

EXPLICATION DU PHENOMENE DE LA
MEMOIRE STRUCTURALE DE LA FERRITE
POUR L'AUSTENITE, OBSERVEE DANS
UN MICROSCOPE ELECTRONIQUE A
PHOTOEMISSION

Tiré à part de l'article paru dans les "Mémoires Scientifiques
de la Revue de Métallurgie" d'octobre 1982, et constituant une
forme réduite de la thèse présentée à la Faculté des Sciences par

J A C Q U E S F O R C H E L E T

INGENIEUR MECANICIEN DIPLOME DE L'E.P.F.L.

pour l'obtention du titre de docteur ès sciences.

Institut de métallurgie structurale
de l'Université de Neuchâtel

IMPRIMATUR POUR LA THÈSE

Explication du phénomène de la mémoire.....
structurale de la ferrite pour l'austénite,
observée dans un microscope électronique
à photoémission
de Monsieur Jacques Forchelet.....

UNIVERSITÉ DE NEUCHÂTEL

FACULTÉ DES SCIENCES

La Faculté des sciences de l'Université de Neuchâtel,
sur le rapport des membres du jury,

MM. les professeurs W. Form, F. Stoeckli et
J.-J. Chêne (EPF-Lausanne)

autorise l'impression de la présente thèse.

Neuchâtel, le 5 août 1983

Le doyen:

A. Aeschlimann

A. Aeschlimann

Explication du phénomène de mémoire structurale de la ferrite pour l'austénite

J. Forchelet, W. Form

Institut de Métallurgie Structurale, Université de Neuchâtel, Suisse

Le microscope électronique à photoémission (PEEM) permet d'observer un effet de mémoire structurale de la ferrite pour l'austénite durant un cyclage thermique.

Des études antérieures laissaient supposer que ce phénomène n'était ni un artefact de surface, ni un caprice de la formation de l'image dans le PEEM, mais qu'il pouvait être implanté dans le volume d'un échantillon. Pourtant, le mécanisme de la mémoire structurale restait inconnu.

La présente étude fournit une explication cohérente et non équivoque du phénomène en question. Nous avons montré que la conservation de l'effet de mémoire est liée à la présence d'austénite métastable non transformée, et que la sublimation aisée du manganèse en surface des échantillons traités thermiquement et observés dans le PEEM joue un rôle essentiel dans l'explication du phénomène.

Depuis plus d'une vingtaine d'années, de nombreuses publications mentionnent des effets de mémoire se rapportant à certains métaux ou alliages. Le plus célèbre de ces phénomènes est la mémoire de forme (en anglais «shape memory effect»). Les alliages présentant cette propriété sont des composés métalliques qui, après avoir été déformés plastiquement à basse température, retrouvent leur forme initiale lorsqu'ils sont chauffés au-dessus d'une température critique (1).

Le phénomène faisant l'objet de la présente recherche est cependant d'une nature très différente de ce qui est généralement compris sous le terme «mémoire d'un métal». Notre étude porte en effet sur une mémoire de la microstructure métallurgique, plus particulièrement relative à l'exacte reconnaissance de la morphologie de l'austénite primitive au cours de cycles thermiques austénite (γ) \rightarrow ferrite (α) \rightarrow austénite dans certains alliages ferreux (fig. 1), ou austénite \rightarrow (ferrite + perlite) \rightarrow austénite dans les aciers de construction faiblement alliés contenant du manganèse.

La mise en évidence d'un tel phénomène a été rendue possible il y a une dizaine d'années, au cours d'une étude

effectuée par C.J. Middleton et G.W. Form (2) portant sur l'observation in situ, dans un microscope électronique à photoémission Balzers KE 3 (PEEM : photo-emission electron microscope), de la germination et de la croissance de transformations de type civil dans des aciers faiblement alliés. Ces travaux permirent déjà de faire ressortir les caractéristiques suivantes du phénomène :

- au cours de cycles répétés de transformation $\gamma_1 \rightarrow \alpha_1 \rightarrow \gamma_2 \rightarrow \alpha_2 \dots$, la mémoire structurale (MS) se manifeste par le fait que $\gamma_1 \neq \gamma_2 \neq \gamma_3 \dots$, alors que la structure de la ferrite est différente à chaque étape intermédiaire, soit $\alpha_1 \neq \alpha_2 \neq \alpha_3 \dots$ (fig. 1 : a à m) ;
- seuls les aciers ou alliages ferreux contenant du manganèse peuvent présenter cet effet de mémoire ;
- la possibilité d'obtenir l'effet de mémoire ne semble pas dépendre de conditions d'austénitisation initiales particulières ;
- au-dessus d'une température critique de maintien dans la ferrite, désignée par $T_{\alpha_{CM}}$, l'effet de mémoire est toujours vérifié. Par contre, la mémoire peut être détruite si on surrefroidit la ferrite en dessous de cette température critique (fig. 1 n, o, p) ;

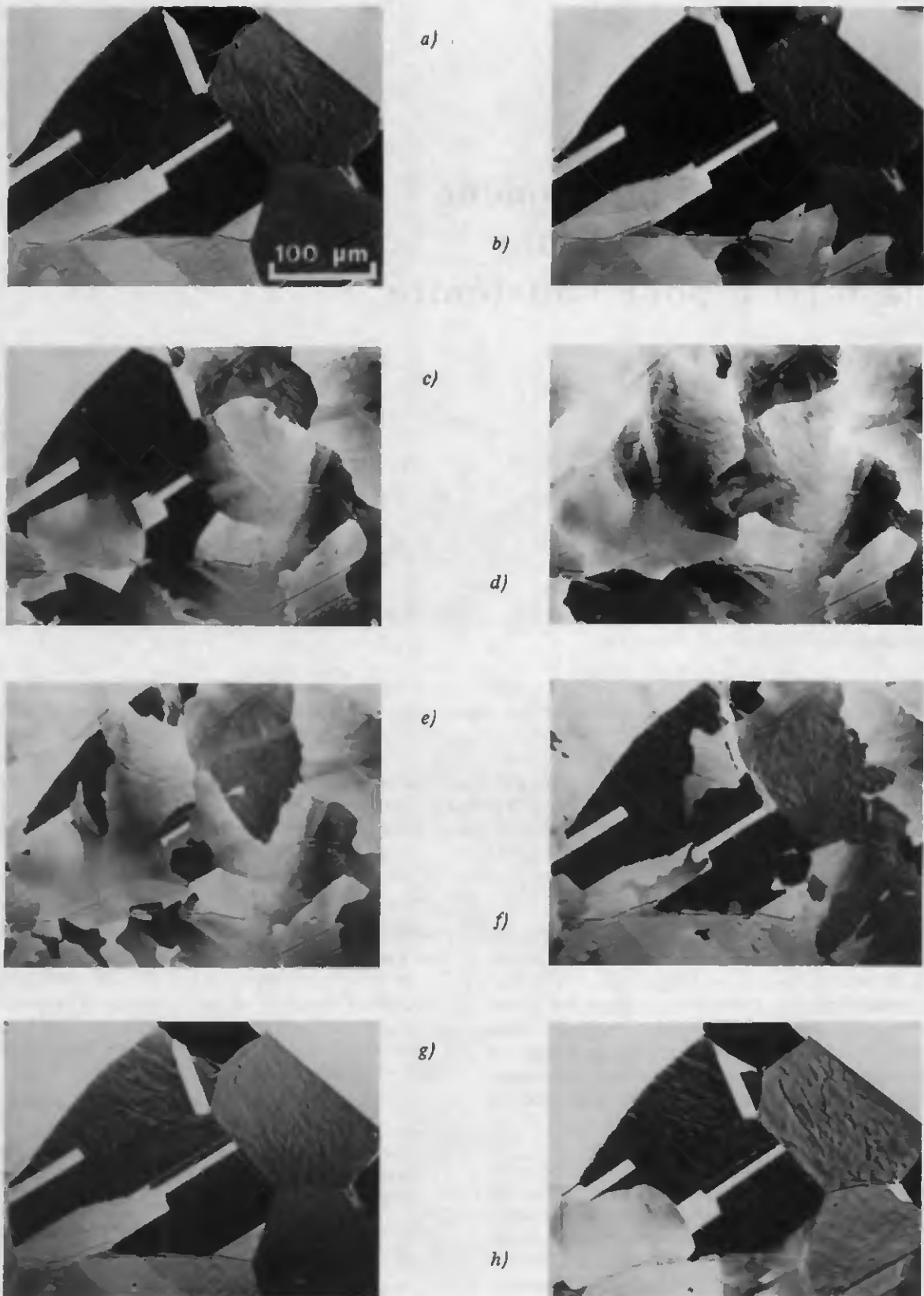


Figure 1. — Observation dans le PEEM de cycles de transformations $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ avec vérification ou destruction de la mémoire. D'après (4). Alliage étudié : Fe + 0,3 % C + 1 % Mn (% poids).

a) Austénite initiale γ_1 : $T = 900^\circ\text{C}$; b, c) Transformation $\gamma_1 \rightarrow \alpha_1$: $T = 830^\circ\text{C}$;
 d) Ferrite α_1 : $T_{\alpha_1} = 800^\circ\text{C} > T_{\alpha\text{CM}}$; e, f) Retransformation $\alpha_1 \rightarrow \gamma_2$: $T = 870^\circ\text{C}$;
 g) Austénite $\gamma_2 \equiv \gamma_1$: mémoire vérifiée ; h) Transformation $\gamma_2 \rightarrow \alpha_2$: $T = 830^\circ\text{C}$.

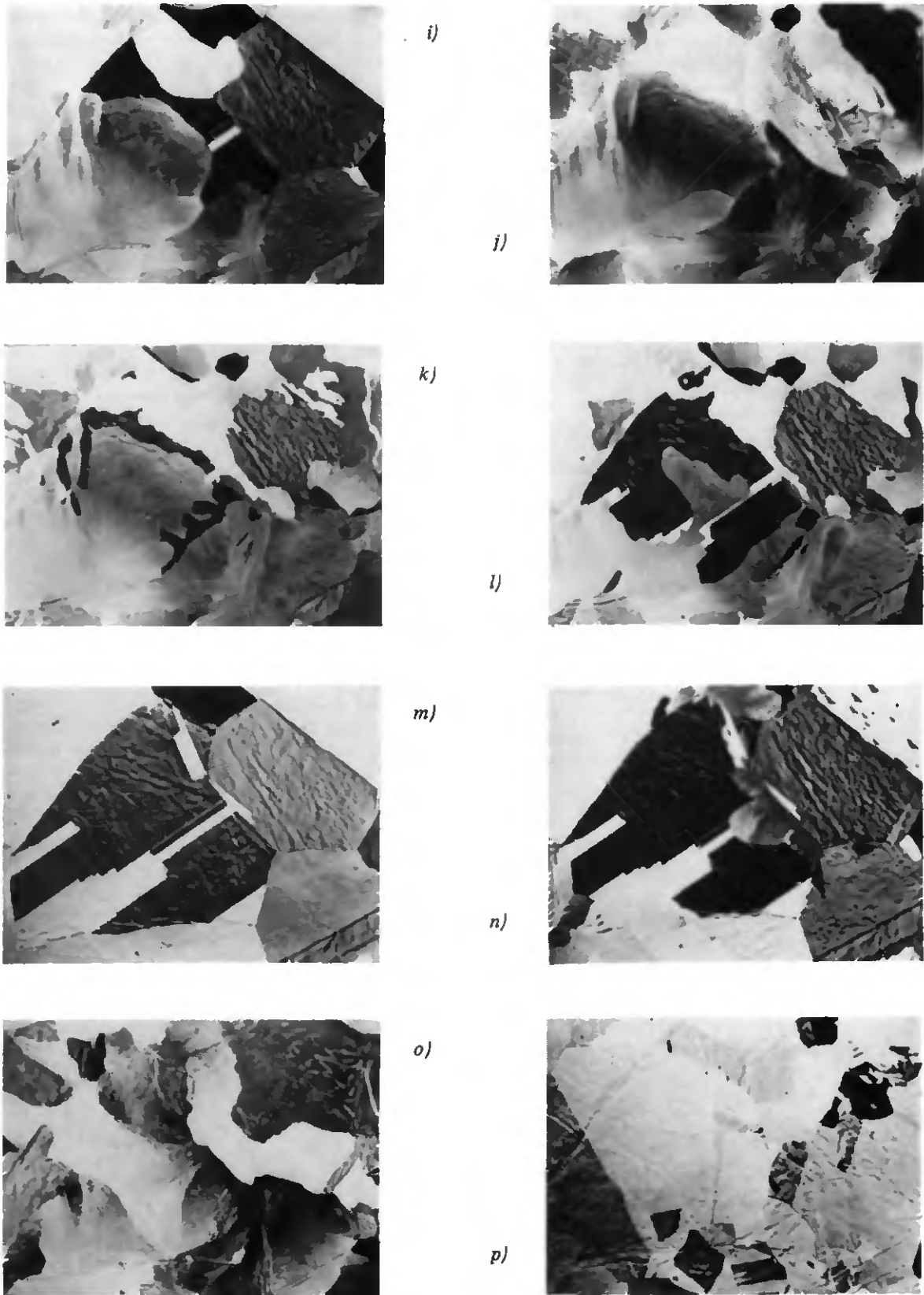


Figure 1 (suite) . -

i) Transformation $\gamma_2 \rightarrow \alpha_2$: $T = 830^\circ\text{C}$; j) Ferrite $\alpha_2 \neq \alpha_1$: $T_{\alpha_2} = 760^\circ\text{C} > T_{\alpha\text{CM}}$;
 k, l) Retransformation $\alpha_2 \rightarrow \gamma_3$: $T = 870^\circ\text{C}$; m) Austénite $\gamma_3 \equiv \gamma_2 \equiv \gamma_1$: mémoire conservée ;
 n) Transformation $\gamma_3 \rightarrow \alpha_3$: $T = 830^\circ\text{C}$; o) Ferrite α_3 : $T_{\alpha_3} = 600^\circ\text{C} < T_{\alpha\text{CM}}$;
 p) Nouvelle austénite $\gamma_4 \neq \gamma_1$: $T = 900^\circ\text{C}$: mémoire détruite.;

— l'effet de mémoire ne semble pas être limité à la surface de l'échantillon observé dans le PEEM. Il est en effet possible de vérifier la mémoire même après avoir enlevé plusieurs μm par bombardement ionique au cours du maintien dans la ferrite.

Les travaux de W. Rutishauser (3, 4) permirent ensuite d'augmenter et affiner encore les connaissances relatives à certains aspects phénoménologiques de l'effet de mémoire structurale. Ils établirent notamment que :

- la mémoire structurale peut être reconnue dans les aciers ou alliages Fe-Mn contenant au moins 0,3 % de manganèse ;
- la température critique de destruction de la mémoire, soit $T_{\alpha\text{CM}}$, dépend de la durée du maintien dans la ferrite. Plus ce temps est grand, plus le surrefroidissement autorisant la conservation de la mémoire lors d'une réausténitisation ultérieure est petit ;
- la température critique dépend également de la teneur en manganèse de l'alliage considéré. Cette température diminue en effet de façon continue quand la teneur en manganèse de l'alliage augmente, jusqu'à atteindre la température ambiante vers 12 % de manganèse.

Ces résultats semblent montrer que la MS peut être vérifiée non seulement lors de transformations austénite - ferrite - austénite, mais également au cours de cycles austénite - martensite - austénite, voire même austénite - bainite - austénite. Toutefois, dans la présente étude, nous nous limiterons à l'observation de la MS lors de la décomposition de l'austénite en ferrite (+ perlite). Les autres cas feront l'objet d'un travail ultérieur.

Les travaux précédents, relatifs à la MS, laissaient toutefois de nombreuses questions sans réponses. Ils ne proposaient, entre autre, aucune explication du mécanisme du phénomène, ni ne révélaient le pourquoi du rôle particulier qu'y joue le manganèse.

On peut d'autre part aussi reprocher à ces travaux de pêcher parfois par manque de rigueur, le plus souvent à cause des insuffisances de l'équipement (difficulté à connaître exactement la température des échantillons dans le PEEM, limitations dans les cycles thermiques réalisables).

Ainsi, l'étude faisant l'objet du présent article se propose d'énoncer une explication cohérente du mécanisme de la mémoire, d'établir avec certitude les conditions d'existence du phénomène, et de dégager les paramètres qui le contrôlent.

PLANIFICATION DE NOUVEAUX ESSAIS

Les travaux effectués pour parvenir aux buts fixés se subdivisent selon le plan suivant :

- Mise en évidence du rôle particulier du manganèse dans les transformations des aciers, par comparaison avec un autre élément γ -gène typique, le nickel, dont on sait que l'addition ne tend pas à permettre l'implantation de la mémoire structurale (2).
- Simulation de cycles thermiques de mémoire en dehors du PEEM, d'une part au moyen d'un dilatomètre Gleeble, d'autre part avec des traitements « classiques » (fours à moufle et à bains de sels). Ces expériences sont destinées à montrer si l'effet de mémoire peut aussi être vérifié hors du PEEM, et devraient donner des informations quant aux progrès de la décomposition de l'austénite.
- Coupes métallographiques d'échantillons observés et traités thermiquement dans le PEEM, permettant de comparer les transformations en surface et dans le volume.
- Détermination des profils de composition des éléments d'alliage contenus dans les échantillons traités dans le PEEM (notamment du manganèse), par microsonde et spectrométrie Auger.

MATÉRIAUX ET PROCÉDURE

Les échantillons destinés à l'étude de la cinétique de la décomposition de l'austénite dans les alliages Fe-Mn et Fe-Ni ont été préparés dans un four à induction, à l'intérieur d'une cloche sous atmosphère d'argon. Les barres obtenues ont ensuite été homogénéisées sous atmosphère d'azote, dans un four à moufle, à 1150°C pendant 24 h. Le tableau I donne la liste des alliages élaborés.

Pour la simulation, hors du PEEM, de cycles de mémoire au moyen du dilatomètre Gleeble, nous avons choisi un alliage typique déjà utilisé par W. Rutishauser (4)

TABLEAU I : Alliages Fe-Mn et Fe-Ni élaborés en vue de l'étude comparée de leurs transformations au chauffage et au refroidissement.

Alliages binaires Fe-Mn : Fe + 1 % Mn (% poids)	
	Fe + 2 % Mn
	Fe + 4 % Mn
	Fe + 8 % Mn
	Fe + 12 % Mn
	Fe + 18 % Mn
Alliages binaires Fe-Ni : Fe + 1 % Ni (% poids)	
	Fe + 2 % Ni
	Fe + 4 % Ni
	Fe + 8 % Ni
	Fe + 12 % Ni
	Fe + 18 % Ni

hystérèse thermique importante entre les transformations au chauffage et au refroidissement des alliages considérés. Nous pouvons noter que, jusqu'à 12 % d'addition, cette différence est plus prononcée pour les alliages Fe-Mn que pour les alliages Fe-Ni. Nous remarquons également que, pour les alliages ayant une teneur en manganèse supérieure à 12 % environ, la transformation au refroidissement n'est pas complète à température ambiante. Pour ces alliages, nous devrions donc conserver une certaine quantité d'austénite résiduelle, ce qui n'est pas le cas des alliages Fe-Ni dans le domaine de composition que nous avons examiné.

Relevons encore que l'on peut mettre en relation les courbes de transformation au refroidissement que nous avons obtenues avec la courbe établie par W. Rutishauser (3, 4), décrivant la dépendance de la température critique de destruction de la mémoire ($T_{\alpha CM}$) en fonction de la teneur en manganèse de l'alliage. Ces deux courbes étant quasi superposables, cela laisse supposer que la destruction de la mémoire est associée à une transformation totale de l'austénite.

Métallographie

L'examen des structures métallographiques obtenues au cours des essais de dilatométrie nous a permis de montrer leur évolution en fonction de la teneur en élément d'addition (Mn ou Ni). Ces observations confirment la présence d'austénite non transformée à température ambiante dans les alliages contenant plus de 12 % de manganèse. Ainsi, une analyse quantitative (Cambridge Quantimet 720) nous a permis d'estimer à 60 % l'austénite résiduelle dans l'alliage Fe + 18 Mn.

Propriété physique du manganèse

Le manganèse a, comparativement à ses voisins dans le tableau périodique, et notamment le fer et le nickel, un point de fusion (1245°C) et un point d'ébullition (2150°C) relativement bas. L'enthalpie de vaporisation du manganèse est également petite (284,9 kJ/mole à 290 K) (11), ce qui entraîne que sa température de sublimation en fonction de la pression est également peu élevée.

Nous verrons plus tard l'importance de ces propriétés physiques particulières pour l'explication de la mémoire structurale dans le PEEM.

Simulation de cycles thermiques de mémoire hors du PEEM

Essais Gleeble

Nous avons essayé de reproduire avec la dilatomètre Gleeble les cycles de mémoire type exécutés par W. Rutishauser (3, 4) dans le PEEM ou au moyen de traitements thermiques dans un four à trois zones. Notre but était de montrer l'évolution des transformations $\gamma \rightarrow \alpha$ au voisinage de la température critique $T_{\alpha CM}$ (soit environ

660°C pour l'alliage synthétique Fe + 0,3 C + 1 Mn, d'après (4)), en fonction des différentes étapes du cycle. Cela se faisait d'une part au moyen des courbes dilatométriques, d'autre part grâce à l'examen micrographique ultérieur des échantillons.

Les traitements suivants ont été effectués :

– Maintien isotherme au-dessus de $T_{critique}$ (mémoire vérifiée dans le PEEM) :

- 1) 1000°C/15 min + 680°C/10 min + trempé (soufflage d'He),
- 2) 1000°C/15 min + 680°C/1 h + trempé

Le passage de la température d'austénitisation à la température de maintien isotherme se fait très rapidement (soufflage d'He : $v_{r700} \cong 125^\circ\text{C/s}$), afin d'éviter un début de transformation intermédiaire.

– Maintien isotherme à $T \cong T_{critique}$ (mémoire partiellement détruite dans le PEEM) : 1000°C/15 min + 660°C/10 min + trempé.

– Maintien isotherme à $T < T_{critique}$ (mémoire complètement détruite dans le PEEM) : 1000°C/15 min + 640°C/10 min + trempé.

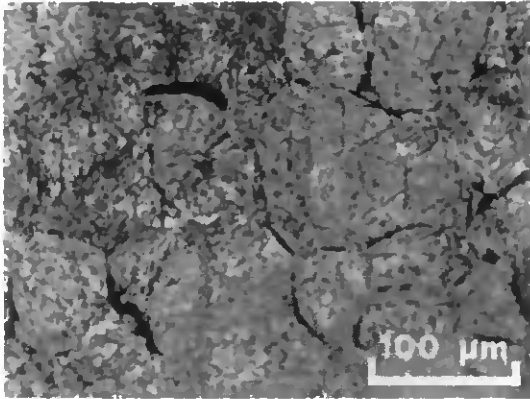
Nous avons également effectué une deuxième série de traitements similaires en changeant les conditions d'austénitisation (1150°C/15 min), afin de montrer l'influence de la taille du grain γ initial sur le déroulement de la décomposition isotherme, et par conséquent sur la température critique.

Relevons d'abord que les courbes dilatométriques ne mettent en évidence aucun effet de volume particulier, lié à l'implantation ou à la destruction de la mémoire au cours du maintien isotherme. Cependant, nous pouvons noter d'après ces courbes que :

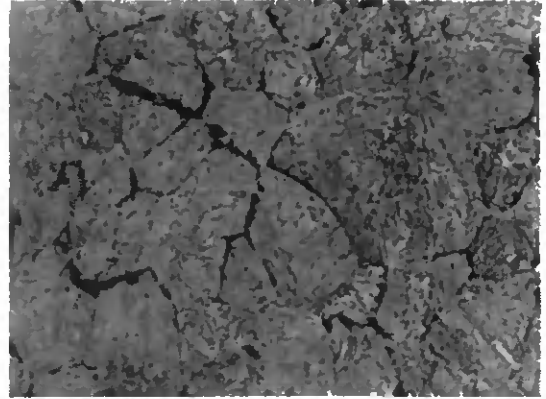
- dans le cas du maintien au-dessus de la température critique (soit $T_{maintien} = 680^\circ\text{C}$), l'austénite n'est que partiellement décomposée, même après 1 h ;
- pour une température de maintien voisine de la température critique (soit $T_{maintien} = 660^\circ\text{C}$), le taux de décomposition est plus important, mais la transformation n'est pas complète après 10 min ;
- lorsque la température de maintien est inférieure à la température critique (soit $T_{maintien} = 640^\circ\text{C}$), la décomposition semble complète déjà après 10 min.

La figure 3a montre qu'après le maintien à 680°C/10 min, on n'a effectivement qu'une transformation partielle, localisée aux joints de grains de l'austénite primitive. Le produit de décomposition semble être un fin agrégat de ferrite et de cémentite.

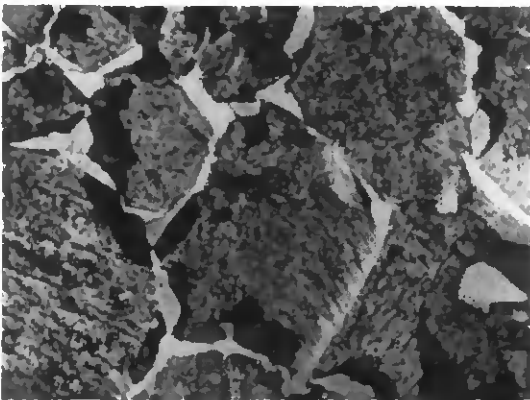
La figure 3b confirme que même pour un maintien prolongé d'une heure à 680°C, la transformation n'évoque pas beaucoup.



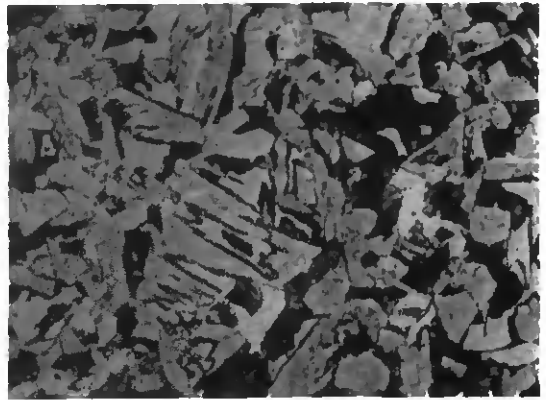
a) 1000°C/15 min + 680°C/10 min + trempe.



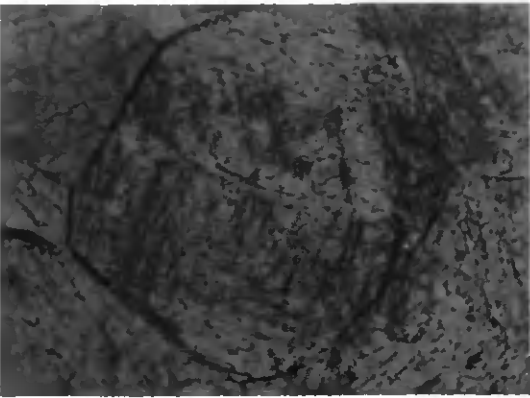
b) 1000°C/15 min + 680°C/1 h + trempe.



c) 1000°C/15 min + 660°C/10 min + trempe.



d) 1000°C/15 min + 640°C/10 min + trempe.



e) 1150°C/15 min + 640°C/10 min + trempe.



Figure 3. — Micrographies des échantillons traités avec la machine Gleeble. Alliage : Fe + 0,3 C + 1 Mn.

Après le maintien à 660°C/10 min (fig. 3c), la transformation apparaît comme nettement plus avancée. Les anciens joints austénitiques sont marqués par des zones de ferrite allotriomorphe, alors qu'une perlite dégénérée se développe à partir de ces régions ferritiques vers l'intérieur des grains austénitiques. Il est intéressant de noter la progression de la transformation, celle-ci conduisant à délimiter pour chaque ancien grain γ une seule région non transformée. Ce type de transformation semble être favorisé par une température de transfor-

mation de l'austénite basse au moment de la décomposition isotherme (12) ; or, nous avons montré que le manganèse contribue à abaisser sensiblement la température de transformation au refroidissement de l'austénite.

Pour un maintien à 640°C/10 min (fig. 3d), la transformation est complète. Les régions non transformées au cours du traitement à 660°C ont disparu : il ne reste que de la ferrite et de la perlite dégénérée.

Les essais avec l'austénitisation à 1150°C/15 min montrent (fig. 3e) qu'un gros grain γ initial, pour une température de maintien donnée (ici 640°C), tend à augmenter le temps conduisant à une transformation complète. Ceci n'est pas un fait nouveau. Cependant, cela indique que les conditions de destruction de la mémoire, soit la température et le temps de maintien critiques, vont dépendre également des conditions d'austénitisation initiales, contrairement à ce qu'avait supposé W. Rutishauser (3, 4).

Notons à ce propos que, pour un même paramètre d'austénitisation selon Maynier (13), on obtient un grain γ plus gros dans le PEEM qu'au moyen d'un traitement en bain de sels (fig. 4). De telles observations ont déjà été mentionnées par P.-A. Comte et W. Form (14) lors d'une étude destinée à montrer l'effet d'une surface libre sur la cinétique de recristallisation d'échantillons Cu-OF déformés à froid.

Le critère d'équivalence entre traitements thermiques dans et hors du PEEM ne sera donc pas d'avoir le même paramètre d'austénitisation, mais la même taille de grain initiale (voir fig. 4).

Les essais avec le dilatomètre Gleeble permettent finalement de dire que l'implantation, ou plus justement la vérification de l'effet de mémoire, semble liée au taux de décomposition de l'austénite au cours du maintien isotherme, une transformation complète devant conduire à la destruction de la mémoire.

Traitements en fours à bains de sels

Pour confirmer ces assertions, nous avons aussi simulé des cycles de mémoire complets au moyen de traitements en fours à bains de sels, avec un acier du commerce de composition voisine de l'alliage synthétique utilisé pour les essais Gleeble, soit l'acier DIN 30 Mn 5.

Notre critère pour vérifier l'implantation de la mémoire dans le volume consiste à comparer la taille du grain austénitique entre l'austénitisation initiale du cycle et la réausténitisation effectuée après le maintien de transformation isotherme. Dans le cas où la mémoire est conservée, les tailles de grains devraient être à peu près semblables, alors que si la mémoire est détruite on devrait avoir un affinement de grain après la deuxième austénitisation.

Il faut se rendre compte que par ce critère nous ne vérifions pas la reconstitution ou non de la microstructure proprement dite, mais seulement la reconstitution de la taille du grain austénitique initial. Nous admettons donc implicitement un développement parallèle entre la microstructure et la taille de grain lors de la retransformation en γ_2 .

Soulignons que les observations métallographiques effectuées après les traitements thermiques hors du PEEM se font sur des coupes arbitraires des échantillons. De plus, puisque la mesure de la taille du grain austénitique n'est pas possible, in situ, au cours du traitement, il faut procéder par mesure indirecte. Durant la trempe à température ambiante, l'austénite se transforme en martensite. C'est pourquoi nous avons utilisé des réactifs d'attaque spécifiques qui nous ont permis de mettre distinctement en évidence les anciens joints austénitiques dans les structures martensitiques obtenues après traitement (fig. 6). Cette méthode nous semble plus judicieuse que celle appliquée par W. Rutishauser (3, 4), utilisant la longueur des aiguilles de martensite comme mesure de la taille du grain austénitique.

Les micrographies de la figure 5 (a et g) montrent que la taille de grain finale est comparable à la taille de grain initiale dans le cas où le maintien isotherme intermédiaire conduit à une décomposition partielle de l'austénite (fig. 5c). Par contre, une décomposition complète (fig. 5d, e, f) conduit toujours à un affinement de grain lors de

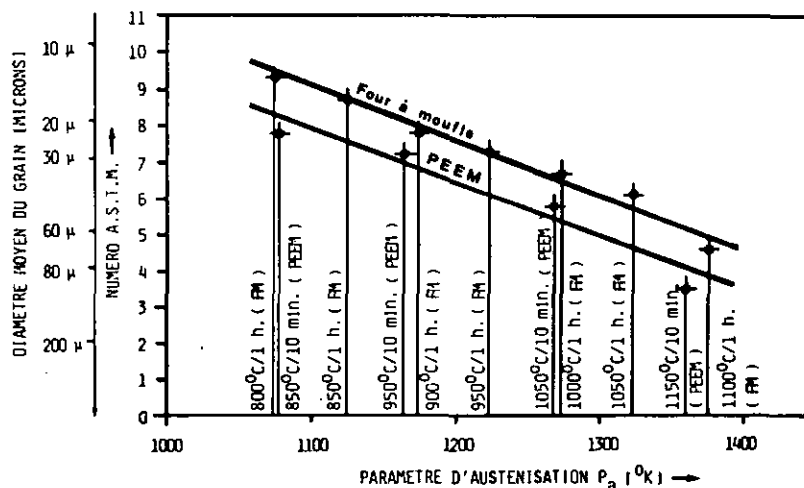


Figure 4. — Comparaison des tailles de grain austénitique obtenues, soit pour des traitements thermiques hors du PEEM (en four à moufle : FM) ou dans le PEEM. Matériau étudié : acier DIN 30 Mn 5.

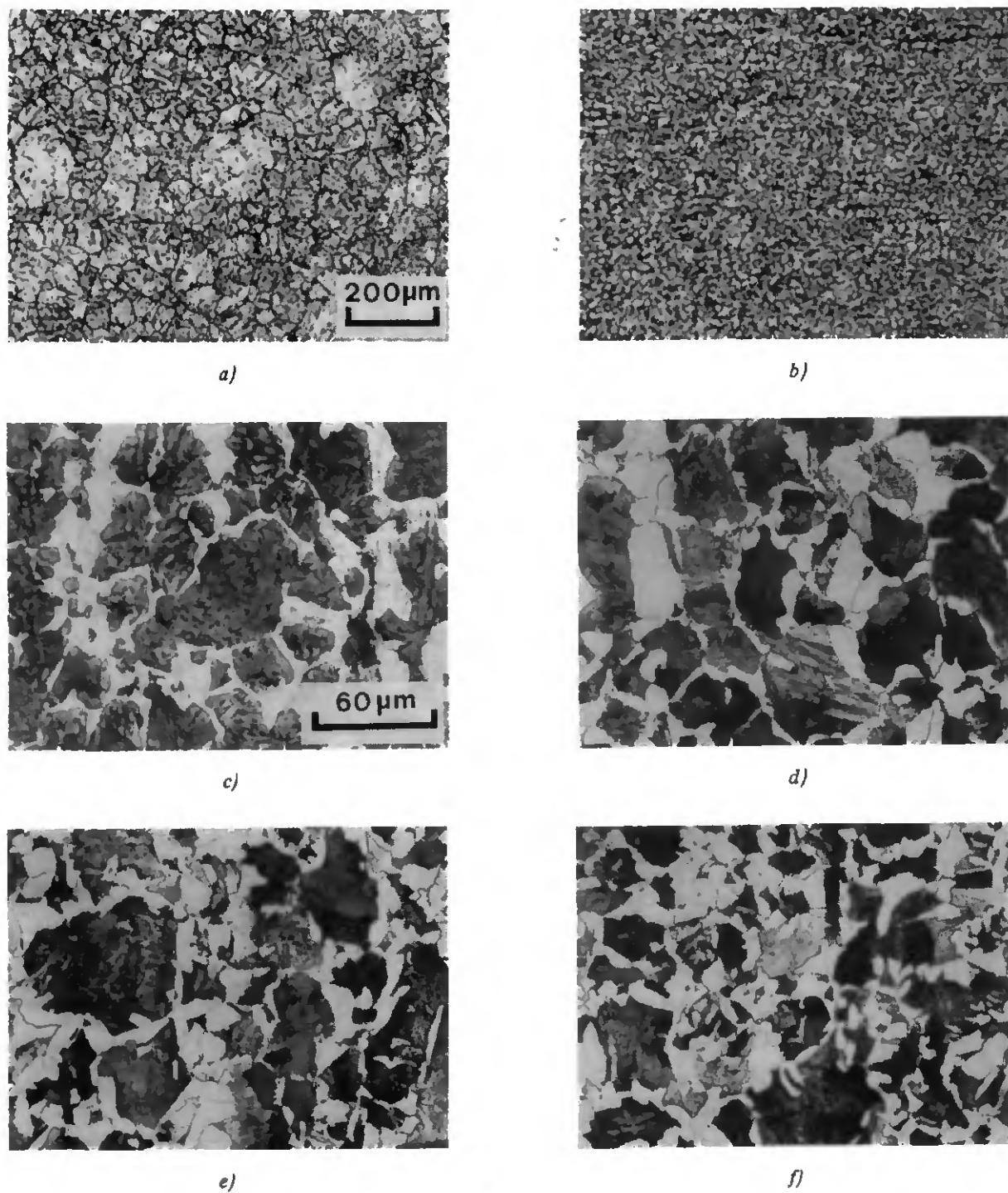


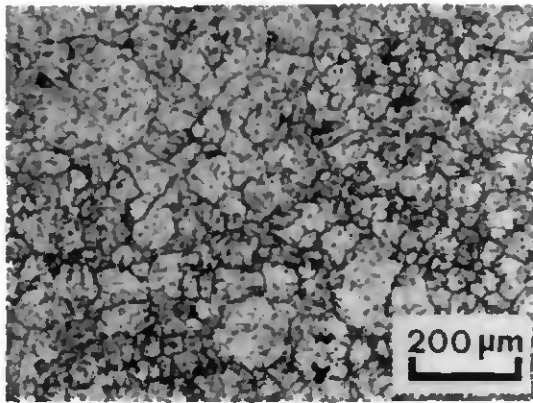
Figure 5. — Contrôle de la mémoire dans le volume au moyen de traitements thermiques classiques, soit hors du PEEM.

Taille de grains austénitiques de référence :

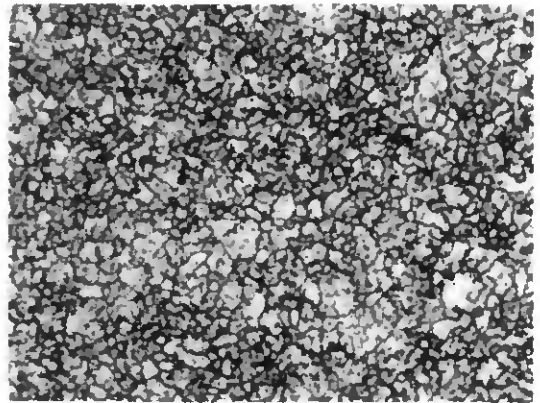
- a) $1000^{\circ}\text{C}/1\text{ h} + \text{trempe} \rightarrow$ taille de grains initiale : grain ASTM n° 8
- b) $800^{\circ}\text{C}/1\text{ h} + \text{trempe} \rightarrow$ taille de grain si mémoire détruite : grain ASTM n° 10.

Décomposition isotherme de l'austénite :

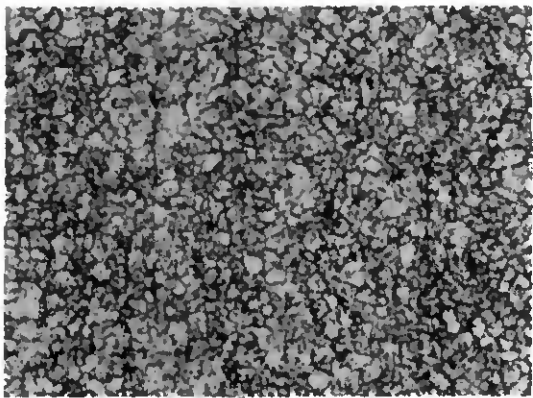
- c) $1000^{\circ}\text{C}/1\text{ h} + 640^{\circ}\text{C}/10\text{ min} + \text{trempe}$: transformation partielle.
- d) $1000^{\circ}\text{C}/1\text{ h} + 640^{\circ}\text{C}/1\text{ h} + \text{trempe}$: transformation complète.
- e) $1000^{\circ}\text{C}/1\text{ h} + 600^{\circ}\text{C}/10\text{ min} + \text{trempe}$: transformation complète.
- f) $1000^{\circ}\text{C}/1\text{ h} + 600^{\circ}\text{C}/1\text{ h} + \text{trempe}$: transformation complète.



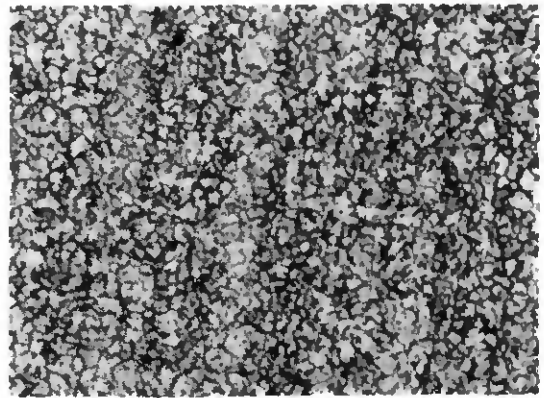
g)



h)



i)



j)

Figure 5 (suite). – Contrôle de la conservation ou de la destruction de la mémoire :

g) 1000°C/1 h + 640°C/10 min + 800°C/1 h + trempe : grain ASTM n° 8 → mémoire conservée.

h) 1000°C/1 h + 640°C/1 h + 800°C/1 h + trempe : grain ASTM n° 10 → mémoire détruite.

i) 1000°C/1 h + 600°C/10 min + 800°C/1 h + trempe : grain ASTM n° 10 → mémoire détruite.

j) 1000°C/1 h + 600°C/1 h X 800°C/1 h + trempe : grain ASTM n° 10 → mémoire détruite.

Attaques : c) d) e) f) : nital 1 %, 15-30 s.

a) b) g) h) i) j) : mise en évidence des anciens joints de grains austénitiques par attaque à chaud, après un revenu à 500°C/1 h, dans une solution contenant 100 ml d'acide picrique (solution aqueuse saturée) + 0,3 ml d'agent mouillant (Teepol) + 0,6 g de CuCl_2 .

Après attaque : nettoyage avec un tampon imbibé de NH_3 .

la réausténitisation (fig. 5b, h, i, j). Ces essais démontrent également le fait que la destruction de la mémoire est liée au temps et à la température de maintien isotherme. Ces deux paramètres conditionnent en effet le taux de décomposition de l'austénite au cours du maintien.

Il semble donc possible de simuler hors du PEEM des cycles de mémoire. Ceux-ci permettent d'affirmer qu'on a affaire à un phénomène non limité à quelques couches

atomiques superficielles de l'échantillon, mais touchant le volume. Le critère de conservation de la mémoire est d'avoir une décomposition partielle de l'austénite au cours du maintien isotherme. Cette affirmation est toutefois en contradiction avec les observations directes dans le PEEM, qui montrent une mémoire structurale même pour une transformation apparemment complète de γ en α (fig. 1).

Cycles thermiques et observations dans le PEEM

Ces essais ont pour but de vérifier si les mêmes critères que ci-dessus peuvent être appliqués au mécanisme de la mémoire observée lors de traitements dans le PEEM. Le point essentiel consiste à examiner si oui ou non les transformations observées dans le PEEM en surface d'un échantillon correspondent au comportement global dans le volume.

La coupe d'un échantillon traité dans le PEEM (fig. 6), pour lequel la mémoire est implantée (austénitisation à 1050°C/10 min et maintien à 640°C/10 min avec transformation apparemment complète de γ en α) montre nettement en surface, sur une épaisseur de 5 à 6 μm , une couche ferritique. Sous cette couche, dans le volume, on conserve de l'austénite (ce qui correspond à de la martensite après trempe sur la micrographie), dont les joints de grains sont entourés de ferrite. Cette structure dans le volume, vue ici perpendiculairement à la face d'observation, est semblable à celle que nous avons observée au cours des traitements hors du PEEM (fig. 5c).

La transformation ferritique observée dans le PEEM au-dessus de $T_{\alpha\text{CM}}$ est donc limitée à une couche de surface très petite comparée au diamètre moyen des grains austénitiques (40 à 50 μm). Il est également intéressant de noter que ces grains ferritiques ont une forme de disque, leur diamètre moyen vu de la surface étant nettement plus grand que leur épaisseur selon la tranche de l'échantillon.

Comme les électrons participant à la formation de l'image dans le PEEM proviennent d'une profondeur de 100 Å environ (15), soit beaucoup plus faible que l'épaisseur de la couche ferritique, l'image obtenue n'est pas du tout représentative de la transformation en volume de l'échantillon, telle qu'elle a été révélée au cours de traitements thermiques hors du PEEM.

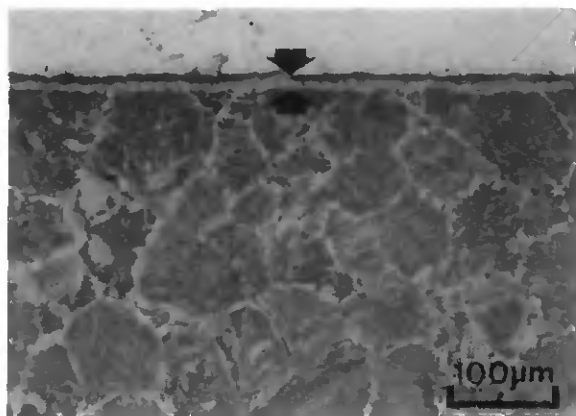


Figure 6. — Coupe micrographique d'un échantillon traité dans le PEEM :
1050°C/10 min + 640°C/10 min + trempe.
Mémoire vérifiée. Matériau : acier DIN 30 Mn 5.

Profils de composition en profondeur des échantillons traités dans le PEEM

Afin d'expliquer l'origine de cette transformation limitée à une faible profondeur sous la surface observée dans le PEEM, nous avons essayé de la mettre en relation avec le profil de composition à travers l'échantillon des éléments d'alliage du matériau étudié. Nous avons eu recours à la microsonde pour l'analyse du manganèse, et à la spectrométrie Auger pour l'analyse du carbone. Il a ainsi été possible de montrer qu'après l'austénitisation dans le PEEM, on a, sur une profondeur de 1 à 10 μm environ (suivant le paramètre d'austénitisation), une diminution sensible et progressive de la teneur en manganèse vers la surface. Pour un échantillon austénitisé à 1150°C/10 min et trempé dans le PEEM par exemple (fig. 7), on peut estimer à 0,15 % la teneur en manganèse à la surface, alors qu'elle est de 1,3 % dans le volume. Cet appauvrissement en manganèse est dû à la sublimation relativement aisée de cet élément durant le traitement thermique sous vide, grâce à sa faible enthalpie d'évaporation. Il s'ensuit que la transformation de la zone affectée par la sublimation sera différente de celle du volume. Notamment, la transformation ferritique y sera favorisée au cours d'un traitement isotherme en dessous d' A_1 .

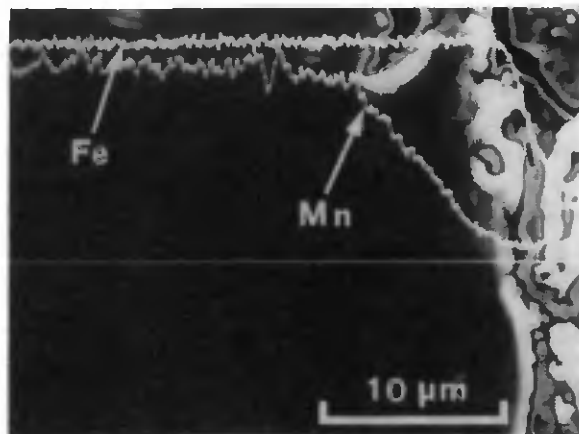


Figure 7. — Profils qualitatifs de la teneur en manganèse comparée à celle du fer, en profondeur d'un échantillon traité dans le PEEM (analyse par microsonde) :
1150°C/10 min + trempe.
Matériau : acier DIN 30 Mn 5.

Le profil du carbone, déterminé par spectrométrie Auger dans un échantillon austénitisé à 950°C/10 min et trempé dans le PEEM, montre une teneur constante jusqu'à la surface de l'échantillon. La transformation ferritique qui s'est effectuée vers la surface n'est donc pas due à une décarburation au cours de l'austénitisation dans le PEEM, ce qui corrobore les affirmations de J. Nutting et al. (16).

Nous avons encore examiné à la microsonde un échantillon d'alliage Fe + 0,3 C + 9 Mn + 5 Ni, austénisé à 1050°C/10 min et trempé dans le PEEM. Nous avons ainsi pu comparer les profils du manganèse et du nickel. La teneur en nickel est constante jusqu'à la surface, alors que la teneur en manganèse varie sur une profondeur de 5 µm environ. Ceci démontre bien le rôle unique joué par le manganèse au cours des traitements thermiques dans le PEEM et explique aussi pourquoi la mémoire structurale n'est pas implantée par le nickel.

Synthèse

Les travaux sus-mentionnés se proposaient d'énoncer une explication cohérente du phénomène de mémoire structurale de la ferrite pour l'austénite, tel qu'il peut être observé dans le PEEM.

Nous avons démontré que l'établissement de l'effet de mémoire est lié à une transformation partielle de l'austénite dans le volume des échantillons, alors que la mémoire est détruite pour une transformation complète.

Lors de la décomposition isotherme de l'austénite, le taux de transformation est fonction des conditions initiales (composition chimique du matériau étudié, particulièrement sa teneur en manganèse, et taille du grain γ primitif), ainsi que des conditions de maintien (temps et température). Nous avons pu ainsi représenter pour notre principal matériau d'étude, soit l'acier DIN 30 Mn 5, les conditions d'implantation ou de destruction de la mémoire sur un diagramme unique, tenant compte de tous ces paramètres (fig. 8).

Dans le PEEM, la pression de vapeur relativement élevée du manganèse contenu dans l'alliage permet à cet élément de quitter facilement l'échantillon par sublimation au cours du traitement thermique sous vide. Ainsi, une certaine couche adjacente à la surface d'ob-

servation est déstabilisée, sa transformation en ferrite étant favorisée. Avec les conditions de traitement thermique réalisées dans le PEEM, cette couche est toujours peu épaisse relativement au diamètre moyen du grain γ initial. Par conséquent, la première couche de grains γ initiaux n'est que partiellement transformée lors de maintiens au-dessus de $T_{\alpha CM}$. Si cette première couche des grains γ est complètement transformée ($T < T_{\alpha CM}$), la mémoire est détruite.

Pour vérifier cette assertion, nous avons, au moyen d'un traitement thermique préalable à 1100°C/24 h dans un four à vide, enlevé du manganèse d'un échantillon par sublimation sur une profondeur plus importante que normalement (quelques µm), soit plusieurs dizaines de µm. Après introduction dans le PEEM, nous avons procédé à l'austénitisation de cet échantillon pour établir des grains γ plus petits que cette épaisseur (soit 50 µm de diamètre environ) (fig. 9a). Un maintien ultérieur à 600°C pendant 1 min conduit à une transformation apparemment complète de γ en α (fig. 9b) ; la mémoire devrait normalement être conservée d'après le diagramme de la figure 8. La réausténitisation à 750°C (fig. 9c) montre que ce n'est pas le cas. La coupe micrographique de l'échantillon (fig. 9d) présente une transformation ferrito-perlitique sur une profondeur de 75 µm, entraînant donc la destruction de la première couche de grains γ originaux, et par conséquent la non conservation de la mémoire. Nos hypothèses se trouvent ainsi vérifiées de façon inéquivoque.

CONCLUSION

La présente étude a permis d'étendre les connaissances acquises lors de recherches précédentes (2, 3, 4), puis de donner une explication du phénomène de mémoire structurale dans les aciers, tel qu'il peut être observé dans un microscope électronique à photoémission (PEEM).

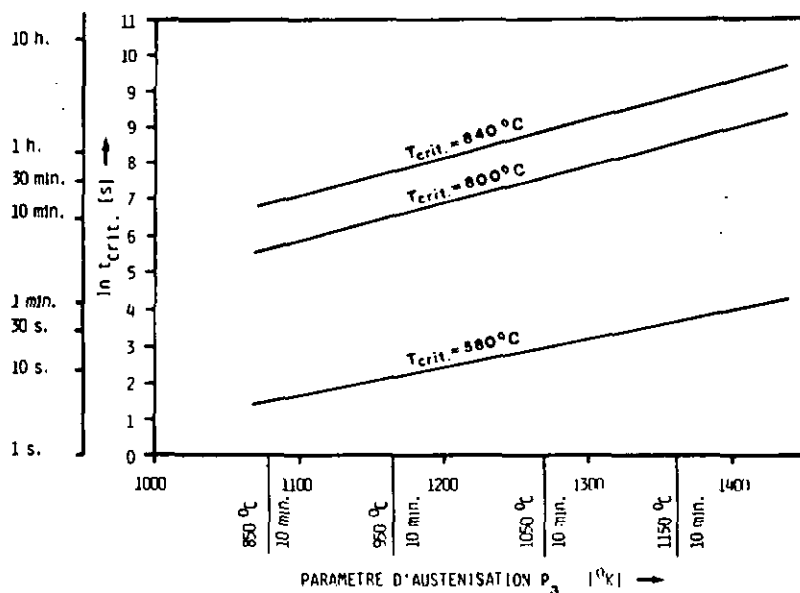
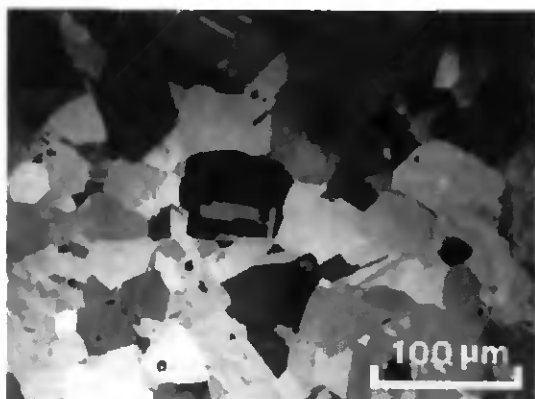


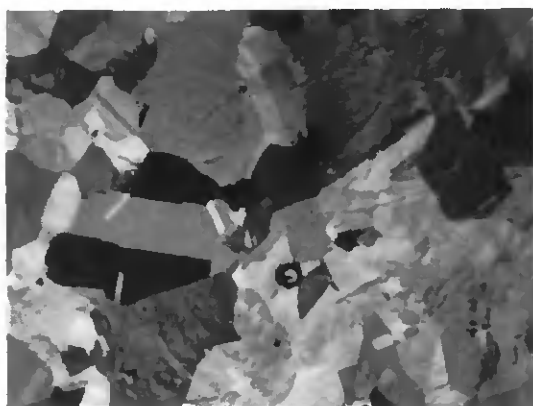
Figure 8. — Conditions limites d'implantation ou de destruction de la mémoire structurale dans l'acier DIN 30 Mn 5 lors de traitements thermiques dans le PEEM.



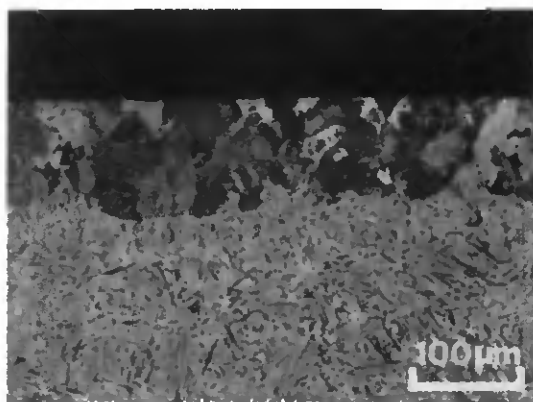
a) Austénite primitive : 850°C/10 min.



b) Ferrite après maintien isotherme à 600°C/1 min. Normalement la mémoire devrait être implantée.



c) Austénite après réausténitisation à 750°C : mémoire non vérifiée.



d) Coupe micrographique d'un échantillon d'acier 30 Mn 5, préalablement traité sous vide à 1100°C/24 h, puis ayant subi le cycle thermique suivant dans le PEEM : 850°C/10 min + 600°C/1 min + trempe. Transformation ferrito-perlitique limitée à la couche affectée par la sublimation du Mn. Volume non transformé.

Figure 9. – Cycle de mémoire dans le PEEM avec un échantillon d'acier DIN 30 MN 5 préalablement traité sous vide à 1100°C/24 h.

Des points communs aux transformations résultant de traitements thermiques dans ou hors du PEEM ont pu être mis en évidence. Nous avons pu démontrer de manière rigoureuse que la mémoire peut être vérifiée dans le volume d'un échantillon pour une décomposition partielle de l'austénite primitive, alors qu'elle est détruite pour une transformation complète. Le taux de décomposition de l'austénite est fonction de conditions initiales (teneur en manganèse du matériau et taille du grain γ primitif), ainsi que du temps et de la température de maintien isotherme. Il s'ensuit que les conditions d'implantation ou de destruction de la mémoire, pour un alliage donné, peuvent être représentées sur un diagramme unique tenant compte de tous ces paramètres.

Le manganèse, grâce à son fort pouvoir de stabiliser l'austénite surrefroidie, tend à retarder la transformation

en ferrite, celle-ci commençant aux joints de grains de l'austénite primitive et progressant vers le centre de chaque grain. Ainsi, à chacun des grains austénitiques primitifs correspond une seule région non transformée lorsque la mémoire est implantée après un maintien isotherme au-dessus de T_{OCM} . La reconstitution de l'austénite primitive s'effectue alors par simple croissance à courte distance de ces régions non transformées.

Dans le PEEM pourtant, la mémoire peut être reconstruite même pour une transformation apparemment complète de l'austénite. Dans ce cas, nous avons montré que la transformation ferritique visible sur l'écran fluorescent du microscope est en fait limitée à une faible profondeur près de la surface des échantillons. Cette zone est déstabilisée par un appauvrissement important en manganèse dû à la sublimation facile de cet élément au cours des traitements thermiques sous vide. Les critères établis précédemment,

relatifs aux conditions d'implantation ou de destruction de la mémoire dans le volume de l'échantillon, restent bien entendu valables pour les régions situées sous la couche de surface observée dans le PEEM. Ainsi, la mémoire est vérifiée dans le PEEM si la première couche de grains γ adjacents à la surface n'est que partiellement transformée au cours du maintien isotherme bien que la décomposition $\gamma \rightarrow \alpha$ observée à la surface apparaisse comme complète.

La reconstitution de l'austénite initiale observée dans le PEEM se fait donc également à partir de grains γ non complètement transformés, par un mouvement de leurs joints vers la surface. L'exacte reconnaissance de la morphologie primitive est encore facilitée par la propriété qu'ont les joints de la première couche de grains de s'arranger perpendiculairement à la surface libre. On comprend aussi facilement que la mémoire est d'autant plus exacte que la profondeur de la couche ferritique produite lors du maintien isotherme est petite par rapport à la taille du grain de la première couche de l'austénite initiale.

Ainsi, cette étude confirme que si la microscopie électronique est souvent un outil précieux pour le métallurgiste, il s'agit toujours d'être très prudent dans l'extrapolation d'observations superficielles aux phénomènes se déroulant à l'intérieur d'un échantillon (14).

Remerciements

Cette étude a été effectuée entre 1978 et 1981, à l'Institut de Métallurgie Structurale de l'Université de Neuchâtel (Suisse), grâce au soutien financier du Fonds National Suisse de la Recherche Scientifique. Le présent article constitue un résumé du travail de thèse soumis par J. Forchelet à la Faculté des Sciences de l'Université de Neuchâtel pour l'obtention du titre de docteur es-sciences.

Les auteurs tiennent également à remercier :

- le Département des Matériaux de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, pour la mise à disposition de ses fours pour l'élaboration de certains alliages, et de ses installations d'analyse (machine Gleeble, spectromètre Auger, dilatomètre Chevenard),
- l'Institut de Physique Expérimentale de l'Université de Lausanne, pour les analyses à la microsonde,
- Monsieur David Edmonds, qui nous a permis de faire élaborer certains alliages au Cambridge Material Science Laboratory,
- l'entreprise « Métaux Précieux » de Neuchâtel, pour la réalisation de traitements thermiques sous vide,
- les collaborateurs de la maison Balzers A.G., pour leur dévouement et leur patience à soigner les maux dont a souffert notre microscope électronique à photo-émission.

bibliographie

- 1 WAYMAN (C.M.). — *J. of Metals* (June 1980), 129-137.
- 2 MIDDLETON (C.J.), FORM (G.W.). — *Metal Science*, 9 (1975), 521-528.
- 3 RUTISHAUSER (W.), FORM (W.). — *Fonds National Suisse de la Recherche Scientifique. Rapport annuel 1977*, p. 53-60.
- 4 RUTISHAUSER (W.), FORM (W.). — *Zeitschrift für Metallkunde*, 71 (1980), 297-302.
- 5 THOMPSON (V.), HINTERMANN (H.E.), CHOLLET (L.). — *Surface Technology*, 8 (1979), 421-428.
- 6 HANSEN (M.). — «*Constitution of binary alloys*». Mc Graw Hill, New York (1958).
- 7 DESFORGES (C.D.), DUCKWORTH (W.E.), RYAN (T.F., J.N.). — «*Manganese in Ferrous Metallurgy*», Manganese Centre, Paris (1976).
- 8 SCHUMANN (H.). — *Archiv für das Eisenhüttenwesen*, 8 (1967), 647-656.
- 9 BOLTON (J.O.), PETTY (E.R.). — *Metal Science J.*, 5 (1971), 166-173.
- 10 HOLDEN (A.), BOLTON (J.O.), PETTY (E.R.). — *J.I.S.I.* (Sept. 1971), 721-728.
- 11 *Annual Reports on the Progress of Chemistry*, vol 71 (1974), London.
- 12 LANGE III (W.F.), AARONSON (H.I.). — *Metallurgical Transactions*, 10A (Dec. 1979), 1951-1952.
- 13 MAYNIER (Ph.), MARTIN (P.F.), BASTIEN (P.), SEBILLE (J.). — «*Etablissement d'une équivalence entre le temps et la température d'austénitisation. Application aux traitements thermiques et au soudage*», *Mém. Sci. Rev. Mét.*, 63, N° 12 (1966), 997-1016.
- 14 COMTE (P.-A.), FORM (W.). — *Metal Science*, 9 (1975), 22-26.
- 15 OANNOHL (H.O.), GRABER (R.), WEGMANN (L.). — *Microstructures* (Aug./Sept. 1971).
- 16 PARKER (K.E.), BURNETT (B.), BAKER (A.J.), NUTTING (J.). — *BEDO*, 12/2, 1. EEM-Conf. (1979), Verlag R.A. Remy, O-4400 Münster (1979), p. 123-127.



Le texte complet de la thèse est déposé à l' :

INSTITUT DE METALLURGIE STRUCTURALE DE L'UNIVERSITE DE NEUCHATEL
51, Avenue de Belleaux
2000 NEUCHATEL