



**HAL**  
open science

# Stabilisation de l'austénite résiduelle d'un acier TRIP à 0.2C 1.5Mn 1.5Si: et analyse de la texture et du gradient de texture

Djafar Boussaid

► **To cite this version:**

Djafar Boussaid. Stabilisation de l'austénite résiduelle d'un acier TRIP à 0.2C 1.5Mn 1.5Si: et analyse de la texture et du gradient de texture. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université Paul Verlaine - Metz, 1999. Français. NNT: 1999METZ054S . tel-01749118

**HAL Id: tel-01749118**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749118>**

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](mailto: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.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

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

**ISGMP**

INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE  
ET PRODUCTIQUE

S/102 99/54

99/1075

**THESE**

Présentée à



UNIVERSITE DE METZ

PAR

*Djafar BOUSSAID*

Pour l'obtention du grade de :  
DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ de METZ

SPECIALITE : *SCIENCES DE L'INGENIEUR*

OPTION : *Génie Physique et Mécanique*

**STABILISATION DE L'AUSTENITE RESIDUELLE D'UN ACIER TRIP A**

**0.2C, 1.5Mn, 1.5Si**

**ET ANALYSE DE LA TEXTURE ET DU GRADIENT DE TEXTURE**

*Soutenue le 09 juillet 1999 devant le jury composé de:*

<b>A. VADON</b>	<i>Maître de conférences à l'E.N.I. de Metz</i>	<i>Directeur de thèse</i>
<b>D. CIOSMAK</b>	<i>Professeur à l'Université de Dijon</i>	<i>Rapporteur</i>
<b>M. PERNET</b>	<i>Professeur à l'Université de Grenoble</i>	<i>Rapporteur</i>
<b>A. EBERHARDT</b>	<i>Professeur à l'Université de Metz</i>	<i>Examineur</i>
<b>J.J. HEIZMANN</b>	<i>Professeur à l'Université de Metz</i>	<i>Examineur</i>
<b>F. WAGNER</b>	<i>Professeur à l'Université de Metz</i>	<i>Examineur</i>

## Remerciements

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur Jean-Julien Heizmann, pour m'avoir accueilli au sein de son Groupe de Métallurgie Physique et Chimique de Metz, pour les conseils et encouragements qu'il m'a constamment prodigués.

Je tiens à exprimer mes remerciements les plus vifs à Monsieur Albert Vadon, Maître de conférence à l'E. N. I de Metz, pour avoir accepté mes inscriptions dans cette discipline et pour l'aide et le soutien qu'il m'a apportés depuis mon arrivée au laboratoire.

Je remercie Madame Danièle Ciosmak, Professeur de l'université de Bourgogne à Dijon, et Monsieur Michel Pernet, Professeur de l'université de Grenoble pour l'honneur d'accepter de juger ce travail en tant que rapporteurs de cette thèse.

Je remercie Monsieur A. Eberhardt, Professeur à l'université de Metz, pour sa collaboration et le plaisir qu'il m'a fait en acceptant d'examiner ce mémoire.

J'exprime toute ma gratitude à Monsieur F. Wagner, Professeur de l'université de Metz et directeur de LETAM, qui m'a fait l'honneur de participer à la commission d'examen et de l'intérêt qu'il a bien voulu porter à ce travail.

Je remercie très vivement Mademoiselle Nathalie Gey, chargée de recherche au LETAM, pour son concours dans le domaine pratique et les discussions fructueuses que nous avons eues.

Je tiens à remercier Messieurs C. Laruelle et A. Thil, ingénieurs, pour leurs aides précieuses à l'utilisation du matériel du laboratoire.

Je remercie également F. Bumbieler, chercheur au LPMM, pour sa sympathie, son esprit d'entraide et les nombreuses discussions que nous avons eues sur les aciers TRIP.

Mes remerciements vont à tous les membres du LETAM, mes camarades, F. Baghdouche, L. Jolly, F. Moreau, K. Ghazouli, B. Gardiola, F. Geoffroy pour leurs discussions et leurs aides lors de ces années d'étude.

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv	19991585
Cote	SM <sub>3</sub> 99/54
Loc	Magasin

*A mes parents qui m'ont toujours soutenu*

*A mes frères qui m'ont toujours aidé en toute circonstances*

*à mes soeurs*

# SOMMAIRE

<b>Introduction.....</b>	<b>9</b>
<b>Chapitre 1: Généralités sur les aciers TRIP.....</b>	<b>11</b>
1.1 Rappels sur les structures des aciers.....	11
1.1.1 A l'équilibre.....	11
1.1.2 Hors équilibre.....	12
1.1.2.1 Transformations avec diffusion.....	13
1.1.2.1.1 Transformations perlitiques.....	13
1.1.2.1.2 Transformations bainitiques.....	13
1.1.2.2 Transformations sans diffusion (ou transformations martensitiques).....	14
1.2 Classification des aciers TRIP.....	15
1.2.1 Aciers austénitiques métastables.....	15
1.2.2 Aciers dual-phase et HSLA.....	15
1.2.3 Aciers TRIP au Si-Mn.....	16
1.3 Processus d'obtention des aciers TRIP.....	16
1.3.1 Composition chimique des aciers TRIP.....	16
1.3.2 Microstructure primaire.....	18
1.3.3 Contrôle des paramètres de recuit.....	20
1.3.3.1 Température de recuit.....	20
1.3.3.2 Temps de recuit.....	20
1.3.3.3 Vitesse de refroidissement.....	20
1.4 Propriétés des aciers TRIP.....	21
1.4.1 Microstructure et stabilité de l'austénite résiduelle.....	21
1.4.1.1 Taille de grain de l'austénite.....	21
1.4.1.2 Morphologie de l'austénite résiduelle.....	22
1.4.1.3 Répartition des solutions solides.....	22
1.4.2 Propriétés mécaniques.....	22
1.5 Transformation martensitique des aciers TRIP.....	23
1.5.1 Aspect microscopique de la transformation martensitique.....	24
1.5.2 Contrainte et déformation plastique induite.....	24
1.5.3 Terminologie.....	26
1.5.4 Le phénomène TRIP.....	27

<b>Chapitre 2: Températures de changement de phases de l'acier brut et optimisation des paramètres de recuit.....</b>	<b>29</b>
2.1 But.....	29
2.2 Détermination des températures de changement de phases de l'acier.....	30
2.3 Essai de recuit intercritique.....	32
2.4 Examen métallographique.....	33
2.5 Phases en présence et quantité d'austénite résiduelle.....	35
2.5.1 Diffractogrammes.....	35
2.5.2 Détermination de la quantité d'austénite résiduelle par diffraction rayons X.....	37
2.5.2.1 Introduction.....	37
2.5.2.2 Formulation de la méthode pour échantillon isotrope.....	38
2.5.2.3 Quantité d'austénite résiduelle dans le cas d'un échantillon anisotrope.....	39
2.6 Optimisation des paramètres de recuit .....	41
2.6.1 Variation de la température de recuit intercritique.....	41
2.6.1.1 Essais de recuit .....	41
2.6.1.2 Microstructures.....	42
2.6.1.3 Quantité d'austénite résiduelle.....	43
2.6.2 Variation du temps de maintien à un recuit isotherme de 800 °C.....	45
2.6.2.1 Essais de recuit .....	45
2.6.2.2 Microstructures.....	45
2.6.2.3 Quantité d'austénite résiduelle.....	46
2.6.3 Variation de la vitesse de refroidissement.....	48
2.6.3.1 Essais de recuit.....	48
2.6.3.2 Microstructures.....	49
2.6.3.3 Quantité d'austénite résiduelle.....	50
2.6.4 Variation de la température bainitique .....	52
2.6.4.1 Essais de recuit .....	52
2.6.4.2 Microstructures.....	53
2.6.4.3 Quantité d'austénite résiduelle.....	54
2.6.5 Variation du temps de maintien à la température bainitique de 400 °C.....	56
2.6.5.1 Essais de recuit .....	56
2.6.5.2 Microstructures.....	57

2.6.5.3 Quantité d'austénite résiduelle.....	58
2.7 Conclusions.....	60
<b>Chapitre 3 : Plasticité induite par transformation de phase et analyse qualitative de la texture.....</b>	<b>61</b>
3.1 Introduction.....	61
3.2 Plasticité induite par transformation de phase .....	62
3.2.1 Caractérisation de l'acier recuit.....	62
3.2.2 Mise en évidence de la plasticité induite par transformation de phase.....	63
3.3 Analyse de la texture.....	65
3.3.1 Origine de la texture.....	65
3.3.2 Mesure de la texture.....	66
3.3.2.1 Acier brut de laminage (ferrite).....	67
3.3.2.2 Acier recuit (ferrite + austénite).....	70
<b>Chapitre 4 : Analyse quantitative de la texture.....</b>	<b>72</b>
4.1 Principe de la méthode vectorielle.....	72
4.1.1 Domaine des axes de fibres.....	74
4.1.2 Domaine des orientations.....	75
4.1.2.1 Découpage de l'espace des orientations.....	75
4.1.2.2 Réduction de l'espace d'étude des orientations.....	76
4.1.3 Correspondance espace des pôles-espace d'orientation .....	76
4.1.4 Détermination du vecteur texture par la méthode vectorielle de A. Vadon.....	77
4.1.4.1 Conduite de l'analyse .....	78
4.1.4.1.1 Analyse axiale.....	78
4.1.4.1.2 Vecteur texture.....	78
4.1.4.2 Représentation du vecteur texture.....	79
4.2 Résultats de l'analyse quantitative des textures.....	80
4.2.1 Résultats de l'analyse axiale et ordinaire.....	80
4.2.1.1 Acier brut de laminage (ferrite).....	81
4.2.1.2 Acier recuit I (ferrite + austénite).....	81
4.2.1.3 Acier recuit II (ferrite + austénite).....	86
4.2.2 Spectres des vecteurs textures.....	88
4.2.2.1 Acier brut : phase ferritique .....	88



4.2.2.2 Acier recuit I .....	91
4.2.2.2.1 Phase ferritique.....	91
4.2.2.2.2 Discussion des résultats.....	94
4.2.2.2.3 Phase austénitique.....	95
4.2.2.3 Comparaison entre l'acier recuit I et l'acier recuit II.....	98
4.3 Conclusions.....	99
<b>Chapitre 5 : Etude de gradient de texture.....</b>	<b>100</b>
5.1 Synthèses des résultats antérieures.....	100
5.2 Quantité d'austénite résiduelle selon l'épaisseur.....	103
5.2.1 Préparation des échantillons.....	103
5.2.2 Evaluation de la quantité d'austénite résiduelle après amincissement.....	103
5.3 Evaluation du gradient de texture.....	104
5.3.1 Acier brut de laminage.....	105
5.3.2 Acier recuit I.....	108
5.3.2.1 Phase ferritique.....	108
5.3.2.2 Phase austénitique.....	111
5.4 Conclusions.....	114
<b>Conclusion Générale .....</b>	<b>115</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>117</b>
<b>Annexes.....</b>	<b>117</b>
<b>Annexe I : Diffraction des rayons X : principes et matériels.....</b>	<b>120</b>
I.1 Loi de Bragg.....	120
I.2 Matériel utilisé.....	120
I.3 Informations obtenus à partir de l'analyse d'un profil de raie.....	123
I.3.1 Taille de grains.....	123
I.3.2 Contraintes résiduelles.....	123
I.3.3 Les défauts du réseau cristallin et les fautes d'empilements.....	125
I.4 Texture cristallographique.....	125
I.4.1 Description de l'orientation cristalline.....	125
I.4.2 Figure de pôles (FDP).....	126
I.4.3 Mesures goniométriques des figures de pôles.....	128
I.4.4 Fonction de distribution des orientations (F.D.O).....	129

I.5	Diffractionnogramme intégré deux axes.....	130
I.6	Corrections apportées aux diffractionnogrammes et figures de pôles.....	131
I.6.1	Fond continu.....	131
I.6.2	Le volume diffractant.....	131
I.6.3	Correction d'absorption.....	133
I.6.4	Corrections apportées aux figures de pôles.....	134
I.6.4.1	Correction de localisation.....	134
I.6.4.2	Normalisation.....	134
<b>Annexe II: Définition des différents termes du facteur R et taux de carbone dans l'austénite.....</b>		
<b>II.1</b>	<b>Différents termes du facteur R.....</b>	<b>135</b>
<b>II.2</b>	<b>Taux de carbone dans l'austénite.....</b>	<b>136</b>

## ***Introduction***

Littéralement le terme TRIP est une abréviation des termes anglais " TRAnsformation Induced Plasticity", que l'on peut traduire par plasticité induite par transformation (sous entendu "de phases"). Dans les aciers, la transformation de phases considérée est la transformation austénite → martensite.

Sous sollicitation mécanique, le matériau présente une plasticité beaucoup plus importante durant la transformation de phase. Elle est généralement appelée plasticité de transformation.

L'intérêt pratique de l'effet TRIP est le durcissement martensitique qu'il confère à la matrice sollicitée mécaniquement et surtout l'accroissement de la ductilité qui en résulte: il y a freinage de la tendance à la localisation de la déformation.

L'effet TRIP, extrêmement séduisant dans son principe, a connu dans le passé une utilisation limitée aux aciers austénitiques métastables Fe-Cr-Ni et Fe-Ni-C et ce pour deux raisons principales: le coût d'élaboration lié à la composition fortement enrichie en éléments d'alliages et le niveau restreint de limite d'élasticité accessible en raison de la structure initiale entièrement austénitique.

Des recherches menées ces dernières années dans le cadre de développement de nouveaux aciers nécessitant des additions limitées en éléments d'alliage, utilisés pour la fabrication des tôles anti-abrasion ou de protection balistique et pour tôles de structures automobiles, ont abouti au développement d'un nouveau concept TRIP alliant, pour en conjuguer les avantages:

- la contribution complémentaire d'une seconde phase austénitique métastable dite "austénite résiduelle" apte à subir une transformation de phase (sous entendu en martensite) qui induit une plasticité importante.
- le durcissement martensitique assurant l'essentiel des caractéristiques de résistance, notamment de limite d'élasticité.

Il est remarquable que cette austénite résiduelle ayant des caractéristiques optimales (fraction volumique, taille, morphologie et composition) reste l'objectif principal à atteindre pour le développement des avantages liés à l'effet TRIP. Pour former cette austénite optimale, il faut contrôler un certain nombre de facteurs tels que la composition chimique, le processus thermomécanique de fabrication, et surtout les paramètres de recuit après laminage de la tôle (température, temps, vitesse de refroidissement).

Nous donnerons par la suite une définition métallurgique plus complète d'un acier TRIP au cours du chapitre 1.

Le chapitre 2 sera consacré à la caractérisation par dilatométrie des températures de changement de phases de l'acier qui a une microstructure ferrito-perlitique au départ, puis à l'optimisation des paramètres de recuit pour l'obtention d'une quantité importante d'austénite résiduelle la plus riche possible en carbone, tout en utilisant la technique de diffraction par rayons X pour une analyse quantitative des phases.

Le chapitre 3 sera consacré à la mise en évidence de l'effet TRIP à la température ambiante sur un acier recuit, et à l'analyse de la texture des tôles..

Le chapitre 4 traitera de l'application de la méthode vectorielle aux matériaux cubiques suivie d'une analyse quantitative de la texture des tôles.

Le chapitre 5, sera consacré à l'étude de la variation de la fraction volumique de l'austénite résiduelle selon l'épaisseur et au gradient de texture.

# CHAPITRE 1

## Généralités sur les aciers TRIP

Nous donnerons une définition métallurgique plus complète d'un acier TRIP au cours de ce chapitre, mais pour cela, nous devons rappeler quelques définitions et résultats classiques sur la structure des aciers et les transformations de phases.

### 1.1 Rappels sur les structures des aciers

#### 1.1.1 A l'équilibre

Les phases présentes dans les alliages fer-carbone sont les suivantes:

- Ferrite  $\alpha$ : solution solide d'insertion de carbone dans le fer  $\alpha$ , de structure cubique centrée, de paramètre de maille  $2.8664 \text{ \AA}$ . A la température ordinaire, la ferrite contient 0.006 % de carbone (en masse) au maximum. Sa teneur maximale de carbone est de 0.02 % à 727 °C.
- Austénite  $\gamma$ : solution solide d'insertion de carbone dans le fer  $\gamma$ , de structure cubique à faces centrées (CFC), dont le paramètre de maille est fonction du pourcentage en carbone dans l'austénite. La solubilité maximale du carbone dans l'austénite est de 2 % à 1148 °C (figure 1-1).

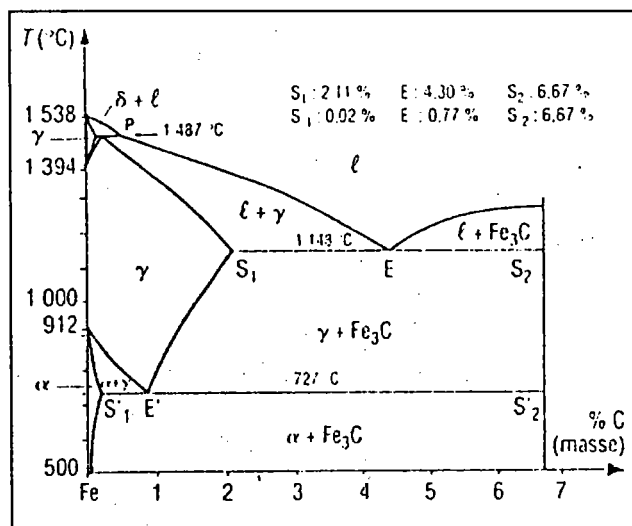


figure 1-1: Diagramme d'équilibre métastable (fer-carbone)

Lorsqu'on s'éloigne des conditions d'équilibre c'est à dire à vitesse de chauffe ou de refroidissement élevée, il se forme de nouveaux constituants. Les transformations au chauffage et au refroidissement ne se font plus à la même température. On notera respectivement  $A_{c_i}$ ,  $A_{e_i}$ ,  $A_{r_i}$ , les températures au chauffage, à l'équilibre et au refroidissement.

### 1.1.2 Hors d'équilibre

Lorsqu'un acier est austénitisé, puis refroidi très rapidement jusqu'à une température  $T_i$  inférieure à  $A_{c_1}$  (figure 1-2), l'austénite se transforme dans des conditions hors d'équilibre.

Ces transformations sont résumées sur le diagramme transformation-température-temps (TTT) d'un acier normalisé 30MS6.

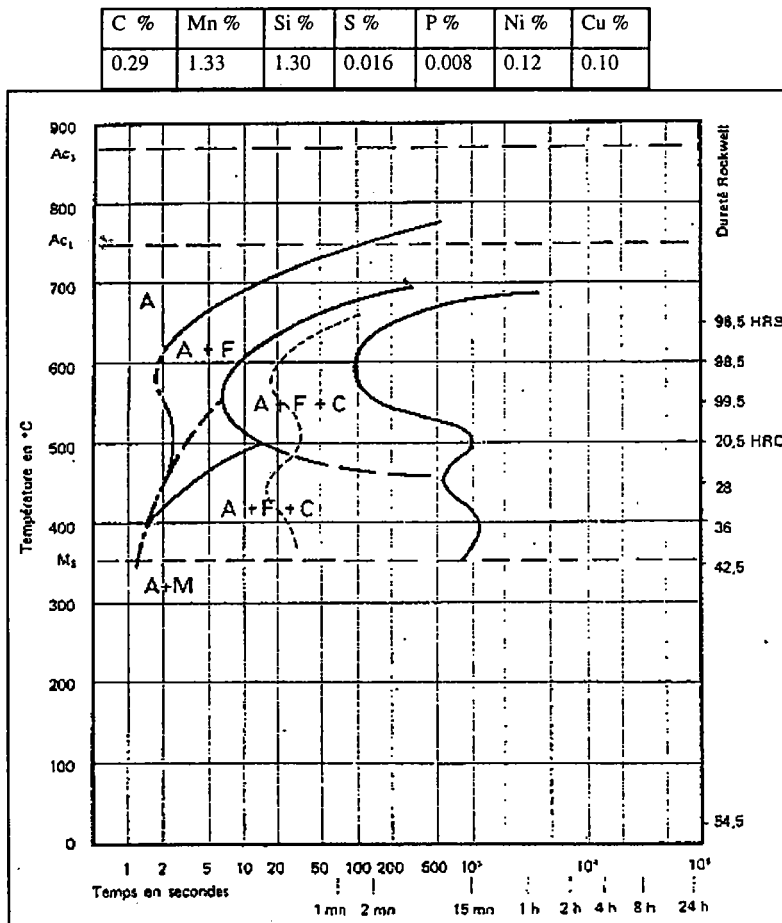


figure 1-2 : courbe T T T d'un acier normalisé 30MS6

Remarque: Dans notre étude nous utilisons un acier de composition chimique Fe-0.2C-1.5Mn-1.5Si.

Suivant la vitesse de refroidissement et la température à laquelle on refroidit et/ou on maintient, on distingue deux types de transformations:

- les transformations avec diffusion
- les transformations sans diffusion

### **1.1.2.1 Transformations avec diffusion [Barralis (1997)]**

#### **1.1.2.1.1 Transformations perlitiques**

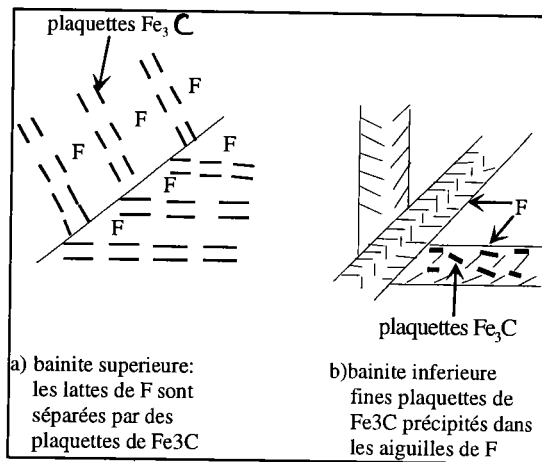
Elles interviennent à des températures élevées du domaine de transformations isothermes de l'austénite. Elles font intervenir d'importants phénomènes de diffusion du carbone et des éléments alliés en substitution dans l'austénite.

#### **1.1.2.1.2 Transformations bainitiques**

A une température  $T_i$  plus basse mais au dessus de  $M_s$  (température de début de transformation martensitique), la diffusion des éléments alliés en substitution devient plus difficile, et la transformation perlitique est progressivement remplacée par une transformation dite bainitique.

On distingue deux types principaux de bainite:

- *la bainite supérieure*: elle apparaît à plus haute température. La ferrite se forme en "lattes", les plaquettes de carbures de fer précipitent entre ces lattes à peu près parallèlement à elles (figure 1-3-a).
- *la bainite inférieure*: elle apparaît à plus basse température. La ferrite formée est de plus en plus aciculaire, la température étant relativement basse. La diffusion du carbone devient à son tour difficile. De ce fait les aiguilles de ferrite sont sursaturées en carbone au moment de leur formation. Les carbures de fer précipitent à l'intérieur des aiguilles de ferrite sous forme de plaquettes très fines, semi-cohérentes avec la matrice ferritique (figure 1-3-b). La présence de ces fins précipités de carbures conduit à un durcissement par précipitation de la matrice ferritique, conférant à la bainite inférieure un excellent compromis entre la limite élastique et la résilience.



**figure 1-3:** Microstructures bainitiques

### 1.1.2.2 Transformations sans diffusion (ou transformations martensitiques)

[Nishiyama (1978)] [Barralis (1997)]

Par un refroidissement rapide au dessous de  $M_s$ , l'austénite se transforme en une nouvelle structure, de même composition, la martensite. Le carbone n'a en effet plus le temps de diffuser pour se répartir entre deux phases de composition différentes, la ferrite et la cémentite. La martensite peut être considérée comme étant de la ferrite tellement sursaturée en carbone que la présence des atomes de carbone crée une distorsion importante du réseau cubique centré. A cause de l'important changement de volume dû à la transformation de l'austénite en martensite et puisqu'il doit toujours y avoir cohérence entre les phases, la martensite se trouve fortement déformée par cisaillement et par maclage; elle contient un très grand nombre de dislocations et elle est très dure.

Au cours de la transformation martensitique, les atomes de la phase mère vont occuper les positions de la nouvelle structure, en se déplaçant sur des distances inférieures à la distance interatomique. Ce mouvement des atomes est coopératif: chaque atome se déplace vers sa nouvelle position grâce au déplacement préalable des atomes voisins. Ce déplacement peut s'appeler "cisaillement displacif".

Le volume occupé par le produit de la réaction martensitique est différent de celui qu'occupait la phase mère. Dans le cas d'un acier eutectoïde, la martensite occupe un volume supérieur de 4% à celui de l'austénite. Il en résulte des contraintes internes qui s'opposent à la poursuite de la transformation, qui peut rester inachevée. Pour qu'elle se poursuive il faut augmenter l'instabilité de l'austénite en abaissant la température. La température de fin de transformation martensitique est appelée  $M_f$ .



Du point de vue morphologique, la martensite se présente sous forme de lattes pour les basses teneurs en carbone ou de plaquettes pour les teneurs plus importantes.

Après ces brefs rappels, nous pouvons classer les aciers qui vont donner lieu à effet TRIP.

## 1.2 Classification des aciers TRIP

### 1.2.1 Aciers austénitiques métastables [Zackay (1967)] [Tamura (1970)]

Cette classe d'aciers TRIP regroupe les aciers inoxydables (0.15 % C, 2 % Mn, 16-18 % Cr, 6-8 % Ni). Ils sont complètement austénitiques à l'ambiante.

Ces aciers présentent une bonne combinaison entre résistance mécanique et allongement (figure 1-4). En raison des coûts élevés de ces alliages, leur utilisation est très limitée.

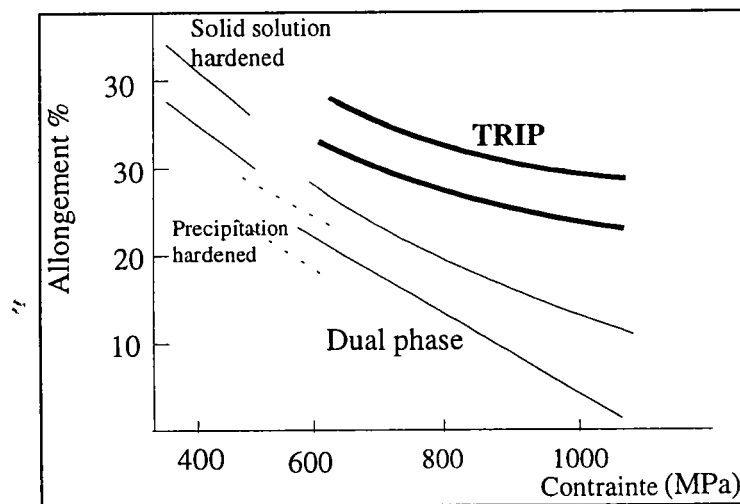


figure 1-4 : Caractéristiques ductilité - résistance des aciers TRIP

### 1.2.2 Les aciers dual - phase et HSLA [Morris (1979)]

Les aciers dual - phase sont obtenus:

- par laminage à chaud pour les aciers à teneur suffisante en éléments alphagènes (Si) et en éléments augmentant la trempabilité (Cr, Mn, Mo, etc.....).

Ces traitements s'appliquent surtout aux produits plats en acier de teneur en carbone inférieure à 0.1 % et initialement ferrito-perlitique pour obtenir des tôles "hautes résistance" de soudabilité et de formabilité élevée.

- par austénitisation partielle dans le domaine biphasé ( $\alpha+\gamma$ ) entre  $Ac_1$  et  $Ac_3$ , suivie d'une trempe suffisamment sévère pour éviter la formation de perlite et de bainite. La ferrite ne subit aucune transformation et l'austénite enrichie en carbone et en éléments d'alliage se

transforme partiellement en martensite. En fin de traitement, l'acier est constitué de ferrite et de martensite associées à de faibles quantités d'austénite résiduelle. La fraction volumique de la martensite peut varier de 20 à 50 % selon l'application que l'on envisage pour l'acier.

Pour les aciers microalliés à haute limite d'élasticité HSLA (High Strength Low Alloy), la composition chimique en carbone et éléments d'addition est faible. Ces aciers peuvent être produits par laminage à chaud.

### **1.2.3 Les aciers TRIP au Si-Mn [Sugimoto (1992)], [Chung (1993)], [Sakuma (1991)]**

Ces aciers ont une composition de 0.15 à 0.4 % en carbone, 1 à 2 % en Si, 1 à 2 % en Mn. Après un recuit dans le domaine biphasé (ferrite + austénite) entre  $A_{c1}$  et  $A_{c3}$  suivi d'un refroidissement rapide jusqu'à la température ambiante, une quantité significative d'austénite non transformée est stabilisée. La microstructure finale de ces aciers est constituée de ferrite, de ferrite transformée (FT), de bainite, de martensite, et d'austénite résiduelle.

Ce sont les caractéristiques de l'austénite résiduelle (fraction volumique, taille, morphologie) qui dictent les propriétés mécaniques de ces matériaux. Ils ont des caractéristiques mécaniques importantes et nécessitent de faibles coûts de fabrication. C'est cette classe d'aciers qui nous intéresse.

## **1.3 Processus d'obtention des aciers TRIP**

A part les aciers austénitiques métastables, les autres types d'aciers TRIP sont obtenus par recuit dans le domaine biphasé ( $\alpha+\gamma$ ) appelé recuit intercritique, suivi d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante.

Le contrôle de certains paramètres, à savoir la composition chimique, la microstructure primaire avant le recuit, et les conditions de recuit (température, temps de maintien, vitesse de refroidissement) permet l'obtention des aciers ayant les caractéristiques TRIP.

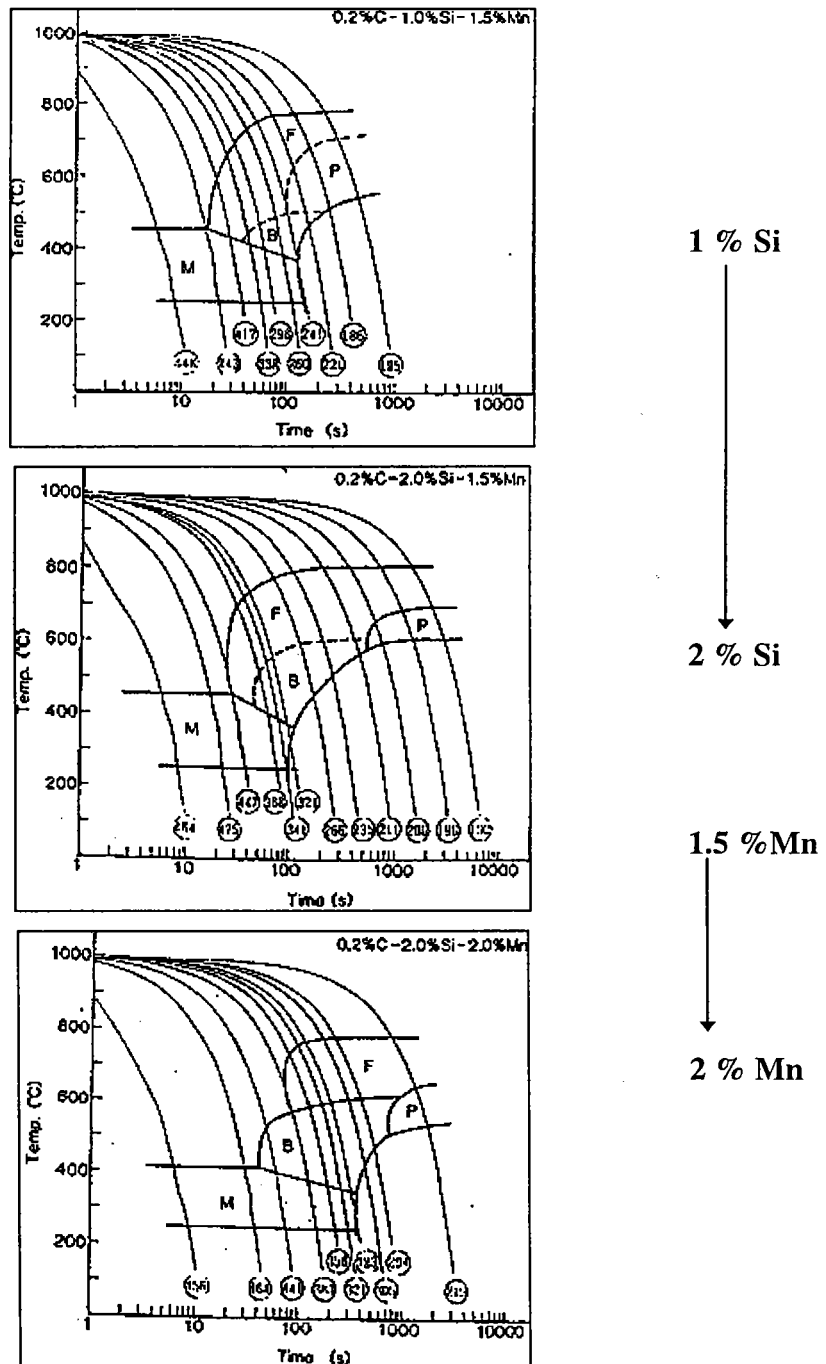
### **1.3.1 Composition chimique des aciers TRIP**

Un des facteurs les plus importants qui affectent les caractéristiques de l'austénite et donc les propriétés TRIP sont les éléments d'alliage [Ludwigson (1969)] [Tsukatani & H. (1991)].

Tous les éléments d'addition à l'exception du cobalt font diminuer la température  $M_s$ .

L'influence des éléments d'addition tels que le Silicium et le Manganèse ont été étudié par [Tsukatani&H (1991)]. L'augmentation du pourcentage du Silicium de 1 % à 2 % permet de

retarder la transformation de l'austénite en perlite, et d'empêcher ainsi la formation de la cémentite, comme le montre les courbes TRC (transformation en refroidissement continu) de la figure 1-5. L'augmentation du pourcentage du Manganèse de 1.5 % à 2 % déplace les courbes de transformation de l'austénite en ferrite et perlite vers la droite. En plus la température  $M_s$  diminue.



**figure 1-5:** effet de la variation du pourcentage du Silicium et du Manganèse sur les courbes TRC.

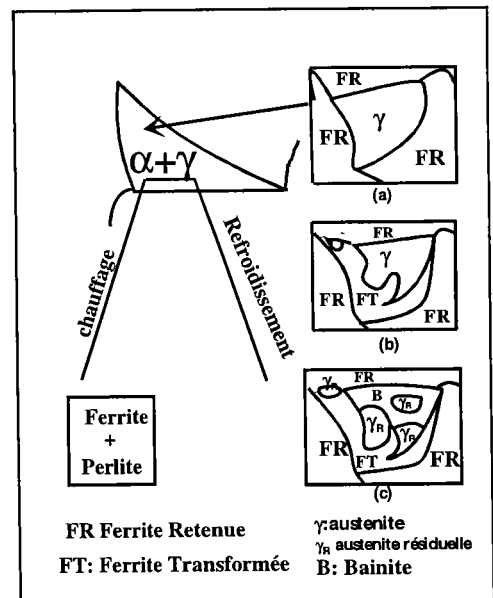
Ces auteurs ont montré que l'addition de Silicium à une fraction massique supérieure à 1 % entraîne une augmentation de la fraction volumique de l'austénite résiduelle, due au changement de la microstructure de la seconde phase (bainite + perlite) en ferrite bainitique. La diminution du pourcentage du Manganèse permet d'augmenter l'instabilité de l'austénite et d'accélérer la formation de la ferrite durant le processus de refroidissement. Le maximum d'austénite résiduelle et les meilleures caractéristiques mécaniques sont obtenues à 0.2 % C, 2 % Si et 1.5 % Mn dans l'acier.

D'autres éléments ont un effet indirect sur les propriétés TRIP par le contrôle de l'évolution de la microstructure. Ainsi le Phosphore permet la formation d'une austénite stable ayant une taille de grain fine [Chen (1989)].

### 1.3.2 Microstructure primaire

[Chen (1989) & Era] ont montré que si l'austénite formée lors du recuit intercritique a une taille très faible ( $\leq 1\mu m$ ), une grande quantité d'austénite résiduelle peut être stabilisée à la température ambiante. Ils ont observés deux types de grain d'austénite résiduelle:

- le premier type, de taille de grain inférieure à 3  $\mu m$ , originaire de la perlite avant laminage à froid, existe entre les grains de ferrite lors du recuit dans le domaine biphasé ( $\alpha + \gamma$ ) (figure 1-6(a)). Lors d'un refroidissement, une part d'austénite se transforme en ferrite (FT) (figure 1-6(b)) et les atomes de carbone diffusent vers l'austénite non transformée ce qui augmente la stabilité de l'austénite non transformée adjacente à la ferrite transformée (FT). Durant le traitement final (maintien à la température bainitique), une part de l'austénite non transformée se transforme en bainite (figure 1-6(c)) et certains atomes de carbone diffusent de la bainite vers l'austénite. Ce processus enrichit l'austénite en carbone et abaisse la température  $M_s$ .



**figure 1-6:** Illustration schématique montrant la transformation de l'austénite après un recuit intercritique

**Remarque:** On désigne par ferrite transformée (FT) la ferrite issue de la décomposition de l'austénite après recuit, et par ferrite retenue (FR) la ferrite qui coexiste avec l'austénite à la température de recuit, et qui est retenue à la température ambiante.

- le deuxième type, de taille de grain inférieure à 1  $\mu\text{m}$ , peut être considéré comme originaire de la cémentite obtenue par vieillissement après laminage à chaud, en dispersion dans la matrice ferritique.

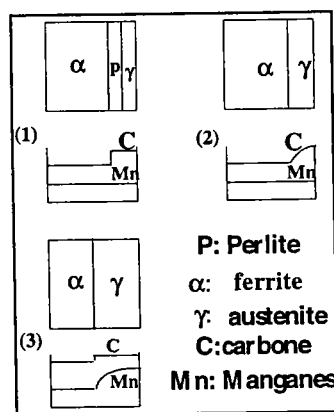
**Formation de l'austénite durant le recuit intercritique [Speich (1981)]**

Les différentes étapes (figure 1-7) d'une transformation de la structure ferrite-perlite en ferrite - austénite lors du recuit intercritique sont :

1- la germination de l'austénite à l'interface ferrite-perlite (figure 1-7-(1)) et la croissance de l'austénite au sein de la perlite jusqu'à dissolution complète de la perlite (figure 1-7-(2)). La cinétique de croissance de l'austénite dans la perlite est contrôlée en premier lieu par la diffusion du carbone dans l'austénite. A la fin de cette étape, l'austénite est enrichie en carbone. Par contre elle n'est pas en équilibre avec la ferrite.

2- la faible croissance de l'austénite dans la ferrite, contrôlée au début par la diffusion du carbone dans l'austénite (par la diffusion du Mn dans la ferrite aux températures proche de  $A_{c1}$ ).

3- l'équilibre final entre la ferrite et l'austénite contrôlé par la diffusion du Manganèse dans l'austénite (figure 1-7-(3)).



**figure 1-7:** Schéma montrant les trois étapes de la croissance de l'austénite durant le recuit intercritique des aciers ferrito-perlitiques.

1. Dissolution de la perlite
2. Croissance de l'austénite avec diffusion de carbone dans l'austénite
3. Equilibre final avec diffusion du manganèse dans l'austénite

Dans le cas où le matériau a subi un laminage à froid, la recristallisation de la ferrite précède la formation de l'austénite [Yang (1985)].

### 1.3.3 Contrôle des paramètres de recuit

#### 1.3.3.1 Température de recuit

[Bangaru (1982)], [Sachdev (1983)], [Leslie (1981)] ont montré qu'il existe des valeurs optimales pour les températures de recuit intercritique. On a défini deux régimes de températures:

- le régime I, entre  $A_{c1}$  et la température optimale, où il y a germination optimale des particules d'austénite sans croissance significative. A ce stade la quantité d'austénite résiduelle décroît.

- le régime II, entre la température optimale et  $A_{c3}$ , où il y a croissance significative des particules d'austénite après leur germination. A ce stade, la quantité d'austénite résiduelle décroît.

[Tsuzaki (1992)], [Sakuma (1991)B], [Yasuki (1990)], [Matsumura (1987)] ont montré qu'après un recuit intercritique, un maintien à la température bainitique juste au dessus de la température  $M_s$ , permet d'augmenter la fraction volumique de l'austénite résiduelle et sa concentration en carbone.

#### 1.3.3.2 Temps de recuit

Le temps de recuit a le même effet que la température de recuit. La formation de l'austénite à une température donnée est dominée par la cinétique de germination. Après un certain temps c'est le processus de croissance qui domine [Chen (1989)].

#### 1.3.3.3 Vitesse de refroidissement

L'autre variable importante dans le processus de production des aciers TRIP est le contrôle de la vitesse de refroidissement lors du recuit. Cette vitesse a une conséquence directe sur les produits de décomposition de l'austénite, leur quantités (figure 1-8) et la diffusion des éléments d'addition [Sakuma (1991)B]

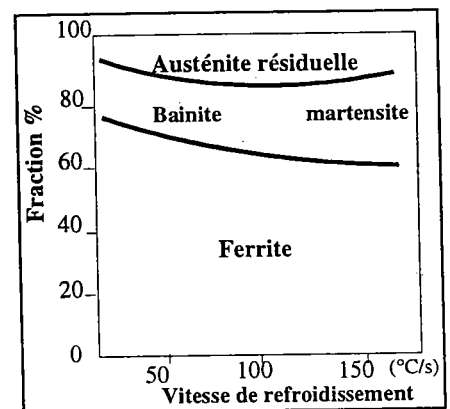


figure 1-8: changement de la fraction volumique de la microstructure en fonction de la vitesse de refroidissement

A faible vitesse de refroidissement, l'austénite se transforme en ferrite (FT) et l'austénite restante finit sa transformation en bainite. Durant ce temps il y a diffusion du carbone vers l'austénite restante qui se produit à travers l'interface austénite / ferrite [Bangaru (1982)]. La quantité d'austénite résiduelle obtenue est faible, par contre elle est riche en carbone (figure 1-9).

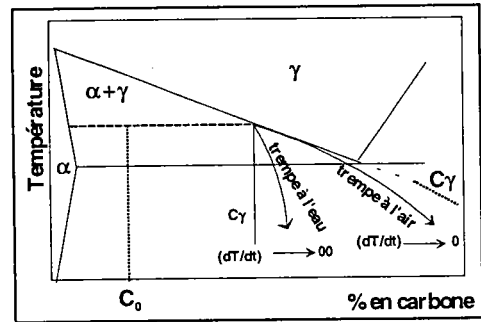


figure 1-9: Illustration schématique de l'effet de la vitesse de refroidissement sur le taux de carbone  $C_\gamma$  de l'austénite résiduelle.

La microstructure de l'acier à la température ambiante est constituée de ferrite retenue (FR), de ferrite transformée (FT), de perlite, de bainite, et d'austénite résiduelle.

Une vitesse de refroidissement rapide supprime la formation de certains de ces produits. La microstructure est constituée de ferrite, martensite et une très faible quantité d'austénite résiduelle. L'austénite résiduelle obtenue est pauvre en carbone (figure 1-9), et elle n'a pas un grand effet sur les propriétés TRIP [Matsumura (1987)].

La vitesse de refroidissement n'agit pas uniquement sur la quantité d'austénite résiduelle mais aussi sur la morphologie des constituants. Par exemple une vitesse de refroidissement rapide permet l'obtention d'une ferrite aciculaire à la place de la ferrite polygonale [Maki (1990)].

## 1.4 Propriétés des aciers TRIP

### 1.4.1 Microstructure et stabilité de l'austénite résiduelle

Lors d'un chargement mécanique, la transformation de l'austénite résiduelle en martensite favorise la consolidation. Pour obtenir un effet significatif, la transformation martensitique doit donc se produire graduellement au cours de la déformation.

Dans le cas d'une austénite instable, la cinétique de la transformation induite par déformation est tellement rapide qu'une grande quantité d'austénite résiduelle se transforme en martensite à très faible déformation plastique, et la ductilité est moins bonne.

Les paramètres qui influencent la stabilité de l'austénite résiduelle sont: la taille de grains, la morphologie et la répartition des solutions solides lors du recuit [Sangal (1985)].

#### 1.4.1.1 Taille de grain de l'austénite

Il est établi qu'une austénite à grains fins (formée lors du recuit) se transforme en ferrite, perlite, ou bainite à grains fins. Cette diminution de la taille des grains entraîne un accroissement de l'allongement maximal et de la limite élastique [Lesley (1981)].

#### 1.4.1.2 Morphologie de l'austénite résiduelle

Son influence a été étudiée par de nombreux auteurs. [Chung (1993)] [Sugimoto (1993)] suggèrent que la stabilité de l'austénite résiduelle est déterminée par sa morphologie plus tôt que par la taille des grains. Ils ont établi que la morphologie de l'austénite résiduelle dans les aciers TRIP se présente sous 3 formes:

- 1- sous forme aciculaire située entre les frontières de lattes de bainite ou de lattes de martensite.
- 2- sous forme d'îlots situés à l'intérieur d'une matrice ferritique et de taille de grain inférieure à 1 micron.
- 3- sous forme granulaire situé le long des grains de ferrite, à la juxtaposition avec des grains de bainite ou de martensite.

Pour l'austénite résiduelle sous forme d'îlots, la ferrite subit en premier lieu les déformations, ce qui engendre des dislocations à l'interface ferrite-austénite. Les contraintes internes générées par ces dislocations agissent comme une force motrice pour la transformation martensitique induite par déformation. Ce type de morphologie influence la ductilité.

Pour les deux autres types de morphologie, l'austénite présente une densité très élevée de dislocations. Ce type de morphologie a une influence sur la résistance mécanique de l'acier.

#### 1.4.1.3 Répartition des solutions solides

Lors du recuit intercritique le Silicium tend plus à se diffuser vers la ferrite alors que le Manganèse et le Carbone vont diffuser vers l'austénite [Sakuma (1990)][Yang (1985)]. Ainsi, une répartition bien équilibrée des éléments d'addition permet l'obtention d'une austénite résiduelle qui a une grande stabilité.

#### 1.4.2 Propriétés mécaniques

Les différentes propriétés mécaniques des aciers TRIP (formabilité, usure, résilience, fatigue,.....etc...) ont été étudiées par de nombreux auteurs [Yasuki (1990)], [Tsukatani (1991)], [Matsumura (1992)], [Sakuma (1988)].

La formabilité est définie comme étant le produit de la résistance à la traction par l'allongement relatif total. ( $\sigma \cdot \epsilon$ ) c'est donc une énergie volumique qui peut être regardée comme un indice de bonnes caractéristiques mécaniques. Des valeurs élevées de 30000 MPa % (1000 MPa \* 30 %) ont été trouvées pour ces aciers TRIP [Sugimoto (1993)].



Il est remarquable qu'avec une proportion restreinte (de l'ordre de 10 à 20 %) d'austénite résiduelle, le développement des propriétés mécaniques liés à l'effet TRIP reste néanmoins très marqué.

A titre d'exemple, un triplement de l'allongement uniforme en traction (allongement avant localisation par striction) peut être obtenu sur un acier soumis à une contrainte de 1500 MPa par la mise en jeu d'une proportion voisine de 15 % d'austénite résiduelle [Yasuki (1990)] susceptible d'effet TRIP (comparativement avec un acier purement martensitique de même résistance) ce qui démontre l'effet de consolidation apporté par la transformation induite par déformation.

Les propriétés de fatigue sont supérieures à celles des aciers dual-phase (ferrite-martensite).

### 1.5 Transformation martensitique

La structure cristalline de la martensite dans les aciers est tétragonale centrée, et peut être regardée comme une distorsion du réseau cubique centré, allongé selon un des axes du cube et diminué suivant les deux autres (figure 1-10). Sa tétragonalité dépend du pourcentage de carbone dans l'acier [Nishiyama (1978)]. Elle est représentée par le rapport  $c/a$  [Robert (1969)]:  $c/a = 1 + 0.045 * (\%C)$

Nous décrivons par la suite l'aspect microscopique de sa formation.

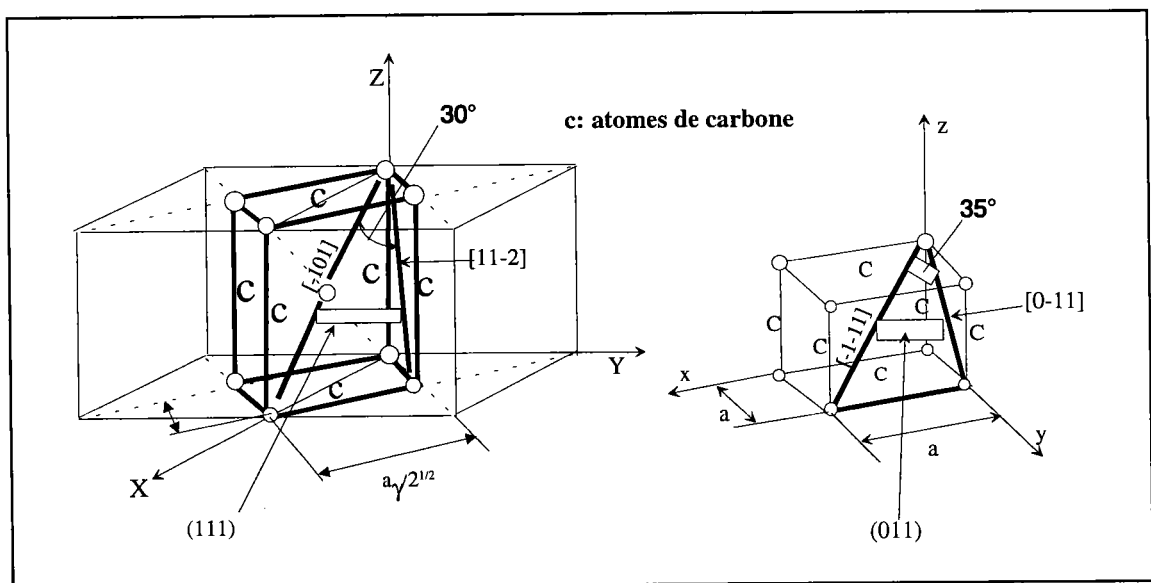


figure 1-10: Correspondance de Bain pour la transformation  $\gamma \longrightarrow \alpha$

**1.5.1 Aspect microscopique**

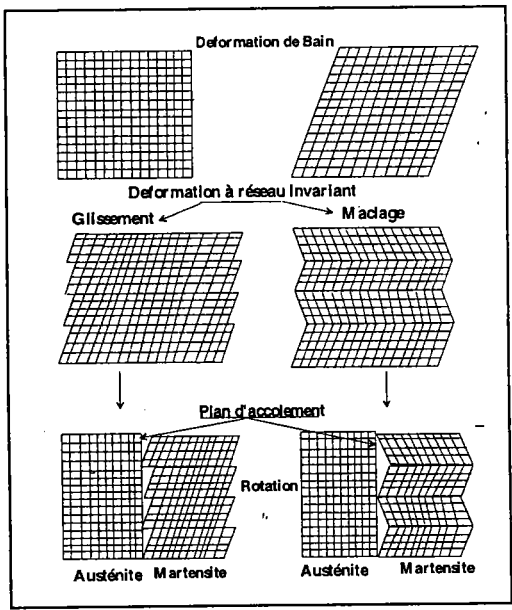
[Bain (1924)] proposa d'expliquer la formation d'un réseau cubique centré par déformation d'un réseau cubique à faces centrées (figure 1-10). Le réseau cubique centré est généré par une compression suivant l'axe  $\vec{z}$  et une traction suivant les deux autres axes. C'est la déformation de Bain.

La transformation d'un élément de volume de l'austénite en martensite subit une déformation caractérisée par:

- un cisaillement important selon un plan et une direction bien définis
- une faible variation de volume

Cette déformation résulte d'une transformation du réseau cristallin (déformation de Bain) suivie d'une transformation à réseau invariant constitué soit d'un maclage, soit d'un glissement (figure 1-11). Cette déformation est provoquée par un cisaillement le long du plan d'habitat pendant toute la durée du processus. Ce type de déformation est appelé déformation à plan invariant [Nishiyama (1978)].

La martensite présente une sous-structure qui accommode les variations dimensionnelles dues à la déformation de Bain (relaxations des contraintes locales); il y a maclage interne de la martensite ou glissement plastique. C'est cette sous-structure qui permet d'avoir un plan invariant au cours de la transformation.



**figure1-11:** Décomposition de la déformation totale en déformation de Bain et déformation à réseau invariant.

**1.5.2 Contrainte et déformation plastique induite**

La transformation martensitique est caractérisée par le mécanisme de cisaillement déplacé. Quand des contraintes externes sont appliquées sur la phase mère la déformation se produit par glissement plastique.

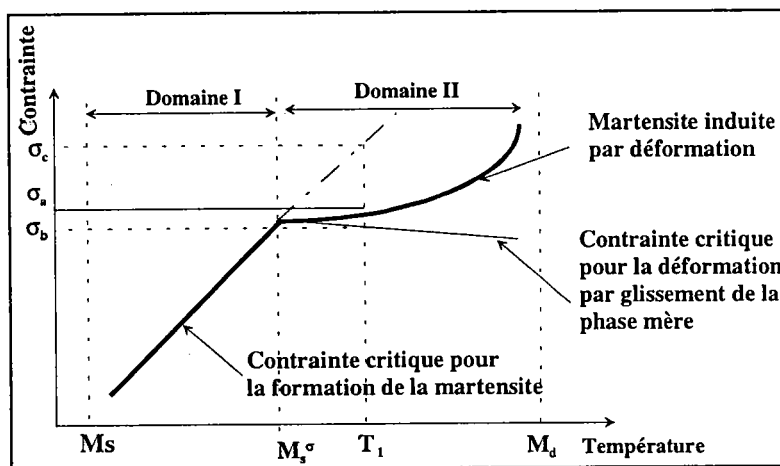
La contrainte requise pour activer la transformation martensitique diminue avec la décroissance de la température (elle devient nulle quand  $T = M_s$ ).

Le suivi de la contrainte critique nécessaire à la transformation permet d'appréhender les différents modes de transformations de l'austénite [Tamura (1982)][Tamarat (1995)].

On distingue deux domaines (figure 1-12):

- un domaine I, où la variation de contrainte, nécessaire à induire la transformation, augmente linéairement en fonction de la température de l'essai. Les contraintes sont inférieures à la limite d'écoulement de la phase mère. La température limite entre les deux domaines est appelé  $M_s^\sigma$  (température limite où la transformation peut être induite par une contrainte élastique).
- un domaine II, où une déformation plastique de l'austénite précède la transformation martensitique. Dans ce domaine, la contrainte critique évolue peu avec la température, elle est proche de la limite d'élasticité de l'austénite (pour des températures proches de  $M_s^\sigma$ ), et elle augmente rapidement à plus haute température.

La température limite à laquelle la contrainte appliquée peut induire la transformation est appelée  $M_d$ .



**figure 1-12:** Représentation des variations de contrainte en fonction de la température d'essai.

Quand l'austénite est déformée à une température  $T_1$  supérieure à  $M_s^\sigma$ , la transformation produit un écoulement plastique à partir d'une contrainte  $\sigma_b$ .

Un accroissement de la déformation nous conduira à une contrainte  $\sigma_a$ , début de la transformation martensitique.

La différence  $(\sigma_a - \sigma_b)$  est attribuée à la déformation plastique de l'austénite.

Une hypothèse émise par [Tamura (1982)] expliquerait ce phénomène: une concentration de contraintes apparaît aux obstacles (joints de grains, joints de macles,...) et assiste la transformation. Ainsi lorsque la contrainte globale atteint la valeur  $\sigma_b$ , localement la contrainte est équivalente à  $\sigma_c$ . Une autre hypothèse émise par [Olson (1972)], suppose l'existence **au dessous de  $M_s^\sigma$** , des sites de germination pour la transformation assistée par contrainte, les mêmes que ceux de la transformation spontanée (obtenue par refroidissement au dessous de  $M_s$ ); **et au dessus de  $M_s^\sigma$** , la création de nouveaux sites au cours de la déformation plastique de l'austénite.

### 1.5.3 Terminologie

Une grande variété de termes a été utilisée pour décrire la transformation martensitique qui se produit durant la déformation mécanique, termes comme "**martensite induite par contrainte**" [Bhandarkar (1972)] [Fahr (1971)] "**martensite induite par déformation**" [Maxwell (1974)][Zackay (1967)][Hall (1969)][Gerberich (1971)].

[Bhandarkar & Z. (1972)] ont utilisés les termes "**martensite induite par contrainte**" pour la martensite qui est formée avant la limite d'écoulement plastique de l'austénite, et "**martensite Induite par déformation**" pour la martensite qui est formée après écoulement plastique de l'austénite.

Ces définitions ignorent complètement la morphologie et les mécanismes de formation de la martensite. En tenant compte de ces derniers, [Olson (1972)] ont suggéré "**martensite assistée par contrainte**" et "**martensite induite par déformation**".

#### 1- Martensite assistée par contrainte (domaine I)

Elle est formée par le processus de germination et de croissance semblable à celui de la martensite formée durant le processus de refroidissement sans application de contrainte ou de déformation. Quand la température croît, les plaquettes de martensite deviennent plus petites, de forme moins régulière, et sont en faibles quantités.

**2- Martensite induite par déformation (domaine II):** c'est la martensite produite par **déformation plastique de l'austénite** [Lecroisey (1972)]. Elle se forme le long des lattes parallèles concentrées suivant des bandes de glissement  $\{111\} \gamma$  de l'austénite déformée.

Il existe des relations d'orientations entre la martensite induite par déformation et l'austénite mère. Comme exemple, des relations de type Kurdjumov Sachs:

$$(\bar{1}\bar{1}1)\gamma // (0\bar{1}1)\alpha$$

$$[011]\gamma // [111]\alpha$$

### 1.5.4 Le phénomène TRIP

On parle d'effet TRIP au dessus de  $M_s^\sigma$ .

De nombreuses études réalisées, notamment sur les aciers inox présentant à l'ambiante une phase austénitique métastable, ont montré que les meilleures propriétés TRIP sont obtenus entre  $M_s^\sigma$  et  $M_d$ . Ainsi les aciers Fe 29 % Ni 0.26 %C étudiés par [Tamura & Maki (1970)] ont montré que les propriétés mécaniques varient considérablement en fonction de la température (figure 1-13).

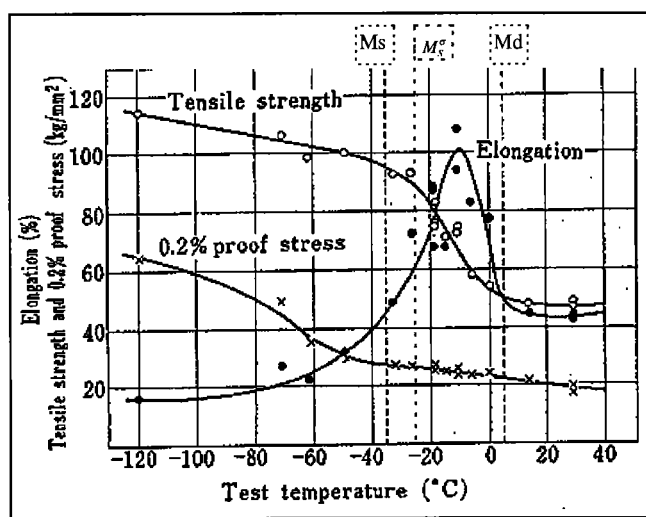


figure 1-13: effet de la variation de la température sur les propriétés mécaniques

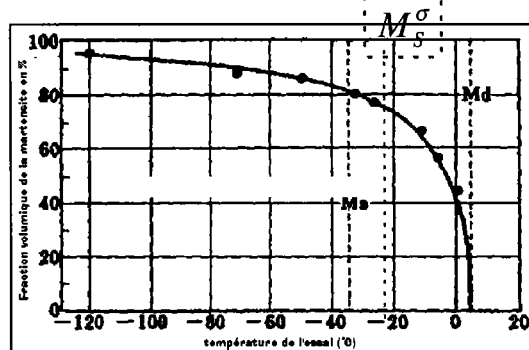


figure 1-14: quantité de martensite formée à différentes températures d'essais

En effet, la limite élastique conventionnelle à 0.2 % croît lentement avec la décroissance de la température jusqu'à  $M_s$ , puis au delà elle croît fortement, car la quantité de martensite augmente (figure 1-14). La résistance mécanique est constante au dessus de  $M_d$ , croît rapidement lorsque la température diminue. Ceci est dû à la formation de la martensite. L'allongement, constant au dessus de  $M_d$ , croît fortement et atteint un maximum à une température comprise entre  $M_s$  et  $M_d$ , dû à la plasticité induite par transformation de phase austénite-martensite.

Les aciers TRIP présentent une bonne combinaison de résistance mécanique et de ductilité lors de la déformation du matériau:

- la haute résistance est attribuée au durcissement, à la précipitation des carbures et dislocations, causées par un processus thermodynamique. En effet la formation de la martensite augmente l'accumulation des dislocations dans l'austénite, ce qui conduit à un accroissement du taux d'écrouissage du matériau. Un excès de dislocations est introduit dans la phase mère pour accommoder le changement de volume au cours de la transformation; de plus, la martensite se comporte comme un obstacle au glissement. Ainsi la martensite induite mécaniquement se comporte comme une phase durcissante [Zackay (1967)].
- la ductilité des aciers TRIP est due à la transformation martensitique induite par la déformation plastique de l'austénite.

## CHAPITRE 2

### Températures de changement de phases de l'acier brut et optimisation des paramètres de recuit

#### 2.1 But

Nous avons vu au chapitre précédent que pour l'obtention des aciers ayant l'effet TRIP, il faut contrôler la composition chimique, les processus thermomécaniques de fabrication et les traitements thermiques de recuit.

L'acier que nous avons reçu de la Sollac a été élaboré dans des conditions adéquates de contrôle de la composition chimique et des processus thermomécaniques de fabrication pour obtenir les caractéristiques TRIP.

C'est un acier à 0.22 % de carbone faiblement allié, dont la composition chimique est la suivante:

C	Mn	Si	P	S	N	Cu	Ni	Cr	Al	Mo	V	Nb	Ti	Zr
0.225	1.421	1.465	0.014	0.002	0.048	0.01	0.021	0.02	0.025	0.002	0.002	0.001	0.005	0.002

Il a subi les processus thermomécaniques suivants:

laminage à chaud

température de chauffage de la brame = 1250 °C

température de début de laminage = 880 °C

température de fin de laminage = 450 °C

laminage à froid

épaisseur initiale = 5 mm

épaisseur finale = 1.17 mm et 1.18 mm

taux de réduction = 76 %

Reste alors à contrôler le processus de recuit pour obtenir une quantité élevée d'austénite résiduelle ayant des caractéristiques optimales (fraction volumique, taille, morphologie et composition).

Avant de procéder à de tels essais de recuit, il faut en premier lieu connaître les températures de changement de phases de l'acier ( $Ac_1$ ,  $Ac_3$ ,  $Ms$ ,  $Mf$ ).

## 2.2 Détermination des températures de changement de phases de l'acier

Un certain nombre de formules empiriques permettent d'estimer les températures  $Ac_1$ ,  $Ac_3$  et  $Ms$  en fonction de la composition chimique. Nous retiendrons celles proposées par [Andrews (1965)]:

$$Ac_1(^{\circ}C) = 723 - 10.7Mn - 16.9Ni + 29.1Si + 16.9Cr + 6.38W + 290As$$

$$Ac_3(^{\circ}C) = 910 - 203\sqrt{C} - 15.2Ni + 44.7Si + 104V + 31.5Mo + 13.1W - 30Mn - 11Cr \\ - 20Cu + (700P + 400Al + 120As + 400Ti)$$

$$Ms(^{\circ}C) = 539 - 423C - 30.4Mn - 17.7Ni - 12.1Cr - 11Si - 7.5Mo$$

Pour l'acier brut que nous utilisons, ces formules donnent:

$$Ac_1 = 750 \text{ }^{\circ}C, Ac_3 = 858 \text{ }^{\circ}C \text{ et } Ms = 380 \text{ }^{\circ}C$$

Nous ne pouvons pas nous contenter de ces valeurs approchées. Nous avons donc choisi de faire une étude dilatométrique de notre acier pour déterminer avec exactitude les températures de transformations.

La dilatométrie est utilisée couramment pour déterminer les plages de température d'un changement de phase ou d'une croissance de grain qui peuvent survenir lors d'un cycle thermique. Ces variations structurales sont évaluées par le suivi de la dilatation d'une éprouvette de l'échantillon en fonction de la température mesurée grâce à un thermocouple. Les montées en température des cycles thermiques sont réalisées dans un four à radiation, et les refroidissements peuvent être accomplis par un soufflage d'air comprimé ou d'hélium.

Les cycles thermiques utilisés lors de la recherche des températures de transformation sont, en général, composés d'une montée en température, d'un palier et d'un refroidissement rapide.

Les températures de changement de phases sont déterminées à l'aide de deux types de courbes; les courbes dilatation - température et leurs dérivées par rapport au temps.

Pour nos essais, nous avons utilisé le dilatomètre Adamel Lhomargy DT1000. Les échantillons furent prélevés dans la tôle brute de laminage à froid. Ils ont pour dimension 10 mm de longueur et 4 mm de largeur.



Le cycle thermique choisi (figure 2-1) permet de déterminer au chauffage les points de transformation (ferrite → austénite)  $Ac_1$  et  $Ac_3$  et au refroidissement les points de transformation (Austénite → Martensite)  $Ms$  et  $Mf$ .

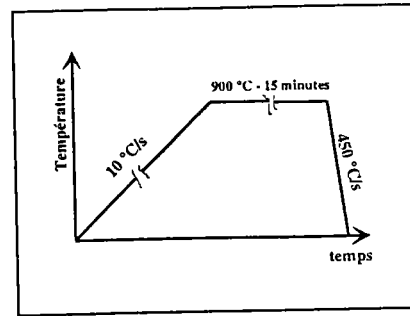


figure 2-1: Cycle thermique pour l'étude dilatométrique de l'acier brut.

### Résultats

Ils résultent de l'exploitation de la courbe

dilatométrique de la figure 2-2: allongement relatif, température  $\left( * 10^{-3} \frac{\Delta l}{l_0}, * 10^{\circ} C \right)$

**Montée en température:** l'échantillon est porté de la température ambiante à 900 °C, dans le domaine complètement austénitique. On note l'existence de trois domaines:

- jusqu'à 762 °C la courbe montre un allongement de l'échantillon qui correspond à une dilatation sous l'effet de la température sans changement de phase,
- entre 762 °C (=  $Ac_1$ ) et 864 °C (=  $Ac_3$ ), la contraction provient de la dissolution de la perlite et de la transformation de la ferrite en austénite,
- au delà de 864 °C, l'échantillon complètement austénitique reprend une dilatation classique.

Par extrapolation des parties rectilignes, on obtient donc:  $Ac_1 = 762^{\circ} C$  et  $Ac_3 = 864^{\circ} C$

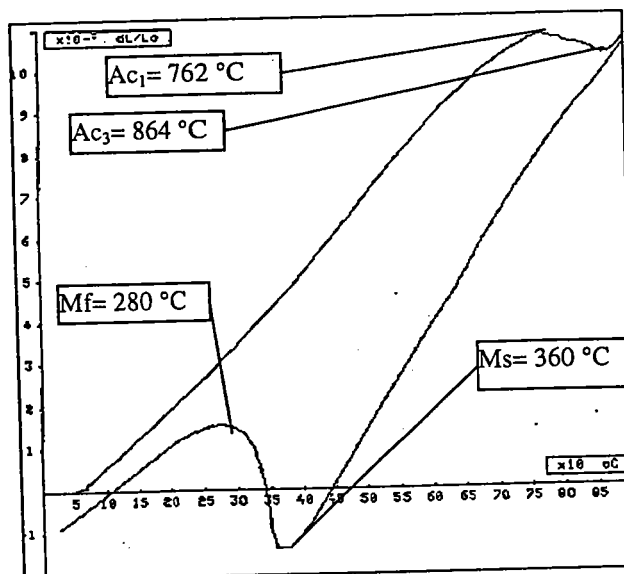


figure 2-2: courbe dilatation-température montrant les températures de changement de phases.

**Refroidissement:** Après un maintien à la température de 900 °C de 15 mn afin d'obtenir une austénite homogène, nous avons fait subir à notre échantillon une trempe rapide à la vitesse de 450 °C/s jusqu'à la température ambiante. On constate:

- une contraction de l'échantillon jusqu'à 360 °C (= Ms),
- une dilatation de l'échantillon sous l'effet d'un changement de phase austénite-martensite jusqu'à 280 °C (= Mf),
- une contraction de l'échantillon de Mf jusqu'à la température ambiante.

On obtient donc pour l'acier: **Ms = 360 °C** et **Mf = 280 °C**

Remarques:

1- les valeurs obtenues sont une moyenne d'une dizaine d'essais. La valeur moyenne est donnée avec une erreur absolue que nous estimons à  $\pm 3^\circ C$ .

2- Comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées

	Ac <sub>1</sub>	Ac <sub>3</sub>	Ms
valeurs mesurées	762°C	864°C	360°C
valeurs calculées	750°C	858°C	380°C

Les températures calculées sont données avec un écart de  $\pm 10^\circ C$  à  $\pm 15^\circ C$ .

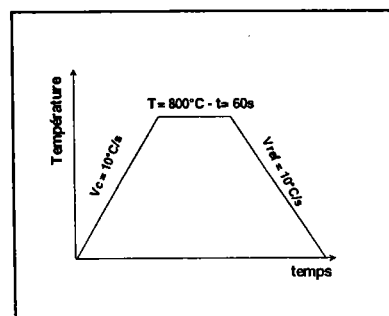
Les écarts sont de 12 °C pour Ac<sub>1</sub>, 6 °C pour Ac<sub>3</sub> et 20 °C pour Ms.

Nous utiliserons par la suite les valeurs que nous avons mesurées.

Connaissant maintenant les températures Ac<sub>1</sub>= 762 °C et Ac<sub>3</sub>= 864 °C, nous avons effectué un premier essai de recuit, en choisissant pour température de recuit dans le domaine biphasé ( $\alpha + \gamma$ ) la valeur 800 °C voisine de la valeur moyenne (813 °C) entre Ac<sub>1</sub> et Ac<sub>3</sub>

**2.3 Essai de recuit intercritique**

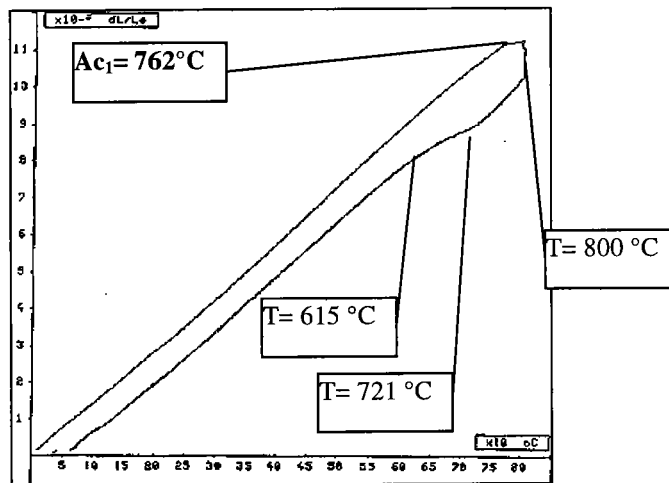
L'échantillon est chauffé à une vitesse de 10 °C/s, maintenu une minute à une température de 800 °C puis refroidit à une vitesse de 10 °C/s jusqu'à l'ambiante (figure 2-3).



**figure 2-3:** cycle thermique de recuit

La courbe dilatation-température (figure 2-4) montre:

- une contraction rapide de l'échantillon lors d'un maintien à 800 °C. Elle correspond à la dissolution de la perlite et mise en solution d'une partie de la ferrite.
- une variation dilatométrique, lors du refroidissement, qui commence à 721 °C et prend fin à 615 °C. Elle correspond à la décomposition partielle de l'austénite en ferrite et perlite.



**figure 2-4:** courbe dilatation-température de l'acier recuit à 800 °C.

## 2.4 Examen métallographique

Les échantillons ont été enrobés dans la résine à froid (epofix) et polis mécaniquement (prépolissage au papier, polissage diamant 6, 3, 1, ¼ micron). Après attaque chimique au nital à 2%, les échantillons ont été observés au microscope optique.

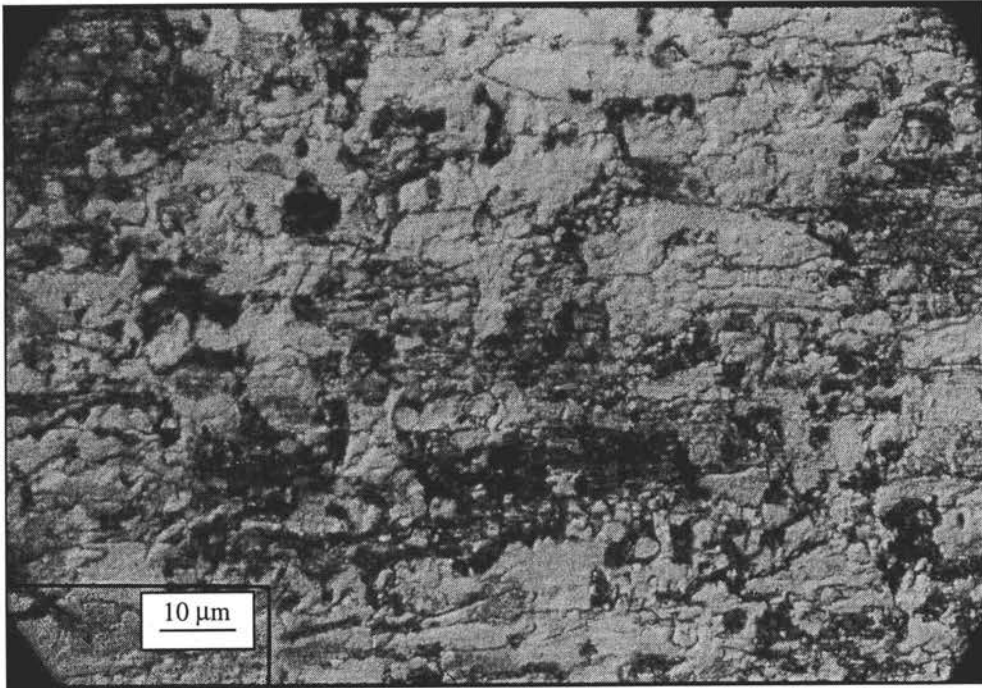
Pour l'acier brut (figure 2-5), on constate la présence de ferrite et de perlite et un allongement des grains suivant la direction de laminage.

La taille de grain de ferrite est de 35 µm.

Pour l'acier recuit (figure 2-6), on constate la présence de la ferrite retenue (en blanc) de taille de grain 8 µm, de la ferrite transformée (en gris) de taille de grain de l'ordre de 2 µm et de perlite (en noir). Il est difficile de détecter l'austénite résiduelle, noyée dans la perlite et dont la taille de grain est de l'ordre de micron.

Du fait de l'absence d'un bon contraste, les observations au microscope électronique à balayage ne nous ont pas apporté d'informations complémentaires.

Des essais en diffraction aux rayons X vont nous permettre d'analyser les phases en présence et de détecter la présence de l'austénite résiduelle.



**figure 2-5:** microstructure de l'acier brut



**figure 2-6:** microstructure de l'acier recuit (recuit intercritique à 800 °C)

## 2.5 Phases en présence et quantités d'austénite résiduelle

Cette étude est faite sur le goniomètre de texture de notre laboratoire (voir annexe I).

### 2.5.1 Diffractogrammes

Les diffractogrammes ont été obtenus en utilisant la méthode d'intégration deux axes (voir annexe I), c'est à dire en sommant les intensités diffractées au cours des deux mouvements de rotation (déclinaison de 0 à  $\psi_{\max}$ , rotation azimutale de 0 à 360°).

Nous avons utilisé le tube à anticathode de fer ( $\lambda = 1.9373 \text{ \AA}$ ).

Nous constatons sur le diffractogramme:

- de l'acier brut (figure 2-7) que les positions des raies sont caractéristiques d'une maille cubique centrée, celle de la phase ferritique  $\alpha$ ,
- de l'acier recuit (figure 2-8), en plus des raies de la ferrite, l'apparition des raies caractéristiques d'une maille cubique à faces centrées, celle de la phase austénitique  $\gamma$ .

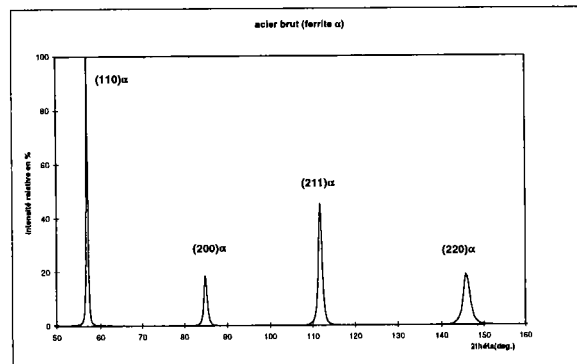


figure 2-7: spectre de diffraction de l'acier brut (ferrite)

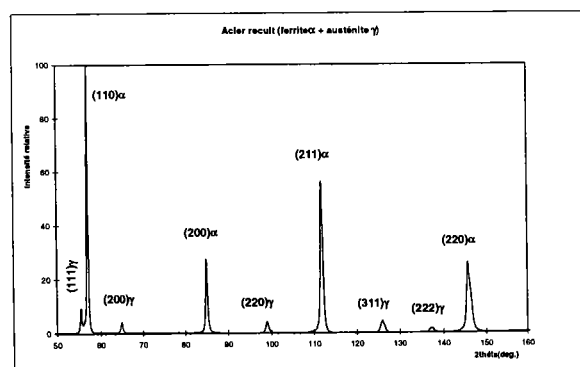


figure 2-8: spectre de diffraction de l'acier recuit (ferrite + austénite)

Le tableau 2-1 rassemble les différentes informations déduites de l'analyse spectrale des raies du diffractogramme de l'acier recuit:

- Tableau 2-1-

$\theta$	dhkl	nature de la raie	Intensité
27.72	2.082	(111) $\gamma$	9%
28.49	2.027	(110) $\alpha$	100%
32.49	1.803	(200) $\gamma$	4%
42.5	1.434	(200) $\alpha$	27%
49.44	1.275	(220) $\gamma$	4%
55.85	1.169	(211) $\alpha$	56%
62.94	1.087	(311) $\gamma$	5%
68.51	1.041	(222) $\gamma$	2%
72.9	1.013	(220) $\alpha$	26%

L'analyse des positions des raies du diffractogramme nous a permis de déterminer les paramètres de mailles à  $\pm 0.005 \text{ \AA}$  près. L'erreur absolue correspond à l'exactitude de mesure des positions de raies de diffraction. La position de la raie nous donne la distance interréticulaire

$d_{hkl}$ . Le paramètre de maille est calculé de la manière suivante:

$$a = d_{hkl} * \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}$$

Le paramètre de maille de la ferrite est  $2.866 \text{ \AA}$ .

Le paramètre de maille de l'austénite est déterminé en utilisant la méthode d'extrapolation de Nilson et Rilley [Cullity (1967)]: les paramètres de maille déterminés à partir des positions des raies (200), (220) et (311) sont tracés en fonction de  $(\cos^2 \theta / \sin \theta) + (\cos^2 \theta / \theta)$ , avec  $\theta$  correspondant à chacun de ces plans. Le paramètre de maille précis est obtenu par extrapolation linéaire à un angle  $\theta$  égal à  $90^\circ$ .

Pour l'austénite résiduelle de l'acier recuit, on trouve  $a = 3.605 \text{ \AA}$ .

Le paramètre de maille de l'austénite varie en fonction de sa concentration en carbone. [Robert (1969)] a proposé la formule suivante (voir annexe II):

$$a(\text{ \AA}) = 3.572 + 0.033 * (\% \text{ massique en C})$$

## 2.5.2 Détermination de la quantité d'austénite résiduelle par diffraction aux rayons X

### 2.5.2.1 Introduction

Différentes techniques ont été utilisées pour la mesure de la quantité d'austénite résiduelle dans des structures ferritiques et martensitiques. L'analyse quantitative par microscopie est possible quand la quantité d'austénite est très élevée (supérieure à 20 %).

Les autres techniques utilisées dans le passé sont: la résistivité électrique [Machlin (1951)], la perméabilité magnétique [Woherle (1966)], et l'analyse thermique [Edmondson (1957)]. Ces méthodes ne donnent pas de bons résultats pour une quantité d'austénite inférieure à 10%.

La technique de diffraction aux rayons X donne des résultats avec une exactitude meilleure pour des quantités d'austénite résiduelle > 2% [Averbach (1948)] [Miller (1964)] [Miller (1968)] [Cullity (1967)]. La plupart des méthodes utilisées sont basées sur la comparaison directe des intensités intégrées pour chaque phase mesurée par diffraction des rayons X. Elles diffèrent principalement par le choix de la radiation et le choix des plans diffractants pour la comparaison. La présence d'orientations préférentielles pose un problème lors de l'analyse quantitative. De nombreux auteurs ont proposé des méthodes d'analyse en tenant compte de l'effet de la texture [Guluberg (1966)][Miller (1964)][Miller (1968)][Dickson (1969)] [Burke (1970)].

[Miller (1964)] utilisant une radiation du molybdène a proposé la formule suivante dans le cas d'un échantillon constitué de deux phases, l'une austénitique et l'autre ferritique ou martensitique donnant la fraction volumique en austénite  $\gamma$ :

$$V_{\gamma} = 1.4 I_{\gamma} / (I_{\alpha} + 1.4 I_{\gamma})$$

où:  $I_{\gamma}$  est la moyenne de l'intensité intégrée des deux raies d'austénite (220), (311) et  $I_{\alpha}$  est l'intensité intégrée de la raie de la ferrite (211).

Dans la pratique, l'absorption, l'extinction, l'inhomogénéité et la texture ont une influence sur la détermination des intensités. La ferrite et l'austénite ont même coefficient d'absorption. L'extinction a une grande influence sur les fortes réflexions (111) $_{\gamma}$  et (110) $_{\alpha}$ , elle est moins prononcée pour les faibles réflexions. La présence d'une forte texture introduit de fortes erreurs dans le calcul de la quantité d'austénite résiduelle. Pour remédier à cela, une solution consiste à amener la majorité des orientations en position de diffraction, c'est à dire en balayant l'ensemble des orientations possibles par déclinaison et rotation de l'échantillon irradié, comme lors de la mesure d'une figure de pôle.

### 2.5.2.2 Formulation de la méthode pour l'échantillon isotrope

L'analyse quantitative par diffraction X est basée sur la mesure de l'intensité intégrée d'une phase dans un mélange de phases qui dépend de la concentration de cette phase dans le mélange.

Sur un diffractogramme, l'expression de l'intensité intégrée diffractée par une seule phase dans un polycristal dans un diffractogramme est donnée par:

$$I = K * (1/v^2) \left[ |F|^2 * p * \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) * e^{-2m} \right] * V / 2\mu \quad (1)$$

$$I = K * R * V / 2\mu$$

où:

$$R = (1/v^2) \left[ |F|^2 * p * \left( \frac{1 + \cos^2 \theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) * e^{-2m} \right]$$

K: constante qui dépend du rayon X incident et de la géométrie du diffractomètre,

v: le volume de l'unité de maille,

F: facteur de structure,

p: facteur de multiplicité,

$\left( \frac{1 + \cos^2 \theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right)$ : facteur de polarisation de Lorentz, généralement désigné par L,

$e^{-2m}$ : facteur de température,

$\mu$ : coefficient d'absorption linéique du volume irradié,

V: fraction volumique de la phase considérée.

Pour un alliage contenant les deux phases  $\alpha$  (ferrite) et  $\gamma$  (austénite) on peut écrire:

$$I_\alpha = K * R_\alpha * V_\alpha / 2\mu \quad (2)$$

$$I_\gamma = K * R_\gamma * V_\gamma / 2\mu \quad (3)$$

$$\text{et } V_\alpha + V_\gamma = 1 \quad (4)$$

Le rapport des intensités intégrées de chaque phase (le coefficient d'absorption est le même pour les deux phases) nous donne le rapport des fractions volumiques de chacune des phases dans le mélange:

$$I_\alpha / I_\gamma = R_\alpha * V_\alpha / R_\gamma * V_\gamma \quad (5)$$

On tenant compte de l'équation (4), la fraction volumique de la phase  $\gamma$  est donnée par:

$$\boxed{V_\gamma = \frac{1}{R' \frac{I_\alpha}{I_\gamma} + 1}} \quad (6), \text{ avec } R' = \frac{R_\gamma}{R_\alpha}$$



### 2.5.2.3 Quantité d'austénite résiduelle dans le cas d'un échantillon anisotrope :

C'est le cas de notre acier, qui présentent des orientations préférentielles.

Nous pouvons appliquer la méthode précédente, mais après homogénéisation du matériau.

Nous avons réalisé des diffractogrammes intégrés en faisant varier les angles de déclinaison de 0 à 75° par pas de 2.5° et les rotations de 0 à 360° par pas de 5°.

En effet la totalité des orientations n'est donc pas balayée et les intensités provenant des bords des figures de pôles ne sont pas prises en compte (figure 2-9). Nous avons fait donc des corrections sur les intensités à partir des figures de pôles recalculées:

$$I_{\text{corrigée}} = I_{\text{mesurée}} * \frac{\left( \sum_{c=1}^{36} I_c S_c \right)}{\left( \sum_{c=1}^{32} I_c S_c \right)} = I_{\text{mesurée}} * X$$

où:  $X = \frac{\left( \sum_{c=1}^{36} I_c S_c \right)}{\left( \sum_{c=1}^{32} I_c S_c \right)}$  représente le rapport des intensités de la figure de pôles complète sur celles

de la figure de pôles balayée incomplète.

$I_c$ : est l'intensité sur une couronne et  $S_c$  est l'aire d'une couronne.

Si on prend comme exemple la figure de pôle (211) de la phase ferritique de l'acier recuit, l'intensité est mesurée de la couronne 1 à la couronne 32 (figure 2-9-(a)). L'intensité de la figure de pôle complète (figure 2-9-(b)) est lue sur la figure de pôle axiale recalculée de la couronne 1 à la couronne 36 (figure 2-9-(c)). On constate une intensité importante au centre, et une intensité moyenne sur le bord.

Dans ce cas, le terme de correction X est égale à 1.17

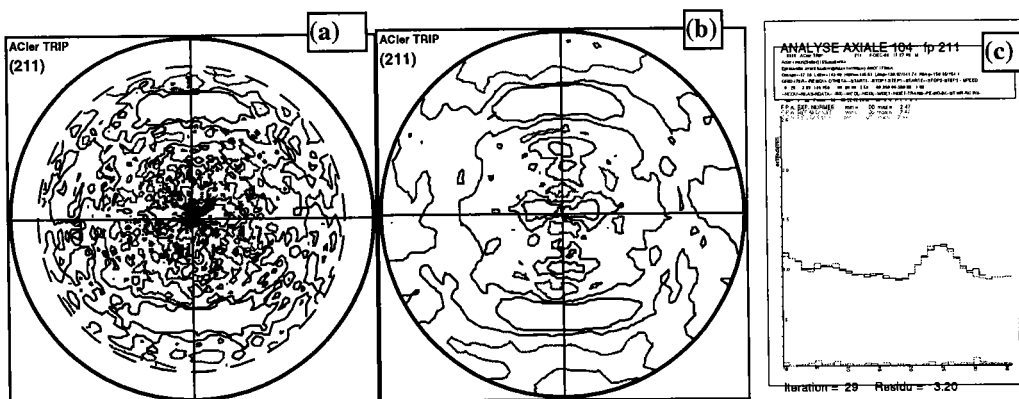


figure 2-9 : figure de pôles expérimentale, recalculée et axiale du plan (211)

Pour l'acier recuit, nous avons choisi pour la détermination de la quantité d'austénite résiduelle deux raies de la phase ferritique  $\{(211),(200)\}$  et deux raies de la phase austénitique  $\{(220),(311)\}$ .

Après les corrections apportées aux diffractogrammes (voir annexe I), nous avons fait une analyse des spectres des raies de diffraction en déterminant leurs positions et les intensités intégrées. Connaissant la position des raies, nous avons calculé les différents termes du facteur R (voir annexe II pour plus de détails).

**-Tableau 2-2-**

hkl	$\theta$	a	$\sin\theta/\lambda$	f	p	L	$F^2$	$v^2$	$e^{-2m}$	R	I	X	Icor
$(200)_\alpha$	42.5	2.866	0.349	12.24	6	2.99	599	554	0.91	17.6	23887	1.26	30097
$(211)_\alpha$	55.85	2.866	0.427	10.54	24	2.95	444	554	0.87	49.61	92103	1.17	107760
$(220)_\gamma$	49.44	3.605	0.392	11.21	12	2.72	2010	2195	0.89	26.6	2473	1.2	2967
$(311)_\gamma$	62.94	3.605	0.46	10.12	24	3.72	1638	2195	0.86	57.18	5769	1.23	7095

$V_\gamma$  est déterminée en faisant une combinaison, deux à deux, des raies de ferrite avec celles de l'austénite (tableau 2-3):

**- Tableau 2-3 -**

$(hkl)_\alpha - (hkl)_\gamma$	$R = R_\gamma / R_\alpha$	$V_\gamma \%$
$\{(200)_\alpha - (220)_\gamma\}$	1.51	6.16
$\{(200)_\alpha - (311)_\gamma\}$	3.24	6.76
$\{(211)_\alpha - (220)_\gamma\}$	0.53	4.93
$\{(211)_\alpha - (311)_\gamma\}$	1.15	5.37

$$V_\gamma (\text{moyen}) = 5.8 \%$$

L'erreur relative est de 2 %. Elle dépend principalement de l'erreur sur les intensités.

La fraction volumique de l'austénite résiduelle dans l'acier recuit à 800 °C pendant une minute et refroidit à une vitesse de 10 °C/s est donc de l'ordre de  $(5.8 \pm 0.2) \%$ .

Nous verrons par la suite comment on peut optimiser les paramètres de recuit pour augmenter la quantité d'austénite résiduelle.

## 2.6 Optimisation des paramètres de recuit

### 2.6.1 Variation de la température de recuit (températures choisies: 780°C, 820°C, 840°C)

#### 2.6.1.1 Essais de recuit

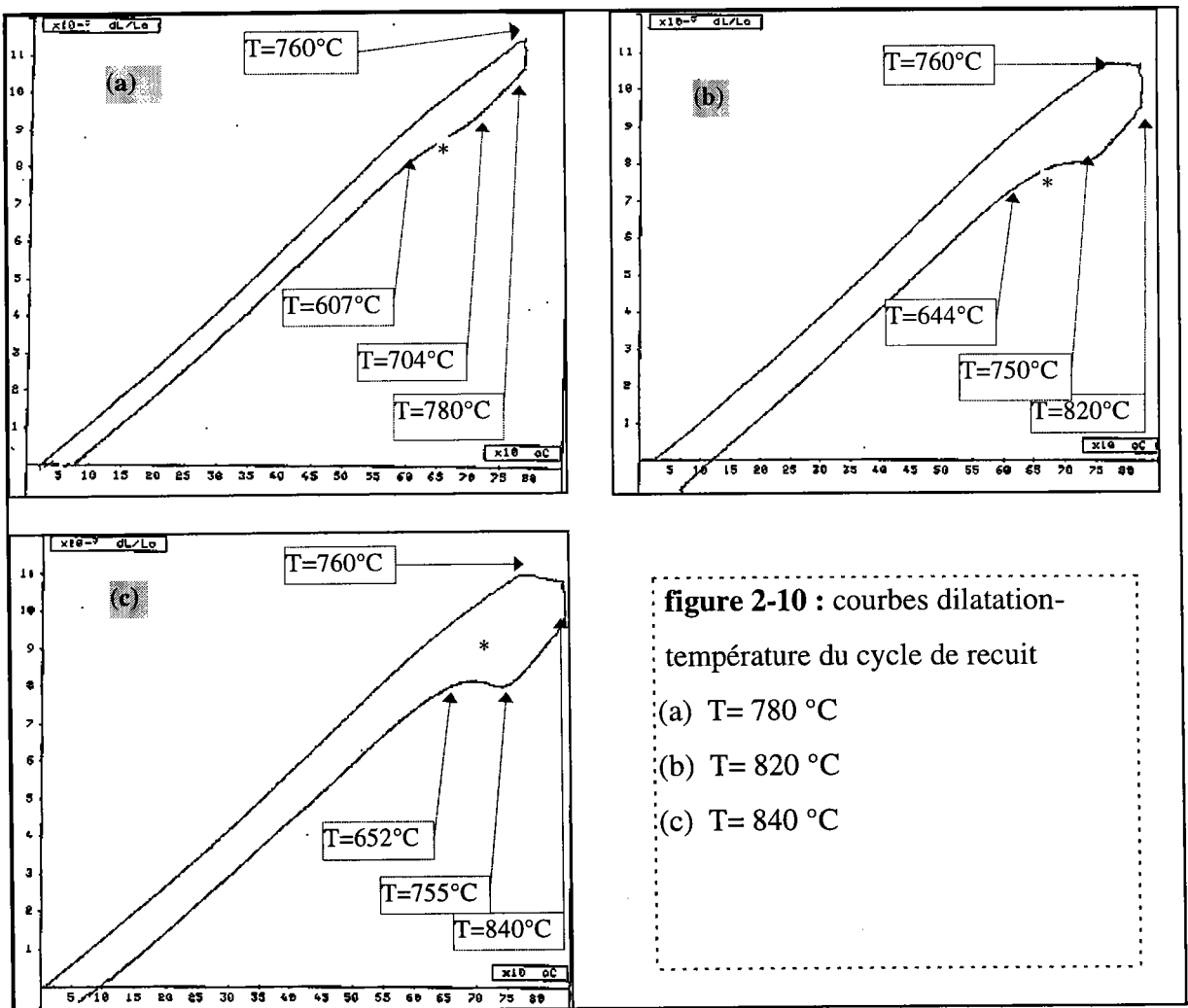
Nous avons fait varier la température de recuit intercritique en fixant le temps de maintien à une minute, la vitesse de chauffage à 10 °C/s, et la vitesse de refroidissement à 10 °C/s.

Nous constatons sur les courbes dilatation-température lors du refroidissement (figure 2-10):

- un abaissement des températures de début et de fin de décomposition de l'austénite en ferrite et perlite (figure 2-10-(a) marque \*) après un recuit à des températures proche de  $A_{c1}$ , le cas contraire après un recuit à des températures proche de  $A_{c3}$  (figure 2-10-(c)).

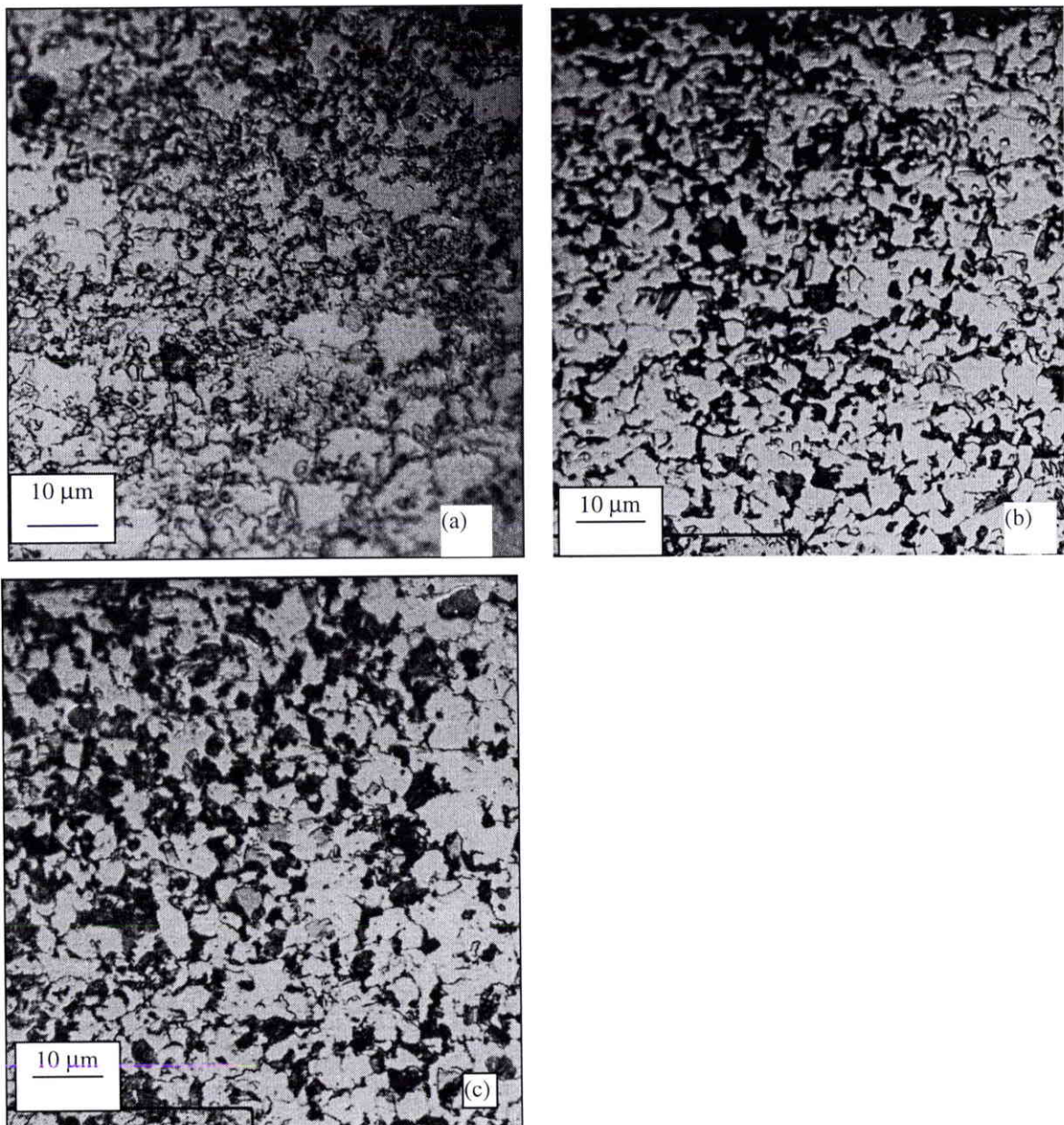
(le diagramme d'équilibre montre, une faible quantité d'austénite mais riche en carbone pour des températures proches de  $A_{c1}$ , et une augmentation de la quantité d'austénite avec diminution du taux de carbone à des températures proches de  $A_{c3}$ ).

- une augmentation de la variation dilatométrique due à la décomposition de l'austénite en grandes proportions en ferrite et perlite (figure 2-10-(c) marque \*)



### 2.6.1.2 Microstructures

L'examen au microscope optique, montre une variation de la microstructure de l'acier à différentes températures de recuit (figure 2-11). On constate pour des températures proches de  $A_{c3}$ , la présence de la perlite en grande proportion, de la ferrite et un grossissement de leurs taille de grains.



**figure 2-11:** microstructures de l'acier après variation de la température de recuit

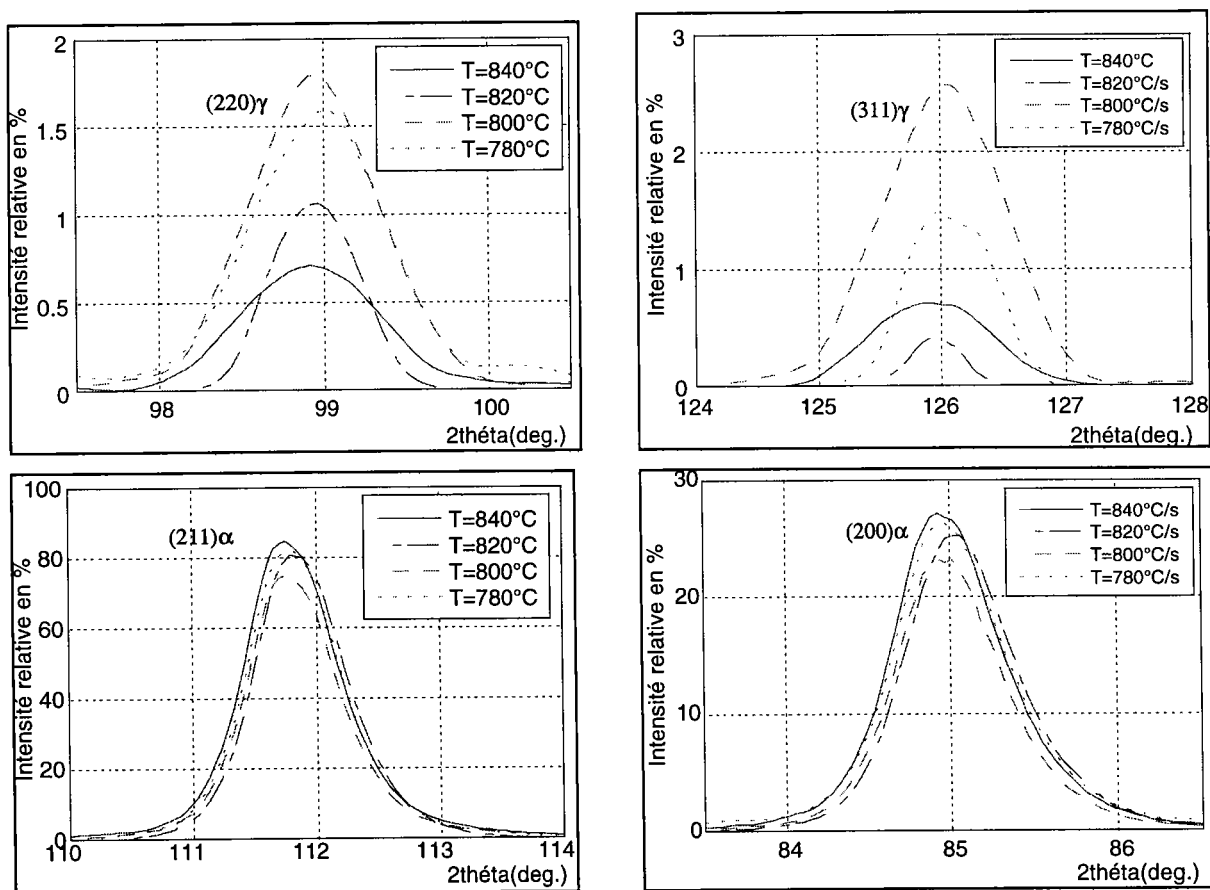
(a)  $T= 780\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (b)  $T=820\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (c)  $T= 840\text{ }^{\circ}\text{C}$

### 2.6.1.3 Quantité d'austénite résiduelle

Pour une comparaison entre les diffractogrammes obtenus avec différents processus de recuit, l'essentiel est de mesurer les intensités intégrées et non les intensités relatives, car des variations peuvent se produire sur un profil de raies, dues à l'effet de taille de grains ou des contraintes internes (voir annexe I).

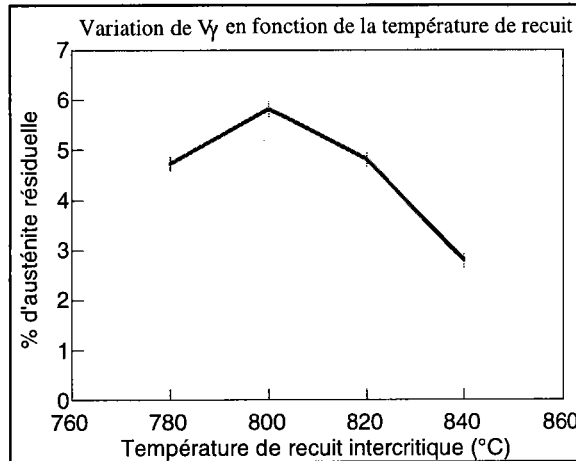
La présentation par la suite des profils des raies, nous permet de constater s'il y a déplacement de la position des raies, principalement celles de l'austénite résiduelle, que nous pouvons attribuer à un enrichissement ou un appauvrissement en carbone, tout en minimisant l'effet des contraintes internes.

Le suivi de la variation des profils des raies de diffraction (figure 2-12), montre qu'à 800 °C l'intensité relative est maximale pour les deux raies de l'austénite  $\{(311), (220)\}$  et minimale pour les deux raies de la ferrite  $\{(211), (200)\}$ . Par contre on n'a pas constaté une variation significative de la position des raies de l'austénite.



**figure 2-12:** effet de la variation de la température de recuit sur les profils des raies  $\{(220), (311)\}$  de l'austénite et  $\{(211), (200)\}$  de la ferrite.

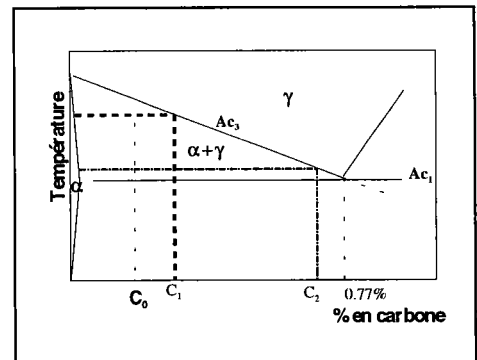
La fraction volumique d'austénite résiduelle varie en fonction de la température de recuit (figure 2-13). Le maximum est obtenu à 800 °C. Rappelons que l'erreur relative sur la fraction volumique est < 2 %. Le maximum est donc significatif.



**figure 2-13:** effet de la température de recuit sur la variation de la quantité d'austénite résiduelle.

### Synthèse

Suivant le diagramme d'équilibre fer-carbone (figure 2-14); aux température de recuit proche de  $Ac_1$ , où la concentration en carbone est grande, l'austénite est beaucoup plus stable, et sa fraction volumique est faible. Par contre aux températures proches de  $Ac_3$ , la concentration en carbone dans l'austénite est proche de celle de l'acier, l'austénite est moins stable, et sa fraction volumique est grande.



**figure 2-14:** diagramme d'équilibre fer-carbone

Pour obtenir une fraction volumique importante d'austénite résiduelle, il faut maintenir à une température où un compromis est trouvé entre la quantité d'austénite et le taux de carbone.

Pour nos essais, nous avons trouvé le maximum d'austénite résiduelle pour un recuit à une température de 800 °C.

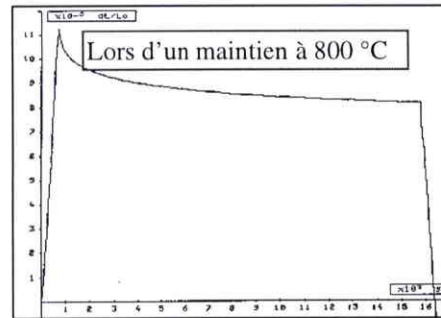
Pour les traitements thermiques de recuit ultérieurs, on fixe la température de recuit à 800 °C, et on fait varier les autres paramètres.

**2.6.2 Variation du temps de maintien à un recuit isotherme de 800 °C** (temps choisis: 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30 mn)

### 2.6.2.1 Essais de recuit

Nous avons fait varier le temps de maintien à la température de recuit de 800 °C, en fixant la vitesse de chauffage à 10 °C/s, et la vitesse de refroidissement à 10 °C/s.

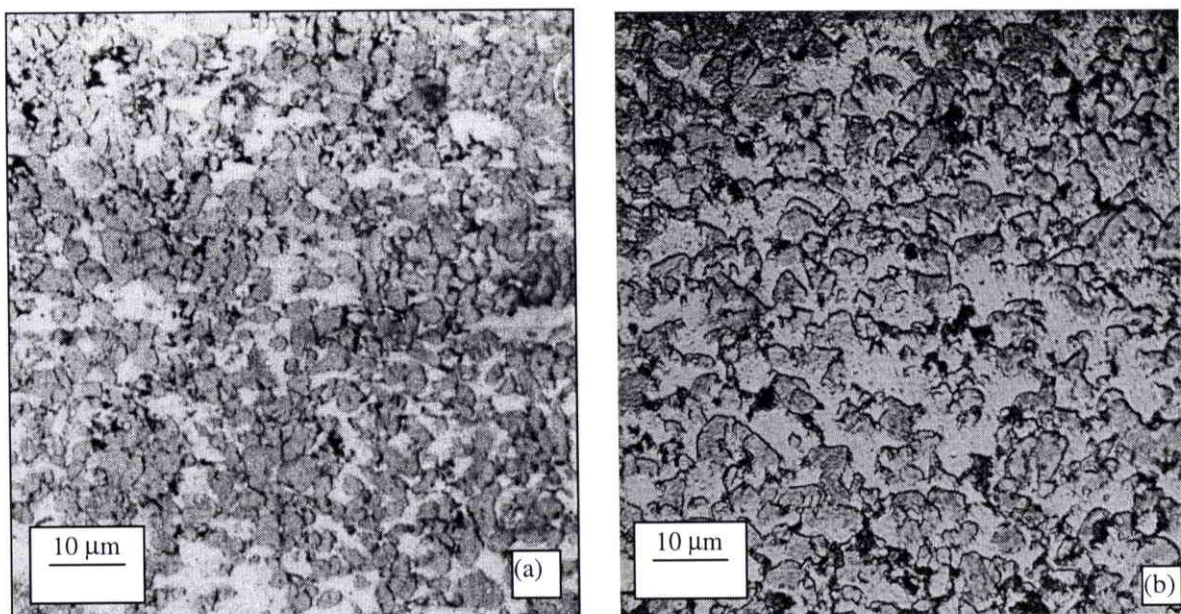
La figure (figure 2-15) montre la courbe dilatation-temps pour un recuit à 800 °C pendant une longue durée. On constate une contraction rapide de l'échantillon durant le premier stade de la transformation qui correspond à la dissolution de la perlite, puis la contraction continue lentement et se stabilise à partir de 25 minutes. Cette étape correspond à la croissance de l'austénite.



**figure 2-15:** courbe dilatation-temps de l'acier lors d'un recuit isotherme à 800 °C (temps de recuit 25 mn).

### 2.6.2.2 Microstructures

On constate dans le cas d'un temps de recuit long un grossissement de la taille des grains de la ferrite retenue (en blanc) et de la ferrite transformée (en gris), et la présence de moins de perlite (en noir) (figure 2-16).

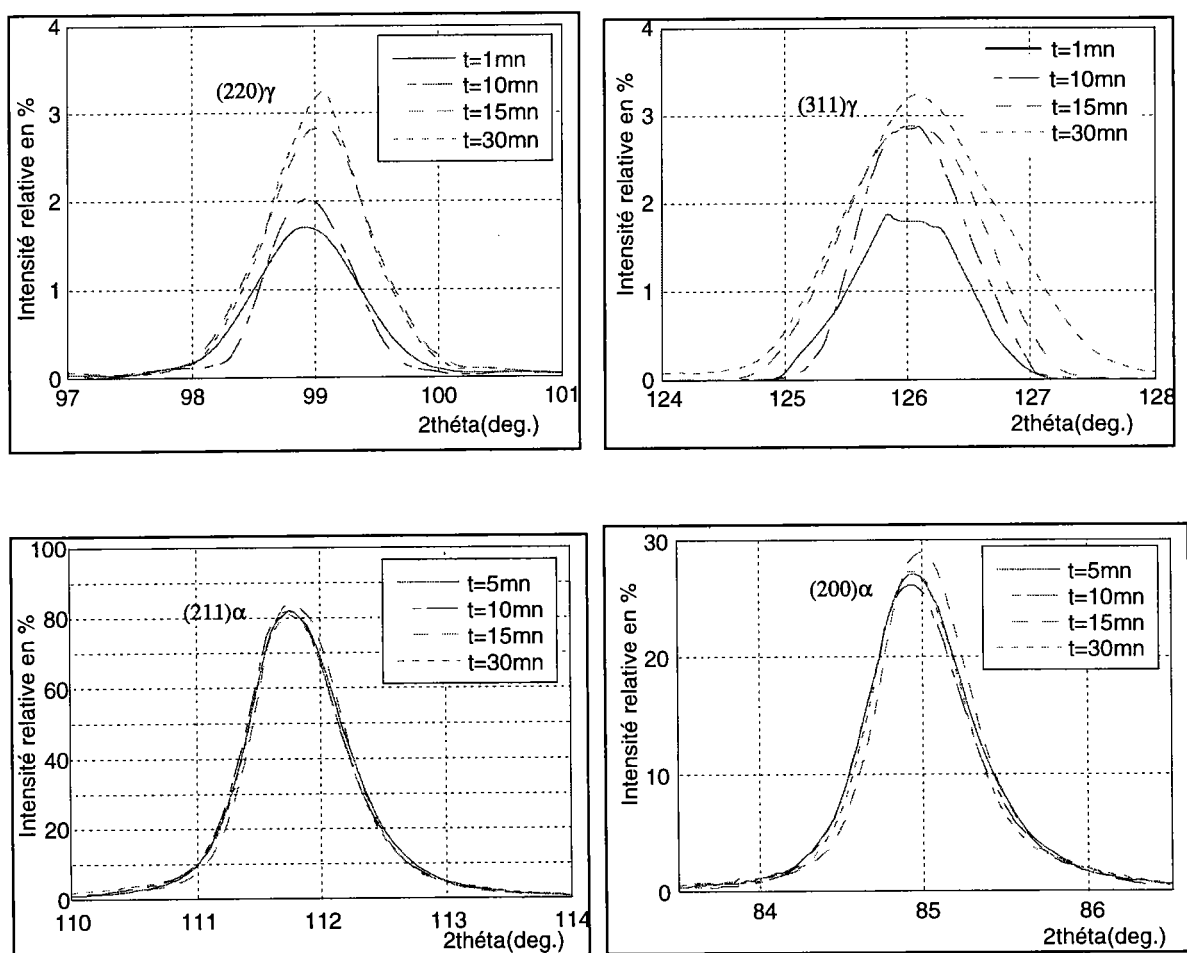


**figure: 2-16:** microstructure de l'acier après recuit (a) t=25 mn, (b) t= 120 mn

### 2.6.2.3 Quantité d'austénite résiduelle

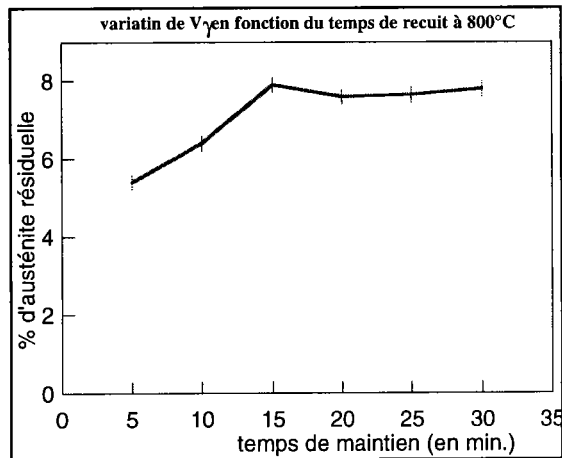
Le suivi de la variation des profils des raies de diffraction (figure 2-17) montre que l'intensité relative des raies de l'austénite  $\{(311),(220)\}$  est importante pour des longues durées de recuit. Par contre on ne constate pas de variation de la position des raies.

La fraction volumique de l'austénite résiduelle croit jusqu'à un temps de recuit de 15mn, puis elle se stabilise pour des temps supérieurs (figure 2-18).



**figure 2-17:** effet de la variation du temps sur les profils des raies de diffraction  $\{(220), (311)\}$  de l'austénite et  $\{(211),(200)\}$  de la ferrite.





**figure 2-18:** effet du temps de maintien de recuit sur la variation de la quantité d'austénite résiduelle.

### Synthèse

Pour un temps de recuit court, la perlite ne s'est pas complètement dissoute, et la quantité d'austénite formée est moins importante et moins riche en carbone.

Un temps de recuit long permet la dissolution complète de la perlite, la croissance de l'austénite au sein de la ferrite et une partition équilibrée des éléments d'addition entre les phases formées [Speich (1981)], ce qui permet d'augmenter la fraction volumique d'austénite résiduelle.

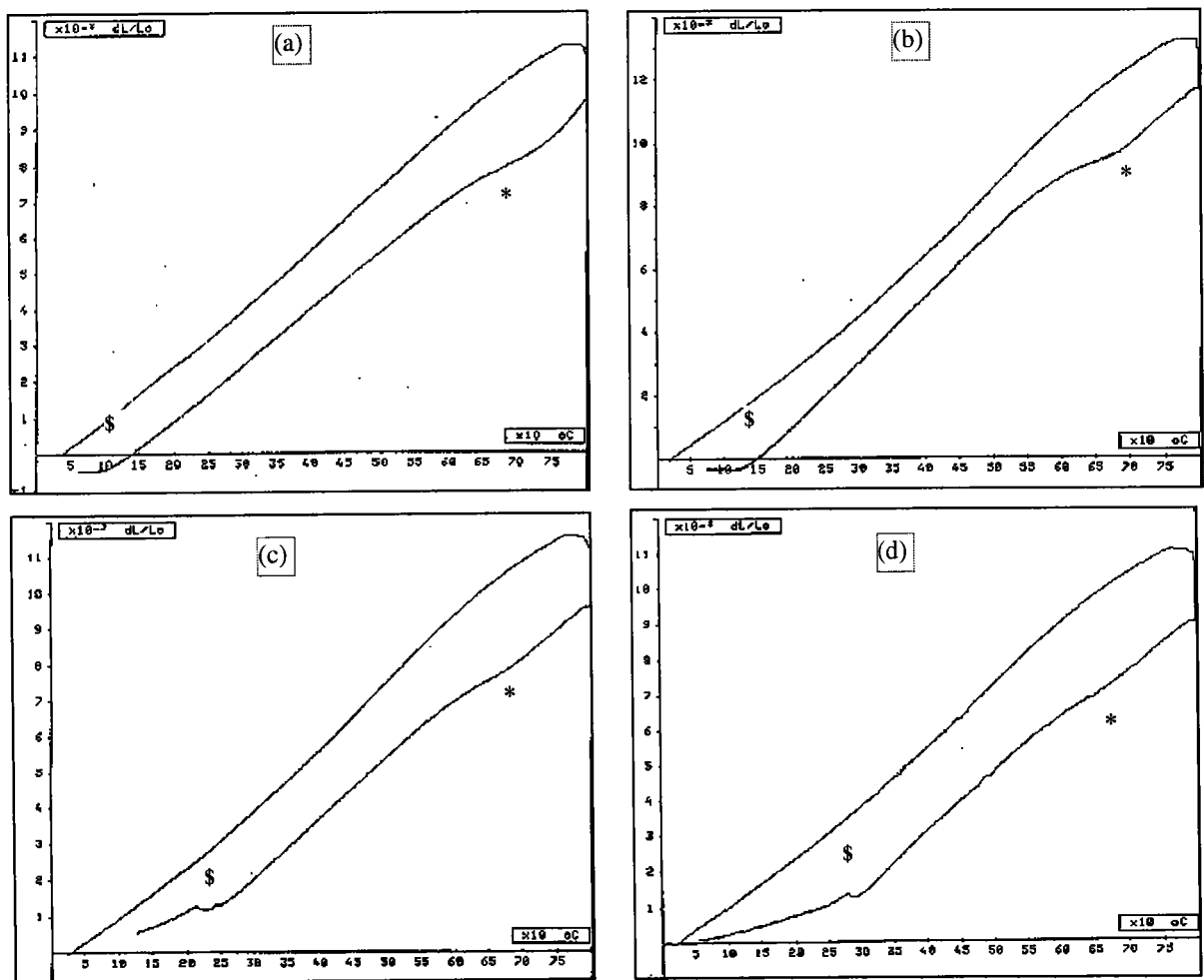
**2.6.3 Variation de la vitesse de refroidissement:** (vitesses choisies 10, 20, 30, 50, 80, 100, 120, 150 °C/s)

**2.6.3.1 Essais de recuit**

Pour ces essais, on fixe la température et la durée de recuit respectivement à 800 °C et à 15 minutes, et on fait varier la vitesse de refroidissement.

Nous constatons sur les courbes dilatation-température (figure 2-19) à des vitesses de refroidissements élevées:

- une diminution de la variation dilatométrique, correspondant à la décomposition de l'austénite en ferrite et perlite.(figure 2-19-(d), marque \*).
- une augmentation de la température de décomposition partielle de l'austénite en martensite aux basses températures (figure 2-19-(d), marque \$).A titre d'exemple elle atteint 280 °C à une vitesse de refroidissement de 150 °C/s.



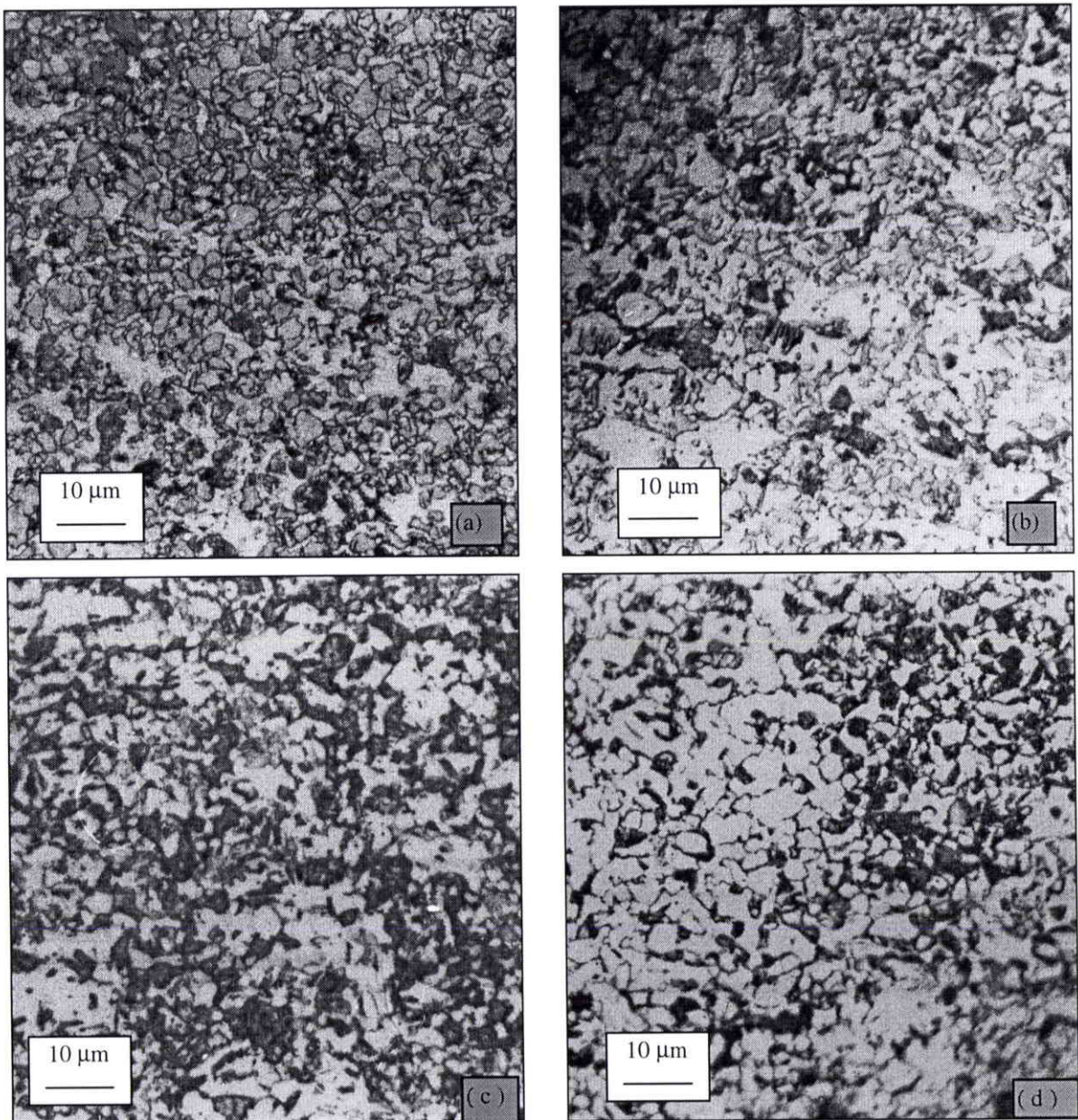
**figure 2-19:** courbe dilatation-température de recuit

(a)  $V = 30 \text{ °C/s}$ , (b)  $V = 50 \text{ °C/s}$ , (c)  $V = 100 \text{ °C/s}$ , (d)  $V = 150 \text{ °C/s}$

### 2.6.3.2 Microstructures

L'examen au microscope optique montre une variation significative de la microstructure correspondant à différentes vitesses de refroidissement.

On constate au fur et à mesure de l'augmentation de la vitesse de refroidissement (figure 2-20) une diminution de la perlite (en noir), de la ferrite transformée (en gris) dont la morphologie est de plus en plus aciculaire (figure 2-20 (c)) et devient quasiment absente aux grandes vitesses de refroidissement (figure 2-20 (d)), où elle est remplacée par la martensite qui apparaît principalement aux joints des grains de la ferrite.



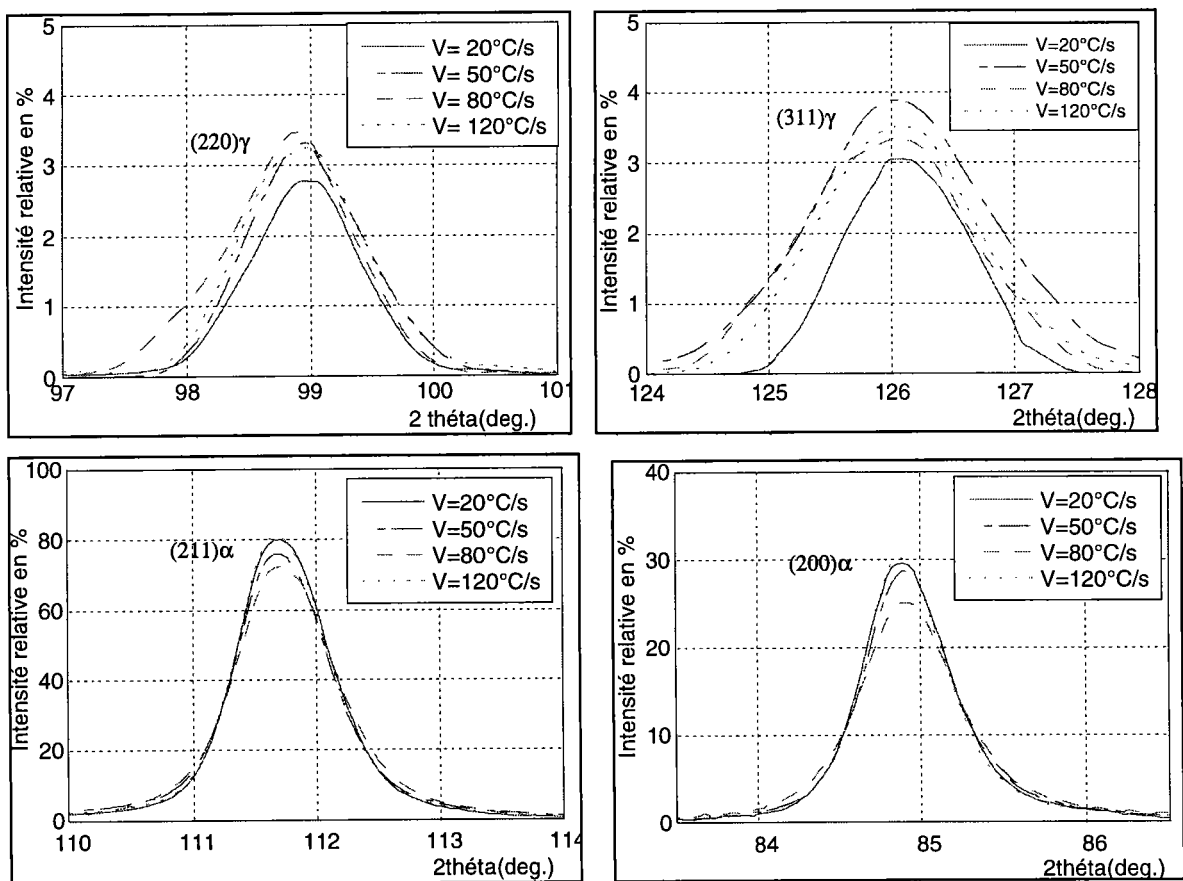
**figure 2-20:** microstructure de l'acier après recuit

(a)  $V=20\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ , (b)  $V=50\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ , (c)  $V=100\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ , (d)  $V=150\text{ }^{\circ}\text{C/s}$

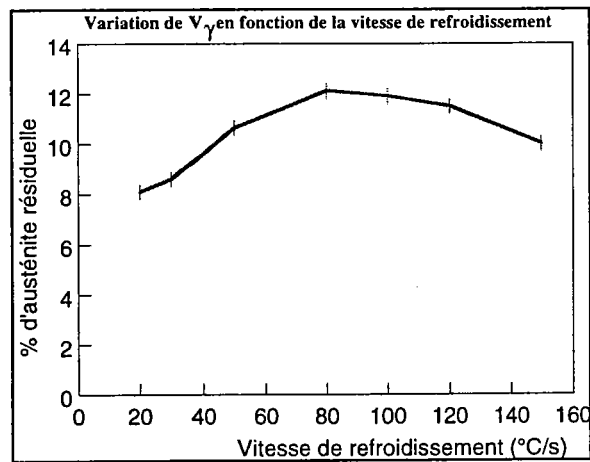
### 2.6.3.3 Quantité d'austénite résiduelle

La figure 2-21 montre l'effet de la variation de la vitesse de refroidissement sur les profils des raies. On constate l'augmentation de l'intensité relative et l'élargissement des raies de l'austénite quand la vitesse de refroidissement augmente. Cet élargissement est dû à l'effet des contraintes internes ou de taille de grains (voir annexe I). Par contre on note une faible variation de la position des raies pour des vitesses supérieures à 80 °C/s. Le paramètre de maille de l'austénite est de l'ordre de  $3.603 \text{ \AA}$ .

La fraction volumique de l'austénite résiduelle croît en fonction de la vitesse et atteint le maximum à 80 °C/s, puis décroît (figure 2-22).



**figure 2-21:** effet de la variation de la vitesse sur le profil des raies {(220),(311)} de l'austénite et {(211), (200)} de la ferrite.



**figure 2-22:** variation de la fraction volumique d'austénite résiduelle en fonction de la vitesse de refroidissement.

### Synthèse

Une vitesse de refroidissement faible permet, la décomposition de l'austénite principalement en ferrite et en perlite, et ainsi l'obtention d'une faible quantité d'austénite résiduelle.

Lorsqu'on augmente la vitesse de refroidissement, il y a changement significatif de la microstructure, la ferrite (ferrite transformée) devient plus aciculaire, la perlite devient quasiment absente, et par contre la fraction volumique d'austénite résiduelle augmente.

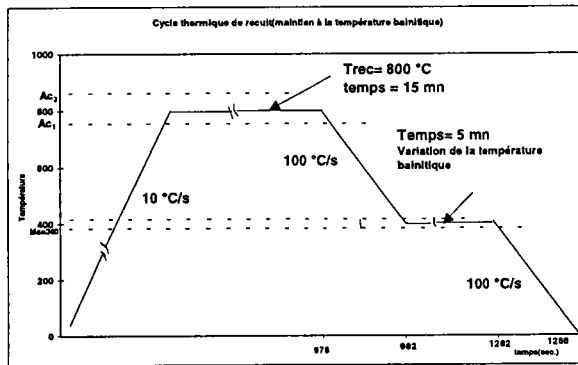
A une vitesse de refroidissement très rapide, l'austénite se décompose en martensite, tandis que la fraction volumique de la ferrite retenue reste inchangée [Young (1981)]

[Narasimha (1982)], celle de la ferrite transformée (FT) et de l'austénite résiduelle diminue.

**2.6.4 Variation de la température bainitique:** (températures choisies 380 °C, 400 °C, 420 °C, 430 °C)

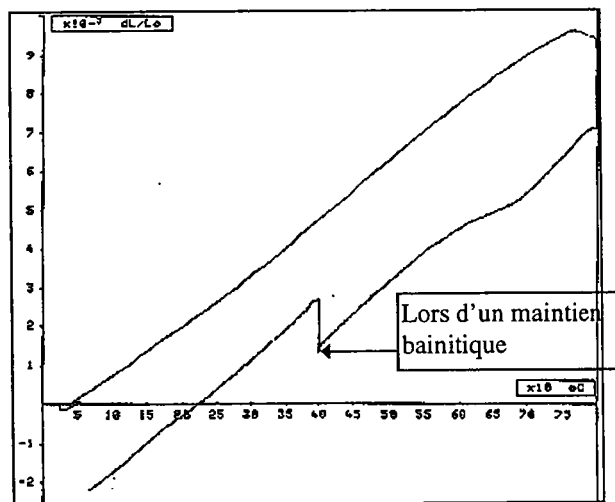
**2.6.4.1 Essais de recuit**

Au cycle de recuit précédent, on a ajouté un palier de maintien à la température bainitique au dessus de Ms (figure 2-23). On a fixé le temps de maintien bainitique à 5 minutes et la vitesse de refroidissement à 100 °C/s



**figure 2-23:** cycle thermique de recuit

La figure 2-24 montre la courbe dilatation-température d'un tel cycle de recuit. On constate au cours du maintien à la température bainitique une dilatation rapide de l'échantillon qui correspond à la décomposition partielle de l'austénite en bainite. A ce stade de la transformation l'austénite s'enrichit en carbone. Il en résulte une chute de Ms.

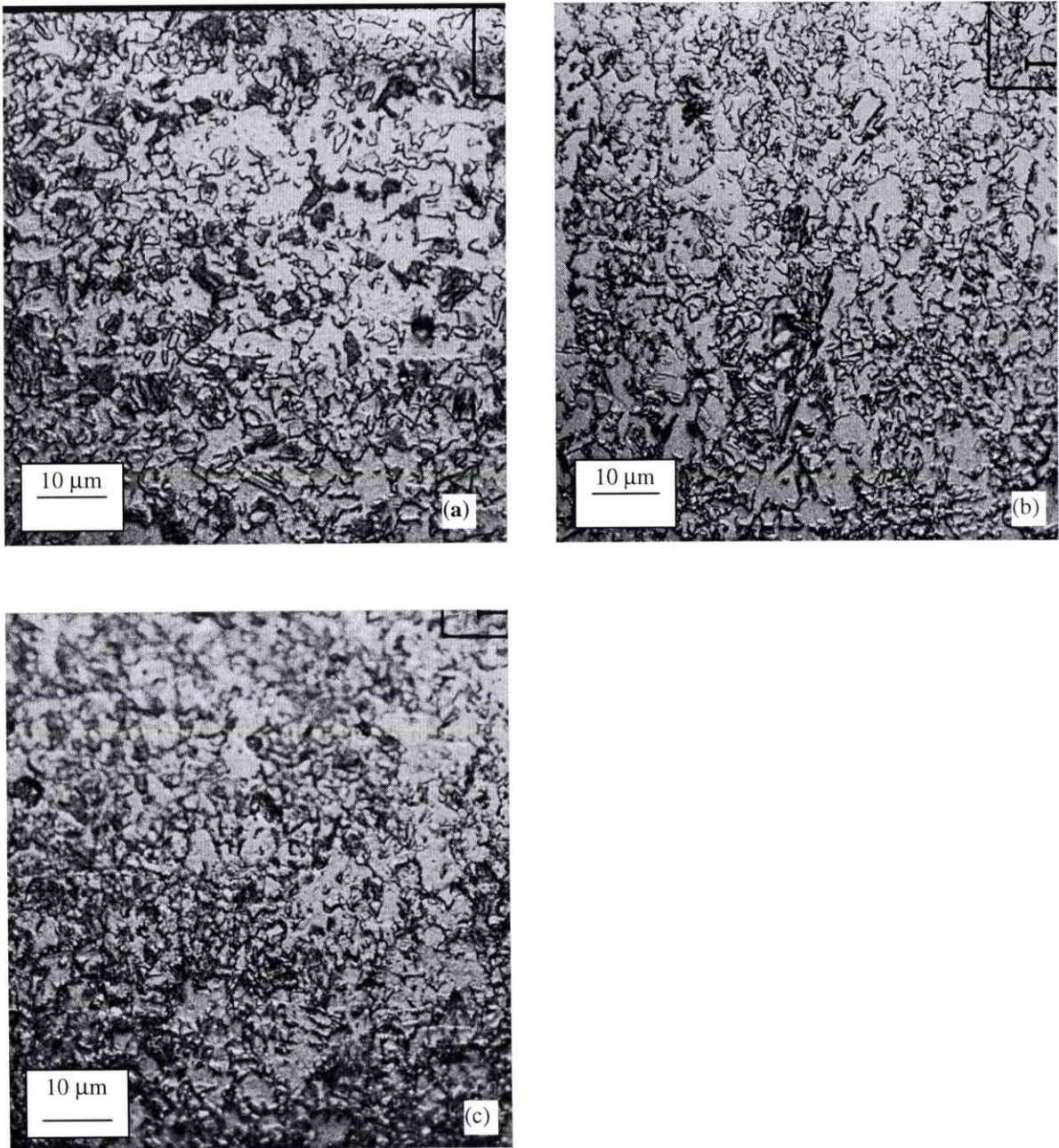


**figure 2-24:** courbe dilatation-température (température de maintien bainique= 400 °C).

### 2.6.4.2 Microstructures

L'observation au microscope optique montre une nette variation de la microstructure.

On constate l'apparition de la bainite, et la présence de la ferrite (figure 2-25). La microstructure est très fine dans le cas d'un maintien aux températures inférieures du domaine bainitique.



**figure 2-25:** microstructure de l'acier après recuit

(a)  $T_b=380^{\circ}\text{C}$ , (b)  $T_b= 400^{\circ}\text{C}$ , (c)  $T_b= 420^{\circ}\text{C}$

### 2.6.4.3 Quantité d'austénite résiduelle

On constate une forte augmentation de l'intensité relative des raies de l'austénite, et un décalage de la position des raies vers les angles deux  $\theta$  inférieurs, en faisant une comparaison avec les raies d'un recuit précédent où on a refroidi à une vitesse de  $80\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  (figure 2-26).

Le paramètre de maille mesurée est de l'ordre de  $3.610\text{ }^{\circ}\text{A}$  dans le cas d'un maintien à  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Cette variation est liée à l'augmentation du taux de carbone dans l'austénite résiduelle.

Ceci peut être expliqué par la diffusion des éléments en insertion (tels que le carbone) dans l'austénite lors d'un maintien aux températures bainitiques.

Une analyse des phases montre une augmentation assez importante de la quantité d'austénite résiduelle (figure 2-27). Le maximum est obtenu pour un maintien à la température bainitique de  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

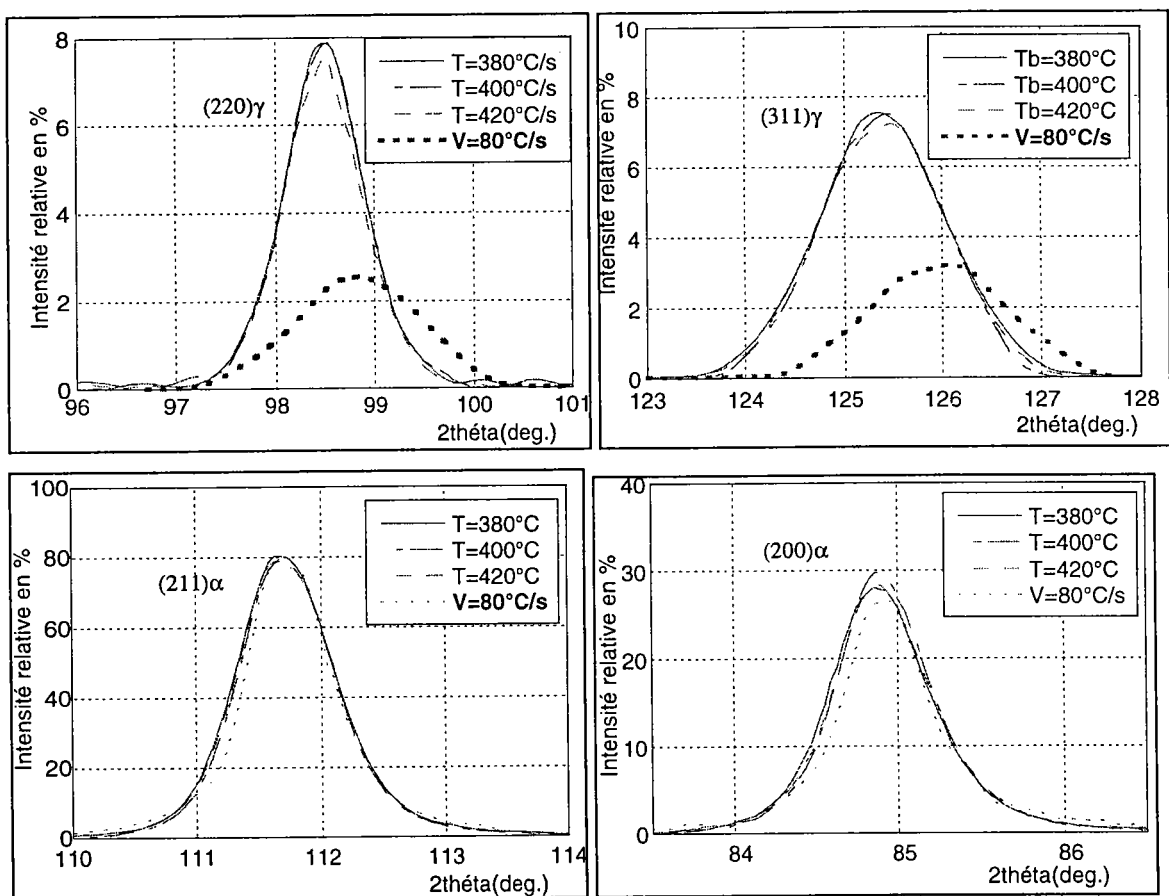
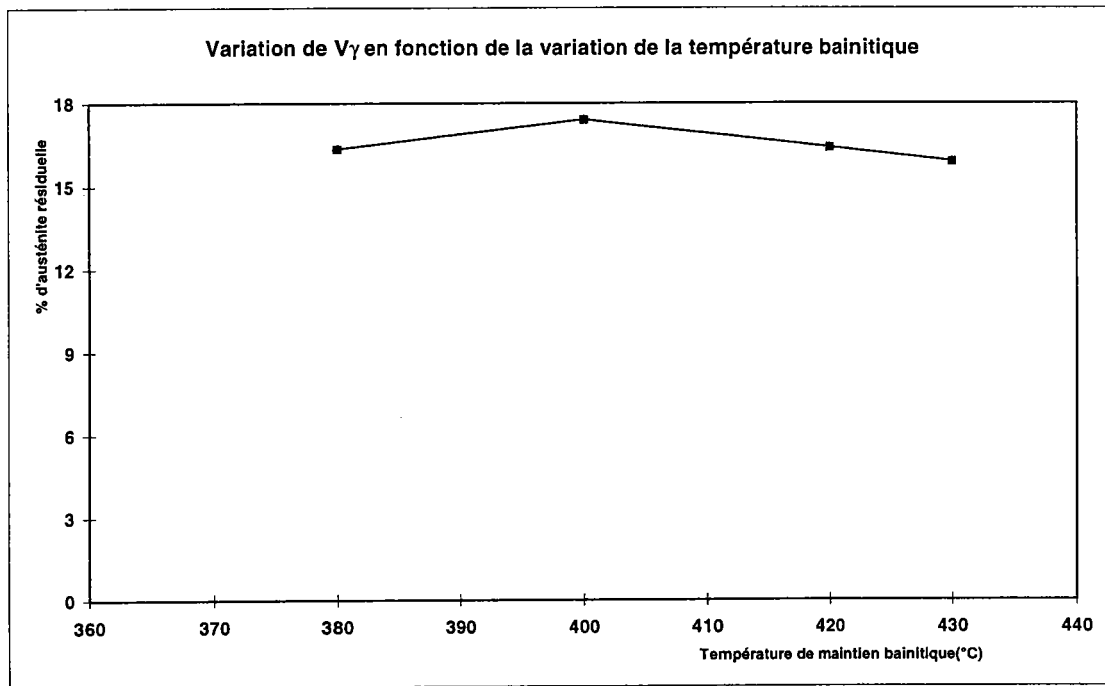


figure 2-26: effet de la variation de la température bainitique sur les profils des raies  $\{(220), (311)\}$  de l'austénite et  $\{(211), (200)\}$  de la ferrite.





**figure 2-27:** variation de la quantité d'austénite résiduelle en fonction de la température bainitique

### Synthèse

Durant le maintien bainitique, l'austénite se transforme partiellement en bainite. La présence du Silicium permet d'empêcher la précipitation des carbures et l'austénite restante est progressivement enrichie en carbone rejeté durant la croissance de la bainite [Aranzabal (1997)]. L'austénite devient plus stable et elle ne se transforme pas lors d'un refroidissement ultérieur.

Le maintien à différentes températures bainitiques dans le processus de recuit, permet de constater une variation de la quantité d'austénite résiduelle. Ceci peut être attribué à la cinétique de la transformation de l'austénite et à la variation de la morphologie de la bainite [Hanzaki (1995)]. On a constaté dans notre cas une microstructure très fine de l'acier à des températures inférieures du domaine bainitique.

## 2.6.5 Variation du temps de maintien à la température isotherme bainitique de 400 °C:

(temps choisis: 1mn, 2 mn, 5 mn, 10 mn)

### 2.6.5.1 Essais de recuit

Pour ces essais, on fait varier le temps de maintien à la température bainitique de 400 °C, sachant que la température, le temps de recuit et la vitesse de refroidissement sont respectivement de 800 °C, 15 mn, et 100 °C/s.

Nous avons constaté, au cours de nos essais de recuit, et lors d'un maintien à la température bainitique isotherme de 400 °C pendant une longue durée, que la dilatation croît rapidement au premier stade de la transformation austénite-bainite (figure 2-29), puis elle se stabilise.

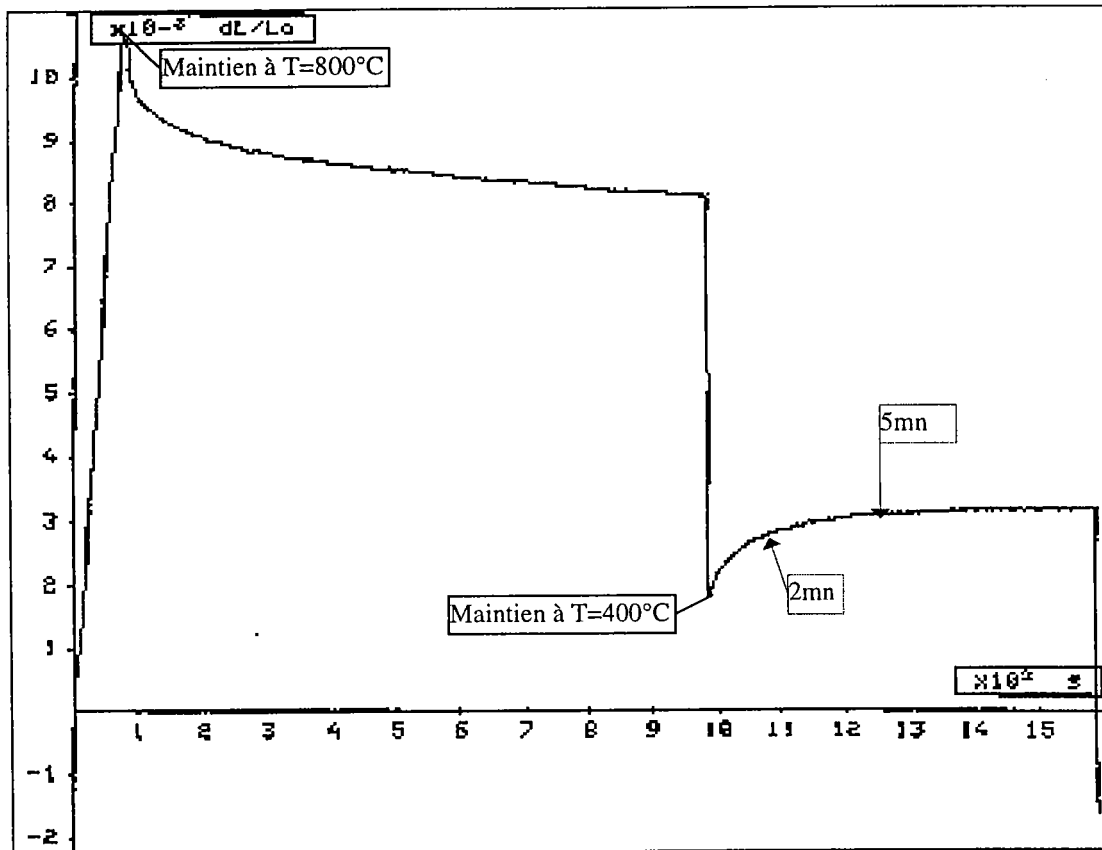
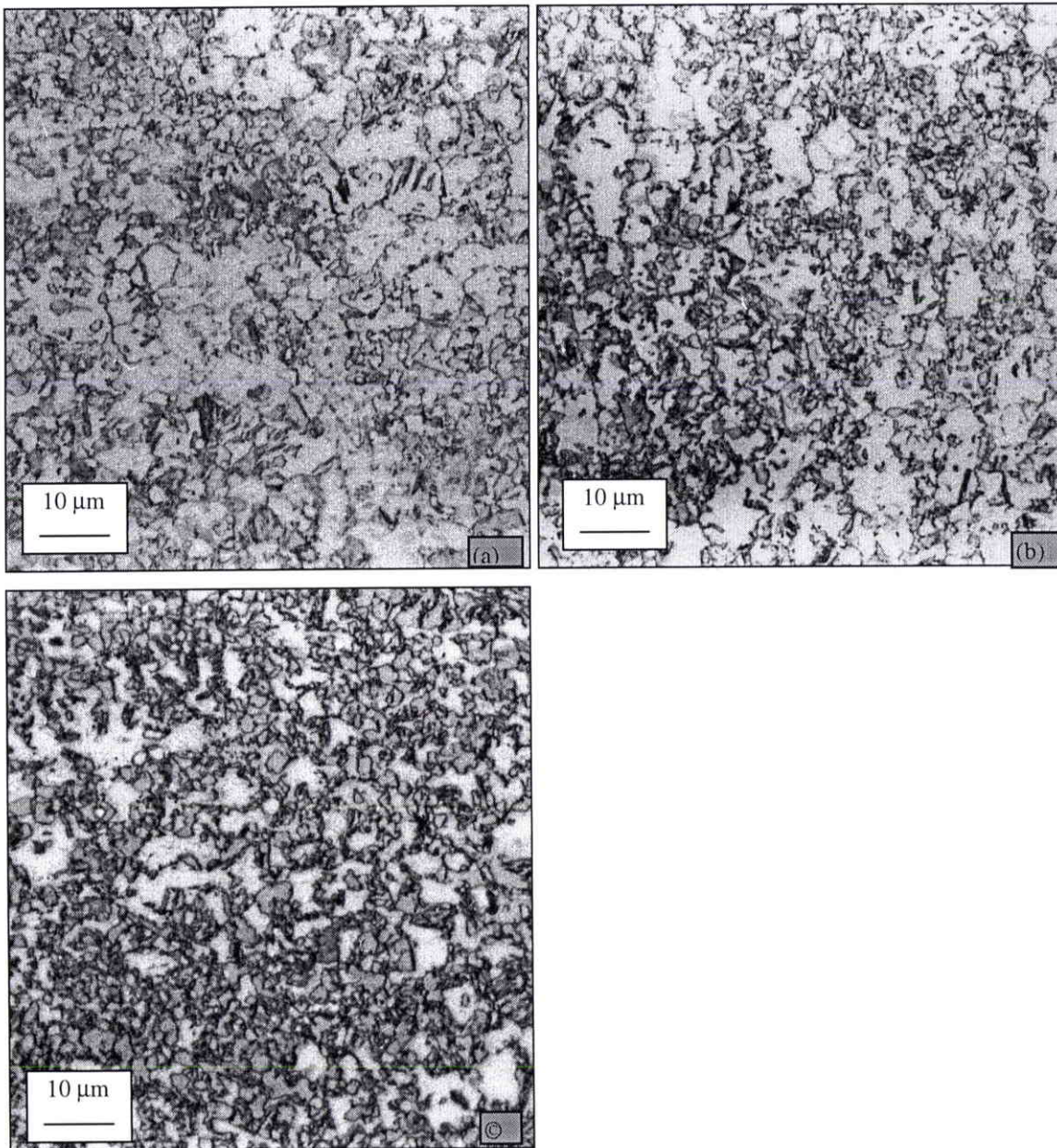


figure 2-29: courbe dilatation-temps montrant une dilatation de l'échantillon lors d'un maintien isotherme à 400°C (temps = 10 minutes)

### 2.6.5.2 Microstructures

La figure 2-30 montre le changement de la microstructure à différents temps de maintien à la température bainitique de 400°C. On constate au fur et à mesure de l'augmentation du temps de maintien, une microstructure très fine et la présence de la bainite en grande proportion.

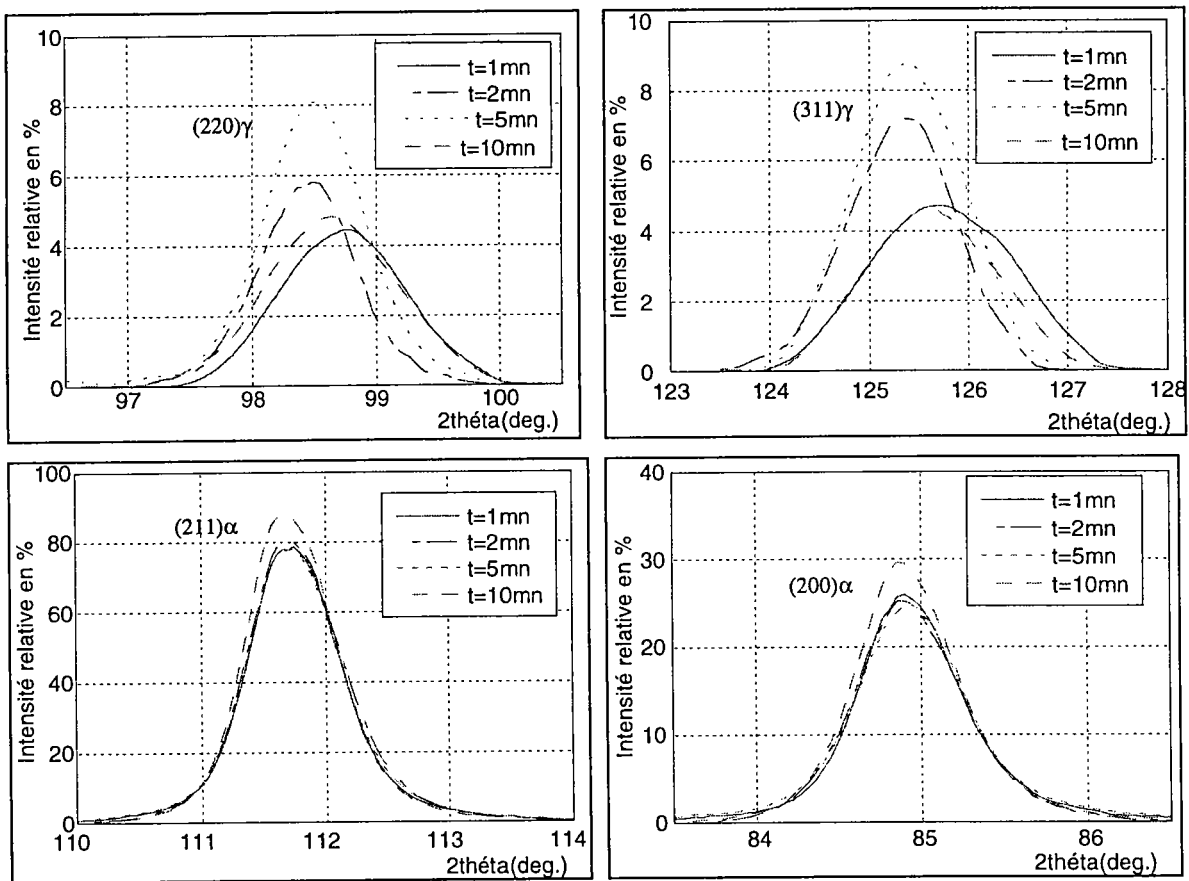


**figure 2-30:** microstructure de l'acier recuit pour différents temps de maintien bainitique à 400°C: (a) 1 mn, (b) 2 mn, (c) 10 mn

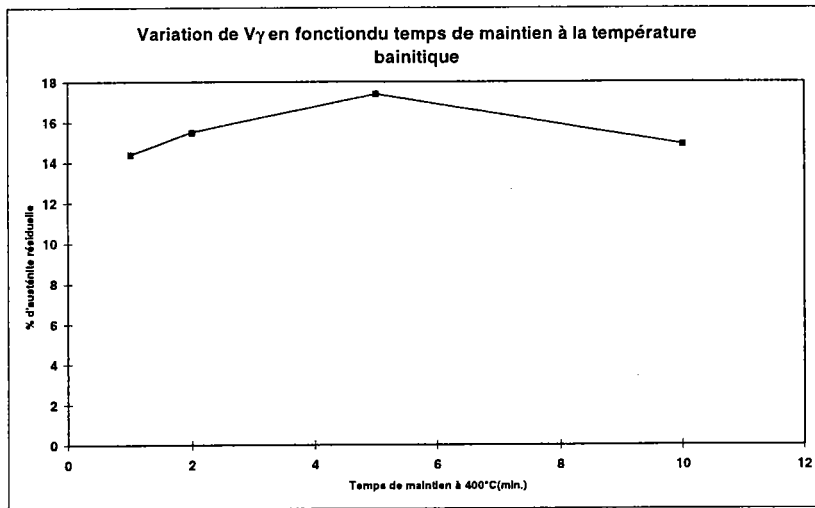
### 2.6.5.3 Quantité d'austénite résiduelle

L'examen des profils de raies (figure 2-31) montre que l'intensité relative des raies de l'austénite  $\{(311), (220)\}$  est maximale pour un temps de maintien de 5 minutes, et que les positions des raies sont décalées vers les deux  $\theta$  supérieurs pour des temps de maintien de 1 et 10 minutes. Les paramètres de maille de l'austénite résiduelle correspondant à ces temps sont  $3.606 \text{ \AA}$  et  $3.608 \text{ \AA}$ , ce qui montre une légère diminution du taux de carbone dans l'austénite.

La fraction volumique de l'austénite résiduelle varie en fonction du temps de maintien bainitique (figure 2-32). Le maximum est atteint pour un temps de maintien de 5 minutes.



**figure 2-31:** effet de la variation du temps à la température isotherme bainitique de 400°C sur les profils des raies  $\{(220), (311)\}$  de l'austénite et  $\{(211), (200)\}$  de la ferrite.



**figure 2-32:** effet du temps bainitique à la température isotherme de 400°C sur la variation de la fraction volumique de l'austénite résiduelle

### Synthèse

Un temps de maintien court à la température bainitique, permet une formation partielle de la bainite, et l'austénite ne s'est pas suffisamment enrichie en carbone. Ainsi l'austénite instable et moins enrichie en carbone, se transforme en martensite lors d'un refroidissement ultérieur. Quand le temps de maintien augmente, la transformation de l'austénite en bainite croît, et la diffusion du carbone vers l'austénite augmente. L'austénite devient plus stable, et elle ne se transforme pas au cours d'un refroidissement ultérieur.

Un temps de maintien long permet la décomposition de l'austénite en ferrite et carbures, ce qui provoque la décroissance de la quantité d'austénite résiduelle et sa concentration en carbone [Matsumura (1987)].

## **2.7 Conclusions:**

Dans cette première partie de l'étude, nous avons déterminé les températures de transformation de phase de l'acier. Connaissant principalement les températures ( $Ac_1$ ,  $Ac_3$ ) nous avons effectué des traitements thermiques de recuit en optimisant les différents paramètres (température, temps de maintien, vitesse) dans le but d'accroître la quantité d'austénite résiduelle et sa concentration en carbone.

A partir des résultats présentés dans ce chapitre on peut conclure que:

- La variation des paramètres de recuit permet de faire varier la fraction volumique des différents constituants et leur microstructure (ferrite, bainite, martensite, austénite résiduelle).
- La variation de la température de recuit entre les températures  $Ac_1$  et  $Ac_3$ , montre qu'à une température de  $800^\circ\text{C}$ , valeur moyenne entre  $Ac_1$  et  $Ac_3$ , permet d'obtenir une quantité assez importante d'austénite résiduelle.
- Le maintien pendant un temps long à la température de recuit intercritique permet la dissolution de la perlite, la croissance de l'austénite et ainsi l'augmentation de la fraction volumique de l'austénite résiduelle.
- La variation de la vitesse de refroidissement permet de faire varier en grande proportion les produits de décomposition de l'austénite (ferrite, perlite, bainite, martensite et austénite résiduelle).

Le maximum d'austénite résiduelle est obtenu avec une ferrite de morphologie aciculaire.

- Le maintien à la température bainitique de  $400^\circ\text{C}$  permet d'augmenter considérablement la quantité d'austénite résiduelle et sa concentration en carbone et d'avoir une microstructure constituée de ferrite, de bainite, et d'austénite résiduelle.
- Le temps de maintien bainitique a une influence sur la variation de la quantité d'austénite résiduelle et sa concentration en carbone.

## CHAPITRE 3

### Plasticité induite par transformation de phase et analyse qualitative de la texture

#### 3.1 Introduction

Notre matériau a été obtenu par laminage à froid. Ce procédé de mise en forme devrait produire une texture particulière. En plus la texture créée est particulièrement défavorable à l'emboutissage et le métal est écroui. Cet écrouissage a comme conséquence la modification des propriétés mécaniques: la limite d'élasticité et la charge à la rupture augmentent tandis que l'allongement diminue. Mais on peut généralement restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant déformation au moyen d'un recuit.

Le recuit, comme le changement de phase est un transformateur de texture, et non un créateur, comme la solidification, la déformation ou le traitement thermomécanique. Cependant à la différence de la transformation allotropique qui conduit à des orientations préférentielles en général très atténuées par rapport à la texture initiale, le recuit peut donner lieu à des textures bien plus marquées que les textures de déformation. Il peut aussi maintenir celles-ci, les estomper ou les faire disparaître.

Nous avons vu au chapitre 2, que le recuit de l'acier dans le domaine biphasé est associé un changement de phases. L'acier après recuit est constitué des deux phases: ferritique et austénitique. On aura donc deux textures différentes au sein de l'acier.

Cette deuxième partie sera consacrée à l'analyse de la texture et du gradient de texture (chapitre 5) de l'acier avant et après recuit, par la mesure des figures de pôles par diffraction rayons X.

Le recuit de l'acier a été fait dans des conditions industrielles sur des grandes tôles à la Sollac.

Nous avons reçu deux types d'échantillons ayant subi des recuits différents (figure 3-1).

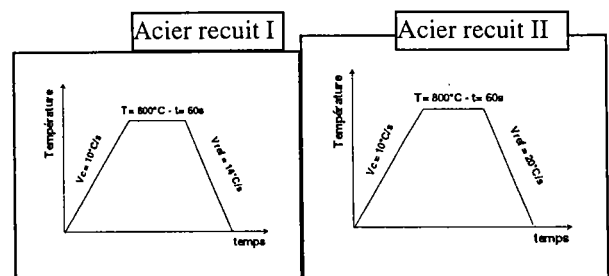


figure 3-1: cycles de recuit de l'acier

La seule différence dans les cycles de recuit, est que l'un est refroidi à une vitesse de  $14^\circ\text{C/s}$  (acier recuit I), et le deuxième est refroidi à une vitesse de  $20^\circ\text{C/s}$  (acier recuit II).

Ces recuits ont été réalisés de telle sorte que l'acier soit constitué de deux phases (ferrite + austénite) et d'éviter la formation de la bainite et de la martensite.

Ce choix a été dicté par l'étude de la modélisation du comportement thermomécanique de l'acier (matériau biphasé), qui a été entreprise par le laboratoire de physique et mécanique des matériaux (LPMM).

Dans notre cas, on s'intéressera à l'étude de la fonction de texture, dont la connaissance est utile pour prévoir les propriétés physiques et mécaniques du matériau. L'étude de la modélisation de ces propriétés prend en compte cette fonction.

Avant de commencer une telle étude de texture, nous allons caractériser la plasticité induite par transformation de phase par des essais de traction uniaxiale à la température ambiante sur les deux aciers recuits.

### 3.2 Plasticité induite par transformation de phase

#### 3.2.1 Caractérisation de l'acier recuit

La fraction volumique de l'austénite résiduelle des deux aciers recuits I et II a été déterminée par rayons X (irradiation sur la tranche). Elles sont respectivement de 8% et 12%.

La microstructure des deux aciers montre la présence de la ferrite retenue (en blanc) et de la ferrite transformée (en gris).

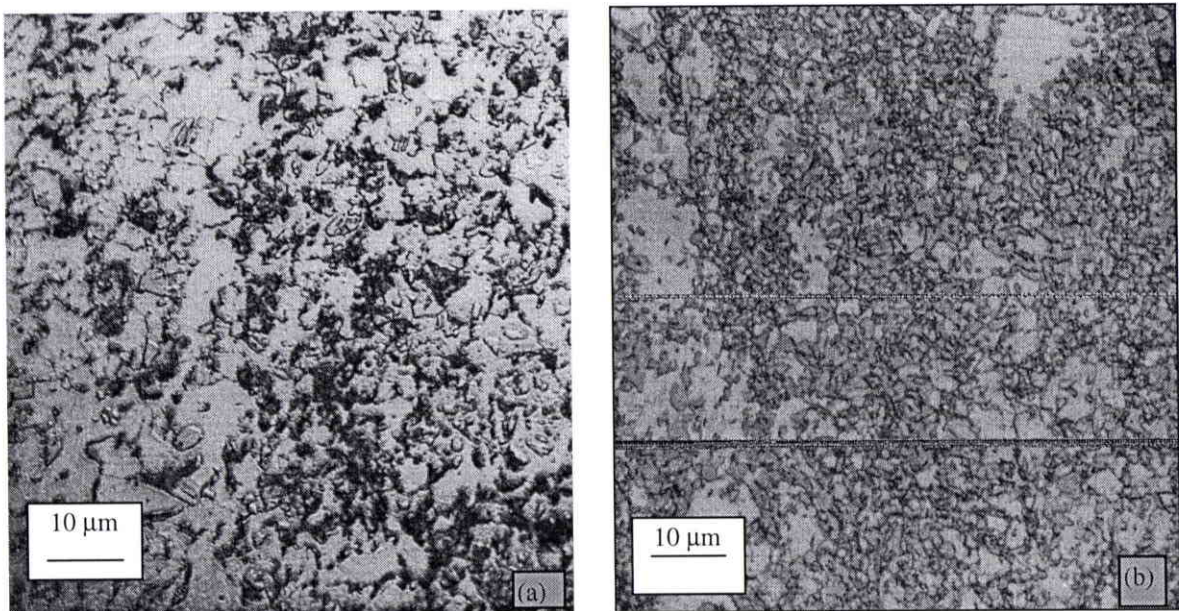


figure 3-2: microstructures (a) acier recuit I, (b) acier recuit II



Nous avons fait subir aux aciers recuits un refroidissement en dessous de la température ambiante dans le but de déterminer la température  $M_s$  de l'austénite résiduelle. Ils ont été soumis au cycle thermique suivant (figure 3-3):

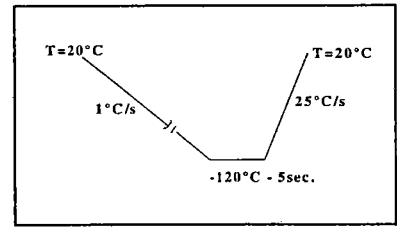


figure 3-3: cycle thermique

La figure 3-4 présente les évolutions des courbes dilatométriques de l'acier recuit II pendant le cycle thermique indiqué. L'évolution de la courbe donnant l'élongation se traduit par une diminution monotone jusqu'à l'apparition d'un point singulier évalué à  $-49^\circ\text{C}$ . Cette température correspond à la transformation de l'austénite résiduelle en martensite, donc  $M_s = -49^\circ\text{C}$ .

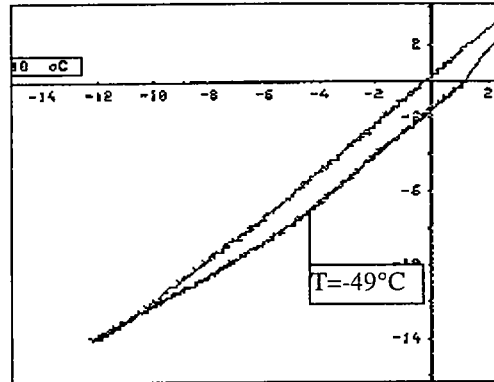


figure 3-4: courbe dilatation-température donnant  $M_s$  de l'acier recuit II

Pour l'acier recuit I, il a été difficile de constater l'apparition du point singulier, vû sa faible fraction volumique en austénite résiduelle.

### 3.2.2 Mise en évidence de la plasticité induite par transformation de phase

Les deux aciers recuits ont subi des essais de traction uniaxiale à la température ambiante. La mise en évidence de la transformation martensitique est suivie par la mesure de la résistivité

$$\rho = R S / l$$

Sachant que:  $l / l_0 = \varepsilon + 1$   
 $S l = S_0 l_0$

D'où:  $\rho = R \frac{S_0}{l_0 (1 + \varepsilon)^2}$

$S_0$  : section initiale de l'éprouvette,

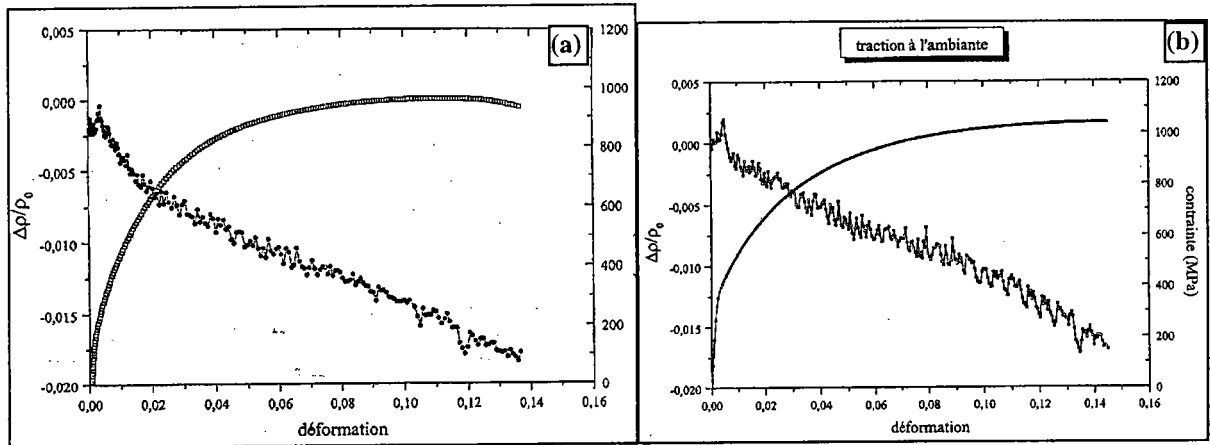
$l_0$ : longueur initiale de prise de potentiel

R: la résistance électrique

$\varepsilon$ : la déformation

En effet la martensite possède une résistivité inférieure à celle de l'austénite. Quand la fraction volumique de la martensite augmente la résistivité diminue.

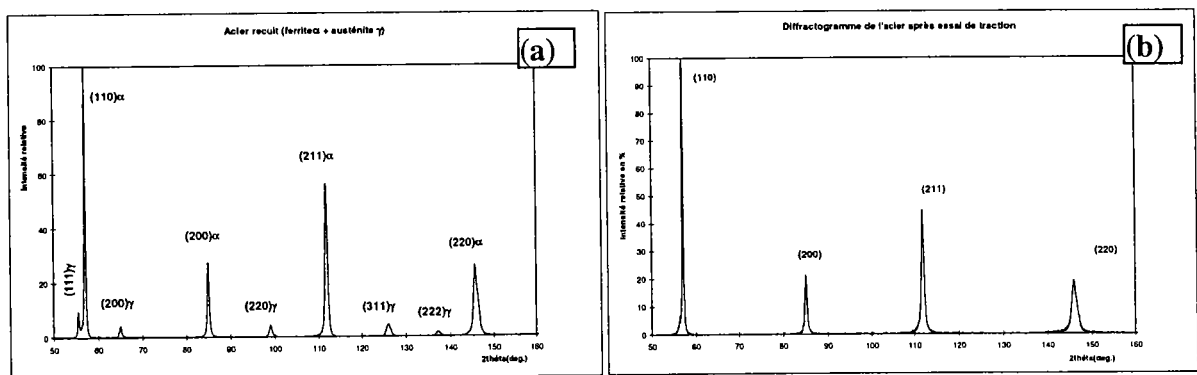
Les courbes résistance - allongement des deux aciers ont l'allure de la figure 3-5.



**figure 3-5:** courbes montrant l'évolution de la contrainte et la résistivité en fonction de la déformation des deux aciers recuit: (a) acier recuit I , (b) acier recuit II

La résistivité croît légèrement avec la déformation élastique, et elle décroît quand la limite d'écoulement plastique est atteinte. Cette décroissance correspond à la transformation de l'austénite en martensite. On constate que la déformation plastique augmente au fur et à mesure de la formation de la martensite (suivie par l'évolution de la courbe de résistivité).

L'examen par rayons X des échantillons (en surface et sur la tranche) après l'essai de traction montre la disparition des raies de l'austénite résiduelle (figure 3-6(b)), par contre on ne constate pas l'apparition des raies de la martensite. Donc elles se superposent aux raies de la ferrite.



**figure 3-6:** diffractogrammes de l'acier recuit II

(a) avant traction (b) après traction

Nous avons réalisé des diffractogrammes aux grands angles en prenant la raie (220) en position de Bragg (figure 3-7). On ne constate pas la séparation des raies.

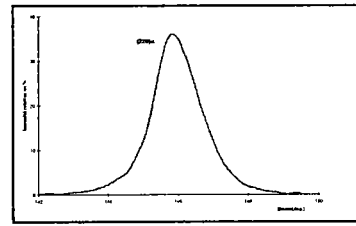


figure 3-7: profil de la raie (220)

### 3.3 Analyse de la texture

#### 3.3.1 Origine de la texture

Un laminage à froid modifie la texture du métal de deux façons: il provoque un changement de forme de l'ensemble des grains du métal et il modifie l'orientation cristalline de chacun des grains. Ceci se traduit par la formation "de texture de laminage"

Pour les métaux de structure cubique centrée, on a représenté la texture par une dispersion autour de plusieurs orientations idéales:  $\{001\}\langle 110\rangle$ ,  $\{112\}\langle 110\rangle$  et  $\{111\}\langle 211\rangle$

[Raabe (1994)].

Dans les métaux de structure cubique à faces centrées, lorsque la texture de laminage est très marquée, on distingue traditionnellement deux textures: la texture dite "laiton" correspondant à l'orientation idéale  $\{110\}\langle 1\bar{1}2\rangle$  et une texture dite "cuivre" correspondant à une orientation idéale simple. On a proposé de nombreuses orientations idéales comme  $\{146\}\langle 2\bar{1}\bar{1}\rangle$ ,  $\{135\}\langle 211\rangle$ ,  $\{123\}\langle 4\bar{1}\bar{2}\rangle$  ou  $\{123\}\langle 1\bar{2}1\rangle$ .

Le recuit provoque un retour aux propriétés initiales par restauration et recristallisation de la structure: les anciens grains de la structure, fortement amincis et allongés, sont remplacés par de nouveaux grains de forme souvent isotrope et présentant une structure beaucoup moins perturbée: il y a remaniement de la texture cristalline, on dit que le métal recristallise.

Ainsi pour des recuits à basse température, on peut observer un adoucissement partiel du métal sans qu'il y ait modification de la structure visible au microscope optique: cette première phase est la restauration.

La restauration correspond à une réduction du nombre de défauts atomiques (interstitiels et lacunes) et à une diminution de la densité des dislocations introduites par l'écroutissage.

En effet lorsque l'écroutissage est très important, le recuit fait apparaître de nouveaux cristaux généralement répartis d'une manière homogène et dont l'orientation cristalline est très différente de l'orientation des grains déformés dans lesquels ils se développent.

Les nouveaux grains se développent en consommant la matrice écroutie jusqu'à arriver en contact les uns des autres. On parle alors de recristallisation primaire [Colomb (1972)].

Dès la fin de la recristallisation primaire, les grains se développent aux dépens d'autres grains recristallisés. Il y a grossissement du grain. Ce grossissement a été souvent appelé recristallisation secondaire.

Le recuit a au moins trois conséquences importantes: il modifie les propriétés mécaniques, la dimension des grains, et la texture du matériau.

Un recuit de restauration ne modifie pas l'orientation cristalline. Par contre un recuit de recristallisation modifie la texture. Cette nouvelle texture dépend des mécanismes qui se produisent pendant le recuit: germination, croissance et grossissement de grain.

La liaison entre la texture de déformation et la texture de recristallisation provient d'une part de l'orientation des germes et d'autre part de leur croissance.

La germination orientée est mise en évidence par l'existence de texture de recristallisation identique à la texture de déformation.

Ainsi le recuit peut maintenir la texture de laminage, la renforcer, ou l'atténuer comme il peut faire apparaître une nouvelle texture.

Notre acier brut de laminage est constitué d'une seule phase: la phase ferritique. Cet acier a subi un recuit dans le domaine biphasé ( $\alpha+\gamma$ ), et ce recuit a produit deux phases: la phase ferritique et la phase austénitique.

Nous allons donc caractériser la texture des deux aciers (l'acier brut et l'acier recuit) et ceci par la mesure des figures de pôles par diffraction rayons X.

### **3.3.2 Mesure de la texture**

Les principes de l'analyse quantitative de la texture sont présentés en annexe I.

Pour qu'une mesure de texture soit correcte, il faut irradier un très grand nombre de grains.

Nos échantillons ont des grains de petite taille. La mesure de la texture est donc facile.

Les figures de pôles (FDP) enregistrées par diffraction aux rayons X, constituent une représentation stéréographique de la répartition statistique d'une famille de plans  $\{hkl\}$  par rapport à un repère lié à l'échantillon.

Un certain nombre de corrections doivent être apportées aux intensités diffractées: la méthode goniométrique de Schulz permet d'enregistrer des figures de pôles en conservant un volume diffractant constant. Les figures de pôles mesurées en condition de Bragg ( $\omega=0$ ) n'ont pas le même volume diffractant que celles enregistrées hors Bragg ( $\omega \neq 0$ ). Une correction dite de volume diffractant est nécessaire.

Le goniomètre de texture de notre laboratoire (voir annexe I) est équipé d'un détecteur courbe à localisation spatiale (CPS120 INEL) permettant de mesurer sur un domaine angulaire de 120° simultanément plusieurs figures de pôles (jusqu'à six figures), tout en gardant un volume diffractant constant, d'où l'appellation de multi-figure de pôles (M.F.D.P).

Pour caractériser la texture, nous avons mesuré les figures de pôles des deux échantillons:: l'acier brut (ferrite) et l'acier recuit (ferrite + austénite).

Toutes les figures de pôles sont effectuées dans les conditions géométriques suivantes:

- les pas de mesure sont de 2.5 ° en déclinaison et de 5 ° en azimut,
- le temps de comptage est de 10 secondes par case,
- l'ouverture du faisceau est définie par une fente carrée ( $H= L= 1 \text{ mm}$ ) à 110 mm du foyer fin du tube à rayons X.

Durant nos expériences, nous avons gardé les mêmes conditions géométriques de mesure pour tous nos échantillons.

Pour les figures de pôles mesurées simultanément, seule la figure de pôle mesurée en Bragg est exploitable directement. Nous avons fait donc pour toutes les figures de pôles des corrections de bruit de fond, de localisation et de normalisation (voir annexe I).

### **3.3.2.1 Acier brut de laminage (ferrite)**

Nous avons effectué une mesure des figures de pôles sur ces trois plans  $\{(211) \text{ en position de Bragg, } (200), (220)\}$  de la ferrite.

Sur les figures de pôles, les zones de forte intensité correspondent à des orientations cristallographiques préférentielles. Une première recherche de ces orientations fortes peut se faire à l'aide des projections standards (figure 3-8) représentant la projection stéréographique de la phase analysée (dans le cas présent la ferrite de structure cubique centrée et l'austénite de structure cubique à faces centrées). La rotation de chaque projection standard permet de corréler les zones de forte intensité sur la figure de pôles mesurée avec les plans correspondants sur la projection standard. Les orientations préférentielles sont reliées à la direction de laminage du métal, elle même repérable expérimentalement sur chaque FDP.



La figure 3-9 montre les figures de pôles expérimentales après correction, de la ferrite de l'acier brut de laminage.

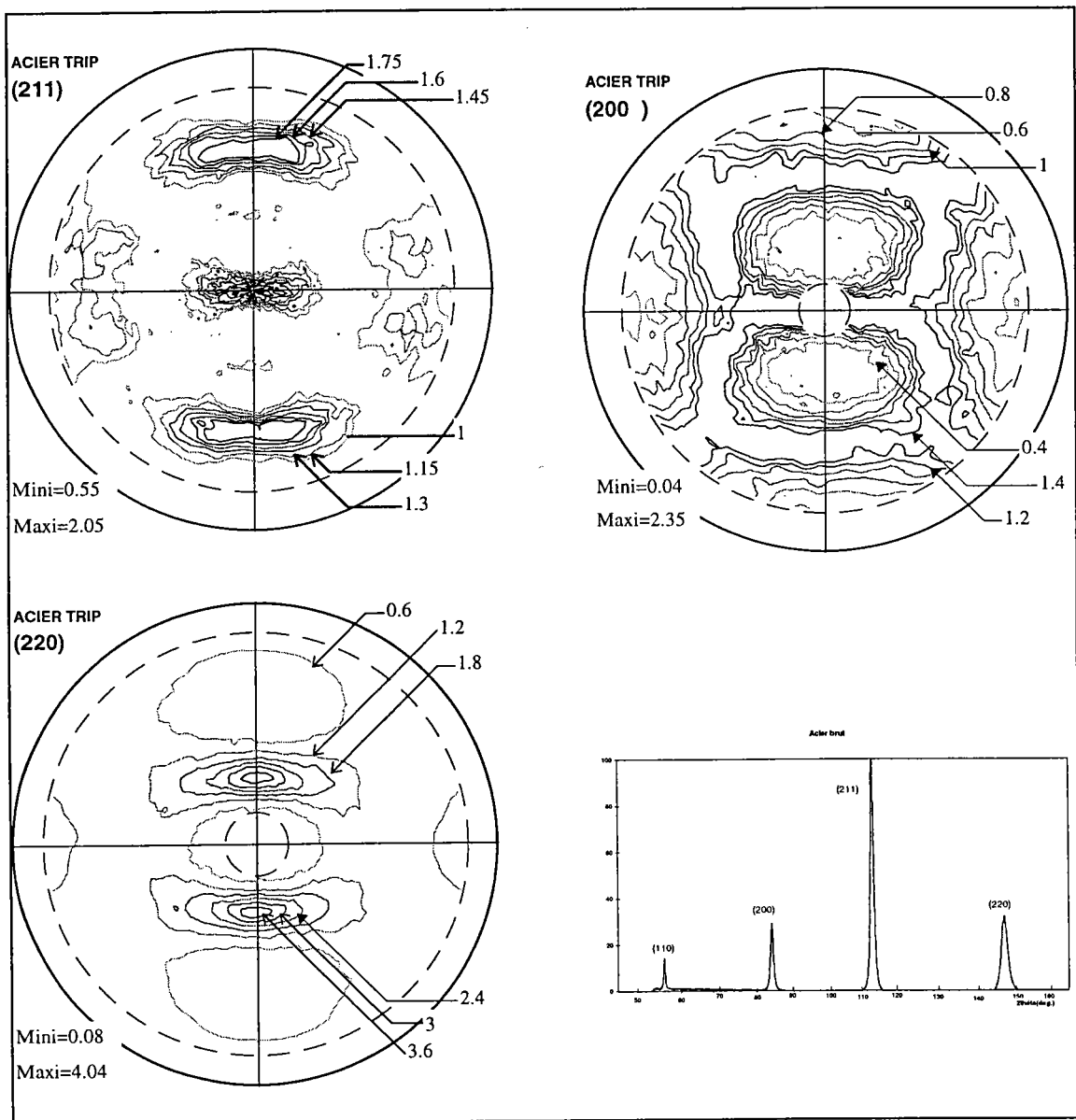


figure 3-9: figure de pôles expérimentales de l'acier brut (ferrite)

### Examen des figures de pôles

La ferrite initiale possède une orientation bien marquée, et on retrouve bien les orientations idéales  $(112) [1\bar{1}0]$  et  $(100)[110]$  caractéristiques de la texture de laminage des métaux cubiques centrés (en gros la direction  $[110]$  des grains se place dans la direction de laminage, à quelques degrés près).

### 3.3.2.2 Acier recuit (ferrite + austénite)

Le spectre de diffraction montre les raies des deux phases (ferrite et austénite). Nous avons effectué les figures de pôles en prenant le plan (211) de la ferrite en position de Bragg.

#### a- La phase ferritique

La figure 3-10 montre les figures de pôles (211), (200), (220) de la ferrite de l'acier recuit.

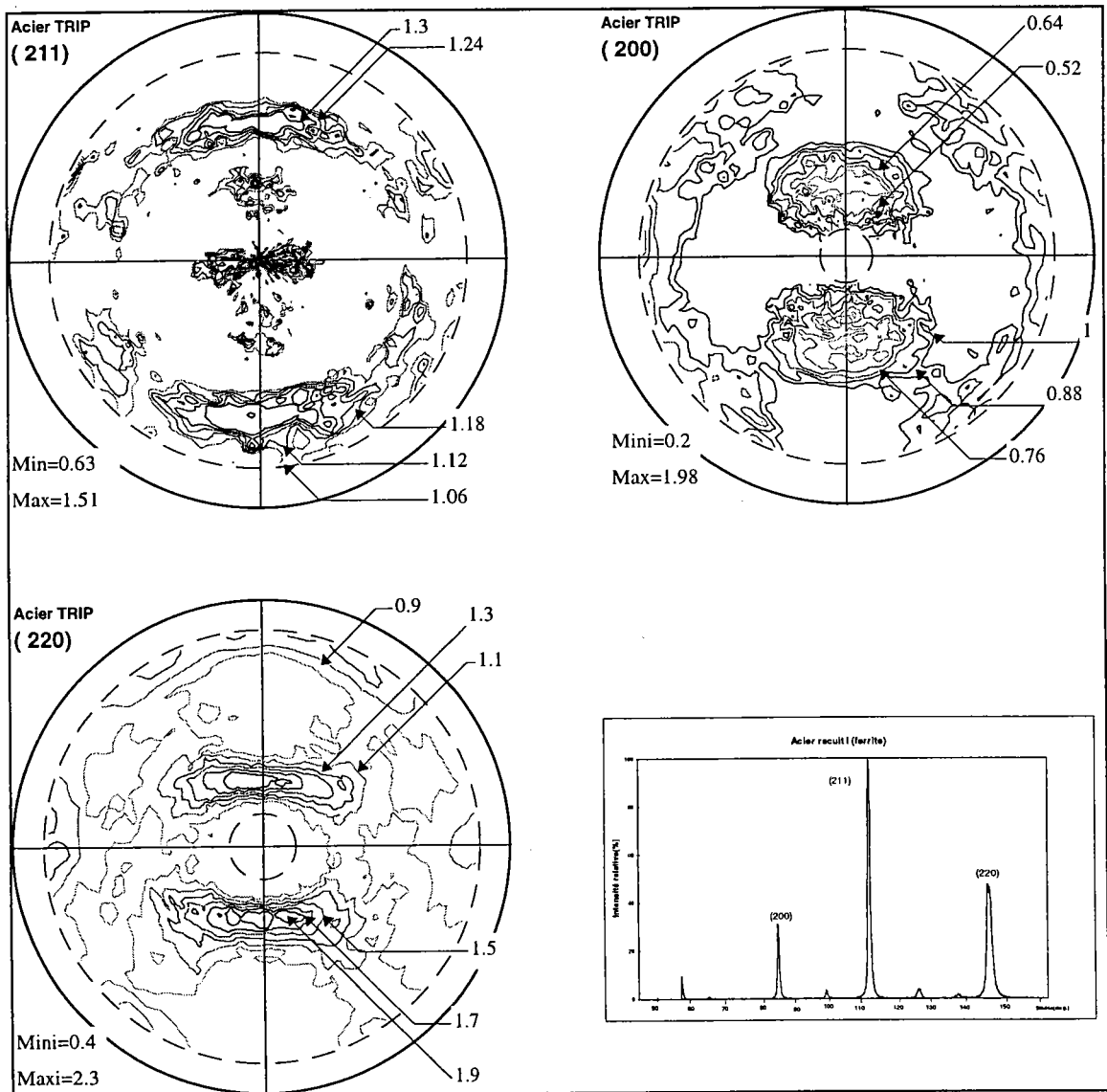


figure 3-10: figure de pôles expérimentales de la ferrite de l'acier recuit I

#### Examen des figures de pôles

Les figures de pôles de la ferrite montrent la conservation de la texture de laminage. Par contre on note une apparition de certaines composantes de texture principalement sur la figure de pôles (211) sur les couronnes de 15 à 25°.



## b- La phase austénitique

Nous avons effectué la mesure de figures de pôles sur les plans (220), (311), (222) et (200) (figure 3-11).

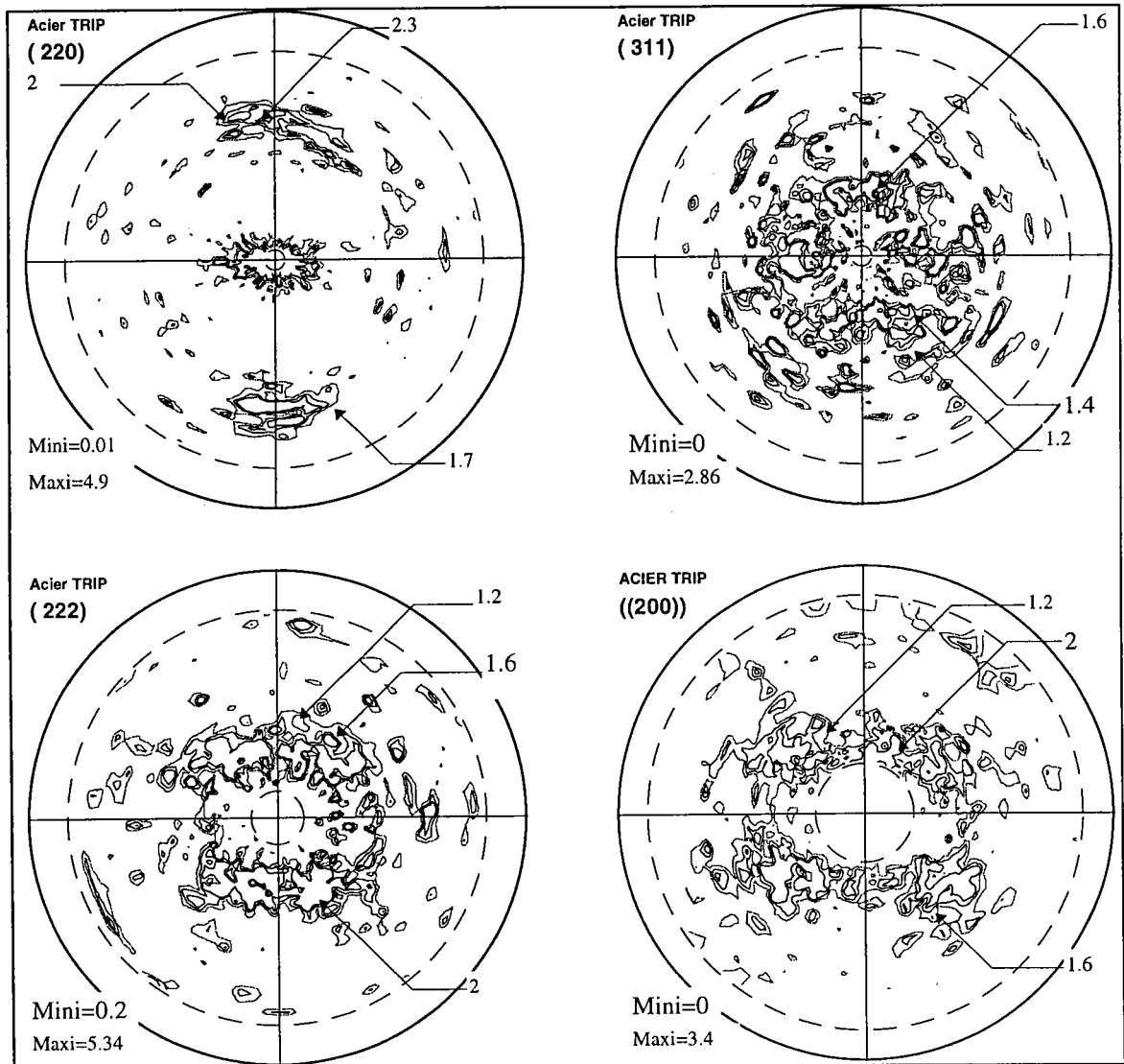


figure 3-11: figure de pôles expérimentales de l'austénite de l'acier recuit I

### Examen des figures de pôles

On constate une texture bien marquée, dont l'orientation idéale  $(110)[\bar{1}12]$  est caractéristique des métaux cubiques à faces centrées.

### Remarque

Pour l'acier recuit II, l'examen des figures de pôles montre la même texture.

## CHAPITRE 4

### Analyse quantitative de la texture

L'analyse qualitative des orientations préférentielles d'une figure de pôles n'est généralement pas suffisante pour définir la texture et déterminer son effet sur les propriétés mécaniques et physiques d'un matériau. Une description quantitative de la texture est nécessaire. La façon la plus complète de décrire une texture quelconque est de déterminer la fonction de distribution des orientations  $F(g)$ , positive, définie par:

$$F(g) = dV_g / V$$

$$= (\text{volume de l'échantillon ayant l'orientation } g \pm dg) / \text{volume de l'échantillon}$$

où  $F(g)$  indique la fraction volumique de l'échantillon pour laquelle l'orientation des cristallites est  $g(\psi, \theta, \phi)$  à  $dg$  près, indépendamment de leur position dans le polycristal.

Il existe actuellement, à partir des mesures des figures de pôles, deux types de méthodes d'analyse des textures:

- les méthodes analytiques dont la méthode d'analyse harmonique proposée conjointement par [Bunge (1965)] et [ROE (1966)]
- les méthodes discrètes dont la méthode de discrétisation proposée à l'origine par [Williams (1968)] introduite par [Ruer (1976)] et développée par [Vadon (1981)] sous le nom de la méthode vectorielle.

Nous décrivons par la suite le principe de la méthode vectorielle appliquée système cubique  $m3m$ .

#### 4.1 Principe de la méthode vectorielle

Soient les deux repères suivants:

- le repère macroscopique  $R_e$  lié à l'échantillon, d'axes (**DL**, **DT**, **DN**), qui tient compte des symétries de l'échantillon.
- le repère microscopique  $R_c$  lié au cristal (**[100]**, **[010]**, **[001]**) dont la position de référence  $R_{CR}$  coïncide respectivement avec (**DL**, **DT**, **DN**).

L'orientation  $g$  est la rotation qui fait passer le repère du cristal en position de référence à l'orientation  $R_c$  du cristallite qui a une orientation quelconque. On peut donc écrire:

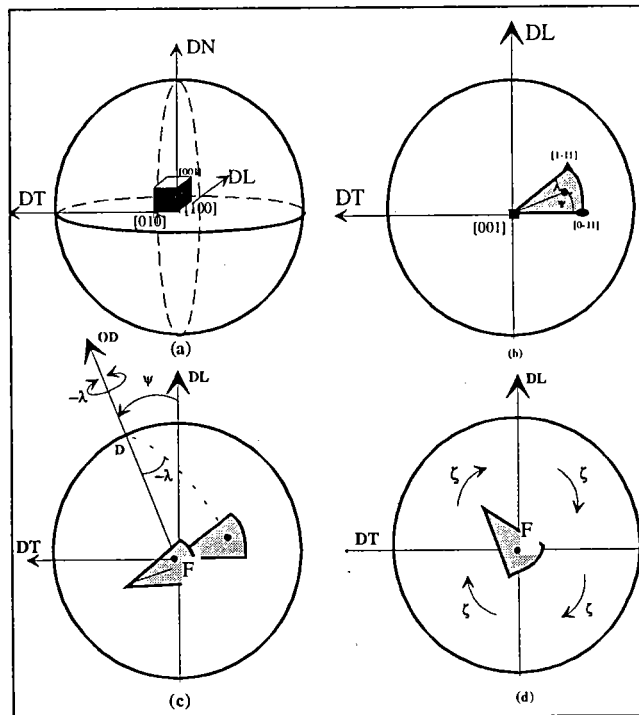
$$R_{CR} \xrightarrow{g} R_C$$

Pour caractériser une orientation, la méthode vectorielle utilise le triplet habituel des métallurgistes  $g = \{\psi, \lambda, \zeta\}$ .  $(\Psi, \lambda)$  sont les coordonnées polaires de l'axe de fibre F (figure 4-1) dans le repère cristallographique  $\{T1+T2\}$ .  $\zeta$  est l'angle de rotation autour de la normale à l'échantillon pour passer de l'orientation  $\{\psi, \lambda, 0\}$  à  $\{\psi, \lambda, \zeta\}$ .

On peut donc schématiser *une orientation* par un produit de 2 rotations, faisant passer le cristal de l'orientation de référence  $(0,0,0)$  à son orientation actuelle  $(\psi, \lambda, \zeta)$ .

$$(0,0,0) \xrightarrow{\text{Rot}(\vec{OD}, \lambda)} (\psi, \lambda, 0) \xrightarrow{\text{Rot}(\vec{ON}_0, \zeta)} (\psi, \lambda, \zeta)$$

Toutes les orientations définies par les deux angles  $(\psi, \lambda)$  avec l'angle  $\zeta$  variant de 0 à  $2\pi$ , constituent *une fibre complète* d'axe de fibre F parallèle à la normale de l'échantillon ON.



**figure 4-1:** deux rotations faisant passer le cristal de l'orientation de référence  $(0,0,0)$  à son orientation actuelle  $(\psi, \lambda, \zeta)$

(a): position de référence  $[100] // DL$ ,  $[010] // DT$ ,  $[001] // DN$ ,

(b): triangle unitaire T1 en position de référence,

(c): rotation autour de l'axe  $\vec{OD}$  ( $\psi, \pi/2$ ) d'angle  $-\lambda$ : orientation  $(\psi, \lambda, 0)$ ,

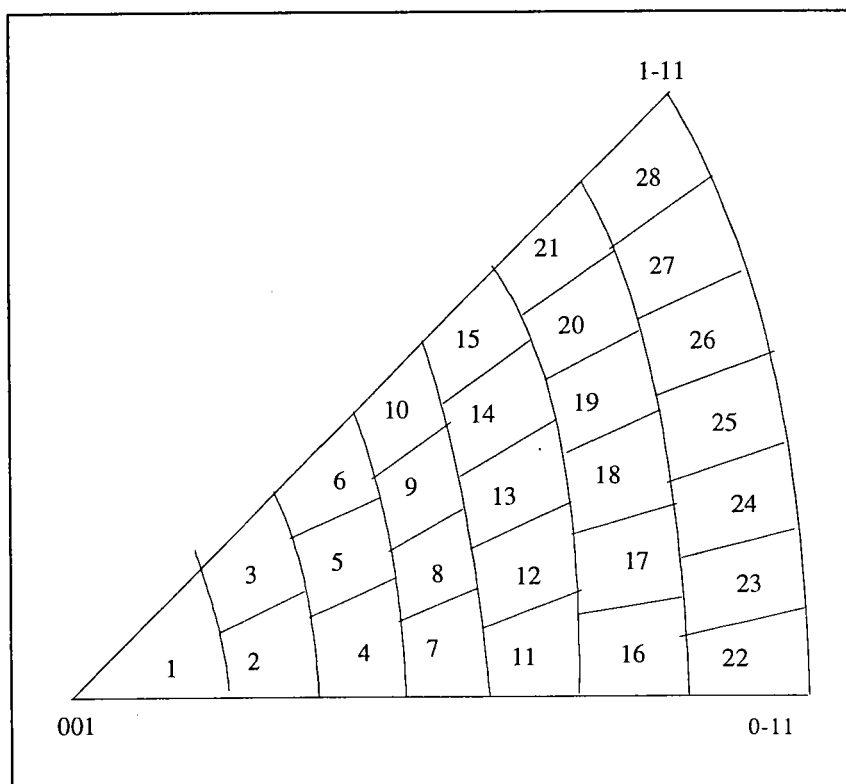
(d): rotation autour de  $\vec{OF}$ , d'angle  $\zeta$ : orientation  $(\psi, \lambda, \zeta)$ .

### 4.1.1 Domaine des axes de fibre

Dans le cas du système cubique  $m\bar{3}m$  où la symétrie est maximale, il existe 24 orientations physiquement indiscernables, mais équivalentes de point de vue cristallographique. La représentation de celles-ci peut être réduite à une seule orientation, située dans un double triangle standard, parmi les 48 triangles unitaires portés sur la sphère des pôles.

L'ensemble des 2 triangles unitaires  $\{T1+T2\}$  constitue le domaine des axes de fibres  $G^*$ .

La figure 4-2 montre un triangle standard découpé en 28 classes d'équivalence d'axes de fibres d'aire égale.



**figure 4-2:** partage du triangle standard dans le système cubique  $m\bar{3}m$  en 28 cases d'aire égales

## 4.1.2 Domaine des orientations

### 4.1.2.1 Découpage de l'espace des orientations

L'espace des orientations cristallographiques  $G = \{G_1 + G_2\}$  est constitué de deux prismes bâtis sur deux triangles unitaires contigus constituant l'espace  $G^*$  des axes de fibres (figure 4-3).

Dans cet espace représentatif des orientations, une fibre est représentée par un prisme vertical basé sur une case de coordonnées  $(\psi, \lambda)$ .

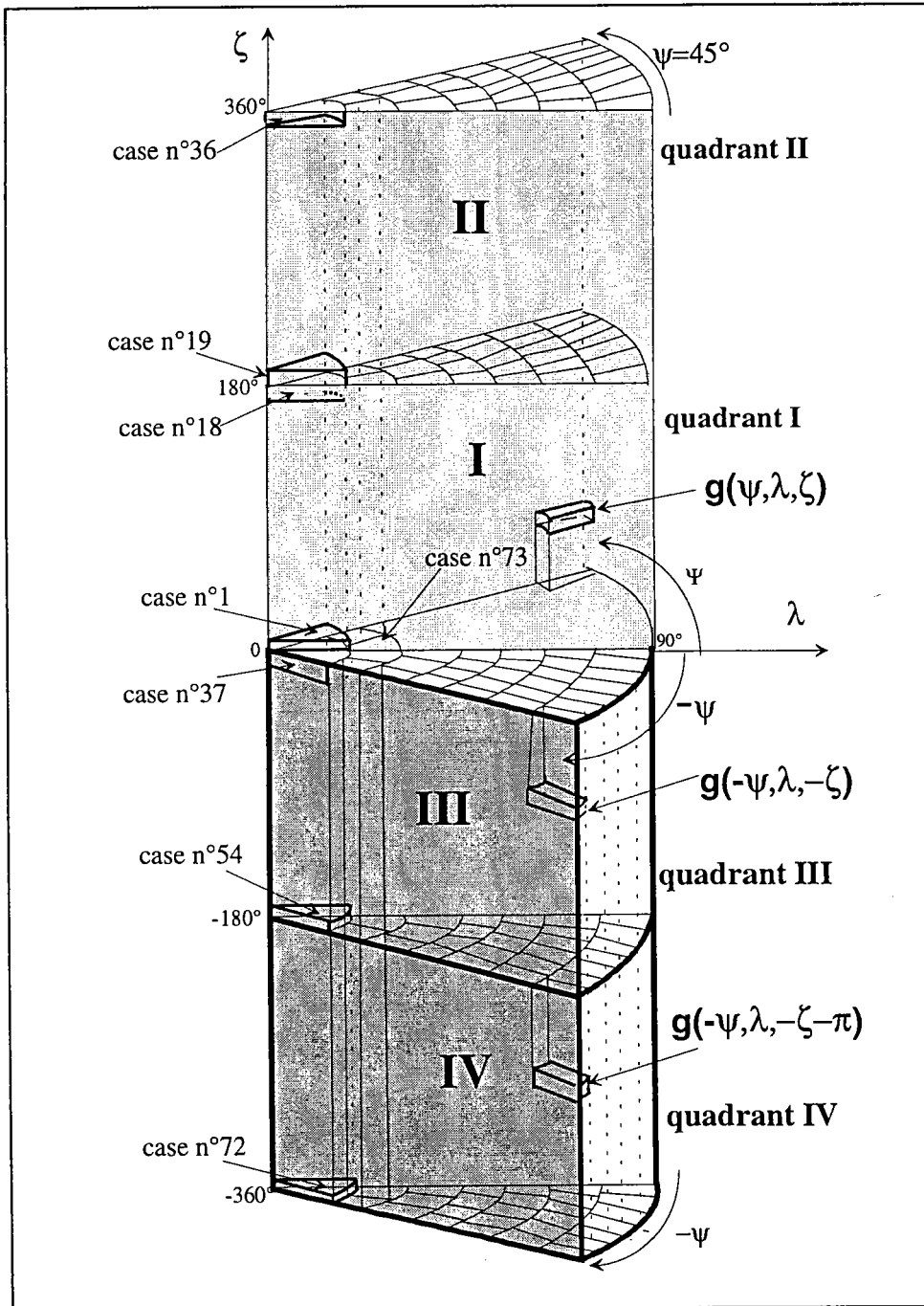


figure 4-3: découpage de l'espace des orientation dans le système cubique m3m.

#### 4.1.2.2 Réduction de l'espace d'étude des orientations

Toute symétrie macroscopique de l'échantillon se traduit par une distribution de pôles possédant la même symétrie. Les symétries d'échantillons permettent de réduire l'espace d'étude des orientations:

- symétrie macroscopique par rapport au plan transverse DT  
on réduit le domaine  $G^*$  des axes de fibres à sa moitié  $G_1^*$ , et l'espace  $G$  à sa moitié  $G_1$ .  
L'orientation symétrique de  $g = \{\psi, \lambda, \zeta\}$  est  $g = \{-\psi, \lambda, -\zeta\}$  (figure 4-3).
- symétrie macroscopique par rapport au plan longitudinal DL  
On réduit le domaine  $G^*$  à sa moitié  $G_1^*$ , et on génère l'orientation symétrique par rapport au plan (DN,DL):  
- Si l'orientation  $G$  appartient au domaine I (figure 4-3),  $g(\psi, \lambda, \zeta)$  est transformée en  $g(-\psi, \lambda, -\zeta - \pi)$ . On voit donc qu'il suffit de translater  $g(-\psi, \lambda, -\zeta)$  symétrique par rapport à DT de  $g(\psi, \lambda, \zeta)$  de  $-\pi$  selon  $\zeta$ .  
La symétrie par rapport à DL fait correspondre aux orientations du domaine I les orientations du domaine IV.  
- Si l'orientation  $G$  appartient au domaine II,  $g(\psi, \lambda, \zeta)$  est transformée en  $g(-\psi, \lambda, -\zeta - \pi)$  mais  $|\zeta - \pi| > 2\pi$ ,  $g(\psi, \lambda, \zeta)$  est transformée en  $g(-\psi, \lambda, -\zeta + \pi)$   
La symétrie par rapport à DL fait correspondre aux orientations du domaine II les orientations du domaine III.
- symétrie macroscopique orthorhombique  
C'est la combinaison des deux cas précédents, et l'espace des orientations  $G$  peut être réduit au quart de sa valeur. L'orientation  $g(\psi, \lambda, \zeta)$  génère:  
à la fois l'orientation  $g(-\psi, \lambda, -\zeta)$  par symétrie vs DT  
à la fois l'orientation  $(-\psi, \lambda, -\zeta - \pi)$  par symétrie vs DL

#### 4.1.3 Correspondance espace des pôles - espace d'orientations

La discrétisation de l'espace des pôles en  $P$  éléments et de l'espace des orientations en  $N$  éléments fait apparaître une relation linéaire entre densité de pôles sur les figures de pôles et densité d'orientations dans le volume figuratif des orientations. Cette application linéaire se traduit par la relation matricielle suivante:

$$(X_p) = [\sigma_{pn} \{hkl\}] (Y_n) \quad (1)$$

$X_p$  densité de pôles dans les cases  $p$  de pôles, et  $Y_n$  densité d'orientations dans les cases  $n$  d'orientations.

La matrice  $\sigma_{pn} \{hkl\}$  est la matrice densité de probabilité correspondant à la distribution uniforme des pôles des plans  $\{hkl\}$  d'un cristal donné.

La suite des valeurs ( $Y_n$ ) représente le volume des cristallites dont les orientations appartiennent à la classe d'orientation  $g(n)$ , ce volume est normé au nombre total de cases d'orientation. La suite des valeurs ( $Y_n$ ) est assimilée à un vecteur de l'espace vectoriel appelé **vecteur texture**.

Les mesures aux rayons X nous permettent d'obtenir  $X_p\{hkl\}$  (découpage de la figure de pôles en 36 couronnes de  $2.5^\circ$  et chaque couronne en 72 cases de  $5^\circ$ ). Les matrices  $[\sigma_{pn}\{hkl\}]$  sont les tableaux de valeurs liant la distribution uniforme des orientations à la distribution uniforme des pôles  $\{hkl\}$  sur la figure de pôles  $\{hkl\}$ .

Pour déterminer le vecteur texture  $Y_n$  ( $n < p$ ), il faut inverser la relation matricielle (1).

La méthode d'inversion utilisée est celle décrite par [Durand (1961)].

#### 4.1.4 Détermination du vecteur texture par la méthode vectorielle de A. Vadon

On peut déterminer le vecteur texture à partir d'une ou plusieurs figures de pôles, mais généralement trois figures de pôles suffisent.

Le vecteur texture  $Y$  doit être le même, alors que les  $n$  matrices et les  $n$  figures sont différentes. Les matrices sont bâties de la manière suivante.

$$\begin{array}{llll}
 \mathbf{1^{ère} \text{ figure:}} & (\mathbf{X 1}) = & \left[ \begin{array}{c} [\sigma_{1pn} \{hkl\}] \\ [\sigma_{2pn} \{hkl\}] \\ [\sigma_{3pn} \{hkl\}] \end{array} \right] & \\
 \mathbf{2^{ème} \text{ figure:}} & (\mathbf{X 2}) = & & (\mathbf{Y}) \\
 \mathbf{3^{ème} \text{ figure:}} & (\mathbf{X 3}) = & & \\
 & \text{vecteur colonne} & \text{Matrice rectangulaire} & \text{vecteur colonne} \\
 & \text{3Pcomposantes} & \text{3P lignes} & \text{n composantes} \\
 & & \text{n colonnes} & 
 \end{array}$$

#### 4.1.4.1 Conduite de l'analyse

##### 4.1.4.1.1 Analyse axiale:

Les figures de pôles sont axialisées, c'est à dire que les intensités normées sont sommées par couronnes. On représente les figures de pôles axiales sous forme d'un histogramme: l'intensité totale sur une couronne en fonction du numéro de la couronne (figure 4-4).

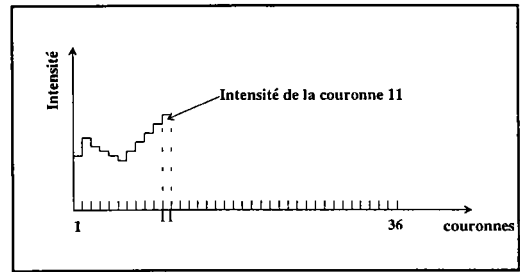


figure 4-4: représentation d'une figure de pôle axiale

L'analyse d'une ou plusieurs figures de pôles axiales ainsi obtenues permet le calcul de la densité d'axe de fibre sur le découpage de l'ensemble des triangles unitaires constituant le domaine des axes de fibre selon:

$$(X^*) = [\sigma_{k\mu}]^* (Y^*)$$

avec:

$(X^*)$  = vecteur de la figure de pôle axiale

$[\sigma_{k\mu}]^*$  = matrice axiale à k lignes (nombre de couronnes sur la figure de pôle directe et  $\mu$  (nombre de cases sur le domaine d'axe de fibres)).

$(Y^*)$  = vecteur texture axiale donnant le poids des axes de fibres dans les cases d'axes de fibres.

Ce premier calcul rapide, permet de commencer l'**analyse ordinaire** avec un vecteur texture isotrope par axes de fibres puisque la fraction volumique de la fibre complète est déjà connue.

##### 4.1.4.1.2 Vecteur texture:

Connaissant le vecteur texture  $(Y)$ , on peut recalculer n'importe quelle figure de pôle connue ou inconnue par la relation matricielle:

$$[Xp] = [\sigma_{pn}\{hkl\}] \cdot (Yn)$$

La *figure de pôle résiduelle* est la valeur absolue de la différence entre la figure de pôle recalculée et la figure de pôle expérimentale.



#### 4.1.4.2 Représentation du vecteur texture

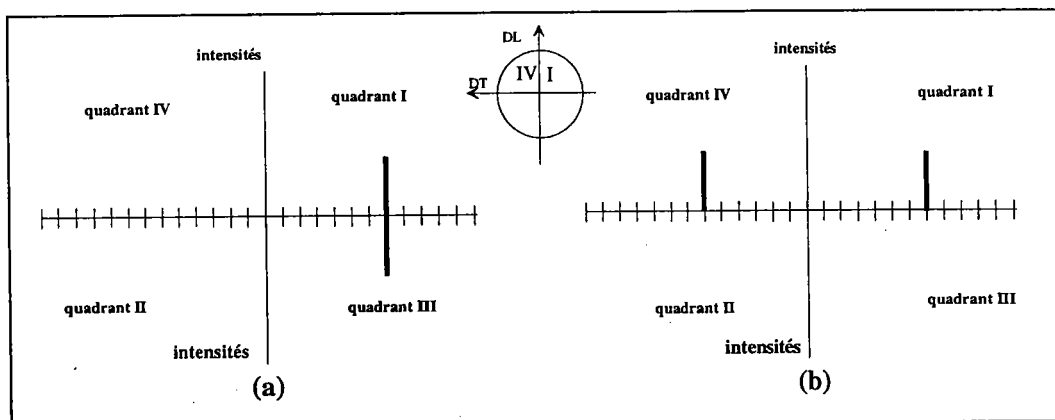
Le vecteur texture obtenu est présenté de deux façons différentes:

- soit par un spectre où l'on trace la valeur de la composante en fonction de son numéro.
- soit sous forme de lignes de niveau sur des coupes de l'espace des orientations.

##### a) Spectre de texture

Le spectre de texture est la représentation la plus simple des composantes de texture avec en abscisse les orientations  $g = (\psi, \lambda, \zeta)$  et en ordonnée les fractions volumiques  $f(g)$  correspondantes. C'est un spectre discret montrant la distribution des composantes de texture. Pour mettre en évidence les symétries macroscopiques de l'échantillon, nous partageons le volume figuratif des composantes de texture en quatre sous-domaines symétriques par rapport aux faces du trièdre macroscopique (figure 4-5): les quadrants I et II sont associés au prisme droit dont la base est le triangle TU1 d'angle  $\psi$  et les quadrants III et IV sont associés au prisme dont la base est le triangle TU2 et d'angle  $-\psi$ . Le spectre correspondant à chacun de ces sous volumes est tracé dans l'un des quadrants délimité par les axes de coordonnées rectangulaires, de cette façon:

- deux composantes symétriques par rapport à **DT** sont représentées par deux segments d'égale longueur, dont les pieds sont opposés par rapport à l'axe **DL** (figure 4-5-(a)).
- deux composantes symétriques par rapport à **DL** sont représentées par deux segments d'égale longueur, opposés par rapport à l'axe **DL** (figure 4-5-(b)).



**figure 4-5:** (a) deux composantes symétriques par rapport à **DT**.

(b) deux composantes symétriques par rapport **DL**.

Chaque quadrant est subdivisé en 28 cases d'axes de fibres, et chaque case d'axe de fibre est subdivisé en 18 cases d'orientations (figure 4-6). La numérotation des cases est équivalente à celle du découpage de l'espace des orientations de la figure 4-3.

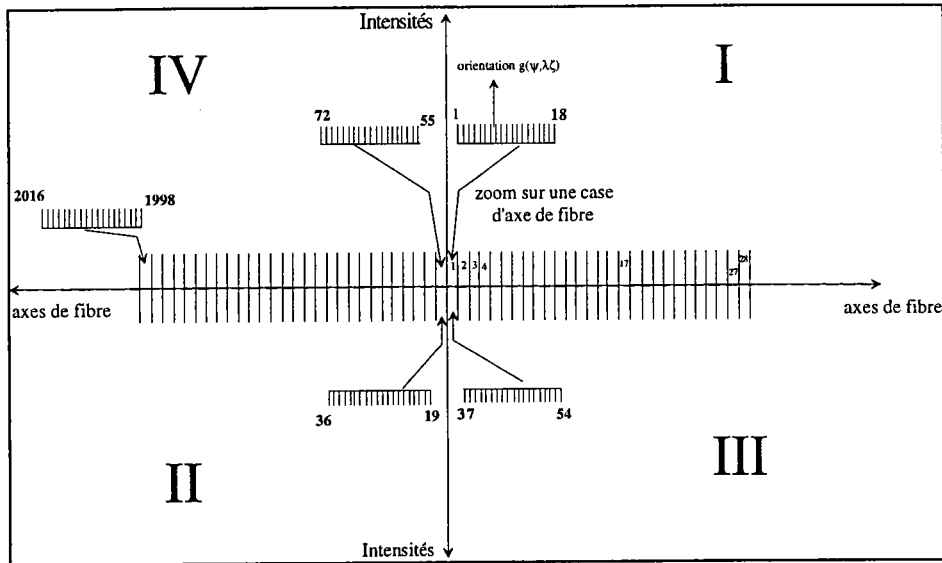


figure 4-6: quadrants, case d'axes de fibres et cases d'orientations pour le traçage des composantes du vecteur texture.

### b) Coupes du volume figuratif des orientations

Ce sont des coupes selon  $\zeta$  du volume figuratif  $(\psi, \lambda, \zeta)$  des orientations (figure 4-3).

Les coupes sont faites de  $n$  à  $n$  tranches ( $n$  variables au choix). Ces coupes sont placées dans l'ensemble des 2 triangles  $\{T1+T2\}$ .

## 4.2 Résultats de l'analyse quantitative des textures

### 4.2.1 Résultats de l'analyse axiale et ordinaire

On représente sur une même page, dans l'ordre, les trois figures de pôles expérimentales, axiales, recalculés et résiduelles de :

- de l'acier brut: phase ferritique
- de l'acier recuit I : (ferrite + austénite)
- de l'acier recuit II : (ferrite + austénite)

### 4.2.1.1 Acier brut de laminage (ferrite)

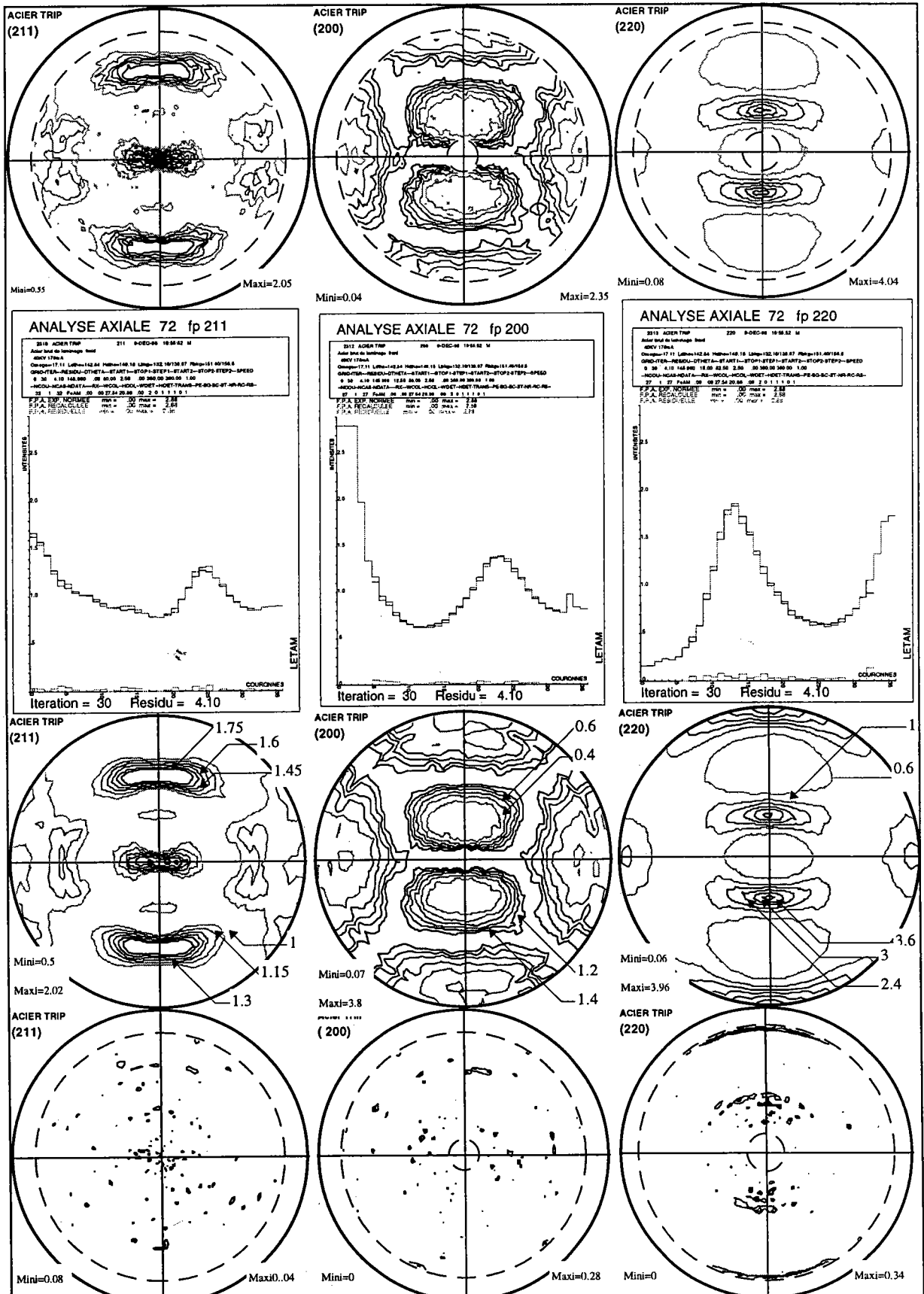


figure 4-7: figures de pôles expérimentales, axiales, recalculés, et résiduelles de la ferrite de l'acier brut de laminage à froid.

### **Commentaire sur les analyses axiales**

Les trois figures de pôles axiales (FPA) sont tracées avec la même échelle en intensité (échelle déduite de la plus grande des trois intensités).

Les trois FPA sont bien reproduites (avec un résidu de 4.10 %). Les FPA expérimentales se superposent bien aux FPA recalculées, les FPA résiduelles sont très faibles.

On constate une intensité importante, sur les quatre premières couronnes (le centre de la figure de pôle) de la FPA recalculée (200) et sur les trois dernières couronnes (la périphérie de la figure de pôle) de la FPA recalculée (220). On voit déjà donc 2 fibres (001) relativement bien prononcées.

### **Commentaire sur les analyses directes**

La comparaison entre les FDP expérimentales et les FDP recalculées montre une bonne concordance. Les taches sont correctement placées, et les lignes de niveau ont même allure. Les FDP résiduelles ont des intensités faibles.

### 4.2.1.2 Acier recuit I (ferrite + austénite)

### FERRITE

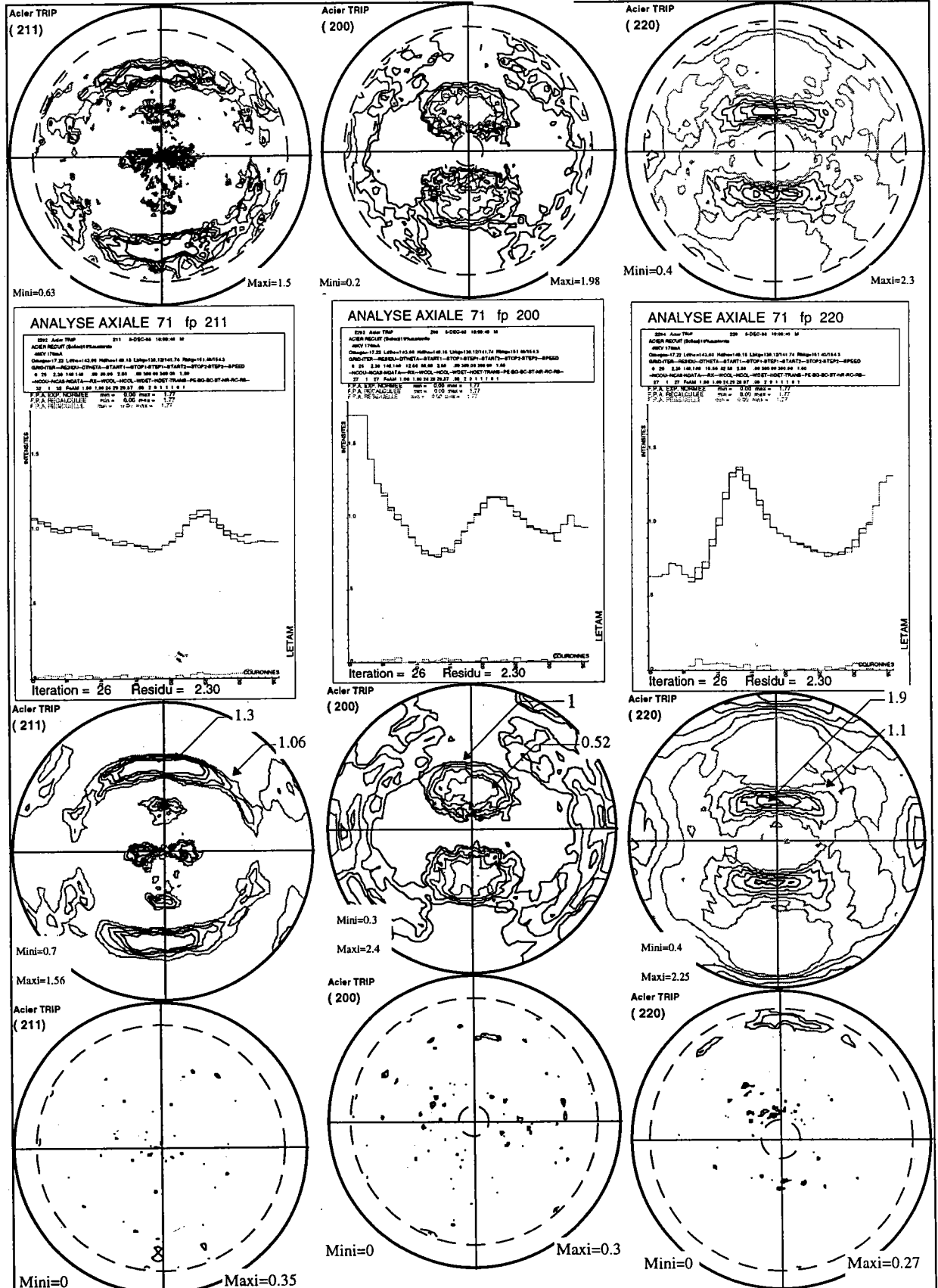


figure 4-8: figures de pôles expérimentales, axiales, recalculés, résiduelles de la ferrite de l'acier recuit I

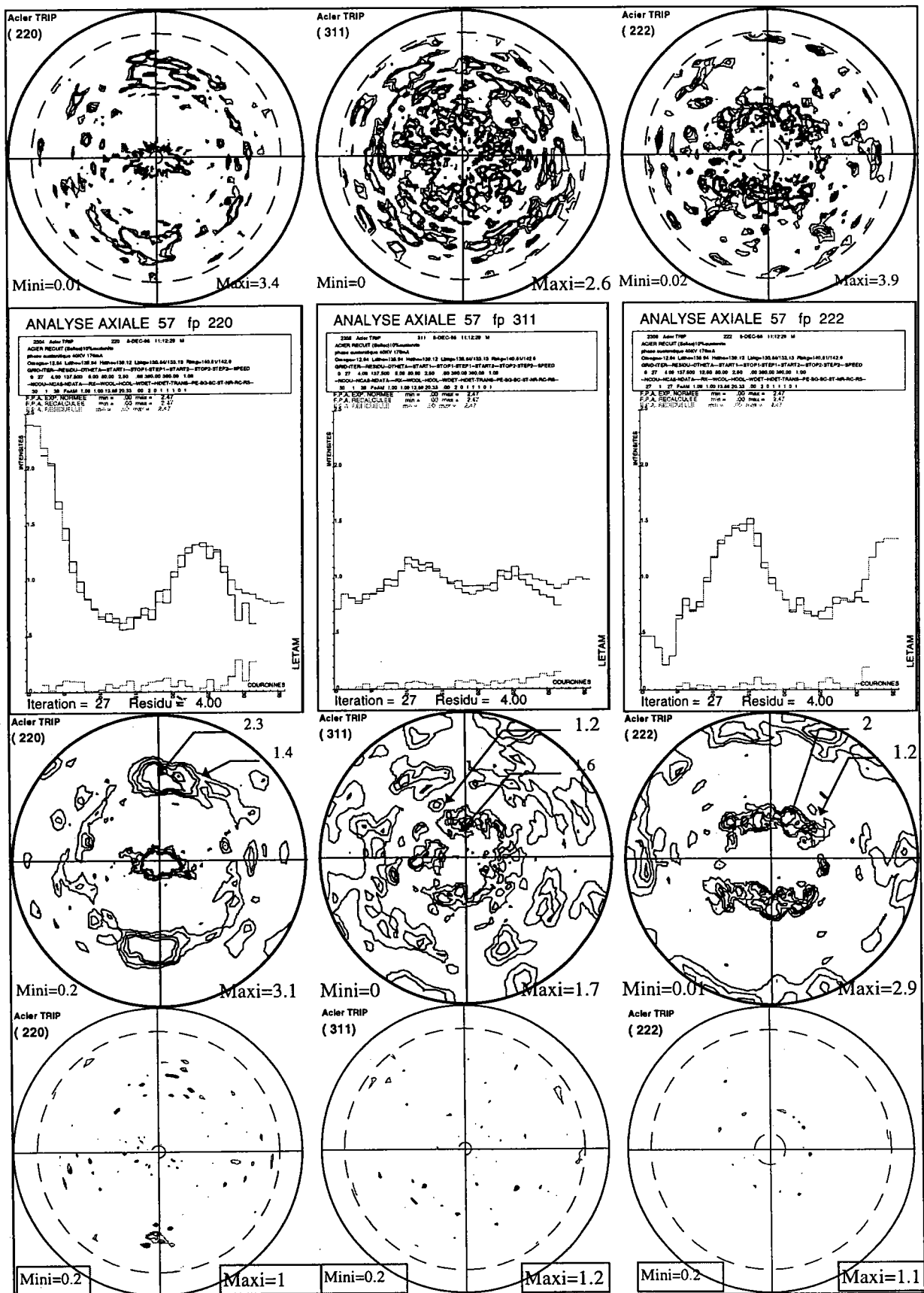


figure 4-9: figure de pôles expérimentales, axiales, recalculées, et résiduelle de la phase austénitique de l'acier recuit I.

#### **a- Phase ferritique** (figure 4-8)

- **Commentaire sur les analyses axiales**

A titre de comparaison avec les FPA de la ferrite de l'acier brut, on constate une diminution des intensités et la même allure des courbes sauf dans le cas de la FPA (211) où on note une augmentation de l'intensité des couronnes 6 à 9, ce qui montre l'apparition de nouvelles composantes. Par contre la texture de laminage de la ferrite est conservée. On note un faible résidu de 2.3 %.

- **Commentaire sur les analyses directes**

Les figures de pôles recalculées sont bien reproduites. On note un faible résidu.

#### **b- Phase austénitique** (figure 4-9)

- **Commentaire sur les analyses axiales**

Les FPA sont un peu moins bien reproduites et on note un résidu élevé de 10.5 %. C'était prévisible, vu la faible quantité d'austénite résiduelle (de l'ordre de 8 %).

- **Commentaire sur les analyses directes**

Les FP recalculées sont moins bien reproduites, et les FP résiduelles sont plus fortes.

#### **Remarque**

Pour l'acier recuit II, on constate une bonne reproduction des figures de pôles de la ferrite (figure 4-10) et celles de l'austénite résiduelle (figure 4-11) où le résidu diminue à 5.90 % pour les FPA. Par contre on ne constate pas une variation importante de la texture entre l'acier recuit I et l'acier recuit II. On s'intéressera par la suite uniquement à l'analyse quantitative de la texture de l'acier recuit I.

### 4.2.1.3 Acier recuit II (ferrite + austénite)

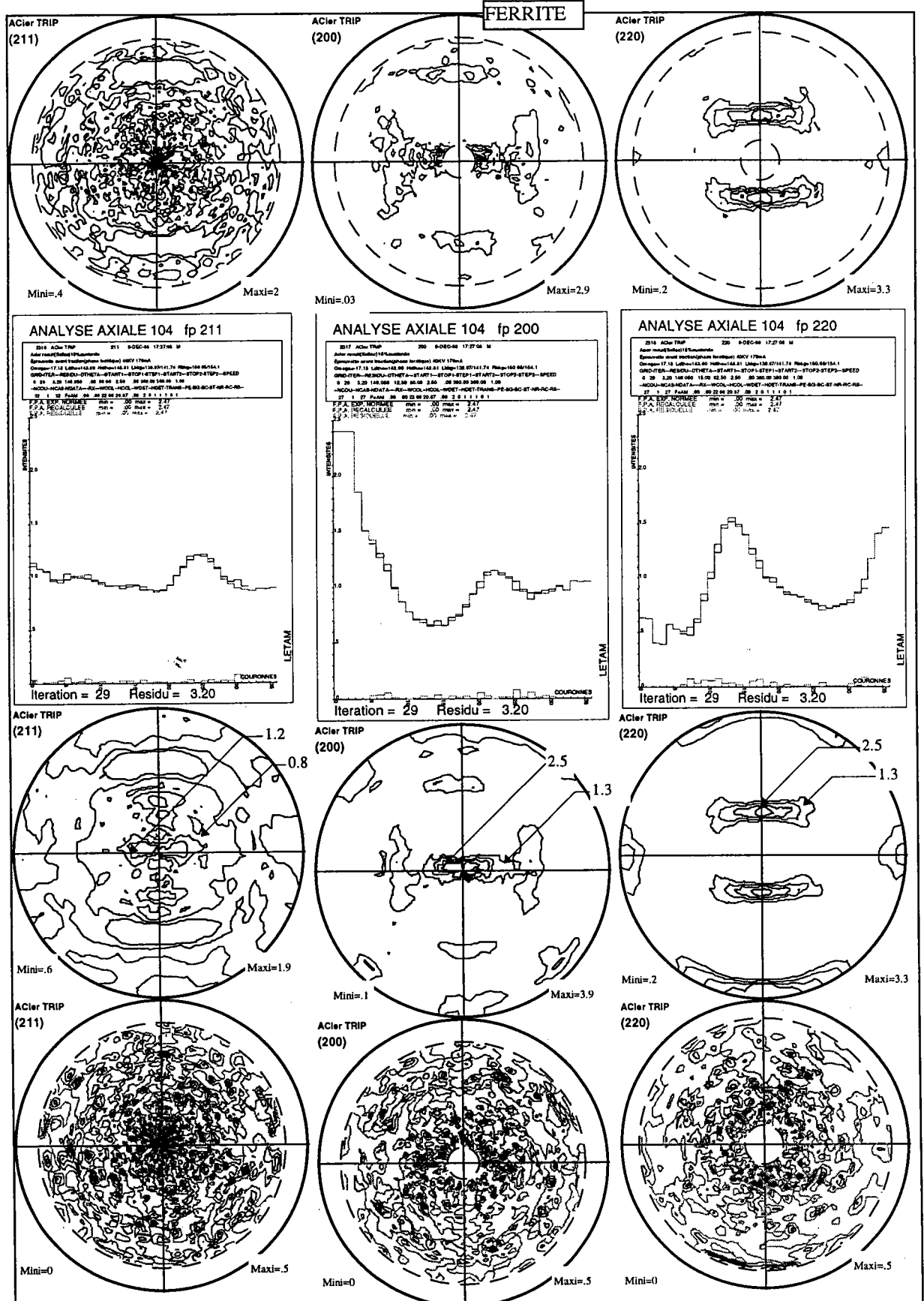
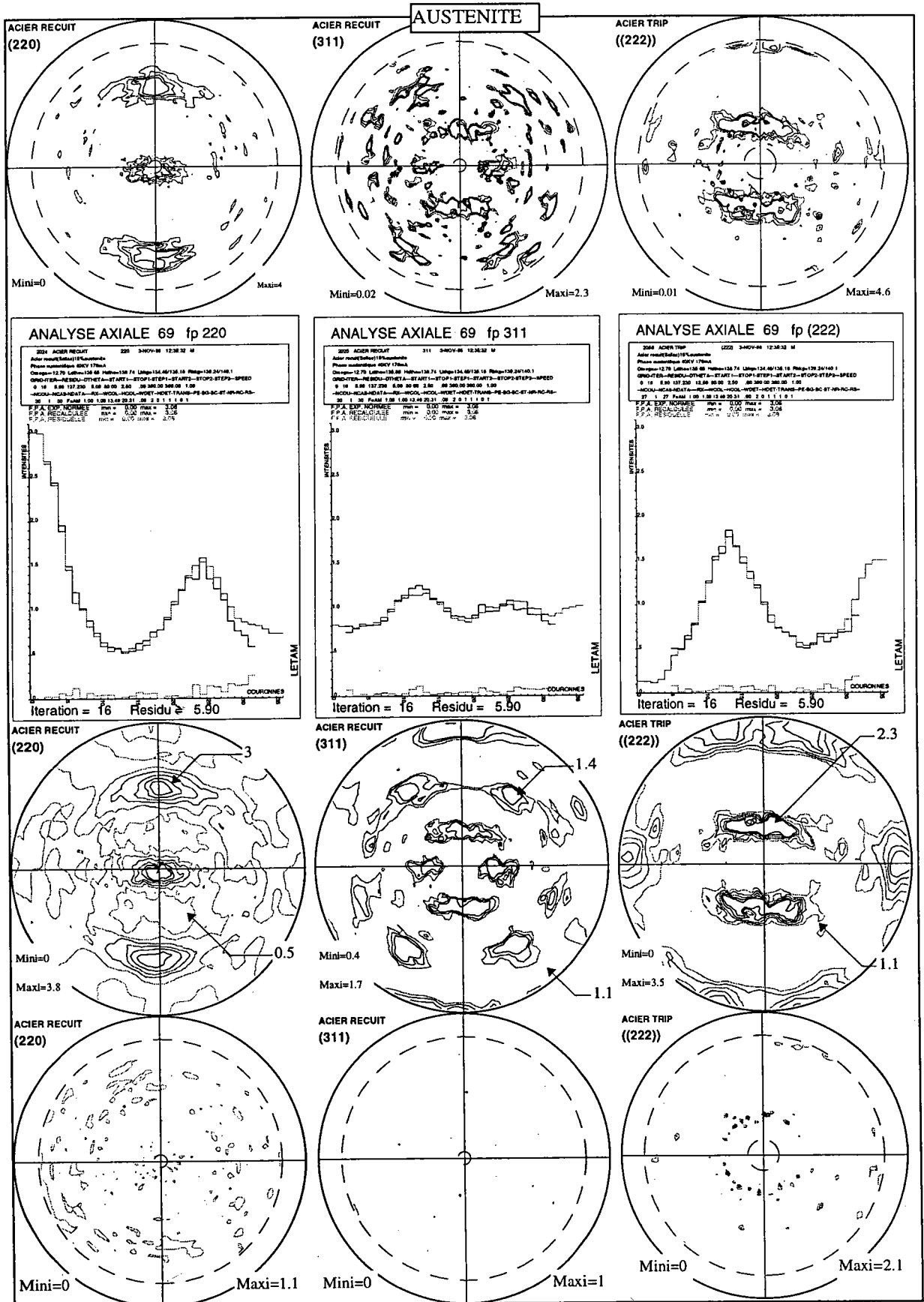


figure 4-10: figures de pôles expérimentales, axiales, recalculés, résiduelles de la ferrite de l'acier recuit II





**figure 4-11** : figure de pôles expérimentales, axiales, recalculés de l'austénite de l'acier recuit II .

## 4.2.2 Spectres des vecteurs textures

Les résultats des analyses sont représentés par:

- le tracé du spectre du vecteur texture axiale (fraction volumique d'axe de fibre en fonction du numéro de case d'axe de fibre).
- le tracé du spectre du vecteur texture (fraction volumique en fonction des numéro de cases d'orientations) en tenant compte de la symétrie macroscopique.

### 4.2.2.1 Acier brut: phase ferritique

L'analyse de la fonction de distribution des orientations axiales (figure 4-12) montre que la texture est de type  $\{hhl\}$  où  $\{hhl\}$  varie de  $\{001\}$  à  $\{1\bar{1}1\}$  en passant par toutes les composantes intermédiaires. Celles-ci constituent une fraction volumique de 80 % du volume total.

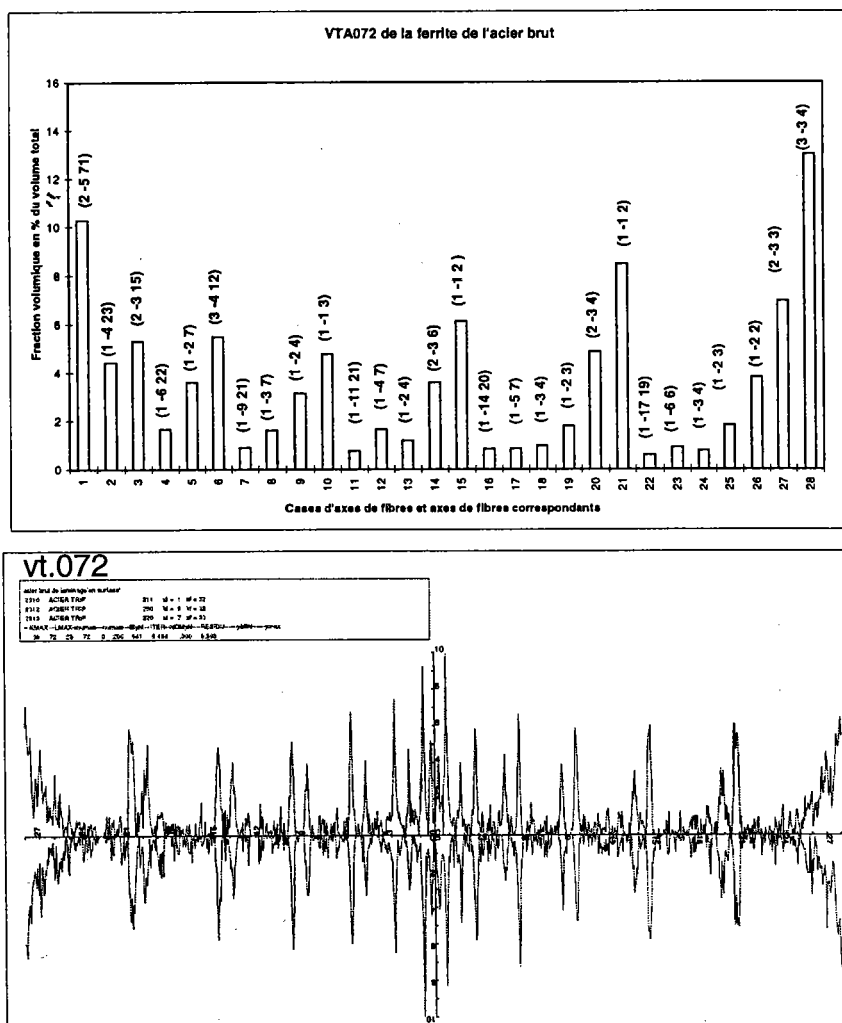


figure 4-12: vecteurs texture de la ferrite de l'acier brut de laminage

Les trois composantes les plus fortes  $(1\bar{1}1)$ ,  $(001)$  et  $(1\bar{1}2)$  constituent une fraction volumique de 31.7 % du volume total.

Le vecteur texture montre une texture bien marquée. Les orientations les plus fortes sont proches de  $\{hhl\}\langle 110\rangle$ .

On constate que le vecteur texture présente une symétrie orthorhombique. On peut donc réduire l'étude à un seul quadrant en faisant une symétrisation du vecteur texture. Nous avons représenté dans la figure 4-13 la fraction volumique des trois composantes les plus fortes

$(1\bar{1}1)$ ,  $(001)$  et  $(1\bar{1}2)$  en fonction de  $\zeta$  (varie de 0 à  $\pi$ ) et qui donne la direction  $\langle uvw\rangle$  parallèle à DL. On retrouve bien les orientations idéales  $\{112\}\langle 1\bar{1}0\rangle$  et  $\{100\}\langle 110\rangle$  de texture de laminage des métaux cubiques centré constatées lors de l'analyse qualitative sur les figures de pôles. La composante  $\{111\}\langle 112\rangle$  est la plus forte.

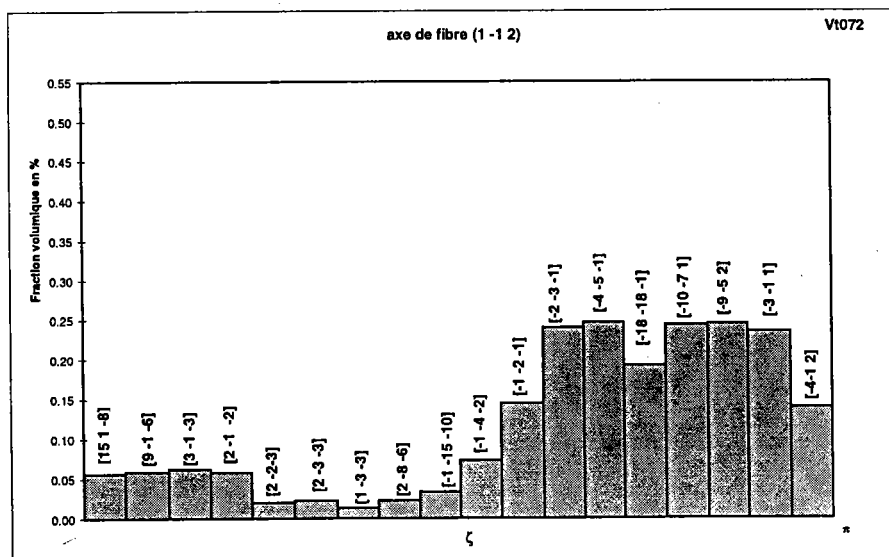
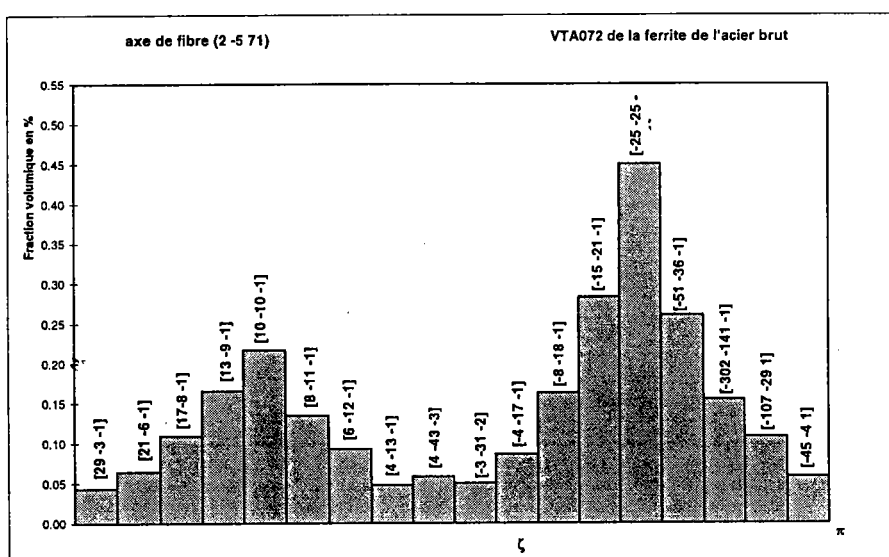
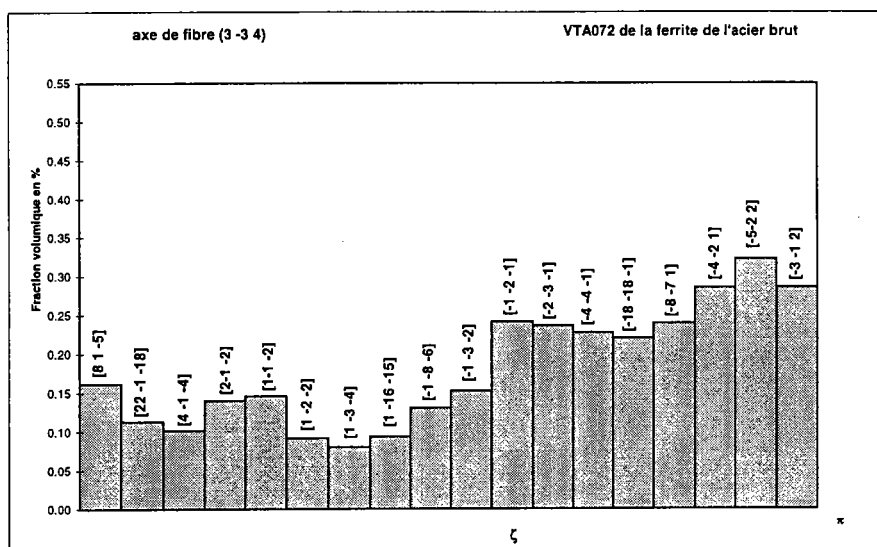


figure 4-13: fraction volumique des composantes des axes de fibres (3 3 4), (2 5 71), (1 1 2) en fonction de dzeta donnant la direction  $\langle uvw \rangle$  parallèle à DL.

## 4.2.2.2 Acier recuit I

### 4.2.2.2.1 Phase ferritique

Nous conservons la même échelle pour le tracé des vecteurs textures que celle de la ferrite de l'acier brut.

La figure 4-14 montre une diminution de la fraction volumique des composantes les plus fortes et une augmentation de celle des composantes les plus faibles. Le vecteur texture montre une atténuation des orientations les plus fortes et le renforcement des orientations les plus faibles.

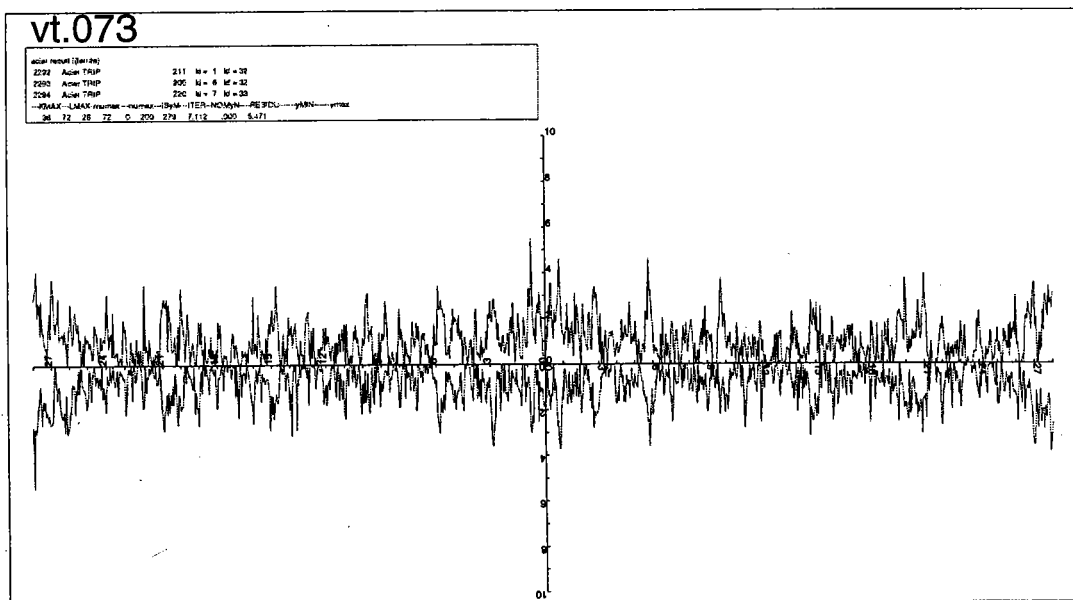
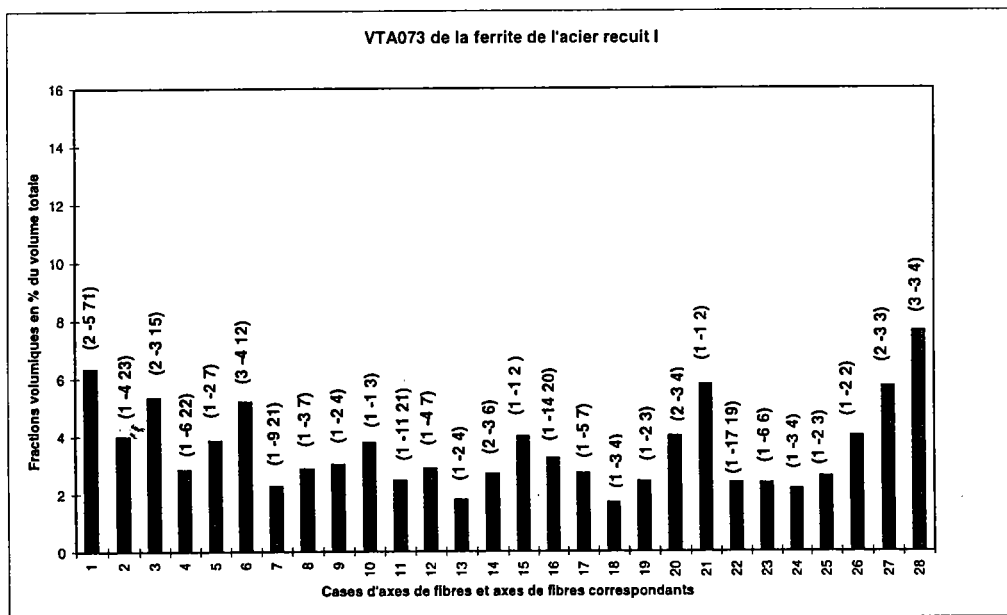


figure 4-14: vecteur texture de la ferrite de l'acier recuit I

A titre de comparaison avec la ferrite de l'acier brut, nous avons superposé les deux VTA (figure 4-15). On constate que la fraction volumique des axes de fibres allant de  $\{001\}$  à  $\{111\}$  ont diminué, par contre celle proche de  $\{011\}$  ont augmenté.

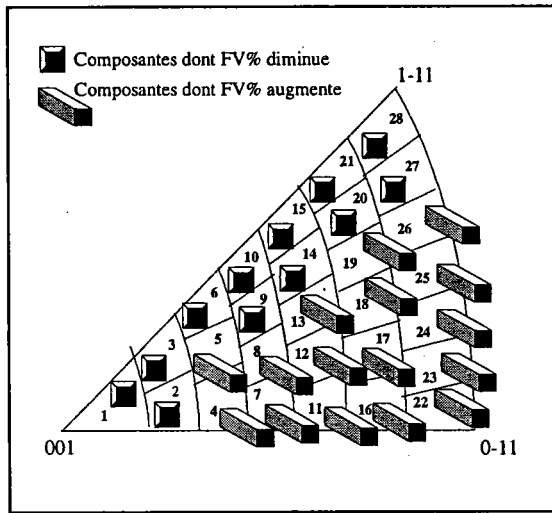
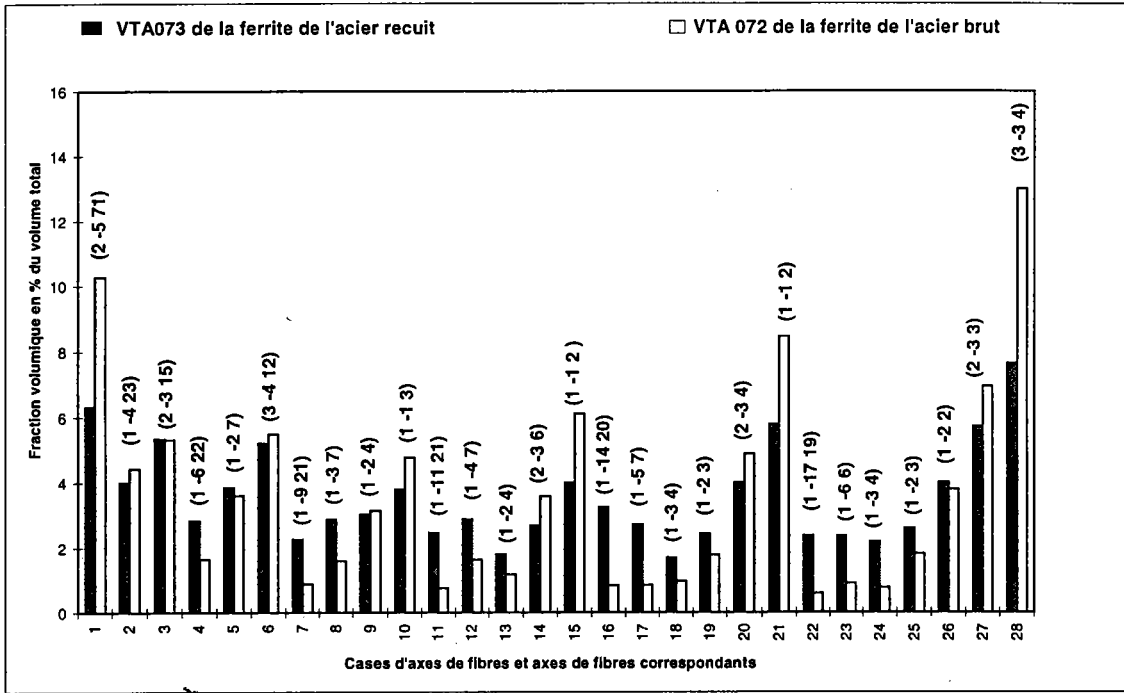


figure 4-15: superposition du vecteur texture axiale VTA072 et VTA073

On a représenté à la figure 4-16 les trois composantes des axes de fibres les plus fortes  $(3 \bar{3} 4)$ ,  $(2 \bar{5} 71)$ ,  $(1 \bar{1} 2)$  en fonction de dzeta.

On constate globalement le maintien de la texture de laminage de la ferrite après recuit et une diminution de la densité des orientations avec renforcement des orientations les plus faibles.

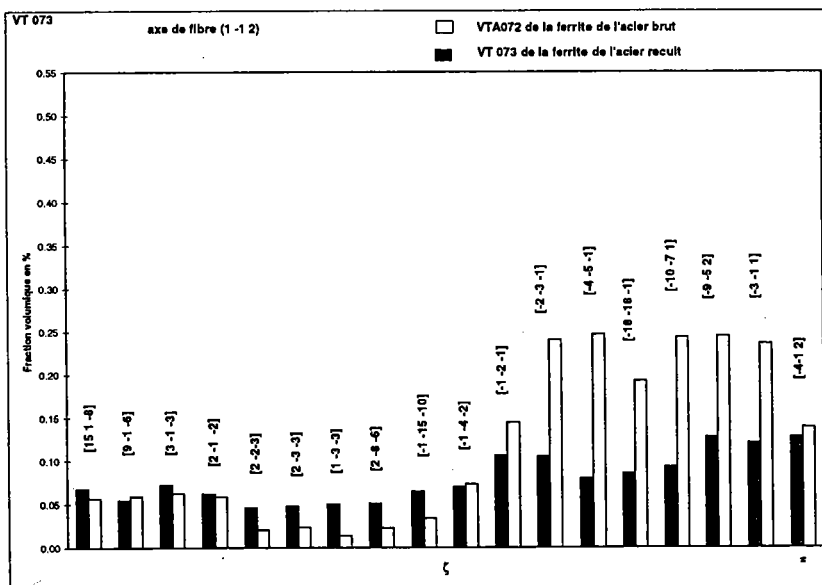
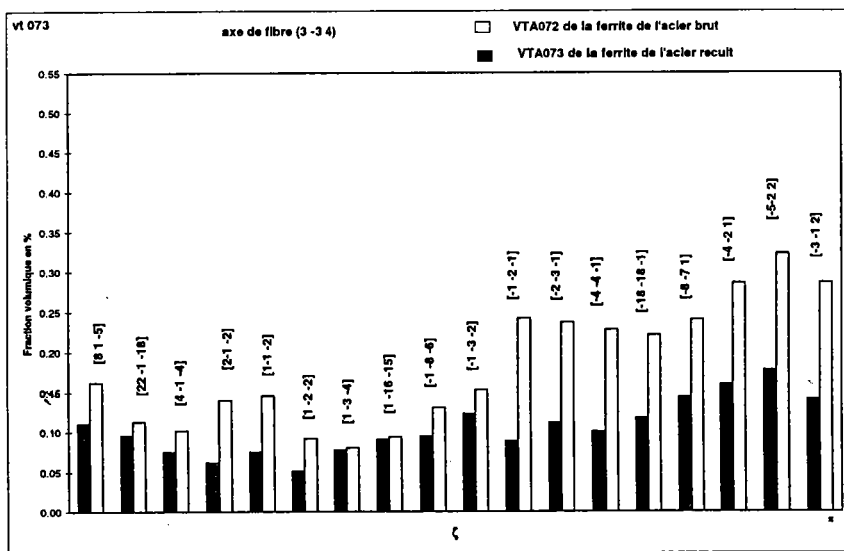
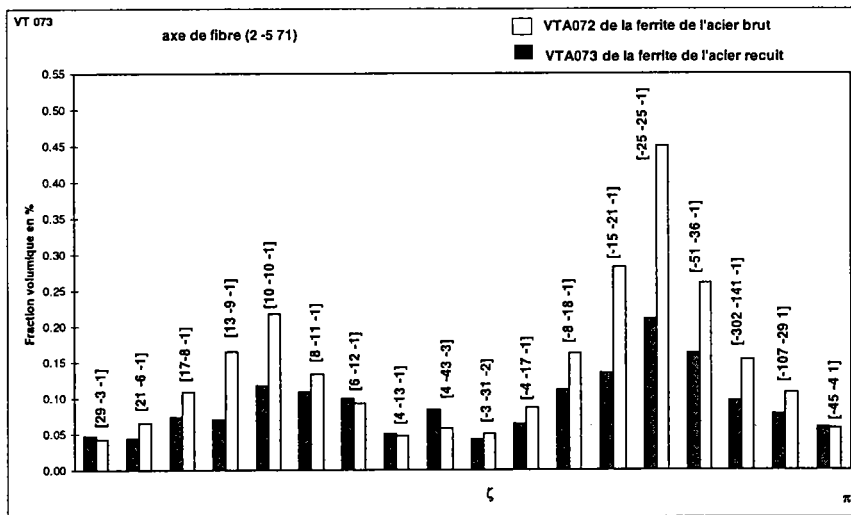


figure 4-16: fraction volumique des composantes des axes de fibres (3 3 4), (2 5 71), (1 1 2) en fonction de dzeta donnant la direction <uvw> parallèle à DL.

### 4.2.2.3 Discussion des résultats

Il est établi que si la phase mère possède une texture bien précise, la phase produite peut acquérir une texture qui a des relations d'orientations avec la phase mère.

Dans la transformation de phase de l'austénite en ferrite, martensite, ferrite aciculaire ou bainite, des textures similaires sont produites. La ferrite se forme par diffusion, la martensite par cisaillement, la ferrite aciculaire et la bainite par un mode mixte. Des relations d'orientations pour ces divers types de transformations ont été suggérées par [Bain (1924)], [Kurdjumov et Sachs (1930)] et [Nishiyama (1934)] et [Wassermann (1933)] dont les principales caractéristiques sont données par le tableau suivant:

Relations d'orientation	Relation de correspondance	Nombre total de variantes
Bain	$\{001\}\gamma // \{001\}\alpha$ $\langle 100 \rangle \gamma // \langle 110 \rangle \alpha$	3
Kurdjumow-Sachs	$\{111\}\gamma // \{011\}\alpha$ $\langle 011 \rangle \gamma // \langle 111 \rangle \alpha$	24
Nishiyama-Wasserman	$\{111\}\gamma // \{011\}\alpha$ $\langle 112 \rangle \gamma // \langle 011 \rangle \alpha$	12

D'après [Bruckner (1996)], la texture de la ferrite est caractérisée par une composante forte  $\{111\}\langle 112 \rangle$  et des composantes un peu moins fortes telles que  $\{114\}\langle 110 \rangle$ ,  $\{001\}\langle 110 \rangle$  et  $\{111\}\langle 110 \rangle$ . La texture de l'austénite à haute température issue d'un changement de phase de la ferrite montre une texture type des matériaux CFC: une composante forte  $\{011\}\langle 211 \rangle$  et des composantes moins fortes  $\{011\}\langle 100 \rangle$ ,  $\{011\}\langle 011 \rangle$ .

L'acier complètement ferritique au départ, a subi un recuit dans le domaine biphasé ( $\alpha+\gamma$ ). A ce stade, la ferrite se recristallise avant que soit terminée la formation de l'austénite. Selon [Bunge (1996)] l'austénite se forme suivant des relations d'orientations de type Kurdjumov et Sachs avec la ferrite.



Au refroidissement, l'austénite se décompose en ferrite transformée et en austénite résiduelle. Ainsi un grain austénitique peut donner plusieurs grains d'orientations différentes (24 variantes selon les relations du type Kurdjumov et Sachs).

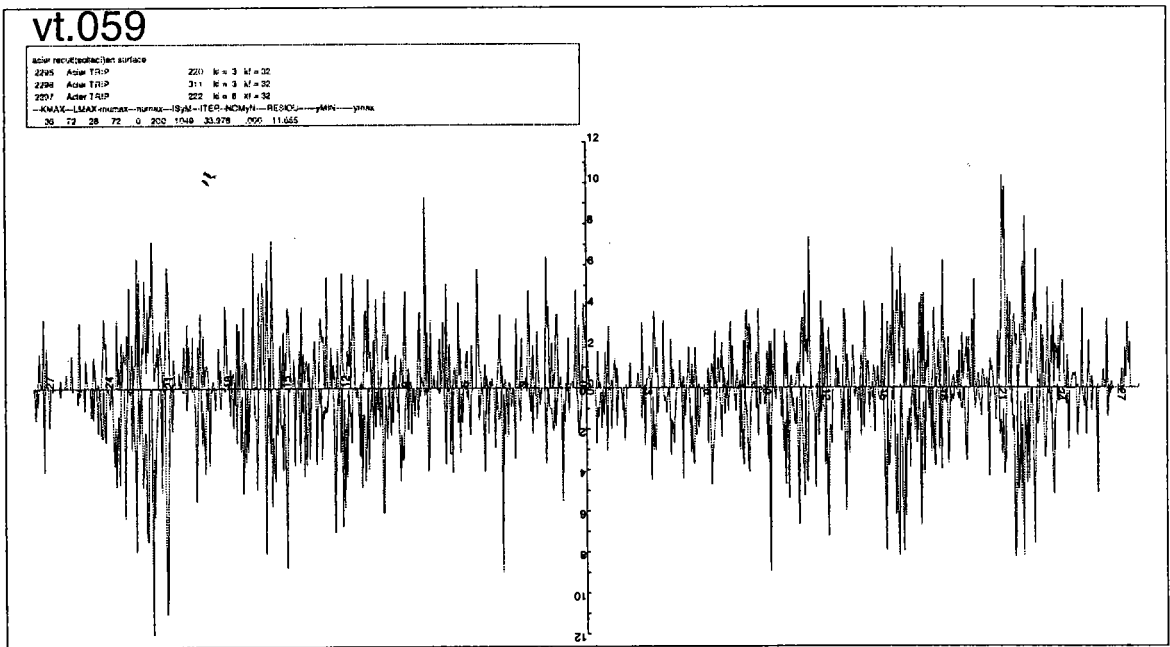
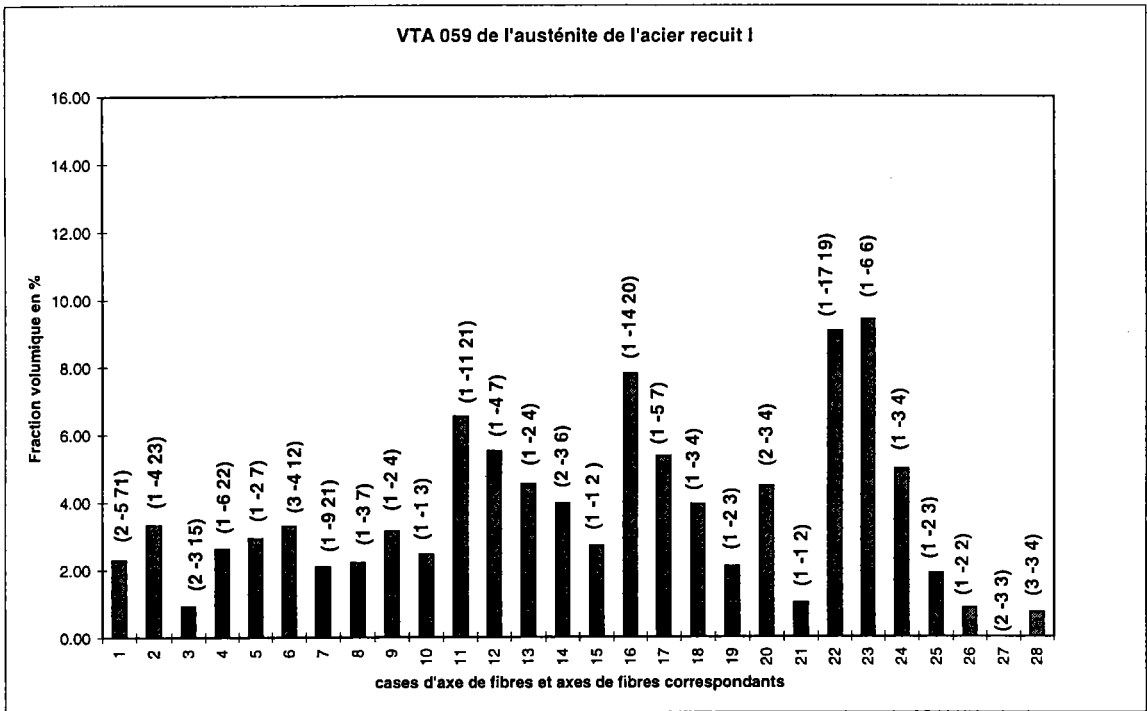
L'examen des vecteurs textures montre que la texture de la ferrite après recuit est atténuée, avec en plus un renforcement des composantes les plus faibles. Toutes les composantes qui sont proches de (0-11) ont augmenté. Ceci a pour origine la ferrite transformée issue de la décomposition de l'austénite  $\gamma$  suivant des relations d'orientations de type  $\{111\}\gamma // \{011\}\alpha$ .

#### 4.2.2.4 Phase austénitique

L'analyse de la fonction de distribution des orientations axiales (figure 4-17) montre que les composantes les plus fortes sont proches de  $\{011\}$ . La somme des fractions volumiques des axes de fibres les plus forts correspondant aux numéros de cases 23, 22, 16, 17. Elle constitue une fraction volumique de 32% du volume total. On note aussi que les composantes  $\{111\}$  ont presque complètement disparu.

Le vecteur texture montre une texture bien marquée et que les orientations les plus fortes sont proches de  $\{011\}\langle 112 \rangle$ .

On constate que le vecteur texture présente une symétrie orthorhombique. On peut donc réduire l'étude à un seul quadrant en faisant une symétrisation du vecteur texture. Nous avons représenté dans la figure 4-18 la fraction volumique des trois composantes les plus fortes ( $1\bar{6}$  6), ( $1\bar{17}$  19) et ( $1\bar{14}$  20) en fonction de  $\zeta$  (varie de 0 à  $\pi$ ) et qui donne la direction  $\langle uvw \rangle$  parallèle à DL. On retrouve bien les orientations idéales  $\{110\}\langle 112 \rangle$  de texture de laminage des métaux cubiques à faces centrées constatées lors de l'analyse qualitative des figures de pôles. La composante  $\{110\}\langle 112 \rangle$  est la plus forte.



**figure 4-17: vecteurs texture de l'austénite résiduelle de l'acier recuit I**

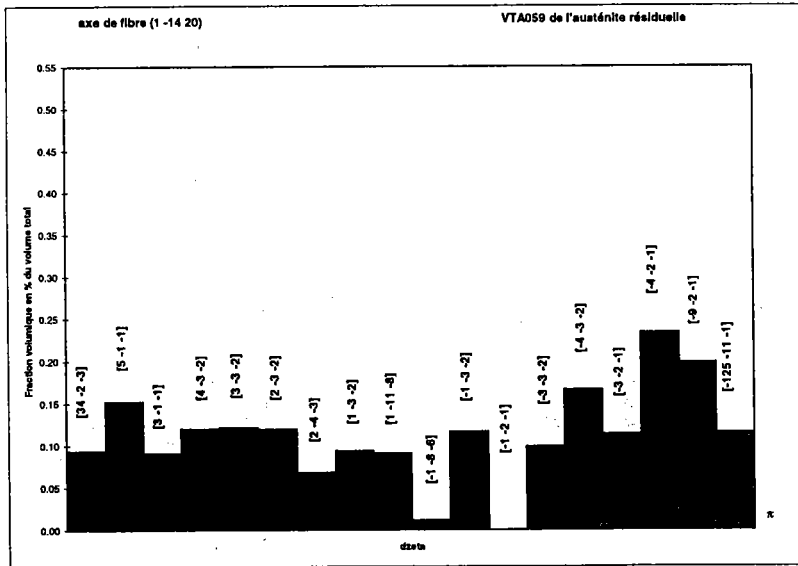
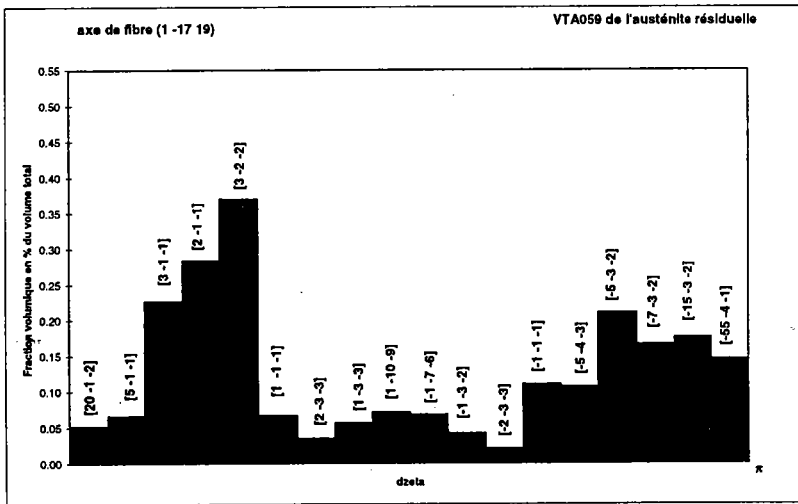
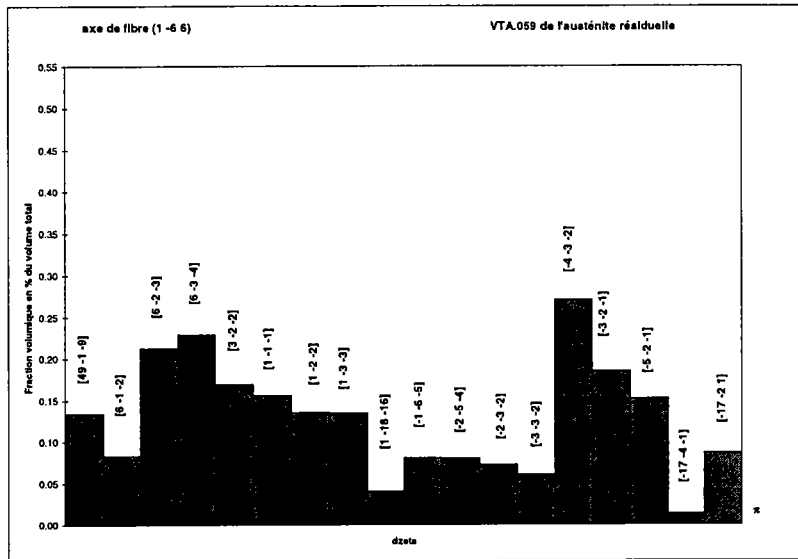


figure 4.18: fraction volumique des composantes des axes de fibres (1 6 6), (1 17 19), (1 14 20) en fonction de dzeta donnant la direction  $\langle uvw \rangle$  parallèle à DL.

#### 4.2.2.5 Comparaison entre l'acier recuit I et l'acier recuit II

Nous allons comparer la texture de la ferrite de l'acier recuit I à celle de l'acier recuit II, et nous ferons la même chose avec l'austénite résiduelle. Nous avons donc superposé les vecteurs textures axiales:

- Pour la ferrite (figure 4-19): on constate que la fraction volumique des composantes proches de (110) de l'acier recuit II est inférieure à celle de l'acier recuit I. Ceci nous montre que la fraction volumique de la ferrite transformée de l'acier recuit I est supérieure à celle de l'acier recuit II.

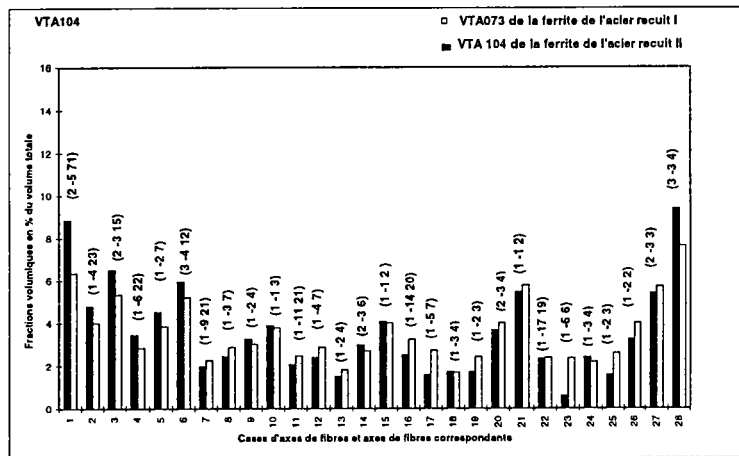


figure 4-19: superposition des 2 VTA de la ferrite de l'acier recuit I et celle de l'acier II

- Pour l'austénite résiduelle (figure 4-20): on constate que la fraction volumique des composantes proches de (110) de l'acier recuit II est supérieure à celle de l'acier recuit I. On peut déduire de cette comparaison que si la fraction volumique de l'austénite résiduelle augmente, celle de la ferrite transformée diminue.

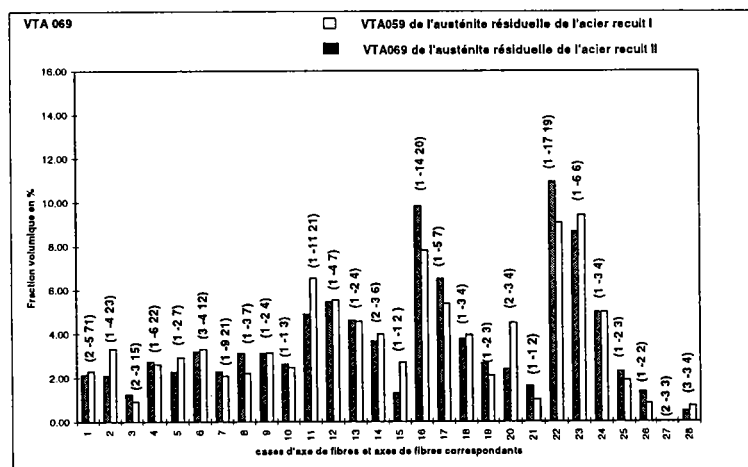


figure 4-20: superposition des 2 VTA de la ferrite de l'acier recuit I et celle de l'acier recuit II.

### 4.3 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'analyse quantitative de la texture de l'acier brut et de l'acier recuit. A partir des résultats présentés, on peut conclure:

- que la texture de la ferrite est très marquée, caractéristique de la texture de laminage des matériaux cubiques centrés, avec comme orientations idéales:  $\{112\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ ,  $\{100\}\langle 110\rangle$ .
- que la texture de recristallisation de la ferrite de l'acier recuit est semblable à celle de la ferrite de l'acier brut de laminage, avec une atténuation des composantes les plus fortes et renforcement des composantes les plus faibles. Ce dernier cas avait pour origine la transformation de phases austénite  $\rightarrow$  ferrite, qui s'est faite selon des relations d'orientations bien particulières.
- que la texture de l'austénite est très marquée, caractéristique des matériaux cubique à faces centrées, avec comme orientation idéale  $\{110\}\langle 112\rangle$ .
- Les composantes  $\{111\}\langle uvw\rangle$  de l'austénite sont quasiment absentes.

# CHAPITRE 5

## Etude de gradient de texture

### 5.1 Synthèse des résultats antérieurs

De nombreux auteurs ont noté l'existence d'une variation de la texture de la surface au coeur dans le cas des tôles laminées à froid.

L'hétérogénéité de texture a pour origine le frottement entre cylindres-métal, et un paramètre géométrique défini par le rapport de la longueur de contact " $l_c$ " des cylindres avec l'épaisseur " $d$ " de la tôle [Truskowski (1980)] [Asbeck(1978)].

( $l_c$  étant la longueur projetée du contact entre les cylindres et le métal,  $d$  est l'épaisseur moyenne de la tôle) (figure 5-1).

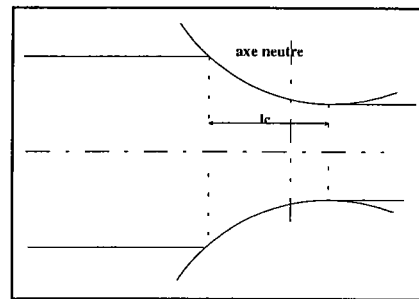


figure 5-1: illustration schématique montrant la longueur de contact  $l_c$  des cylindres avec la tôle.

Le frottement induit uniquement une texture hétérogène en surface, observée jusqu'à une profondeur inférieure à 0.05 mm. Il a un effet mineur sur la variation de la texture à travers l'épaisseur du métal.

Par contre, la variation du paramètre géométrique de la fente de laminage  $l_c/d$  a un effet important sur la variation de la texture.

D'après ces auteurs, la texture est hétérogène pour des valeurs de  $l_c/d$  inférieures à  $1/2$ , et homogène pour des valeurs supérieures à  $1/2$ .

D'après [Dugan (1994)], une séquence de laminage est régie par deux facteurs bien distinctes: un cisaillement du matériau, dû à l'attaque de la tôle par les cylindres de laminage et un frottement qui est provoqué par le contact matériau / cylindre (figure 5-2).

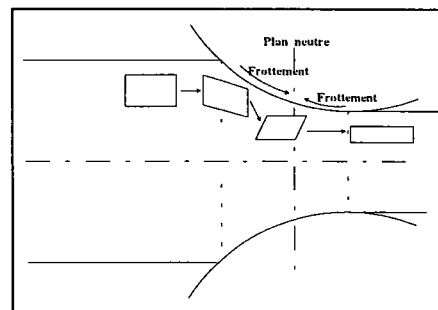
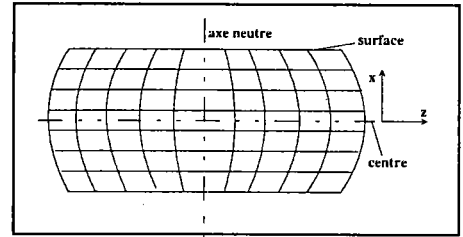


figure 5-2: illustration schématique montrant la déformation d'un élément de volume durant le laminage.

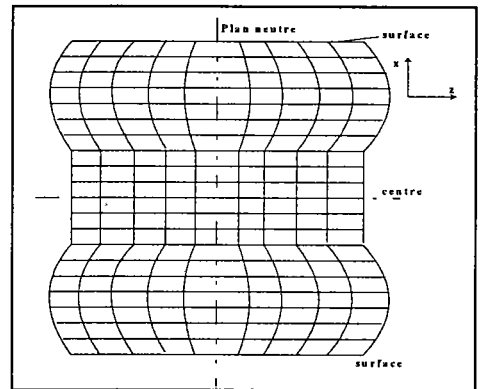
[Asbeck et Mecking (1978)] ont constaté lors d'un suivi de la déformation d'un élément de volume de la tôle dans une séquence de laminage que dans le cas où :

- $l_c / d > 0.5$  (figure 5-3), les éléments du centre sont soumis à une déformation de compression  $\epsilon_{xx}$  et une déformation longitudinale  $\epsilon_{zz} = -\epsilon_{xx}$ . Les éléments loin du centre sont soumis en plus à une déformation de cisaillement  $\epsilon_{xz}$  ( $x =$  normal au plan de cisaillement et  $z =$  direction de cisaillement). Cette déformation de cisaillement est de signe opposée de part et d'autre de l'axe neutre et de l'axe central.



**figure 5-3:** illustration schématique montrant la déformation d'un élément de volume dans le cas où  $l_c/d > 0.5$ .

- $l_c / d < 0.5$  (figure 5-4), la valeur de la déformation de cisaillement varie de la surface jusqu'au coeur. Près de la surface sa valeur se rapproche de celle de la déformation de compression  $\epsilon_{xx}$  et décroît en allant vers le coeur où elle devient nulle.



**figure 5-4:** illustration schématique montrant la déformation d'un élément de volume dans le cas où  $l_c/d < 0.5$

Ces auteurs déduisent que l'hétérogénéité de la pénétration de la déformation de cisaillement à travers l'épaisseur du matériau est probablement la source du gradient de texture observée dans les matériaux laminés.

[Raab et Lücke(1994)] ont constaté dans le cas des aciers de 10 à 17 % de Cr et 3% Si après laminage à froid une texture au centre de composantes fortes  $\{001\}\langle 110 \rangle$  et en surface  $\{111\}\langle 112 \rangle$ . Cette hétérogénéité de texture est héritée de celle du laminage à chaud où ils ont observé au centre les composantes fortes  $\{111\}\langle 112 \rangle$ ,  $\{114\}\langle 110 \rangle$ ,  $\{001\}\langle 110 \rangle$ , en surface les composantes fortes de cisaillement  $\{110\}\langle 001 \rangle$ .

Toutes ces études ont généralement mené à une modélisation de la texture en fonction de la profondeur [Van Houte (1988)].

Le problème d'une texture hétérogène est important, et spécialement dans l'analyse des composantes de texture dans le métal laminé et leurs transformations durant la recristallisation ou le changement de phase.

Dans le cas de notre acier, le recuit s'accompagne d'un changement de phases (figure 5-5).

La microstructure et la proportion des phases varient lorsqu'on fait varier les paramètres de recuit (température, temps de maintien, vitesse de refroidissement). Ces paramètres peuvent induire le même effet selon l'épaisseur de la tôle. Par exemple, dans le cas d'un fort gradient de vitesse de refroidissement, on aura une forte différence entre les fractions volumiques et la nature des constituants formés entre la surface et le coeur. (figure 5-6). Si de telles variations sont importantes, ceci induit une variation de texture selon l'épaisseur.

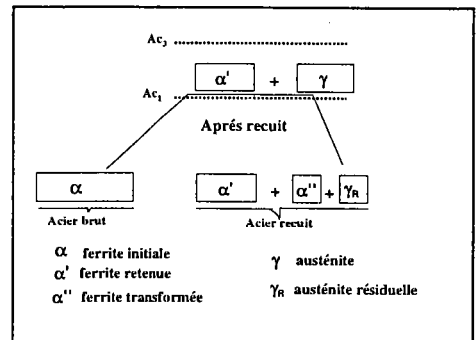


figure 5-5: illustration schématique d'un recuit intercritique

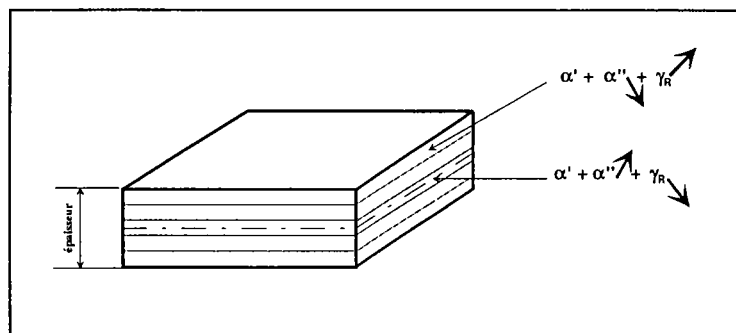


figure 5-6: illustration schématique montrant la variation des phases selon l'épaisseur de la tôle.

Ce chapitre sera consacré donc à l'étude de la variation de la texture.

Avant d'entamer une telle étude nous allons voir en premier lieu, s'il y a variation de la fraction volumique de l'austénite résiduelle selon l'épaisseur.



## 5.2 Quantité d'austénite résiduelle selon l'épaisseur

### 5.2.1 Préparation des échantillons

Les tôles sont découpées en petits carrés de dimensions 20\*20 mm<sup>2</sup>. L'épaisseur initiale est de 1.1 mm. On a effectué un amincissement chimique des échantillons à l'acide chlorhydrique, puis un polissage avec des papiers de granulométrie décroissante (800, 1000, 1200, 2400, 4000) et enfin un polissage au diamant (6, 3, 1, ¼ de µm).

L'échantillon est aminci successivement par enlèvement d'une couche de 0.05mm. L'épaisseur 0.55 mm correspond au coeur l'échantillon.

### 5.2.2 Evaluation de la quantité d'austénite résiduelle après amincissement

Après chaque amincissement les échantillons sont examinés par rayons X. Nous avons réalisé des diffractogrammes intégrés associés aux mesures de figures de pôles.

La figure 5-7 montre la variation des profils des raies de l'austénite résiduelle selon l'épaisseur de la tôle. On constate que l'intensité relative des raies diminue en surface (e= 1.1 mm) et à coeur (e= 0.55 mm).

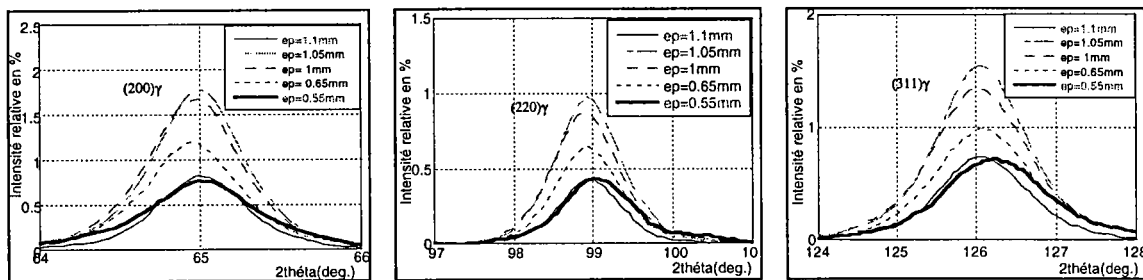


figure 5-7: variation des profils des raies de l'austénite résiduelle {(200), (220), (311)} selon l'épaisseur de l'acier recuit I.

On a évalué la quantité d'austénite résiduelle après chaque amincissement (figure 5-8). On constate une faible quantité d'austénite résiduelle en surface. Elle augmente après un amincissement de 0.05mm, puis diminue de nouveau.

La faible quantité d'austénite résiduelle observée en surface est due à la

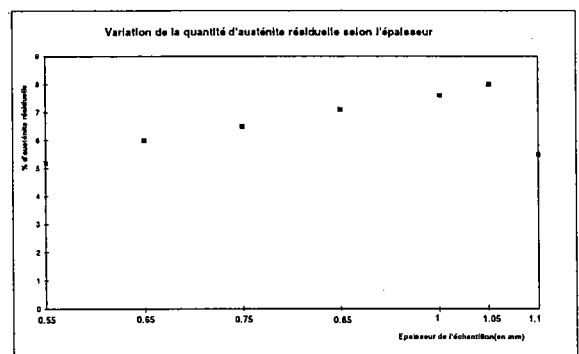


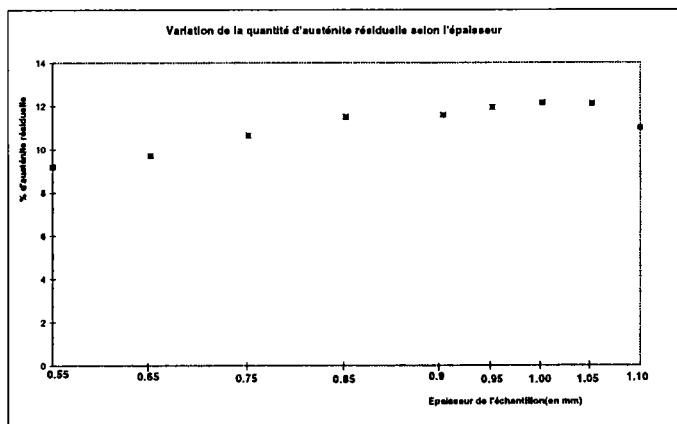
figure 5-8: variation de la fraction volumique de l'austénite résiduelle selon l'épaisseur de l'échantillon de l'acier recuit I.

décarburation de l'acier. La décroissance selon l'épaisseur est due à l'effet des paramètres de recuit, principalement la vitesse de refroidissement.

Notre échantillon est refroidi à une vitesse de 14 °C/s. Si on admet que le coeur de l'échantillon est moins refroidi que la surface, alors la quantité d'austénite résiduelle décroît selon l'épaisseur.

### **Remarque:**

Pour l'acier recuit II, on a constaté aussi une variation de la fraction volumique de l'austénite résiduelle selon l'épaisseur (figure 5-9).



**figure 5-9:** variation de la fraction volumique de l'austénite résiduelle selon l'épaisseur de l'échantillon de l'acier recuit II.

### **5.3 Evaluation du gradient de texture**

Nous étudions le gradient de texture de:

- l'acier brut de laminage à froid: phase ferritique
- l'acier recuit I: phase ferritique et phase austénitique

Toutes les figures de pôles sont réalisées dans les mêmes conditions de mesure.

On mesure pour la ferrite de l'acier brut et de l'acier recuit les figures de pôles des plans suivants (110), (200), (211).

Pour l'austénite on mesure les figures de pôles des plans (111), (200), (220) et (311).

Pour l'analyse quantitative de la texture on ne prend pas les plans (110) de la ferrite et (111) de l'austénite car leur position est très rapprochée.

Les résultats sont illustrés par des figures de pôles mesurées en surface, en zone intermédiaire et à coeur. On indiquera les valeurs des densités des niveaux choisis uniquement sur les FDP

mesurées en surface et on garde les mêmes valeurs pour les FDP mesurées en zone intermédiaire et à coeur.

On fait une comparaison qualitative en examinant les FDP et une comparaison quantitative en utilisant la fonction de densité axiale et la fonction de densité d'orientation représentée par le vecteur texture.

### 5.3.1 Acier brut de laminage (ferrite)

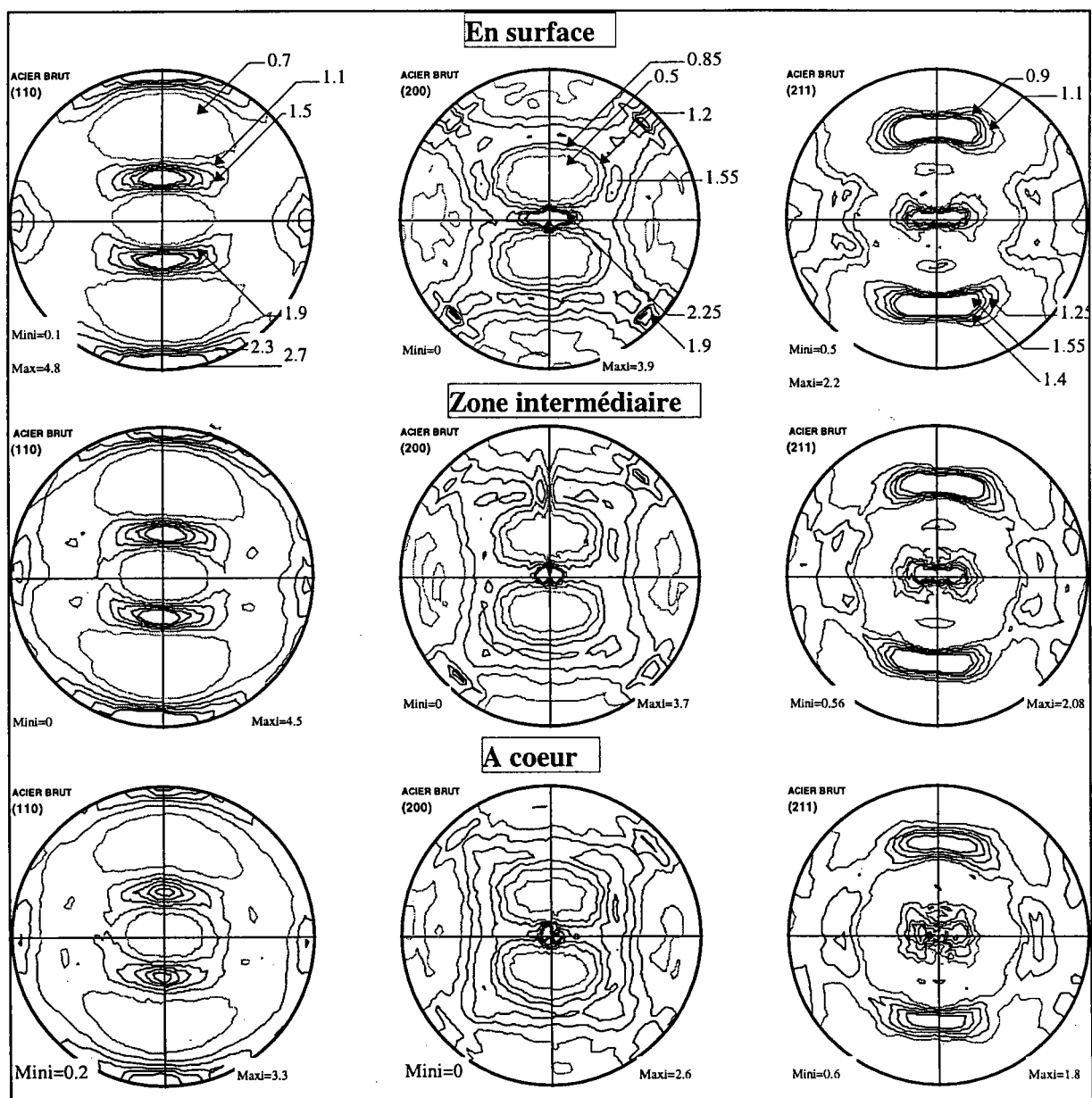


figure 5-10: figures de pôles complètes de la ferrite de l'acier brut en surface, en zone intermédiaire et à coeur

L'examen qualitative des figures de pôles de la surface vers le coeur (figure 5-10) ne montre pas une variation de la texture. Par contre on peut noter que la valeur maximale de l'intensité diminue.

Nous avons superposé le vecteur texture axiale mesuré en surface à celui mesuré à coeur (figure 5-11). On constate qu'à coeur la fraction volumique des composantes les plus fortes allant de (001) à  $(1\bar{1}1)$  diminue, par contre celle des composantes les plus faibles proches de  $(0\bar{1}1)$  augmente. La composante (001) est une composante de texture de cisaillement, il est tout à fait normal qu'elle diminue à coeur, car la surface est plus sollicitée au cisaillement que le coeur.

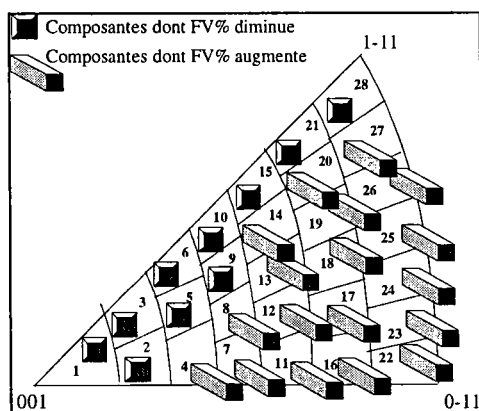
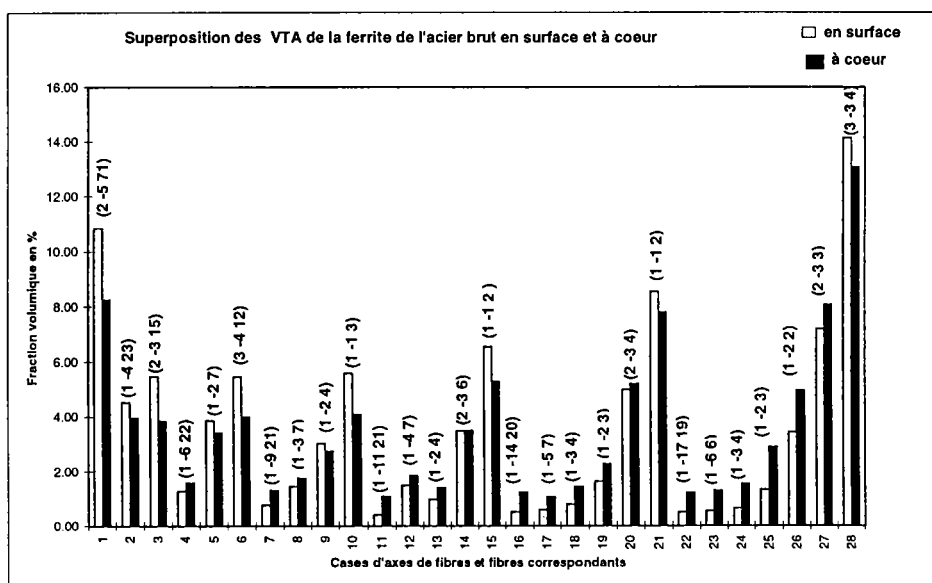


figure 5-11: superposition des vecteurs textures axiales mesurés en surface et à coeur

L'examen des vecteurs textures (figure 5-12) montre une atténuation de la texture à coeur avec un faible renforcement des orientations les plus faibles.

On peut donc dire qu'on a même type de texture, mais pas la même acuité.

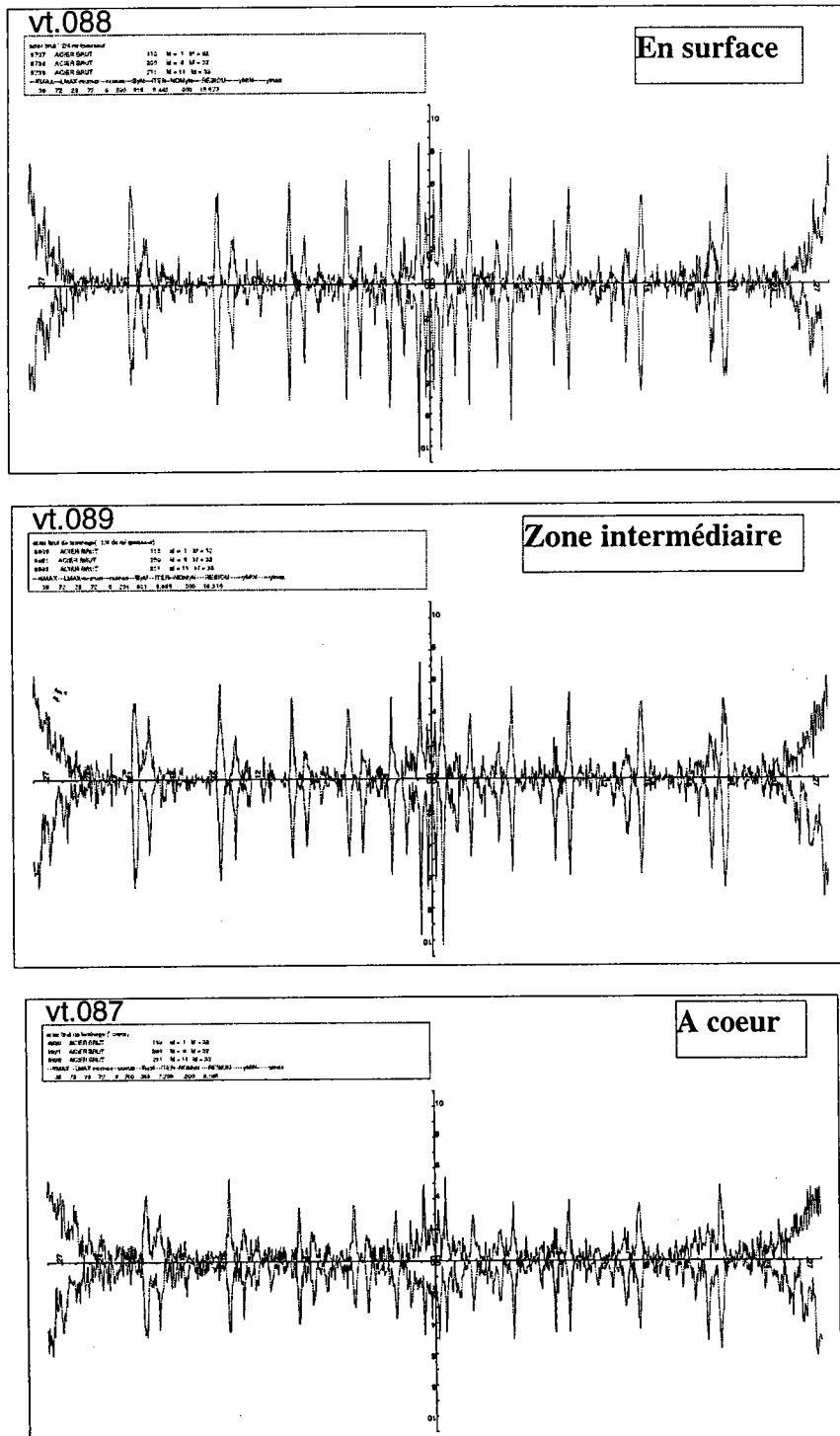


figure 5-12: vecteurs texture en surface, zone intermédiaire et à coeur de la ferrite de l'acier brut

### 5.3.2 Acier recuit I

#### 5.3.2.1 Phase ferritique

L'examen des figures de pôles (figure 5-13) montre une nette variation de la texture. On note que l'intensité maximale diminue.

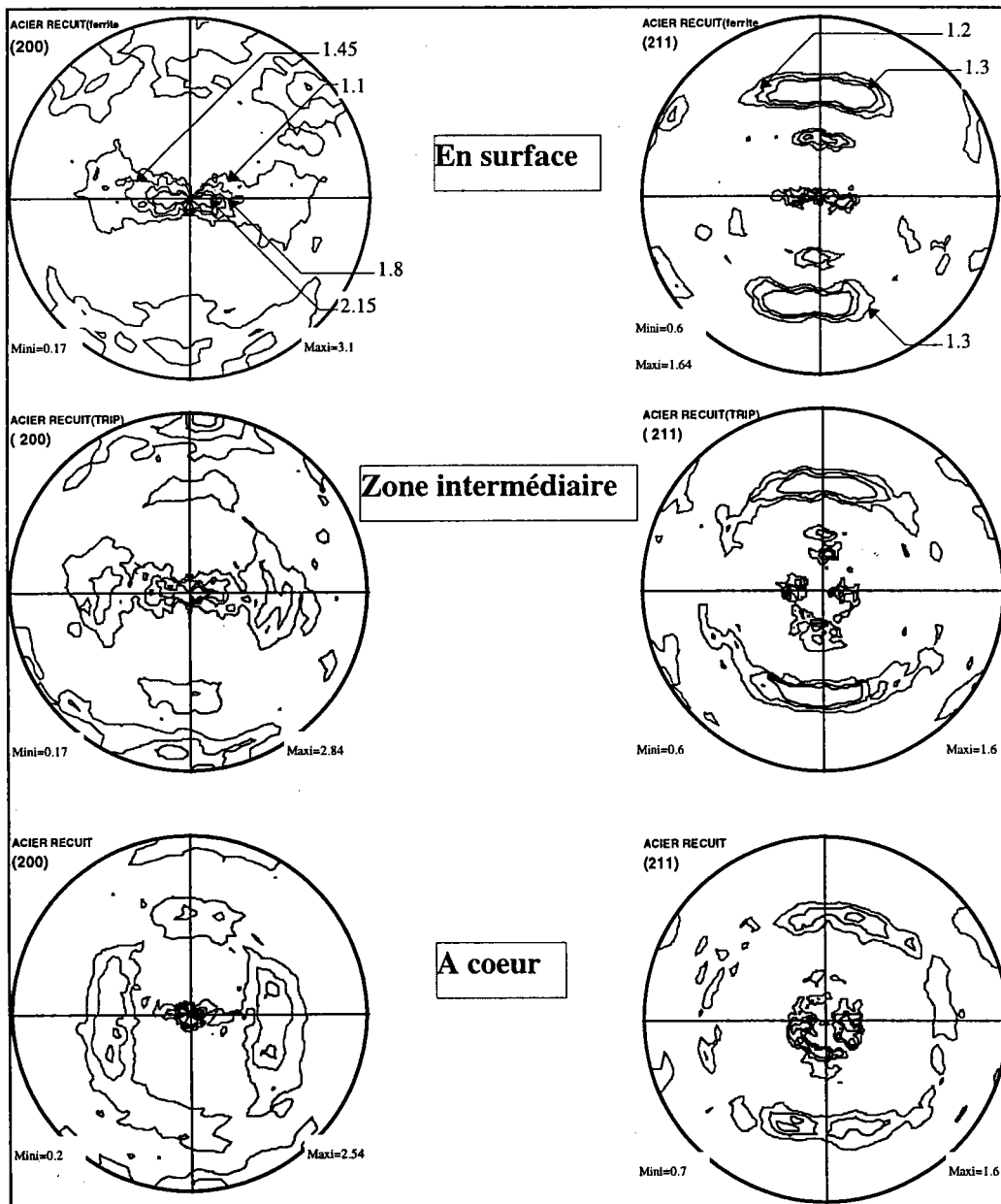
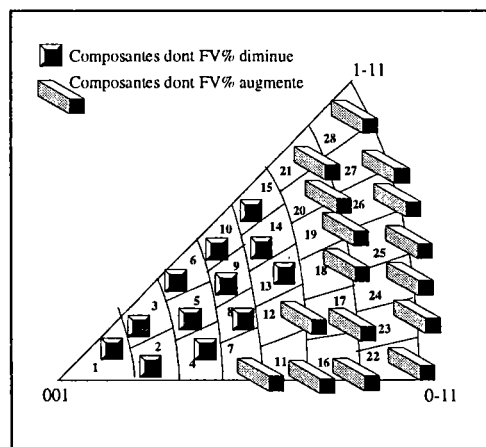
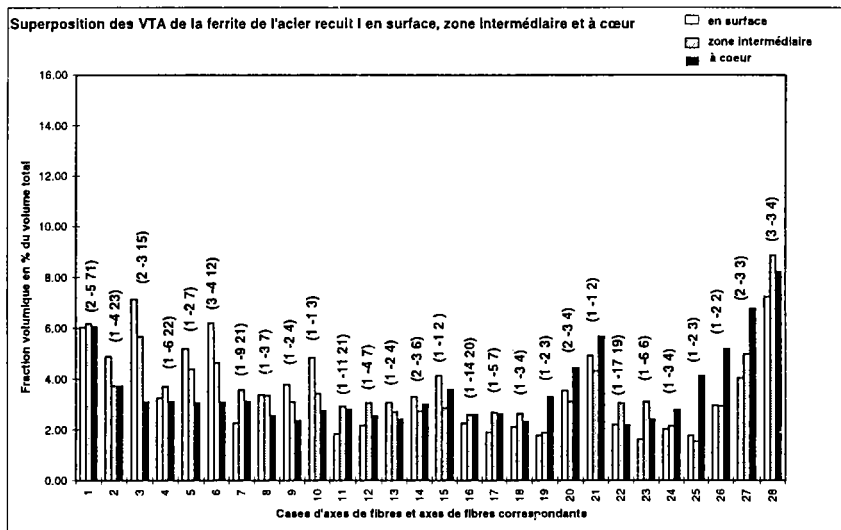


figure 5-13: FDP recalculées montrant la variation de la texture

Nous avons superposé les vecteurs textures axiales (figure 5-14). On constate qu'à coeur la fraction volumique des composantes proches de (001) diminue (on a constaté la même chose dans l'étude de gradient de texture de la ferrite de l'acier brut), tandis que celle des composantes proches de  $(1\bar{1}1)$  et  $(0\bar{1}1)$  augmente.

Si on admet que le changement de phase  $\gamma \leftrightarrow \alpha$  lors de recuit se fait selon les relations d'orientations de type Kurdjumov et Sachs  $\{111\}_\gamma \leftrightarrow \{110\}_\alpha$ , on peut déduire que l'augmentation à coeur de la fraction volumique des composantes proches:

- de  $(0\bar{1}1)$  est due à l'augmentation de la fraction volumique de la ferrite transformée issue de la décomposition de l'austénite après recuit.
- de  $(1\bar{1}1)$  est due au fait que la transformation est moins complète qu'en surface.



**figure 5-14:** superposition des VTA de la ferrite de l'acier recuit I mesurées en surface, zone intermédiaire et à coeur





### 5.3.2.2 Phase austénitique

L'examen des figures de pôles (figure 5-16) montre une nette variation de la texture entre la surface, la zone intermédiaire et le coeur. On constate que l'intensité maximale augmente.

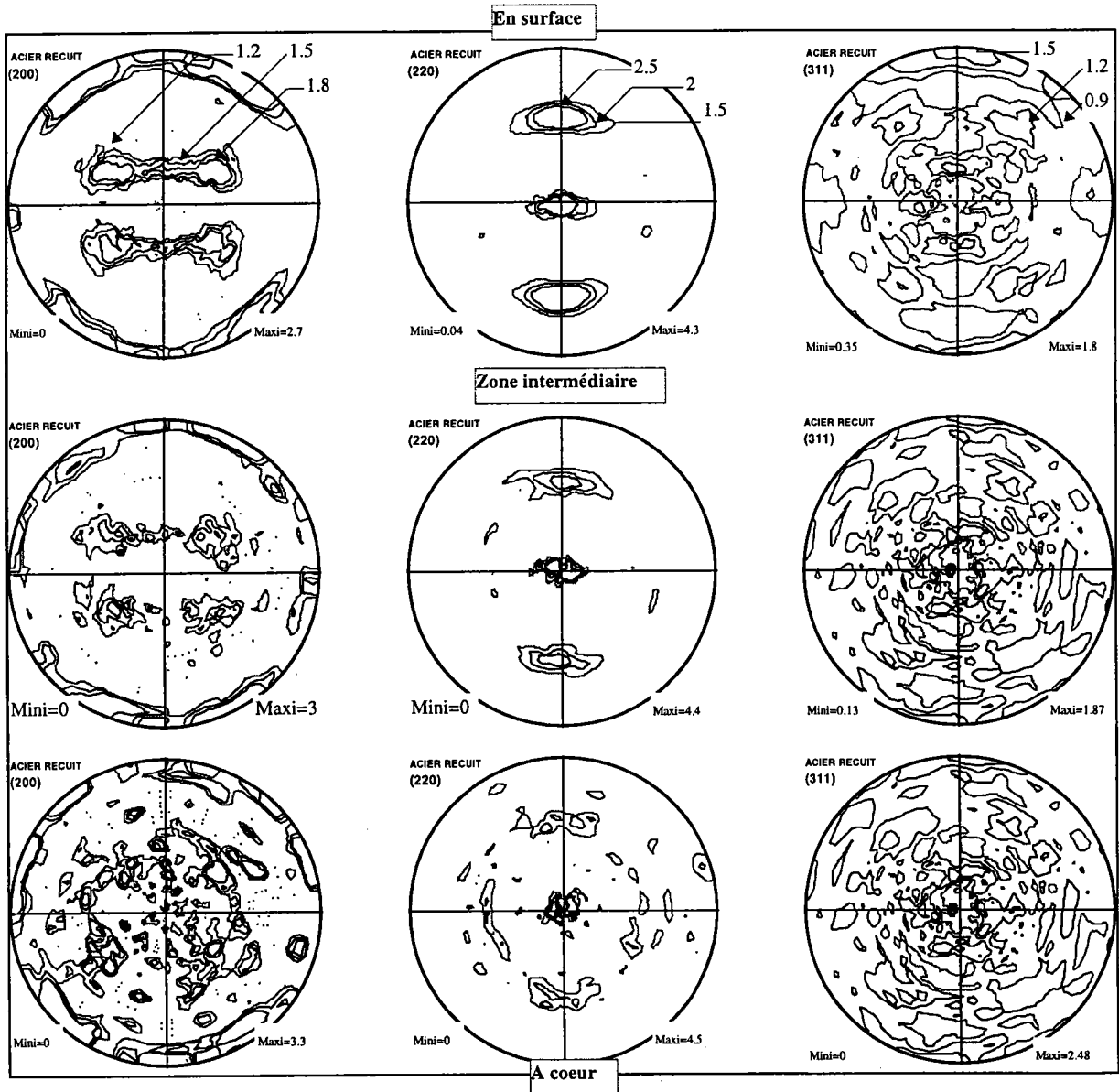


figure 5-16: figures de pôles recalculées de l'austénite résiduelle de l'acier recuit I mesurées en surface, en zone intermédiaire et à coeur.

L'examen des vecteurs texture axiale (figure 5-17) montre qu'à coeur la fraction volumique des composantes les plus fortes proches de  $(0\bar{1}1)$  diminue (à l'inverse de la ferrite où on a constaté une augmentation des composantes proches de  $(0\bar{1}1)$ ), et celle des composantes proches de  $(1\bar{1}1)$  augmente. Ceci montre que les composantes  $(1\bar{1}1)$  ne sont pas complètement transformées à coeur. On peut déduire que la quantité d'austénite résiduelle diminue à coeur, et celle de la ferrite augmente.

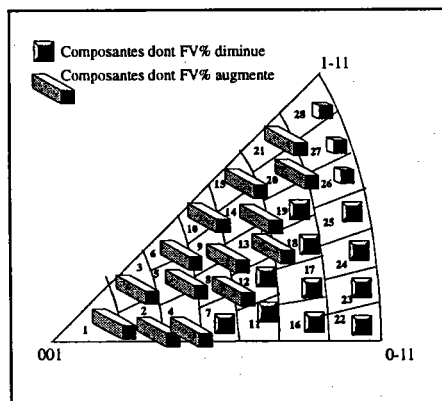
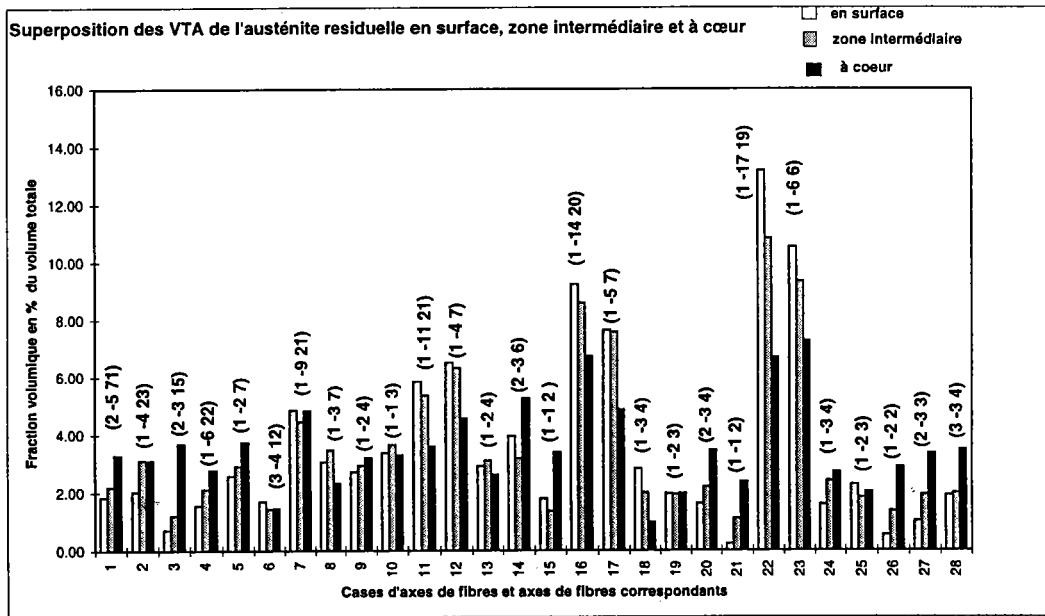


figure 5-17: superposition des VTA de l'austénite résiduelle de l'acier recuit I mesurés en surface, en zone intermédiaire et à coeur.

L'examen des vecteurs texture (figure 5-18) montre une nette variation de la texture, et une augmentation de la densité des orientations proches de  $(1\bar{1}1)$ .

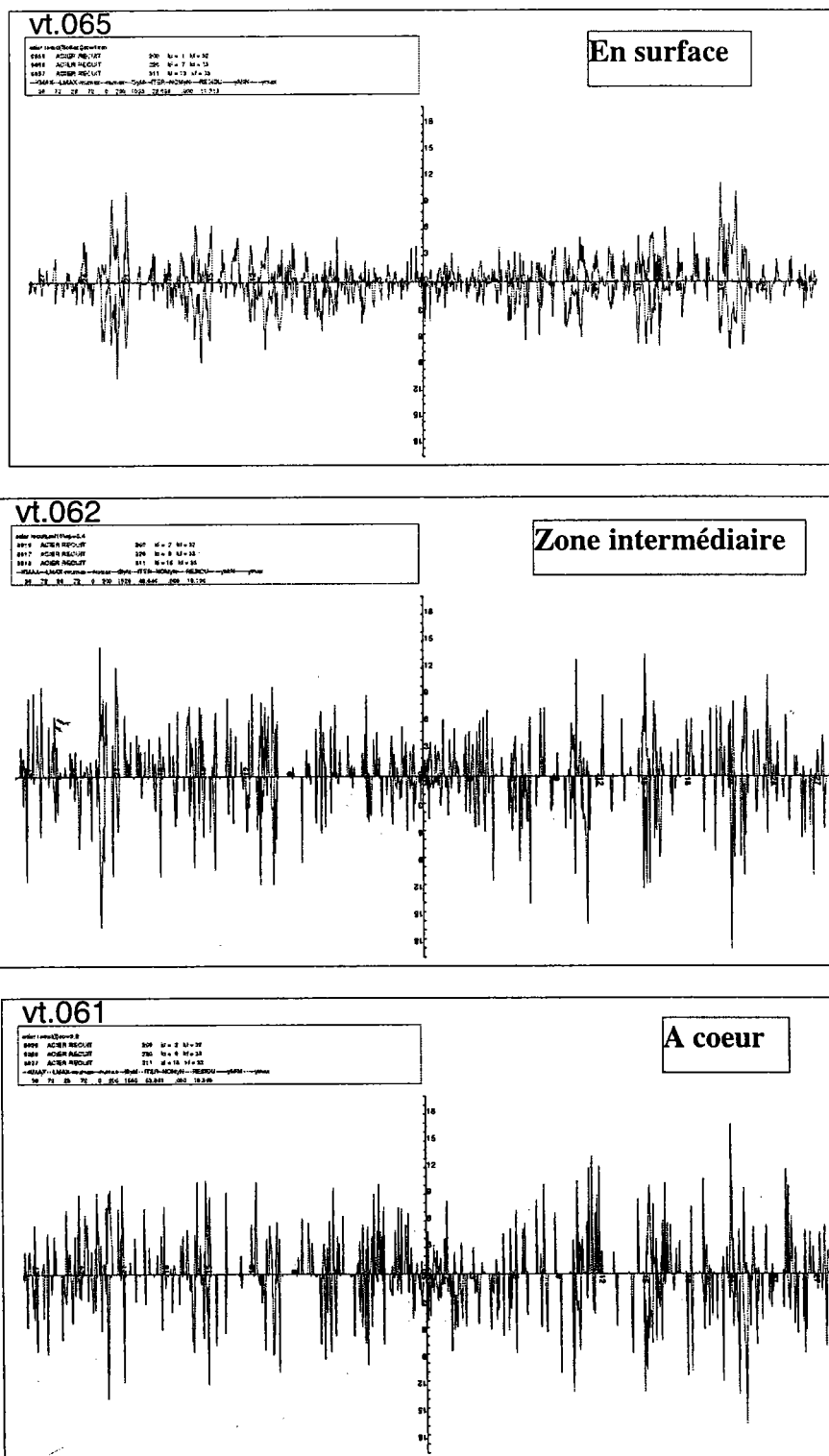


figure 5-18: vecteurs texture de l'austénite résiduelle de l'acier recuit I en surface, en zone intermédiaire et à coeur.

## 5.4 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons étudié la variation des phases selon l'épaisseur de l'acier recuit, ainsi que la gradient de texture. A partir des résultats obtenus, on peut conclure:

- qu'il y a variation des phases selon l'épaisseur. La quantité d'austénite résiduelle diminue à coeur. Ceci est dû au gradient de vitesse de refroidissement.
- que la ferrite de l'acier brut ne présente pas de gradient de texture.
- que la fraction volumique des composantes d'orientations de la ferrite de l'acier recuit augmente à coeur. Ceci a pour origine les composantes de la ferrite transformée issue de la décomposition de l'austénite.
- que la fraction volumique des composantes fortes de l'austénite résiduelle diminue à coeur.

## Conclusion générale

De nombreux travaux effectués portant sur l'effet TRIP, ont été menés sur les aciers fortement alliés, donc nécessitant des coûts de fabrication élevés.

La présente étude a été réalisée sur un acier TRIP faiblement allié, dont la composition chimique et les processus thermomécaniques de fabrication ont été soigneusement contrôlés de telle sorte qu'il a les caractéristiques TRIP. Le dernier processus à contrôler était le recuit.

Nous avons montré qu'il fallait tout d'abord déterminer les températures de changement de phases de l'acier, principalement  $A_{c1}$  et  $A_{c3}$ , puis effectuer un recuit dans le domaine biphasé ( $\alpha+\gamma$ ), pour stabiliser l'austénite résiduelle à la température ambiante.

Nous avons effectué les traitements thermiques de recuit au dilatomètre, et ceci nous a permis de suivre les variations structurales qui interviennent lors d'un cycle de recuit.

Pour l'obtention d'une fraction volumique importante d'austénite résiduelle, nous avons procédé à une optimisation des paramètres de recuit (température, temps de maintien, vitesse de refroidissement).

L'étude expérimentale a montré:

- que la variation des paramètres de recuit permet de faire varier la quantité d'austénite résiduelle, ainsi que la microstructure de l'acier.
- qu'il y a une température de recuit, un temps de maintien et une vitesse de refroidissement optimale pour augmenter la quantité d'austénite résiduelle
- que le maintien à une température bainitique de 400°C, permet d'augmenter la quantité d'austénite résiduelle et l'enrichir en carbone, pour un temps de maintien bainitique bien choisi.

La deuxième partie a été consacrée à la caractérisation de l'effet TRIP d'un acier recuit, et à l'analyse de la texture et gradient de texture de l'acier avant et après recuit.

L'étude réalisée a montré:

- que l'effet TRIP existe dans l'acier avec une faible quantité d'austénite résiduelle (8%).
- que la texture de la ferrite de l'acier présente une texture de composante forte  $\{001\}\langle 110\rangle$  et des composantes moins fortes  $\{111\}\langle 110\rangle$ ,  $\langle 112\rangle\{110\}$ .
- que la texture de recristallisation de la ferrite de l'acier recuit est identique à la texture de laminage, avec un renforcement des composantes les plus faibles.

- que la texture de l'austénite résiduelle est très marquée de composante forte  $\{011\}\langle 112\rangle$ , texture caractéristique des matériaux cubiques à faces centrées.
- qu'il y a variation de la fraction volumique des phases dans l'acier recuit selon l'épaisseur.
- que l'acier brut de laminage ne présente pas une variation importante de gradient de texture.
- que la fraction volumique des composantes de texture pour la ferrite et l'austénite résiduelle de l'acier recuit varie selon l'épaisseur.

Les voies de recherche à conforter dans un avenir proche seraient :

- d'étudier le comportement thermomécanique de l'acier obtenu suivant les conditions optimales de recuit.
- d'étudier la transformation de phases par microscopie électronique à transmission.

## Références bibliographiques

- [*Andrews (1965)*] K. W. Andrews; Journal of the Iron and Steel Institute, pp 721-727, July 1965.
- [*Aranzabal (1997)*] J. Aranzabal, I. Gutierrez, J.M. Rodriguez; Met. Trans., 28A, p 1143, (1997)
- [*Asbeck (1978)*] H. O. Asbeck, H. Mecking; Mater. Sc. Eng., 34, pp 111-119, (1978)
- [*Averbach (1948)*] B. L. Averbach, and M. Cohen " X-Ray determination of retained austenite by integrated intensities", Metals Technology, 15, February (1948)
- [*Bain (1924)*] E.C. Bain, Trans. AIME, 70, 25, (1924)
- [*Barralis (1997)*] J. Barralis, G. Maeder, " Précis Métallurgie", ed. Nathan, (1997)
- [*Bangaru (1982)*] N. V. Bangaru and A. K. Sachdev; Metall. Trans., 13 A, p1899, (1982)
- [*Bhandarkar (1972)*] D.Bhandarkar, V. F. Zackay, & E. R. Parker; Met.Trans., 3, p 2619, (1972)
- [*Bunge (1965)*] H. J. Bunge; Z. Metallkunde, 56, 872, (1965)
- [*Bunge (1996)*] H. J. Bunge, Institut für Metallkunde und Metallphysik, TU Clausthal, FRG, rapport interne, (1996).
- [*Burke (1970)*] J. Burke; Journal of the Iron and Steel Institute; Auguste (1970)
- [*Brückner (1996)*] G. Brückner, J. Pospeich, Icotom 11, Editor International Academic Press, (1996)
- [*Chen (1989)*] H. C. Chen, H. Era, and M. Shimizu; Metall. Trans..A, 20A, p 437, (1989)
- [*Chung (1993)*] J. H. Chung and Y.W. Chang "Deformation and Transformation Process of a Multi-phase Sheet Steel Containing Retained Austenite", Tetsu-to-Hagane, 79, pp 47-52, (1993)
- [*Colomb (1972)*] P. Colomb, " Les textures dans les métaux de réseau cubique", Dunod, Paris (1972)
- [*Cullity(1967)*] B. D. Cullity "Elements of X-RAY diffraction", Addison-Wesley Publishing Company, Inc. February (1967)
- [*Dickson (1969)*] M.J. Dickson; Journal of Applied crystallography , 2, p 176, (1969)
- [*Dugan (1994)*] B. J. Dugan, C. S. Lee, R. E. Smallman; Materials Science Forum, Vol. 157-162, pp 659-664, (1994)
- [*Durand (1961)*] E. Durand; Solutions des équations numériques, tome 2, collection Masson, (1961).
- [*Durnin (1968)*] J. Durnin and K. A. Ridal; Journal of Iron and Steel Institute, p 60, January (1968)
- [*Edmondson (1957)*] B. Edmondson; Acta Met., 5, 208, (1957).
- [*Fahr (1971)*] D.Fahr; Met.Trans., 2, p.1883, (1971)
- [*Gerberich (1971)*] W. W. Gerberich, P. L. Hemmings, and V. F. Zackay; Met. Trans., 2, p2243, (1971)
- [*Guinier (1964)*] A. Guinier "Théorie et Technique de la radiocristallographie", Dunod, Paris, 1964
- [*Guluberg (1966)*] R. Guluberg and R. Lagneborg " Transactions of the Metallurgical Society of AIME", 236, p1482, (1966)

[Hall (1969)] J. A. Hall, V. F. Zackay, and E. R. Parker; Trans. ASM., 62, p 965, (1969)

[Hanzaki (1997)] Z. Hanzaki, P. D. Hodson, S. Yue; Met. Trans., 28 A, p 2405, (1997)

[Imai (1965)] Y. Imai, M. Izumiyama, and M. Tsuchiya, Sci. Rept. Res. Inst. Tohoku Univ., vol A17, p. 173, (1965).

[Kurdjumov et Sachs (1930)] G. Kurdjumov, G. Sachs; Z. Phys, 64, 225, (1930).

[Lecroisey (1972)] E. Lecroisey and A. Pineau; Met. Trans., 3, p387, (1972)

[Leslie (1981)] W. C. Leslie ; " The physical Metallurgie of Steels ", McGraw-Hill, Tokyo, p 189, (1981)

[Ludwigson (1969)] D. C. Ludwigson and J. A. Berger; J. Iron Steel Inst., 207, p63, (1969)

[Macherauch et Al (1973)] E. Macherauch, H. Wohlfart, V. Volfsteig, HTM, 28, p201, (1973)

[Maki (1990)] T. Maki; Materials Science Forum, 157, pp 56-58, (1990)

[Morris (1979)] J. W. Morris, R. A. Kot " Structures and properties of dual-phase steels ", Publication of the Metallurgical Society of AIME, p 363, (1979)

[Matsumura (1987)] O. Matsumura, Y. Sakuma, H. Takechi; Trans. ISIJ, 27, p571, (1987)

[Matsumura (1992)] O. Matsumura, Y. Sakuma, Y. Ishii and J. Zhao; ISIJ International, 32, p 1110, (1992)

[Machlin (1951)] E. S. Machlin and M. Cohen ; Trans. AIME, 191, 746, (1951)

[Maxwell (1974)] P. C. Maxwell, A. Golberg, & J.C. Shyne; Metallurgical Transactions, 15, p1305, (1974)

[Miller (1964)] R. L. Miller "A rapid X-ray method for the determination of retained austenite", Transaction of ASM, 57, p 892, (1964)

[Miller (1968)] R.L. Miller, ' Volume fraction analysis of phases in textured alloys', Transaction of ASM, 61, p 592, (1968).

[Narasimha (1982)] E. Narasimha, V. Bangaru, K. Sachdev, 13A, p 1899, (1982)

[Nishiyama (1978)] Zenji Nishiyama, "Martensitic Transformation", ed Academic Press London, (1978)

[Nishiyama (1934)] Z. Nishiyama; Sci. Rep. Res. Inst.; Tohoku Univ., 23, 638, (1934).

[Olson (1972)] Olson. G. B et M.Cohen "Journal of less common metals", 28, (1972)

[Raabe (1994)] D. Raabe, B. Mulders, K. Lüke; Materials Sciences , vol 157-162, p 841, (1994)

[Robert (1969)] C. Robert, Ruhl and Morris Cohen; Trans. AIME, 245, pp 241-251, (1969)

[Roe (1966)] R. J. Roe; J. Appl. Cryst., 39, 2024, (1966)

[Ruer (1976)] D. Ruer "thèse d'état. Univ. Metz", (1976)

[Sachdev (1983)] A. K. Sachdev; Acta. Metall, 31, p 2037, (1983)

[Sangal (1985)] S. Sangal, N.C. Goel, K. Tangri ; Metall. Trans., 16A, p2023, (1985)

[Sakuma (1988)] Y. Sakuma, O. Matsumura, H. Takechi, Y. Ishii and M. Usuda; Transactions ISIJ, 28, B-32, (1988)



- [Sakuma (1990)] Y. Sakuma, D. K. Matlock and G. Krauss; J. Heat treating, , 8, N°2, p109, (1990)
- [Sakuma (1991)] Y. Sakuma, O. Matsumura and O. Akisue; ISIJ International, 31, p 1348, (1991)
- [Sakuma (1991)B] Y. Sakuma, S. Matsumura and H. Takechi; Metall.Trans., 22A, p 489, (1991)
- [Speich (1981)] G. R. Speich, V. A. Demarest, and R. L. Mille "formation of austénite during intercritical annealing of dual-phase steels", Metallurgical Transactions A, 12A, p1419, (1981)
- [Sugimoto (1992)] K. Sugimoto et Al. "Effects of volume fraction and stability of retained Austenite on ductility in TRIP-Aided Dual- Phase steel sheets", Tetsu-to-Hagane, 78, pp1480-1487, (1992)
- [Sugimoto (1993)] K. Sugimoto et Al " Effects of second phase morphology on retained austenite morphology and tensile properties in à TRIP-aided dual-phase phase steel sheet', ISIJ International, 33, pp775-782, (1993)
- [Tamarat (1995)] Karim Tamarat (thèse) "Transformations martensitiques et phénomènes associés dans un acier à mémoire de forme Fe-Mn-Si", Paris 6, (1995)
- [Tamura (1970)] I. Tamura, T. Maki, and H. Hato; Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 10, pp 163-172, (1970)
- [Tamura (1982)] I. Tamura; " Déformation-induced martensitic transformation and transformation - induced plasticity in steels", Metal Science, vol.16, May 1982
- [Truskowski (1980)] W. Truskowski, J. Kroll, B. Major; Met. Trans. A, 11A, p 749, (1980)
- [Tsukatani (1991) & H] I. Tsukatani, S. Hashimoto and T. Inoue; ISIJ International, 31, p 992, (1991)
- [Tsuzaki (1992)] K. Tsuzaki & T. maki, "Bainitic Transformation and Retained austenite in Si-containing steels", The heat Traitement, 32, pp70-75, (1992)
- [Vadon (1981)] A. Vadon "thèse d'état. Univ. Metz", (1981)
- [Van Houte (1988)] P. Van Houte, textures and microstructures, vol. 8 et 9, 313, (1988)
- [Yang (1985)] D.Z. Yang, E.L. Brown, D.K. Matlock, and G. Krauss; Metall.Trans., 16A, p1385, (1985)
- [Yasuki (1990)] S. Yasuki, K. Sugimoto, M. Kobayashi and S. Hashimoto; J. Japan Inst. Metals, 54, p1350, (1990)
- [Zackay (1967)] V. F. Zackay, E. R. Parker, D. Fahr & R. Busch; Trans. ASM, vol.60, pp 252-259, (1967)
- [Wassermann (1933)] G. Wassermann; Arch. Eisenhüttenwesen, 16, 647, (1933).
- [Williams (1968)] R. O. Williams; J. Appl. Phys., 39, 4329, (1968)
- [Woherle (1966)] H. R. Woherle, H. R. Clough, and G. S. Ansell ; Trans. ASM, 59, 784, (1966).

## ANNEXE I

### Diffraction des rayons X: principes et matériels

#### I.1 Loi de Bragg:

Pour qu'il y ait diffraction d'une onde dans une direction donnée, il faut que toutes les mailles du cristal, c'est à dire tous les noeuds du réseau diffusent un rayonnement en phase dans cette direction.

La figure I-1 montre la coupe d'un cristal perpendiculaire à une famille de plans réticulaires  $\{hkl\}$  d'équidistance  $d_{(hkl)}$

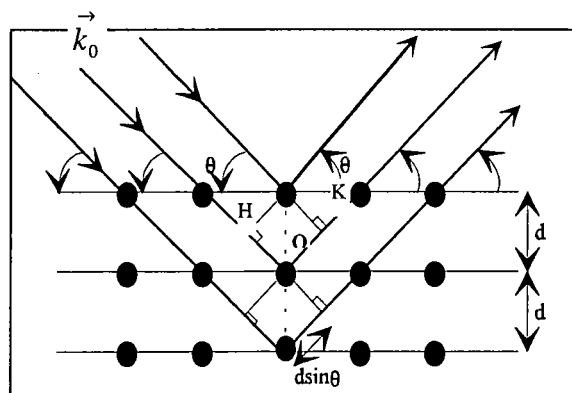


figure I-1: géométrie de la diffraction de Bragg

Soit une onde plane incidente de vecteur d'onde  $\vec{k}_0$ . La différence de marche  $\overline{HO} + \overline{OK}$  entre deux points diffusants situés dans deux plans successifs doit être égale à un multiple de la longueur d'onde:  $\delta = \overline{HO} + \overline{OK} = 2d_{(hkl)} \sin(\theta) = n\lambda$

où:

$d$ : distance interréticulaire (distance entre les plans atomiques),

$\theta$ : angle d'incidence du faisceau par rapport au plan cristallographique,

$\lambda$ : longueur d'onde de rayonnement,

$n$ : nombre entier.

#### 1.2 Matériel utilisé:

Nous avons utilisé un goniomètre multi-figures de pôles équipé d'un générateur de rayons X à anode tournante (figure I-2). L'anticathode utilisée est en fer ( $\lambda K_\alpha = 1.9373 \text{ \AA}$ ). La puissance de l'anode est de 9 kw. Le détecteur à localisation courbe (CPS120 Inel) permet de collecter simultanément les rayons X sur une plage angulaire de  $120^\circ$ .

Il est divisé en 4096 canaux répartis sur un arc de  $120^\circ$ . La résolution théorique de ce détecteur est  $\Delta 2\theta_{\text{théorique}} = 0.029^\circ$  ( $2\theta$ ). Contrairement aux montages utilisant un détecteur classique, il n'y a pas de mouvement du détecteur. Le principal intérêt de ce détecteur associé

à l'anode tournante est de réaliser des mesures de très bonne qualité en un temps beaucoup plus faible que sur les goniomètres classiques.

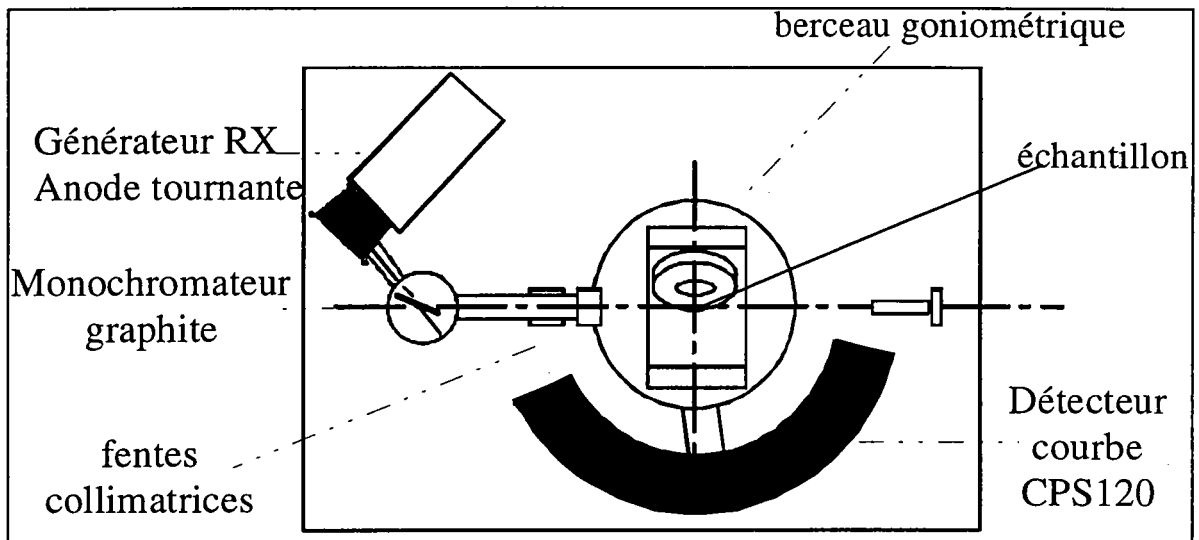
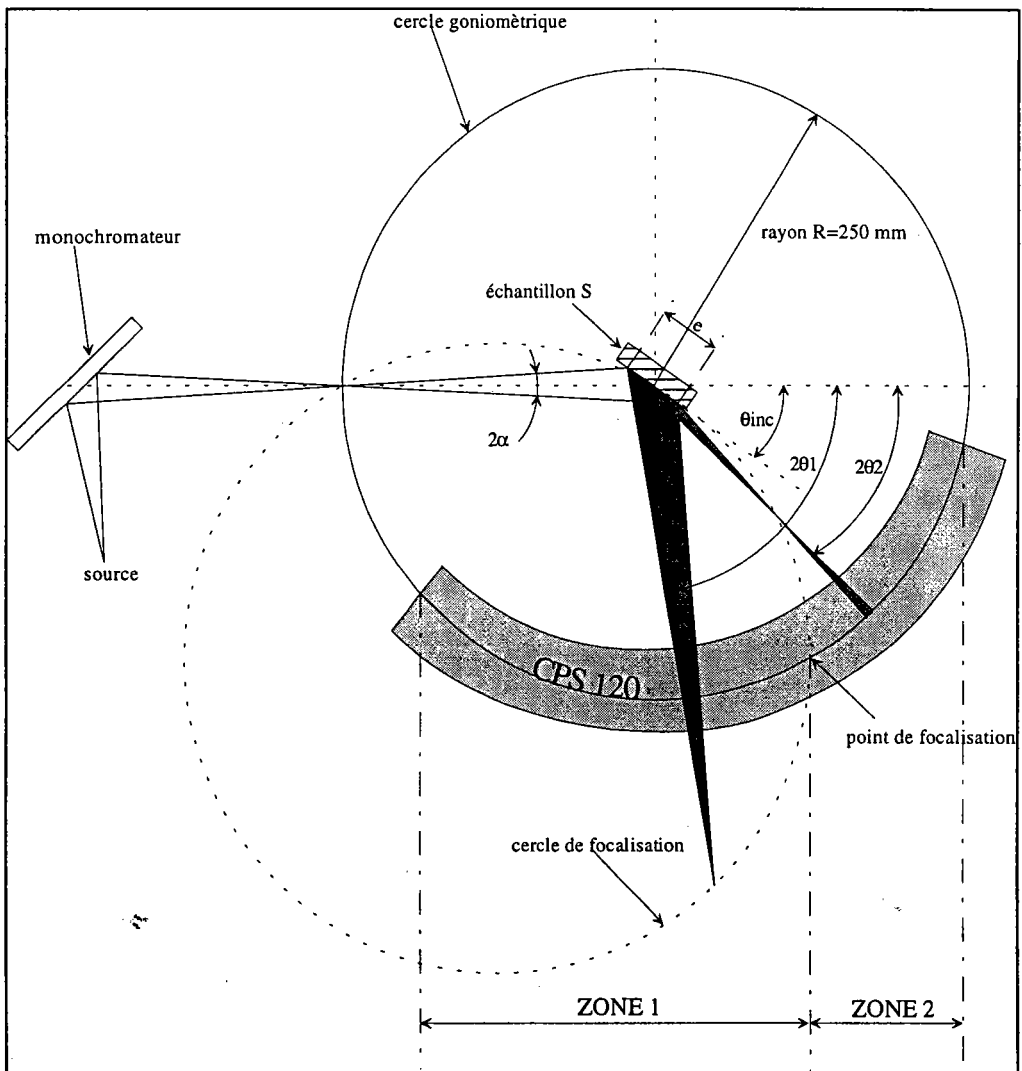


figure I-2: goniomètre de texture

La figure I-3 décrit le schéma optique du montage utilisé au laboratoire. On peut constater que le goniomètre est de type non-focalisant et que deux zones bien distinctes apparaissent:

- zone 1: le point de focalisation se trouve derrière le détecteur,
- zone 2: le point de focalisation se trouve devant le détecteur.

Le principal problème associé à ce phénomène est la défocalisation du faisceau diffracté. Sauf en position de Bragg Brentano, c'est à dire la position pour laquelle le faisceau diffracté focalise sur le détecteur, les raies du diffractogramme présentent un élargissement instrumental lié à la géométrie du montage goniométrique. Il faut aussi prendre en considération, lors du choix de l'angle d'incidence, le fait que l'échantillon crée une zone d'ombre sur le détecteur en masquant le faisceau diffracté. Il est donc impossible de mesurer des intensités pour des angles  $2\theta$  inférieures à l'angle d'incidence.



**figure I-3: montage goniométrique**

### I.3 Informations obtenues à partir de l'analyse d'un profil de raie [Cullity (1957)]

Les grandeurs descriptives d'un profil de raie sont les suivantes:

- la position: on peut la définir par la position du maximum, du centroïde ou du barycentre du profil,
- l'intensité, définie soit par le maximum soit par l'aire sous le profil,
- la largeur, définie par la largeur à mi-hauteur ou la largeur intégrée de la raie,
- les paramètres de symétrie.

Un élargissement ou un déplacement d'une raie a pour origine la taille de grains, les contraintes résiduelles et les défauts du réseau cristallin.

#### I.3. taille de grains

Dans le cas d'une poudre constituée de fines particules ( taille  $< 1000 \text{ \AA}$ ), la taille de grain "t" est inversement proportionnelle à la largeur à mi-hauteur "B" de la raie:

$$t = \frac{0.9\lambda}{B \cos\theta} \quad (1), \text{ où:}$$

t: la taille de la particule,

$\lambda$ : la longueur d'onde en  $\text{\AA}$ ,

B: largeur à mi-hauteur du profil (en radians).

Pour déterminer la taille de grains d'un corps inconnu, il faut comparer la largeur à mi-hauteur de la raie de ce corps avec celle connue d'une poudre étalon très bien cristallisée et à assez gros grains ( $> 1000 \text{ \AA}$ ). Les deux raies diffractent à la même position.

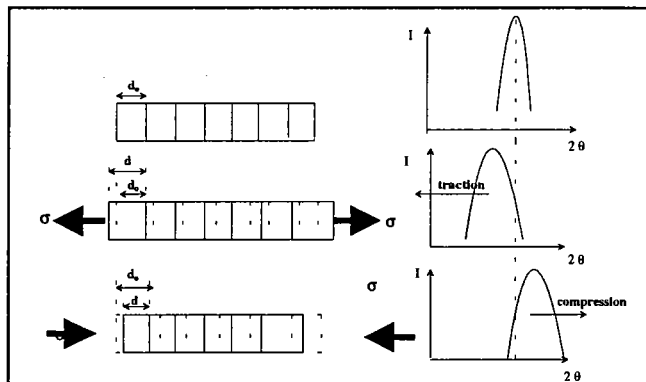
Une diminution de la taille des particules provoque un élargissement du profil.

La détermination de la taille de grains dans le cas d'un polycristal n'est pas évidente, car d'autres paramètres telles que les contraintes internes, les défauts du réseau cristallin, etc.. peuvent élargir ou déplacer les raies.

#### I.3.2 contraintes résiduelles

Quand un métal subit une déformation plastique comme dans le cas du laminage, les grains changent de forme et de taille. Ils sont très allongés et amincis. A cause de l'interaction entre les grains, un grain dans le polycristal n'est pas libre de se déformer de la même manière qu'un cristal isolé. Chaque grain est limité dans son mouvement par les grains voisins, et se trouve ainsi dans état plus ou moins contraint. C'est à dire soumis à des contraintes de traction ou de compression. Le métal contient "des contraintes résiduelles". Une contrainte produit une

déformation élastique dans le cristal si la limite d'élasticité n'est pas atteinte. La distance interréticulaire  $d_{hkl}$  est modifiée. Cette distance est facilement mesurable par diffraction des rayons X grâce à la loi de Bragg. Une contrainte de traction écarte les plans atomiques,  $d_{hkl}$  augmente donc  $\theta$  diminue (figure I-4). Une contrainte de compression rapproche les plans atomiques,  $d_{hkl}$  diminue donc  $\theta$  augmente.



**figure I-4:** effet des contraintes sur le déplacement de la raie

Les contraintes résiduelles peuvent avoir d'autres origines telles que:

- les traitements thermiques, où suite à un refroidissement, la surface se refroidit plus vite que le cœur ce qui provoque l'apparition des contraintes de traction en surface et de compression à cœur. En fin de refroidissement, la pièce comportera des contraintes de compression en surface et de traction à cœur.
- la transformation de phases austénite-martensite, car la transformation martensitique est accompagnée d'un changement de volume.

En raison du caractère polycristallin des matériaux, les sources de contraintes peuvent être générées par des déformations aux échelles macro ou micro ou submicroscopiques.

Quelle que soit l'échelle à laquelle on considère le matériau, il est possible de mettre en évidence des contraintes résiduelles ayant pour origine des déformations assurant la continuité du matériau.

Une classification des contraintes résiduelles en trois ordres liés à l'échelle à laquelle on considère le matériau ont été proposée par [Macherauch et Al (1973)]:

- A l'ordre 1, on considère ces contraintes à l'échelle d'un très grand domaine du matériau (plusieurs grains: quelques dixièmes de mm). Les contraintes d'ordre 1 déplacent les raies de diffraction.

- A l'ordre 2, on considère ces contraintes sur de petits domaines du matériau (un grain ou une phase: quelques dizaines de micromètres). Pour les matériaux à petits grains, c'est la contrainte moyenne sur plusieurs grains qui provoque un élargissement des raies de diffraction. Pour les matériaux à gros grains, c'est les contraintes à l'échelle d'un grain qui provoquent un déplacement des raies de diffraction.
- A l'ordre 3, on considère ces contraintes à l'échelle de quelques distances interatomiques: (quelques dizaines de nanomètres). Elles sont dues aux défauts dans le réseau cristallin (lacunes, dislocations ...). Les contraintes d'ordre 3 élargissent les raies de diffraction.

L'état des contraintes résultent de la superposition des contraintes d'ordre 1, 2, 3.

### I.3.3 Les défauts du réseau cristallin et les fautes d'empilements

Les défauts du réseau cristallin et les fautes d'empilement créent un champ de déformation et donc modifient les raies de diffraction:

- modification de la forme du pic (largeur, symétrie, fractionnement .....),
- modification de la position du pic.

## I.4 Texture cristallographique

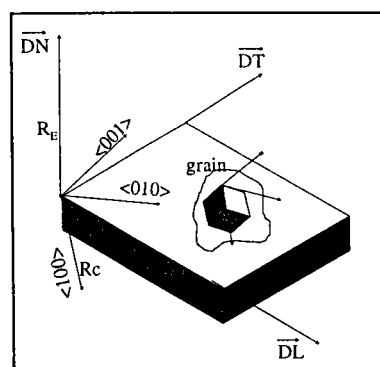
La texture cristallographique est la détermination des orientations préférentielles des grains dans un polycristal.

Dans le cas d'un polycristal à gros grains, des méthodes de mesures d'orientations individuelles des grains permettent de déterminer la texture de l'échantillon. Par contre, dans le cas d'un polycristal à petits grains, la texture peut être déterminée à l'aide de la mesure des figures de pôles (F.D.P).

### I.4.1 Description de l'orientation cristalline

Chaque grain d'un polycristal est en fait un monocristal constitué d'un empilement régulier d'atomes. Cet empilement peut être décrit par des ensembles de plans cristallins.

Pour désigner les plans et directions dans le cristal, on utilise le système de notation universel des indices de Miller. Les rangées [100], [010] et [001] de la maille



**figure I-5:** repère macroscopique  $R_E$  et repère microscopique  $R_C$  dans le cas d'une tôle laminée

élémentaire définissent un repère lié au cristal: le repère cristallographique  $R_c$  (figure I-5),. L'orientation cristalline est alors définie par la rotation "g" qui réalise la coïncidence du repère  $R_c$  avec le repère  $R_E$  lié à l'échantillon.

Un grain est considéré comme un solide rigide immobile, trois paramètres suffisent à définir son orientation par rapport au repère  $R_E$  (par exemple les angles d'Euler ( $\psi, \theta, \phi$ ) (figure I-6).

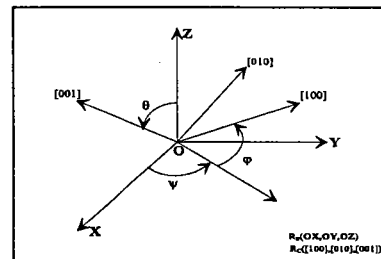


figure I.6: angles d'Euler

La détermination de ces orientations préférentielles passe par:

- la mesure des figures de pôles expérimentales,
- le calcul de la fonction de distribution des orientations à partir des figures de pôles.

#### I.4.2 Figures de pôles (FDP)

On appelle couramment figures de pôles (FDP) la représentation stéréographique de la densité des normales à une famille donnée de plans réticulaires  $\{hkl\}$  de tous les grains d'un échantillon. Elle est mesurée dans le repère macroscopique  $R_E$  de l'échantillon.

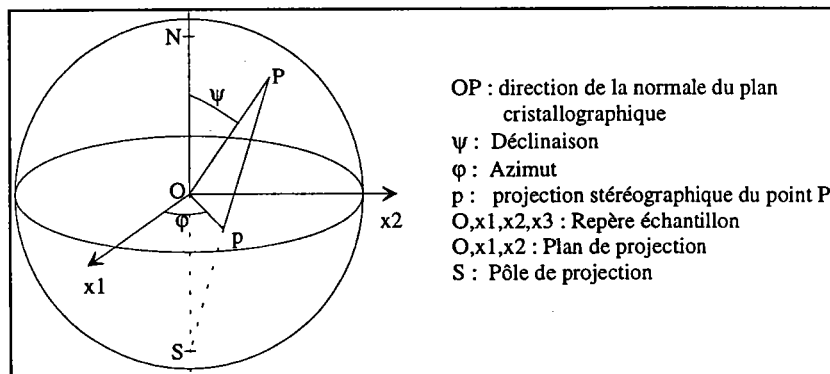


figure I-6: projection stéréographique

La projection stéréographique permet de représenter sur un plan des points situés sur une hémisphère. Sa particularité est de conserver les angles après projection.

En reliant les points de projection de même densité, nous formons des lignes de niveaux.

La figure de pôles résultante est appelée figure de pôles directe de type  $\{hkl\}$ . Le plan de projection est confondu avec un plan caractéristique du matériau (exemple: plan de laminage pour une tôle).



Les figures de pôles  $\{hkl\}$  sont obtenues expérimentalement par diffraction des rayons X ou des neutrons sur les plans réticulaires.

Quand un faisceau de rayons X de longueur d'onde  $\lambda$  irradie un ensemble de grains, il est diffracté par les familles de plans cristallographiques  $\{hkl\}$  de distance réticulaire  $d_{hkl}$  quand la loi de Bragg est satisfaite. Le faisceau diffracté décrit un cône d'angle au sommet  $2\theta$  appelé cône de Debye (figure I-7). L'intersection de ce cône avec un plan donne l'anneau de Debye. Quand la répartition des cristallites est isotrope, l'intensité le long de cône de Debye est uniforme. Si la répartition des cristallites est anisotrope, l'intensité varie le long de l'anneau de Debye.

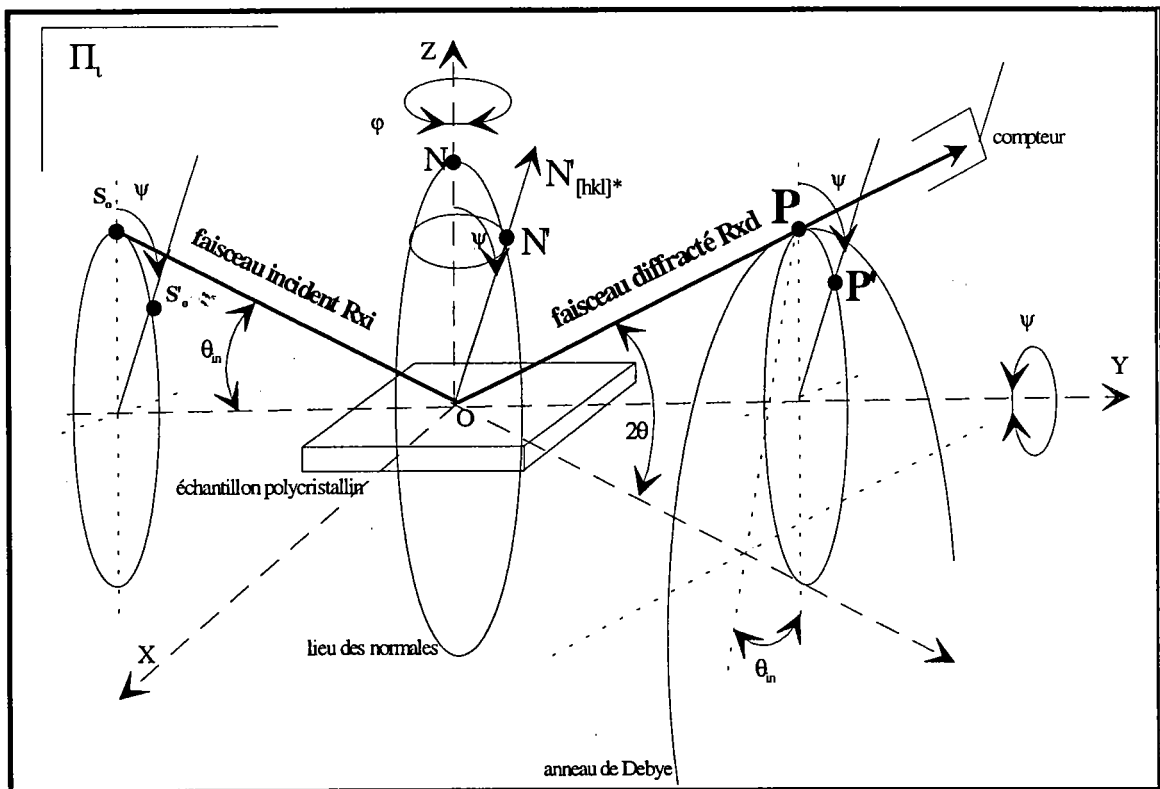


figure I-7: principe de la détermination de la figure de pôles par diffraction

En un point  $P_{(hkl)}$ , l'intensité est proportionnelle à la densité des normales aux plans  $(hkl)$  diffractant dans la direction de ce point. La normale au plan  $(hkl)$  est représentée par le vecteur  $N[hkl]^*$  portée par la bissectrice du rayon incident (Rxi) et du rayon diffracté (Rxd) de l'angle  $(\pi - 2\theta)$ .

Soit  $\Pi_i$  le plan d'incidence formé par  $(R_{x_i})$  et  $(R_{x_d})$ . Ce plan est fixe.  $Oxyz$  est le repère  $R_E$  lié à l'échantillon ( $Oz$  est perpendiculaire à la surface de l'échantillon). Le repère  $R_E$  est mobile. Il est animé de deux rotations:

- la déclinaison  $\psi$  autour de  $Oy$ ,
- la rotation azimutale  $\phi$  autour de  $Oz$ .

Pour observer le point  $P'_{(hkl)}$  de l'anneau de Debye, le plan  $\Pi_i$  est amené en  $P'$  par une déclinaison d'un angle  $\psi$ . Dans cette position, on observe les plans  $(hkl)$  dont les normales sont inclinées d'un angle  $\psi$  par rapport à  $Oy$ . La rotation  $\phi$  autour de  $Oz$  permet d'observer toutes les normales de l'échantillon situées sur un cône d'axe  $Oz$  et d'ouverture  $\psi$ . Un balayage complet de la F.D.P est obtenu par les rotations  $\psi$  et  $\phi$  ( dans notre cas,  $\psi$  varie de  $0$  à  $90^\circ$  et  $\phi$  de  $0$  à  $360^\circ$ ).

#### I.4.3 Mesures goniométriques des figures de pôles

La mesure des figures de pôles par le goniomètre de texture de notre laboratoire (figure I-8) utilise le même principe de mesure que la méthode de Schulz. Cette méthode permet d'obtenir le balayage de la FDP. Dans ce cas, la source de rayons X et le compteur (plan  $\Pi_i$ ) sont fixes et les rotations orthogonales  $\phi$  et  $\psi$  sont appliquées à l'échantillon. Le choix de la réflexion sur une famille de plans  $\{hkl\}$  détermine:

- la valeur de l'angle  $\theta$  entre le faisceau et le plan de l'échantillon,
- la position du compteur,
- l'angle d'incidence et l'angle de réflexion sont identiques (condition de Bragg Brentano).

Des problèmes de défocalisation du faisceau diffracté limitent la déclinaison  $\psi$  à  $80^\circ$ .

Pour chaque couple de valeurs  $(\phi, \psi)$ , le compteur enregistre pendant une même durée  $\Delta t$  un nombre de coups proportionnel à la densité de normales aux plans  $\{hkl\}$  en position de diffraction. Ce nombre est ensuite reporté à la position  $(\phi, \psi)$  correspondante de la FDP du plan  $\{hkl\}$ . (généralement,  $\Delta\phi = 5^\circ$  et  $\Delta\psi = 2.5^\circ$ , et environ 2500 points de mesure sont nécessaires pour parcourir l'ensemble de la FDP).

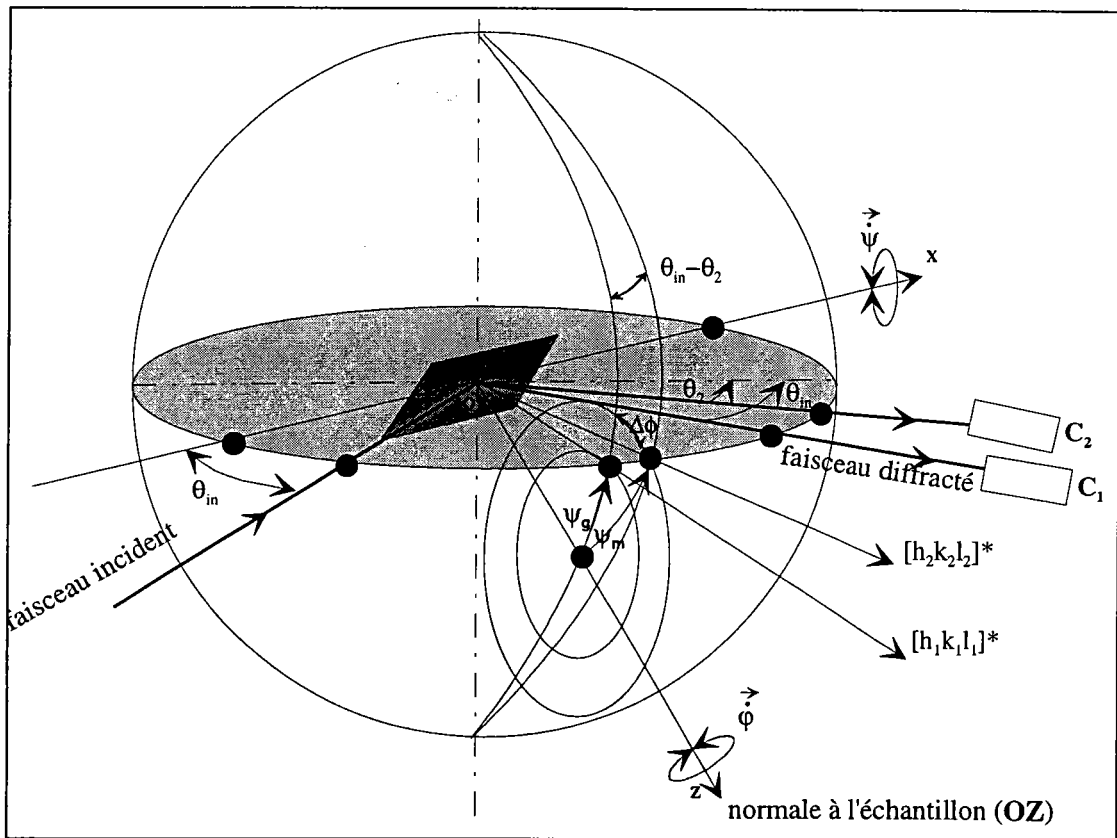


figure I-8: principe du goniomètre

Les normales  $[hkl]^*$ , localisées par les angles  $\psi_m$  et  $\phi = \phi_g + \Delta\phi$  dans le repère de l'échantillon, sont détectées par le compteur, quand le goniomètre est à la position  $(\psi_g, \phi_g)$ .

#### I.4.4 Fonction de distribution des orientations ( FDO)

La figure de pôles donne la répartition dans l'espace des plans cristallographiques  $\{hkl\}$  mais n'indique pas directement comment sont orientés les cristaux individuels, d'où l'intérêt de la fonction de distribution des orientations.

La façon la plus complète de décrire une texture est de donner la fonction de distribution des orientations  $F(g)$ :

$$F(g) dg = \frac{dV_g}{V} = \frac{\text{volume de l'échantillon ayant l'orientation } g \pm dg}{\text{volume de l'échantillon}}$$

où:

$F(g)$  indique la fraction volumique de l'échantillon pour laquelle l'orientation des cristallites est  $g(\psi, \theta, \phi)$  à  $dg$  près.

Dans le cas d'orientations cristallines aléatoires, chaque élément d'orientation ainsi défini contient la même fraction volumique de cristallites, ainsi:

$$F_{al}(g) = 1$$

Puisque  $F(g)$  est une fonction de densité, elle est positive et normée à l'unité:

$$\oint F(g) dg = 1$$

La fonction de texture  $F(g)$  est donc normalisée en multiples de la densité aléatoire (unité multiple of the random density: mrd-units).

La FDO est reliée à la FDP par la relation:

$$P_{(hkl)}(\eta, \chi) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} F(g) d\gamma$$

où:

$g$  représente la rotation autour de la normale au plan diffractant.

Du fait que les techniques de diffraction ne permettent pas de localiser les éléments diffractants (grains) dans le volume observé, deux hypothèses de base sont nécessaires pour obtenir la FDO à partir de la FDP:

- le volume diffractant  $V$  observé pendant la mesure d'une FDP est supposé homogène en orientation,
- il existe une proportionnalité directe entre l'intensité diffractée et le volume diffractant.

### **I.5 Diffractogramme intégré deux axes**

Si on fait varier les angles d'azimut  $\phi$  et de déclinaison  $\psi$  du goniomètre pendant la mesure d'un diffractogramme d'un échantillon, on prend en compte l'intensité provenant de pratiquement de toutes les directions de la demi-sphère des pôles. Cette mesure nous donne un diffractogramme intégré deux axes.

Toutefois, cette méthode a ses limites. En effet, l'intensité provenant de certaines directions n'est pas prise en compte (en particulier, les zones aveugles et les bords de la figure de pôles). Pour en tenir compte, il faut exploiter les figures de pôles complètes recalculées à partir de la fonction de texture.

## I.6 Corrections apportées aux diffractogrammes et figures de pôles

### I.6.1 Fond continu

Lors de mesure d'un diffractogramme aux rayons X, le signal enregistré est composé d'un signal provenant de la diffraction du matériau et d'un signal parasite appelé le bruit de fond.

Celui-ci a de multiples origines: réflexions parasites, fluorescence du matériau analysé, diffusion des faisceaux incidents et diffractés dans l'air, bruit de fond instrumental....etc.

Dans ce cas une correction de bruit de fond est utile.

On peut donc définir, de part et d'autre du pic de diffraction de la famille de plans {hkl} visée, deux zones de mesure du bruit de fond. Une droite reliant ces deux zones est alors tracée pour définir la valeur du bruit de fond ( $I_{\text{bdf}}$ ) sous le pic. Par soustraction, on peut déterminer l'intensité intégrée réelle du faisceau diffracté sous le pic ( $I_{\text{hkl}}$ ).

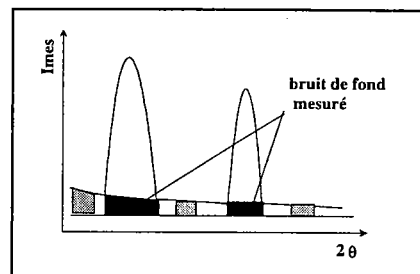


figure I-9: principe de correction de bruit de fond

### I.6.2 Le volume diffractant

Lors des mesures expérimentales par diffraction aux rayons, les grandeurs mesurées sont associées à un seul volume diffractant. Le volume diffractant est lié à la profondeur de pénétration des rayons X.

Rappelons la méthode de calcul de cette profondeur de pénétration.

L'intensité recueillie, après la traversée de matière diffusante de longueur  $x$ , est donnée par la loi de Lambert:

$$I = I_0 e^{-\mu x}$$

où:

$\mu$  ( $\text{cm}^{-1}$ ) représente l'absorption linéique.

Pour le rayonnement  $K\alpha$  du fer ( $1.9373 \text{ \AA}$ ), qui est l'anticathode utilisée dans le cadre de cette étude, et dans le cas du fer on a:

$$\rho \text{ (g/cm}^3\text{)} = 7.8$$

$$\text{et } \mu/\rho \text{ (cm}^2\text{/g)} = 66.4$$

Si on considère qu'à 90% d'atténuation, la majeure partie de l'information est acquise, avec la valeur de  $\mu = 66.4 \cdot 7.8 = 518 \text{ cm}^{-1}$

On obtient donc,

$$x = -\frac{1}{518} \ln(0.1) = 4.4 \cdot 10^{-3} \text{ cm}$$

La valeur du plus grand trajet des rayons X dans l'échantillon est d'environ 0,044 mm.

Soit un faisceau de rayons X de section  $S_0$  faisant un angle d'incidence  $\theta$  (égal à l'angle de Bragg) avec la surface de l'échantillon. A la position  $(\psi_g, \phi_g)$  de l'échantillon, l'intensité diffractée  $dI$  par un élément de volume  $dV$  peut se mettre sous la forme suivante:

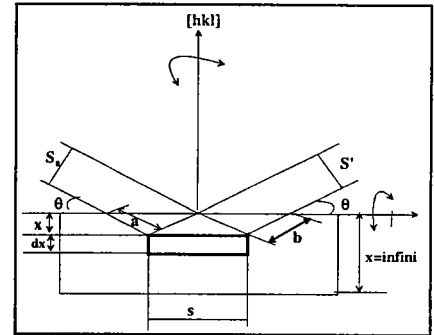


figure I-10: géométrie en Bragg Brentano

$$dI = i K_{\psi_g, \phi_g, \omega_{\text{fixe}}} e^{-\mu(a+b)} dV$$

où:

$K(\psi_g, \phi_g, \omega_g)$  est le facteur d'orientation. Il représente la densité par rapport à l'isotropie des grains de volume  $dV$ , qui sont en position de diffraction.

$a$  et  $b$  sont les distances parcourues respectivement par les faisceaux incidents et diffractés dans la matière.

$$a=b= x / \sin\theta \cos\psi_g \quad \text{et} \quad dV = S dx = \frac{S_0}{\sin\theta \cos\psi_g} dx$$

On obtient dans le cas d'un échantillon d'épaisseur infinie:

$$I_\theta = i K(\psi_g, \phi_g, \theta) \frac{S_0}{2\mu}$$

$\frac{S_0}{2\mu}$  ( $\text{mm}^3$ ) est le volume diffractant pour un échantillon d'épaisseur infinie. Il représente le volume irradié pondéré par l'absorption.

Le volume diffractant peut être défini comme étant le produit de la surface irradiée

$$S = \left[ \frac{S_0}{\sin\theta \cos\psi_g} \right] \text{ par la profondeur de pénétration pondérée par l'absorption } e = \left[ \frac{\sin\theta \cos\psi_g}{2\mu} \right]$$

L'augmentation de la surface irradiée quand l'angle de déclinaison augmente est directement contrebalancée par la diminution de l'épaisseur.

Lorsque l'angle de déclinaison augmente, la surface irradiée augmente, et la profondeur de pénétration diminue. Par contre le volume diffractant reste constant au cours du mouvement  $(\psi_g, \phi_g)$  de l'échantillon.

Les variations des intensités diffractées par un échantillon homogène ne dépendent que du facteur d'orientation  $K(\psi_g, \phi_g, \theta)$ .

Les grandeurs mesurées ne peuvent donc être associées qu'à ce seul volume diffractant.

### I.6.3 Correction d'absorption

Le fait de mesurer des raies hors des conditions de Bragg provoque des variations du trajet des faisceaux diffractés dans l'échantillon.

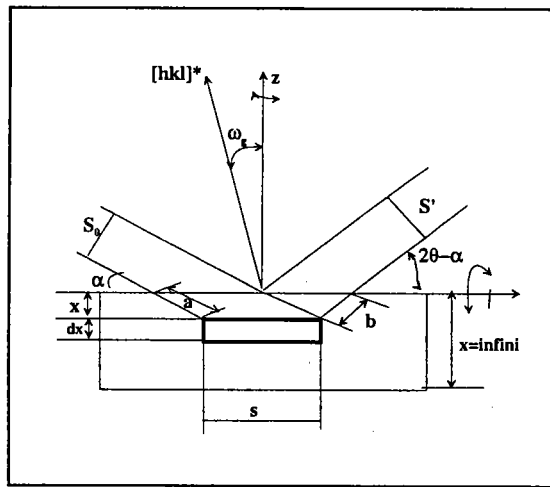


figure I-11: géométrie hors Bragg Brentano

Les longueurs de trajet des photons dépendent de l'angle d'émergence, il faut corriger les intensités en fonction des variations d'absorption.

Dans ce cas on a:

$$\omega = \alpha - \theta$$

$$a = \frac{x}{\sin(\omega + \theta) \cos \psi_g} \quad \text{et} \quad b = \frac{x}{\sin(\theta - \omega) \cos \psi_g}$$

et l'intensité hors Bragg est donnée par:  $I_\omega = (i K(\psi_g, \phi_g, \theta) \frac{S_0}{2\mu}) \left(1 - \frac{tg \omega}{tg \theta}\right)$

$$= I_{bragg} \left(1 - \frac{tg \omega}{tg \theta}\right)$$

## I.6.4 Corrections apportées aux figures de pôles

### I.6.4.1 Correction de localisation

Des figures issues d'une mesure de plusieurs figures de pôles simultanées, seule la FDP mesurée en Bragg est exploitable directement. Les autres peuvent être tracées mais les pôles ne seront pas localisés correctement et non corrigés en intensité.

Avec une géométrie différente de celle de Schulz ( $\omega_g \neq 0$ ), à la position  $(\psi_g, \varphi_g, \omega_g)$  du goniomètre. La figure I-8 montre les coordonnées des normales  $[hkl]^*$  détectées  $(\psi_m, \varphi_m)$  dans le repère de l'échantillon.

Le principe de cette correction est de ramener les intensités mesurées avec les angles  $(\psi_g, \varphi_g, \omega_g)$  à leurs vraies positions  $(\psi_m, \varphi_m)$  dans le repère de l'échantillon.

On obtient une figure de pôles virtuelle qui aurait été mesurée avec la géométrie de Schulz ( $\omega_g = 0$ ) mais pour laquelle les intensités correspondent aux conditions de mesures utilisées.

Suite à cette "standardisation", les figures de pôles mesurées seront identiques à celles d'un goniomètre classique sauf en ce qui concerne les zones aveugles. Elles pourront donc servir aux traitements classiques.

### I.6.4.2 Normalisation

Une figure de pôle normalisée représente le facteur  $K_{\psi_m, \varphi_m}$  qui est la densité des normales des plans diffractants à la position  $(\psi_m, \varphi_m)$  par rapport à l'échantillon isotrope.

La texture est exprimée en unité standard, en rapportant l'intensité globale diffractée par l'ensemble des cristallites dont les normales sont réparties sur la demi sphère des pôles par rapport à l'unité d'aire de la demi sphère:

$$N = \frac{\int_0^{\frac{\pi}{2}} \int_0^{2\pi} I_{\psi_g, \varphi_g, \omega_g, t} \sin \psi_m d\psi_m d\varphi_m}{\int_0^{\frac{\pi}{2}} \int_0^{2\pi} \sin \psi_m d\psi_m d\varphi_m}$$

La densité est donc exprimée en multiples de la densité aléatoire (unité multiple of the random density: **mrd-units**).



## ANNEXE II

### Définition des différents termes de facteur R et calcul du taux de carbone dans l'austénite

#### II.1 Définition des différents termes du facteur R

On rappelle l'expression du terme R (défini au chapitre 2)

$$R = (1/v^2) \left[ |F|^2 * p * \left( (1 + \cos^2 \theta) / (\sin^2 \theta \cos \theta) \right) * e^{-2m} \right]$$

- f: facteur de diffusion atomique

Il dépend de l'angle d'incidence  $\theta$  et de la longueur d'onde de la radiation  $\lambda$ . Il est donné en fonction de  $\sin \theta / \lambda$  dans les tables internationales de cristallographie, dans le cas où le rayonnement incident a une fréquence grande vis-à-vis de la fréquence de la discontinuité d'absorption K de l'atome diffuseur.

La longueur d'onde de la radiation Fe K $\alpha$  ( $1.93728 \text{ \AA}$ ) est très voisine de la discontinuité d'absorption du fer ( $\lambda_K = 1.7394 \text{ \AA}$ ), il s'ensuit que cet effet dit de dispersion anormale doit être pris en considération et une correction doit être portée sur f:

$$f = f_0 + \Delta f$$

où:

f: facteur de diffusion effectif

$f_0$ : facteur de diffusion atomique effectif dans le cas où la longueur d'onde de la radiation n'est pas proche de celle d'absorption du matériau

$\Delta f$ : décrétement du facteur de diffusion atomique due à l'interaction avec K électrons.

il est fonction du rapport  $\lambda/\lambda_K$  (dans le cas du fer  $\lambda/\lambda_K = 1.11$  et  $\Delta f = -2.7$ ) [Guinier (1964)].

- F: facteur de structure

$$F_{hkl} = \sum_1^N f e^{-2\pi i (ku + kv + lw)}$$

- Cas d'un cristal cubique centré: la maille est constituée de deux atomes  $A_1(0,0,0)$  et  $A_2(1/2, 1/2, 1/2)$

$$F_{hkl} = f [1 + \cos \pi (h+k+l)]$$

Si  $h+k+l$  est paire  $F_{hkl} = 2f$

Si  $h+k+l$  est impair  $F_{hkl} = 0$

- Cas d'un cristal de réseau cubique à faces centrées: la maille est constituée de 4 atomes  $A_1(0,0,0)$ ,  $A_2(0,1/2,1/2)$ ,  $A_3(1/2,1/2,0)$ ,  $A_4(1/2,0,1/2)$

$$F_{hkl} = 4f \text{ si } h,k,l \text{ ont même parité}$$

$$F_{hkl} = 0 \text{ si } h,k,l \text{ n'ont pas même parité}$$

- p: facteur de multiplicité

Pour le cubique:  $hkl \rightarrow 48$ ,  $hhl \rightarrow 24$ ,  $0kl \rightarrow 24$ ,  $0kk \rightarrow 12$ ,  $hhh \rightarrow 8$ ,  $00l \rightarrow 6$ .

- $e^{-2m}$ : facteur de température

Il est donné en fonction de  $\sin \theta / \lambda$  dans les tables internationales de cristallographie.

$$e^{-2m} = e^{-2B (\sin \theta / \lambda)^2} \quad \text{avec } B = 0.4 \text{ pour le fer}$$

- v: volume d'une maille

(pour le cubique  $v = a^3$ ) avec "a" paramètre de réseau

## II.2 Taux de carbone dans l'austénite

De nombreuses formules ont été proposées dans la littérature, donnant la variation du paramètre du réseau du fer pur  $\gamma$  à la température ambiante en fonction du carbone.

[Imai (1965)] ont proposé:

$$a(\text{\AA}) = 3.573 + 0.033 * (\% \text{ massique en C})$$

[Robert (1969)] ont utilisé la diffraction par rayons X, avec une calibration en haute pureté du fer. Ils ont déterminé les paramètres de réseau pour les cas suivants :

- pour le fer pur de structure cubique centrée:  $a = 2.8664 \text{\AA}$
- pour le fer  $\gamma$  de structure cubique à faces centrées (à 25°C) en fonction du carbone :

$$a(\text{\AA}) = 3.572 \pm 0.001(\text{\AA}) + 0.033 \pm 0.002 * (\% \text{ en C}) \text{\AA}$$

Le paramètre de maille du fer pur est pris égal à  $3.572 \text{ \AA}$ . L'effet des éléments d'addition permet de corriger ce paramètre:

Eléments	$\Delta / (\% \text{ massique})$
Cr	+0.0011
Ni	+0.0003
Mn	+0.012
Si	-0.00157

- Pour la martensite obtenue après refroidissement de l'austénite entre  $-50^\circ\text{C}$  et  $-190^\circ\text{C}$ , de structure tetragonale centrée:

$$a(\text{\AA}) = 2.8664 - 0.013 * (\% \text{ massique en C})$$

$$c/a(\text{\AA}) = 1.000 + 0.0045 * (\% \text{ massique en C})$$

## Résumé

L'austénite résiduelle est à l'origine de l'effet TRIP d'un acier faiblement allié à 0.2 C, 1.5 Mn, 1.5 Si.

La stabilisation de l'austénite à la température ambiante est obtenue grâce à un recuit dans le domaine biphasé ( $\alpha+\gamma$ ). Sa fraction volumique varie en faisant varier les paramètres de recuit (température, temps de maintien, vitesse de refroidissement). Une quantité importante d'austénite est obtenue lorsqu'on ajoute au cycle de recuit un palier de maintien à la température bainitique.

La microstructure de l'acier avant recuit est constituée de ferrite primaire et de perlite. La ferrite présente une texture de laminage caractéristique des matériaux cubiques centrés, de composante forte  $\{001\}\langle 110\rangle$ , et de composantes moins fortes  $\{111\}\langle 112\rangle$ ,  $\{111\}\langle 110\rangle$ ,  $\{112\}\langle 110\rangle$ .

La microstructure de l'acier après recuit est constituée de deux phases: ferrite recristallisée et austénite. L'étude de la texture a montré pour la ferrite recristallisée, le maintien de la texture de laminage, et pour l'austénite résiduelle, une texture caractéristique des matériaux cubiques à faces centrées (CFC) de composante forte  $\{011\}\langle 112\rangle$ .

L'étude de gradient de texture a montré une texture homogène, mais avec variation de la fraction volumique des composantes de texture selon l'épaisseur.

Mots clés: Acier TRIP  
Austénite résiduelle  
Transformation martensitique  
Recuit intercritique  
Dilatométrie  
Diffraction des rayons X  
Texture dans les aciers

## Abstract

Retention of austenite is the basis of TRIP (TRansformation Induced Plasticity) in low C-low alloy steel containing about 0.2C 1.5Mn 1.5Si.

The stabilisation of austenite at room temperature was obtained by intercritical annealing (heating up and holding) in the two phase ( $\alpha+\gamma$ ) zone. The volume fraction of retained austenite changes as the parameters of annealing vary (temperature, time, cooling rate). A significant amount was obtained after holding in the bainite transformation range.

The microstructure of steel before annealing consists in primary ferrite and perlite.

The texture of ferrite reveals a typical body-centred cubic (b.c.c) rolling texture:  $\{001\}\langle 110\rangle$  is the dominant texture component and  $\{111\}\langle 112\rangle$ ,  $\{111\}\langle 110\rangle$ ,  $\{112\}\langle 110\rangle$  are intermediate component.

After annealing, the microstructure of steel is composed of recrystallised ferrite and retained austenite. The texture of recrystallised ferrite is the same as the rolling texture. The texture of retained austenite is the typical face centred cubic (f.c.c) texture with dominant component  $\{011\}\langle 112\rangle$ .

The texture gradient in the steel has been described: there is not variation of texture, but the volume fraction of texture components varied according to the thickness of samples.

### Keywords

TRIP steel  
Retained austenite  
Martensite transformation  
Intercritical annealing  
Dilatometry  
X rays diffraction  
Texture in steel