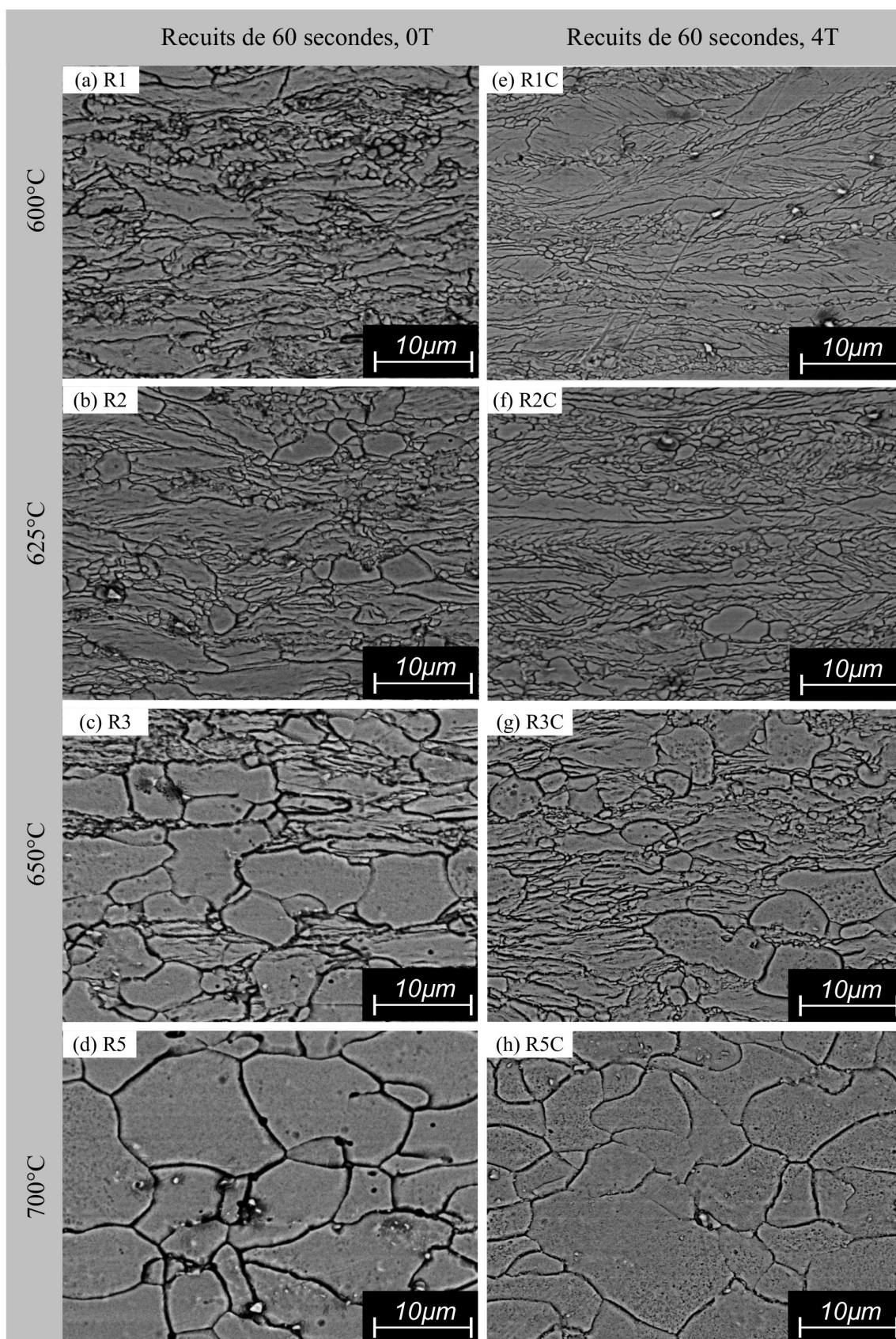


Fig. 142: Micrographies des échantillons (a) R1, (b) R2, (c) R3, (d) R5, (e) R1C, (f) R2C, (g) R3C, (h) R5C. Grossissement de 750X.

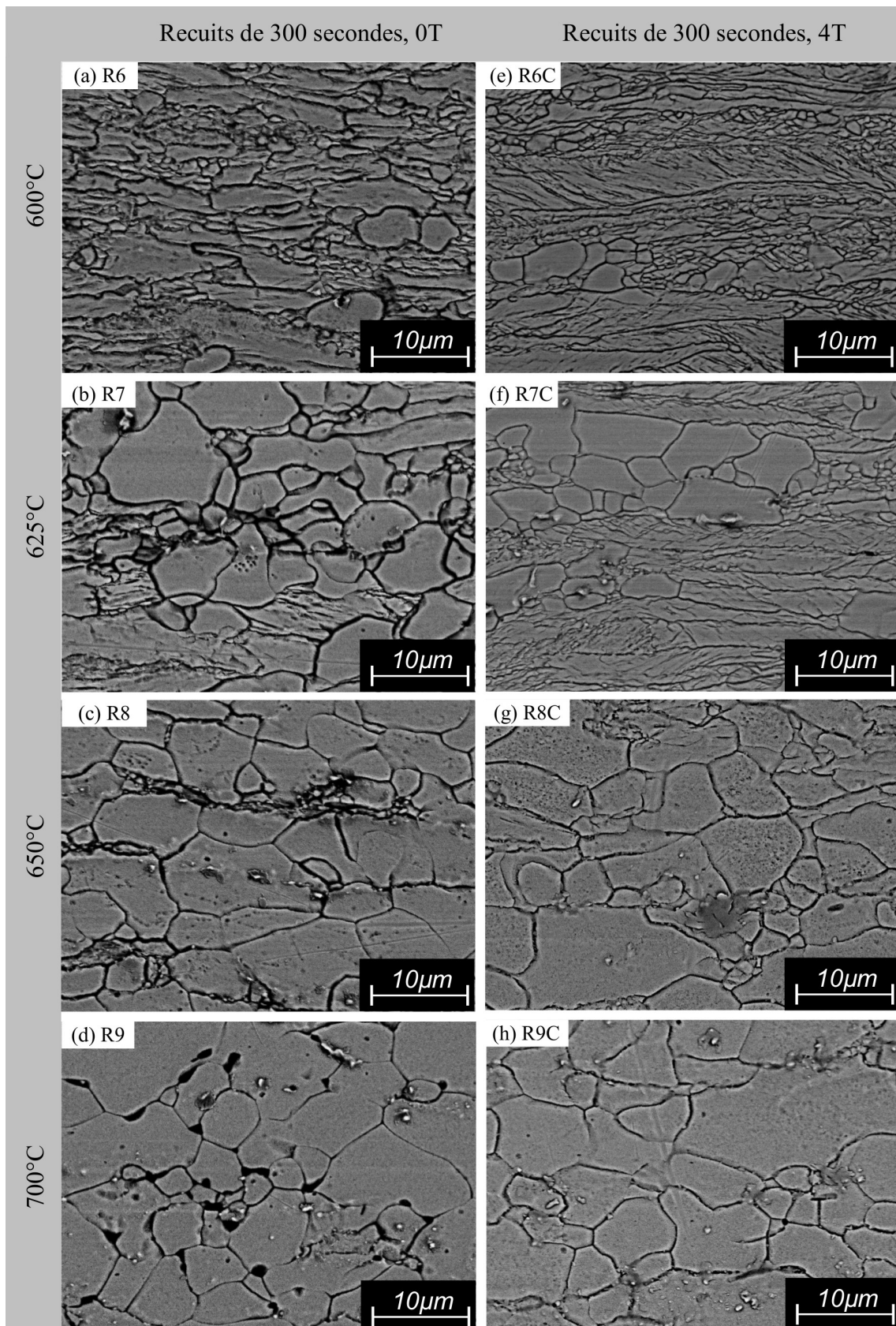


Fig. 143: Micrographies des échantillons (a) R6, (b) R7, (c) R8, (d) R9, (e) R6C, (f) R7C, (g) R8C, (h) R9C. Grossissement de 750X.

Les différences de microstructures identifiables à l'aide des paires d'échantillons illustrées sur les Fig. 142 et Fig. 143 sont ténues :

- L'échantillon R3C, recuit à 650°C pendant 60 secondes sous 4T (Fig. 142 (g)), présente une microstructure nettement moins recristallisée que son échantillon de référence R3 (Fig. 142 (c)).
- L'échantillon recuit 300 secondes à 625°C sous champ magnétique (R7C, Fig. 143 (f)) semble présenter moins de ferrite recristallisée que son échantillon de référence R7 (Fig. 143 (b)).

En ce qui concerne les autres échantillons, il nous est difficile d'indiquer avec certitude la présence de différences. Ainsi, bien que l'analyse micrographique puisse donner une indication sur l'effet du champ magnétique sur la recristallisation, la simple comparaison des images s'avère être insuffisante pour quantifier les effets observés.

Pour pouvoir quantifier les différences observées et confirmer les observations effectuées à l'aide des mesures de dureté, il est donc nécessaire de recourir à l'analyse d'images.

2.3) Analyse d'images - Fraction recristallisée, nombre et aire moyenne des grains recristallisés

Le Tableau 31 regroupe les fractions recristallisées, le nombre de grains recristallisés et l'aire moyenne de ceux-ci pour les échantillons R1 à R9C.

Identifiant	Durée réelle (sec)	Température réelle (°C)	Induction magnétique (T)	Fraction recristallisée (%)	Écart-type	IC (95%)	Nombre de grains recristallisés	Aire moyenne des grains recristallisés (μm^2)
R1	102	595	0	0,7	0,2	0,2	349	2
R2	120	622	0	5,1	1,3	1,3	883	5
R3	130	645	0	50,9	6,6	6,44	2477	18
R5	132	696	0	81,6	1,0	1,0	2290	31
R6	354	599	0	3,7	0,6	0,6	648	5
R7	360	622	0	44,1	3,4	3,3	2749	14
R8	372	645	0	77,9	2,8	2,7	2177	31
R9	372	694	0	88,1	1,5	1,4	1603	48
R1C	102	598	4	0,5	0,1	0,1	444	1
R2C	108	621	4	3,5	1,3	1,2	955	3
R3C	108	649	4	26,3	3,1	3,1	2232	10
R5C	120	697	4	83,9	1,7	1,6	3045	25
R6C	348	598	4	4,2	0,1	0,0	1031	3
R7C	348	619	4	34,4	2,6	2,6	2408	12
R8C	352	649	4	73,9	6,6	6,4	3153	19
R9C	366	697	4	89,6	1,2	1,2	2546	31

Tableau 31: Résultat des mesures d'analyse d'images pour les échantillons R1 à R9C.

Nous pouvons observer que les échantillons traités sous champ magnétique voient leur fraction recristallisée augmenter quand la durée du recuit ou la température de celui-ci augmente.

Les différentes fractions de ferrite recristallisée mesurées sont présentées sur les Fig. 144 (a) et Fig. 144 (b) pour les échantillons recuits durant 60 et 300 secondes.

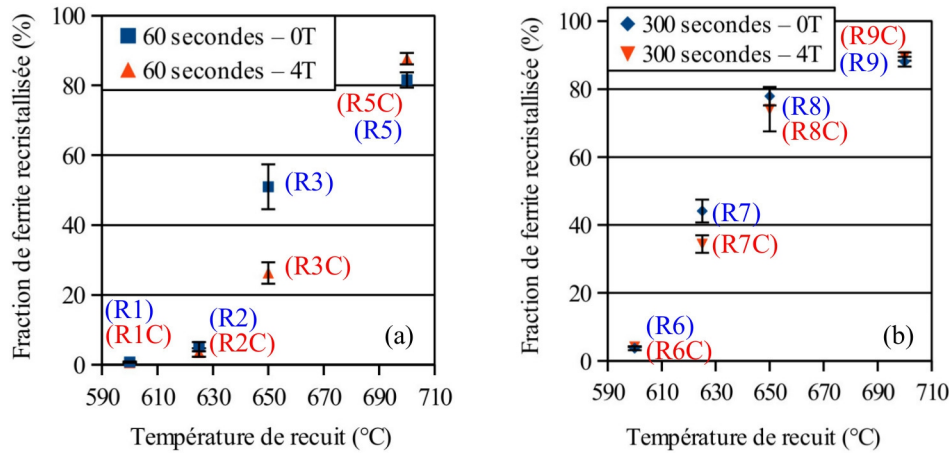


Fig. 144: Évolution de la fraction recristallisée en fonction de la température de traitement thermique pour les échantillons recuits durant (a) 60 secondes et (b) 300 secondes avec et sans champ magnétique.

Nous pouvons observer, à l'aide des Fig. 144 (a) et (b), des différences nettes de fractions recristallisées entre certaines paires d'échantillons, notamment pour les paires d'échantillons R3-R3C et R7-R7C. Ici aussi, il est nécessaire de recourir à l'analyse statistique pour pouvoir comparer les moyennes des différents échantillons.

Les différents tests statistiques sont décrits dans l'annexe H. La procédure décrite a été appliquée aux paires d'échantillons ayant subi des traitements thermiques équivalents avec et sans champ magnétique. Le Tableau 32 regroupe, pour chaque paire d'échantillons, le résultats des tests statistiques. Les couleurs des cases indiquent le résultat des tests. Si celles-ci sont vertes, les tests sont réussis et si elles sont rouges, les tests sont ratés.

Identifiant	Durée de recuit (sec)	Température de recuit (°C)	Test d'homogénéité des variances F (limite 6.4)	Degrés de liberté / Valeur de Student t_{\max}	Résultat Z du test de Student
R1 / R1C	60	600	2,1	6 / 2,44	-1,88
R2 / R2C	60	625	1,1	6 / 2,44	-1,83
R6 / R6C	300	600	111,5	3 (3,05) / 3,18	1,39
R3 / R3C	60	650	4,4	6 / 2,44	-6,78
R7 / R7C	300	625	1,7	6 / 2,44	-4,52
R8 / R8C	300	650	5,7	6 / 2,44	-1,09
R5 / R5C	60	700	2,7	6 / 2,44	2,33
R9 / R9C	300	700	1,4	6 / 2,44	1,55

Tableau 32: Résultat des tests de comparaison des moyennes des fractions recristallisées pour les paires d'échantillons ayant subi un même traitement thermique avec et sans champ magnétique.

Les Fig. 144 (a) et (b), le Tableau 31 et le Tableau 32 nous permettent de réaliser diverses observations concernant les fractions recristallisées :

- Les fractions recristallisées des paires d'échantillons R1-R1C, R2-R2C et R6-R6C ne sont pas statistiquement différentes. Pour rappel, ces échantillons sont en tout début de transformation.

- En accord avec ce qui a été observé dans le point 2.1, le Tableau 32 indique que les différences de fractions de ferrite recristallisée des paires d'échantillons R3-R3C et R7-R7C sont statistiquement différentes. Il est intéressant de remarquer qu'un champ magnétique influence plus significativement la recristallisation de l'échantillon recuit 60 secondes à 650°C (R3C) que celle de l'échantillon recuit 300 secondes à 625°C (R7C).
- La fraction de ferrite recristallisée de l'échantillon traité sous champ magnétique à 650°C pendant 300 secondes (R8C) n'est pas statistiquement plus faible que celle de l'échantillon de référence R8. De même, aucune différence statistiquement significative de fraction recristallisée n'est observée pour les paires d'échantillons recuits avec et sans champ magnétique à 700°C (60 secondes : R5-R5C et 300 secondes R9-R9C).

L'aire moyenne des grains de ferrite recristallisée pour les échantillons recuits durant 60 secondes et 300 secondes avec et sans champ magnétique sont présentées respectivement sur les Fig. 145 (a) et (b).

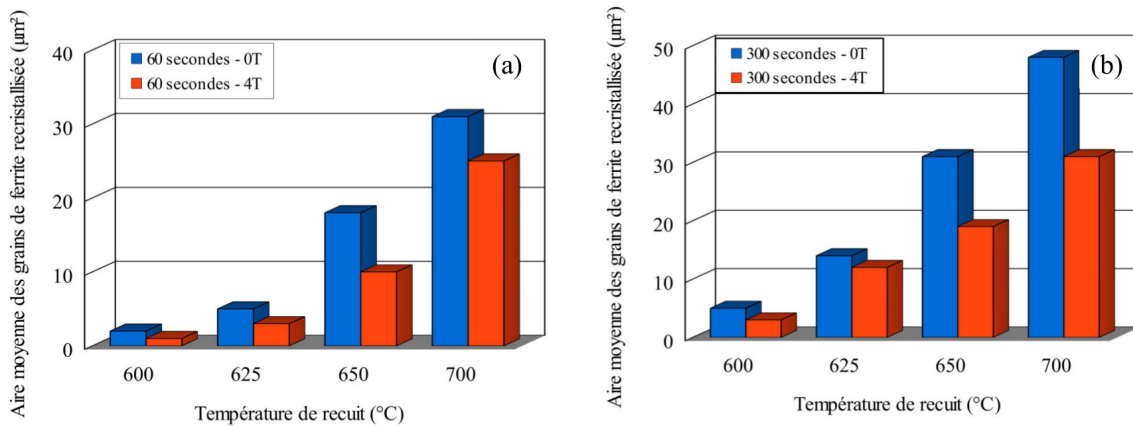


Fig. 145. Évolution de l'aire moyenne des grains de ferrite recristallisée en fonction de la température de traitement thermique pour les échantillons recuits durant (a) 60 secondes et (b) 300 secondes avec et sans champ magnétique.

Nous pouvons voir sur les Fig. 145 (a) et (b) que l'aire moyenne des grains de ferrite recristallisée des échantillons recuits sous champ magnétique est toujours plus faible que celle des échantillons de référence. Les différences les plus marquées sont observées pour les paires d'échantillons R3-R3C (650°C, 60 secondes), R8-R8C (650°C, 300 secondes) et R9-R9C (700°C, 300 secondes). Il est également intéressant de remarquer que, bien que les aires moyennes des échantillons R3 (650°C, 60 secondes : 18µm²) et R7 (625°C, 300 secondes : 14µm²) soient proches, le champ magnétique semble influencer plus nettement l'échantillon R3C (10µm²) que l'échantillon R7C (12µm²).

2.3.1) *Corrélation entre la dureté et la fraction recristallisée*

La Fig. 146 présente la dureté de l'ensemble des échantillons en fonction de leur fraction recristallisée.

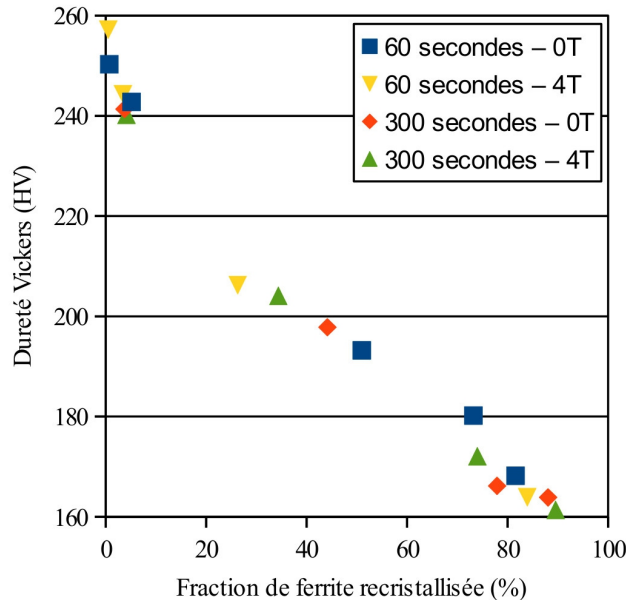


Fig. 146: Évolution de la dureté en fonction de la fraction recristallisée pour les échantillons recuits durant 60 secondes et 300 secondes avec et sans champ magnétique.

A l'aide de ce graphique, on peut distinguer trois zones :

- Au-dessus de 220HV : Cette zone correspond à la restauration de la ferrite ainsi qu'au tout début de sa recristallisation. On observe peu de ferrite recristallisée et une petite chute de dureté.
- 220 à 165HV : Cette partie correspond à la recristallisation primaire de la ferrite. La ferrite écrouie est remplacée par une ferrite exempte de tension. La dureté chute fortement tandis que la fraction recristallisée augmente rapidement.
- En dessous de 165HV : Cette dernière zone correspond à la fin de la recristallisation primaire. L'ensemble de la ferrite est recristallisée et certains grains commencent à croître au dépend des autres. La dureté des échantillons diminue, mais plus lentement.

2.4) Analyse d'image - Caractérisations locales

A l'aide des mesures globales, différentes observations concernant l'effet du champ magnétique sur la recristallisation ont pu être réalisées. Des différences de dureté ont été observées et, pour certaines d'entre elles, les différences de fractions recristallisées permettent d'expliquer leur origine. Comme nous allons le voir ci-dessous, les mesures locales permettent d'affiner les résultats obtenus.

2.4.1) *Distributions en nombre*

Les histogrammes du nombre de nuclei et de grains en croissance des paires d'échantillons recuits avec et sans champ magnétique sont illustrées à la page suivante sur les Fig. 147 et Fig. 148.

Chapitre VIII : Recristallisation de la ferrite sous champ magnétique – Résultats

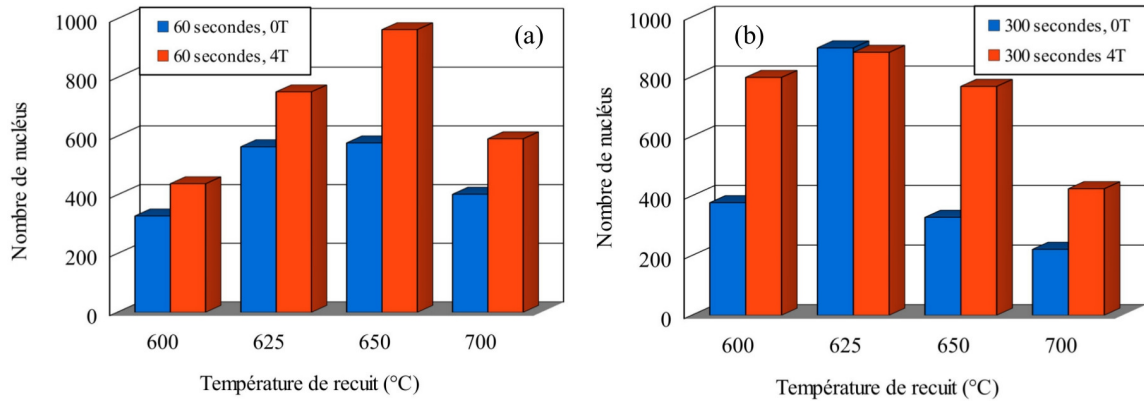


Fig. 147: Évolution du nombre de nuclei en fonction de la température de traitement thermique pour les échantillons recuits durant (a) 60 secondes et (b) 300 secondes avec et sans champ magnétique.

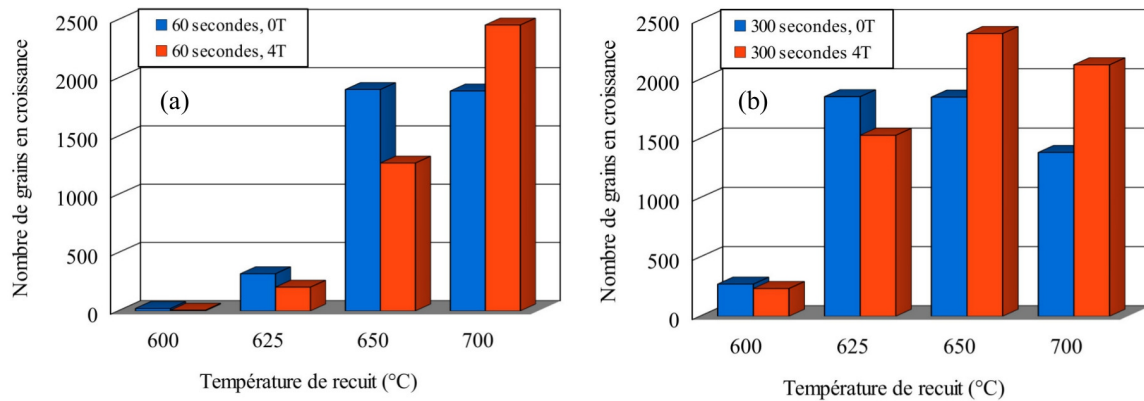


Fig. 148 : Évolution du nombre de grains en croissance en fonction de la température de traitement thermique pour les échantillons recuits durant (a) 60 secondes et (b) 300 secondes avec et sans champ magnétique.

Les Fig. 147 et Fig. 148, nous indiquent que :

- Les échantillons traités sous champ magnétique possèdent tous plus de nuclei que leurs échantillons de référence.
- Par rapport à leurs échantillons de référence, les échantillons traités sous champ magnétique sont en retard, en termes de nombre de grains recristallisés :
 - Ainsi, pour les paires d'échantillons en fin de recristallisation primaire, à savoir les paires R8-R8C (650°C, 300 secondes), R5-R5C (700°C, 60 secondes) et R9-R9C (700°C, 300 secondes), les échantillons recuits sous champ magnétique possèdent plus de grains en croissance que les échantillons de référence.
 - Pour les échantillons en début ou en cours de recristallisation, les échantillons de référence possèdent plus de grains en croissance que les échantillons traités sous champ magnétique.

Ces informations sont complétées par les distributions de fréquence relative cumulée en nombre de l'aire des grains de ferrite recristallisée présentées ci-après sur la Fig. 149 pour les échantillons recuits durant 60 secondes et sur la Fig. 150 pour les échantillons recuits durant 300 secondes.

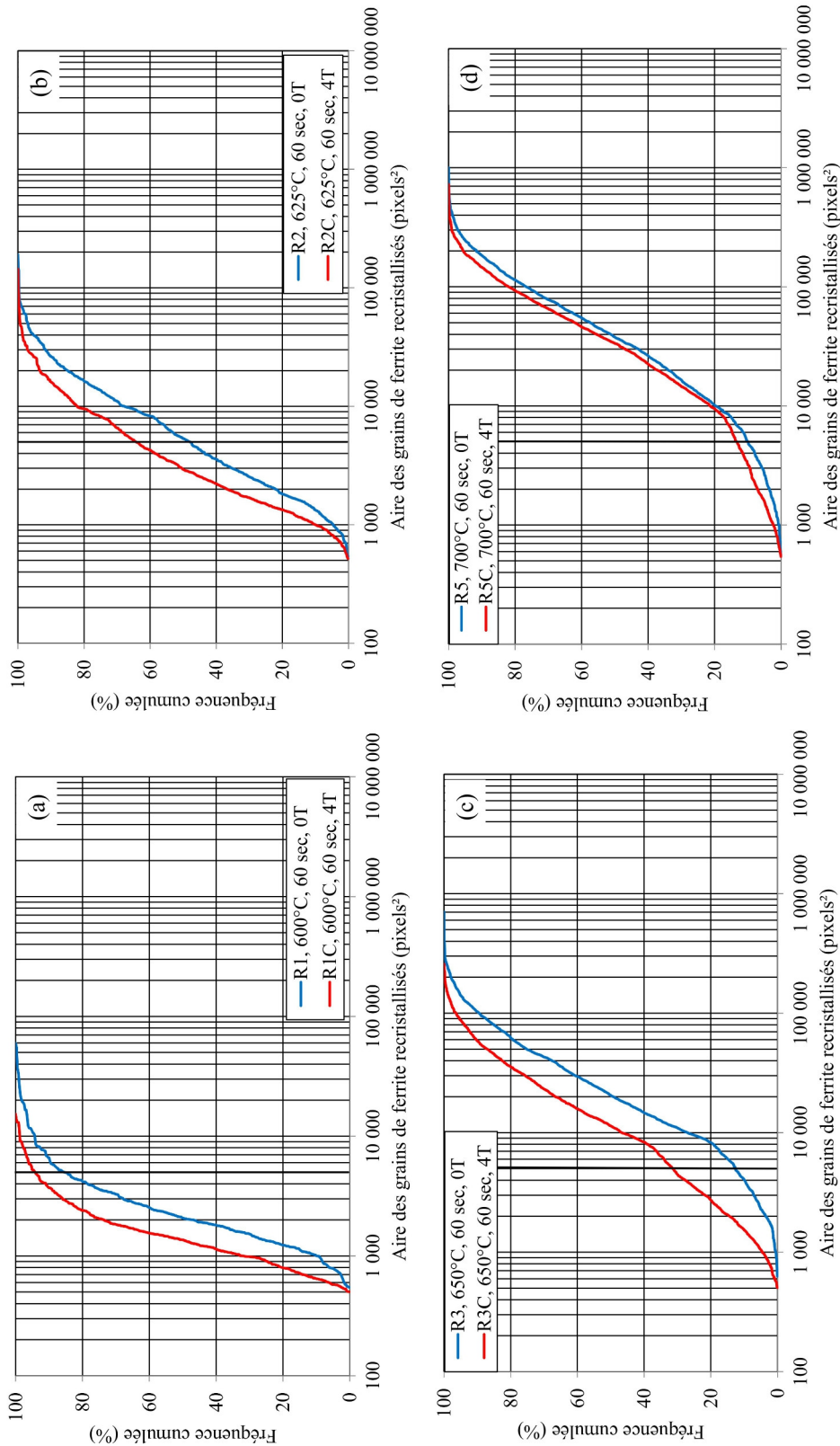


Fig. 149: Distributions de fréquence relative cumulée en nombre en fonction de l'aire des grains de ferrite recristallisée pour les paires d'échantillons recuits sans et avec champ magnétique durant 60 secondes (a) à 600°C (R1-R1C), (b) 625°C (R2-R2C), (c) à 650°C (R3-R3C) et (d) 700°C (R5-R5C). 1 pixel = $4,41 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}^2$.

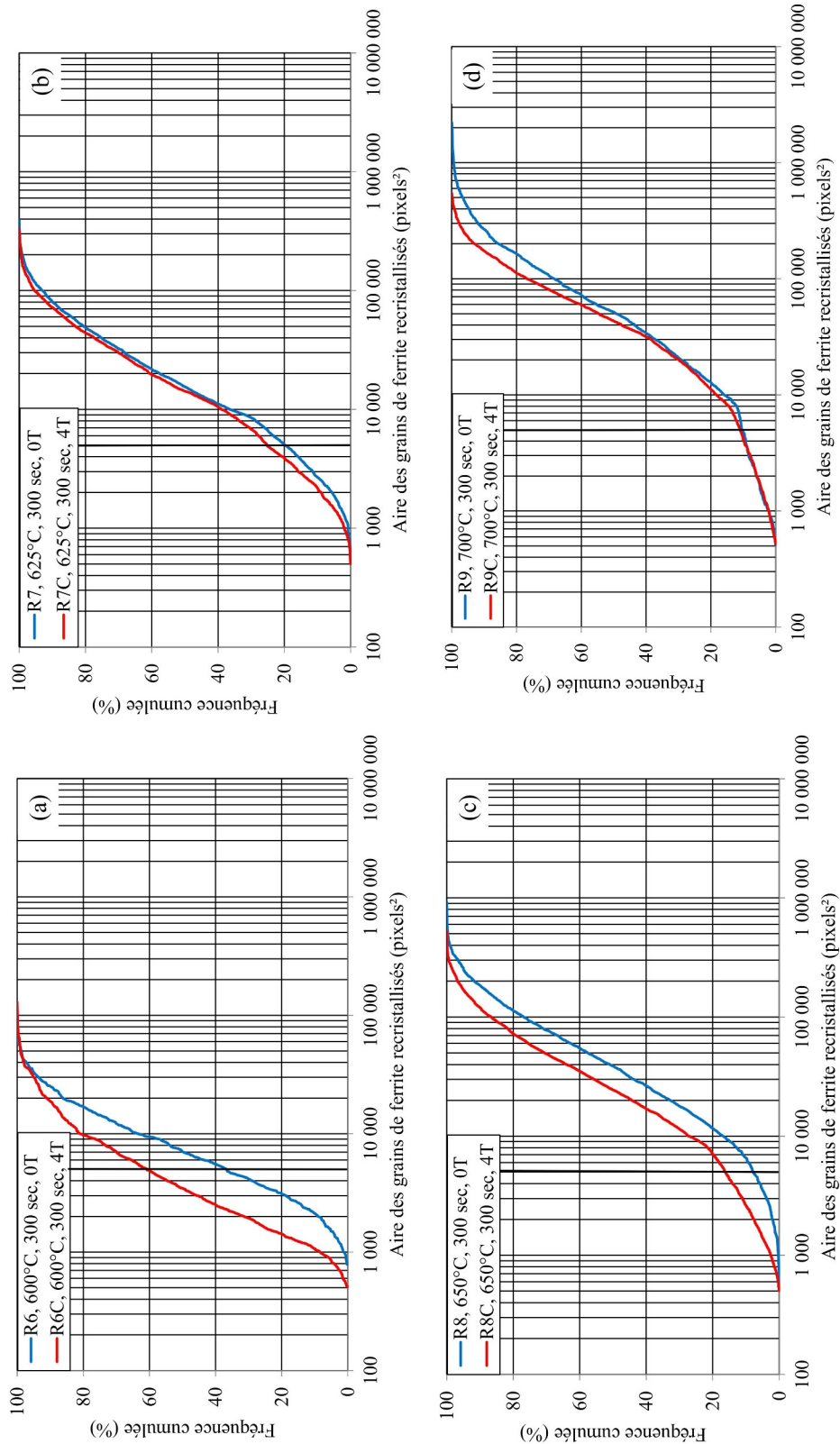


Fig. 150: Distributions de fréquence relative cumulée en nombre en fonction de l'aire des grains de ferrite recristallisée pour les paires d'échantillons recuits sans et avec champ magnétique durant 300 secondes (a) à 600°C (R6-R6C), (b) 625°C (R7-R7C), (c) à 650°C (R8-R8C) et (d) 700°C (R9-R9C). 1 pixel = $4,41 \cdot 10^4 \mu\text{m}^2$.

Les Fig. 149 et Fig. 150 nous indiquent que les fractions en nombre de nuclei de l'ensemble des échantillons recuits sous champ magnétique sont supérieures aux valeurs des échantillons de référence. D'autre part, ces figures soulignent le fait que les échantillons recuits sous champ magnétique présentent un net retard par rapport à leurs échantillons de référence, et ce, quelle que soit la température de recuit. Ceci se traduit par un décalage vers les plus petites aires des distributions en nombre.

2.5) Conclusions

Les mesures locales et globales nous ont permis de réaliser de nombreuses observations concernant les échantillons traités avec et sans champ magnétique. Pour expliquer celles-ci, nous émettons les deux postulats suivants :

- Le champ magnétique diffère le début de la restauration de la ferrite et le début de la nucléation des grains de ferrite pendant un temps court.
- Le champ magnétique n'affecte pas la vitesse de croissance des grains de ferrite.

Ces hypothèses ont déjà été reprises par plusieurs auteurs ^[19,36,81,117,120,122,125]. Elles permettent d'expliquer les principales observations réalisées dans cette partie, comme expliqué ci-dessous.

Ainsi, si la restauration est postposée par le champ magnétique, la densité de dislocations disponible au début de la nucléation de la ferrite est plus élevée. Par conséquent, la vitesse de nucléation est plus rapide. Le nombre de nuclei obtenus est donc plus grand dans les échantillons traités sous champ magnétique que dans les échantillons de référence (**observation 1, voir Fig. 147**).

Cet effet retardateur du champ magnétique a également des conséquences sur le nombre de grains en croissance (**observation 2, voir Fig. 148**) :

- Le retard pris au début de la recristallisation se traduit par un nombre plus faible de grains en croissance pour les échantillons traités sous champ magnétique des paires traitées à 600°C (R1-R1C et R6-R6C), 625°C (R2-R2C et R7-R7C) et 60 secondes à 650°C (R3-R3C).
- L'opposé est observé pour les échantillons qui ont terminé la recristallisation (R5-R5C, R8-R8C et R9-R9C). En effet, suite au retard pris au début de la recristallisation, les échantillons traités sous champ magnétique n'ont pas encore entamé la croissance préférentielle de certains grains, au contraire des échantillons de référence.

Suite à cet effet, les échantillons traités sous champ magnétique possèdent des grains de plus petite taille que leurs échantillons de référence (**observation 3, voir Fig. 149 et Fig. 150**). De même, l'aire moyenne des grains recristallisés des échantillons traités sous champ magnétique est toujours plus faible que celles des échantillons de référence (**observation 4, voir Fig. 145**).

Les effets des champs magnétiques impactent également la fraction recristallisée des échantillons et donc leur dureté :

- Intéressons-nous tout d'abord aux paires d'échantillons traitées à 600°C (R1-R1C et R6-R6C) et 60 secondes à 625°C (R2-R2C). Ces échantillons sont principalement concernés par la restauration. Par conséquent, même si le champ magnétique diffère la restauration et le début de la recristallisation, aucune différence significative de fraction recristallisée ou de dureté n'est observée pour les échantillons R2-R2C et R6-R6C. Par contre, la différence de dureté observée pour la paire d'échantillons R1-R1C confirme que le champ magnétique influence la restauration. En effet, la fraction recristallisée, inférieure à 1 %, ne peut expliquer la différence de dureté de 7 HV observée entre les échantillons traités avec et sans champ magnétique (**observation 5, voir Tableau 29 à Tableau 32**).
- Les paires d'échantillons R3-R3C et R7-R7C sont en pleine recristallisation primaire, où la cinétique de recristallisation est rapide. De ce fait, le retard induit en début de transformation par le champ magnétique conduit à une différence importante de dureté et de fraction recristallisée (**observation 6, voir Tableau 29 à Tableau 32**). Cette différence est plus importante pour la paire d'échantillons traitée 60 secondes à 650°C (R3-R3C) que pour la paire traitée 300 secondes à 625°C (R7-R7C) car, à 650°C, la cinétique de transformation est nettement plus élevée.
- Étant donné que pour les paires d'échantillons traitées à 700°C (R5-R5C et R9-R9C) et 300 secondes à 650°C (R8-R8C), l'ensemble de la matrice ferritique est convertie, ou presque, la dureté des échantillons doit dépendre de la taille moyenne des grains. Ceci permet d'expliquer pourquoi la dureté de l'échantillon R8 ($31\mu\text{m}^2$) est plus faible que de l'échantillon R8C ($19\mu\text{m}^2$). Par contre, étant donné que les échantillons de référence R5 et R9 possèdent des grains recristallisés plus grands (31 et $48\mu\text{m}^2$) que les échantillons recuits sous champ magnétique R5C ($25\mu\text{m}^2$) et R9C ($31\mu\text{m}^2$), les échantillons R5 et R9 devrait présenter une dureté plus faible. Or, cela n'est pas le cas. Ceci nous amène donc à penser que la sensibilité de la technique de mesure de dureté est trop limitée pour observer cet effet. (**observation 7, voir Tableau 29 à Tableau 32**).

PARTIE IV : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

CHAPITRE IX : Conclusions générales

Les champs magnétiques de haute induction constituent, de par l'influence qu'ils peuvent exercer sur les transformations dans les aciers, une voie nouvelle pour améliorer les procédés métallurgiques. Ainsi, la revue bibliographique réalisée en début de ce travail nous a permis de vérifier que des effets substantiels des champs magnétiques sur les caractéristiques cinétiques et thermodynamiques de certaines transformations dans les aciers pouvaient être obtenus (**Chapitre I**).

Néanmoins, au vu du nombre élevé de types de traitements thermiques impliqués dans les domaines métallurgiques et sidérurgiques, nous avons été amenés à restreindre le champ de cette recherche. Nous avons choisi de porter notre attention sur l'étude de deux transformations fréquemment utilisées dans l'industrie et nécessitant de longs traitements thermiques à haute température. De ce fait, ces transformations présentent une importance économique élevée. Les transformations étudiées sont la sphéroïdisation de la cémentite et la recristallisation de la ferrite.

Ces transformations impliquent d'importantes modifications de microstructure au cours des recuits. Il a donc été nécessaire de développer des outils adéquats permettant de quantifier de façon objective ces modifications microstructurales. Pour réaliser cela, notre choix s'est porté sur la technique d'analyse d'images (**Chapitre II**). Étant donné la particularité des microstructures étudiées, nous avons été amené à développer des procédures d'analyse d'images spécifiques pour chacune des transformations étudiées.

La technique d'analyse d'images développée dans le **Chapitre IV** nous a ainsi permis de caractériser l'évolution de la microstructure de la perlite lors de sa sphéroïdisation sans champ magnétique (**Chapitre V**). Il est à noter que cette partie a fait l'objet d'une publication (voir **annexe K**). D'autre part, les scripts développés pour l'analyse d'images ont été réunis en un logiciel exécutable. Ce logiciel est à présent utilisé par les chercheurs d'Arcelor-Mittal Gandrange pour caractériser la perlite (voir **annexe L**).

Dans la partie expérimentale du **Chapitre V**, nous avons tout d'abord optimisé le rapport longueur/largeur permettant de distinguer les lamelles des globules. Celui-ci a été fixé à 8. Ce faisant, il a été vérifié que les fractions de cémentite sphéroïdisée augmentent quand la durée ou la température du recuit augmente.

L'état d'avancement global de la sphéroïdisation de la cémentite a également été étudié à l'aide du facteur de Fischmeister. Nous avons ainsi observé que celui-ci est très sensible à l'évolution de microstructure des échantillons recuits à 580°C mais qu'il présente une sensibilité limitée pour les échantillons recuits à 650°C. L'énergie d'activation de la sphéroïdisation de la cémentite sans champ magnétique déterminée à l'aide de ce paramètre nous a indiqué que, pour l'acier étudié, le facteur limitant la cinétique de transformation était la vitesse de diffusion du fer dans la ferrite (~60kcal).

La distinction des éléments en termes de lamelles et de globules nous a également permis de comptabiliser les éléments appartenant à ces deux populations et de mettre à jour les particularités de la transformation :

- Aux deux températures de recuit, sous l'effet de la sphéroïdisation, le nombre de lamelles des échantillons diminue constamment quand la durée du recuit augmente. Le nombre de globule suit la tendance inverse, sauf en fin de transformation à 650°C.
- Le mûrissement des globules ne se produit que pour les plus longues durées de recuit à haute température (650°C). Et ce, même si la production de globules par sphéroïdisation n'est pas terminée.

Les longueurs et largeurs des lamelles ont également fait l'objet d'analyses plus poussées :

- A 580°C, tant les lamelles longues que courtes disparaissent quand l'acier subit la sphéroïdisation. Sous ces deux effets conjugués, les distributions tendent à se resserrer vers les plus grandes valeurs de longueur, aux alentours de 1µm (100 pixels). La longueur moyenne des lamelles évolue donc peu. Des effets identiques sont observés pour les échantillons recuits à 650°C.
- Dès 580°C, et pour de courtes durées de recuit, les lamelles les plus étroites, et donc les plus instables vis-à-vis de la sphéroïdisation disparaissent. Les distributions tendent alors à se centrer sur des largeurs supérieures à 0,05µm. Un comportement identique est observé à 650°C. Cet effet rend les lamelles plus stables vis-à-vis de la sphéroïdisation.
- Un épaulement dans les distributions en longueur ainsi qu'en largeur des lamelles a été identifié. Celui-ci se situe vers les courtes valeurs de longueur et de largeur. Des analyses plus poussées nous ont permis de déterminer que les éléments constituant cet épaulement correspondent à des crêtes reliant les différents globules. Ces crêtes correspondent donc à une réminiscence d'un élément transitoire, tel un joint de grains ou un reste de lamelle.

*L'ensemble des observations réalisées sur les échantillons traités sans champ magnétique prouve que nous avons atteint le premier objectif que nous nous étions fixés, à savoir développer un outil permettant de caractériser en détail la sphéroïdisation de la cémentite (**objectif 1**).*

*A l'aide de cet outil, nous avons pu atteindre le second objectif de ce travail, à savoir étudier l'effet d'un champ magnétique sur la sphéroïdisation de la cémentite (**objectif 2**).*

Ainsi dans le **Chapitre V**, nous avons tout d'abord observé que le champ magnétique semblait exercer une influence sur les propriétés mécaniques des aciers recuits durant les plus courtes durées. Comme nous l'avons signalé, ces différences de dureté sont à considérer avec précaution.

Ensuite, à l'aide de l'outil d'analyse d'images développé, nous avons réalisé de nombreuses caractérisations sur nos échantillons. Celles-ci nous ont permis d'avancer l'hypothèse que l'influence négative du champ magnétique sur la vitesse de diffusion ^[30,82-84] surpasse l'influence positive générée par l'accroissement de l'énergie interfaciale ^[19,36,81]. Et ce, même si les deux effets sont bien présents. Ces effets induisent de nombreuses modifications de microstructure :

- Sous l'effet de l'augmentation de l'énergie interfaciale, les lamelles tentent de se rompre en globules. Elles deviennent donc plus étroites.

- Cependant, bien que les lamelles s'amincissent sous champ magnétique, elles ne terminent pas aisément leur sphéroïdisation. En effet, la diffusion atomique nécessaire à la sphéroïdisation est ralentie par le champ magnétique. De ce fait, certains des échantillons traités sous champ magnétique sont dans un état de sphéroïdisation moins avancé que leurs échantillons de référence. Cette hypothèse est confortée par les deux observations suivantes :
 - Le nombre de lamelles par images des échantillons traités sous champ magnétique à 650°C est donc, de manière générale, plus élevé que dans les échantillons de référence.
 - Les échantillons recuits à 580°C sous champ magnétique possèdent globalement moins de globules que les échantillons de référence.

A ce stade, nous avons alors apporté des modifications à la technique d'analyse d'images développée afin de pouvoir étudier la recristallisation de la ferrite (**Chapitre VII**). A l'aide de l'outil développé, nous avons pu étudier le mécanisme de recristallisation de la ferrite ainsi que l'effet de la température et de la durée du recuit sur celle-ci (**Chapitre VIII**).

Nous avons ainsi pu extraire des résultats que la chute de dureté observée, lorsque la durée du recuit ou la température de celui-ci augmente, est corrélée à l'augmentation de la fraction de ferrite recristallisée. Les mesures de la fraction recristallisée réalisées nous ont indiqué que, pour les plus faibles durées de recuit à basse température, l'étape de restauration est le mécanisme principalement responsable de la chute de dureté. Ensuite, pour des températures intermédiaires, une recristallisation rapide se produit. Celle-ci induit une chute de dureté rapide. Enfin, à haute température, l'ensemble de la ferrite est recristallisée et une croissance préférentielle débute. A ce stade, l'évolution de dureté est moins sensible.

Les distributions en nombre des grains de ferrite recristallisés nous ont également permis de réaliser d'intéressantes observations concernant le mécanisme de la recristallisation de la ferrite. Ainsi, nous avons identifié la présence de deux populations de grains dans les distributions en nombre. La première, dont l'aire s'étend jusqu'à ~5500 pixels ($2.48\mu\text{m}^2$), correspond aux nuclei. Au-delà de 5500 pixels ($2.48\mu\text{m}^2$), les grains constituent une seconde population, à savoir les « grains en croissance ». Nos analyses ont montré que le nombre de nuclei reste faible quelle que soit la température (~900), ce qui indique que les grains de ferrite qui viennent de nucléer se mettent rapidement à croître. Par contre le nombre de grains en croissance évolue très nettement avec la température, jusqu'à approximativement 2500 pour décroître suite à la maturation de certains grains. Cette maturation est très facilement observable à l'aide des distributions en nombre.

Des parallèles ont pu être établis entre les valeurs de duretés et les valeurs de fractions recristallisées des échantillons recuits pendant 60 secondes et 300 secondes. Sur base de ces observations, nous pouvons dire que tripler la durée de la recristallisation produit les mêmes effets qu'une augmentation de température de recuit de 25°C.

L'intérêt de l'étude par analyse d'images de la recristallisation de la ferrite a également été mise en évidence pour sa capacité à dissocier, à l'aide des distributions en nombre, des échantillons présentant des propriétés mécaniques proches.

*Ces analyses détaillées confirment que l'outil mis au point pour analyser la recristallisation de la ferrite est efficace et que le troisième objectif fixé au début de ce travail, à savoir développer un outil permettant de caractériser en détail la recristallisation de la ferrite, a été atteint (**objectif 3**).*

*Cet outil a dès lors permis d'atteindre le dernier objectif que nous nous étions fixés, à savoir, étudier la recristallisation de la ferrite sous champ magnétique (**objectif 4**).*

Ici aussi, nous avons pu mettre en exergue, à l'aide de l'analyse d'images et des mesures de dureté, quelques effets des champs magnétiques sur la recristallisation de la ferrite dans les aciers (**Chapitre VIII**). Cette partie fait également l'objet d'une publication en cours de correction.

Ainsi, il a été démontré qu'un champ magnétique diffère, pendant un temps court, la restauration et le début de la recristallisation mais n'influence pas la vitesse de croissance de la ferrite. Ceci a plusieurs conséquences :

- Quand la nucléation débute, la vitesse de celle-ci est accélérée car la densité de dislocation restante est plus élevée. Le nombre de nuclei dans les échantillons traités sous champ magnétique sont donc plus élevés que dans les échantillons de référence,
- Suite au décalage induit par le champ magnétique, les échantillons recuits sous champ magnétique présentent des grains recristallisés de plus petite taille que les échantillons de référence,
- Les échantillons en cours de recristallisation et traités sous champ magnétique possèdent moins de grains en croissance que leurs échantillons de référence. La situation s'inverse en fin de transformation car les échantillons de référence débutent la croissance préférentielle de certains grains recristallisés,
- Suite aux effets indiqués ci-dessus, la taille moyenne des grains des échantillons traités sous champ magnétique est inférieure à celle des échantillons de référence.

Les effets du champ magnétique ont également comme conséquence que des différences marquées de dureté et de fraction recristallisée sont observées pour les échantillons en cours de recristallisation (notamment les échantillons recuits 60 secondes à 650°C et 300 secondes à 625°C). Les plus grandes différences de dureté et de fraction recristallisée sont observées entre les échantillons traités avec et sans champ magnétique à 650°C durant 60 secondes car, à cette température, la cinétique de transformation est très élevée.

CHAPITRE XIII : Perspectives

Bien que l'ensemble des objectifs que nous nous étions fixés aient été atteints, il reste selon nous de nombreuses perspectives à explorer.

Ainsi, concernant la sphéroïdisation de la cémentite, il serait intéressant d'étudier plus en détail le début de la transformation. Pour cela, nous proposons d'une part de réaliser des traitements thermiques plus courts. Une seconde possibilité, qui permettrait d'évaluer plus précisément les effets sur l'énergie libre et les vitesses de diffusion atomique serait de travailler avec des aciers qui n'ont pas subi un laminage à froid. De cette façon les cinétiques de transformation seraient plus lentes et il serait possible d'avoir une plus grande sensibilité concernant les effets observés.

Le mûrissement des globules pourrait également faire l'objet d'une étude plus poussée. Pour cela, il serait intéressant de traiter thermiquement sous champ magnétique des échantillons déjà sphéroïdisés pour distinguer les effets du champ magnétique sur la sphéroïdisation de la cémentite et le mûrissement des globules. De même, d'autres échantillons pourraient être réalisés afin de déterminer si le champ magnétique modifie l'énergie d'activation de la sphéroïdisation de la cémentite.

La restauration de la ferrite pourrait également faire l'objet d'une analyse plus détaillée. Pour cela, il serait intéressant de réaliser des mesures de l'état de restauration des aciers, à l'aide par exemple de mesure de résistivité électrique. Les traitements thermiques analysés pourraient être réalisés à plus faible température pour avoir accès à des cinétiques de transformations plus lentes.

La recristallisation secondaire de la ferrite, brièvement abordée dans ce travail pourrait également faire l'objet d'une attention particulière. Pour cela, il serait intéressant de traiter thermiquement sous champ magnétique des échantillons déjà recristallisés afin de dissocier les composantes dues à l'effet du champ magnétique sur la recristallisation primaire et secondaire.

Par ailleurs, ces différents sujets devraient être étudiés sous des champs magnétiques de plus forte induction, de l'ordre de 15 à 20 Tesla. En effet, de manière générale, la littérature rapporte que l'ampleur des effets observés est proportionnelle à l'intensité de l'induction magnétique. Ceci permettrait de mettre plus facilement en perspective les effets du champ magnétique sur les aciers.

BIBLIOGRAPHIE

1. Barralis, J. & Maeder, G. *Précis de métallurgie: Élaboration, structures-propriétés, normalisation*. (Nathan: Paris, 2003).
2. Diagramme de transformations en refroidissement continu. *Wikipedia* at <http://fr.wikipedia.org/wiki/Diagramme_de_transformations_en_refroidissement_continu>
3. du Trémolet de Lacheisserie, E. *Magnétisme: Fondements*. **1**, (Grenoble science: Grenoble, 2000).
4. Gao, M.C., Bennett, T.A. & Laughlin, D.E. The effects of applied magnetic fields on the alpha/gamma phase boundary in the Fe-Si system. *J.Phys.D: Appl.Phys.* **39**, 2890-2896 (2006).
5. Joo, H.D., Kim, S.U., Shim, N.S. & Koo, Y.M. An effect of high magnetic field on phase transformation in Fe-C system. *Mater.Lett.* **43**, 225-229 (1999).
6. Choi, J.K., Ohtsuka, H., Xu, Y. & Choo, W.Y. Effects of a strong magnetic field on the phase stability of plain carbon steel. *Scripta Mater.* **43**, 221-226 (2000).
7. Zhang, Y.D., Faraoun, H., Esling, C., Zuo, L. & Aourag, H. Paramagnetic susceptibility of ferrite and cementite obtained from ab initio calculations. *J.Magn.Magn.Mater* **299**, 64-69 (2006).
8. Zhang, Y.D. *et al.* Shift of the eutectoid point in the Fe-Cbinary system by a high magnetic field. *Journal of Physics D-Applied Physics* **40**, 6501-6506 (2007).
9. Jaramillo, R.A. *et al.* Effect of 30 Tesla magnetic field on transformations in a novel bainitic steel. *Scripta Mater.* **52**, 461-466 (2004).
10. Zhang, Y.D. *et al.* Low temperature tempering of a medium carbon steel in high magnetic field. *ISIJ Int.* **45**, 913-917 (2005).
11. Jaramillo, R.A. *et al.* Investigation of phase transformation kinetics and microstructural evolution in 1045 and 52100 steel under large magnetic fields. *Solid to solid phase transformations in inorganic materials 2005 Voll1: diffusional transformations*, 893-898 (2005).
12. Zhang, Y.D., Esling, C., Zhao, X. & Zuo, L. Diffusion-controlled phase transformation under high magnetic field in medium and high carbon steels. *Mater.Sci.Forum* **539-543**, 4768-4773 (2007).
13. Liu, W., Ou, D.R., Zou, H.H., Tang, G.Y. & Wu, F. Effect of a magnetic field on phase transformation of steel. *J.Mater.Res.* **16**, 2280-2282 (2001).
14. Liu, X.J., Fang, Y.M., Wang, C.P., Ma, Y.Q. & Peng, D.L. Effect of external magnetic field on thermodynamic properties and phase transitions in fe-based alloys. *J.Alloys Compd.* **459**, 169-173 (2008).
15. Zhang, Y.D. *et al.* Microstructural features induced by a high magnetic field in a hypereutectoid steel during austenitic decomposition. *Scripta Mater.* **54**, 1897-1900 (2006).
16. Joo, H.D., Choi, J.K., Kim, S.U., Shin, N.S. & Koo, Y.M. An effect of a strong magnetic field on the phase transformation in plain carbon steels. *Metall.Mater.Trans.A* **35A**, 1663-1668 (2004).
17. Ohtsuka, H. Effects of strong magnetic fields on bainitic transformation. *Curr:Opin.Solid State Mater.Sci.* **8**, 279-284 (2004).
18. Kakeshita, T., Saburi, T., Kindo, K. & Endo, S. Effect of magnetic field and hydrostatic pressure on martensitic transformation and its kinetics. *Jpn.J.Appl.Phys.* **36**, 7083-7094 (1997).
19. Zhang, Y.D., Esling, C., Zhao, X. & Zuo, L. Innovation of conventional heat treatment and microstructural modification of steels by electromagnetic processing. (2007).at <<http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2005/LINK/126.pdf>>
20. Hao, X.J. & Ohtsuka, H. Effects of high magnetic field on transformation temperature in Fe-based alloys. *ISIJ Int.* **46**, 1271-1273 (2006).
21. Hao, X.J. & Ohtsuka, H. Effect of high magnetic field on phase transformation temperature in Fe-C Alloys. *Mater.Trans.* **45**, 2622-2625 (2004).
22. Ohtsuka, H. Solid state materials processing in a high magnetic field. *Materials processing under the influence of external fields (TMS annual meeting and exhibition)* **1**, 15-18 (2007).
23. Hao, X.J., Ohtsuka, H. & Wada, H. Variation of phase transformation temperature in fe-c alloys in a high magnetic field. *Materials processing in magnetic fields* 41-47 (2004).
24. Ohtsuka, H. Effects of a high magnetic field on bainitic transformation in Fe-based alloys. *Mater.Sci.Eng., A* **438-440**, 136-139 (2006).
25. Hao, X.J. & Ohtsuka, H. Phase transformation in Fe-based alloys in high magnetic fields. *Mater.Sci.Forum* **475-479**, 301-304 (2005).
26. Ludtka, G.M. *et al.* In situ evidence of enhanced transformation kinetics in a medium carbon steel due to high magnetic field. *Scripta Mater.* **51**, 171-174 (2004).
27. Zhang, Y.D., He, C., Zhao, X., Zuo, L. & Esling, C. Thermodynamic and kinetic characteristics of

- the austenite-to-ferrite transformation under high magnetic field in medium carbon steel. *J.Magn.Magn.Mater.* **294**, 267-272 (2005).
28. Guo, H. & Enomoto, M. Influence of magnetic fields on alpha/gamma equilibrium in Fe-C(-X) alloys. *Mater.Trans., JIM* **41**, 911-916 (2000).
 29. Zhang, Y.D. *et al.* Grain boundary characteristics and texture formation in a medium carbon steel during its austenitic decomposition in a high magnetic field. *Acta.Mater.* **53**, 5213-5221 (2005).
 30. Xu, Y., Ohtsuka, H. & Wada, H. Effect of high magnetic field on pearlite transformation behaviour and structure. *Mater.Trans., JIM* **25**, 509-512 (2000).
 31. Xu, Y., Ohtsuka, H., Wada, H. & Choi, J.K. Effect of high magnetic field on ferrite transformation behaviour and structure. *Mater.Trans., JIM* **25**, 505-508 (2000).
 32. Enomoto, M., Guo, H., Tazuke, Y., Abe, Y.R. & Shimotomai, M. Influence of magnetic field on the kinetics of proeutectoid ferrite transformation in iron alloys. *Metall.Mater.Trans.A* **32A**, 445-453 (2001).
 33. Zhang, Y.D., He, C., Zhao, X., Esling, C. & Zuo, L. A new approach for rapid annealing of medium carbon steels. *Adv.Eng.Mater.* **6**, 310-313 (2004).
 34. Zhang, Y.D. *et al.* New microstructural features occurring during transformation from austenite to ferrite under the kinetic influence of magnetic field in a medium carbon steel. *J.Magn.Magn.Mater.* **284**, 287-293 (2004).
 35. Zhang, Y.D. *et al.* Rapid full annealing under high magnetic field. *Solid state transformation and heat treatment* 103-109 (2008).
 36. Zhang, Y.D., Esling, C., Zhao, X. & Zuo, L. Solid state phase transformation under high magnetic fields in a medium carbon steel. *Mater.Sci.Forum* **495-497**, 1131-1140 (2005).
 37. Kakeshita, T. *et al.* Magnetic Field induced transformation from paramagnetic austenite to ferromagnetic martensite in an Fe-3.9Mn-5.0C (at%) alloy. *Trans.Jap.Inst.Met.* **28**, 891-897 (1987).
 38. Shimizu, K. & Kakeshita, T. Effect of a magnetic field on martensitic transformations in ferrous alloys and steels. *ISIJ Int.* **29**, 97-116 (1989).
 39. Sun, E.X., Yang, D.Z., Hsu, T.Y., Yang, F.M. & Zhao, Y.W. Pulsed magnetic field-induced martensitic transformation in an Fe-21Ni-4Mn alloy. *ISIJ Int.* **29**, 154-157 (1989).
 40. Kakeshita, T., Shimizu, K., Sakakibara, T., Funada, S. & Date, M. Magnetic field-induced martensitic transformation in an Fe-31.7at%Ni alloy. *Trans.Jap.Inst.Met.* **24**, 748-753 (1983).
 41. Kindo, K. *et al.* High magnetic field effect in martensitic transformation. *Physica B* **155**, 207-210 (1989).
 42. Kakeshita, T. & Fukuda, T. Magnetic field induced martensitic transformations in some ferrous alloys. *Trans.Mat.Res.Soc.Jap.* **25**, 475-480 (2000).
 43. Kakeshita, T. Martensitic transformation in some ferrous alloys under magnetic field. *Proceeding of the international workshop on materials analysis and processing in magnetic fields* 48-54 (2004).
 44. Kakeshita, T., Shimizu, K., Sakakibara, T., Funada, S. & Date, M. Effects of a pulsed high magnetic field on the Ms temperature and martensite morphology in an Fe-31.7at%Ni alloy. *Scr.Metall.* **17**, 897-900 (1983).
 45. Ohtsuka, H., Xu, Y. & Wada, H. Alignment of ferrite grains during austenite to ferrite transformation in a high magnetic field. *Mater.Trans., JIM* **41**, 907-910 (2000).
 46. Ohtsuka, H., Hao, X.J. & Wada, H. Effects of high magnetic field on phase transformation behaviour and structure in Fe-based alloys. *Austenite formation and decomposition, proceedings a symposium held at the material science and technology meeting* 43-48 (2003).
 47. Hao, X.J., Ohtsuka, H., De Rango, P. & Wada, H. Quantitative characterization of the structural alignment in Fe-0.4C alloy transformed in high magnetic field. *Mater.Trans.* **44**, 211-213 (2003).
 48. De Rango, P., Hao, X.J., Ohtsuka, H. & Wada, H. Effects of high magnetic field on alignment of ferrite grains in Fe-based alloys. *Trans.Mat.Res.Soc.Jap.* **28**, 225-226 (2003).
 49. Zhang, Y.D. *et al.* The effects of a high magnetic field on microstructure, grain boundary structures and texture in a medium carbon steel under different cooling rates. *Mater.Sci.Forum* **495-497**, 1261-1266 (2005).
 50. Zhang, Y.D. *et al.* Magnetic field induced grain elongation in a medium carbon steel during its austenitic decomposition. *Appl.Phys.Lett.* **87**, 212504-1-3 (2005).
 51. Shimotomai, M., Maruta, K.-I., Mine, K. & Matsui, M. Formation of aligned two-phase microstructures by applying a magnetic field during the austenite to ferrite transformation in steels.

- Acta Mater.* **51**, 2921-2932 (2003).
52. Hao, X.J., Ohtsuka, H. & Wada, H. Structural elongation and alignment in an Fe-0.4C alloy by isothermal ferrite transformation in high magnetic fields. *Mater.Trans.* **44**, 2532-2536 (2003).
 53. Maruta, K.-I. & Shimotomai, M. Magnetic field induced alignment of steel microstructures. *J.Cryst.Growth* **237-239**, 1802-1805 (2002).
 54. Shimotomai, M. & Maruta, K.-I. Aligned two-phase structures in Fe-C alloys. *Scripta Mater.* **42**, 499-503 (1999).
 55. Ohtsuka, H., Hao, X.J. & Wada, H. Effects of magnetic field and prior austenite grain size on the structure formed by reverse transformation from lath martensite to austenite in an Fe-0.4C alloy. *Mater.Trans.* **44**, 2529-2531 (2003).
 56. Gonzalez, R.C., Woods, R.E. & Eddins, S.L. *Digital Image Processing Using MATLAB*. (Pearson Prentice Hall: 2003).
 57. Otsu, N. A threshold selection method from gray-level histograms. *IEEE Trans.Syst.Man.Cyber.* **9**, 62-66- (1979).
 58. Krauss, G. *Steels: Processing, Structure, And Performance*. (ASM International: 2005).
 59. Gupta, N. & Sen, S.K. Spheroidisation treatment for steels. *Def.Sci.J.* **56**, 665-676 (2006).
 60. Caballero, F.G., Capdevila, C. & de Andres, C.G. Modelling of the interlamellar spacing of isothermally formed pearlite in a eutectoid steel. *Scripta Mater.* **42**, 537-542 (2000).
 61. Walentek, A., Seefeldt, M., Verlinden, B., Aernoudt, E. & Van Houtte, V. Electron backscatter diffraction on pearlite structures in steel. *J.Micr.* **244**, 256-263 (2006).
 62. Elwazri, A.M., Wanjara, P. & Yue, S. Measurement of pearlite interlamellar spacing. *Mater.Charact.* **54**, 473-478 (2005).
 63. Elwazri, A.M., Wanjara, P. & Yue, S. Empirical modelling of the isothermal transformation of pearlite in hypereutectoid steel. *Mater.Sci.Technol.* **22**, 542-546 (2006).
 64. Tian, Y.L. & Kraft, R.W. Mechanisms of pearlite spheroidization. *Metall.Trans.A* **18A**, 1403-1414 (1987).
 65. Schaneman, A. The effects of prior microstructure on spheroidizing kinetics and cold workability in bar steels. (2009).
 66. Chattopadhyay, S. & Sellars, C.M. Kinetics of pearlite spheroidization during static annealing and during hot deformation. *Acta metall.* **30**, (1982).
 67. Atasoy, O.E. & Ozbillen, S. Pearlite spheroidization. *J.Mat.Sci.* **24**, 281-287 (1989).
 68. Chattopadhyay, S. & Sellars, C.M. Quantitative measurements of pearlite spheroidization. *Metallography* **10**, 89-105 (1977).
 69. Tian, Y.L. & Kraft, R.W. Kinetics of pearlite spheroidization. *Metall.Mater.Trans.A* **18A**, 1359-1369 (1987).
 70. Gogia, K. & Gokhale, M. Spheroidization of pearlite. *Metall.Trans.A* **11A**, 1077-1080 (1980).
 71. Ozbillen, S. The effect of alloying element on the kinetics of the cementite coarsening stage of static spheroidisation in Fe-0.59wt%C-1.19wt%Si-0.65wt%Mn eutectoid steel. *Tr.J.Eng.Envirion.Sci.* **21**, 119-129 (1997).
 72. Lifshitz, I.M. & Slyozov, V.V. The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* **19**, 35-50 (1961).
 73. Cree, A.M., Faulkner, R.G. & Lyne, A.T. Cementite particle coarsening during spheroidisation of bearing steel SAE 52100. *Mater.Sci.Technol.* **11**, 566-571 (1995).
 74. Sakuma, T., Watanabe, N. & Nishizawa, T. The effect of alloying element on the coarsening behaviour of cementite particles in ferrite. *Trans.Jim* **21**, 159-168 (1980).
 75. Moon, J., Jeong, H., Lee, J. & Lee, C. Particle coarsening kinetics considering critical particle size in the presence of multiple particles in the heat-affected zone of a weld. *Materials Science and Engineering: A* **483-484**, 633-636 (2008).
 76. Lindsley, B.A. & Marder, A.R. The morphology and coarsening kinetics of spheroidized Fe-C binary alloys. *Acta Mater.* **46**, 341-351 (1998).
 77. Nam, W.J. & Bae, C.M. Coarsening behaviour of cementite particles at a subcritical temperature in a medium carbon steel. *Scripta Mater.* **41**, 313-318 (1999).
 78. Nam, W.J. Effect of initial microstructure on the coarsening behaviour of cementite particle. *ISIJ Int.* **39**, 1181-1187 (1999).
 79. Dehoff, R.T. & Iswaran, C.V. The usefulness of integral mean curvature measurements in the study

- of the kinetics of coarsening. *Metall.Mater.Trans.A* **13A**, 1389–1395 (1982).
80. G.Krauss *Steels : Processing, Structure, and Performance*. (ASM International: Ohio, 2005).
 81. Zhang, Y. *et al.* High temperature tempering behaviours in a structural steel under high magnetic field. *Acta.Mater.* **52**, 3467-3474 (2004).
 82. Nakamichi, S. *et al.* Diffusion of carbon and titanium in gamma-iron in a magnetic field and a magnetic field gradient. *J.Mater.Sci.* **40**, 3191-3198 (2005).
 83. Fujii, H. & Tsurekawa, S. Diffusion of carbon in iron under magnetic fields. *Phys. Rev. B* **83**, 054412 (2011).
 84. Liu, X.J., LU, Y., Fang, Y.M. & Wang, C.P. Effects of external magnetic field on the diffusion coefficient and kinetics of phase transformation in pure Fe and Fe-C alloys. *Calphad* **35**, 66-71
 85. Ludtka, G.M. *Exploring Ultrahigh Magnetic Field Processing of Materials for Developing Customized Microstructures and Enhanced Performance*. (Oak Ridge, 2005).
 86. O'brien, J.M. & Hosford, W.F. Spheroidizing of medium carbon steels. *19th ASM heat treating society conference proceedings including steel heat treating in the millenium* 638–645 (2000).
 87. O'brien, J.M. & Hosford, W.F. Spheroidization cycles for medium carbon steels. *Metall.Mater.Trans.A* **33A**, 1255–1261 (2002).
 88. Caruso, M. & Godet, S. Microstructural Evolution during Spheroidization Annealing of Eutectoid Steel: Effect of Interlamellar Spacing and Cold Working. *AMR* **89-91**, 79-84 (2010).
 89. Wang, Y.-T., Adachi, Y., Nakajima, K. & Sugimoto, Y. Quantitative three-dimensional characterization of pearlite spheroidization. *Acta Materialia* **58**, 4849-4858 (2010).
 90. Lee, K., Im, Y.-., Kestens, L. & Kim, G. Recrystallization and spheroidization behaviour of high carbon steels investigated by means of orientation microscopy. *Mater.Sci.Forum* **539-543**, 4556–4561 (2007).
 91. Zidani, M., Boumerzoug, Z., Solas, D. & Baudin, T. Temperature and Deformation Effects on the Recrystallization Microstructure and Texture of Wire Draw Steel. *MSF* **550**, 447-452 (2007).
 92. Petitgand, H., Benoit, D., Moukassi, M. & Debysser, B. Automatic measurement of pearlitic interlamellar spacing with computer image processing. *ISIJ Int.* **30**, 546–551 (1990).
 93. Underwood, E.E. *Quantitative stereology*. (Addison-Wesley Pub. Co.: 1970).
 94. Caballero, F.G., de Andres, C.G. & Capdevila, C. Characterization and morphological analysis of pearlite in a eutectoid steel. *Mater.Charact.* **45**, 111–116 (2000).
 95. Vander Voort, G.F. & Roósz, A. Measurement of the interlamellar spacing of pearlite. *Metallography* **17**, 1-17 (1984).
 96. Ridley, N. A review of the data on the interlamellar spacing of pearlite. *Metall.Trans.A* **15A**, 1019–1036 (2008).
 97. O'brien, J.M. & Hosford, W.F. Spheroidization of medium-carbon steels. *JMEPEG* **6**, 69–72 (1997).
 98. Chojnowski, E.A. & Tegart, W.J.M. Accelerated spheroidization of pearlite. *Met.Sci.J.* **2**, 14–18 (1968).
 99. Chattopadhyay, S. & Sellars, C.M. Metallographic observations of pearlite spheroidisation. *J.Indian Inst.Met.* **29**, 115–117 (1976).
 100. Chou, C.-C., Kao, P.-W. & Cheng, G.-H. Accelerated spheroidization of hypoeutectoid steel by the decomposition of supercooled austenite. *J Mater Sci* **21**, 3339-3344 (1986).
 101. Accelerated spheroidization of cementite in high-carbon steel wires by drawing at elevated temperatures. at <<http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=7499587>>
 102. Hernandez-Silva, D., Morales, R.. & Gabanas-Moreno, J.G. The spheroidization of cementite in a medium carbon steel by means of subcritical and intercritical annealing. *ISIJ Int.* **32**, 1297–1305 (1992).
 103. Nutal, N. *et al.* Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles. *Image analys. stereol.* **29**, 91-98 (2010).
 104. Dehoff, R.T. The Determination of the Geometric Properties of Aggregates of Constant-Size Particles from Counting Measurements Made on Random Plane Section. *Trans.AIME* **230**, 764–769 (1964).
 105. Fischmeister, H.F. Shape factors in quantitative microscopy. *Z.Metallkd.* **65**, 558–562 (1974).
 106. Hayakawa, M., Matsuoka, S., Furuya, Y. & Ono, Y. Development of observation method for tempered martensite microstructure using chemical mechanical polishing technique. *Mater.Trans., JIM* **46**, 2443–2448 (2005).

107. Zhang, H., Bai, B. & Fang, H. Effect of prestrain on the superplastic deformation behaviour of low-alloy high-carbon steel. *Acta Metall.Sinica* **45**, 1106-1110 (2009).
108. Boutin, J.F. Ecrouissage-Recuit. *Techniques de l'Ingénieur* (1990).
109. de Novion, C.-H. & Lesueur, D. *L'état métallique. Propriétés atomiques*. **M35**, (1979).
110. Cahn, R.W. & Haasen, P. *Physical metallurgy*. (Elsevier: Netherlands, 1996).
111. Haessner, F. *Recrystallization of Metallic Materials*. (Riederer-Verlag: Stuttgart, 1978).
112. Larson, B.F. Strengthening/Hardening Mechanisms. *NDT Education Resource Center* at <<http://www.ndt-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Materials/Structure/strengthening.htm>>
113. Influence de la mise en forme. *Interfaculty Institute of Bioengineering IBI* at <http://ibi.epfl.ch/files/content/sites/sti/files/shared/smx/2008/TPII_LTC-MiseEnForme.pdf>
114. Burke, J.E. & Turnbull, D. Recrystallization and grain growth. *Progress Metal Physics* **3** 220 (1952).
115. Doherty, R.D. *et al.* Current issues in recrystallization: A review. *Materials Today* **1**, 14-15 (1998).
116. Rios, P.R., Siciliano, F.J., Sandim, H.R.Z., Plaut, R.L. & Padilha, A.F. Nucleation and growth during recrystallization. *Mater. Res.* **8**, 225-238 (2005).
117. Wu, Y. *et al.* Effect of High Magnetic Field Annealing on Microstructure and Texture at the Initial Stage of Recrystallization in a Cold-Rolled Interstitial-Free Steel. *Mater.Trans.* **48**, 2809-2815 (2007).
118. Sha, Y.H., Zhou, S.C., Zou, Z.K., Zhao, X. & Zuo, L. Effect of magnetic annealing on recrystallization texture in silicon steel thin strip. *Mater.Sci.Forum* **495-497**, 435-440 (2005).
119. He, C.S. *et al.* Effects of a high magnetic field on microstructure and texture evolution in a cold-rolled interstitial-free (IF) steel sheet during annealing. *Adv.Eng.Mater.* **5**, 579-582 (2005).
120. Wu, Y., He, C.S., Zhao, X., Zuo, L. & Watanabe, T. Effects of high magnetic field and field direction on recrystallization and recrystallization texture un cold-rolled IF steel sheet. *Mater.Sci.Forum* **558-559**, 401-406 (2007).
121. Enomoto, M. Enhanced phenomena in metals with electric and magnetic fields: II magnetic fields. *Mater.Trans.* **46**, 1088-1092 (2007).
122. Martikainen, H.O. & Lindroos, V.K. Observations on the effect of magnetic field on the recrystallization of ferrite. *Scand.J.Metal.* **10**, 3-8 (1981).
123. Kim, B., Part, S. & Kim, S. The effect of magnetic field annealing on the texture of 2nd recrystallization for a deformed Fe-3.2% Si steel sheet. *Metals and Materials International* **10**, 559-565 (2004).
124. Xu, Y., Ohtsuka, H. & Wada, H. Effects of high magnetic field on recrystallization and coarsening behaviour in Fe-Si steel. *Trans.Mat.Res.Soc.Jap.* **25**, 501-504 (2000).
125. Wu, Y., He, C.S., Zhao, X., Zuo, L. & Watanabe, T. Effects of magnetic field strength on microstructure and texture evolution in cold-rolled interstitial-free steel by magnetic field annealing. *Acta Metall.Sinica* **21**, 103-108 (2008).
126. Bacaltchuk, C.M.B. Effect of magnetic annealing on texture and microstructure development in silicon steel. (2004).
127. Soille, P. *Morphological image analysis*. (Berlin, Heidelberg, New-York: Springer-Verlag., 1999).
128. Werner, E.A. The spheroidization of thin plates. *Acta.Metall.* **37**, 2047-2053 (1989).
129. Wang, K. *et al.* Formation of aligned two-phase microstructure in Fe-0.25 mass%C alloy under gradient high magnetic fields. *Mater.Lett.* **62**, 1466-1468 (2008).
130. Shimotomai, M. Influence of magnetic-field gradients on the pearlitic transformation in steels. *Mater.Trans.* **44**, 2524-2528 (2003).
131. Lindley, T.C., Shimizu, K., Kijima, S., Yue, Z. & Date, M. Magnetic field induced martensitic transformations in fe-ni-c invar and non-invar alloys. *Trans.Jap.Inst.Met.* **26**, 630-637 (1985).
132. Kakeshita, T., Shimizu, K., Funada, S. & Date, M. Composition dependence of magnetic field induced martensitic transformations in Fe-Ni alloys. *Acta metall.* **33**, 1381-1389 (1985).
133. Kakeshita, T., Shimizu, K., Ono, M. & Date, M. Magnetic field-induced martensitic transformations in a few ferrous alloys. *J.Magn.Magn.Mater.* **90-91**, 34-36 (1990).
134. Kakeshita, T. *et al.* Effect of magnetic fields on martensitic transformations in alloys with a paramagnetic to antiferromagnetic transition in the austenitic state. *Trans.Jap.Inst.Met.* **29**, 553-560 (1988).

ANNEXES

Annexe A : Effets des gradients de champ magnétique sur les aciers

Récemment, différentes études ont été menées afin de savoir si un gradient de champ magnétique pouvait induire des effets différents de ceux observés sous champ magnétique homogène. Comme cela va être montré, il a été observé qu'un gradient de champ magnétique peut amplifier ou encore résulter en des effets opposés à ceux observés sous champ magnétique constant.

Champ magnétique homogène et gradient de champ magnétique

La Fig. 151 ^[129] illustre (a) un four placé dans un aimant supraconducteur ainsi que (b) la valeur de l'induction magnétique (B) et du gradient de champ magnétique (BdB/dZ) en fonction de la distance par rapport au centre de l'aimant (Z). Habituellement, les traitements thermiques sous champ magnétique sont réalisés dans la zone de l'aimant où l'induction est maximale et constante (Z_0). Il n'y a donc pas de gradient de champ magnétique ($BdB/dZ=0$). Différents groupes de recherche ont souhaité étudier les effets que pourraient avoir un gradient de champ magnétique sur les aciers. Pour cela, ils se sont placés en dehors de la zone d'induction magnétique maximale pour se mettre dans une zone où l'induction magnétique décroît (Z_1 ou Z_2).

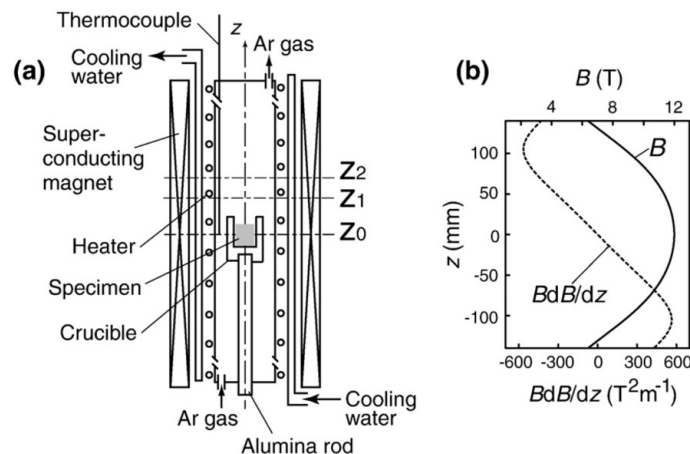


Fig. 151: Four dans un aimant supraconducteur : (a) schéma illustrant l'aimant supraconducteur et le four en place et (b) induction magnétique et intensité du gradient magnétique dans l'aimant en fonction de la position de l'échantillon.

Formation de structures alignées sous gradient de champ magnétique

Wang *et al.* ont étudié l'effet d'un gradient de champ magnétique sur la formation de structures alignées ferrite/perlite lors d'un refroidissement lent au départ de l'état austénitique pour un acier hypoeutectoïde. Quatre types d'échantillons, dont les microstructures sont illustrées sur la Fig. 152 (voir ci-dessous), ont été réalisés : (a) sans champ magnétique, (b) induction magnétique maximale, (c) gradient de champ magnétique moyen et (d) gradient de champ magnétique maximal.

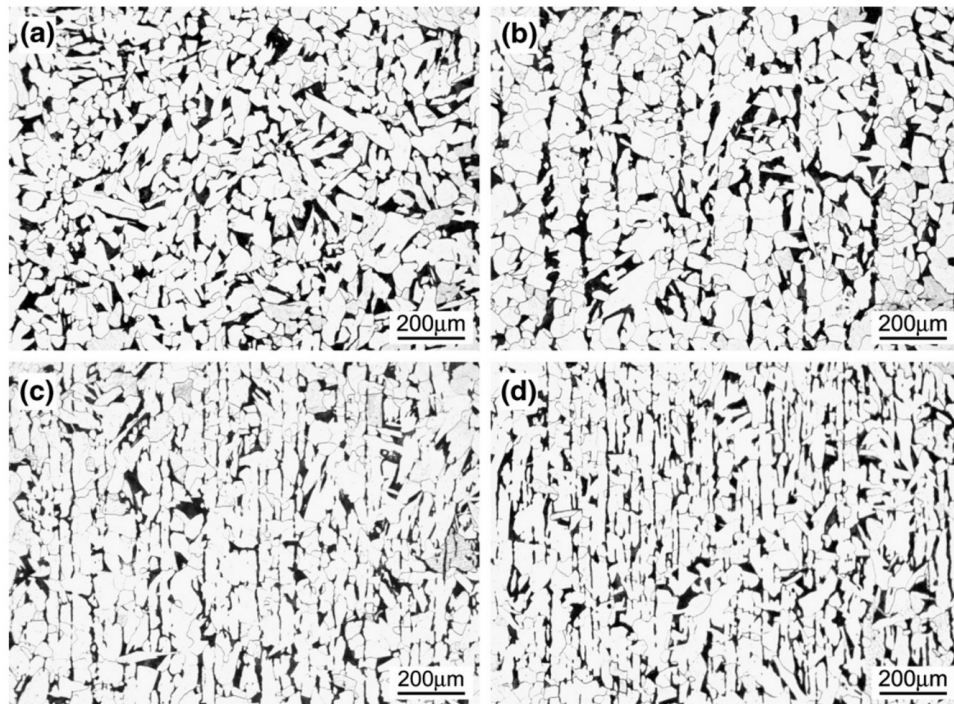


Fig. 152: Microstructures obtenues lors d'un refroidissement au départ de l'état austénitique pour un acier hypoeutectoïde recuit (a) sans champ magnétique, (b) avec champ magnétique homogène de 12T, (c) avec un gradient de champ magnétique moyen (10.65T et $BdB/dZ = 282T^2/m$) et (d) avec un gradient de champ magnétique maximum (10.65T et $BdB/dZ = 440T^2/m$).

Comme nous pouvons le voir sur la Fig. 152 (a), sans champ magnétique, la microstructure obtenue est ferrite/perlite distribuée de façon aléatoire. Dans la position centrale de l'aimant, la structure obtenue est une structure alignée typique (Fig. 152 (b)). Dans un gradient de champ magnétique moyen, une structure alignée est également obtenue mais la structure est plus fine (Fig. 152 (c)). En effet, les colonies de perlite semblent être plus petites et l'espace entre différentes bandes plus fin. Cet aspect est encore renforcé dans un gradient de champ magnétique maximum (Fig. 152 (d))

La formation de structures alignées sous champ magnétique constant a déjà été discutée dans la sous-section 3.5. Concernant la formation de structures alignées sous gradient de champ magnétique, Wang *et al.* ^[129] arguent que le comportement observé résulte des interactions dipolaires entre les grains de ferrite et la force magnétique s'exerçant sur les grains qui ne sont pas alignés parallèlement à la direction du gradient de champ magnétique. Cette force s'exprime suivant l'équation [46] :

$$F = \frac{\chi}{\mu_0} B \frac{dB}{dZ} \quad [46]$$

où μ_0 est la perméabilité magnétique du vide et χ est la susceptibilité magnétique de la ferrite.

Wang *et al.* estiment ^[129] que la distance plus faible observée entre les bandes obtenue sous gradient de champ magnétique, serait due au fait que la diffusion du carbone dans la direction transverse au gradient de champ magnétique est ralentie. Cet effet résulterait en une réduction de la taille des colonies de perlite et une distance entre les colonies plus faibles.

Formation de précipités durcissants sous gradient de champ magnétique

Shimotomai ^[130] a étudié l'effet d'un gradient de champ magnétique sur la dureté de la perlite formée lors d'un traitement thermique isotherme après austénitisation pour différents aciers. Il a observé que les échantillons qui comportent du Mn et du Cr voient leur dureté passer de 390 à 420HV. Le durcissement observé étant proportionnel à la valeur du gradient de champ magnétique. Par contre, un échantillon traité au centre de l'aimant, où le gradient de champ magnétique est nul, ne présente pas de différence de dureté par rapport à l'échantillon de référence.

L'hypothèse retenue par Shimotomai pour expliquer ce phénomène est l'introduction d'atomes de carbone supplémentaires dans les feuillets de ferrite durant la transformation perlitique sous gradient de champ magnétique. Ces atomes formeraient alors des précipités très durs avec le Mn et Cr. Ceci conduirait à un durcissement général de la perlite.

Diffusion du carbone dans l'austénite sous gradient de champ magnétique

Nakamichi *et al.* ^[82] ont étudié l'effet d'un champ magnétique homogène et d'un gradient de champ magnétique sur la vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite. Lors de leurs essais, ils ont observé qu'un champ magnétique homogène réduit la vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite. Par contre, pour les échantillons traités sous gradient de champ magnétique de 45T/m, la vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite est accélérée de l'ordre de 2 fois.

Il est à noter que la vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite n'est accélérée que quand le gradient de champ magnétique est dit négatif (cas (a) sur la Fig. 153) ^[82]. La vitesse de diffusion sous gradient de champ magnétique positif, cas (b) sur la Fig. 153, est quant à elle ralentie.

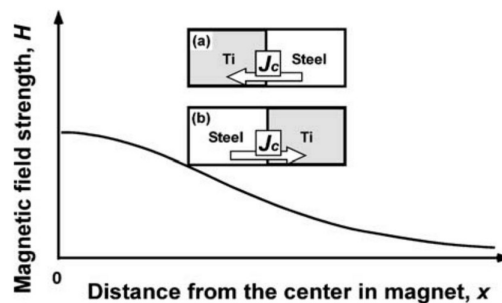


Fig. 153: Illustration d'un gradient de champ magnétique (a) négatif (a) et (b) positif.

Nakamichi *et al.* estiment que l'accélération de la vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite sous un gradient de champ magnétique serait due à un gradient d'énergie libre dans la matrice austénitique engendré par le gradient de champ magnétique. Pour contrebalancer ce gradient, le système produirait un flux d'atomes de carbones pour homogénéiser l'énergie libre magnétique dans l'austénite. En ce qui concerne l'effet du champ magnétique homogène, Nakamichi *et al.* pensent que ce ralentissement serait dû à un raidissement du réseau cristallin de l'austénite causé par le champ magnétique. Suite à ce raidissement, la barrière d'activation pour le déplacement d'atomes de carbone serait accrue. Ceci permet d'expliquer le ralentissement de la vitesse de diffusion du carbone.

Annexe B : Composantes de l'énergie libre des alliages Invar et non-Invar

Pour les deux premiers alliages du Tableau 4, de type non-invar, la transformation se fait de l'état paramagnétique vers l'état ferromagnétique. Par conséquent la formule [47] reste valable pour exprimer l'effet du champ magnétique sur l'énergie libre.

$$G_{ferro} = - \int_0^H M dH \quad [47]$$

Par contre, comme l'ont remarqué Shimizu et Kakeshita ^[38], la formule [47] ne permet pas d'expliquer les variations de température martensitique obtenues pour les trois derniers alliages de type invar (15). Dans ces alliages, la transformation se fait d'un état austénitique ferromagnétique à un état martensitique ferromagnétique et la magnétostriction (16) doit entrer en ligne de compte.

Kakeshita *et al.* ^[131] ont donc modifié la formule précédente afin d'y ajouter une composante liée à la susceptibilité magnétique à haut champ et de tenir compte de la magnétostriction. La formule obtenue est la suivante (équation [48]) ^[42,132-134]:

$$\Delta G(M_s) - \Delta G(M'_s) = - \Delta M(M'_s) H_c - \frac{1}{2} \chi_{hf}^\gamma(M'_s) H_c^2 + \varepsilon_0 \left(\frac{\delta_\omega}{\delta H} \right) H_c B \quad [48]$$

où $\Delta G(M_s)$ et $\Delta G(M'_s)$ sont respectivement la différence d'énergie libre entre l'austénite et la martensite aux températures M_s et M'_s . $\Delta M(M'_s) H_c$ est la différence d'aimantation spontanée entre l'austénite et la martensite à la température M'_s . χ_{hf}^γ est la susceptibilité à haut champ de l'austénite. ε_0 est le changement de volume induit par la transformation martensitique, ω est la magnétostriction forcée en volume, B est le module de la phase austénitique et H_c est le champ magnétique critique.

Pour les alliages non-invar, seul le premier terme influence la différence d'énergie libre. En effet, la susceptibilité magnétique à haut champ des phases austénitiques et martensitiques sont très petites et donc leur effet sur le M_s peut être négligé. La magnétostriction peut également être négligée étant donné que les alliages cités ne présentent pas d'effet invar ^[37,39,131].

15 Alliage invar : alliage dont le coefficient de dilatation en fonction de la température est très faible. D'autre part, les paramètres de maille d'un alliage invar à l'état austénitique ou martensitique sont très différents. Ils présentent également une très forte magnétostriction

16 Magnétostriction : propriété que possèdent les matériaux ferromagnétiques de se déformer sous l'effet d'un champ magnétique

Annexe C : Segmentation fondée sur le partage de régions

La segmentation fondée sur le partage de régions est réalisée en tenant compte d'un critère d'homogénéité des régions déterminées. Ainsi, au contraire de la segmentation par seuillage où seul l'histogramme des niveaux de gris importe, les propriétés intrinsèques des régions sont considérées. On distingue principalement trois types d'approche : par croissance des régions, par division et fusion des régions (split and merge), et enfin partage des régions (watershed).

Croissance des régions

La première étape de la méthode dite de croissance des régions consiste à identifier dans l'image de départ (Fig. 154 (a)), un groupe de pixel dont les valeurs sont proches, constituant ainsi un germe de croissance homogène (Fig. 154 (b)). Ensuite, on vérifie, pour chaque pixel avoisinant, si celui-ci est proche du germe initial. Pour cela, on peut analyser leur variance ou encore leurs niveaux de gris. Si le pixel voisin est considéré comme étant proche du germe, le pixel est alors intégré au germe (Fig. 154 (c)). Le résultat de ce processus, pour la région considérée est illustré à la Fig. 154 (d).

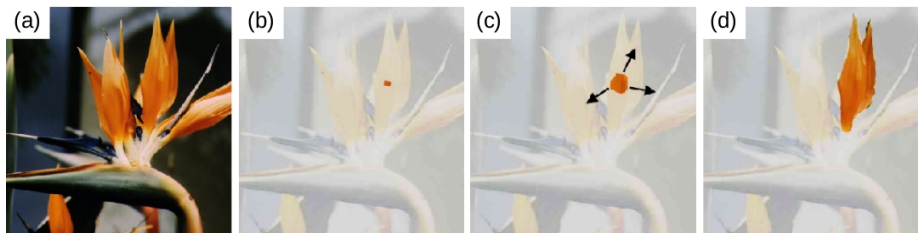


Fig. 154: Illustration de la méthode de segmentation par croissance des régions : (a) image de départ, (b) sélection d'un germe, (c) croissance du germe et (d) zone segmentée à la fin du processus.

La qualité du résultat obtenu est extrêmement dépendant des germes choisis pour initier la sélection.

Division et fusion des régions (split and merge)

Au contraire de la méthode décrite au point précédent, le but des méthodes « split and merge » est de partager de façon automatique une image en un ensemble de régions homogènes sur base d'un critère choisi, par exemple la variance. Ensuite, ces différentes régions sont comparées et assemblées afin de reconstituer l'image. Ce processus va être détaillés dans les points suivants.

La décomposition (split) en sous-régions de type quad-tree débute par la décomposition de l'image originale (Fig. 155 (a)) en quatre sous images (Fig. 155 (b)). La variance de ces quatre sous image est alors déterminée. Si celle-ci est inférieure à un seuil déterminé, la zone est considérée comme homogène et le processus s'arrête. C'est le cas de la zone supérieure gauche de la Fig. 155 (b). Par contre, si la variance est supérieure à la limite fixée, les sous-images sont de nouveau décomposées en quatre sous-images (Fig. 155 (c)). La même analyse est alors réalisée et si nécessaire, une itération supplémentaire est réalisée (Fig. 155 (d)). Le processus s'arrête quand toutes les sous-images sont considérées comme homogènes du point de vue du critère choisi.

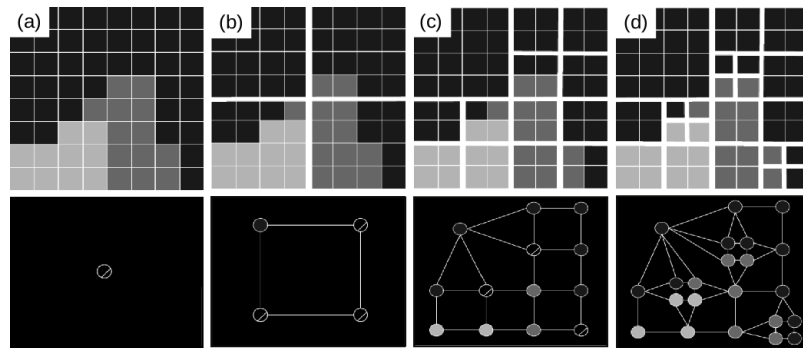


Fig. 155: Décomposition en sous régions (quad tree) : (a) image d'origine, (b) première itération, (c) seconde itération et (d) troisième itération.

Les graphiques situés en dessous des Fig. 155 (a), (b), (c) et (d) sont appelés graphiques d'adjacence des régions (RAG : region adjacency graph). Ainsi, chaque région ayant vérifié la condition d'homogénéité est représentée par un nœud de même teinte. Ce point est ensuite relié aux nœuds qu'il touche (par connectivité 4).

La seconde phase du split and merge, la fusion, utilise le RAG pour regrouper les zones partitionnées. Ainsi, pour chaque nœud, on cherche s'il existe un autre nœud dans le RAG à une distance inférieure à un seuil de regroupement de valeur proche (ici en terme de niveaux de gris). Si c'est le cas, ces deux zones sont fusionnées. Cette opération est répétée jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de régions proches répondant aux critères de fusion. Ceci est illustré aux Fig. 156 (a), (b), (c) et (d).

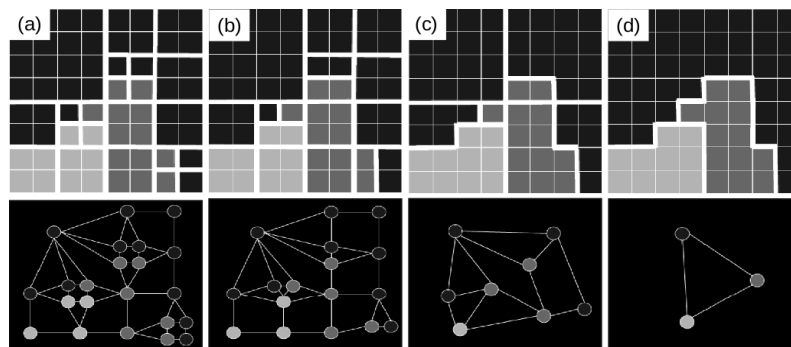


Fig. 156: Illustration du principe de merge : (a) résultat du split, (b) première itération du regroupement, (c) seconde itération du regroupement et (d) troisième itération du regroupement.

Le résultat du split and merge illustré à la Fig. 156 (d) indique que l'image d'origine Fig. 155 (a) a été segmentée en trois régions distinctes. Une fois le regroupement terminé, un lissage est habituellement réalisé afin de rendre l'image moins anguleuse. Le résultat du split and merge de la Fig. 157 (a) est présenté à la Fig. 157 (b).

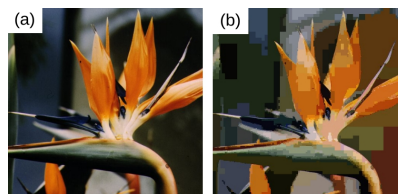


Fig. 157: Split and merge : (a) image originale et (b) résultat du split and merge.

Le résultat de cette procédure dépend de façon importante de l'ordre dans lequel s'effectue le regroupement des régions.

Partage des régions (watershed)

Pour réaliser la segmentation par partage des eaux, il faut considérer l'image dans ses trois dimensions. Les coordonnées et valeurs des pixels permettent de présenter celle-ci sous forme d'un relief. Le principe de la segmentation par partage des eaux est de simuler l'inondation des reliefs en empêchant, à l'aide d'une digue virtuelle, l'eau d'un bassin versant de se répandre dans un bassin versant contigu. Ces digues constitueront les limites des régions segmentées. Ce processus est illustré aux Fig. 158 (a) à (f).

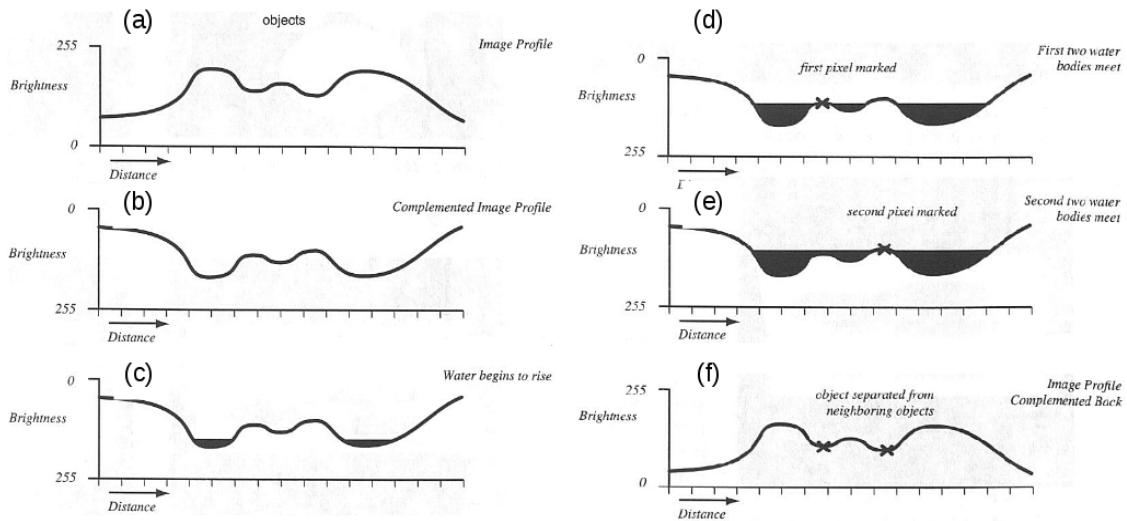


Fig. 158: Segmentation par partage des eaux : (a) profil d'une image, (b) complément du profil de l'image, (c) début du remplissage des bassins, (d) première rencontre de deux bassins, (e) seconde rencontre et (f) image de départ avec les limites de régions indiquées.

Tout d'abord, le complément du profil de départ (Fig. 158 (a)) est déterminé (Fig. 158 (b)). Ensuite, le remplissage des bassins commence par les bassins dont les niveaux sont les plus faibles (Fig. 158 (c)). Lorsque le niveau d'eau des bassins augmente, des nouveaux bassins apparaissent (Fig. 158 (d)). Ceux-ci peuvent se rencontrer et vont ainsi former les contours des zones segmentées (Fig. 158 (d) et Fig. 158 (e)). Pour finir, le complément de l'image transformée est déterminé et les frontières des régions identifiées sont marquées (Fig. 158 (f)).

Le résultat de l'opération dépend fortement du nombre de germes utilisés pour réaliser le remplissage. S'ils sont choisis uniquement comme étant les zones dans l'image dont les valeurs des pixels sont les plus faibles, une sur-segmentation peut avoir lieu. Pour éviter cela, des marqueurs sont utilisés pour sélectionner les bassins qui vont se remplir. Ce processus, nommé ligne de partage des eaux contraintes, est illustré pour un cas réel sur les Fig. 159 (a), (b), (c), (d) et (e).

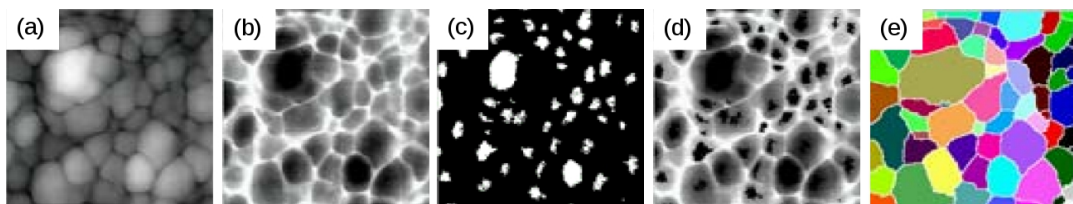


Fig. 159: Segmentation par partage des eaux contrainte : (a) image de départ, (b) complément de l'image de départ, (c) marqueurs du complément et (d) somme des marqueurs et du complément de l'image de départ, (e) résultat de la segmentation par watershed.

Annexe D : Segmentation fondée sur les contours des régions

Au contraire de l'approche fondée sur le partage des régions, cette approche vise à identifier les régions par détection de leurs contours. Trois types d'approches peuvent être appliquées : classique, analytique et physique. Seule la première va être introduite car les approches analytiques et physiques dépassent le cadre de ce travail.

Le processus de détection des contours via une approche classique est constitué de quatre étapes : le pré-filtrage, la détection des contours, l'extraction des contours et enfin la fermeture des contours.

Pré-filtrage : Le pré-filtrage, déjà décrit au point 2, vise principalement à éliminer le bruit tout en préservant les contours.

Détection des contours : Dans une image, un contour est défini comme une zone où de fortes variations d'intensité de niveaux de gris sont observées. La Fig. 160 (a) présente un contour séparant deux régions dont les valeurs des pixels sont différentes. Pour localiser un contour dans une image on peut soit utiliser une approche gradient ou alors une approche laplacien. La première, illustrée sur la Fig. 160 (b), vise à trouver où la valeur de la dérivée première est maximale. La seconde méthode, illustrée sur la Fig. 160 (c), situe la position du contour en déterminant où la dérivée seconde s'annule.

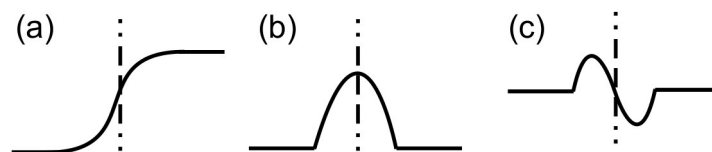


Fig. 160: Illustration du concept de contour : (a) illustration de deux zones séparées par des pixels d'intensités différentes, (b) dérivée première de la zone (a) et (c) dérivée seconde de la zone (a). La frontière entre les deux régions est indiquée par une ligne de direction verticale.

Pour déterminer la dérivée première d'un point dans l'image, la convolution de point et se de son voisinage va être réalisé avec un masque de différences tel que $[-1 \ 0 \ 1]$. Cette opération est répétée pour tous les points de l'image afin de déterminer la valeur du gradient en chaque point. Différents noyaux de filtres permettant de déterminer le gradient d'une d'image sont présentés à la Fig. 161.

Prewitt	Sobel	Firsch
-1 0 1	-1 0 1	-3 -3 5
-1 0 1	-2 0 2	-3 0 5
-1 0 1	-1 0 1	-3 -3 5

Fig. 161: Filtres gradients verticaux.

Les filtres illustrés à la Fig. 161 détectent les contours dont la direction est verticale. Le complément de ces matrices permet de détecter les contours de direction horizontale. Il est à noter que les filtres de Prewitt et de Sobel contiennent un lissage pour limiter les effets du bruit présent dans l'image (filtre moyenne pour Prewitt, filtre gaussien pour Sobel).

Annexe D : Segmentation fondée sur les contours des régions

Le résultat de la convolution des filtres Sobel verticaux et horizontaux avec la Fig. 162 (a) sont illustrés respectivement sur les Fig. 162 (b) et Fig. 162 (c). La somme de ces deux résultats est illustrée à la Fig. 162 (d).

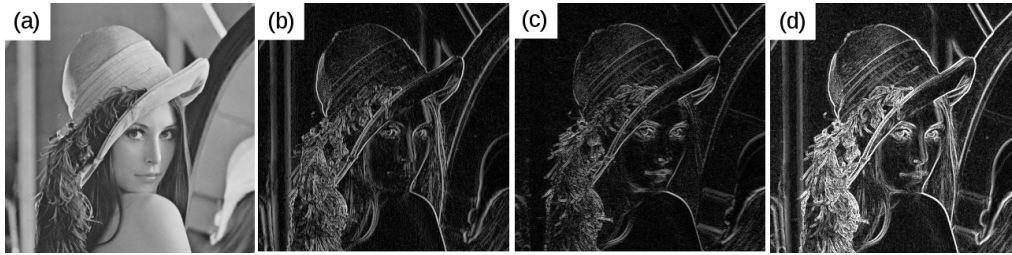


Fig. 162: Utilisation d'un gradient pour détecter les contours : (a) image d'origine, (b) convolution de l'image (a) avec le filtre Sobel vertical, (c) convolution de l'image (a) avec le filtre sobel horizontal et (d) somme des deux convolutions.

La norme N du gradient ainsi obtenu en un pixel (x,y) est donné par l'équation [49] :

$$N(x, y) = \sqrt{G_x(x, y)^2 + G_y(x, y)^2} \quad [49]$$

où $G_x(x, y)^2$ et $G_y(x, y)^2$, sont respectivement la norme du gradient en (x,y) dans la direction x et dans la direction y.

La direction du gradient D en (x,y) est quant à elle donnée par l'équation [50] :

$$D(x, y) = \arctan\left(\frac{G_y(x, y)}{G_x(x, y)}\right) \quad [50]$$

Les filtres gradients peuvent induire des erreurs en incluant comme contour une zone de gradient de faible intensité. Pour réduire ces problèmes, un opérateur à dérivée seconde, à savoir le Laplacien, peut être utilisé (c.f. Fig. 163). Par conséquent, les points du contour correspondent à des passages par zéro de la dérivée seconde. Contrairement au point précédent, la détection dans les directions horizontales et verticales se fait ici en une seule opération.

0	1	0
1	-4	1
0	1	0

Fig. 163: Filtre Laplacien

Le résultat de la convolution de la Fig. 164 (a) avec le filtre Laplacien illustré à la Fig. 163 est présenté à la Fig. 164 (b).



Fig. 164: Détection des contours à l'aide d'un Laplacien : (a) image d'origine et (b) résultat de la convolution de l'image d'origine avec un filtre Laplacien [3 3].

Extraction des contours : Une fois les contours détectés, il faut en extraire les plus représentatifs de l'image de départ. Pour cela, un seuillage est réalisé. La méthode utilisée dépend de l'approche employée pour réaliser la détection des contours.

Le seuillage du gradient est réalisé comme suit. Tout d'abord, les gradients déterminés en chaque pixel sont classés en 8 directions séparées par $\pi/4$. Ensuite, la valeur de chaque pixel, dont la direction du gradient a été déterminée, est comparée avec la valeur du gradient des pixels supérieurs et inférieurs pointant dans la même direction. Si la valeur du gradient du pixel central est supérieure à celle des pixels supérieurs et inférieurs, celui-ci est considéré comme étant un maximum. Si ce n'est pas le cas sa valeur devient nulle. Ce principe est illustré sur la Fig. 165 :

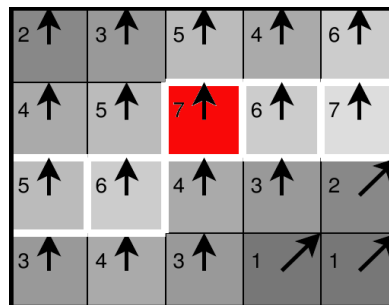


Fig. 165: Suppression des non-maximum. Seuls les pixels entourés de blanc seront conservés pour déterminer le contour.

Le processus décrit au paragraphe précédent est détaillé ci-après pour le pixel rouge sur la Fig. 165 dont la valeur du gradient est de 7 et dont la direction du gradient est le nord. Étant donné la direction de son gradient, celui-ci est comparé aux pixels situés au nord (valeur 5) et au sud (valeur 4) de ce pixel. Vu que sa norme est supérieure à celle des deux autres pixels, celui-ci est considéré comme un maximum local. S'il avait pointé vers l'ouest, il aurait été comparé avec les pixels situés à l'ouest (valeur 5) et à l'est (valeur 6) de sa position.

Les pixels non-maximum ayant été supprimés, le seuillage des maxima locaux par « hystérésis » peut être réalisé. Ce type de seuillage nécessite deux seuils : un supérieur (T1) et un inférieur (T2). Dans un premier temps, tous les pixels identifiés comme maxima dans l'image dont la norme est supérieure au seuil T1 sont considérés comme pixels de contours certains et prennent une valeur égale à un. Ensuite tous les pixels qui sont autour des pixels de contours certains en connectivité 8 et qui ont une valeur supérieure à T2 sont également considérés comme pixels contours et prennent également une valeur égale à un. Le reste des pixels se voit alors attribuer une valeur nulle.

Comme cela a été dit au point de détection des contours, dans le cas de l'approche « Laplacien », on considère que les points de contours sont localisés aux passages par zéro du Laplacien L. Cependant, étant donné la présence de bruit dans le Laplacien déterminé, on préfère détecter les endroits où celui-ci change de signe plutôt que là où il s'annule. Ici aussi, un seuillage est nécessaire afin d'éliminer les points de trop faible gradient.

Fermeture des contours : Il est fréquent qu'après l'extraction des contours, ceux-ci soient ouverts et ne constituent pas des boucles fermées. Ils ne définissent donc pas encore des régions indépendantes. Pour atteindre cet objectif, il est nécessaire de fermer les contours identifiés.

Après avoir identifié les extrémités des chaînes des points de contours, la propagation des extrémités peut être faite. Deux méthodologies sont possibles, à savoir la propagation dans la direction locale du gradient ou alors la propagation vers les voisins immédiats ayant la plus forte amplitude de gradient. Une fois la méthodologie choisie et les différents chemins possibles identifiés, le classement des solutions peut être réalisé en fonction d'une solution coût qui peut dépendre de la longueur du contour (longueur minimale), de la courbure du contour (courbure minimale), etc.

La Fig. 166 illustre cette méthodologie dans le cas d'un objet circulaire (Fig. 166 (a)). La Fig. 166 (b) présente les contours détectés avec certitude. Pour compléter les contours, une approche visant à suivre les lignes de crêtes dans l'image de la norme du gradient Fig. 166 (c) a été utilisée. Ainsi, dans ce cas, les lignes de crêtes continues illustrées sur la Fig. 166 (c) sont utilisées pour compléter les contours identifiés avec certitude de la Fig. 166 (b) pour ainsi obtenir la Fig. 166 (d).

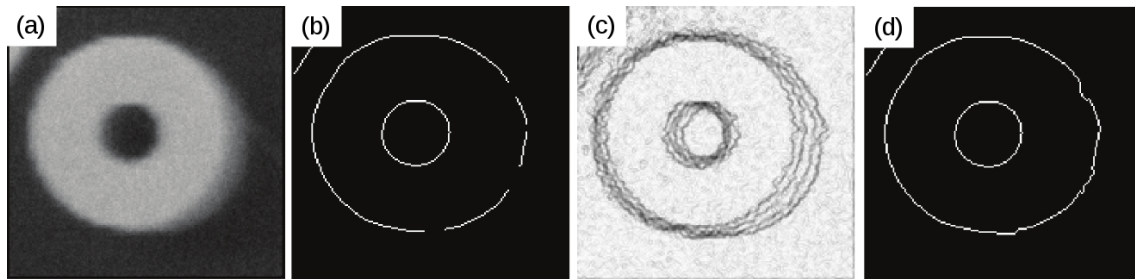


Fig. 166: Détection des contours : (a) image initiale, (b) contours sûrs détectés, (c) norme du gradient et (d) résultat de la prolongation des contours de le long des lignes de crête du gradient.

Annexe E : Indentation Vickers

La dureté est une propriété mécanique intrinsèque des matériaux. Cette mesure correspond en réalité à la résistance à la pénétration du matériau testé.

La mesure de dureté par indentation Vickers consiste à appliquer une force donnée durant un temps déterminé à un indenteur indéformable sur la surface de l'échantillon à analyser. L'indenteur est un prisme à base carrée dont l'angle au sommet entre deux faces opposées vaut 136° (Fig. 167 (a)). Lors de la mesure, la charge est appliquée doucement et surtout sans impact. Les diagonales de l'empreinte laissée par l'indenteur sont alors mesurées (Fig. 167 (d)).

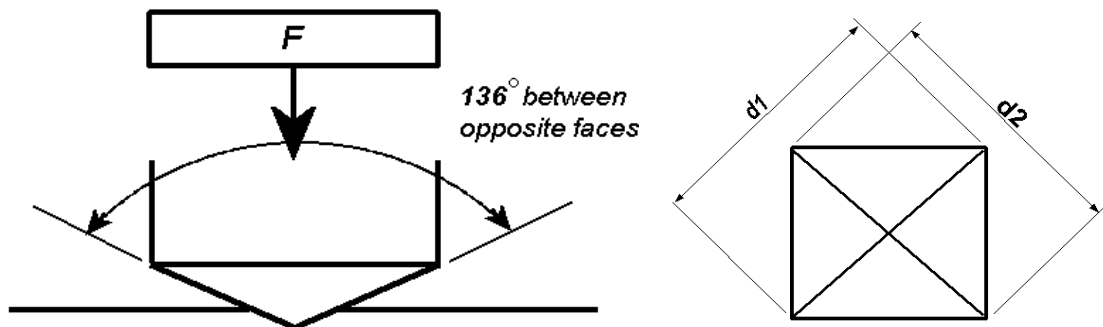


Fig. 167: Indentation d'un échantillon : (a) réglage des paramètres (durée, force appliquée) et impression de l'empreinte de l'indenteur et (b) mesure des diagonales de l'empreinte carrée.

Les diagonales mesurées sont alors converties en dureté via la formule [51] :

$$HV = \frac{1854.4 * L}{d^2} \quad [51]$$

où L est la charge en gramme-force et d est la longueur moyenne de la diagonale en μm .

Dans certains cas, on parle de nombre de dureté Vickers. Le nombre de dureté Vickers HV est le ratio de la charge appliquée à la surface de l'empreinte laissée par l'indenteur (formule [52]):

$$HV = \frac{2 * P * \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d^2} \quad [52]$$

où P est la charge appliquée en kilogramme, d est la longueur moyenne de la diagonale en millimètre et α est l'angle entre les faces opposées de l'indenteur

On peut relier la limite d'élasticité R_e à la surface de l'empreinte. Ainsi, à force constante, plus l'indenteur s'enfonce, plus la surface de pression S augmente et donc la contrainte diminue. Lorsque cette contrainte n'est plus suffisante pour déformer plastiquement le matériau, l'indenteur s'arrête et on a donc $R_e = F/S$. Les valeurs de dureté obtenues correspondent donc à la limite d'élasticité du matériau pour la force donnée. La précision et la sensibilité de la méthode de mesure sont influencées par l'état de surface du matériau analysé. Par conséquent il est donc nécessaire de préparer soigneusement l'échantillon avant de réaliser des mesures.

Annexe F : Four 1T

La Fig. 168 (a) illustre le four 1T. Celui-ci a été utilisé pour réaliser le criblage en température et en durée indiqué dans la sous-section 2.1. Il permet de réaliser des traitements thermiques suivis d'une trempe à l'eau ou encore à l'huile. La Fig. 168 (b) illustre le four en position haute. Dans cette position, l'échantillon représenté par un rectangle rouge est au sein du four et subit le traitement thermique. A la fin de celui-ci, il est possible de lever l'ensemble constitué par le four et le bac tout en maintenant l'échantillon à même hauteur de sorte à plonger celui-ci dans le milieu de trempe (Fig. 168 (c)). Le milieu de trempe utilisé pour les traitements thermiques de sphéroïdisation est l'eau.

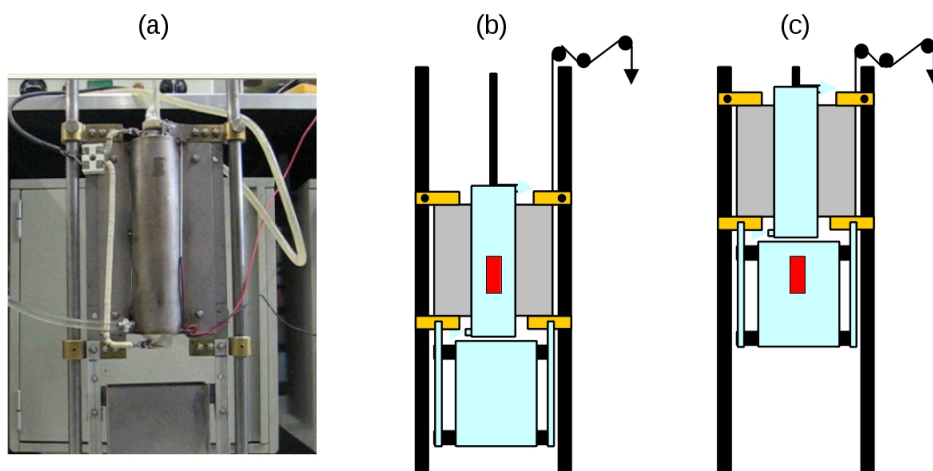


Fig. 168: Four "1T" : (a) photo du four, (b) four en position basse : l'échantillon (rectangle rouge) subit un traitement thermique et (c) déplacement du four en position haute : l'échantillon est trempé dans le bac.

Ce four a également été utilisé pour réaliser des traitements thermiques sous champ magnétique d'un Tesla. Les résultats obtenus pour ces échantillons n'ont pas été développés dans ce manuscrit car les traitements thermiques réalisés ne sont pas suffisamment reproductibles et précis.

En effet, comme nous pouvons le voir à la page suivante sur la Fig. 169 (a), du fait du système de chauffage à l'aide de mouffles, ce four présente une inertie élevée et ne permet donc pas de réaliser des rampes de montée en température rapides. Par conséquent, comme le montre la Fig. 169 (b), les températures de consigne sont systématiquement dépassées et il est compliqué de déterminer avec précision la durée des traitements thermiques.

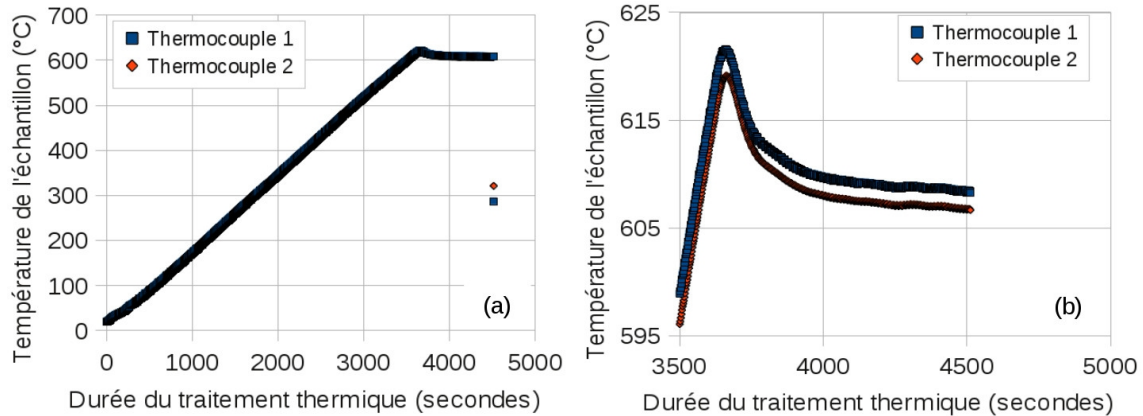


Fig. 169: Recuit type dans le four « 1T » : (a) illustration de la faible vitesse de rampe disponible et (b) illustration de l'overshot observé lors des recuits.

De ce fait, la variabilité des traitements thermiques réalisés risque de masquer de potentiels effets induits par le champ magnétique. Par conséquent, les résultats ne présentent pas une fiabilité élevée et n'ont donc pas été détaillés.

Pour le criblage en durée et en température, nous avons estimé la durée du traitement thermique en mesurant le temps passé par l'échantillon à haute température à partir du moment où la température de consigne est atteinte. Les thermocouples de type K soudés sur l'échantillon permettent de savoir avec précision la température de l'échantillon au cours du recuit.

Ainsi, dans le cas de l'échantillon illustré sur les Fig. 169 (a) et (b), nous considérons que la température de traitement thermique est de 608°C et la durée de 956 secondes (16 minutes).

Annexe G : Étalonnage de l'aimant supraconducteur

Afin de pouvoir relier les éventuels effets induits par le champ magnétique à l'induction de celui-ci, nous avons réalisé un étalonnage de l'aimant supraconducteur.

Idéalement, nous aurions dû travailler avec une sonde axiale placée au centre de l'aimant. Malheureusement, nous n'avons pas en notre possession une sonde axiale étalonnée permettant de quantifier avec précisions des champs magnétiques de plusieurs Tesla. Nous avons donc dû travailler avec une sonde transverse étalonnée (sonde GM08) et une sonde axiale (sonde « blanche ») pour laquelle nous ne possédons pas d'étalonnage.

La loi de Biot et Savard ^[3] nous indique qu'un champ magnétique décroît, le long de son axe, proportionnellement au cube de la distance au centre de celui-ci. Par conséquent, en mesurant l'induction magnétique à l'entrée et au centre de l'aimant, à des positions toujours identiques, il est possible de déterminer à l'aide d'une règle de trois l'intensité de l'induction magnétique au centre de l'aimant. Et ce, même si la sonde qui mesure l'induction magnétique au centre de l'aimant n'est pas étalonnée.

Nous avons donc, pour une série de valeurs de courant injecté dans l'aimant présentées dans le Tableau 33, mesuré l'intensité de l'induction magnétique au centre de l'aimant à l'aide de la sonde axiale (SBI), l'intensité de l'induction magnétique à la sortie de l'aimant à l'aide de la sonde axiale (SBO) et mesuré l'intensité de l'induction magnétique à la sortie de l'aimant à l'aide de la sonde transverse étalonnée (SGO). Voici l'ensemble des mesures réalisées :

IC (A)	SGO (mT)	SBO (mV)	SBI (mV)	SBI/SBO	SBIC (mV)	HIC (mT)
2	8	8,7	184	21	184	169
4	16	16,6	363	22	351	323
6	24	26	544	21	550	506
8	32	34	714	21	719	661
10	40	43	876	20	909	836
15	61	65	1242	19	1375	1264
20	80	86	1573	18	1819	1673
25	102	108	1893	18	2284	2100
30	122	131	2191	17	2771	2548
35	143	152	2476	16	3215	2956
40	164	173	2756	16	3659	3364
45	183	193	3027	16	4082	3753
50	203	211	3279	16	4463	4103

Tableau 33: Mesures réalisées pour étalonnage de l'aimant : intensité de courant (IC), sonde GM08 à l'extérieur (SGO), sonde blanche à l'intérieur (SBI), sonde blanche à l'extérieur (SBO), induction magnétique interne corrigée(SBI).

On peut observer dans le Tableau 33 que les sonde SGO et SBO donnent une réponse quasi linéaire en fonction de l'intensité de l'induction magnétique. Par contre, la sonde SBI donne une valeur non linéaire au sein de l'aimant en fonction de l'intensité de courant. La tension mesurée est inférieure à la valeur « réelle ».

Annexe G : Étalonnage de l'aimant supraconducteur

Sachant que l'induction magnétique mesurée en deux points différents donne des mesures proportionnelles pour différents courants, le rapport entre SBI/SBO devrait rester constant. Or, cela n'est pas le cas. La sonde SBI semble donc saturer pour les hautes valeurs de champ magnétique.

Étant donné que cette sonde ne sature pas lors des mesures réalisées à l'extérieur de l'aimant, même pour des courants injectés élevés, nous avons utilisé les valeurs obtenues à l'extérieur de l'aimant pour estimer à l'aide d'une règle de trois les valeurs à l'intérieur de l'aimant. Les valeurs obtenues sont présentées dans la colonne SBIC du Tableau 33.

Finalement, les valeurs SBIC peuvent être converties en mT par une règle de trois en tenant compte du rapport entre SBI et SGO. La valeur corrigée estimée est reprise sous le terme HIC dans le Tableau 33.

On peut donc voir que pour des traitements thermiques réalisés avec un courant de 50A, l'induction magnétique interne déterminée par étalonnage est de 4.1T.

Nous avons également déterminé que l'induction magnétique ne présente pas d'évolution significative sur au moins une sphère de 2 cm de diamètre.

Annexe H : Tests statistiques

Le test de Student permet de comparer deux moyennes.

On peut appliquer ce test pour comparer les valeurs moyennes x_1 et x_2 d'un paramètre pour deux échantillons si les variances σ_1^2 et σ_2^2 de ces deux moyennes sont comparables. Pour vérifier cette hypothèse, il faut utiliser le test F de comparaison de la variance exprimé par l'équation [53] :

$$F = \frac{\sigma_1^2}{\sigma_2^2} \quad [53]$$

Le test est réussi si la valeur F obtenue est inférieure à la valeur limite obtenue à n_1-1 et n_2-1 degrés de liberté de la table de Fischer-Snedécor. Cette table est présentée ci-dessous à la Fig. 170.

num	den 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	161.4476	18.5128	10.1280	7.7086	6.6079	5.9874	5.5914	5.3177	5.1174	4.9646
2	199.5000	19.0000	9.5521	6.9443	5.7861	5.1433	4.7374	4.4590	4.2565	4.1028
3	215.7073	19.1643	9.2766	6.5914	5.4095	4.7571	4.3468	4.0662	3.8625	3.7083
4	224.5832	19.2468	9.1172	6.3882	5.1922	4.5337	4.1203	3.8379	3.6331	3.4780
5	230.1619	19.2964	9.0135	6.2561	5.0503	4.3874	3.9715	3.6875	3.4817	3.3258
6	233.9860	19.3295	8.9406	6.1631	4.9503	4.2839	3.8660	3.5806	3.3738	3.2172
7	236.7684	19.3532	8.8867	6.0942	4.8759	4.2067	3.7870	3.5005	3.2927	3.1355
8	238.8827	19.3710	8.8452	6.0410	4.8183	4.1468	3.7257	3.4381	3.2296	3.0717
9	240.5433	19.3848	8.8123	5.9988	4.7725	4.0990	3.6767	3.3881	3.1789	3.0204
10	241.8817	19.3959	8.7855	5.9644	4.7351	4.0600	3.6365	3.3472	3.1373	2.9782

Fig. 170. Table de Fisher-Snedecor. Précision de 95 %

En fonction du résultat obtenu, deux situations sont possibles :

Si le test F de comparaison des variances est réussi, on peut alors calculer la valeur Z du test de Student donnée par l'équation [54] :

$$Z = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)}{\sqrt{\left(\frac{\sigma_1^2}{n_1} + \frac{\sigma_2^2}{n_2}\right)}} \quad [54]$$

où \bar{x}_1 et \bar{x}_2 sont respectivement les duretés moyennes des premiers et seconds échantillons et n_1 et n_2 sont respectivement le nombre d'échantillons utilisés pour déterminer les moyennes.

La valeur Z obtenue est alors comparée à la valeur obtenue dans la table t de Student pour un degré de liberté donné par n_1+n_2-2 et une précision de 95 % dans le cas d'un test bilatéral.

Le tableau de student est illustré ci-dessous (Fig. 171) pour un test bilatéral et une précision de 95 %.

Degrés de liberté	P = 95 %
1	12,706
2	4,303
3	3,182
4	2,776
5	2,571
6	2,447
7	2,365
8	2,306
9	2,262
10	2,228
11	2,201
12	2,179

Fig. 171. Table de Student. Précision de 95 % pour un test bilatéral.

Si la valeur Z obtenue est supérieure à cette valeur limite, le test est raté et on peut dire que les deux moyennes comparées sont statistiquement différentes.

Si les variances des deux moyennes sont significativement différentes, on ne peut plus utiliser la formule n_1+n_2-2 pour calculer le nombre de degrés de liberté. La valeur Z obtenue doit être comparée à la valeur limite n obtenue dans la table t de Student pour un degré de liberté donné par la valeur entière la plus proche de n, donné par l'équation [55]:

$$n = \frac{\left(\frac{\sigma_1^2}{n_1} + \frac{\sigma_2^2}{n_2}\right)}{\frac{\left(\frac{\sigma_1^2}{n_1}\right)}{n_1-1} + \frac{\left(\frac{\sigma_2^2}{n_2}\right)}{n_2-1}} \quad [55]$$

La valeur Z obtenue est alors comparée à celle déterminée à l'aide de la table de Student. Si celle-ci lui est inférieure, le test est raté et on peut dire que les deux moyennes comparées sont statistiquement différentes.

Annexe I : Lois de la recristallisation primaire

Voici une explication des différentes lois de la recristallisation primaire :

- Loi n°1 « la recristallisation est thermiquement activée » : La vitesse des mécanismes microscopiques contrôlant la nucléation et la croissance des grains recristallisés dépendent de la température de recuit. La loi d'Arrhenius traduit la relation entre la vitesse de recristallisation et la température. Cette loi prédit une évolution exponentielle.
- Loi n°2 « La recristallisation débute à partir d'une température critique » : La recristallisation primaire étant thermiquement activée, une température minimale pour débiter celle-ci est requise. Cette température diminue lorsque la durée du recuit augmente. En effet, un plus long recuit accroît la probabilité d'apparition d'un nucleus.
- Loi n°3 : « La recristallisation nécessite une déformation critique » : La déformation préalable appliquée au matériau avant la recristallisation doit être suffisante pour fournir des sites de nucléation et suffisamment d'énergie interne pour activer leur croissance. Ce faisant, à une température définie, il existe donc un seuil de déformation en deçà duquel la recristallisation ne démarre pas.
- Loi n°4 : « La déformation affecte la température critique » : Accroître l'amplitude de la déformation ou diminuer la température à laquelle celle-ci se déroule va accroître l'énergie interne du matériau et le nombre potentiel de nuclei. Par conséquent, plus la déformation sera intense, plus la température critique de recristallisation sera faible.
- Loi n°5 : « La taille de grains avant déformation affecte la température critique » : Les joints de grains déformés constituent une partie des sites de nucléation. Diminuer leur taille accroît le nombre de sites disponibles. Ceci augmente la vitesse de nucléation et diminue la température de recristallisation.
- Loi n°6 : « La déformation affecte la taille finale des grains » : Accroître l'amplitude de la déformation ou diminuer la température où celle-ci se déroule augmente plus la vitesse de nucléation que la vitesse de croissance. Par conséquent, augmenter la déformation résulte en une taille de grains plus petite.

A l'aide de ces lois il est possible de tracer un diagramme de recristallisation (illustré à la Fig. 173, page suivante) reliant la taille de grains obtenue après recuit au taux d'écroutissage et à la température de recuit ^[1]. La surface critique est également représentée.

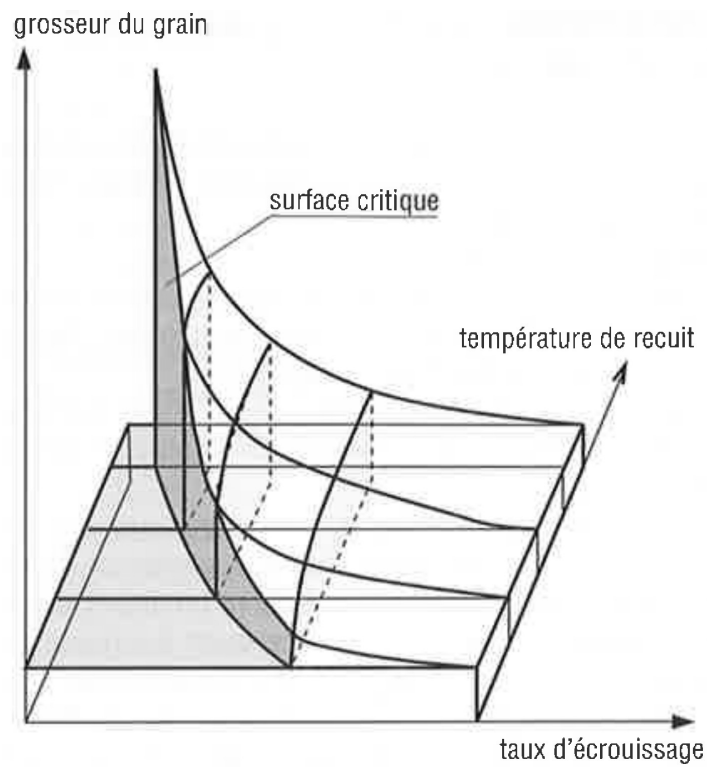


Fig. 172: Diagramme ternaire de recristallisation. Ce diagramme illustre les relations existantes entre la température de recuit, le taux d'écrouissage et la grosseur de grains obtenue. La surface critique est également présentée.

Annexe J : Recristallisation primaire de la ferrite - forces motrices et d'ancrage

La figure Fig. 173 illustre un corps cylindrique de section F et de longueur L . Il consiste en deux structures cristallines I et II. La partie I est une zone recristallisée sans tension. La partie II représente un cristal déformé qui comporte un excès d'énergie. Les parties I et II sont séparées par un joint de grains à la position x .

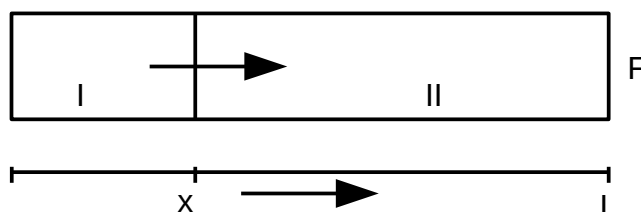


Fig. 173: joint de grains (à la position x) entre un cristal en cours de croissance (I) et un cristal déformé (II).

L'énergie libre par unité de volume dans les zones I et II sont données respectivement par g_I et g_{II} . L'énergie totale du système est donc donnée par la formule [56] :

$$G_{tot} = F[xg_I + (L-x)g_{II}] \quad [56]$$

Si $g_{II} > g_I$, le joint de grains va se déplacer vers la droite. Ce déplacement résulte d'une force motrice p agissant sur le joint de grains. Sa valeur est donnée par la formule [57] :

$$p = \frac{-dG_{tot}}{Fdx} = g_{II} - g_I = \Delta g \quad [57]$$

Des forces de traînée peuvent s'opposer à ces forces motrices et ralentir le déplacement du joint de grains. La vitesse de déplacement de celui-ci dépendra de la résultante de toutes ces forces et de la mobilité m du joint de grains (formule [58]) :

$$v = m \sum p \quad [58]$$

Dans les deux points qui suivent, les différentes forces motrices et de traînée qui peuvent s'exercer sur un joint de grains vont être présentées.

Forces motrices ^[111,116]

Les forces motrices trouvent plusieurs origines : les dislocations, les joints de grains, la surface et le magnétisme.

L'énergie par unité de longueur d'une ligne de dislocation est proportionnelle à son module de cisaillement et au carré de son vecteur de Burgers. Les dislocations les plus stables sont donc celles qui ont les plus petites valeurs de vecteur de Burgers (formule [59]) :

$$E = \beta G b^2 \quad [59]$$

où β est une constante, G est le module de cisaillement et b est le vecteur de Burgers.

Dans le cas de la Fig. 173, la densité de dislocation n'est pas la même des deux côtés. La densité de dislocation dans la partie I est donnée par δ_I et dans la partie II par δ_{II} . Par conséquent, la force motrice p_1 issue de la déformation et stockée sous forme de dislocation est donnée par la formule [60] :

$$p_1 \approx Gb^2(\delta_{II} - \delta_I) \quad [60]$$

Si la partie I est une structure recristallisée et la partie II une structure déformée, alors $\delta_{II} \gg \delta_I$ et donc (formule [61]) :

$$p_1 \approx Gb^2(\delta_{II}) \quad [61]$$

Dans une structure laminée à froid, Gb^2 est de l'ordre de 10^{-8} N, la densité de dislocation est de l'ordre de $10^{12}/\text{cm}^2$ et donc la force motrice p_1 est de l'ordre de $10^4 \text{N}/\text{cm}^2$. Cette énergie est la force motrice de la restauration et de la recristallisation primaire.

Les joints de grains dans la structure recristallisée sont également responsables d'une force motrice, dite «énergie des joints de grains».

Pour illustrer cela, posons que, dans la Fig. 173, la partie I est un large grain issu de la recristallisation secondaire et que la partie II correspond à une matrice de petits grains issus de la recristallisation primaire de taille D (zone II). On peut alors démontrer que la force motrice p_2 due à la présence de joints de grains est donnée par la formule [62] :

$$p_2 = \frac{3\gamma_B}{D} \quad [62]$$

Une énergie de $1 \text{N}/\text{cm}^2$ est obtenue pour une structure recristallisée avec γ_B de l'ordre de $3 \cdot 10^{-5} \text{J}/\text{cm}^2$ et $D=0.1 \text{mm}$. Cette énergie est la force motrice des processus de croissance des grains lors de la recristallisation primaire ainsi que de la recristallisation secondaire.

Imaginons que l'échantillon illustré à la figure 10 est une fine feuille d'épaisseur w composée de deux mono-cristaux I et II. Posons que les plans cristallographiques parallèles à la surface de ces deux mono-cristaux sont différents. Ils ont donc par conséquent des énergies spécifiques libres de surface γ_S , différentes. Ceci induit une force motrice de surface p_3 donnée par la formule [63] :

$$p_3 = \frac{2\Delta\gamma_S}{W} \quad [63]$$

Pour une feuille d'épaisseur de 0.1mm et une énergie spécifique libre de surface de $5 \cdot 10^{-6} \text{J}/\text{cm}^2$, une énergie de $0.1 \text{N}/\text{cm}^2$ est obtenue.

Posons que l'échantillon illustré à la Fig. 173 est composée de deux mono-cristaux I et II. La partie I possédant une orientation cristallographique $[001]$ et la partie II, une orientation $[111]$, parallèle à la direction d'un champ magnétique. Si l'on se place à une température inférieure à la température de Curie du matériau et sous un champ magnétique suffisant de sorte que les deux cristaux soient saturés magnétiquement, alors la différence d'énergie magnétique entre les deux cristaux génère une force motrice p_4 égale à $0.00114 \text{Ws}/\text{cm}^3$ ($0.1 \text{N}/\text{cm}^2$).

A côté de ces forces qui tendent à encourager le déplacement du joint de grains, il existe d'autres forces qui tendront à s'opposer au déplacement de celui-ci. Ce sont les forces de traînée.

Forces de traînée ^[111,116]

Ces forces résultent de la présence de particules d'une phase secondaire, d'atomes solutés ou encore des sillons de surface (surface grooves). La mobilité du joint de grains va être réduite sous l'effet de ces forces. Il est à noter que ces forces n'exercent pas d'influence sur un joint de grains immobile, elles ne peuvent donc que ralentir un joint de grains en mouvement.

Pour illustrer le concept de particules de seconde phase (traînée de Zener), prenons une particule sphérique de rayon r intersectée par un joint de grains, illustrée à la Fig. 174 :

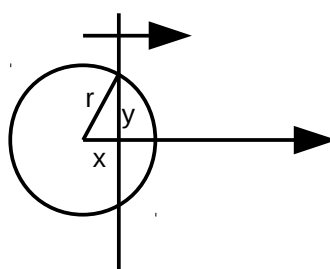


Fig. 174: Intersection entre un joint de grains vertical et une inclusion sphérique de rayon r .

Suite à la présence de cette inclusion, l'énergie de joint de grains, γ_B , est diminuée d'une surface égale à πy^2 . En l'absence de forces motrices, le joint de grains va se placer spontanément à la position $x = 0$ car, dans ce cas, l'économie d'énergie de joint de grains est maximale. Par contre, si le joint de grains est déplacé vers la droite par une force motrice extérieure, cette inclusion va exercer une force de traînée s'opposant à ce déplacement.

Si Z est le nombre d'inclusions par cm^2 , alors la force de traînée produite par la présence d'inclusions est donnée par la formule [64] :

$$p_5 = Z \frac{d \pi y^2 \delta_B}{dx} = -2Z \gamma_B \pi x \quad [64]$$

Cette énergie est maximale pour $x = r$.

Si f est la fraction volumique de la seconde phase, Z peut être remplacée par $f/\pi r^2$. La formule précédente devient (formule [65]) :

$$p_5 = \frac{-2 \gamma_B f}{r} \quad [65]$$

Pour des particules d'un rayon de $5 \mu\text{m}$, représentant une fraction de 1 % et une énergie de joints de grains de $2.5 \cdot 10^{-5} \text{ J/cm}^2$, alors la force motrice exercée par ces inclusions, p_5 est de l'ordre de -0.1 N/cm^2 . Au vu de la valeur de cette force, ces inclusions n'exercent une influence significative que sur la recristallisation secondaire.

La valeur de la contribution des atomes solutés est plus élevée que celle des inclusions. Ces atomes influencent donc tant la recristallisation primaire que la recristallisation secondaire. Expérimentalement, tous les atomes en solution solide n'ont pas un effet équivalent. Ainsi, le niobium, qui présente une forte interaction avec le joint de grains et diffuse lentement, a tendance à ralentir considérablement la vitesse de migration des joints.

L'équation obtenue concernant l'effet des inclusions peut également être appliquée pour les atomes solutés. La fraction volumique f est remplacée par la concentration atomique et $2r$ par le diamètre atomique des atomes solutés. En remplaçant ces valeurs dans la formule ci-dessus, on peut déterminer qu'un pourcent d'impuretés induit donc une force de traînée p_6 de -10^4 N/cm².

Si l'on réalise une attaque thermique sur un échantillon ferritique poli, tout joint de grains intersectant la surface du métal va résulter en un sillon à la surface de celui-ci. Un sillon d'ouverture ϕ est illustré dans la figure qui suit (Fig. 175) :

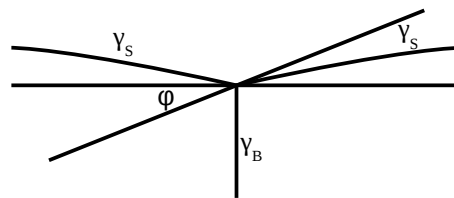


Fig. 175: Section d'un sillon produit par une attaque thermique sur une surface métallique.

$$\text{où } \sin(\phi) = \frac{\gamma_B}{2\gamma_S}$$

Si, sous l'effet d'une force motrice, le joint de grains doit se déplacer, le sillon va donc devoir s'élargir. La force de traînée qui en résulte est proportionnelle à γ_B et à $\text{tg}(\phi)$.

Posons que le spécimen est une fine feuille d'épaisseur w et que le joint de grains traverse intégralement celle-ci. Dans ce cas, la force de traînée est exercée sur les deux faces de la feuille. Étant donné que ϕ est petit, la force de traînée est donnée par la formule [67]:

$$p_7 = \frac{\gamma_B^2}{w \gamma_S} \quad [66]$$

Une feuille de 0.05mm avec $\gamma_S \sim 2\gamma_B = 10^{-4}$ J/cm² donne une force de traînée de -1 N/cm².

Annexe K : Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles (Image Anal Stereol 2010;29:91-98)

Annexe K : Publication : Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles (Image Anal Stereol 2010;29:91-98)

Imaga Anal Stereol 2010;29:91-98
Original Research Paper

IMAGE ANALYSIS OF PEARLITE SPHEROIDIZATION BASED ON THE MORPHOLOGICAL CHARACTERIZATION OF CEMENTITE PARTICLES

NICOLAS NUTAL¹, CEDRIC J GOMMES², SILVIA BLACHER², PHILIPPE POUTEAU³, JEAN-PAUL PIRARD², FRÉDÉRIC BOSCHINI¹, KARL TRAINA¹ AND RUDI CLOOTS¹

¹Laboratory of Structural Inorganic Chemistry, Chemistry Institute, University of Liège, Building B6a, B-4000 Liege, Belgium; ²Department of Chemical Engineering, Chemistry Institute, University of Liège, Building B6a, B-4000 Liege, Belgium; ³Center for Research in Metallurgy, Zwijnaarde, Technologiepark 903c, B- 9052 Zwijnaarde, Belgium

e-mail: nutal@rdmetal.ulg.ac.be; cedric.gommes@ulg.ac.be; silvia.blacher@ulg.ac.be; pouteau@agt0.ugent.be; jean-paul.pirard@ulg.ac.be; frederic.boschini@ulg.ac.be; karl.traina@ulg.ac.be; rcloots@ulg.ac.be
(Accepted May 10, 2010.)

ABSTRACT

Pearlite spheroidization is a metallurgical process in steels by which cementite lamellae decompose into spheroids, a process accompanied by a decrease of the Vickers hardness of the samples. In this study, different methods are compared for measuring cementite particles length and width from scanning electron micrographs. Based on a test-image, a so-called ribbon-like method is proposed for measuring particles length and width, and for discriminating lamellae from spheroids. Differently heat-treated samples are prepared and characterized. The results of analysis are used to rationalize the evolution of the microstructure of the samples. Compared to the classical DeHoff shape factor, it is shown that new insight into the spheroidization process is gained by analyzing the lamellar length and width distributions.

Keywords: cementite spheroidization, lamellar structures, shape descriptors, Vickers hardness.

INTRODUCTION

Pearlitic steel consists of a soft ferrite matrix (α -Fe) containing hard lamellar cementite (Fe_3C). This material, which has interesting mechanical properties, finds many applications as railroad tracks, tyre cords, bridge cables, etc. These mechanical properties are related to interlamellar spacing (Gomes *et al.*, 1997; Caballero *et al.*, 2000; Elwazri *et al.*, 2005), the pearlite colony size (Elwazri *et al.*, 2006) as well as the prior austenite grain size (Elwazri *et al.*, 2006).

Using a particular heat treatment, *i.e.*, spheroidization annealing, lamellar cementite is transformed into spheroidized cementite (spheroidite). Thus, a distribution of cementite particles of different size is obtained. This transformation is accompanied by a modification of the mechanical properties. Indeed, as the lamellae break into smaller elements and spheroidize, the hardness drops (Krauss, 2005).

Traditionally, researchers followed this transformation by estimating the overall aspect ratio (Tian and

Kraft, 1987) of the cementite microstructure or by measuring the remaining fraction of lamellar cementite (O'Brien, 2000; O'Brien and Hosford, 2002). However, none of them attempts to describe the particular details of the microstructure, especially the lamellae length and width during the spheroidization.

In the present study, various methods were considered to measure the length and width of cementite particles. Based on a test-image containing typical cementite particles microstructures, a so-called ribbon-like method was selected. This method was used to analyze different heat-treated samples. Well known morphological parameter, *i.e.*, DeHoff shape factor, was further calculated and compared with the samples characteristics obtained by the proposed method. These are mainly the lamellar ratio, representing the ratio between volume fraction of the lamellar particles and the total volume fraction of all cementite particles, and size distributions of lamellae and spheroids. The evolution of the microstructure during the spheroidization has been considered. Finally, lamellae size distributions were used to gain

Annexe K : Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles (Image Anal Stereol 2010;29:91-98)

NUTAL N ET AL: *Image analysis of pearlite spheroidization: morphological characterization of cementite*

insight into the cementite lamellae spheroidization mechanism.

MATERIALS AND METHODS

Hypo-Eutectoid steel was investigated in this research. Its chemical composition was the following: C 0.7 wt.%, Mn 1.5 wt.%, Si 0.5 wt.%, Mo < 0.1 wt.% and Cr 0.2 wt.%. The steel blocks were reheated at 1250 °C for 1 h, then hot-rolled (30-20-12-7-3.8 mm) and coiled at 680°C. The steel was cold-rolled to a thickness of 1 mm and samples of 180×20×1 mm³ were cut. For spheroidizing annealing, the samples were annealed in nitrogen atmosphere at two different temperatures (580 °C or 650 °C) for different dwell times (2 min, 5 min, 11 min, 26 min and 60 min) and water-quenched into water. The heating duration was 2 min and the accuracy of the heat controller was ± 4 °C. Table 1 lists the sample identification and the corresponding heat treatment. The heat treatment parameters were chosen in order to produce microstructures ranging from predominantly lamellar to globular cementite.

Each sample was mounted in Polyfast type resin so that faces perpendicular to the rolling direction were analysed. The resins were abraded and polished down to a finishing grit of 0.25 µm. Vickers hardness indentations were performed using an Instron Wilson-Wolpert Tukon 2100B Hardness Tester, with a loading force of 0.5 kgF (4.905 N) and a dwell time of 10 s. Twenty longitudinal hardness measurements were done on each sample. After the indentation measurements, the samples were etched with nital (2% HNO₃ in ethanol) for a few seconds in order to reveal the microstructure. For each sample, seven

high resolution secondary electron micrographs (8192×6400 pixels grid) were recorded on a Philips FEG-ESEM XL30 at a 1500× magnification. The observed surface was located outside of the regions deformed by hardness measurement. Fig. 1a shows the initial lamellar microstructure (sample IS), Fig. 1b shows intermediary structure consisting of short lamellae and spheroids (sample I5) and Fig. 1c shows mainly globular microstructure (sample I10).

The image analysis used in the present work is based on classical tools of mathematical morphology (Soille, 1999). It was implemented with Matlab 7.1, together with its image processing toolbox.

IMAGE ANALYSIS

The first step of the analysis was the image segmentation, which aimed at discriminating pixels from the cementite and the ferrite phases. The result of image segmentation is shown in Fig. 2a for the sample IS. It was obtained as follows. First, a median filter with a square kernel of size 3 was applied to reduce the salt-and-pepper noise. Top-hat filtering with a square structuring element of size 20, followed by a bottom-hat filtering with a structuring element of size 30, were used to further enhance the image contrast. The obtained image was then segmented with a threshold computed with Otsu's method (Otsu, 1979). It may happen, especially at an early stage of spheroidization, that two distinct lamellae touch each other by just a few pixels. In order to remove these touching pixels and to separate lamellae, an opening filter with a square structuring element of size 3 was applied. The smallest objects having a surface less than 30 pixels were then removed by an area opening filter. Finally, the holes in the remaining white objects were filled.

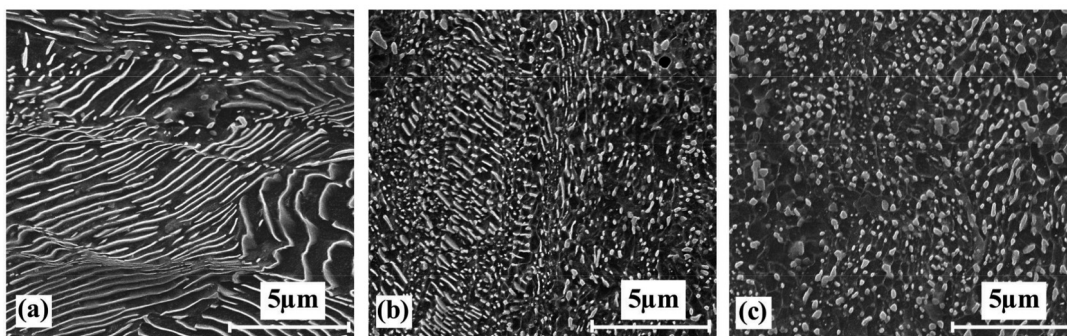


Fig. 1. *Electron micrographs of the samples IS (a), I5 (b) and I10 (c) showing typical microstructure observed during spheroidization step. Secondary electron mode pictures, magnification: 1500×. These pictures represent around 4% of the area of the original images.*

Annexe K : Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles (Image Anal Stereol 2010;29:91-98)

Imaga Anal Stereol 2010;29:91-98

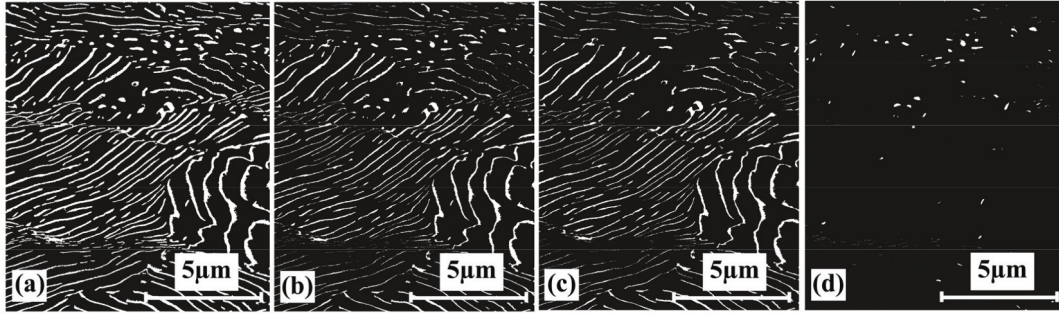


Fig. 2. Processed image and particles selection (sample IS, magnification 1500×): (a) Segmented image obtained as described in text; (b) Segmented after thinning towards total cementite fraction of 0.102; (c) lamellar element picture ($L_r/W_r > 8$) and (d) spheroidized elements picture ($L_r/W_r < 8$). These pictures represent around 4% of the area of the original images.

In order to compare the fraction of cementite in the segmented images, V_V , with the actual fraction of cementite in the steel, V_V^C , the latter was estimated by the lever rule (Krauss, 2005) as

$$V_V^C = \frac{C_0 - C_\alpha}{C_{Fe_3C} - C_\alpha}, \quad (1)$$

where C_{Fe_3C} is the content of carbon of the cementite (6.67 wt.%C); C_α is the carbon content of ferrite (0.02 wt.%C) and C_0 is the carbon content of hypoeutectoid steel. The carbon content of the initial steel is 0.7 wt.%C. Consequently, the volume fraction of cementite in the samples is around 10.2%. At this step of the image processing, the overall fraction of cementite in the segmented images V_V is larger than that value. This overestimation was expected, as notably discussed by Chattopadhyay and Sellars (1977): as the lamellae are not perpendicular to the surface, they are generally imaged under a finite angle, which, because of etching depth effect, leads to an overestimation of their thickness. A similar reasoning applies to spheroidal particles, the radius of which is overestimated. In order to correct these effects, a morphological thinning has been used to decrease the total area of cementite particles and make it as close as possible to the theoretical value (10.2%). The result of the thinning is illustrated in the Fig. 2b.

Once the segmented image has been obtained, the stereological factor F proposed by DeHoff (1964) and generalized by Fischmeister (1974) was measured. It was estimated as

$$F = \frac{2N_L^2}{3\pi V_V N_A}, \quad (2)$$

where N_L is the number of cementite surfaces intersected per unit test line, N_A is the number of cementite particles intersected per unit test area and V_V is the volume fraction of cementite particles. DeHoff shape factor F is a global image characteristic, which takes high values for elongated structures and converges to one in the case of a perfectly isotropic structure.

In addition to this global stereological procedure, another option for quantifying the structures in the segmented images consists in discriminating lamellar from globular objects, and in characterising them individually. Chattopadhyay and Sellars (1977) proposed to discriminate the lamellae from the spheroids based on the length over width ratio: objects are considered to be spheroids if their length to width ratio is lower than 8. In order to separate lamellae and spheroids based on this criterion, the length and width of each individual cementite particle must be measured. Three alternative methods were explored. The first method consists of calculating the skeleton of the particles, and of measuring the length of the particle's pruned skeleton (Russ, 2006). The second method consists of measuring the major axis length of the ellipsoid of inertia of each particle (Russ, 2006). The third and final method is based on the assumption that the particles are ribbon-like, which enables one to estimate the length (L_r) or width (W_r) using:

$$L_r = \frac{1}{2} \left(\frac{P}{2} + \sqrt{\left(\frac{P}{2}\right)^2 - 4A} \right) \quad (3)$$

Annexe K : Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles (Image Anal Stereol 2010;29:91-98)

NUTAL N ET AL: *Image analysis of pearlite spheroidization: morphological characterization of cementite*

and

$$W_r = \frac{1}{2} \left(\frac{P}{2} - \sqrt{\left(\frac{P}{2}\right)^2 - 4A} \right), \quad (4)$$

where A and P are respectively the area and perimeter of the particle.

Taking into account the various shapes of the cementite particles, a test image (Fig. 3) has been created containing the different types of regions that can be met in the images: straight (Fig. 3a), curved (Fig. 3b) and cranked (Fig. 3c). The different methods proposed above were tested on each object and the respective results are drawn in the Fig. 3: the red line inside the original shapes corresponds to the skeleton method, the oval blue shapes are the equivalent ellipsoids of inertia and the yellow rectangles are the equivalent ribbons.

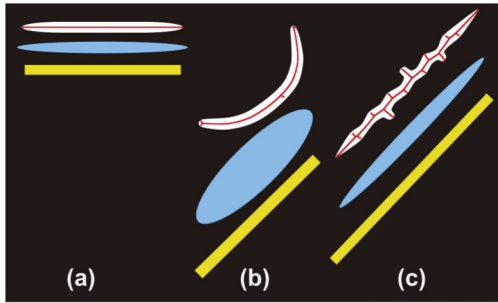


Fig. 3. Test image containing possible morphologies of cementite particle (in white): straight (a), curved (b) and cranked (c). The different methods proposed to estimate particle length are the skeleton (red line inside the original shapes), the equivalent ellipsoid of inertia (blue shape) and the equivalent ribbon (yellow shape).

Each of the length measuring methods is based on specific geometrical assumptions, and works differently on the different types of objects shown in Fig. 3. The method based on skeletonization is very sensitive to the roughness of the lamellar elements (Fig. 3c) and the pruning required to remove the spurs may lead to an underestimation of the length. Moreover no information on particle width is obtained. Therefore, this method should be rejected. For curved elements (Fig. 3b), the method referring to the ellipsoid of

inertia underestimates the length and overestimates the width. Given the microstructure of cementite, see Fig. 1a, this method should also be rejected. The ribbon-like method overestimates the length of cranked particle, but only by a small amount. For the curved and straight elements, the response is more accurate than with the other two methods. Taking into account the various advantages and drawbacks cited above, the ribbon-like method has been chosen for particle length and width measurements.

For every cementite particle, the length and width were then measured according to Eq. 3 and Eq. 4, respectively. Following Chattopadhyay and Sellars (1977), the cementite particles were then classified as lamellar if their length to width aspect ratio was larger than 8 and as globular otherwise. An example of discrimination between lamellae and spheroids is shown in Fig. 2c and 2d.

Different morphological parameters were estimated to characterize the microstructure of the cementite phase during the cementite spheroidization. The area, length and width of lamellar particles were measured. The area and the equivalent diameter of spheroidal particles were determined. To characterize the progress of the transformation, the lamellar ratio of lamellar particles, L_{ratio} , was calculated according to Eq. (5).

$$L_{ratio} = \frac{V_V^L}{V_V}. \quad (5)$$

L_{ratio} is the parameter representing the volume fraction of lamellar cementite particles V_V^L (Fig. 2c) standardised against the total volume fraction of cementite particles V_V (Fig. 2b). This standardisation is applied in order to take account of the small discrepancies in the total volume fraction of cementite particles measured in the samples.

RESULTS

The stereological parameters (V_V , N_A and N_L) used to estimate DeHoff shape factor (F) are shown in Table 1 together with the lamellar ratio L_{ratio} and Vickers hardness of each sample. The slight deviations of V_V from the actual value 10.2% are not statistically significant, as testified by the estimation error on that parameter.

Annexe K : Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles (Image Anal Stereol 2010;29:91-98)

Imaga Anal Stereol 2010;29:91-98

Table1. *Sample identification, spheroidizing parameters, image analysis results and Vickers hardness.*

Sample	Dwell temperature (°C)	Dwell time (min)	DeHoff shape factor				L _{ratio}	Vickers Hardness (HV)
			V_V	N_A (μm^{-2})	N_L (μm^{-1})	F		
IS	/	/	0.107 ± 0.011	5.0 ± 0.3	4.7 ± 0.3	8.8 ± 0.4	0.86 ± 0.01	378 ± 5
I1	580	2	0.099 ± 0.008	5.5 ± 0.5	3.4 ± 0.1	4.5 ± 0.3	0.77 ± 0.02	360 ± 3
I2	580	5	0.108 ± 0.008	4.9 ± 0.3	2.9 ± 0.1	3.4 ± 0.1	0.71 ± 0.02	345 ± 4
I3	580	11	0.103 ± 0.009	5.9 ± 0.4	3.0 ± 0.1	3.1 ± 0.1	0.67 ± 0.02	342 ± 2
I4	580	26	0.096 ± 0.004	5.4 ± 0.3	2.7 ± 0.1	3.0 ± 0.1	0.65 ± 0.03	333 ± 7
I5	580	60	0.109 ± 0.005	5.1 ± 0.2	2.6 ± 0.2	2.5 ± 0.2	0.56 ± 0.06	318 ± 2
I6	650	2	0.109 ± 0.005	5.8 ± 0.2	2.9 ± 0.1	2.9 ± 0.2	0.60 ± 0.03	326 ± 3
I7	650	5	0.094 ± 0.002	6.1 ± 0.2	2.7 ± 0.1	2.8 ± 0.1	0.53 ± 0.02	313 ± 5
I8	650	11	0.104 ± 0.006	5.1 ± 0.2	2.4 ± 0.1	2.5 ± 0.2	0.49 ± 0.04	297 ± 5
I9	650	26	0.101 ± 0.005	4.7 ± 0.3	2.3 ± 0.1	2.4 ± 0.2	0.45 ± 0.05	285 ± 3
I10	650	60	0.099 ± 0.005	3.8 ± 0.2	1.9 ± 0.1	2.3 ± 0.1	0.39 ± 0.02	277 ± 2

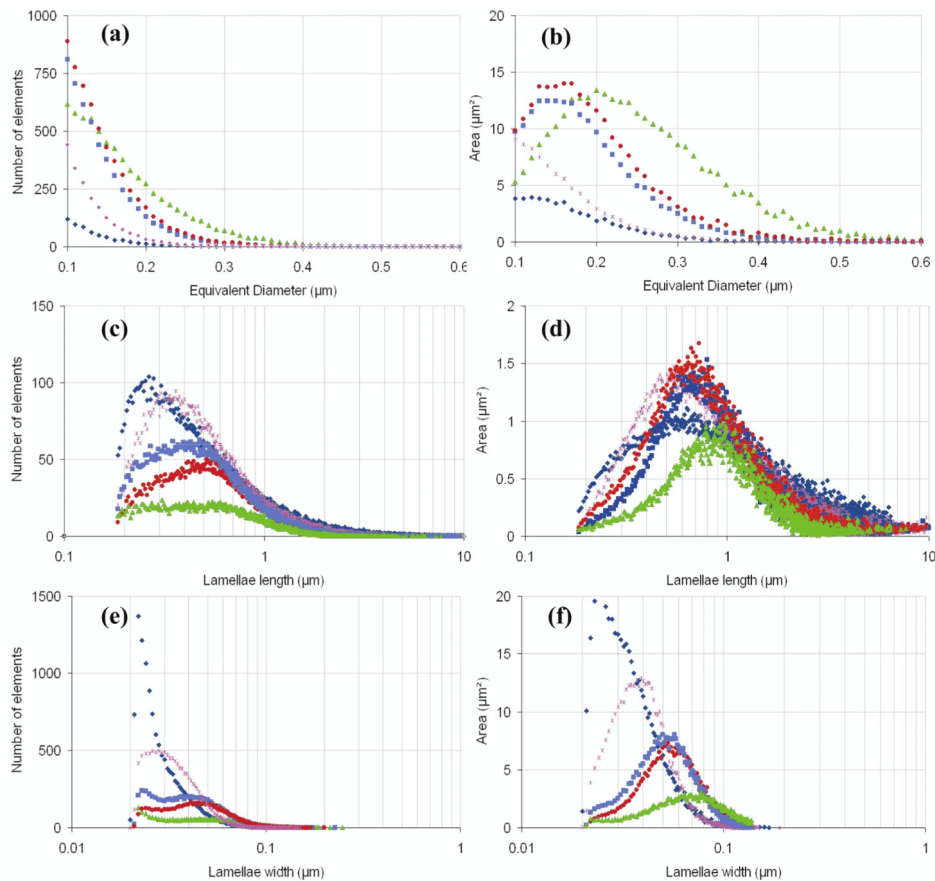


Fig. 4. *Particles distributions of the samples IS (◆), I1 (*), I5 (●), I6 (■), I10 (▲). (a) Number distribution vs. Equivalent diameter for globular elements; (b) Area distribution vs. Equivalent diameter for globular elements; (c) Number distribution vs. Length for lamellar particles; (d) Area distribution vs. length for lamellar particles. (e) Number of lamellae vs. Lamellae width; (f) Area of lamellae vs. Lamellae width. An area of 0.0367 mm² has been investigated on every sample section.*

Annexe K : Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles (Image Anal Stereol 2010;29:91-98)

NUTAL N ET AL: *Image analysis of pearlite spheroidization: morphological characterization of cementite*

In order to identify the distinctive characteristics of samples, the equivalent diameters of the spheroids, as well as the length and width of the lamellae, were measured. Samples IS, I1, I5, I6 and I10 are shown in Fig. 4, because their evolution is representative of the entire process. Figs. 4a, 4c and 4e show the number-weighted distributions, whereas Figs. 4b, 4d and 4f show the area-weighted distributions. As discussed further below, the former distributions give some insight into the morphological changes induced by the spheroidization, while the latter enable to quantify the global extent of spheroidization.

DISCUSSION

For low spheroidizing temperature (580 °C), the number of particles per unit test area (N_A) remains nearly constant indicating slow transformation kinetics (see N_A in the Table 1, samples I1 to I5). For the samples spheroidized at 650 °C, the number of particles per area N_A first increases slightly (see Table 1, samples I6 and I7), and then decreases over longer spheroidization times (samples I8 to I10). This can be probably explained by the coarsening process which takes place. It can be also seen that the number of cementite surfaces intersected per unit test line (see N_L) decreases with time for both temperatures (see N_L on the Table 1, samples I1 to I5 and samples I6 to I10).

DeHoff shape factor F and the lamellar ratio L_{ratio} undergo the same qualitative changes during the heat treatment, *i.e.*, for equal dwell temperatures, both values decrease as the spheroidization time increases and for identical dwell times, they both decrease when the transformation temperature is increased. Both morphological parameters are related to the change of microstructure: the lamellae break up into smaller elements and then spheroidize.

Figs. 5a and 5b compare the dependence of DeHoff shape factor F and the lamellar ratio L_{ratio} on the measured Vickers hardness of the samples. A priori, a correlation was not clearly expected between the hardness of the steel and the morphology of the cementite phase because the initial samples had been cold-rolled, which increased the hardness of the ferrite phase in an unpredictable way. Therefore two processes are actually at play during the heat treatment, namely the spheroidization of the cementite phase and the recrystallization of the ferrite, both of which should decrease the hardness. Surprisingly, however, it can be seen from Fig. 5 that the observed changes in hardness can be to a large extent explained by the morphological changes of the cementite phase. Moreover, DeHoff shape factor F is found to be very

sensitive to the microstructural changes at the beginning of cementite spheroidization (Fig. 5a and samples IS-I1 in Table 1), while L_{ratio} is proportional to the hardness of the samples throughout the entire spheroidization process (Fig 5b).

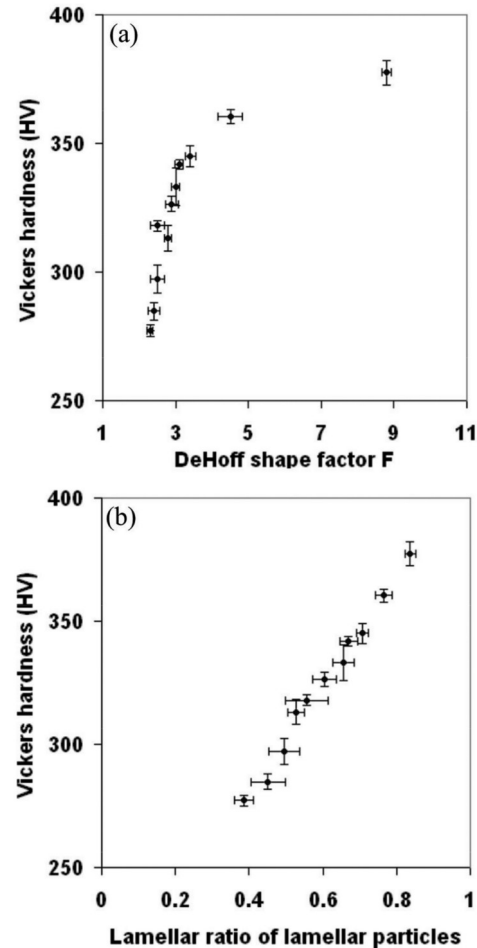


Fig. 5. (a) Vickers hardness vs. DeHoff shape factor value and (b) Vickers hardness vs. Lamellar ratio of lamellar particles.

More insight into the details of the spheroidization process can be obtained by analyzing the size distributions of lamellae and spheroids (Fig. 4). As the spheroidization begins, the number of small globular particles with diameter between 0.1 and 0.2 μm increases rapidly (Fig. 4a: curves I1 and I6 in comparison with IS). As expected, this increase is faster for the sample I6 because the lamellae spheroidization kinetic is temperature dependent. After this

Annexe K : Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles (Image Anal Stereol 2010;29:91-98)

Imaga Anal Stereol 2010;29:91-98

sharp increase, the production of globular particles slows down and the coarsening of the globular particles, which is temperature dependent (Sakuma *et al.*, 1980; Lindsley and Marder, 1997), occurs (Fig. 4a: curves I1 and I5 and curves I6 and I10). Therefore, the most probable diameter of the cementite spheroids for the samples heat-treated for 60 min is shifted to larger values (Fig. 4b: curves I5 and I10).

These evolutions of spheroidized particles expressed in number or in area are directly related to the lamellar cementite microstructural changes. It can be seen that the number of short lamellae, with a size around 0.4 to 0.7 μm , remains nearly constant at the beginning of the spheroidization transformation (Fig. 4c, curve I1); at the same time, the number of very long lamellae decreases (Fig. 4d, curve I1). The number of short lamellae starts decreasing soon afterwards, as their spheroidization occurs (Fig. 4c, curve I1 and I5).

For the samples heat treated at 650 $^{\circ}\text{C}$, it can be observed that the number of long lamellae decreases rapidly (Fig. 4c, curves I5 to I6). Then, the lamellae length distribution flattens as the lamellae breaks into smaller elements and spheroidize (Fig. 4d, curve I10). It is interesting to note that even if the spheroidization of lamellae occurs, the most frequent lamellae length, around 0.8-0.9 μm , remains almost unchanged. The spheroidization is a process that involves mostly exceptionally long lamellae, which are apparently the least stable.

Lamellae width distributions give interesting information on lamellae spheroidization mechanism. The Fig. 4e shows that thin lamellae disappears preferentially as the dwell duration increases (curves I1 to I5 and I6 to I10). Indeed, thin lamellae have the largest surface over volume ratio and they are therefore expected to be the least stable due to their higher interfacial energy. In order to reduce their interfacial energy, the remaining lamellae thicken and the most probable width of the lamellae shifts to larger values (Figs. 4e and 4f).

It is also interesting to note that the lamellae length distribution for the sample I10 is bimodal (*see* on Figs. 4c and 4d), with a light mix-up at about 0.3 μm . A shoulder located at the same length is visible also in the distributions of samples I5 and I6 (Fig. 4c). The same observations may be done for lamellae width distributions (*see* curves I10 in Figs. 4e and 4f), in which the transition is located at 0.02 μm . A shoulder is clearly visible too for the curves I5 and I6. Therefore, it seems that the lamellae go through a

transition state (with length about 0.3 μm and width 0.02 μm) before being transformed into spheroids.

CONCLUSIONS

In the present study, the cementite particles morphology of pearlitic steel samples was investigated at various stages of the spheroidization process. Representative images of the samples obtained from scanning electron micrographs were analyzed with image analysis.

Different methods for measuring particles length and width, especially lamellae, were compared and the ribbon-like method was found the most suitable. It was shown that the lamellar length distributions give physical insight into the spheroidization process. In particular, the spheroidization starts with the breaking of exceptionally long lamellae, while the most frequent lamellae length remains mostly unchanged during the process. Lamellae width distributions confirm that thin lamellae disappear first. Then the remaining lamellae thicken in order to decrease their interfacial energy.

Moreover, using the aspect ratio proposed by Chattopadhyay and Sellars (1977) to discriminate lamellae from spheroids, it seems that the cementite spheroidization goes through a transitive state, corresponding to lamellae with a length about 0.3 μm and width about 0.02 μm . Further investigation is needed to confirm this last result, in particular to check its robustness to the criterion applied for discriminating lamellae from spheroids.

Concerning the practically important issue of the relation between the spheroidization and the hardness of the steel, our results globally confirm the relevance of morphological parameters such as the DeHoff shape factor F or the lamellar ratio L_{ratio} . Surprisingly, the relevance of these parameters holds also for cold-rolled steels, which are subject to ferrite recrystallization. At the beginning of the transformation, the DeHoff shape factor F seems to be more sensitive to the cementite spheroidization than the lamellar ratio L_{ratio} . Lamellar ratio is found to be proportional to the hardness of the samples throughout the entire spheroidization process.

ACKNOWLEDGEMENT

N.N. is grateful to the Centre de Recherches Métallurgiques (Liège, Belgium) for a research grant; CJG is a postdoctoral researcher of the Fonds National de la Recherche Scientifique (F.R.S.-FNRS, Belgium).

Annexe K : Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles (Image Anal Stereol 2010;29:91-98)

NUTAL N ET AL: *Image analysis of pearlite spheroidization: morphological characterization of cementite*

The authors are also obliged to Dr. Catherine Henrist for her help when using the electron microscope facilities (Cellule d'Appui Technologique en Microscopie, University of Liège, Belgium). Support from the Belgian research program "Poles d'Attraction Inter-Universitaires" PAI 6/17 is also acknowledged.

REFERENCES

- Caballero FG, de Andres CG, Capdevila C (2000). Characterization and morphological analysis of pearlite in a eutectoid steel. *Mater Charact* 45:2:111-6.
- Chattopadhyay S, Sellars CM (1977). Quantitative measurements of pearlite spheroidization. *Metallography* 10: 89-105.
- DeHoff RT (1964). The determination of the geometric properties of aggregates of constant-size particles from counting measurements made on random plane section. *Trans AIME* 230:764-9.
- Elwazri AM, Wanjara P, Yue S (2005). The effect of microstructural characteristics of pearlite on the mechanical properties of hypereutectoid steel. *Mater Sci Eng A* 404:91-8.
- Elwazri AM, Wanjara P, Yue S (2006). Empirical modelling of the isothermal transformation of pearlite in hypereutectoid steel. *Mater Sci Technol* 22:542-6.
- Fischmeister HF (1974). Shape factors in quantitative microscopy. *Z Metallkd* 65:558-62.
- Gomes MDMD, de Almeida LA, Gomes LCFC, Le May I (1997). Effects of microstructural parameters on the mechanical properties of eutectoid rail steels. *Mater Charact* 39:1-14.
- Krauss G (2005). *Steels: Processing, Structure, and Performance*. Ohio: ASM International.
- Lindsley A, Marder AR (1997). The morphology and coarsening kinetics of spheroidized Fe-C binary alloys. *Acta Mater* 46:341-51.
- O'Brien JM (2000). PhD Thesis: Spheroidizing of medium carbon steels. University of Michigan.
- O'Brien JM, Hosford WF (2002). Spheroidization cycles for medium carbon steels. *Metall Mater Trans A* 33:1255-61.
- Otsu N (1979). A threshold selection method from gray-level histograms. *IEEE Trans Syst Man Cyber* 9:62-6.
- Russ JC (2006). *The image processing handbook*. Boca Raton: CRC Press.
- Sakuma T, Watanabe N, Nishizawa T (1980). The effect of alloying element on the coarsening behaviour of cementite particles in ferrite. *Trans Jim* 21:159-68.
- Soille P (1999). *Morphological image analysis*. Berlin, Heidelberg, New-York: Springer-Verlag.
- Tian YL, Kraft RW (1987). Kinetics of pearlite spheroidization. *Metall Mater Trans A* 18A:1359-69.

Annexe L : Logiciel d'analyse d'images ASAP !

Durant l'année écoulée, nous avons fait fructifier les acquis obtenus concernant l'analyse d'images de la perlite. Ainsi, les scripts utilisés pour analyser la cémentite ont été modifiés et intégrés à un logiciel exécutable. Celui-ci est nommé ASAP ! (Advanced software for analysis of pearlite). Une capture d'écran est donnée à la Fig. 176.

Ce logiciel est à présent utilisé par les chercheurs d'Arcelor-Mittal Gandrange pour caractériser la microstructure de la perlite.

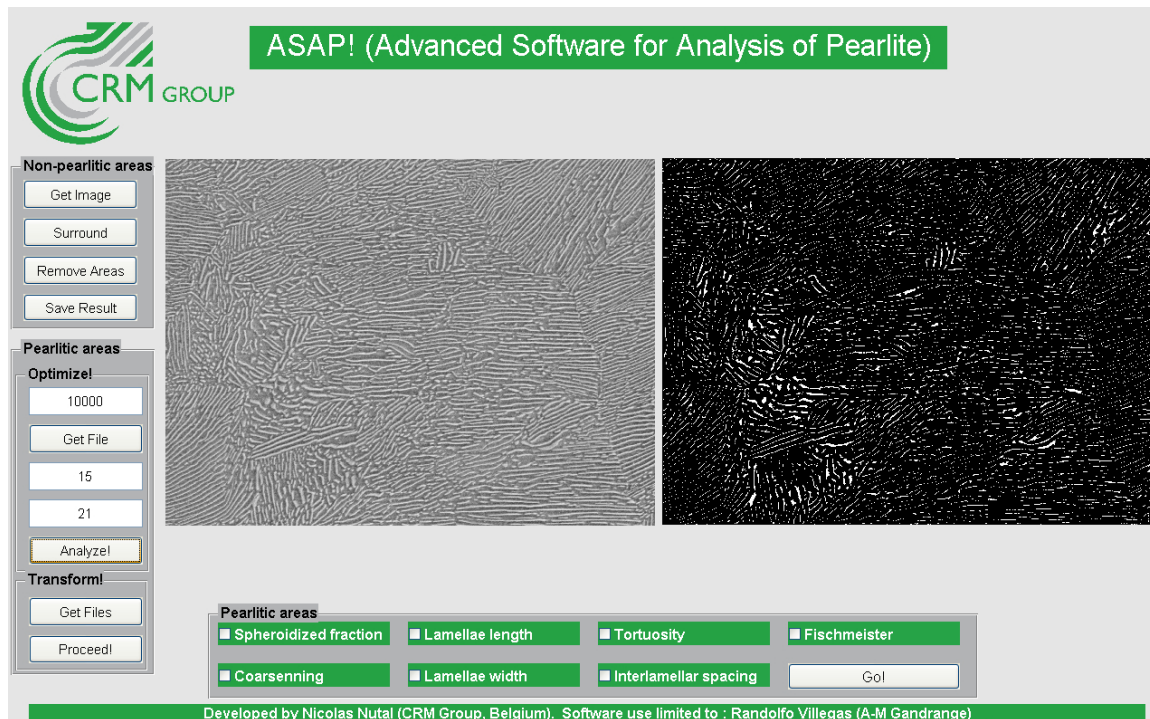


Fig. 176 : Capture d'écran du logiciel ASAP!

Ce logiciel se veut simple à prendre en main.

Ainsi, il permet de sélectionner facilement dans les images les zones non-perlitiques. La fraction en aire de celles-ci est alors déterminée. Ensuite, l'utilisateur optimise les paramètres d'analyse d'images pour obtenir une image segmentée de l'image d'origine. Ce logiciel peut traiter les images par lots ce qui résulte en un gain de temps appréciable.

Une fois les images traitées, la perlite est caractérisée. Le logiciel peut ainsi mesurer :

- La fraction sphéroïdisée,
- Le mûrissement des globules,
- Le facteur f de Fischmeister,
- La longueur et la largeur des lamelles,
- La tortuosité des lamelles,
- L'espace inter-lamellaire.