



HAL
open science

**Aciers bainitiques sans carbure : caractérisations
microstructurale multi-échelle et in situ de la
transformation austénite-bainite et relations entre
microstructure et comportement mécanique**

Jean-Christophe Hell

► **To cite this version:**

Jean-Christophe Hell. Aciers bainitiques sans carbure : caractérisations microstructurale multi-échelle et in situ de la transformation austénite-bainite et relations entre microstructure et comportement mécanique. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2011. Français. NNT : 2011METZ031S . tel-01749071

HAL Id: tel-01749071

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749071>

Submitted on 29 Mar 2018

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.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

THESE

Présentée à



L'UNIVERSITE PAUL VERLAINE DE METZ

Par

Jean Christophe Hell

Pour l'obtention du grade de :

Docteur de l'Université de Metz

DISCIPLINE : Sciences des matériaux
SPECIALITE : Mécanique des matériaux

**Aciers bainitiques sans carbure :
Caractérisations microstructurales multi-échelles et *in situ*
de la transformation austénite – bainite et relations entre
microstructure et comportement mécanique.**

Soutenue publiquement le 10 novembre 2011 à l'Université de Metz devant le jury composé de :

M. Yves Bréchet	Professeur au SIMAP, Université de Grenoble	Président du jury
Mme Anne Françoise Gourgues-Lorenzon	Professeur au Centre des Matériaux Mines ParisTech, France	Rapporteur
M. Hatem Zurob	Professeur au département MSE, McMaster University, Canada	Rapporteur
M. Mohamed Gouné	Chercheur à l'ICMCB, Université de Bordeaux, France	Examineur
M. Sébastien Allain	Ingénieur de recherche, ArcelorMittal Maizières Research, France	Examineur
M. Alain Hazotte	Professeur au LEM3, Université de Metz, France	Directeur de thèse
M. Jean-Philippe Chateau	Maître de conférences à l'IJL, Ecole des Mines de Nancy, France	Co-directeur de thèse
M. Moukrane Dehmas	Maître de conférences à l'IJL, Université Henri Poincaré - Nancy, France	Co-encadrant scientifique

Remerciements

Les locaux du Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3), ainsi que ceux de l'institut Jean Lamour, m'ont accueilli pour cette thèse, financée par une bourse ministérielle et un contrat de collaboration avec le centre de recherche ArcelorMittal Maizières Research.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à mon équipe encadrante : Alain Hazotte, Moukrane Dehmas et Jean Philippe Chateau, qui m'ont permis de réaliser cette thèse et ont su appuyer une candidature problématique vis-à-vis d'une administration parfois trop sectaire sur leur politique de recrutement. Leurs conseils et leurs encouragements m'ont permis de réaliser ces travaux dans les meilleures conditions. Je remercie encore tout particulièrement Moukrane pour son engagement sans limite pendant ces trois années et surtout pour le temps qu'il a su trouver pour me former au métier de la recherche. Je tiens également à remercier Sébastien Allain pour son dynamisme, sa disponibilité et les nombreux conseils qu'il a sus prodiguer avec sagesse tout au long de ces travaux. Je le remercie d'autant plus pour son implication dans mon recrutement au sein de la société ArcelorMittal quelques jours seulement après la soutenance. Un grand merci à vous quatre.

Je suis très reconnaissant envers Anne Françoise Gourgues Lorenzon et Hatem Zurob pour l'intérêt qu'ils ont porté à cette étude en acceptant d'en être les rapporteurs. Je les remercie pour l'efficacité et la réactivité dont ils ont fait preuve et les conseils qu'ils m'ont apportés pour améliorer la qualité de ce manuscrit. Je remercie également Yves Bréchet pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider mon jury de thèse et les propositions faites pour poursuivre certains travaux associés à cette étude. Je souhaite également remercier Mohamed Gouné pour avoir accepté de participer au jury et pour ses nombreuses idées sur la poursuite et la compréhension des travaux sur la transformation de phase bainitique.

Je voudrais remercier aussi tous les membres du LEM3 et de l'IJL qui ont participé de près ou de loin à cette thèse. Je pense tout particulièrement à Nathalie Gey pour son temps et son aide en EBSD, Bernard Bolle pour ses conseils avisés, Olivier Perroud et Guillaume Geandier pour leur participation aux expériences réalisées à l'ESRF, Benoit Denand pour les essais de dilatométrie, Sylvie Migot pour les observations MET, Jérôme Slowensky, Auriane Mandrelli et Yudong Zhang pour leur aide à la préparation des échantillons et à l'utilisation des MEB et MET. Un grand merci est également de rigueur pour les techniciens du centre de recherche ArcelorMittal, Thierry Mastroiello et Mickael Crouvizier, qui ont pris en charge l'élaboration des aciers de l'étude et des différentes éprouvettes destinées aux essais mécaniques. Enfin, je tiens à remercier les doctorants et permanents que j'ai pu croiser au cours de ces trois années. Je tiens à remercier tout particulièrement Guillaume, Pierre, Benoit, Nicolas, Muslum, Alex, Julien, Elodie, Alban, Manu, Albert, Jean-Jacques, Lionel, Luc et Wu Jiang.

Je tiens également à exprimer ma gratitude aux différentes personnes avec lesquelles j'ai eu l'occasion de collaborer au cours de cette étude : Frédéric Danoix pour les essais de sonde tomographique, Hatem Zurob et David Embury pour leurs conseils et l'opportunité qu'ils m'ont donnée de présenter certains travaux à

McMaster University, et enfin Thomas Buslaps, Jonathan Wright et Jérôme Andrieux pour leur aide lors des expériences réalisées à l'ESRF.

Enfin, je souhaite remercier ma famille, mes parents et frères, ainsi que mes amis Tony, Gilume, Fif, Douglas, John Coxx, JC et les autres, pour leur soutien et les bons moments qui m'ont permis d'égayer encore plus ces trois années.

Résumé

Les aciers bainitiques sans carbure font partie d'une nouvelle génération d'aciers à très haute résistance, présentant des limites d'élasticité élevées et un excellent compromis entre résistance mécanique et ductilité. Leurs propriétés sont liées à la spécificité de leur microstructure qui fait intervenir plusieurs constituants (bainite, austénite et martensite) imbriqués selon une topologie particulière (colonies lamellaires et îlots résiduels). De nombreuses questions restent cependant en suspens quant aux liens existant entre paramètres microstructuraux et propriétés mécaniques. Ce travail de thèse vise ainsi à explorer ces relations dans différents aciers bainitiques sans carbure élaborés par traitement de trempe étagée.

Diverses techniques de caractérisation *in situ* et *post mortem* ont été mises en œuvre pour analyser qualitativement et quantitativement les microstructures résultant de la décomposition de l'austénite en conditions isothermes. L'influence de la température de maintien isotherme et de la concentration en carbone sur la microstructure et la microtexture a ainsi été mise en évidence. Un traitement de trempe étagée réalisé sous Ms a également permis d'élaborer une microstructure composite constituée de martensite revenue, de ferrite bainitique et d'austénite résiduelle.

Des essais de traction et de cisaillement ont permis d'évaluer les propriétés mécaniques de ces aciers et notamment d'estimer les contributions isotropes et cinématiques de leur écrouissage. Les résultats ont ensuite été analysés à la lumière des informations microstructurales et l'influence de certains constituants a été mise en évidence. Le comportement de la bainite sans carbure élaborée sous Ms a été appréhendé par une approche micromécanique basée sur une loi des mélanges entre la martensite revenue et le composé bainite – austénite résiduelle.

Abstract

Carbide-free bainitic steels are part of the 3rd generation of advanced high strength steels, which exhibit high yield strength and an excellent compromise between tensile strength and ductility. These ground – breaking properties are achieved thanks to the characteristics of their microstructure which is constituted of different phases (bainite, austenite and martensite) organized in a specific way (typical bainitic colonies and residual islands). However, relationships between microstructural features and mechanical properties are yet to be thoroughly established. In the frame of this PhD, we investigated these relationships in carbide-free bainitic steels elaborated by an austempering process.

Various means of characterization were used *in situ* and *post mortem* to analyze qualitatively and quantitatively microstructures elaborated by the decomposition of the austenite in isothermal conditions. The influence of the austempering

temperature and the carbon content on the microstructures has been highlighted. Moreover, austempering under Ms allowed elaborating a microstructure constituted of tempered martensite, bainitic ferrite and residual austenite.

Tensile and shear tests were performed in order to evaluate their mechanical properties and to estimate the kinematical and isotropic contributions of the work-hardening. Results were analyzed in the light of the microstructural characterizations and the effects of some microstructural features have been highlighted. The mechanical behavior of the bainite elaborated under Ms was estimated by a micromechanical approach based on a law of mixtures between the tempered martensite and the compound made of bainitic ferrite and residual austenite.

Sommaire

Introduction générale – contexte et objectifs de l'étude	13
Chapitre I : Revue Bibliographique	18
I.1. Métallurgie des aciers bainitiques	19
I.1.1. Microstructure de la bainite.....	20
I.1.1.1. Définitions	20
I.1.1.2. Classifications et morphologies de la bainite	22
I.1.1.3. Cas des aciers bainitiques sans carbure (BSC)	24
I.1.2. La transformation bainitique : un débat toujours d'actualité	26
I.1.2.1. Une transformation de phases controversée	26
I.1.2.2. Théorie displacive	26
I.1.2.3. Théorie diffusive.....	26
I.1.2.4. Le rôle du carbone	26
I.1.2.5. Formation de la bainite	27
I.1.3. Aspect cristallographique.....	31
I.1.3.1. Rappels de cristallographie.....	31
I.1.3.2. Unicité et dispersion de la relation d'orientation.....	33
I.1.3.3. Cristallographie de la ferrite bainitique.....	34
I.1.3.4. Principe de classification cristallographique de la bainite	36
I.2. Comportement mécanique des aciers bainitiques.....	36
I.2.1. Généralités sur le comportement mécanique de la bainite	37
I.2.2. Résistance de la bainite	39
I.2.3. Ductilité et mécanismes de rupture	40
I.2.4. Ténacité	41
I.2.5. L'effet TRIP	42
I.2.6. Les aciers bainitiques modernes	42
I.2.7. Les aciers bainitiques sans carbure	43
I.3. Synthèse	46
I.4. Références bibliographiques	47

Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales	51
II.1. Elaboration des matériaux.....	52
II.1.1. Composition chimique.....	52
II.1.2. Traitement thermomécanique.....	54
II.1.3. Traitement bainitique par trempe étagée et températures de transformation	54
II.2. Caractérisation des microstructures élaborées par traitement de trempe étagée	56
II.2.1. Microscopies optique et électroniques.....	56
II.2.2. Sonde atomique tomographique.....	57
II.3. Caractérisation des cinétiques de la transformation bainitique	58
II.3.1. Dilatométrie	58
II.3.2. Diffraction des rayons X par rayonnement synchrotron	59
II.3.2.1. Objectif.....	59
II.3.2.2. Description du dispositif expérimental	59
II.3.2.3. Exploitation des résultats	62
II.4. Caractérisation du comportement mécanique	62
II.4.1. Essai de traction.....	63
II.4.2. Essai de cisaillement monotone et réversible	63
II.5. Références bibliographiques	65
Chapitre III : Microstructures et microtextures en lien avec les températures de transformation	66
III.1. Introduction	67
III.2. Microstructures élaborées à Ms et Ms+50°C	67
III.2.1. Principales phases en présence.....	67
III.2.2. Précipitation intra-latte	71
III.2.3. Epaisseur des lattes de ferrite bainitique.....	75
III.2.4. Microtexture	77
III.2.4.1. Relation d'orientation	77
III.2.4.2. Distribution des désorientations : distinction entre bainite inférieure et supérieure	78
III.2.5. Bilan : influence de la température de maintien isotherme T_m et de la teneur en carbone nominale X_c	83

III.3. Microstructures élaborées à Ms-50°C	84
III.3.1. Introduction	84
III.3.2. Principales phases en présence	86
III.3.3. Epaisseur des lattes.....	88
III.3.4. Microtexture	88
III.3.4.1. Relation d'orientation	88
III.3.4.2. Distribution des désorientations : distinction entre phase "isotherme" et martensite	89
III.3.5. Bilan	91
III.4. Synthèse des états microstructuraux	91
III.5. Références bibliographiques	92
Chapitre IV : Suivi <i>in situ</i> de la décomposition de l'austénite.....	94
IV.1. Introduction	95
IV.1.1. Etude préliminaire	96
IV.1.2. Traitements thermiques réalisés sur la ligne ID15B à l'ESRF	97
IV.1.2.1. Conditions d'austénitisation	97
IV.1.2.2. Conditions de refroidissement et traitements de trempe étagée	98
IV.2. Transformation bainitique en condition isotherme à Ms et Ms+50°C	100
IV.2.1. Cinétiques de transformation de phases	100
IV.2.1.1. Identification des phases en présence.....	100
IV.2.1.2. Influence de la température de maintien isotherme (T_m) et de la concentration nominale en carbone (X_C) sur les cinétiques de la transformation bainitique.....	101
IV.2.1.3. Bilan : temps d'incubation et fractions de phases	104
IV.2.1.4. Construction des diagrammes TTT	106
IV.2.2. Evolution des paramètres de maille.....	108
IV.2.2.1. Phase austénitique	108
IV.2.2.2. Phase ferritique.....	114
IV.2.2.3. Bilan : concentration en carbone dans la ferrite bainitique et dans l'austénite	117
IV.2.3. Confrontation des cinétiques obtenues par DRXHE et dilatométrie.	119

IV.3. Transformation de phases en condition isotherme à Ms-50°C	120
IV.3.1. Transformation martensitique au refroidissement précédant le maintien isotherme à Ms-50°C	121
IV.3.2. Transformation isotherme au palier à Ms-50°C	124
IV.3.2.1. Cinétiques de transformation	124
IV.3.2.2. Evolutions des paramètres de maille	126
IV.4. Synthèse	129
IV.5. Références bibliographiques	130
Chapitre V : Comportement mécanique en lien avec la microstructure	132
V.1. Comportement mécanique	133
V.1.1. Comportement aux faibles déformations	134
V.1.1.1. Comportement en traction simple	134
V.1.1.2. Coefficient d'écroissage	139
V.1.1.3. Observations in situ du comportement en traction par rayonnement synchrotron	143
V.1.2. Comportement aux grandes déformations	143
V.1.2.1. Propriétés à rupture : extrapolation des propriétés de traction	144
V.1.2.2. Comportement en cisaillement monotone	147
V.1.3. Caractérisation de la nature de l'écroissage et effet Bauschinger	150
V.2. Mécanismes de rupture	154
V.2.1. Faciès de rupture	154
V.2.2. Mécanismes d'amorçages et de propagation	156
V.3. Discussion des relations microstructure/propriétés	160
V.3.1. Le traitement de trempe étagée à Ms-50°C : rôle de la martensite revenue	160
V.3.2. Rôle de l'austénite résiduelle	164
V.3.3. Rôle des îlots MA	166
V.4. Synthèse	167
V.5. Références bibliographiques	169
Conclusions générales – perspectives	171
Annexe	177

Introduction générale – contexte et objectifs de l'étude

Contexte de l'étude

Durant la dernière décennie, le développement de nouvelles nuances d'acier à très haute résistance (THR) a connu un engouement de plus en plus fort, en particulier dans le secteur automobile. Les acteurs de ce secteur ont pour objectif de produire des véhicules plus légers et plus performants afin de réduire la consommation de carburant et d'améliorer la sécurité des passagers. Ces contraintes ont conduit les sidérurgistes à développer de nouveaux alliages plus résistants ($R_m > 1200$ MPa) qui présentent une aptitude à la mise en forme accrue, notamment dans les filières de produits plats et longs. Un gain substantiel de la masse de la caisse en blanc est ainsi attendu grâce à un amincissement des tôles sans que leur tenue mécanique ne soit remise en cause.

Selon la terminologie couramment employée, nous pouvons distinguer deux générations d'aciers THR, associées à des combinaisons différentes de résistance mécanique et de ductilité (figure 1 ; [MAT'09]). La première regroupe principalement les aciers Dual Phase (martensite dans une matrice ferritique), les aciers TRIP (Plasticité Induite par la TRansformation ou TRansformation Induced Plasticity), les aciers martensitiques, les aciers HSLA (aciers bas carbone faiblement alliés principalement ferrito-perlitique) et les aciers à phases complexes (Complex Phase). La seconde génération est constituée des aciers austénitiques et des aciers TWIP (Plasticité Induite par le Maclage de l'austénite ou TWinning Induced Plasticity). Les aciers THR de 1^{ère} génération présentent un large panel de combinaisons résistance/ductilité où une augmentation de la résistance est généralement associée à une perte de ductilité. Les aciers austénitiques et à effet TWIP proposent en comparaison une excellente aptitude à la mise en forme pour des résistances mécaniques très élevées, mais leurs microstructures sont associées à des coûts de production élevés et des difficultés de mise en service (par exemple la mauvaise soudabilité) en raison des fortes concentrations en éléments d'alliage.

Dans l'optique de produire des aciers plus performants en termes de combinaison résistance/ductilité que les aciers THR de 1^{ère} génération, et aux coûts moins élevés que ceux associés à la production d'aciers THR de 2^{ème} génération, des alliages, dits de 3^{ème} génération, ont vu le jour ces dernières années. Les opportunités en termes de combinaison résistance/ductilité de cette 3^{ème} génération de matériaux sont reportées sur la figure 1. L'obtention de telles propriétés requiert des microstructures complexes où la phase principale est très résistante (martensite, bainite, ferrite à grains ultra fins, ...) et les phases secondaires sont ductiles (essentiellement de l'austénite retenue à température ambiante). Des traitements thermomécaniques non conventionnels permettent d'obtenir de telles combinaisons.

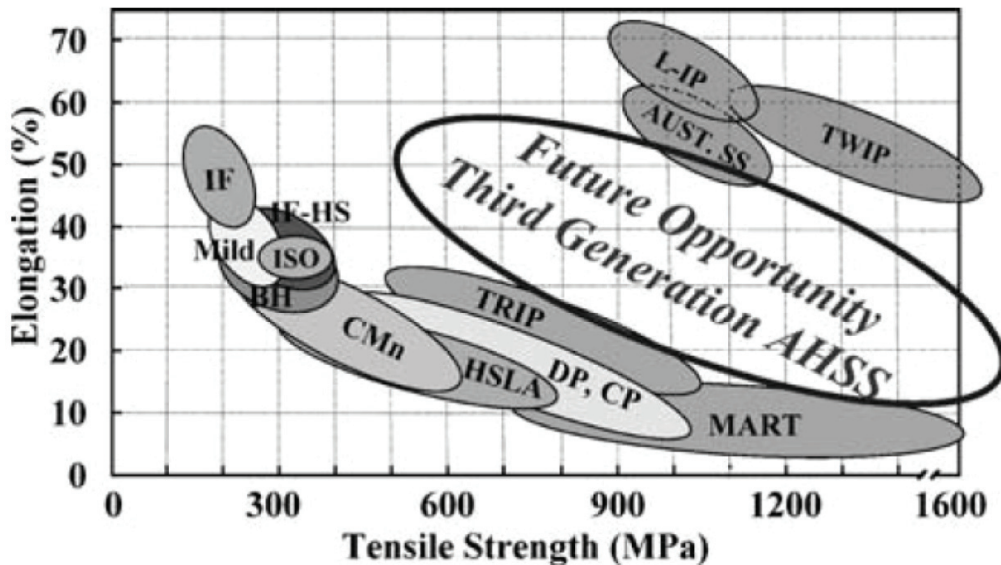


Fig. 1 : Illustration des combinaisons résistance/ductilité des 1^{ère} et 2^{ème} génération d'aciers THR [MAT'09].

Parmi cette 3^{ème} génération d'aciers, ceux qui présentent les comportements mécaniques les plus prometteurs sont les aciers bainitiques sans carbure (BSC) dans lesquels de l'austénite résiduelle est contenue dans une matrice bainitique exempte de cémentite, les aciers à matrice martensitique élaborés par traitement de trempe et partitionnement (Quenching & Partitioning – Q&P) et les aciers TRIP à matrice martensitique (parfois dénommés aciers à fibres de Thomas). Ces métallurgies présentent un certain nombre de caractéristiques communes :

- leur composition chimique est proche de celle d'aciers TRIP à matrice ferritique (THR de 1^{ère} génération) mais enrichie en éléments gammagènes (Mn, Ni, Cu),
- tous présentent une bonne ductilité et une aptitude à la mise en forme grâce à la présence d'austénite retenue à température ambiante susceptible de présenter un effet TRIP,
- la morphologie lamellaire très fine de leur matrice contient de fortes contraintes internes et par conséquent présente une bonne résistance à l'endommagement.

Elles se distinguent ainsi principalement par la nature de leur matrice et la stabilité mécanique de leur phase austénitique.

Bien que les études récentes rapportent le développement d'aciers THR de 3^{ème} génération aux comportements mécaniques très prometteurs, de nombreuses zones d'ombre persistent dans la compréhension des relations microstructures/propriétés et notamment dans l'identification de paramètres microstructuraux pertinents permettant de décrire le comportement en déformation de ces aciers. Les aciers BSC n'échappent pas à ce constat et font l'objet de notre étude.

Objectifs et plan de l'étude

La principale difficulté rencontrée dans la production d'aciers BSC est que la microstructure est fortement impactée par les conditions d'élaboration et la composition chimique de l'alliage, ce qui fait varier significativement le comportement mécanique résultant. Cette difficulté est renforcée par le fait que la transformation bainitique est complexe et que ses mécanismes restent en partie incompris ou du moins controversés. L'industrialisation de tels produits requiert ainsi l'établissement de repères et critères pour ajuster convenablement les compositions chimiques et les traitements thermomécaniques permettant leur élaboration.

Nos travaux s'inscrivent dans une démarche "alloy design", ce qui signifie une optimisation de la composition chimique et de la microstructure en se référant aux nombreuses études publiées sur ce type de métallurgie.

L'objectif principal de cette étude est de définir des paramètres microstructuraux pertinents permettant d'expliquer le comportement en déformation d'alliages aux microstructures bainitiques sans carbure. Nos travaux s'articulent ainsi autour de deux axes majeurs :

- la caractérisation à différentes échelles des microstructures élaborées à travers une démarche "alloy design" afin d'obtenir un panel de microstructures variées en termes de proportion de phases et de stabilité des phases secondaires,
- la caractérisation des comportements mécaniques résultants afin d'expliquer le comportement en déformation à la lumière des analyses microstructurales.

Le chapitre I est consacré à une revue bibliographique des aciers bainitiques et plus particulièrement à la transformation bainitique et aux différentes microstructures pouvant être obtenues. Une définition précise de la phase bainitique et des différentes classifications qui ont vu le jour depuis sa découverte seront discutées. Le comportement mécanique de la bainite γ est également décrit et une attention particulière a été portée sur les études récentes portant sur des aciers BSC. Cette synthèse bibliographique nous a permis d'établir une gamme de composition chimique permettant d'obtenir des microstructures répondant au compromis résistance/ductilité visé.

Le chapitre II présente la démarche "alloy design" adoptée pour élaborer les aciers BSC de cette étude et décrit les techniques d'analyse et de mesure mises en œuvre pour caractériser les états microstructuraux à différentes échelles et le comportement mécanique des aciers élaborés.

Dans le troisième chapitre, nous présentons les analyses des microstructures élaborées par traitements de trempe étagée réalisés à différentes températures de maintien isotherme. Les résultats sont discutés en termes de phases en présence, de distribution des phases secondaires et de microtextures. Ces analyses ont pour but de discriminer les microstructures étudiées et de mettre en évidence les influences de la composition chimique nominale et de la température de maintien isotherme sur les états microstructuraux après élaboration.

Ces études *post mortem* ont été complétées par une campagne d'analyses par diffraction de rayons X à haute énergie (DRXHE) pour suivre en continu les évolutions des fractions de phase en présence et leurs paramètres de maille au

cours de la décomposition de l'austénite en condition isotherme. Les résultats sont présentés et discutés dans le chapitre IV. Cette étude a été réalisée dans le but d'accroître nos connaissances sur la transformation bainitique et d'apporter des données quantitatives pour une compréhension plus poussée du comportement en déformation de ces aciers.

Le chapitre V présente les résultats des caractérisations mécaniques réalisées sur l'ensemble des nuances étudiées dans ces travaux. Des essais de traction uniaxiale ont été réalisés afin de caractériser leur comportement aux faibles déformations, qu'une mesure des contraintes et déformations à rupture permet d'extrapoler aux grandes déformations. La nature de l'écrouissage (isotrope ou cinématique) de ces nuances a également été étudiée par des essais de cisaillement réversible. L'influence des phases secondaires sera ensuite discutée en lien avec l'étude de la rupture. Enfin, le comportement en déformation de ces aciers est discuté en lien avec les états microstructuraux décrits dans les chapitres précédents.

Enfin, nous terminerons par une synthèse des principaux points dégagés au cours de ce travail et évoquerons en perspective certains axes de prolongement de l'étude.

Références bibliographiques

[MAT'09] D.K. Matlock, J.G. Speer, *Microstructure and Texture in Steels and Other Materials*, Jamshedpur, INDIA, A. Haldar, S. Suwas, D. Bhattacharjee (Eds.), 2009, 185-205.

Chapitre I : Revue Bibliographique

I. Revue Bibliographique

I.1. Métallurgie des aciers bainitiques

A la fin des années 1920, Davenport et Bain ont mené des études sur la décomposition isotherme de l'austénite dans des gammes de températures comprises entre la température de fin de transformation perlitique et la température de début de transformation martensitique (M_s). Une nouvelle microstructure, constituée "d'agrégats aciculaires et sombres" qui diffère des microstructures martensitiques et perlitiques observées dans le même acier, a ainsi été découverte (figure I.1) [DAV'30]*¹. La microstructure élaborée présente d'inhabituelles propriétés, mais très prometteuses : elle est "plus résistante que la martensite revenue pour la même dureté" [BAI'39]*.

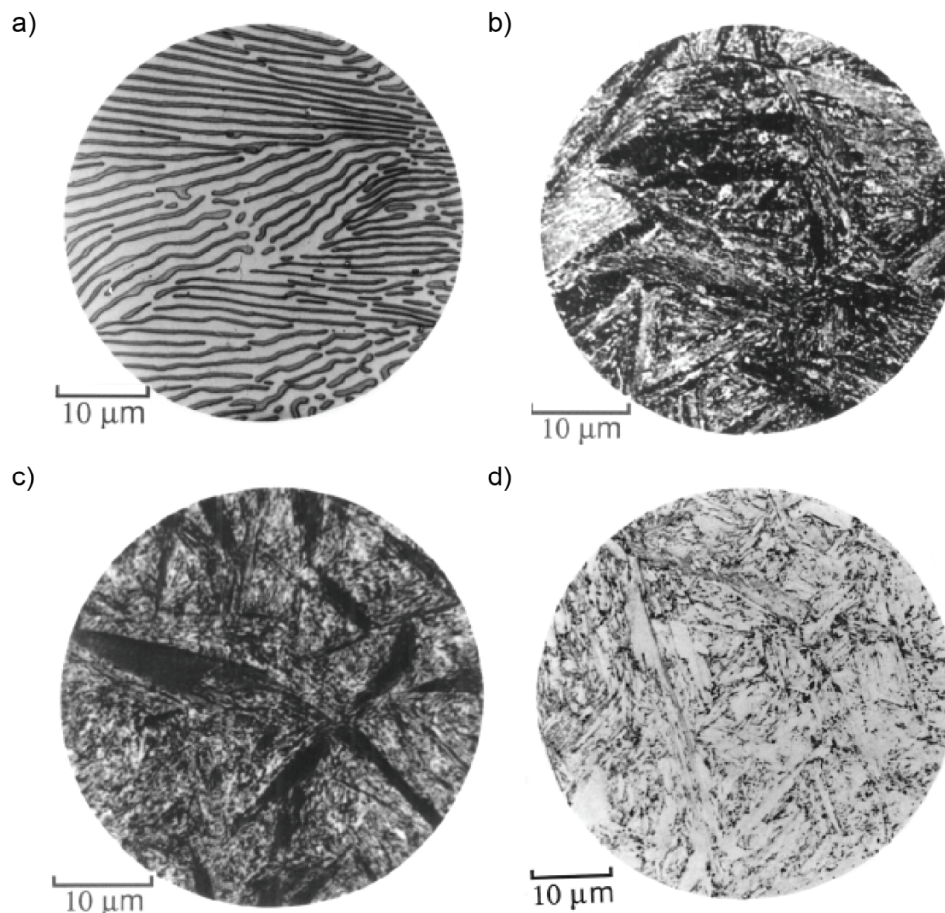


Fig. I.1 : Microstructure dans un acier eutectoïde : a) Perlite formée à 720°C ; b) Bainite obtenue par transformation isotherme à 290°C ; c) Bainite obtenue par transformation isotherme à 180°C ; d) Martensite [BAI'39].

¹ Certaines références présentées dans ce chapitre sont issues de l'ouvrage "Bainite in Steels 2nd edition" de H.K.D.H. Bhadeshia [BHA'01]. Elles sont signalées par le suffixe *.

En 1934, l'équipe de recherche a nommé cette microstructure "bainite" en l'honneur de leur collègue Edgar C. Bain, qui était l'instigateur de l'étude et fût le premier à présenter une micrographie de la bainite.

I.1.1. Microstructure de la bainite

I.1.1.1. Définitions

La bainite a été définie par trois caractéristiques principales qui la distinguent des microstructures perlitiques et martensitiques [AAR'69].

I.1.1.1.a. Définition microstructurale

La bainite est définie comme un produit de la décomposition de l'austénite par des mécanismes compétitifs. Il s'agit ainsi d'un agrégat lamellaire de ferrite et de phases secondaires (cémentite, austénite résiduelle et/ou martensite). Les agrégats sont dénommés paquets bainitiques (ou "sheaves of bainite" en anglais). Ils sont constitués d'un ensemble de sous-unités de ferrite bainitique qui se forment avant les phases secondaires (à l'exception de l'austénite résiduelle) [HIL'93], contrairement à la perlite où ferrite et cémentite qui se forment de façon coopérative. Les sous-unités (ou "sub-units" en anglais) peuvent avoir une morphologie en plaquette ou en latte. La figure I.2 illustre schématiquement les morphologies de plaquettes et des lattes de ferrite bainitique.

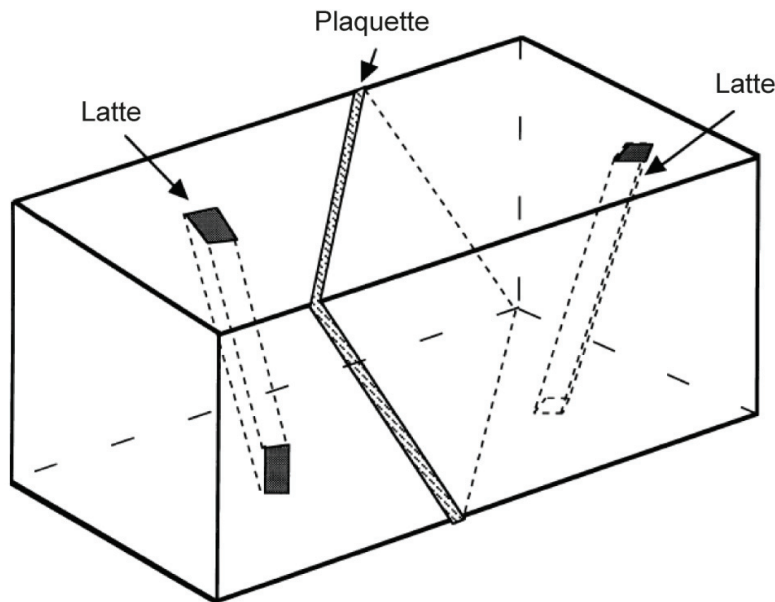


Fig. I.2 : Représentation schématique en trois dimensions de la morphologie des plaquettes et des lattes de ferrite bainitique [BHA'01].

I.1.1.1.b. Cinétique de transformation

La définition cinétique est basée sur l'existence d'une courbe en C propre à la bainite sur un diagramme TTT pour les alliages Fe-C ou Fe-C-X (figure I.3) [ZEN'46, AAR'01]*. La limite supérieure de la courbe débute à une température B_s nettement plus faible que la température eutectoïde et la limite inférieure se situe généralement à la température de formation de la martensite M_s . De plus, la définition cinétique décrit la bainite comme une transformation incomplète. Dans certains cas, la cinétique de la transformation bainitique est infiniment longue lorsque la température de transformation isotherme est proche de la limite supérieure de la courbe en C, c'est-à-dire la température B_s [HEH'72]*.

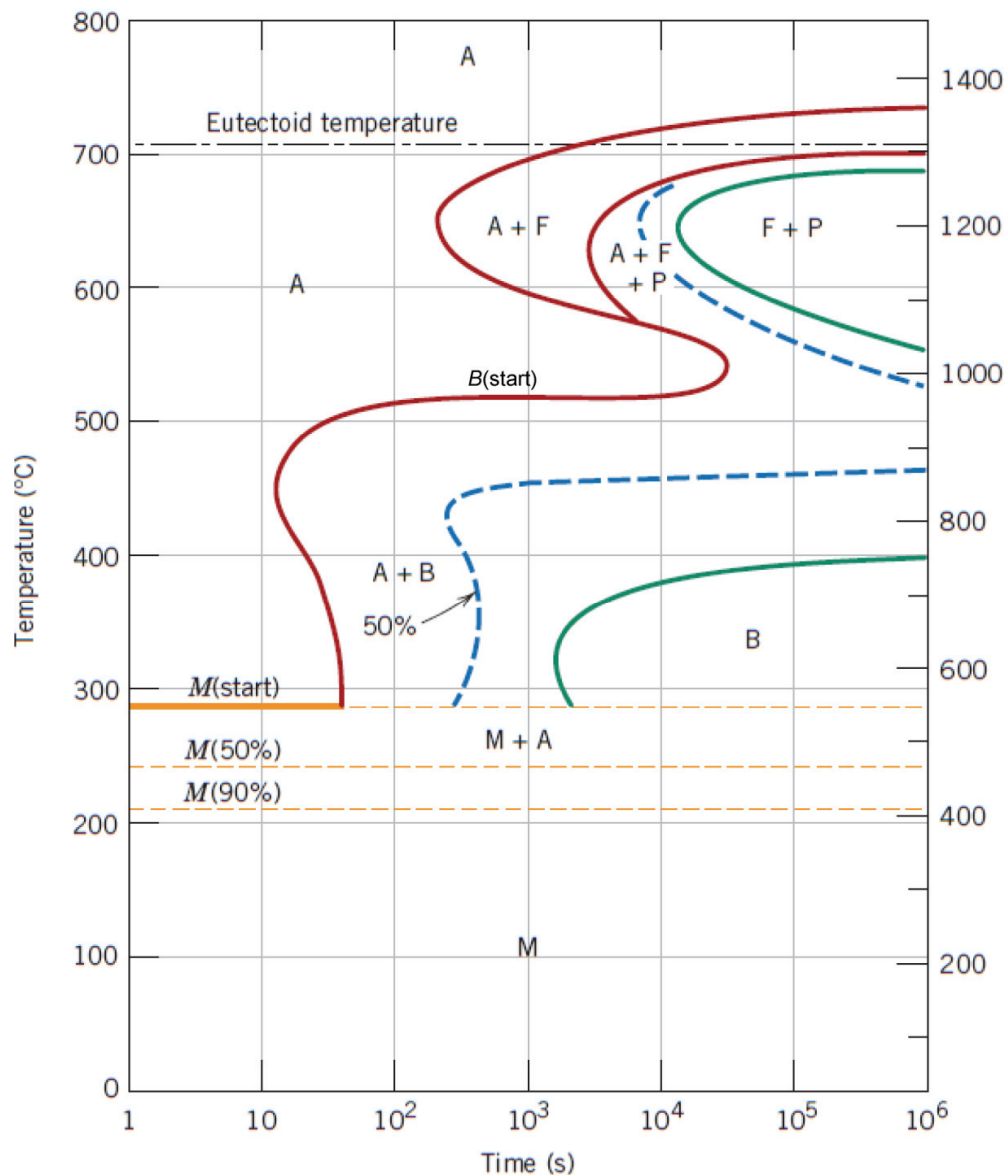


Fig. I.3 : Diagramme TTT d'un acier de type 4340. A = austénite, B = bainite, F = ferrite proeutectoïde, M = martensite, P = perlite [CAL'10].

I.1.1.1.c. Aspect de surface ("surface-relief")

Ko et al. ont montré que la formation de lattes de ferrite bainitique est accompagnée de l'apparition d'un relief à leur surface libre [KO'52]*. Ce changement de forme associé à la transformation de phases est généralement défini qualitativement comme une déformation à plan invariant [WAT'73]. Cette définition implique que les lattes de ferrite bainitique se forment par des mécanismes proches de ceux impliqués dans la transformation martensitique [COT'53]*.

I.1.1.2. **Classifications et morphologies de la bainite**

La morphologie de la ferrite bainitique ainsi que la nature et la répartition des secondes phases varient avec les températures de transformation et le mode de refroidissement. Plusieurs classifications furent ainsi proposées. La distinction initiale introduite par Mehl [MEH'38] entre la bainite supérieure et inférieure est encore largement utilisée de nos jours. Elle a été proposée après l'étude d'aciers au carbone et repose principalement sur la distribution des phases secondaires. La bainite supérieure est ainsi définie comme une microstructure constituée de sous-unités de ferrite bainitique parallèles, longues et étroites, séparées par des couches fines, continues ou discontinues, de cémentite. Elle se forme à haute température. Quant à la bainite inférieure, elle se forme à basse température et se différencie de la bainite supérieure par la présence à la fois de cémentite en inter-latte et en intra-latte. La cémentite intra-latte se forme en relation d'orientation avec les sous-unités de ferrite bainitique [BHA'80a]. Une distribution spatiale spécifique des variants de cémentite conduit ensuite à la formation de réseaux de cémentite parallèle formant un angle d'environ 60° avec la direction longitudinale de la sous-unité [MEH'38]. La figure I.4 illustre schématiquement la distribution des carbures au sein de bainites supérieure et inférieure.

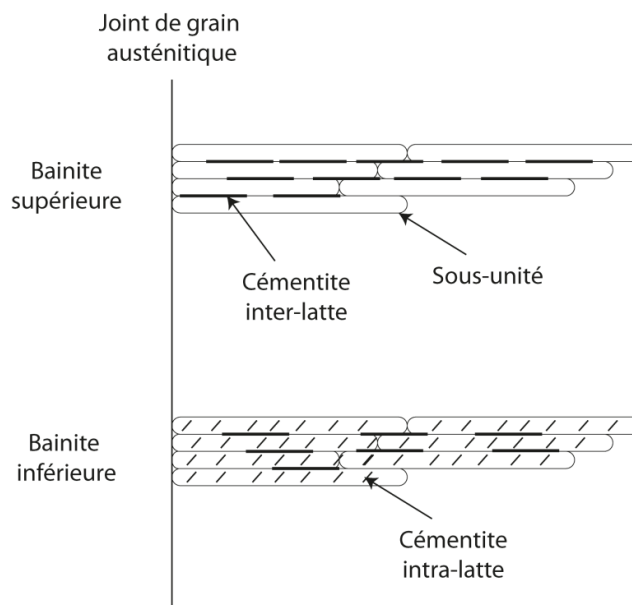


Fig. I.4 : Représentation schématique de la distribution de la cémentite dans la bainite supérieure et la bainite inférieure.

Toutefois, devant la large gamme d'aciers étudiés et l'étendue des traitements thermiques existants, de nombreuses microstructures supposées bainitiques, mais ne respectant pas les définitions établies par Aaronson ou la classification de Mehl, ont été étudiées. En effet, le développement de traitements thermiques en refroidissement continu, ainsi que l'ajout d'éléments gammagènes (comme le manganèse, le nickel ou le cobalt) ou encore d'éléments inhibiteur de la cémentite (silicium, aluminium), ont permis de mettre en évidence de nouvelles microstructures composées de sous-unités de ferrite bainitique aux morphologies complexes, de martensite ou encore d'austénite retenue à température ambiante. Il est notamment intéressant de distinguer :

- la bainite granulaire, constituée de paquets bainitiques sous une forme granulaire et de blocs d'austénite résiduelle partiellement transformés en martensite, dénommés îlots MA [HAB'56]*,
- la bainite sans carbure où de fins films d'austénite résiduelle enrichis en carbone séparant les lattes (ou plaquettes) de ferrite bainitique remplacent les couches de cémentite et permettent d'atteindre des propriétés mécaniques améliorées [SUG'92],
- ou encore la ferrite de Widmanstätten ou la ferrite aciculaire considérée par certains proches d'une bainite du fait du caractère displacif de leur formation [YAN'86]*.

Nous pouvons encore mentionner la bainite inverse où la cémentite est la phase principale et la ferrite bainitique la phase secondaire [BHA'01]. La figure 1.5 présente quelques micrographies de l'ensemble de ces microstructures.

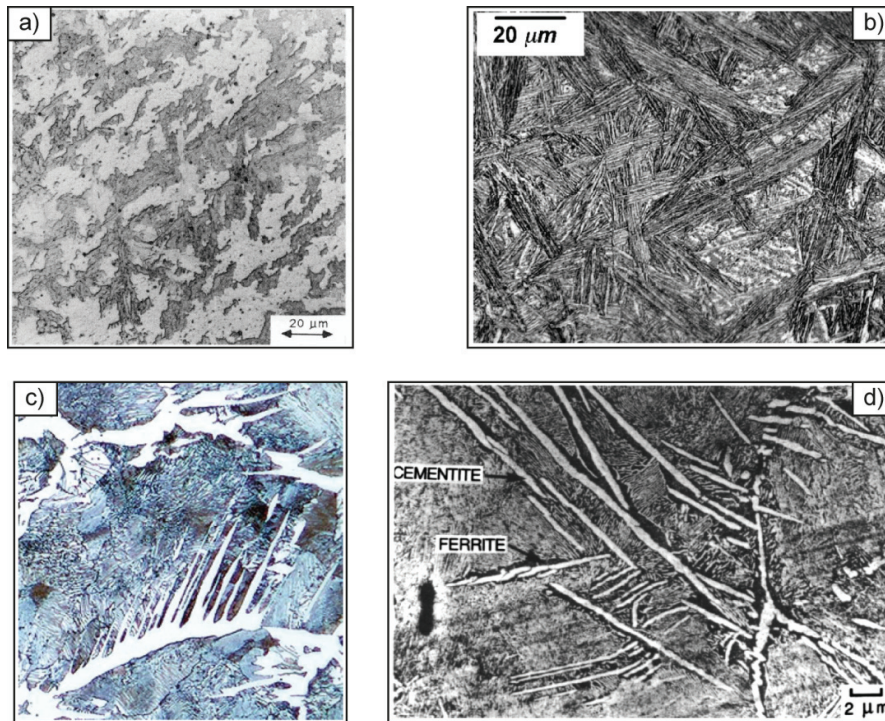


Fig. 1.5 : Exemples de microstructures élaborées par refroidissements continus : a) Bainite granulaire [JOS'88], b) Bainite sans carbure [KHA'10], c) Ferrite de Widmanstätten [LOG'04] et d) Bainite inverse [BHA'01].

Ainsi, de nombreuses microstructures dites "bainitiques" présentent des phases de nature différentes avec des distributions de phases secondaires variables. De nouvelles classifications, venues compléter celle de Mehl, ont alors vu le jour. Ohmori et al. ont présenté une classification similaire à celle de Mehl avec des bainites supérieures et inférieures différenciées par la distribution de la cémentite. La nouveauté réside dans l'apparition d'une bainite supérieure où les couches de cémentite sont remplacées par de l'austénite résiduelle séparant les lattes de ferrite bainitique [OHM'71]. Plus tard, Bramfitt et Speer ont introduit une autre classification basée sur la nature des phases et leur localisation. Ils distinguent ainsi trois microstructures différentes [BRA'90]:

- une première constituée de sous-unités de ferrite bainitique contenant des précipités (intra-latte),
- une deuxième possédant des particules de cémentite ou des films de martensite ou d'austénite résiduelle entre les lattes de ferrite bainitique (inter-latte),
- et une dernière possédant des blocs d'austénite résiduelle ou des îlots MA.

Plus récemment Zajac et al. [ZAJ'05] ont proposé une nouvelle définition ou classification de la bainite, fondée sur la distribution des désorientations angulaires entre variants de ferrite bainitique (discuté dans le paragraphe I.1.3.4) et sur la distribution de phases secondaires, dont la nature est liée aux éléments d'alliage. Ainsi les auteurs distinguent cinq types de microstructures bainitiques :

- la bainite granulaire formée de grains de ferrite bainitique irréguliers et de phases secondaires constituées de perlite dégénérée, de débris de cémentite, ou de composés MA,
- la bainite supérieure au sens de la définition de Mehl,
- la bainite supérieure dégénérée avec des îlots MA entre les paquets bainitiques,
- la bainite inférieure au sens de la définition de Mehl,
- et enfin la bainite inférieure dégénérée avec des îlots MA entre les paquets bainitiques.

Les différentes morphologies bainitiques ont ainsi toutes pour point commun d'être constituées de sous-unités de ferrite bainitique regroupées par paquets et séparées par des phases secondaires (films d'austénite résiduelle, films de cémentite, ...). Les sous-unités ne sont pas isolées les unes des autres, mais interconnectées dans le volume. Elles partagent ainsi une même orientation cristallographique.

1.1.1.3. Cas des aciers bainitiques sans carbure (BSC)

Une application particulière des microstructures bainitiques est la "bainite sans carbure". Cette microstructure est constituée de sous-unités de ferrite bainitique séparées par des films fins d'austénite retenue à température ambiante et d'éventuels îlots MA. La figure I.6 présente une microstructure bainitique sans carbure dont la formation a été interrompue par trempe pour visualiser individuellement les paquets bainitiques.

La stabilisation de l'austénite à température ambiante est réalisée grâce à la suppression de la précipitation de la cémentite par ajout d'éléments inhibiteur de carbures (silicium et/ou aluminium) [KOZ'08]. Le carbone en sursaturation dans la ferrite bainitique est alors rejeté dans l'austénite, ce qui conduit à une stabilisation thermique de cette dernière. Il est intéressant de remarquer qu'une telle microstructure ne remplit pas les critères de la définition cinétique (existence d'une courbe en C propre à la bainite) introduite par Aaronson, ou encore ceux de la classification de Mehl, où seul "un agrégat de lattes de ferrite bainitique et de cémentite" est considéré comme un paquet bainitique. D'ailleurs, selon la classification de Mehl, la bainite sans carbure ne peut être que de type supérieur car elle ne contient pas de phases secondaires au sein de ses sous-unités.

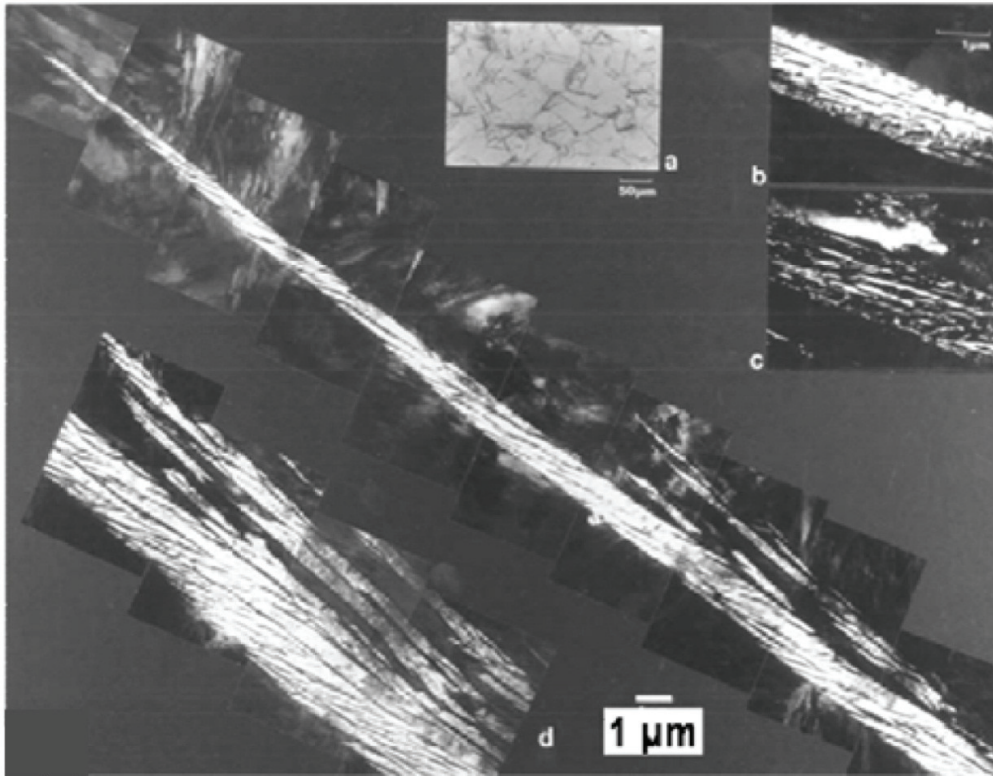


Figure 1.6 : Micrographies d'une microstructure bainitique sans carbure dans un acier Fe-0.43C-2Si-3Mn : a) micrographie optique, b) cliché MET en champ clair et c) correspondance en champ sombre de l'austénite résiduelle dans le paquet bainitique observé en b, et d) reconstitution de la structure du paquet bainitique observé [BHA'80b].

Les avantages d'une telle microstructure sont multiples :

- L'absence de carbures améliore significativement les propriétés d'endommagement, puisque les précipités de cémentite inter-lamellaires sont connus pour être des amorceurs de la rupture ductile dans les aciers bainitiques à haute résistance.

- Les microstructures élaborées sont lamellaires et les tailles de lattes de ferrite bainitique sont submicroniques, ce qui renforce considérablement leur résistance mécanique et augmentent leur déformation à rupture.
- L'austénite retenue à température ambiante permet d'envisager un effet TRIP potentiellement (Plasticité Induite par la TRansformation) bénéfique pour l'allongement homogène.

Il est cependant important de noter que la microstructure des aciers bainitiques sans carbure possède aussi, dans une certaine mesure, de larges régions, ou blocs, d'austénite résiduelle et de martensite formée au refroidissement final. Ces îlots MA sont généralement néfastes du point de vue des propriétés d'endommagement, puisqu'ils représentent des sites potentiels d'amorçage de la fissuration [LAM'01].

1.1.2. La transformation bainitique : un débat toujours d'actualité

1.1.2.1. Une transformation de phases controversée

La diversité et la complexité des microstructures bainitiques ont fait qu'aujourd'hui encore subsiste une controverse sur les mécanismes de sa formation. Deux théories antagonistes s'affrontent [HIL'95]: la théorie "displacive" établie par Ko [KO'52]* et défendue par Bhadeshia [BHA'01] et la théorie "diffusive" soutenue par H. Aaronson [AAR'90].

1.1.2.2. Théorie displacive

Dans l'interprétation displacive, les réarrangements atomiques sont supposés se produire sans diffusion d'atome. L'interface γ/α est ainsi glissile comme dans le cas de la transformation martensitique. Néanmoins, la diffusion d'atomes interstitiels, tels que le carbone, est admise juste après la formation des sous-unités de ferrite bainitique sursaturées, du fait des températures de transformation élevées.

1.1.2.3. Théorie diffusive

L'école "diffusive" considère au contraire que la croissance de la bainite se fait par un mécanisme de diffusion au travers d'une interface α/γ sessile. La diffusion à courte distance des atomes à travers l'interface α/γ permet alors le changement de structure.

1.1.2.4. Le rôle du carbone

Il existe différentes opinions quant au rôle du carbone sur la cinétique de la transformation bainitique [HIL'95]. Les défenseurs de la théorie displacive ont tendance à accepter que la similitude avec la transformation martensitique est si grande qu'il n'y a aucun mouvement individuel des atomes de carbone lors de la formation des sous-unités de ferrite bainitique. Ces dernières doivent ainsi hériter de la concentration en carbone de l'austénite parente, et leur croissance doit se faire

sans diffusion. Le carbone en sursaturation peut ensuite diffuser une fois la formation des sous-unités de ferrite bainitique terminée. Il peut alors soit précipiter et former de la cémentite, soit enrichir l'austénite avoisinante (fonction de la concentration en éléments inhibiteurs de carbures comme le silicium et l'aluminium).

Selon la théorie diffusive, la croissance de la ferrite bainitique est régie par la diffusion du carbone à l'interface γ/α . En règle générale, des conditions de para-équilibre s'appliquent au niveau du front de transformation [HIL'95]. Ainsi, seul le carbone partitionne à l'interface γ/α alors que les concentrations en atomes substitutionnels sont alors égales de part et d'autre de l'interface. Toutefois, plusieurs études ont mis en évidence un effet "solute-drag" de certains atomes substitutionnels comme le nickel [PUR'95, QUI'02].

1.1.2.5. Formation de la bainite

1.1.2.5.a. Etat austénitique précédant la transformation

Klier et Lyman ont avancé l'hypothèse que l'austénite peut se déstabiliser avant que la transformation bainitique ne débute et qu'elle se partage alors entre zones riches et pauvres en carbone [KLI'44]*. Les régions pauvres en carbone se transforment ensuite par un mécanisme displacif en ferrite bainitique sursaturée de même composition que l'austénite parente. Il s'en suit la précipitation des carbures. Kurdjumov a avancé des hypothèses similaires [KUR'33]* en ce qui concerne la ferrite de Widmanstätten.

Aaronson a toutefois montré par le biais d'un modèle thermodynamique qu'une solution solide d'austénite Fe-C ne peut pas spontanément se décomposer en régions riches et pauvres en carbone [AAR'66a]. De plus, de récentes mesures par diffraction des rayons X à haute énergie (DRXHE) [STO'08] ont montré que l'austénite ne se déstabilise pas avant la formation des sous-unités de ferrite bainitique.

1.1.2.5.b. Germination

La microstructure bainitique est une microstructure métastable. L'enthalpie de transformation accompagnant la formation de bainite dans un acier Fe-0,1%C (en masse) à 540°C est de 580 J.mol⁻¹, alors que celle accompagnant la formation d'un mélange à l'équilibre d'austénite et de ferrite allotriomorphe à la même température est de 1050 J.mol⁻¹. Ainsi, la bainite emmagasine un excédent d'énergie de 470 J.mol⁻¹ par rapport à la ferrite allotriomorphe [BHA'01].

Des études préliminaires ont montré que les cinétiques de germination de la ferrite bainitique et de la ferrite de Widmanstätten sont proches de ceux de la martensite [BHA'81b]. Il est toutefois nécessaire de prendre en compte un partitionnement local en carbone au niveau des joints de grains austénitiques car l'énergie d'activation associée à une germination displacive n'est pas assez élevée si l'on considère qu'il n'y a pas de changement de composition.

A l'instar de la théorie displacive, les pionniers de la théorie diffusive considèrent la germination des sous-unités de ferrite bainitique dans le cadre de la théorie classique de la germination [HIL'95]. Quidort et Bréchet ont ainsi montré par des observations expérimentales que la densité de germination diminue avec la

température [QUI'02], ce qui est en contradiction avec la théorie de la germination displacive où la densité de germination augmente lorsque la température diminue. Les défenseurs de la théorie diffusive estiment ainsi que le facteur limitant la germination de la ferrite bainitique est la diffusion du carbone aux joints de grains austénitiques [PUR'84].

1.1.2.5.c. Croissance

Selon la théorie displacive, deux événements distincts se succèdent lors de la croissance d'un paquet bainitique (voir Figure I.7) : la formation des sous-unités de ferrite bainitique par un mécanisme displacif et la diffusion du carbone depuis les sous-unités sursaturées [BHA'01]. Le carbone peut alors soit précipiter sous forme de carbures dans l'austénite (et dans les sous-unités si la température est basse – bainite inférieure), soit enrichir et stabiliser l'austénite si des éléments inhibiteurs de la cémentite (silicium et/ou aluminium) sont présents en quantité suffisante. Cependant, ces phénomènes se chevauchent car le carbone a la possibilité de diffuser dès la formation des premières sous-unités achevées.

Généralement, les paquets bainitiques germent au niveau d'un joint de grain austénitique et croissent ensuite dans le grain. Leur croissance est cependant confinée au grain dans lequel ils germent. La croissance d'un paquet bainitique peut également être arrêtée par des joints de macles contenus dans l'austénite [BHA'90]. Par ailleurs les défenseurs de la théorie displacive considèrent que la croissance d'un paquet bainitique se fait par germination et croissance successive de sous-unités. La vitesse moyenne de croissance d'un paquet bainitique est alors limitée par celle des sous-unités. La croissance des sous-unités est quant à elle très rapide. Bhadeshia a d'ailleurs montré qu'elle est plus rapide qu'une croissance contrôlée par la diffusion du carbone à l'interface γ/α [BHA'84]. La croissance des sous-unités est par ailleurs arrêtée par l'énergie élastique dans l'austénite associée à l'accommodation de la déformation à plan invariant induite par la transformation de phases [BHA'01].

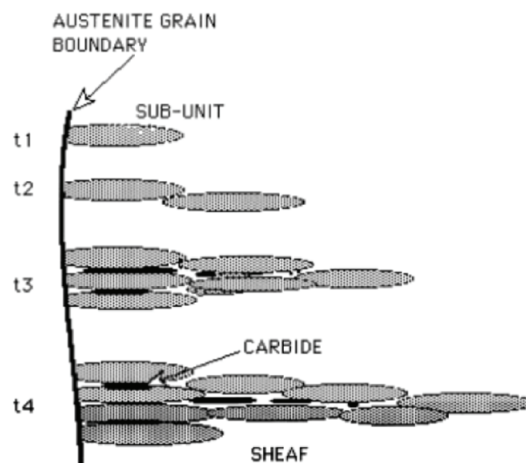


Figure I.7 : Illustration schématique de la séquence de formation de la bainite [BHA'01].

La théorie diffusive, quant à elle, ne décompose pas la formation d'un paquet bainitique en étapes distinctes. Les sous-unités se forment également aux joints de grains austénitiques grâce à un partitionnement local du carbone. La croissance de ces sous-unités se fait ensuite par l'avancée de l'interface γ/α , qui est sessile [PUR'84]. Au niveau du front de transformation, le carbone est partitionné dans l'austénite, entièrement ou en partie, et précipite généralement sous forme de cémentite. Pour les températures de transformation peu élevées, c'est-à-dire dans le domaine de la bainite inférieure, le carbone reste en partie piégé dans les sous-unités de ferrite bainitique et précipite ainsi dans les sous-unités formées. La vitesse de croissance est donc contrôlée par la diffusion du carbone à l'interface γ/α [HIL'95]. Ces auteurs reconnaissent aussi le rôle de la précipitation de la cémentite sur la cinétique globale de la transformation. En effet, la précipitation du carbone permet d'abaisser la teneur en carbone de l'austénite et donc d'accélérer la transformation de phases [QUI'01]. Quidort et Bréchet ont ainsi proposé un modèle basé sur un mécanisme diffusionnel où le facteur limitant la croissance est la diffusion du carbone à l'interface γ/α . Ils considèrent ainsi que le carbone est en condition de para-équilibre à l'interface γ/α [QUI'02]. Toutefois, la confrontation dudit modèle à la réalité a montré quelques faiblesses quant au rôle de certains éléments en substitution. En effet, le nickel a montré une forte tendance à ralentir les cinétiques de transformation, qui ne peut être expliquée par les conditions de para-équilibre. Il faudrait ainsi tenir compte d'un effet de "solute-drag" des éléments substitutionnels. De plus, bien que des expériences aux échelles les plus fines n'aient montré aucune redistribution à longue portée des atomes substitutionnels [AAR'66b, STA'90, CAB'07], des éléments comme le molybdène ou le tungstène ont montré une certaine tendance à ségréger aux interfaces [SHI'02, HAC'03].

I.1.2.5.d. Le phénomène de réaction incomplète

Le mécanisme par lequel la bainite se développe impose des limites strictes en termes de température de transformation et de fractions de phase atteignables [BHA'01, CAB'06]. Ainsi, il est souvent difficile d'obtenir une microstructure entièrement bainitique. Certains aspects de la transformation de phases amènent à un arrêt précoce de la formation de ferrite bainitique. La règle des bras de leviers appliquée à la région métastable $\alpha + \gamma$ du diagramme de phase Fe-C n'est donc pas toujours respectée. Les raisons de ce phénomène sont controversées.

L'approche diffusive de la transformation bainitique rend compte de certains phénomènes influant les cinétiques de croissance des paquets bainitiques mais n'expliquent pas pourquoi la transformation s'arrête prématurément. Différentes modélisations ont été proposées mais manquent de décrire sans ambiguïté les faits expérimentaux. Généralement les auteurs considèrent que le phénomène de réaction n'est pas propre à la transformation bainitique mais dû aux effets des éléments d'alliage comme le nickel par exemple qui présente un effet de "solute-drag" [AAR'90, REY'90].

L'approche displacive, quant à elle, considère que le facteur limitant la transformation bainitique est la teneur en carbone dans l'austénite. En effet, les défenseurs de cette théorie considèrent que la formation des sous-unités de ferrite bainitique est régie par un mécanisme displacif, et donc qu'il n'y a pas de redistribution du carbone associée à leur formation, bien que le carbone ait la possibilité de diffuser dans l'austénite une fois la formation des sous-unités achevée. L'austénite s'enrichit ainsi

au fur et à mesure que les sous-unités de ferrite bainitique se forment, mais lors de leur formation elles possèdent la même teneur en carbone que l'austénite parente. Les sous-unités seront ainsi formées à partir d'une austénite de plus en plus riche en carbone. Toutefois, la formation displacive des sous-unités de ferrite bainitique requiert que leurs énergies libres de Gibbs soient inférieures à celle de l'austénite dans laquelle elles se forment. Il existe ainsi une solubilité en carbone dans l'austénite au-delà de laquelle une transformation sans changement de composition est inopérante. Bhadeshia a conceptualisé cette approche par la courbe T_0 [BHA'01]. Il s'agit de reporter pour chaque température considérée la valeur de concentration en carbone pour laquelle la ferrite bainitique et l'austénite ont la même enthalpie libre de Gibbs. Elle définit ainsi la solubilité en carbone de l'austénite maximale dans le cadre d'une transformation displacive. Bhadeshia a également introduit la courbe T_0' qui est définie de manière similaire à la courbe T_0 mais corrigé par l'énergie de déformation élastique due à la formation de ferrite bainitique (cf. I.1.2.5.b). La figure I.8 illustre la construction des courbes T_0 et T_0' .

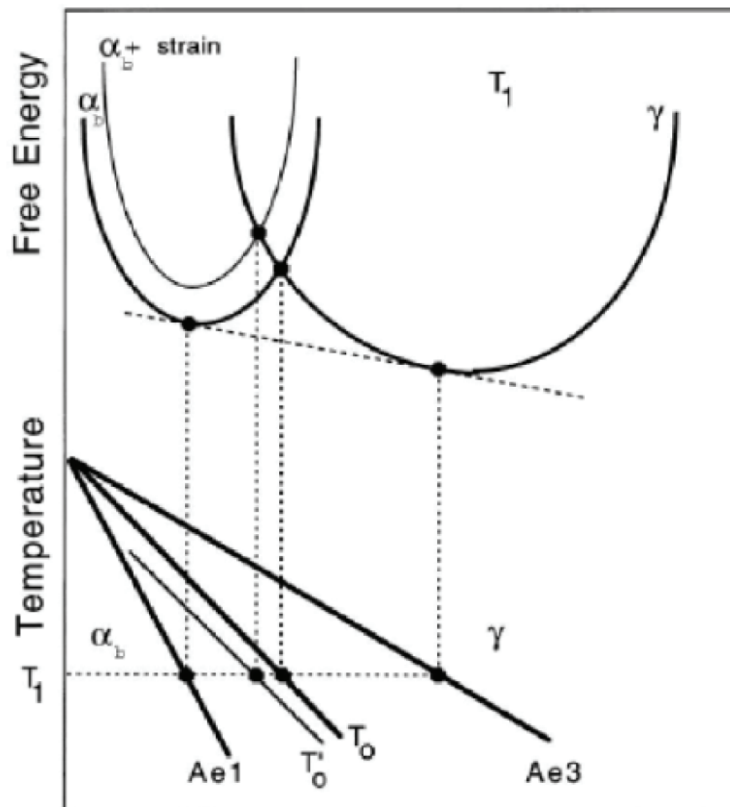


Figure I.8 : Construction schématique des courbes T_0 et T_0' [BHA'01].

Bouaziz et al. ont proposé un autre critère pour expliquer le phénomène de réaction incomplète. Il est basé sur la déformation plastique de l'austénite. Ils considèrent que le changement de volume accompagnant la transformation bainitique est accommodée par la déformation plastique de l'austénite [BOU'03]. Le travail lié à cette déformation augmente donc à mesure que se forme la ferrite bainitique, mais aussi à mesure que l'austénite s'enrichit en carbone. Il est alors important de prendre en compte que l'énergie plastique de l'austénite est une source non négligeable de

dissipation pour les forces motrices. Il est ainsi possible d'établir une limite qui correspond à l'instant où la totalité des forces motrices ont été dissipées, ce qui signifie par conséquent l'arrêt de la transformation de phases.

I.1.2.5.e. Effet du Si sur la transformation de phases : bainite sans carbure

Le silicium a un effet considérable sur les cinétiques de précipitation de la cémentite. Il est notamment connu pour retarder sa formation lors de la transformation bainitique [JAC'99]. Babu et al. ont montré par des expériences aux échelles les plus fines que la cémentite hérite de la composition chimique de sa phase mère [BAB'93]. Or la solubilité des éléments comme le silicium est quasi nulle dans ce carbure, ce qui implique des conditions de para-équilibre pour sa formation. Comme la diffusion des éléments substitutionnels est très limitée au cours de la transformation bainitique, la force motrice associée à la germination de la cémentite est très faible, ce qui retarde considérablement sa formation [BHA'01, KOZ'08].

Cette propriété est largement employée pour élaborer des aciers bainitiques sans carbure. Jacques et al. ont d'ailleurs observé qu'une composition minimale en silicium de 1,5% est nécessaire pour retarder la précipitation de la cémentite au cours de la transformation bainitique en condition isotherme [JAC'99]. Il en résulte une microstructure lamellaire contenant une proportion importante d'austénite résiduelle retenue à température ambiante grâce à son enrichissement en carbone.

I.1.3. Aspect cristallographique

I.1.3.1. Rappels de cristallographie

Quels que soient les mécanismes sous-jacents de transformations de phases considérés, displacif ou diffusif, les deux écoles s'accordent sur le fait que les réseaux cristallins de l'austénite et du produit de la transformation bainitique sont liés par des relations d'orientation (RO) particulières. Les RO sont associées à l'existence d'interfaces "cohérentes" entre ces réseaux cristallins. De manière générale, une RO peut être exprimée par les coïncidences observées entre les plans et directions de la phase parente et de la phase fille :

$$(hkl)_\gamma // (hkl)_\alpha \text{ et } [uvw]_\gamma // [uvw]_\alpha$$

En 1924, Edgar C. Bain [BAI'24]* proposa une transformation structurale de l'austénite en martensite se produisant par une déformation homogène du réseau de l'austénite illustrée sur la figure I.9. Il proposa ainsi une maille quadratique à l'intérieur de deux mailles CFC, qui se transforme en maille CC par une compression selon l'axe $[001]_\gamma$ et une dilatation uniforme dans le plan $(001)_\gamma$.

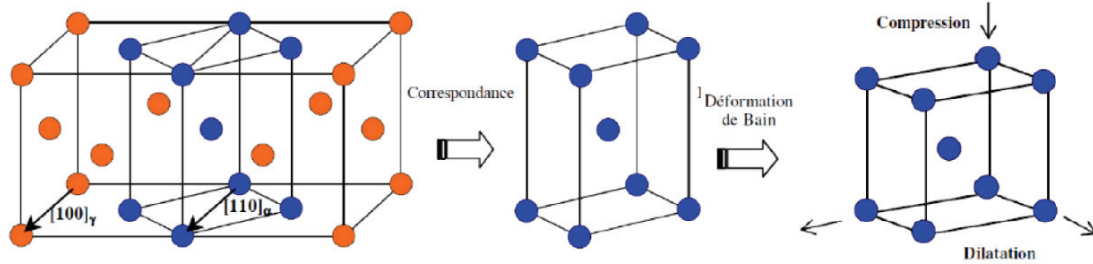


Figure I.9 : Transformation de Bain [CAB'05].

Il en déduit ainsi une RO exprimée de la sorte :

$$\{100\}_{\gamma} // \{100\}_{\alpha} \text{ et } \langle 001 \rangle_{\gamma} // \langle 011 \rangle_{\alpha}$$

La déformation de Bain consiste en une rotation de 45° autour d'un axe $\langle 100 \rangle_{\gamma}$ pour passer d'un cristal austénitique au cristal ferritique. Les 24 éléments de symétrie de la maille cubique de l'austénite conduisent ainsi à 24 variants cristallographiques entre le cristal de la phase mère et celui de la phase fille. Plusieurs RO spécifiques ont par la suite été proposées. Elles correspondent à des RO observées expérimentalement pour les transformations CFC \rightarrow CC dans les aciers. Nous retiendrons ainsi trois RO principales : celle de Kurdjumov-Sachs notée KS [KUR'30], celle de Nishiyama-Wassermann notée NW [NIS'34, WAS'35], et celle de Greninger-Troiano notée GT [GRE'49]. Ces RO sont décrites dans le Tableau I.1 et la figure I.10 illustre celles de KS et NW.

Tableau I.1 : Relations d'orientation entre les réseaux CFC et CC lors de transformation de phases.

Relations d'orientation	Plans parallèles	Directions parallèles
Bain	$\{100\}_{\text{CFC}} // \{100\}_{\text{CC}}$	$\langle 100 \rangle_{\text{CFC}} // \langle 110 \rangle_{\text{CC}}$
Kurdjumov – Sachs (KS)	$\{111\}_{\text{CFC}} // \{110\}_{\text{CC}}$	$\langle 110 \rangle_{\text{CFC}} // \langle 111 \rangle_{\text{CC}}$
Nishiyama – Wassermann (NW)	$\{111\}_{\text{CFC}} // \{110\}_{\text{CC}}$	$\langle 211 \rangle_{\text{CFC}} // \langle 110 \rangle_{\text{CC}}$
Greninger – Troiano (GT)	$\{111\}_{\text{CFC}} \text{ à } 1^{\circ} \text{ de } \{110\}_{\text{CC}}$	$\langle 211 \rangle_{\text{CFC}} \text{ à } 2,5^{\circ} \text{ de } \langle 110 \rangle_{\text{CC}}$

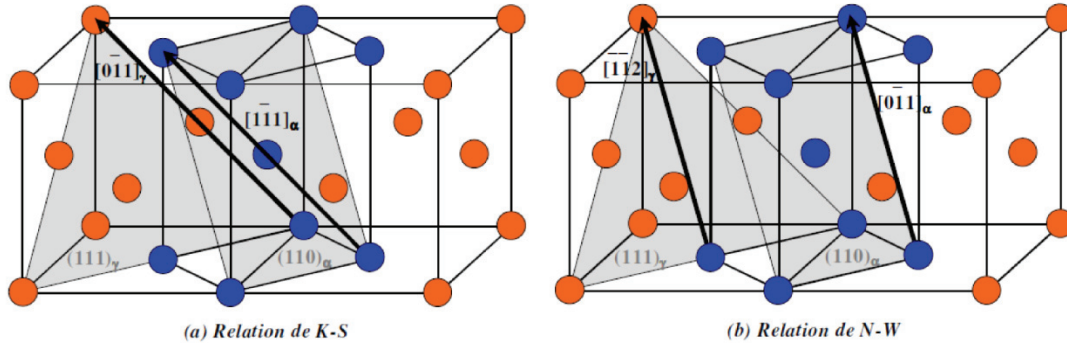


Figure 1.10 : Illustration des relations d'orientation de KS (a) et de NW (b) [CAB'05].

Il est encore intéressant de noter que ces RO sont toutes proches les unes des autres. L'ensemble des variants spécifiques à chaque RO peut être déduit des variants de Bain par une rotation de corps rigide d'au maximum $11,07^\circ$ [NOL'08]. Ainsi, les différents variants hérités des RO KS, NW et GT sont tous situés dans la région de Bain (figure 1.11). De plus, le passage de la relation KS à la relation NW s'effectue par une rotation de $5,26^\circ$ autour de la normale commune aux plans $(111)_\gamma$ et $(101)_\alpha$, alors que la relation GT est une relation intermédiaire entre celles de KS et NW.

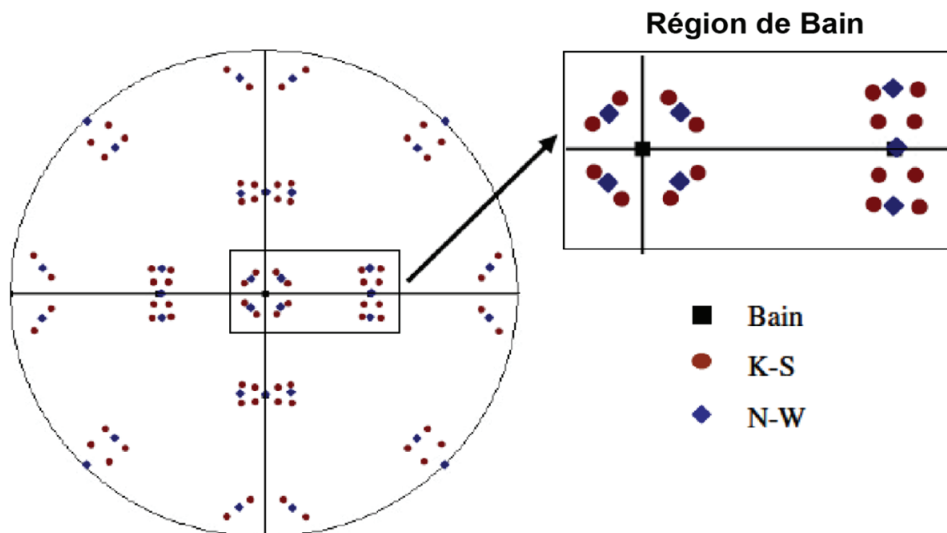


Fig. 1.11: Figure de pôles $[100]_\alpha$ illustrant les variants hérités des relations de Bain, KS et NW dans le repère de l'ancien grain parent [LUB'09].

1.1.3.2. Unicité et dispersion de la relation d'orientation

De nombreux auteurs ont étudié les relations d'orientation observées dans les aciers ainsi que dans les alliages présentant une transformation de phases CFC \rightarrow CC [KEL'90, CAB'05, GOU'07]. Ils ont montré qu'une RO unique n'est presque jamais respectée pour un matériau donné. Il existe toutefois des RO préférentielles, comme KS, NW ou GT mais de fortes disparités autour de ces relations particulières

existent. Dans le cas de la bainite et de la martensite, ces auteurs ont rapporté que les orientations des différents variants observés sont situées à l'intérieur de la région de Bain. Le fait qu'il y ait rarement de RO uniques à température ambiante peut être dû à différents facteurs qui peuvent modifier la relation d'orientation originelle [GOU'07]. En effet, cette dernière pourrait être exactement suivie au début de la transformation de phases mais perturbée au cours de son déroulement, notamment en raison de l'accommodation du changement de volume assimilée à une déformation à plan invariant. De plus, on considère généralement une orientation unique du grain d'austénite mère, ce qui n'est pas nécessairement le cas.

Il est aussi important de noter que ces auteurs ont clairement mis en évidence la spécificité des aciers à présenter des RO fortement dispersées. La dispersion des RO est généralement observée d'un grain austénitique à l'autre ainsi que le long des interfaces γ/α à l'intérieur d'un grain austénitique. De plus, plusieurs auteurs ont montré que la dispersion de la RO se situe généralement entre celle de KS et NW.

1.1.3.3. Cristallographie de la ferrite bainitique

Les relations d'orientation entre la ferrite bainitique et l'austénite sont toujours proches des relations d'orientation classiques de KS, de NW ou de GT, même si ces dernières ne sont jamais strictement respectées. Chacune de ces relations possède un certain nombre de variants cristallographiques (24 pour KS et GT, et 12 pour NW). Toutefois, Gourgues et al. ont rapporté une sélection spatiale de variants de ferrite bainitique [GOU'00], ce qui signifie que la distribution spatiale des variants est particulière. Certains voisinages de variants sont ainsi favorisés localement. Il en résulte une distribution des désorientations angulaires entre variants de ferrite bainitique différente de celle attendu théoriquement par les RO particulières (même probabilité d'apparition pour l'ensemble des variants).

Par ailleurs, ces auteurs ont montré que la bainite inférieure et la bainite supérieure se différencient par la sélection de variants associée à leur formation. Ainsi, la bainite inférieure présente des caractéristiques microtexturales proches d'une martensite alors que la bainite supérieure présente des caractéristiques proches d'une ferrite aciculaire.

1.1.3.3.a. Bainite inférieure

Morito et al. [MOR'03, MOR'06] ont étudié la morphologie des microstructures en lattes dans des aciers martensitiques faiblement alliés avec différentes concentrations en carbone. Leurs études montrent que la transformation de phases conduit à la division d'un ancien grain austénitique en plusieurs paquets de lattes parallèles. Les lattes à l'intérieur d'un paquet correspondent à différents variants dont un plan dense est parallèle à $\{111\}_\gamma$. Cependant la distribution spatiale des variants au sein d'un paquet n'est pas aléatoire. En effet, on identifie au sein de chaque paquet des blocs fortement désorientés les uns par rapport aux autres. Les blocs sont composés d'un ensemble de lattes correspondant soit à deux variants faiblement désorientés soit à un seul variant. Ainsi, pour des alliages bas carbone ($< 0,4\%C$) les blocs contiennent chacun deux variants faiblement désorientés ($10,5^\circ < 110 \rangle_\alpha$ selon KS) alors qu'un seul variant est constaté pour des alliages plus chargés en carbone ($0,6\%C$) (figure I.12). D'autres auteurs [GOU'00] confirment, pour

des aciers bas carbone faiblement alliés et un acier TRIP, que les lattes sont organisées en paquets de variants voisins dont un plan dense est parallèle à $\{111\}_\gamma$. Ils observent également qu'au sein de ces paquets, les blocs de variants voisins sont fréquemment en relation de macle.

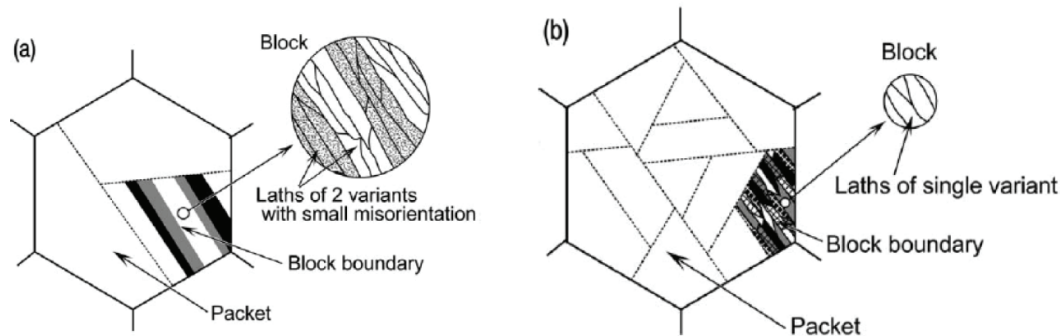


Fig. 1.12 : Illustration de la microstructure de la martensite en latte pour a) un acier bas carbone, et b) un acier chargé en carbone [MOR'03].

La bainite inférieure présente une microtexture similaire à celle de la martensite en lattes. Cette microtexture de transformation est observée dans des aciers bas carbone faiblement alliés [GOU'00, LUB'09], pour des aciers TRIP chargés en carbone [CAB'05] et pour des alliages Fe-Ni-C [FUR'06]. Pour la martensite comme pour la bainite inférieure, l'analyse des histogrammes de distribution des désorientations angulaires entre variants voisins montre l'absence de désorientations inférieures à 20° , ainsi qu'une faible proportion de joints de lattes proches de 50° (figure 1.11b), ce qui est en adéquation avec les RO de KS et de NW [GOU'00]. Ces histogrammes révèlent toutefois une très forte proportion de joints de fortes désorientations ($50-60^\circ$) et une très faible proportion de joints de faibles désorientations ($< 20^\circ$), caractéristique qui est observée pour un grand nombre d'aciers [MOR'03, LAM'04, ZAJ'05, FUR'06].

1.1.3.3.b. Bainite supérieure

Dans les aciers bas-carbone faiblement alliés, pour les microstructures constituées de bainite supérieure ou de ferrite aciculaire, un ancien grain austénitique se décompose également en paquet de lattes parallèles mais ces lattes n'ont pas nécessairement de plan $\{111\}_\gamma$ en commun. Les lattes voisines sont rarement en relation de macle et présentent souvent de faibles désorientations. Ce sont donc souvent des variants bainitiques proches, situés dans la même région de Bain [GOU'00, LAM'04]. Lubin observe, pour des aciers faiblement alliés, que des groupes de deux lattes bainitiques faiblement désorientées présentent une direction dense $\langle 110 \rangle_\gamma$ en commun [LUB'09]. Pour des alliages Fe-Ni-C, Furuha et al. observent des paquets de lattes de bainite supérieure [FUR'06]. Le paquet contient seulement deux variants cristallographiques faiblement désorientés.

1.1.3.4. Principe de classification cristallographique de la bainite

Les travaux menés par Zajac et al. ont non seulement permis d'établir une classification de la bainite sur des caractéristiques morphologiques, mais aussi sur des caractéristiques cristallographiques. Ils ont ainsi établi une classification de la bainite inférieure, supérieure et granulaire en considérant la distribution des désorientations angulaires des joints de ferrite bainitique (figure I.13). En effet, nous avons vu que la bainite inférieure privilégie une structure en lattes qui possède une forte proportion de joints ferritiques fortement désorientés. Il en résulte une forte proportion de désorientations angulaires comprises entre 50° et 60° et une très faible proportion de désorientations angulaires inférieures à 20° . La bainite supérieure, quant à elle, privilégie un regroupement en paquets de variants bainitiques faiblement désorientés. La distribution des désorientations angulaires résultante présente ainsi une forte proportion de désorientations angulaires inférieures à 20° . La proportion de désorientations angulaires élevées ($50-60^\circ$) est *a contrario* grandement diminuée par rapport à la bainite inférieure. Enfin, la bainite granulaire présente une répartition des désorientations angulaires aléatoire, avec toutefois un pic très diffus autour de 45° et un pic mineur à 15° .

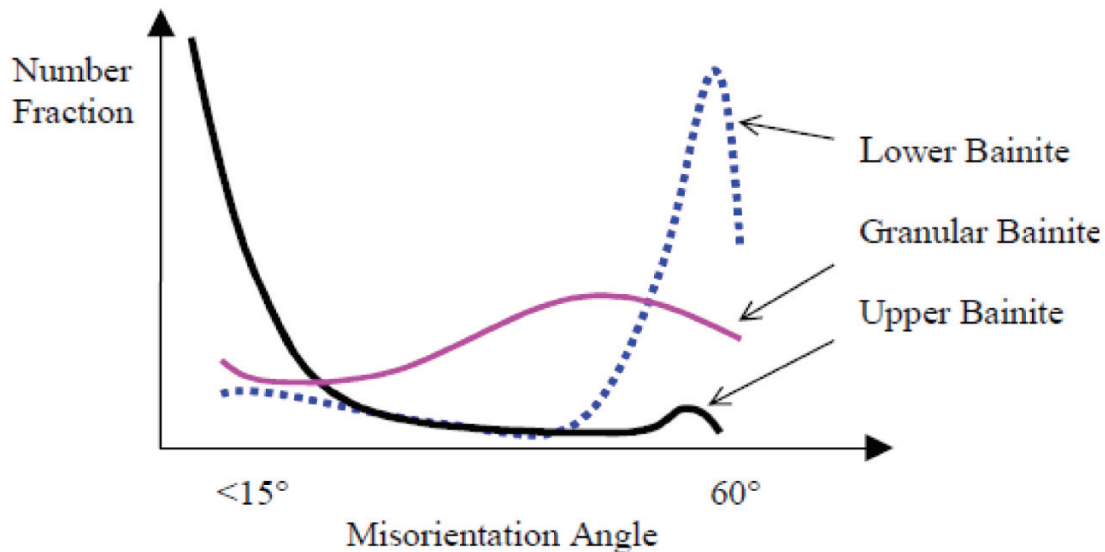


Fig. I.13 : Classification de la bainite selon la répartition des angles de désorientations des joints de ferrite bainitique [ZAJ'05].

1.2. Comportement mécanique des aciers bainitiques

Plusieurs décennies se sont écoulées entre la commercialisation des premiers aciers bainitiques et la découverte de la bainite par Bain et Davenport [DAV'30, BAI'39]. Il est en effet difficile d'obtenir des microstructures entièrement bainitiques dans des pièces massives, du fait des exigences élevées en terme de trempabilité [HEH'70]*. La compréhension du comportement mécanique de la bainite a ainsi été laborieuse. Il a fallu attendre le développement d'acier bas carbone microallié, contenant du bore et du molybdène, pour élaborer des aciers aux microstructures entièrement

bainitiques [CHR'65] et donc appréhender plus avant leur comportement mécanique. Dans cette partie, nous présenterons tout d'abord des généralités sur le comportement mécanique de la bainite, avant de nous attarder plus en détail sur les aciers bainitiques les plus fréquemment rencontrés.

1.2.1. Généralités sur le comportement mécanique de la bainite

De manière générale, la microstructure bainitique peut être décrite comme une structure très résistante plus ou moins ductile en fonction de la nature de la bainite considérée. En effet, la distribution ou l'absence de carbures au sein de la microstructure influence fortement son comportement mécanique et notamment sa ductilité. La microstructure bainitique présente ainsi certains avantages et inconvénients relatifs en termes de résistance et de ductilité par rapport aux microstructures ferritiques, perlitiques et martensitiques.

Généralement, la bainite est considérée comme une microstructure intermédiaire en termes de dureté situé entre la martensite et un mélange ferrite-perlitique. La figure I.14 illustre cette situation et met en évidence l'influence du carbone sur la dureté des microstructures bainitique, ferrite-perlitique et martensitique dans les aciers au carbone.

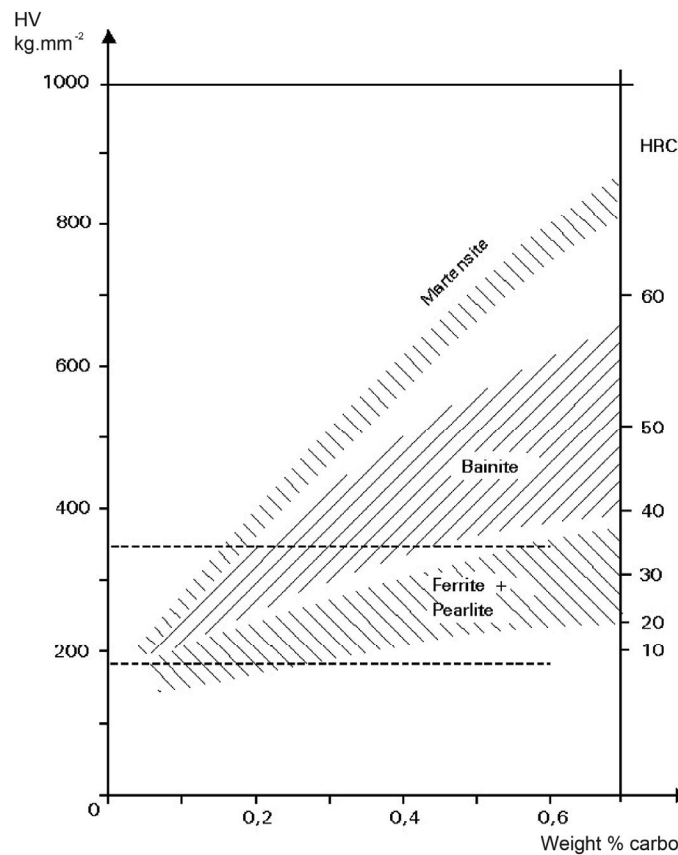


Fig. I.14 : Effet de la teneur massique en carbone sur la microdureté HV (Vickers) et HRC (Rockwell) d'aciers aux microstructures variées (d'après Eurocode 3 : Calcul des structures en acier).

Le comportement mécanique de la bainite peut être appréhendé comme la contribution de différents phénomènes :

- le comportement mécanique intrinsèque du fer pur,
- le durcissement par solution solide d'éléments en substitution,
- le durcissement par le carbone en solution solide,
- le durcissement par la précipitation de carbures,
- et une grande variété de composantes microstructurales comme l'influence de la densité et de la distribution des dislocations, les effets de taille de structures (lattes ou sous-unités) et les effets des phases secondaires (martensite, îlots MA, ...).

Cette décomposition par contributions microstructurales peut constituer une base intéressante pour la compréhension du comportement mécanique de la bainite. Toutefois, la déconvolution des différents phénomènes mécaniques mis en jeu est difficile à réaliser expérimentalement. En effet, les composantes microstructurales de la bainite sont intimement liées les unes aux autres, comme par exemple la taille des sous-unités de ferrite bainitique et la densité de dislocations [BHA'01]. Les études sur le comportement mécanique de la bainite ne manquent pourtant pas, et elles ont révélé d'importantes informations dans la compréhension des relations entre paramètres microstructuraux et propriétés mécaniques.

A titre d'exemple, la figure I.15 illustre la contribution des éléments chimiques et des paramètres microstructuraux sur la limite d'élasticité d'un alliage entièrement bainitique [LES'81]*. La limite d'élasticité peut ainsi être conditionnée par des contributions microstructurales (densité de dislocations, morphologie des sous-unités de ferrite bainitique et densité de carbures), la contribution des éléments d'addition en solution solide et le comportement intrinsèque du fer. Les résultats montrent que les contributions microstructurales contribuent à plus de 50% sur la limite d'élasticité.

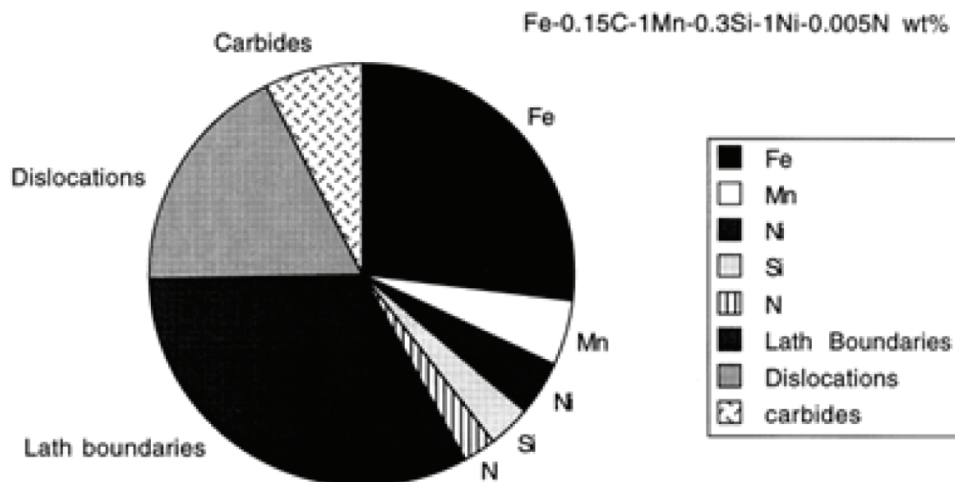


Fig. I.15 : Contribution des éléments chimiques et des différents paramètres microstructuraux sur la limite d'élasticité de la bainite [BHA'01].

1.2.2. Résistance de la bainite

Irvine et Pickering ont rapporté très tôt l'influence de la teneur en carbone sur la microdureté de la bainite dans un acier bas carbone contenant du bore et du molybdène [IRV'65]. Ils rapportent ainsi qu'une augmentation de la concentration en carbone de l'alliage conduit à une augmentation de sa dureté.

Bhadeshia et al. ont apporté quelques précisions complémentaires à ces propos [BHA'81a] : le carbone contribue à la résistance de l'alliage soit par un durcissement par solution solide, soit par la précipitation de cémentite. Dans leurs travaux, ils ont observé que le carbone en solution solide dans la ferrite bainitique n'a que peu d'influence sur la mobilité des dislocations et donc sur la limite d'élasticité, au contraire des particules de cémentite impliquant un durcissement par un mécanisme de boucles d'Orowan. Il en résulte que l'effet du carbone sur les propriétés en traction de la bainite est plutôt faible (environ 400 MPa par pourcent de carbone [CHR'65]) en comparaison d'un durcissement en solution solide.

Par ailleurs, Kamada et al. ont observé que la dureté de la bainite n'est pas sensible à la taille de grain austénitique, bien que cette dernière affecte la taille des paquets bainitiques [KAM'76]. Cependant, la température à laquelle se forme la bainite est un facteur de premier ordre dans les aciers bainitiques multiphasés. En effet, elle influence grandement la stabilité des phases secondaires, surtout celle de l'austénite lorsqu'elle est retenue à température ambiante. L'instabilité de l'austénite a donc une influence non négligeable sur la résistance des microstructures bainitiques. Il existe de ce point de vue une différence fondamentale entre les aciers entièrement bainitiques (aciers bas carbone faiblement alliés contenant du bore et du molybdène) et les aciers bainitiques multiphasés, qui présentent un large panel de résistance en fonction de la température d'élaboration.

Enfin, de nombreuses expériences de modélisation ont été menées pour analyser la contribution de la taille des structures de la bainite sur les propriétés en traction, et notamment sur la limite d'élasticité. La plupart de ces analyses sont basées sur la relation de Hall-Petch et prédisent une relation linéaire entre la limite d'élasticité et l'inverse de la racine carrée de la taille de structure [PIC'67]*. Toutefois, bien que la résistance en traction de la bainite puisse être explicitée par la relation de Hall-Petch, ces auteurs n'intègrent pas dans leur analyse que la modification de la taille de lattes bainitiques influence grandement la densité de dislocations et les caractéristiques de la cémentite. Langford et Cohen ont alors proposé un modèle basé sur le fait que la limite d'élasticité est déterminée par la contrainte nécessaire pour étendre les boucles de dislocations à travers le plan de glissement [LAN'69, LAN'70, LAN'75]*. Dans ce type d'approches, la limite d'élasticité varie donc linéairement avec l'inverse de la taille de grain. Ce type de relation se retrouve aussi pour la description de l'effet taille de grain dans les aciers ferritiques monophasés dans le domaine submicronique [BOU'09].

Il est aussi important de noter qu'une latte ou plaquette de ferrite bainitique possède un facteur de forme relativement important (typiquement 10 μm de long pour une épaisseur d'environ 0,2 μm). Le libre parcours moyen de glissement des dislocations est donc réduit car il est peu probable que le déplacement des dislocations soit effectif dans le sens longitudinal de la latte de ferrite bainitique. Il est ainsi aisé de comprendre que la contribution microstructurale principale sur les propriétés en traction soit due à l'épaisseur des lattes de la bainite.

1.2.3. Ductilité et mécanismes de rupture

Très tôt, des études sur le comportement mécanique des aciers bainitiques ont permis de mettre en évidence le rôle du carbone sur la ductilité de ces aciers. Irvine et Pickering ont ainsi mis en évidence une perte significative de la ductilité des aciers bainitiques au détriment de leur résistance lorsque la teneur en carbone de l'acier augmente [IRV'57]*. Ils ont montré par la suite qu'il est possible d'augmenter la résistance des aciers bas carbone tout en conservant leur bonne ductilité par des ajouts judicieux d'éléments d'alliage et favoriser ainsi un durcissement par solution solide [IRV'65]*.

La rupture ductile fréquemment rencontrée dans les aciers bainitiques s'amorce généralement par cavitation au niveau d'impuretés et se propage ensuite par croissance puis coalescence des cavités formées selon un processus très classique d'endommagement ductile. La germination des cavités s'initie généralement sur des défauts microstructuraux, ou sur des particules dures comme la cémentite. La densité de défauts, ou la densité de particules de cémentite dans un alliage propre (au sens où il est exempt de défauts de type inclusionnaire), influe fortement sur la ductilité du matériau. En effet, une forte densité de carbures est associée à une forte densité de cavités ce qui réduit considérablement la distance moyenne séparant ces cavités, et donc réduit la déformation plastique avant rupture car la coalescence intervient plus rapidement. Pickering a montré que la densité de carbure augmente avec la teneur en carbone des aciers bainitiques [PIC'58]*. Ainsi, la ductilité de la bainite diminue lorsque la teneur en carbone de l'alliage augmente. La figure 1.16 illustre ces propos.

Dans les aciers où la microstructure n'est pas entièrement bainitique, la formation de cavités ductiles s'initie généralement au niveau des régions dures, comme la martensite non revenue. Il est probable que l'amorçage des cavités soit alors associé à la rupture fragile de la martensite. Par ailleurs, les îlots MA ont un effet similaire car ils représentent des sites d'endommagement privilégiés [LAM'01]. L'amorçage de la rupture se fait soit par cavitation à l'interface MA/matrice, soit par rupture fragile de la martensite contenue dans les îlots MA. Une concentration locale de contraintes par transfert de charge semble être à l'origine de ces phénomènes. La rupture est ensuite contrôlée par la propagation de la fissure à travers les joints de lattes fortement désorientés [BHA'01]. La proportion des phases secondaires est donc un facteur de premier ordre, au même titre que la densité de carbures, sur la ductilité des structures bainitiques.

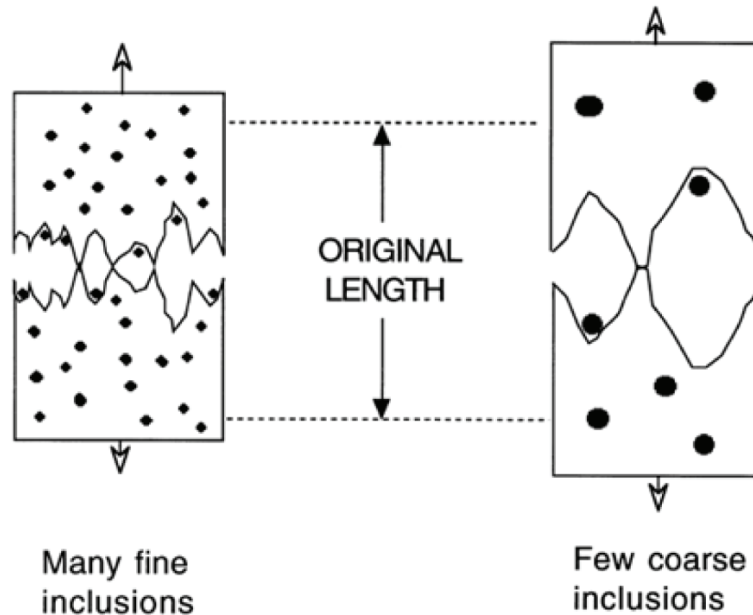


Fig. I.16 : Illustration de la perte de ductilité favorisée par une densité de carbures élevée [BHA'01].

1.2.4. Ténacité

Les aciers bainitiques sont réputés pour présenter une ténacité importante, ce qui leur a valu d'être largement employés pour des applications de tôles fortes dans les cuves de réacteurs nucléaires ou encore les pipelines dans l'industrie pétrochimique.

La ténacité peut être définie comme la résistance d'un matériau contre la défaillance par la propagation d'une fissure. De ce point de vue, les paquets bainitiques fortement désorientés les uns par rapport aux autres représentent alors des obstacles à la propagation de fissures [JOH'93].

Par ailleurs, l'amorçage de fissures se produit au niveau des carbures par rupture de ces derniers ou décohésion avec la matrice [JOH'93]. Bainite inférieure et supérieure présentent des comportements très différents de ce point de vue. En effet, la taille des particules de cémentite influence fortement la contrainte locale critique pour amorcer une microfissure. Dans la bainite supérieure, la cémentite est localisée entre les lattes et les particules de cémentite sont de grande taille. Il en résulte une ténacité faible en comparaison à la bainite inférieure dont les carbures sont très fins. Un revenu permet toutefois d'augmenter la ténacité de la bainite supérieure. Elle présente alors une ténacité similaire à la bainite inférieure au détriment de sa résistance mécanique.

Dans les microstructures bainitiques sans carbure, une analogie peut être réalisée avec les îlots MA. En effet, ils représentent des sites privilégiés d'amorçage de microfissures [LAM'01]. L'amorce de la fissure se produit par la décohésion des îlots avec la matrice ou par la rupture de ces derniers.

1.2.5. L'effet TRIP

L'effet TRIP, ou Plasticité Induite par la TRansformation de l'austénite résiduelle, est la capacité de l'austénite retenue à température ambiante à subir une transformation martensitique sous l'effet de sollicitations mécaniques. Cet effet est notable lorsque la fraction d'austénite résiduelle est élevée, et a un impact important sur la ductilité du matériau. Il est généralement admis que l'effet TRIP donne lieu à une augmentation du taux d'écoulement et améliore significativement l'allongement homogène des aciers à effet TRIP au détriment dans certains cas de leur déformation à rupture. La figure 1.17 illustre le gain en ductilité obtenue pour un acier présentant un effet TRIP par rapport à un acier Dual Phase de résistance mécanique équivalente.

L'augmentation du taux d'écoulement peut être expliquée par un effet Dual Phase dynamique pour la transformation progressive de l'austénite résiduelle en martensite à haute teneur en carbone, dont la dureté est très élevée. Ce mécanisme est décrit par exemple par [PER'03].

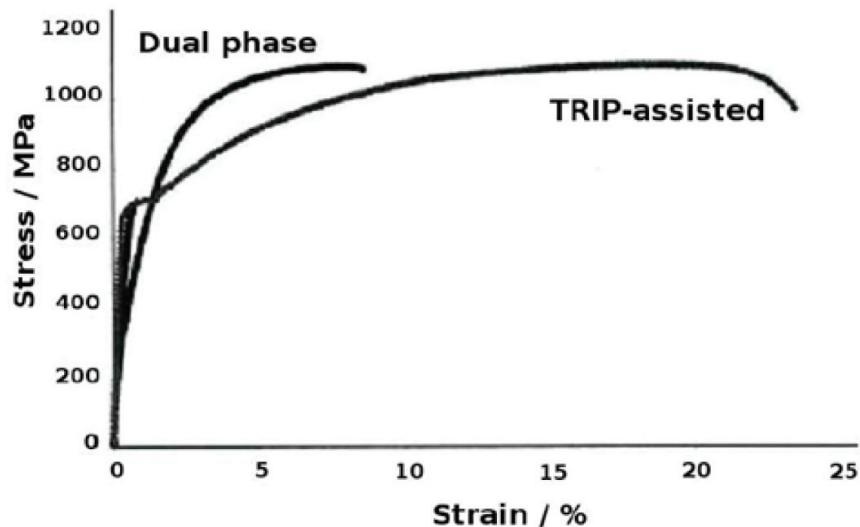


Fig. 1.17 : Illustration du gain en ductilité pour un acier présentant un effet TRIP par rapport à un acier Dual Phase de résistance mécanique équivalente [HAS'99].

1.2.6. Les aciers bainitiques modernes

Nous avons vu qu'une microstructure bainitique constitue une alternative intéressante aux aciers martensitiques, grâce à une résistance élevée et une ductilité importante. Cependant, ces performances peuvent être altérées par la présence de phases secondaires.

Les aciers bainitiques représentent aujourd'hui une part importante de la production mondiale d'acier et sont utilisés pour des applications technologiques variées mais cruciales en particulier dans le domaine de l'énergie (cuve de centrale nucléaire, pipeline, plateforme pétrolière). Cependant, les applications dans le domaine de la

construction automobile restent pour l'instant limitées, sauf pour des applications de produits laminés à chaud (pièces de châssis).

Les applications les plus répandues correspondent à des aciers bas-carbone faiblement alliés (la teneur en éléments d'alliage ne dépasse généralement pas 2%). Leurs microstructures sont toutefois rarement entièrement bainitiques. Il peut encore être intéressant de noter que malgré des compositions chimiques proches, ils peuvent présenter une très grande variété de propriétés. La composition de ces microstructures est typiquement 0,05-0,2C 0,5-2Mn 0-0,5Si et intègre divers éléments d'alliage en faible proportion (Ni, Cu, Nb, Mo, V, ...).

1.2.7. Les aciers bainitiques sans carbure

Nous avons vu dans le paragraphe 1.1.2.5.e qu'une microstructure bainitique sans carbure peut être obtenue grâce à l'addition de silicium et/ou d'aluminium qui retarde significativement la précipitation de la cémentite. L'austénite est alors stabilisée thermiquement par son enrichissement en carbone et est retenue à température ambiante. La microstructure est alors constituée principalement de ferrite bainitique, sous forme de lattes ou de plaquettes, et de films d'austénite résiduelle situés entre ces sous-unités. Le phénomène de réaction incomplète est alors presque toujours respecté et de larges régions d'austénite restent non transformées à la fin de la réaction bainitique. Ces régions contiennent toutefois moins de carbone en solution solide que l'austénite résiduelle inter-lattes. Elles peuvent alors se transformer entièrement ou partiellement en martensite lors du refroidissement final : ce sont les îlots MA. La figure 1.18 présente une microstructure typique d'aciers bainitiques sans carbure.

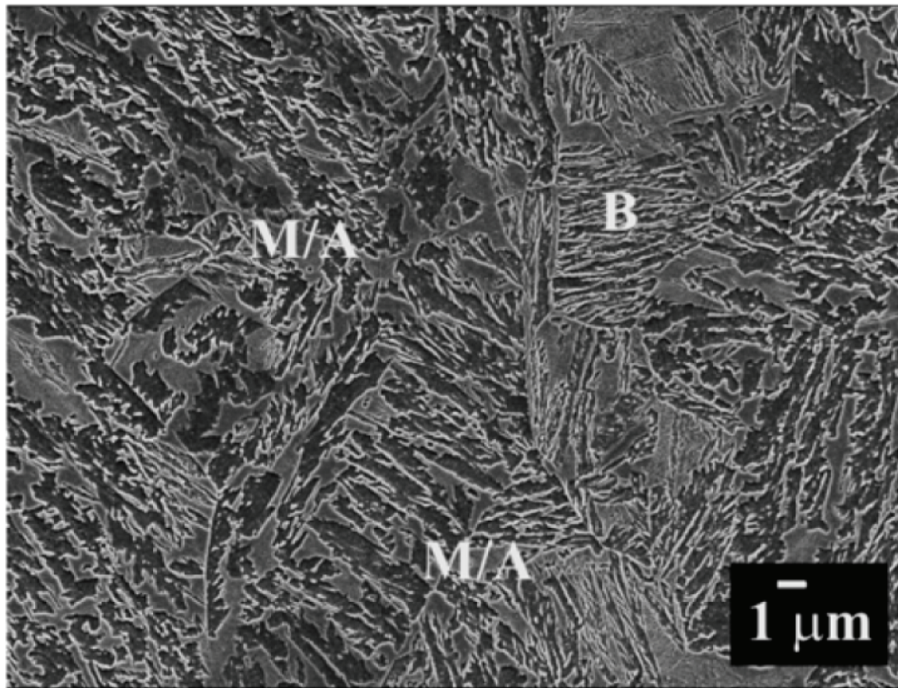


Fig. 1.18 : Microstructure typique d'un acier bainitique sans carbure constituée de paquets bainitiques (B) contenant les films d'austénite résiduelle et de larges îlots MA.

Les aciers bainitiques sans carbure font partie de la troisième génération d'aciers THR, qui regroupe notamment les aciers Q&P (pour Quench et Partitioning) et les aciers TRIP à matrice martensitique recuite [EDM'06, MAT'09]. Ces matériaux présentent des caractéristiques similaires :

- leur composition chimique est proche de celle des aciers TRIP traditionnels, avec cependant des teneurs supérieures en éléments stabilisateurs de la phase austénitique (Mn, Ni ou Cu),
- leur grande ductilité est obtenue par le biais de l'instabilité de l'austénite résiduelle qui peut ainsi promouvoir un effet TRIP,
- enfin, ils supportent de grandes contraintes internes grâce à la morphologie lamellaire très fine de leur matrice.

Les aciers bainitiques sans carbure, que nous dénommerons aciers BSC par commodité, présentent ainsi de forts intérêts y compris dans la construction automobile de par leur excellente combinaison de propriétés mécaniques et propriétés d'endommagement.

Le comportement mécanique de ces aciers est cependant largement impacté par leurs composantes microstructurales.

De nombreuses études ont été menées sur ces matériaux. Nous pouvons notamment citer les travaux réalisés par les équipes de Bhadeshia [BHA'83, BHA'90, TAK'91, MUJ'92, CHA'95, SHI'95] (université de Cambridge) et celles de Sugimoto [SUG'92, SUG'00a, SUG'00b, SUG'02, SUG'04] (université de Shinshu). Ces dernières ont largement étudié le rôle de l'austénite résiduelle et de sa stabilisation thermique sur le comportement mécanique des aciers BSC. La figure I.19 illustre certains de leurs résultats.

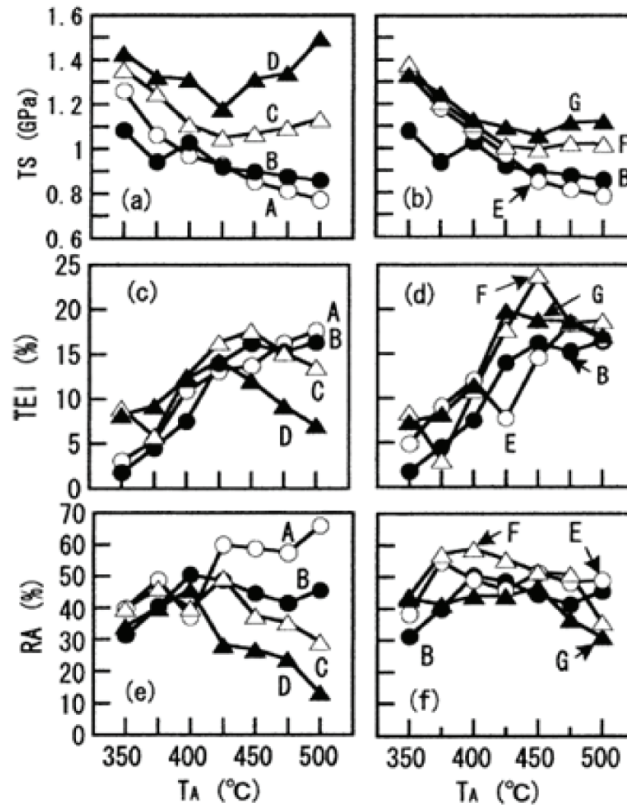


Fig. 1.19 : Effet de la température de transformation bainitique isotherme T_A sur les propriétés mécaniques des aciers BSC (résistance mécanique –TS, allongement total –TEI et réduction d'aire à rupture – RA) [SUG'02]. Les lettres A à G représentent des nuances à différentes concentrations en silicium et/ou manganèse (1,5-2,5Si et 1-2,5Mn).

Ces dernières années, les contraintes de plus en plus strictes imposées aux constructeurs automobiles ont permis de remettre au goût du jour l'intérêt des aciers BSC pour ce secteur. De nombreuses études ont ainsi été menées pour caractériser la microstructure de ces aciers et appréhender sa contribution sur le comportement mécanique. A ce niveau, les équipes les plus productives sont celles du CENIM (Madrid, Espagne) [GAR'03a, GAR'03b, CAB'04, GAR'05a, GAR'05b, CAB'06, CAB'08, GAR'09], et de Hodgson en Australie [TIM'04, PER'07, WAN'08, NIK'11, TIM'11]. Leurs résultats peuvent être résumés de la sorte :

- La très bonne résistance mécanique liée aux aciers BSC peut être attribuée à la finesse des lattes de ferrite bainitique [CAB'04] et à la forte densité de dislocations qu'elles contiennent [GAR'05a].
- Les performances en allongement sont liées à un effet TRIP [GAR'05a].
- Des expériences à la sonde atomique ont permis de mettre en évidence la ségrégation de carbone à proximité des interfaces α/γ [CAB'07]. De plus, il apparaît que la ferrite bainitique est sursaturée en carbone par rapport aux règles de para-équilibre, ce qui la rend plus résistante à la déformation [CAB'07, PER'07].

- Il a récemment été montré par Timokhina et al. que la ferrite bainitique peut contenir quelques rares carbures nanométriques (figure I.20) [TIM'11].

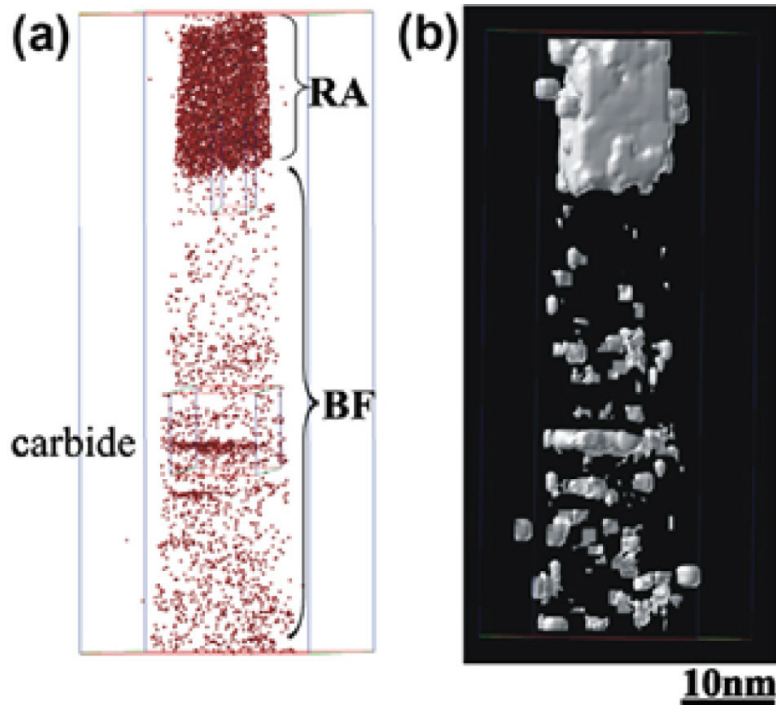


Fig. I.20 : Caractérisation d'un acier BSC (0.79%C) élaboré à 350°C pendant 24h. a) Distribution des atomes de carbone dans l'échantillon, et b) Surface correspondante avec une isoconcentration en carbone à 7% (atomique) [TIM'11].

I.3. Synthèse

La revue bibliographique présentée dans ce chapitre nous a permis de faire le point sur la compréhension des relations liant paramètres microstructuraux et propriétés mécaniques des aciers bainitiques. Bien qu'il soit aisé de mettre en évidence l'influence des paramètres procédés (température de transformation, maintien isotherme ou refroidissement continu, état microstructural précédant la transformation bainitique) sur le comportement mécanique, la compréhension des relations entre les paramètres microstructuraux et les propriétés mécaniques reste compliquée tant il est difficile de faire varier les composantes microstructurales indépendamment les unes des autres.

Par ailleurs, nous avons discuté de l'engouement autour des aciers à très haute résistance que sont les aciers bainitiques sans carbure. De telles microstructures présentent en effet un excellent compromis entre résistance et ductilité. Cependant, de nombreuses zones d'ombre restent à clarifier quant aux mécanismes de la transformation bainitique et de son influence sur le comportement mécanique des phases secondaires, notamment celles de l'austénite résiduelle. Un enrichissement en carbone de cette dernière a été rapporté comme responsable de son maintien à température ambiante et par conséquent de favoriser sa disposition à présenter un

effet TRIP lors de sollicitations mécaniques. Toutefois, les conditions nécessaires à l'existence de ces phénomènes ne sont pas encore bien compris et souligne l'importance de réaliser une étude rigoureuse des phases secondaires et de la matrice exempte de carbures pour établir des relations entre microstructure et comportement mécanique.

I.4. Références bibliographiques

- [AAR'66a] H. Aaronson, H.A. Domian, G.M. Pound, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng., 236, 1966a, 753-767.
- [AAR'69] H. Aaronson, Mechanism of phase transformation in crystalline solids, Institute of Metals, London, 1969
- [AAR'90] H. Aaronson, W. Reynolds, G. Shiflet, G. Spanos, Metallurgical and Materials Transactions A, 21(6), 1990, 1343-1380.
- [AAR'66b] H.I. Aaronson, H.A. Domian, G.M. Pound, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng., 236(5), 1966b, 753-767.
- [AAR'01] H.I. Aaronson, G.R. Purdy, D.V. Malakhov, W.T. Reynolds, Scripta Materialia, 44(10), 2001, 2425-2430.
- [BAB'93] S.S. Babu, K. Hono, T. Sakurai, Applied Surface Science, 67(1-4), 1993, 321-327.
- [BAI'24] E.C. Bain, N.Y. Dunkirk, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng., 70, 1924, 25-46.
- [BAI'39] E.C. Bain, Functions of the alloying elements in steel, American Society for Metals, Cleveland, Ohio, 1939
- [BHA'80a] H. Bhadeshia, Acta Metallurgica, 28(8), 1980a, 1103-1114.
- [BHA'80b] H. Bhadeshia, D. Edmonds, Acta Metallurgica, 28(9), 1980b, 1265-1273.
- [BHA'81a] H. Bhadeshia, A. Waugh, Acta Metallurgica, 30, 1981a, 775-784.
- [BHA'83] H. Bhadeshia, D. Edmonds, Metal Science A, 17, 1983, 420-425.
- [BHA'90] H. Bhadeshia, J. Christian, Metallurgical and Materials Transactions A, 21(3), 1990, 767-797.
- [BHA'01] H. Bhadeshia, Bainite in steels Second edition, IOM Communications Ltd, London, 2001
- [BHA'81b] H.K.D.H. Bhadeshia, Acta Metallurgica, 29(6), 1981b, 1117-1130.
- [BHA'84] H.K.D.H. Bhadeshia, Proceedings of an International Conference on Phase Transformation in Ferrous Alloys, Philadelphie, A.R. Marder, J.I. Goldstein (Eds.), 1984, 335-340.
- [BOU'03] O. Bouaziz, D. Quidort, P. Maugis, Revue de Metallurgie, 100(1), 2003, 103-108.
- [BOU'09] O. Bouaziz, Adv. Eng. Mater., 11(10), 2009, 767-770.
- [BRA'90] B.L. Bramfitt, J.G. Speer, Metallurgical Transactions, 21A(4), 1990, 817-829.
- [CAB'04] F. Caballero, H. Bhadeshia, Current Opinion in Solid State and Materials Science, 8(3-4), 2004, 251-257.
- [CAB'06] F. Caballero, M. Santofimia, C. Capdevila, C. Garcia Mateo, C. Garcia de Andres, ISIJ International, 46(10), 2006, 1479-1488.
- [CAB'07] F. Caballero, M. Miller, S. Babu, C. Garciamateo, Acta Materialia, 55(1), 2007, 381-390.
- [CAB'08] F. Caballero, C. Garcia Mateo, J. Chao, M. Santofimia, C. Capdevila, C. Garcia de Andres, ISIJ International, 48(9), 2008, 1256-1262.

- [CAB'05] C. Cabus, Etude et modélisation des textures de transformation de phase dans les aciers destinés à l'emboutissage, PhD, Centre des Matériaux, Université Paris XIII, 2005
- [CAL'10] W.D. Callister, D.G. Rethwisch, Materials science and engineering, an introduction 8th edition, John Wiley & Sons, New York, NY, 2010
- [CHA'95] L. Chang, H. Bhadeshia, Materials Science and Technology, 11(9), 1995, 874-881.
- [CHR'65] J.W. Christian, W.D. Robertson, V. Raghavan, A.R. Entwisle, R. Priestner, S.G. Glover, L. Kaufman, W. Owen, A. Wilson, H. Warlimont, W.K. Armitage, J. Burke, R.D. Garwood, K.J. Irvine, F.B. Pickering, D.N. Schakelton, P.M. Kelly, R.H. Goodenow, R.H. Barkalow, R.F. Hehemann, C.M. Wayman, J. Nutting, M.J. Roberts, O.A. Ankara, D.R.F. West, J.J. Irani, Joint conference organized by the British Iron and Steel Research Association and the Iron and Steel Institute, Scarborough, 1965.
- [COT'53] S.A. Cottrell, T. Ko, Journal of the Iron and Steel Institute, 173(3), 1953, 224-236.
- [DAV'30] E.S. Davenport, E.C. Bain, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng., 90, 1930, 117-154.
- [EDM'06] D. Edmonds, K. He, F. Rizzo, B. Decooman, D. Matlock, J. Speer, Materials Science and Engineering: A, 438-440, 2006, 25-34.
- [FUR'06] T. Furuhashi, H. Kawata, S. Morito, T. Maki, Materials Science and Engineering: A, 431(1-2), 2006, 228-236.
- [GAR'09] C. Garcia-Mateo, F.G. Caballero, J. Chao, C. Capdevila, C. Garcia de Andres, Journal of Materials Science, 44(17), 2009, 4617-4624.
- [GAR'03a] C. Garcia Mateo, F. Caballero, H. Bhadeshia, ISIJ International, 43(8), 2003a, 1238-1243.
- [GAR'03b] C. Garcia Mateo, F. Caballero, H. Bhadeshia, ISIJ International, 43(11), 2003b, 1821-1825.
- [GAR'05a] C. Garcia Mateo, F. Caballero, ISIJ International, 45(11), 2005a, 1736-1740.
- [GAR'05b] C. Garcia Mateo, F. Caballero, H. Bhadeshia, Materials Science Forum, 500-501, 2005b, 495-502.
- [GOU'07] A.F. Gourgues-Lorenzon, International Materials Reviews, 52(2), 2007, 65-128.
- [GOU'00] A.F. Gourgues, H.M. Flower, T.C. Lindley, Materials Science and Technology, 16(1), 2000, 26-40.
- [GRE'49] A.B. Greninger, A.R. Troiano, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng., 185(9), 1949, 590-598.
- [HAB'56] L. Habraken, Revue de Metallurgie, 53(12), 1956, 930-944.
- [HAC'03] R.E. Hackenberg, G.J. Shiflet, Acta Materialia, 51(8), 2003, 2131-2147.
- [HAS'99] F. Hassani, S. Yue, I.S.S. Iron Steel Soc, A comparison of bainitic TRIP and dual phase microstructures, in 41st Mechanical Working and Steel Processing Conference Proceedings, Vol 37, Iron & Steel Society, Warrendale, 1999, pp. 493-498.
- [HEH'72] R. Hehemann, K. Kinsman, H. Aaronson, Metallurgical and Materials Transactions B, 3(5), 1972, 1077-1094.
- [HEH'70] R.F. Hehemann, Phase transformations, American Society for Metals, Metals Park, 1970
- [HIL'93] M. Hillert, L. Höglund, J. Ågren, Acta Metallurgica et Materialia, 41(7), 1993, 1951-1957.
- [HIL'95] M. Hillert, ISIJ International, 35(9), 1995, 1134-1140.

- [IRV'57] K.J. Irvine, F.B. Pickering, W.C. Heselwood, M. Atkins, *Journal of the Iron and Steel Institute*, 186, 1957, 54-57.
- [IRV'65] K.J. Irvine, F.B. Pickering, ISI special report 93, 1965, 110-125.
- [JAC'99] P. Jacques, E. Girault, T. Catlin, N. Geerlofs, T. Kop, S. van der Zwaag, F. Delannay, *Materials Science and Engineering: A*, 273-275, 1999, 475-479.
- [JOH'93] D.R. Johnson, W.T. Becker, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2(2), 1993, 255-263.
- [JOS'88] B. Josefsson, H.O. Andren, *Journal de Physique*, 49, 1988, 293-298.
- [KAM'76] A. Kamada, N. Koshizuka, T. Funakoshi, *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 16(8), 1976, 407-416.
- [KEL'90] P.M. Kelly, A. Jostsons, R.G. Blake, *Acta Metallurgica et Materialia*, 38(6), 1990, 1075-1081.
- [KHA'10] S. Khare, K. Lee, H.K.D.H. Bhadeshia, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41, 2010, 922-928.
- [KLI'44] E.P. Klier, T. Lyman, *Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng.*, 158, 1944, 394-422.
- [KO'52] T. Ko, S.A. Cottrell, *Journal of the Iron and Steel Institute*, 172(3), 1952, 307-316.
- [KOZ'08] E. Kozeschnik, H.K.D.H. Bhadeshia, *Materials Science and Technology*, 24(3), 2008, 343-347.
- [KUR'30] G. Kurdjumov, G. Sachs, *Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei*, 64(5), 1930, 325-343.
- [KUR'33] G. Kurdjumov, *AIME Transactions*, 105, 1933, 253-255.
- [LAM'01] A. Lambert-Perlade, *Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage*, PhD, Ecole des Mines de Paris, Ecole des Mines de Paris, 2001
- [LAM'04] A. Lambert-Perlade, *Acta Materialia*, 52(8), 2004, 2337-2348.
- [LAN'69] G. Langford, M. Cohen, *Asm Transactions Quarterly*, 62(3), 1969, 623-632.
- [LAN'70] G. Langford, M. Cohen, *Metallurgical Transactions*, 1(5), 1970, 1478-1480.
- [LAN'75] G. Langford, M. Cohen, *Metallurgical Transactions, A* 6(4), 1975, 901-910.
- [LES'81] W.C. Leslie, *The physical metallurgy of steels*, McGraw Hill, New York, 1981
- [LOG'04] I. Loginova, J. Ågren, G. Amberg, *Acta Materialia*, 52(13), 2004, 4055-4063.
- [LUB'09] S. Lubin, *Etude des mécanismes de la transformation de phase bainitique dans les aciers bas carbone*, PhD, Mines Paritech, Mines Paritech, 2009
- [MAT'09] D.K. Matlock, J.G. Speer, *Microstructure and Texture in Steels and Other Materials*, Jamshedpur, INDIA, A. Haldar, S. Suwas, D. Bhattacharjee (Eds.), 2009, 185-205.
- [MEH'38] R.F. Mehl, *Hardenability of Alloy Steels*, American Society for Metals, Cleveland, Ohio, 1938
- [MOR'03] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki, *Acta Materialia*, 51(6), 2003, 1789-1799.
- [MOR'06] S. Morito, X. Huang, T. Furuhashi, T. Maki, N. Hansen, *Acta Materialia*, 54(19), 2006, 5323-5331.
- [MUJ'92] S. Mujahid, H. Bhadeshia, *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(2), 1992, 389-396.
- [NIK'11] C. Nihare, P.D. Hodgson, M. Weiss, *Materials Science and Engineering: A*, 528(6), 2011, 3010-3013.
- [NIS'34] Z. Nishiyama, *Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ. Tokyo*, 23, 1934, 637-664.
- [NOL'08] G. Nolze, *Cryst. Res. Technol.*, 43(1), 2008, 61-73.

- [OHM'71] Y. Ohmori, Transactions ISIJ, 11, 1971, 95-101.
- [PER'07] E. Pereloma, I. Timokhina, M. Miller, P. Hodgson, Acta Materialia, 55(8), 2007, 2587-2598.
- [PER'03] A. Perlade, O. Bouaziz, Q. Furnemont, Materials Science and Engineering: A, 356(1-2), 2003, 145-152.
- [PIC'58] F.B. Pickering, Mechanism of bainite formation in low-alloy steels containing up to 0.4% carbon, in 4th International Conference on Electron Microscopy, Springer Verlag, Berlin, 1958, pp. 626-637.
- [PIC'67] F.B. Pickering, Journal of the Iron and Steel Institute, 205, 1967, 720-729.
- [PUR'84] G. Purdy, M. Hillert, Acta Metallurgica, 32(6), 1984, 823-828.
- [PUR'95] G.R. Purdy, Y.J.M. Brechet, Acta Metallurgica et Materialia, 43(10), 1995, 3763-3774.
- [QUI'01] D. Quidort, Y. Brechet, Acta Materialia, 49(20), 2001, 4161-4170.
- [QUI'02] D. Quidort, Y. Bréchet, Scripta Materialia, 47(3), 2002, 151-156.
- [REY'90] W.T. Reynolds, S.K. Liu, F.Z. Li, S. Hartfield, H.I. Aaronson, Metallurgical Transactions, 21A(6), 1990, 1479-1491.
- [SHI'02] G.J. Shiflet, R.E. Hackenberg, Scripta Materialia, 47(3), 2002, 163-167.
- [SHI'95] P. Shipway, H. Bhadeshia, Materials Science and Technology, 11(11), 1995, 1116-1128.
- [STA'90] I. Stark, G.D.W. Smith, H. Bhadeshia, Metallurgical Transactions, 21A(4), 1990, 837-844.
- [STO'08] H.J. Stone, M.J. Peet, H.K.D.H. Bhadeshia, P.J. Withers, S.S. Babu, E.D. Specht, Proceedings of the Royal Society A, 464(2092), 2008, 1009-1027.
- [SUG'92] K. Sugimoto, N. Usui, M. Kobayashi, S. Hashimoto, ISIJ International, 32(12), 1992, 1311-1318.
- [SUG'00a] K. Sugimoto, T. Iida, J. Sakaguchi, T. Kashima, ISIJ International, 40(9), 2000a, 902-908.
- [SUG'00b] K. Sugimoto, J. Sakaguchi, T. Iida, T. Kashima, ISIJ International, 40(9), 2000b, 920-926.
- [SUG'02] K. Sugimoto, K. Nakano, S. Song, T. Kashima, ISIJ International, 42(4), 2002, 450-455.
- [SUG'04] K. Sugimoto, M. Tsunazawa, T. Hojo, S. Ikeda, ISIJ International, 44(9), 2004, 1608-1614.
- [TAK'91] M. Takahashi, H. Bhadeshia, Materials Transactions A, 32(8), 1991, 689-696.
- [TIM'11] I. Timokhina, H. Beladi, X.Y. Xiong, Y. Adachi, P. Hodgson, Acta Materialia, 59(14), 2011, 5511-5522.
- [TIM'04] I.B. Timokhina, P.D. Hodgson, E.V. Pereloma, Metallurgical and Materials Transactions A, 35A(8), 2004, 2331-2341.
- [WAN'08] X.D. Wang, B.X. Huang, L. Wang, Y.H. Rong, Metallurgical and Materials Transactions A, 39(1), 2008, 1-7.
- [WAS'35] G. Wassermann, Mitt. K.-Wilh.-Inst. Eisenforsch, 17, 1935, 149-155.
- [WAT'73] J.D. Watson, P.G. McDougall, Acta Metallurgica, 21(7), 1973, 961-973.
- [YAN'86] J.R. Yang, H. Bhadeshia, Advances in welding science & technology, American Society of Metals, Metals Park, Ohio, 1986
- [ZAJ'05] S. Zajac, V. Schwinn, K. Tacke, Materials Science Forum, 500-501, 2005, 387-394.
- [ZEN'46] C. Zener, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng., 167, 1946, 550-595.

Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales

II. Matériaux et méthodes expérimentales

Dans ce chapitre, les aciers bainitiques sans carbure (BSC) élaborés dans le cadre de ces travaux de thèse sont présentés. L'étude des relations existant entre la microstructure et les propriétés mécaniques a nécessité l'utilisation de techniques de caractérisation diverses et variées. Nous nous proposons de décrire ici l'ensemble des techniques utilisées au cours de cette étude.

Dans un premier temps, nous présenterons la démarche qui a été adoptée pour définir les compositions chimiques et les traitements thermiques liés à l'élaboration des aciers BSC de l'étude. Puis, nous aborderons les méthodes et outils qui ont été mis en jeu pour caractériser l'état microstructural des aciers élaborés. Nous décrirons ensuite la technique de diffraction des rayons X à haute énergie (DRXHE) et le dispositif expérimental mis en place pour suivre les cinétiques de la transformation bainitique. Enfin, nous présenterons les techniques utilisées pour caractériser le comportement mécanique des aciers élaborés.

II.1. Elaboration des matériaux

La démarche adoptée dans cette étude pour élaborer des aciers BSC a été motivée par la volonté de produire des microstructures bainitiques "modèles", différentes en termes de fractions de phase et de comportement mécanique. Nous entendons par microstructure "modèle", une microstructure bainitique lamellaire qui se révèle facilement par les techniques de caractérisation classiques et où l'influence des différents éléments d'alliage est rigoureusement documentée.

II.1.1. Composition chimique

Un nombre restreint d'éléments d'alliage s'est imposé dans le choix de la composition chimique. Plusieurs nuances ont été élaborées avec des teneurs en carbone différentes afin d'en évaluer l'impact sur les cinétiques de transformation de phases, les propriétés microstructurales (stabilité de l'austénite résiduelle, taille de grains, ...) et les propriétés mécaniques résultantes. Il est important de noter à ce stade que toutes les teneurs en élément d'alliage discutées dans ce manuscrit sont exprimées en massique.

Ainsi, outre le carbone dont les teneurs ont été choisies proches de celles d'aciers TRIP à matrice ferritique (teneur en carbone typiquement inférieure à 0,3%), les éléments d'alliage considérés sont le silicium, le chrome et le manganèse. Les teneurs en éléments d'alliage ont été choisies après une revue minutieuse de la littérature. Le silicium est un élément qui inhibe la précipitation des carbures et une teneur supérieure à 1% a été rapportée comme nécessaire pour retarder l'apparition de la cémentite au cours de la transformation bainitique [BHA'01]. Le chrome est un élément qui augmente la trempabilité des aciers. Son ajout permet de favoriser une microstructure exempte de ferrite allotriomorphe et/ou de perlite lors de traitements de trempage étagé. Enfin, le manganèse est un élément qui augmente

significativement la résistance des aciers. Sa teneur a été choisie en accord avec les travaux de Sugimoto et al. qui ont étudié son influence sur le comportement mécanique (résistance mécanique R_m et allongement A) d'aciers TRIP à matrice bainitique (figure II.1) [SUG'02, SUG'04]. Une teneur massique de 2,5% assure une résistance mécanique supérieure à 1200 MPa et un allongement supérieur à 7%.

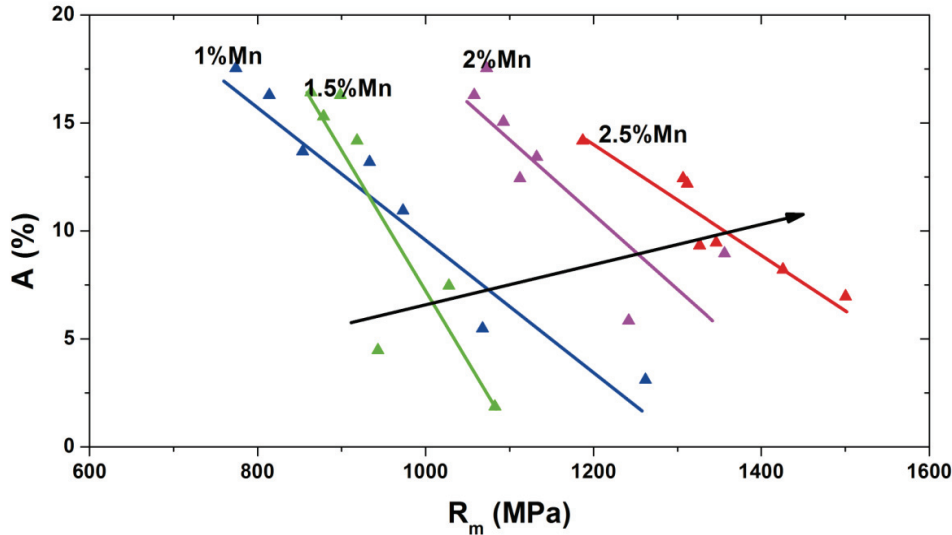


Fig. II.1 : Influence de la teneur en manganèse sur le comportement mécanique d'aciers TRIP à matrice bainitique (d'après [SUG'02]).

Cette revue de la littérature nous a ainsi permis d'asseoir les teneurs en éléments d'alliage. Trois nuances ont ainsi été élaborées avec des teneurs en carbone comprises entre 0,1 et 0,3% et des teneurs similaires pour les autres éléments. Dans la suite, ces nuances seront dénommées en fonction de leur concentration en carbone, i.e. C1, C2 et C3 respectivement pour des teneurs en carbone de 0,1%, 0,2% et 0,3%. Le tableau II.1 présente les compositions chimiques des aciers BSC élaborés au cours de cette étude.

Tableau II.1 : Composition chimique des nuances élaborées au cours de l'étude. Les teneurs sont données en pourcentage massique.

Nuances	C	Si	Cr	Mn
C1	0,1%	1,5%	0,8%	2,5%
C2	0,2%	1,5%	0,8%	2,5%
C3	0,3%	1,5%	0,8%	2,5%

II.1.2. Traitement thermomécanique

Les aciers étudiés ont été élaborés par ArcelorMittal dans un four à induction de 60 kg et sous atmosphère inerte. Au cours de l'élaboration, le carbone a été désoxydé et une analyse des éléments C, S, N et O a été réalisée en ligne pour les ajustements fins de composition. La figure II.2 résume le traitement thermomécanique réalisé après élaboration. Les lingots produits ont d'abord été homogénéisés à 1250°C pendant trois heures pour réduire la micro-ségrégation des éléments d'alliage, avant d'être laminés à chaud au-dessus de 900°C et refroidis en continu depuis une température de 550°C. Après retrait de la surface décarburée, les tôles ont été laminées à froid pour atteindre une épaisseur finale de 1,4 mm.

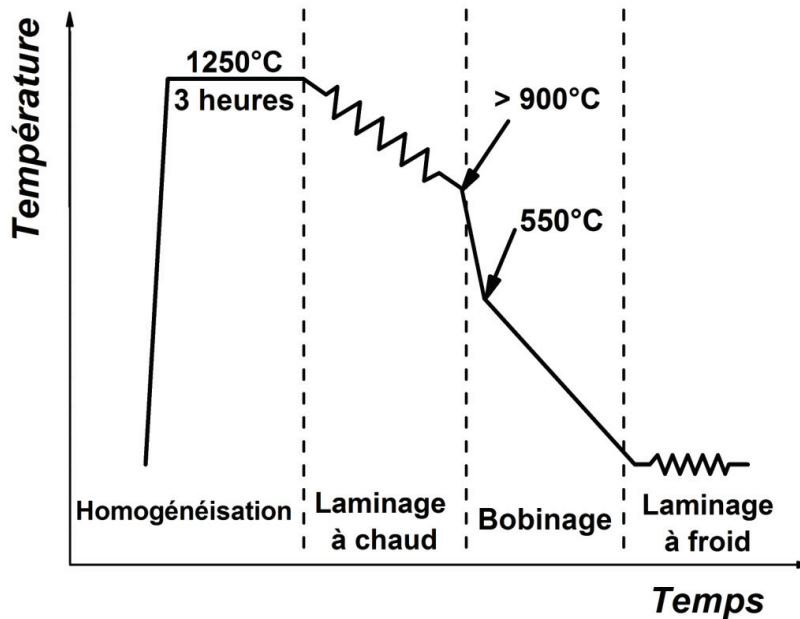


Fig. II.2 : Traitement thermomécanique réalisé pour la production de tôles minces.

II.1.3. Traitement bainitique par trempe étagée et températures de transformation

Les tôles laminées à froid ont ensuite été traitées thermiquement pour obtenir une microstructure BSC. Le traitement réalisé est un traitement dit par trempe étagée schématisé figure II.3. Il consiste à réaliser une première trempe depuis le domaine austénitique jusqu'à la température où est réalisé le maintien isotherme. Une trempe finale est réalisée pour le retour à l'ambiante. Un tel traitement associé à une composition chimique adéquate (tableau II.1) conduit à une microstructure BSC exempte de ferrite allotriomorphe et/ou de perlite. Les traitements de trempe étagée ont été réalisés en bains de sels (par la société TBI en Bourgogne), ce qui permet une excellente répartition de la chaleur au sein de la tôle et limite fortement les problèmes de gradients microstructuraux.

Le traitement comprend un recuit dans le domaine austénitique précédant la trempe et le maintien isotherme. Les conditions d'austénitisation ont été définies dans le but de promouvoir une taille de grains austénitiques élevée (environ 30 à 40 μm) favorisant une microstructure lamellaire avec des lattes de ferrite bainitique allongées. Les travaux de Vladimir Esin [ESI'08] ont permis de mettre en exergue l'influence de la taille de grain austénitique sur les cinétiques de la transformation bainitique dans des aciers de composition similaire aux nuances de l'étude et ont servi de base pour le choix de la température et du temps d'austénitisation. Des conditions similaires ont été établies pour l'ensemble des nuances étudiées. Il s'agit d'un recuit de 10 minutes à 1080°C après chauffage à 10°C.s⁻¹.

Le choix des températures de maintien isotherme a été motivé par divers constats rapportés dans la littérature. De récentes recherches ont en effet rapporté l'excellent comportement mécanique des aciers BSC traités en conditions isothermes à basse température [SUG'00, GAR'03, GAR'05], et Allain et al. ont observé une amélioration significative des propriétés mécaniques lorsque la transformation bainitique a lieu à une température proche de 400°C pour des aciers à 0,2% de carbone [ALL'08]. D'autre part, Bohemen et al. [BOH'08] ont rapporté l'élaboration de microstructures constituées de bainite inférieure (distribution de carbures au sein des lattes de bainite) et de martensite par traitement de trempe étagée sous Ms. Sur la base de ces faits, nous avons mesuré les températures Ms (température de début de transformation martensitique) pour l'ensemble des nuances de l'étude afin de choisir des températures de maintien isotherme en adéquation avec les résultats de ces travaux. Notre but était d'élaborer des microstructures variées en termes de fractions de phase et de stabilité (thermique et mécanique) de l'austénite résiduelle afin d'évaluer leurs incidences sur le comportement mécanique des aciers BSC.

Les températures Ms ont été mesurées par dilatométrie (technique décrite au paragraphe II.4.1). Elles sont respectivement de 428°C, 376°C et 328°C pour les nuances C1, C2 et C3. Les températures de maintien isotherme ont alors été choisies égales à Ms+50°C, Ms et Ms-50°C. Ce choix nous permettra a priori d'obtenir pour chaque nuance une microstructure bainitique de haute (Ms+50°C) et basse (Ms) température, ainsi qu'une microstructure composée probablement de bainite sans carbure et de martensite (Ms-50°C). En contrepartie, les températures absolues de traitement ne sont pas directement comparables d'une nuance à l'autre. Cet inconvénient est cependant compensé par le fait que les trois nuances ont des températures Ms espacées d'environ 50°C.

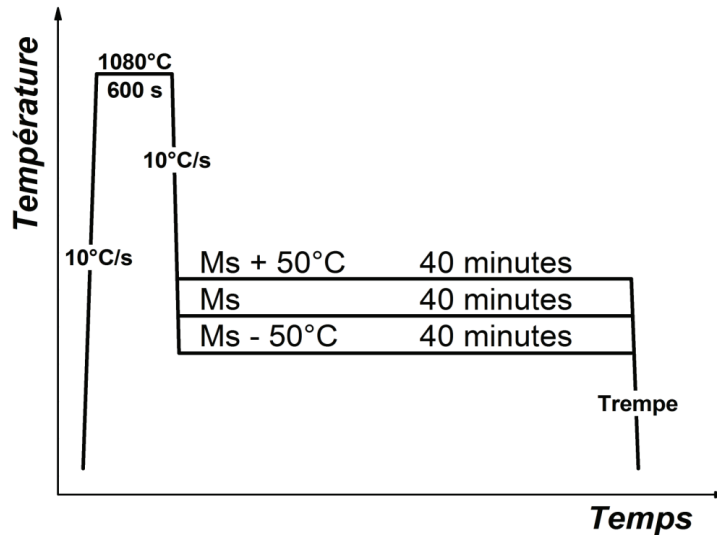


Fig. II.3 : Traitements de trempe étagée réalisés sur l'ensemble des nuances de l'étude.

II.2. Caractérisation des microstructures élaborées par traitement de trempe étagée

II.2.1. Microscopies optique et électronique

Différentes techniques ont été utilisées pour observer et comparer qualitativement et à différentes échelles les microstructures résultant des différents traitements de trempe étagée. L'ensemble des nuances a ainsi été examiné par microscopie optique et microscopies électroniques (à balayage pour l'ensemble des échantillons et en transmission pour certains d'entre eux). La technique EBSD (Electron BackScatter Diffraction) a également été utilisée pour analyser les 'microtextures' des échantillons (répartition spatiale des orientations cristallines des différentes phases).

Pour mettre en évidence la microstructure des aciers BSC après traitement thermique, un protocole standard a été appliqué. Les échantillons ont été polis mécaniquement jusqu'au papier abrasif de granulométrie 4000, suivi d'une finition sur disque diamanté ($3\ \mu\text{m}$ puis $1\ \mu\text{m}$). Cette procédure a permis d'obtenir des poli-miroirs métallurgiques. Chaque technique d'observation a ensuite fait l'objet d'une préparation bien particulière :

- Pour la microscopie optique, la microstructure a été révélée par une attaque chimique de 5 à 15s au réactif Klemm, qui est un mélange de 100 mL d'une solution de base (1kg de thiosulfate de sodium dans 300 mL d'eau) avec 2g de disulfite de potassium. Un microscope Olympus BX61 équipé d'une caméra couleur haute résolution ($2080 \times 1544\ \text{pix.}^2$ soit en grossissement $\times 1000$ une surface de $143 \times 106\ \mu\text{m}^2$) a été utilisé pour acquérir les micrographies.

- Pour la microscopie électronique à balayage, la méthode consiste à poursuivre le polissage à l'OPS (solution de silice colloïdale) après obtention d'un poli-miroir. La microstructure a ensuite été révélée par une attaque chimique très courte au réactif Picral (4 g d'acide picrique dans 100 mL d'éthanol) ou par analyse EBSD. Un MEB FEG (Microscope Electronique à Balayage équipé d'un canon à effet de champ) JEOL 6500F a été utilisé avec une tension d'accélération de 15 kV et une distance de travail de 6 mm pour observer l'ensemble des nuances étudiées. Les analyses EBSD ont été réalisées avec une caméra haute résolution et le système HKL Oxford Instrument. Des cartographies d'orientation ont été acquises avec un pas de déplacement de 80 nm. Elles couvrent une surface moyenne de 160 x 120 μm^2 , ce qui permet d'explorer 3 à 4 ex-grains austénitiques complets. Pour les analyses EBSD, le MEB FEG est réglé avec une tension d'accélération de 15 kV, une distance de travail de 15 mm, et l'échantillon est tilté de 70° par rapport à l'axe du faisceau incident.
- Pour la microscopie électronique en transmission, les échantillons ont tout d'abord été amincis mécaniquement jusqu'à une épaisseur d'environ 60 μm . Les échantillons ont ensuite été amincis par polissage électrolytique à -20°C avec une solution à 5 vol% d'acide perchlorique et 95% d'éthanol sous une tension de 30V. Les observations ont été menées sur un MET (Microscope Electronique à Transmission) PHILIPS CM200 opérant sous une tension d'accélération de 200kV.

II.2.2. Sonde atomique tomographique

Des mesures par sonde atomique tomographique ont également été réalisées pour observer la distribution du carbone en solution solide au sein de lattes de ferrite bainitique. Les mesures ont été réalisées au sein du GPM de Rouen (contact : Dr Frédéric Danoix). Les échantillons de sonde atomique ont été préparés par une méthode électrochimique standard. Le matériau a d'abord été découpé mécaniquement sous la forme de bâtonnets de 2 x 2 mm^2 de section. Les bâtonnets ont ensuite été amincis de manière électrochimique à température ambiante dans un électrolyte composé à 20% d'acide perchlorique (à 70%) jusqu'à l'obtention d'un col que l'on a continué à attaquer avec un électrolyte moins concentré en acide perchlorique (entre 2 et 10%) jusqu'à sa rupture. La finesse de la pointe ainsi formée, avec un rayon de courbure généralement inférieur à 50 nm, a été, le plus souvent possible, vérifiée sur un microscope électronique en transmission de type JEOL 100C avant introduction dans l'instrument.

Le principe de fonctionnement de la sonde atomique tomographique (SAT) repose sur l'évaporation par effet de champ des atomes à la surface d'un échantillon (figure II.4). Les atomes en surface sont arrachés et ionisés grâce à des impulsions à haute tension très brèves (1 ns) permettant leur identification par spectrométrie de masse à temps de vol. Les ions sont ensuite collectés sur un multi-détecteur spatial. Comme les atomes sont pulvérisés un par un et couche par couche, le volume de la zone analysée peut être reconstruit en trois dimensions, avec une résolution spatiale de quelques angströms.

Nous avons utilisé cette technique pour obtenir essentiellement des informations locales (volume analysé d'environ 30 x 30 x 60 nm^3) dans les lattes de ferrite

bainitique afin d'évaluer la distribution du carbone en solution solide dans cette phase. L'excellente résolution du détecteur permet de quantifier précisément la composition chimique dans les phases en fonction de la profondeur d'analyse.

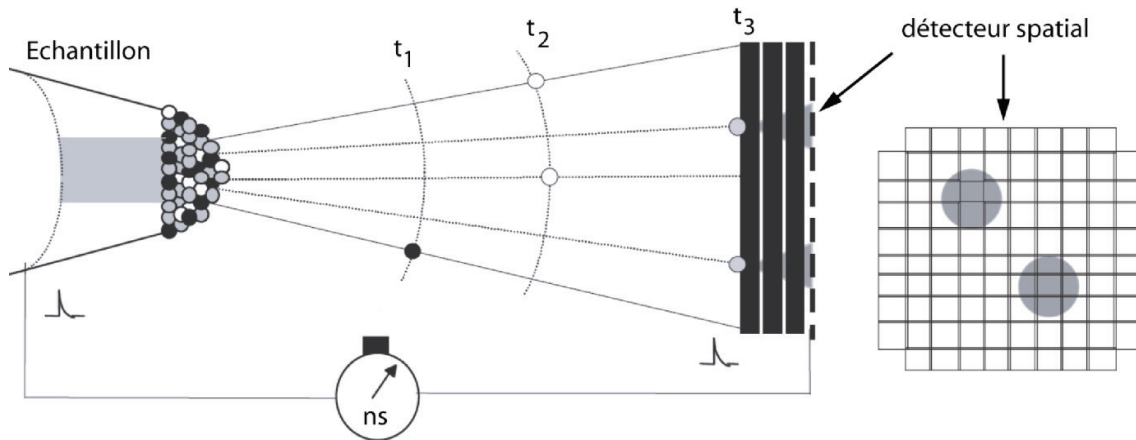


Fig. II.4 : Principe de la sonde atomique tomographique

II.3. Caractérisation des cinétiques de la transformation bainitique

L'étude des cinétiques de la transformation de phase bainitique a été réalisée par dilatométrie et diffraction des rayons X à haute énergie (DRXHE). Ces études ont non seulement permis de confronter qualitativement les cinétiques de transformation associées à des températures de maintien isotherme différentes mais également de quantifier précisément les fractions massiques des phases en présence en fin de maintien isotherme et après un retour à l'ambiante.

II.3.1. Dilatométrie

De nombreux essais dilatométriques ont été réalisés dès réception des tôles laminées à chaud, dans le but de mesurer les températures de transformation comme M_s (température de début de transformation martensitique), A_{r1} et A_{r3} (respectivement température de début et de fin de transformation ferritique au refroidissement) et d'étudier les cinétiques de la transformation bainitique pour établir le temps de maintien isotherme nécessaire à la complétion de la transformation. Ces essais ont ainsi permis d'établir les conditions thermiques et temporelles du traitement de trempe étagée par bains de sels.

Un dilatomètre à cycle rapide (DCR) a été utilisé pour réaliser les traitements de trempe étagée. Il est constitué d'un système de chauffage à lampes (4 x 1000 W) et d'un système de refroidissement par projection de gaz (hélium dans notre cas). Les échantillons ont été traités thermiquement sous un vide secondaire (10^{-5} mbar) pour limiter l'oxydation au cours du chauffage et du maintien dans le domaine austénitique. La température est contrôlée par un thermocouple de type S soudé à la surface d'une éprouvette parallélépipédique de dimensions 30 x 3 x 3 mm³

(éprouvettes découpées dans la tôle laminée à chaud suivant la direction de laminage). Les variations de longueur relative $\Delta L/L_0$ sont mesurées par un extensomètre LVDT (Linear Variable Differential Transformer).

II.3.2. Diffraction des rayons X par rayonnement synchrotron

II.3.2.1. Objectif

Un grand nombre de techniques dites "globales" permet d'accéder en temps réel au cours de sollicitations thermiques aux cinétiques de transformation. Il peut être cité à titre d'exemple la dilatométrie (généralement utilisée pour le suivi des changements de phases dans les aciers), la résistivité électrique pour les alliages d'aluminium et de titane et la calorimétrie à flux différentiel. Ces dernières conduisent à des mesures de variations de propriétés (dimension, résistivité électrique et variation de flux de chaleur) et sont ensuite corrélées aux taux de phases pour accéder aux cinétiques de transformation.

Pour caractériser les taux de phases en présence, les outils de caractérisation conventionnelle sont principalement la microscopie et la diffraction/diffusion des rayons X ou de neutrons. Généralement, pour étudier l'évolution des phases, les analyses sont faites *post mortem*. C'est-à-dire que la caractérisation des phases est réalisée sur des échantillons trempés (dans le but de figer la microstructure) à différents instants de la transformation. Dans ces conditions, de nombreux artéfacts peuvent apparaître tels que d'éventuelles transformations au cours de la trempe ou alors des séquences de transformation non décrites du fait d'une cinétique rapide. C'est le cas généralement pour les aciers.

C'est pourquoi nous nous sommes orientés vers l'utilisation d'un moyen d'investigation permettant de suivre en continu les changements de phases au cours de sollicitations thermiques. Il s'agit de la diffraction des rayons X à haute énergie (DRXHE) combinée à un dispositif permettant d'imposer des cycles thermiques et un détecteur 2D pour l'acquisition rapide de clichés de diffraction. Ce dispositif permet d'une part de réaliser des mesures dans le volume de matériau, ce qui assure une meilleure représentativité statistique des résultats. D'autre part, les temps d'acquisition sont suffisamment courts pour pouvoir suivre en continu les évolutions structurales de chaque phase en présence. La méthode consiste à faire passer un faisceau de rayons X monochromatique à travers un échantillon. Le faisceau diffracté est ensuite récupéré par un détecteur plan. Les résultats bruts de telles expériences sont, dans le cas de matériaux polycristallins, des anneaux de Debye Scherrer. Chacun de ces anneaux est composé d'un ensemble de taches correspondant chacune à la diffraction d'un ensemble de grains de même orientation.

II.3.2.2. Description du dispositif expérimental

Le suivi *in situ* des transformations de phases par DRXHE a été réalisé à l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) de Grenoble sur la ligne ID15B (High Energy X-ray Scattering) [ROY'97, ROY'98, MER'03]. Les caractéristiques de cette ligne sont assurées par un élément d'insertion de type Wiggler. Dans la cabine optique, trois

monochromateurs en silicium de type Laue permettent de sélectionner trois énergies possibles : 30, 60 et 90 keV. Nous avons travaillé avec une énergie proche de 90 keV pour l'ensemble de nos expériences. Le faisceau est de section rectangulaire. Sa surface est ajustée par deux systèmes de fentes horizontales et verticales permettant de la faire varier entre 0,01 mm² et 1 mm². Dans la cabine expérimentale, il y a un circuit de contrôle permanent de la position du faisceau, pour assurer en continu le meilleur flux sur l'échantillon. Celui-ci est de l'ordre de $2,1 \cdot 10^{12}$ ph/sec à 90 keV.

Un détecteur plan a été utilisé pour collecter les anneaux de Debye-Scherrer complets. Le détecteur est un Pixium et fait partie de la famille des détecteurs à écran plat développée et utilisée depuis longtemps par les spécialistes de l'imagerie médicale. Ces détecteurs sont constitués d'un écran au phosphore qui est couplé à une matrice en silicone amorphe. Ils présentent une excellente sensibilité dans la gamme d'énergie 30 – 100 keV ainsi que des cadences d'acquisition pouvant atteindre 7 images par seconde. Ce type de détecteur constitue donc un outil idéal pour étudier les transformations de phase par DRXHE. Les caractéristiques principales de ce détecteur sont une taille de pixel de 154 x 154 μm², une taille d'image de 2480 x 1910 pixels². Des temps d'acquisition de 4 images par seconde ont été utilisés lors du début de la transformation de phases et de 15 images par minute pour la suite du maintien isotherme.

Les traitements de trempes étagées ont été réalisés au moyen d'une machine de traitement thermomécanique, l'ETMT d'Instron. Cet appareillage consiste en un système de chauffage par effet Joule, permettant d'imposer des vitesses de chauffage et de refroidissement très élevées, et un système de traction uniaxiale. Les échantillons utilisés pour ces expériences sont des éprouvettes de traction dont un schéma est présenté sur la figure II.5.

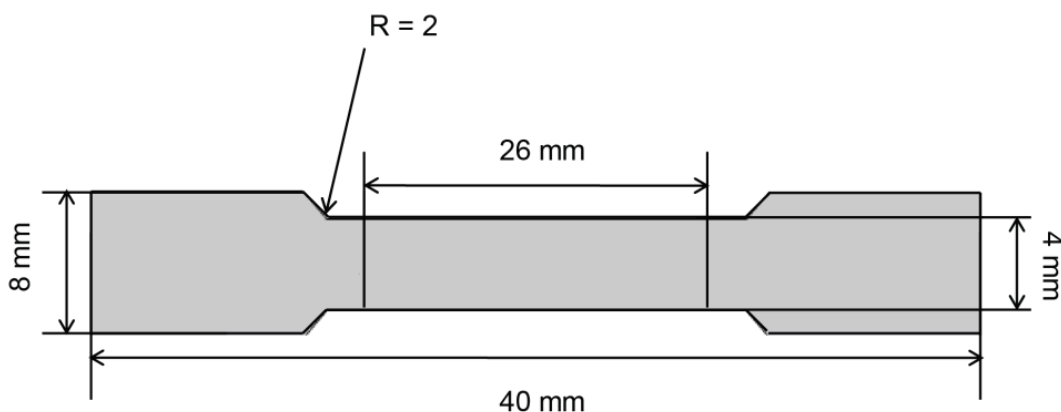


Fig. II.5 : Représentation schématique des échantillons utilisés pour les mesures de diffraction. L'épaisseur des éprouvettes est de 1,4 mm.

Le chauffage par effet Joule consiste à faire passer un courant électrique à travers l'échantillon. Etant donné que le thermocouple est soudé sur l'échantillon, la mesure de la température est faussée par une différence de potentiel (DDP) supplémentaire liée au passage du courant dans la soudure. Pour s'affranchir de cette erreur de mesure, nous avons systématiquement soudé deux thermocouples de type R de part et d'autre de l'éprouvette et de polarité inversée. La première lecture de température

est sous-estimée et la deuxième surestimée en comparaison à la température réelle de l'échantillon. La DDP supplémentaire amenée par le passage du courant est alors corrigée en moyennant les températures mesurées par les deux thermocouples. Un schéma du dispositif expérimental est présenté sur la figure II.6. La figure II.7 présente le dispositif ETMT ainsi qu'un échantillon inséré dans la chambre d'analyse.

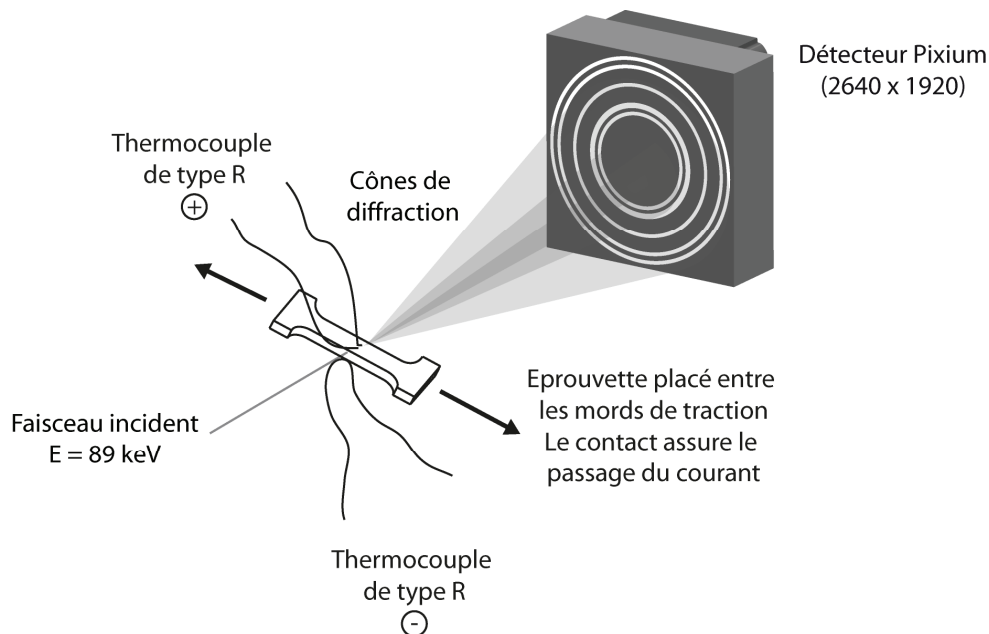


Fig. II.6 : Représentation schématique du dispositif expérimental utilisé sur la ligne ID15B de l'ESRF, Grenoble.

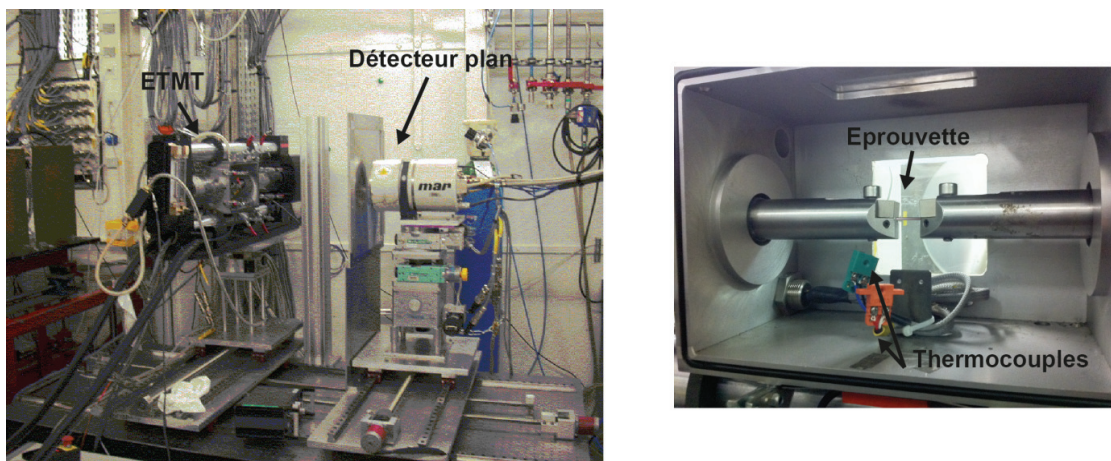


Fig.II.7 : Dispositif expérimental utilisé sur la ligne ID15B de l'ESRF : a) Appareillage ETMT et détecteur plan, b) chambre d'analyse de l'ETMT.

II.3.2.3. Exploitation des résultats

Le dépouillement des résultats nécessite de connaître avec précision la longueur d'onde du rayonnement incident ($\lambda \pm 10^{-5}$ nm). Aussi, nous avons fait diffracter plusieurs poudres de référence (poudre de fer armco, poudre d'oxyde de césium) dont les paramètres de maille sont connus, ce qui nous a permis de déterminer avec précision la longueur d'onde du faisceau incident ($\lambda = 0.142458$ nm). Les clichés de diffraction obtenus au cours de la transformation isotherme de la bainite ont été calibrés par rapport à ces références. Une intégration circulaire a ensuite été réalisée pour obtenir des diffractogrammes conventionnels (intensité en fonction de l'angle de diffraction) permettant l'analyse quantitative des données. Après l'intégration successive des anneaux de Debye Scherrer, nous disposons d'un ensemble de diffractogrammes adéquat pour être traité par affinement Rietveld. L'exploitation des résultats par cette méthode d'estimation des paramètres structuraux et expérimentaux est décrite dans l'annexe A. La figure II.8 illustre un exemple d'intégration circulaire et d'affinement Rietveld d'un diffractogramme.

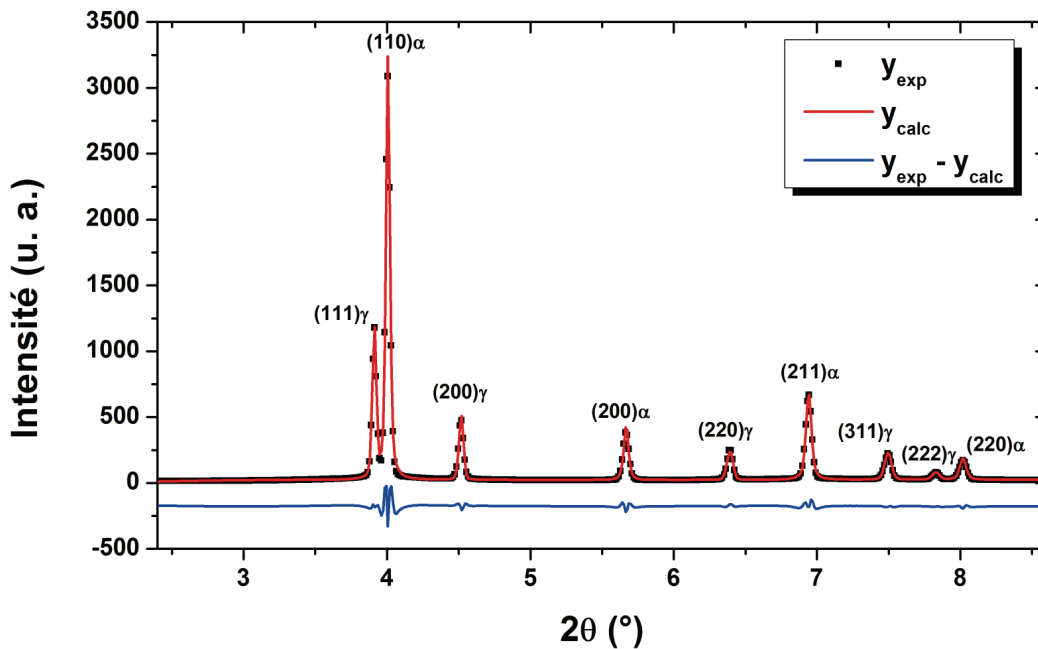


Fig. II.8 : Diffractogramme obtenu après intégration circulaire des anneaux de Debye Scherrer ajusté par l'affinement Rietveld.

II.4. Caractérisation du comportement mécanique

Le comportement mécanique des différentes microstructures BSC obtenues par trempes étagées a été caractérisé par des essais de traction uniaxiale et de cisaillement (monotone et réversible) réalisés au sein du centre de recherche ArcelorMittal Maizières Research (contact : Dr. Sébastien Allain pour la traction et Dr. Xavier Lemoine pour le cisaillement). Dans cette partie nous décrivons les essais mécaniques réalisés ainsi que les conditions dans lesquelles ils se sont déroulés.

II.4.1. Essai de traction

Les éprouvettes de traction uniaxiale utilisées ne sont pas normalisées. En effet, par souci d'économie de matière, des éprouvettes spécifiques ont été usinées. Leurs dimensions sont reportées sur la Figure II.9. Les éprouvettes ont été découpées avec leur axe de traction parallèle à la direction de laminage à froid des tôles.

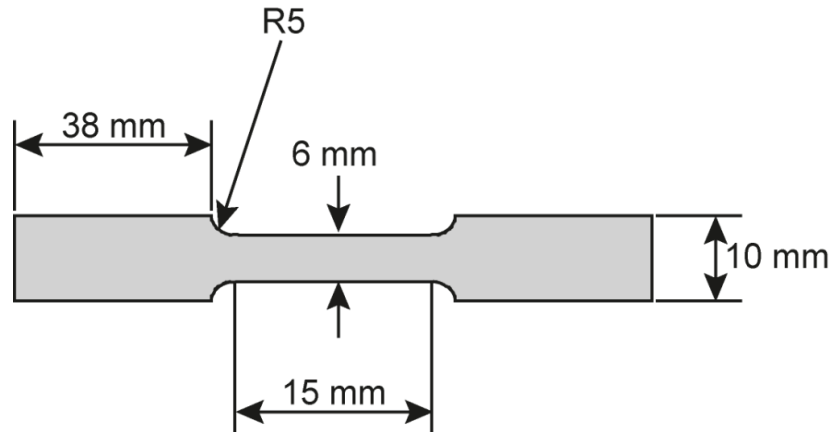


Fig. II.9 : Représentation schématique des éprouvettes utilisées pour les essais de traction uniaxiale. L'épaisseur des éprouvettes est de 1,4 mm.

Les essais ont été réalisés sur une machine Zwick-Roell permettant d'exercer un effort maximum de 100kN. La déformation a été mesurée à l'aide d'un extensomètre vidéo à haute résolution placé en face de la zone utile. Une vitesse de déformation lente de $8,6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a été imposée, ce qui correspond à des conditions quasi-statiques afin d'éviter tout échauffement de l'éprouvette.

II.4.2. Essai de cisaillement monotone et réversible

Par rapport à un essai de traction, l'essai de cisaillement offre la possibilité d'atteindre de larges niveaux de déformation car la striction est évitée. Dans cette étude, les essais de cisaillement ont été réalisés uniquement sur la nuance C3. Nous avons travaillé en chargement quasi-statique avec comme objectifs d'analyser le comportement mécanique à haute déformation et de caractériser la nature de l'écoulement. La figure II.10 présente le schéma des éprouvettes utilisées.

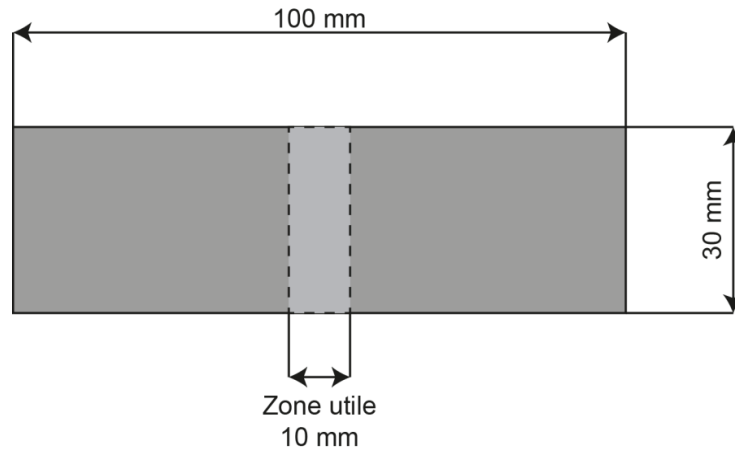


Fig. II.10 : Représentation schématique des éprouvettes utilisées pour les essais de cisaillement. L'épaisseur des éprouvettes est de 1,4 mm.

Deux essais monotones ont d'abord été réalisés, puis six essais avec chargement inversé et différents taux de pré-déformation. L'interprétation des données est toutefois plus complexe que pour un essai de traction. En effet, les essais donnent accès aux composantes ε_{12} et σ_{12} des tenseurs de déformation et de contrainte (les essais sont réalisés dans le sens de laminage DL). Ainsi, la comparaison directe des données d'un essai de cisaillement avec celles d'un essai de traction uniaxiale n'est pas évidente car elle requiert la connaissance a priori de la surface de charge du matériau considéré. Pour pouvoir réaliser cette comparaison, nous avons estimé des déformations et contraintes équivalentes à celle de la traction uniaxiale, respectivement ε_{EQ} et σ_{EQ} . Sur la base d'une surface de type Von Mises à un degré de liberté selon les relations (II.1) et (II.2).

$$\sigma_{EQ} = \beta \cdot \sigma_{12} \quad (II.1)$$

$$\varepsilon_{EQ} = \frac{2}{\beta} \cdot \varepsilon_{12} \quad (II.2)$$

Elles sont dérivées du critère de plasticité de Von Mises pour lequel $\beta = \sqrt{3}$. Le terme β est un coefficient d'ajustement déterminé à partir de la comparaison des essais de traction simple et des essais de cisaillement monotone. La fonction d'optimisation est calculée à partir des travaux dissipés lors de la déformation plastique pour les deux essais (critère énergétique). Un seul et même coefficient a été déterminé pour chaque traitement de trempe étagée. Ils sont tous proches de la valeur théorique (1.73) et sont présentés dans le tableau II.3.

Tableau II.3 : Coefficients β déterminés pour chaque température de trempe étagée appliquée à la nuance C3.

T_m	Ms-50°C	Ms	Ms+50°C
β	1,84	1,89	1,91

II.5. Références bibliographiques

- [ALL'08] S. Allain, T. lung, Revue de Metallurgie, 105(10), 2008, 520-530.
- [BHA'01] H. Bhadeshia, Bainite in steels Second edition, IOM Communications Ltd, London, 2001
- [BOH'08] S.M.C. Bohemen, M. Santofimia, J. Sietsma, Scripta Materialia, 58(6), 2008, 488-491.
- [ESI'08] V. Esin, Effect of holding temperature and prior austenite grain size on the bainitic transformation in the steels of new generation, Master, LSG2M, INPL, 2008
- [GAR'03] C. Garcia Mateo, F. Caballero, H. Bhadeshia, ISIJ International, 43(8), 2003, 1238-1243.
- [GAR'05] C. Garcia Mateo, F. Caballero, H. Bhadeshia, Materials Science Forum, 500-501, 2005, 495-502.
- [MER'03] J.M. Merino, M. Di Michiel, M. León, Journal of Physics and Chemistry of Solids, 64(9-10), 2003, 1649-1652.
- [ROY'97] A. Royer, P. Bastie, M. Veron, High energy X-ray diffraction measurement of the superstructure reflection (100) for a creep deformed am1 single crystal superalloy specimen, Elsevier, Kidlington, ROYAUME-UNI, 1997
- [ROY'98] A. Royer, P. Bastie, M. Veron, Acta Materialia, 46(15), 1998, 5357-5368.
- [SUG'00] K. Sugimoto, T. Iida, J. Sakaguchi, T. Kashima, ISIJ International, 40(9), 2000, 902-908.
- [SUG'02] K. Sugimoto, K. Nakano, S. Song, T. Kashima, ISIJ International, 42(4), 2002, 450-455.
- [SUG'04] K. Sugimoto, M. Tsunazawa, T. Hojo, S. Ikeda, ISIJ International, 44(9), 2004, 1608-1614.

Chapitre III : Microstructures et microtextures en lien avec les températures de transformation

III. Microstructures et microtextures en lien avec les températures de transformation

III.1. Introduction

L'étude bibliographique présentée au Chapitre I a montré l'engouement croissant pour les aciers à très haute résistance (THR) de 3^{ème} génération et notamment les aciers bainitiques sans carbure (BSC). En effet, ces microstructures innovantes ont la particularité d'arbore un comportement mécanique très intéressant et notamment une excellente combinaison de résistances mécaniques et de ductilité. Ce comportement est attribué à une microstructure lamellaire constituée de ferrite bainitique, d'austénite résiduelle et de martensite. Il existe cependant certaines zones d'ombre quant à la compréhension des relations liant propriétés mécaniques et paramètres microstructuraux.

Dans le cadre de l'étude, trois aciers BSC avec différentes concentrations en carbone nominales (X_c) ont été étudiés après traitement de trempe étagée à différentes températures de maintien isotherme (T_m) à Ms-50°C, Ms et Ms+50°C. Un panel de techniques de caractérisation a été utilisé pour analyser les microstructures résultantes dans le but de les comparer en termes de nature de leur matrice (bainitique et/ou martensitique), de distribution des phases secondaires (austénite résiduelle, martensite et précipités éventuels) et de microtexture. Il est important de noter ici que l'étude microstructurale présentée dans ce chapitre n'a pas servi à quantifier les phases en présence. En effet, un suivi de la transformation bainitique en conditions isothermes par diffraction des rayons X à haute énergie a été réalisé dans le but d'étudier les cinétiques de transformation et a permis de quantifier les fractions massiques des phases en présence (voir Chapitre IV). Ces mesures étant réalisées en transmission dans un volume conséquent (0,8 mm³), elles sont plus représentatives que les fractions surfaciques quantifiables par analyse d'image. Nous présenterons donc la quantification des taux de phases en présence dans le chapitre suivant.

Dans ce chapitre, nous présenterons tout d'abord l'étude des microstructures élaborées par des traitements de trempe étagée à Ms et Ms+50°C. Les résultats seront discutés en termes de morphologie et de distribution des phases en présence mais également en termes de microtexture. Une démarche similaire sera ensuite employée pour décrire les microstructures élaborées par traitement de trempe étagée à Ms-50°C. Enfin, nous concluons ce chapitre par une synthèse des états microstructuraux résultant de traitements de trempe étagée à différentes T_m .

III.2. Microstructures élaborées à Ms et Ms+50°C

III.2.1. Principales phases en présence

L'ensemble des nuances élaborées par différents traitements de trempe étagée a été observé par microscopie optique après une préparation de surface adéquate. La microstructure a été révélée par attaque chimique au réactif Klemm. La figure III.1

présente les microstructures résultantes des différents traitements de trempe étagée pour l'ensemble des nuances élaborées par bains de sels. Les différentes phases en présence sont correctement mises en évidence par une coloration dépendant de la nature de la phase attaquée. La ferrite bainitique et la martensite apparaissent ainsi de couleur brune dont l'intensité dépend de leur orientation cristalline. L'austénite résiduelle n'est pas attaquée par le réactif et apparaît ainsi blanche avec un liseré bleuté.

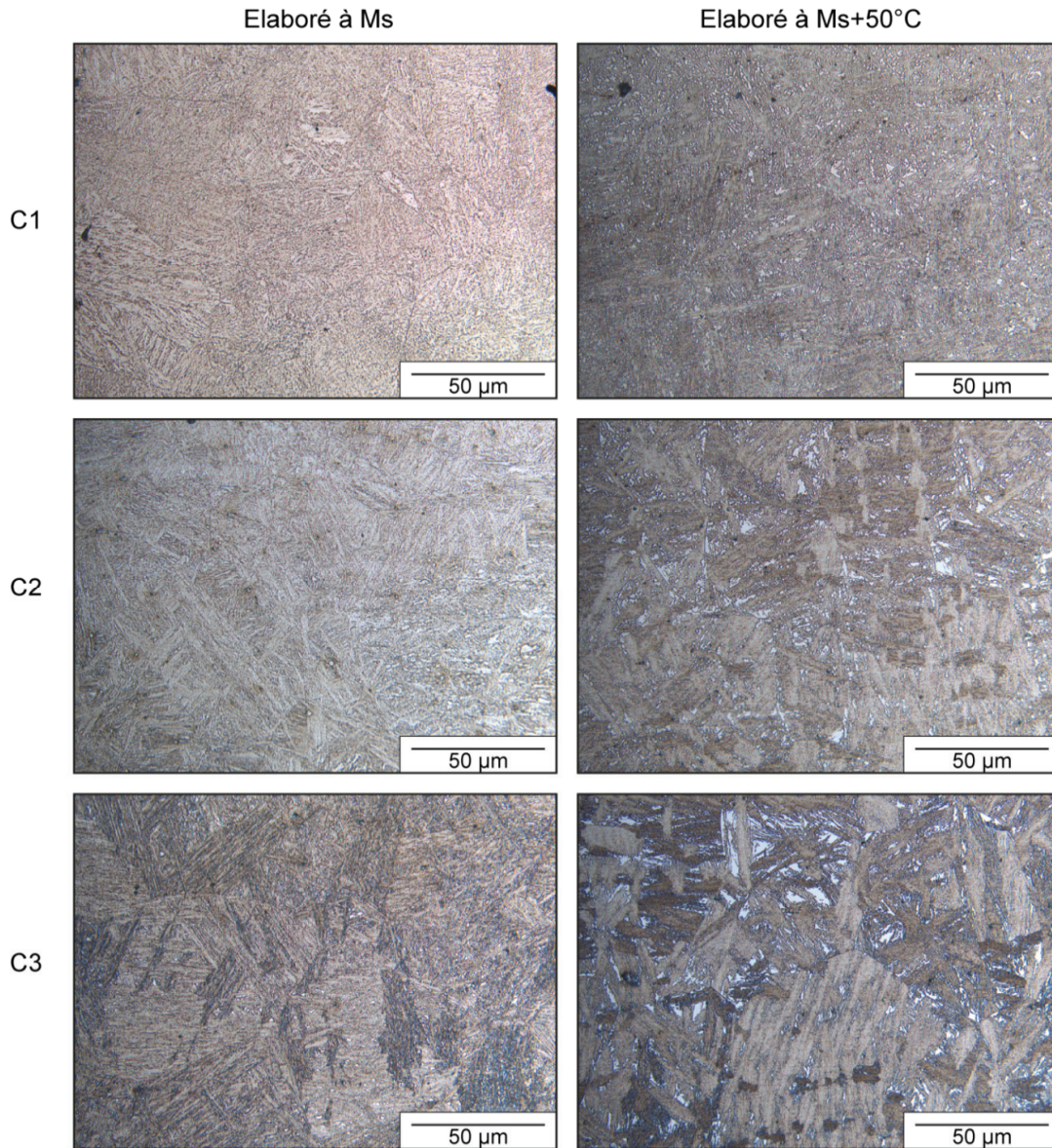


Fig. III.1 : Micrographies optiques des microstructures révélées par attaque au réactif Klemm pour l'ensemble des nuances élaborées à différentes T_m .

La structure lamellaire n'est pas distinctement mise en évidence. En effet, la microstructure est très fine et la faible résolution spatiale du microscope optique ne permet pas de mettre en évidence les lattes de ferrite bainitique et les films d'austénite résiduelle submicroniques rapportés dans la littérature [BHA'01]. La ferrite

bainitique apparait ainsi sous forme de paquets probablement constitués d'un ensemble de lattes séparées les unes des autres par les films d'austénite résiduelle. Cette dernière est cependant observée sous une forme granulaire localisée entre les paquets bainitiques dont la taille augmente avec X_c et T_m . Elle correspond à l'austénite contenue dans les îlots MA. Les îlots MA sont des blocs d'austénite partiellement transformée en martensite lors de la trempe finale. Leur présence est généralement associée à un phénomène de réaction incomplète (cf. chapitre I). D'autre part, la martensite contenue dans ces îlots n'est pas discernée dans la matrice bainitique

Nous avons alors recouru à la microscopie électronique à balayage et notamment à l'analyse EBSD (Electron BackScatter Diffraction) pour analyser plus finement les microstructures élaborées. La figure III.2 présente les cartographies en indice de qualité de l'indexation des bandes de Kikuchi (IQK).

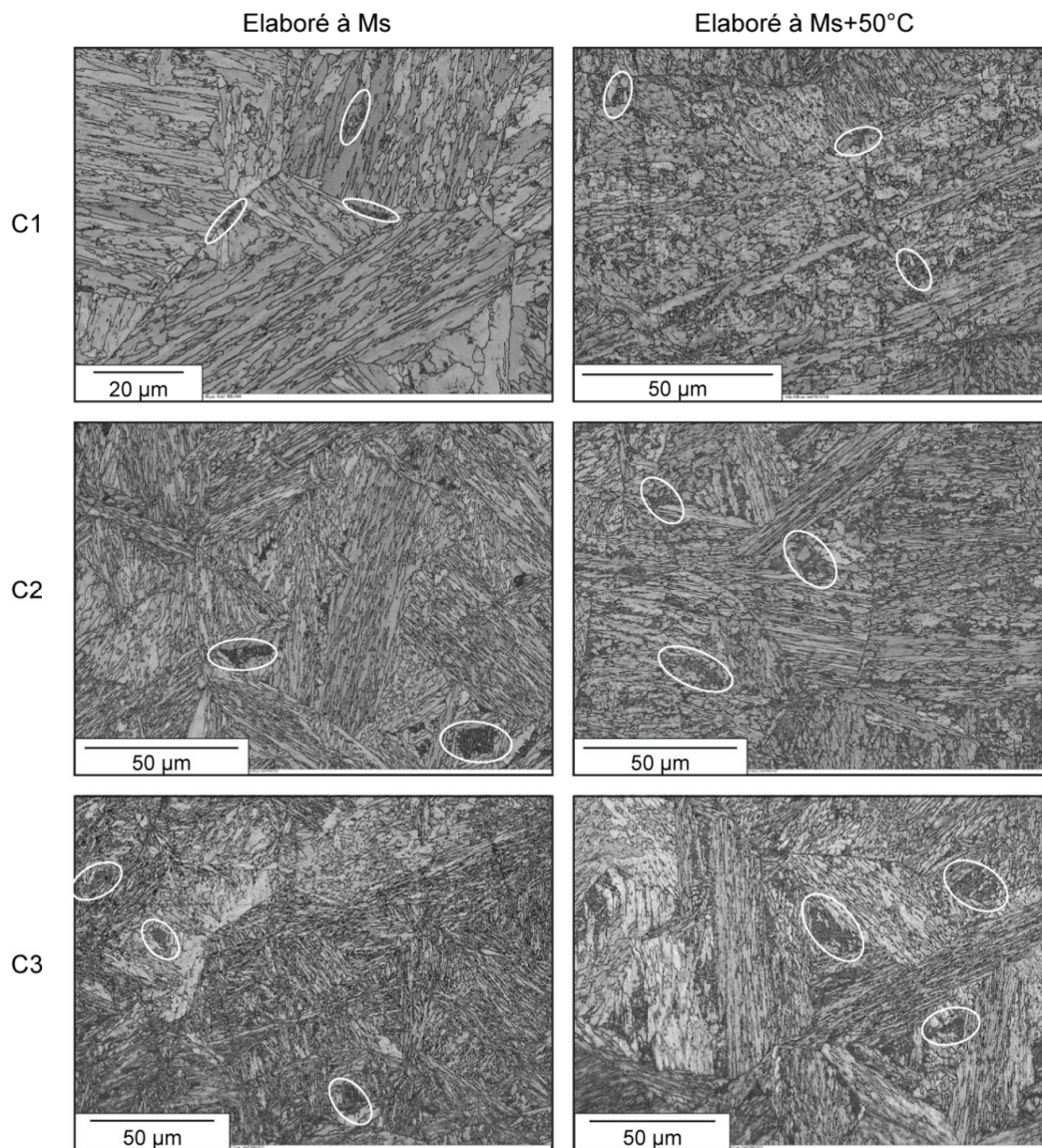


Fig. III.2 : Cartographies IQK de l'ensemble des nuances élaborées à différentes T_m . Quelques îlots MA sont identifiés par une ellipse blanche.

Les cartographies d'orientation acquises par analyse EBSD permettent d'observer la structure lamellaire et de discerner les lattes de ferrite bainitique. Celles-ci sont regroupées par paquets présentant des caractéristiques cristallographiques communes. L'aspect microtextural des aciers étudiés sera discuté au paragraphe II.4. Les îlots MA sont également identifiés en raison d'une faible qualité d'indexation qui se traduit par une couleur plus sombre que la matrice bainitique. La mauvaise qualité de l'indexation est principalement due à une forte densité de dislocations au sein de ces îlots. Leurs proportion est fortement impactée par T_m et X_c . La fraction surfacique d'îlots MA semble ainsi augmenter avec T_m et avec X_c .

D'autre part, les films d'austénite résiduelle ne sont pas observés au sein des paquets bainitiques. Les cartographies acquises pour l'ensemble des nuances étudiées couvrent en effet une surface importante (environ $160 \times 120 \mu\text{m}^2$) afin d'observer plusieurs anciens grains austénitiques ($\varnothing 30 - 40 \mu\text{m}$), et manquent ainsi de résolution pour observer les films d'austénite résiduelle. L'acquisition de cartographies à haute résolution a toutefois permis de confirmer leur présence. La figure III.3 illustre ce propos pour la nuance C3 élaborée à $M_s+50^\circ\text{C}$. L'austénite résiduelle y est mise en évidence par une couleur associée au triangle standard des désorientations. On observe ainsi l'austénite issue des anciens grains austénitiques aux orientations différentes. Elle apparaît entre les lattes de ferrite bainitique sous forme de films discontinus d'épaisseur variable. Dans la suite de cette étude nous désignerons les films d'austénite résiduelle par l'austénite inter-latte.

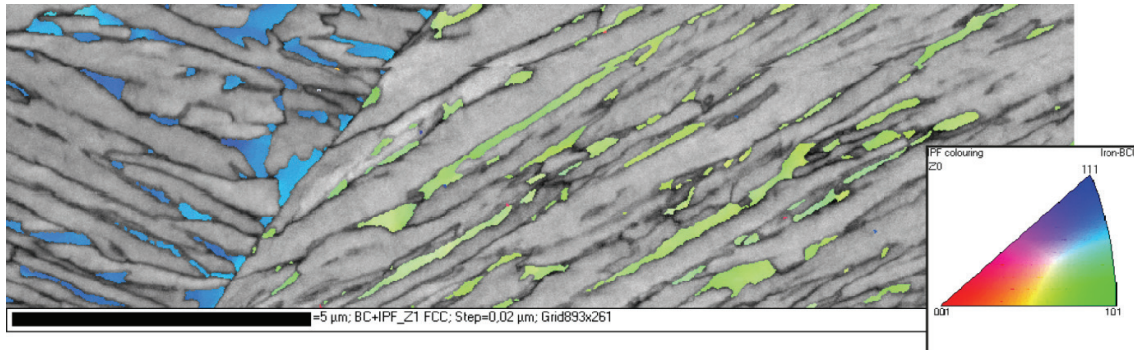


Fig. III.3 : Observation de l'austénite résiduelle entre les lattes de ferrite bainitique dans la nuance C3 élaborée à $M_s+50^\circ\text{C}$.

L'austénite inter-latte a également été mise en évidence au microscope électronique à balayage équipé d'un canon à effet de champ (MEB FEG), après attaque chimique au réactif Picral. La discontinuité des films est encore observée. Leur épaisseur moyenne a été évaluée par mesure directe à environ $100 - 150 \text{ nm}$ pour l'ensemble des nuances étudiées. Nous observons également que les bords de lattes de ferrite bainitique sont irréguliers traduisant un probable épaississement des lattes au cours de la transformation bainitique. La figure III.4 présente les films d'austénite résiduelle au sein de deux paquets bainitiques observés pour la nuance C3 élaborée à $M_s+50^\circ\text{C}$. Les bords irréguliers sont mis en évidence par des flèches et les îlots MA y sont identifiés.

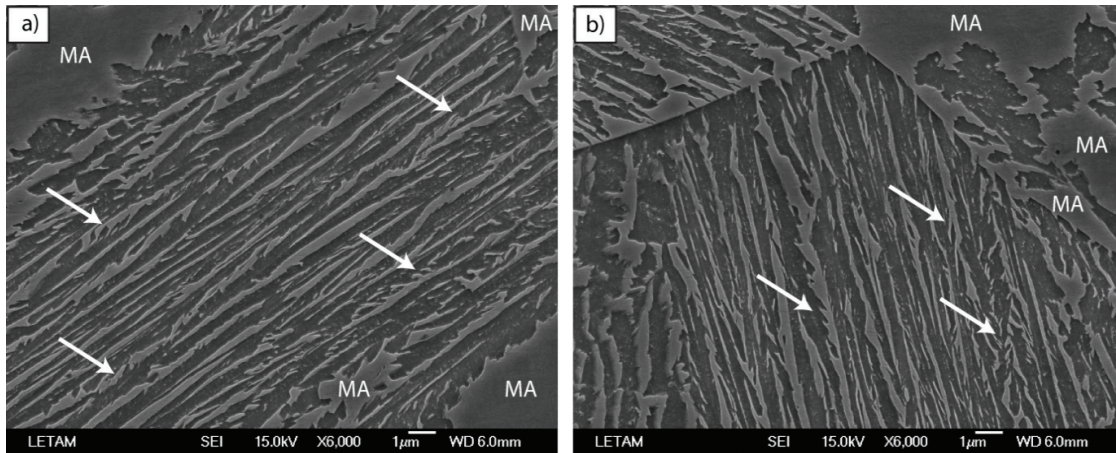


Fig. III.4 : Films d'austénite résiduelle observés au sein de deux paquets bainitiques différents a) et b). Les bords irréguliers des lattes de ferrite bainitique sont mis en évidence par des flèches et les îlots MA sont identifiés.

III.2.2. Précipitation intra-latte

Les microstructures élaborées par traitements de trempe étagée ont de nouveau été observées en haute résolution au MEB FEG afin de vérifier l'absence de carbure au sein des lattes de ferrite bainitique.

Les résultats sont inattendus car ils révèlent la présence de précipités au sein des lattes de ferrite bainitique. Ils sont de forme plutôt sphérique et de taille nanométrique (inférieure à 30 nm) et sont principalement localisés au centre des lattes de ferrite bainitique. A titre d'exemple, la figure III.5 illustre cette précipitation pour la nuance C3 élaborée à $M_s+50^\circ\text{C}$ après attaque chimique au réactif Picral. La détermination de la composition chimique de ces précipités ne peut être faite avec ce moyen d'investigation mais il est fort probable qu'il s'agisse de carbures.

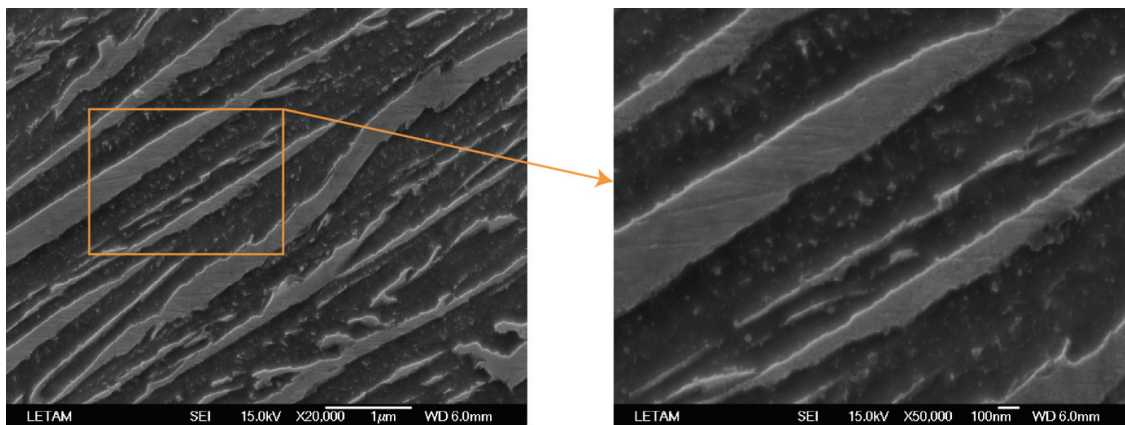


Fig. III.5 : Observations de précipités dans les lattes de ferrite bainitique pour la nuance C3 élaborée à $M_s+50^\circ\text{C}$.

Afin de confirmer la présence de ces carbures au sein des lattes de ferrite bainitique, des observations à des échelles plus fines ont été réalisées. La microstructure de la nuance C3 élaborée à $M_s+50^\circ\text{C}$ a ainsi été observée au microscope électronique en transmission (MET). La figure III.6 présente une micrographie MET en champ clair réalisée dans un paquet bainitique de cette nuance. De petits précipités de morphologie sphérique sont observés dans les lattes de ferrite bainitique. Toutefois, leur nature cristallographique n'a pas pu être déterminée en raison de la difficulté à les faire diffracter.

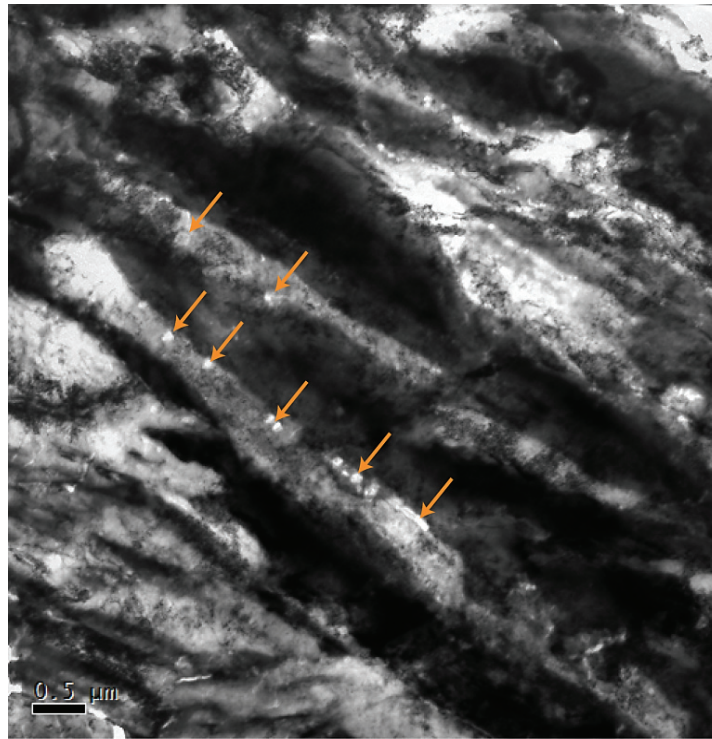
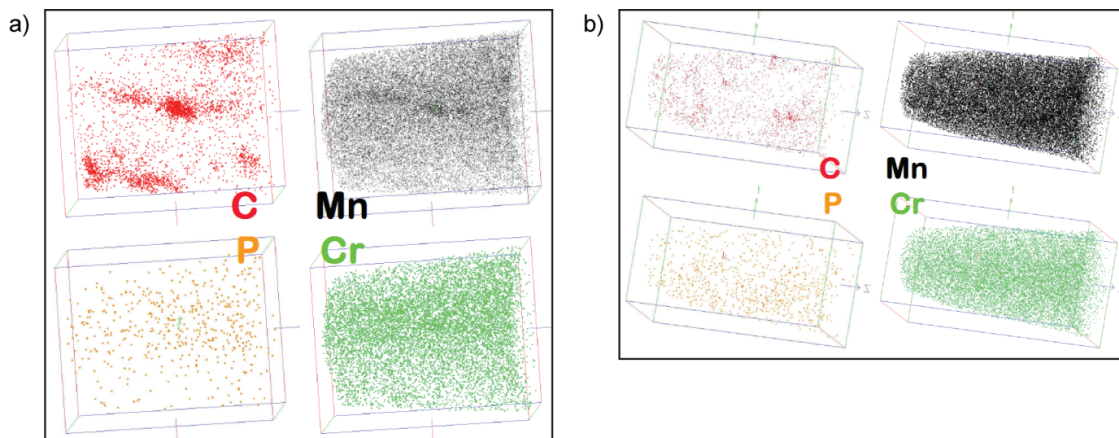


Fig. III.6 : Cliché MET en champ clair d'un paquet bainitique présentant des précipités sphériques dans les lattes de ferrite bainitique (nuance C3 élaborée à $M_s+50^\circ\text{C}$). La ferrite bainitique apparaît majoritairement claire, les films d'austénite résiduelle apparaissent majoritairement sombres et les précipités sont identifiés par des flèches.

Des mesures par sonde atomique tomographique ont également été réalisées pour observer la distribution du carbone en solution solide et notamment les carbures au sein de lattes de ferrite bainitique. Les mesures ont été faites au sein du GPM de Rouen. Les mesures ont été réalisées sur la nuance C2 élaborée à M_s . Cette nuance est effectivement bien adaptée à ces mesures car elle assure une probabilité plus importante de prélèvement dans la ferrite bainitique en raison de la faible proportion d'îlots MA observés à cette température de maintien isotherme. Plusieurs échantillons (pointes) ont ainsi été préparés.

La figure III.7 présente les résultats obtenus sur deux d'entre elles. L'une présente une forte concentration de carbone en solution solide et de fortes ségrégations en carbone dans le volume analysé (fig. III.7a : $30 \times 30 \times 40 \text{ nm}^3$). L'accumulation du carbone en cluster est apparentée aux carbures observés par microscopies

électroniques. Leur morphologie sphérique n'est toutefois pas observée et une forme oblongue semble prédominer. Ceci est dû aux effets de coupe associés à l'observation d'une surface en microscopie et d'un volume en sonde atomique. La concentration moyenne en carbone dans le volume analysé a été mesurée à 0,13% (en masse). L'autre pointe présente une répartition des atomes de carbone bien plus homogène et aucun carbure n'est observé dans le volume analysé (Fig. III.7b : $30 \times 30 \times 60 \text{ nm}^3$). La concentration moyenne en carbone de cette pointe a été mesurée à 0,05% (en masse). Au vu des faibles tailles des volumes analysés, nous pouvons supposer que ces zones analysées sont contenues au sein d'une seule latte de ferrite bainitique mais à des endroits différents. En effet, en combinant ces résultats avec les observations faites au MEB, nous pouvons supposer que le volume de la figure III.7a est proche du centre de la latte car les carbures y sont principalement concentrés (figure III.5). Le volume de la figure III.7b serait alors proche de l'interface ferrite bainitique/austénite résiduelle où les carbures sont absents (figure III.5).



*Fig. III.7 : Mesures par sonde atomique tomographique illustrant :
a) Une répartition hétérogène du carbone et la précipitation de carbures
au sein d'une latte de ferrite bainitique, b) Une répartition homogène
du carbone sans précipitation de carbures.*

Par ailleurs, la distribution des atomes substitutionnels semble homogène dans les volumes analysés. Seul le manganèse semble légèrement ségréger au niveau des carbures (Fig. III.8a). Ce constat est en accord avec les résultats d'expériences similaires rapportées dans la littérature [PER'07, CAB'11, TIM'11].

Enfin, nous ne pouvons conclure quant à la nature des carbures observés. En effet, il nous faut aller plus avant dans l'exploitation des données obtenues par sonde atomique et caractériser plusieurs pointes pour déterminer sans ambiguïté leur composition. Toutefois, elles confirment que les précipités observés sont bien des carbures.

Il est cependant possible de faire quelques commentaires quant à la nature de ces carbures. Il peut s'agir soit de cémentite, soit de carbures de transition dénommés carbures ϵ . Plusieurs facteurs sont alors à prendre en compte pour discriminer ces deux entités. D'une part, la teneur nominale en silicium a un effet retardateur sur la précipitation des carbures. Edmonds et al. ont toutefois montré que cet effet est notable sur la cémentite mais peu prononcé sur la précipitation des carbures ϵ .

[EDM'06]. Ce propos est illustré sur la figure III.8. D'autre part, il est intéressant de considérer la morphologie et la localisation de ces précipités. Ils se présentent sous une forme oblongue et sont concentrés au centre des lattes de ferrite bainitique (figure III.7a). Dans un acier bainitique classique arborant une microstructure de type bainite inférieure, la cémentite est généralement observée sous une forme oblongue également mais se forme principalement aux bords des lattes de bainite (Fig. III.9). Elle présente par ailleurs une relation d'orientation avec la phase ferritique et précipite généralement avec la même variante de la relation d'orientation [BHA'80]. De fait, les particules de cémentite forment des réseaux parallèles formant un angle d'environ 60° avec l'axe longitudinal de la latte de ferrite bainitique. Ces propos sont illustrés sur la figure III.9. Cette distribution des carbures n'a pas été observée dans les nuances étudiées.

Il est ainsi difficile d'établir des hypothèses fortes quant à la nature des précipités observés (Fig. III.5, III.6 et III.7). Ils présentent effectivement un certain nombre de différences avec la cémentite généralement observée dans une structure bainitique avec carbures, ce qui nous pousse à les considérer comme étant des carbures ϵ . Toutefois, seule une analyse fine de leur composition chimique permettrait de trancher.

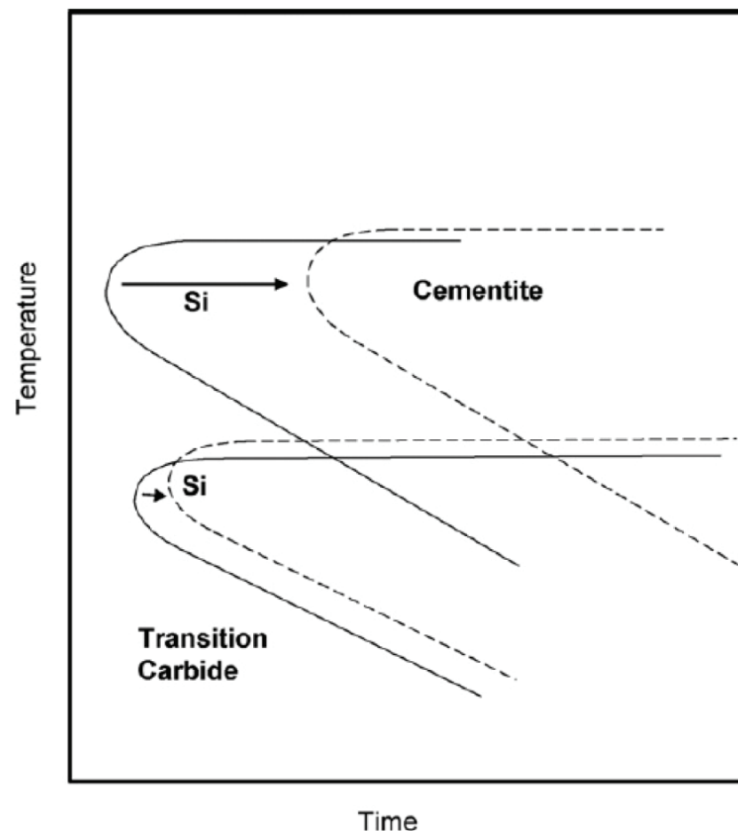


Fig. III.8 : Illustration schématique de l'effet du silicium sur les cinétiques de précipitation de la cémentite et des carbures ϵ [EDM'06].

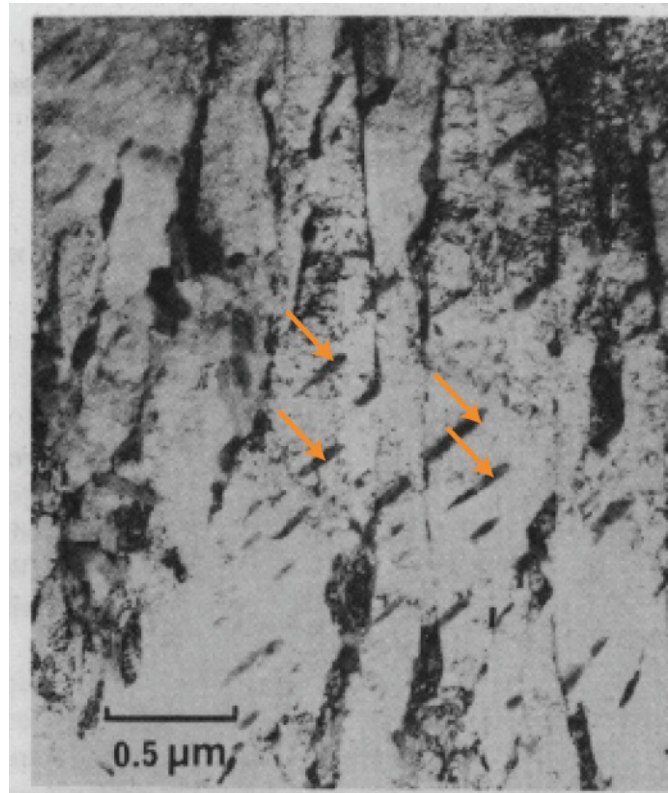


Fig. III.9 : Microstructure de bainite inférieure observée au MET [BHA'80]. La cémentite est repérée par des flèches.

III.2.3. Epaisseur des lattes de ferrite bainitique

L'épaisseur des lattes de la ferrite bainitique a été mesurée à partir des données EBSD. La méthode de mesure est celle des intercepts, incluse au logiciel HKL Channel 5. La méthodologie consiste à appliquer une grille de référence (lignes horizontales puis lignes verticales) sur une cartographie EBSD et de mesurer la longueur moyenne des intercepts (figure III.10a). L'interception de la grille de référence avec les joints de grains (ou dans notre cas les joints de lattes) est définie par un angle de désorientation mesuré entre les pixels se trouvant de part et d'autre du joint considéré. Il faut alors définir un angle critique au-delà duquel la désorientation entre deux pixels voisins sera considérée comme un joint de lattes. La figure III.10b représente l'évolution de la longueur moyenne des intercepts en fonction de l'angle critique utilisé pour définir un joint de lattes. Les mesures réalisées suggèrent que l'angle critique utilisé pour définir un joint de lattes doit être supérieur à 5°. Cette limite peut être interprétée comme l'angle au-delà duquel les désorientations mesurées au sein même d'une latte (dus aux hétérogénéités microstructurales) ne seront plus pris en compte. Les épaisseurs de lattes de ferrite bainitique ont alors été mesurées en prenant un angle critique de 5° pour définir les joints de lattes.

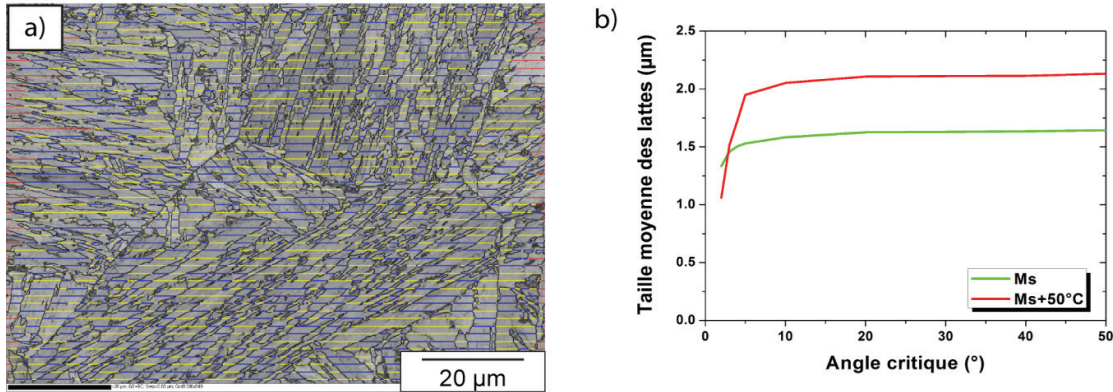


Fig. III.10 : a) Illustration de la mesure des intercepts sur une cartographie EBSD de la nuance C1 élaborée à Ms, b) Evolution de la longueur moyenne des intercepts en fonction de l'angle critique utilisé pour définir un joint de lattes pour la nuance C1 élaborée à Ms et Ms+50°C.

Il est important de noter que l'épaisseur de lattes mesurée ne correspond pas à l'épaisseur réelle des lattes de ferrite bainitique. En effet, deux corrections doivent être apportées pour estimer la grandeur réelle [ZHU'10] :

- la première est liée au fait que les lignes d'intercept coupent les lattes de ferrite bainitique selon un angle aléatoire,
- et la deuxième prend en compte l'effet de coupe 2D aléatoire associé à l'observation d'une entité 3D.

Il faut alors corriger les épaisseurs mesurées par un facteur dépendant de la nature des corrections à apporter. Zhu et al. ont estimé ce facteur à 0,32. En notant l' la longueur moyenne des intercepts, l'épaisseur réelle des lattes de ferrite bainitique l_0 peut être exprimée par l'équation (III.1).

$$l_0 = 0,32.l' \quad (III.1)$$

Les épaisseurs de lattes calculées pour l'ensemble des nuances élaborées à Ms et Ms+50°C sont reportées dans le tableau III.1. L'influence de la température de trempe étagée et de la teneur nominale en carbone y est illustrée. L'épaisseur de latte de ferrite bainitique augmente avec T_m , ce qui est cohérent avec l'idée d'une diminution de la force motrice de germination de la ferrite bainitique pour des températures élevées. L'épaisseur moyenne des lattes augmente également lorsque X_c diminue.

Tableau III.1 : Epaisseur moyenne des lattes l_0 de ferrite bainitique mesurée par la méthode des intercepts avec un angle critique de 5° .

Nuances	C1		C2		C3	
	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C
T_m	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C
l_0 (μm)	0,50	0,62	0,37	0,57	0,34	0,48

III.2.4. Microtexture

III.2.4.1. Relation d'orientation

Nous avons vu au chapitre I que l'austénite et ses produits de transformation sont liés par des relations d'orientation (RO) particulières qui sont associées à l'existence d'interfaces cohérentes entre les réseaux cristallins de la phase parente et phases filles. Dans le cas de la transformation bainitique, ces RO sont généralement proches des RO caractéristiques de Kurdjumov-Sachs (KS) [KUR'30], de Nishiyama-Wassermann (NW) [NIS'34, WAS'35] ou encore de Greninger-Troiano (GT) [GRE'49]. Ces RO ont été décrites au chapitre I.

Dans cette partie, la microtexture des aciers élaborés par traitements de trempe étagée a été analysée par EBSD. La RO entre l'austénite et la ferrite bainitique a été déterminée pour l'ensemble des nuances étudiées par une méthode analytique développée par Pierre Blaineau au cours de ses travaux de thèse [BLA'10a, BLA'10b]. La méthode peut être synthétisée de la manière suivante :

- Dans un premier temps, l'orientation d'un ancien grain austénitique est déterminée en appliquant la RO de KS ou celle de NW sur les variants de ferrite bainitique issus du grain austénitique considéré. L'orientation parente est définie par la relation :

$$g_0 = P_{n(i)} \Delta g^{-1} S_{m(j)} g_i \quad (\text{III.2})$$

où g_0 est l'orientation du grain parent, g_i l'orientation du variant i , Δg la RO considérée, $P_{n(i)}$ et $S_{m(j)}$ sont des éléments de symétrie spécifiques à chaque variant.

- Dans le cas où la RO expérimentale ne correspond pas exactement à celle de KS ou celle de NW, les rotations $P_{n(i)} \Delta g^{-1} S_{m(j)} g_i$ calculées pour chaque variant sont différentes mais proches des rotations théoriques. La recherche de la RO moyenne dans le grain revient à minimiser la dispersion de ces rotations calculées pour chaque variant. Humbert et al. ont montré qu'en utilisant les quaternions pour représenter ces rotations, ce problème se traduit par la recherche de la norme maximale de la somme des quaternions sur l'ensemble des variants en faisant varier la RO [HUM'11]. Quand

suffisamment de variants sont utilisés, le maximum est unique et la méthode détermine une RO représentative de l'ensemble des variants considérés.

Les RO ainsi déterminées sont proches des relations caractéristiques (KS, NW ou encore GT), et peuvent être exprimées en termes de décalage par rapport à ces RO. Rappelons que la RO de KS considère que les plans $(111)_\gamma$ et $(110)_\alpha$ et que les directions $[1-10]_\gamma$ et $[1-11]_\alpha$ sont parallèles. Ainsi, en reportant sur un graphique les angles formés entre ces directions sur l'axe des abscisses et les angles formés entre ces plans sur l'axe des ordonnées, il est possible de confronter les RO expérimentales par rapport aux RO caractéristiques (figure III.11). Les RO sont alors représentées par un point unique et celles de KS, NW et GT sont représentées par des points situés respectivement aux coordonnées suivantes : $(0^\circ ; 0^\circ)$, $(0^\circ ; 5,25^\circ)$ et $(1^\circ ; 2,5^\circ)$.

Toutes les microstructures élaborées dans cette étude présentent une RO proche de celle de GT. En effet, elles présentent toutes un angle entre les directions $[1-10]_\gamma$ et $[1-11]_\alpha$ proche de $2,5^\circ$, et un angle entre les plans $(111)_\gamma$ et $(110)_\alpha$ compris entre $0,6^\circ$ et $1,3^\circ$. Ce résultat est en concordance avec différents aciers bainitiques et martensitiques étudiés dans le cadre de la thèse de P. Blaineau [BLA'10a].

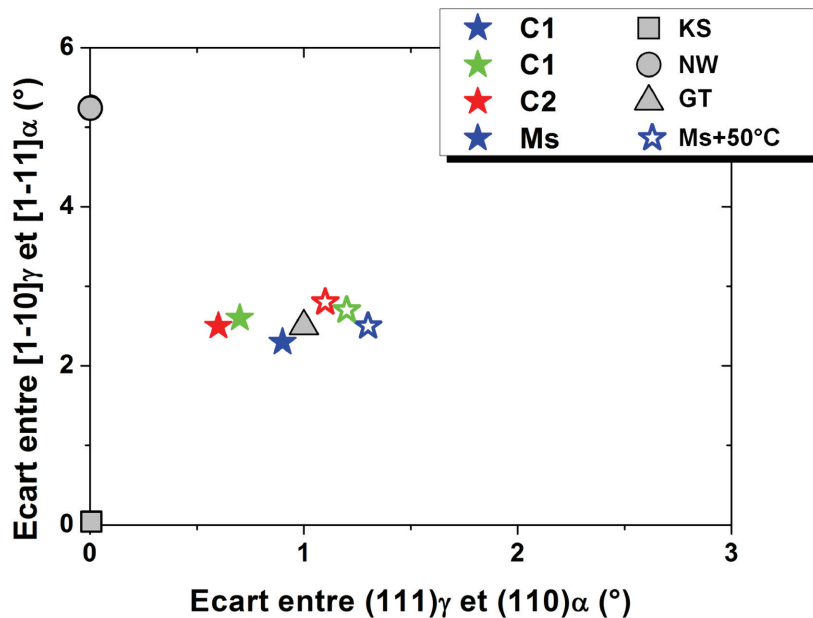


Fig. III.11 : Comparaison entre les RO obtenues expérimentalement et celles de KS, NW et GT pour l'ensemble des nuances élaborées à Ms et Ms+50°C.

III.2.4.2. Distribution des désorientations : distinction entre bainite inférieure et supérieure

La figure III.12 présente les cartographies IQK de l'ensemble des nuances élaborées à Ms et Ms+50°C. Un code couleur spécifique a été utilisé pour mettre en évidence les joints de lattes faiblement et fortement désorientés. Les joints de lattes désorientés de moins 20° sont colorés en vert, les joints désorientés dans la gamme

20° – 45° en bleu et les joints désorientés de plus de 45° en rouge. L'ensemble des nuances présentent des joints de lattes majoritairement désorientés de plus de 45°.

Pour aller plus avant dans l'analyse des désorientations entre variants de ferritique bainitique, nous avons également caractérisé les désorientations entre variants de ferrite bainitique voisins par un couple (axe – angle). En effet, les désorientations entre variants sont caractérisées par des couples (axe – angle) spécifiques dépendant de la RO considérée [GOU'00]. L'ensemble des nuances présente des désorientations majoritaires décrites par le couple ($\langle 556 \rangle - 60,2^\circ$) qui représente une désorientation entre deux variants de ferrite bainitique hérités de la RO de GT. Ce constat renforce ainsi les résultats sur le calcul de la RO expérimentale des aciers élaborés à Ms et Ms+50°C.

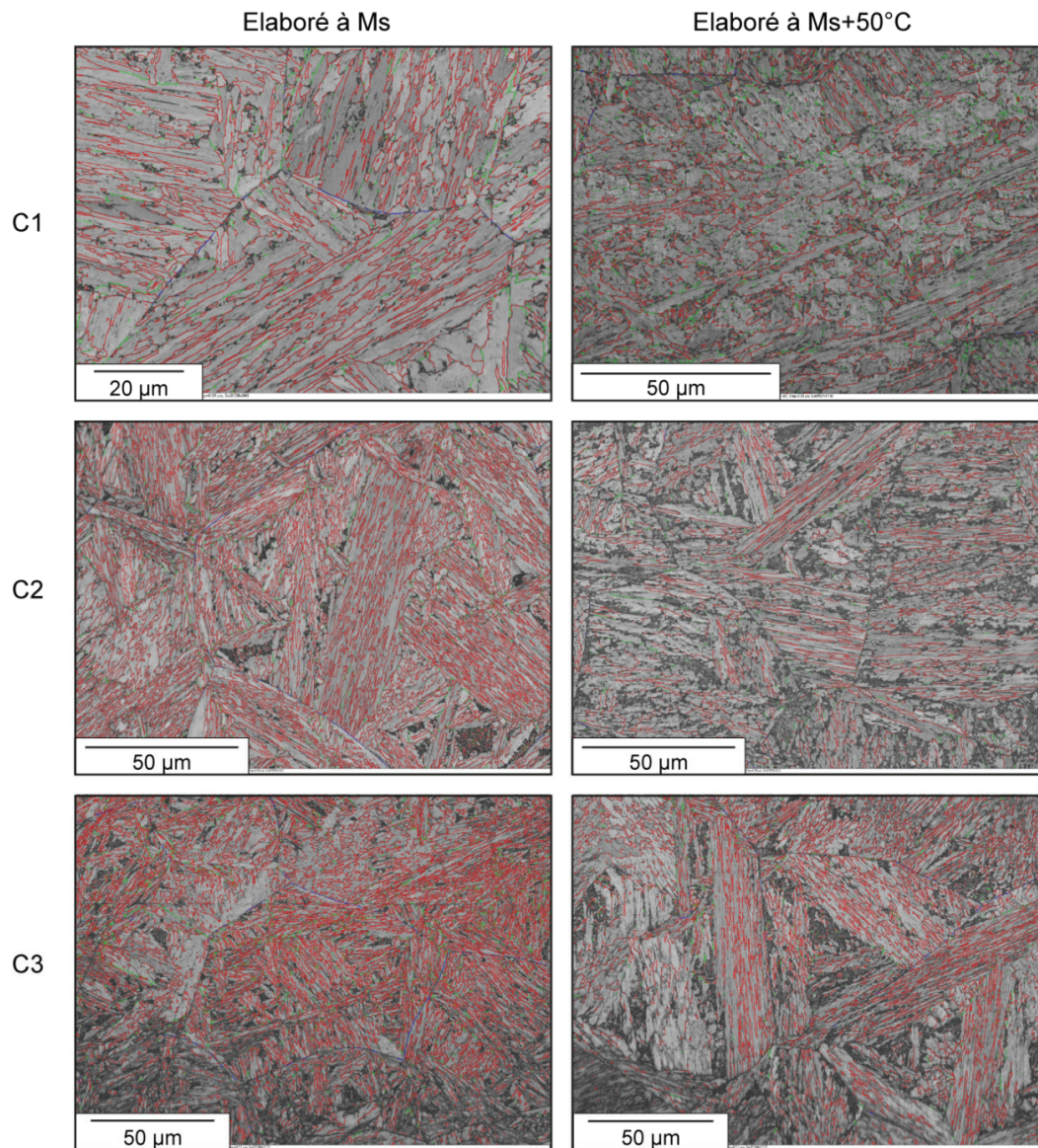


Fig. III.12 : Cartographies IQK de l'ensemble des nuances élaborées à Ms et Ms+50°C. Joints de lattes faiblement désorientés (<20°) – vert, désorientations dans la gamme 20 - 45° – bleu, et les joints désorientés de plus de 45° – rouge.

L'étude de la distribution des désorientations angulaires entre variants de ferrite bainitique permet également de déterminer la nature de la bainite étudiée selon la classification introduite par Zajac et al. (voir chapitre I [ZAJ'05]). En effet, une bainite de type inférieure présente une proportion élevée de joints de lattes fortement désorientés (environ 50 – 60°), alors qu'une bainite de type supérieure présente une proportion élevée de joints de lattes faiblement désorientés (environ 5 – 20°). La figure III.13 présente la distribution des angles de désorientation mesurés sur les nuances élaborées à Ms et Ms+50°C. Un angle critique est utilisé pour discriminer les désorientations issues d'un joint de grain et les désorientations dues aux défauts microstructuraux présents au sein même d'une latte de ferrite bainitique. Cet angle a été évalué à 5° pour les microtextures étudiées. Le principe de classification de Zajac et al. a été appliqué aux histogrammes obtenus. Tous présentent une forte proportion de désorientations angulaires proche de 60° et correspondent par conséquent à une bainite de type inférieure.

D'autre part, l'observation de carbures au sein des lattes de ferrite bainitique renforce ce constat puisque historiquement la bainite inférieure a été définie par Mehl comme un agrégat lamellaire présentant des carbures au sein des lattes de bainite et aux interfaces [MEH'38].

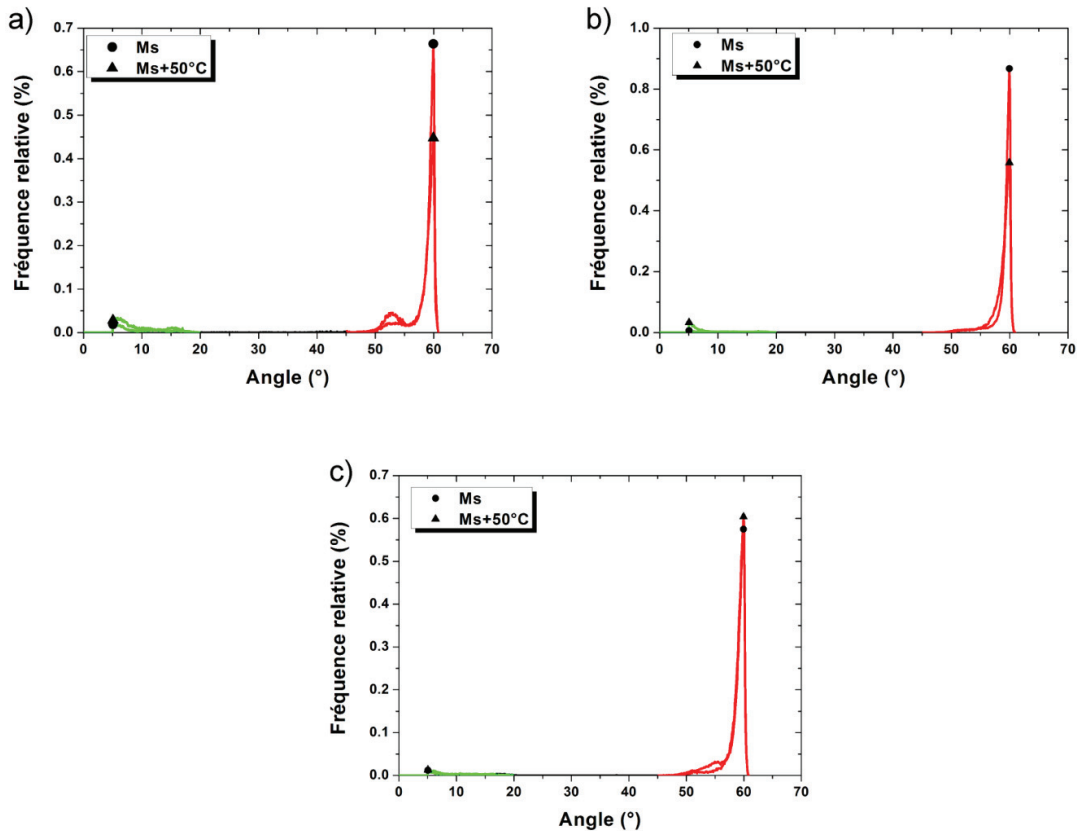


Fig. III.13 : Histogrammes de distribution des désorientations pour l'ensemble des nuances élaborées à Ms et Ms+50°C pour : a) C1, b) C2 et c) C3.

Ainsi, les microstructures élaborées présentent toutes des caractéristiques de bainite inférieure. Un traitement de trempe étagée à $M_s+100^\circ\text{C}$ (530°C) a alors été réalisée par dilatométrie sur la nuance C1 afin d'élaborer une microstructure bainitique de type supérieure. La transformation bainitique en conditions isothermes à $M_s+100^\circ\text{C}$ a une cinétique bien plus lente qu'aux températures de maintien isotherme plus basses. Un maintien isotherme de 15 h a été nécessaire pour atteindre la fin de la transformation bainitique (figure III.14a). Le suivi dilatométrique du cycle thermique a toutefois montré qu'une importante quantité de martensite est formée lors de la trempe finale bien que la transformation bainitique ait atteint un état d'équilibre (figure III.14b). Cette dernière présente donc un phénomène de réaction incomplète et une proportion élevée d'îlots MA est donc attendue. Toutefois, l'observation de la microstructure au microscope optique (figure III.15) n'a pas révélée la présence d'austénite résiduelle sous une forme granulaire comme celle observée lors de traitements de trempe étagée à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$. La microstructure observée est entièrement lamellaire et est donc principalement constituée de ferrite bainitique, de martensite et d'austénite inter-latte. La martensite est identifiée principalement entre les paquets de ferrite bainitique et parfois proche des anciens joints de grains austénitiques. Les lattes de martensite sont de petite taille et très intriquées les unes dans les autres.

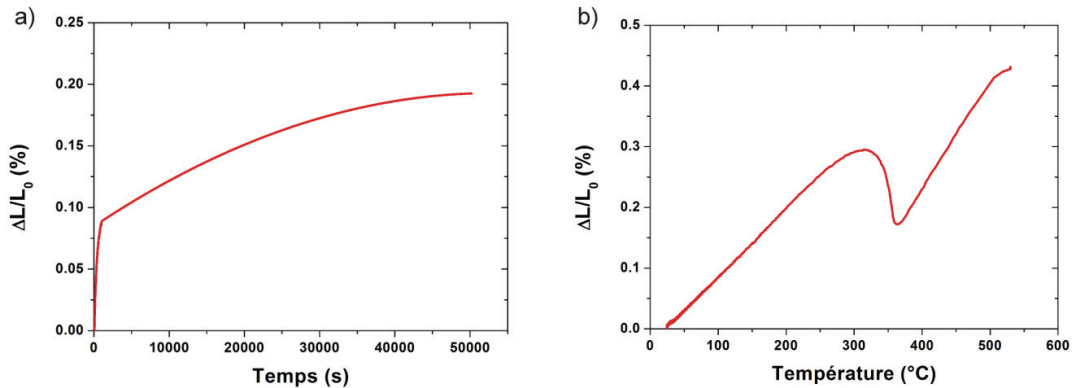


Fig. III.14 : a) Suivi dilatométrique au cours du maintien isotherme à $M_s+100^\circ\text{C}$ pour la nuance C1, b) Suivi dilatométrique au refroidissement après 15 h de maintien isotherme à $M_s+100^\circ\text{C}$ pour la nuance C1.

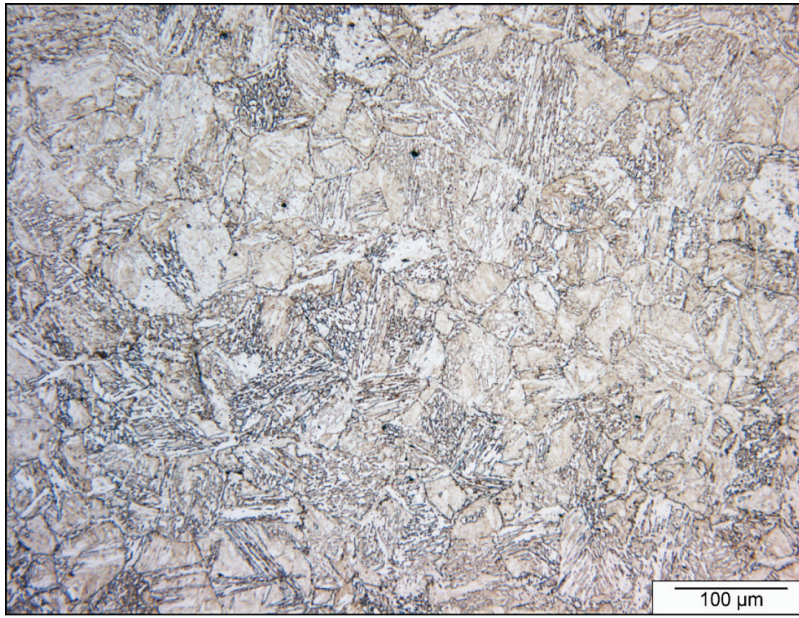


Fig. III.15 : Microstructure de la nuance C1 après 15 h de maintien isotherme à $Ms+100^{\circ}C$.

La microstructure a ensuite été analysée par EBSD au même titre que les microstructures élaborées à Ms et $Ms+50^{\circ}C$. La RO a été calculée par la méthode analytique présentée précédemment. Comme pour les microstructures élaborées à Ms et $Ms+50^{\circ}C$, la RO calculée est proche de celle de GT. Un angle de $2,5^{\circ}$ a été mesuré entre les directions $[1-10]_{\gamma}$ et $[1-11]_{\alpha}$ et un angle de $1,5^{\circ}$ entre les plans $(111)_{\gamma}$ et $(110)_{\alpha}$. L'analyse de la distribution des désorientations angulaires entre variants de ferrite bainitique et martensitique a montré un comportement différent des microstructures élaborées à Ms et $Ms+50^{\circ}C$. En effet, les lattes de ferrite bainitique sont faiblement désorientées les unes par rapport aux autres et sont regroupées par paquets d'orientation proche fortement désorientés les uns par rapport aux autres (figure III.16a). Cette distribution spatiale des désorientations entre variants de ferrite bainitique est caractéristique d'une bainite supérieure. La martensite quant à elle présente de fortes désorientations entre variants. D'autre part, l'histogramme de distribution des désorientations angulaires montre la présence de deux populations équivalentes en intensité (figure III.16b) : l'un aux faibles désorientations ($5 - 20^{\circ}$) et l'autre aux fortes désorientations ($50-60^{\circ}$). Ce type de distribution est difficilement comparable aux distributions théoriques introduites par Zajac et al. où seul un pic de forte intensité apparaît aux faibles désorientations pour une bainite de type supérieure. Toutefois, la microstructure élaborée à $Ms+100^{\circ}C$ présente une forte proportion de martensite dont les caractéristiques microtexturales sont proches d'une bainite de type inférieure [GOU'00]. L'histogramme présenté figure III.16b illustre ainsi la contribution des désorientations entre variants de ferrite bainitique (pic aux faibles désorientations) et des désorientations entre variants martensitiques (pic aux fortes désorientations). La ferrite bainitique formée à $Ms+100^{\circ}C$ possède donc les caractéristiques microtexturales d'une bainite de type supérieure.

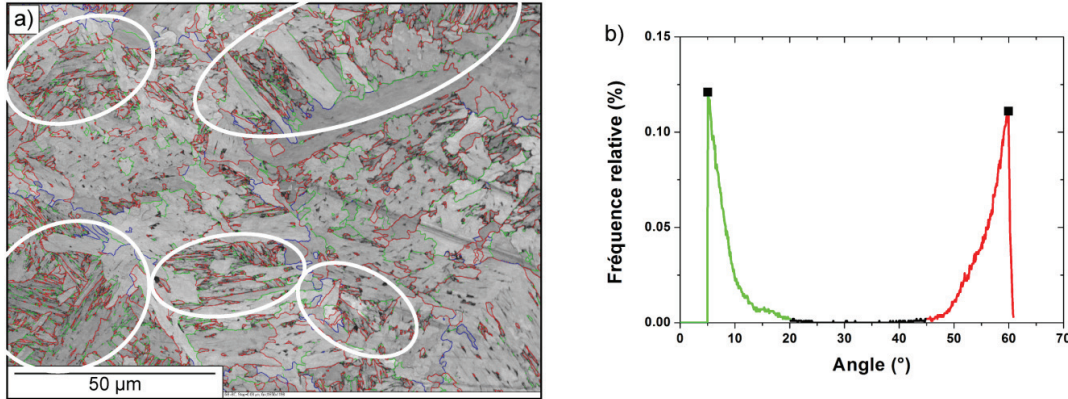


Fig. III.16 : a) Cartographie IQK de la nuance C1 élaborée à $M_s+100^\circ\text{C}$ (la martensite est identifiée par des cercles et les joints de lattes sont mis en évidence par un code couleur : vert – faible désorientation, rouge – forte désorientation), b) Histogramme de distribution des désorientations angulaires entre variants de ferrite bainitique et/ou martensitique.

III.2.5. Bilan : influence de la température de maintien isotherme T_m et de la teneur en carbone nominale X_c

Les analyses microstructurales et microtexturales ont permis de mettre en exergue l'influence de la température de maintien isotherme T_m et de la teneur en carbone nominale X_c sur les évolutions microstructurales des aciers élaborés en conditions isothermes à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$.

- L'augmentation de T_m se traduit par une augmentation de l'épaisseur des lattes de ferrite bainitique et une augmentation de la fraction surfacique d'îlots MA et donc par une diminution de la fraction de ferrite bainitique résultante.
- L'augmentation de X_c se traduit par une augmentation de la fraction surfacique d'îlots MA (et donc une diminution de la fraction de ferrite bainitique) et également par une microstructure plus fine (diminution de l'épaisseur de lattes de ferrite bainitique).
- L'augmentation de X_c se traduit également par une augmentation de la fraction d'austénite résiduelle et une diminution de la fraction de martensite. L'austénite sera ainsi plus stable thermiquement et les îlots MA seront d'autant plus riche en austénite.

Ces résultats sont illustrés sur la figure III.17.

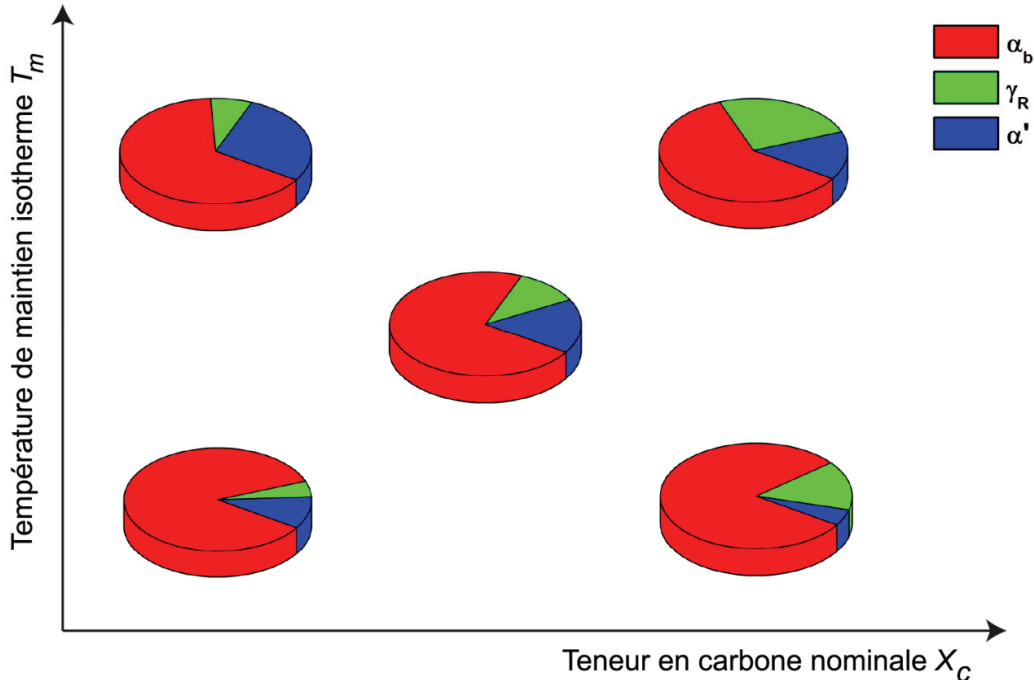


Fig. III.17 : Illustration schématique de l'évolution de la microstructure en fonction de T_m et de X_c .

Par ailleurs, la température de maintien isotherme et la teneur en carbone nominale ne semblent pas avoir d'effet sur la microtexture des aciers élaborés par traitements de trempe étagée dans les gammes de températures et de compositions étudiées. En effet, l'ensemble des nuances étudiées présentent une microtexture proche de celle d'une bainite inférieure. Des essais dilatométriques ont toutefois permis de mettre en évidence une ferrite bainitique de type supérieure lorsque la température de maintien isotherme est relativement élevée (supérieure à 530°C pour la nuance C1).

III.3. Microstructures élaborées à Ms-50°C

III.3.1. Introduction

Nous avons vu au chapitre II que certains auteurs ont rapporté la formation d'une bainite "classique" (au sens de bainite avec carbures) lorsqu'une trempe est interrompue par un maintien isotherme à une température comprise entre Ms et la température ambiante [RAD'59, BOH'08]. Le suivi dilatométrique du traitement de trempe étagée à Ms-50°C a permis de mettre en évidence une double cinétique de transformation au cours d'un traitement étagé à Ms-50°C pour l'ensemble des nuances étudiées. A titre d'exemple, la figure III.18 illustre le comportement dimensionnel associé à un traitement de trempe étagée à Ms-50°C pour la nuance C3. Nous pouvons ainsi constater deux cinétiques de changement de phases bien distinctes : une première très rapide au refroidissement entre Ms et Ms-50°C et une autre plus lente au cours du maintien isotherme.

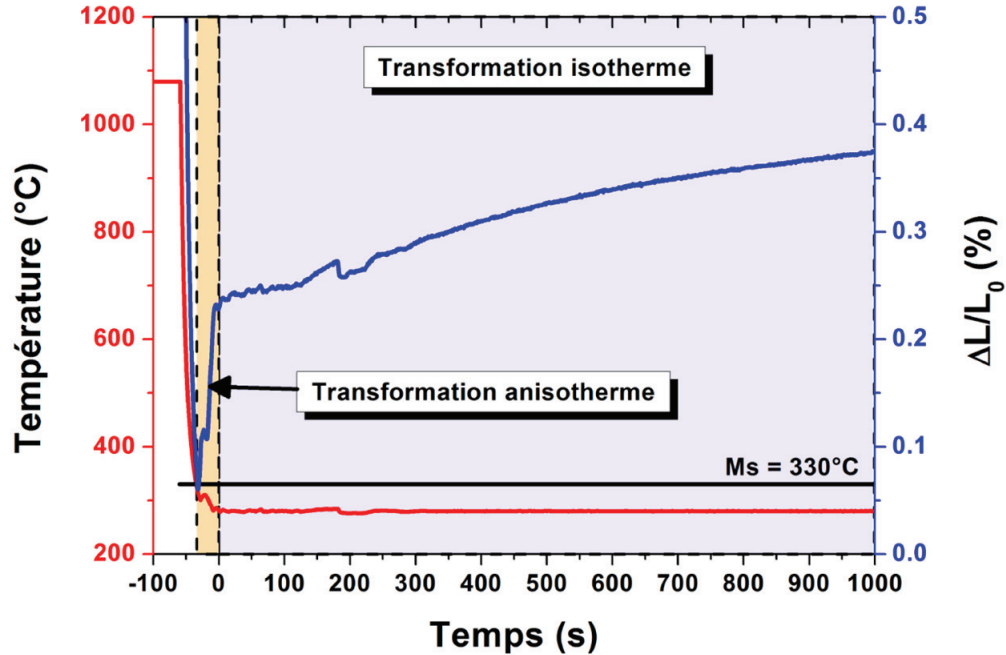


Fig. III.18 : Réponse dilatométrique au refroidissement puis au cours d'un maintien isotherme à $M_s - 50^\circ\text{C}$ pour la nuance C3.

Nous avons utilisé la loi de Koistinen-Marburger [KOI'59] pour estimer la fraction massique de martensite $f_{\alpha'}$ issue du refroidissement entre M_s et la température de trempe étagée à $M_s - 50^\circ\text{C}$. Elle se présente sous la forme suivante :

$$f_{\alpha'} = 1 - \exp(-\alpha_m \Delta T) \quad (\text{III.3})$$

Le paramètre ΔT représente l'écart de température entre M_s et la température de maintien isotherme, et le paramètre α_m est un coefficient dépendant de la composition chimique de l'acier étudié. Van Bohemen et Sietsma ont proposé une formule empirique (équation III.4) pour le calculer en fonction de la concentration massique x_i en éléments d'alliage [BOH'09].

$$\alpha_m = 0,0224 - 0,0107 \cdot x_C - 0,0007 \cdot x_{Mn} - 0,00012 \cdot x_{Cr} \quad (\text{III.4})$$

Les fractions massiques de martensite ainsi estimées pour les nuances C1, C2 et C3 sont respectivement égales à 62,3%, 60,2% et 58,0%.

Bien que la nature du produit de la transformation isotherme ait été attribuée à une bainite classique [RAD'59, BOH'08], elle reste néanmoins controversée par la communauté scientifique. En effet, plusieurs auteurs l'ont attribuée à une martensite isotherme [PAT'69, PAT'71, OKA'88]. Kim et al. ont d'ailleurs rapporté que le produit de transformation isotherme présentait des caractéristiques thermodynamiques différentes d'une bainite formée au-dessus de M_s ou d'une martensite isotherme [KIM'09]. La martensite isotherme est une martensite qui se forme lors de l'interruption d'une trempe par un maintien isotherme à une température comprise entre M_s et M_f (température de fin de transformation martensitique). Elle se forme

ainsi grâce à la relaxation des contraintes dans l'austénite qui peut alors se transformer [OKA'88]. L'ensemble de ces travaux ne permet donc pas de trancher de façon impartiale quant à la nature de cette phase. Nous nous référerons alors à la phase "isotherme" pour désigner le produit de transformation formé au cours du maintien isotherme.

Dans cette partie, nous présentons les analyses microstructurales et microtexturales faites dans le but de caractériser la martensite formée lors du refroidissement précédant le maintien isotherme et le produit de transformation isotherme rapporté comme une bainite ou une martensite isotherme.

III.3.2. Principales phases en présence

Les microstructures élaborées à Ms-50°C ont été examinées par microscopie optique et électronique à balayage selon la même méthodologie que celle présentée au paragraphe III.1. La structure lamellaire est bien révélée par microscopie optique mais la phase "isotherme" n'a pas pu être discernée de la martensite car les lattes observées ont une morphologie similaire. La figure III.19 présente les microstructures de l'ensemble des nuances élaborées à Ms-50°C.

La microscopie électronique à balayage permet une caractérisation plus fine de la microstructure. La distinction entre martensite et phase "isotherme" n'est pas toujours aisée. Une grande majorité des lattes observées présentent une forte densité de précipités allongés (figure III.20a). Ils présentent les caractéristiques des carbures observés dans le cas d'une martensite revenue. Ils se présentent ainsi sous la forme de deux ou trois variants désorientés les uns par rapport aux autres d'environ 60°. Si on se réfère à la littérature, ces carbures sont généralement de la cémentite mais peuvent aussi être des carbures de transition ϵ [LAI'75, SAN'82]. Ainsi, la martensite formée lors du refroidissement précédant le maintien isotherme présente toutes les caractéristiques d'une martensite revenue.

D'autre part, certaines lattes ne présentent qu'un seul variant de carbure formant un angle proche de 60° avec l'axe longitudinal de la latte (figure III.20b). De plus, ces lattes contiennent une densité de carbures moins importante que les lattes de martensite revenue. Il serait alors tentant de discriminer la phase "isotherme" de la martensite sur la distribution des carbures et leur densité. Toutefois, les lattes ne présentant qu'un seul variant sont relativement rares en comparaison aux lattes clairement identifiées comme de la martensite revenue. Il est ainsi difficile d'établir une distinction rigoureuse entre ces deux phases.

L'austénite résiduelle quant à elle est localisée entre les lattes de martensite et/ou de phase "isotherme" sous la forme de films d'une épaisseur n'excédant pas 50 nm.

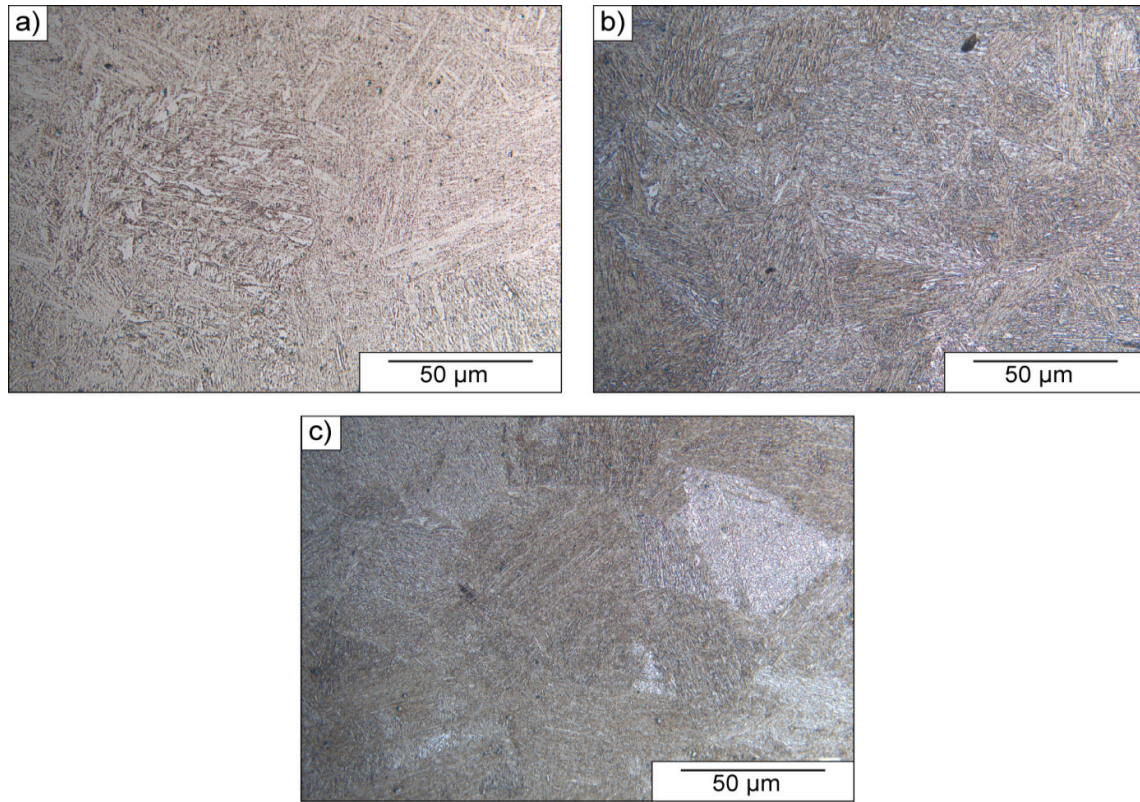


Fig. III.19 : Microstructures obtenues après maintien isotherme à $M_s-50^\circ\text{C}$:
a) C1, b) C2 et c) C3.

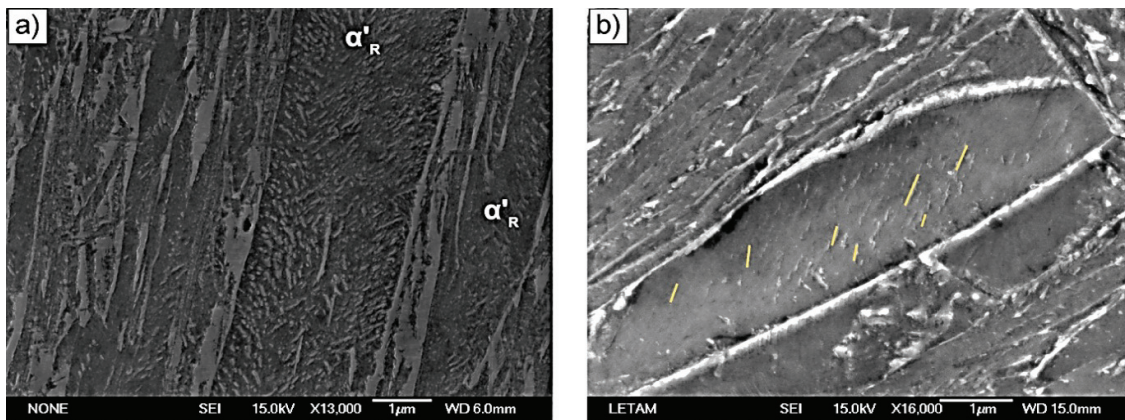


Fig. III.20 : a) Lattes de martensite revenue observée pour la nuance C3, b) Lattes ne présentant qu'un seul variant de carbure.

III.3.3. Epaisseur des lattes

L'épaisseur des lattes a pu être mesurée selon la méthodologie présentée dans le paragraphe II.3. La figure III.21 illustre l'évolution des épaisseurs de lattes mesurées en fonction de la température de maintien isotherme pour l'ensemble des nuances. Les mesures semblent confirmer les évolutions observées précédemment : l'épaisseur des lattes augmentent avec la température de maintien isotherme et avec la teneur en carbone nominale.

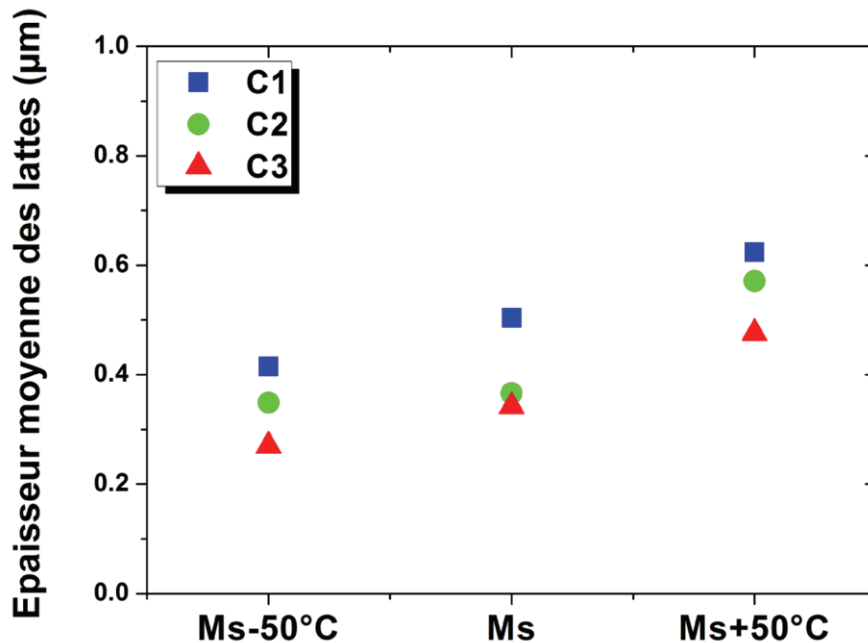


Fig. III.21 : Epaisseur moyenne l_0 des lattes de ferrite bainitique (ou martensite + phase "isotherme" à Ms-50°C) obtenue par la méthode des intercepts avec un angle critique de 5°.

III.3.4. Microtexture

III.3.4.1. Relation d'orientation

Le calcul de la relation d'orientation entre l'austénite et ses phases filles (martensite revenue + phase "isotherme") a été réalisé par la méthode analytique présentée au paragraphe II.4. Comme pour les microtextures élaborées à Ms et Ms+50°C, les RO obtenues expérimentalement pour l'ensemble des nuances élaborées à Ms-50°C sont toutes proches de la RO de GT. La figure III.22 illustre ces propos en représentant les écarts angulaires entre les directions $[1-10]_\gamma$ et $[1-11]_\alpha$ et les plans $(111)_\gamma$ et $(110)_\alpha$.

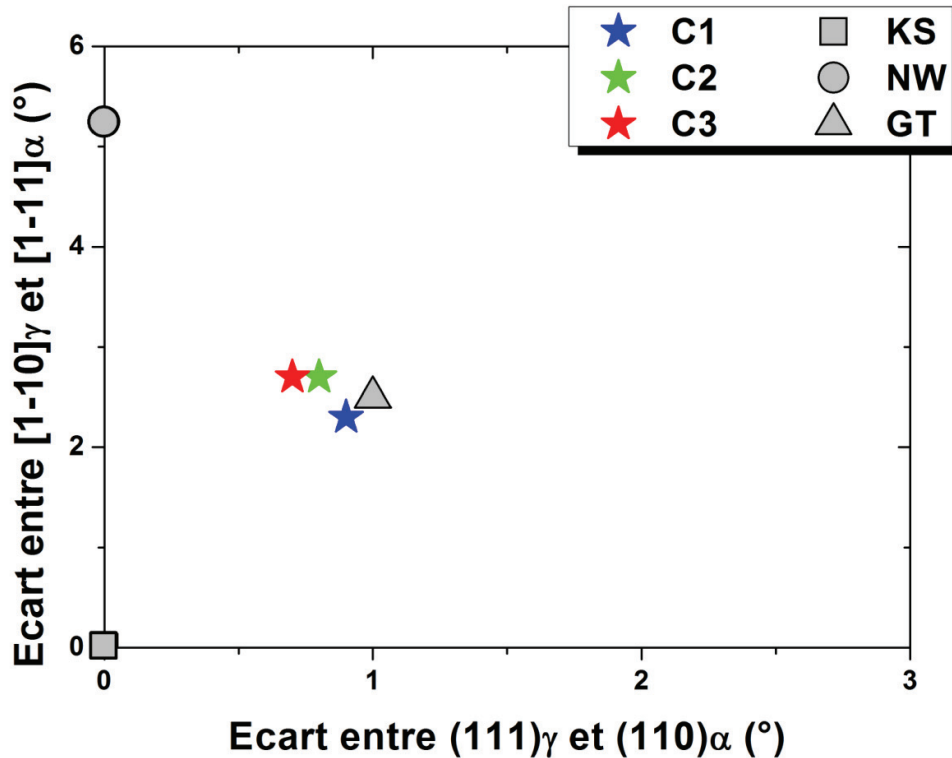


Fig. III.22 : Comparaison entre les RO obtenues expérimentalement et celles de KS, NW et GT pour l'ensemble des nuances élaborées à Ms-50°C.

III.3.4.2. Distribution des désorientations : distinction entre phase "isotherme" et martensite

L'étude de la distribution des désorientations angulaires entre variants de martensite et/ou variants de la phase "isotherme" a mis en évidence des microtextures proches de celle d'une bainite inférieure. En effet, les histogrammes de distribution des désorientations montrent un pic très intense pour les désorientations proches de 60°. Les nuances élaborées à Ms-50°C présentent ainsi une microtexture similaire à celles des nuances élaborées à Ms et Ms+50°C. La figure III.23 présente les histogrammes de distribution des angles de désorientations des nuances étudiées.

Pour aller plus avant dans l'analyse, nous avons également étudié les axes de rotation associés aux désorientations angulaires entre variants de la martensite et/ou de la phase "isotherme". Les désorientations majoritaires sont caractérisées par les couples ($\langle 556 \rangle - 60,2^\circ$) et ($\langle 111 \rangle - 60^\circ$). Le premier couple de désorientation correspond à celui majoritairement observé entre les variants de phase "isotherme" hérités de la RO de GT. Le second correspond à une désorientation observée entre deux variants hérités de la RO de KS [GOU'00]. La figure III.24 présente une cartographie IQK de la nuance C3 mettant en évidence les joints de lattes et les désorientations majoritairement observées dans la microtexture. A cette échelle, nous ne pouvons pas associer rigoureusement un type de désorientation à une seule

phase. De plus, les désorientations majoritairement observées sont relativement proches les unes des autres. La phase "isotherme" et la martensite présentent ainsi des caractéristiques proches de la ferrite bainitique formée à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$.

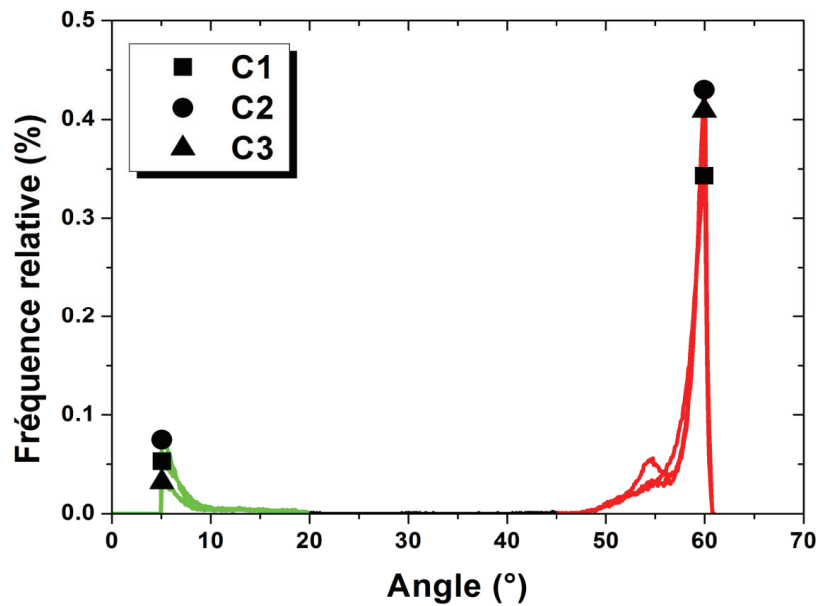


Fig. III.23 : Histogrammes de distribution des angles de désorientation obtenus pour les nuances élaborées à $M_s-50^\circ\text{C}$.

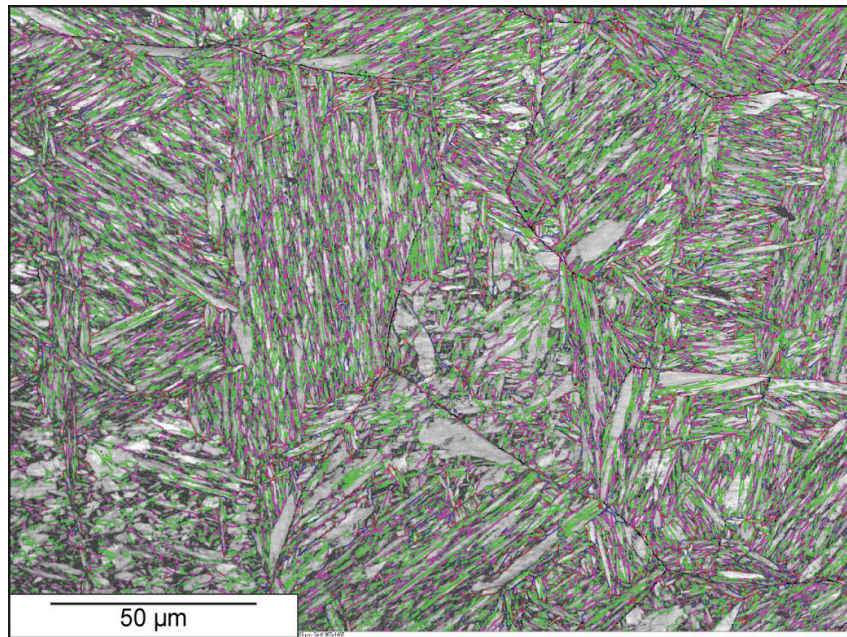


Fig. III.24 : Cartographie I/QK de la nuance C3 élaborée à $M_s-50^\circ\text{C}$ (les joints de lattes sont mis en évidence par : — désorientation ($\langle 556 \rangle - 60,2^\circ$) et — désorientation ($\langle 111 \rangle - 60^\circ$)).

III.3.5. Bilan

Les traitements de trempe étagée réalisés à Ms-50°C ont conduit à la formation d'une martensite auto-revenue au cours du maintien isotherme. Simultanément, une transformation se produit et conduit à la formation d'une phase "isotherme" aux caractéristiques morphologiques et microtexturales proches de la ferrite bainitique élaborée en conditions isothermes à Ms et Ms+50°C.

Les techniques de caractérisation utilisées n'ont toutefois pas permis de différencier rigoureusement la martensite de la phase "isotherme". Quelques différences ont cependant pu être mises en évidence en termes de distribution des carbures au sein des lattes de martensite et au sein des lattes de la phase "isotherme", et également en termes de désorientations entre les variants martensitiques et ceux de la phase "isotherme".

III.4. Synthèse des états microstructuraux

La caractérisation à différentes échelles de l'ensemble des nuances élaborées par des traitements de trempe étagée à différentes températures de maintien isotherme a permis de mettre en évidence les principales phases des microstructures élaborées.

Pour des températures de maintien isotherme à Ms et Ms+50°C, la microstructure est constituée de ferrite bainitique, d'austénite résiduelle et de martensite. Cette dernière est contenue principalement dans les îlots MA qui sont des régions granulaires d'austénite résiduelle partiellement transformées en martensite lors de la trempe finale. L'austénite résiduelle est ainsi localisée sous forme de films entre les lattes de ferrite bainitique et sous une forme granulaire dans les îlots MA. Les observations ont encore permis de mettre en évidence un certain nombre de points communs entre les microstructures élaborées à ces températures :

- La ferrite bainitique n'est pas exempte de carbures. En effet, plusieurs moyens d'investigation ont permis de mettre en évidence la précipitation de carbures au sein des lattes de ferrite bainitique (MEB, MET, sonde atomique tomographique). La composition chimique de ces carbures n'a pu être quantifiée mais semble correspondre à de la cémentite ou à des carbures de transition ϵ . De plus, ces carbures sont très fins et leur taille ne semble pas excéder 30 nm.
- Les nuances étudiées présentent toutes une microtexture similaire à celle d'une bainite inférieure. De plus, la relation d'orientation associée à la transformation bainitique est proche de celle de GT. Un traitement de trempe étagée réalisé à Ms+100°C a toutefois permis d'élaborer une microstructure avec une microtexture proche de celle d'une bainite supérieure.

Par ailleurs, les traitements de trempe étagée réalisés sous Ms conduisent à une microstructure lamellaire, elle aussi submicronique, constituée principalement de martensite revenue et d'une phase "isotherme" aux caractéristiques proches de la ferrite bainitique élaborée à Ms et Ms+50°C. L'austénite résiduelle est principalement localisée entre les lattes de martensite ou de phase "isotherme". Ces microstructures présentent elles aussi une microtexture proche de celle d'une bainite inférieure. La distinction entre la martensite et la phase "isotherme" n'est pas simple. En effet

seules quelques différences ont pu être relevées entre ces deux phases : distribution et densité des carbures au sein des lattes et distribution des désorientations spécifiques entre variants de martensite et/ou de la phase "isotherme".

Ces résultats sont très intéressants car ils ont permis d'appréhender l'influence de la température de trempe étagée et de la teneur nominale en carbone de l'acier sur les paramètres microstructuraux. Toutefois, ils apportent aussi leurs lots d'interrogations. La stabilisation de l'austénite résiduelle à température ambiante est mal comprise, surtout en considérant que le carbone précipite dans la ferrite bainitique. D'autre part, les traitements de trempe étagée réalisés sous Ms conduisent à la formation de martensite revenue mais les observations réalisées ne permettent pas de distinguer la martensite de la phase "isotherme". Il est donc difficile de conclure avec certitude, quant à la possibilité de former de la ferrite bainitique en-dessous de Ms. Toutes ces questions mettent en évidence la nécessité d'étudier en temps réel la décomposition de l'austénite et des phases produites lors de traitements de trempe étagée.

III.5. Références bibliographiques

- [BHA'80] H. Bhadeshia, *Acta Metallurgica*, 28(8), 1980, 1103-1114.
- [BHA'01] H. Bhadeshia, *Bainite in steels* Second edition, IOM Communications Ltd, London, 2001
- [BLA'10a] P. Blaineau, *Restitution de la microtexture parente à partir de la microtexture héritée mesurée par EBSD. Une application aux aciers faiblement alliés*, PhD, LEM3, Université de Metz, 2010a
- [BLA'10b] P. Blaineau, L. Germain, M. Humbert, N. Gey, A new approach to calculate the gamma orientation maps in steels, in *Texture and Anisotropy of Polycrystals III*, H. Klein, R.A. Schwarzer (Eds.), Trans Tech Publications Ltd, Stafa-Zurich, 2010b, pp. 203-210.
- [BOH'08] S.M.C. Bohemen, M. Santofimia, J. Sietsma, *Scripta Materialia*, 58(6), 2008, 488-491.
- [BOH'09] S.M.C. Bohemen, J. Sietsma, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40(5), 2009, 1059-1068.
- [CAB'11] F.G. Caballero, H.-W. Yen, M.K. Miller, J.-R. Yang, J. Cornide, C. Garcia-Mateo, *Acta Materialia*, 59(15), 2011, 6117-6123.
- [EDM'06] D. Edmonds, K. He, F. Rizzo, B. Decooman, D. Matlock, J. Speer, *Materials Science and Engineering: A*, 438-440, 2006, 25-34.
- [GOU'00] A.F. Gourgues, H.M. Flower, T.C. Lindley, *Materials Science and Technology*, 16(1), 2000, 26-40.
- [GRE'49] A.B. Greninger, A.R. Troiano, *Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng.*, 185(9), 1949, 590-598.
- [HUM'11] M. Humbert, P. Blaineau, L. Germain, N. Gey, *Scripta Materialia*, 64(2), 2011, 114-117.
- [KIM'09] D.H. Kim, J.G. Speer, H.S. Kim, B.C. Cooman, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40(9), 2009, 2048-2060.
- [KOI'59] D.P. Koistinen, R.E. Marburger, *Acta Metallurgica*, 7(1), 1959, 59-60.
- [KUR'30] G. Kurdjumov, G. Sachs, *Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei*, 64(5), 1930, 325-343.
- [LAI'75] G. Lai, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 6(7), 1975, 1469-1471.

- [MEH'38] R.F. Mehl, Hardenability of Alloy Steels, American Society for Metals, Cleaveland, Ohio, 1938
- [NIS'34] Z. Nishiyama, Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ. Tokyo, 23, 1934, 637-664.
- [OKA'88] M. Oka, H. Okamoto, Metallurgical and Materials Transactions A, 19(3), 1988, 447-452.
- [PAT'69] S.R. Pati, M. Cohen, Acta Metallurgica, 17(3), 1969, 189-199.
- [PAT'71] S.R. Pati, M. Cohen, Acta Metallurgica, 19(12), 1971, 1327-1332.
- [PER'07] E. Pereloma, I. Timokhina, M. Miller, P. Hodgson, Acta Materialia, 55(8), 2007, 2587-2598.
- [RAD'59] S.V. Radcliffe, E.C. Rollason, Journal of the Iron and Steel Institute, 191, 1959, 56-65.
- [SAN'82] B. Sandvik, Metallurgical and Materials Transactions A, 13(5), 1982, 777-787.
- [TIM'11] I. Timokhina, H. Beladi, X.Y. Xiong, Y. Adachi, P. Hodgson, Acta Materialia, 59(14), 2011, 5511-5522.
- [WAS'35] G. Wassermann, Mitt. K.-Wilh.-Inst. Eisenforsch, 17, 1935, 149-155.
- [ZAJ'05] S. Zajac, V. Schwinn, K. Tacke, Materials Science Forum, 500-501, 2005, 387-394.
- [ZHU'10] K. Zhu, O. Bouaziz, C. Oberbillig, M. Huang, Materials Science and Engineering: A, 527(24-25), 2010, 6614-6619.

Chapitre IV : Suivi *in situ* de la décomposition de l'austénite

IV. Suivi *in situ* de la décomposition de l'austénite

IV.1. Introduction

L'étude *post mortem* des microstructures et microtextures résultant de traitements de trempe étagée à des températures autour de Ms a révélé de précieuses informations en termes de morphologie des phases rencontrées et de distribution des phases secondaires (carbures, îlots MA et austénite résiduelle inter-latte). Cependant, cette étude *post mortem* ne permet pas de comprendre les processus mis en jeu lors de la décomposition de l'austénite au refroidissement et en condition isotherme du fait de la transformation d'une partie de l'austénite lors de la trempe finale et d'une cinétique de décomposition complexe. La stabilité de l'austénite à température ambiante reste également en suspens et une estimation de sa teneur en carbone avant trempe est indispensable pour émettre des hypothèses solides quant à sa stabilité.

Pour accroître nos connaissances sur la transformation bainitique de ces aciers, nous avons donc entrepris une campagne d'analyses *in situ* par diffraction des rayons X à haute énergie (DRXHE) afin de suivre en continu les fractions massiques de chaque phase ainsi que leurs paramètres de maille respectifs. L'ensemble de ces résultats est discuté ici, puis confronté à des mesures dilatométriques.

A titre d'exemple, Bruneseaux a montré, dans ses travaux de thèse, l'intérêt de la DRXHE pour étudier les transformations de phases dans les matériaux métalliques [BRU'08]. Ce moyen d'investigation permet notamment de suivre en continu les transformations de phases dans le volume du matériau au cours de traitements thermiques ou thermomécaniques. La méthode généralement employée consiste à faire passer un faisceau de rayons X monochromatique de haute énergie dans un échantillon. Les faisceaux diffractés sont ensuite collectés en transmission par un détecteur 2D. Lorsque le volume diffractant contient suffisamment de grains non texturés, nous obtenons classiquement des anneaux continus de Debye Scherrer (figure IV.1a). Chacun de ces anneaux est composé d'un ensemble de taches correspondant chacune à la diffraction d'un ensemble de grains de même orientation. Le volume analysé doit donc contenir un nombre de grains suffisamment important pour assurer une bonne statistique de comptage. Lorsque le nombre de grains diffractant n'est pas suffisant, nous obtenons des anneaux de Debye Scherrer discontinus (figure IV.1b). Dans des situations intermédiaires de matériau très fortement texturé, on observe une distribution en intensités non homogène des anneaux de Debye Scherrer (figure IV.1c).

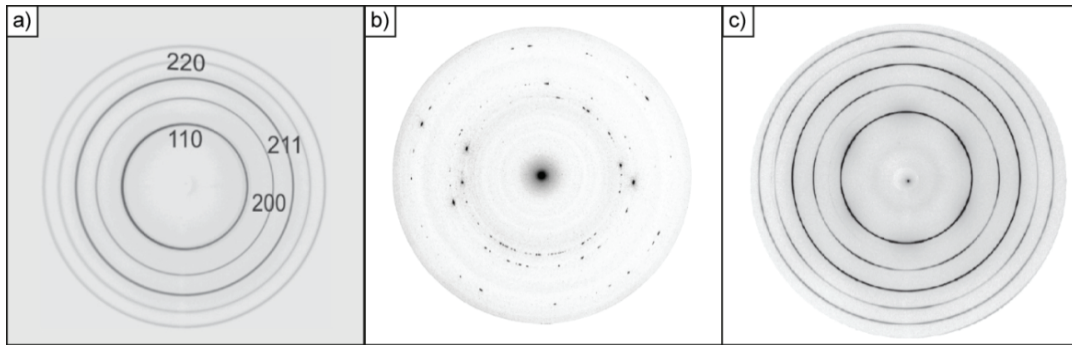


Fig. IV.1 : Anneaux de Debye Scherrer obtenus au cours d'une expérience de DRXHE. a) Poudre de fer armco à température ambiante [BRO'09], b) Acier AISI 301 dans le domaine austénitique (petite taille de fente, seuls quelques grains diffractent) [HED'05], et c) Acier AISI 1010 à température ambiante après laminage [BRO'09].

IV.1.1. Etude préliminaire

La technique de diffraction des rayons X à haute énergie a été utilisée pour l'étude des cinétiques de changements de phases dans nos aciers bainitiques sans carbure. Deux campagnes d'essais ont ainsi été réalisées dans les locaux de l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF).

La première campagne, réalisée sur la ligne ID11, a permis d'appréhender le dispositif expérimental et de recenser les nombreuses difficultés rencontrées. Quelques essais sur les nuances C2 et C3 ont toutefois pu être réalisés en condition isotherme au voisinage de M_s . Les résultats obtenus ont seulement permis de dégager des tendances sur les cinétiques de transformation car la qualité des enregistrements n'était pas suffisante. En effet, les anneaux de Debye Scherrer associés à la phase austénitique étaient discontinus (figure IV.2.a) et se traduisaient par des pics de forme irrégulière et peu reproductible après l'intégration circulaire (figure IV.2.b). Cette discontinuité est attribuée à une taille de fente trop petite par rapport à la taille des grains diffractant ou, inversement, à un nombre de grains trop faible dans le volume analysé. La forme "tortueuse" des pics de diffraction dans les premiers instants de la transformation a entraîné une forte incertitude sur la mesure des fractions de phase et plus encore sur celle des paramètres de maille. De fait, seules des tendances de cinétique de transformation ont pu être dégagées dans les premiers instants. Au-delà de 40% de phase austénitique transformée en ferrite bainitique, les anneaux de Debye Scherrer étaient sensiblement continus. Nous avons attribué ce passage à des anneaux continus à une résultante de la transformation bainitique qui génère des domaines austénitiques légèrement désorientés les uns par rapport aux autres.

Cette première campagne a permis de mettre en exergue l'importance des conditions initiales. Ainsi, les conditions d'austénitisation et la taille des fentes sont deux critères de choix indispensables pour l'obtention de pics symétriques. Lors de la deuxième campagne d'essais, une attention particulière a donc été portée à ces deux facteurs.

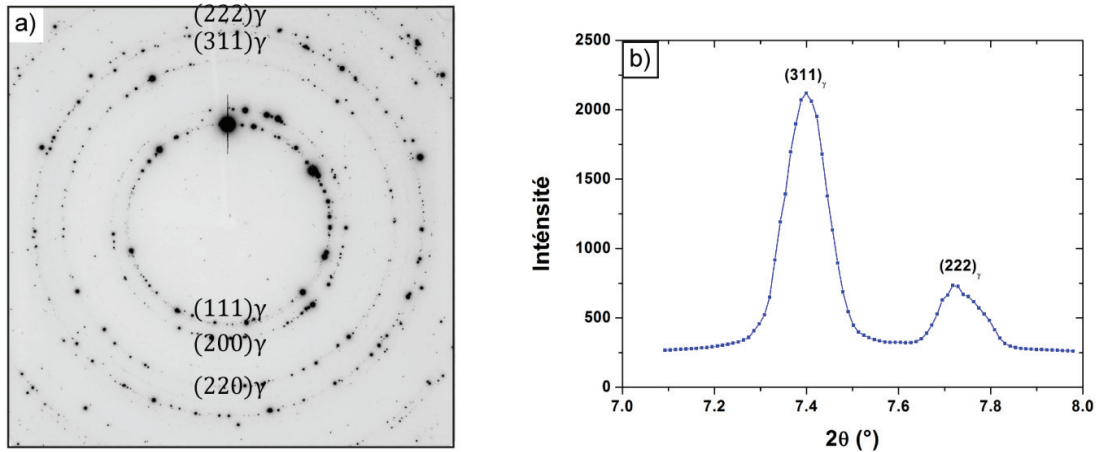


Fig. IV.2 : a) Exemple d'anneaux de Debye Scherrer enregistrés dans les premiers instants du maintien isotherme à 430°C pour la nuance C2. Seuls les anneaux de la phase austénitique sont présents à ce stade. b) Diffractogramme résultant de l'intégration circulaire des anneaux de Debye Scherrer.

IV.1.2. Traitements thermiques réalisés sur la ligne ID15B à l'ESRF

IV.1.2.1. Conditions d'austénitisation

Au vu de l'expérience acquise lors de la première campagne d'essais réalisée sur la ligne ID11, les traitements thermiques appliqués aux aciers bainitiques sans carbure ont été modifiés lors de la deuxième campagne réalisée sur la ligne ID15B. En effet, nous avons réduit le temps de maintien dans le domaine austénitique à 2 minutes afin de limiter le grossissement des grains (diamètre moyen d'environ 10 μm), et ainsi augmenter le nombre de grains diffractants (estimé à $2 \cdot 10^6$ grains pour un volume de $0,4 \times 0,5 \times 4 \text{ mm}^3$ dans la configuration ID15B contre $2 \cdot 10^4$ grains de 40 μm pour un volume de $0,4 \times 0,4 \times 4 \text{ mm}^3$ dans la configuration ID11). Nous avons fait le choix de ne pas augmenter la taille des fentes pour ne pas perdre en résolution. Les figures IV.3a et 3b présentent respectivement les diffractogrammes enregistrés après 2 minutes et 10 minutes de maintien à 1000°C pour la nuance C2. Les anneaux de Debye Scherrer à l'issue des 2 minutes de maintien sont clairement plus homogènes en intensité en comparaison à ceux enregistrés après 10 minutes. Quelques taches de diffraction intense subsistent mais n'altèrent pas la qualité des pics à l'issue de l'intégration circulaire.

Nous pouvons noter ici qu'à l'issue des 2 minutes de maintien isotherme à 1000°C, l'alliage est entièrement austénitique et homogène. En effet nous nous sommes assuré que le paramètre de maille de l'austénite restait sensiblement constant après 2 minutes de maintien isotherme à 1000°C. De fait, nous pouvons supposer que l'austénite est sensiblement homogène en composition chimique à l'issue des 2 minutes de maintien à 1000°C.

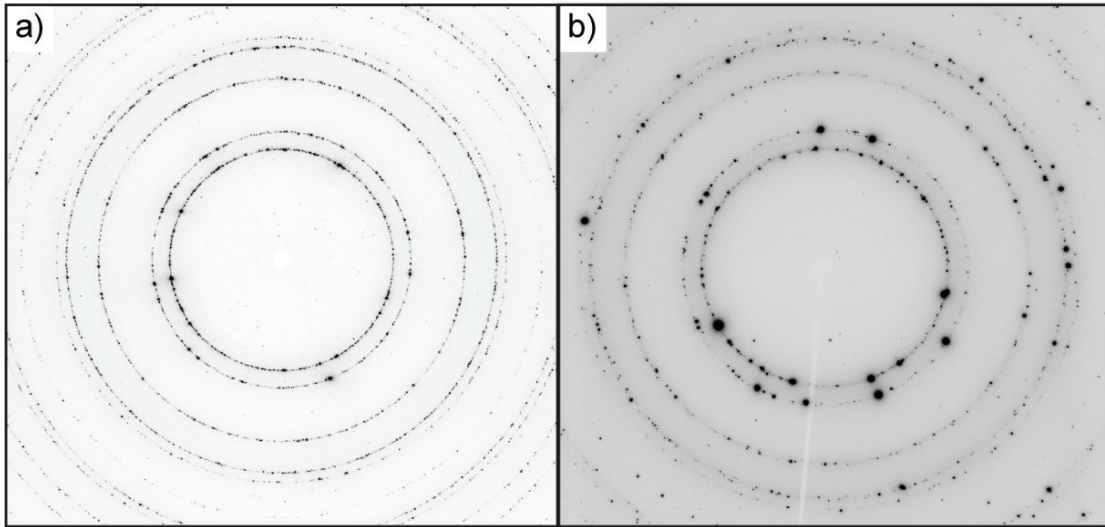


Fig. IV.3 : Exemples d'anneaux de Debye Scherrer enregistrés au cours du maintien dans le domaine austénitique : a) après 2 minutes à 1000°C, et b) après 10 minutes à 1000°C.

IV.1.2.2. Conditions de refroidissement et traitements de trempe étagée

Les traitements thermiques réalisés lors des mesures de diffraction des rayons X sont proches de ceux appliqués sur les tôles élaborées par ArcelorMittal. Des trempes étagées à $M_s-50^{\circ}\text{C}$, M_s et $M_s+50^{\circ}\text{C}$ ont ainsi été appliquées aux matériaux après un maintien isotherme de 2 minutes à 1000°C et un refroidissement à une vitesse de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ pour les nuances C2 et C3 et $25^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ pour la nuance C1. En comparaison aux traitements conventionnels (40 min de maintien), les échantillons ont été maintenus une heure quelle que soit la température considérée afin de s'assurer que la transformation de phases soit complète. La figure IV.4 résume l'ensemble des traitements thermiques retenus pour la campagne d'essais sur la ligne ID15B de l'ESRF.

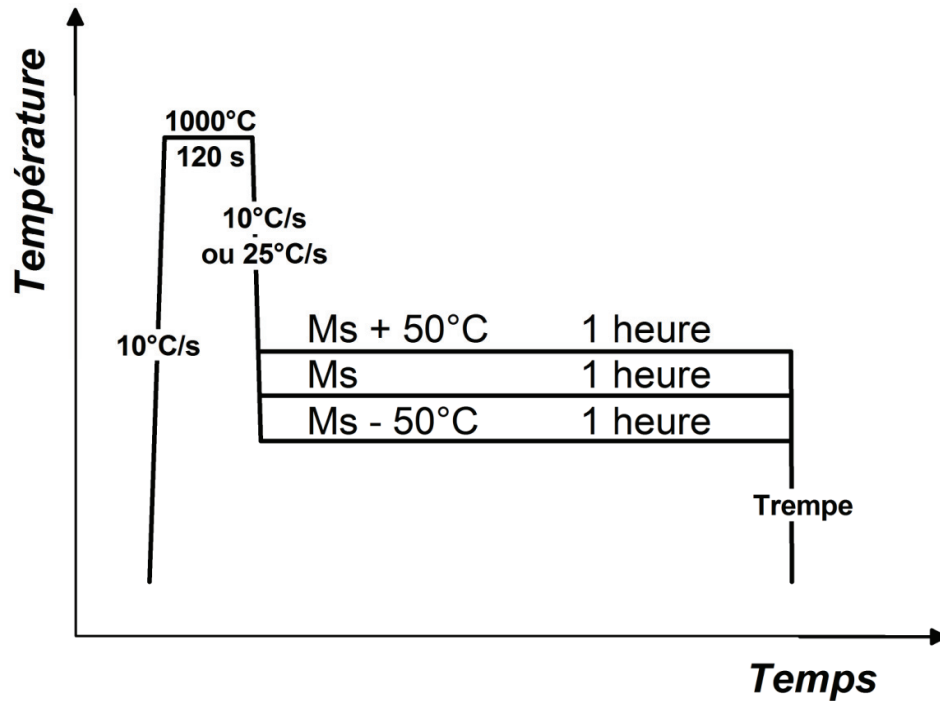


Fig. IV.4 : Traitements thermiques réalisés lors de la deuxième campagne d'essais sur la ligne ID15B à l'ESRF.

Il est également important de noter que les températures M_s mesurées par DRXHE pour l'ensemble des nuances sont légèrement plus basses que celles mesurées par dilatométrie. Le tableau IV.1 présente les températures mesurées par dilatométrie et par DRXHE ainsi que les températures calculées en utilisant la loi de Steven et Haynes. Ceci peut être expliqué par la différence de durée de maintien dans le domaine austénitique lors des essais dilatométriques (10 min par dilatométrie contre 2 min par DRXHE). Cette différence entraîne une variation notable en termes de taille de grains. A l'issue des 2 minutes de maintien dans le domaine austénitique, la taille moyenne des grains austénitiques est voisine de 10 μm contre 40 μm à l'issue de 10 min de maintien isotherme. Garcia-Junceda et al. ont montré la dépendance entre taille de grains austénitiques et température M_s dans un acier au carbone [GAR'08] : une diminution de la taille de grains austénitiques entraîne une diminution de la température M_s (environ 3°C pour 10 μm).

Tableau IV.1 : Comparaison des températures M_s calculées et évaluées par dilatométrie et DRXHE.

Nuances	Dilatométrie	ESRF	Loi de Steven et Haynes
C1	428°C	427°C	411°C
C2	376°C	367°C	364°C
C3	328°C	317°C	317°C

IV.2. Transformation bainitique en condition isotherme à Ms et Ms+50°C

IV.2.1. Cinétiques de transformation de phases

L'intégration de l'ensemble des anneaux de Debye Scherrer enregistrés lors d'un traitement complet de trempe étagée a permis d'obtenir des diffractogrammes conventionnels représentant l'intensité des pics de diffraction en fonction de leur angle de Bragg 2θ . A partir de ces diffractogrammes, nous avons quantifié les fractions massiques et les paramètres de maille des phases présentes en utilisant la méthode de Rietveld et le programme Fullprof (cf. Chap. 2 et Annexe A).

IV.2.1.1. Identification des phases en présence

A titre d'exemple, la figure IV.5 illustre l'évolution des diffractogrammes au cours d'un maintien isotherme à Ms+50°C pour la nuance C3. Les phases austénite et ferrite bainitique sont décelées, et les pics associés aux familles de plans $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$, $\{311\}$ et $\{222\}$ de l'austénite et aux familles de plans $\{110\}$, $\{200\}$, $\{211\}$ et $\{220\}$ de la ferrite bainitique sont identifiés. L'intensité des pics de diffraction associés à chaque phase évolue au cours du maintien isotherme, traduisant ainsi une évolution des taux de phase. Nous pouvons également remarquer que l'austénite ne se transforme pas entièrement à l'issue du maintien isotherme, bien que la transformation semble terminée et ce quelles que soient la température de maintien isotherme et la teneur en carbone initiale. Nous pouvons également noter que nous n'avons pas décelé la présence de carbures contrairement aux observations faites par microscopies électroniques et sonde atomique. Ceci peut être associé à la faible quantité de cette phase présente dans le matériau après traitements ainsi qu'à leur taille.

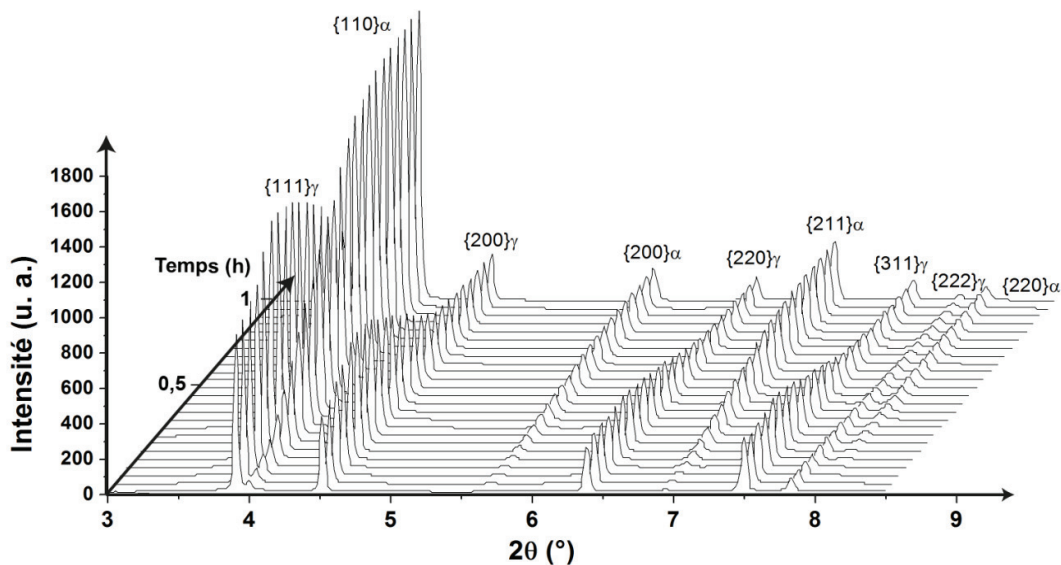


Fig. IV.5 : Représentation 3D de l'évolution des diffractogrammes intégrés au cours d'un maintien isotherme à Ms+50°C pour la nuance C3.

Si nous nous intéressons plus particulièrement à la forme des pics de diffraction, nous pouvons constater une légère asymétrie pour ceux de la phase austénitique. A titre d'exemple, la figure IV.6 présente l'évolution des diffractogrammes au cours de maintiens isothermes à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$ pour la nuance C3. Cette asymétrie devient de plus en plus prononcée pour des temps de maintien isotherme prolongés. Elle est également d'autant plus marquée que la teneur en carbone nominale est élevée et que la température de maintien isotherme est basse. Stone et al. ont également mis en évidence cette asymétrie dans les premiers instants de la transformation bainitique pour des aciers contenant 0,8% de carbone en masse [STO'08]. A l'issue du maintien isotherme, les auteurs observent un dédoublement des pics de l'austénite qu'ils attribuent à deux populations d'austénite possédant une concentration en carbone différente. L'austénite riche en carbone serait celle localisée entre les lattes de ferrite bainitique. L'austénite pauvre en carbone correspondrait à l'austénite granulaire subsistant à la fin du maintien isotherme et partiellement transformée en martensite au refroidissement final. Dans notre cas, du fait d'une faible teneur en carbone en comparaison à celle étudiée par Stone et al., nous n'observons pas de dédoublement de pics. Seule une asymétrie des pics de diffraction est observée. Cependant, l'analyse microstructurale a montré la présence des deux populations d'austénite au sein de la microstructure (réf. chapitre III), ce qui suggère que l'asymétrie observée est effectivement liée à la présence d'une double population d'austénite.

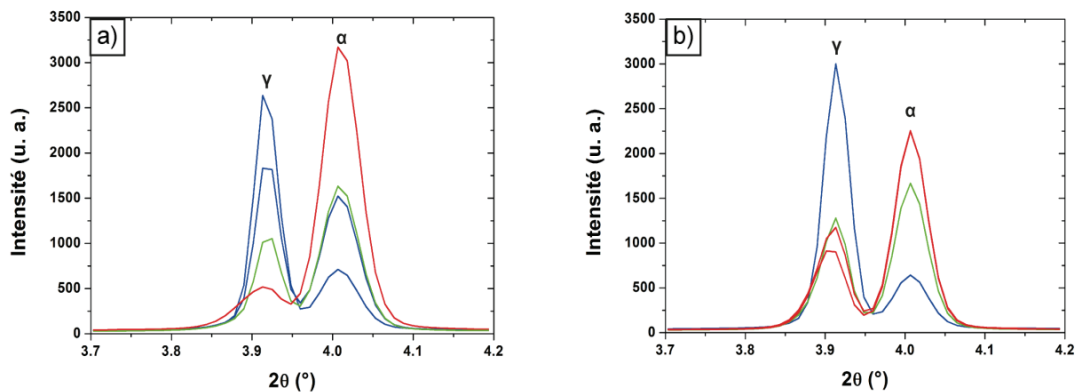


Fig. IV.6 : Evolution de la famille de plans $\{111\}$ de l'austénite et $\{110\}$ de la ferrite bainitique au cours de maintiens isothermes pour la nuance C3 : a) M_s et b) $M_s+50^\circ\text{C}$.

IV.2.1.2. Influence de la température de maintien isotherme (T_m) et de la concentration nominale en carbone (X_C) sur les cinétiques de la transformation bainitique

Bien qu'il soit possible en théorie d'ajuster les pics asymétriques par deux populations d'austénite, la procédure Rietveld s'est révélée peu adaptée pour un tel ajustement car le paramètre de maille des deux populations diffère de quelques millièmes d'angström seulement. Nous avons donc décidé de ne considérer qu'une seule population austénitique qui possède les caractéristiques moyennes des deux populations observées. L'asymétrie des pics a alors été corrigée par une fonction d'asymétrie à divergence axiale (cf. annexe A).

Les figures IV.7a, IV.7b et IV.7c présentent respectivement l'évolution de la fraction massique de ferrite bainitique $f\alpha_B$ au cours de maintiens isothermes à Ms et Ms+50°C pour les nuances C1, C2 et C3. Nous pouvons ainsi constater qu'aucun temps d'incubation n'est décelé pour la nuance C1. Pour les nuances C2 et C3, une période d'incubation est observée avant le début de la transformation. Cette période est d'autant plus longue que la température de maintien isotherme et que la teneur en carbone sont élevées. L'allure des cinétiques de transformation est similaire quelles que soient la nuance et la température considérées. Comme attendu, la cinétique de la transformation est fortement accélérée lorsque la teneur en carbone diminue.

Pour mettre en exergue l'effet de la teneur en carbone sur les cinétiques de la transformation, nous avons regroupé l'évolution de la fraction massique de ferrite bainitique au cours de maintiens isothermes pour l'ensemble des nuances à Ms (figure IV.8a) et Ms+50°C (figure IV.8b). Nous pouvons ainsi constater que la cinétique de transformation est fortement tributaire de la teneur en carbone pour une même température relative de maintien isotherme. La fraction massique de ferrite bainitique augmente rapidement au détriment de la phase austénitique et atteint un état d'équilibre après environ 1 min pour la nuance C1, 10 min pour la nuance C2 et 40 min pour la nuance C3 lorsque le maintien isotherme est effectué à Ms. A Ms+50°C, les états d'équilibre sont décalés dans le temps et les temps d'incubation augmentent avec la teneur en carbone nominale. Il est par ailleurs intéressant de remarquer, que pour une nuance à plus forte teneur en carbone (environ 0,8%C [STO'08]) le traitement de trempe étagée nécessite un temps de maintien isotherme très important (plusieurs jours) pour atteindre la fin de la transformation.

A l'issue des maintiens isothermes, la fraction massique de phase ferrite bainitique est uniquement tributaire de la température de maintien isotherme. En effet, quelle que soit la nuance étudiée, tous les traitements à Ms conduisent à la formation d'environ 85% de ferrite bainitique, alors que les traitements à Ms+50°C conduisent, eux, à une fraction massique d'environ 65%. Nous notons toutefois que la fraction massique de phase ferrite bainitique à l'issue du maintien isotherme pour la nuance C2 à Ms+50°C est inférieure en comparaison aux deux autres nuances. Nous attribuons cet écart à une température de maintien isotherme supérieure à Ms+50°C.

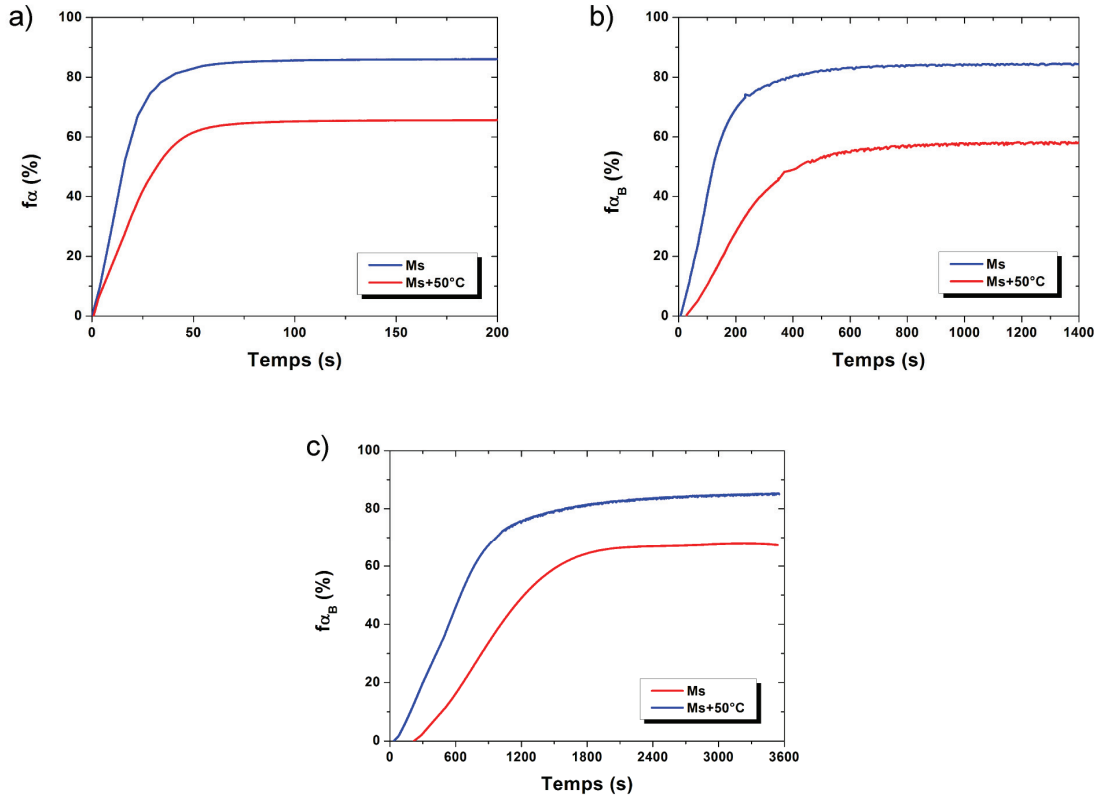


Fig. IV.7 : Evolution de la fraction massique de ferrite bainitique f_{α_B} au cours de maintiens isothermes à Ms et Ms+50°C pour l'ensemble des nuances. a) C1, b) C2 et c) C3.

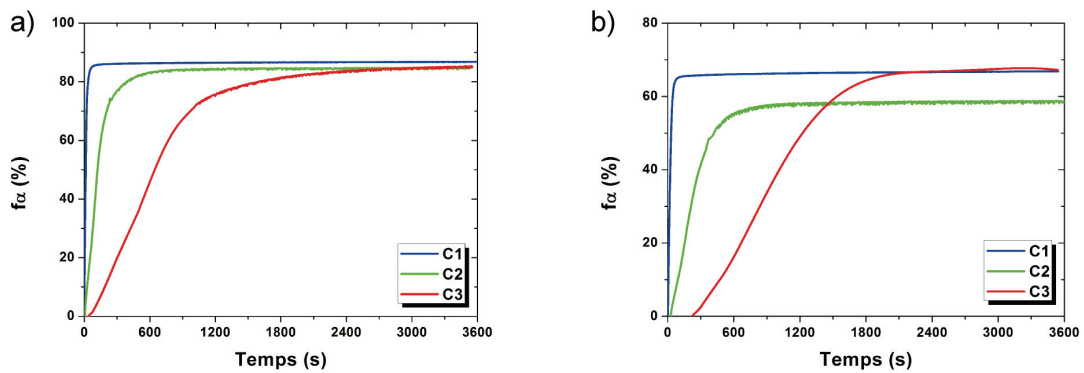


Fig. IV.8 : Evolution de la fraction massique de ferrite bainitique f_{α_B} au cours de maintiens isothermes : a) Ms et b) Ms+50°C.

IV.2.1.3. Bilan : temps d'incubation et fractions de phases

Les tableaux IV.2 et IV.3 regroupent respectivement les temps d'incubation déterminés pour chaque nuance traitée à Ms et Ms+50°C et les fractions massiques déterminées en fin de transformation bainitique avant la trempe finale.

Tableau IV.2 : Temps d'incubation t_i avant le début de la transformation bainitique en condition isotherme.

Temps d'incubation	C1		C2		C3	
	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C
t_i (s)	0	0,75	5	27,5	33,5	217,9

Tableau IV.3 : Fractions massiques en fin de transformation bainitique et avant trempe finale (α_b - ferrite bainitique ; γ - austénite non transformée).

Phases (%)	C1		C2		C3	
	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C
α_b	86,8	66,8	84,7	58,7	84,7	66,8
γ	13,2	33,2	15,3	41,3	15,3	33,2

Comme mentionné précédemment, les temps d'incubation sont fortement impactés par la température de maintien isotherme et encore plus par la teneur en carbone nominale. D'autre part, les fractions atteintes en fin de transformation sont similaires pour une même température de maintien isotherme compte tenu des incertitudes faites sur les mesures (cf. annexe A). Ainsi, les traitements à Ms et Ms+50°C conduisent respectivement à une fraction d'austénite résiduelle proche de 15% et 35% (seule la nuance C2 diverge de ce constat car le traitement à Ms+50°C a conduit à une fraction d'austénite résiduelle supérieure à 40%). Ce constat reflète un phénomène de réaction incomplète vu qu'un état de pseudo-équilibre semble être atteint à la fin des maintiens isothermes (figures IV.7 et 8). Il est également en adéquation avec le concept de la courbe T_0 qui exprime indirectement une diminution de la fraction massique d'austénite transformée en condition isotherme lorsque la température de maintien augmente².

² Le concept de la courbe T_0 a été décrit dans le Chapitre I. Il fait partie intégrante de l'approche "displacive" de la transformation bainitique. La formation des lattes de ferrite bainitique γ est considérée comme displacive et la diffusion du carbone depuis les lattes sursaturées n'y est effective qu'une fois la croissance des lattes terminée. L'austénite s'enrichit alors en carbone au cours de la transformation car plusieurs paquets bainitiques se forment simultanément et que des conditions de para-équilibre considérées permettent au carbone de diffuser à longue portée. Lorsque la

A l'issue des maintiens isothermes, l'ensemble des échantillons ont été trempés jusqu'à l'ambiante. Le tableau IV.4 regroupe pour chaque condition isotherme les données expérimentales relatives aux fractions massiques de chaque phase présente après trempe à l'ambiante. A température ambiante, les pics de diffraction associés à la martensite ne présentent pas de quadraticité et sont confondus avec ceux associés à la ferrite bainitique. Nous avons alors considéré que seule l'austénite est susceptible de se transformer en martensite au cours de la trempe. Par conséquent, la fraction massique de martensite formée au refroidissement est calculée en considérant la différence entre les fractions massiques d'austénite en fin de transformation bainitique et à température ambiante.

Tableau IV.4 : Comparaison des fractions massiques de phase à température ambiante après chaque condition isotherme (α_b - ferrite bainitique ; γ_R - austénite résiduelle ; α' - martensite).

Phases (% massique)	C1		C2		C3	
	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C
α_b	86,8	66,8	84,7	58,7	84,7	66,8
γ_R	5,3	1,1	12,2	9,1	12,4	19,3
α'	7,9	32,1	3,1	32,2	2,9	13,9

Les fractions de phase déterminées à température ambiante nous renseignent sur la stabilité thermique de l'austénite résiduelle. La proportion d'austénite qui se transforme en martensite $(\gamma - \gamma_R)/\gamma$ augmente avec la température de maintien isotherme. Lors d'un maintien isotherme à Ms, cette proportion représente respectivement 60%, 20% et 19% pour les nuances C1, C2 et C3, alors qu'elle représente respectivement 97%, 78% et 42% pour un maintien isotherme à Ms+50°C. Ces résultats sont d'autant plus intéressants qu'ils montrent que cette proportion diminue lorsque la concentration en carbone nominale de l'acier augmente.

La stabilité thermique de l'austénite peut être évaluée par deux critères : sa teneur en carbone et sa taille de grain. Une augmentation de sa concentration en carbone conduit à une diminution de sa température Ms. Elle peut alors être entièrement stabilisée si sa teneur en carbone permet d'abaisser sa température Ms sous la température ambiante. Le concept de la courbe T_0 permet d'affirmer qu'une température de maintien isotherme basse augmente la concentration en carbone de l'austénite en fin de transformation bainitique, ce qui a pour conséquence de renforcer sa stabilité thermique lors du retour à l'ambiante. D'autre part, Jimenez-Melero et al. ont rapporté qu'une très petite taille de grains austénitiques améliore notablement sa stabilité thermique [JIM'07]. Or, l'austénite est principalement

concentration en carbone de l'austénite atteint la valeur dictée par la courbe T_0 , la transformation s'arrête car les lattes de ferrite bainitique ne peuvent plus se former par un mécanisme displacif.

localisée sous formes de films très fins entre les lattes de ferrite bainitique, ou sous forme de régions granulaires entre les paquets bainitiques (îlots MA à température ambiante). La stabilité thermique de l'austénite inter-latte devrait alors être renforcée grâce à une morphologie plus fine. Stone et al. ont rapporté que la fraction d'austénite inter-latte augmente avec la fraction de ferrite bainitique au cours d'un maintien isotherme, alors que celle de l'austénite granulaire diminue [STO'08]. Les conditions de stabilisation thermique de l'austénite sont donc optimales pour des aciers fortement chargés en carbone et traités à des températures de maintien isotherme basses.

IV.2.1.4. Construction des diagrammes TTT

L'étude de l'influence de la température de maintien isotherme et de la concentration nominale en carbone sur les cinétiques de la transformation bainitique en condition isotherme a permis d'évaluer les temps d'incubation et les temps nécessaires à la complétion de la transformation de phases. De nombreux essais dilatométriques complémentaires à intervalles réguliers (50°C) ont également été réalisés, et ont permis d'estimer les cinétiques de transformation à des températures supérieures à $M_s+50^\circ\text{C}$. Ces essais complémentaires ont notamment permis d'évaluer le domaine d'existence en température de la ferrite allotriomorphe. La compilation de ces données expérimentales (DRXHE et dilatométrie) permet de construire les diagrammes TTT des nuances étudiées. Ces diagrammes TTT sont présentés sur la figure IV.9.

Les informations microstructurales comme la nature de la ferrite bainitique formée y sont également représentées. Les microstructures élaborées présentent toutes des microtextures similaires à une bainite de type inférieure. Seule la nuance C1 a montré une microtexture similaire à une bainite de type supérieure lorsqu'elle est traitée en condition isotherme à $M_s+100^\circ\text{C}$ (530°C).

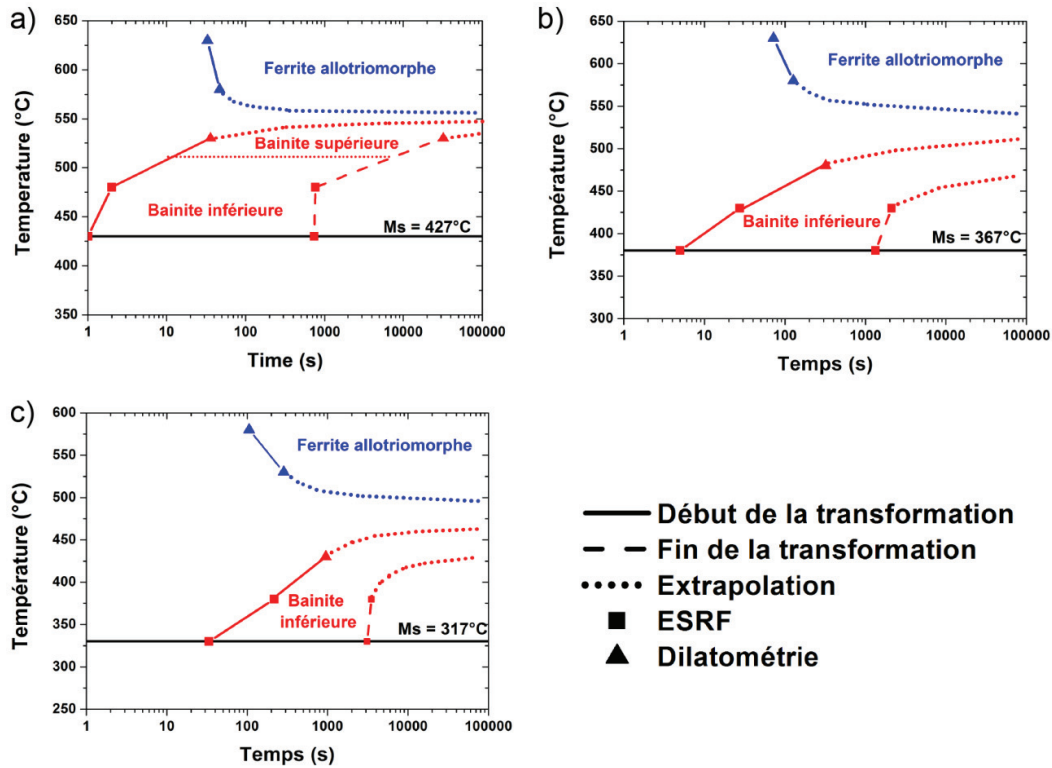


Fig. IV.9 : Diagrammes TTT des nuances a) C1, b) C2 et c) C3.

Il est intéressant de remarquer qu'il semble exister une zone entre les nez bainitique et ferritique, où aucune transformation de phases n'est effective dans la gamme de temps et de température étudiée. Cette zone est classiquement dénommée la baie bainitique. Elle représente une gamme de température pour laquelle il existe un temps d'incubation extrêmement long avant qu'une transformation de phases ne soit effective. L'extrapolation de la partie supérieure du nez bainitique semble tendre ainsi vers des temps infiniment longs. Ces extrapolations rejoignent certains aspects de la théorie displacive. En effet, Zener a considéré très tôt dans un modèle thermodynamique qu'il existe une température de début de transformation bainitique B_s indépendante du chemin thermique suivi [ZEN'46], ce qui se traduit par une droite horizontale sur la partie supérieure de la courbe en C de la bainite (cf. figure IV.10).

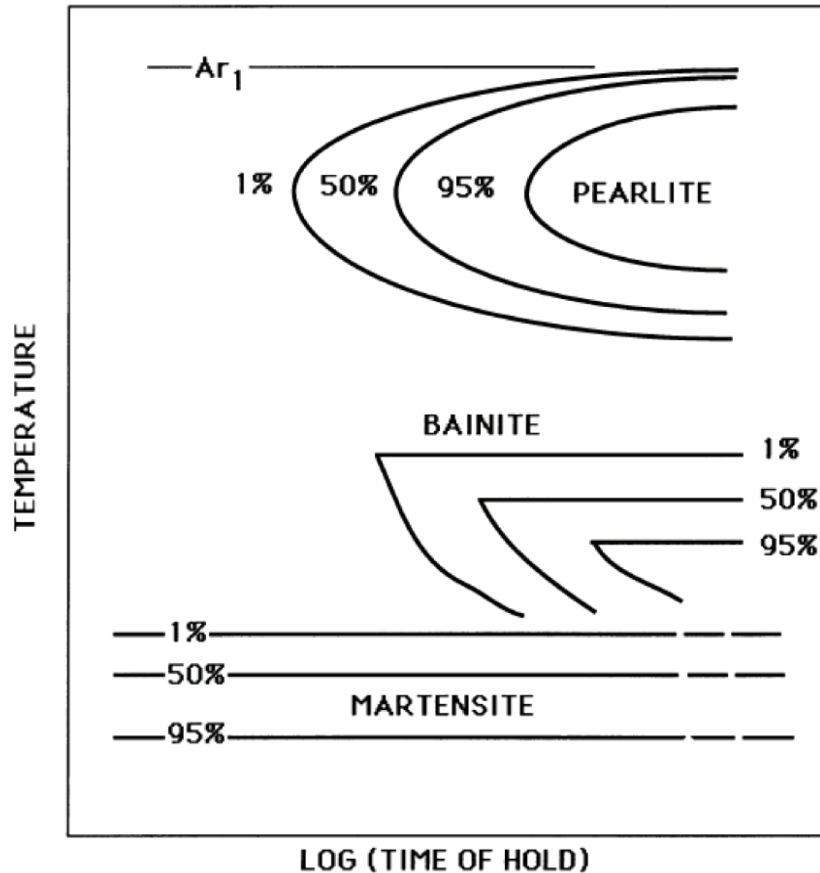


Fig. IV.10 : Diagramme TTT schématisé représentant la courbe en C de la bainite et une température B_s indépendante du chemin thermique suivi ([BHA'01] d'après [ZEN'46]).

IV.2.2. Evolution des paramètres de maille

Comme mentionné précédemment, la procédure d'affinement Rietveld a également permis d'extraire les informations liées aux évolutions de paramètres de maille. Ces évolutions sont très précieuses car elles permettent dans certains cas d'apporter une interprétation plus avant des mécanismes de transformation de phases. Dans cette partie, nous traiterons successivement des évolutions des paramètres de maille de l'austénite puis de la ferrite bainitique en conditions isothermes. Nous terminerons cette partie par une synthèse des résultats obtenus.

IV.2.2.1. Phase austénitique

La figure IV.11 présente les évolutions du paramètre de maille moyen de l'austénite en condition isotherme à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$, pour l'ensemble des nuances. Nous observons que le paramètre de maille moyen de l'austénite augmente au cours de la transformation bainitique, et ce quelles que soient la nuance ou la condition isotherme étudiées. La cinétique d'évolution du paramètre de maille de l'austénite est fortement tributaire de la teneur en carbone initiale et de la température de maintien isotherme. Ainsi, la cinétique est fortement accélérée lorsque la teneur en carbone

initiale diminue. L'effet de la température de maintien isotherme est moins marqué mais nous observons tout de même une cinétique plus rapide à $M_s+50^\circ\text{C}$. Par ailleurs, l'amplitude de l'évolution du paramètre de maille augmente avec la teneur en carbone nominale et diminue lorsque la température de maintien isotherme augmente.

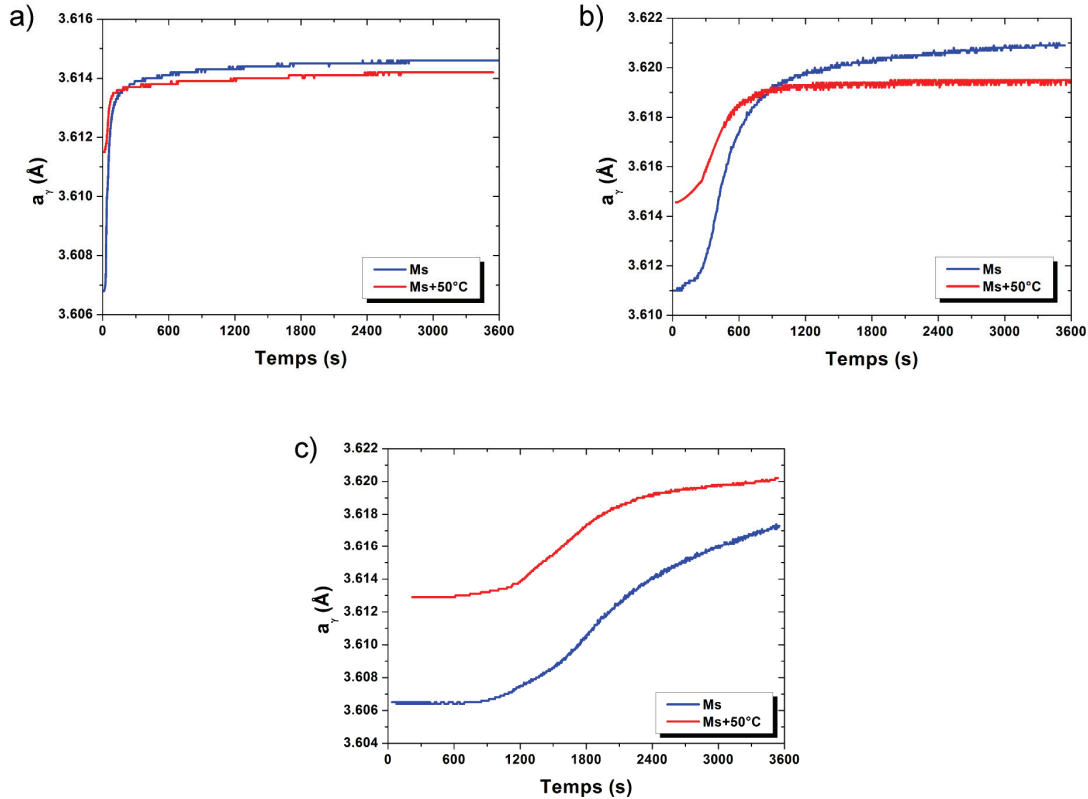


Fig. IV.11 : Evolution du paramètre de maille moyen de l'austénite en conditions isothermes à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$ pour les nuances a) C1, b) C2 et c) C3.

Pour mieux appréhender les variations de paramètre de maille moyen de l'austénite au cours des maintiens isothermes, nous avons reporté sur la figure IV.12 leur évolution en fonction de la fraction massique de ferrite bainitique formée au cours des maintiens isothermes pour l'ensemble des nuances. Cette représentation est très intéressante car elle permet de constater que le paramètre de maille moyen de l'austénite n'augmente pas continuellement avec la fraction de ferrite bainitique formée. En effet, lorsque les alliages sont maintenus à M_s , nous observons une valeur quasi-stationnaire du paramètre de maille moyen de l'austénite jusqu'à 70-80% de phase ferrite bainitique formée. Au-delà de 70-80% de ferrite bainitique formée, on assiste par contre à une brusque augmentation du paramètre de maille moyen de l'austénite. A $M_s+50^\circ\text{C}$, l'ensemble des alliages présente également une évolution quasi-stationnaire jusqu'à environ 30-40% de phase ferrite bainitique formée puis une augmentation du paramètre de maille moyen de l'austénite.

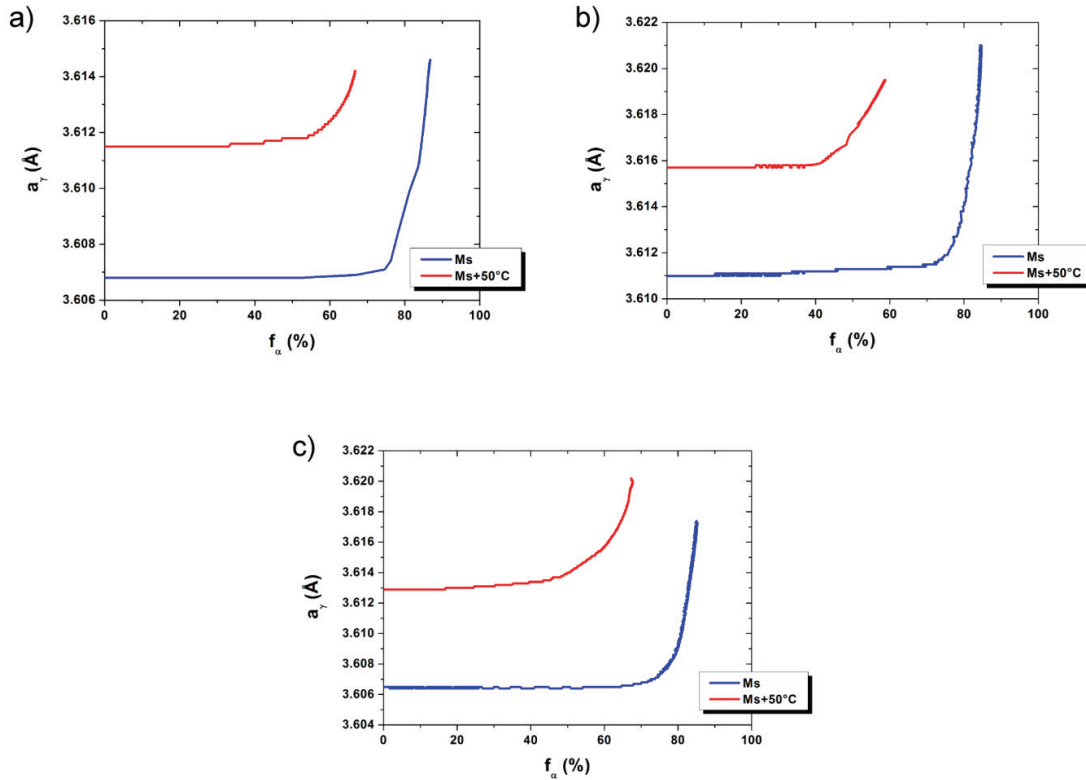


Fig. IV.12 : Evolution du paramètre de maille moyen de l'austénite en fonction de la fraction massique de ferrite bainitique formée en conditions isothermes à Ms et Ms+50°C pour les nuances a) C1, b) C2 et c) C3.

Les états quasi-stationnaires du paramètre de maille moyen de l'austénite signifient probablement que l'austénite n'évolue pas ou peu en termes de composition chimique moyenne et que son état de contrainte reste sensiblement identique. Par conséquent, la formation de la ferrite bainitique peut être régie par la conservation du carbone au sein de la ferrite bainitique (mécanisme displacif), ce qui peut ensuite entraîner la formation de carbures au sein des lattes de ferrite bainitique sursaturées. Les observations faites par microscopies électroniques et sonde atomique vont dans ce sens puisque ces observations révèlent la formation de carbures à l'intérieur des lattes de ferrite bainitique. De fait, nous pouvons supposer que la formation de ces carbures est effective lorsque le paramètre de maille moyen de l'austénite est quasi-stationnaire. Cependant, ce régime quasi stationnaire n'interdit pas qu'on puisse rejeter du carbone dans l'austénite pour former de la ferrite bainitique. En effet, le paramètre de maille de l'austénite mesuré expérimentalement correspond à une moyenne et globalise d'éventuelles zones enrichies en carbone et des zones non enrichies en carbone. En d'autres termes, la sensibilité du paramètre de maille moyen de l'austénite est également tributaire de la fraction massique de ferrite bainitique formée ainsi que de la distribution spatiale de l'austénite (austénite inter-latte et granulaire).

Dans leurs travaux, Stone et al. ont considéré l'austénite inter-latte comme une phase qui se "forme" au cours du maintien isotherme. L'austénite initiale est alors considérée comme la phase qui se "transforme" en ferrite bainitique et en austénite inter-latte. Ils ont ainsi mis en évidence une augmentation de la fraction d'austénite

inter-latte avec celle de la ferrite bainitique. Ce raisonnement est appuyé sur la mesure de pics de diffraction dédoublés pour la phase austénitique. Dans nos travaux, les pics de diffraction sont asymétriques et non dédoublés, ce qui nous empêche d'appliquer un raisonnement similaire.

Toutefois, les caractérisations microstructurales présentées au chapitre III ont permis de mesurer l'épaisseur des lattes de ferrite bainitique et d'estimer celle des films d'austénite inter-latte. En supposant que ces épaisseurs moyennes sont valables pour l'ensemble de la microstructure et que les lattes et films observés sont homogènes en longueur, il est possible d'estimer la fraction massique d'austénite inter-latte en fonction de celle de la ferrite bainitique. La fraction massique d'austénite inter-latte f_{γ_L} est alors donnée par la relation suivante :

$$f_{\gamma_L} = K \cdot f_{\alpha_b} \quad (IV.1)$$

avec
$$K = \frac{l_{\gamma_L}}{l_{\alpha_b}}$$

l_{α_b} et l_{γ_L} : les épaisseurs moyennes respectives des lattes de ferrite bainitique et des films d'austénite inter-latte

Ce raisonnement a été utilisé pour appréhender l'évolution du paramètre de maille moyen de l'austénite au cours du maintien isotherme pour la nuance C3 traitée à Ms+50°C. Le facteur K a été évalué à environ 0,3 ($l_{\alpha_b} \approx 480$ nm et $l_{\gamma_L} \approx 150$ nm).

Nous avons ensuite tracé sur la figure IV.13 les évolutions du paramètre de maille moyen de l'austénite et des fractions massiques d'austénite inter-latte et d'austénite granulaire en fonction de la fraction massique de ferrite bainitique formée. Comme attendu, les fractions massiques d'austénite inter-latte et d'austénite granulaire évoluent linéairement avec la fraction massique de ferrite bainitique. L'évolution du paramètre de maille moyen de l'austénite peut alors être appréhendée différemment. En effet, le régime quasi-stationnaire observé au cours de la formation des premiers 30% de ferrite bainitique correspond à un stade où la fraction massique d'austénite inter-latte (< 10%) est faible devant celle de l'austénite granulaire (> 60%). Nous assistons ensuite à une augmentation lente et continue du paramètre de maille moyen de l'austénite jusqu'à environ 50-60% de ferrite bainitique formée. Cette étape correspond à une diminution continue du rapport entre les fractions massiques d'austénite inter-latte et d'austénite granulaire. Enfin, le paramètre de maille moyen de l'austénite augmente brusquement au cours de la formation des derniers 20% de ferrite bainitique. Cette croissance rapide du paramètre de maille moyen de l'austénite correspond à un stade où les fractions massiques d'austénite inter-latte et d'austénite granulaire sont relativement proches et le rapport des fractions massiques finit même par s'inverser en fin de transformation.

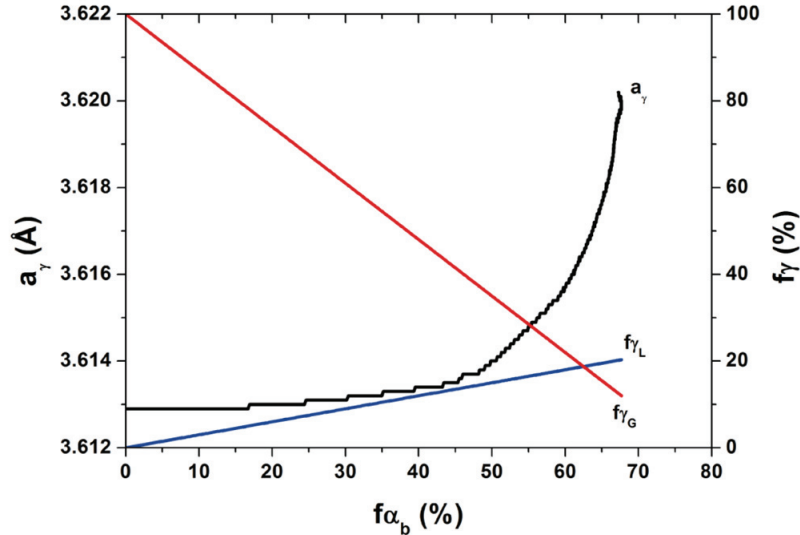


Fig. IV.13 : Evolutions du paramètre de maille moyen de l'austénite et des fractions massiques d'austénite inter-latte et granulaire en fonction de la fraction massique de ferrite bainitique formée.

Malgré la simplicité d'une telle approche, elle permet de mettre en évidence l'influence des deux populations d'austénite sur l'évolution du paramètre de maille moyen de l'austénite. Il est alors trop simpliste de décrire l'évolution du paramètre de maille moyen comme la succession d'un régime quasi-stationnaire suivi d'un régime de diffusion du carbone avec enrichissement de l'austénite. En effet, l'austénite inter-latte devrait logiquement s'enrichir en carbone dès le début de la transformation entraînant une augmentation de son paramètre de maille. L'austénite granulaire quant à elle devrait conserver une teneur en carbone proche de la teneur nominale entraînant ainsi une très faible augmentation de son paramètre de maille. L'augmentation tardive du paramètre de maille moyen de l'austénite serait alors due à une fraction massique d'austénite granulaire prépondérante par rapport à celle de l'austénite inter-latte en début de transformation. D'autre part, l'asymétrie des pics de diffraction de l'austénite conforte cette analyse car l'asymétrie n'est observée qu'à partir d'une certaine fraction massique de ferrite bainitique formée. Elle devient ensuite de plus en plus prononcée à mesure que la transformation de phases se poursuit. L'asymétrie serait donc d'autant plus marquée que les fractions des deux austénites de concentration en carbone différentes seraient proches l'une de l'autre.

Si on s'intéresse maintenant à l'augmentation du paramètre de maille moyen de l'austénite après son état quasi-stationnaire, deux principales sources peuvent expliquer cette augmentation : une variation de sa composition chimique et/ou une variation de son état mécanique (en faisant l'hypothèse que les faibles variations de température ne conduisent pas à des variations importantes des paramètres de maille).

Afin de vérifier si l'augmentation du paramètre de maille est conditionnée principalement par une variation de composition chimique et plus particulièrement par un enrichissement en carbone, nous avons appliqué une loi de type Vegard qui suppose une variation du paramètre de maille linéaire en fonction de la teneur en éléments solutés. Pour ce faire, nous avons tout d'abord considéré un bilan de

masse par rapport à l'élément carbone. La teneur en carbone nominale X_C s'exprime alors :

$$X_C = f_\alpha \cdot X_C^\alpha + f_\gamma \cdot X_C^\gamma \quad (IV.2)$$

Où f_α et f_γ sont les fractions volumiques respectives de la ferrite bainitique et de l'austénite, et X_C^α et X_C^γ les concentrations en carbone respectives de la ferrite bainitique et de l'austénite. Nous pouvons alors exprimer la teneur en carbone de l'austénite par la relation (IV.3) :

$$X_C^\gamma = \frac{X_C - f_\alpha \cdot X_C^\alpha}{f_\gamma} \quad (IV.3)$$

A partir de l'équation (IV.3), nous pouvons calculer la variation relative de la concentration en carbone de l'austénite au cours de la transformation. La teneur en carbone initiale de l'austénite correspond à la concentration nominale de l'acier X_C . L'équation (IV.4) est ainsi déduite de (IV.3).

$$\frac{d(X_C^\gamma)}{X_C^\gamma} = \frac{d(X_C^\gamma)}{X_C} = \frac{f_\alpha \cdot (X_C - X_C^\alpha)}{X_C \cdot (1 - f_\alpha)} \quad (IV.4)$$

Ainsi, il est possible d'accéder à la variation relative du paramètre de maille en supposant que ce dernier suit une loi de Vegard avec le carbone. Nous obtenons alors l'équation (IV.5) :

$$\frac{d(a_\gamma)}{a_{\gamma_0}} = K \cdot \frac{d(X_C^\gamma)}{X_C^\gamma} = K \cdot \frac{f_\alpha \cdot (X_C - X_C^\alpha)}{X_C \cdot (1 - f_\alpha)} = f \left(\frac{f_\alpha}{1 - f_\alpha} \right) \quad (IV.5)$$

Pour vérifier si les variations du paramètre de maille moyen de l'austénite suivent une loi de Vegard (linéaire), il suffit de tracer la relation $\frac{d(a_\gamma)}{a_{\gamma_0}} = f \left(\frac{f_\alpha}{1 - f_\alpha} \right)$.

La figure IV.14 présente les résultats de ces calculs pour chaque nuance. Comme attendu, la variation relative du paramètre de maille de l'austénite en fonction de $f_\alpha/(1-f_\alpha)$ ne varie pas linéairement. Nous observons une faible augmentation de $d(a_\gamma)/a_{\gamma_0}$ puis progressivement une forte augmentation. Cette forte augmentation varie linéairement et correspond au décrochement observé sur la figure IV.12. Ainsi, nous pouvons accrédi-ter que l'augmentation du paramètre de maille observée en fin de transformation dans la plupart des cas étudiés est associée principalement à l'enrichissement en carbone de l'austénite. Il est d'ailleurs intéressant de noter que les pentes correspondant à la partie de la courbe qui suit la loi de Vegard sont similaires pour une nuance donnée. Elles ont été évaluées respectivement à environ $0,8 \cdot 10^{-3}$, $1,1 \cdot 10^{-3}$ et $1,4 \cdot 10^{-3}$ pour les nuances C1, C2 et C3.

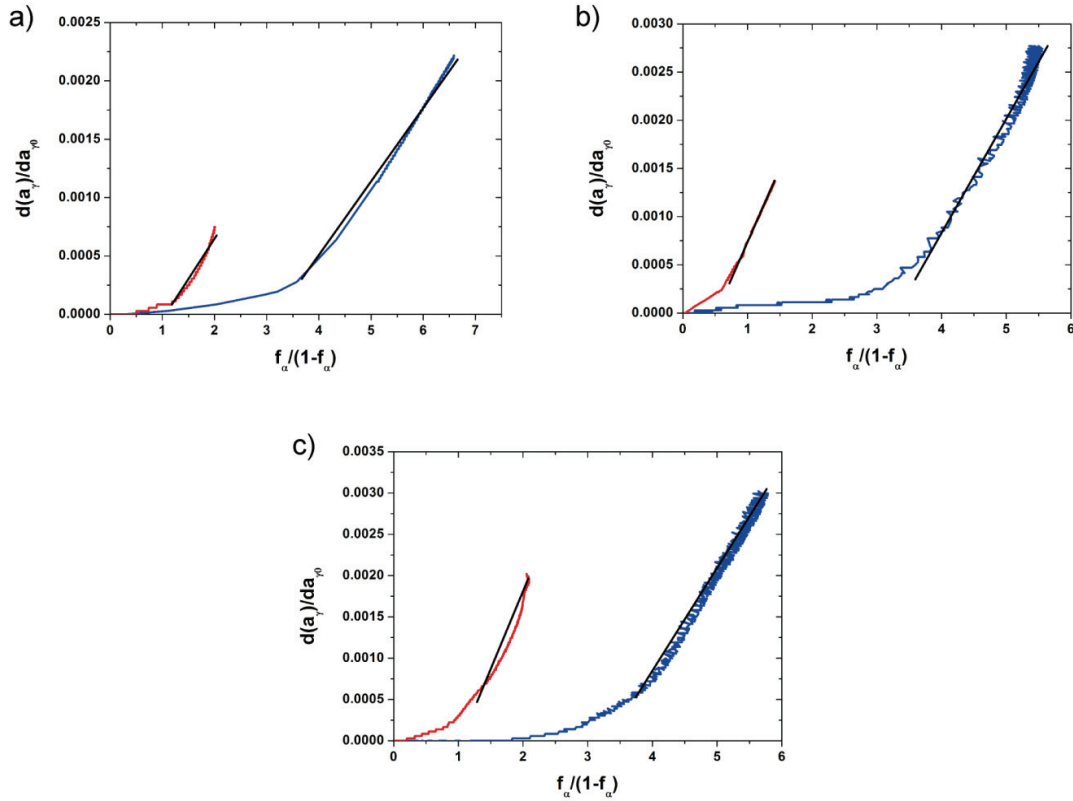


Fig. IV.14 : Application d'une loi de Vegard aux évolutions du paramètre de maille et de la concentration en carbone de l'austénite. a) C1, b) C2 et c) C3.

IV.2.2.2. Phase ferritique

Le paramètre de maille moyen de la ferrite bainitique a été étudié en adoptant une démarche similaire à celle faite pour l'austénite. La figure IV.15 présente les évolutions du paramètre de maille moyen de la ferrite bainitique au cours de maintiens isothermes à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$ pour l'ensemble des nuances étudiées. Nous observons de manière générale que le paramètre de maille moyen de la ferrite bainitique diminue au cours des maintiens isothermes. La cinétique d'évolution du paramètre de maille moyen est fortement impactée par la concentration en carbone nominale et par la température de maintien isotherme. De manière analogue au paramètre de maille moyen de l'austénite, la cinétique d'évolution du paramètre de maille moyen de la ferrite bainitique s'accélère considérablement lorsque la teneur en carbone nominale diminue et dans une moindre mesure lorsque la température de maintien isotherme augmente.

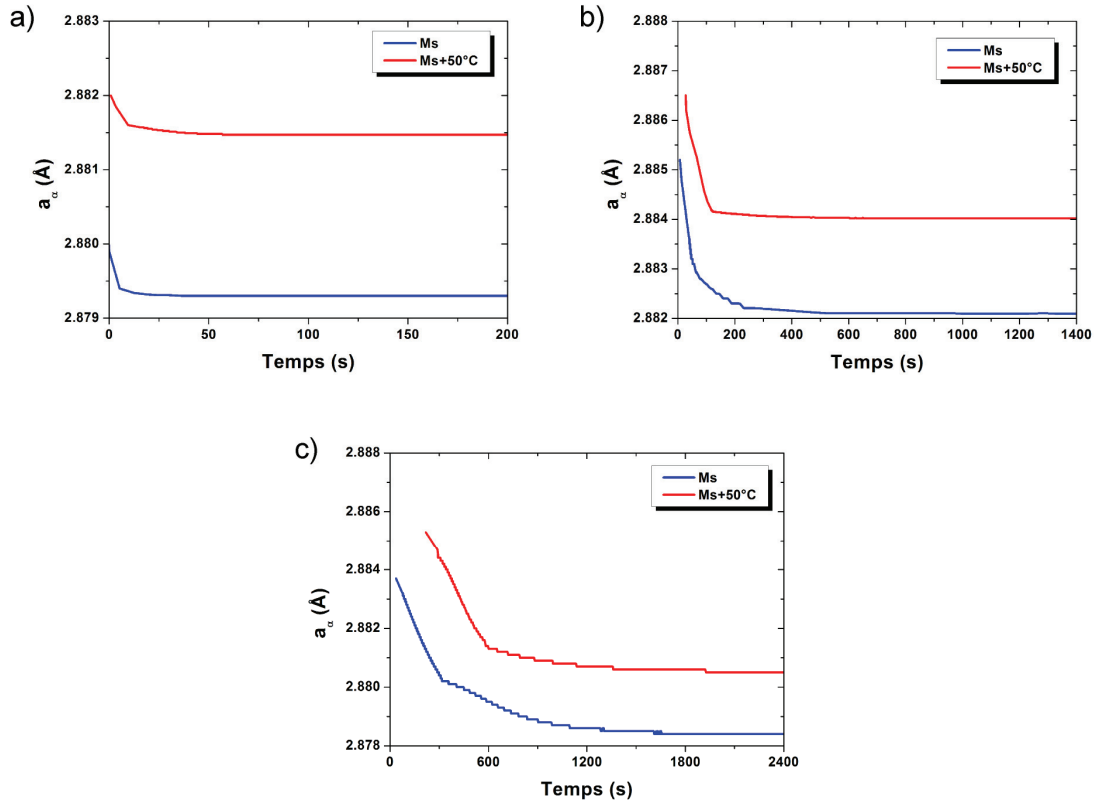


Fig. IV.15 : Evolution du paramètre de maille moyen de la ferrite bainitique en conditions isothermes à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$ pour les nuances C1, C2 et C3.

Au même titre que précédemment, nous avons tracé les évolutions de paramètre de maille moyen en fonction de la fraction massique de ferrite bainitique formée au cours des maintiens isothermes (figure IV.16). Le paramètre de maille moyen de la ferrite bainitique diminue continuellement lorsque la fraction de ferrite bainitique formée augmente et est fortement dépendant de l'avancement de la transformation. En effet, nous observons que le paramètre de maille moyen diminue rapidement jusqu'à 20-25% de ferrite bainitique formée au cours du maintien isotherme à M_s et jusqu'à 10-15% au cours du maintien isotherme à $M_s+50^\circ\text{C}$. On assiste ensuite à une diminution plus lente et linéaire du paramètre de maille moyen jusqu'à la fin du maintien isotherme. Nous pouvons noter toutefois une particularité pour la nuance C1 traitée à M_s car nous observons trois stades bien distincts. En effet, une première diminution brutale du paramètre de maille moyen est observée au cours des premiers instants de la transformation (premiers 10% de ferrite bainitique formés au cours des premières 4s du maintien isotherme). Cette cinétique peut être due à une mauvaise régulation de la température constatée dans les premiers instants du maintien isotherme (un décrochage de plus de 6°C a été observé avant de rattraper la valeur de consigne). Nous retrouvons ensuite les mêmes évolutions que celles décrites précédemment, à savoir une diminution rapide jusqu'à la formation des premiers 25% de ferrite bainitique puis une décroissance plus lente jusqu'en fin de maintien isotherme.

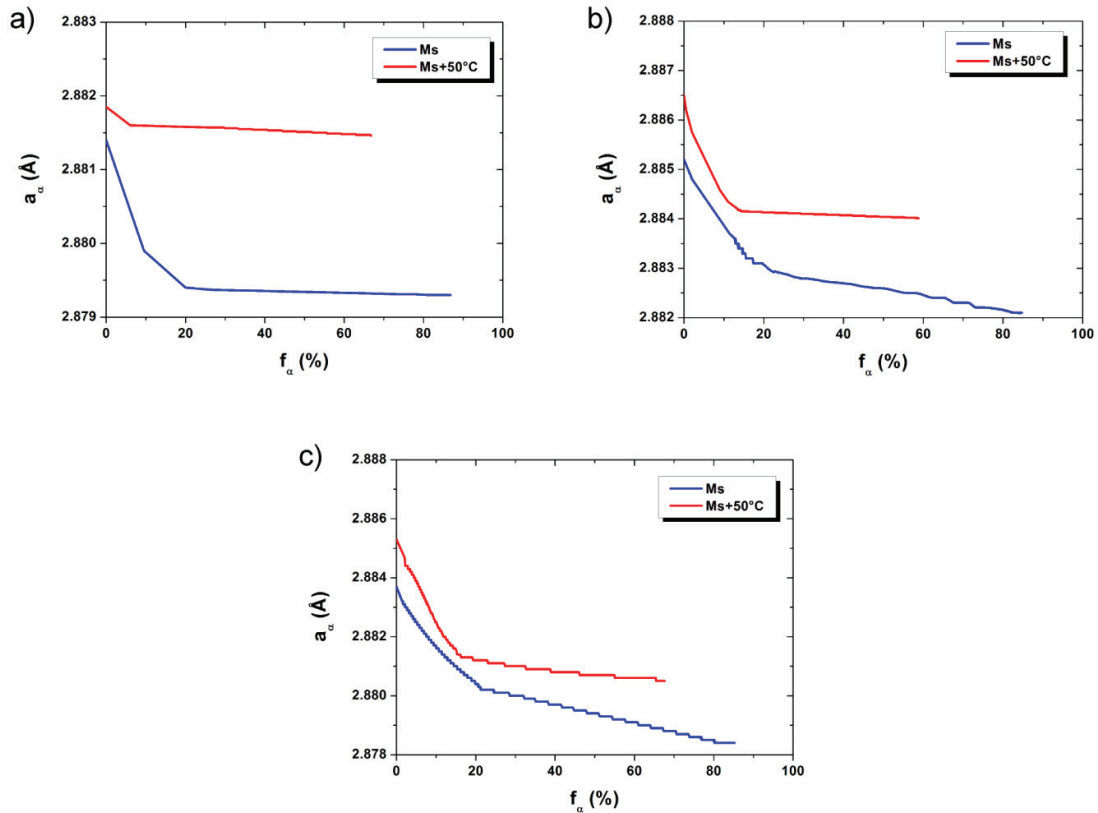


Fig. IV.16 : Evolution du paramètre de maille moyen de la ferrite bainitique en fonction de la fraction massique de ferrite bainitique formée en condition isotherme à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$ pour les nuances C1, C2 et C3.

La diminution du paramètre de maille moyen de la ferrite bainitique au cours des maintiens isothermes peut être attribuée à une variation de composition chimique et/ou à un changement de l'état de contrainte. Il est impossible en l'état actuel des choses de déconvoluer les deux contributions. Cependant, nous pouvons supposer que la première forte diminution du paramètre de maille de la ferrite bainitique combinée à une évolution quasi-stationnaire du paramètre de maille de l'austénite dans le même temps est en adéquation avec le fait que dans les premiers instants de la transformation, nous assistons à la formation de carbures à partir du carbone initialement piégé dans la ferrite bainitique. Le deuxième stade de décroissance du paramètre de maille moyen de la ferrite bainitique est quant à lui probablement lié à la diffusion du carbone dans l'austénite puisque nous observons une augmentation du paramètre de maille moyen de l'austénite. Cependant, nous n'expliquons pas pourquoi ce deuxième stade de décroissance du paramètre de maille de la ferrite bainitique n'a pas lieu dans le même temps que l'augmentation du paramètre de maille moyen de l'austénite, à moins de corréliser ces évolutions avec les fractions massiques d'austénite inter-latte et d'austénite granulaire, ce qui nuance l'existence d'un état quasi-stationnaire aussi long au cours de la transformation de phases.

IV.2.2.3. Bilan : concentration en carbone dans la ferrite bainitique et dans l'austénite

L'utilisation de la diffraction des rayons X à haute énergie nous a permis de mettre en exergue l'influence de la température de maintien isotherme et de la concentration nominale en carbone dans l'acier sur les cinétiques de changement de phases. Pour aller plus avant dans l'interprétation, les concentrations en carbone de ces phases ont été estimées par le calcul pour l'ensemble des nuances et des maintiens isothermes étudiés. Pour ce faire, les relations empiriques (IV.6) et (IV.7) ont été utilisées pour calculer respectivement la concentration en carbone de l'austénite et de la ferrite bainitique après retour à l'ambiante.

$$a_{\gamma} = a_{\gamma}^0 + 0,033 \cdot X_C + 0,00095 \cdot X_{Mn} + 0,0006 \cdot X_{Cr} \quad (IV.6)$$

$$a_{\alpha} = a_{\alpha}^0 + \left(3a_{\alpha}^0\right)^{-1} \cdot \left[\left(a_{\alpha}^0 - 0,0279 \cdot x_C\right)^2 \cdot \left(a_{\alpha}^0 + 0,2496 \cdot x_C\right) - a_{\alpha}^0\right] - 0,003 \cdot x_{Si} + 0,006 \cdot x_{Mn} + 0,005 \cdot x_{Cr} \quad (IV.7)$$

Ces relations proviennent respectivement de [DYS'70] et [BHA'91], où X_i et x_i représentent respectivement les teneurs massiques et atomiques des éléments d'alliage i . Les termes a_{α}^0 et a_{γ}^0 (en nm) sont les paramètres de maille respectifs de la ferrite et de l'austénite dans le fer pur à température ambiante. Leurs valeurs ont été prises dans la littérature et sont respectivement de 2,8664 Å (mesurée à température ambiante dans le fer pur [BHA'91, BAB'05]) et 3,578 Å (extrapolée à partir de nombreuses mesures à température ambiante sur une large gamme d'aciers austénitiques [DYS'70]).

La relation IV.5 a également été utilisée pour estimer la teneur en carbone dans l'austénite en fin de transformation bainitique avant trempe finale afin de confronter ces estimations avec le concept de la courbe T_0 . Nous avons supposé pour le calcul que le paramètre de maille de référence a_{γ}^0 correspond à celui mesuré dans les premiers instants du maintien isotherme. Nous avons également retiré de cette relation l'ensemble des contributions des éléments substitutionnels (Mn, Cr) car le paramètre de maille de référence mesuré de l'austénite englobe l'ensemble de ces contributions. Cette hypothèse est acceptable puisque de nombreuses études rapportent que les éléments substitutionnels ne sont pas partitionnés dans l'austénite et la ferrite bainitique dans la gamme de température étudiée, ce qui est confirmé par les mesures de sonde atomique réalisées dans la nuance C2 (cf. chapitre III). Le tableau IV.5 présente les estimations faites de la concentration massique moyenne en carbone dans l'austénite en fin de transformation bainitique (T_m) et à température ambiante (T_a) ainsi que dans la ferrite bainitique à température ambiante (T_a).

Tableau IV.5 : Estimation de la concentration massique moyenne en carbone dans l'austénite en fin de transformation bainitique (T_m) et à température ambiante (T_a) et dans la ferrite bainitique à température ambiante (T_a).

Teneur en carbone	C1		C2		C3	
	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C	Ms	Ms+50°C
X_C^Y à T_m (%)	0,34	0,18	0,50	0,35	0,63	0,52
X_C^Y à T_a (%)	0,42	0,30	0,63	0,55	0,75	0,73
X_C^a à T_a (%)	0,05	0,05	0,13	0,13	0,21	0,21

Les teneurs en carbone estimées dans la ferrite bainitique à température ambiante suggèrent que la ferrite bainitique reste sursaturée en carbone. Ces résultats confortent les mesures par sonde atomique présentées dans le chapitre III. La comparaison des concentrations en carbone mesurées par les deux méthodes ne peut toutefois être faite puisque dans le cas des mesures par sonde atomique la concentration moyenne mesurée tient compte des carbures comme du carbone en solution solide.

Les teneurs estimées pour l'austénite révèlent un enrichissement important en carbone car les valeurs calculées en fin de transformation et après retour à l'ambiante sont supérieures aux compositions nominales. La teneur en carbone dans l'austénite estimée en fin de transformation et à température ambiante diminue avec la température de maintien isotherme. Par ailleurs, les résultats montrent que les teneurs en carbone de l'austénite en fin de maintien isotherme sont toujours inférieures à celles mesurées à température ambiante, traduisant un enrichissement en carbone inattendu au cours de la trempe finale. La différence est d'autant plus importante que la température de maintien isotherme est élevée.

Il est toutefois utile de rappeler que les valeurs de paramètres de maille moyen de l'austénite sont représentatives des deux populations présentes dans la microstructure (austénites inter-latte et granulaire). Les concentrations en carbone estimées correspondent donc à une moyenne entre les teneurs en carbone des deux populations observées expérimentalement. Ainsi, en fin de transformation bainitique, une certaine part de la fraction d'austénite devrait présenter une teneur en carbone supérieure à celle calculée (austénite inter-latte), et le reste une teneur en carbone inférieure (austénite granulaire). L'austénite inter-latte fortement enrichie en carbone devrait donc être entièrement retenue à température ambiante car sa température Ms est probablement inférieure à l'ambiante. L'austénite granulaire quant à elle devrait se transformer partiellement en martensite lors de la trempe à l'ambiante, ce qui conduirait à une augmentation de la concentration en carbone moyenne dans l'austénite retenue à température ambiante.

La figure IV.17 confronte les valeurs estimées en fin de transformation bainitique avec le concept des courbes T_0 et T_0' (cette dernière est définie de la même façon que la courbe T_0 , mais tient compte de l'énergie élastique stockée par la ferrite bainitique). Les calculs des courbes T_0 et T_0' ont été obtenus à l'aide du logiciel

MUCG83 (*Materials Algorithms Project, University of Cambridge* [BHA'82]). Les concentrations en carbone calculées en fin de transformation bainitique sont cohérentes avec le concept T_0' , ce qui conforte l'hypothèse selon laquelle la formation des lattes de ferrite bainitique est régie par un mécanisme displacif. La diffusion du carbone (précipitation de carbures et enrichissement de l'austénite) peut alors être appréhendée comme un phénomène intervenant après la formation des lattes de ferrite bainitique sursaturée en carbone.

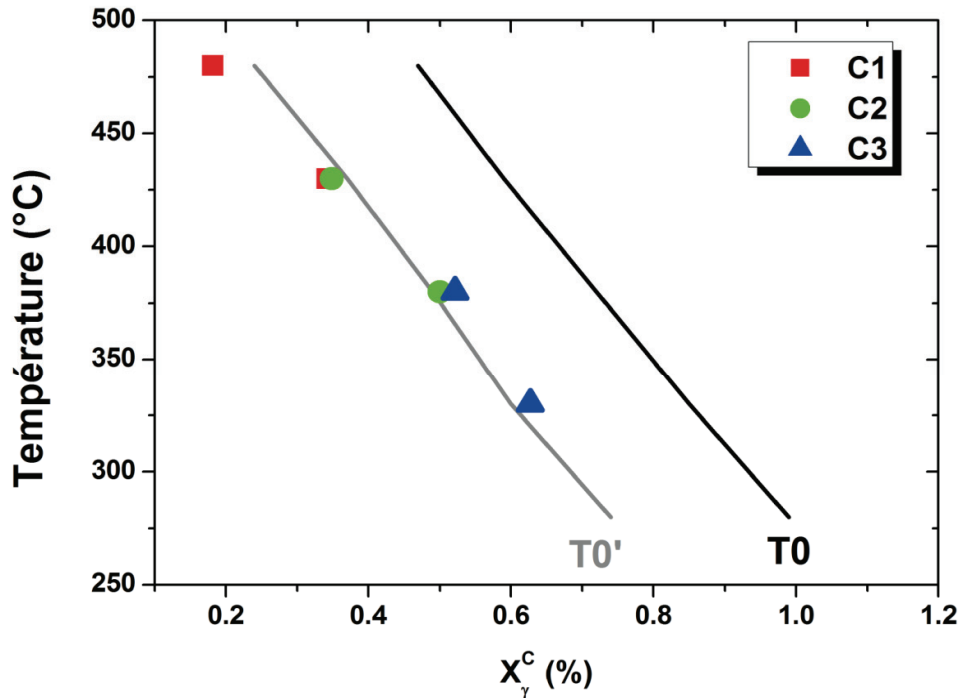


Fig. IV.17 : Evolution estimée de la concentration massique moyenne en carbone de l'austénite en fin de transformation bainitique avec la température de maintien isotherme pour l'ensemble des nuances. Confrontation avec le concept T_0 et T_0' .

IV.2.3. Confrontation des cinétiques obtenues par DRXHE et dilatométrie

Il est bien établi que la dilatométrie est un excellent traceur pour suivre les cinétiques de changement de phases. C'est pourquoi nous avons cherché à confronter le comportement dimensionnel d'un échantillon lors de la transformation bainitique en condition isotherme obtenu par dilatométrie et par diffraction des rayons X haute énergie (DRXHE). Cette confrontation nous permettra d'asseoir la validité des deux méthodes. Les ingrédients nécessaires pour le calcul du comportement dimensionnel par DRXHE sont les fractions atomiques de chaque phase ainsi que leur paramètre de maille. L'expression est donnée par la relation suivante :

$$\frac{\Delta L}{L} = \frac{1}{3} \cdot \frac{\Delta V}{V} = \frac{1}{3} \cdot \frac{\left[\left(f_{\alpha} \cdot \frac{a_{\alpha}^3}{2} + f_{\gamma} \cdot \frac{a_{\gamma}^3}{4} \right) - \left(f_{\alpha} \cdot \frac{a_{\alpha}^{03}}{2} + f_{\gamma} \cdot \frac{a_{\gamma}^{03}}{4} \right) \right]}{\left(f_{\alpha} \cdot \frac{a_{\alpha}^{03}}{2} + f_{\gamma} \cdot \frac{a_{\gamma}^{03}}{4} \right)} \quad (\text{IV.8})$$

La figure IV.18a confronte le comportement dimensionnel obtenu par dilatométrie et par DRXHE en condition isotherme à Ms+50°C pour la nuance C3. Les résultats obtenus par les deux méthodes sont en bonne concordance jusqu'à 15 min et présentent ensuite des écarts significatifs mais relativement limités que l'on peut certainement attribuer à la pression exercée lors de l'essai dilatométrique. Pour comparer les résultats d'un point de vue cinétique, nous avons normalisé les comportements dimensionnels obtenus par les deux méthodes (figure IV.18b). Cette comparaison révèle une bonne adéquation des différentes techniques de caractérisation, ce qui permet de valider notre procédure d'affinement Rietveld.

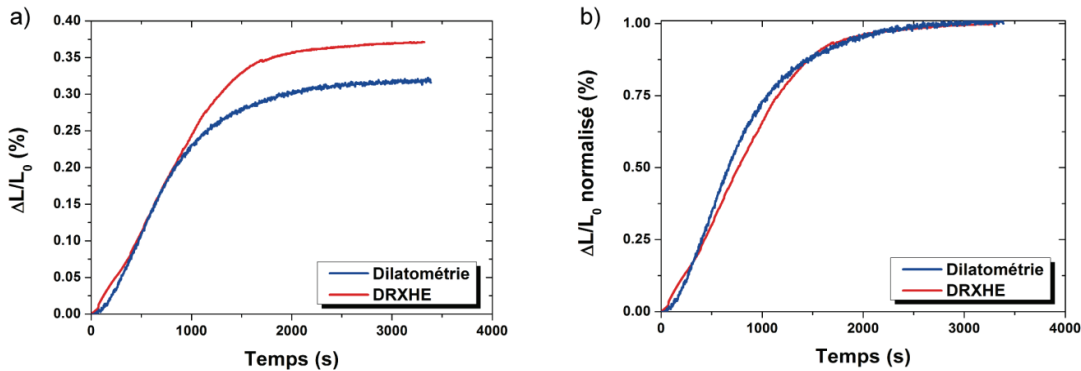


Fig. IV.18 : Comparaison du comportement dimensionnel absolu (a) et normalisé (b) obtenu par dilatométrie et par DRXHE au cours d'un maintien isotherme à Ms+50°C pour la nuance C3.

IV.3. Transformation de phases en condition isotherme à Ms-50°C

Nous avons vu au Chapitre III (cf. figure III.18), qu'un traitement de trempe étagée à Ms-50°C conduit à une microstructure lamellaire, composée de martensite, d'une phase formée au cours du maintien isotherme, et d'austénite résiduelle. Les mesures faites par DRXHE ne permettent pas de distinguer la martensite de la phase formée au cours du maintien isotherme car la martensite ne présente pas de quadraticité notable, ce qui se traduit par une superposition des pics de chacune de ces phases. Nous avons alors distingué leur fraction de phase en analysant minutieusement le chemin thermique et considéré que le temps $t = 0$ s correspond au début du maintien isotherme. La fraction de martensite formée au refroidissement correspond alors à la fraction de phase formée à $t = 0$ s. Cette analyse sera illustrée dans la figure IV.22.

IV.3.1. Transformation martensitique au refroidissement précédant le maintien isotherme à Ms-50°C

Les évolutions de la fraction massique de phase martensitique au cours du refroidissement jusqu'à Ms-50°C sont reportées sur la figure IV.19 pour les trois nuances. La transformation martensitique progresse très rapidement dès les premiers instants et son évolution est proche d'une linéarité avec la température quelle que soit la nuance considérée. Nous pouvons également noter que malgré une augmentation rapide du taux de phase martensitique, nous n'avons pas observé un caractère exothermique de la transformation comme dans le cas des aciers maraging. A l'issue du refroidissement à Ms+50°C, le taux de phase de martensite pour l'ensemble des nuances est globalement compris entre 66% et 71%. Nous avons ensuite confronté ces évolutions obtenues expérimentalement à une équation de l'évolution de la fraction de martensite avec la température proposée par Koistinen et Marburger [KOI'59]. Les évolutions calculées et expérimentales du taux de phase martensitique au cours du refroidissement depuis Ms jusqu'à Ms-50°C sont portées sur la figure IV.20 pour l'ensemble des nuances. Même si l'accord est moins bon pour la nuance C1, le calcul reproduit bien l'évolution du taux de phase martensitique au refroidissement obtenue expérimentalement pour l'ensemble des nuances. En d'autres termes, la cinétique est peu affectée par d'éventuelles fortes contraintes internes créées par des problèmes de compatibilité de déformation lors de la nucléation et de la croissance de plaquettes de martensite orientées.

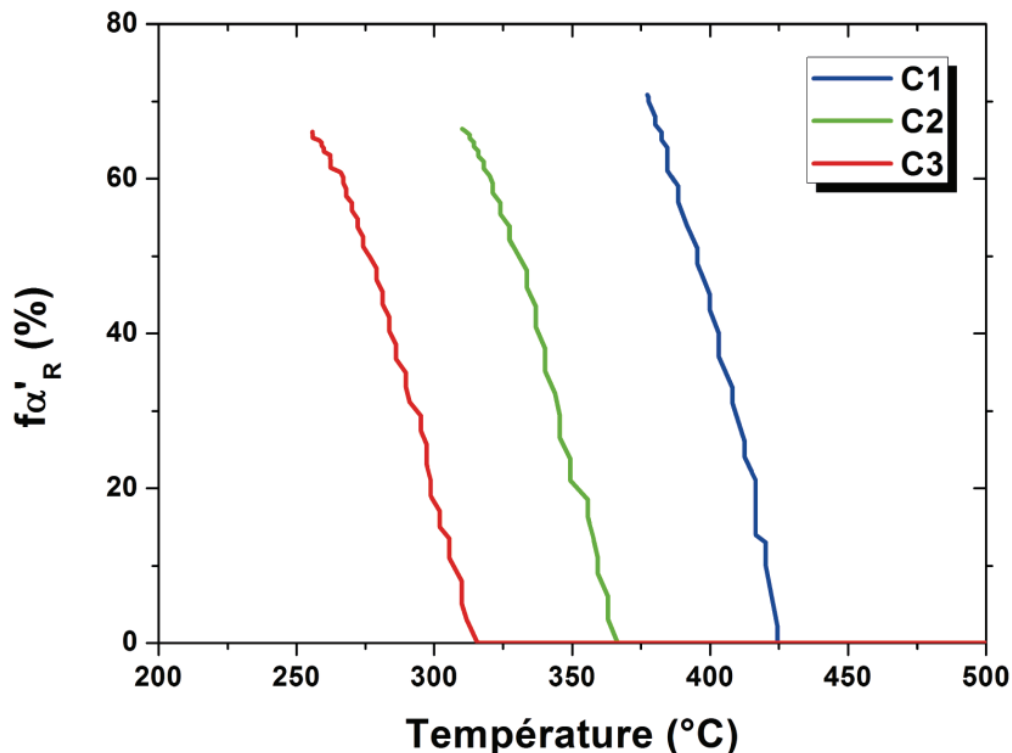


Fig. IV.19 : Evolution de la fraction massique de martensite formée au cours du refroidissement précédant le maintien isotherme à Ms-50°C pour l'ensemble des nuances.

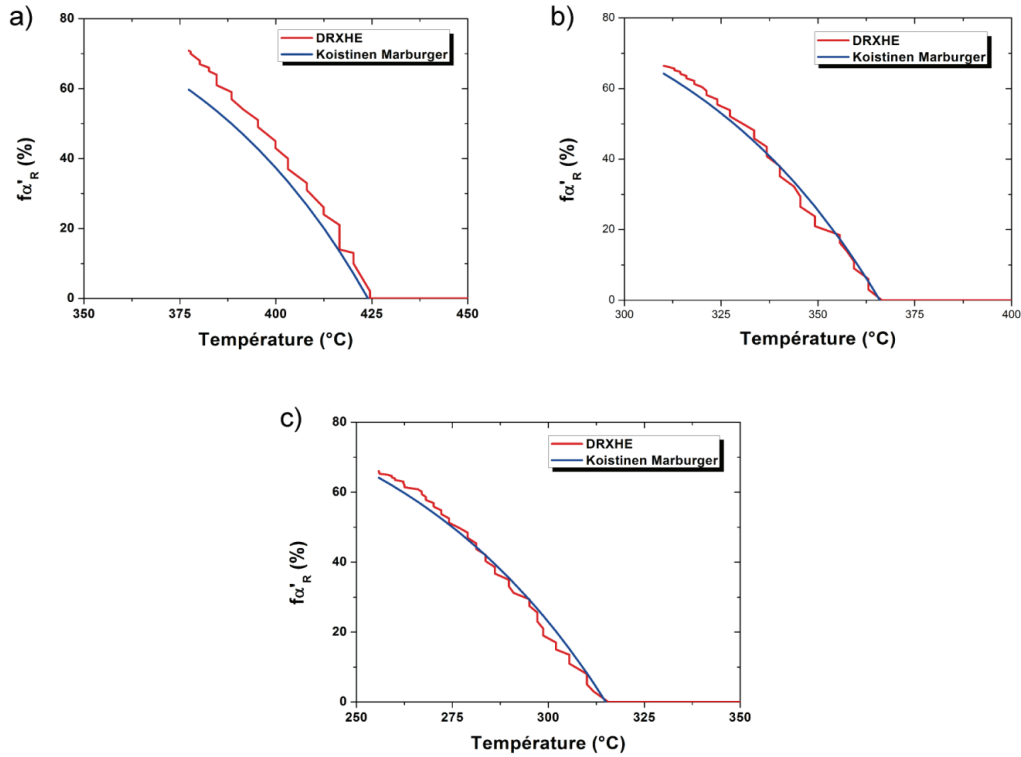


Fig. IV.20 : Comparaison des évolutions de fraction massique de martensite obtenue expérimentalement et par le calcul en utilisant la relation de Koistinen-Marburger : a) C1, b) C2, c) C3.

Pour appuyer nos propos, nous avons porté respectivement sur les figures IV.21 et IV.22 les évolutions du paramètre de maille moyen de la martensite et de l'austénite au refroidissement à Ms-50°C pour l'ensemble des nuances, ainsi que les fractions massiques de phases formées. Il est important de spécifier que les pics de diffraction de la martensite ne présentent pas de quadraticité. Nous pouvons ainsi constater que le paramètre de maille moyen de la martensite évolue linéairement avec la température pour les nuances C2 et C3, ce que nous attribuons principalement à une contraction volumique. Les coefficients d'expansion thermique évalués pour les nuances C2 et C3 sont respectivement de $16,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et $17,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Le paramètre de maille moyen de la martensite pour la nuance C1 diminue légèrement entre Ms et 395°C (50% de martensite), puis plus rapidement au-delà de 50% de martensite formée.

Dans le cas des nuances C2 et C3, le paramètre de maille moyen de l'austénite diminue linéairement avec la température jusqu'à Ms-50°C avec une pente de $24 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Nous n'observons pas d'écart à la linéarité significatif lorsque la transformation martensitique progresse. Pour la nuance C1, le comportement observé n'est pas totalement similaire. En effet, nous observons un écart à la linéarité (520°C) avant que la transformation martensitique ne soit effective. Il doit être rappelé que pour cet essai, l'échantillon est refroidi très rapidement ($25^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$) jusqu'à 490°C depuis la température d'austénitisation pour éviter la transformation ferritique. Une vitesse de refroidissement plus faible ($10^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$) est ensuite appliquée entre 490°C et Ms-50°C. Ainsi, la vitesse de refroidissement rapide associée au changement de vitesse de refroidissement à 490°C peut entraîner un gradient de

température dans l'échantillon, ce qui peut se traduire par une évolution non linéaire du paramètre de maille moyen de l'austénite.

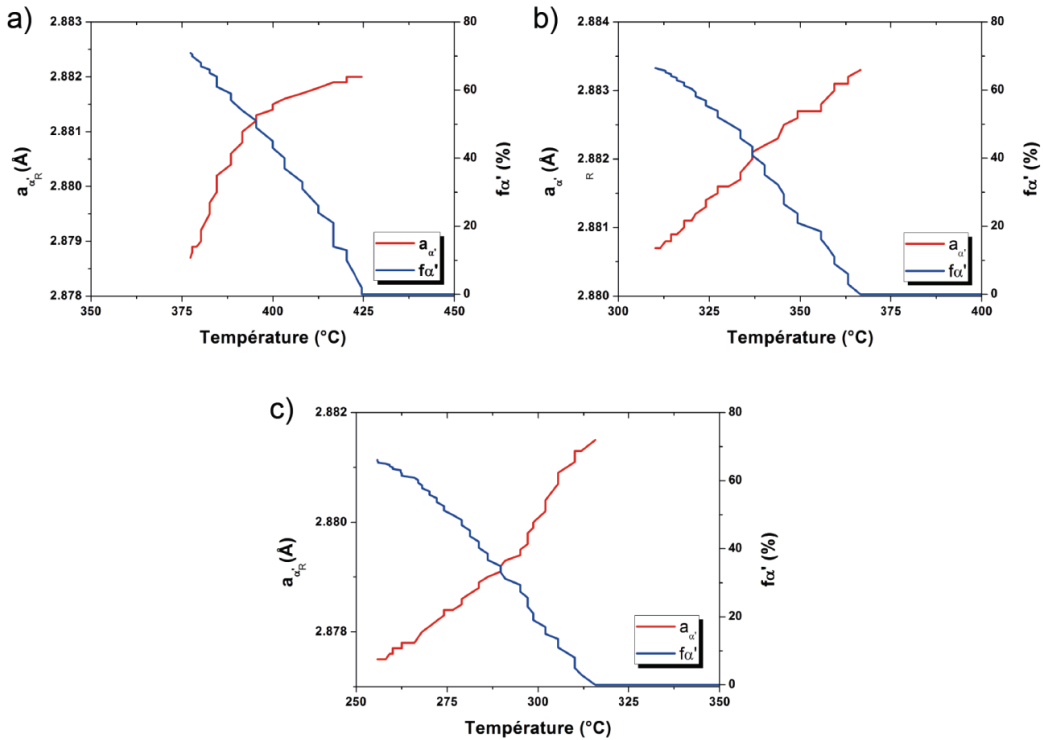


Fig. IV.21 : Evolutions du paramètre de maille moyen et de la fraction massique de martensite au cours du refroidissement à $M_s-50^{\circ}\text{C}$: a) C1, b) C2 et c) C3.

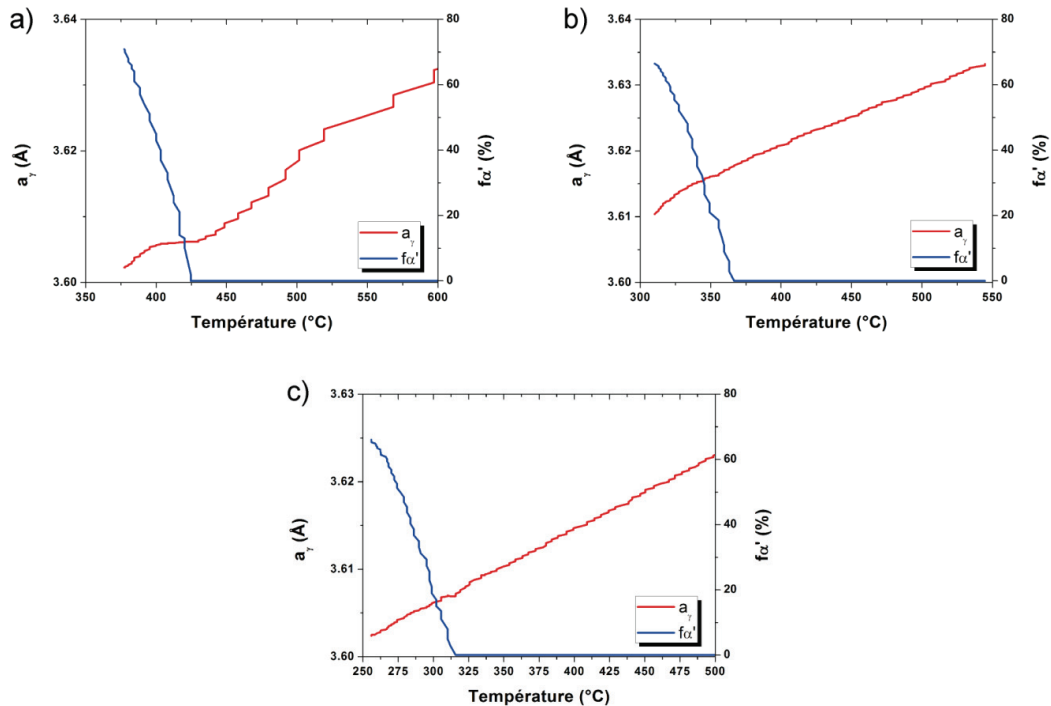


Fig. IV.21 : Evolutions du paramètre de maille moyen de l'austénite et de la fraction massique de martensite au cours du refroidissement : a) C1, b) C2 et c) C3.

De par l'ensemble de ces observations, nous pouvons ainsi constater que le volume moyen de la martensite évolue linéairement avec la température et que le volume moyen de l'austénite semble peu affecté par la formation de la martensite. Ces observations confortent les hypothèses faites précédemment lors de la comparaison entre fraction de martensite obtenue expérimentalement et par le calcul.

IV.3.2. Transformation isotherme au palier à Ms-50°C

La nature du produit de la transformation lors d'un maintien isotherme en dessous de Ms est complexe et sujet à controverse. Plusieurs auteurs s'accordent à dire que ce produit de transformation correspond à une martensite isotherme [PAT'69, PAT'71, OKA'88] alors que d'autres l'identifient à une bainite [RAD'59, BOH'08]. Kim et al. [KIM'09] proposent que le produit de la transformation en condition isotherme présente des caractéristiques thermodynamiques différentes d'une bainite formée au-dessus de Ms ou d'une martensite isotherme.

Les moyens d'investigation *post mortem* que nous avons mis en œuvre pour caractériser la microstructure à l'issue des maintiens isothermes à Ms-50°C n'ont pas permis de différencier clairement la phase martensitique issue du refroidissement puis revenue au cours du maintien isotherme de la phase formée au cours du maintien isotherme. Quelques différences ont toutefois été observées quant à la distribution des carbures au sein des lattes et à la distribution des désorientations entre variants de martensite et de phase "isotherme".

La diffraction des rayons X haute énergie va nous permettre d'apporter un complément d'informations puisque nous pouvons suivre en continu les fractions de phase en présence au cours du maintien isotherme ainsi que leur paramètre de maille. La phase produite au cours du maintien isotherme sera nommée phase "isotherme", ou α_i , par la suite.

IV.3.2.1. Cinétiques de transformation

La figure IV.22 présente les évolutions du produit de la transformation de l'austénite au cours du traitement de trempe étagée à Ms-50°C pour l'ensemble des nuances. Les échelles de temps sont volontairement réduites pour visualiser la formation de la martensite avant maintien isotherme.

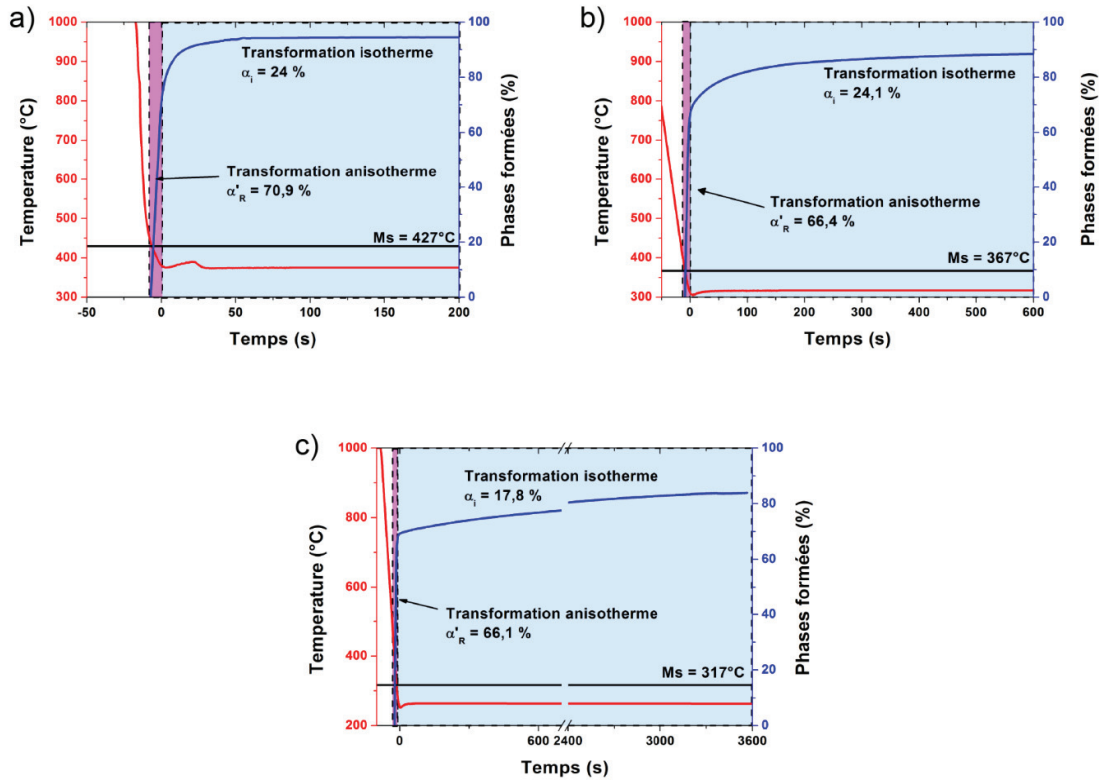


Fig. IV.22 : Evolution de la fraction massique de phase produite au refroidissement et au cours du maintien isotherme à $M_s - 50^\circ\text{C}$:
a) nuance C1, b) nuance C2 et c) nuance C3.

Comme attendu, nous observons une double cinétique quelle que soit la nuance étudiée. Une première cinétique très rapide au refroidissement depuis M_s jusqu'à $M_s - 50^\circ\text{C}$ que nous avons associée précédemment à la formation de la martensite puis une cinétique plus lente au cours du maintien isotherme à $M_s - 50^\circ\text{C}$. Les cinétiques d'évolution de la phase "isotherme" sont tributaires de la teneur nominale en carbone. En effet, la cinétique d'évolution est accélérée lorsque la teneur nominale en carbone diminue. Il est important de rappeler pour la suite que la cinétique d'évolution de ferrite bainitique formée à M_s et $M_s + 50^\circ\text{C}$ est également tributaire de la teneur nominale en carbone. Nous pouvons enfin remarquer que les temps nécessaires pour atteindre un état d'équilibre sont relativement proches de ceux observés lors des traitements isothermes à M_s et $M_s + 50^\circ\text{C}$ (environ 1 minute pour la nuance C1 et 10 minutes pour la nuance C2). Seule la nuance C3 diffère en comparaison aux observations faites à M_s et $M_s + 50^\circ\text{C}$ puisque la transformation n'est pas complète à l'issue du maintien isotherme. Toutefois, la fraction de phase "isotherme" formée est faible dans les derniers instants du maintien isotherme.

Nous avons reporté dans le tableau IV.6 les fractions massiques de chaque phase en présence à l'issue des maintiens isothermes et après trempé à l'ambiante pour l'ensemble des nuances. Nous remarquons ainsi qu'un maintien à $M_s - 50^\circ\text{C}$ conduit à la formation d'une phase "isotherme" à hauteur de 24% pour les nuances C1 et C2, et environ 18% pour la nuance C3. La nuance C1 présente la même fraction massique de phase "isotherme" que la nuance C2, mais une fraction de martensite plus importante. Nous pouvons également constater que le faible taux de

transformation de l'austénite au refroidissement suggère que l'austénite est stabilisée en fin de maintien isotherme, ce qui suppose que la teneur en carbone dans l'austénite est relativement élevée et/ou que sa taille de grains est faible. Les observations microstructurales confortent ces propos car l'austénite est principalement observée sous forme de films inter-lattes lorsque les nuances sont traitées en condition isotherme à Ms-50°C.

Tableau IV.6 : Fractions de phase obtenues par affinement Rietveld à l'issue des maintiens isothermes et après trempe à l'ambiante pour l'ensemble des nuances. (α'_R – martensite "revenue" formée avant le maintien isotherme ; α_i – phase "isotherme"; γ – austénite après maintien isotherme ; γ_R – austénite résiduelle à température ambiante ; α' – martensite "fraîche" formée au refroidissement final).

Phases	C1	C2	C3
	Ms-50°C	Ms-50°C	Ms-50°C
α'_R	70,9	66,4	66,1
α_i	24	24,1	17,8
γ	5,1	9,5	16,1
γ_R	4,9	9,2	15,7
α'	0,2	0,3	0,4

En résumé, nous observons de fortes similitudes de comportement en comparaison aux observations faites lors des maintiens isothermes à Ms et Ms+50°C. Toutefois, ces similitudes ne permettent pas d'affirmer avec certitude que la phase formée au cours des maintiens isothermes à Ms-50°C est une ferrite bainitique. En effet, une martensite isotherme pourrait présenter des cinétiques de transformation proches de celles d'une ferrite bainitique [KIM'09]. Pour tenter d'aller plus avant dans l'interprétation, nous avons donc étudié l'évolution du paramètre de maille de la phase "isotherme" et de l'austénite au cours des maintiens isothermes.

IV.3.2.2. Evolutions des paramètres de maille

La figure IV.23 présente les évolutions des paramètres de maille moyens des phases en présence en fonction de la fraction massique de phases produites lors du traitement de trempe étagée à Ms-50°C. La ligne verticale en pointillée délimite le refroidissement et le maintien isotherme.

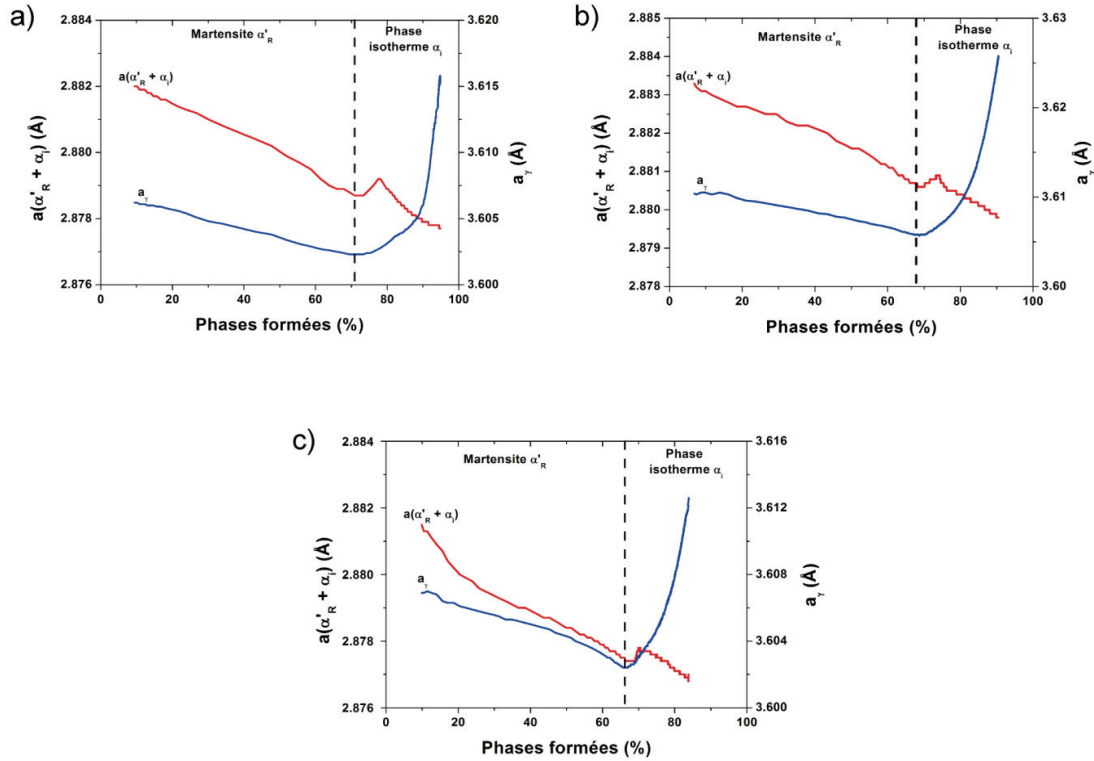


Fig. IV.23 : Evolution des paramètres de maille moyens de l'austénite (en bleu) et de la phase produite (martensite + phase "isotherme" : en rouge) en fonction de la fraction massique de phases formées (martensite + phase "isotherme") au cours du traitement à $M_s-50^\circ\text{C}$. La ligne verticale en pointillée délimite le refroidissement et le maintien isotherme.

Nous remarquons que les paramètres de maille moyens de la martensite et de l'austénite diminuent linéairement lors du refroidissement entre M_s et $M_s-50^\circ\text{C}$ en fonction du taux d'avancement de la transformation, ce qui conforte les remarques faites précédemment.

Dans les premiers instants du maintien isotherme (après 20 secondes ce qui correspond à 5% de la phase "isotherme"), le paramètre de maille moyen de la phase "isotherme" augmente notablement puis diminue continuellement avec l'avancée de la transformation. Il nous est très difficile d'imaginer un scénario pour expliquer cette augmentation. Ce résultat est d'autant plus surprenant que le paramètre de maille moyen de l'austénite ne semble pas être affecté par cette augmentation rapide du paramètre de maille moyen de la phase produite.

En effet, le paramètre de maille moyen de l'austénite augmente progressivement dès les premiers instants du maintien isotherme puis rapidement avec l'avancée de la transformation. Cette augmentation est sans doute liée à un enrichissement en carbone au même titre que lors des maintiens isothermes à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$. Pour s'en persuader, nous avons adopté la même démarche que précédemment en reportant l'évolution des paramètres de maille moyen relatifs de l'austénite en fonction de $f_\alpha/(1-f_\alpha)$ au cours du maintien isotherme pour l'ensemble des nuances (figure IV.24).

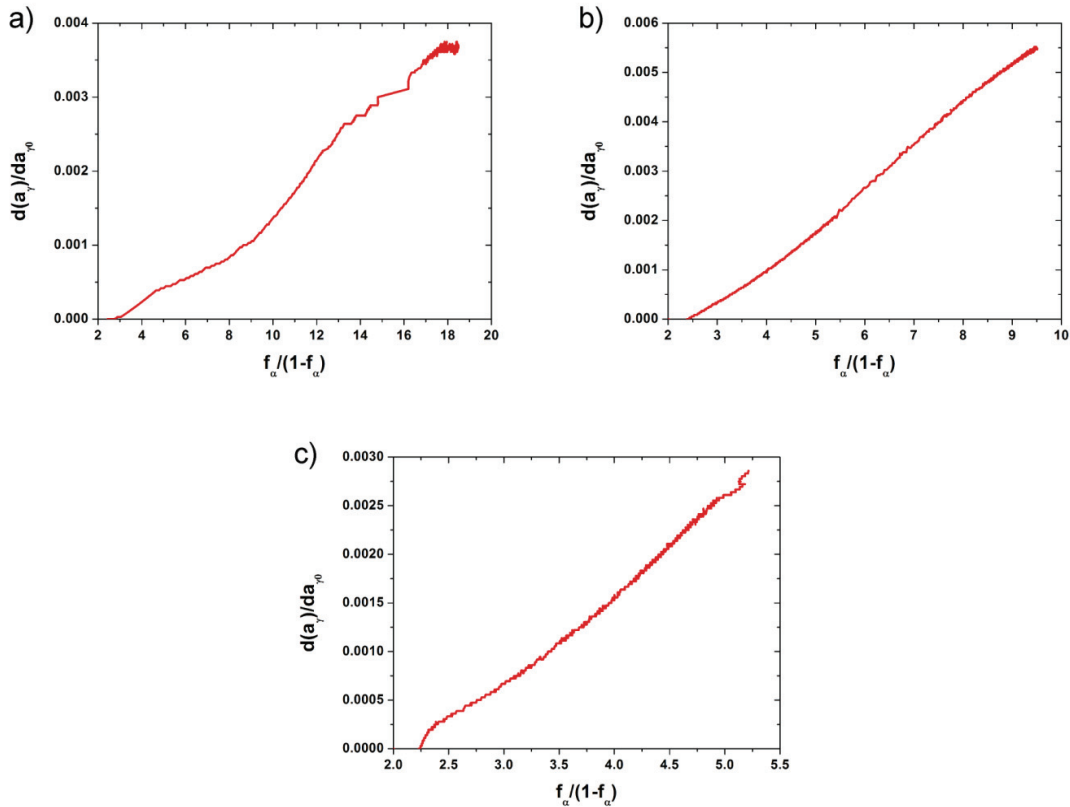


Fig. IV.24: Application d'une loi de Vegard aux évolutions du paramètre de maille moyen et de la concentration en carbone de l'austénite.

Nous pouvons ainsi constater une variation globalement linéaire tout au long du maintien isotherme, ce qui suppose que la phase "isotherme" se forme en rejetant du carbone dans l'austénite. Une autre contribution peut également participer à l'enrichissement en carbone de l'austénite. Il s'agit de la décomposition de la martensite au cours du maintien isotherme. Nous avons vu dans le chapitre précédent que la martensite revenue possède une forte densité de carbures au sein de ses lattes et que leur nature pourrait correspondre à des carbures de transition ϵ en raison des températures de transformation et des différences entre un traitement de trempe étagée et un traitement Q&P. Ces carbures sont métastables et pourraient donc libérer une partie du carbone piégé pour le rejeter dans l'austénite lors d'un maintien isotherme. La martensite revenue peut donc participer à l'enrichissement en carbone de l'austénite au même titre que la phase "isotherme" mais probablement dans une moindre mesure.

Pour finir, nous avons estimé les teneurs en carbone à température ambiante dans l'austénite et dans les phases produites (relation IV.5 et IV.6) et également celle de l'austénite en fin de maintien isotherme. Ces estimations sont présentées dans le tableau IV.7. Les teneurs en carbone des phases produites (martensite + "phase isotherme") sont du même ordre de grandeur que celles déterminées pour un traitement à Ms ou Ms+50°C. Les teneurs en carbone de l'austénite sont en adéquation avec la courbe T_0' comme pour les traitements de trempe étagée à Ms et Ms+50°C. Seule la nuance C3 présente une teneur en carbone dans l'austénite plus faible que celle prédite par le concept T_0' . Ce résultat n'est toutefois pas étonnant

puisque la transformation de phases n'est pas complète à l'issue du maintien isotherme. Ainsi, si nous considérons le produit de transformation isotherme comme une *ferrite bainitique*, la transformation de phases présenterait un phénomène de réaction incomplète, comme observé lors d'un traitement isotherme à Ms et Ms+50°C. La transformation de phases s'arrête lorsque la teneur en carbone de l'austénite atteint la valeur prédite par la courbe T₀.

Tableau IV.7 : Estimation de la concentration massique moyenne en carbone dans l'austénite et dans les phases produites (martensite + phase "isotherme") après trempe à l'ambiante (T_a).

Teneur en carbone	C1	C2	C3
	Ms-50°C	Ms-50°C	Ms-50°C
X _C ^Y à T _m (%)	0,38	0,66	0,47
X _C ^Y à T _a (%)	0,44	0,75	0,50
X _C ^a à T _a (%)	0,05	0,13	0,22

IV.4. Synthèse

Les évolutions de transformations de phases dans trois aciers à teneur en carbone différente ont été caractérisées *in situ* par diffraction des rayons X haute énergie. Nous avons pu ainsi suivre en temps réel les évolutions de fraction massique des phases en présence et de paramètre de maille au refroidissement depuis l'état austénitique et en condition isotherme à Ms-50°C, Ms et Ms+50°C.

Les mesures de fraction massique de chaque phase ont permis de caractériser les cinétiques de décomposition de la phase austénitique en relation avec la teneur nominale en carbone et les conditions de maintien isotherme. Ainsi, la teneur nominale en carbone n'affecte pas la quantité de phases produites à l'issue d'un traitement thermique similaire mais impacte fortement la cinétique de décomposition de l'austénite. A l'inverse, la température de maintien isotherme a une forte influence sur les fractions de phase résultantes mais peu sur la cinétique de transformation. Il est également à noter que l'ensemble des maintiens isothermes à Ms et Ms+50°C conduit à la formation de ferrite bainitique et d'austénite. Les mesures de taux de phase ont ainsi permis de mettre en évidence le phénomène de réaction incomplète. A Ms-50°C, la réaction est également incomplète mais conduit à la formation d'une martensite revenue et d'une phase "isotherme" aux caractéristiques proches d'une ferrite bainitique ou d'une martensite isotherme.

Les mesures simultanées des évolutions de paramètre de maille et de fraction massique de l'austénite et de la ferrite bainitique ont permis d'avancer des hypothèses sur les mécanismes de décomposition de l'austénite. Pour les maintiens

isothermes à Ms et Ms+50°C, les différents stades de décomposition de l'austénite peuvent être énumérés comme suit (stades qui se chevauchent plus ou moins) :

- Formation d'une ferrite bainitique sursaturée en carbone avec un caractère probablement displacif.
- Appauvrissement rapide en carbone de la ferrite bainitique qui s'accompagne de la formation de carbure de transition ou de cémentite.
- Enrichissement en carbone de l'austénite qui conduit à son maintien partiel lors du retour à l'ambiante.

Pour un traitement de trempe étagée sous Ms la décomposition de l'austénite suit un cheminement sensiblement similaire une fois la martensite formée au refroidissement précédant le maintien isotherme. Nous observons ainsi les stades de décomposition de l'austénite suivants :

- Formation de martensite au cours du refroidissement entre Ms et Ms-50°C.
- Formation d'une phase "isotherme" au cours du maintien à Ms-50°C associée à une diminution continue du paramètre de maille des phases formées (martensite + phase "isotherme").
- Enrichissement en carbone de l'austénite qui conduit à son maintien partiel lors du retour à l'ambiante.

Les résultats discutés dans ce chapitre apportent certaines précisions quant aux différences observées en analysant les microstructures des aciers BSC élaborés. En effet, nous connaissons maintenant précisément la répartition des fractions de phase. Les teneurs en carbone de l'austénite nous renseignent aussi sur sa stabilité thermique. La présence de martensite est également confirmée pour les traitements de trempe étagée sous Ms.

Il est maintenant nécessaire d'étudier le comportement mécanique des différentes nuances élaborées afin d'associer les différences microstructurales à d'éventuelles différences de propriétés mécaniques.

IV.5. Références bibliographiques

- [BAB'05] S. Babu, E. Specht, S. David, E. Karapetrova, P. Zschack, M.J. Peet, H. Bhadeshia, Metallurgical and Materials Transactions A, 36(12), 2005, 3281-3289.
- [BHA'82] BHADESHIA, #160, H.K.D. H., Thermodynamic analysis of isothermal transformation diagrams, Metals Society, London, ROYAUME-UNI, 1982
- [BHA'91] H. Bhadeshia, S. David, J. Vitek, R. Reed, Materials Science and Technology, 7(8), 1991, 686-698.
- [BHA'01] H. Bhadeshia, Bainite in steels Second edition, IOM Communications Ltd, London, 2001
- [BOH'08] S.M.C. Bohemen, M. Santofimia, J. Sietsma, Scripta Materialia, 58(6), 2008, 488-491.
- [BRO'09] H.-G. Brokmeier, S.B. Yi, J. Homeyer, Texture Transition in Steel ST37K, in situ Measurement at High Temperatures Using High-Energy X-rays, in Microstructure and Texture in Steels and Other Materials, A. Haldar, S. Suwas, D. Bhattacharjee (Eds.), Springer London, 2009, pp. 307-321.

- [BRU'08] F. Bruneseaux, Apport de la diffraction des rayons X à haute énergie sur l'étude des transformations de phases. Application aux alliages de titane, PhD, LSG2M, INPL, 2008
- [DYS'70] D.J. Dyson, B. Holmes, Journal of the Iron and Steel Institute, 208, 1970, 469-474.
- [GAR'08] A. Garcia-Junceda, C. Capdevila, F. Caballero, C. Deandres, Scripta Materialia, 58(2), 2008, 134-137.
- [HED'05] P. Hedström, Deformation induced martensitic transformation in metastable stainless steel AISI 301, License, Department of Applied Physics and Mechanical Engineering, Lulea University of Technology, Sweden, 2005
- [JIM'07] E. Jimenez Melero, N. Van Dijk, L. Zhao, J. Sietsma, S. Offerman, J. Wright, S. Van der Zwaag, Scripta Materialia, 56(5), 2007, 421-424.
- [KIM'09] D.H. Kim, J.G. Speer, H.S. Kim, B.C. Cooman, Metallurgical and Materials Transactions A, 40(9), 2009, 2048-2060.
- [KOI'59] D.P. Koistinen, R.E. Marburger, Acta Metallurgica, 7(1), 1959, 59-60.
- [OKA'88] M. Oka, H. Okamoto, Metallurgical and Materials Transactions A, 19(3), 1988, 447-452.
- [PAT'69] S.R. Pati, M. Cohen, Acta Metallurgica, 17(3), 1969, 189-199.
- [PAT'71] S.R. Pati, M. Cohen, Acta Metallurgica, 19(12), 1971, 1327-1332.
- [RAD'59] S.V. Radcliffe, E.C. Rollason, Journal of the Iron and Steel Institute, 191, 1959, 56-65.
- [STO'08] H.J. Stone, M.J. Peet, H.K.D.H. Bhadeshia, P.J. Withers, S.S. Babu, E.D. Specht, Proceedings of the Royal Society A, 464(2092), 2008, 1009-1027.
- [ZEN'46] C. Zener, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng., 167, 1946, 550-595.

Chapitre V : Comportement mécanique en lien avec la microstructure

V. Comportement mécanique en lien avec la microstructure

V.1. Comportement mécanique

L'étude bibliographique a révélé que les aciers bainitiques sans carbure (BSC) présentent un excellent compromis entre résistance, ductilité et formabilité. Ils montrent en particulier des allongements homogènes supérieurs aux aciers bainitiques conventionnels de haut grade grâce à un effet TRIP (Plasticité Induite par la Transformation) tout en maintenant de bonnes résistances à l'endommagement (structure lamellaire et absence de carbures). C'est pourquoi ces microstructures sont souvent qualifiées de TRIP à matrice bainitique [SUG'02, SUG'04].

Pour étudier l'impact des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques, le comportement de l'ensemble des nuances traitées en conditions isothermes à différentes températures de maintien a été étudié au moyen d'essais mécaniques. Des essais de traction uniaxiale ont permis de caractériser leur comportement aux faibles déformations (jusqu'à allongement uniforme) et des essais de cisaillement réversible ont été réalisés pour caractériser leur comportement à de plus grandes déformations. L'objectif de ce chapitre est de caractériser le comportement mécanique d'aciers bainitiques sans carbure et d'établir des relations entre propriétés mécaniques et paramètres microstructuraux sur la base des chapitres précédents.

Il est important de noter à ce stade que la phase "isotherme" identifiée dans les chapitre III et IV sera désignée comme une ferrite bainitique dans la suite de l'étude. En effet, bien que les mesures de DRXHE n'ont pas apporté de nouvelles évidences permettant d'identifier la nature de la phase "isotherme" formée au cours du maintien isotherme à $M_s-50^\circ\text{C}$, les résultats ont mis en évidence des cinétiques de transformation différentes de celles de la martensite revenue et similaires à celles de la ferrite bainitique formée à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$. De plus, les observations microstructurales ont mis en évidence certaines différences entre la martensite revenue et la phase "isotherme" en termes de distribution des carbures et de distribution des désorientations angulaires entre variants. L'ensemble de ces résultats nous conforte ainsi dans notre choix de désigner cette phase "isotherme" comme une ferrite bainitique.

Dans cette partie, nous présentons tout d'abord le comportement mécanique en traction aux faibles déformations qui sera discuté principalement en termes d'allongement uniforme et de taux d'écoulement. Dans un second temps, nous discuterons du comportement mécanique aux grandes déformations, qui a été caractérisé par l'extrapolation du comportement en traction et aussi par des essais de cisaillement. Enfin, nous nous intéresserons à la nature de l'écoulement de ces structures puis nous dresserons une synthèse de ces résultats.

V.1.1. Comportement aux faibles déformations

Des essais de traction simple ont été réalisés à vitesse de traverse constante et à température ambiante pour l'ensemble des nuances traitées en conditions isothermes. La vitesse de déformation a été estimée à $8.6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Les essais sont donc considérés comme quasi-statiques.

V.1.1.1. Comportement en traction simple

V.1.1.1.a. Courbes de traction conventionnelles et rationnelles

Une courbe de traction peut être représentée soit par des valeurs nominales (ou conventionnelles), soit par des valeurs dites « vraies » (ou rationnelles). La contrainte conventionnelle σ_{conv} est calculée par le rapport entre la force appliquée à l'éprouvette de traction, F , et la section nominale de cette dernière S_0 . L'allongement conventionnel ε_{conv} correspond à la variation relative ΔL , entre la longueur de la partie utile de l'éprouvette et sa longueur initiale L_0 . Les relations s'écrivent alors :

$$\sigma_{conv} = \frac{F}{S_0} \quad (\text{V.1})$$

$$\varepsilon_{conv} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (\text{V.2})$$

Contrairement à la courbe conventionnelle, la courbe rationnelle tient compte de la variation de section subie par l'éprouvette de traction au cours de la déformation. Les équations (V.3) et (V.4) donnent les relations permettant le calcul des contraintes et déformations rationnelles à partir des valeurs conventionnelles. Elles sont fondées sur la conservation du volume de la partie utile de l'éprouvette par déformation plastique. Ces relations ne sont valables que si la déformation de la partie utile est homogène, c'est-à-dire avant localisation de la déformation par striction diffuse pour un essai de traction. Cette striction diffuse apparaît au maximum de la courbe de traction conventionnelle (Critère de Considère discuté plus tard dans ce chapitre).

$$\sigma_{rat} = \sigma_{conv} \cdot (1 + \varepsilon_{conv}) \quad (\text{V.3})$$

$$\varepsilon_{rat} = \ln(1 + \varepsilon_{conv}) \quad (\text{V.4})$$

La figure V.1 présente les courbes de traction conventionnelles et rationnelles des différentes nuances traitées à Ms-50°C, Ms et Ms+50°C. Plusieurs essais ont été réalisés pour chaque nuance afin d'en assurer la répétabilité mais seule une courbe représentative a été tracée pour chacune des conditions. Les courbes sont aussi présentées avec les mêmes échelles afin de faciliter la comparaison. Il est nécessaire de rappeler que les essais réalisés ne sont pas standardisés. En effet, par soucis d'économie de matière, des éprouvettes de taille réduite ont été usinées

(cf. Chapitre II). Ainsi, mis à part les allongements à rupture, les limites d'élasticité, les résistances mécaniques, ainsi que les allongements uniformes pourront être comparés avec les résultats issus d'essais suivant d'autres procédures.

Le comportement d'une même nuance évolue globalement peu en fonction des différentes températures de maintien isotherme (T_m). Les niveaux d'allongements et de résistances atteints sont relativement comparables. Seule la nuance C3 échappe à ce constat car le traitement de trempé étagée à $M_s+50^\circ\text{C}$ conduit à un comportement sensiblement différent de ceux associés à une T_m plus faible, avec notamment un allongement uniforme nettement plus élevé.

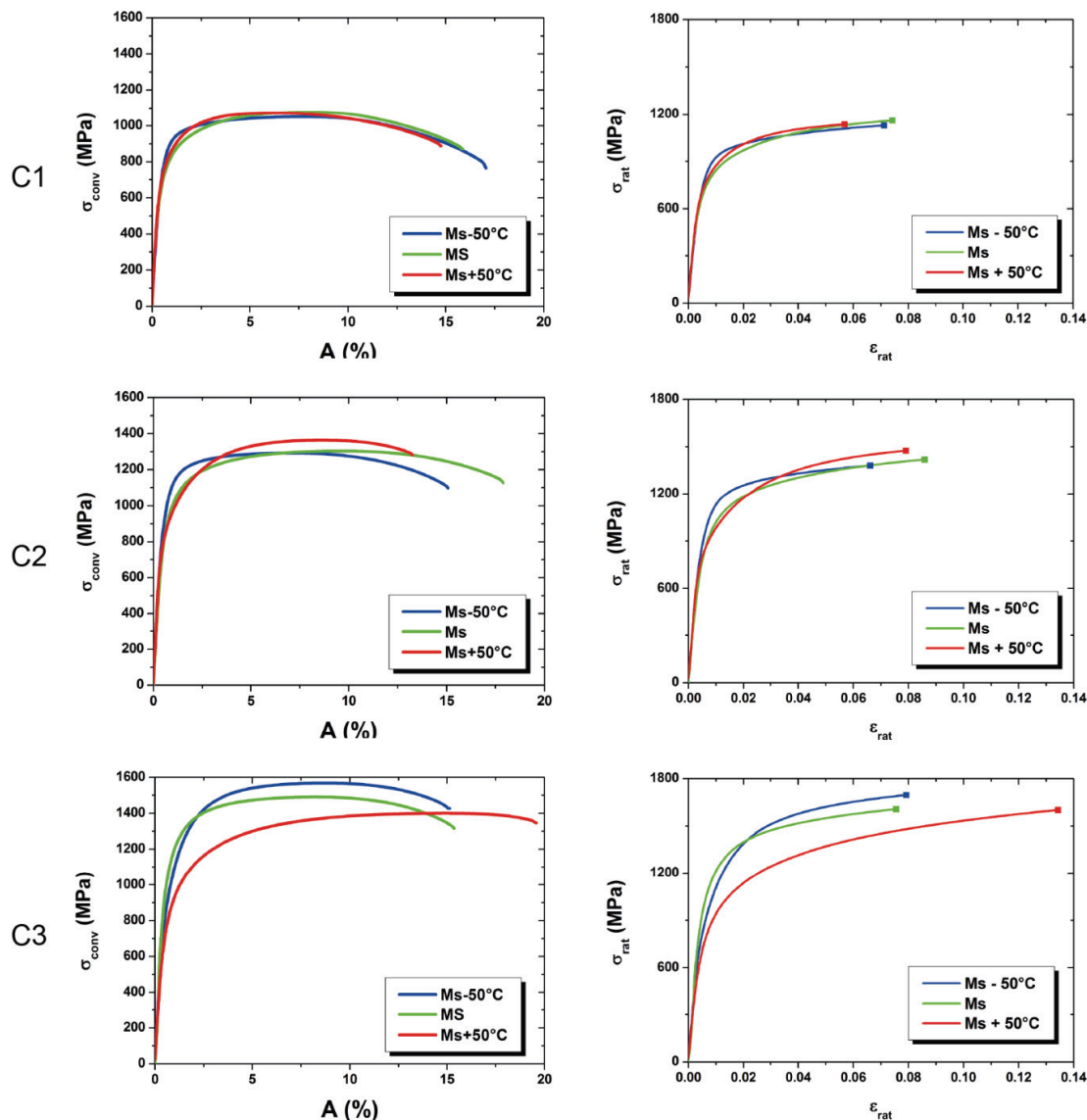


Fig. V.1 : Courbes de traction conventionnelles et rationnelles des nuances étudiées, traitées aux différentes températures de trempé étagée T_m .

V.1.1.1.b. Paramètres de traction conventionnels

Le tableau V.1 présente les valeurs de limite d'élasticité, de résistance mécanique, d'allongement uniforme et à rupture, et les mesures de réduction d'aire à rupture, réalisées sur les éprouvettes rompues obtenus pour chacun des essais précédents. La limite d'élasticité a été définie de manière conventionnelle à 0.2% d'allongement plastique ($R_{P0,2}$). La résistance mécanique R_m représente la contrainte atteinte juste avant la striction. Elle correspond ainsi à la contrainte maximale de la courbe de traction conventionnelle. L'allongement uniforme A_g a été déterminé comme la valeur de ϵ_{conv} atteinte à la contrainte σ_{conv} maximale, au moment de la striction. L'allongement A_R est la valeur de ϵ_{conv} atteinte au moment de la rupture. Le calcul de la réduction d'aire (RA) est donné par la relation (V.5). S_0 et S sont respectivement la section initiale et la section de la zone rompue :

$$RA = \frac{S_0 - S}{S_0} \cdot 100 \tag{V.5}$$

Tableau V.1 : Propriétés mécaniques de l'ensemble des nuances étudiées. La limite d'élasticité est $R_{0,2}$, la résistance mécanique est R_m , l'allongement uniforme est A_g et l'allongement à rupture est A_R , la réduction d'aire est RA.

Nuances	$R_{P0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_R (%)	RA (%)
Ms-50°C	843	1050	7.4	17.1	56,0
C1 Ms (430°C)	722	1075	7.5	15.9	49,6
Ms+50°C	748	1071	6.2	14.8	47,1
Ms-50°C	1004	1292	7.2	15.1	44,6
C2 Ms (380°C)	865	1302	8.7	17.9	38,7
Ms+50°C	854	1363	8.2	13.2	32,8
Ms-50°C	939	1567	8.1	15.2	37.5
C3 Ms (330°C)	975	1490	7.9	15.4	39.1
Ms+50°C	806	1400	14.2	19.6	32.7

Il est possible d'identifier une température unique qui conduit aux meilleurs allongements, quelle que soit la nuance considérée. En effet, cette température correspond à Ms-50°C, Ms et Ms+50°C pour les nuances C1, C2 et C3 respectivement. La température de maintien isotherme qui conduit aux meilleurs allongements est donc 380°C pour l'ensemble des nuances étudiées. Allain et al. ont

rapporté des comportements similaires pour des aciers bainitiques sans carbure plus chargés en éléments d'alliage traités par refroidissement continu [ALL'08b]. Une température de bobinage de 400°C conduit au meilleur compromis résistance – ductilité quelle que soit la nuance étudiée.

Nous remarquons encore que la teneur en carbone nominale (X_c) a un effet notable sur la résistance mécanique de ces aciers. En effet, l'augmenter de 0,1% (en masse) se traduit par une augmentation moyenne de la résistance mécanique d'environ 200 – 300 MPa. Les limites d'élasticité sont elles aussi impactées mais dans une moindre mesure (environ 50 – 150 MPa par 0,1%C à une même T_m).

Ces deux tendances notables sont conformes aux observations de Sugimoto et al. [SUG'02]. Ils reportent en particulier des allongements totaux optimums vers une température de 440°C et des variations de résistance de l'ordre de 1500-2000 MPa/%C (figure V.2) pour des différentes nuances contenant seulement 1.5% de manganèse.

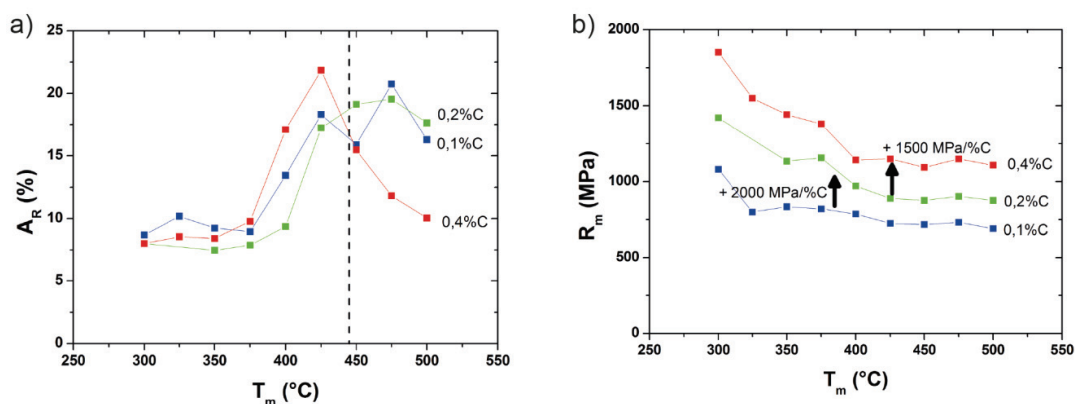


Fig. V.2 : Influence de la température de maintien isotherme dans des aciers TRIP à matrice bainitique sur : a) l'allongement à rupture et b) la résistance mécanique [SUG'02].

Les nuances C1 et C2 présentent des comportements mécaniques sensiblement proches, hormis le gain en résistance associé à l'augmentation de X_c . La limite d'élasticité est maximale pour un maintien isotherme à $M_s-50^\circ\text{C}$. Ceci est principalement dû à la présence de martensite formée avant le maintien isotherme puis revenue. Pour une même nuance, un maintien isotherme à M_s ou à $M_s+50^\circ\text{C}$ conduit à des valeurs de limite d'élasticité analogues. D'autre part, les résistances mécaniques d'une même nuance sont similaires quel que soit le traitement de trempe étagée réalisé. Seule la nuance C2 traitée en conditions isothermes à $M_s+50^\circ\text{C}$ présente une résistance mécanique plus élevée. Ce constat est cohérent aux vues des fractions de phase déterminées par diffraction des rayons X à haute énergie (DRXHE, voir chapitre IV). En effet, la nuance C2 traitée en conditions isothermes à $M_s+50^\circ\text{C}$ présente une fraction massique de martensite fraîche très élevée par rapport à celle résultant de traitement de trempe étagée à M_s ou $M_s-50^\circ\text{C}$ (plus de 30%). Cette fraction non négligeable de phase dure conduit à une augmentation de la résistance de l'acier au détriment de sa ductilité comme dans un acier Dual-Phase. Ce comportement n'est pas observé pour la nuance C1 traitée à $M_s+50^\circ\text{C}$ bien que sa fraction massique de martensite fraîche soit également

supérieure à 30%, probablement à cause d'une teneur en carbone de la martensite sensiblement plus faible.

La nuance C3 quant à elle présente des différences par rapport aux nuances C1 et C2. Sa limite d'élasticité et sa résistance mécanique évoluent de manière différente avec T_m . En effet, la limite d'élasticité est similaire pour des traitements de trempe étagée à $M_s-50^\circ\text{C}$ et M_s et elle diminue lorsque le traitement de trempe étagée est réalisé à $M_s+50^\circ\text{C}$. La résistance mécanique, quant à elle, augmente lorsque T_m diminue. Le traitement à $M_s-50^\circ\text{C}$ conduit donc à la résistance mécanique la plus élevée. Aux vues des fractions de phase déterminées par DRXHE, l'augmentation de la résistance mécanique peut être imputée à la présence de martensite revenue puisque les fractions massiques d'austénite résiduelle et de martensite fraîche sont similaires pour M_s et $M_s-50^\circ\text{C}$. *A contrario*, le minimum atteint pour une température de maintien isotherme de $M_s+50^\circ\text{C}$ peut être imputé à une fraction d'austénite résiduelle plus élevée suggérant l'occurrence d'un probable effet TRIP [SUG'02] qui sera confirmé par les expériences de DRXHE décrites ci-dessous.

En ce qui concerne les allongements, l'ensemble des nuances présente un comportement similaire. Nous avons vu qu'une température de maintien isotherme proche de 400°C conduit aux meilleurs allongements homogènes et à rupture. En effet, les allongements uniformes mesurés sont optimaux pour des températures de maintien isothermes de 380°C et 430°C . De telles températures sont associées aux fractions massiques d'austénite résiduelle les plus élevées selon la nuance considérée. La ductilité des nuances étudiées est aussi impactée par la teneur en carbone nominale de l'acier. En effet, elle augmente avec X_c . La raison est encore attribuée à la fraction massique d'austénite résiduelle qui augmente avec X_c . La figure V.3 illustre l'évolution de l'allongement uniforme en fonction de T_m . Les données issues des travaux de Sugimoto et al. (cf. chapitre II) y sont également reportées. Ces données ont été mesurées pour une nuance de composition chimique similaire à la nuance C2, mais sans additions de chrome (0.2C2.5Mn1.5Si [SUG'04]). Les allongements uniformes mesurés par Sugimoto et al. sont supérieurs à ceux mesurés pour la nuance C2 et de même ordre de grandeur que ceux de la nuance C3. Etant donné que les conditions des essais sont similaires (seule la géométrie des éprouvettes est inconnue) entre leurs travaux et les nôtres, les différences observées peuvent être attribuées à la présence de chrome dans les nuances étudiées au cours de ces travaux de thèse.

Les mesures de réduction d'aire (RA) nous donnent des informations complémentaires sur la sensibilité d'un matériau à l'endommagement (c'est une mesure de la déformation à rupture). De manière générale, nous pouvons remarquer que les valeurs de RA sont équivalentes pour les nuances C2 et C3 traitées à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$ et qu'elles diminuent lorsque X_c augmente pour l'ensemble des nuances traitées à $M_s-50^\circ\text{C}$.

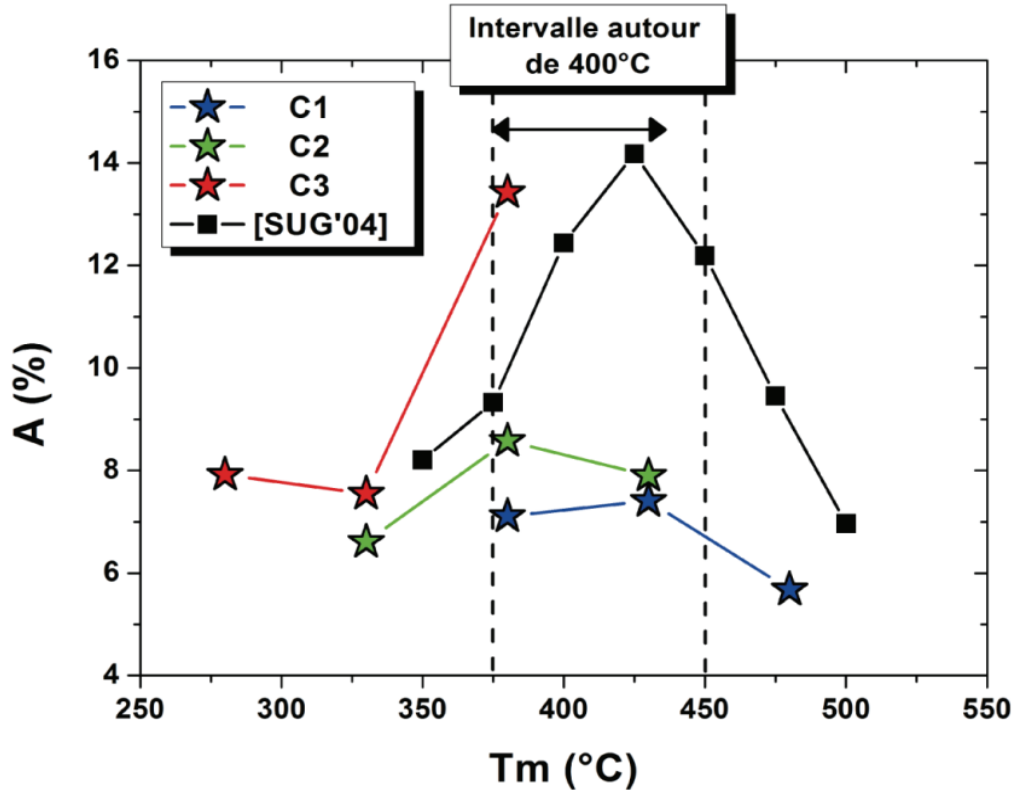


Fig. V.3 : Evolution de l'allongement uniforme avec la température de maintien isotherme et confrontation avec les données de la littérature [SUG'02].

V.1.1.2. Coefficient d'écouissage

Le coefficient d'écouissage traduit la capacité de consolidation d'un matériau par déformation plastique et détermine sa sensibilité à la localisation de la déformation, c'est-à-dire à l'apparition d'une striction diffuse en traction. C'est un paramètre de première importance en mise en forme (en particulier lors d'un emboutissage).

Un coefficient représentatif de cet écouissage n a été déterminé pour l'ensemble des nuances au sens de la relation de Ludwik [LUD'09] (équation V.6) sur les courbes de comportement vrai jusqu'à l'allongement uniforme.

$$\sigma_{rat} = \sigma_0 + K \cdot (\varepsilon_{rat})^n \quad (V.6)$$

K est une constante liée à la résistance du matériau et σ_0 est la limite d'élasticité de la nuance étudiée. La détermination du paramètre d'écouissage n revient à déterminer la pente de la droite $\ln(\sigma_{rat} - \sigma_0) = n \cdot \ln(\varepsilon_{rat}) + K$. Généralement, il est nécessaire de choisir un décalage en déformation définissant le domaine dans lequel est réalisé l'ajustement, car ce type de relation polynomiale empirique est peu adapté pour la description des premiers stades de plasticité. Dans notre cas, un décalage de 4% semble être le choix le plus judicieux. Le domaine d'ajustement de la loi de

Ludwik est donc $[4\%, \varepsilon_{rat}(A_g)]$. Le tableau V.2 donne les coefficients d'écroissage déterminés par la relation de Ludwik.

Tableau V.2 : Coefficients d'écroissage n des nuances étudiées traitées aux différentes T_m , calculés pour entre 4% de déformation vraie et la fin de l'allongement homogène.

Nuances	n		
	Ms-50°C	Ms	Ms+50°C
C1	0.36	0.31	0.24
C2	0.29	0.31	0.32
C3	0.25	0.24	0.36

Les nuances présentent des coefficients d'écroissage élevés ($0.24 < n < 0.36$), et le maximum, pour une nuance donnée, est obtenu pour un traitement de trempe étagée proche de 400°C. Nous pouvons encore remarquer que la nuance C2 ne présente pas de grande disparité dans les coefficients d'écroissage ($0.29 < n < 0.32$), au contraire des nuances C1 et C3 qui présentent un écart significatif entre les traitements proches de 400°C et ceux qui en sont éloignés. Ce constat est cohérent avec l'augmentation de l'allongement uniforme lorsque le traitement est réalisé proche des 400°C.

La figure V.4 résume de manière schématique les résultats obtenus pour le comportement mécanique aux faibles déformations. Elle représente l'évolution de l'allongement uniforme ainsi que du coefficient d'écroissage n en fonction de la température de trempe étagée. La zone de température proche de 400°C est illustrée pour mettre l'accent sur l'amélioration de ces propriétés mécaniques lorsque le traitement de trempe étagée est réalisé dans cette gamme de température. Nous pouvons également observer l'exceptionnel comportement de la nuance C3 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C.

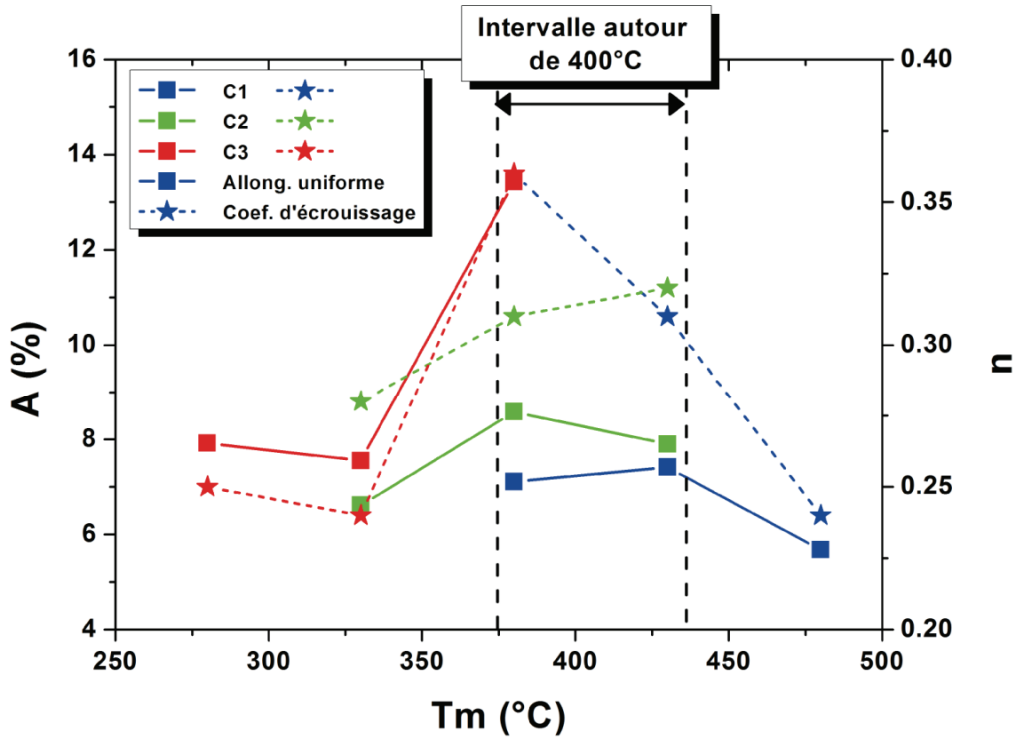


Fig. V.4 : Influence de la température de maintien isotherme sur le comportement mécanique aux faibles déformations (jusqu'à allongement uniforme).

Pour aller plus loin dans cette description phénoménologique de l'érouissage, le taux d'érouissage instantané a également été déterminé par la relation (V.7). Il traduit l'évolution de l'érouissage au cours de la déformation homogène avant striction diffuse. La détermination expérimentale de cette fonction a nécessité un lissage numérique au moyen d'une moyenne mobile. Pour faciliter la compréhension, nous nous référerons au taux d'érouissage instantané pour la relation (V.7) et au coefficient d'érouissage pour la relation de Ludwik (V.6).

$$n(\epsilon_{rat}) = \frac{d(\ln \sigma_{rat})}{d(\ln \epsilon_{rat})} = \frac{\epsilon_{rat}}{\sigma_{rat}} \cdot \frac{d\sigma_{rat}}{d\epsilon_{rat}} \quad (V.7)$$

La figure V.5 présente l'évolution du taux d'érouissage instantané au cours de la déformation pour l'ensemble des nuances étudiées. Ces évolutions nous renseignent sur l'aptitude du matériau à se déformer de manière homogène avant la striction. Il prend des valeurs élevées dans les premiers instants de la déformation, puis décroît rapidement pour atteindre des valeurs généralement comprises entre 0 et 0.5. La droite permettant de vérifier le critère de Considère, $n(\epsilon) = \epsilon$, a été tracée sur la figure. Le critère de Considère est le critère d'apparition de la striction diffuse lors d'essais de traction quasi-statiques [CON'85]. L'intersection de cette droite et de la courbe d'érouissage instantané définit alors la déformation rationnelle de fin de déformation homogène.

Les évolutions du taux d'érouissage peuvent être réparties en deux catégories :

- D'une part, la nuance C1 traitée en conditions isothermes à Ms et Ms+50°C et la nuance C2 traitée à Ms+50°C présentent une décroissance continue de leur taux d'écroissage instantané jusqu'à allongement uniforme. Ce comportement typique d'aciers composite Dual Phase ferrito-martensitique peut être attribué aux fractions massiques de martensite fraîche très élevées de ces nuances. Les pentes semblent diminuer en regard des fractions massiques de martensite fraîche de ces nuances et tendre ainsi vers un comportement d'acier bainitique ou martensitique revenu.
- D'autre part, les autres nuances présentent une évolution plus complexe avec une rupture de pente dans l'évolution de leur taux d'écroissage instantané. Celui-ci diminue dans un premier temps rapidement puis la décroissance devient très lente jusqu'à allongement uniforme. Ce type d'évolution se distingue très clairement d'un comportement de type bainito-martensitique et suggère l'existence d'un mécanisme de durcissement composite dynamique comme dans le cas des aciers TRIP. Pour confirmer l'existence d'un tel mécanisme de durcissement, nous avons réalisé des essais de traction in-situ.

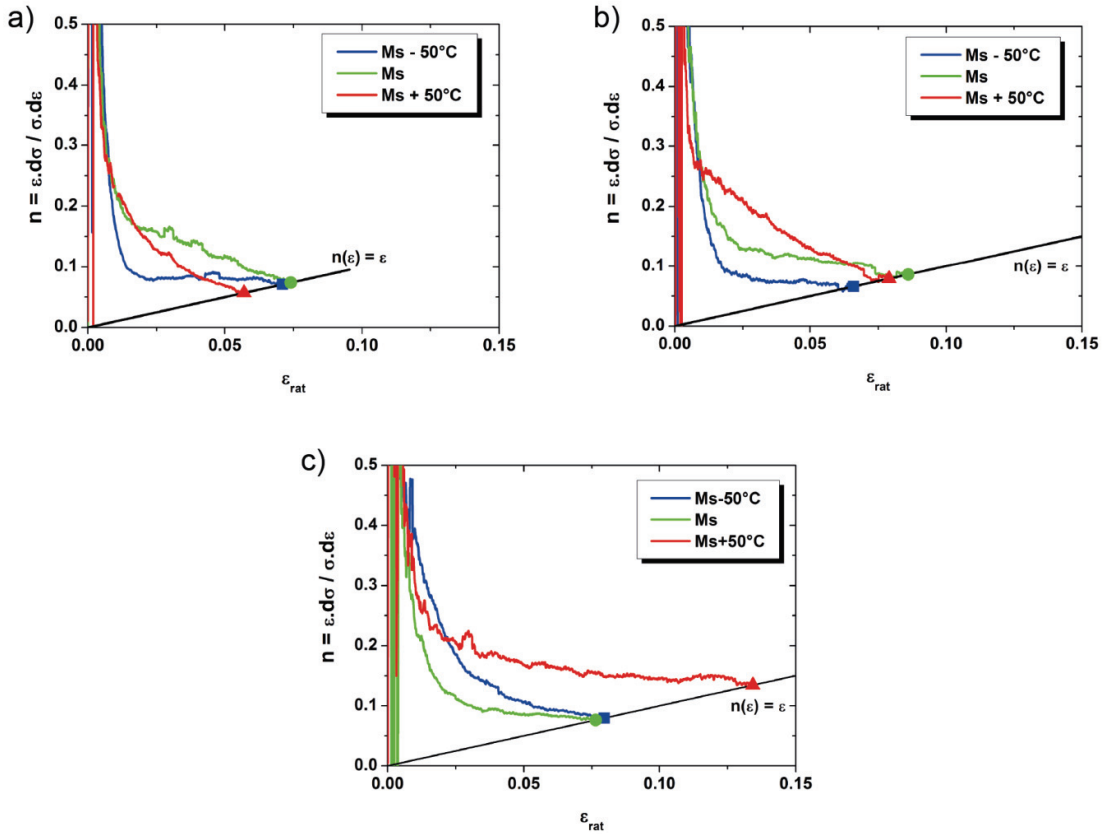


Fig. V.5 : Evolution du taux d'écroissage au cours de la déformation pour les nuances : a) C1, b) C2 et c) C3.

V.1.1.3. Observations *in situ* du comportement en traction par rayonnement synchrotron

Lors de la campagne de caractérisation de la transformation bainitique en conditions isothermes réalisée à l'ESRF, des mesures *in situ* ont été réalisées au cours d'essais de traction uniaxiale pour vérifier l'existence d'une transformation de l'austénite résiduelle en martensite dans les nuances étudiées et donc d'un potentiel effet TRIP. Les essais ont été réalisés à température ambiante et à vitesse de traverse constante pour une vitesse de déformation de 1.10^{-4} s^{-1} . Les éprouvettes de traction ont été usinées dans les nuances élaborées par ArcelorMittal (traitement thermique par bain de sels). Les essais n'ont pu être exploités que dans le domaine de déformation homogène car la striction est apparue en dehors du volume analysé.

Les évolutions de la fraction massique d'austénite résiduelle au cours de la déformation ont montré un effet TRIP uniquement pour la nuance C3 traitée en conditions isothermes à $M_s+50^\circ\text{C}$. En effet, nous observons sur la figure V.6 une diminution significative et progressive de la fraction massique d'austénite résiduelle au cours de la déformation jusqu'à l'allongement uniforme. L'évolution de la contrainte conventionnelle y est également représentée. Les courbes sont tracées en fonction du temps car l'absence d'extensomètre empêche la détermination rigoureuse de la déformation. Des mesures *post mortem* dans la zone de striction ont révélé une fraction massique d'austénite résiduelle proche de 2,5%.

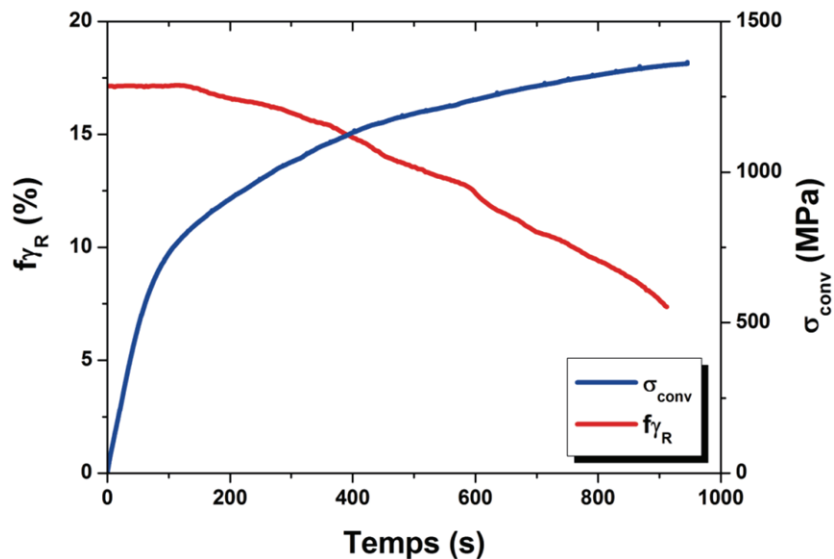


Fig. V.6 : Evolution de la fraction massique d'austénite résiduelle et de la contrainte conventionnelle mesurée *in situ* au cours d'un essai de traction.

V.1.2. Comportement aux grandes déformations

Dans cette section, nous proposons de comparer les résultats de plusieurs méthodes d'estimation du comportement aux grandes déformations de nos microstructures (essais de traction et de cisaillement). L'étude de ce domaine est aussi importante

d'un point de vue technologique car il correspond aux domaines de sollicitations des structures lors de crash par exemple ou d'opérations de mise en œuvre sévères.

V.1.2.1. Propriétés à rupture : extrapolation des propriétés de traction

Pour accéder au comportement mécanique aux grandes déformations d'un matériau, l'essai de traction conventionnel n'est pas le plus adapté car les niveaux de déformation accessibles avant striction sont faibles en regard des déformations à rupture et les allongements *post* homogènes difficilement exploitables pour déterminer son comportement vrai. D'autres types d'essais sont plus adaptés pour étudier ce comportement, comme le cisaillement, les essais de compression, ou encore le gonflement hydraulique ("bulge test" en anglais) mais nécessitent des équipements moins disponibles qu'une machine de traction conventionnelle ou des éprouvettes de grandes dimensions.

Toutefois, différentes extrapolations peuvent être réalisées à partir des données de traction *post* allongements homogènes sous certaines hypothèses et sous réserve de mesure *post mortem*, comme la mesure de la réduction d'aire.

Nous avons choisi de prolonger nos courbes de traction par une extrapolation linéaire à partir de l'allongement homogène jusqu'à la rupture. Dans ce cas, la contrainte à rupture est estimée grâce à l'enregistrement de la contrainte conventionnelle au moment de la rupture. La contrainte vraie à rupture $\sigma_{Rupture}$ est ensuite calculée connaissant la déformation vraie à rupture $\varepsilon_{Rupture}$ (équation V.9 : σ_{max} est la contrainte conventionnelle mesurée à rupture).

$$\varepsilon_{Rupture} = \ln\left(\frac{1}{1-RA}\right) \quad (V.8)$$

$$\sigma_{Rupture} = \frac{\sigma_{max}}{1-RA} \quad (V.9)$$

Le défaut de cette méthode est d'induire une discontinuité du taux d'érouissage au niveau de l'allongement homogène et est sensible à la mesure de *RA*, donc soumise aux incertitudes expérimentales liées à cette mesure. L'incertitude relative de la mesure de la contrainte à rupture peut s'écrire :

$$\left[\frac{\Delta\sigma_{rupture}}{\sigma_{rupture}} \right] = \left[\frac{\Delta\sigma_{max}}{\sigma_{max}} \right] + \frac{RA}{(1-RA)} \left[\frac{\Delta RA}{RA} \right] \quad (V.10)$$

Dans le cas de notre étude où les valeurs de *RA* sont inférieures pour la plupart à 50%, la situation reste favorable, c'est-à-dire qu'une incertitude relative de 5% de *RA* entrainera une incertitude relative de moins de 5% sur la contrainte à rupture.

Cette première méthode d'extrapolation conduit à des approximations plus réalistes qu'une approche simplifiée de type Bridgman qui consisterait à maintenir le taux

d'écroissage constant à partir de la déformation homogène. Cette extrapolation linéaire de la contrainte en traction, à partir de la fin de la déformation homogène est décrite analytiquement par l'équation V.11 : σ_B est la contrainte de Bridgman, σ_C et ε_C correspondent à la contrainte et à la déformation définies par le critère de Considère [BRI'52] [CHO'08]. La déformation vraie à rupture $\varepsilon_{Rupture}$ reste calculée par la mesure de réduction d'aire (équation (V.8)).

$$\sigma_B = \sigma_C \cdot [1 + (\varepsilon_{Rupture} - \varepsilon_C)] \quad (V.11)$$

En effet, cette dernière approche présuppose un maintien du taux d'écroissage aux grandes déformations qui est rarement observé expérimentalement et conduit généralement donc à une surestimation des contraintes à rupture. Le tableau V.3 donne les valeurs vraies de déformation et de contrainte à rupture déterminées par les deux méthodes (Bridgman et mesures à rupture).

Comme attendu, nous pouvons remarquer que l'extrapolation de type Bridgman donne systématiquement des valeurs de contrainte à rupture plus élevée que celles déterminées par la mesure du *RA*. Nous retiendrons donc dans la suite de la discussion les valeurs déterminées par les mesures à rupture pour caractériser l'ensemble des nuances étudiées. La figure V.7 présente les courbes de traction rationnelles extrapolées aux grandes déformations selon cette dernière méthode.

Tableau V.3 : Valeurs de contrainte et de déformation à rupture déterminées par l'extrapolation de Bridgman et par les mesures des réductions d'aire.

Nuance	$\varepsilon_{Rupture}$	σ_B (MPa)	$\sigma_{Rupture}$ (MPa)
Ms-50°C	0.82	1973	1735
C1 Ms (430°C)	0.69	1866	1729
Ms+50°C	0.64	1792	1680
Ms-50°C	0.59	2105	1982
C2 Ms (380°C)	0.49	1992	1838
Ms+50°C	0.40	1945	1906
Ms-50°C	0.47	2359	2283
C3 Ms (330°C)	0.50	2282	2160
Ms+50°C	0.40	2021	2001

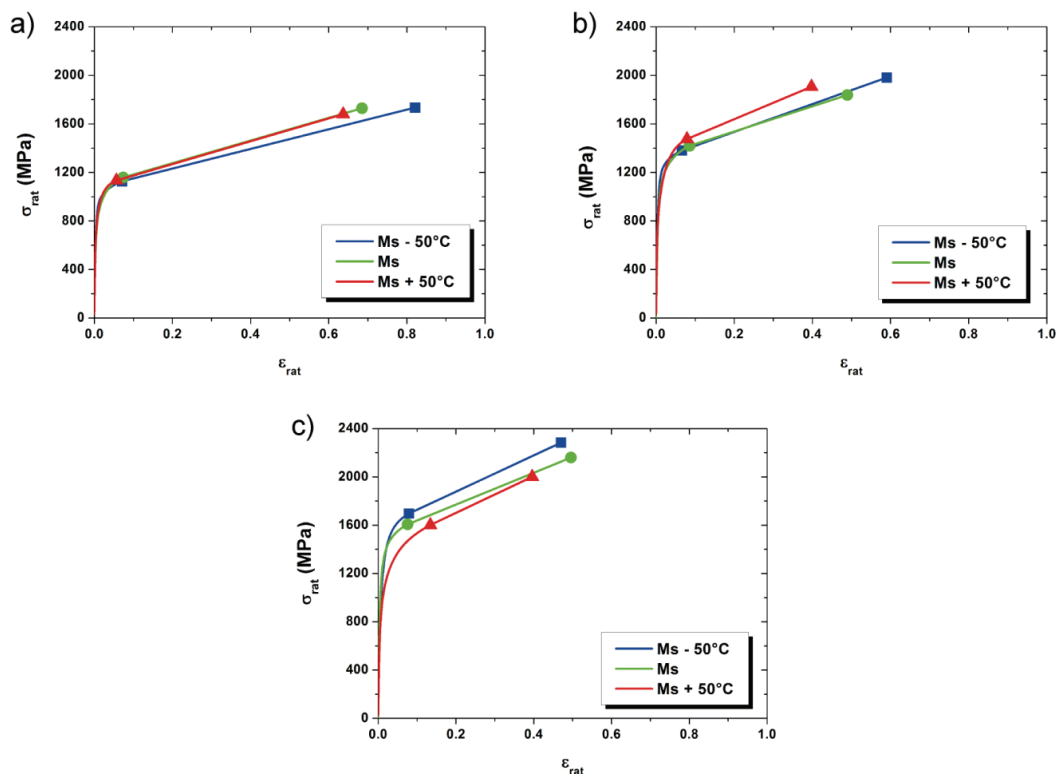


Fig. V.7 : Courbes de traction rationnelles extrapolées aux grandes déformations par la mesure de la réduction d'aire. a) C1, b) C2 et c) C3.

Les propriétés à rupture des nuances étudiées sont très prometteuses. En effet, les niveaux de contrainte et de déformation à rupture atteints sont très élevés, pouvant dépasser 2 GPa après 40 % de déformation. Cette étude révèle que leurs taux d'écouissage restent très élevés même après striction (supérieur à 850 MPa quelle que soit la nuance). Ce taux est bien supérieur à celui d'aciers ferrito-perlitiques conventionnels par exemple (environ 300 MPa après 50% de déformation équivalente [ALL'10], figure V.8). D'après notre étude, ce taux d'écouissage post-homogène augmente légèrement avec la concentration en carbone nominale et dans une moindre mesure avec la température de maintien isotherme.

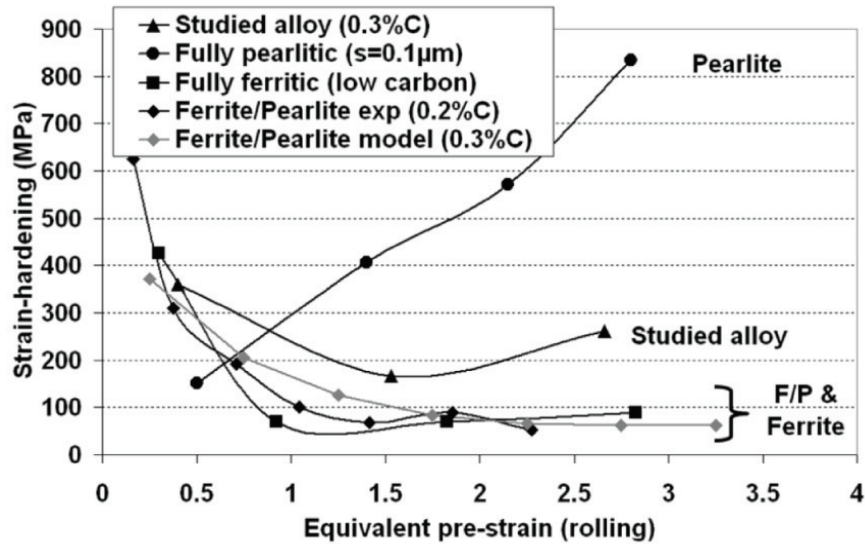


Fig. V.8 : Evolution du taux d'érouissage d'aciers conventionnels en fonction de la déformation équivalente par laminage [ALL'10].

V.1.2.2. Comportement en cisaillement monotone

Afin de valider notre méthodologie d'extrapolation du comportement aux grandes déformations sur la base des mesures de RA , des essais de cisaillement monotone à rupture ont été réalisés car ce mode de chargement non localisant permet de déterminer le comportement d'un matériau au-delà de son allongement uniforme en traction.

Les essais de cisaillement n'ont été réalisés que sur la nuance C3 pour chaque température de maintien isotherme. Deux essais de cisaillement monotone ont été réalisés et les essais se sont montrés reproductibles. .

La figure V.9 présente les courbes de cisaillement monotone pour l'ensemble des traitements de trempe étagée. Les données mesurées lors de l'essai correspondent aux composantes ϵ_{12} et σ_{12} des tenseurs de déformation et de contrainte (les essais sont réalisés dans le sens de laminage DL). Comme attendu, les niveaux de déformation atteints avant déchirure sont plus élevés que ceux obtenus en traction uniaxiale (environ 18% contre environ 10 en traction uniaxiale). Les comportements associés au traitement de trempe étagée à $Ms-50^{\circ}C$ et Ms sont similaires hormis une saturation plus rapide de la contrainte pour le traitement à Ms . Le traitement à $Ms+50^{\circ}C$, quant à lui, montre un comportement différent au cours de la déformation plastique (limite d'élasticité plus faible et comportement non saturant).

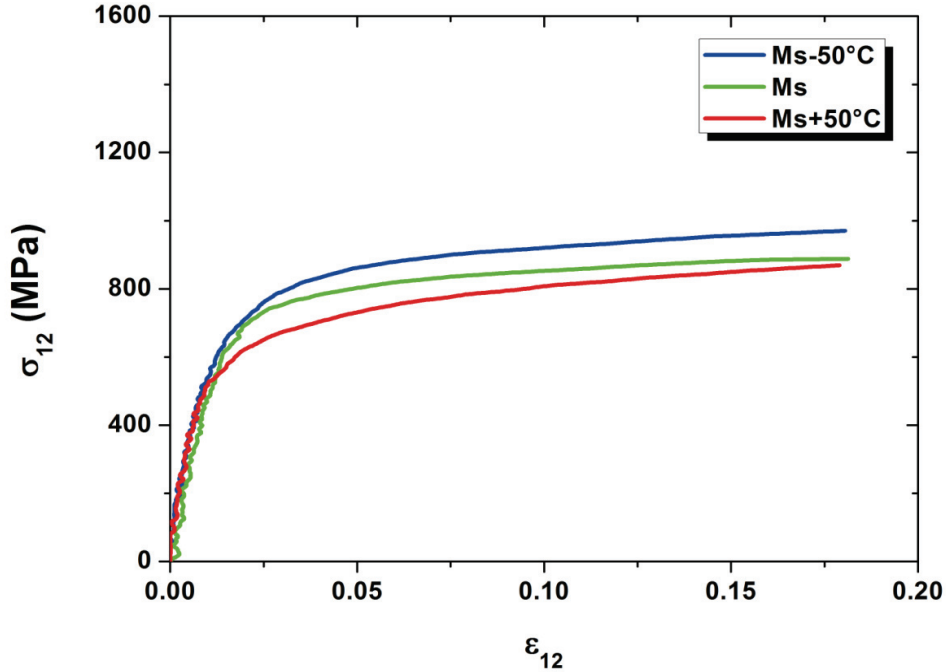


Fig. V.9 : Courbes de cisaillement monotone de la nuance C3 pour l'ensemble des traitements de trempe étagée.

La figure V.10 compare les courbes de cisaillement monotone avec les courbes de tractions uniaxiales extrapolées par la mesure des déformations et contraintes à rupture.

L'extrapolation du comportement en traction aux grandes déformations semble être surestimée puisque la courbe de traction extrapolée dévie rapidement de la réponse en cisaillement dès l'apparition de la striction. Seul le traitement de trempe étagée à Ms+50°C présente une bonne concordance entre le comportement extrapolé en traction et le comportement équivalent en cisaillement, mais il faut nuancer ce constat car la courbe obtenue lors de l'essai de cisaillement dépasse à peine le domaine de déformation homogène mesuré lors de l'essai de traction.

Nous pensons que cette divergence s'explique par une surestimation des mesures de RA, en tout cas soumises à une incertitude estimée à $\pm 5\%$. Nous avons donc recalculé les déformations et contraintes à rupture en fonction des mesures de RA à $\pm 5\%$. Les extrapolations du comportement en traction sont alors en adéquation avec le comportement équivalent en cisaillement pour des valeurs de RA - 5%, sauf pour le traitement à Ms+50°C où la mesure expérimentale du RA est en concordance avec le comportement équivalent en cisaillement. La figure V.11 illustre la confrontation entre ces comportements aux grandes déformations. Le tableau V.4 rapporte les valeurs finales ainsi retenues des déformations et contraintes à rupture pour la nuance C3.

Tableau V.4 : Valeurs de contrainte et de déformation à rupture corrigées

Nuance	$\epsilon_{Rupture}$	$\sigma_{Rupture}$ (MPa)
Ms-50°C	0,39	2113
C3 Ms (330°C)	0,42	1997
Ms+50°C	0,39	1995

Les conclusions de cette analyse du comportement aux grandes déformations des aciers de l'étude sont les suivantes :

- Les extrapolations du comportement aux grandes déformations à partir de la mesure de RA sont fiables contrairement à une analyse de type Bridgman et permettent une meilleure estimation du taux d'écroissage (pour des RA inférieurs à 50%). Dans le cas de l'étude, les valeurs de RA mesurées expérimentalement ont conduit à une erreur de l'ordre de 5% de la valeur de contrainte à rupture sur la base de comparaison avec des essais de cisaillement.
- Les nuances étudiées présentent des niveaux de contrainte et de déformation à rupture très élevés, pouvant dépasser 2 GPa après 40 % de déformation grâce à un taux d'écroissage fort maintenu y compris après l'allongement homogène. Ces valeurs sont même comparables à celles obtenues sur des aciers austénitiques FeMnC TWIP par exemple [BOU'11].

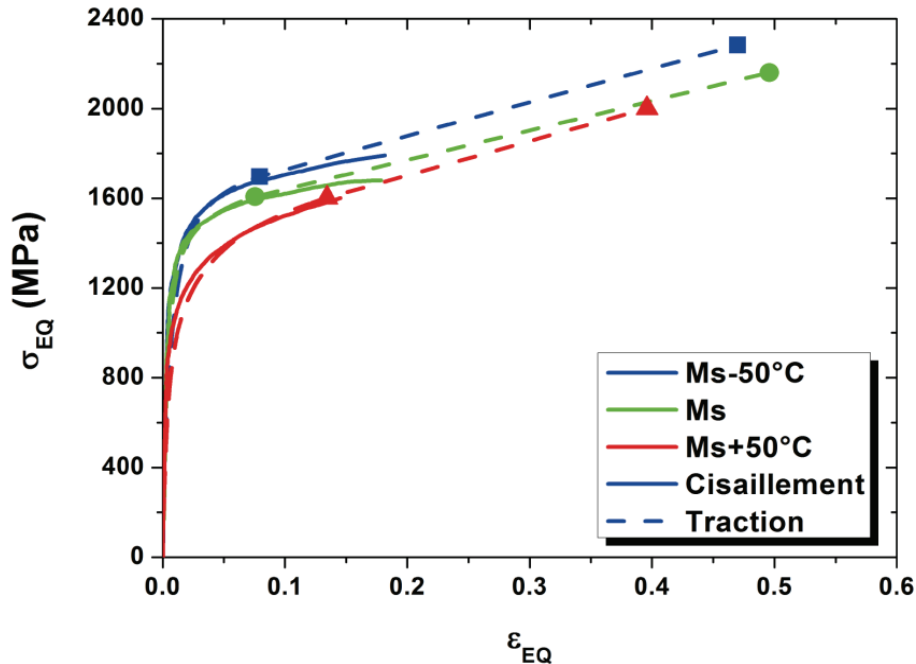


Fig. V.10 : Courbes de contrainte équivalente – déformation équivalente en cisaillement monotone et en traction simple extrapolée à rupture

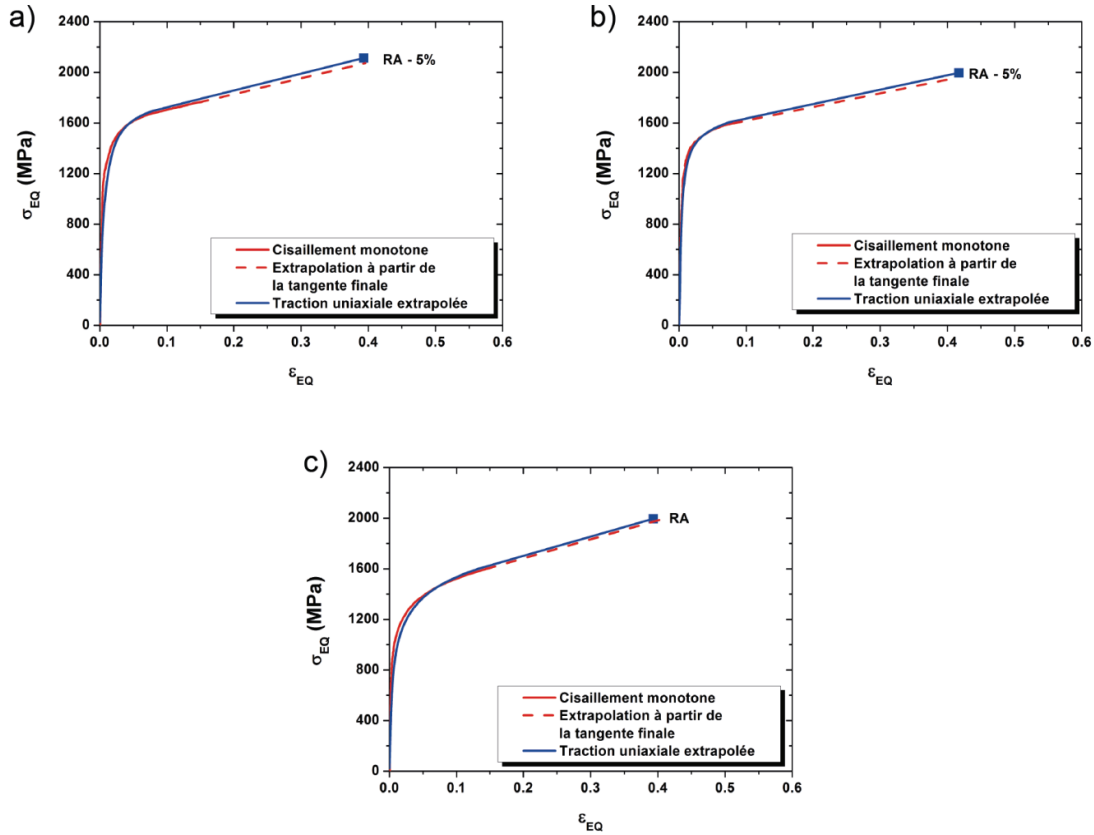


Fig. V.11 : Comparaison entre le comportement en cisaillement monotone et le comportement en traction extrapolé par les mesures à rupture à $\pm 5\%$.

V.1.3. Caractérisation de la nature de l'écroissage et effet Bauschinger

Dans cette partie, nous nous intéressons à la nature de l'écroissage de ces nuances, c'est-à-dire à l'estimation de leurs composantes isotropes et cinématiques. Ces deux contributions ont des origines physiques et microstructurales différentes et sont révélées lors de changement de trajet de chargement de type Bauschinger (cisaillement réversé ou traction-compression parmi les plus connus)

La composante isotrope est liée à un processus de plasticité dissipatif. D'une manière très générale, dans le cadre de la théorie classique de l'écroissage, elle est due à l'accumulation de débris de dislocations lors de déformation plastique, dits dislocations statistiquement stockées. Son évolution est donc un processus cumulatif et est donc associée à celle de la densité de dislocations au cours de la déformation quel que soit le trajet de chargement.

A *contrario*, la composante cinématique correspond à une énergie (élastique) stockée lors de la déformation plastique qui peut être remobilisée en cas de changement de trajet de déformation, en particulier lors d'un trajet dit Bauschinger. Les origines de cette contribution sont multiples, et correspondent dans la plupart des cas au stockage de dislocations géométriquement nécessaires stockées sur les

hétérogénéités microstructurales (défauts, précipités, inclusions, joints de grains, particules dures, ...) lors de la déformation plastique [SIN'06, BOU'08]. Les empilements de dislocations mobiles en sont un exemple et induisent de fortes contraintes d'origine élastique et à longue distance. En effet, lors du chargement aller d'un essai de cisaillement réversible, le mouvement des dislocations mobiles peut être bloqué par des défauts de la microstructure, créant ainsi un empilement de dislocations qui induit des contraintes locales qui diminuent la contrainte effective sur les dislocations mobiles lors du trajet aller mais qui facilitent alors leur mouvement lors du trajet retour. De nouvelles dislocations de signe opposé sont également créées lors du trajet inverse et peuvent aussi conduire à des annihilations mutuelles.

Ces multiples phénomènes se traduisent par une diminution de la contrainte d'écoulement pour le trajet retour et donc par une diminution de la limite d'élasticité. Cette diminution de la limite d'élasticité résultante est connue sous le nom d'effet Bauschinger [BAU'81] et correspond au double de l'intensité de la composante cinématique pour un niveau de pré-déformation donnée. La détermination des contributions isotrope et cinématique se déduit directement des courbes de cisaillement reversé après différents niveaux de pré-déformation. La méthode de détermination est représentée schématiquement sur la figure V.12.

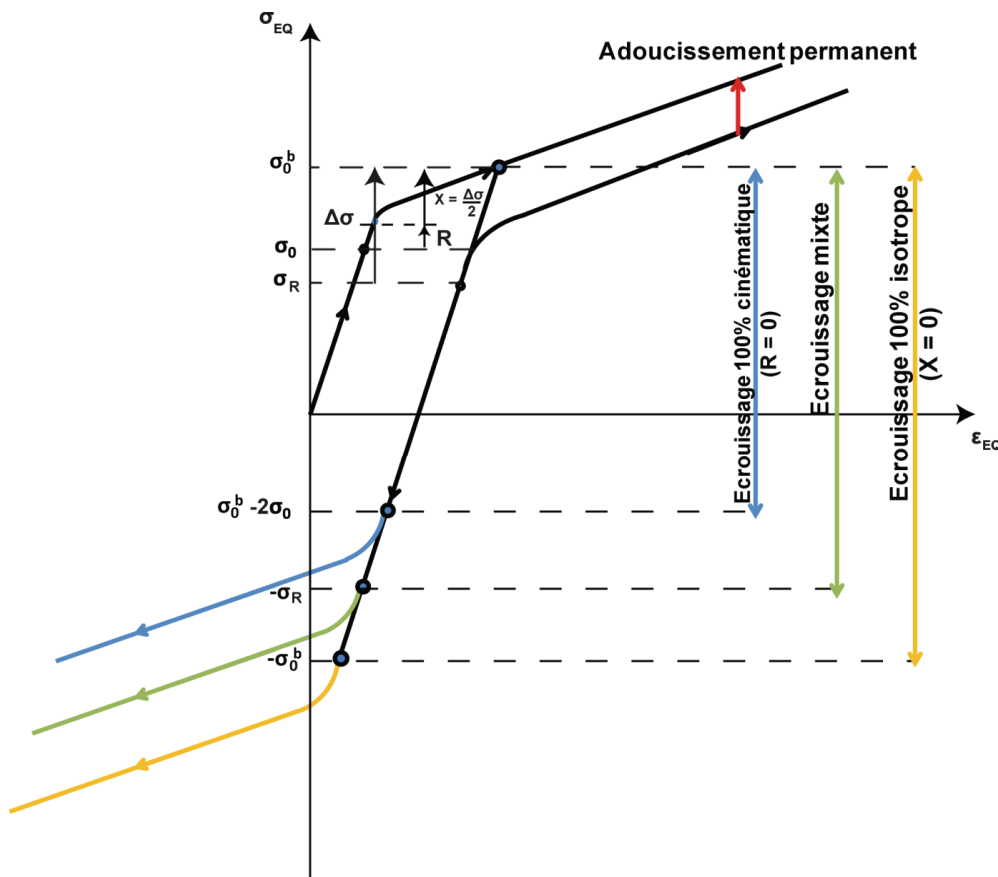


Fig. V.12 : Méthode de détermination des différentes contributions de l'écrouissage lors d'un essai de cisaillement réversible [BAR'08]. Pour un écrouissage purement isotrope, la valeur absolue de la limite d'élasticité lors du trajet retour est égale à la valeur initiale σ_0^b obtenue à la fin trajet aller.

Plusieurs essais de cisaillement réversible sur la nuance C3 à différentes températures de maintien isotherme ont été réalisés pour différentes pré-déformations lors du trajet aller. Ce type d'essai permet de caractériser les différentes composantes de l'écroissage, à savoir l'écroissage isotrope (R) et l'écroissage cinématique (X). La figure V.13 présente les courbes de cisaillement réversible pour différentes pré-déformations en fonction de la déformation et de la contrainte équivalente. Ces déformations et contraintes équivalentes ont été calculées à partir des données de cisaillement selon la procédure détaillée ci-dessus (équations II.1 et II.2)

La courbe de cisaillement monotone est également représentée. Afin de comparer les effets du changement de trajet sur l'écroissage, nous avons également tracé les courbes de cisaillement réversible en fonction des déformations cumulées et normes de la contrainte (figure V.14).

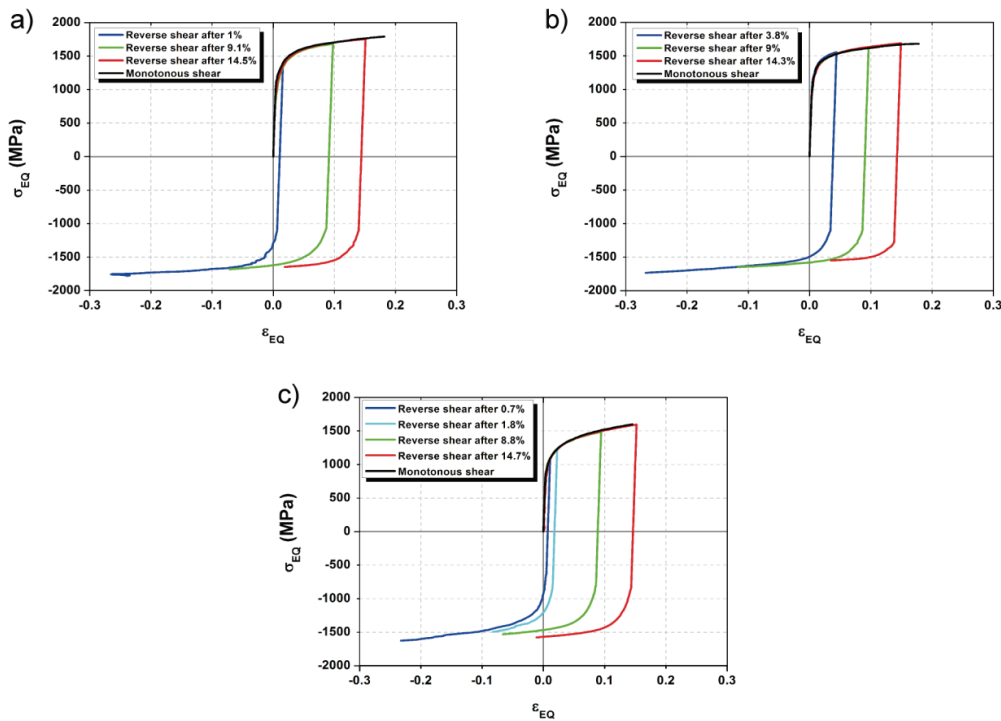


Fig. V.13 : Courbes de cisaillement réversible pour différentes pré-déformations obtenues pour la nuance C3 à a) $M_s-50^\circ\text{C}$, b) M_s et c) $M_s+50^\circ\text{C}$.

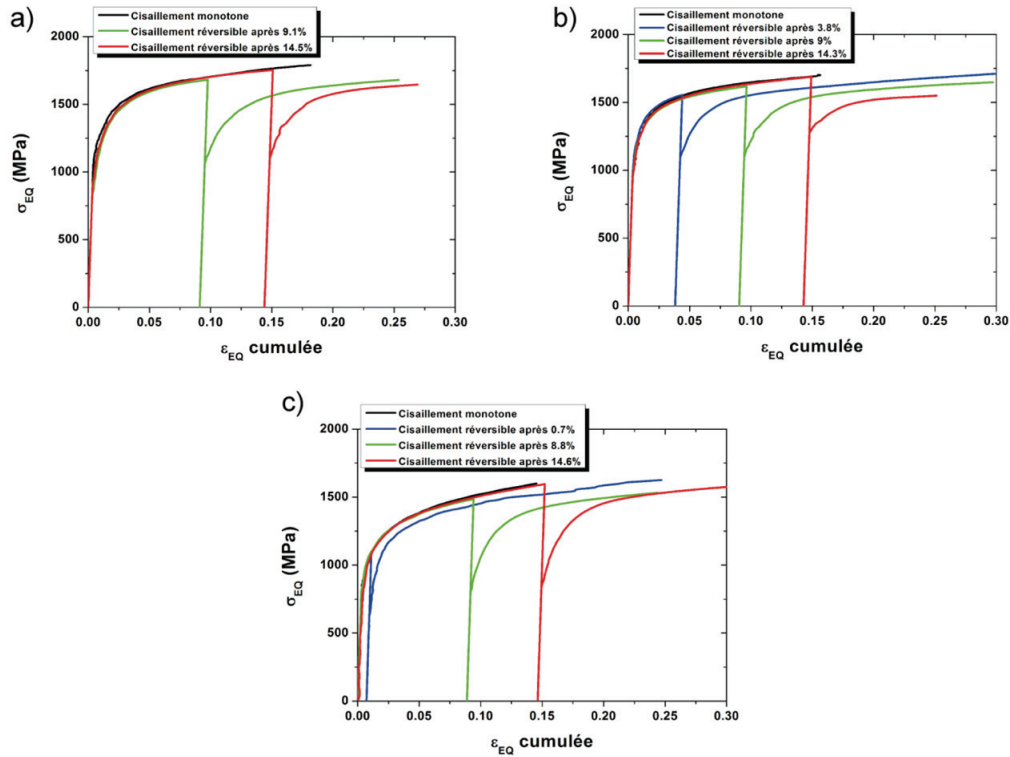


Fig. V.14 : Comportement mécanique sur le trajet retour pour différentes pré-déformations. Valeur absolue de la contrainte en fonction de la déformation cumulée pour : a) Ms-50°C, b) Ms et c) Ms+50°C.

L'exploitation de ces courbes a permis de quantifier les écrouissages isotropes et cinématiques pour les trois aciers. Les limites d'élasticité lors du trajet retour ont été déterminées avec différentes valeurs de déformation plastique $\varepsilon_p = 0,1\%$, $0,2\%$, $0,5\%$ et 1% (« offset »). Des différences significatives sur les valeurs d'écrouissage cinématique ont été observées en fonction du choix de ε_p . En effet, il existe un écart de plus de 100 MPa ($\approx 35\%$) entre les écrouissages cinématiques déterminés pour $\varepsilon_p = 0,2\%$ et $\varepsilon_p = 1\%$, alors qu'il n'est que de 10 MPa ($\approx 2,5\%$) entre $\varepsilon_p = 0,1\%$ et $\varepsilon_p = 0,2\%$ et de 25 MPa ($\approx 6\%$) entre $\varepsilon_p = 0,2\%$ et $\varepsilon_p = 0,5\%$. Ce comportement a déjà été rapporté par Aouafi et al. dans le cadre de ses travaux de thèse et dans [AOU'07].

Dans la suite de ces travaux, une valeur de $0,2\%$ a été justifiée par les faibles écarts observés entre $\varepsilon_p = 0,1\%$, $0,2\%$ et $0,5\%$ et est la valeur traditionnellement retenue par les auteurs de la littérature. La figure V.15 illustre les évolutions des écrouissages cinématiques (V.15a) et isotropes (V.15b) au cours de la déformation plastique déterminées pour $\varepsilon_p = 0,2\%$ pour les trois conditions de transformation.

De manière générale, nous pouvons observer que l'écrouissage cinématique augmente au cours de la déformation plastique. L'écrouissage cinématique associé au traitement de trempe étagée à Ms-50°C montre une forte augmentation jusqu'à 9% de déformation. Au-delà, il commence à saturer. Dans le cas d'un traitement de trempe étagée à Ms, l'évolution de l'écrouissage cinématique est différente. En effet, une forte augmentation est observée aux faibles déformations seulement (environ 4%). L'écrouissage cinématique semble ensuite saturer autour d'une valeur proche de 200 MPa. Ce comportement est le plus classique pour un acier ; le fait que X ne

sature pas pour un traitement de trempe étagée à Ms+50°C est plus intéressant et original, et confirme l'activité d'un mécanisme de durcissement dynamique comme l'effet TRIP.

Les évolutions de l'écroissage isotrope au cours de la déformation plastique sont similaires quelle que soit la température de maintien isotherme considérée. En effet, l'écroissage isotrope augmente de manière quasi-linéaire avec la déformation plastique. Il traduit le comportement de l'écroissage de la matrice [BOU'08] (ferrite bainitique pour un traitement de trempe étagée à Ms et Ms+50°C, et martensite revenue pour un traitement de trempe étagée à Ms-50°C). Nous observons d'ailleurs un écroissage isotrope légèrement supérieur pour le traitement à Ms-50°C par rapport aux traitements à Ms et Ms+50°C qui sont équivalents.

Ainsi, la conclusion principale de cette étude est que les différences observées dans les comportements mécaniques pour les traitements de trempe étagée différents s'expliquent par des intensités différentes d'écroissage cinématique. Le traitement à Ms-50°C et à Ms présentent des écroissages isotropes comparables, mais l'intensité du durcissement cinématique dans le cas Ms+50°C permet d'atteindre un taux d'écroissage macroscopique bien supérieur et donc d'atteindre des allongements homogènes plus importants en vertu du critère de Considère.

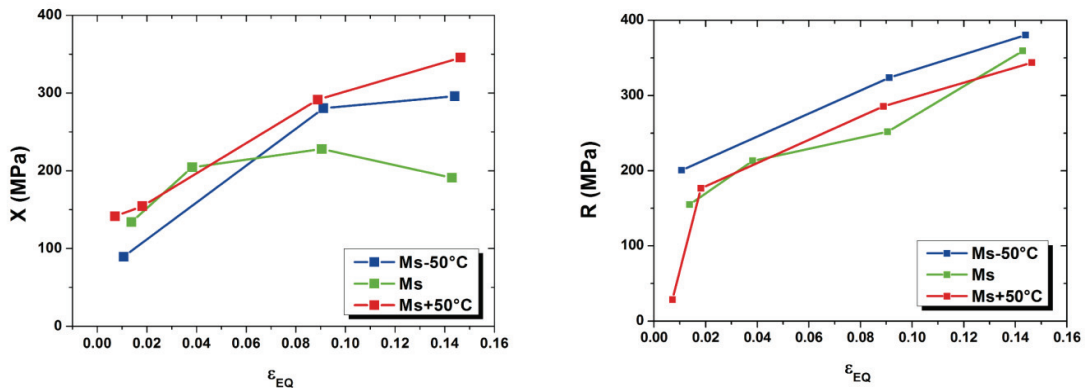


Fig. V.15 : Evolution de l'écroissage cinématique (a) et isotrope (b) au cours de la déformation plastique.

V.2. Mécanismes de rupture

V.2.1. Faciès de rupture

Les mécanismes de rupture ont été étudiés pour l'ensemble des nuances. Les faciès de rupture des éprouvettes de traction ont été caractérisés par microscopie électronique à balayage. La figure V.16 présente les faciès de rupture de l'ensemble de nuances étudiées. Les résultats montrent un comportement ductile pour l'ensemble des nuances étudiées sauf pour la nuance C2 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C. Nous pouvons encore noter que tous les aciers présentent des ruptures en biseau (ou « slant ») dans l'épaisseur. Ce type de rupture est courant dans les aciers à très haute résistance, mais son origine reste mal connue et ne sera pas discutée dans la suite.

Le comportement ductile des nuances étudiées est mis en évidence par l'observation de nombreuses cupules sur le faciès de rupture. En règle générale, la rupture ductile se manifeste essentiellement sur des hétérogénéités microstructurales (défauts, inclusions, précipités, ...) et forme des microcavités qui croissent sous l'influence de la sollicitation mécanique. La figure V.16 illustre une cupule de très grande taille formée sur une inclusion de type MnS pour la nuance C3 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C. Cette taille de cupule reste toutefois non représentative du comportement de la matrice.

Le comportement fragile associé à la nuance C2 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C est illustré sur la figure V.16 par la présence de quelques faciès de clivage traduisant une rupture fragile transgranulaire, probablement expliquée par la présence d'une grande fraction de martensite fraîche. Cette observation explique ainsi le faible allongement à rupture de cette nuance.

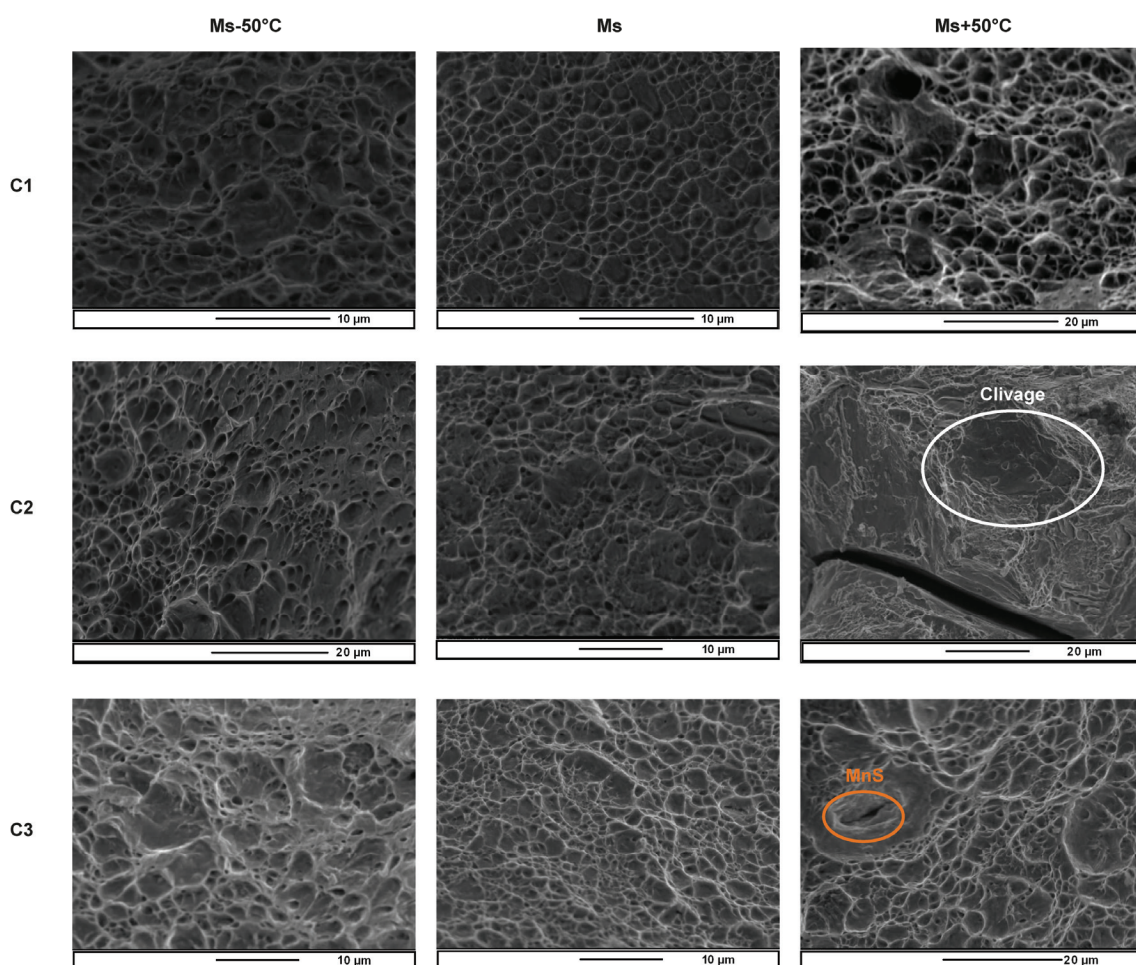


Fig. V.16 : Faciès de rupture ductiles observés au MEB pour l'ensemble des nuances étudiées (une inclusion MnS est mise en évidence par un cercle orange), sauf pour la nuance C2 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C (une zone de clivage est mise en évidence par un cercle blanc).

V.2.2. Mécanismes d'amorçages et de propagation

Les mécanismes de rupture ont été étudiés par microscopie électronique à balayage et par sonde tomographique. La microscopie électronique a permis de visualiser un grand nombre de fissures au sein de la microstructure et d'identifier leur nature (ductile ou fragile). Elle a également permis de révéler un réseau de fissures sur le fût de l'éprouvette juste sous le faciès de rupture sur une longueur d'environ 150 μm . Aucune fissure de surface n'a toutefois été observée pour la nuance C2 qui pourtant présente un comportement partiellement fragile au niveau microscopique. La figure V.17 présente les réseaux de fissures observés sur l'ensemble des nuances montrant par ailleurs un comportement ductile et la figure V.18 illustre schématiquement la localisation du réseau de fissures observé.

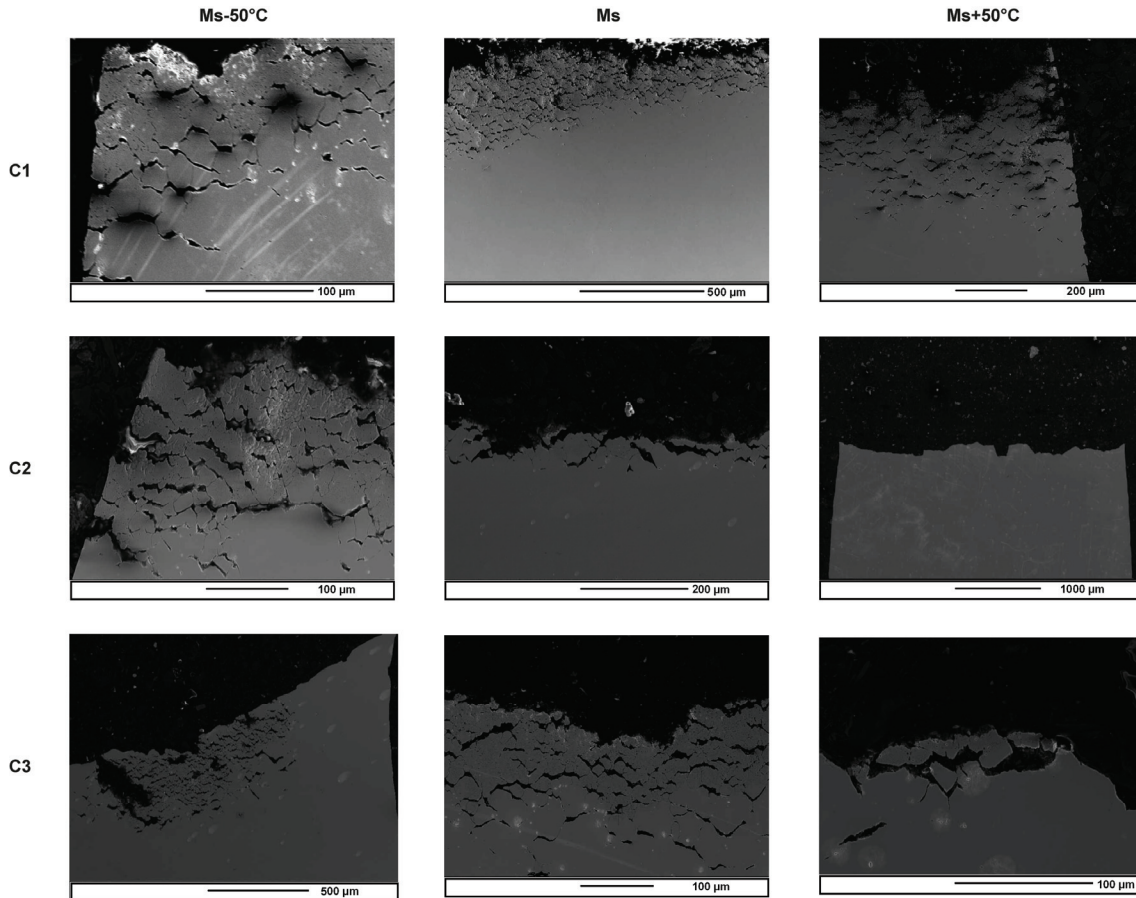


Fig. V.17 : Réseaux de fissures observés sous le faciès de rupture pour l'ensemble des nuances arborant un comportement ductile sauf pour la nuance C2 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C.

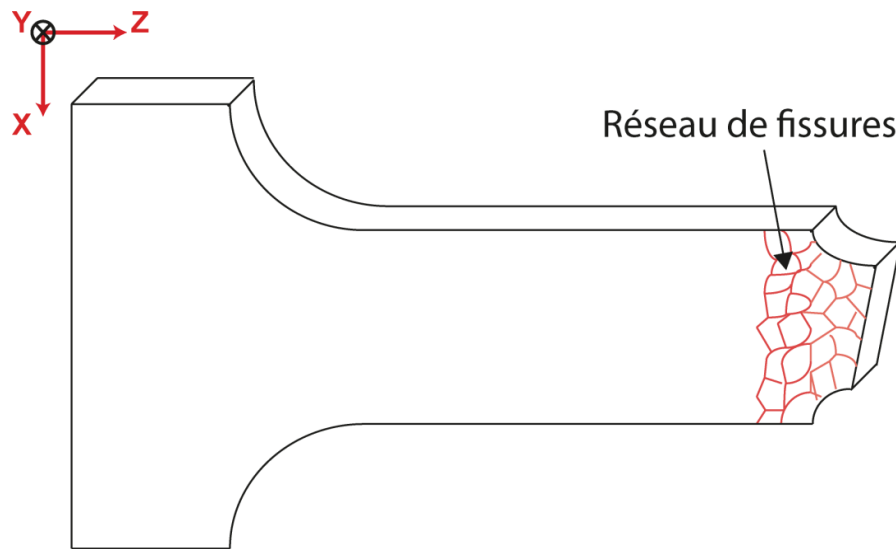


Fig. V.18 : Schéma représentant la localisation du réseau de fissures sous le faciès de rupture.

L'existence d'un tel réseau de fissures sous le faciès de rupture est un phénomène inhabituel pour ce type de microstructure, d'autant plus que les fissures sont de type intergranulaire et semblent suivre les anciens joints de grains austénitiques. En effet, la taille des cellules créées par ce réseau est proche de 30 – 40 μm . elle correspond donc à la taille de grains austénitiques des nuances étudiées. De telles fissures sont assez inhabituelles et peuvent être caractéristiques de ségrégations aux joints de grains d'éléments non désirables comme le phosphore ou bien d'une oxydation sélective intergranulaire profonde due à la teneur élevée en Silicium de ces nuances.

Des essais de sonde tomographique ont alors été réalisés pour observer le réseau de fissures en profondeur et notamment identifier si la rupture macroscopique est liée au réseau de fissures observé en surface. La figure V.19 présente une série de clichés réalisés pour la nuance C3 traitée à Ms suivant les trois directions de l'espace X, Y et Z. Les résultats montrent que le réseau de fissures est confiné dans l'extrême surface de l'éprouvette de traction sur une profondeur d'une dizaine de microns (rectangle rouge sur la figure V.19). De plus, la rupture macroscopique ne semble pas liée à ce réseau de fissures. .

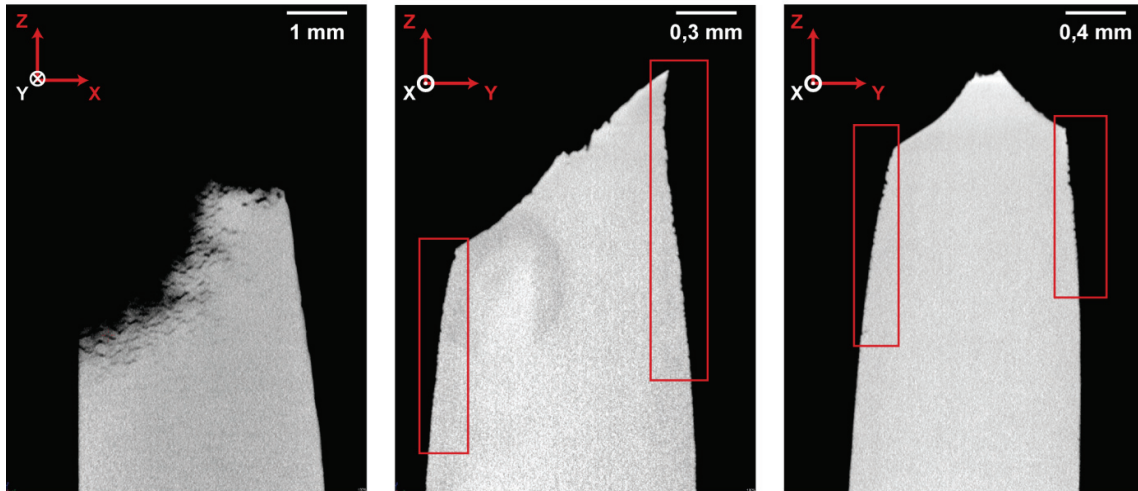
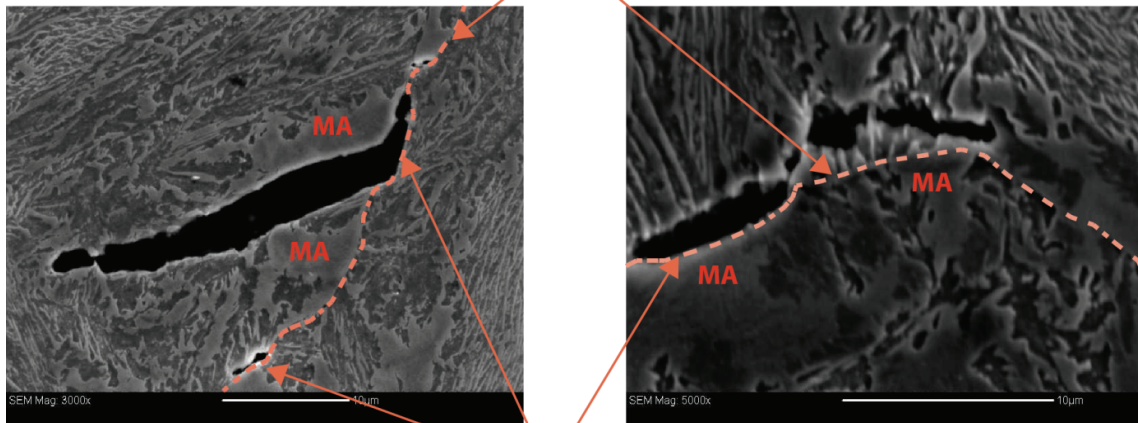


Fig. V.19 :Clichés de sonde tomographique réalisés sur la nuance C3 traitée à Ms dans les trois directions de l'espace X, Y et Z.

Afin de déterminer les mécanismes d'endommagement microscopiques, amorce de la rupture macroscopique, une étude métallographique a été réalisée sur les éprouvettes de traction *post mortem* dans les zones de striction proches de la rupture macroscopique. Les échantillons ont été polis et attaqués légèrement (Nital 2%) pour établir une corrélation entre la microstructure et l'endommagement. Les observations ont été réalisées au microscope électronique à balayage. Deux modes de rupture ont ainsi pu être identifiés. Le premier est un mécanisme de rupture ductile. La figure V.20 présente quelques micrographies prises dans la nuance C3 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C. L'origine de la fissuration semble provenir de la décohésion ou de la rupture d'îlots MA aux anciens joints de grains austénitiques. La fissure peut également s'amorcer sur des inclusions, comme observé sur la figure V.16 (nuance C3 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C). La fissure se propage ensuite à l'intérieur par coalescence de cavités (mécanisme de type Brown-Embury) et conduit à la rupture macroscopique du matériau.

Anciens joints de grains austénitiques

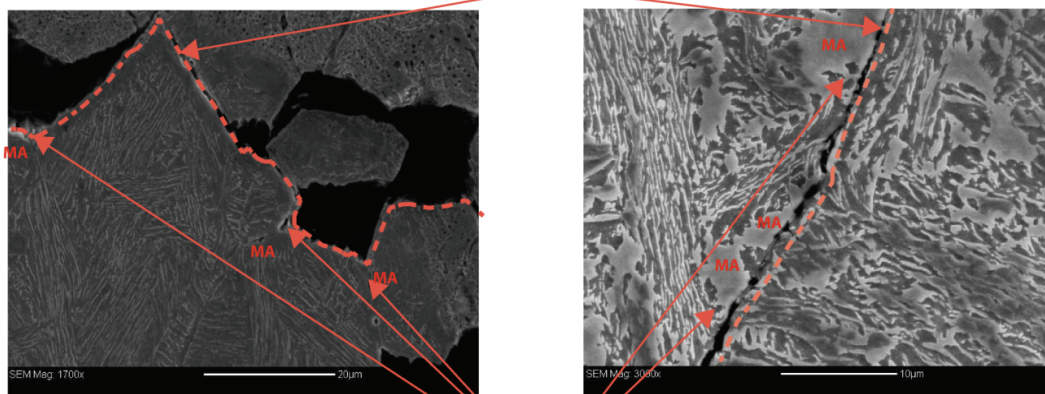


Décohésion des îlots MA aux joints de grains

Fig. V.20 : Observations de fissures ductiles transgranulaires avec décohésion des îlots MA aux anciens joints de grains austénitiques dans la nuance C3 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C.

Le deuxième mode d'amorçage est un mécanisme de rupture ductile de type intergranulaire. La figure V.21 présente quelques micrographies prises dans la nuance C2 traitée en conditions isothermes à Ms. La fissure est amorcée par une multitude de décohésions d'îlots MA aux anciens joints de grains austénitiques, peut-être facilité par les problèmes de défautologie de surface suggérés ci-dessus. La propagation de la fissure se fait alors par croissance des microcavités formées créant un chemin le long des anciens joints de grains austénitiques.

Chemin de propagation intergranulaire



Décohésion des îlots MA

Fig. V.21 : Observations d'une fissure intergranulaire amorcée par les multiples décohésions des pilots MA le long des anciens joints de grains austénitiques.

Finalement, l'étude des mécanismes de rupture a montré le caractère néfaste des îlots MA sur les propriétés d'endommagement des nuances étudiées. En effet, ils sont responsables de l'amorçage de la fissuration et peuvent dans une certaine mesure participer à sa propagation du fait de leur présence habituelle aux anciens joints de grains austénitiques.

V.3. Discussion des relations microstructure/propriétés

Dans cette partie, nous discuterons de l'influence de certains paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique des aciers bainitiques sans carbure : la contribution de la martensite revenue sur le comportement en traction uniaxiale, le rôle de l'austénite résiduelle sur les propriétés mécaniques en mettant l'accent sur sa disposition à présenter un effet TRIP et finalement l'influence des îlots MA sur le comportement mécanique et notamment leur impact sur l'endommagement.

V.3.1. Le traitement de trempe étagée à Ms-50°C : rôle de la martensite revenue

Les nuances traitées en conditions isothermes à Ms-50°C ont la particularité de contenir des fractions de martensite revenue à hauteur de 65% à 70%. Le reste de la microstructure est constitué de ferrite bainitique et d'austénite résiduelle. De très faibles fractions massiques de martensite fraîche ne dépassant pas 0,4% ont également été mesurées. Sa contribution sur le comportement mécanique est toutefois minime vis-à-vis des autres constituants de la microstructure et sera négligée dans la suite.

Dans cette partie, nous allons étudier ce composite de martensite revenue et de bainite (ferrite bainitique et films d'austénite résiduelle) d'un point de vue micromécanique obtenu avec la nuance C3. Dans ce cas précis, la fraction de martensite revenue représente 66% en volume. La bainite sans carbure est alors constituée de 53% de ferrite et 47% d'austénite résiduelle en films (fractions recalculées sur 34%).

Nous montrerons qu'il est possible de déterminer le comportement de cette bainite obtenue à cette température Ms-50°C par déduction du comportement d'une martensite revenue équivalente et d'estimer la contribution cinématique associée à ce mélange (martensite revenue et bainite sans carbure).

Afin de caractériser le comportement mécanique de la martensite revenue, un acier trempé à l'ambiante puis revenu à Ms-50°C obtenu à partir de la nuance C3 a été élaboré puis sollicité en traction uniaxiale. Par commodité, nous désignerons l'acier trempé et revenu C3_TR, la nuance bainitique sans carbure C3_BSC, et la seconde phase (ferrite bainitique et ses films d'austénite résiduelle) C3_B. Les propriétés mécaniques de C3_TR sont présentées dans le tableau V.5. Cette nuance présente une limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% très élevée. Toutefois nous remarquons que sa résistance mécanique est nettement plus faible que celle de la nuance bainito-martensitique. Nous ferons dans la suite l'hypothèse forte que le comportement de cet acier martensitique revenu (C3_TR) représente le

comportement de la martensite auto-revenue du composite martensite-bainite-austénite (C3_BSC). Etant donné le faible allongement de cette martensite revenue, son comportement a été extrapolé aux plus grandes déformations (15%-20% de déformation vraie) avec la méthode Bridgman en l'absence de mesure de RA .

Tableau V.5 : Propriétés mécaniques de la nuance trempée-revenue.

Nuance	$R_{0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_R (%)
C3_TR	1120	1399	2,1	3,7
C3_BSC	939	1567	8,1	15,2

Nous avons ensuite appréhendé le comportement mécanique de ce composite par une loi des mélanges (équation V.12), i.e. une relation linéaire entre la contrainte dans le matériau biphasé σ_{BSC} et la fraction de martensite fa'_R . Les termes σ_{TR} et σ_B représentent respectivement les contraintes dans la martensite revenue et dans la seconde phase (bainite et ilots MA).

$$\sigma_{BSC} = fa'_R \cdot \sigma_{TR} + (1 - fa'_R) \cdot \sigma_B \quad (V.12)$$

Afin d'éviter l'introduction de paramètres supplémentaires mais sans tomber dans les conditions d'iso-déformation (hypothèse de Taylor) ou d'iso-contrainte (hypothèse de Sachs) peu réalistes, nous avons retenu comme hypothèse d'homogénéisation la conditions d'iso-travail (ou IsoW) [BOU'04] entre les phases. Nous considérons ainsi que les incréments de travail mécanique dans chacune des phases sont égaux à tout moment. Cette égalité est décrite par la relation (V.13).

$$\sigma_{TR} \cdot d\varepsilon_{TR} = \sigma_B \cdot d\varepsilon_B \quad (V.13)$$

avec ε_{TR} et ε_B les déformations plastiques des deux phases

Dans le domaine élastique, en supposant l'égalité des modules de Young, la déformation élastique est égale dans chacune des phases, c'est-à-dire $\varepsilon_{TR} = \varepsilon_B$. Sous ces différentes hypothèses, il est alors possible, connaissant le comportement mécanique de la nuance biphasée (C3_BSC) et celui de la martensite revenue (C3_TR) d'en déduire le comportement de la seconde phase du composite (C3_B), c'est-à-dire celui de la ferrite bainitique et de ses films d'austénite résiduelle.

La figure V.22 montre les comportements en traction uniaxiale de C3_TR, de C3_B et de C3_BSC déduits de cette analyse micromécanique (les pointillés illustrent la condition IsoW à différents niveaux de déformations). Les résultats de la modélisation sont assez originaux puisque nous constatons qu'il existe un point au-delà duquel la contribution des deux phases sur le comportement de l'acier « composite » s'inverse. En effet, lorsque la déformation est inférieure à environ 2%, le composite présente une limite d'élasticité inférieure à celle de la martensite

revenue. Cela signifie que la bainite contrôle la contrainte d'écoulement du composite (stade de microplasticité) mais la martensite revenue, en restant dans son domaine élastique, contrôle le taux d'écroissage initial (transition élasto-plastique, à l'instar des aciers Dual-Phase Ferrite-Martensite). *A contrario*, au-delà de 2% de déformation, la bainite permet de maintenir un taux d'écroissage important et de retarder considérablement l'apparition de la striction du composite.

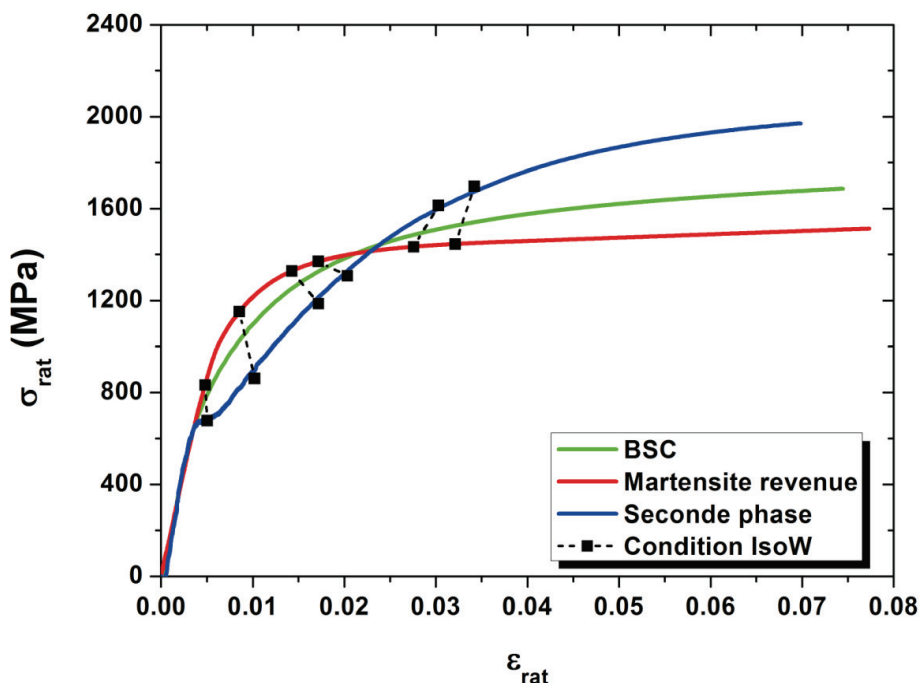


Fig. V.22 : Application d'une loi des mélanges entre la martensite revenue et une seconde phase associée à la ferrite bainitique et à l'austénite résiduelle.

Nous avons dans un second temps comparé les comportements déduits de la bainite à $M_s-50^\circ\text{C}$ et celui à M_s sur la figure V.23. Il apparaît qu'ils sont sensiblement différents. En effet, la bainite élaborée à $M_s-50^\circ\text{C}$ présente un taux d'écroissage bien plus important que celle élaborée à M_s . Le palier observé peut être dû aux hypothèses du calcul micromécanique et n'est pas discuté ici. Cette différence s'explique certainement par la très forte teneur en austénite résiduelle de la bainite sans carbure obtenue à $M_s-50^\circ\text{C}$. En effet, elle permet d'expliquer la faible d'élasticité (environ 600 MPa à l'instar d'un acier Hadfield) mais aussi le très fort d'écroissage en cas d'effet TRIP.

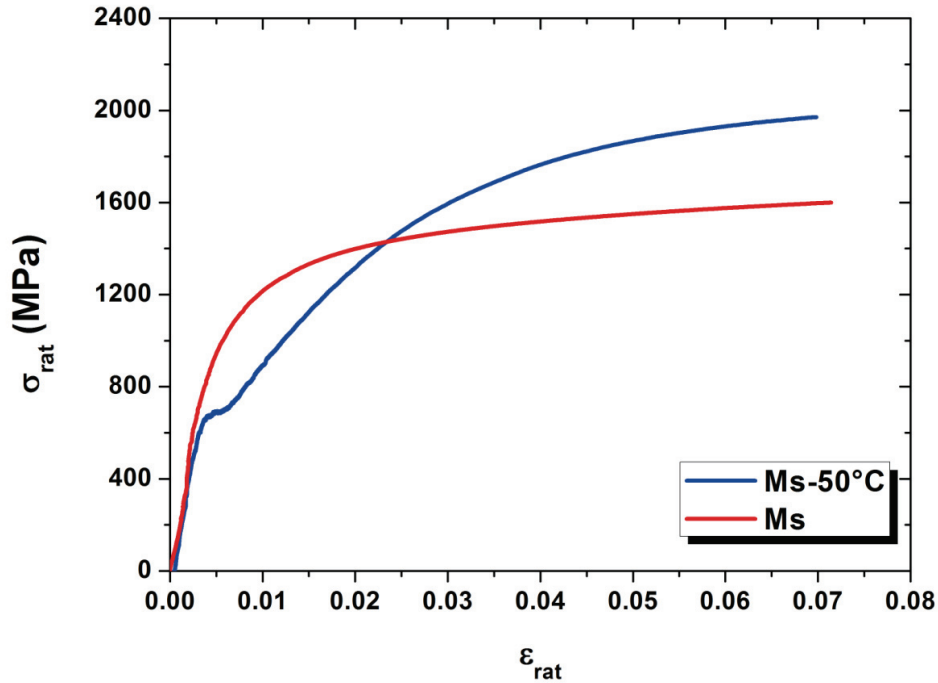


Fig. V.23 : Comparaison des comportements mécaniques des bainites élaborées à Ms-50°C et Ms.

Enfin, nous avons évalué la contribution cinématique X' à l'écroissage associé à ce composite à l'instar d'une approche de Masing [FOU'89]. Elle traduit l'état de contraintes internes dues aux incompatibilités de déformation entre la martensite revenue et la bainite. L'estimation empirique proposée par Allain et al. s'écrit alors [ALL'08a] :

$$X'(\epsilon_{rat}) = f\alpha'_R \cdot (1 - f\alpha'_R) \cdot \Delta X(\epsilon_{rat}) \quad (V.14)$$

où $\Delta X(\epsilon_{rat})$ est la différence de contrainte d'écoulement dans les deux phases (figure V.20)

$$\Delta X(\epsilon_{rat}) = \sigma_{TR}(\epsilon_{TR}) - \sigma_B(\epsilon_B)$$

Etant donné l'inversion de comportement discutée ci-dessus, l'évolution de ce terme n'est pas monotone et s'annule vers 2% de déformation. Les valeurs sont ensuite négatives, ce qui traduit une contrainte dans la bainite ($C3_B$) plus élevée que celle dans la martensite revenue ($C3_{TR}$). Il faut ainsi comprendre que l'écroissage cinématique, associé à l'état de contraintes internes dues aux incompatibilités de déformation entre la martensite revenue et la bainite, est majoritairement influencé par la contribution de la martensite revenue jusqu'à environ 2% de déformation plastique et, par la suite, majoritairement influencé par la contribution de la bainite. La valeur absolue à saturation est également pertinente, et tend vers 120 MPa pour 8% de déformation. Cette valeur est inférieure à l'écroissage cinématique mesuré pour $C3_{BSC}$ (voir figure V.15) et représente environ la moitié de cette contribution. L'autre moitié est ainsi due aux contributions cinématiques respectives de chacune des phases du composite rapportée à leurs fractions.

Les conclusions associées à cette méthodologie d'analyse originale restent à confirmer bien entendu car elles reposent sur des hypothèses fortes et discutables. Toutefois, elles permettent de mettre en évidence pour la première fois que la bainite obtenue sous Ms présente certainement des propriétés mécaniques insoupçonnées, en particulier une faible limite d'élasticité et un taux d'écrouissage très important probablement dû à de très fortes teneurs en austénite résiduelle (47% en volume).

V.3.2. Rôle de l'austénite résiduelle

Le rôle de l'austénite résiduelle a été étudié dans ces systèmes bainitiques par quelques auteurs de la littérature, en particulier [CAB'08, GAR'09, MAT'09]. Leurs principales contributions sont les suivantes :

- une augmentation de la ductilité avec la fraction massique d'austénite résiduelle,
- une amélioration de la ductilité plus prononcée lorsque la morphologie de l'austénite résiduelle est granulaire (en comparaison aux films d'austénite résiduelle localisés entre les lattes de ferrite bainitique),
- une amélioration significative de la ductilité et du taux d'écrouissage lorsque l'austénite résiduelle présente un effet TRIP.

L'ensemble des nuances étudiées dans ces travaux de thèse contiennent de l'austénite résiduelle en plus ou moins forte proportion (de 1% à 20% en masse) et présentent des allongements uniformes élevés. La figure V.24 illustre l'influence de la fraction massique d'austénite résiduelle sur la ductilité de l'ensemble des nuances étudiées. Comme attendu, la ductilité des aciers étudiés augmente avec la fraction massique d'austénite résiduelle mais le gain observé n'est pas significatif, hormis pour la nuance C3 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C où un effet TRIP a pu être observé. En effet, nous observons une augmentation de l'allongement uniforme de seulement 2% pour une augmentation de près de 15% de la fraction massique d'austénite résiduelle. En revanche, l'allongement uniforme est presque doublé par rapport aux autres nuances étudiées lorsqu'un effet TRIP est observé. Dans tous les cas de figure, la présence d'austénite résiduelle au sein de la microstructure a un effet bénéfique sur le comportement des nuances étudiées, mais seul un acier présentant un effet TRIP massif voit sa ductilité augmenter de manière significative.

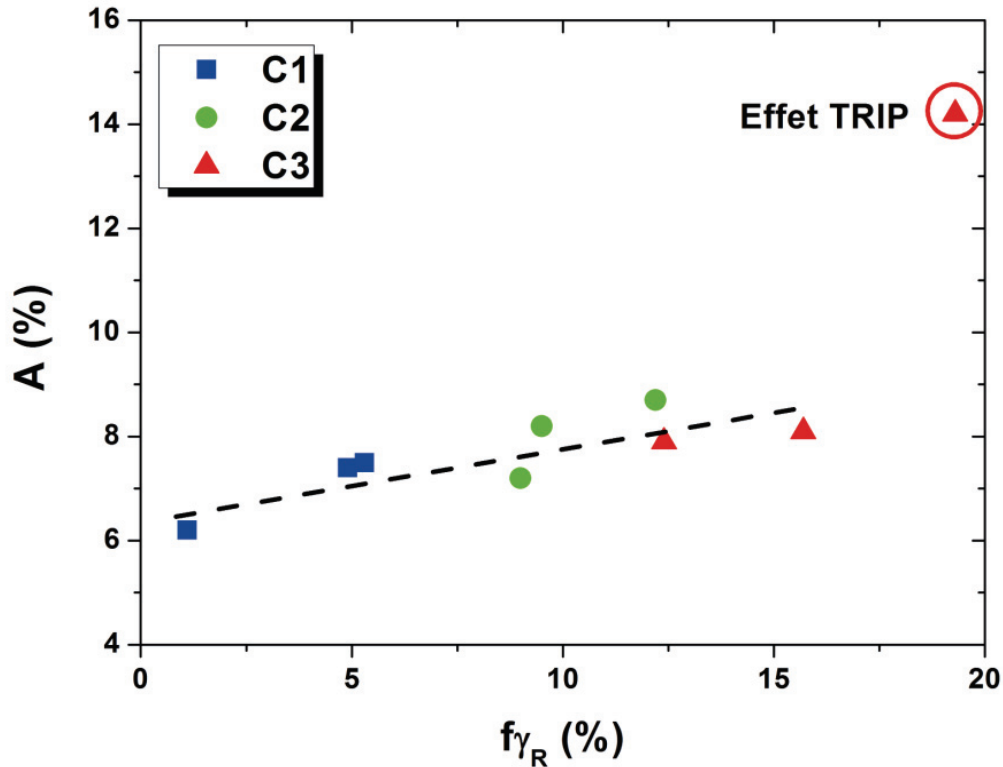


Fig. V.24 : Evolution de l'allongement uniforme en fonction de la fraction massique d'austénite résiduelle.

Il faut cependant émettre certaines réserves quant à la disposition de l'austénite résiduelle à présenter un effet TRIP. En effet, nous avons vu qu'il existe deux populations d'austénite au sein des microstructures élaborées en conditions isothermes. L'une correspond à l'austénite localisée entre les lattes de ferrite bainitique et l'autre à l'austénite granulaire présente dans les îlots MA. Nous pouvons également supposer que les teneurs en carbone de ces deux populations sont différentes. Selon toute vraisemblance, l'austénite inter-latte devrait présenter une teneur en carbone supérieure à celle de l'austénite des îlots MA. Elles diffèrent ainsi l'une de l'autre par leur morphologie et leur composition chimique.

Nous pouvons ainsi associer l'apparition de l'effet TRIP dans la nuance C3 traitée en conditions isothermes à $M_s+50^\circ\text{C}$ avec les caractéristiques des deux populations d'austénite qu'elle contient. En effet, dans ce cas, l'effet TRIP a été favorisé par une fraction massique d'austénite granulaire élevée, qui présente une teneur en carbone et une morphologie plus adaptées pour se transformer en martensite sous sollicitations mécaniques, que l'austénite inter-latte fortement enrichie en carbone et de morphologie inadaptée.

V.3.3. Rôle des îlots MA

Nous avons montré précédemment que les îlots MA ont des conséquences néfastes sur les propriétés d'endommagement des nuances étudiées. En effet, les mécanismes de rupture identifiés sont tous liés à la décohésion d'îlots MA avec les anciens joints de grains austénitiques. La propagation de la fissure peut même se réaliser par la coalescence des microcavités formées et conduire à la rupture macroscopique du matériau (cas de rupture intergranulaire). Nous avons alors analysé l'influence des îlots MA sur le comportement à rupture de l'ensemble des nuances étudiées.

Les différentes techniques de caractérisation utilisées au cours de cette thèse n'ont pas permis de quantifier la fraction d'îlots MA au sein des différentes microstructures élaborées, mais uniquement de tirer des tendances quant à l'évolution de leur taille et de leur proportion au sein des microstructures élaborées par traitement de trempe étagée. Il n'est donc pas possible de confronter les propriétés à rupture de l'ensemble des nuances étudiées à la fraction massique des îlots MA. Nous avons alors considéré la fraction massique des phases secondaires pour effectuer cette analyse. Cette dernière tient ainsi compte des fractions massiques d'austénite résiduelle (inter-latte + îlots MA) et de martensite fraîche. Les fractions considérées surestiment la proportion des îlots MA au sein de la microstructure. Toutefois, la martensite fraîche contribue au même titre que les îlots MA à dégrader les propriétés à rupture du matériau car il s'agit d'une phase dure mais fragile. La surestimation de l'austénite résiduelle n'est également que de faible importance car la proportion d'austénite inter-latte est qualitativement plus faible que celle des îlots MA.

Nous avons confronté la fraction massique des phases secondaires aux mesures de réduction d'aire à rupture (RA) réalisées sur les éprouvettes de traction (figure V.25). L'ensemble des nuances étudiées montre un comportement similaire. En effet, une augmentation de la fraction massique des phases secondaires se traduit par une diminution de RA . Nous notons également qu'il est possible d'interpoler linéairement l'évolution de RA avec la fraction massique des phases secondaires et que la pente associée à la décroissance de RA est identique pour l'ensemble des nuances étudiées. Ce résultat confirme ainsi le caractère néfaste des îlots MA sur les propriétés à rupture des aciers BSC. Les îlots MA ont en effet souvent été tenus responsable de la faible ténacité des zones affectées par la chaleur (ZAC) d'aciers faiblement alliés à haute résistance (HSLA) où ils sont nombreux [LEE'93, DAV'94]. Lambert-Perlade a également montré dans ses travaux de thèse que les îlots MA constituent des sites privilégiés de l'endommagement et sont généralement associés à l'initiation de la rupture par cavitation à l'interface îlots MA/matrice [LAM'01].

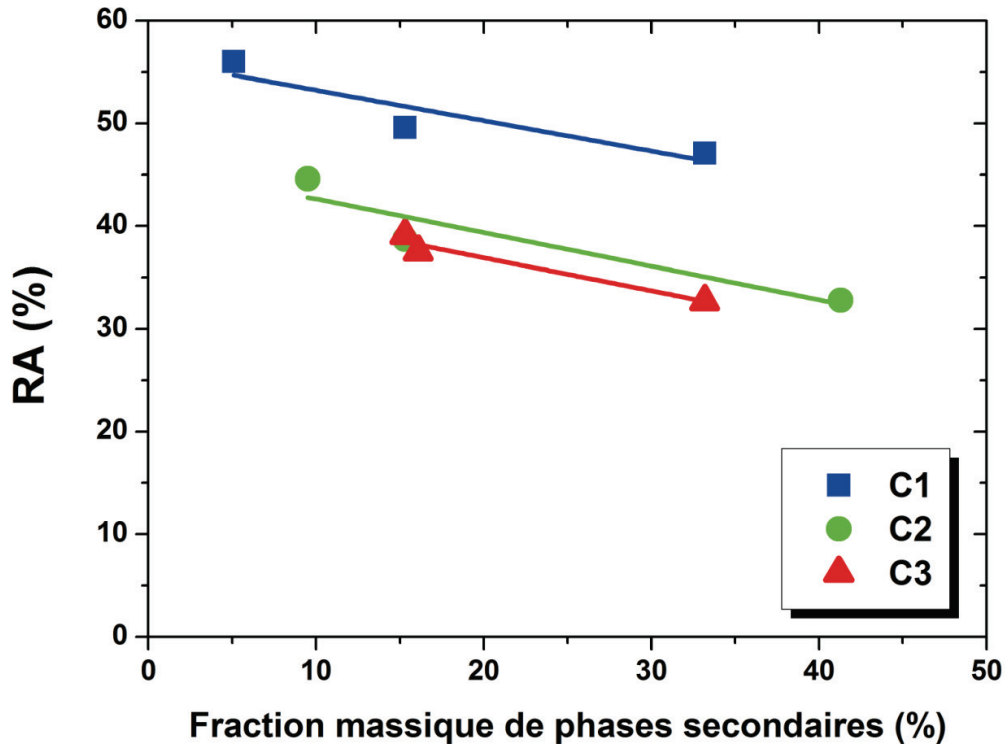


Fig. V.25 : Evolution de la réduction d'aire RA en fonction de la fraction massique des phases secondaires.

V.4. Synthèse

Le comportement mécanique des aciers BSC a été caractérisé par des essais de traction et de cisaillement. Les essais de traction uniaxiale ont permis d'étudier le comportement aux faibles déformations (jusqu'à la fin de l'allongement uniforme) des nuances étudiées. L'ensemble des nuances élaborées par traitement de trempe étagée à M-50°C, Ms et Ms+50°C présente une bonne combinaison de résistance ($R_{0,2} > 700$ MPa et $R_m > 1050$ MPa) et de ductilité ($A_g > 6\%$), l'optimum étant atteint pour la nuance C3 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C. En effet, cette nuance présente une ductilité améliorée par rapport aux autres nuances étudiées ($A_g = 14,2\%$) tout en conservant une résistance importante ($R_m = 1400$ MPa). Ce comportement est attribué à l'existence d'un effet TRIP observé *in situ* par rayonnement synchrotron lors d'un essai de traction. Cet effet TRIP conduit à une augmentation de la contribution cinétique de l'écroutissage (effet composite dynamique) et donc du taux d'écroutissage et de l'allongement uniforme de la nuance.

Le comportement aux grandes déformations (au-delà de l'allongement uniforme) a été analysé par l'extrapolation du comportement en traction à partir des mesures de RA, puis confronté au comportement en cisaillement pour valider ces extrapolations. Une erreur de 5% sur la mesure de RA a été observée et a conduit à une erreur de

l'ordre de 5% des valeurs de contrainte et de déformation à rupture. L'ensemble des nuances étudiées présentent alors des niveaux de contrainte et de déformation à rupture très élevés, pouvant dépasser 2 GPa après 40 % de déformation grâce à un fort taux d'écrouissage, maintenu après l'allongement homogène. Elles montrent également un écrouissage important après l'apparition de la striction bien supérieur à ceux d'aciers plus conventionnels.

La nature de l'écrouissage de la nuance C3 élaborée par différents traitements de trempe étagée a été étudiée par des essais de cisaillement réversible. Les composantes isotrope et cinématique de l'écrouissage ont été déterminées. L'ensemble des traitements de trempe étagée conduisent à des comportements similaires en termes d'écrouissage isotrope. Seule la composante cinématique montre un comportement différent selon la température de maintien isotherme à laquelle la nuance a été traitée. Ainsi, les différences observées dans les comportements mécaniques pour différents traitements de trempe étagée s'expliquent par des intensités différentes d'écrouissage cinématique. Les traitements à Ms+50°C et à Ms présentent des écrouissages isotropes comparables, mais l'intensité du durcissement cinématique dans le cas du traitement à Ms+50°C permet d'atteindre un taux d'écrouissage macroscopique bien supérieur et donc d'atteindre des allongements homogènes plus importants en vertu du critère de Considère. L'ensemble des traitements thermiques étudiés en cisaillement réversible ont encore montré un fort effet Bauschinger proche de 300 MPa pour les traitements à Ms-50°C et Ms, et proche de 400 MPa pour le traitement à Ms+50°C.

Les mécanismes d'endommagement ont été analysés par fractographie. Les observations au microscope électronique à balayage ont révélées un comportement ductile pour l'ensemble des nuances étudiées, hormis la nuance C2 traitée en conditions isothermes à Ms+50°C où une rupture fragile a été attribuée à une fraction massique de martensite fraîche élevée. Des mécanismes de fissuration intergranulaire et transgranulaire ont été identifiés. Le caractère néfaste des îlots MA a été mis en évidence par la décohésion de ces derniers au niveau des anciens joints de grains austénitiques.

Finalement, l'étude du comportement mécanique des aciers BSC a permis de mettre en évidence un certain nombre de relations entre paramètres microstructuraux et propriétés mécaniques. Tout d'abord, le rôle favorable de l'austénite résiduelle sur la ductilité du matériau a pu être mis en évidence. Cependant, seule une austénite instable permet d'augmenter sensiblement la ductilité des nuances étudiées (celles présente dans les îlots MA). Les examens fractographiques et les mesures de *RA* ont mis en évidence *a contrario* le rôle défavorable des îlots MA sur les propriétés d'endommagement et ont permis d'identifier ces îlots comme des sites privilégiés pour l'amorçage de la fissuration. Il sera donc difficile d'optimiser simultanément ces deux propriétés antagonistes avec ce type d'aciers

Enfin, une approche micromécanique a permis d'évaluer le comportement mécanique d'une bainite élaborée sous Ms. Les résultats sont originaux et montrent que la bainite élaborée sous Ms a une limite d'élasticité faible et un taux d'écrouissage très élevé certainement en raison d'une proportion élevée d'austénite résiduelle.

En conclusion et aux vues des différents comportements mécaniques discutés dans ce chapitre, la nuance C3 élaborée par traitement de trempe étagée à Ms+50°C présente le comportement le plus prometteur grâce à une ductilité et un taux

d'écrouissage accrus par un effet TRIP. Cet alliage répond ainsi aux attentes des aciers THR de 3^{ème} génération et constitue une alternative innovante pour la fabrication des pièces de structure de la caisse en blanc automobile (montants de pare-brise, piliers latéraux, brancard et renfort de brancards). C'est-à-dire une emboutissabilité équivalente à celle des aciers dual-Phase conventionnels tout en présentant des limites d'élasticité deux fois supérieures.

V.5. Références bibliographiques

- [ALL'08a] S. Allain, O. Bouaziz, *Materials Science and Engineering: A*, 496(1-2), 2008a, 329-336.
- [ALL'08b] S. Allain, T. Lung, *Revue de Metallurgie*, 105(10), 2008b, 520-530.
- [ALL'10] S. Allain, M. Gouné, O. Bouaziz, E. Kassir, P. Barges, L. Jantzen, *Journal of Materials Science*, 46(8), 2010, 2764-2770.
- [AOU'07] A. Aouafi, S. Bouvier, M. Gasperini, X. Lemoine, O. Bouaziz, *ESAFORM conference on material forming, Zaragoza (Spain)*, 2007, 100-105.
- [BAR'08] D. Barbier, *Etude du comportement mécanique et des évolutions microstructurales de l'acier austénitique Fe22Mn0.6C à effet TWIP sous sollicitations complexes. Approche expérimentale et modélisation*, PhD, LETAM, Université Paul Verlaine, 2008
- [BAU'81] J. Bauschinger, *Zivilingenieur*, 27, 1881, 289-348.
- [BOU'04] O. Bouaziz, P. Buessler, *Advanced Engineering Materials*, 6(1-2), 2004, 79-84.
- [BOU'08] O. Bouaziz, A. Aouafi, S. Allain, *Materials Science Forum*, 584-586, 2008, 605-609.
- [BOU'11] O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier, *Current Opinion in Solid State & Materials Science*, 15(4), 2011, 141-168.
- [CAB'08] F. Caballero, C. Garcia Mateo, J. Chao, M. Santofimia, C. Capdevila, C. Garcia de Andres, *ISIJ International*, 48(9), 2008, 1256-1262.
- [CON'85] A. Considère, *Mémoire sur l'emploi du fer et de l'acier dans les constructions*, in *Annales des Ponts et Chaussées*, C. Dunod (Ed.), Typographie J. Leclerc, Paris, 1885, pp. 574-775.
- [DAV'94] C. Davis, J. King, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 25(3), 1994, 563-573.
- [FOU'89] R. Fougères, F. Sidoroff, *Nucl. Eng. Des.*, 114(3), 1989, 273-284.
- [GAR'09] C. Garcia-Mateo, F.G. Caballero, J. Chao, C. Capdevila, C. Garcia de Andres, *Journal of Materials Science*, 44(17), 2009, 4617-4624.
- [LAM'01] A. Lambert-Perlade, *Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage*, PhD, Ecole des Mines de Paris, Ecole des Mines de Paris, 2001
- [LEE'93] S. Lee, B.C. Kim, D. Kwon, *Fracture toughness analysis of heat-affected zones in high-strength low-alloy steel welds*, Metallurgical Society of AIME, Warrendale, PA, ETATS-UNIS, 1993
- [LUD'09] P. Ludwik, *Elemente der technologischen Mechanik*, J. Springer, Berlin, 1909
- [MAT'09] D.K. Matlock, J.G. Speer, *Microstructure and Texture in Steels and Other Materials*, Jamshedpur, INDIA, A. Haldar, S. Suwas, D. Bhattacharjee (Eds.), 2009, 185-205.

- [SIN'06] C.W. Sinclair, W.J. Poole, Y. Bréchet, *Scripta Materialia*, 55(8), 2006, 739-742.
- [SUG'02] K. Sugimoto, K. Nakano, S. Song, T. Kashima, *ISIJ International*, 42(4), 2002, 450-455.
- [SUG'04] K. Sugimoto, M. Tsunazawa, T. Hojo, S. Ikeda, *ISIJ International*, 44(9), 2004, 1608-1614.

Conclusions générales – perspectives

Conclusions

Les aciers bainitiques sans carbure sont des alliages à très haute résistance (THR) dits de 3^{ème} génération. Ils présentent un excellent compromis entre une résistance mécanique très élevée et une bonne aptitude à la mise en forme. Leur utilisation dans le secteur automobile représente ainsi une alternative innovante aux aciers THR dits de 1^{ère} génération. De nombreuses recherches portant sur ce type de métallurgie sont disponibles dans la littérature. Cependant, la complexité des microstructures et la compréhension insuffisante des mécanismes associés à la transformation bainitique font qu'il persiste à l'heure actuelle certaines zones d'ombre quant à la compréhension des liens existants entre paramètres microstructuraux et comportement en déformation. L'identification de paramètres microstructuraux pertinents, permettant de décrire le comportement en déformation de ces alliages, est donc une étape nécessaire en vue d'une future application dans le secteur automobile.

La démarche adoptée dans ces travaux de thèse a consisté à caractériser aux échelles les plus fines les microstructures résultant de traitements de trempe étagée sous différentes conditions thermiques, afin d'étudier leurs impacts, et notamment celui des phases secondaires, sur le comportement en déformation.

Pour ce faire, trois nuances d'acier avec des concentrations en carbone différentes ont été élaborées par des traitements de trempe étagée autour de Ms par incrément de 50°C. Les microstructures résultantes présentent ainsi des taux de phase variés et des phases secondaires plus ou moins stables selon la microstructure considérée. Des traitements de trempe étagée réalisés à des températures inférieures à Ms ont également permis d'élaborer des microstructures composites constituées de martensite revenue et d'un composé ferrite bainitique/austénite résiduelle.

L'étude présentée dans ce manuscrit a porté sur les relations microstructures/propriétés des alliages élaborés par traitements de trempe étagée, évaluées à travers diverses analyses microstructurales couplées à un suivi *in situ* des cinétiques de décomposition de l'austénite et une caractérisation du comportement en déformation par essais de traction uniaxiale et de cisaillement réversible.

Décomposition de l'austénite en conditions isothermes et influence des traitements thermiques sur les microstructures résultantes

Nous nous sommes intéressés aux évolutions microstructurales en lien avec les conditions d'élaboration et la composition chimique nominale dans les différentes nuances élaborées.

Lorsque les alliages sont traités en conditions isothermes à Ms et Ms+50°C, les microstructures sont constituées principalement de lattes de ferrite bainitique de faible épaisseur, séparées par des films très fins d'austénite résiduelle (austénite inter-latte), et regroupées sous forme de paquets bainitiques. Des îlots MA ont encore été observés dans l'ensemble des nuances étudiées. Ils sont formés depuis l'austénite granulaire subsistante en fin de maintien isotherme qui se transforme partiellement en martensite lors du retour à l'ambiante. Par ailleurs, des analyses locales à des échelles très fines ont mis en évidence une ségrégation hétérogène du

carbone dans les lattes de ferrite bainitique pouvant conduire à la précipitation de carbures intra-lattes. Dans ce cas, les précipités sont de taille nanométrique et sont généralement concentrés au centre des lattes de ferrite bainitique.

Une microtexture similaire à celle d'une bainite inférieure a été mise en évidence par l'analyse des distributions de désorientations angulaires pour l'ensemble des nuances. Nous avons toutefois montré qu'il existe une transition cristallographique entre la ferrite bainitique formée dans la gamme de températures étudiée et celle formée à des températures supérieures ($M_s+100^\circ\text{C}$ pour la nuance C1).

L'étude des cinétiques de décomposition isotherme de l'austénite dans le domaine de la bainite (traitements à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$) a apporté des informations complémentaires dont notamment la quantification précise des fractions massiques de chacune des phases en présence. Ces mesures ont montré l'importance de la teneur en carbone nominale sur les cinétiques de transformation et notamment l'accélération de celles-ci lorsque la concentration en carbone nominale est diminuée. Le suivi cinétique des évolutions des paramètres de maille a également mis en évidence un enrichissement en carbone de l'austénite après un état quasi-stationnaire impacté par la présence des deux populations d'austénite aux concentrations en carbone probablement différentes (inter-latte et granulaire).

Des microstructures composites ont également été mises en évidence lorsque l'alliage est traité en conditions isothermes sous M_s . La microstructure est alors principalement constituée de martensite revenue et d'un composé formé d'une phase "isotherme" et d'austénite résiduelle. Le suivi *in situ* des cinétiques de transformation au refroidissement et au cours du maintien isotherme a mis en évidence la double cinétique associée à la formation de la martensite lors du refroidissement jusqu'à $M_s-50^\circ\text{C}$ et de la phase "isotherme" au cours du maintien. Les cinétiques de transformation de cette phase "isotherme" sont similaires à celles mesurées lors de traitements à M_s et $M_s+50^\circ\text{C}$. Par ailleurs, sa formation est également accompagnée d'un enrichissement en carbone de l'austénite résiduelle. Cependant, les moyens de caractérisation utilisés n'ont pas permis de discriminer rigoureusement la phase "isotherme" d'une martensite ou d'une ferrite bainitique. Seules des différences ont été mises en exergue quant à la distribution des carbures au sein des lattes et à la distribution des désorientations angulaires entre variants.

L'ensemble des microstructures élaborées en conditions isothermes a encore montré des propriétés microtexturales similaires à une bainite de type inférieure. En effet, toutes les nuances étudiées présentent de fortes désorientations angulaires entre variants. Il est toutefois possible de se rapprocher d'une microtexture proche d'une bainite de type supérieure lorsque la température de maintien isotherme est augmentée au-dessus de $M_s+50^\circ\text{C}$, mais les temps de maintien isotherme sont alors considérablement rallongés pour atteindre un état d'équilibre. De plus, en raison du phénomène de réaction incomplète, la microstructure présente une forte proportion de martensite formée lors du retour à l'ambiante.

Stabilité des phases secondaires

L'enrichissement en carbone de l'austénite au cours du maintien isotherme conduit à sa stabilisation et à son maintien à température ambiante. Cependant, cette stabilisation thermique est fortement impactée par la température de maintien

isotherme et la teneur en carbone nominale. La stabilité de la phase austénitique augmente en effet avec la teneur en carbone nominale et lorsque la température de maintien isotherme diminue.

Les fractions massiques d'austénite résiduelle à température ambiante sont donc très différentes d'une nuance à l'autre, ce qui se traduit par des fractions de martensite fraîche (martensite formée lors du retour à l'ambiante) qui diffèrent significativement d'un alliage à l'autre.

Sur la base de ces observations et de ces mesures, le comportement mécanique des aciers élaborés par traitements de trempe étagée a été analysé à la lumière des évolutions microstructurales et de la stabilité des phases secondaires.

Comportement mécanique en lien avec la microstructure

Le comportement mécanique a été caractérisé dans la zone de déformation homogène par des essais de traction uniaxiale pour l'ensemble des nuances élaborées par traitements de trempe étagée. Un bon compromis entre résistance mécanique et ductilité a été observé pour l'ensemble des aciers étudiés mais seule la nuance C3 traitée en conditions isothermes à $M_s+50^\circ\text{C}$ a présenté un comportement répondant aux attentes d'un acier THR de 3^{ème} génération. En effet, cet alliage présente une ductilité accrue en comparaison aux autres nuances. Ce comportement est atteint grâce à un effet TRIP mis en évidence par un suivi *in situ* de la fraction massique d'austénite résiduelle au cours de la déformation en traction.

Le comportement aux grandes déformations a été analysé par l'extrapolation du comportement en traction à partir des mesures de réduction d'aire dans la zone rompue. Les propriétés à rupture sont prometteuses et peuvent atteindre des niveaux de contrainte supérieurs à 2 GPa après 40% de déformation. Les taux d'écrouissage *post* allongement homogène ont également montré un comportement original puisqu'ils restent très élevés après striction et se démarquent significativement des taux d'écrouissage d'aciers ferrito-perlitique conventionnels. Comme attendu, la nuance C3 à effet TRIP présente le taux d'écrouissage le plus élevé.

La nature de l'écrouissage de la nuance C3 a été étudiée par des essais de cisaillement réversible pour l'ensemble des conditions isothermes. Les résultats ont montré qu'un écrouissage isotrope associé à la matrice lamellaire de ces microstructures était équivalent quelle que soit la température de maintien isotherme considérée. Les différences observées dans les comportements mécaniques de ces alliages peuvent ainsi être expliquées par des intensités d'écrouissage cinématique différentes. L'excellent compromis résistance/ductilité associé au traitement de trempe étagée à $M_s+50^\circ\text{C}$ peut ainsi être appréhendé par un durcissement cinématique très élevé, ce qui conduit à un taux d'écrouissage macroscopique très élevé et donc à un allongement homogène plus important en vertu du critère de Considère.

Evaluation du comportement mécanique de la bainite sans carbure élaborée en conditions isothermes à $M_s-50^\circ\text{C}$

Le comportement de la bainite sans carbure élaborée sous M_s a été appréhendé par une approche micromécanique basée sur une loi des mélanges entre la martensite

revenue et un composé bainitique (ferrite bainitique et d'austénite résiduelle), homogénéisée par la condition d'iso-travail. Les résultats d'une telle approche montrent un comportement insoupçonné du composé bainitique caractérisé par un taux d'écroissage très élevé en comparaison à celui calculé pour la bainite sans carbure élaborée à Ms.

Par ailleurs le composé bainitique contrôle la contrainte d'écoulement du matériau biphasé alors que la martensite revenue contrôle le taux d'écroissage initial en restant dans son domaine élastique. Au-delà de 2% de déformation plastique, le composé bainitique permet de maintenir un taux d'écroissage élevé et de retarder significativement l'apparition de la striction. Nous avons ensuite estimé la contribution de l'état de contraintes internes associé aux incompatibilités de déformation entre la martensite revenue et le composé bainitique. Il contribue à hauteur de 50% à l'écroissage cinématique du matériau biphasé, le reste étant assuré par la contribution cinématique de chacune des phases considérées.

Influence des phases secondaires sur les propriétés d'endommagement et les taux d'écroissage

L'analyse fractographique réalisée sur les éprouvettes de traction rompues a mis en évidence deux mécanismes de fissuration. Le premier mécanisme correspond à une rupture ductile intragranulaire et le second à une rupture fragile intergranulaire. Dans les deux cas de figure, la fissure s'amorce par la décohésion d'îlots MA aux anciens joints de grains austénitiques, ce qui traduit leur caractère néfaste sur les propriétés d'endommagement des aciers étudiés. La corrélation de la fraction massique des phases secondaires (martensite et austénite résiduelle) avec les mesures de la réduction d'aire à rupture, pour une même nuance et l'ensemble des conditions isothermes, montre une interpolation linéaire dont la pente est similaire pour l'ensemble des nuances étudiées.

Perspectives

Différentes perspectives de travail sont envisagées pour éclaircir certaines zones d'ombre et répondre à différentes questions apparues au cours de cette étude.

D'un point de vue microstructural, les techniques de caractérisation utilisées pour analyser les microstructures résultant de traitements de trempe étagée n'ont pas permis de discriminer la martensite revenue de la phase "isotherme" formée au cours de maintien isotherme à Ms-50°C. Bien que certaines différences aient pu être mises en évidence, la nature de la phase "isotherme" n'a pas pu être déterminée. Sur la base de ces différences, appuyées par les similitudes observées sur les cinétiques de transformation de la phase "isotherme" et de la ferrite bainitique formée à Ms et Ms+50°C, nous l'avons considérée comme une ferrite bainitique formée sous Ms.

Pour apporter du poids à cette hypothèse, des travaux ont déjà été entrepris en élaborant une nuance de composition C3 à différentes températures de maintien isotherme sous Ms dans le but de faire varier la fraction massique de martensite revenue. Une étude en microscopie électronique à balayage permettrait alors de

distinguer systématiquement la martensite revenue de la phase "isotherme", notamment sur la base de leur distribution de carbures.

Par ailleurs, les travaux amorcés en sonde atomique tomographique ont donné de précieuses informations en termes de distribution du carbone en solution solide dans la ferrite bainitique. Les résultats ont également mis en évidence la présence de carbures nanométriques au sein des lattes. La nature de ces carbures devrait donc pouvoir être déterminée sur la base de sa composition chimique déterminée par spectroscopie à temps de vol.

D'un point de vue mécanique, l'approche adoptée pour appréhender le comportement du composé bainitique formée en conditions isothermes à Ms-50°C a révélé un comportement très intéressant et insoupçonné qui nécessite d'être confirmé. Les aciers de composition C3 élaborés à différentes températures de maintien isotherme sous Ms pourront notamment être utilisés à ces fins.

Enfin, il serait judicieux de compléter l'analyse du comportement mécanique de la nuance C3 traitée en condition isotherme à Ms+50°C par des essais de résilience Charpy afin d'évaluer la ténacité de cette microstructure qui est généralement un point fort des microstructures bainitiques.

Annexe

Annexe : Affinement de structure par la méthode Rietveld

I. PRINCIPE DE LA METHODE

La méthode de Rietveld consiste à ajuster au profil expérimental un profil calculé à partir de paramètres instrumentaux et structuraux, en cherchant à minimiser au sens des moindres carrés les écarts entre ces profils :

$$M = \sum_i w_i (y_i - y_{ci})^2 \quad (\text{A.1})$$

avec w_i : le poids assigné à l'intensité de chaque réflexion, égal à $w_i = 1/S_i^2$ (S_i étant la variance assignée à l'observation y_i),

y_i : l'intensité observée pour l'angle $2\theta_i$,

y_{ci} : l'intensité calculée pour l'angle $2\theta_i$.

Cette méthode a été développée par H.M. Rietveld en 1969 [RIE'69] pour la diffraction de neutrons et a été adaptée pour la diffraction des rayons X.

En fonction de la complexité du modèle utilisé pour l'affinement et la richesse des données expérimentales, de nombreuses informations peuvent être extraites de l'ajustement : paramètres de maille, proportion des phases, tailles de cristallites, microdéformations, occupations des sites, positions des atomes dans la maille, facteur de température,

II. PROFIL INSTRUMENTAL ET STRUCTURAL

Le calcul d'intensité à chaque position angulaire 2θ sur le diffractogramme fait intervenir le fond continu ainsi que la somme des contributions des réflexions de Bragg pour toutes les phases présentes. Cette intensité est décrite par :

$$y(2\theta) = \sum_{i=1-N} S_i \sum_{(hkl)_i} \left| F_{(hkl)_i} \right|^2 \Omega_{(hkl)_i}(2\theta_i - 2\theta_{(hkl)_i}) P_{(hkl)_i} A S_{(hkl)_i} L(2\theta) + y_b(2\theta) \quad (\text{A.2})$$

avec N : le nombre de phases considérées,

$(hkl)_i$: les indices de Miller hkl d'une réflexion de Bragg de la phase i ,

S_i : le facteur d'échelle de la phase i ,

L : le facteur de Lorentz-polarisation,

$F_{(hkl)_i}$: le facteur de structure,

$\Omega_{(hkl)_i}$: la fonction analytique modélisant un pic,

$P_{(hkl)_i}$: le facteur d'orientation préférentielle,

$As_{(hkl)i}$: le facteur d'asymétrie,
 y_b : l'intensité du fond continu.

- Le facteur d'échelle S_i est relié à la fraction massique x_i de la phase i dans le mélange par :

$$x = \frac{(S_i \cdot ZM_i \cdot V_i) / t_i}{\sum_i (S_i \cdot ZM_i \cdot V_i) / t_i} \quad (\text{A.3})$$

avec ZM : la masse de la maille élémentaire,
 V : le volume de la maille élémentaire,
 t : le coefficient de Brindley prenant en compte les différences d'absorption.

- L'intensité du fond continu y_b est estimée soit par interpolation entre des points judicieusement sélectionnés, soit par affinement des paramètres d'une fonction polynomiale. Dans notre cas, nous avons systématiquement ajusté l'intensité du fond continu par une fonction polynomiale d'ordre 5.

- La fonction de forme normalisée $\Omega_{(hkl)i}$ modélise la répartition de l'intensité autour du pic "(hkl)i" à la position angulaire $\theta_{(hkl)i}$. La fonction de profil la plus utilisée à ce jour dans le cas de la diffraction des rayons X sur poudre est la fonction Pseudo-Voigt $V(x)$:

$$\Omega_{(hkl)i}(2\theta) = p \cdot V(x) = \eta \cdot L(2\theta, H) + (1 - \eta) \cdot G(2\theta, H) \quad (\text{A.4})$$

$$\text{avec } L(2\theta) = \frac{2}{\pi \cdot H_{(hkl)i}} \left[1 + 4 \left(\frac{2\theta - 2\theta_{(hkl)i}}{H_{(hkl)i}} \right)^2 \right]^{-1}$$

$$\text{et } G(2\theta) = \frac{2}{H_{(hkl)i}} \sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}} \exp \left[-4 \cdot \ln 2 \left(\frac{2\theta - 2\theta_{(hkl)i}}{H_{(hkl)i}} \right)^2 \right]$$

Cette fonction simule la fonction Voigt normalisée, qui résulte du produit de convolution d'une Lorentzienne et d'une Gaussienne et dont le traitement algorithmique est trop complexe pour être développé dans cette annexe. L'ajustement de la fonction de forme $\Omega_{(hkl)i}$ est réalisée par deux paramètres : η le paramètre d'ajustement linéaire entre la Lorentzienne et la Gaussienne, et $H_{(hkl)i}$ la largeur à mi-hauteur. Lorsque les pics de diffraction présentent une asymétrie importante, comme les pics de la phase austénitique, la fonction de profil Pseudo-Voigt n'est plus adaptée pour ajuster la forme des pics de diffraction. Nous utilisons alors une fonction de forme $\Omega_{(hkl)i}$ modifiée de type Thompson-Cox-Hastings, qui inclut le traitement de divergence axiale introduit par Finger et al. [FIN'94], où les

paramètres η et H sont alors des fonctions déterminées numériquement par des routines du code FullProf à partir des largeurs à mi-hauteur de la Lorentzienne H_L et de la Gaussienne H_G . L'expression (A.4) devient alors :

$$\Omega_{(hkl)_i}(2\theta) = p.V(x) = \eta(H_L, H_G).L[2\theta, H(H_L, H_G)] + [1 - \eta(H_L, H_G)].G[2\theta, H(H_L, H_G)] \quad (A.5)$$

$$\text{avec } \eta = a \cdot \frac{H_L}{H} + b \cdot \left(\frac{H_L}{H}\right)^2 + c \cdot \left(\frac{H_L}{H}\right)^3$$

$$\text{et } H = H_G^5 + a.H_G^4.H_L + b.H_G^3.H_L^2 + c.H_G^2.H_L^3 + d.H_G.H_L^4 + H_L^5$$

- La largeur à mi-hauteur $H_{(hkl)_i}$ est fonction de la position angulaire 2θ et de la forme des cristallites. Une expression analytique empirique couramment utilisée est fournie par la loi de Caglioti, Paleotti et Ricci qui conduit à l'affinement de trois paramètres U , V et W .

$$H_{(hkl)_i}^2 = U.tg^2 2\theta + V.tg 2\theta + W \quad (A.6)$$

Dans le cas d'une fonction de forme de type Thompson-Cox-Hastings, les largeurs à mi-hauteur H_G et H_L sont :

$$H_G^2 = U.tg^2 \theta + V.tg \theta + \frac{I_G}{\cos^2 \theta} \quad (A.7)$$

$$H_L = X.tan \theta + \frac{[Y + F(S_Z)]}{\cos \theta} \quad (A.8)$$

avec I_G : le paramètre isotrope de la contribution Gaussienne,
 $F(S_Z)$: le paramètre anisotrope de la contribution Lorentzienne.

La figure A.1 confronte l'ajustement réalisé sur la famille de plan $\{200\}$ de l'austénite avec et sans correction de l'asymétrie par la fonction de forme de type Thompson-Cox-Hastings. Nous observons une réelle amélioration de l'ajustement.

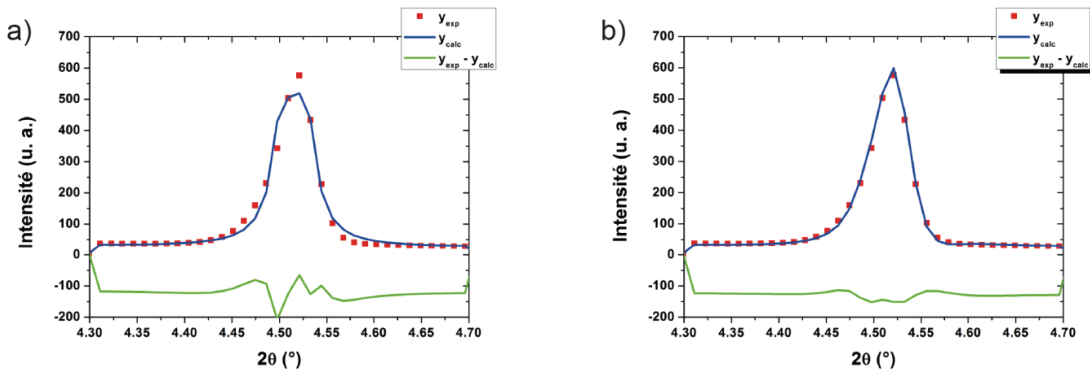


Fig. A.1 : Ajustement de la famille de plans $\{200\}$ de l'austénite par la fonction a) Pseudo-Voigt et b) Pseudo-Voigt de type Thompson-Cox-Hastings.

La minimisation de la fonction (A.1) conduit à l'estimation des paramètres regroupés dans le Tableau A.1. Pour effectuer l'ajustement des diffractogrammes, nous avons utilisé le logiciel Fullprof [ROD'93].

Tableau A.1 : Paramètres ajustables utilisés pour l'affinement des diffractogrammes par la méthode de Rietveld.

Paramètres ajustables de l'affinement	Paramètres structuraux	Paramètres cristallins (a, b, c) Positions atomiques (X, Y, Z) Taux d'occupation des sites (Occ) Facteurs d'agitation thermique (Bov)
	Paramètres de profils des raies	Facteur d'échelle (Scale) Décalage à l'origine Forme des raies (η) Largeur à mi-hauteur (U, V, W) Asymétrie des raies
	Paramètres relatifs au fond continu	Polynôme de degré 5 en 2θ

III. FACTEURS DE CONFIANCE

Lors de l'ajustement entre le profil expérimental et le profil calculé, on cherche à minimiser la différence :

$$D = \sum_{2\theta} w(2\theta) |y_{\text{exp}}(2\theta) - y_{\text{calc}}(2\theta)|^2 \quad (\text{A.9})$$

La qualité de l'ajustement est mesurée par différents facteurs de confiance (le facteur de profil R_p , le facteur de profil pondéré R_{wp} , le facteur "expected" R_{exp} et le "Goodness Of Fit" χ ou χ^2). Leurs expressions sont données ci-après, avec $y_{\text{exp}}(2\theta)$ la valeur de l'intensité expérimentale au point 2θ , $y_{\text{calc}}(2\theta)$ la valeur calculée et $I_{\text{exp}}(hkl)_i$ et $I_{\text{calc}}(hkl)_i$ les intensités intégrées expérimentales et calculées correspondant au plan (hkl) de la phase i.

$$\text{- Facteur de profil } R_p : R_p = \frac{\sum_{2\theta} |y_{\text{exp}}(2\theta) - y_{\text{calc}}(2\theta)|}{\sum_{2\theta} |y_{\text{exp}}(2\theta)|} \quad (\text{A.10})$$

- Facteur de profil pondéré R_{wp} , avec en diffraction de poudre classique

$$w(2\theta)=1/y_{\text{exp}}(2\theta) : R_{wp} = \sqrt{\frac{\sum_{2\theta} w(2\theta) |y_{\text{exp}}(2\theta) - y_{\text{calc}}(2\theta)|^2}{\sum_{2\theta} w(2\theta) |y_{\text{exp}}(2\theta)|^2}} \quad (\text{A.11})$$

- Facteur de Bragg R_{bragg} pour la phase i (utilise les intensités intégrées au lieu des

$$\text{intensités pas à pas) : } R_{\text{Bragg}} = \frac{\sum_{(hkl)i} |I_{\text{exp}}(hkl)i - I_{\text{calc}}(hkl)i|}{\sum_{(hkl)i} I_{\text{exp}}(hkl)i} \quad (\text{A.12})$$

$$\text{- Facteur R "expected" : } R_{\text{exp}} = \sqrt{\frac{N - P}{\sum w(2\theta) y_{\text{exp}}(2\theta)^2}} \quad (\text{A.13})$$

avec N : le nombre de points expérimentaux,
 P : le nombre de paramètres ajustés.

$$\text{- Facteur "Goodness of Fit" : } \chi^2 = \left(\frac{R_{wp}}{R_{\text{exp}}} \right)^2 \text{ ou } \chi = \frac{R_{wp}}{R_{\text{exp}}} \quad (\text{A.14})$$

Ces facteurs de confiance permettent de suivre la qualité de l'affinement après chaque cycle. En ce qui concerne notre étude, nous avons choisi d'utiliser le facteur de confiance R_{wp} dont la valeur communément admise pour l'obtention d'un ajustement satisfaisant doit être inférieure à 10 %. Néanmoins, l'examen visuel du diffractogramme calculé par rapport au diffractogramme expérimental reste le meilleur moyen de détecter des anomalies et de suggérer les corrections à apporter.

IV. Incertitudes associées aux calculs des fractions massiques et des paramètres de maille

Les incertitudes associées à la détermination des paramètres de maille et des fractions massiques sont déterminées par le logiciel Fullprof pour l'ensemble des ajustements de diffractogrammes réalisés et tient compte des facteurs de confiance mentionnées précédemment (tableau A.2). Ces incertitudes n'incluent pas celles liées aux erreurs de la mesure (défauts d'alignement, correction du détecteur,...) car elles sont difficilement estimables.

L'incertitude associée à l'ajustement des paramètres de maille est une valeur absolue en angström. Elle est élevée lorsque la fraction massique de la phase analysée est inférieure à 10% (environ 1.10^{-3} Å) et faible au-delà (environ 1.10^{-4} Å). L'incertitude associée au calcul des fractions massiques est exprimée en valeur relative. Elle est élevée pour des fractions massiques inférieures à 10% (environ 5%) et faible au-delà (1,3%).

Tableau A.2 : Incertitudes associées aux calculs des fractions massiques de phase et des paramètres de maille.

Fractions massiques	α	f < 10%	$\pm 5,0\%$
		f > 10%	$\pm 1,3\%$
	γ	f < 10%	$\pm 5,2\%$
		f > 10%	$\pm 1,3\%$
Paramètres de maille	α	f < 10%	$\pm 1,1.10^{-3}$ Å
		f > 10%	$\pm 1,6.10^{-4}$ Å
	γ	f < 10%	$\pm 1,6.10^{-3}$ Å
		f > 10%	$\pm 1,4.10^{-4}$ Å

V. Références

- [FIN'94] L.W. Finger, D.E. Cox, A.P. Jephcoat, A correction for powder peak asymmetry due to axial divergence, Blackwell, Oxford, ROYAUME-UNI, 1994
 [RIE'69] H. Rietveld, Journal of Applied Crystallography, 2, 1969, 65-71.
 [ROD'93] J. Rodríguez-Carvajal, Physica B: Condensed Matter, 192(1-2), 1993, 55-69.