



HAL
open science

Nouvelle loi phénoménologique de l'adoucissement d'un acier à outil au cours du revenu, application en fatigue thermique

Sylvain Jean, Brice Miquel, Farhad Rezai-Aria, Christophe Levailant

► **To cite this version:**

Sylvain Jean, Brice Miquel, Farhad Rezai-Aria, Christophe Levailant. Nouvelle loi phénoménologique de l'adoucissement d'un acier à outil au cours du revenu, application en fatigue thermique. Bulletin du cercle d'études des métaux, 2000, 17 (1), p.V1-V8. hal-01847829

HAL Id: hal-01847829

<https://hal.science/hal-01847829>

Submitted on 28 Oct 2020

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

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

NOUVELLE LOI PHÉNOMÉNOLOGIQUE DE L'ADOUCCISSEMENT D'UN ACIER À OUTIL AU COURS DU REVENU Application en fatigue thermique

S. Jean, B. Miquel, C. Levallant et F. Rézaï-Aria

Centre de Recherches Outillage, Matériaux et Procédés (CROMeP) – École des Mines d'Albi Carmaux

NEW PHENOMENOLOGICAL LAW OF THE SOFTENING OF A TOOL STEEL DURING ANNEALING. APPLICATION TO THERMAL FATIGUE

ABSTRACT : Among other loadings, hot-work tool steels are subjected to fast (few seconds) and large range (over 600 °C) temperature cycles. In addition to oxidation, this implies that mechanical evolutions are due to both thermomechanical fatigue and thermal softening. Among mechanical properties, hardness is widely used, as it is related to metallurgical characterisation of tool steels. For example, estimation of maximum temperature sustained by critical parts of tools is often done through measured hardness of a die associated with tempering resistance properties of the steel. This assumes that hardness evolution does not depend on mechanical straining. Furthermore, hardness is never expressed as an explicit function of time and temperature, though it is supposed to be so.

In this paper, we suggest a new model which is such an explicit function. This model is based on the observation of evolutions of hardness during tempering. It is written thanks to four boundary conditions of the evolution of hardness with time and temperature, and the mathematical principles on which time-temperature equivalence is based. Direct experimental verifications lead then to a complete validation of the model in that particular case, that is the mathematical form of the function and values of the constants. The general shape of the model is :

$$\Delta H_v(t, T) = \Delta H_{v_f} \frac{t}{t + Ke^{\frac{Q}{RT}}}$$

It is verified in the case of the tempering of a 5% chromium steel with initial hardness 485 Hv :

$$\Delta H_v(t, T) = -215 \frac{t}{t + 1,564 \cdot 10^{-10} \times e^{\frac{246302}{RT}}}$$

It is shown that constants have physical related values. Furthermore, the model we suggest leads to a formulation of the well known heat treatments parameters as functions of the desired hardness and the constants related to the thermoactivated processes like Jaffe's one. For example,

$$P_{HJ} = te^{-\frac{Q}{RT}}$$

means that all the couples of values (t,T) which implies the same value of

$$P_{HJ} = te^{-\frac{Q}{RT}}$$

give the same heat treatment result, which is the hardness in that case. Thanks to our model, we can show that

$$te^{-\frac{Q}{RT}} = \frac{\Delta H_{v_i} K}{\Delta H_{v_f} (1 - \frac{\Delta H_{v_i}}{\Delta H_{v_f}})}$$

with ΔH_v , the desired evolution of hardness. Maynier parameter and Murry parameter are also shown to be such functions, but with particular shape. So, though the shape of this model has been suggested only by a phenomenological method, it can be seen that it is in agreement with existent parameters. In fact, it gives them a physical interpretation which tends to unify them all into a single model in any case where the model is proved to be valid. Using this model allows the evaluation of the maximum temperature sustained by the material assuming that only time and temperature are involved in the evolution of hardness. If one knows the thermal history (number of cycles N, exposure time per cycle Δt) and the measured hardness H_{v_p} , then the temperature at which it is necessary to heat the material is

$$T = \frac{Q}{R \ln \left[\frac{N \cdot \Delta t}{K} \left(\frac{\Delta H_{v_f}}{\Delta H_v} - 1 \right) \right]} \text{ (in Kelvin).}$$

Using this model makes it also possible to show that thermomechanical straining has a strong influence on the evolution of hardness. In the case of our thermal fatigue experiment, we show that a modification of the activation energy is not enough to explain the influence of thermal straining. If one would search for the maximum temperature sustained by the thermal fatigue specimens using only time-temperature process kinetic, the error made may be as great as 200 °C, though the experimental maximum temperature has been set to 650 °C.

KEY WORDS : Thermal fatigue, hardness, tool steel.

RÉSUMÉ : L'équivalence temps-température est un concept général des cinétiques des processus thermiquement activés, qui s'appuie sur les formulations mathématiques maintenant bien connues des paramètres de traitement thermique, de type Hollomon et Jaffe ou de type Maynier. Mais, ces paramètres ne sont pas des fonctions explicites de la dureté, c'est-à-dire que nous ne connaissons pas de loi générale

d'évolution de la dureté au cours du temps par revenu isotherme. De plus, cette équivalence établie en statique (sans contrainte) est parfois appliquée pour rechercher la température subie par un outil soumis à des sollicitations thermomécaniques à partir d'une évaluation du cycle thermique et d'une courbe maîtresse de revenu. Nous proposons et démontrons dans un cas particulier une nouvelle loi phénoménologique

fondée sur l'équivalence temps-température, qui explicite la relation dureté-temps-température et qui unifie les écritures existantes. Cette loi permet de démontrer que l'évolution de la dureté en fatigue thermique ne peut pas être prévue par la seule résistance au revenu du matériau. Ainsi, évaluer le cycle thermique subi en peau par une éprouvette de fatigue thermique à partir de la dureté, de la durée d'exposition et de la résistance au revenu peut faire commettre une erreur de 200 °C.

MOTS CLÉS : Fatigue thermique, dureté, acier à outil.

En forge à chaud, il est généralement admis que la fatigue thermique est la cause du faïençage. Sous sollicitation cyclique, la microstructure du type des aciers à outils à 5 % de chrome est susceptible d'évoluer, impliquant une modification des propriétés mécaniques. De plus, les amplitudes de température que l'on pense être appliquées en forge à chaud sont de l'ordre de 600 °C [1-5], à partir d'une température basse qui n'est jamais l'ambiante. Dans ces conditions, l'exposition thermique est aussi un facteur d'évolution des propriétés mécaniques.

La fatigue thermique dans le domaine de la forge à chaud comprend donc deux processus influant sur l'évolution des propriétés mécaniques, dont la dureté fait partie. Or, depuis 1945 [6], certains auteurs, en particulier dans le domaine des traitements thermiques, ont proposé des modèles établis sur le concept d'équivalence temps-température. Les paramètres proposés sont des formules mathématiques combinant le temps « t » et la température « T » de telle sorte que tout couple (t, T) donnant la même valeur de ce paramètre correspond au même traitement thermique, et par exemple à la même dureté. Pour vérifier ces formules, puis pour rechercher la valeur de l'énergie d'activation Q , il est nécessaire de réaliser des interpolations entre les points expérimentaux, car ceux-ci ne donnent que par hasard la même dureté. De plus ces paramètres sont des fonctions « implicites » de la dureté, c'est-à-dire qu'ils en dépendent, mais de manière inconnue. En nous appuyant sur ces mêmes concepts d'équivalence temps-température, nous avons déterminé une expression complète et explicite $Hv(t, T)$, qui ne nécessite aucune interpolation ni pour l'étape de vérification ni pour celle d'identification. Nous verrons que cette formulation permet de donner aux paramètres existants une signification physique, c'est-à-dire de montrer qu'ils sont effectivement eux-mêmes des fonctions explicites de la dureté recherchée et des constantes du processus.

Enfin, nous verrons que l'application de cette formulation aux évolutions de dureté en fatigue thermique permet de mettre en lumière les différences caractéristiques avec les évolutions sous sollicitation thermique homogène. Nous verrons que ces différences peuvent induire des erreurs importantes lorsque l'on ne met l'évolution de la dureté subie en service que sur le compte de l'adoucissement thermique.

Matériau et conditions expérimentales

L'acier étudié est le X38CrMoV5 (AISI H11), traité à 47HRc5, élaboré par la société Aubert et Duval. Sa composition massique nominale est 0,4 % de C, 5,05 % de Cr, 1,25 % de Mo, 0,47 % de V et 0,92 % de Si. Le traitement thermique consiste en une austénitisation 1 h à 990 °C, refroidissement à l'air, premier revenu 1 h à 550 °C et deuxième revenu 1 h à 603 °C, qui permet d'obtenir la dureté voulue.

Revenu isotherme

Les expériences de revenus isothermes ont été conduites sur des échantillons parallélépipédiques de dimension 10 × 10 × 5 (en mm). À 200 g, la dureté Vickers initiale moyenne est de 485 Hv, avec une incertitude de 5 %. Les revenus ont été effectués entre 600 et 750 °C, avec des durées comprises entre 2,5 et 100 h, plus une expérience de 300 h à 600 °C. Les échantillons sont placés dans un four préchauffé à la température voulue. Dans les durées d'expérience, il a été tenu compte de la montée en température, mesurée par thermocouple K soudé en surface. Les mesures ont été effectuées après abrasion de 0,2 mm à partir d'une surface oxydée, puis polissage jusqu'au micromètre.

Fatigue thermique

Les expériences de fatigue thermique ont été conduites sur des échantillons axisymétriques [7]. La zone utile de 40 mm de long a un diamètre externe de 40 mm et un diamètre interne de 26 mm. La surface externe de l'échantillon est chauffée par induction pendant 6 s par cycle, et refroidie par air comprimé pendant 15 s (pression 6 bars). La température de surface varie de 50 à 650 °C. *Il n'y a pas de maintien à la température maximum.* L'intérieur de l'éprouvette est parcouru par un courant d'eau continu (15 L.min⁻¹).

Quatre essais ont été menés, respectivement à 150, 500, 2700 et 6500 cycles. La dureté initiale de ces quatre éprouvettes est de 496 Hv_{0,2} ± 10, soit 2 %, ce qui est inférieur à l'incertitude sur cette mesure. Le premier point de dureté se situe à 50 μm de la surface oxydée, et la distance entre deux points de mesure est de 100 μm. Le résultat pour chaque éprouvette est une filiation de dureté en fonction de la profondeur, qui est la moyenne de quatre filiations pratiquées au milieu de l'éprouvette. L'écart type sur cette moyenne se révèle être compris entre 2 et 7 %, ce qui est du même ordre que l'incertitude de mesure.

Par calcul [7], il a été montré qu'à une profondeur donnée d'une éprouvette, le cycle thermique et l'amplitude de déformation mécanique totale restent inchangés tout au long du cyclage. Par conséquent, l'évolution de dureté d'une éprouvette à l'autre observée à une même profondeur est bien l'évolution de la dureté en fonction du nombre de cycles pour un cycle thermique et un cycle mécanique donnés.

Formulation phénoménologique du revenu isotherme

Conditions aux limites

On note $Hv(t, T)$ la dureté après exposition pendant la durée t à la température T , Hv_0 la dureté initiale et $\Delta Hv(t, T)$ l'évolution de dureté correspondante, soit $\Delta Hv(t, T) = Hv(t, T) - Hv_0$. Les résultats obtenus sont regroupés dans la figure 1. Le résultat obtenu après 300 h à 600 °C est donné à part sous le graphique.

Pour déterminer une formule explicite $Hv(t, T)$, nous nous sommes basés sur l'observation des caractéristiques graphiques des résultats expérimentaux obtenus, puis sur leur traduction mathématique. On observe qu'à mesure que la température baisse, il devient difficile de faire évoluer la dureté. Donc, quelle que soit la durée de traitement thermique, la baisse de dureté tend vers zéro lorsque la température décroît. Cela est formulé par la condition 1.

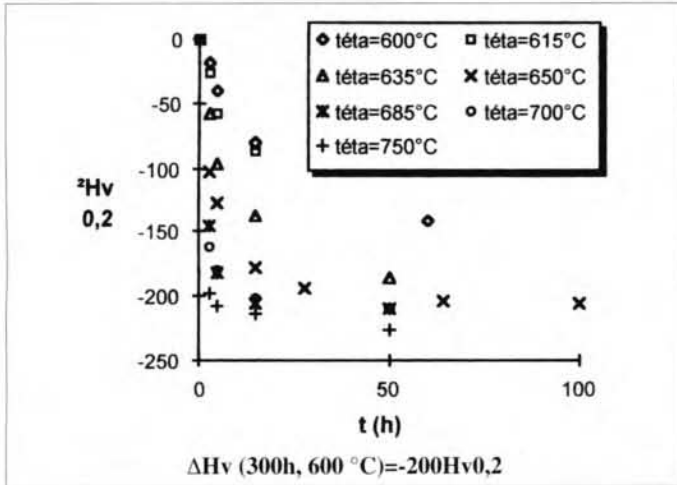


Fig. 1 - Chutes de dureté de l'acier X38CrMoV5 en revenu isotherme à partir de 485Hv0,2.

Fig. 1 - Hardness drop from 485HV0,2 of X38CrMoV5 steel after isothermal heating.

Quelle que soit la température, la baisse de dureté après un traitement thermique de durée nulle doit être nulle. Cela est formulé par la condition 2.

Il semble que, pour des durées infinies, il existe une valeur de dureté commune à toutes les températures choisies. Quelle que soit la température, lorsque le traitement thermique dure infiniment longtemps, la dureté tend vers une asymptote, dont on suppose qu'elle représente la dureté à l'état recuit (condition 3).

Si la température utilisée est très élevée, il faut une durée très faible pour obtenir cette même asymptote. Autrement dit lorsque la température tend des valeurs extrêmes, la dureté tend vers la valeur asymptotique au bout d'une durée quelconque (c'est la condition 4).

$$\forall t, \Delta H_{v_{T \rightarrow 0}} \rightarrow 0 \quad (1)$$

$$\forall T, \Delta H_{v_{t \rightarrow 0}} \rightarrow 0 \quad (2)$$

$$\forall T, \Delta H_{v_{t \rightarrow \infty}} \rightarrow \Delta H_{v_f} \quad (3)$$

$$\forall t, \Delta H_{v_{T \rightarrow \infty}} \rightarrow \Delta H_{v_f} \quad (4)$$

avec ΔH_{v_f} l'évolution asymptotique de dureté.

Équivalence temps-température et formulation complète

Les formulations existantes de l'équivalence temps-température établissent un rapport entre l'influence mathématique du temps et celle de la température.

Lorsque l'influence du temps est linéaire, alors l'influence de la température est exponentielle (c'est le paramètre d'Hollomon et Jaffe, $P_{HJ} = te^{-Q/RT}$). Si l'influence du temps est logarithmique, alors l'influence de la température est linéaire; c'est le paramètre de Maynier:

$$P_m = \frac{1}{\frac{1}{T} - \frac{R}{Q} \ln\left(\frac{t}{t_0}\right)}$$

avec pour les deux, Q l'énergie d'activation du processus thermiquement activé apparent, R la constante des gaz parfaits, T la température en Kelvin et t le temps en seconde ($t_0 = 1$). De manière à satisfaire aux conditions aux limites, et à tenir comp-

te de l'équivalence temps-température telle qu'elle est établie, nous posons l'équation suivante :

$$\Delta H_{v(t, T)} = \Delta H_{v_f} \frac{t}{t + Ke^{\frac{Q}{RT}}} \quad (5)$$

On note que c'est une fonction hyperbolique du temps, qui tend vers la valeur finie ΔH_{v_f} quand le temps tend vers l'infini, quelque soit la température (condition 3).

On note aussi que, lorsque T tend vers l'infini, la fonction $\Delta H_{v(t, T)}$ tend vers la fonction constante temps et de la température $\Delta H_{v(t, T)} = \Delta H_{v_f}$ (condition 4). De plus, lorsque t tend vers 0, toutes les fonctions $\Delta H_{v(t, T)}$ tendent vers 0 (condition 2).

Enfin, lorsque T tend vers 0, la fonction $H_{v(t, T)}$ tend vers la fonction nulle (condition 1).

Méthode de vérification

Si $t \neq 0$, $\Delta H_{v} \neq 0$ et $\Delta H_{v_f} \neq 0$, alors le modèle proposé est mathématiquement équivalent à :

$$\frac{1}{\Delta H_{v}} = \frac{1}{\Delta H_{v_f}} + \frac{Ke^{\frac{Q}{RT}}}{\Delta H_{v_f}} \times \frac{1}{t} \quad (6)$$

Les relations mathématiques développées ci-dessus permettent donc d'écrire que l'équation (5) est valable si et seulement si :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{1}{\Delta H_{v}}(t, T) = b + a \cdot \frac{1}{t}, \text{ avec } \frac{\partial b}{\partial T} = 0 \end{array} \right. \quad (7)$$

$$\Delta H_{v(0, T)} = 0 \quad (8)$$

$$\Delta H_{v_f} \neq 0 \quad (9)$$

L'équation 8 étant vérifiée pour toutes les expériences, nous ne l'évoquerons plus.

L'équation 9 est vérifiée tant que les conditions initiales sont différentes des conditions finales, ce qui sera toujours le cas. Nous la considérerons donc comme vérifiée aussi.

Première étape de vérification

Pour vérifier l'existence de l'équation 7, il suffit, pour chaque série de mesures réalisée à $T = T_0$ (T_0 quelconque dans toute la gamme expérimentale explorée) de prendre toutes les mesures (points $T_0, t, \Delta H_{v(t, T_0)}$), de calculer $1/\Delta H_{v(t, T_0)}$ et $1/t$, et de vérifier si ces courbes

$$\frac{1}{\Delta H_{v(t, T_0)}} = f\left(\frac{1}{t}\right)$$

sont ou non des droites. Si tel est le cas, alors nous pouvons écrire, pour toutes les températures T_0 :

$$\frac{1}{\Delta H_{v(t, T_0)}} = b(T_0) + a(T_0) \cdot \frac{1}{t}$$

Dès lors, il est montré que les fonctions $\Delta H_{v(t, T_0)}$ sont des fonctions hyperboliques du temps, de la forme :

$$\Delta H_{v(t, T_0)} = \frac{t}{b(T_0)t + a(T_0)}$$

Deuxième étape de vérification

Il suffit de regarder si $b(T_0)$ dépend ou non de la température. Si ce n'est pas le cas, alors nous pourrions écrire $\Delta H_{v(t, T)}$ sous la forme :

$$\Delta H_{v(t, T_0)} = \frac{1}{b} \frac{t}{t + \frac{a(T_0)}{b}}$$

On voit que $1/b$ représente l'inverse de l'évolution asymptotique de dureté.

La vérification se fait donc en deux étapes: les points expérimentaux

$$\frac{1}{\Delta H_v(t, T_0)} = f_{T_0}\left(\frac{1}{t}\right)$$

forment-ils une droite à toute température et si oui, les ordonnées à l'origine trouvées à chaque température sont-elles égales les unes avec les autres ?

Troisième étape de vérification

Si les deux précédentes sont franchies, alors il faut examiner la valeur de $1/b$ pour savoir si elle représente une dureté compatible avec les valeurs connues de la structure recuite.

Si oui, on peut finir par l'identification des constantes Q et K . Pour cela, il faut d'abord vérifier que l'expression du processus thermiquement activé est convenable. Autrement dit, il faut vérifier si $[a(T)]/b$ est de la forme $Ke^{Q/RT}$. Pour cela, il suffit de vérifier si

$$\ln\left(\frac{a(T)}{b}\right) = f\left(\frac{1}{T}\right)$$

est une droite.

Application, première et deuxième étapes

La valeur de a , b , du coefficient de corrélation r^2 , ainsi que $1/b$ et a/b sont données dans le tableau I. La corrélation est moins bonne à 750 °C, mais il faut observer qu'à cette température, les évolutions de dureté sont très rapides devant les durées d'expériences choisies, de sorte que la détermination de « a » en particulier est plus difficile. Des expériences complémentaires à des durées plus courtes seraient nécessaires mais alors, la durée de montée en température deviendrait significative devant la durée totale d'exposition. Nous ne pourrions plus parler d'expériences isothermes. Donc,

$$\frac{1}{\Delta H_v(t, T_0)} = f\left(\frac{1}{t}\right)$$

sont des droites, donc l'évolution de la dureté avec le temps au cours d'un chauffage isotherme est une hyperbole.

Application, troisième étape

On observe aussi que « b » ne dépend pas de la température. Donc, on confirme mathématiquement sur cette application qu'il existe une asymptote indépendante de la température. De plus, $1/b$ vaut $-215 \text{ Hv} \pm 10$, soit 4,7%, ce qui est du même ordre que l'incertitude de mesure. Compte tenu de la dureté initiale, la dureté à l'infini est de 270 Hv, ce qui est 20% de plus que la dureté à l'état recuit. On peut donc conclure

Tableau I - Constantes des fonctions $1/\Delta H_v$ en fonction de $1/t$.

Table I - Constants in the functions $1/\Delta H_v$ vs. $1/t$.

T (K)	a	b	r ²	1/b	a/b
873	-423,41	-0,0043	99,32	-233	98 467
908	-106,99	-0,0049	99,55	-204	21 835
923	-46,05	-0,0048	98,63	-208	9 594
958	-19,98	-0,0046	98,48	-217	4 243
973	-13,74	-0,0047	99,00	-213	2 923
1 023	-5,29	-0,0045	91,49	-222	1 176

qu'avec une bonne approximation, l'ordonnée à l'origine de ces modèles représente bien la dureté de la nuance à l'état recuit. Cette fonction mathématique révèle une constante dont la valeur est physiquement admissible.

Dans la figure 2, on porte $\ln(a/b) = f(1/t)$. On note que cette fonction est bien linéaire, donc $a/b = Ke^{Q/RT}$. Autrement dit, l'expression du processus thermiquement activé a été correctement placée dans ces fonctions hyperboliques du temps. On trouve alors $Q = 246\,302 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$, et $K = 1,546.10^{-10} \text{ s}$.

Dans la figure 3, on porte les valeurs de ΔH_v calculées en fonction de ΔH_v mesurées, en superposant « $y = x$ », « $y = x + 15$ » et « $y = x - 15$ », 15 correspondant à une incertitude absolue représentative. On note une bonne précision du modèle. Nous proposons donc que l'évolution de la dureté de l'acier X38CrMoV5 après revenu à partir de 485 Hv0,2 s'écrit :

$$\Delta H_v(t, T) = -215 \frac{t}{t + 1,564.10^{-10} \times e^{\frac{246302}{RT}}} \quad (10)$$

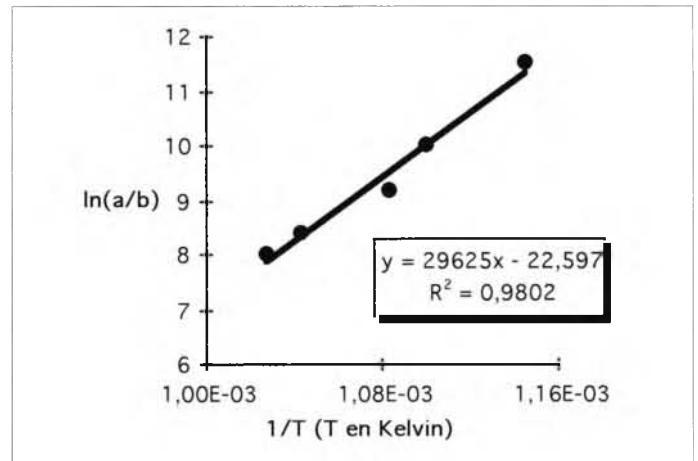


Fig. 2 - $\ln(a/b) = f(1/T)$.

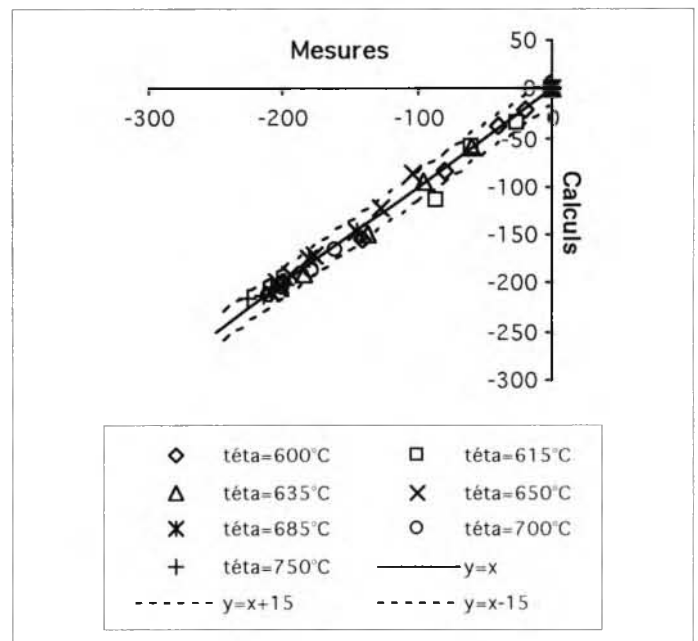


Fig. 3 - Chute de dureté calculée en fonction de la chute de dureté mesurée.

Fig. 3 - Calculated hardness drop as a function of the measured hardness drop.

Évolution de dureté en fatigue thermique

Il faut noter que pour chaque éprouvette, toutes de même géométrie et testées dans les mêmes conditions, l'amplitude de déformation totale et le cycle thermique sont indépendants du nombre de cycles pour une profondeur donnée [7]. Autrement dit, les différences de dureté d'une éprouvette à l'autre mais à la même profondeur constituent bien la cinétique d'évolution de dureté en fonction du nombre de cycles.

La figure 4 montre, à différentes profondeurs, l'évolution de la dureté en fonction du nombre de cycles. Dans toutes les expériences, l'équation 8 est vérifiée.

Dans la figure 5, nous portons $1/\Delta H_v$ en fonction de $1/t$ pour chaque profondeur de mesure. La durée considérée ici est le nombre de cycles multiplié par la durée pendant laquelle le matériau subit une température supérieure à 550 °C à chaque cycle. Cela a été évalué par calcul aux éléments finis [7]. On observe une variation linéaire.

Dans le tableau II, nous portons le résultat de l'identification de ces droites, de la même manière que précédemment. On observe une bonne corrélation, suggérant que le processus global d'évolution de dureté par fatigue thermique suit une évolution hyperbolique tout comme en vieillissement isotherme. Par contre, après identification des nouveaux paramètres « a » et « b », on observe que l'évolution asymptotique de dureté dépend de l'endroit considéré.

Plus précisément, l'amplitude de l'évolution asymptotique de dureté augmente à mesure que l'on s'approche de la surface, donc à mesure que le niveau de sollicitation mécanique et la température augmentent. C'est là une différence fondamentale avec les cinétiques de revenu sans contrainte. Si la différence entre l'évolution de dureté sous sollicitation cyclique et l'évolution de dureté en revenu isotherme était une simple modification de l'énergie d'activation (différente selon le niveau de sollicitation), alors la formulation proposée permettrait de l'observer directement sur les points expérimentaux :

nous observerions une ordonnée à l'origine invariante. Comme ce n'est pas le cas, on peut donc affirmer que la sollicitation cyclique intervient de manière plus complexe sur l'évolution de la dureté.

Discussion

Relation avec les paramètres d'équivalence temps-température

Le modèle est proposé sur une caractérisation phénoménologique des courbes de pertes de dureté. Il est vérifié dans un cas expérimental, et il est essentiel de noter que tout ce qui est dit ici n'est pas considéré par les auteurs comme extrapolable à une situation dans laquelle la démonstration de la validité du modèle proposé n'a pas été clairement vérifiée.

Comme une énergie d'activation apparente unique peut être retenue dans cette gamme de température, on peut comparer l'expression trouvée avec celle des paramètres d'isodureté connus.

Tout couple (t, T) tel que

$$\Delta H_{v_1} = \Delta H_{v_f} \frac{t}{t + Ke^{\frac{Q}{RT}}}$$

représente un traitement thermique tel qu'au bout de la durée t à la température T , la dureté H_{v_1} sera obtenue à partir de la dureté initiale H_{v_0} . Ainsi, ce modèle d'évolution de dureté peut être lu d'une manière analogue aux paramètres de traitement thermiques, mais il faut vérifier si l'on aboutit au même critère.

Ainsi, la transformation de l'équation 5 permet de montrer que pour obtenir une certaine dureté H_{v_1} , donc une évolution $\Delta H_{v_1} = H_{v_1} - H_{v_0}$, et si $\Delta H_{v_f} \neq \Delta H_{v_1}$ tout couple (t, T) tel que

$$te^{-\frac{Q}{RT}} = \frac{\Delta H_{v_1} K}{\Delta H_{v_f} \left(1 - \frac{\Delta H_{v_1}}{\Delta H_{v_f}}\right)}$$

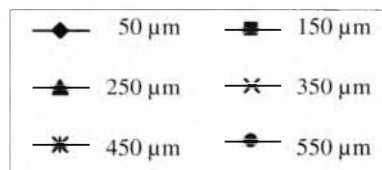
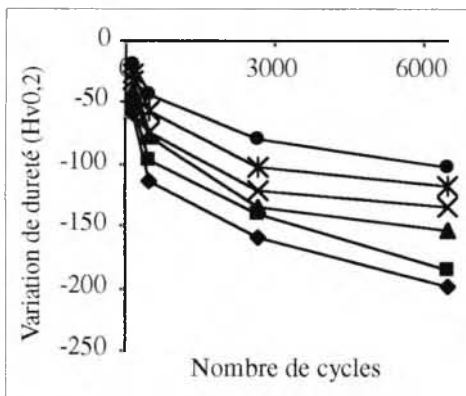


Fig. 4 - Évolution de la dureté en fatigue thermique.

Fig. 4 - Hardness evolution during thermal fatigue.

Fig. 5 - $1/\Delta H_v$ en fonction de $1/t$ en fatigue thermique.

Fig. 5 - $1/\Delta H_v$ versus $1/t$ during thermal fatigue.

Tableau II - linéarité de $1/\Delta H_v$ en fonction de $1/t$ en fatigue thermique.

Profondeur (μm)	a	b	r ²	1/b	a/b
50	- 6,4563	- 0,0052	99,89	- 192	1242
150	- 7,9097	- 0,0058	99,82	- 172	1364
250	- 10,133	- 0,0066	99,89	- 151	1535
350	- 14,062	- 0,0067	99,32	- 149	2099
450	- 16,856	- 0,0082	99,25	- 121	2056
550	- 24,295	- 0,0096	99,59	- 104	2531

Table II - linearity of $1/\Delta H_v$ vs $1/t$ for thermal fatigue.

convient. C'est là le principe et la définition du paramètre d'Hollomon et Jaffe. Par identification, ce paramètre s'écrit donc

$$P_{HJ}(Hv_1) = \frac{\Delta Hv_1 K}{1 - \frac{\Delta Hv_1}{\Delta Hv_f}}$$

De la même manière, le paramètre de Maynier peut s'écrire

$$P_M = \frac{Q}{R} \frac{1}{\ln \left(\frac{1 - \frac{\Delta Hv_1}{\Delta Hv_f}}{K \frac{\Delta Hv_1}{\Delta Hv_f}} \right)}$$

Enfin, G. Murry [6] écrit que dans le cas où la précipitation et/ou la coalescence des carbures spéciaux sont les processus dominants, alors l'équivalence temps-température s'écrit $\ln(t) = Q/RT + f(Hv_1)$. Cette fonction «*f*» relie l'équivalence temps-température à la dureté voulue Hv_1 , et indique clairement que le paramètre de traitement thermique est une fonction de la dureté recherchée. Mais, dans [6], cette fonction n'est pas explicitée. Nous montrons qu'en fait,

$$f(Hv_1) = \ln \left(K \frac{\Delta Hv_1}{\Delta Hv_f - \Delta Hv_1} \right).$$

On voit donc que, tant que l'expression que nous proposons est vérifiée sur le cas expérimental étudié, tous ces paramètres peuvent en être déduits, c'est-à-dire que l'équation 5 en constitue une unification. D'autre part, nous proposons que ces paramètres sont des fonctions des constantes du processus thermiquement activé apparent responsable de l'évolution de la dureté, ainsi que de l'évolution asymptotique de dureté, reliant la dureté de l'état recuit avec la dureté initiale.

Les constantes et leurs valeurs

Dans la gamme de température choisie, la précipitation et/ou la coalescence des carbures spéciaux sont les processus prépondérants [6, 8-10]. Leur cinétique est limitée par la diffusion des éléments d'alliages (Mo, Cr, V), dont l'énergie d'activation dans le fer α est comprise entre 235 500 et 274 000 J.mol⁻¹.K⁻¹ [11]. Dans l'hypothèse où la dureté est une variable d'état de ces processus de diffusion, on peut conclure que la valeur de Q proposée est correcte, puisqu'elle est comprise entre les deux valeurs mentionnées.

La présence du facteur K dans cette équation est cohérente avec la description théorique des processus thermiquement activés en général. Ceux-ci sont en effet complètement décrits par une énergie d'activation de type Arrhenius et une fréquence propre, comme dans le cas de D_0 pour un coefficient de diffusion $D = D_0 e^{Q/RT}$. K représente la valeur de la constante de temps caractéristique de la perte de dureté lorsque la barrière d'activation (RT) est négligeable devant l'énergie apportée (Q). Elle vaut ici $1,564 \cdot 10^{-10}$ s.

ΔHv_f représente l'asymptote en évolution de dureté. Cela indique donc un certain état d'équilibre atteint par la structure dans une certaine gamme de température à partir d'un état initial donné. Il ne s'agit pas forcément d'un état d'équilibre thermodynamique absolu, car il peut encore exister des états métastables. Par exemple, la gamme de température utilisée ne

permet pas de provoquer une austénitisation, après quoi un refroidissement lent donnerait une structure ferrito-perlitique différente. L'état asymptotique dans lequel se trouve la structure au terme de ces expériences est différent de cette dernière. Donc, ΔHv_f représente un état métastable de la structure différent de l'état initial. Cet état dépend du niveau et de la nature de l'énergie apportée.

En effet, l'énergie thermomécanique cyclique (fatigue thermique) conduit l'acier à une série d'états qui dépend du niveau de sollicitation et du cycle thermique (ordonnées à l'origine variable), alors que sous sollicitation isotherme, il existe dans nos expériences un état unique (ordonnée à l'origine indépendante de la température). C'est pourquoi il est naturel de rapprocher la valeur de l'asymptote à la dureté de la structure recuite en isotherme. La nature physique des états obtenus sous sollicitations thermomécaniques est plus complexe à saisir, demande une interprétation de la mesure de dureté, que nous discutons plus loin, des essais de fatigue isotherme et thermomécanique interrompus et des observations à fort grossissement. On peut noter que dans ce cas, la dureté des états asymptotiques obtenus par sollicitations thermomécaniques semble toujours supérieure à la dureté de l'état asymptotique obtenu par exposition isotherme.

On peut trouver [20] que le processus de fatigue n'aboutit visiblement pas à la formation de carbures représentatifs d'un état recuit. Ceci conforte notre observation, selon laquelle la variation asymptotique de dureté dépend du niveau de sollicitation dans l'éprouvette, et est différente de l'équilibre.

Importance quantitative des sollicitations thermomécaniques dans la perte de dureté

Nous pouvons faire une estimation des parts respectives de la résistance au revenu et du cyclage thermomécanique en supposant que ces contributions s'ajoutent. Pour cela, il suffit de calculer la différence entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées grâce à l'équation 10, et ce avec d'autant plus de confiance que nous avons montré que ces mesures et ces calculs sont tout à fait corrélés pour les expériences de revenu isotherme. Ce calcul est une indication de l'influence de la déformation cyclique, et ne constitue pas l'affirmation qu'en présence de sollicitation cyclique, il persiste un processus de revenu isotherme identique à celui identifié en statique.

On observe que jusqu'à 500 cycles dans notre cas, la contribution purement thermique est négligeable. L'évolution de la dureté est entièrement contrôlée par la sollicitation thermomécanique. Après 500 cycles, on observe que la contribution thermomécanique n'a plus d'influence, c'est-à-dire que la vitesse d'évolution de la dureté est exactement celle prévue par la cinétique établie en conditions statiques sans avoir besoin d'adapter les valeurs des coefficients. À 6 500 cycles, chaque contribution est de même valeur, c'est-à-dire que la perte totale de dureté mesurée est due à une cinétique de revenu pour 50 %, et à une cinétique liée au processus cyclique pour 50 % aussi.

On peut aussi mettre en évidence l'influence de la sollicitation thermomécanique en recalculant la température de surface à laquelle l'éprouvette doit être exposée pour que la perte de dureté mesurée soit entièrement attribuable à la résistance au revenu.

La formule proposée permet de faire directement ce calcul. En effet, si la dureté mesurée était entièrement attribuée à un pro-

cessus de revenu, la perte de dureté suivrait la loi établie, soit :

$$\Delta H_v = \Delta H_{v_f} \frac{t}{N \cdot \Delta t + K e^{\frac{Q}{RT}}}$$

avec ΔH_v la perte du dureté mesurée au bout de 6500 cycles, Q , R , ΔH_{v_f} et K les paramètres identifiés précédemment, N le nombre de cycles et Δt la durée d'exposition par cycle.

Donc, il suffit de renverser l'équation pour montrer que la température subie par la partie la plus chaude de l'éprouvette serait de :

$$T = \frac{Q}{R \ln \left[\frac{N \cdot \Delta t}{K} \left(\frac{\Delta H_{v_f}}{\Delta H_v} - 1 \right) \right]} \text{ en Kelvin} \quad (11)$$

Si on considère l'intervalle de temps Δt passé au-dessus de 550°C (3,6 s par cycle), le calcul de la température de surface donne 715°C. Cela signifie que, si l'on ne s'appuie que sur les cinétiques de revenu isotherme, la dureté constatée est la même que si la surface de l'éprouvette avait été chauffée à 715°C pendant 3,5 s à chaque cycle, alors qu'elle n'a atteint 650°C que pendant un très court laps de temps par cycle (température maximum, sans un temps de maintien). Un résultat d'expertise basée sur la dureté et la résistance au revenu ferait donc une erreur de 60°C environ, et sans tenir compte du cyclage. Si on considère que le laps de temps passé à la température maximum vaut 0,1 s, la température trouvée est de 846°C. Autrement dit, si on prend comme base la durée critique du choc thermique comme cela peut être fait en forge avec le contact outil-lopin, la dureté mesurée et la résistance au revenu, on fait une erreur de 200°C sur la température estimée. On voit par là que l'identification de température par la mesure de dureté et par la connaissance de la résistance au revenu, sur des objets ayant subi des sollicitations thermomécaniques, peut aboutir à des erreurs importantes.

Aspect qualitatif : dureté et structure

L'hypothèse sous-jacente à l'interprétation des constantes trouvées et du changement mis en évidence lors du passage en fatigue thermique consiste à poser que la dureté est une variable d'état de la microstructure, après fatigue, et après revenu isotherme. La question est donc double : quels processus principaux caractérisent ces microstructures, et la mesure choisie est-elle adaptée à l'appréhension de ces processus.

Lors du revenu, la diffusion des éléments d'alliage est prépondérante car elle contrôle la cinétique d'évolution physico-chimique des carbures, phénomène principal. La dureté peut donc être considérée comme une variable d'état du revenu si on peut montrer qu'il existe une relation univoque entre cette mesure et l'avancement des processus de diffusion. C'est le cas en matière d'énergie d'activation. Mais on peut trouver, par exemple en comparant les résultats de B. Lethinen [9] et H. Modin [10], des écarts de dureté sur des aciers semblables sièges d'un même processus majoritaire, en l'occurrence la précipitation des carbures de vanadium. Les conditions d'austénitisation sont semble-t-il en cause, car la quantité de vanadium remis en solution par redissolution des carbures, donc disponible pour précipiter les carbures fins, est différente dans les deux cas. Il est donc nécessaire d'adopter une certaine prudence dans l'utilisation de la dureté, et en particulier en fonction des conditions initiales. L'écriture en évolution de dureté, et non en valeur absolue, peut contribuer à diminuer le risque.

D'autre part, d'autres processus sont présents lors de tels revenus, et en particulier l'évolution de la structure de dislocations. On observe [12] que dans le cas d'acier à durcissement structural, le passage par le pic de durcissement se fait dans une évolution continue de la structure de dislocation, mise en évidence en particulier par l'affinement continu du pic de diffraction des rayons X. L'apparition d'une phase durcissante (provoquant un pic de durcissement) masque l'évolution monotone de la structure de dislocation. En d'autres termes, au sein du même matériau, l'état de la structure de dislocations est mal révélé par dureté, au contraire de l'état des carbures, ce qui est cohérent avec le fait que l'énergie d'activation déterminée correspond à la diffusion des éléments d'alliages. En effet, l'indentation provoque une forte interaction entre les carbures présents et la densité de dislocation présente dans le matériau, et avec celle créée au moment de l'indentation, car le niveau de déformation plastique provoqué est important.

Cela se rapproche du problème des sollicitations thermomécaniques. Tout d'abord, il a déjà été montré qu'une sollicitation mécanique a une influence sur la dureté, y compris lorsque la sollicitation est appliquée en dessous de la dernière température de revenu [13], et que la mesure ne peut pas être expliquée par la résistance au revenu [14]. La plasticité peut être par contre responsable des différences observées entre les nuances testées en fatigue thermique [7, 14]. Ces références confirment donc la conclusion selon laquelle les évolutions de dureté sont sensibles aux sollicitations mécaniques.

Comme nous le suggérons plus haut, l'essai de dureté modifie la structure de dislocations à un point tel qu'il n'est pas un indicateur clair de la structure de dislocations, tout en restant un indicateur de l'état des carbures. Le problème est donc de savoir si cela empêche ou non de caractériser le comportement mécanique cyclique par la dureté.

G. Engberg et co-au. [15] écrivent que les phénomènes de coalescence des carbures sont accélérés par la sollicitation cyclique, car les processus de diffusion sont activés par le mouvement des dislocations : une diminution de l'énergie d'activation est admise. En comparant les résultats et interprétations des références [15-18], on peut aboutir à la conclusion que si la sollicitation est suffisante (fatigue oligocyclique), les mouvements locaux importants de dislocations, qui interviennent tôt dans la vie de l'éprouvette, contribuent à accélérer l'évolution des carbures. Mais, dans les premiers cycles, une création cyclique de dislocations peut s'accompagner de leur réarrangement sans que les carbures n'aient évolué significativement [19]. On voit dans ce cas que le comportement cyclique est le résultat d'un arrangement précoce de la structure de dislocations. *Alors, une déconsolidation continue peut s'accompagner d'un durcissement.*

La dureté apporte une information contradictoire à la cellule de force en termes d'évolution de propriétés mécaniques au cours de la fatigue. Donc, la dureté n'est pas une variable d'état de la fatigue du métal, au sens de la mécanique de la déconsolidation, c'est-à-dire de la création cyclique et du réarrangement des dislocations, et des conséquences sur l'amplitude de contrainte mesurée par une cellule de force. La question peut être approfondie en statique et en dynamique par mesure de largeur de pic de diffraction X [7]. Ensuite, les mêmes observations [19] montrent que le début de baisse de la dureté coïncide avec le début de l'évolution des carbures. Cela apporte une

confirmation de l'allure générale hyperbolique que nous trouvons pour la dureté en fatigue thermique. Mais compte tenu de cette discussion, nous pouvons dire que cette hyperbole ne caractérise pas une cinétique de déconsolidation, mais une cinétique d'évolution des carbures sous conditions thermomécaniques cycliques observée par dureté.

On le voit, l'interprétation de ces mesures et de ces lois fait appel à la nature des sollicitations appliquées, avant et pendant la mesure. Il est possible en particulier qu'un ralentissement du cycle diminue l'importance des cinétiques caractéristiques d'une sollicitation thermomécanique au profit de celles associées au revenu isotherme. En effet, le ralentissement du cycle a tendance à diminuer les déformations, et à rallonger l'exposition thermique à chaque cycle. Cependant, un tel ralentissement peut aussi avoir tendance à rajouter une composante de fluage ou de relaxation. Or, il a été montré que l'évolution de dureté est influencée par le fluage (fig. 6 extraite de [21]). On voit clairement que la chute de dureté est plus rapide lorsque la contrainte imposée augmente.

Ainsi, tous les paramètres physiques identifiés sont susceptibles de varier sous sollicitation cyclique. Pour connaître le part de

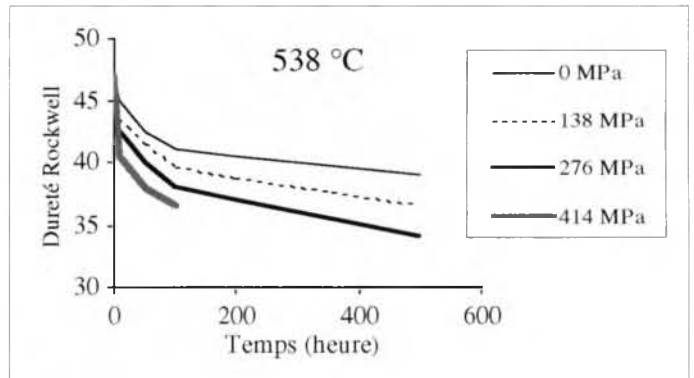


Fig. 6 - Effet de la contrainte sur l'adoucissement de l'acier H13 (d'après [21]).

Fig. 6 - Effect of stress on the tempering of H13 (from [21]).

chacune de ces modifications, il est nécessaire de conduire des essais de fatigue isotherme interrompus, pour différentes amplitudes de sollicitations mécaniques (amplitude de déformation totale par exemple), et à différentes température, puis des essais de fatigue anisotherme interrompus [22].

Conclusion

L'évolution de la dureté de l'acier à outil X38CrMoV5 traité initialement à 47HRC s'écrit

$$\Delta H_v(t, T) = -215 \frac{t}{t + 1,564 \cdot 10^{-10} \times e^{\frac{246302}{RT}}}$$

Dans le cadre du cas expérimental traité, cette expression générale permet une unification des paramètres de traitement thermique connus, reprenant les concepts de l'équivalence temps-température. On peut ainsi calculer une expression de ces paramètres en fonction du temps, de la température, mais aussi de la dureté recherchée. La généralisation de cette équation à différentes duretés initiales après le pic de durcissement secondaire et à d'autres matériaux n'est pas établie.

La valeur d'énergie d'activation trouvée est dans l'intervalle défini par les principaux processus de diffusion recensés dans cette gamme de température pour un acier à outil X38CrMoV5.

Nous démontrons que la cinétique de perte de dureté conserve une allure hyperbolique en fatigue thermique, mais avec une variation des paramètres Q , K et ΔH_f . Donc, l'évolution de dureté en fatigue thermique n'est quantitativement pas la même qu'en revenu isotherme. Dans l'hypothèse où les processus statiques et dynamiques ont des contributions additives indépendantes sur la dureté, on peut montrer que la seule prise en compte de la composante statique conduit à une mauvaise estimation de la température. L'erreur faite peut atteindre 200 °C. □

Remerciements

Ce travail a été effectué dans le cadre de l'Action Concertée de Recherche II, dont nous remercions le chef de projet M. AVEROUS ainsi que l'ensemble des acteurs pour le soutien financier apporté. Nous remercions la société Aubert et Duval, élaboratrice de l'acier caractérisé dans ce travail.

RÉFÉRENCES

- [1] K. MAHJUB, "Usure des matrices de forgeages à chaud des aciers, phénomènes physiques et modélisation", Thèse, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1999.
- [2] D. KIRCHER, "Analyse thermomécanique des dégradations d'outillage de forge à chaud à l'aide de la simulation numérique", Thèse, Reims Champagne-Ardenne University, 1998.
- [3] Y.H. LI, C.M. SELLARS, "Evaluation of interfacial heat transfer and its effects on hot forming processes", *Ironmaking and steel-making*, 1996, vol. 23, n° 1, pp 58-61.
- [4] J.F. RENAUDIN, G. BATIT, "Température superficielle maximale d'une matrice d'estampage, méthode simplifiée de détermination", *CETIM-Information* n° 74, 1983.
- [5] O. BRUCELLE, G. BERNHART, "Methodology for service life increase of hot forging tools", *Journal of Material Processing Technology*, 1999, vol. 87, pp 237-346.
- [6] G. MURRY, "Transformation dans les aciers", Collection "Les Techniques de l'ingénieur", 1996, vol. M4, article M1115.
- [7] S. JEAN, "Méthodologie d'exploitation mécanique et microstructurale d'un essai de fatigue thermique, application au faïencage d'un acier pour outil de forge à chaud", Thèse, École des Mines d'Albi Carmaux, Inst. National Polytechnique de Toulouse, 1999.
- [8] R.G. BAKER, J. NUTTING, "The tempering of 2,25Cr-1Mo steel after quenching and normalising", *Journal of Iron and Steel Institute*, 1959, vol. 92, pp. 257-268.
- [9] B. LEHTINEN, W. ROBERTS, "Microstructural changes during tempering of hot-work tool steels-A comparison of AISI H13 and UHB QRO80", *Proceeding of Conference "Tools for die casting"*, 1983, Sunne, Suède, Ed : Uddeholm and the Swedish Institute for Metals Research, pp. 71-93.
- [10] H. MODIN, S. MODIN, "The influence of alloying elements on the hardness of hot-work tool steel after tempering", *Jernkont. Ann.*, 1971, vol. 155, pp. 17-22.
- [11] *Smithells Metals Reference Handbook*, éd : E.A. Brandes and G.B. Brooks, 7th edition, 1992.

- [12] N. Ji, "Application de l'analyse des profils de raies de diffraction X pour caractériser l'état microstructural et mécanique des matériaux métalliques", Thèse, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 1989.
- [13] M.A.H. HOWES, "A study of thermal fatigue mechanisms", in "Thermal Fatigue on Materials and Components", ASTM-STP 612, 1976, pp. 86-105
- [14] D. ROUSSEAU, J.P. RIEGERT, L. SERAPHIN, R. TRICOT, "Fatigue thermique des aciers à outil pour travail à chaud". Deuxième colloque international "Les aciers à outil pour travail à chaud", *Bulletin du Cercle d'Étude des Métaux*, 1979, vol. 4, n° 1, pp. 117-144.
- [15] G. ENGBERG, L. LARSSON, "Elevated-temperature low cycle and thermomechanical fatigue properties of AISI H13 hot-work tool steel", in "Low cycle fatigue", ASTM-STP 942, 1988, pp. 576-587.
- [16] H. CHAI, Q. FAN : "Fatigue softening mechanism of low carbon tempered martensite", in *Fatigue* 93, 1993, pp. 195-200.
- [17] D.Y. YE, D.J. WANG, P. AN : "Characteristic of the change in the surface microhardness during high cycle fatigue damage", *Materials Chemistry and Physics*, 1996, vol. 44, pp. 179-181.
- [18] R.R. GRAHAM, J.F. WALLACE : "Thermal processing, structure and thermal fatigue relations for die steel", Die casting research foundation of the American Die Casting Institute Inc., *Bulletin Technique* n° 01-74-05D.
- [19] G. PITZ, T. SAÜBERLICH, D. LÖHE : "Material behaviour and development of microstructure during thermal-mechanical fatigue of 12 % chromium steel" in "Fatigue under thermal and mechanical loading", Ed : J. Bresser et L. Remy, 1996, pp. 349-360.
- [20] W. ZHONG-GUANG, K. RAHKA, P. NENONEN, C. LAIRD : "Changes in the morphology and composition of carbides during cyclic deformation at room and elevated temperature and their effect on mechanical properties of Cr-Mo-V steel", *Acta Metalurgica*, 1985, vol. 33, n° 12, pp. 2129-2141.
- [21] M.A.H. HOWES : "Evaluation of thermal fatigue resistance using fluidized bed technique", in "Fatigue at elevated temperature", American Society of Testing and Materials, 1973, vol. ASTM-STP 520, pp. 242-25.
- [22] A. OUDIN, L. PENAZZI, F. RÉZAI-ARIA : "Life prediction of hot work tool steels subjected to thermomechanical fatigue", dans ce volume, p. 67-72.

Conférence présentée au colloque « Moules et outils 2000 - Interactions avec le produit mis en œuvre et solutions » les 17 et 18 mai 2000 à Saint-Étienne, lors des 39^e journées du Cercle d'Études des Métaux, qui l'a organisé en collaboration avec la section Sud-Est de la SF2M et l'Agence Rhône-Alpes pour la maîtrise des matériaux.
