



HAL
open science

Etude de propriétés mécaniques d'aciers HSLA obtenus par CSP, en relation avec les textures, microstructures et changements de phase

Bruno Gardiola

► **To cite this version:**

Bruno Gardiola. Etude de propriétés mécaniques d'aciers HSLA obtenus par CSP, en relation avec les textures, microstructures et changements de phase. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2002. Français. NNT : 2002METZ017S . tel-01749709

HAL Id: tel-01749709

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749709v1>

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

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

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

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

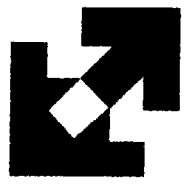


7438264

INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE
ET PRODUCTIQUE

THESE

Présentée à



UNIVERSITE DE METZ

Par

Bruno GARDIOLA

Pour l'obtention du grade de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITE de METZ

SPECIALITE : *Sciences de l'Ingénieur*

OPTION : *Sciences des Matériaux*

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	20020545
Cote	S/MZ 02/17
Loc	

**ETUDE DE PROPRIETES MECANQUES D'ACIERS HSLA
OBTENUS PAR CSP EN RELATION AVEC LES TEXTURES,
MICROSTRUCTURES ET CHANGEMENTS DE PHASE**

**Soutenu le 8 Juillet 2002 à Metz
devant le jury composé de :**

- | | | |
|-------------------|---|--|
| MM. M. HUMBERT | Professeur à l'Université de Metz | Directeur de thèse
Directeur de thèse |
| C. ESLING | Professeur à l'Université de Metz | |
| MM. K.-E. HENSGER | Professeur habilité, SMS Demag AG, Düsseldorf, Allemagne | Rapporteur
Rapporteur
Rapporteur |
| J. DRIVER | Directeur de recherches à l'école des mines de St Etienne | |
| P. VAN HOUTTE | Professeur à l'Université de Louvain, Belgique | |
| A. EBERHARDT | Professeur à l'Université de Metz | Examineur
Membre invité |
| P. HEINRICH | Docteur, SMS Demag AG, Düsseldorf, Allemagne | |

Laboratoire d

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE DE METZ



031 465972 3

ériaux – CNRS UMR 7078

AVANT-PROPOS

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire d'Etudes des Textures et Application aux Matériaux (LETAM CNRS UMR 7078), qui fait partie de l'Institut Supérieur de Génie Mécanique et Productique de l'université de Metz, en collaboration avec la société SMS Demag AG.

J'exprime ma profonde reconnaissance à Messieurs les professeurs M. Humbert et C. Esling pour m'avoir accepté sous leur responsabilité, pour leur disponibilité, leur expérience et la confiance qu'il m'ont accordée.

Je tiens à remercier Monsieur le professeur K.-E. Hensger, de la société SMS Demag, pour les connaissances qu'il m'a apportées, et pour l'aide qu'il m'a fournie pour l'interprétation des résultats.

Je suis particulièrement reconnaissant à Messieurs J. Driver, directeur de recherches à l'Ecole des Mines de St Etienne et P. Van Houtte, professeur à l'université de Louvain pour l'honneur qu'il m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs de ce travail. Je remercie sincèrement Monsieur A. Eberhardt, professeur à l'université de Metz, pour avoir participé à mon jury de thèse.

Je remercie les directeurs successifs du LETAM, les professeurs C. Esling et F. Wagner pour m'avoir accueilli au laboratoire. Je remercie également toutes les personnes qui ont contribué à ce travail et tous les membres du LETAM pour leur soutien.

SOMMAIRE

Introduction	1
Chapitre 1 : Les Aciers HSLA Elaborés par CSP	7
<hr/>	
1.1. Introduction	7
1.2. Les aciers HSLA	7
1.2.1. Le fer pur	7
1.2.2. Les alliages ferreux	9
1.2.3. Le système binaire Fe-C	9
1.2.4. Aspects métallurgiques de la transformation de phase γ - α	11
1.2.5. Propriétés mécaniques des aciers HSLA	14
1.3. Le procédé CSP	20
1.3.1. Présentation du procédé	20
1.3.2. Le traitement thermomécanique dans le procédé CSP	22
1.3.3. La transformation polymorphique $\gamma - \alpha$	27
1.4. Conclusion	29
Chapitre 2 : Texture Cristallographique et Orientations Individuelles	33
<hr/>	
2.1. Introduction	33
2.2. Orientation d'un cristal	33
2.3. L'analyse de texture	37
2.3.1 La fonction de distribution des orientations ou fonction de texture	37
2.3.2. Prise en compte des symétries cristalline et d'échantillon	38
2.3.3. Représentation de la fonction de texture	39
2.4. Détermination de la texture à partir de figures de pôles	40
2.4.1. Acquisition de figures de pôles	40
2.4.2. Calcul de la fonction de texture	43
2.4.3. Méthode de la positivité	44
2.4.4. Qualité de l'analyse	45
2.5. Mesure d'orientations individuelles par EBSD	46
2.5.1. Méthode de la mesure	46
2.5.2. Cartographies d'orientations	48
2.6. Conclusion	49

	53
Chapitre 3 : Caractérisation des Aciers à Température Ambiante	
<hr/>	
3.1. Introduction	53
3.2. Les échantillons étudiés	55
3.3. Propriétés mécaniques	55
3.3.1. Comportement des tôles en traction	55
3.3.2. Résilience	58
3.4. Textures cristallographiques	61
3.4.1. Acquisition de figures de pôles	61
3.4.2. Représentation des textures	62
3.4.3. Résultats	64
3.5. Microstructures	68
3.5.1. Préparation des échantillons	68
3.5.2. Microscopie optique	69
3.5.3. Microscopie électronique à transmission	74
3.6. Influence des paramètres du procédé	80
3.6.1. Relation entre traitement thermomécanique et acuité des textures	82
3.6.2. Relation entre traitement thermomécanique et taille de grains	83
3.7. Relation entre propriétés mécaniques, microstructures et textures	84
3.7.1. Relation entre texture et anisotropie des propriétés mécaniques	84
3.7.2. Relation entre limite élastique et microstructure.	88
3.8. Conclusion	92
Chapitre 4 : Evaluation de la Texture Austénitique	97
<hr/>	
4.1. Introduction	97
4.2. Evolution de la texture austénitique au cours du traitement thermomécanique	98
4.2.1. Changement de texture par recristallisation	98
4.2.2. Changement de texture par déformation plastique	98
4.3. Texture de l'austénite résiduelle	99
4.3.1. Détection de l'austénite résiduelle	99
4.3.2. Mode opératoire	100
4.3.3. Résultats	101

4.4. Origine de la texture austénitique	103
4.4.1. Explication qualitative	103
4.4.2. Simulation de la déformation à chaud à l'aide du modèle de Taylor	103
4.5. Reconstruction de la texture austénitique à partir de la texture ferritique	116
4.5.1. Méthode classique	116
4.5.2. Méthode de positivité pour la détermination des textures parentes	118
4.6. Conclusion	124

Chapitre 5 : Etude des Mécanismes de Transformation de Phase 129

5.1. Introduction	129
5.2. Etude des relations d'orientation au moyen de cartographies d'orientations	129
5.2.1. Mode opératoire	129
5.2.2. Exploitation des cartographies d'orientations	131
5.3. Simulation de la texture ferritique sans sélection de variantes	141
5.3.1. Changement de texture par transformation de phase	141
5.3.2. Résultats	143
5.3.3. Mise en évidence d'un mécanisme de sélection de variantes	146
5.4. Modélisation de la sélection de variantes	147
5.4.1. Changement de texture par transformation de phase avec sélection de variantes	147
5.4.2. Description du modèle de sélection de variantes	147
5.4.3. Simulation des textures héritées avec sélection de variantes	150
5.5. Conclusion	152

Conclusion	155
-------------------	-----

INTRODUCTION

Les aciers HSLA sont des aciers bas carbone, microalliés, dont le développement par laminage à chaud remonte aux années 60. Leurs propriétés mécaniques caractéristiques, telles que leur haute limite élastique et leur énergie de rupture ductile élevée, sont principalement obtenues par un affinement de la microstructure et par une fine précipitation durcissante. Les aciers HSLA trouvent leurs principales applications en tant que matériaux de structure ou dans la construction automobile.

Le procédé CSP (Compact Strip Production) est un procédé d'élaboration en coulée continue, permettant la production de tôles laminées d'aciers HSLA. Dans ce procédé, l'acier en fusion est coulé en brames de 50 mm d'épaisseur puis directement laminé en phase austénitique (phase γ) jusqu'à épaisseur finale. La brame austénitique suit ensuite un chemin de refroidissement jusqu'à température ambiante qui amène la tôle dans sa phase stable à basse température, la phase ferritique, ou phase α . Dans cette étape de refroidissement opèrent les mécanismes de transformation de phase, qui vont conduire à l'état métallurgique à température ambiante. Ainsi, dans le procédé CSP, les propriétés à température ambiante des aciers dépendent de l'état métallurgique de l'austénite à haute température par l'intermédiaire de la transformation de phase.

L'étape de laminage en phase austénitique, également appelé traitement thermomécanique, constitue une étape clé dans l'élaboration du produit. En effet, les propriétés des aciers à température ambiante sont obtenues par un contrôle de l'état métallurgique de l'austénite en fin de laminage. En adaptant les éléments d'addition et le traitement thermomécanique, il est possible de laminier l'austénite en dessous de sa température de recristallisation et par conséquent d'obtenir une austénite non (ou partiellement) recristallisée en sortie de laminoir. L'austénite ainsi obtenue, fortement écrouie et présentant une haute densité de joints de grains va produire, après transformation de phase, un acier caractérisé par une taille de grain fine. D'autre part, lors du processus d'élaboration à haute température, les grains de la brame austénitique s'orientent dans certaines directions privilégiées. L'austénite acquiert alors une texture cristallographique, dont dépendra la texture du produit final à température ambiante.

La nature de la transformation de phase peut conduire, en fonction du chemin de refroidissement imposé à la brame austénitique, à différents états métallurgiques et par conséquent à des comportements mécaniques variés. En particulier, du point de vue de la limite élastique, une microstructure héritée par transformation de phase diffusionnelle avec croissance de grain, peut s'avérer moins favorable qu'une transformation de phase par cisaillement.

La texture cristallographique joue un rôle essentiel dans le comportement anisotrope des matériaux. La texture haute température γ est entièrement reliée aux étapes d'élaboration à haute température. Ainsi la détermination de la texture γ en sortie de laminoir permet l'étude indirecte des mécanismes actifs au cours du laminage à chaud. D'autre part, la texture du produit final est héritée de la texture γ haute température par transformation de phase. Il est donc important pour la compréhension des propriétés anisotropes du matériau, de mieux connaître les mécanismes de la formation de textures par changement de phase. Pour ces raisons, nous avons entrepris, en collaboration avec la société SMS Demag, une étude dans le but d'évaluer les textures austénitiques en sortie de train de laminoirs et de mieux comprendre les mécanismes de formation des textures basse température.

Pour mener cette étude, 7 nuances d'aciers commerciaux, fournies par la société SMS Demag ont été étudiées. Les aciers diffèrent notamment par leurs compositions chimiques, les traitements thermomécaniques et par les chemins de refroidissement imposés. Ainsi les différentes nuances possèdent des comportements mécaniques extrêmement variés.

Un premier aspect de l'étude concerne les relations entre les états métallurgiques des différents aciers et leurs propriétés mécaniques. Nous avons donc caractérisé les textures et microstructures des aciers à température ambiante. La détermination des textures ferritiques a été effectuée par la mesure de figures de pôles à l'aide de la technique de diffraction des rayons X. Des informations supplémentaires sur les désorientations entre grains ont également pu être obtenues par les mesures d'orientations individuelles par la technique d'EBSD. En raison de leurs microstructures très fines et souvent complexes, l'examen métallographique de ces aciers peut nécessiter l'utilisation de la microscopie électronique à balayage (MEB) ou à transmission (MET) en plus de l'observation au microscope optique. Grâce à ces examens, nous avons pu comprendre comment certains paramètres du procédé, comme la température de recristallisation, influencent les microstructures et les propriétés mécaniques du produit final.

L'étude des changements de texture par transformation de phase est basée sur l'existence de relations d'orientation entre les phases mère et héritée. Dans le cas d'une transformation de phase displacive comme la transformation martensitique, il existe des relations d'orientation strictes entre les deux réseaux. Ainsi, selon le type de relations d'orientation, Nishiyama-Wassermann ou Kurdjumov-Sachs, une orientation γ parente peut donner respectivement 12 ou 24 orientations α héritées (appelées variantes). Pour les vitesses de refroidissement plus lentes, comme celles utilisées dans le procédé CSP, la transformation de phase peut se produire par diffusion. Dans cette situation, les relations d'orientation entre réseaux des phases haute et basse températures ne sont pas observées de manière stricte. D'autre part il est possible que la naissance d'un nombre limité de variantes soit favorisée. La statistique d'apparition des variantes est modifiée et on parle alors de transformation de phase avec sélection de variantes.

L'étude des mécanismes de transformation de phase de l'austénite nécessite dans un premier temps une estimation de la texture à haute température. La présence d'une phase minoritaire d'austénite résiduelle a été détectée dans une des nuances étudiées et il a été possible, par une mesure minutieuse de diffraction des rayons X, d'en déterminer la texture. Pour les nuances ne présentant pas d'austénite résiduelle, la texture de l'austénite a été évaluée à partir des textures basse température. Compte tenu des particularités de la transformation de phase, le calcul a nécessité l'utilisation d'une méthode développée récemment au laboratoire, et dont la validité a pu être vérifiée dans cette étude.

Nous avons ensuite entrepris l'étude des mécanismes de transformation de phase. Dans une première étape, nous avons déterminé localement les désorientations entre grains au moyen de mesures d'orientations individuelles. La présence d'une faible proportion d'austénite résiduelle dans une nuance nous a permis de mesurer directement les désorientations entre les phases γ et α présentes dans le matériau. Pour les autres nuances, l'étude a été menée à partir des désorientations entre grains ferritiques voisins. Nous avons ainsi observé que la transformation de phase ne vérifie pas strictement les relations d'orientations connues (relations de Nishiyama-Wassermann ou Kurdjumov-Sachs). Dans une deuxième étape, nous avons simulé les textures basse température à partir des textures haute température calculées. La comparaison des textures expérimentales et simulées nous a permis de mettre en évidence l'existence d'un mécanisme de sélection de variantes dont nous avons cherché à expliquer l'origine. La dernière étape de cette étude concerne donc l'élaboration d'un modèle de sélection de variantes. Dans ce modèle, nous avons supposé que la sélection de variantes est reliée au travail élastique de germination des variantes. Seules les variantes dont le travail élastique imposé à la matrice austénitique est inférieur à une valeur seuil sont formées.

De manière à comprendre l'influence des paramètres du procédé sur les propriétés des aciers, nous rappelons, dans un premier chapitre, des notions essentielles sur les aciers, et notamment les aspects métallurgiques de la transformation de phase. Nous donnons ensuite une description détaillée du procédé CSP, en montrant l'importance des paramètres d'élaboration pour l'obtention du produit final possédant les propriétés mécaniques souhaitées.

Dans un deuxième chapitre, nous introduisons la notion d'orientation d'un cristal. Nous montrons comment il est possible de mesurer expérimentalement l'orientation d'un grain par la technique EBSD, ou bien de déterminer la distribution des orientations à l'échelle macroscopique, d'un ensemble de cristaux représentatif de l'échantillon par diffraction des rayons X. Nous présentons ensuite la méthode harmonique d'analyse de texture, permettant de calculer la fonction de texture à partir des données expérimentales.

Le troisième chapitre de cette étude concerne la caractérisation des aciers à température ambiante du point de vue des microstructures, des textures et des propriétés mécaniques. Nous montrons comment certains paramètres du procédé (laminage à chaud, vitesse de refroidissement) peuvent conduire à différents états métallurgiques à l'état ferritique. Nous donnons ensuite, sur la base de ces observations, une interprétation qualitative de deux propriétés mécaniques particulières de ces tôles d'acier : la limite d'élasticité et son anisotropie dans le plan de tôle.

L'anisotropie des propriétés mécaniques à température ambiante étant reliée à la texture, nous avons entrepris une étude de la texture mère γ , qui engendre par transformation de phase la texture α . Dans le quatrième chapitre, nous exposons différentes méthodes pour évaluer la texture de cette phase haute température. La texture austénitique parente est dans un premier temps évaluée à partir de la texture de la phase minoritaire d'austénite résiduelle présente dans l'une des nuances étudiée par mesure de la diffraction des rayons X. L'origine de la texture austénitique a pu être interprétée en simulant la déformation plastique de la brique au cours du laminage à chaud à l'aide d'une version du modèle de Taylor. Enfin, la texture parente a été reconstruite à partir de la texture ferritique à l'aide d'une méthode qui s'appuie sur la positivité de la FDO parente. Les textures obtenues présentent les mêmes tendances que les textures expérimentales, ce qui nous a permis de valider la méthode de reconstruction des textures austénitiques. Ces textures ont ensuite servi de base aux différentes simulations de changement de texture.

Le cinquième chapitre concerne l'étude des changements de texture par transformation de phase. Dans une première partie, nous présentons une étude des relations d'orientation entre les deux phases, basée sur l'analyse de désorientations aux joints de grains. L'évaluation de la texture austénitique à haute température nous permet d'étudier, dans un second temps, la statistique d'apparition des variantes de ferrite à l'aide d'un modèle de transformation de phase. La comparaison des textures ferritiques expérimentales et simulées sans sélection de variantes nous a permis de mettre en évidence un phénomène de sélection de variantes. La dernière partie de l'étude concerne la mise en œuvre d'un modèle de transformation de phase avec sélection de variantes. Un modèle permettant de reproduire les principales tendances de la texture expérimentale est proposé. Selon ce modèle, seules les variantes dont le travail élastique imposé à la matrice austénitique est inférieur à une valeur seuil sont formées.

1. LES ACIERS HSLA ELABORES PAR CSP

1.1. Introduction

Le procédé CSP, Compact Strip Production, est un procédé d'élaboration de bandes minces en coulée continue mis au point par la société SMS Demag. La production en coulée continue de tôles minces d'aciers à basse teneur en carbone est aujourd'hui maîtrisée. Ces aciers présentent toutefois des propriétés mécaniques modestes, notamment une limite élastique inférieure à 300 MPa. Aussi, la production par coulée continue d'aciers à haute limite élastique (supérieure à 350 MPa), ou HSLA, présente un enjeu économique important et fait l'objet de nombreuses études.

La suppression d'étapes de fabrication intermédiaires par rapport au procédé classique, fait du procédé CSP une voie de production rapide et économique. De plus, ce procédé présente une très grande flexibilité, offrant la possibilité de réaliser des coulées de différentes capacités et de compositions chimiques extrêmement variées. D'autre part, la demande d'aciers HSLA (High Strength Low Alloy) est en pleine expansion, notamment dans l'industrie automobile. En effet, grâce à ce type d'aciers dont la limite élastique peut atteindre 700 MPa, il est possible d'obtenir des tôles plus résistantes et plus légères qu'avec des aciers classiques.

La réalisation par la voie CSP d'aciers HSLA possédant les propriétés mécaniques souhaitées exige une maîtrise parfaite des paramètres de procédé et une connaissance approfondie de la physique de ces matériaux relativement nouveaux. Ceci est illustré dans ce chapitre, où nous montrons les spécificités du procédé, ainsi que les conditions à remplir pour la conception de produits semi-finis répondant au cahier des charges. Quelques points importants concernant la métallurgie des aciers nous apparaissent essentiels à la bonne compréhension de cette étude et sont rappelés dans la première partie de ce chapitre.

1.2. Les aciers HSLA

1.2.1. Le fer pur

Le fer est un élément chimique de la famille des métaux de transition. Il cristallise, selon la température, sous les deux formes allotropiques c.c. et c.f.c., comme schématisé sur la figure 1.1. Ainsi le fer subit deux transformations de phases à l'état solide, s'accompagnant d'un changement de structure cristalline. La phase stable à température ambiante est la phase α , dont le paramètre de maille à 20 °C est $a_\alpha = 0.2866$ nm. Le paramètre de maille de la phase γ à 912 °C est $a_\gamma = 0.3647$ nm.

Les températures de transformation allotropiques, dans les conditions d'équilibre sont notées Ae_3 et Ae_4 . Au cours d'un refroidissement en dehors des conditions d'équilibre, les températures de transformation de phase sont abaissées, et ce d'autant plus que la vitesse de

refroidissement augmente. Les températures de transitions allotropiques sont alors notées Ar_3 et Ar_4 . Ainsi, lors d'un refroidissement à $120\text{ }^\circ\text{C/s}$, Ar_3 se situe à $892\text{ }^\circ\text{C}$.

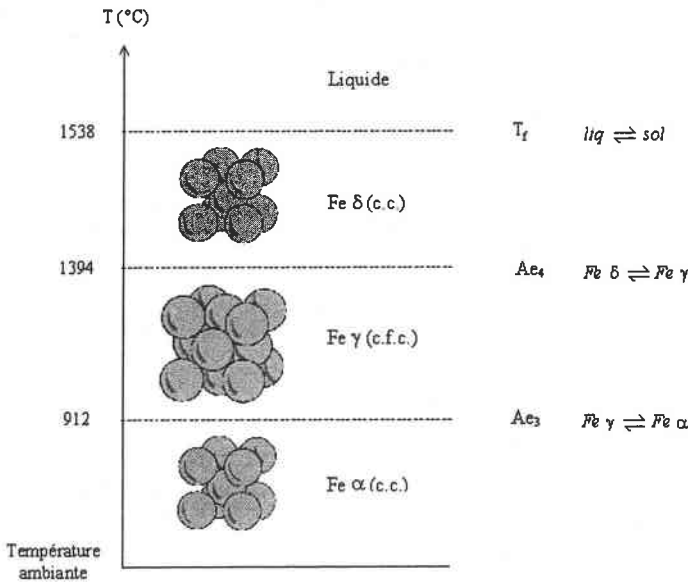


Fig. 1.1 : Diagramme d'équilibre du fer pur.

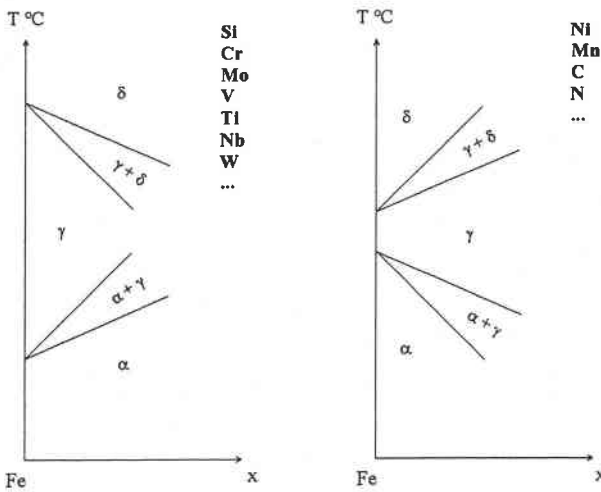


Fig. 1.2a

Fig. 1.2b

Fig. 1.2 : Représentation schématique du diagramme d'équilibre du système Fe-Y pour différents éléments Y alphagènes (Fig. 1.2a) et gammagènes (Fig. 1.2b). x est la concentration du soluté Y.

1.2.2. Les alliages ferreux

On appelle acier les alliages fer – carbone comportant un taux de carbone inférieur à environ 2 %. En raison de leur mode d'élaboration, les aciers industriels sont des alliages comportant de nombreux éléments (Fe, C, Mn, Si, P, S, Cu, etc.). Les aciers HSLA sont des alliages ferreux, comportant un faible pourcentage massique d'éléments étrangers introduits volontairement ou non (C, N, Mn, V, Ti, Nb, etc.), dont le rôle principal est de créer des

phases minoritaires par précipitation. Cependant, une fraction des éléments d'alliage reste en solution dans le fer, sans en modifier la structure cristalline. On dit alors que les éléments d'alliage forment une solution solide dans le fer, où, par analogie avec les liquides, le fer est le solvant et l'ensemble des éléments étrangers est appelé soluté. Les solutions solides dans le fer γ sont appelées austénites, ou phases γ . Les solutions solides dans le fer α et δ sont appelées ferrites, respectivement désignées par α et δ . Les éléments du soluté de faible rayon ionique, comme le bore, le carbone, l'azote, l'oxygène sont en insertion dans le solvant. Les autres éléments d'alliage se trouvent essentiellement en substitution d'ions ferreux.

La mise en solution solide d'éléments d'alliages dans le fer modifie la stabilité du système, ce qui influe sur la position des points Ae_3 et Ae_4 de transformation de phase à l'équilibre. On appelle alphasène tout élément stabilisant les phases c.c. (α et δ) et gammagène tout élément stabilisant la phase γ (Cf. Fig. 1.2). Ainsi le carbone, l'azote, le nickel et le manganèse sont les principaux éléments gammagènes et jouent un rôle particulier dans les mécanismes physico-chimiques des aciers.

1.2.3. Le système binaire Fe-C

Les aciers HSLA constituent un système très complexe en raison du grand nombre d'éléments présents. L'étude préalable d'un système binaire plus simple Fe-C est indispensable à une bonne compréhension de la métallurgie de ces aciers.

En plus des phases α , γ et δ déjà mentionnées, une quatrième phase solide peut être présente dans les alliages Fe-C : la cémentite ou carbure de fer Fe_3C . C'est un composé défini à maille orthorhombique. A haute température, la cémentite a tendance à se décomposer en fer et graphite : la cémentite est un composé métastable. Cependant, les conditions d'élaboration des aciers sont telles que les transformations à partir de l'état liquide sont décrites uniquement par le diagramme métastable Fe - Fe_3C .

Le diagramme métastable du système Fe-C est caractérisé par trois transformations réversibles qui amènent successivement le système Fe-C de l'état liquide à l'état stable à température ambiante (Fig. 1.3) :

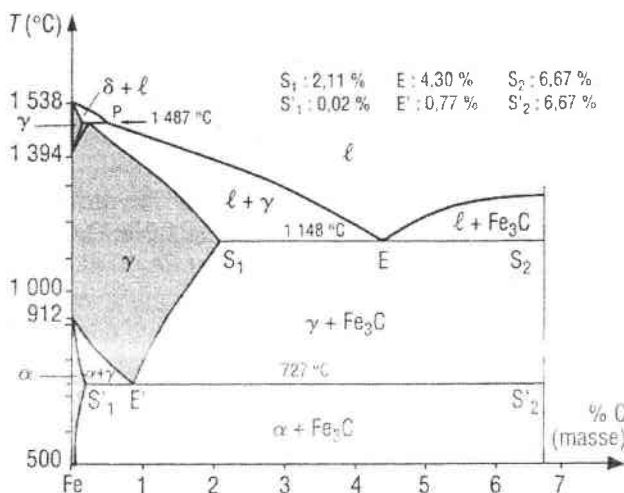
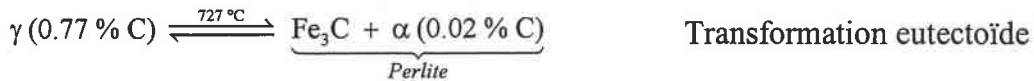
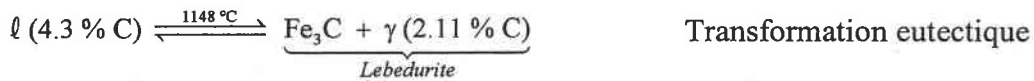
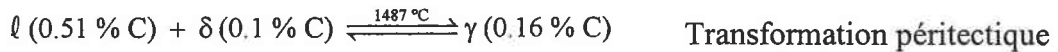


Fig. 1.3 : Diagramme d'équilibre métastable Fe-C. (Précis de Métallurgie, Barralis et Maeder 1997)



Ces transformations sont repérées sur le diagramme d'équilibre métastable respectivement par les points P, E et E'. La transformation de phase austénite – ferrite est d'une très grande importance dans le processus d'élaboration industrielle par CSP, car elle relie l'état métallurgique de la phase γ haute température obtenu après traitement thermomécanique, à celui de la phase α du produit final. Toutefois, dans les conditions d'élaboration industrielle des aciers, la vitesse de refroidissement est élevée, et la transformation de phase ne s'effectue pas dans des conditions réversibles. D'autre part, les aciers à haute limite élastique sont des aciers dont la teneur en carbone est inférieure à la composition eutectoïde (ces aciers sont dits hypoeutectoïdes). Ainsi, pour ce type d'acier, la transformation de phase n'est jamais purement perlitique. En fonction de la composition des aciers et de la vitesse de refroidissement, plusieurs types de transformation de phase peuvent se produire, conduisant à une grande variété de microstructures et de constituants. Les principaux aspects métallurgiques de la transformation de phase des aciers en dehors des conditions d'équilibre sont rappelés dans le paragraphe suivant.

1.2.4. Aspects métallurgiques de la transformation de phase γ - α

1.2.4.1. Formation de la ferrite proeutectoïde

Au cours d'un refroidissement lent d'austénite hypoeutectoïde (dont le taux de carbone est inférieur à 0.77 %), le premier produit de la transformation est la ferrite proeutectoïde. Cette transformation intervient à la température Ar_3 , inférieure à la température d'équilibre Ae_3 . Pour des raisons de minimisation de l'énergie d'interface et d'énergie de contrainte élastique, la germination de la ferrite s'effectue préférentiellement aux joints de grains austénitiques. Dans les premiers temps de la transformation, la surface des joints austénitiques est couverte de nouveaux grains de ferrite (allotriomorphes). Si la température est abaissée suffisamment rapidement, des embryons à l'intérieur des grains d'austénite peuvent atteindre la taille critique et donner naissance à de nouveaux grains de ferrite (idiomorphes) qui croissent en même temps que ceux formés aux anciens joints de grains austénitiques. La germination à l'intérieur des grains austénitiques est favorisée lorsque l'austénite est déformée avant transformation de phase. En effet, l'augmentation de la densité de défauts cristallins favorise la germination.

La germination et la croissance reconstructive de la ferrite conduisent à un échange d'atomes entre le germe et l'austénite. A l'interface, les teneurs en solutés dans le germe de ferrite et

dans l'austénite correspondent localement à celles de l'équilibre. Il se forme ainsi des gradients de composition dans les deux phases. Pendant la transformation, l'austénite est enrichie en éléments gammagènes (notamment en carbone) et la ferrite est enrichie en éléments alphagènes. Lorsqu'au cours de la transformation, la teneur en carbone de l'austénite est suffisamment élevée, la formation de la ferrite est interrompue. L'austénite se transforme alors en perlite, bainite ou martensite.

1.2.4.2. La transformation perlitique

Dans un acier eutectoïde (à 0.77% de carbone) la transformation de phase s'effectue par la germination coopérative de deux phases juxtaposées. L'élimination du carbone dans l'embryon de la ferrite crée, dans l'austénite voisine, l'enrichissement nécessaire pour la formation de la cémentite. La croissance des germes conduit à la formation d'un constituant lamellaire appelé perlite.

Dans le cas des aciers hypoeutectoïdes, la formation de la ferrite proeutectoïde est interrompue lorsque l'enrichissement de l'austénite en carbone est suffisant pour permettre la germination de la perlite. L'austénite peut devenir sursaturée en carbone vis-à-vis de la cémentite ce qui favorise la formation de germes de cémentite à l'interface ferrite – austénite et déclenche la croissance coopérative de la perlite.

1.2.4.3. La transformation bainitique

Lorsque par refroidissement rapide, on porte l'austénite à une température suffisamment basse (environ 200 °C en dessous de A_{r3}), la diffusion des éléments alliés en substitution devient de plus en plus difficile et les transformations ferritique et perlitique sont remplacées par la transformation bainitique. Le mécanisme de base de cette transformation, est celui de la germination displacive de la phase ferritique du constituant.

On pense aujourd'hui que la croissance de l'embryon de la bainite est précédée par le transfert du carbone vers la phase mère, sans partition des solutés substitutionnels (germination para-équilibre). La propagation des germes de ferrite s'effectue par un mécanisme de cisaillement. Cette transformation crée une déformation plastique locale du métal et l'on observe une densité importante de dislocations qui contribue à la résistance mécanique des bainites.

Du point de vue des microstructures, les bainites sont des constituants composés d'un mélange de ferrite et de carbures, dont les morphologies sont d'une grande diversité. Dans les aciers dont la teneur en carbone est supérieure à environ 0.2%, on observe deux formes distinctes de morphologie, dénommées bainite supérieure et bainite inférieure. La bainite supérieure, qui se forme dans une gamme de températures située immédiatement en – dessous de la température de transformation perlitique, est constituée cémentite localisée entre les lattes de ferrites. Lorsque la transformation a lieu à plus basse température, le constituant est appelé bainite inférieure. Dans ces conditions de petites plaquettes de cémentite se forment dans les zones sursaturées en carbone à l'intérieur des lattes de ferrite.

Pour les aciers microalliés, dont la teneur en carbone est inférieure à 0.2%, la fraction volumique de cémentite diminue et la forme des lattes ferritiques devient plus floue ou plus irrégulière. En raison de la complexité des microstructures bainitiques, il se pose un problème de terminologie, et aucune des définitions proposées par de nombreux auteurs ne fait l'unanimité. Parmi les différentes classifications recensées dans la littérature, celle de Bramfitt – Speer semble la plus générale (Cf. Tab. 1.1) (Bramfitt et Speer 1990, Thompson et al. 1990, Krauss et Thompson 1995).

Type de bainite	Morphologie	Constituant
B1	ferrite aciculaire	cémentite (B ₁ ^c)
	avec précipitation dans les lattes	carbure epsilon(B ₁ ^c)
B2	ferrite aciculaire	cémentite (B ₂ ^c)
	avec précipitation de couches	austénite (B ₂ ^a)
	(ou particules) entre les lattes	martensite (B ₂ ^m)
B3	ferrite aciculaire	austénite (B ₃ ^a)
	avec des constituants discrets	martensite (B ₃ ^m)
		perlite (B ₃ ^p)

Tab. 1.1 : Tableau montrant les différents types de bainite, selon la classification de Bramfitt et Speer

Cette classification qui regroupe une large variété de morphologies peut être utilisée pour la description de bainites d'aciers HSLA.

1.2.4.4. La transformation martensitique

Lorsque la vitesse de refroidissement de l'austénite est supérieure à une valeur critique qui se situe entre environ 100 et 1 000 °C.s⁻¹ selon la teneur en carbone, la transformation de l'austénite s'effectue par transformation martensitique. La vitesse de refroidissement nécessaire à la transformation martensitique est telle que la diffusion des atomes, y compris le carbone, est impossible. Le produit de la transformation, la martensite, se forme par un mouvement coopératif d'atomes, mettant en jeu des déplacements sur des distances inférieures aux distances interatomiques. La transformation martensitique est dite displacive. Pour cette raison, la teneur en carbone de la martensite est identique à celle de l'austénite initiale.

La martensite possède une structure quadratique centrée (q.c.) où les atomes de carbone occupent les sites octaédriques (Fig. 1.4). Le rapport de quadraticité c/a de la maille dépend essentiellement de la teneur en carbone. Pour les aciers non alliés, ce rapport est donné par la formule suivante (Hultgren et Zapffe 1938) :

$$\frac{c}{a} = 1 + 0.045 \times [C]$$

où [C] est le pourcentage massique de carbone.

Dans le cas des aciers microalliés (où le taux de carbone est de l'ordre de 0.05% massique) la quadraticité de la martensite n'est généralement pas détectable expérimentalement.

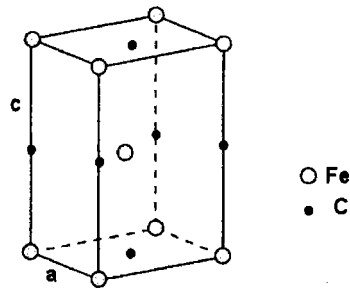


Fig. 1.4 : Maille élémentaire de martensite

Relations d'orientation

Expérimentalement, deux relations d'orientation sont couramment observées dans les transformations martensitiques entre réseaux de symétrie cubique. Il s'agit des relations de Nishiyama – Wassermann (NW) et Kurdjumov – Sachs (KS) définies ci-dessous (Nishiyama 1978) :

$$\text{Nishiyama – Wassermann (NW)} \quad (111)_\gamma // (110)_\alpha \quad \langle \bar{2}11 \rangle_\gamma // \langle \bar{1}10 \rangle_\alpha$$

$$\text{Kurdjumov – Sachs (KS)} \quad (111)_\gamma // (110)_\alpha \quad \langle \bar{1}10 \rangle_\gamma // \langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle_\alpha$$

Les relations de NW sont généralement vérifiées dans les alliages Fe-30Ni, alors que les relations de KS ont été observées dans certaines nuances d'aciers.

1.2.5. Propriétés mécaniques des aciers HSLA

Les aciers HSLA possèdent une limite élastique élevée, associée à de bonnes propriétés de résilience. Ces aciers ne présentent pas de transition ductile – fragile au – dessus de -40°C , ce qui rend possible leur utilisation dans les conditions extrêmes de température rencontrées sur terre. Généralement, la limite élastique des aciers peut être accrue en augmentant la teneur en carbone. En effet, le carbone en solution solide et les précipités de carbure (ou carbonitrures) limitent le mouvement des dislocations et retardent la déformation plastique. Le carbone est cependant un élément fragilisant et l'augmentation de la limite élastique se fait au détriment des propriétés de résilience.

Un bon compromis entre la résistance et la résilience peut être obtenu en adaptant les compositions chimiques et les conditions d'élaboration. Les aciers HSLA possèdent des taux

de carbone relativement bas, de l'ordre 0.05 %. Les éléments d'alliage (N, Mn, V, Ti, Nb, etc.) sont ajoutés en faible proportion, dans deux buts principaux :

- pour limiter la croissance des grains d'austénite au cours de l'étape d'élaboration à chaud
- pour renforcer la ferrite à température ambiante.

Les mécanismes mis en jeu pendant l'étape d'élaboration à haute température seront présentés dans le prochain paragraphe. Nous nous intéressons ici au comportement des aciers à température ambiante.

1.2.5.1. Comportement plastique des aciers HSLA

D'une manière générale, la présence d'éléments d'alliage à basse température, sous forme de carbonitrides ou sous forme de solutés, contribue à l'augmentation de la limite élastique du produit final. En adaptant les paramètres d'élaboration à haute température, une microstructure favorable peut être obtenue et contribue à la résistance des aciers HSLA. Les mécanismes permettant d'augmenter la résistance des aciers, appelés mécanismes de durcissement, jouent un rôle essentiel dans le comportement mécanique des aciers HSLA et sont décrits ci – dessous.

Durcissement par solutés

Les éléments d'addition en solution solide dans la ferrite créent des champs de contraintes élastiques en raison de leur différence de taille avec les atomes de fer (dans le cas des solutés substitutionnels) ou avec les sites interstitiels (pour les solutés interstitiels). D'autre part, ils modifient localement les constantes élastiques du réseau cristallin par leur effet sur les forces de liaison interatomiques. Lorsqu'une ligne de dislocation passe près d'un soluté, la superposition de son champ élastique propre à celui du soluté conduit à une diminution de l'énergie de l'ensemble. Les solutés ancrent les dislocations et créent une force de freinage à leur déplacement.

Plusieurs auteurs (Gladman et al. 1976, Grumbach 1991) proposent une estimation du renforcement par solution solide, notée σ_s , où la contribution de chaque élément est proportionnelle à sa concentration c_i :

$$\sigma_s = \sum_{i=1}^n k_i c_i \quad (1.1)$$

Le durcissement par les solutés interstitiels est plus élevé que celui par les solutés substitutionnels, en raison de la plus grande différence de taille par rapport à celle des atomes de fer. Ainsi les coefficients k du carbone et de l'azote sont supérieurs à ceux des interstitiels, d'au moins un ordre de grandeur (Thomas et Guttman 1994a).

Durcissement par dispersion de précipités

Les particules des phases mineures dispersées dans la ferrite offrent une forte résistance au glissement des dislocations car les systèmes de glissement dans le réseau de la deuxième phase sont différents de ceux de la matrice. Sous l'influence des contraintes appliquées, les dislocations de la matrice peuvent contourner les obstacles en créant une boucle de dislocation au voisinage de la particule comme indiqué sur la figure 1.5 (Majta et al. 1996, Thomas et Guttman 1994a). Ce processus consomme de l'énergie mécanique et augmente la contrainte d'écoulement.

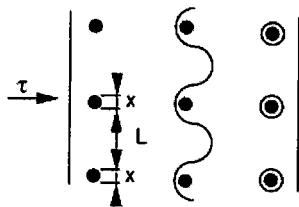


Fig. 1.5 : Schématisation du mécanisme de contournement d'une particule par une dislocation

Dans certains cas particuliers où il existe une continuité entre le plan de glissement de la ferrite et un plan de glissement dans la particule, la dislocation peut traverser la particule par cisaillement. Pour la majorité des aciers, la taille des précipités ne permet pas l'activation de ce mécanisme.

L'augmentation de contrainte σ_p lié au contournement des particules par les dislocations peut s'exprimer sous la forme de l'équation modifiée de Ashby – Orowan (Irvine et Baker 1984) :

$$\sigma_p = \frac{0.3Gb f^{1/2}}{\bar{x}} \ln\left(\frac{\bar{x}}{2b}\right) \quad (1.2)$$

Où f est la teneur volumique de particules dans la ferrite, \bar{x} le diamètre moyen d'intercept des particules dans le plan de glissement, b le vecteur de Burgers et G le module de cisaillement du matériau.

Ainsi, à fraction volumique f de précipités identique, σ_p augmente lorsque le diamètre moyen des particules diminue. Pour une taille de précipités donnée, le renforcement σ_p augmente lorsque la fraction volumique des précipités augmente. Ceci peut être résumé par le graphe suivant (Fig. 1.6) :

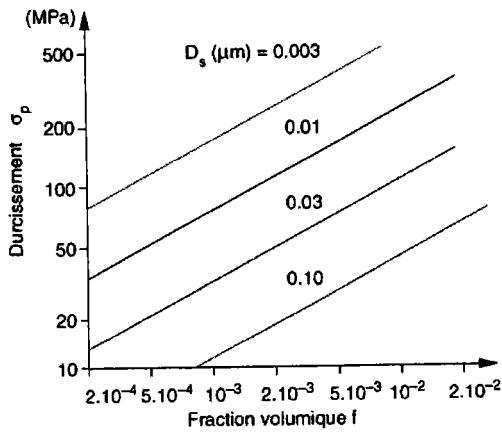


Fig. 1.6 : Evolution du durcissement σ_p en fonction de la fraction volumique des précipités et de leur diamètre moyen D_s (Guttmann 1994a)

Pour des raisons similaires, la présence d'une seconde phase minoritaire de martensite ou d'austénite résiduelle contribue à renforcer la ferrite à température ambiante. La contribution de ce renforcement, noté σ_{sp} est cependant difficile à quantifier et dépend notamment de la nature, la taille et la répartition de cette seconde phase.

Durcissement par joints de grains

Dans le cas de la ferrite polycristalline, la désorientation entre deux grains empêche le passage d'une dislocation d'un grain à un autre. Aux joints de grains, les dislocations en mouvement s'empilent, ce qui crée un champ de contraintes dans le grain voisin. Ce champ de contraintes est d'autant plus élevé que le nombre de dislocations dans l'empilement est grand. Au-delà d'une valeur critique, les contraintes sont suffisantes pour activer une source de dislocations dans le grain voisin et pour propager ainsi la déformation plastique d'un grain à l'autre. La variation de la limite d'élasticité résultant du blocage des dislocations aux joints de grains peut s'exprimer sous la forme de la relation de Hall – Petch :

$$\sigma_j = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (1.3)$$

Où k_y est une constante, souvent exprimée en $N.mm^{-3/2}$ et d le diamètre moyen des grains.

Durcissement par sous-joints de grains

Les sous-joints de grains contribuent de manière importante au renforcement des aciers HSLA. Habituellement, le mécanisme de durcissement par sous-joints de grains peut s'exprimer sous une forme similaire à la loi de Hall – Petch :

$$\sigma_{sj} = k_s l^m \quad (1.4)$$

Où m est un exposant variant entre -1 et $-1/2$ (Baker 1979), l est la longueur moyenne d'intercept des sous-joints de grains et k_s un paramètre dépendant de la désorientation du sous-joint de grain (Li 1963).

Le durcissement par dislocations

La superposition des champs de contraintes élastiques créés par des dislocation induit des forces d'attraction et de répulsion entre ces dernières, contribuant à l'augmentation de la limite d'élasticité des matériaux. Cette contribution peut s'exprimer sous la forme suivante (Keh 1965) :

$$\sigma_d = \alpha G b \rho^{1/2} \quad (1.5)$$

où G est le module de cisaillement du fer pur, b le vecteur de Burgers, ρ la densité de dislocations et α un paramètre dépendant de l'interaction entre dislocations à une température donnée.

Enfin, un dernier type de renforcement doit être signalé : il s'agit d'un renforcement lié à la texture du matériau (noté σ_t). L'activation des systèmes de glissement d'un monocristal dépend de son orientation par rapport à la contrainte appliquée. Dans le cas d'un polycristal, la déformation plastique dépend de la statistique d'orientation des grains, c'est à dire de la texture, et de la direction de sollicitation. Ainsi, deux matériaux ne différant que par leur texture peuvent posséder deux limites élastiques différentes.

Loi de Hall – Petch généralisée

La limite élastique du matériau peut s'exprimer sous la forme de loi de Hall – Petch généralisée prenant en compte l'ensemble des contributions de durcissement (Österle 1994, Majta et al. 1996) :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (1.6)$$

avec : $\sigma_0 = \sigma'_0 + \sigma_d + \sigma_s + \sigma_p + \sigma_{sp} + \sigma_{sj} + \sigma_t$

où σ'_0 est la contrainte de friction interne, pouvant être estimée à 70 MPa pour des aciers bas carbone (Irvine et Baker 1984).

Ainsi, l'augmentation de limite élastique peut être obtenue en adaptant les paramètres de procédé de manière à :

- (i) affiner la microstructure ferritique par limitation de la croissance des grains de la phase austénitique,
- (ii) créer des phases minoritaires (précipités carbonitrurés, éventuellement martensite et austénite résiduelle), en choisissant des paramètres de refroidissement adéquats.

Dans le paragraphe 1.3, nous allons montrer comment ces deux conditions peuvent être réalisées en choisissant des paramètres du procédé adaptés et exposer les mécanismes mis en jeu au cours de l'élaboration des aciers HSLA.

1.2.5.2. Les propriétés de résilience des aciers

La rupture fragile des aciers

La prise en compte de la limite d'élasticité d'un matériau déduite de l'essai de traction peut être insuffisante dans le calcul de la résistance des structures. En effet, dans des conditions particulières, la rupture peut se produire en – dessous de la limite d'élasticité, par un mode de rupture différent de celui rencontré au cours d'un essai de traction. Ces modes de rupture brutale, dont un cas particulier est la rupture fragile, sont d'une grande importance et doivent être également considérés.

On dit qu'un matériau est fragile s'il n'est pas possible de le déformer d'une façon appréciable sans provoquer sa rupture. La fragilité d'un matériau dépend des conditions dans lesquelles il est déformé. Généralement, la ductilité (l'inverse de la fragilité) d'un matériau augmente lorsque la température de déformation augmente. D'autre part, les matériaux présentent généralement une transition ductile – fragile, au cours de laquelle la ductilité peut varier rapidement dans une plage de température plus ou moins restreinte.

Plusieurs facteurs peuvent influencer la résistance à la rupture fragile, ainsi que la température de transition ductile – fragile. Deux de ces facteurs ont un rôle très important :

Influence de la taille de grain

Par une étude théorique, Petch a montré que la température de transition est proportionnelle à $\text{Log}(d^{-1/2})$, où d est le diamètre moyen du grain ferritique (Petch 1959). Dans le cas d'aciers de type E36 calmés à l'aluminium, la température de transition est abaissée de 50°C lorsque la taille de grain moyenne passe de 20 à 100 μm .

Influence de la teneur en carbone

L'influence de la teneur en carbone a été mise en évidence par Rinebolt et Harris (Rinebolt et Harris 1951). Lorsque la teneur en carbone augmente,

- (i) les courbes de transition deviennent de moins en moins abruptes,
- (ii) la résilience au niveau ductile diminue,
- (iii) la température de transition est décalée vers les hautes températures.

Ces trois effets peuvent être résumés par le graphe suivant (Fig. 1.7).

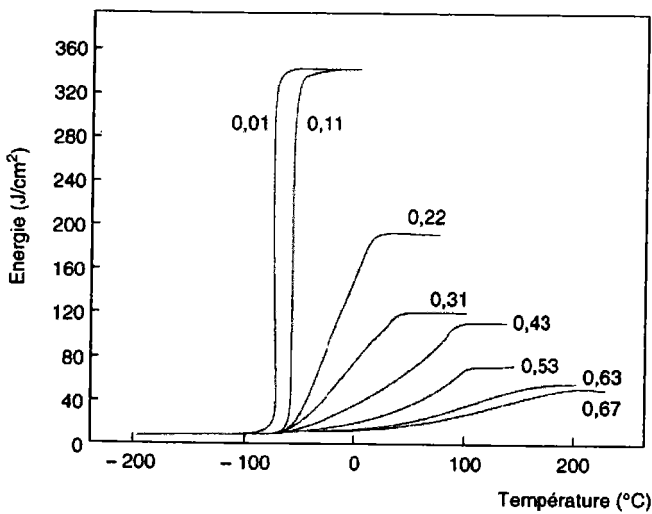


Fig. 1.7 : Influence de la teneur en carbone (en % massique) sur la forme de la courbe de transition ductile – fragile (selon Rinebolt et Harris 1951)

Ainsi, les aciers à faible taux de carbone peuvent présenter une chute très brutale de leur ductilité. Pour cette raison, il est important de caractériser les propriétés de résilience des aciers HSLA.

1.3. Le procédé CSP

1.3.1. Présentation du procédé (Flemming et Hensger 1998)

Le procédé Compact Strip Production (CSP) fait partie de la famille des procédés de production de tôles par coulée continue en bandes minces, permettant l'élaboration de produits laminés par chargement direct de brames. La figure 1.8 représente schématiquement la ligne de production CSP.

Cette ligne CSP se compose de quatre sections :

- La lingotière
- Le four d'homogénéisation
- Le train de laminoirs,
- La ligne de refroidissement, incluant le bobinage.

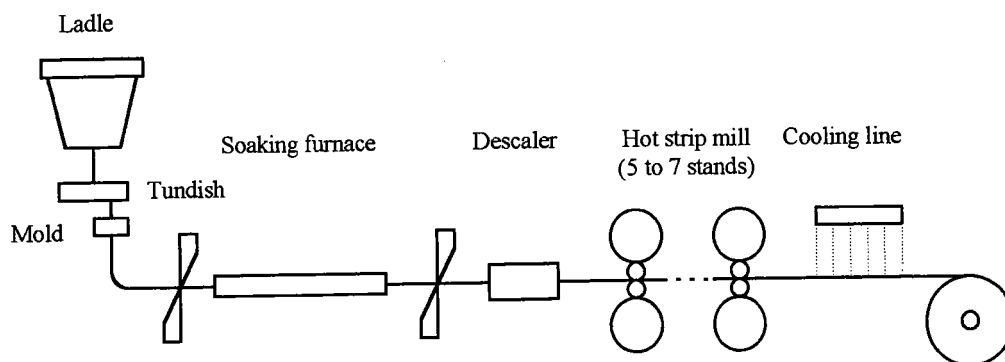


Fig. 1.8 : Représentation schématique d'une ligne de production CSP.

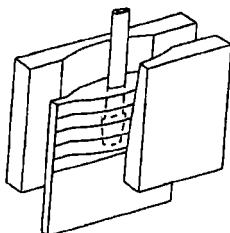


Fig. 1.9 : Représentation schématique de la lingotière CSP mise au point par la société SMS.

La lingotière conçue par la société SMS Demag permet de couler des bandes minces de 50 mm d'épaisseur avec une capacité de production permettant de rivaliser avec les procédés de coulée continue classiques, dont les épaisseurs de coulée se situent autour de 200 mm. De forme ovale à sa partie supérieure, la lingotière se rétrécit progressivement pour adopter une

forme rectangulaire de 50 mm de largeur à sa base (Cf. Fig. 1.9). Le métal en fusion est conduit par l'intermédiaire d'une busette immergée, permettant d'éviter tout contact de ce métal liquide avec l'azote et l'oxygène de l'air.

Une fois coulé, le métal se solidifie progressivement. Après homogénéisation de la température de la brame en phase austénitique, celle-ci entre dans le train de laminoirs. Le laminage à chaud (c'est à dire en phase austénitique), également appelé traitement thermomécanique constitue une étape essentielle de l'élaboration des aciers. En effet, l'état métallurgique des aciers à température ambiante, et donc leurs comportements mécaniques, sont héritées de l'état métallurgique de l'austénite en sortie de train de laminoir. Ainsi, l'augmentation de la densité de joints et sous-joints de grains de la phase parente à haute température permet de favoriser la germination de la ferrite et par conséquent d'affiner la microstructure ferritique finale. Pour ces raisons, le traitement thermomécanique se termine par une étape de laminage en – dessous de la température de recristallisation de l'austénite. Afin de pouvoir façonner l'état métallurgique de l'austénite au cours du traitement thermomécanique, le train de laminoir est composé de 5 à 7 cages, dans lesquelles la température et le taux de déformation peuvent être choisis en fonction de la composition chimique de l'acier.

En sortie de laminoir, la tôle subit un chemin de refroidissement qui l'amène en phase ferritique. Selon le chemin imposé, différents types de transformation de phase peuvent être réalisés. Les transformations perlitique et bainitique conduisant à des microstructures finales très différentes, la nature de la transformation de phase doit être choisie en fonction des propriétés mécaniques souhaitées. Comme nous l'avons détaillé précédemment, le type de transformation de phase $\gamma - \alpha$ influence fortement la microstructure des tôles, et par conséquent, leurs comportements mécaniques. Par exemple, une transformation de phase bainitique, mettant en jeu des mécanismes de cisaillement, conduit généralement à des microstructures ferritiques avec une haute densité de défauts cristallins, ce qui est favorable du point de vue de la résistance mécanique des aciers.

Après transformation de phase, la tôle est bobinée à une température se situant autour de 600 °C. La bobine se refroidit ensuite à l'air libre pour atteindre la température ambiante en quelques jours. Lors de cette dernière étape de refroidissement, la précipitation de phases mineures joue un rôle important.

Comparaison avec le procédé classique

Dans le cas d'un procédé d'élaboration classique, une première brame est coulée, laminée, puis refroidie jusqu'à température ambiante. Elle est ensuite réchauffée et laminée en phase austénitique jusqu'à l'épaisseur finale, puis refroidie.

Les différences entre le procédé CSP et le procédé classique sont évidentes. Outre les aspects économiques liés à la suppression de l'étape de refroidissement et de réchauffage, le procédé CSP permet d'obtenir des aciers dont les propriétés sont nettement meilleures. En effet, dans le cas du procédé classique, l'étape de réchauffement s'accompagne d'une recristallisation des grains austénitiques, conduisant à des microstructures ferritiques grossières en fin

d'élaboration. Dans le cas du procédé CSP, la majorité des éléments d'addition en phase austénitique sont dissous lorsque la brame entre dans le train de laminage. Ainsi, les deux mécanismes de traînage par soluté et de précipitation induite par la déformation, que nous allons décrire dans ce paragraphe, sont efficaces au cours du traitement thermomécanique. La recristallisation peut alors être stoppée dans les étapes du laminage à chaud. Les microstructures austénitiques obtenues sont alors beaucoup plus fines que celles obtenues par la voie classique.

1.3.2. Le traitement thermomécanique dans le procédé CSP

La déformation de l'austénite à chaud s'effectue principalement par le glissement cristallographique, provoquant une rotation des grains du matériau et une modification de sa texture. La déformation s'accompagne également de la formation de défauts cristallins (lacunes, dislocations), dont la présence au sein du matériau entraîne une augmentation de son énergie interne. Cet état écroui étant instable, le matériau a tendance à évoluer pendant et après la déformation. Dans le cas des métaux on connaît deux types de mécanismes permettant une diminution de la densité de défauts, et dont la cinétique dépend fortement de la température : la restauration et la recristallisation.

La restauration intervient à température inférieure à la température de recristallisation. Le mécanisme de restauration fait intervenir le réarrangement et la migration des dislocations, pour former des cellules de dislocations faiblement désorientées les unes par rapport aux autres. C'est le mécanisme de polygonisation. Dans le cas de l'austénite, dont l'énergie de faute d'empilement est faible, la montée des dislocations est difficile et le mécanisme de restauration est minoritaire. En revanche, les mécanismes de recristallisation jouent un rôle important dans l'évolution de la microstructure et de la texture en phase austénitique.

En fonction des paramètres du procédé imposés à la brame austénitique (déformation, vitesse de déformation, température ...), trois types de recristallisation peuvent se produire :

- La recristallisation dynamique, intervenant au cours de la déformation dans l'emprise des rouleaux du laminage.
- La recristallisation métadynamique (ou post-dynamique), qui apparaît entre les cages de laminage à la suite immédiate de la recristallisation dynamique.
- La recristallisation statique, se manifestant entre les cages de laminage, en l'absence de contrainte externe appliquée.

Le rôle principal du traitement thermomécanique est d'affiner la microstructure de l'austénite de manière à obtenir, après transformation de phase, une taille de grain ferritique fine. Ainsi, la recristallisation est un phénomène majeur à considérer dans l'étape de laminage à chaud.

La recristallisation dynamique est souhaitable en début du traitement thermomécanique car elle s'accompagne de la germination de nouveaux grains. Elle permet de transformer la

microstructure brute de coulée en une microstructure recristallisée plus fine et plus homogène. En revanche, les recristallisations métadynamique et statique, qui entraînent une diminution de la densité de défauts cristallins, doivent être évitées en fin de traitement thermomécanique. Ainsi, dans le procédé CSP, le traitement thermomécanique se décompose en deux phases.

La première phase consiste en un laminage à des températures supérieures à la température de recristallisation de l'acier. La seconde phase se déroule en – dessous de la température de recristallisation, de manière à augmenter la densité de défauts cristallins de l'austénite avant transformation de phase.

1.3.2.1. Recristallisation dynamique

Lorsqu'un acier HSLA est déformé en phase austénitique aux vitesses de déformation rencontrées au cours du procédé CSP, sa courbe d'écoulement est du même type que celle représentée sur la figure 1.10 (Flemming et Hensger 1998, Medina et Hernandez 1996).

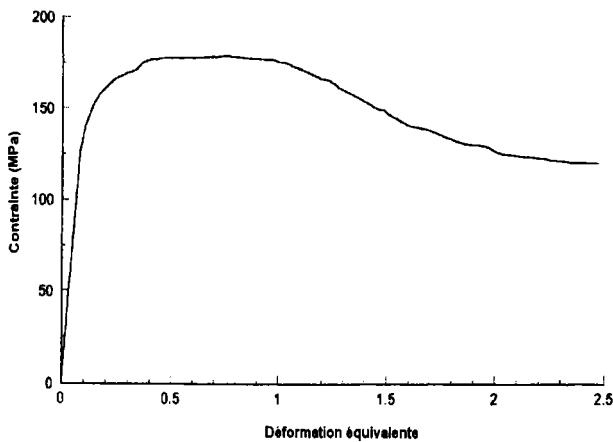


Fig. 1.10 : Courbe d'écoulement à 1100 °C et 5.224 s⁻¹ d'un acier microallié (Medina et Hernandez 1996)

Cette courbe d'écoulement présente les régions typiques de la déformation à chaud. La première partie de la courbe qui correspond à l'écroutissage du matériau, est caractérisée par une augmentation de la densité de dislocations, s'accompagnant d'une forte augmentation de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation. Avec l'augmentation de la déformation, les dislocations se multiplient et l'énergie accumulée dans le matériau devient suffisante pour que la recristallisation dynamique soit initiée. L'accumulation et le réarrangement des dislocations conduisent à la formation de joints de grain fortement désorientés où, localement, l'arrangement des atomes favorise la germination de nouveaux grains, exempts de défauts. Lorsqu'un germe atteint une taille critique, celui-ci croît sous l'action de la force motrice de diminution de l'énergie interne volumique. Le matériau s'adoucit, ce qui conduit à la décroissance de la contrainte d'écoulement. Sous l'action continue de la déformation, les grains nouvellement créés sont à nouveau écroutis et peuvent à leur tour donner naissance à des grains recristallisés. Un état stationnaire est alors atteint, correspondant à la dernière partie de la courbe d'écoulement où la contrainte d'écoulement est constante. On parle alors de recristallisation continue. On considère que la structure est

entièrement recristallisée, c'est-à-dire que tous les grains présents au début de la déformation a été au moins une fois le site d'une recristallisation.

Dans leur théorie, Sakai et al. montrent, que pour les vitesses de déformation de l'ordre de celles obtenues par CSP, la recristallisation dynamique s'accompagne d'un affinement de grains (Sakai et al. 1983, Sakai et Jonas 1984). Medina et Hernandez ont étudié la recristallisation dynamique d'un acier à taux de carbone moyen (% massique : 0.36C ; 0.20Si ; 0.82Mn) (Medina et Hernandez 1996). Les auteurs ont observé que la taille de grain du matériau recristallisé diminue lorsque la contrainte appliquée augmente, pour atteindre une valeur constante minimale qui représente la taille de grain obtenue par recristallisation dynamique continue (Fig. 1.11).

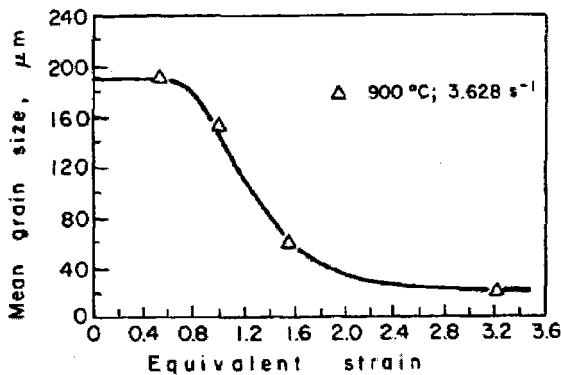


Fig. 1.11 : Evolution de la taille de grain en fonction du taux de réduction. D'après Medina et Hernandez 1996.

D'une manière générale, une diminution de la température et/ou une augmentation de la vitesse de déformation retardent la recristallisation dynamique (Sakai and Jonas 1984). De même, l'augmentation de la teneur en éléments d'additions, notamment en niobium, entraîne généralement un retard de la recristallisation dynamique (McQueen et al. 1995). Pour les aciers étudiés, à 1100 °C et pour une vitesse de déformation de 10 s⁻¹, une déformation de 0.5 est nécessaire pour l'initiation de la recristallisation dynamique. Ces conditions correspondent à la limite réalisable à l'aide du procédé CSP (Flemming et Hensger 1998).

Cependant, même en l'absence de recristallisation dynamique, un affinement de la microstructure brute de coulée est possible par recristallisation statique ou métadynamique entre les passes de laminage.

1.3.2.2. Recristallisation métadynamique.

Lorsque la déformation est interrompue avant d'atteindre le régime de recristallisation continue, (c'est à dire au voisinage du pic de la courbe contrainte – déformation de la figure 1.10), la structure finale dépend fortement du taux de recristallisation dynamique au moment de l'arrêt de la déformation. Les germes des nouveaux grains sont déjà présents dans le matériau et croissent en l'absence de contrainte appliquée, de manière analogue à la recristallisation statique. La cinétique de cette recristallisation, dite post-dynamique ou métadynamique, est par conséquent beaucoup plus rapide que la cinétique de recristallisation statique.

1.3.2.3. Recristallisation statique

La cinétique de la recristallisation statique dépend fortement de la température. De ce point de vue, deux températures limites sont généralement utilisées. On désigne par température de non-recristallisation (no recrystallization temperature), notée T_{nr} , la température en – dessous de laquelle la recristallisation statique est incomplète entre les passes de laminage.

La deuxième température caractéristique est la température d'arrêt de recristallisation (recrystallization stop temperature, T_{rs}). Cette température, inférieure à T_{nr} , correspond à la température maximale en – dessous de laquelle la recristallisation statique est totalement supprimée entre les cages de laminoirs.

La recristallisation statique peut se décomposer en deux stades : la germination et la croissance des germes. La germination correspond à la formation de régions de faibles tailles, exemptes de défauts et dont l'énergie libre est plus faible que dans le reste du matériau. La croissance des grains s'effectue par migration des joints de grains, dont la force motrice résulte de la diminution de la surface de joints de grains par unité de volume. Il est admis que la cinétique de croissance du grain recristallisé est d'autant plus grande que la désorientation avec la matrice environnante est grande (Doherty 1978). Par conséquent, la recristallisation s'accompagne d'un changement de texture. Pour les tôles d'acier laminées en phase austénitique, la texture de recristallisation comporte la composante principale $\{100\}\langle 001\rangle$ (Savoie et al. 1994)

De ces études, il apparaît que deux mécanismes principaux, que nous allons décrire par la suite, sont à l'origine du retard de la recristallisation : l'effet de traînage par solutés et l'ancrage des joints de grains aux précipités.

Trainage par solutés

Le phénomène de traînage par soluté est associé à la stabilisation des défauts structuraux de l'austénite (principalement les joints de grains) par ségrégation d'atomes de soluté. Ces derniers vont créer une force de freinage s'ils ne peuvent pas diffuser assez vite pour accompagner la migration de ces défauts. Le phénomène de ségrégation s'explique par la présence de sites atomiques distordus au niveau d'un joint de grain, dont l'énergie est supérieure à celle des sites intracristallins. L'énergie libre totale du joint de grain peut être abaissée si des atomes de soluté viennent occuper ces sites intergranulaires par diffusion depuis les cristaux voisins.

La ségrégation d'équilibre stabilisant le joint de grain, l'augmentation de la température a tendance à le déstabiliser. Ainsi, la ségrégation d'équilibre est d'autant plus forte que la température est basse. Cependant la cinétique d'approche de l'état d'équilibre est régie par la diffusion en volume, dont la vitesse diminue au contraire avec l'abaissement de la température. Il en résulte que pour une durée de maintien donnée, l'intensité de la ségrégation passe par un maximum en fonction de la température (Thomas et Guttman 1994b).

Ancrage des joints de grains aux précipités

La présence de précipités a une grande influence sur la croissance du grain recristallisé. Le déplacement du joint de grain à travers la particule exige une augmentation locale d'enthalpie, constituant une force de freinage.

Les premières approches des réactions de précipitation dans les aciers HSLA ont été basées sur des hypothèses de précipitations indépendantes de composés stœchiométriques. Depuis, l'idée introduite par Strid et Easterling (Strid et Easterling 1985) que les éléments d'alliages ont tendance à former des complexes carbonitrurés a été confirmée de nombreuses fois (Kuziak et al. 1995).

De nombreuses études ont également montré que la cinétique de précipitation est fortement accélérée par la déformation à chaud. En effet, le mouvement des dislocations au cours de la déformation plastique, dans les conditions d'un laminage industriel à haute vitesse de déformation, produit un important excès de lacunes. Il en résulte une augmentation significative du coefficient de diffusion des éléments d'addition dans l'austénite et par conséquent, une accélération de la précipitation des éléments d'alliage se trouvant en solution solide (Flemming et Hensger 1998, Militzer et al. 1994). On parle alors de précipitation induite par la déformation. Bai et al. ont par ailleurs constaté expérimentalement une augmentation de la cinétique de précipitation avec l'augmentation de la déformation pouvant s'expliquer par l'augmentation de la densité de défauts cristallins (Bai et al. 1993).

En raison de leurs températures de dissolution élevées (pouvant être supérieures à 1000 °C) les carbonitrides de niobium, Nb(C,N), ont une grande influence sur la température de recristallisation. Alors qu'un acier au manganèse possède une température de recristallisation de l'ordre de 800 °C, l'ajout de 0.04 % massique de niobium fait passer cette température à 1030 °C (De Ardo 1995).

En principe, les deux mécanismes de retardement de la recristallisation, l'effet de traînage par soluté et la précipitation, peuvent être effectifs au cours du traitement thermomécanique. Cependant, la cinétique de précipitation est généralement lente, et celle-ci est efficace lorsque le temps entre les passes de laminage est suffisamment grand. En revanche, le mécanisme de traînage par soluté est opérant dès que la brame sort du laminoir, et son efficacité diminue au cours du temps. Il en résulte que la température de non recristallisation est minimale pour des temps entre passes de laminage correspondant à la cinétique de formation des premiers précipités (Djahazi et al. 1992, Bai et al. 1996).

1.3.3. La transformation polymorphique $\gamma - \alpha$

La microstructure des aciers HSLA est héritée de l'état métallurgique de l'austénite en sortie de train de laminoirs au travers de la transformation de phase $\gamma - \alpha$. En raison de la composition des aciers et des conditions de refroidissement industrielles, une fraction importante d'austénite se transforme par germination et croissance en ferrite proeutectoïde. Pour cette raison il est important d'avoir une bonne connaissance des mécanismes de transformation de l'austénite en ferrite.

Germination de la ferrite proeutectoïde

Les mécanismes de germination de la ferrite proeutectoïde ont fait l'objet de plusieurs travaux (Inagaki 1987, Inagaki 1988). Le principe de l'étude consiste à soumettre un acier à une transformation perlitique isotherme de manière à initier la germination de la ferrite proeutectoïde, puis à le tremper, de sorte que les germes de ferrite formés aux premiers stades de la transformation de phase se distinguent nettement des platelets de martensite. Inagaki a notamment étudié la germination de la ferrite dans des aciers microalliés au niobium par observation au microscope électronique à transmission des germes de ferrite formés aux premiers stades de la transformation de phase.

Les observations d'Inagaki confirment le fait communément admis que les premiers germes de ferrite apparaissent préférentiellement au niveau des joints de grains austénitiques. En effet, la germination hétérogène favorise la formation du germe en minimisant l'énergie d'interface. Dans un deuxième temps, la germination de la ferrite peut se produire à l'intérieur des grains austénitiques, que ce soit dans le cas d'une transformation en refroidissement continu (Flemming et Hensger 1998) ou en maintien isotherme (Inagaki 1985). Dans le cas des aciers HSLA laminés en-dessous de la température de recristallisation, l'austénite possède en sortie de laminage une grande densité de défauts cristallins (sous-joints de grains, bandes de déformation) favorisant la germination de la ferrite.

Inagaki observe par ailleurs que la majorité des germes présentent la forme de platelets (plate-like form), ce qui a été également observé par Ryder et Pitsch (Ryder et Pitsch 1966, Ryder et al. 1967). D'autre part, Inagaki observe que la plupart des germes de ferrite et des platelets de martensite voisins, ont la même orientation à 5° près. Autrement dit, les germes de ferrite vérifient globalement des relations d'orientation, et la variante de ferrite sélectionnée est identique à celle formée par transformation martensitique. Ryder et Pitsch supposent que le germe de ferrite est formé par un changement de réseau local initié par le mouvement coopératif d'un faible nombre d'atomes. Ce changement de réseau satisfait la condition suivante : le joint de grain et une direction dans le plan du joint de grain sont non tournés pendant la transformation. Le produit de cette transformation est un fin platelet formé dans le plan du joint de grain.

D'après ses observations, Inagaki conclut également que la germination de la ferrite proeutectoïde est initiée par un mouvement coopératif d'atomes, conduisant à la formation d'un germe de ferrite en relation d'orientation avec le grain d'austénite parent. Cependant, l'auteur ne se prononce pas sur la nature des relations d'orientation ni sur la présence de sélection de variantes au cours de la transformation de phase.

Croissance de la ferrite

Lorsque le germe a atteint une taille critique, celui-ci peut croître par diffusion. A l'interface ferrite – austénite, les compositions correspondent localement aux compositions à l'équilibre. De manière analogue à ce qui a été décrit dans le cas de la recristallisation, la croissance des grains ferritiques peut être ralentie par deux mécanismes : la ségrégation d'éléments d'addition aux joints de phases et la précipitation aux joints de phases

Le mécanisme de traînage par soluté est relié à la stabilisation de l'interface austénite – ferrite par l'occupation d'atomes de soluté. Le mécanisme de précipitation est favorisé par les modifications locales de la composition chimique de l'austénite au cours de la croissance par diffusion. La précipitation fait intervenir un mécanisme de germination hétérogène, d'autant plus rapide que la vitesse de diffusion est élevée. Ainsi, la fraction volumique de précipités est d'autant plus grande que la vitesse de refroidissement est faible. Dans le cas des aciers HSLA, la précipitation aux températures élevées de nitrures de vanadium aux joints de phases permet d'intensifier l'affinement de la microstructure ferritique (Flemming et Hensger 1998).

1.4. Conclusion

Cette étude bibliographique concernant la métallurgie des aciers HSLA montre que de nombreux phénomènes physiques sont mis en jeu au cours de l'élaboration des aciers par coulée continue. En particulier, les mécanismes de transformation de phase $\gamma - \alpha$ et de recristallisation de l'austénite doivent être pris en compte dans la conception d'aciers à haute limite d'élasticité. Actuellement, en raison de leurs applications industrielles, ces aspects de la métallurgie des aciers HSLA sont l'objet de recherches actives.

Toutefois, les études concernant les mécanismes de changement de texture par transformation de phase sont relativement peu nombreuses. Nous avons mené en collaboration avec la société SMS Demag, une étude dont les principaux objectifs sont :

- (i) d'obtenir une meilleure connaissance de la texture de la phase austénitique parente avant transformation de phase $\gamma - \alpha$,
- (ii) de mieux comprendre les mécanismes de transformation de texture par changement de phase dans des aciers HSLA.

En effet, l'évaluation des textures austénitiques en fin de traitement thermomécanique, avant transformation de phase, permet d'étudier indirectement les mécanismes mis en jeu au cours des étapes d'élaboration à haute température (recristallisation, déformation plastique). D'autre part, la texture de la phase ferritique a une forte influence sur le comportement anisotrope des tôles. Il est donc important de comprendre comment les textures à basse température sont héritées de la phase austénitique par transformation $\gamma - \alpha$.

Bibliographie

- Bai et al. (1993) : D.Q. Bai, S. Yue, W.P. Sun and J.J. Jonas, *Metallurgical Transactions A*, 24A (1993) 2151
- Bai et al. (1996) :D.Q. Bai, S. Yue, T. Maccagno and J.J. Jonas, *ISIJ International*, 36-8 (1996) 1084
- Baker (1979) : T.N. Baker, in : C.M. Sellars and G.J. Davis (eds.), *Hot Working and Forming Process*, London, 1979, p. 32
- Barralis et Maeder (1997) : J. Barralis and G. Maeder, *Précis de Métallurgie*, Nathan ed., Paris, France, 1997, p.49
- Bramfitt et Speer (1990) : B.L. Bramfitt and J.G. Speer, *Metallurgical Transactions A*, 21A (1990) 817
- De Ardo (1995) : A.J. De Ardo, *Proceedings of the conference Microalloying 1995*, p.15
- Djahazi et al. (1992) : M. Djahazi, X.L. He, J.J. Jonas and W.P. Sun, *Metallurgical Transactions A*, 23A (1992) 2111
- Doherty (1978) : R.D. Doherty, in : F. Haesner (ed.), *Recrystallization of Metallic Materials*, Dr. Rieder Verlag, Berlin, 1978, p. 23
- Flemming et Hensger (1998) : G. Flemming and K.-E. Hensger, *Proceedings of the 40th Conference on Mechanical Working and Steel Processing*, The Iron and Steel Society, Pittsburgh, PA, 1998, p.775.
- Gladman et al. (1976) : T. Gladman, D. Dulieu and I.D. McIvor, *Microalloying '75*, Union Carbide Corp., New York, 1976, p. 32
- Grumbach (1991) : M. Grumbach, *Les Techniques de l'ingénieur*, Traité de Métallurgie, M307.
- Hultgren et Zapffe (1938) : R. Hultgren and C.A. Zapffe, *Nature (London)*, 142 (1938) 395
- Inagaki (1985) : H. Inagaki, *Zeitschrift für Metallkunde*, 76 (1985) 560
- Inagaki (1987) : H. Inagaki, *Zeitschrift für Metallkunde*, 78 (1987) 87
- Inagaki (1988) : H. Inagaki, *Zeitschrift für Metallkunde*, 79 (1988) 716

- Irvine et Baker (1984) : J. Irvine and T.N. Baker, *Materials Science and Engineering*, 64 (1984) 123
- Keh (1965) : A.S. Keh, *Philosophical Magazine*, 12 (1965) 9
- Krauss et Thompson (1995) : G. Krauss and S.W. Thompson, *ISIJ International*, 35 (1995) 937
- Kuziak et al. (1995) : R. Kuziak, T. Bold and Yi-Weng Cheng, *Journal of Materials Processing Technology*, 53 (1995) 255
- Li (1963) : J.C.M. Li, *Trans. Met. Soc. AIME*, 227 (1963) 239
- Majta et al. (1996) : J. Majta, J.G. Lenard and M. Pietrzyk, *Materials Science and Engineering*, A208 (1996) 249
- McQueen et al. (1995) : H.J. McQueen, S. Yue, N.D. Ryan, E. Fry, *Journal of Materials Processing Technology*, 53 (1995) 293
- Medina et Hernandez (1996) : S.F. Medina and C.A. Hernandez, *Acta Materialia*, 44-1 (1996) 165
- Militzer et al. (1994) : M. Militzer, W.P. Sun and J.J. Jonas, *Acta Metallurgica et Materialia*, 42-1 (1994) 133
- Nishiyama (1978) : Z. Nishiyama, in : M.E. Fine, M. Meshii, C.M. Wayman (eds.), *Martensitic Transformation*, Academic Press, London, 1978, p. 6
- Österle (1994) : W. Österle, *Steel Research*, 65-8 (1994) 338
- Petch (1959) : N.J. Petch, *The Ductile – Cleavage Transition in Alpha Iron*, J. Wiley (ed.), New York, 1959, p. 54
- Rinebolt et Harris (1951) : J.A. Rinebolt and W.J. Harris, *Trans. ASM*, 43 (1951) 1175
- Ryder et Pitsch (1966) : P.L. Ryder and W. Pitsch, *Acta Metallurgica*, 14 (1966) 1437
- Ryder et al. (1967) : P.L. Ryder, W. Pitsch and R.F. Mehl, *Acta Metallurgica*, 15 (1967) 1431
- Sakai et al. (1983) : T. Sakai, M.G. Akben and J.J. Jonas, *Acta Metallurgica*, 31 (1983) 631
- Sakai et Jonas (1984) : T. Sakai and J.J. Jonas, *Acta Metallurgica*, 32 (1984) 189
- Savoie et al. (1994) : J. Savoie, R.K. Ray, M.P. Butrón-Guillén and J.J. Jonas, *Acta Metallurgica et Materialia*, 42 (1994) 2511
- Strid et Easterling (1985) : J. Strid and K.E. Easterling, *Acta Metallurgica*, 33 (1985) 2057

Thomas et Guttman (1994)a : B. Thomas and M. Guttman, in G. Béranger, G. Henry and G. Sanz (eds.), *Le livre de l'acier*, Lavoisier, Paris, France, 1994, pp. 157-162

Thomas et Guttman (1994)b : B. Thomas and M. Guttman, in G. Béranger, G. Henry and G. Sanz (eds.), *Le livre de l'acier*, Lavoisier, Paris, France, 1994, p. 114

Thompson et al. (1990) : S.W. Thompson, D.J. Colvin and G. Krauss, *Metallurgical Transactions A*, 21A (1990) 1493

2. TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE ET ORIENTATIONS INDIVIDUELLES

2.1. Introduction

La statistique d'orientation des grains d'un matériau polycristallin, que l'on appelle texture cristallographique, est une caractéristique essentielle pour la compréhension de ses propriétés anisotropes. Par ailleurs, la texture est directement reliée aux différentes étapes de son élaboration et de sa mise en forme (solidification, recristallisation, laminage, transformation de phase, etc.), et constitue un outil d'étude des mécanismes mis en jeu lors du procédé.

La méthode directe de détermination de la texture consiste à mesurer les orientations individuelles de grains par EBSD (Electron Back Scattered Diffraction). Cette technique utilise les figures de diffraction d'un faisceau d'électrons sur un grain pour en déduire son orientation. Il est alors possible de connaître les orientations d'un ensemble de grains du matériau, ainsi que les désorientations entre grains voisins. Cette méthode nécessite des conditions expérimentales particulières. Notamment, les grains doivent être peu écrouis et former des domaines cohérents de taille supérieure à la résolution de la technique, c'est à dire environ 1 micron. Une méthode indirecte de détermination de la texture consiste à mesurer, sur nombre de grains représentatif du matériau, la densité de pôles par diffraction des rayons X. La fonction de texture peut ensuite être déterminée à partir de ces données expérimentales par différentes méthodes d'analyse de texture. Parmi ces méthodes, on peut citer la méthode harmonique, développée par Bunge (Bunge 1965), la méthode biaxiale (Williams 1968) et la méthode vectorielle (Ruer 1976)

Dans ce chapitre, nous allons introduire les notions d'orientation d'un cristal et de texture cristallographique, avant de présenter la méthode harmonique de l'analyse de texture, consistant à développer la fonction de texture sur la base des fonctions harmoniques sphériques généralisés. Nous présenterons ensuite les techniques d'acquisition des données expérimentales par diffraction des rayons X et par mesure d'orientations individuelles.

2.2. Orientation d'un cristal

Pour décrire l'orientation d'un grain dans le matériau il est nécessaire de définir deux repères orthonormés (Fig. 2.1) :

1. Le repère K_A , lié à l'échantillon, appelé repère macroscopique dont les axes sont choisis en fonction de la symétrie du procédé. Dans le cas de tôles laminées, il est pratique de choisir les axes du repère K_A parallèles aux directions DL, DT et DN, désignant respectivement les directions de laminage, transverse et normale au plan de la tôle.

2. Le repère K_B , lié au grain, ou repère cristallin, dont les axes sont choisis en fonction de la symétrie de réseau du cristal considéré. Pour un cristal de symétrie cubique, les axes du repère K_B seront parallèles aux directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$, $\langle 010 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$. Il existe alors 24 repères cristallins équivalents par symétrie, qui se déduisent les uns des autres par les 24 éléments du groupe de symétrie rotationnelle du réseau cubique, listés dans le tableau 2.1.

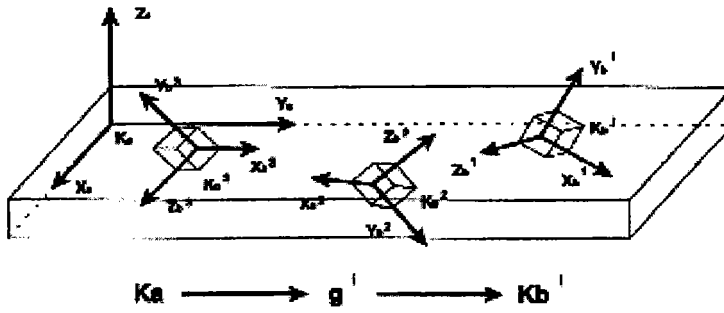


Fig. 2.1 : Correspondance entre le repère de l'échantillon K_a et les repères des cristallites K_b^i .

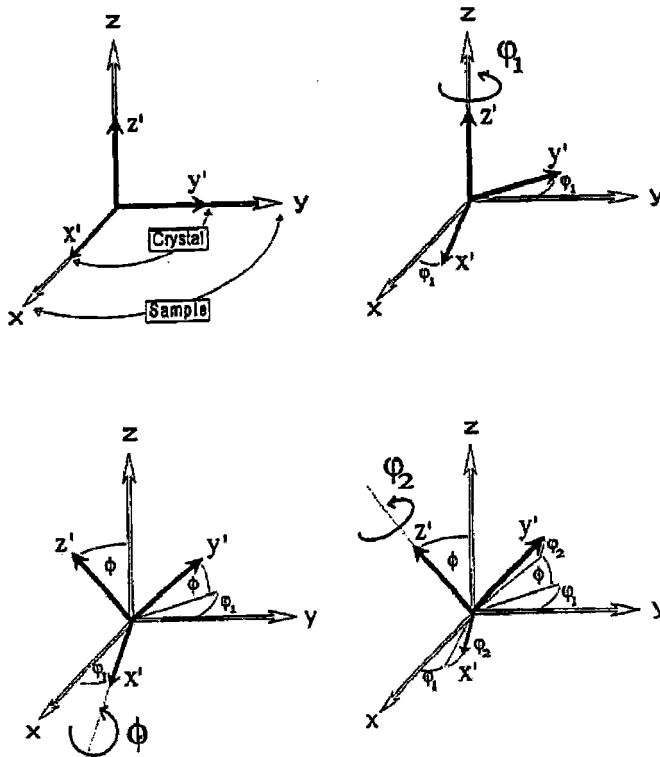


Fig. 2.2 : Définition des trois angles d'Euler (ϕ_1 , ϕ , ϕ_2) selon Bunge (Bunge 1982).

L'orientation d'un cristal est définie par la rotation qui permet d'amener le repère macroscopique K_A en coïncidence avec le repère K_B , abstraction faite de toute translation. Cette rotation sera notée g et peut être caractérisée de différentes manières.

Les angles d'Euler

Toute rotation g peut se décomposer en une suite de 3 rotations définies ci-dessous (Cf. Fig. 2.2) :

$R(\varphi_1, Oz)$: Une rotation d'angle φ_1 autour de l'axe Oz du repère K_A , qui mène le repère K_A en $K'(Ox', Oy', Oz)$

$R(\Phi, Ox')$: Une rotation d'angle Φ autour de l'axe Ox' du repère K' qui mène le repère K' en $K''(Ox'', Oy'', Oz'')$

$R(\varphi_2, Oz'')$: Une rotation d'angle φ_2 autour de l'axe Oz'' du repère K'' qui mène le repère K'' en K_B

Ce sont les angles $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ que l'on appelle triplet d'angles d'Euler.

La forme matricielle

La rotation peut être définie par une matrice de changement de base $M(g)$ qui permet le calcul des composantes d'un vecteur défini dans le repère K_B , dans le repère K_A :

$$\begin{aligned} K_A &\rightarrow K_B \\ V_{K_A} &= M(g)V_{K_B} \end{aligned}$$

En décomposant la rotation selon les 3 rotations citées ci-dessus, on aboutit à :

$$M(g) = \begin{pmatrix} c_1 c_2 - s_1 s_2 c & -c_1 s_2 - s_1 c_2 c & s_1 s \\ s_1 c_2 + c_1 s_2 c & -s_1 s_2 + c_1 c_2 c & -c_1 s \\ s_2 s & c_2 s & c \end{pmatrix}$$

avec :

$$\begin{aligned} c &= \cos \Phi & s &= \sin \Phi \\ c_1 &= \cos \varphi_1 & s_1 &= \sin \varphi_1 \\ c_2 &= \cos \varphi_2 & s_2 &= \sin \varphi_2 \end{aligned}$$

Élément	Rotation	Angles d'Euler	Matrices de changement de base	Élément	Rotation	Angles d'Euler	Matrices de changement de base
E	x y z	(0,0,0)	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	C_{4x}^+	x \bar{z} y	$(0, \frac{\pi}{2}, 0)$	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$
C_{2x}	x \bar{y} \bar{z}	(0, π , 0)	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$	C_{4y}^+	z y \bar{x}	$(\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{3\pi}{2})$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
C_{2y}	\bar{x} y \bar{z}	(π , π , 0)	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$	C_{4z}^+	\bar{y} x z	$(\frac{\pi}{2}, 0, 0)$	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
C_{2z}	\bar{x} \bar{y} z	(π , 0, 0)	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	C_{4x}^-	x z \bar{y}	$(\pi, \frac{\pi}{2}, \pi)$	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$
C_{31}^+	z x y	$(\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, 0)$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$	C_{4y}^-	\bar{z} y x	$(\frac{3\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2})$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
C_{32}^+	\bar{z} x \bar{y}	$(\frac{3\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \pi)$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$	C_{4z}^-	y \bar{x} z	$(\frac{3\pi}{2}, 0, 0)$	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
C_{33}^+	\bar{z} \bar{x} y	$(\frac{3\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, 0)$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$	C_{2a}	y x \bar{z}	$(\frac{\pi}{2}, \pi, 0)$	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
C_{34}^+	z \bar{x} \bar{y}	$(\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \pi)$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$	C_{2b}	\bar{y} \bar{x} \bar{z}	$(\frac{3\pi}{2}, \pi, 0)$	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
C_{31}^-	y z x	$(\pi, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2})$	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	C_{2c}	z \bar{y} x	$(\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2})$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
C_{32}^-	y \bar{z} \bar{x}	$(0, \frac{\pi}{2}, \frac{3\pi}{2})$	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	C_{2d}	\bar{x} z y	$(\pi, \frac{\pi}{2}, 0)$	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$
C_{33}^-	\bar{y} z \bar{x}	$(\pi, \frac{\pi}{2}, \frac{3\pi}{2})$	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	C_{2e}	\bar{z} \bar{y} \bar{x}	$(\frac{3\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{3\pi}{2})$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
C_{34}^-	\bar{y} \bar{z} x	$(0, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2})$	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	C_{2f}	\bar{x} \bar{z} \bar{y}	$(0, \frac{\pi}{2}, \pi)$	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$

Tab 2.1 : Eléments de symétrie rotationnels du groupe de symétrie cubique, d'après Humbert et al. 1995

La notation angle – axe

On peut décrire la rotation g comme une rotation d'un angle ω autour d'un axe unitaire \vec{d} , où ω et \vec{d} peuvent s'exprimer en fonction de $M(g)$:

$$\omega = \cos^{-1} \left(\frac{\text{Trace} (M(g)) - 1}{2} \right)$$

et si ω est différent de π , alors :

$$\vec{d} = \begin{pmatrix} d_1/N \\ d_2/N \\ d_3/N \end{pmatrix}$$

Avec :

$$d_1 = M(2,3) - M(3,2)$$

$$d_2 = M(3,1) - M(1,3)$$

$$d_3 = M(1,2) - M(2,1)$$

$$\text{et } N = \sqrt{d_1^2 + d_2^2 + d_3^2}$$

La notation des métallurgistes

Dans cette notation l'orientation est écrite sous la forme $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, où $\{hkl\}$ et $\langle uvw \rangle$ représentent respectivement les indices de Miller du plan cristallographique parallèle au plan de la tôle, et de la rangée parallèle à la direction de laminage.

2.3. L'analyse de texture

2.3.1 La fonction de distribution des orientations (FDO) ou fonction de texture

La fonction de distribution des orientations (FDO), notée $f(g)$, est par définition la fraction volumique de cristallites dans une orientation g donnée à dg près :

$$\frac{dV}{V} = f(g) \cdot dg \tag{2.1}$$

où g est l'orientation du cristal définie précédemment.

Par définition, la fonction de texture est toujours positive ou nulle et normée à l'unité sur l'ensemble des orientations :

$$\int f(g) \cdot dg = 1 \quad (2.2)$$

$$\text{avec } dg = \frac{\sin(\Phi)}{8\pi^2} d\phi_1 \cdot d\Phi \cdot d\phi_2 \quad (2.3)$$

$$\text{et } f(g) \geq 0 \quad (2.4)$$

La méthode harmonique consiste à développer la fonction de texture en série sur la base des fonctions harmoniques sphériques généralisés (Bunge 1965):

$$f(g) = \sum_{l=0}^{+\infty} \sum_{m=-l}^l \sum_{n=-l}^l C_l^{mm} \cdot T_l^{mm}(g) \quad (2.5)$$

$$\text{avec } l \in \mathbb{N} \text{ et } m, n \in \mathbb{Z}$$

Les coefficients C_l^{mm} sont les coefficients de la texture, que nous cherchons à déterminer dans l'analyse de texture.

2.3.2. Prise en compte des symétries cristalline et d'échantillon

Les symétries de l'échantillon et du cristal déterminent les propriétés d'invariance de la fonction de texture qui doit être telle que :

$$f(g) = f(g_B^i \cdot g \cdot g_A^j) \quad (2.6)$$

avec :

$g_B^i \in G_B = \{g_B^1, \dots, g_B^k\}$, ensemble des éléments de symétrie rotationnelle du cristal

$g_A^j \in G_A = \{g_A^1, \dots, g_A^{k'}\}$, ensemble des éléments de symétrie rotationnelle de l'échantillon

La fonction de texture peut être tronquée au rang L_{\max} en fonction de son acuité et du nombre de figures de pôles mesurées :

$$f(g) = \sum_{l=1}^{L_{\max}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} \cdot T_l^{\mu\nu}(g) \quad (2.7)$$

avec :

$$\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) = \sum_{m=-l}^l \sum_{n=-l}^l \ddot{A}_l^{m\mu} \ddot{A}_l^{n\nu} T_l^{mn}(g)$$

Les coefficients $\ddot{A}_l^{m\mu}$ et $\ddot{A}_l^{n\nu}$ dépendent respectivement de la symétrie du cristal et de l'échantillon. Les valeurs $M(l)$ et $N(l)$ déterminent le nombre de coefficients linéairement indépendants à un rang l donné.

2.3.3. Représentation de la fonction de texture

En tenant compte des symétries cristalline et d'échantillon, la représentation de la fonction de texture peut être limitée à un domaine fondamental de l'espace d'Euler.

La symétrie d'échantillon

La symétrie d'échantillon correspond à une symétrie statistique imposée par le procédé d'élaboration. Par exemple, le procédé de laminage induit une symétrie orthorhombique à la partie centrale de la tôle. La fonction de texture doit donc être invariante lorsque l'échantillon subit une rotation correspondant à une rotation du groupe de symétrie orthorhombique. Dans ce cas, la fonction de texture vérifie :

$$f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = f(\pi + \varphi_1, \Phi, \varphi_2) = f(\pi - \varphi_1, \Phi, \varphi_2) = f(2\pi - \varphi_1, \pi - \Phi, \varphi_2 + \pi)$$

La symétrie cristalline

Les cristaux des phases α et γ étudiées dans ce travail appartiennent au groupe de symétrie cubique. Les fonctions de texture de ces deux phases doivent donc être invariantes par application de chacun des 24 éléments du groupe des rotations de symétrie cubique. Pour la plupart des éléments de symétrie, ces invariances s'expriment par des opérations simples sur les angles d'Euler. Ce n'est cependant pas le cas des rotations autour des axes ternaires. Il est alors plus simple de représenter la FDO sur un domaine non minimal, contenant trois fois le domaine fondamental :

$$0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi \qquad 0 \leq \Phi \leq \frac{\pi}{2} \qquad 0 \leq \varphi_2 \leq \frac{\pi}{2}$$

En tenant compte de la symétrie d'échantillon, on peut réduire le domaine à :

$$0 \leq \varphi_1 \leq \frac{\pi}{2} \qquad 0 \leq \Phi \leq \frac{\pi}{2} \qquad 0 \leq \varphi_2 \leq \frac{\pi}{2}$$

2.4. Détermination de la texture à partir de figures de pôles

Les figures de pôles expérimentales permettent d'obtenir la densité de pôles qui correspond à la fraction volumique de cristallites dont les normales \vec{h}_i aux plans $\{hkl\}$ sont parallèles à une direction \vec{y} du repère de l'échantillon à $d\vec{y}$ près (Cf. Fig. 2.3) :

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} \cdot P_{\vec{h}_i}(\vec{y}) \cdot d\vec{y} \quad (2.8)$$

Dans cette partie nous présenterons la méthode d'acquisition de figures de pôles et la détermination de la fonction de densité de pôles. Nous détaillerons ensuite la méthode mathématique qui permet le calcul de la fonction de texture.

2.4.1. Acquisition de figures de pôles

La mesure de diffraction des rayons X à l'aide d'un goniomètre de texture permet de détecter les intensités diffractées par le polycristal dans chaque direction \vec{y} de la sphère des pôles. Un faisceau parallèle de rayons X, dirigé vers le centre de l'échantillon est diffracté dans différentes directions. Les faisceaux incident et réfléchi forment angle 2θ , dont la valeur dépend de la longueur d'onde de la radiation utilisée et de la distance interréticulaire des plans $\{hkl\}$ sur lesquels on mène l'expérience de diffraction :

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (\text{Relation de Bragg}) \quad (2.9)$$

Dans les conditions de Bragg, la bissectrice de l'angle formé par les faisceaux incident et réfléchi coïncide avec la normale au plan (hkl) . Ainsi, une intensité proportionnelle à la densité de pôles (hkl) parallèle à la direction \vec{y} est détectée lorsque la direction \vec{y} coïncide avec la bissectrice de l'angle formé par le faisceau incident de rayons X et le faisceau diffracté par les plans (hkl) , qui est également la direction du vecteur de diffraction.

Pour mesurer la densité de pôles dans différentes directions \vec{y} , l'échantillon est généralement mis en mouvement par une première rotation autour de la normale à l'échantillon, caractérisée par l'azimut β , et par une seconde rotation de déclinaison d'angle α (Cf. Fig. 2.3). En général la déclinaison est limitée à 80° . Au delà de cette valeur, les distorsions rendent l'information inexploitable.

A chaque position (α, β) , le compteur détecte une intensité $I_{\vec{h}_i}(\vec{y})$ proportionnelle à la densité de pôles $P_{\vec{h}_i}(\vec{y})$. Les intensités diffractées correspondant aux pôles (hkl) peuvent être représentées par des lignes d'isodensité sur la sphère des pôles ou sur le cercle équatorial de la projection stéréographique (Fig. 2.4). La figure correspondante s'appelle la figure de pôles.

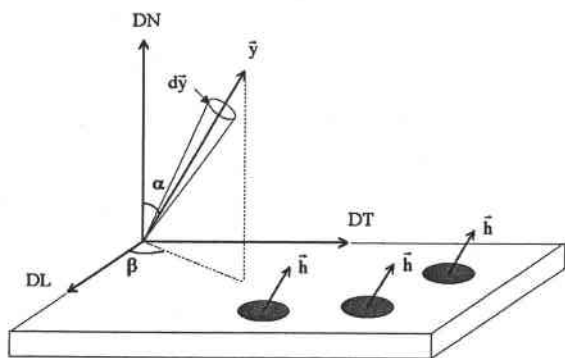


Fig. 2.3 : Définition des angles de déclinaison (α) et d'azimut (β)

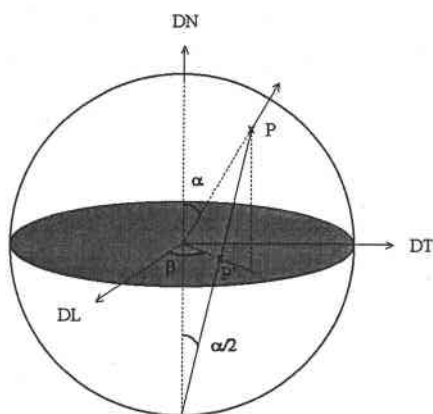
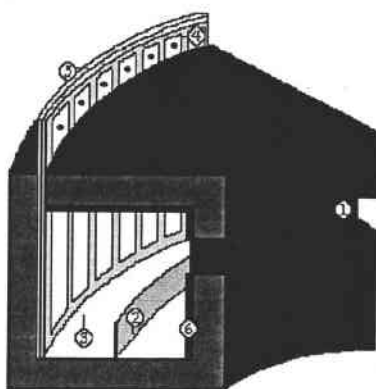


Fig. 2.4 : Projection stéréographique du point P sur le plan équatorial en P'.

Lors de cette étude, les figures de pôles expérimentales ont été mesurées sur un goniomètre équipé d'un détecteur courbe 'CPS120' de la société Inel, fonctionnant sur le principe du détecteur à ionisation (Cf. Fig. 2.5). Le détecteur de 120° comprend 4096 canaux, ce qui correspond à une résolution angulaire $\Delta 2\theta$ d'environ 0.03° par canal, lorsqu'il est placé à une distance de 250 mm.



Légende :

- 1 : Fenêtre d'entrée
- 2 : Lame d'anode
- 3 : Volume de gaz
- 4 : Bandes de cathode
- 5 : Ligne à retard
- 6 : Cathode

Fig. 2.5 : Schéma du détecteur courbe CPS 120 de la société Inel.

Grâce au détecteur courbe, les faisceaux diffractés peuvent être détectés sur un domaine angulaire de 120°. Ainsi, plusieurs figures de pôles peuvent être mesurées simultanément. Cependant cette technique n'a pas été utilisée dans cette étude, car dans les figures de pôles mesurées en dehors des conditions de Bragg, les densités dans les directions proches de la direction normale ne peuvent pas être mesurées.

Un des principaux intérêts du détecteur courbe est de pouvoir déterminer le profil d'un pic de diffraction (hkl) sur un large domaine angulaire. En effet, lorsque la déclinaison augmente, le faisceau diffracté s'élargit. L'utilisation d'un détecteur classique, dont l'ouverture angulaire est limitée, ne permet de mesurer qu'une fraction de l'intensité diffractée aux grands angles (phénomène de défocalisation). L'intensité mesurée doit alors être corrigée de la défocalisation de manière à obtenir une intensité corrigée proportionnelle à la densité de pôles. Cette méthode, bien que couramment utilisée, peut introduire des erreurs dans l'étape d'analyse de la texture. L'utilisation d'un détecteur courbe permet, dans le cas où les pics de diffraction ne se recouvrent pas, de choisir une plage de mesure assez large pour que toute l'intensité diffractée soit mesurée.

Le détecteur courbe permet en outre une évaluation précise du fond continu, présent dans toute expérience de diffraction de rayons X. Le fond continu peut provenir de réflexions parasites dues à une source de rayons X non parfaitement monochromatique et à la fluorescence du matériau. Ce rayonnement s'ajoute à l'intensité diffractée par les plans réticulaires du cristal. Ainsi, l'intensité du pic de diffraction se compose d'un signal provenant de la diffraction effective des plans du cristal et d'un signal parasite de bruit de fond.

Grâce au détecteur courbe, la valeur du fond continu peut être déterminée de part et d'autre du pic de diffraction. Dans chaque direction \vec{y} , une valeur moyenne du bruit de fond est déterminée. L'intensité du pic de diffraction est donc égale à l'intensité globale détectée entre les points de mesure à laquelle est retranchée la valeur moyenne du bruit de fond.

Les intensités expérimentales I intégrées par unité de temps et corrigées du fond continu sont proportionnelles à la densité de pôles P :

$$P_{\vec{h}_i}(\vec{y}) = N_i \cdot I_{\vec{h}_i}(\vec{y}) \quad (2.10)$$

N_i est un coefficient de normalisation permettant de satisfaire l'équation suivante :

$$\int P_{\vec{h}_i}(\vec{y}) \cdot d\vec{y} = N_i \int I_{\vec{h}_i}(\vec{y}) \cdot d\vec{y} = 4\pi \quad (2.11)$$

avec $d\vec{y} = \sin \alpha \cdot d\alpha \cdot d\beta$

Le calcul de N_i se ramène alors à :

$$\frac{1}{N_i} = \frac{1}{4\pi} \int_{\beta=0}^{2\pi} \int_{\alpha=0}^{\pi} I_{\vec{h}_i}(\vec{y}) \cdot \sin \alpha \cdot d\alpha \cdot d\beta \quad (2.12)$$

Toutefois, dans le cas de figures de pôles obtenues par diffraction des rayons X, les intensités diffractées ne sont souvent connues que pour des valeurs de α inférieures à 80° en raison de défocalisation. La relation 2.12 ne peut donc pas être directement appliquée. Nous reviendrons sur ce point au paragraphe suivant à propos du calcul de la fonction de texture.

2.4.2. Calcul de la fonction de texture

La FDO n'est pas totalement déterminable à partir des figures de pôles en raison de la centrosymétrie de la diffraction des rayons X (loi de Friedel), qui ne permet pas de distinguer les plans d'indices (hkl) et $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$. Cela se traduit par le fait que seuls les coefficients d'indice l pair du développement en série pourront être déterminés directement. La partie paire $\tilde{f}(g)$ de la fonction de texture est liée à la fonction de densité de pôles par l'équation :

$$P_{\bar{h}_i}(\bar{y}) = \frac{1}{2\pi} \int_{\bar{y}=\bar{g}\bar{h}} \tilde{f}(g) \cdot dg \quad (2.13)$$

Généralement, on décompose la FDO en deux parties : une partie paire $\tilde{f}(g)$ déterminée directement à partir des figures de pôles et une partie impaire $\tilde{\tilde{f}}(g)$, estimée indirectement en utilisant le fait que $f(g) \geq 0$.

$$f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g) \quad (2.14)$$

Il est possible de développer les fonctions de densité de pôles $P_{\bar{h}_i}(\bar{y})$ en séries d'harmoniques sphériques :

$$P_{\bar{h}_i}(\bar{y}) = \sum_{l=0(2)}^{L_{\max}} \sum_{n=-l}^l F_l^n(\bar{h}_i) \cdot K_l^n(\bar{y}) \quad (2.15)$$

En utilisant (2.7) et (2.15) on obtient la relation suivante liant les coefficients F_l^n de la fonction de densité de pôles aux coefficients C_l^{mn} de la fonction de texture :

$$F_l^n(\bar{h}_i) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_l^{l\mu n} \cdot \overset{\cdot}{K}_l^{\mu}(\bar{h}_i) \quad (2.16)$$

où $\overset{\cdot}{K}_l^{\mu}(\bar{h}_i)$ est une valeur de la fonction harmonique de surface, symétrisée pour la symétrie cristalline, dans la direction \bar{h}_i

Pour un couple (l,n) fixé, l'équation 2.16 contient M(l) coefficients $C_l^{\mu n}$ inconnus. Il est donc nécessaire de mesurer M(l) figures de pôles pour pouvoir résoudre le système. Par exemple, pour la symétrie cristalline cubique, il est nécessaire de mesurer 3 figures de pôles pour pouvoir développer la fonction de texture jusqu'au rang $L_{\max} = 34$.

Cependant, l'équation 2.16 n'est valable que dans le cas de figures de pôles complètes. En particulier, dans le cas de figures de pôles incomplètes, les coefficients de normalisation N_i des figures de pôles ne sont pas connus. Aussi les valeurs de N_i et $C_l^{\mu n}$ sont-ils déterminés en minimisant, par la méthode des moindres carrés, l'écart entre les fonctions de densité de pôles expérimentales et développées en séries. Les équations (2.10), (2.15) et (2.16) permettent d'écrire l'équation à résoudre :

$$\sum_{i=1}^P \int \left[N_i \cdot I_{\tilde{h}_i}(\tilde{y}) - \sum_{l=0(2)}^{L_{\max}} \sum_{n=1}^l \left(\frac{4\pi}{2l+1} \sum_{m=1}^{M(l)} C_l^{\mu n} \cdot K_l^{\mu}(\tilde{h}_i) \right) \cdot K_l^n(\tilde{y}) \right]^2 \cdot d\tilde{y} = \text{minimum} \quad (2.17)$$

où P est le nombre de figures de pôles mesurées

Les dérivées partielles de l'expression 2.17 par rapport aux inconnues N_i et $C_l^{\mu n}$ permettent de déterminer les valeurs des coefficients N_i et $C_l^{\mu n}$ par la résolution d'un système d'équations linéaires (Wagner et Humbert 1987).

2.4.3. Méthode de la positivité

L'introduction de la positivité de la FDO comme contrainte additionnelle dans la recherche de la fonction de texture permet une amélioration sensible de la détermination de la texture.

Un premier algorithme itératif de positivité est appliqué au calcul des figures de pôles complètes, dont les intensités sont par définition toujours positives. Or le calcul peut parfois conduire à des intensités négatives en raison des erreurs expérimentales. La méthode consiste à remettre toutes les valeurs négatives à zéro et les figures de pôles ainsi modifiées servent de point de départ à une nouvelle itération. La méthode peut également être appliquée sur des figures de pôles qui n'ont pas été mesurées, ce qui permet d'augmenter la valeur limite supérieure L_{\max} . Lorsque la réduction des densités négatives n'est plus jugée significative, on considère que la solution optimale a été trouvée, et on arrête l'itération.

La deuxième étape de la méthode permet de calculer la partie impaire de la FDO (Wagner et al. 1990). Elle s'appuie sur le fait que la fonction de texture totale doit être positive ou nulle. La technique de la positivité utilise une procédure itérative pour déterminer la partie impaire $\tilde{f}^-(g)$, qui additionnée de la partie paire $\tilde{f}^+(g)$, donne une évaluation de la fonction $f(g)$ totale positive. A la $n^{\text{ième}}$ itération, la fonction de densité totale $f_n(g)$ est calculée en utilisant la relation :

$$f_n(g) = f_{n-1}(g) + \hat{f}_n(g) \quad (2.18)$$

où $f_{n-1}(g)$ est l'approximation de la fonction totale à la $(n-1)^{\text{ième}}$ itération et $\hat{f}_n(g)$ est la partie impaire de la fonction $\hat{f}_n(g)$, définie par :

$$\hat{f}_n(g) = \begin{cases} -f_{n-1}(g) & \text{si } f_{n-1}(g) < 0 \\ 0 & \text{si } f_{n-1}(g) > 0 \end{cases} \quad (2.19)$$

Avec $f_0(g) = \tilde{f}(g)$

Dans cet algorithme, seule la partie impaire de la fonction $f_n(g)$ est modifiée. La procédure se termine lorsque la fonction $f(g)$ converge vers une fonction positive.

2.4.4. Qualité de l'analyse

Il existe des coefficients d'erreur qui permettent de juger de la qualité de l'analyse de texture. Ces coefficients se calculent à partir de l'écart entre les figures de pôles expérimentales et recalculées. Le coefficient d'erreur le plus utilisé dans cette étude est le coefficient RP_1 , défini par :

$$RP_1 = \frac{100}{N_{RP_1}} \cdot \sum_{\alpha} \sum_{\beta} \left| \frac{P_{\tilde{h}_i}^{\text{exp}}(\alpha, \beta) - P_{\tilde{h}_i}^{\text{rec}}(\alpha, \beta)}{P_{\tilde{h}_i}^{\text{exp}}(\alpha, \beta)} \right| \quad \forall P_{\tilde{h}_i}^{\text{exp}}(\alpha, \beta) \geq 1 \quad (2.20)$$

Avec :

$$P_{\tilde{h}_i}^{\text{exp}}(\alpha, \beta) = N_i \cdot I_{\tilde{h}_i}(\alpha, \beta) \quad \text{figures de pôles expérimentales}$$

$$P_{\tilde{h}_i}^{\text{rec}}(\alpha, \beta) = \sum_{l=0(2)}^{L_{\text{max}}} \sum_{n=1}^l F_l^n(\tilde{h}_i) \cdot K_l^n(\alpha, \beta) \quad \text{figures de pôles recalculées}$$

N_{RP_1} : Nombre de points de mesure dont la valeur expérimentale est supérieure à 1

On peut définir de manière analogue un coefficient RP qui prend en compte l'ensemble des intensités, y compris celles proches zéro. Pour ces intensités, l'écart relatif entre les valeurs

expérimentales et calculées peut être important. Le coefficient RP_1 est alors plus significatif pour juger de la qualité du résultat de l'analyse.

Pour caractériser l'acuité de la texture, on utilise l'indice de texture :

$$J = \int f(g)^2 \cdot dg = \sum_{l,\mu,n} \frac{1}{2l+1} |C_l^{\mu n}|^2 \quad (2.21)$$

La détermination de textures à l'aide de la diffraction des rayons X permet d'obtenir des informations statistiques globales sur l'orientation des grains dans le matériau. Dans certains cas, il est également intéressant de connaître l'orientation d'un ensemble de grains voisins en même temps que leur localisation et leur morphologie. Ceci peut être réalisé par la mesure d'orientations individuelles ou de cartographies d'orientations par EBSD.

2.5. Mesure d'orientations individuelles par EBSD (Electron Backscattered Diffraction).

La méthode de mesure d'orientations individuelles par EBSD repose sur l'indexation de diagrammes de Kikuchi, obtenus par diffraction d'un faisceau d'électrons sur des grains à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). Dans ce paragraphe, nous allons décrire la méthode d'obtention et d'indexation des diagrammes de Kikuchi, puis nous allons nous intéresser à la détermination de cartographies d'orientations individuelles par EBSD.

2.5.1. Méthode de la mesure

2.5.1.1. Obtention de diagrammes de Kikuchi

Le principe de la méthode consiste à focaliser un faisceau d'électrons sur le grain dont on veut déterminer l'orientation (Schwarzer 1993). Au contact de l'échantillon, les électrons du faisceau monochromatique sont rétrodiffusés et forment une source monochromatique divergente. Les électrons rétrodiffusés se trouvant dans les conditions de Bragg par rapport aux plans cristallographiques, vont diffracter selon deux cônes de diffraction d'angle au sommet $\pi-2\theta$, appelés cônes de Kossel (Fig. 2.6). Leurs intensités dépendent des indices du plan de diffraction, les cônes intenses correspondant aux indices de Miller faibles. Les électrons étant très énergétiques, l'angle au sommet des cônes est faible. Ainsi, l'intersection de deux cônes de Kossel avec le dispositif de détection apparaît comme deux lignes parallèles, l'une sombre, correspondant au cône déficitaire en électrons, et l'autre claire correspondant au cône excédentaire en électrons. L'ensemble des lignes obtenues forme un diagramme de Kikuchi, dont l'indexation permet de déterminer l'orientation du cristal par rapport à un repère lié à l'échantillon.

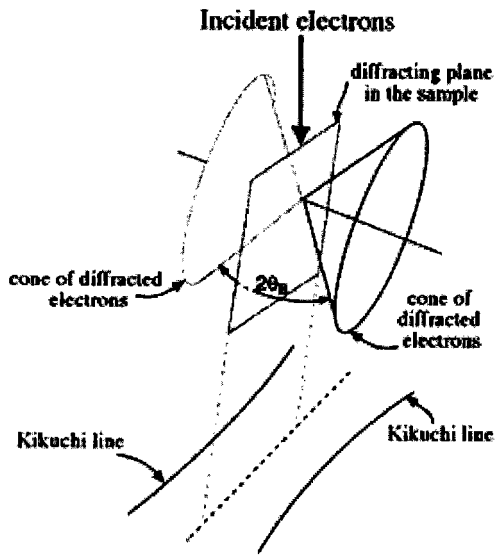


Fig. 2.6 : Schéma représentant les cônes de Kossel et les lignes de Kikuchi. D'après Schwarzer 1993

L'indexation des diagrammes de Kikuchi prend en compte la disposition des lignes du diagramme, notamment l'angle de diffraction θ de la relation de Bragg. L'allure du diagramme dépend des paramètres de maille et de la symétrie cristalline du cristal ayant diffracté.

2.5.1.2. Paramètres de l'indexation

Nombre de bandes détectées

L'indexation des diagrammes de Kikuchi s'effectue à partir de la détection automatique par analyse d'image d'un nombre minimal de lignes de Kikuchi, défini par l'utilisateur. Plus le nombre de bandes détectées est grand, plus le résultat de l'indexation est précis. Lorsque la qualité du diagramme ne permet pas la détection d'un nombre suffisant de bandes, celui-ci n'est pas indexé.

Le paramètre MAD

A partir des lignes détectées, une orientation potentielle du cristal est déterminée, puis un diagramme théorique est construit. Les diagrammes théoriques et expérimentaux sont comparés, et l'écart est exprimé sous la forme d'un paramètre de désaccord, appelé MAD (Mean Angle Deviation), prenant en compte les écarts angulaires entre les lignes expérimentales et les lignes théoriques. L'opérateur doit choisir une valeur seuil de ce paramètre, en – dessous duquel la solution trouvée est considérée comme correcte et est prise en compte. Ce critère permet d'éliminer d'éventuelles indexations erronées, concernant en particulier les points de mesure situés à un joint de grain, où deux diagrammes peuvent se superposer.

2.5.2. Cartographies d'orientations

2.5.2.1. Système d'acquisition

Le système EBSD permet de réaliser des cartographies d'orientations, c'est à dire de déterminer systématiquement les orientations en différents points d'échantillonnage correspondant aux nœuds d'une grille rectangulaire, de dimension et de pas fixés par l'utilisateur. Ces mesures permettent d'obtenir des informations complémentaires à celles obtenues par la mesure de texture par diffraction des rayons X. Par la mesure de cartographies d'orientations, nous pouvons connaître la localisation et l'orientation d'un ensemble de grains du matériau. Ces informations nous permettent de calculer les désorientations entre grains voisins, ce qui fournit des indications supplémentaires à celles apportées par la fonction de texture. Par ailleurs, la détermination de cartographies avec des pas d'échantillonnage suffisamment fins, un nombre important de mesures peut être obtenu à l'intérieur de chaque grain. Il est alors possible d'évaluer la dispersion des mesures dans un grain ou de détecter des sous-structures de faible désorientation, comme des sous-joints de grains par exemple. Enfin, la diffraction du faisceau d'électrons dépendant de la structure cristalline, les mesures par EBSD permettent de détecter les différentes phases présentes. Il est notamment possible de distinguer les grains de phase ferritique et austénitique et de déterminer leurs orientations respectives.

L'obtention de diagrammes de Kikuchi nécessite un polissage et une attaque électrochimique de l'échantillon, de manière à obtenir une surface plane. Le faisceau électronique est focalisé sur l'échantillon, incliné à 70° par rapport au faisceau incident. Les diagrammes sont détectés par l'intermédiaire d'une caméra et transmis à un ordinateur pour effectuer l'indexation. Le faisceau d'électrons est alors piloté par le système d'acquisition et les diagrammes de Kikuchi sont indexés automatiquement en temps réel. Pour ces raisons, l'opérateur doit fixer au préalable des critères permettant de juger de la qualité du diagramme et de l'indexation afin de ne retenir que les mesures les plus fiables.

2.5.2.2. Traitement des données

Les données fournies par mesure EBSD ont été exploitées par le logiciel Channel 4 de la société HKL. Ce logiciel permet d'effectuer des corrections sur les données brutes. Il est possible d'éliminer des points de mesures aberrants ou d'attribuer des orientations aux points de mesure non indexés par une méthode de filtrage. Par ailleurs, le logiciel a été utilisé pour les représentations graphiques des cartographies d'orientation. En revanche, les exploitations spécifiques à cette étude, comme la détermination des désorientations aux joints de grains ou les calculs d'orientations moyennes ont été effectuées à partir de programmes développés au laboratoire.

2.6. Conclusion

Nous disposons de deux outils, présentés dans ce chapitre, permettant de déterminer la fonction de texture d'un échantillon.

La méthode de mesure de figures de pôles par diffraction des rayons X a été utilisée pour la détermination des textures des ferritiques des différentes nuances. En effet, cette technique s'applique sur les matériaux dont la taille de grain est de l'ordre de 10 μm . D'autre part, l'utilisation d'un détecteur courbe autorisant les mesures sur une plage de 120° permet d'optimiser la qualité de la détermination de la texture. Enfin, le réglage optimal du goniomètre nous a permis la détermination de la texture de la phase minoritaire d'austénite résiduelle présente dans l'une des nuances et d'obtenir ainsi des informations sur la texture de la phase austénitique parente.

La méthode directe de mesure d'orientations individuelles par EBSD a été également utilisée, pour réaliser des cartographies d'orientations. La texture du matériau peut être déterminée à partir de ces mesures si l'orientation d'un nombre de grains représentatif de l'échantillon a été mesurée. Cette technique permet en outre de calculer localement les désorientations aux joints de grains, ce qui nous a permis de mieux caractériser des relations d'orientation opérant au cours de la transformation de phase.

Bibliographie

Bunge (1965) : H.J. Bunge, *Zeitschrift für Metallkunde*, 56 (1965) 872

Bunge (1982) : H.J. Bunge in : H.J. Bunge and C. Esling (eds.), *Quantitative Texture Analysis*, DGM, Oberursel, 1982, p. 13

Humbert et al. (1995) : M. Humbert, F. Wagner, H. Moustahfid and C. Esling, *Journal of Applied Crystallography*, 28 (1995) 571

Ruer (1976) : D. Ruer, *Méthode Vectorielle d'Analyse de la Texture*, thèse de l'Université de Metz, 1976

Schwarzer (1993) : R.A. Schwarzer, *Texture and Microstructure*, 20 (1993) 7

Wagner et Humbert (1987) : F. Wagner and M. Humbert, *Textures and Microstructures*, 7 (1987) 115

Wagner et al. (1990) : F. Wagner, M. Humbert, J. Muller and C. Esling, *Europhysics Letters*, 11 (1990) 479

Williams (1968) : R.O. Williams, *Trans. Met. Soc. A.*, 242 (1968) 105

3. CARACTERISATION DES ACIERS A TEMPERATURE AMBIANTE

3.1. Introduction

Les microstructures et textures des tôles ferritiques produites par le procédé CSP sont héritées de la phase austénitique à haute température par transformation de phase. A haute température, la microstructure de la brame austénitique obtenue en fin de traitement thermomécanique dépend fortement de la cinétique de recristallisation. Comme nous l'avons vu en détail dans le premier chapitre, la recristallisation statique peut être ralentie ou supprimée par la présence d'éléments d'addition en solution solide ou sous forme de précipités. En laminant la tôle en-dessous de sa température de recristallisation, une microstructure austénitique partiellement recristallisée ou non recristallisée peut être obtenue avant transformation de phase. Au cours de ces étapes d'élaboration à haute température, la brame d'austénite acquiert une texture dont les caractéristiques sont directement reliées aux conditions d'élaboration.

Les microstructures et textures ferritiques obtenues après transformation de phase conditionnent les propriétés mécaniques des tôles. La densité de joints et sous-joints de grains, les précipités, la densité de dislocations, influencent le comportement plastique du produit final. D'autre part, l'anisotropie des propriétés mécaniques des tôles dépend fortement de leurs textures. Dans le but d'améliorer les produits à l'état ferritique, il est essentiel de comprendre comment les paramètres du procédé influencent l'état métallurgique des tôles à basse température et, par conséquent, leurs propriétés mécaniques. D'autre part, la caractérisation des textures et microstructures des tôles à basse température permet d'obtenir des informations sur certaines caractéristiques métallurgiques de l'austénite à haute température, ce qui permet d'améliorer la compréhension du procédé. Pour ces raisons, la caractérisation métallographique et mécanique des tôles est une étape essentielle de l'étude.

Nous présentons, dans la première partie de ce chapitre, les principaux résultats expérimentaux concernant les propriétés mécaniques, textures et microstructures des tôles à température ambiante. Les conditions d'élaboration pouvant fortement varier selon les échantillons, ceux-ci présentent des états métallurgiques différents. Cette étude nous permet, dans une deuxième partie, de mettre en évidence l'influence de certains paramètres du procédé (laminage à chaud, composition chimique) sur les textures et microstructures des différentes nuances d'acier. Enfin, dans une dernière partie, nous étudions l'influence de l'état métallurgique des tôles à température ambiante sur les propriétés mécaniques des matériaux. Nous nous intéressons en particulier à l'influence de la texture et de la microstructure sur la limite d'élasticité et l'anisotropie de cette grandeur dans le plan de la tôle.

Compositions chimiques indicatives (en pourcentages massiques)					
	C	Nb	Mn	V	Si
A	0.056	0	0.37	0.002	0.02
B	0.062	0.035	1.60	0.124	0.49
C	0.180	0.025	1.25	0.006	0.18
P ₁	0.046	0.025	0.38	0.002	0.05
P ₂	0.060	0.025	0.82	0.001	0.06
P ₃	0.050	0.051	0.87	0.003	0.05
P ₄	0.062	0.055	1.18	0.004	0.03

Tab. 3.1 : Compositions chimiques : taux des principaux éléments d'addition

Température de non recristallisation (T _{nr} , °C)	
A	---
B	1041
C	1015
P ₁	985
P ₂	979
P ₃	1100
P ₄	1100

Tab. 3.2 : Température de non-recristallisation, température en – dessous de laquelle la recristallisation est incomplète entre deux cages de laminoir successives.

Caractéristiques du traitement thermomécanique				
	Taux de réduction total (ϵ_{Σ})	Taux de réduction au dessus de T _{nr} (ϵ_R)	Taux de réduction en dessous de T _{nr} (ϵ_C)	Epaisseur finale
A	84%	---	---	7.8 mm
B	87%	52%	73%	6.5 mm
C	87%	64%	63%	6.6 mm
P ₁	88%	64%	66%	6.2 mm
P ₂	91%	65%	73%	4.7 mm
P ₃	95%	0%	95%	2.6 mm
P ₄	84%	0%	84%	7.8 mm

Tab. 3.3 : Taux de réduction appliqués aux différentes nuances.

3.2. Les échantillons étudiés

Au cours de cette étude, 7 nuances d'aciers industriels fournies par la société SMS Demag ont été étudiées. Chacune de ces nuances se différencie par sa composition chimique, par le traitement thermomécanique ou chemin de refroidissement imposé. En nous basant sur l'ensemble des données industrielles d'élaboration (Cf. Tab. 3.1, 3.2 et 3.3), nous avons utilisé la dénomination suivante pour désigner les différentes nuances.

Nous avons choisi de regrouper sous la dénomination P un ensemble de quatre nuances dont le chemin de refroidissement imposé conduit à une transformation perlitique de la phase austénitique parente. Ces nuances qui ont sensiblement la même composition chimique se différencient essentiellement par leur taux de niobium. Cet élément ayant une très grande influence sur la température de non-recristallisation (T_{nr}), celle-ci varie fortement d'une nuance à l'autre. Ainsi les nuances P₃ et P₄ ont été laminées entièrement en – dessous de leur température de recristallisation.

La nuance A se distingue des autres nuances par une température de non – recristallisation beaucoup plus basse et sert de référence pour les aciers bas carbone sans niobium. Bien que la température de non – recristallisation n'ait pas été calculée, elle doit être voisine de celle des aciers au manganèse, aux alentours de 800 °C. Par conséquent la totalité du traitement thermomécanique s'effectue au-dessus de sa température de recristallisation.

La nuance B se différencie des autres nuances par le chemin de refroidissement imposé à la brame austénitique, conduisant à une transformation de phase bainitique. Cette transformation de phase étant généralement incomplète, cette nuance est susceptible de contenir une faible proportion d'austénite retenue à température ambiante. La nuance B présente par ailleurs des taux de manganèse et vanadium supérieurs aux autres nuances.

La nuance C possède une composition proche de celle d'un acier commercial du type X60 et se caractérise par un taux de carbone plus élevé que les autres nuances.

Les tôles étudiées ont été prélevées en fin de processus d'élaboration industriel. Pour chaque nuance d'acier, les paramètres du procédé ont été choisis de manière à obtenir des produits semi-finis (bobines) dont les propriétés mécaniques et les dimensions répondent au cahier des charges du client. Ainsi, plusieurs paramètres du procédé diffèrent d'une nuance à l'autre. En général, les taux de réduction appliqués au cours du traitement thermomécanique, les chemins de refroidissement de la brame austénitique et les compositions chimiques sont modifiés.

3.3. Propriétés mécaniques

3.3.1. Comportement des tôles en traction

3.3.1.1. L'essai de traction

Certaines grandeurs caractéristiques du comportement mécanique des matériaux peuvent être obtenues par des essais de traction uniaxiaux. Ces grandeurs sont déterminées à partir de la courbe de traction, reliant l'allongement imposé à la contrainte subie par l'éprouvette (Cf. Fig. 3.1). La courbe de traction comporte plusieurs domaines en fonction de l'allongement, correspondant à des comportements différents du matériau vis à vis de la déformation que nous décrivons brièvement ci-dessous.

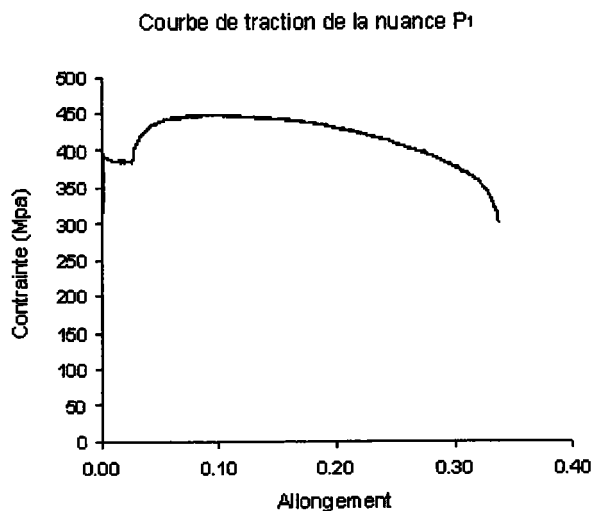


Fig. 3.1 : Courbe de traction obtenue pour la nuance P₁

Le domaine élastique

Pour les faibles allongements, le matériau se déforme de manière réversible par distorsion des réseaux atomiques cristallins. Dans ce domaine, la force appliquée est proportionnelle à l'allongement, ce qui s'exprime par la loi de Hooke :

$$\sigma = \varepsilon \cdot E$$

où σ est la contrainte, ε la déformation et E le module d'Young.

La limite d'élasticité

Elle correspond au déplacement irréversible des dislocations. Des marches apparaissent à la surface libre des grains, ceux-ci se déforment, c'est le début de la plasticité. Dans le cas des aciers HSLA, la déformation élastique s'arrête de façon brutale lorsque le métal atteint une

contrainte nommée ReH , nécessaire au décrochage des dislocations bloquées par des atomes interstitiels. Ce déblocage prend normalement naissance dans les congés de raccordement de l'éprouvette, car il règne dans cette zone une concentration de contraintes très locale. Il se forme un front où les dislocations sont débloquentes et ce front se déplace à travers l'éprouvette, donnant naissance à ce qu'on appelle des bandes de Lüders. Plusieurs bandes peuvent se propager, sous une contrainte à peu près constante, ce qui donne à la courbe de traction la forme d'un palier pendant lequel il n'y a pas de consolidation.

Il existe une définition conventionnelle de la limite d'élasticité, qui est la valeur de la contrainte pour une valeur faible de l'allongement. Généralement, on considère la valeur de la contrainte pour un allongement de 0.2 % et on note la limite d'élasticité correspondante $R_{p0.2}$.

La consolidation

Une fois le domaine de déformation plastique atteint, l'éprouvette s'allonge tout en diminuant sa section. Les dislocations se multiplient au sein du matériau, s'enchevêtrent, s'empilent sur les joints de grains et rendent l'effort nécessaire à la poursuite de l'allongement de plus en plus élevé : c'est la consolidation. Il arrive un moment où les possibilités de glissement des dislocations s'épuisent. La force n'augmente alors que très lentement, puis passe par un maximum pour un allongement appelé allongement uniformément réparti. La contrainte correspondante, notée R_m , s'appelle résistance à la traction.

La striction

Au lieu de se produire immédiatement, la rupture est différée. Le rétrécissement local qui est à l'origine de la décroissance de la courbe de traction s'amplifie mais cette zone résiste et la rupture peut encore nécessiter un allongement supplémentaire. Dans la zone de striction, où la section est amoindrie, la contrainte est plus élevée que dans le reste de l'éprouvette, mais la force, produit de cette section par cette contrainte, diminue quand même. Cela implique que les autres parties de l'éprouvette, soumises à une tension qui décroît, ne se déforment plus. L'essentiel de l'allongement se situe dans la zone de striction à partir de son apparition jusqu'à la rupture. La rupture se produit pour l'allongement noté $A\%$ (allongement à rupture).

3.3.1.2. Mode opératoire

La détermination des propriétés mécaniques des aciers a été réalisée au cours d'études préliminaires (Criqui 1998, Pötschke 1999). Les principales caractéristiques élastiques et plastiques des aciers ont été déterminées à partir d'essais effectués sur une machine de traction de modèle Zwick. Les essais ont été effectués sur des éprouvettes de 60 mm de longueur et 12.5 mm de largeur, selon la norme américaine ASTM A370-94.

La caractérisation de l'anisotropie du comportement en traction a été effectuée sur des éprouvettes prélevées dans différentes directions. En raison des faibles superficies de la plupart des tôles d'acier disponibles, il n'a généralement été possible de réaliser qu'au plus trois essais par nuance selon les directions DL et DT. Pour la nuance P_4 , les dimensions de la tôle n'ont pas permis d'effectuer d'essais selon DL.

3.3.1.3. Résultats

Pour certaines nuances, les mesures de limite élastique présentent de fortes dispersions, liées aux erreurs expérimentales. Cependant, la faible quantité de matière disponible ne nous a pas permis d'effectuer de mesures supplémentaires de manière à écarter d'éventuelles valeurs aberrantes. Les valeurs reportées dans le tableau 3.4 sont les moyennes effectuées sur trois essais. Les incertitudes sur les mesures ont été évaluées de deux manières.

Dans le cas où les trois essais sont dans la marge d'incertitude de la cellule de force, la valeur moyenne des essais a été prise avec une incertitude égale à celle de la cellule de force, ce qui correspond selon la section des éprouvettes à une contrainte comprise entre 8 et 13 MPa. Dans le cas où la dispersion est supérieure à la précision de la mesure, une incertitude absolue de $\pm \sigma$ a été admise, où σ est l'écart quadratique moyen.

	Limite élastique, Rp _{0.2} (MPa)		Résistance à la traction, R _m (MPa)		Allongement à rupture, A (%)	
	DL	DT	DL	DT	DL	DT
A	282 ± 10	295 ± 20	355 ± 10	365 ± 20	41	40
C	480 ± 30	515 ± 20	---	625 ± 12	25	---
P ₁	390 ± 13	411 ± 13	445 ± 13	450 ± 13	34	34
P ₂	425 ± 25	460 ± 25	480 ± 20	490 ± 15	30	26
P ₃	490 ± 8	511 ± 8	518 ± 10	528 ± 10	25	25
P ₄	---	495 ± 15	---	545 ± 10	---	24
B	565 ± 13	570 ± 13	660 ± 25	660 ± 25	25	26
B	45° 570 ± 30		45° 665 ± 15		45° 26	

Tab. 3.4 : Principales caractéristiques mécaniques obtenues par essais de traction

Les limites élastiques varient fortement d'une nuance à l'autre. La nuance A, qui a subi les dernières passes de laminage au-dessus de sa température de recristallisation, possède une limite d'élasticité de l'ordre de 300 MPa, comparable à celle des aciers bas carbone élaborés par voie classique. Les autres nuances possèdent une limite élastique nettement supérieure, dépassant le seuil de 350 MPa caractérisant les aciers à haute limite élastique. Les limites élastiques des nuances C et P sont comprises entre 400 et 500 MPa environ. Nous constatons que la nuance B se distingue par une limite d'élasticité plus élevée que les autres nuances, se situant autour de 570 MPa.

3.3.2. Résilience

3.3.2.1. Principe de la mesure

Pour caractériser la fragilité d'un métal sous l'action d'un choc, l'essai le plus répandu est l'essai de résilience sur éprouvette entaillée ou essai Charpy (Cf. Fig. 3.2). L'éprouvette se

présente sous la forme d'un barreau de section rectangulaire de 10 mm de longueur, comportant une entaille en V. Elle est calée sur deux appuis et frappée par un pendule terminé par un marteau équipé d'un couteau de choc. La résilience est l'énergie rapportée à la section de l'éprouvette nécessaire pour produire la rupture de l'éprouvette. Elle est déduite de l'énergie K emmagasinée par l'éprouvette lors du choc. Cette dernière est obtenue par la différence des énergies du pendule avant et après le choc, notées respectivement K_0 et K_1 .

$$K = K_0 - K_1$$

La résilience du matériau, notée KCV, est obtenue en divisant l'énergie par la section de l'éprouvette et s'exprime en $J.cm^{-2}$.

Les essais ont été effectués à différentes températures, comprises entre $-40\text{ }^{\circ}C$ et $40\text{ }^{\circ}C$, sur un appareillage de type mouton de Charpy fournissant une énergie initiale de 30 daJ. Pour atteindre des températures négatives, les éprouvettes sont placées dans un récipient contenant du méthanol, lui-même trempé dans de l'azote liquide. Elles y sont maintenues pendant une dizaine de minutes afin que leur température soit homogène. Afin de mesurer la température au cœur de l'éprouvette, un trou de deux millimètres de diamètre a été percé sur une longueur d'un centimètre pour l'introduction du thermocouple.

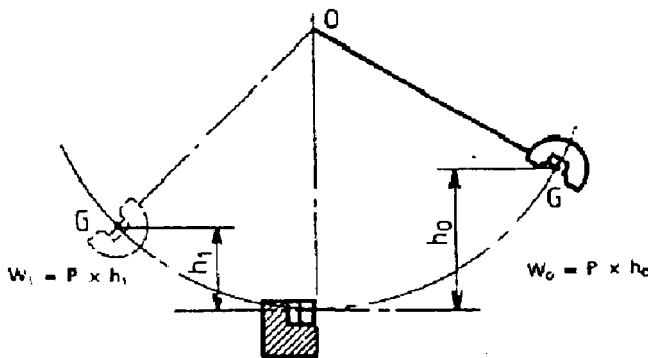


Fig. 3.2 : Représentation schématique de l'essai de Charpy

3.3.2.2. Résultats

Les résultats obtenus à l'aide de la méthode décrite ci-dessus sont présentés dans les tableaux 3.6a et 3.6b (Criqui 1998). De manière à caractériser l'anisotropie de la résilience dans le plan de la tôle, des mesures ont été effectuées dans les directions perpendiculaires aux directions DL et DT.

Pour ce type d'essai, les incertitudes sont difficiles à évaluer. Elles peuvent notamment fortement dépendre de la présence de défauts en fond d'entaille et de leurs formes. Dans la majorité des cas, l'écart type σ calculé sur les trois essais effectués pour chaque nuance et chaque direction est inférieur à 10%. Cependant, pour quelques essais, cette dispersion est plus importante et peut atteindre 30% environ.

Résilience dans la direction perpendiculaire à DL (KCV, J.cm⁻²)

	- 40 °C	- 20 °C	0 °C	24 °C	40 °C
A	290	290	305	295	310
B	330	340	375	335	405
C	155	180	195	215	215
P ₂	195	205	195	200	175
P ₃	210	205	190	205	200
P ₄	255	250	245	265	250

Résilience dans la direction perpendiculaire à DT (KCV, J.cm⁻²)

	- 40 °C	- 20 °C	0 °C	24 °C	40 °C
A	270	315	290	290	290
B	250	295	285	410	325
C	165	150	175	185	195
P ₂	190	195	195	195	180
P ₃	190	185	180	190	190
P ₄	245	245	240	265	245

Tab. 3.6a et 3.6b : Résilience en fonction de la température dans les directions perpendiculaires à DL et à DT.

Nous constatons que la résilience est globalement supérieure dans la direction perpendiculaire à DL, mais cette anisotropie n'est pas très marquée. Quelle que soit la direction de mesure considérée, les aciers étudiés possèdent des résiliences élevées, généralement supérieures à 180 J.cm⁻². Nous constatons également que les nuances A, B et P ne présentent aucune chute brutale de la résilience dans la gamme de température choisie. Pour ces nuances, la température de transition ductile – fragile est inférieure à – 40 °C.

Pour la nuance C, une légère baisse de la résilience est observée à partir de – 20 °C. Cette nuance présente une résilience autour de 160 J.cm⁻² à – 40 °C, ce qui est inférieur à la valeur constatée pour les autres nuances. Cette baisse de la résistance aux chocs peut être liée à la présence d'une transition ductile – fragile autour de – 20 °C environ. La température de transition ductile – fragile plus élevée pour la nuance C pourrait s'expliquer par une teneur en carbone plus forte que pour les autres nuances (Cf. premier chapitre).

Nous constatons que la nuance B présente des propriétés de résilience supérieures aux autres nuances. Cette différence peut s'expliquer par le fait que les nuances A, C et P ont subi une transformation de phase perlitique. En effet, la présence de perlite, un constituant formé de lamelles de carbures, fragilise les aciers.

3.4. Textures cristallographiques

3.4.1. Acquisition de figures de pôles par diffraction des rayons X

Les textures ferritiques sont déterminées expérimentalement dans deux plans parallèles au plan de laminage (DL, DT), situés à mi-épaisseur et à la surface de la tôle. En surface, la mesure est effectuée après abrasion d'une couche superficielle d'épaisseur égale à 5 % de l'épaisseur totale de la tôle. Les échantillons sont polis sur papier abrasif au carbure de silicium jusqu'à la granulométrie 4000. Ils sont ensuite attaqués avec un réactif chimique Nital (comportant 3% d'acide nitrique et 97% d'éthanol) de manière à enlever la couche superficielle écrouie introduite par l'étape de polissage et pouvant masquer l'état réel du matériau.

Un diffractogramme d'une des nuances a été mesuré de manière à déterminer la position des pics de diffraction de la phase ferritique (Fig. 3.3). Nous pouvons observer 3 pics, dont les angles de diffraction sont donnés dans le tableau 3.7. Ces pics de diffraction sont proches de ceux du fer α et ont servi de référence pour toutes les mesures de figures de pôles.

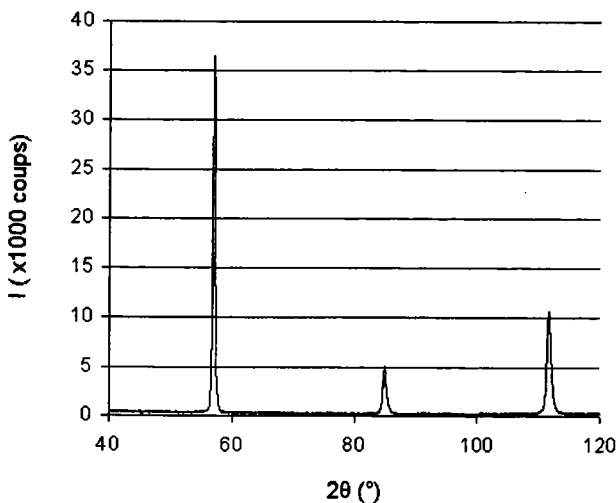


Fig. 3.3 : diffractogramme de la nuance P₃ montrant la présence des trois pics de diffraction de la phase ferritique.

Plan (hkl)	Distance réticulaire (Å)	2θ (°)
(110)	2.031	56.96
(200)	1.435	84.88
(211)	1.171	111.66

Tableau 3.7 : Distances réticulaires et angles de diffraction 2θ des plans (hkl) du fer pour le rayonnement K_α moyen du fer ($\lambda = 1.94 \text{ \AA}$).

La méthode d'acquisition des figures de pôles par diffraction des rayons X, utilisée dans cette étude est présentée au chapitre 2. Les figures de pôles incomplètes (200), (110) et (211) ont été déterminées sur un goniomètre de texture, équipé d'une anticathode tournante en fer et d'un détecteur courbe de 120° (Cf. chapitre 2). La FDO a été calculée à partir des figures de pôles expérimentales par la méthode harmonique, décrite dans le deuxième chapitre en développant les séries d'harmoniques sphériques jusqu'au rang $L_{\max} = 34$.

Les textures à cœur ont été analysées en considérant la symétrie d'échantillon orthorhombique, correspondant à la symétrie macroscopique du procédé de laminage. En surface, la symétrie macroscopique introduite par des cisaillements liés à la géométrie du laminage et au frottement entre les rouleaux et la tôle, s'écarte généralement de la symétrie orthorhombique. Pour cette raison, l'analyse des textures en surface a été effectuée dans un premier temps en considérant la symétrie d'échantillon triclinique. Cependant, les textures en surface obtenues en considérant la symétrie d'échantillon triclinique sont très proches des textures calculées en supposant la symétrie d'échantillon orthorhombique. La figure 3.4 illustre ce fait sur les figures de pôles recalculées de la nuance P₃. Nous constatons des différences minimales entre les figures de pôles calculées avec la symétrie orthorhombique et celles calculées avec la symétrie triclinique. En particulier, les maxima de densité diminuent très faiblement lorsque la symétrie orthorhombique est imposée et les coefficients d'erreur RP₁ sont légèrement plus faibles. Pour cette raison, nous avons effectué l'analyse des textures en surface en considérant une symétrie d'échantillon orthorhombique.

3.4.2. Représentation des textures

Nous avons généralement représenté les textures sous la forme de sections de la FDO à φ_2 constant. Les textures peuvent être également caractérisées par l'intensité de la fonction de texture le long de lignes particulières parcourant l'espace d'Euler, appelées fibres. A cœur, les fibres couramment utilisées pour décrire les textures ferritiques des aciers laminés à chaud sont les fibres RD (Rolling Direction), TD (Transverse Direction) (Savoie et al. 1994, Butrón-Guillén et al. 1994). Ces fibres sont représentées dans l'espace d'Euler sur la figure 3.5. Nous avons représenté sur la figure 3.6 la section $\varphi_2 = 45^\circ$ qui contient les deux fibres RD et TD. Sur cette section, les principales composantes des aciers laminés à chaud sont également présentes.

En surface, la fibre α a été utilisée pour décrire les textures. Les textures en surface comportent de fortes densités d'orientation le long de cette fibre α qui est généralement employée pour la description des textures de laminage des métaux c.f.c. (Hirsch et Lücke 1988).

Fibre	Définition	Domaine
Fibre RD	$\langle 110 \rangle // \text{RD}$	de $\{001\}\langle 110 \rangle$ à $\{110\}\langle 110 \rangle$
Fibre TD	$\langle 110 \rangle // \text{TD}$	de $\{001\}\langle 110 \rangle$ à $\{110\}\langle 001 \rangle$
Fibre α	$\langle 110 \rangle // \text{ND}$	de $\{110\}\langle 001 \rangle$ à $\{110\}\langle 011 \rangle$

Tableau 3.8 : Définition des fibres RD, TD et α utilisées pour la description des textures ferritiques.

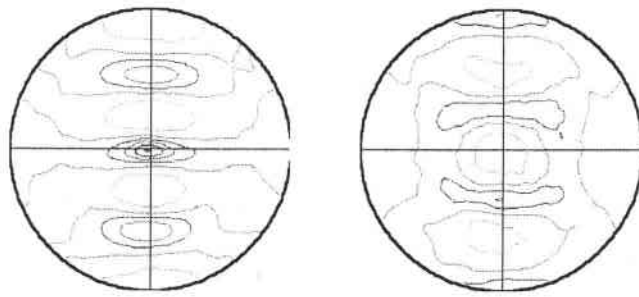


Figure de pôles (110)
Max = 3.03 – RP₁ = 3.7

Figure de pôles (200)
Max = 2.06 – RP₁ = 4.1

Fig. 3.4a

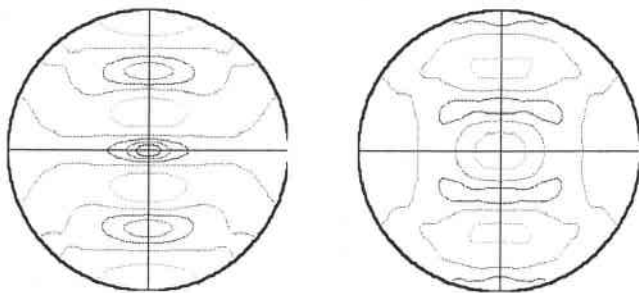


Figure de pôles (110)
Max = 2.92 – RP₁ = 2.7

Figure de pôles (200)
Max = 1.99 – RP₁ = 2.3

Fig. 3.4b

Niveaux : — 0.5 — 2.0
 — 1.0 — 2.5
 — 1.5 — 3.0

Fig. 3.4 : Figures de pôles (110) et (200) de la nuance P₃ en surface, calculées en supposant les symétries d'échantillon a) triclinique b) orthorhombique

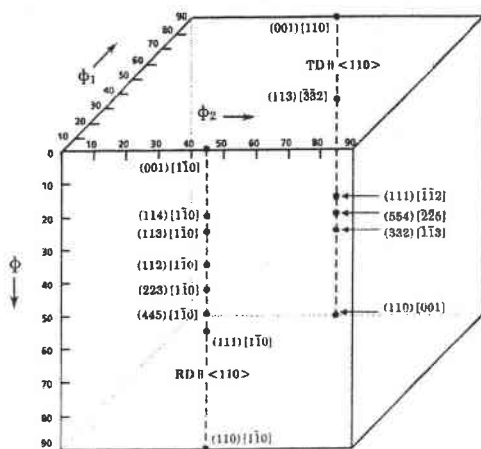


Fig. 3.5 : Représentation des fibres RD et TD

D'après Tóth et al. 1990

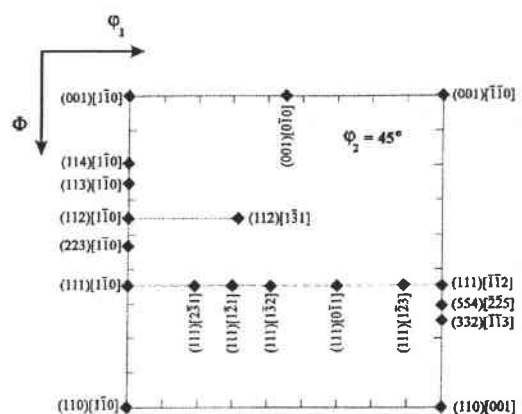


Fig. 3.6 : Principales orientations des aciers laminés en phase austénitique.

D'après Butrón-Guillén et al. (1994)

3.4.3. Résultats

Les coefficients d'erreur RP_1 déterminés sur les figures de pôles recalculées (200), (110) et (211) sont compris entre 2 et 5%. Ces coefficients relativement bas indiquent qu'en moyenne, les erreurs commises au cours de l'étape de l'analyse de texture sur les intensités supérieures à 1 sont faibles et que l'analyse est de bonne qualité. Les textures déterminées à mi-épaisseur et en surface sont représentées respectivement sur les figures 3.7 et 3.8. Pour chacune des nuances, nous constatons des différences marquées entre les textures à cœur et en surface. D'une part, les textures en surface sont moins marquées que celles à cœur. D'autre part, les composantes de texture diffèrent fortement.

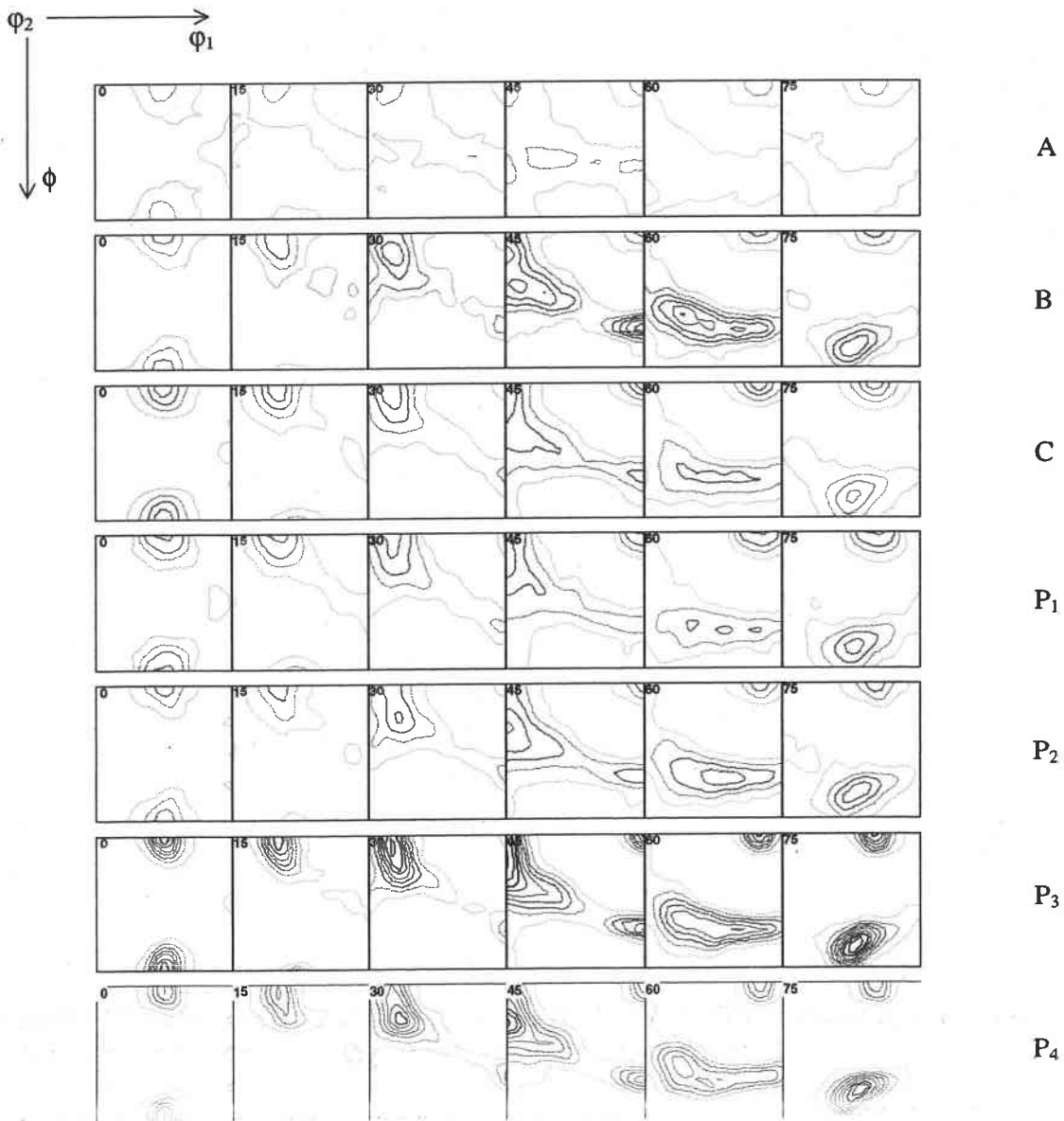


Fig. 3.7 : Sections à ϕ_2 constant des FDO déterminées à mi-épaisseur.
Niveaux identiques pour toutes les FDO : 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10

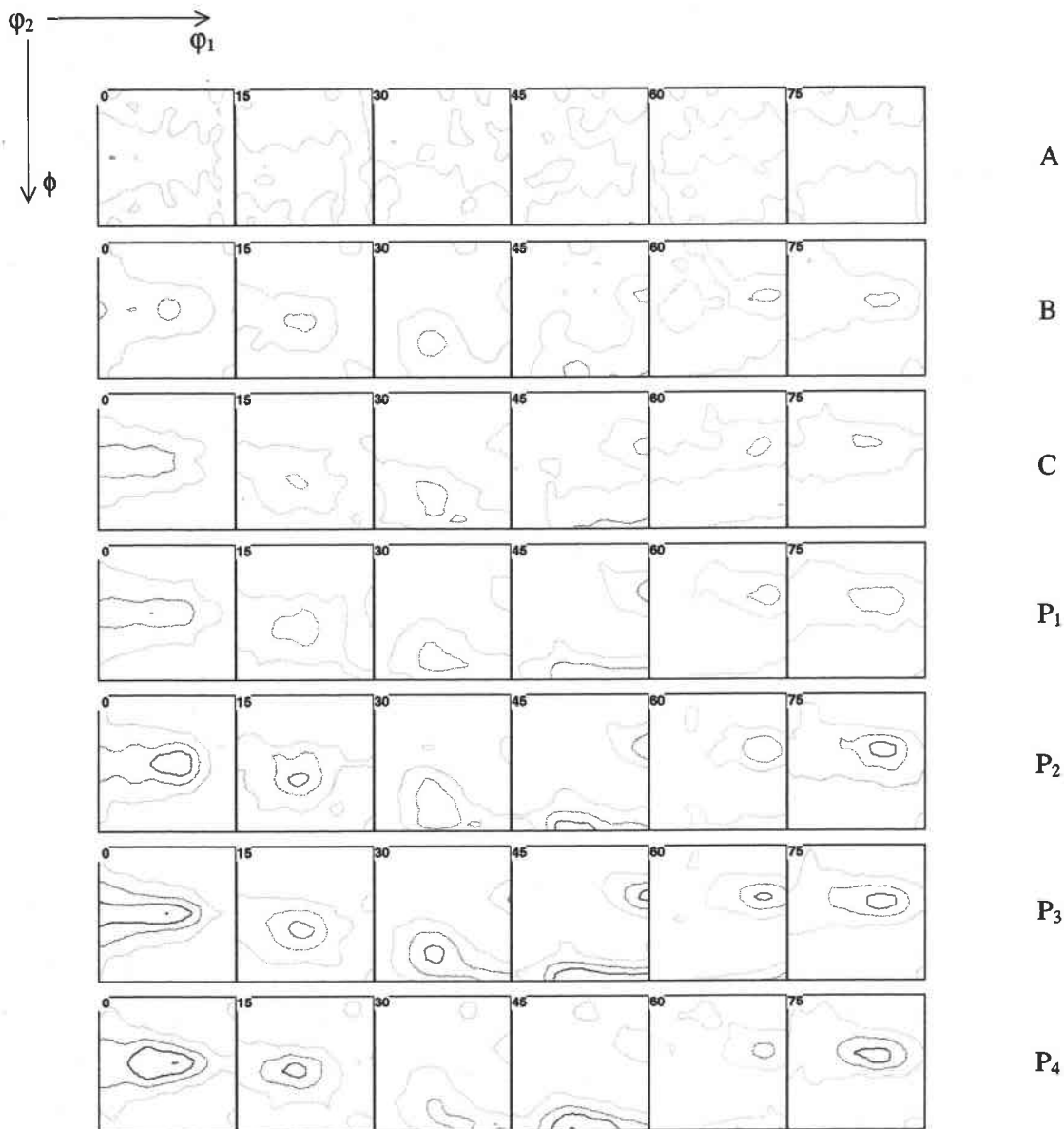


Fig. 3.8 : Sections à ϕ_2 constant des FDO déterminées en surface.
Niveaux 1, 2, 3, 4

A cœur, les textures diffèrent essentiellement par leur acuité (voir tableau 3.9) et présentent les composantes caractéristiques des aciers laminés en phase austénitique (Akbarzadeh et Jonas 1997, Baczynski et Jonas 1999, Inagaki 1984). La nuance A qui a entièrement recristallisé pendant le traitement thermomécanique possède une texture très peu marquée ($J = 1.2$). Les textures les plus marquées possèdent des indices de texture moyens ($J = 3.5$ pour la nuance P_3). La représentation en fibres montre que les nuances B, C et P présentent de fortes intensités le long de la fibre partielle RD, pour des orientations comprises entre $\{100\}\langle 110 \rangle$ et $\{112\}\langle 110 \rangle$ (Fig. 3.9a). La texture de la nuance A qui est beaucoup moins marquée ne présente pas d'intensités marquées le long de cette fibre. La représentation de la fibre TD montre la présence de composantes de texture marquées autour des orientations $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{554\}\langle 225 \rangle$ pour toutes les nuances, y compris la nuance A (Fig. 3.9b).

En surface, les différentes nuances présentent des textures de même type. Nous constatons que chaque nuance présente une texture de fibre partielle ND, comprise entre les orientations $\{110\}\langle 100\rangle$ (orientation Goss) et $\{110\}\langle 112\rangle$ (orientation laiton), ainsi qu'une forte intensité pour l'orientation $\{112\}\langle 111\rangle$ (orientation cuivre) (Cf. Fig. 3.9c).

	Indices de texture		Maximum de la FDO	
	à cœur	en surface	à cœur	en surface
A	1.2	1.1	2.5	2.2
B	2.4	1.2	6.9	2.4
C	1.8	1.2	5.0	3.0
P ₁	1.8	1.4	4.7	3.2
P ₂	2.0	1.4	5.3	3.7
P ₃	3.5	1.8	9.3	4.0
P ₄	3.2	1.6	9.6	4.1

Tableau 3.9 : Indices de texture et valeurs maximales de la FDO.

Les tôles présentant de fortes différences de texture entre le cœur et la surface, nous avons effectué une détermination de texture au quart de l'épaisseur de manière à estimer l'évolution de la texture dans l'épaisseur de la tôle. Cette mesure a été menée sur la nuance P₃, qui présente les indices de texture les plus élevés.

Les figures de pôles ont été mesurées avec le même mode opératoire que celui présenté précédemment. L'analyse de texture a été menée en supposant la symétrie d'échantillon triclinique, car les figures de pôles expérimentales ne présentent pas la symétrie orthorhombique. La texture est représentée sur la figure 3.10. Cette texture est très peu marquée ($J = 1.3$) et diffère des textures déterminées à cœur et en surface.

Nous n'avons pas effectué de mesure au quart de l'épaisseur pour les autres nuances, mais nous pouvons supposer que leurs textures intermédiaires sont également très peu marquées et que, par conséquent, la partie la plus texturée des tôles se situe dans la partie centrale.

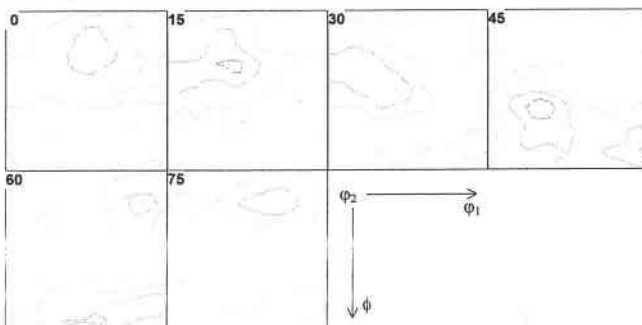


Fig. 3.10 : Fonction de texture de la nuance P₃ déterminée au quart de l'épaisseur.

Niveaux 1, 2, 3, maximum = 3.7

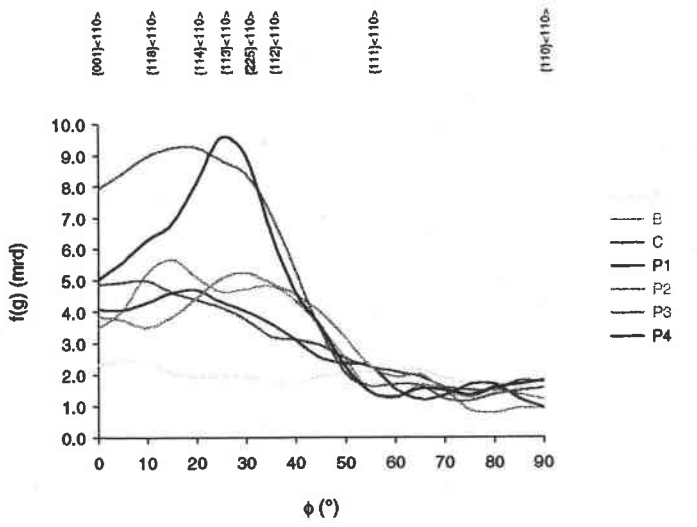


Fig. 3.9a

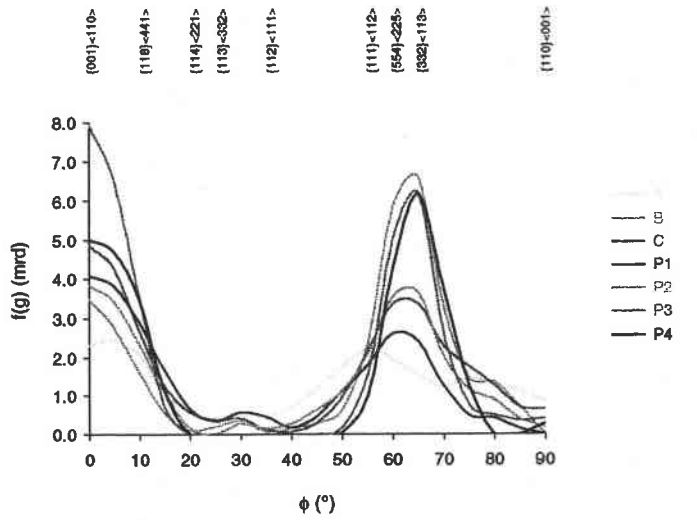


Fig. 3.9b

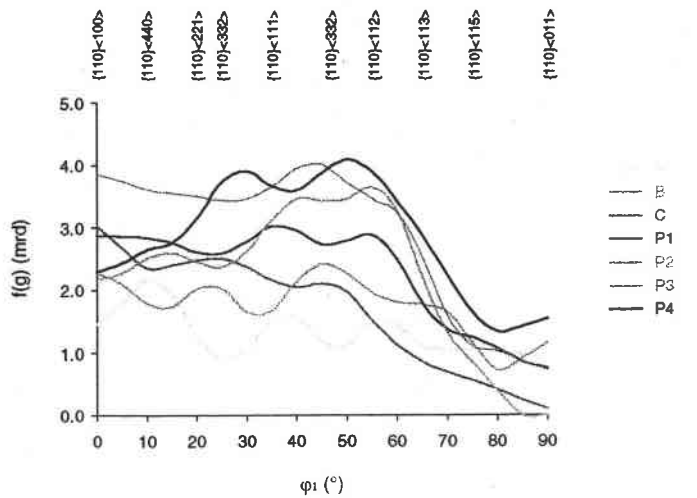


Fig. 3.9c

Fig. 3.9: Intensité des FDO le long des fibres a) RD b) TD et c) α

3.5. Microstructures

L'étude des microstructures est une étape importante pour la bonne compréhension des propriétés mécaniques. La limite élastique du matériau dépend de différentes caractéristiques microstructurales, comme la densité de joints de grains, la densité de précipités ou de la présence de dislocations. Certains éléments microstructuraux peuvent être déterminés par une observation au microscope optique. Cependant, la caractérisation des microstructures les plus fines nécessite une étude en microscopie électronique. Dans ce paragraphe, nous présentons les principales observations micrographiques effectuées au cours de cette étude.

3.5.1. Préparation des échantillons

Examen métallographique au microscope optique

Les échantillons sont d'abord polis mécaniquement au papier abrasif de carbure de silicium, jusqu'à la granulométrie 4000. La préparation se poursuit par un polissage avec une suspension diamantée de granulométrie 1 μm , jusqu'à disparition des rayures. Les échantillons sont ensuite attaqués avec une solution de Nital (3% d'acide nitrique et 97% d'éthanol) pendant environ 30 secondes, de manière à révéler la microstructure. Les échantillons sont ensuite observés au microscope optique (Axiophot – Zeiss).

Préparation pour l'observation au Microscope Electronique à Balayage (MEB)

La préparation des échantillons comporte une étape de polissage mécanique identique à celle décrite précédemment. L'observation au MEB nécessite une préparation de la surface des échantillons par attaque électrolytique. L'électrolyte utilisé est une solution composée de 70% d'éthanol, de 10% d'eau, de 12% d'éther monobutylique d'éthylèneglycol et de 8% d'acide perchlorique. Les résultats optimaux ont été obtenus pour une attaque de 5 s, avec une tension de 60 V et une intensité de 5 A.

Préparation pour l'observation au Microscope Electronique à Transmission (MET)

Une lame d'environ 1 mm d'épaisseur est tout d'abord découpée dans la partie centrale de l'échantillon. La lame est ensuite amincie mécaniquement sur papier abrasif jusqu'à l'obtention d'une lame mince d'environ 50 μm d'épaisseur. Des échantillons circulaires de 3 mm de diamètre sont découpés dans la lame puis amincis électrochimiquement à l'aide d'un amincisseur électrochimique Tenupol. La solution électrolytique utilisée est composée de 95% d'acide acétique, 5% d'acide perchlorique et 0.5 g/l d'oxyde de chrome III (Cr_2O_3). La tension appliquée est de 20 V, correspondant à une intensité d'environ 0.5 A. Après amincissement, le centre de la lame comporte un trou de quelques microns de diamètre, au bord duquel nous pouvons mener les observations au MET.

3.5.2. Microscopie optique

Les microstructures sont étudiées dans le plan (DN, DL). Dans cette section, il est possible d'observer les microstructures sur toute l'épaisseur de la tôle et d'observer d'éventuels effets de l'aplatissement des grains austénitiques par le laminage sur la microstructure ferritique.

Examen métallographique

Les observations au microscope optique montrent que toutes les nuances présentent des microstructures ferritiques majoritairement équiaxiales. Mis à part la nuance A (Fig. 3.11), pour laquelle la forme des grains est relativement régulière, les échantillons possèdent généralement des microstructures hétérogènes et complexes. Au sein d'une même nuance, la forme des grains peut varier. La nuance P₂ présente, par exemple, une forte proportion de grains allongés dans la direction de laminage (Fig. 3.12). D'une manière générale, les échantillons présentent une grande dispersion de leurs tailles de grains. Nous pouvons par exemple observer sur une micrographie de la nuance P₃, (Fig. 3.13) des grains dont la taille varie d'environ 1 à 10 µm. Enfin, les micrographies mettent en évidence pour l'ensemble des nuances la présence de sous-joints de grain, comme par exemple pour la nuance P₄ (Cf. Fig. 3.14).

L'observation métallographique de la nuance B a nécessité une préparation particulière pour pouvoir identifier les phases en présence. La préparation et l'observation de l'échantillon ont été réalisées par M. et Mme Pokorny et publiées dans Criqui 1998. Les micrographies présentées sur la figure 3.15 montrent la présence d'îlots de martensite et de grains d'austénite résiduelle. La localisation des grains d'austénite résiduelle dans les plans de laminages (DL, DT) peut être reliée à un phénomène de ségrégation d'un élément gammagène tel que le manganèse, se produisant au cours des étapes d'élaboration à haute température. La résolution du microscope optique se révèle cependant insuffisante pour pouvoir détecter des grains en forme de lattes ou platelets, caractéristiques d'une transformation de phase par cisaillement telle que la transformation bainitique.

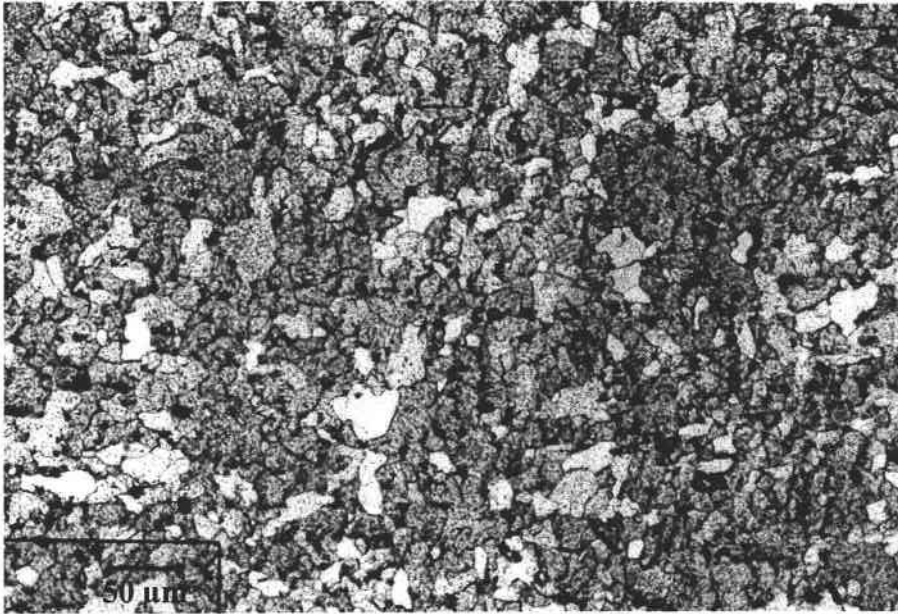


Fig. 3.11

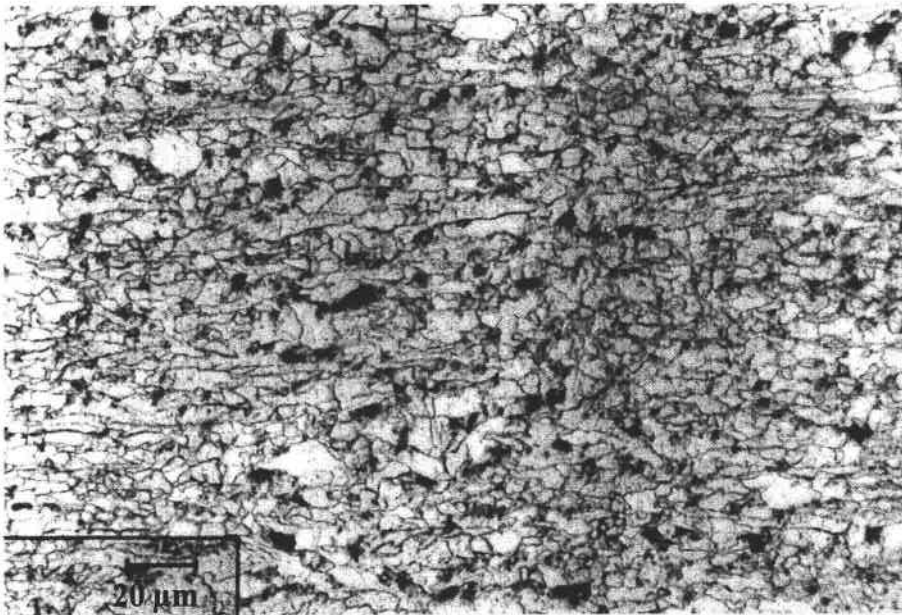


Fig. 3.12

Fig. 3.11 : Micrographie de l'échantillon A

Fig. 3.12 : Micrographie de l'échantillon P₂

Fig. 3.13 : Micrographie de l'échantillon P₃

Fig. 3.14 : Micrographie de l'échantillon P₄

a) Vue générale

b) Grain présentant des sous – joints de grains

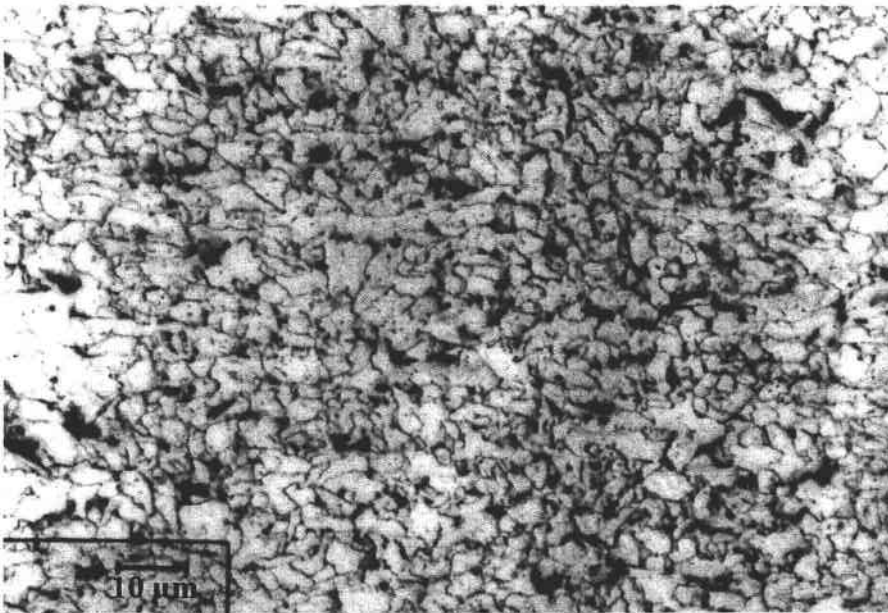


Fig. 3.13

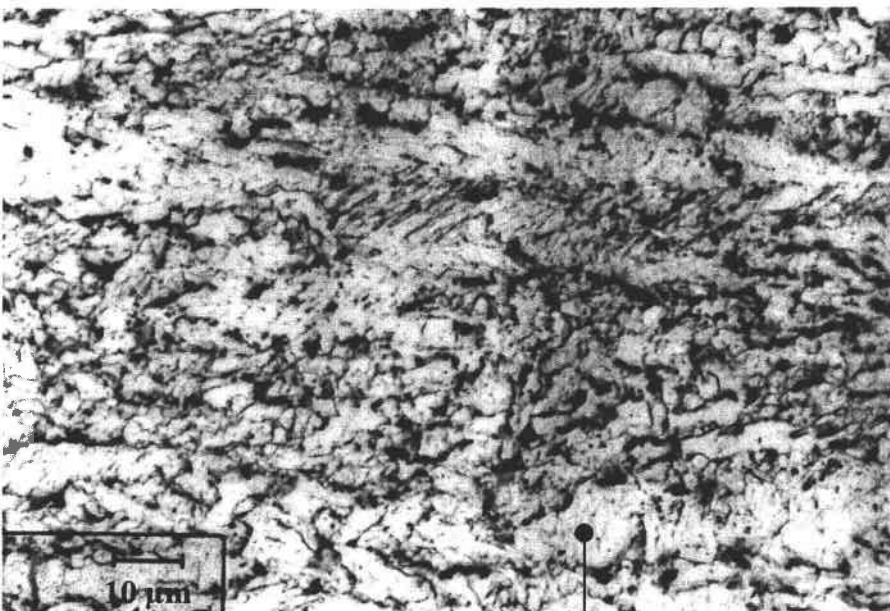
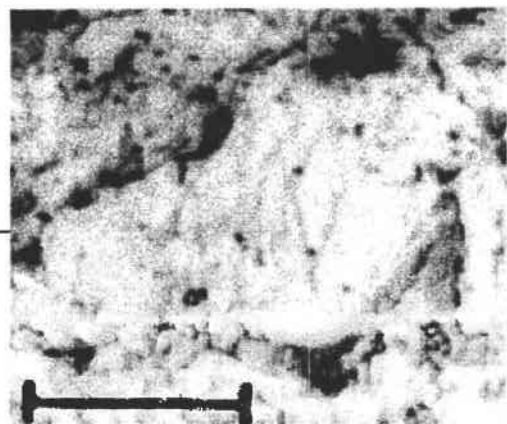


Fig. 3.14a

Fig. 3.14b



10 μm

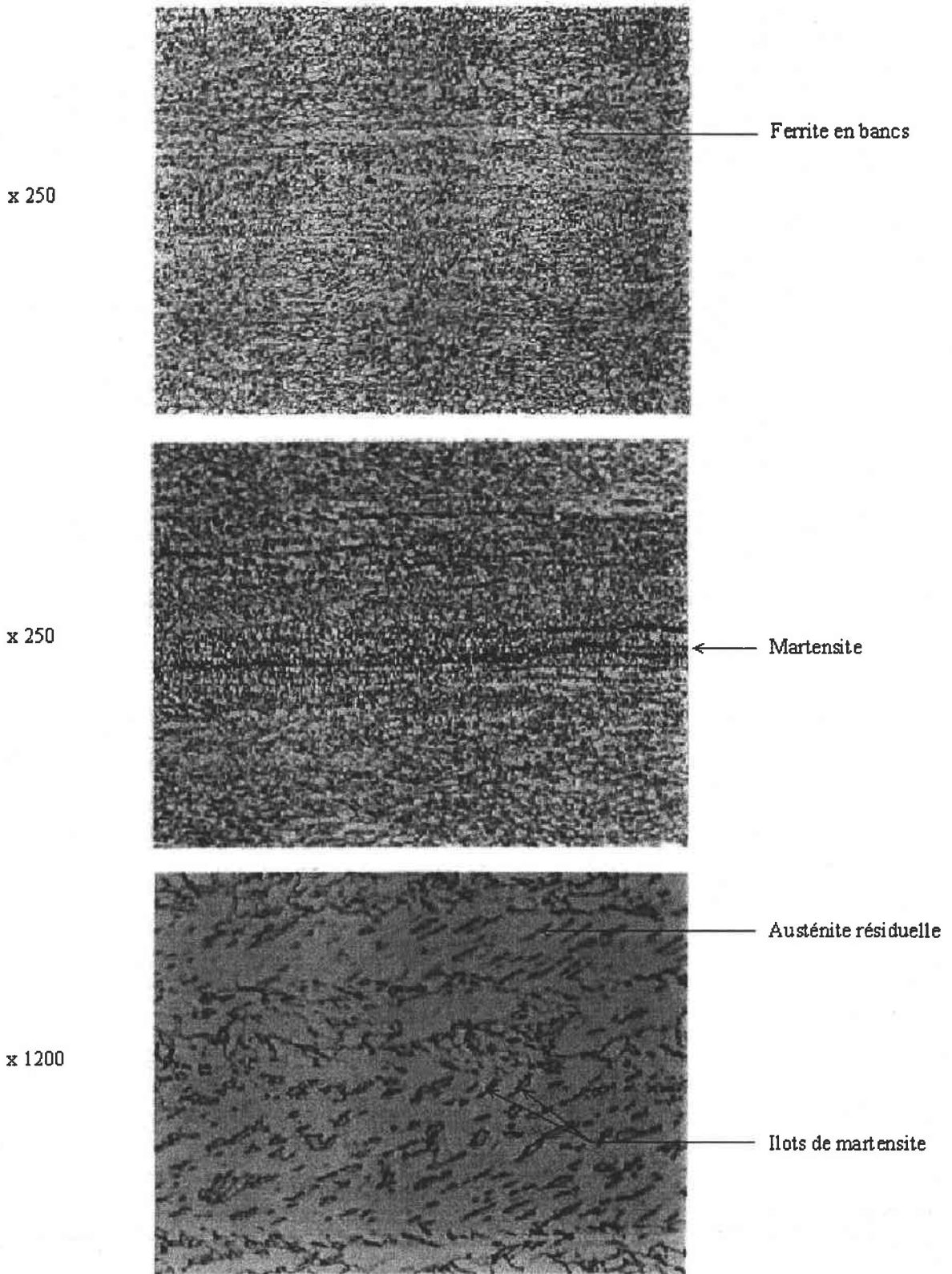


Fig. 3.15 : Micrographies optiques de la nuance B montrant la présence des phases minoritaires austénitiques et martensitiques.

L'observation au microscope électronique à balayage a permis de mettre en évidence une faible proportion de perlite dans les nuances P (Fig. 3.16).

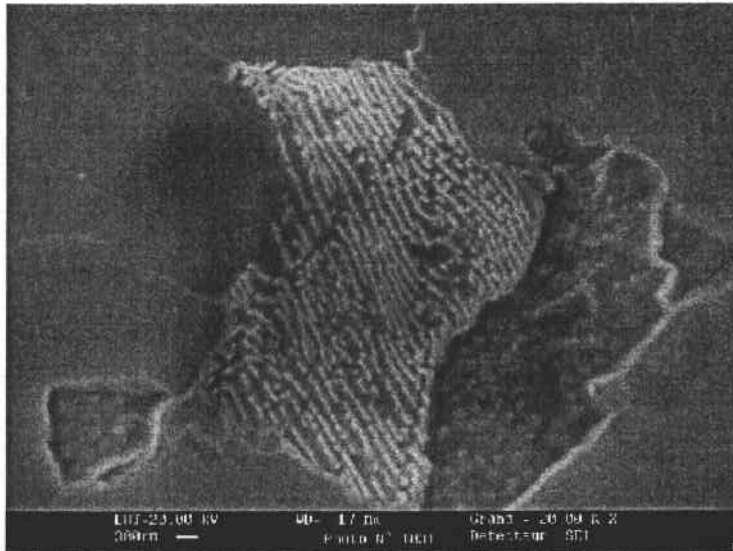


Fig. 3.16 : Micrographie de la nuance P₂, obtenue au microscope électronique à balayage, montrant un grain de perlite.

Détermination de la taille de grain

La limite d'élasticité d'un matériau dépend fortement de sa densité de joints de grains. Ceci s'exprime généralement sous la forme de la loi de Hall – Petch :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}}$$

où d est le diamètre moyen des grains.

La densité de joints de grain est une caractéristique fondamentale à considérer dans l'interprétation des propriétés mécaniques. Cet aspect sera abordé au paragraphe 7 de ce chapitre.

Une des méthodes de mesure de la taille de grains est la méthode des intercepts linéaires, qui consiste à déterminer la distance moyenne entre les joints de grains le long d'une ligne. La taille de grain déterminée par cette méthode est proche du diamètre équivalent des grain et nous assimilerons par la suite la longueur d'intercept linéaire moyenne à la taille de grain.

Les mesures d'intercepts linéaires ont été effectuées dans le plan médian des tôles, selon les deux directions DL et DT. De manière à obtenir des résultats fiables, un nombre minimum de 500 joints de grain a été considéré dans chaque direction, ce qui nous a permis de constater que les longueurs des intercepts ne varient pas de manière significative selon la direction de mesure choisie. Cette variation est toujours comprise dans l'intervalle $\pm \sigma$. Pour cette raison, nous avons déterminé la longueur d'intercept en prenant la moyenne des mesures effectuées dans les deux directions DL et DT. Les valeurs obtenues sont reportées dans le tableau 3.10. Un intervalle de $\pm \sigma$ a été choisi pour déterminer l'incertitude de la mesure, ce qui correspond à un indice de confiance de 95%.

L'étude de l'influence de la taille de grains sur la limite d'élasticité des matériaux sera présentée dans le paragraphe 3.7.

Longueur d'intercept linéaire moyenne (μm)	
A	18.0 ± 2.0
B	5.3 ± 0.3
C	7.0 ± 0.4
P ₁	9.2 ± 0.6
P ₂	6.5 ± 0.5
P ₃	3.6 ± 0.2
P ₄	4.3 ± 0.5

Tab. 3.10 : Longueurs moyennes d'intercept des joints de grains.

3.5.3. Microscopie électronique à transmission

Les tôles présentées dans cette étude ont subi différents chemins d'élaboration à haute température et possèdent, par conséquent, des caractéristiques mécaniques variés. La nuance B, qui a subi une transformation de phase bainitique, possède en particulier une limite d'élasticité plus élevée que les autres nuances. En effet, une transformation de phase par cisaillement peut contribuer à l'affinement de la microstructure et, par conséquent, à l'augmentation de la limite d'élasticité. D'autre part, la limite d'élasticité des matériaux dépend dans une large mesure des éléments microstructuraux les plus fins, tels que les précipités et les dislocations.

Cette étude en microscopie électronique à transmission a été réalisée dans le but de mieux comprendre l'influence des paramètres d'élaboration (notamment du chemin de refroidissement) sur la microstructure ferritique. D'autre part, la caractérisation des éléments de microstructure les plus fins est nécessaire à une bonne interprétation des propriétés mécaniques des matériaux.

Nous présentons dans ce paragraphe les principaux résultats obtenus en microscopie électronique à transmission sur les nuances B et P₁.

Etude de la nuance B

L'observation de la nuance B a révélé des morphologies de grains très variées, témoignant de la complexité des mécanismes de la transformation de phase. 5 types de morphologie principaux ont pu être relevés :

La majorité des grains observés présentent des sous-structures de cellules de dislocations (Fig. 3.17). Certaines zones du matériau présentent toutefois de larges grains de ferrite équiaxiaux, possédant une très faible densité de dislocations (Fig. 3.18). La figure 3.19 montre une région de l'échantillon présentant des ensembles de platelets. Ces grains pourraient donc provenir d'une transformation de phase contrôlée principalement par des mécanismes de cisaillement. Cependant, la morphologie de ces grains ne correspond pas aux principales morphologies bainitiques recensées dans la littérature et leur origine n'est pas totalement clarifiée. De telles zones représentent toutefois une faible proportion du matériau.

Enfin, deux types grains se présentant de manière isolée dans le matériau ont été identifiés. Tout d'abord, des grains avec une haute densité de dislocations, pouvant être de la martensite (Fig. 3.20). La martensite à bas carbone et la ferrite ne pouvant être différenciées par diffraction électronique, cette supposition se base sur des critères de morphologie. L'étude au microscope optique a montré que la martensite se trouve sous forme d'îlots. D'autre part, ces grains possèdent une très forte densité de dislocations, ce qui est généralement le cas de la martensite. Le dernier type de morphologie observé présente une sous-structure en lattes (Fig. 3.21). Des mesures de diffraction ont été menées sur différentes parties du grain, montrant que les clichés de diffraction de chacune des sous-structures peuvent être indexés avec les paramètres de maille de la ferrite. La partie sombre présentant une forte densité de dislocations pourrait être de la martensite.

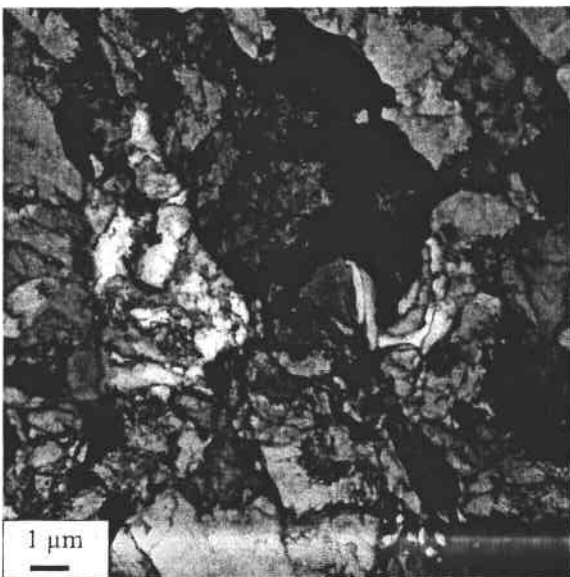


Fig. 3.17 : Grains présentant des sous-structures en cellules de dislocations.

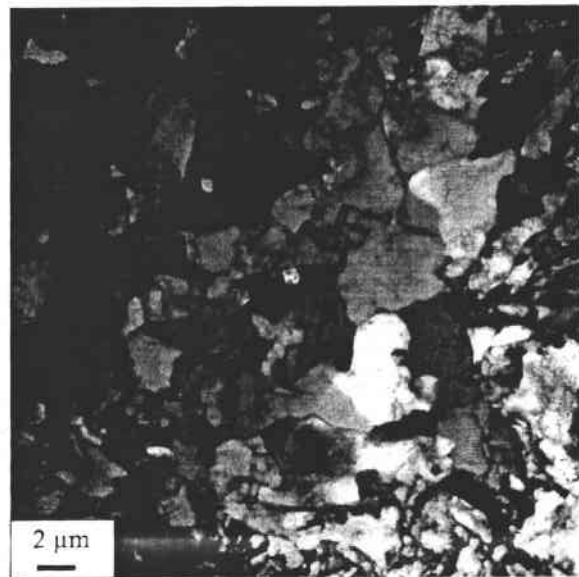


Fig. 3.18 : Zone contenant une forte proportion de larges grains équiaxiaux.

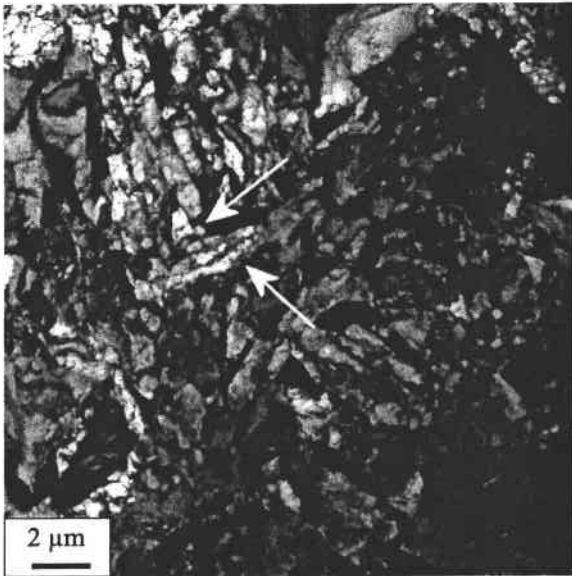


Fig. 3.19 : Micrographie de l'échantillon B montrant des familles de platelets.

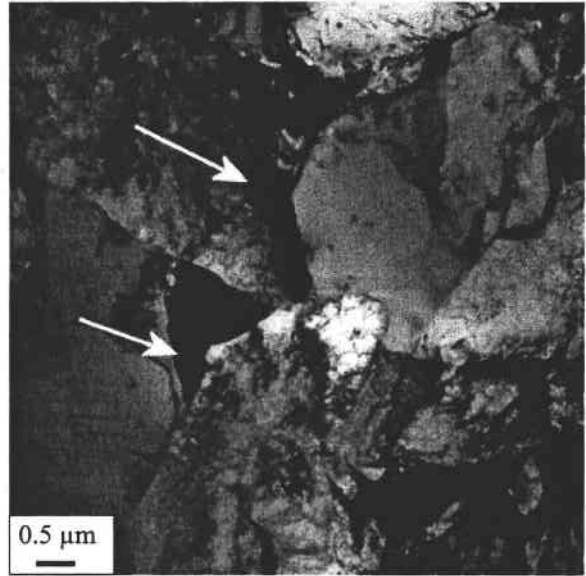


Fig. 3.20 : Grains présentant une très forte densité de dislocations, pouvant être de la martensite.

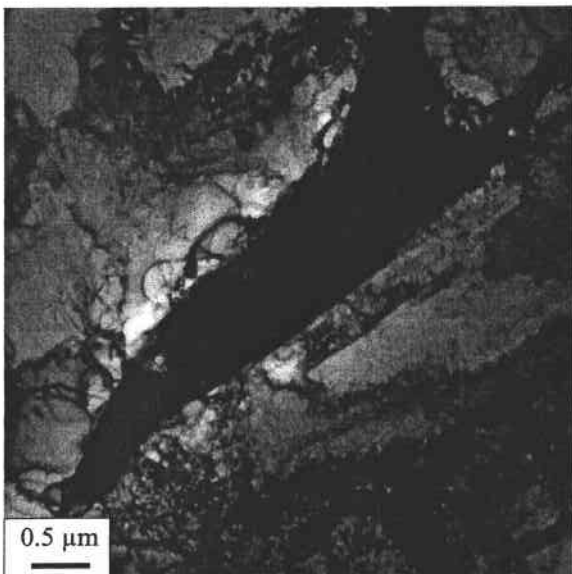


Fig. 3.21 : Constituant présentant une sous-structure en lattes.

Une étude des précipités a été menée sur cette nuance. Les précipités les plus gros, dont la taille est de l'ordre de $0.1 \mu\text{m}$, peuvent être observés directement. La détection des précipités nanométriques nécessite en revanche l'utilisation de techniques particulières. Un cliché de diffraction réalisé sur un grain du matériau est représenté sur la figure 3.22a. Le cliché montre la présence d'intenses taches de diffraction, pouvant être indexées avec les paramètres de maille de la ferrite. A ce réseau de taches de diffraction intenses, se superpose un ensemble de points moins intenses, appartenant à une ou plusieurs phases minoritaires. La figure 3.23

représente le négatif d'une image réalisée en champ sombre (c'est à dire formée à partir d'un faisceau diffracté par cette seconde phase). Ce cliché montre que ces taches de diffraction de faible intensité sont dues à la présence de précipités nanométriques dans le grain ferritique. Le cliché de diffraction, représenté sur la figure 3.22a, est toutefois complexe et les taches de diffraction de ces phases secondaires n'ont pas pu être indexées. En effet, les précipités présents dans les aciers HSLA peuvent être complexes et peuvent contenir plusieurs éléments d'addition sous forme de carbonitrides alliés. La disposition des taches de diffraction de ces phases minoritaires indique cependant que celles-ci vérifient des relations d'orientation avec la matrice ferritique. En effet, la diffraction de ces précipités forme un réseau comportant un nombre limité de taches, réparties symétriquement autour des taches principales correspondant au grain de ferrite (voir par exemple les pics marqués d'une flèche sur la figure 3.22b).

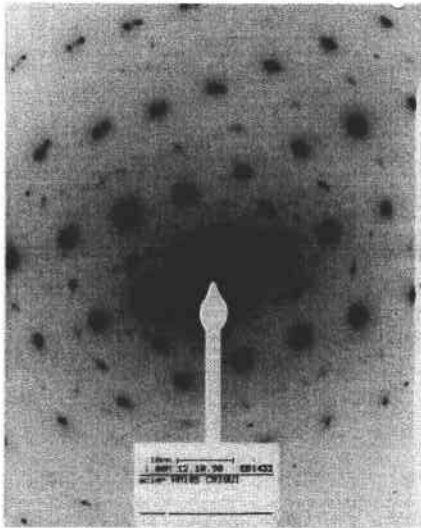


Fig. 3.22a

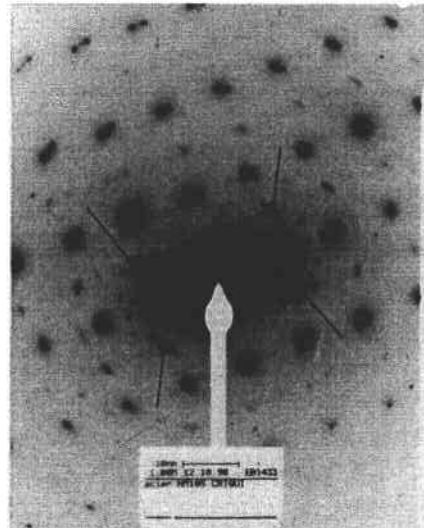


Fig. 3.22b

Fig. 3.22 : Cliché de diffraction réalisé sur un grain de la nuance B.



Fig. 3.23 : Négatif de l'image en champ sombre, révélant une fine dispersion de précipités.

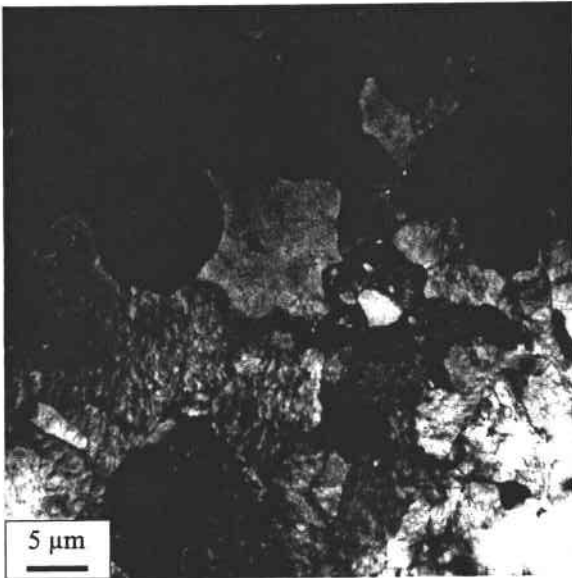


Fig. 3.24 : grains équiaxiaux, présentant une faible densité de dislocations.

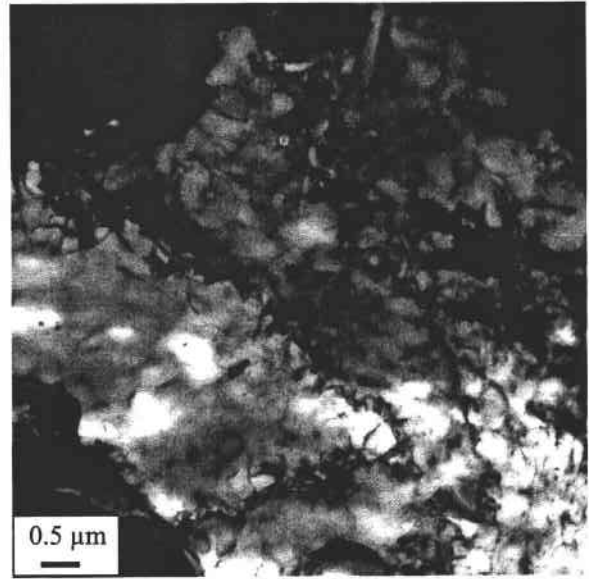


Fig. 3.25 : Sous-structures en cellules de dislocations.

Etude de la nuance P_1

La microstructure de la nuance P_1 est beaucoup plus homogène que celle de la nuance B. La majorité des grains de cette nuance sont équiaxiaux et présentent une faible densité de dislocations (Fig. 3.24). Toutefois, des grains possédant des sous-structures en cellules de dislocations ont été observés en faible proportion (Fig. 3.25).

Une étude des précipités de la nuance P_1 a été effectuée par des techniques de diffraction similaires à celles décrites précédemment. Nous avons représenté sur la figure 3.26 un cliché de diffraction réalisé sur un grain de ferrite, typique de ceux observés pour cette nuance. Le cliché montre la présence de taches de diffraction intenses, pouvant être attribuées à la matrice ferritique. Nous pouvons également observer la présence d'anneaux de diffraction, peu intenses, provenant de la diffraction de phases minoritaires. Contrairement à ce qui a été observé dans le cas de la nuance B, les faisceaux diffractés par ces phases minoritaires se distribuent de manière relativement homogène selon des anneaux, ce qui indique que celles-ci sont orientées aléatoirement dans la matrice. La figure 3.27 montre une image en champ sombre formée à partir d'un faisceau diffracté révélant la présence de précipités, de tailles hétérogènes et sensiblement plus grossiers que ceux observés dans la nuance B. Au cours de cette étude, nous n'avons pas pu mettre en évidence, pour cette nuance P_1 , de précipités cohérents en relation d'orientation cristallographique avec les grains de ferrite.

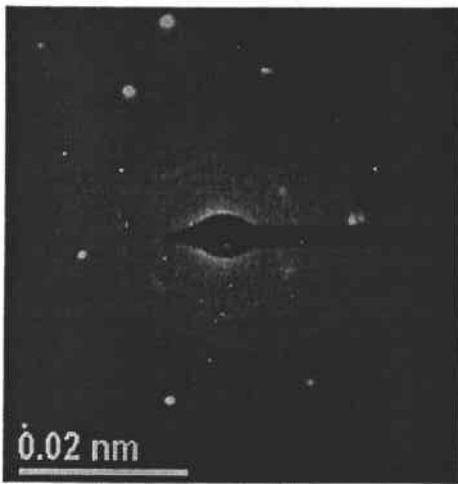


Fig. 3.26 : Cliché de diffraction réalisé sur un grain de la nuance P₁.

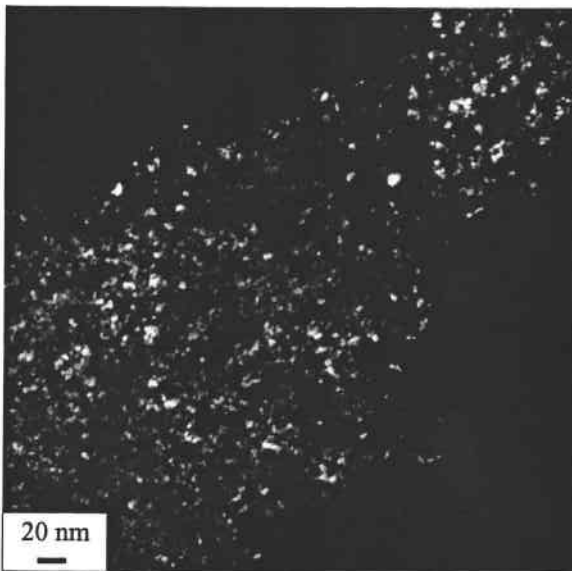


Fig. 3.27 : Micrographie en champ sombre de la nuance P₁.

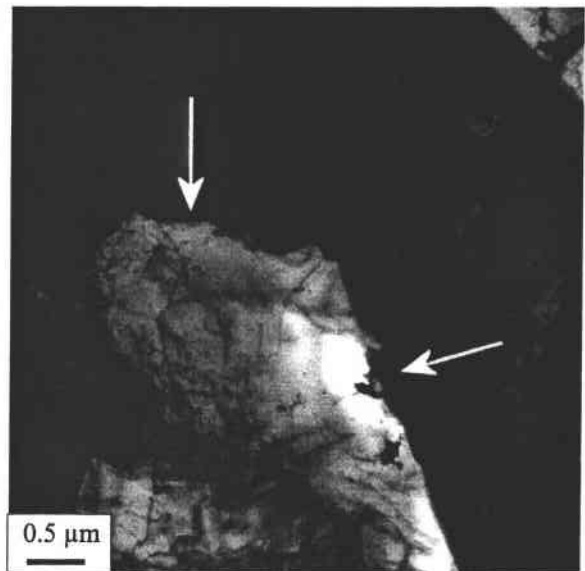


Fig. 3.28 : Précipités micrométriques localisés aux joints de grains ferritiques.

L'étude au MET de cette nuance nous a également permis de révéler la présence de précipités micrométriques, principalement localisés aux joints de grains (Cf. Fig. 3.28). En absence de renseignement sur la composition chimique de cette phase, nous n'avons pas pu indexer le cliché de diffraction correspondant et la nature de ces précipités n'a pu être déterminée.

La présence de larges précipités micrométriques contribue peu au durcissement des aciers. En effet, à fraction volumique de précipités constante le durcissement par dispersion de précipités diminue lorsque la taille des particules augmente (Cf. chapitre 1).

Conclusion

L'étude en microscopie électronique a permis de constater d'importantes différences microstructurales entre les nuances B et P₁. La nuance P₁ présente une majorité de grains équiaxiaux, ce qui peut s'interpréter par le fait que cette nuance a subi une transformation de phase perlitique. La croissance des grains est alors principalement contrôlée par des mécanismes de diffusion, conduisant à une microstructure équiaxiale, avec une densité de défauts cristallins relativement faible. En revanche, la nuance B possède une forte proportion de grains présentant des sous-structures en cellules de dislocations, ce qui peut s'expliquer par la nature non-diffusionnelle de la transformation de phase bainitique. Ces considérations sur la nature de la transformation de phase sont en accord avec d'autres faits expérimentaux : la présence ou l'absence d'austénite résiduelle dans le matériau peut fournir une forte indication sur le caractère diffusionnel de la transformation de phase. Il est en effet admis qu'une transformation γ - α contrôlée par des mécanismes diffusionnels est complète, de sorte que le matériau après transformation de phase ne contient pas d'austénite résiduelle. Inversement, la présence d'austénite résiduelle dans le matériau à température ambiante indique généralement que les mécanismes non-diffusionnels jouent un rôle important au cours de la transformation de phase (Hensger 2001).

L'influence de la microstructure sur les caractéristiques mécaniques des différentes nuances sera discutée dans le paragraphe 3.7.

3.6. Influence des paramètres du procédé sur les propriétés à température ambiante

La formation des textures austénitiques au cours du laminage à chaud peut se décomposer en deux étapes, décrites ci-dessous (Flemming et Hensger 1998) :

Au cours des étapes de laminage à température supérieure à T_{nr} , la cinétique de recristallisation est suffisamment élevée pour que la brame austénitique recristallise entièrement entre deux passes de laminage successifs. Les dislocations créées par la déformation dans l'emprise des rouleaux du laminoir se réarrangent pour former de nouveaux germes exempts de défauts, qui vont croître et remplacer la microstructure de déformation par une microstructure entièrement recristallisée. Les effets du laminage sur la microstructure s'annihilent entre les passes : on dit qu'il n'y a pas d'accumulation de déformation. La germination et la croissance de grains s'accompagnent d'une modification de la statistique d'orientation des grains. La texture de déformation créée par l'étape de laminage se transforme en une texture de recristallisation.

A la suite de la première passe de laminage en dessous de T_{nr} , la recristallisation de la brame entre les cages de laminoir est incomplète. Une fraction des grains du matériau ne subit pas de recristallisation, ce qui signifie qu'une partie des effets du laminage sur la microstructure et la texture de la brame austénitique s'accumule de passe en passe : on dit qu'il y a accumulation de la déformation.

La recristallisation d'aciers microalliés a fait l'objet de travaux récents (Militzer et al. 2000). Les auteurs ont étudié la cinétique de recristallisation de l'austénite à haute température au cours d'une simulation des étapes de laminage à chaud par une série d'essais de torsion (Cf. Fig. 3.29). Les essais ont été effectués à huit températures décroissant de 1100 °C à 900 °C, avec une vitesse de déformation de 1 s⁻¹ et un intervalle de temps entre chaque essai passant de 8 s à 1 s. La première torsion R1 à 1100 °C simule la déformation dans le laminoir de dégrossissage (roughing mill). Les torsions suivantes F1 à F7 simulent les déformation dans les laminoirs de finition (finishing mills). Les courbes contrainte – déformation ont été déterminées pour trois aciers microalliés de compositions chimiques différentes. Cette étude montre que les courbes de contrainte – déformation obtenues pour chacune des trois nuances d'acier présentent des différences marquées. Pour la nuance V, qui ne contient pas de niobium, aucune accumulation de déformation ne se produit au cours des essais successifs, ce qui signifie que la recristallisation du matériau est complète entre chaque étape déformation. La réponse à la déformation de cette dernière nuance diffère fortement de celle obtenue pour la nuance Nb, qui contient 0.036% massique de niobium. Ces essais montrent en effet que la déformation s'accumule de manière importante après la troisième torsion (F3). Pour cette nuance, l'accumulation de déformation s'explique par la recristallisation incomplète de l'austénite. Cet effet est encore plus marqué pour la nuance Nb/Ti 80, contenant 0.086% massique de Nb, où l'accumulation de la déformation est évidente dès la deuxième torsion. Les microstructures et textures de la ferrite, qui sont héritées de l'état métallurgique de l'austénite, dépendent donc fortement des paramètres de la déformation à chaud.

En outre, ces travaux mettent en évidence le rôle des éléments d'addition, et notamment du niobium, sur les cinétiques de recristallisation de l'austénite au cours du traitement thermomécanique. Dans ce paragraphe, nous allons étudier l'influence de ces paramètres sur la texture et la microstructure des tôles à température ambiante.

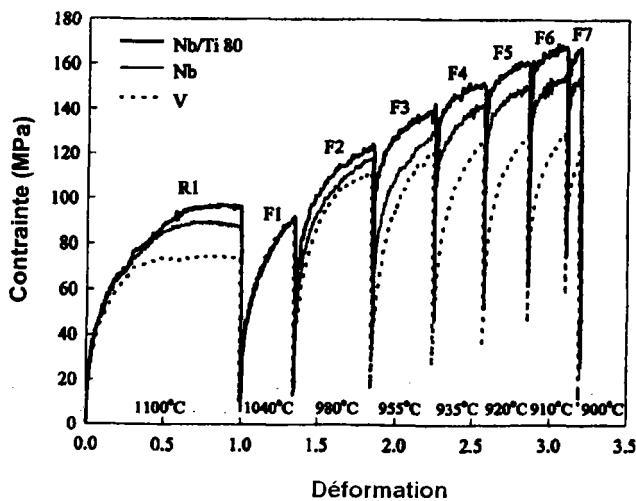


Fig. 3.29 : Courbes contrainte-déformation obtenues pour trois aciers par essais de torsion à différentes températures (d'après Militzer et al. 2000).

3.6.1. Relation entre traitement thermomécanique et acuité des textures

Les textures des différentes nuances présentent des acuités très variées. Pour étudier l'influence du schéma thermomécanique sur la formation des textures, nous avons représenté l'indice de texture des différentes nuances en fonction de :

- a) leur taux de réduction total à haute température (ϵ_Σ) (Fig. 3.30a)
- b) leur taux de réduction à température inférieure à T_{nr} (ϵ_c) (Fig. 3.30b)

Fig. 3.30a

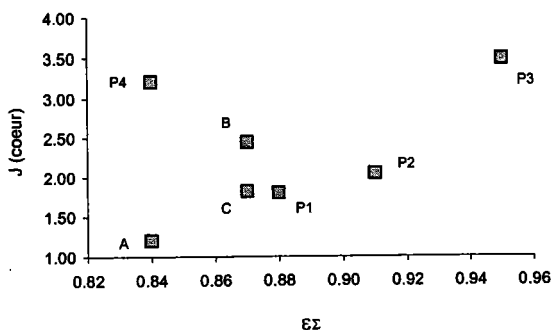
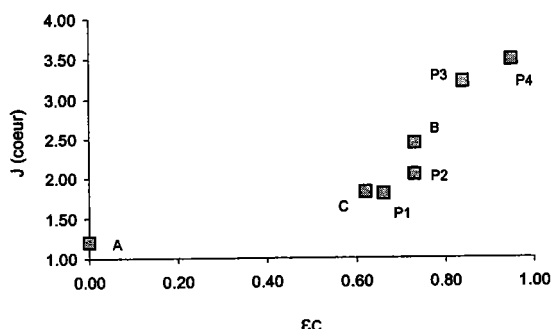


Fig. 3.30 : Indice de texture en fonction

- a) du taux de réduction global
- b) du taux de réduction à température inférieure à T_{nr}

Fig. 3.30b



Nous constatons qu'il n'y a pas de corrélations entre l'indice de texture et ϵ_Σ (Fig. 3.30a). Ainsi la nuance P₄, qui a subi sensiblement le même taux de réduction global que la nuance A présente une texture beaucoup plus prononcée.

La figure 3.30b montre en revanche qu'il existe pour l'ensemble des nuances une forte dépendance entre l'indice de texture et ϵ_c . Globalement, les textures ferritiques sont d'autant plus prononcées que le taux de réduction en – dessous de la température de recristallisation de la phase austénitique est grand. Pour interpréter cette observation, nous pouvons supposer que la texture austénitique parente est principalement acquise au cours des étapes de laminage à température inférieure à T_{nr} . Les textures sont alors d'autant plus marquées que le taux de déformation aux températures inférieures à T_{nr} est important. Après transformation de phase, l'acuité de la texture héritée est d'autant plus forte que la texture parente est prononcée.

Une étude plus complète de l'influence des paramètres de laminage sur les textures austénitiques sera présentée au chapitre suivant.

3.6.2. Relation entre traitement thermomécanique et taille de grain

Nous constatons qu'il y a une corrélation entre la taille de grain ferritique et les paramètres du traitement thermomécanique. La nuance A qui a subi la totalité de traitement thermomécanique au-dessus de sa température de non recristallisation possède la microstructure la plus grossière (Cf. tableau 3.10). En revanche, les nuances P₃ et P₄ qui n'ont pas subi de recristallisation complète au cours du laminage à chaud présentent les tailles de grain les plus faibles. Nous avons tracé la taille de grains en fonction du taux de réduction à température inférieure à la température de recristallisation (Fig. 3.31). Globalement, la taille de grain diminue lorsque la déformation en-dessous de T_{nr} augmente. En effet, en augmentant le taux de réduction à température inférieure à T_{nr}, la densité de défauts cristallins présents dans l'austénite en sortie de train de laminage est accrue. L'augmentation de la densité de sous-joints de grain favorise la germination de la ferrite et contribue à affiner la microstructure ferritique.

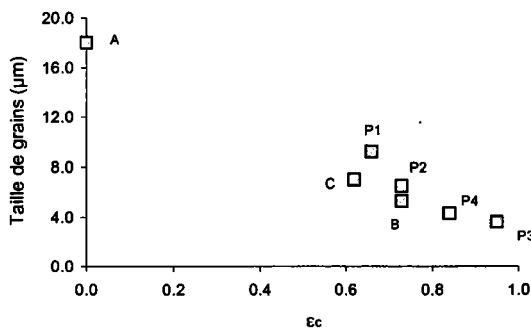


Fig. 3.31 : Taille de grains en fonction du taux de réduction à température inférieure à T_{nr}

D'autres phénomènes physiques peuvent intervenir dans la limitation de la croissance des grains ferritiques. Notamment, la précipitation de phases minoritaires aux joints de phase ferrite – austénite au cours de la transformation de phase peut diminuer la mobilité des joints de phase et contribuer à affiner la microstructure ferritique. D'autre part, l'augmentation de la vitesse de refroidissement permet également la diminution de la taille des grains de ferrite après transformation de phase. Il semble toutefois que le taux de réduction en-dessous de la température de recristallisation soit un paramètre essentiel à prendre en compte pour le contrôle de la taille de grain ferritique du produit final.

3.7. Relation entre propriétés mécaniques, microstructures et textures

Dans le paragraphe précédent, nous avons constaté que les conditions d'élaboration à chaud influencent fortement les microstructures et textures des produits finis. Nous avons également observé que ces états métallurgiques diversifiés conduisent à des caractéristiques mécaniques très variées. Dans le paragraphe suivant, nous allons examiner l'influence de certaines caractéristiques métallurgiques (texture et microstructure) sur le comportement mécanique des aciers.

3.7.1. Relation entre texture et anisotropie des propriétés mécaniques

L'anisotropie de la limite d'élasticité d'un matériau polycristallin dépend essentiellement de la texture, de la forme de grains et de la distribution spatiale des précipités. Nous avons constaté au paragraphe 3.5, que les longueurs moyennes d'intercept linéaire des joints de grains dans les deux directions DL et DT sont similaires. D'autre part, l'observation au MET des nuances B et P₃ n'a pas révélé d'anisotropie de la distribution des précipités, notamment d'alignement des précipités dans une direction particulière. Pour cette raison, nous avons supposé pour les nuances étudiées dans ce travail que l'anisotropie de la limite élastique est principalement régie par la texture.

Détermination expérimentale de l'anisotropie

Des incertitudes expérimentales ne permettent pas de caractériser de l'anisotropie de la limite élastique dans le plan de la tôle avec précision. Ces incertitudes sont parfois dues à des erreurs expérimentales, mais sont également liées à la précision de la cellule de force de la machine de traction. Compte tenu des sections et des résistances des éprouvettes, les essais ont été généralement effectués sur une machine de traction pouvant appliquer une force équivalente à 20 T. Dans la gamme d'efforts appliqués, la cellule de force de 20 T possède une précision de 1000 N, ce qui correspond, pour les dimensions d'éprouvettes utilisées à une contrainte d'environ 10 MPa. La nuance P₃ possédant une épaisseur plus faible, nous avons pu utiliser une cellule de 5 T, permettant une meilleure précision (250 N). Ainsi les limites élastiques correspondantes ont pu être déterminées avec une incertitude de 8 MPa (Cf. Tab. 3.4).

Pour l'ensemble des nuances, la limite d'élasticité est en moyenne supérieure dans la direction DT. La nuance P₃ exceptée, cette différence est comprise dans les incertitudes sur la mesure et n'est donc pas significative. Pour la nuance P₃, les conditions de mesure permettent de détecter une anisotropie. Cependant, même pour cette nuance où les limites élastiques ont été déterminées avec une bonne précision, l'incertitude sur l'anisotropie est très grande. Celle-ci est comprise entre 1% et 8%.

Simulation de l'anisotropie

En raison des fortes incertitudes expérimentales, nous avons voulu calculer l'anisotropie de la limite d'élasticité des tôles en fonction de leur texture.

Dans le cas où l'anisotropie de la limite élastique dépend uniquement de la texture, celle-ci peut être calculée à l'aide d'une modélisation de la déformation plastique du polycristal. Le modèle utilisé dans cette étude est le modèle de Taylor, décrit dans le chapitre 4.

Dans le cadre du modèle de Taylor, l'anisotropie plastique d'un polycristal peut être déterminée à partir du facteur de Taylor moyen \bar{M} (Bunge et Esling 1997) :

$$\bar{M} = \int M(g) \cdot f(g) dg$$

où $f(g)$ la fonction de texture du polycristal.

La méthode de calcul de l'anisotropie de la limite d'élasticité d'un polycristal a été décrite en détail par Bunge et Esling (Bunge et Esling 1997).

Cette méthode ne donne pas la valeur de la limite d'élasticité dans une direction donnée, mais seulement la valeur relative par rapport à une direction de référence, généralement la direction DL. L'anisotropie s'exprime alors sous la forme σ/σ_0 , où σ est la limite d'élasticité dans la direction formant un angle β avec la direction DL et σ_0 la limite d'élasticité dans la direction DL.

La déformation plastique des matériaux de symétrie c.c. s'effectue principalement par glissement cristallographique. Pour ces matériaux, les principaux systèmes de glissement actifs sont les systèmes $\{110\}\langle 111\rangle$, $\{112\}\langle 111\rangle$ et $\{123\}\langle 111\rangle$ (Christian 1983, Raabe 1995). Cependant, des études théoriques et expérimentales ont montré que la prise en compte des deux systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ est généralement suffisante pour la description de la déformation plastique des matériaux c.c. (Franciosi 1983).

Une caractéristique de la déformation plastique des matériaux de symétrie c.c. est l'existence du glissement asymétrique sur les plans $\{112\}$ (Christian 1970). Les rapports de contraintes de cissons critiques résolues α_S et α_H sont alors employés pour paramétrer la déformation plastique respectivement dans les directions de glissement faciles ('soft direction') et difficiles ('hard direction') (Van Houtte 1978) :

$$\alpha_S = \frac{\tau_{\{112\}Soft}}{\tau_{\{110\}}} \quad \alpha_H = \frac{\tau_{\{112\}Hard}}{\tau_{\{110\}}} \quad \alpha_S \leq \alpha_H$$

L'importance de ces rapports α_S et α_H dans les simulations de textures de matériaux c.c. a été soulignée par Van Houtte (Van Houtte 1978).

Dans leurs travaux, Daniel et Jonas ont effectué des simulations de l'anisotropie de la limite d'élasticité dans le plan (DL, DT) d'aciers HSLA à l'aide de différentes versions du modèle de Taylor (Daniel et Jonas 1990). Les versions du modèle de Taylor utilisées par les auteurs sont la version à déformation totalement imposée et différentes versions relâchées ('lath

version' – où $\dot{\epsilon}_{23}$ est relâchée, 'pancake version' – où $\dot{\epsilon}_{13}$ et $\dot{\epsilon}_{23}$ sont relâchées). Ces versions sont décrites dans le quatrième chapitre. Les auteurs ont considéré les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ avec différentes valeurs pour α_s et α_H . Les simulations effectuées par ces auteurs en utilisant les versions relâchées (lath ou pancake) du modèle de Taylor et pour $\alpha_s = \alpha_H = 0.95$ sont proches des résultats expérimentaux.

De même, Akbarzadeh et Jonas ont effectué des simulations de l'anisotropie de la limite d'élasticité d'aciers au niobium en utilisant la version relâchée 'pancake' du modèle de Taylor et α_s et α_H égaux à 0.95 (Akbarzadeh et Jonas 1997). Les auteurs observent que les limites d'élasticités mesurées sont en accord avec les prédictions du modèle.

Dans cette étude, un modèle similaire a été utilisé pour le calcul de la limite d'élasticité des tôles dans différentes directions du plan de laminage.

Nous avons montré que les tôles possèdent un fort gradient de texture. L'anisotropie de la tôle dépend donc de la texture en chaque point de l'épaisseur. Pour la nuance P_3 , l'évolution de la texture dans l'épaisseur de la tôle a été estimée en mesurant la texture en trois épaisseurs : en surface, au quart de l'épaisseur et à mi-épaisseur. Nous avons observé, pour cette nuance, que la texture de la tôle est marquée dans sa partie centrale et relativement faible en surface et dans la zone intermédiaire.

Les résultats des simulations menées sur les textures à cœur sont similaires à ceux obtenus par Akbarzadeh et Jonas sur des textures du même type (Fig. 3.32a) (Akbarzadeh et Jonas 1997). Pour la nuance P_3 , la plus texturée, la texture centrale de la tôle entraîne une anisotropie maximale d'environ 10% à 90° de la direction DL, c'est à dire dans la direction DT.

L'anisotropie de la limite d'élasticité a été calculée pour les autres nuances à l'aide du même modèle. Les textures à cœur de ces nuances sont semblables à celle de la nuance P_3 . Ainsi, l'évolution de la limite d'élasticité dans le plan de la tôle en fonction de l'angle β est du même type que celle déterminée pour la nuance P_3 . Pour chacune des nuances, le maximum de la limite d'élasticité est obtenu pour $\beta = 90^\circ$. Les textures des autres nuances étant moins prononcées, l'anisotropie simulée est inférieure à celle de la nuance P_3 . Pour la nuance P_1 par exemple, l'anisotropie entre les directions DL et DT est de 4%.

Les textures en surface et au quart de l'épaisseur qui sont beaucoup moins prononcées, conduisent à une limite élastique quasi-isotrope. Ceci est illustré pour la nuance P_3 sur les figures 3.32b et 3.32c. Ces résultats montrent que l'anisotropie de la limite d'élasticité est due essentiellement à la texture à cœur. Les tôles comportant des zones peu texturées, l'anisotropie de la tôle est inférieure à celle de la partie centrale.

Compte tenu des incertitudes expérimentales, l'interprétation quantitative de l'anisotropie est délicate. Les simulations prédisent une limite élastique supérieure dans la direction DT par rapport à la direction DL, ce qui est effectivement observé expérimentalement pour la nuance P_3 . Pour cette nuance, la simulation prévoit une anisotropie inférieure à 10%, ce qui est compatible avec l'expérience. Les autres nuances étant moins texturées que la nuance P_3 , on

peut s'attendre à ce que celles-ci possèdent une anisotropie plus faible. L'anisotropie n'a cependant pas pu être déterminée précisément par l'expérience.

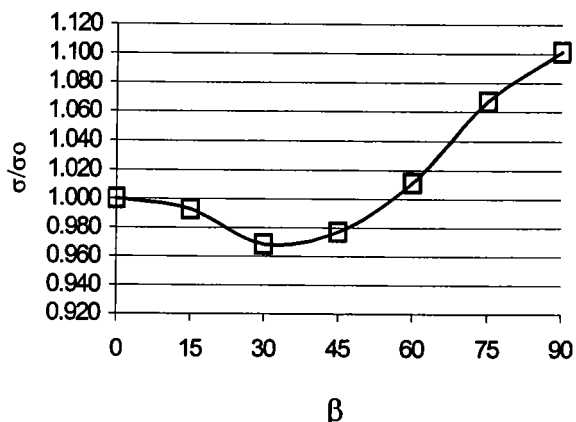


Fig. 3.32a

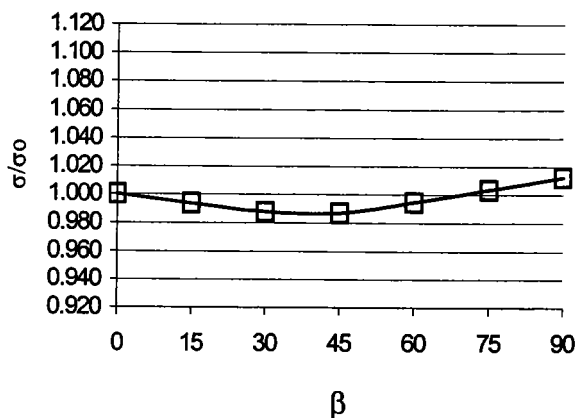


Fig. 3.32b

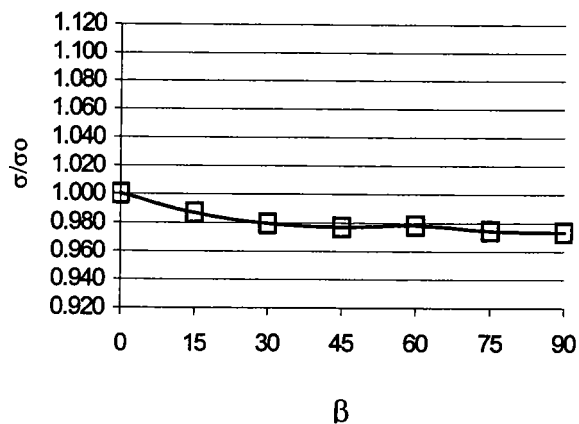


Fig. 3.32c

Fig. 3.32 : Evolution de σ/σ_0 en fonction de l'angle β avec la diction DL. Résultats obtenus pour les textures a) à mi-épaisseur, b) intermédiaire, c) en surface.

3.7.2. Relation entre limite élastique et microstructure

Les défauts microstructuraux influencent fortement le comportement mécanique d'un matériau. Ceux-ci conduisent à l'augmentation de la limite élastique du matériau par un ensemble de mécanismes, appelés mécanismes de durcissement, que nous avons décrits dans le premier chapitre.

Les principaux résultats concernant l'influence des différents mécanismes de durcissement sur la limite élastique, $R_{p0.2}$, sont pris en compte dans la loi de Hall – Petch généralisée (Österle 1994) :

$$R_{p0.2} = S + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (3.1)$$

où le terme $\frac{k_y}{\sqrt{d}}$ exprime le renforcement par affinement de la microstructure, d étant le diamètre moyen des grains. Le terme S peut s'exprimer sous la forme $\sum_i \sigma_i$ et représente la somme des contributions des autres mécanismes de durcissement décrits en détail au premier chapitre.

Parmi les différents mécanismes de durcissement, l'influence de la taille de grain peut être estimée expérimentalement en considérant des matériaux dont le diamètre moyen des grains d varie. La limite d'élasticité varie alors linéairement en fonction de $d^{-1/2}$. Dans ses travaux, Österle obtient des résultats quantitatifs sur l'influence des mécanismes de durcissement dans les aciers HSLA en appliquant la loi de Hall – Petch généralisée en considérant le diamètre moyen des grains égal à la longueur moyenne d'intercept linéaire des joints de grains (Österle 1994). Ainsi, dans cette étude, nous appliquons une loi similaire à la loi de Hall – Petch avec les tailles de grains d déterminées par la méthode des intercepts linéaires, présentée au paragraphe 3.5.2.

Les contributions des autres mécanismes sont plus difficiles à évaluer. Le terme S englobe en particulier les contributions dues aux sous-joints de grains, aux précipités, aux dislocations et à la texture. Cette dernière contribution varie d'un matériau à l'autre lorsque la texture diffère. En outre, pour un matériau texturé donné, ce renforcement dépend également de la direction de sollicitation.

De manière à pouvoir estimer l'importance relative de la taille de grain par rapport aux autres mécanismes de durcissement, nous avons reporté sur un même graphe et pour chaque direction, DL ou DT, les limites élastiques des différentes nuances en fonction de $d^{-1/2}$ (Fig. 3.33a et 3.33b). Comme nous l'avons constaté au chapitre précédent, l'anisotropie de la limite d'élasticité entre les directions DL et DT est faible. La situation dans chacune des direction est donc très similaire.

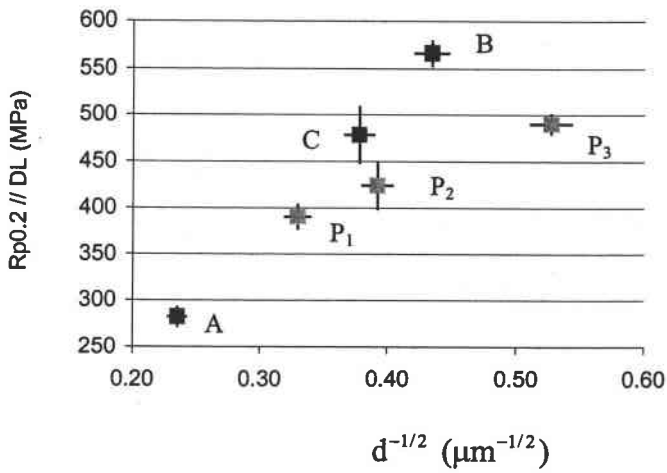


Fig. 3.33a

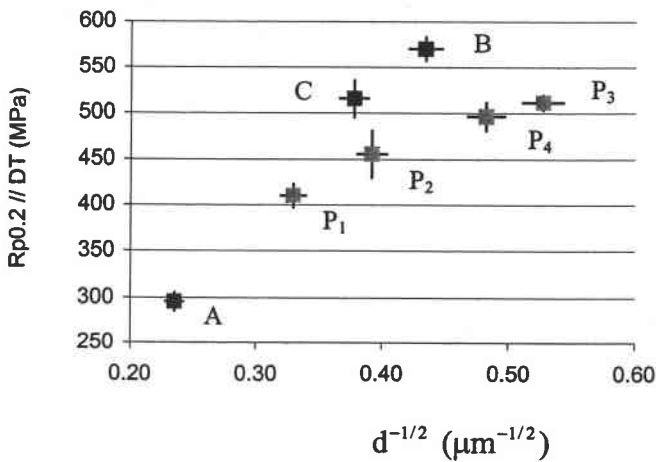


Fig. 3.33b

Fig. 3.33 : Graphique représentant la limite d'élasticité des nuances selon DL et DT en fonction de $d^{-1/2}$

Nuances P

Seules les nuances différant uniquement par leur taille de grain sont supposées vérifier la loi de Hall – Petch. A notre sens, seules les nuances P, qui ont subi une transformation de phase perlitique et qui possèdent des compositions chimiques similaires, diffèrent principalement par leur taille de grain. En particulier, nous avons remarqué au paragraphe précédent, pour chacune des nuances, que l'influence de la texture sur l'anisotropie de la limite d'élasticité est faible.

Nous constatons expérimentalement que les nuances P vérifient avec un bon accord la loi Hall – Petch, quelle que soit la direction considérée (DL ou DT). En supposant les contributions des différents mécanismes de durcissement identiques pour l'ensemble des nuances P, nous pouvons déterminer les constantes S et k_y de la relation de Hall – Petch

généralisée. Celles-ci ont été calculées par la méthode des moindres carrés (Fig. 3.34). Les résultats obtenus pour chacune des directions DL et DT sont reportés dans le tableau 3.12.

	S (MPa)	k_y (N.mm ^{-3/2})
Direction parallèle à DL	225 ± 35	16.3 ± 2.1
Direction parallèle à DT	250 ± 10	16.0 ± 0.1

Tab. 3.12 : Coefficients de la loi de Hall – Petch, déterminés dans les directions DL et DT.

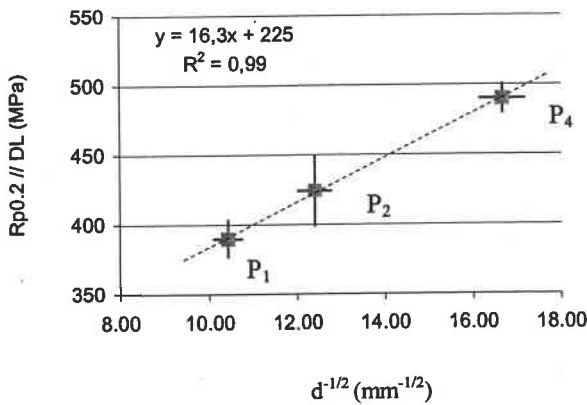


Fig. 3.34a

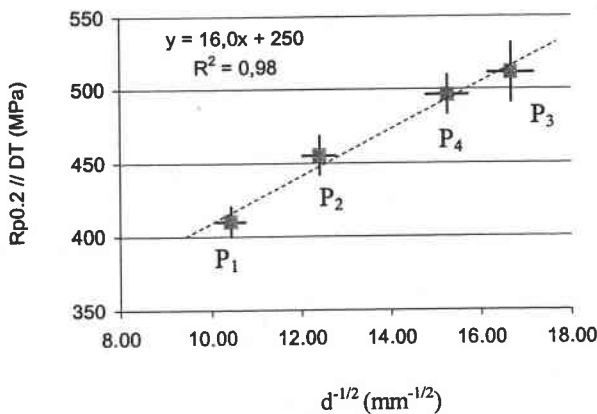


Fig. 3.34b

Fig. 3.34 : Calcul des coefficients S et k_y dans les directions a) parallèle à DL b) parallèle à DT

En raison des incertitudes expérimentales sur la détermination des limites d'élasticité, les différences constatées sur les valeurs des coefficients S et k_y entre les directions DL et DT ne sont pas significatives. Les valeurs de k_y obtenues sont cependant compatibles avec celles

déterminées par Majta et al. sur des aciers HSLA au niobium. Dans leurs travaux, les auteurs obtiennent des valeurs de k_y comprises entre 15.1 et 18.1 N.mm^{-3/2} (Majta et al. 1996, Majta et al. 1998).

Autres nuances

Les nuances A, B et C présentent des microstructures et des compositions chimiques relativement différentes. Il n'est donc pas possible de connaître les valeurs des coefficients de la loi de Hall – Petch S et k_y et de les comparer à ceux déterminés pour les nuances P. Dans cette section, nous interprétons qualitativement les variations de la limite d'élasticité sur des critères microstructuraux.

Nous constatons que la nuance B possède une limite élastique beaucoup plus importante que les nuances P. Quelle que soit la direction considérée, la limite élastique de la nuance B est supérieure d'environ 100 MPa à celle d'un acier de nuance P de taille de grain identique. Cet écart peut provenir des différences de microstructure entre les nuances. L'étude menée au MET sur la nuance B a révélé la présence d'une grande densité de précipités nanométriques. D'autre part, la présence d'une plus grande densité de dislocations contribue à l'augmentation de la limite d'élasticité de la nuance B.

La limite d'élasticité de la nuance C est également supérieure à celle d'un acier de nuance P de taille de grain équivalente. Ce renforcement peut s'expliquer par le taux de carbone supérieur de cette nuance. La présence de carbures et d'un taux de carbone interstitiel plus élevé peuvent augmenter la résistance du matériau. Nous ne disposons pas d'informations sur la taille des précipités, qui joue un rôle prépondérant sur l'intensité du durcissement. En revanche, l'augmentation du taux de carbone interstitiel permet une augmentation de la limite d'élasticité.

Pour expliquer la faible limite d'élasticité de la nuance A, nous pouvons invoquer la faible densité de sous-joints de grains. Cependant, des études supplémentaires doivent être réalisées, notamment au microscope électronique pour obtenir des informations sur les éléments de microstructure les plus fins présents dans cette nuance.

3.8. Conclusion

Le procédé CSP permet l'élaboration d'aciers microalliés dont les états métallurgiques et les propriétés mécaniques dépendent fortement des conditions d'élaboration. Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'influence de certains paramètres du procédé sur les caractéristiques métallurgiques des produits finaux.

Il est apparu que le taux de réduction de l'austénite à température inférieure à la température de non-recristallisation possède une grande influence sur l'état métallurgique de la phase ferritique à température ambiante. Une augmentation du taux de réduction de la brame austénitique en – dessous de la température de recristallisation augmente l'acuité de la texture ferritique obtenue après transformation de phase. D'autre part, l'accumulation de déformation se produisant au cours des dernières étapes de laminage augmente la densité de défauts cristallins dans l'austénite. Ceci favorise la germination de la ferrite et contribue à l'affinement de la microstructure du produit après transformation de phase. En outre, le chemin de refroidissement imposé à la brame après traitement thermomécanique peut conduire à différentes microstructures en fin de processus d'élaboration. En particulier, nous avons constaté par une étude en microscopie électronique à transmission, qu'une transformation de phase bainitique conduit à une microstructure à basse température possédant une forte densité de dislocations et de sous-joints de grains.

Les variations des caractéristiques mécaniques des tôles étant fortement liées à leurs textures et microstructures, nous avons étudié l'influence de ces caractéristiques métallurgiques. La limite d'élasticité et l'anisotropie de cette grandeur dans le plan de la tôle ont été étudiés en détail.

L'étude de l'anisotropie de la limite d'élasticité a fait l'objet d'une étude théorique basée sur un modèle de plasticité polycristalline. D'après ce modèle, la limite d'élasticité due à la texture centrale des tôles est plus importante dans la direction transverse que dans la direction de laminage. Les textures superficielle et intermédiaire conduisent à une faible anisotropie de la limite d'élasticité. Ces simulations fournissent une explication qualitative à la faible anisotropie des tôles dans le plan de laminage (DL, DT) mesurée expérimentalement.

Nous avons montré dans cette étude que les nuances P, qui possèdent des compositions chimiques similaires et ont subi une transformation de phase perlitique, vérifient la loi de Hall – Petch. Pour ces nuances, la diminution de la taille de grain par une augmentation de la température de recristallisation peut entraîner une augmentation d'environ 100 MPa de leur limite d'élasticité. D'autres mécanismes de durcissement jouent un rôle important. Une dispersion de précipités plus fins, la présence de secondes phases minoritaires ou une densité de dislocations plus élevée peuvent augmenter la limite élastique de manière significative.

En adaptant la composition chimique au traitement thermomécanique et au chemin de refroidissement, il est possible de réaliser des aciers associant des limites élastiques élevées, pouvant atteindre 570 MPa et de bonnes propriétés de résilience, autour de 300 J.cm⁻².

Bibliographie

- Akbarzadeh et Jonas (1997) : A. Akbarzadeh and J.J. Jonas, *Proceedings of Thermomechanical Processing in Theory, Modelling & Practice*, The Swedish society for Materials Technology, Stockholm, Sweden, 1997, p. 342.
- Baczynski et Jonas (1999) : G.J. Baczynski and J.J. Jonas, in : J.A. Szpunar (ed.), *Proceedings of the 12th International Conference on Textures of Materials*, Vol. 1, NRC Research Press, Ottawa, Canada, 1999, p. 635.
- Bunge et Esling (1997) : H.J. Bunge and C. Esling, *Texture et Anisotropie des Matériaux*, Techniques de l'ingénieur, module M605, 1997
- Butrón-Guillén et al. (1994) : M.P. Butrón-Guillén, J.J. Jonas and R.K. Ray, *Acta Metallurgica et Materialia*, 42-11 (1994) 3615
- Christian (1983) : J.W. Christian, *Metallurgical Transactions A*, 14 (1983) 1237
- Christian (1970) : J.W. Christian, *Proceedings of the 2nd International Conference on the Strength of Metals and Alloys*, A.S.M., Vol. 1, 1970, p. 29
- Criqui (1998) : O. Criqui, *Caractérisation d'aciers HSLA issus de la coulée continue de brames minces*, Rapport de stage du DESS PFOM, Université de Metz, 1998
- Daniel et Jonas (1990) : D. Daniel and J.J. Jonas, *Metallurgical Transactions A*, 21A (1990) 331
- Flemming et Hensger (1998) : H.G. Flemming and K.-E. Hensger, *Proceedings of Mechanical Working and Steel Processing Conference*, Pittsburgh, PA, 1998
- Franciosi (1983) : P. Franciosi, *Acta Metallurgica*, 31 (1983) 1331
- Hensger (2001) : K.-E. Hensger, communication privée, Juillet 2001
- Hirsch et Lücke (1988) : J. Hirsch and K. Lücke, *Acta Metallurgica*, 36-11 (1988) 2863
- Inagaki (1984) : H. Inagaki, *Zeitschrift für Metallkunde*, 75 (1984) 510.
- Majta et al. (1996) : J. Majta, R. Kuziak, M. Pietrzyk and H. Kurzton, *Journal of Materials Processing Technology*, 60 (1996) 581
- Majta et al. (1998) : J. Majta, R. Kuziak and M. Pietrzyk, *Journal of Materials Processing Technology*, 80-81 (1998) 524

- Militzer et al. (2000) : M. Militzer, E.B. Hawbolt and T.R. Meadowcroft, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31A (2000) 1247
- Österle (1994) : W. Österle, *Steel Research*, 65-8 (1994) 338
- Pötschke (1999) : S. Pötschke, *Analyse des propriétés à température ambiante d'aciers HSLA élaborés par CSP*, Rapport de stage du DESS PFOM, Université de Metz, 1999
- Raabe (1995) : D. Raabe, *Materials Science and Engineering*, A197 (1995) 31
- Rinebolt et Harris (1951) : J.A. Rinebolt and W.J. Harris, *Trans. ASM*, 43 (1951) 1175
- Savoie et al. (1994) : J. Savoie, R.K. Ray, M.P. Butrón-Guillén and J.J. Jonas, *Acta Metallurgica et Materialia*, 42 (1994) 2511
- Tóth et al. (1990) : L.S. Tóth, J.J. Jonas, D. Daniel and R.K. Ray, *Metallurgical Transactions A*, 21A (1990) 2985
- Van Houtte (1978) : P. Van Houtte, in : G. Gottstein and K. Lücke (eds.), *Proceedings of the 5th International Conference on Textures of Materials*, Berlin, FRG, Vol. 1, p. 347

4. EVALUATION DE LA TEXTURE AUSTENITIQUE

4.1. Introduction

La texture influence fortement l'anisotropie des propriétés mécaniques. Nous avons conclu au chapitre précédent que la faible anisotropie de la limite d'élasticité des tôles d'aciers peut s'expliquer par la présence de larges zones faiblement texturées en – dehors de la partie centrale de la tôle. La texture ferritique étant reliée à la texture austénitique par l'intermédiaire de la transformation de phase, il est important de comprendre les mécanismes de formation des textures γ au cours du traitement thermomécanique.

La texture austénitique après traitement thermomécanique résulte principalement de deux mécanismes de formation de textures : la recristallisation et la déformation plastique. Le premier mécanisme opère dans les premiers stades du laminage à chaud, lorsque la température est suffisamment élevée pour permettre la recristallisation statique et éventuellement la recristallisation dynamique. En fin de traitement thermomécanique, lorsque la température est inférieure à la température de recristallisation, les textures se transforment principalement sous l'action de la déformation plastique dans l'emprise des rouleaux de laminoirs. Ainsi, la texture austénitique en sortie de train de laminoirs est constituée d'un ensemble de composantes qui se forment et évoluent tout au long du traitement thermomécanique. Une évaluation précise de la texture austénitique avant transformation de phase permettra d'améliorer les connaissances sur les mécanismes intervenant au cours du traitement thermomécanique et constituera une base fiable pour l'étude des mécanismes de la transformation de phase γ - α .

D'une manière générale, les textures austénitiques sont relativement peu étudiées, car elles ne peuvent pas être observées directement. Cependant, plusieurs voies peuvent être empruntées pour estimer les textures haute température de manière indirecte. Au cours de cette étude, l'évaluation de la texture austénitique parente a été effectuée par trois méthodes différentes :

- (i) la détermination de la texture de l'austénite résiduelle
- (ii) la simulation de la formation de la texture à haute température par modélisation de la déformation plastique
- (iii) la reconstruction de la texture parente à partir des textures héritées

Après un rappel sommaire des différents modes de formation des textures à haute température, nous allons nous intéresser à l'évaluation de la texture austénitique. L'observation de l'austénite résiduelle montre de grandes différences entre les textures à cœur et en surface, que nous avons pu relier aux modes de déformation de la brique par simulation à l'aide d'un modèle de déformation plastique (modèle de Taylor). Dans une dernière partie, nous exposerons une nouvelle méthode de reconstruction des textures γ à partir des textures α héritées, permettant une évaluation des textures parentes.

4.2. Evolution de la texture austénitique au cours du traitement thermomécanique

L'étude des textures austénitiques des aciers et des mécanismes de leur formation dans les conditions d'élaboration à haute température est difficile en raison de l'instabilité de la phase γ à température ambiante. Ainsi les principaux résultats dont nous disposons sont obtenus par observation des textures de transformation ou par analogie avec d'autres matériaux c.f.c., comme le cuivre.

4.2.1. Changement de texture par recristallisation

Le mécanisme de recristallisation (statique ou dynamique) implique la création et le déplacement de joints de grains fortement désorientés, ce qui entraîne un changement de texture du matériau.

Les textures formées au cours de la recristallisation statique (notamment la forte texture de recristallisation de certains matériaux c.f.c.) ont souvent été interprétées en termes de 'germination orientée' ou de 'croissance orientée'. Le mécanisme de germination orientée implique un mécanisme de formation de germes orientés favorablement et qui, après croissance, donneront naissance à la texture recristallisée. Le mécanisme de croissance orientée met en jeu la croissance sélective de germes par migration de joints de grains spécifiques (Doherty et al. 1988, Doherty et al. 1997). Cependant, aucune théorie satisfaisante n'a été proposée pour expliquer l'origine physique de ces deux mécanismes. Les textures de recristallisation dans les aciers HSLA laminés à chaud comprennent la composante principale $\{100\}\langle 001\rangle$ (Savoie et al. 1994).

Peu d'études concernant les changements de texture austénitique au cours de la recristallisation dynamique ont été effectuées. Tóth et Jonas (Tóth et Jonas 1992) ont cependant mené des travaux sur la recristallisation dynamique du cuivre, un métal c.f.c. d'énergie de faute d'empilement comparable à celle de l'austénite. Les auteurs simulent les textures de recristallisation dynamique en supposant la croissance sélective de joints de grains fortement désorientés par rapport à la matrice. Dans le cas du cuivre, les textures de recristallisation dynamique sont complexes et ne se décrivent pas de manière simple en termes d'orientations individuelles.

4.2.2. Changement de texture par déformation plastique

Au cours de la déformation plastique d'un monocristal, celui-ci subit une rotation due au glissement des dislocations sur des plans cristallographiques. Dans un polycristal, chaque grain subit une déformation propre, à laquelle on associe de la même manière une rotation, ce qui entraîne une modification de la texture du polycristal. Les systèmes de glissement actifs au cours de la déformation des matériaux c.f.c. sont connus : il s'agit principalement du glissement selon les plans et directions denses du cristal, soit les 12 systèmes $\{111\}\langle 110\rangle$. Dans le cas de la déformation à chaud d'autres systèmes de glissement peuvent s'activer. Différents auteurs ont reporté les glissements selon les systèmes $\{110\}\langle 110\rangle$ et $\{100\}\langle 100\rangle$ (Le Hazif et Poirier 1975, Carrard et Martin 1988, Driver et al. 2000). Toutefois, pour le cas de l'austénite qui subit une transformation de phase $\gamma - \alpha$, les systèmes activés ne peuvent pas

être déterminés simplement par l'expérience. Dans cette étude, nous avons considéré dans une première approximation que seuls les systèmes $\{111\}\langle 110\rangle$ sont actifs.

Les textures de déformation par laminage des matériaux c.f.c. ont été largement étudiées (voir par exemple Hirsch et Lücke 1988). Les textures de laminage, obtenues par une déformation assimilable à un état de déformation plane, se composent d'un ensemble d'orientations préférentielles réparties le long d'une fibre, appelée fibre β , comprenant les orientations caractéristiques $\{110\}\langle 112\rangle$ (composante laiton), $\{112\}\langle 111\rangle$ (composante cuivre) et la composante $\{123\}\langle 634\rangle$. Ces textures comprennent également de fortes densités d'orientation le long d'une fibre partielle α , comprise entre les composantes $\{011\}\langle 100\rangle$ (Goss) et laiton (Brückner et al. 1996, Hirsch et Lücke 1988, Butrón – Guillén et al. 1994). Les figures 4.1 et 4.2 représentent respectivement les fibres définies précédemment et les principales orientations caractéristiques des métaux c.f.c. laminés.

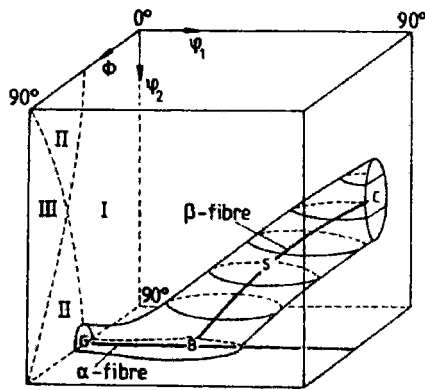


Fig. 4.1 : Fibres α et β des matériaux c.f.c.

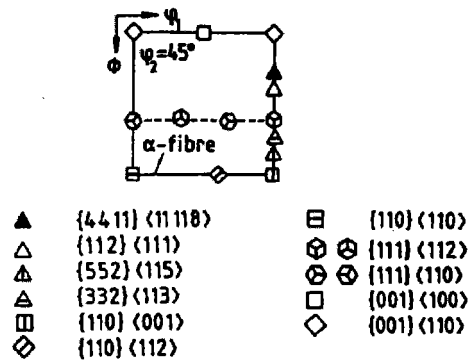


Fig. 4.2 : Principales composantes de texture des matériaux c.f.c. présentes dans la section de la FDO $\varphi_2 = 45^\circ$

D'après Hirsch et Lücke 1988

4.3. Texture de l'austénite résiduelle

4.3.1. Détection de l'austénite résiduelle

Le refroidissement de la brame austénitique subi par la nuance B en sortie de laminage conduit à une transformation de phase bainitique. La transformation bainitique étant généralement incomplète, une faible proportion de phase austénitique est retenue à température ambiante. Cette phase a pu être observée en microscopie optique (Cf. chapitre 3).

Par ailleurs, la phase austénitique retenue à température ambiante, également appelée austénite résiduelle, a été clairement détectée par mesure de la diffraction des rayons X. Cette phase pouvant être fortement texturée, un diffractogramme a été déterminé par intégration des intensités diffractées sur la sphère des pôles (Cf. Fig. 4.3).

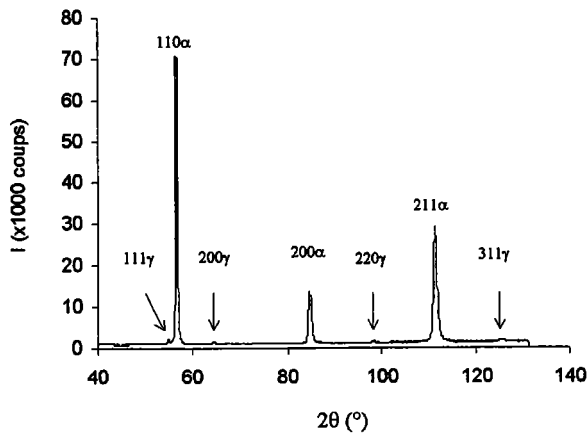


Fig. 4.3 : Diffractogramme déterminé dans la section médiane de l'échantillon B

Ce diffractogramme, mesuré à mi-épaisseur, comporte 3 pics de forte intensité correspondant aux angles de diffraction de la ferrite, ainsi que 4 pics de très faible intensité proches des angles de diffraction tabulés de l'austénite à 0.05 % massique de carbone (Cf. Tab. 4.1). Une mesure similaire a été menée en surface de la tôle. Le diffractogramme obtenu est analogue à celui mesuré à mi-épaisseur. En particulier, les pics de diffraction de l'austénite résiduelle ont sensiblement la même intensité. La faible intensité des pics de l'austénite résiduelle comparativement à ceux de la ferrite montre que cette phase est présente en faibles proportions.

Dans le but d'obtenir des informations sur la texture austénitique à haute température, nous avons déterminé expérimentalement la texture de la phase d'austénite résiduelle.

Plan (hkl)	Distance interréticulaire (Å)	2θ (°)
(111)	2.08	55.510
(200)	1.80	65.113
(220)	1.27	99.407
(311)	1.08	126.864

Tableau 4.1 : Distances interréticulaires et angles de diffractions tabulés de l'austénite à 0.05 % massique de carbone pour le rayonnement K_{α} moyen du fer ($\lambda = 1.94 \text{ \AA}$).

4.3.2. Mode opératoire

La préparation de l'échantillon est identique à celle décrite au chapitre 3 pour la mesure des figures de pôles ferritiques. Deux mesures ont été effectuées, en surface (5% de l'épaisseur totale de la tôle) et à mi-épaisseur. La mesure a été menée par diffraction des rayons X à l'aide un goniomètre de texture équipé d'un détecteur courbe de 120° .

Les intensités des pics de diffraction de l'austénite résiduelle étant très faibles, la mesure des figures de pôles a nécessité des conditions expérimentales particulières. Les grains d'austénite

résiduelle étant présents en faible quantité, nous avons prêté une attention particulière à la statistique de la mesure. Nous avons utilisé les conditions permettant le balayage de la surface maximal autorisé par le dispositif expérimental. L'échantillon a été maintenu en translation avec une amplitude de 12 mm et un collimateur de 1 mm² a été utilisé. D'autre part, pour augmenter le rapport signal sur bruit, chacune des figures de pôles $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ et $\{311\}$ a été mesurée pendant 20 heures, avec un rayonnement X d'une puissance de 7 kW, fourni par une anode tournante en fer.

4.3.3. Résultats

En raison du recouvrement du pic $\{111\}_\gamma$ et du pic très intense $\{110\}_\alpha$, la figure de pôles $\{111\}_\gamma$ de l'austénite résiduelle ne peut pas être exploitée. Malgré tous les efforts expérimentaux consentis, la figure de pôles $\{311\}_\gamma$ comporte des intensités très faibles et n'a pas été utilisée. L'analyse de texture a donc été effectuée à partir des figures de pôles incomplètes $\{200\}_\gamma$ et $\{220\}_\gamma$. La texture a été calculée en surface et à cœur par la méthode harmonique jusqu'au rang $L_{\max} = 22$ (Cf. Chapitre 2). Pour les mêmes raisons que celles évoquées lors du calcul des textures ferritiques, l'analyse de la texture à cœur a été effectuée en supposant une symétrie macroscopique orthorhombique. La texture de surface a été analysée en supposant les symétries d'échantillon orthorhombique et triclinique.

En raison de la faible quantité d'austénite résiduelle présente dans le matériau, la texture a été calculée à partir de pics de diffraction très peu intenses, et probablement à partir d'un nombre de grains d'austénite résiduelle relativement faible. D'autre part, des contraintes internes induites par la transformation de phase peuvent provoquer une rotation des grains d'austénite résiduelle, dont la taille est très inférieure à celle des grains de ferrite. Enfin, les coefficients d'erreur déterminés lors du calcul de la texture sont relativement importants. Ces coefficients d'erreur RP_1 sont respectivement égaux à 16 % et 22 % pour les figures de pôles $\{200\}$ et $\{220\}$ de la texture à cœur. Pour ces raisons, la texture obtenue expérimentalement doit être interprétée de manière qualitative. Nous pouvons cependant clairement observer que les textures à cœur et en surface diffèrent fortement.

A cœur, la texture comporte des composantes de texture caractéristiques des métaux c.f.c. soumis à une déformation plane : de fortes densités sont constatées pour les orientations $\{110\}\langle 112 \rangle$ (composante laiton), $\{110\}\langle 001 \rangle$ (composante Goss) $\{112\}\langle 111 \rangle$ (composante cuivre) (Cf. Fig. 4.4). Nous remarquons également la présence d'une composante de texture mineure en $(0^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$, et se retrouvant, par symétrie cristalline cubique, aux quatre sommets de la section $\varphi_2 = 0^\circ$. La texture comporte un ensemble de pics se déduisant de l'orientation $(0^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$. Ces pics sont situés dans chaque section de la FDO aux angles d'Euler $(90-X^\circ, 0^\circ, X^\circ)$, de telle sorte que $\varphi_1 + \varphi_2 = 90^\circ$. Cette composante de texture $(0^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$ correspond à la composante de recristallisation principale des aciers élaborés par laminage en phase austénitique. Cette orientation $(0^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$ est également appelée composante cube sur face, ou composante cube.

Nous avons représenté la texture de l'austénite résiduelle de surface calculée en imposant les symétries d'échantillon orthorhombique et triclinique (Fig. 4.5a et 4.5b). Les coefficients d'erreur RP_1 des figures de pôles $\{200\}$ et $\{220\}$ sont respectivement 14 % et 15 % pour la



texture calculée avec la symétrie orthorhombique. Les textures calculées avec la symétrie triclinique présentent des coefficients d'erreur plus élevés, respectivement de 18 % et 25 %.

Nous constatons que les positions des principaux pics de ces deux textures sont très proches. Des différences sont toutefois observées. Tout d'abord, la prise en compte de la symétrie orthorhombique entraîne une diminution de l'intensité maximale de la texture. D'autre part, certains pics de faibles intensités présents dans la texture de symétrie triclinique sont fortement atténués dans la texture calculée avec la symétrie orthorhombique. Cependant, compte tenu des conditions de détermination de la texture de cette phase minoritaire, nous ne pouvons pas affirmer que ces pics de faibles intensités sont représentatifs de la texture parente haute température. Dans la suite de l'étude nous avons considéré la texture symétrisée.

L'analyse en composantes principales montre que la texture en surface contient de fortes densités d'orientation autour des orientations $\{001\}\langle 110 \rangle$ (composante cube tournée) et $\{112\}\langle 110 \rangle$.

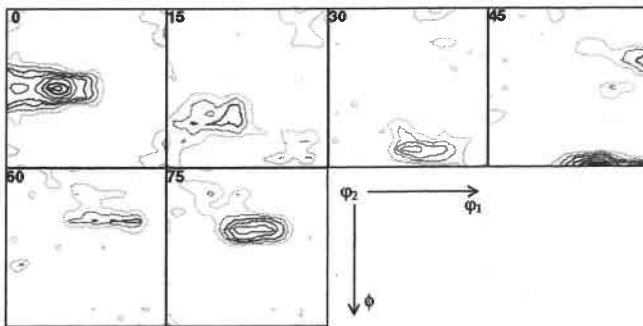


Fig. 4.4 : Texture de l'austénite résiduelle à mi-épaisseur de la tôle.

Niveaux 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16.
maximum = 17.3

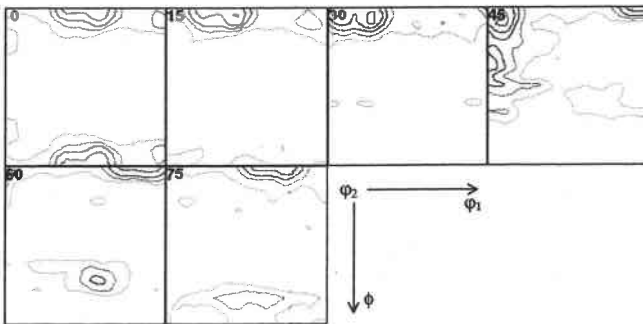


Fig. 4.5a

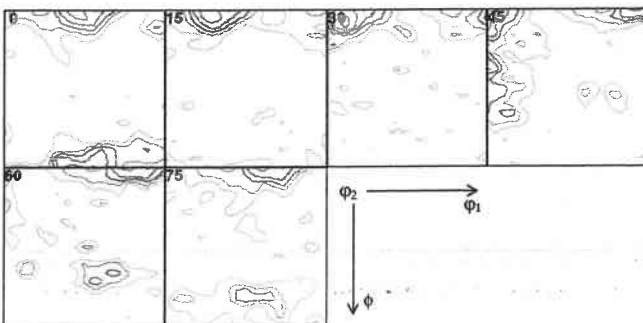


Fig. 4.5b

Fig. 4.5 : Texture de la phase d'austénite résiduelle en surface calculée en supposant
a) la symétrie d'échantillon orthorhombique. Niveaux 2, 4, 6, 8, 10, maximum = 11.3
b) la symétrie d'échantillon triclinique. Niveaux 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, maximum = 14.8

4.4. Origine de la texture austénitique

Le traitement thermomécanique imposé à la brame austénitique se décompose en deux phases : dans les premières cages du train de laminoirs, la température de laminage est supérieure à la température de non-recristallisation (T_{nr}). Dans cette étape, la texture de solidification se transforme en une texture de recristallisation. Dans les dernières cages du laminoir, le laminage se produit à des températures inférieures à T_{nr} . Dans cette phase du traitement thermomécanique, la recristallisation de la brame entre les cages de laminoirs est incomplète, voire entièrement supprimée. Il y a accumulation de la déformation et les fortes textures austénitiques sont produites (Cf. Chapitre 3).

4.4.1. Explication qualitative de la différence de texture entre le cœur et la surface

Des gradients de texture ont été observés dans différents matériaux produits par laminage (Diot et al. 1998, Vandermeer et Bernal 1977, Truszkowski et al. 1980). Généralement, les différences de texture entre la surface et le cœur de la tôle sont reliées à des différences de mode de déformation dans l'épaisseur de la tôle au cours du procédé d'élaboration. A mi-épaisseur, la tôle subit une déformation que l'on peut assimiler à une déformation plane (c'est à dire une compression selon l'axe DN et une traction selon DL). En surface, la déformation est principalement produite par des cisaillements, liés à la friction des rouleaux du laminoir sur la brame.

La texture de l'austénite résiduelle est compatible avec cette interprétation : la texture à mi-épaisseur contient les composantes $\{110\}\langle 112 \rangle$, $\{110\}\langle 001 \rangle$ et $\{110\}\langle 112 \rangle$ caractéristiques des matériaux c.f.c. laminés (Hirsch et Lücke 1988). En surface les composantes intenses $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{112\}\langle 110 \rangle$ présentes dans la texture de l'austénite résiduelle sont des composantes de cisaillement des matériaux c.f.c. observées par différents auteurs (Hansen et Mecking 1976, Truszkowski et al. 1980).

Nous avons voulu vérifier cette hypothèse, qui repose sur l'analyse de quelques composantes de texture, par une simulation de la texture de déformation de l'austénite à haute température.

4.4.2. Simulation de la déformation à chaud de l'austénite à l'aide du modèle de Taylor

L'évolution de la texture d'un polycristal par déformation plastique est reliée à la déformation locale subie par chaque grain. Celle-ci dépend fortement de l'environnement du grain et ne peut pas être déterminée de manière simple à partir de la seule connaissance de la déformation macroscopique. Ainsi les modèles de déformation plastique introduisent des hypothèses simplificatrices sur l'état de déformation local de chaque grain pour en déduire la rotation associée. Plusieurs modèles de simulation de déformation plastique ont été élaborés, chacun d'eux impliquant des hypothèses simplificatrices sur l'état de contrainte ou de déformation locales des différents grains. Parmi ces modèles on distingue :

- les modèles de type 'statique'
- les modèles de type 'Taylor'
- les modèles de type 'auto-cohérent'

Les modèles de Taylor s'appuient sur l'hypothèse que la déformation est homogène dans le matériau. Ainsi chaque grain subit le même gradient de déplacement E^c , égal au gradient de déplacement macroscopique E . Dans de nombreux cas, ce type de modèle a donné de bons résultats pour décrire le comportement plastique des métaux. Nous nous proposons dans cette partie de simuler les textures de déformation à cœur et en surface en nous basant sur ce modèle.

4.4.2.1. La théorie de Taylor (Van Houtte 1984, Van Houtte 1988, Neale et al. 1990)

Le tenseur gradient de déplacement imposé à chaque grain est égal au tenseur gradient de déplacement du polycristal. Celui-ci s'exprime dans le repère microscopique lié au grain par la relation suivante :

$$dE^c = T \cdot dE \cdot T^{-1} \quad (4.1)$$

où T est la matrice de rotation.

Les grains accommodent la déformation par une rotation et des cisaillements, lors de l'activation de différents systèmes de glissement. Le tenseur gradient de déplacement se décompose alors en une rotation pure $d\Omega^c$ et des déplacements à plans invariants, comme l'indique la relation 4.2.

$$dE^c = d\Omega^c + \sum_{s=1}^n dE^s \quad (4.2)$$

n étant le nombre de systèmes de glissements,
 dE^s le déformation associée au cisaillement γ^s ,
 $d\Omega^c$ le tenseur de rotation prenant en compte le changement
 d'orientation du grain.

Les composantes du tenseur dE^s sont définies par :

$$de_{ij}^s = r_i^s v_j^s d\gamma^s$$

avec r_i^s étant direction de glissement du système considéré,
 v_j^s la composante de la normale au plan de glissement du système considéré,
 $d\gamma^s$ la quantité de glissement sur le système s .

L'identification des parties symétriques et antisymétriques de l'équation 4.2 donne :

$$d\epsilon_{ij} = \frac{1}{2}(de_{ij}^c + de_{ji}^c) = \frac{1}{2} \sum_{s=1}^n (r_i^s v_j^s + r_j^s v_i^s) \cdot d\gamma^s \quad (4.3)$$

$$d\omega_{ij} = \frac{1}{2}(de_{ij}^c - de_{ji}^c) = d\omega_{ij}^c + \frac{1}{2} \sum_{s=1}^n (r_i^s v_j^s - r_j^s v_i^s) \cdot d\gamma^s \quad (4.4)$$

Les taux de cisaillement associés aux différents systèmes de glissement peuvent être déterminés en résolvant l'équation 4.3. La rotation du grain $d\omega_{ij}^c$ peut être ensuite déterminée en reportant ces valeurs dans l'équation 4.4. Différentes méthodes de calcul ont été proposées pour quantifier l'activité des différents systèmes.

Dans les différentes approches, la résolution des équations non linéaires de la théorie de Taylor impose de travailler à partir de déformations infinitésimales. Dans la pratique, on décompose la déformation totale en petits incréments correspondant au maximum à 5% de déformation.

Calcul de l'activité des systèmes de glissement

Une première approche proposée par Taylor permet de résoudre l'équation 4.3 en fixant comme inconnues les n cisaillements $d\gamma^s$. En général, un tenseur symétrique possède 6 composantes indépendantes. S'agissant d'un tenseur de déformation plastique, la relation de conservation de volume réduit le nombre de composantes indépendantes à 5. La relation 4.3 permet donc d'écrire 5 équations indépendantes qu'il faut résoudre en identifiant les n cisaillements $d\gamma^s$. Taylor considère alors que seulement 5 systèmes de glissement sont actifs dans un grain. La combinaison des 5 systèmes de glissement réellement activés est celle qui minimise l'énergie interne de déformation. Ceci s'exprime par la relation suivante :

$$dW = \sum_s \tau_c^s \cdot |d\gamma^s| = \text{minimum} \quad (4.5)$$

où τ_c^s est la cission critique nécessaire pour activer le système considéré

Souvent, le critère de minimisation de l'énergie interne n'est pas suffisant pour choisir une seule combinaison. Renouard et Wintenberger proposent alors de prendre en compte un critère de sélection supplémentaire qui consiste à minimiser le travail de déformation ainsi que sa vitesse de variation (Renouard et Wintenberger 1981). On introduit alors une relation entre la cission résolue et le cisaillement correspondant. D'autres méthodes de calcul de l'activité des systèmes de glissement ont été développées. L'une de ces possibilités est d'introduire une loi de comportement viscoplastique que l'on peut exprimer sous la forme suivante (Tóth et al. 1988) :

$$\tau^s = \tau_0 \operatorname{sgn}(\dot{\gamma}^s) \left| \frac{\dot{\gamma}^s}{\dot{\gamma}_0} \right|^m = \tau_0 \frac{\dot{\gamma}^s}{\dot{\gamma}_0} \left| \frac{\dot{\gamma}^s}{\dot{\gamma}_0} \right|^{m-1} \quad (4.6)$$

où m est positif et définit la sensibilité à la vitesse du système
 τ_0 et $\dot{\gamma}_0$ sont des quantités de référence
 la fonction sgn est la fonction signe

La relation 4.6 permet de tenir compte du comportement viscoplastique du matériau en introduisant le coefficient de sensibilité à la vitesse m .

Enfin, les cisssions sont reliées à l'état de contrainte du grain à l'aide du facteur de Schmid généralisé dont l'expression est donnée dans l'équation 4.7 :

$$\tau^s = \sum_{ij} \Gamma_i^s \cdot v_j^s \cdot \sigma_{ij} \quad (4.7)$$

A partir de l'équation 4.3, et en tenant compte des relations 4.6 et 4.7, on obtient la relation suivante, reliant le taux de déformation imposé à la réponse en contrainte du grain (Tóth et al. 1988).

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \sum_s \frac{1}{2} (m_{ij}^s + m_{ji}^s) \dot{\gamma}^s = \frac{\dot{\gamma}_0^s}{2\tau_0^{1/m}} \sum_s \frac{1}{2} (m_{ij}^s + m_{ji}^s) \cdot m_{kl}^s \sigma_{kl} \cdot \left| m_{pq}^s \sigma_{pq} \right|^{(1/m)-1} \quad (4.8)$$

avec

$$\tau^s = m_{ij}^s \sigma_{ij}$$

$$m_{ij}^s = \Gamma_i^s \cdot v_j^s$$

Les inconnues de cette dernière équation sont les composantes du tenseur de contrainte. Leur nombre étant souvent égal au nombre de composantes du tenseur de vitesse de déformation, on se ramène à la résolution d'un système comportant n équations et n inconnues.

Lorsque le système d'équations 4.3 est résolu, les valeurs de $d\gamma^s$ sont reportées dans l'équation 4.4. Les valeurs de $d\omega_{ij}^c$ peuvent alors être calculées et la nouvelle orientation du grain après déformation infinitésimale est déterminée. Le tenseur de rotation peut ensuite être exprimé dans le repère de l'échantillon par la relation suivante :

$$d\Omega = T^{-1} \cdot d\Omega^c \cdot T \quad (4.9)$$

Les différentes versions du modèle de Taylor

Dans la version initiale de la théorie de Taylor, la déformation microscopique est totalement définie à partir de la déformation macroscopique. On parle alors de la version à déformation totalement imposée (DTI).

Cependant Honnef et Mecking ont observé, notamment lorsque les grains sont aplatis par le laminage, que certaines composantes de cisaillement pouvaient être très différentes de celles imposées à la matrice. Ils proposent alors de modifier l'approche DTI en considérant que certaines composantes de déformation sont libres. Cette approche à déformation partiellement imposée est appelée version relâchée de Taylor (Honnef et Mecking 1978).

L'introduction de ces hypothèses supplémentaires permet de réduire les incompatibilités créées au niveau des joints de grain. Dans le cas du laminage, l'aplatissement des grains se traduit par la relaxation des cisaillements ϵ_{13} et ϵ_{23} (Cf. Fig. 4.6).

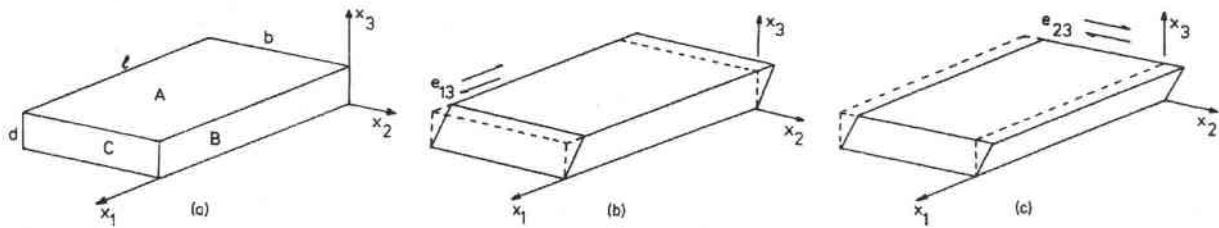


Fig. 4.6 : a) Représentation schématique d'un grain aplati où x_1 est DL, x_2 , DT et x_3 DN.
 b) Cisaillement e_{13}
 c) Cisaillement e_{23} , d'après Van Houtte 1987

Les paramètres utilisés pour les simulations des textures sont décrits ci-dessous.

4.4.2.2. Paramètres de la simulation

a) Texture initiale :

Pour la nuance B, la température des premières cages du train de laminoirs est supérieure à la température de non – recristallisation T_{nr} . Au cours de ces premières passes de laminage, la recristallisation de l'austénite est complète et la texture de la brame résulte de mécanismes de recristallisation. Lorsque dans les dernières cages la température de laminage est inférieure à T_{nr} , la recristallisation de la brame austénitique est incomplète. Au cours de ces dernières passes de laminage, les fortes textures de déformation sont produites. Nous avons en effet remarqué au chapitre précédent, que les intensités des textures ferritiques sont d'autant plus prononcées que le taux de réduction au température inférieure à T_{nr} est important.

Les textures austénitiques produites au cours des étapes de l'élaboration à température supérieure à T_{nr} ne peuvent pas être déterminées expérimentalement. Nous avons toutefois

montré que la nuance A, qui a été laminée au – dessus de sa température de recristallisation, possède une texture ferritique très peu marquée. Nous avons donc supposé que la texture de recristallisation est peu marquée et nous avons considéré deux cas de texture initiales :

Dans une première approximation, nous avons supposé que la texture de recristallisation ne comporte pas de composante de recristallisation marquée et nous avons donc utilisé une texture initiale isotrope.

Dans une seconde approximation, nous avons tenu compte de la principale composante de recristallisation des aciers, l'orientation cube ($0^\circ, 0^\circ, 0^\circ$). Nous avons superposé à la texture isotrope une distribution gaussienne d'orientations, de largeur à mi-hauteur de 8° , centrée autour de l'orientation cube (Cf. Fig. 4.7). Cette texture initiale est peu marquée ($J = 1.4$) et comporte l'ensemble des orientations équivalentes à l'orientation cube décrit plus haut.

Chacune de ces textures initiales a été discrétisée en 20000 orientations environ.

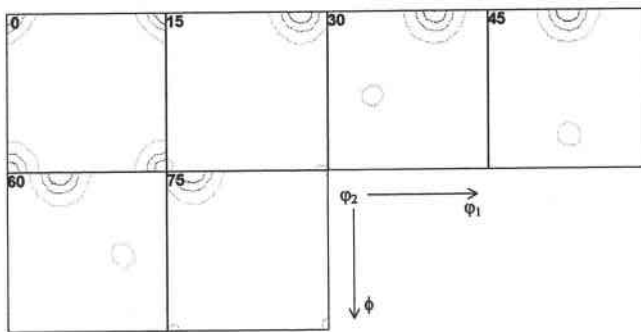


Fig. 4.7 : Texture schématisant la texture résultant du processus d'élaboration aux températures supérieures à T_{nr} .

Niveaux = 2, 4, 6, 8, maximum = 8.1 $J = 1.4$

b) Paramètre de sensibilité à la vitesse (m) :

Nous n'avons pas trouvé dans la littérature de valeurs du paramètre de sensibilité à la vitesse pouvant être utilisées pour simuler la déformation à chaud les aciers HSLA. Pour les déformations à température élevée, Tóth préconise des valeurs de m comprises entre 0.05 et 0.1 (Tóth 1993). Nous avons donc effectué plusieurs simulations avec différentes valeurs de ce paramètre, comprises entre 0.05 et 0.1. Nous avons constaté que dans cette gamme de valeurs, les simulations sont très peu sensibles aux variations de ce paramètre. Les simulations présentées dans ce chapitre ont été obtenues pour un paramètre $m = 0.05$.

c) Tenseur de déformation :

A cœur

La déformation logarithmique, ou déformation vraie est définie par :

$$\varepsilon_{33}^L = \int_{h_0}^h \frac{dh}{h} = \ln\left(\frac{h}{h_0}\right) \quad (4.10)$$

où h_0 est l'épaisseur initiale de la brame, et h est l'épaisseur courante. Dans le cas du laminage, ε_{33}^L est négatif.

La déformation technique, ou nominale est définie par :

$$\varepsilon_{33}^T = \frac{h - h_0}{h_0} \quad (4.11)$$

Les déformations logarithmiques et techniques sont reliées par la relation suivante :

$$\varepsilon_{33}^L = \ln(1 + \varepsilon_{33}^T) \quad (4.12)$$

A mi-épaisseur de la tôle, la déformation imposée est une déformation plane, ce qui correspond à une compression selon DN et une traction selon DL, la déformation selon DT étant négligeable. Dans ces conditions, $\varepsilon_{11}^L = -\varepsilon_{33}^L$, et le tenseur gradient de déplacement global vaut :

$$\mathbf{E}_C^L = \begin{bmatrix} -\varepsilon_{33}^L & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^L \end{bmatrix} \quad (4.13)$$

où l'indice c est utilisé pour désigner le tenseur à cœur.

Dans le modèle de Taylor, la déformation totale est divisée en n incréments de déformation :

$$\mathbf{E}_C^L = n \cdot \Delta \mathbf{E}_C^L \quad (4.14)$$

D'où :

$$\mathbf{E}_C^L = \begin{bmatrix} -\varepsilon_{33}^L & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^L \end{bmatrix} = n \cdot \begin{bmatrix} -\Delta \varepsilon_{33}^L & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \Delta \varepsilon_{33}^L \end{bmatrix}$$

$$\epsilon_{33}^L = n \cdot \Delta \epsilon_{33}^L \quad (4.15)$$

Finalement, en utilisant les équations 4.12 et 4.15, on obtient l'expression de la déformation totale après n incréments :

$$\epsilon_{33}^T = \exp(n \cdot \Delta \epsilon_{33}^L) - 1 \quad (4.16)$$

Le tenseur gradient de déplacement $\dot{\mathbf{E}}_C^L$ est défini par la relation suivante :

$$\Delta \mathbf{E}_C^L = \dot{\mathbf{E}}_C^L \cdot \Delta t \quad (4.18)$$

où Δt est l'incrément de temps par incrément de déformation.

D'où

$$\mathbf{E}_C^L = n \cdot \dot{\mathbf{E}}_C^L \cdot \Delta t \quad (4.18)$$

$$\begin{bmatrix} -\epsilon_{33}^L & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{33}^L \end{bmatrix} = n \cdot \begin{bmatrix} -\dot{\epsilon}_{33}^L & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \dot{\epsilon}_{33}^L \end{bmatrix} \cdot \Delta t \quad (4.19)$$

$$\epsilon_{33}^L = n \cdot \dot{\epsilon}_{33}^L \cdot \Delta t \quad (4.20)$$

En surface

La description de la déformation dans les couches superficielles de la brame est plus complexe. Par exemple, dans un modèle simplifié du développement des textures de laminage, Duggan et al. proposent d'utiliser deux tenseurs de déformation décrivant la déformation de la tôle en entrée et en sortie de laminoir (Fig. 4.8) (Duggan et al. 1994).

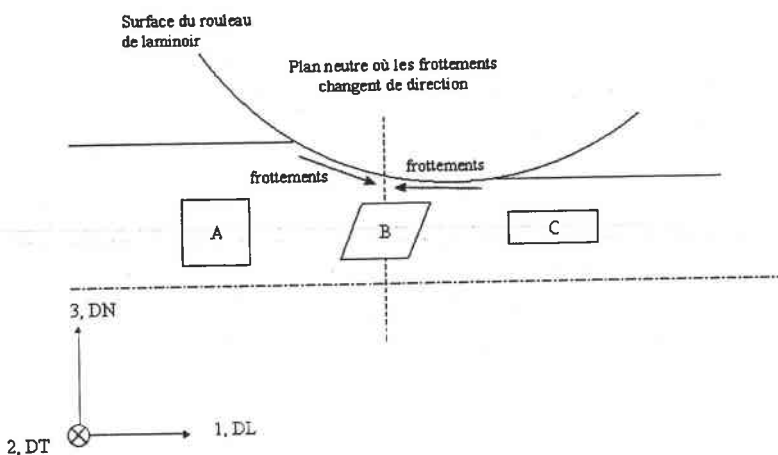


Fig. 4.8 : Schéma représentant la déformation en surface de la tôle austénitique au cours du laminage.

Ces tenseurs de déformation prennent en considération deux composantes de cisaillement, γ_f et γ_g et dont les signes s'inversent entre l'entrée et la sortie de l'emprise du laminoir. Ainsi, les tenseurs gradient de déplacement en entrée et en sortie de laminoir sont sous la forme suivante :

$$\mathbf{E}_s^L = \begin{bmatrix} -\varepsilon_{33}^L & 0 & \gamma_f \\ 0 & 0 & 0 \\ \gamma_g & 0 & \varepsilon_{33}^L \end{bmatrix} \quad (4.21)$$

où l'indice s est employé pour désigner le tenseur en surface.

La composante γ_f prend en compte le frottement des rouleaux du laminoir sur la surface de la brame et dépend essentiellement des propriétés de surface de la tôle et des conditions de lubrification. Le terme γ_g décrit le cisaillement imposé par la géométrie du laminage et dépend de facteurs géométriques tels que le diamètre des rouleaux, la longueur de contact entre la tôle et le rouleau ou l'épaisseur de la tôle.

De manière analogue à ce qui a été écrit précédemment :

$$\mathbf{E}_s^L = \mathbf{n} \cdot \dot{\mathbf{E}}_s^L \cdot \Delta t \quad (4.22)$$

$$\begin{bmatrix} -\varepsilon_{33}^L & 0 & \gamma_f \\ 0 & 0 & 0 \\ \gamma_g & 0 & \varepsilon_{33}^L \end{bmatrix} = \mathbf{n} \cdot \begin{bmatrix} -\dot{\varepsilon}_{33}^L & 0 & \dot{\gamma}_f \\ 0 & 0 & 0 \\ \dot{\gamma}_g & 0 & \dot{\varepsilon}_{33}^L \end{bmatrix} \cdot \Delta t \quad (4.23)$$

Dans ce travail, les simulations ont été effectuées à l'aide d'un programme écrit par Tóth, prenant en compte la sensibilité à la vitesse et la possibilité d'imposer des relaxations de contraintes (Tóth 1993). Les 12 systèmes de glissement $\{111\}\langle 110 \rangle$ des matériaux c.f.c ont été considérés.

4.4.2.3. Résultats

A cœur

La déformation imposée à la brame de nuance B en-dessous de sa température de recristallisation est d'environ 70%, ce qui correspond à une déformation logarithmique $\varepsilon_{33}^L = -1.2$. Industriellement, cette déformation est obtenue en 6 passes, pour lesquelles les valeurs des déformations et vitesses de déformation varient. Ainsi, pour simuler le traitement thermomécanique en dessous de T_{nr} , une succession de 6 simulations est nécessaire. Après avoir effectué quelques essais en faisant varier la vitesse de déformation dans l'intervalle utilisé industriellement (entre 10 et 40 s^{-1}), nous avons constaté que ce paramètre a très peu

d'influence sur les caractéristiques des textures simulées. Ainsi, nous avons opté pour une simulation de la déformation en une seule étape, en prenant une valeur moyenne de la vitesse de déformation égale à 25 s^{-1} . La déformation a été découpée en 40 incréments, dont la valeur est $\Delta \varepsilon_{33}^L = -0.03$. En reportant ces valeurs dans l'équation 4.20, nous en déduisons la valeur de l'incrément de temps pour chaque incrément de déformation : $\Delta t = 1.2 \cdot 10^{-3} \text{ s}$.

Le laminage en – dessous de la température de recristallisation peut provoquer un important aplatissement des grains austénitiques selon DN (pancaking). Dans cette situation, l'interaction entre grains est très importante et doit être prise en compte dans les simulations en relâchant les composantes $\dot{\varepsilon}_{13}$ et $\dot{\varepsilon}_{23}$ du tenseur gradient de vitesse de déplacement.

L'aplatissement des grains de la phase austénitique peut conduire, après transformation de phase, à une microstructure ferritique présentant une forte proportion de grains allongés dans le plan de laminage (Savoie et al. 1994, Pietrzyk et al. 1995 par exemple). L'observation des microstructures ferritiques de l'échantillon B dans le plan (DL, DN) n'a pas révélé la présence de grains aplatis dans le plan de laminage. En l'absence d'indications supplémentaires sur l'aplatissement des grains austénitiques au cours du laminage, nous avons effectué deux simulations, respectivement avec et sans relaxation de contraintes.

La Fig. 4.9 montre le résultat des deux simulations effectuées à partir d'une texture initiale isotrope. Les résultats sont assez proches, notamment en ce qui concerne les intensités relatives des principaux pics de texture. En comparant les textures simulées et la texture de l'austénite résiduelle, il semble toutefois que la position des pics soit mieux reproduite lorsque nous ne supposons aucune contrainte relâchée (comparer les sections à $\varphi_2 = 0^\circ$ et 45° des figures 4.4 et 4.9).

Il existe cependant des différences entre les textures simulées et expérimentales, en particulier sur les intensités relatives des pics (section à $\varphi_2 = 45^\circ$ par exemple). Il faut rappeler que la texture de l'austénite résiduelle, déterminée expérimentalement sur des pics de diffraction très peu intenses, est certainement entachée d'erreurs. D'autre part, les différences constatées entre la simulation et l'expérience peuvent également s'expliquer par les approximations simplificatrices introduites dans le modèle de Taylor. Dans ce modèle, il est supposé que chaque grain subit la même déformation, ce qui n'est pas le cas dans la réalité. De plus, nous avons introduit des hypothèses simplificatrices supplémentaires. Nous avons considéré les seuls systèmes de glissement $\{111\}\langle 110 \rangle$ alors que d'autres systèmes pourraient s'activer au cours de la déformation à chaud, comme cela est le cas dans l'aluminium (Driver et al. 2000).

La figure 4.10 montre le résultat de la simulation de la déformation à cœur menée à partir de la texture initiale de recristallisation, possédant une densité d'orientations distribuées autour de l'orientation cube. Les paramètres de simulation sont identiques à ceux utilisés précédemment et aucune contrainte n'a été relâchée. Cette nouvelle simulation reproduit les principales composantes de déformation simulées précédemment à partir de la texture isotrope. La figure 4.10 montre également la présence de l'orientation cube et des orientations équivalentes, qui reste donc stable au cours de la déformation. Nous constatons que cette composante, bien que très faible, est également présente dans la texture de l'austénite résiduelle (Cf. Fig. 4.4).

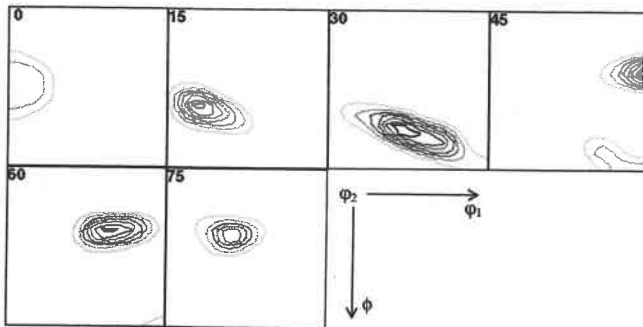


Fig. 4.9a

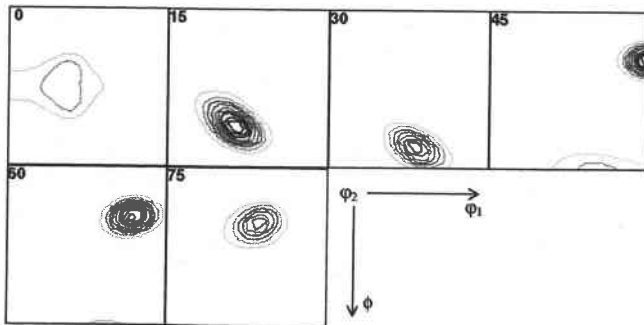


Fig. 4.9b

Fig. 4.9 : Texture de l'austénite à cœur simulée par le modèle de Taylor à partir de la texture isotrope
 a) avec $\dot{\epsilon}_{13}$ et $\dot{\epsilon}_{23}$ relâchées, niveaux 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, maximum = 18.6
 b) sans relaxation de contraintes, niveaux 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, maximum = 22.7

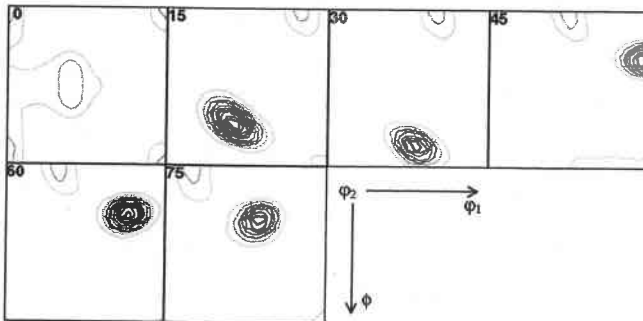


Fig. 4.10 : Texture de l'austénite à cœur simulée par le modèle de Taylor à partir de la texture recristallisée.

Niveaux 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, maximum = 22.3

En surface

La simulation de la déformation au cours du traitement thermomécanique industriel devrait être effectuée en 6 étapes en choisissant pour chaque passe les composantes du tenseur gradient de déplacement adaptées aux paramètres de laminage (taux de réduction, vitesse de déformation, etc.). Or nous ne connaissons pas les valeurs des paramètres permettant d'évaluer les cisaillements γ_f et γ_g du tenseur gradient de déplacement de l'équation 4.21. Nous avons donc introduit une simplification supplémentaire en ne considérant qu'une seule étape de laminage. Nous avons procédé à de nombreux essais en modifiant les valeurs de γ_f et γ_g , en simulant dans un premier temps les textures de déformation à partir de la texture

isotrope. Les simulations ayant donné des résultats proches des textures expérimentales sont celles pour lesquelles le cisaillement γ_g a été négligé. La simulation représentée sur la figure 4.11 a été effectuée en considérant les composantes suivantes pour le tenseur gradient de vitesse de déplacement en entrée de laminoir : $\dot{\epsilon}_{33}^L = -5 \text{ s}^{-1}$, $\dot{\gamma}_f = 8 \text{ s}^{-1}$. La déformation globale a été divisée en 40 incréments de déformation, avec un intervalle de temps pour chaque incrément $\Delta t = 1.2 \cdot 10^{-3} \text{ s}$. Aucune relaxation de contrainte n'a été imposée.

La texture simulée présente les grandes tendances de la texture expérimentale (Cf. figures 4.11 et 4.5a), bien que des différences soient constatées. Par exemple, le pic de texture simulé pour l'orientation $(15^\circ, 90^\circ, 45^\circ)$ n'est pas présent dans la texture de l'austénite résiduelle. De même, la composante d'orientation $(90^\circ, 55^\circ, 45^\circ)$ présente dans la texture simulée est très atténuée dans la texture expérimentale. Ces différences peuvent être attribuées aux erreurs expérimentales sur la détermination de la texture; liées à la faible proportion d'austénite résiduelle présente dans le matériau. Ces différences peuvent être également dues aux simplifications introduites dans la modélisation de la déformation en surface de la tôle. Nous avons en effet supposé une seule étape de laminage avec une description simplifiée de la déformation. La déformation au cours du traitement thermomécanique industriel est beaucoup plus complexe.

Une simulation a été effectuée à partir de la texture de recristallisation initiale en conservant les autres paramètres de simulation identiques (voir Fig. 4.12). La texture simulée comporte l'ensemble des composantes simulées à partir de la texture isotrope (comparer les figures 4.11 et 4.12). La simulation réalisée à partir de la texture de recristallisation comporte un pic supplémentaire visible notamment dans la section $\varphi_2 = 0^\circ$, dont l'intensité maximale est de 5.0, pour l'orientation cube. Ce pic est également présent dans chacune des sections à φ_2 constant et coïncide avec les composantes de la texture de recristallisation initiale (Cf. Fig. 4.7). De façon analogue à ce qui a été observé à cœur, ce pic qui provient de la composante cube de recristallisation. Cette composante ne subit pas de rotation lorsque les deux déformations, respectivement en entrée et en sortie de l'emprise du laminoir, sont utilisées pour simuler la déformation de la tôle en surface.

La texture expérimentale de l'austénite résiduelle semble contenir une faible densité d'orientation pour le triplet d'angles d'Euler $(90^\circ, 5^\circ, 0^\circ)$ et pouvant correspondre à la composante de recristallisation cube (Cf. Fig. 4.5a). Toutefois, compte tenu des conditions expérimentales d'obtention des figures de pôles pour cette phase minoritaire, les pics de faibles intensités ne sont peut-être pas représentatifs de la texture parente à haute température.

Conclusion

Malgré les hypothèses simplificatrices introduites, les simulations effectuées à l'aide du modèle de Taylor reproduisent qualitativement les textures de la phase d'austénite résiduelle. Le bon accord général entre les textures expérimentales et simulées permet une évaluation à cœur et en surface des principales caractéristiques de l'austénite en sortie de laminoir. Par ailleurs, les simulations nous ont permis d'interpréter les différences de texture entre la surface et le cœur des tôles par des différences de mode de déformation.

Les simulations menées à partir de la texture initiale recristallisée montrent que la principale composante de recristallisation, l'orientation cube, est stable pour la déformation plane. En surface, la composante cube ne subit globalement aucune rotation sous l'action des deux déformations successives utilisées pour simuler la déformation en surface de la tôle. A cœur ou en surface, la texture de l'austénite résiduelle ne présente pas de composante cube marquée, ce qui semble indiquer que la recristallisation au cours des étapes d'élaboration à chaud de nuance B est faible. Toutefois, compte tenu des erreurs expérimentales liées à la détermination de la texture de l'austénite résiduelle, celle-ci ne fournit que des informations qualitatives sur la texture γ parente. L'étude de la transformation de phase exige une meilleure évaluation de la texture γ à haute température.

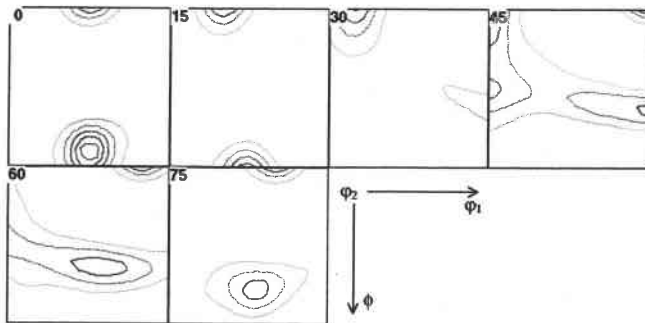


Fig. 4.11 : Texture austénitique en surface simulée par le modèle de Taylor à partir de la texture isotrope.

Niveaux 2, 4, 6, 8, 10, maximum = 11.7

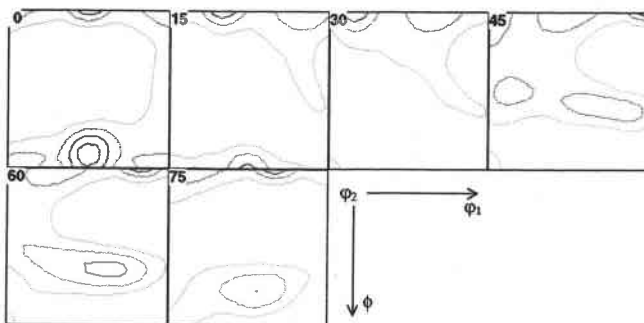


Fig. 4.12 : Texture austénitique en surface simulée par le modèle de Taylor à partir de la texture recristallisée.

Niveaux 2, 4, 6, 8, 10, maximum = 11.2

4.5. Reconstruction de la texture austénitique à partir de la texture ferritique.

4.5.1. Méthode classique

4.5.1.1. Aspects théoriques de la méthode

Comme nous le montreront en détail dans le chapitre suivant, la texture basse température héritée sans sélection de variantes, notée $f_2(g)$, est reliée à la texture parente $f_1(g)$ par l'intégrale de convolution suivante (Bunge 1969) :

$$f_2(g) = \int W(\Delta g) \cdot f_1(\Delta g^{-1}g) \cdot d\Delta g \quad (4.24)$$

où $W(\Delta g)$ est la fonction de transformation des orientations, prenant en compte les relations d'orientation Δg_0 entre les réseaux.

Les coefficients C de la texture héritée peuvent s'exprimer en fonction des coefficients de la texture parente. Réciproquement, il est possible de déterminer la FDO parente à partir de la texture héritée par inversion de la relation 4.24, à condition de vérifier les hypothèses suivantes (Humbert et Gey 1999) :

- (i) La transformation de phase opère sans sélection de variantes.
- (ii) Les relations d'orientation entre les réseaux parents et hérités sont connues.
- (iii) La symétrie cristalline de la phase héritée est inférieure à celle de la phase parente.

Dans la pratique, la texture héritée $f_2^{\text{exp}}(g)$, déterminée expérimentalement présente des erreurs et peut par conséquent différer de la texture parente transformée $f_2(g)$. Pour cette raison, la texture parente $f_1(g)$ est déterminée par la minimisation de la quantité suivante :

$$G = \iint [f_2(g) - f_2^{\text{exp}}(g)]^2 dg$$

$$G = \iint \left[\int W(\Delta g) \cdot f_1(\Delta g^{-1}g) \cdot d\Delta g - f_2^{\text{exp}}(g) \right]^2 dg \quad (4.25)$$

En introduisant les développements en séries d'harmoniques sphériques généralisés dans l'expression 4.25, nous obtenons une nouvelle expression pour G :

$$G = \sum_{l=0}^{l_{\text{Max}}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} \frac{1}{2l+1} \left\{ \sum_{\mu'=1}^{M(l)} \frac{1}{2l+1} W_1^{\mu\mu'}(\Delta g_0) C_1^{\mu\nu}(1) - C_1^{\mu\nu \text{exp}}(2) \right\}^2 \quad (4.26)$$

La condition nécessaire de minimum de l'expression 4.26 est que toutes les dérivées partielles de G par rapport aux coefficients $C_i^{\mu\nu}(1)$ soient nulles :

$$\partial G / \partial C_i^{\mu\nu}(1) = 0 \quad (4.27)$$

4.5.1.2. Résultats

Nous avons représenté sur la figure 4.13 le résultat du calcul de la texture parente à mi-épaisseur en utilisant les relations de NW. Nous constatons que la fonction parente calculée présente de fortes valeurs négatives (le minimum de la fonction est de -20.9), compensées par de fortes densités positives assurant la normalisation de la fonction de densité. La fonction parente recalculée par cette méthode diffère fortement des textures estimées précédemment et, compte tenu des fortes densités négatives, perd son caractère de fonction de densité.

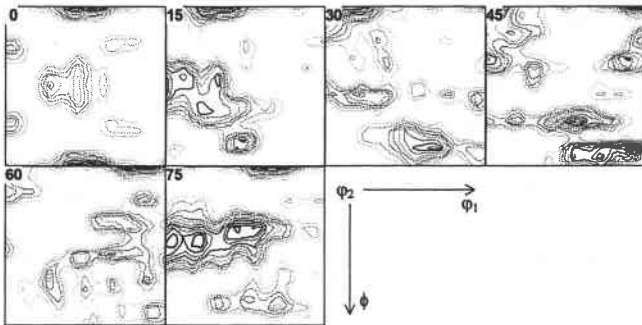


Fig. 4.13 : Texture austénitique parente calculée par inversion de la relation 4.24

Maximum = 22.4, minimum = -20.9,
niveaux 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20

La validité du calcul a été vérifiée en simulant la fonction ferritique héritée de cette fonction parente $f_1(g)$. La texture obtenue est identique à la texture ferritique de départ $f_2(g)$. Cette méthode de calcul direct de la texture parente permet donc de trouver une fonction $f_1(g)$, minimisant la fonction G , mais n'assure pas la positivité de celle-ci.

Les raisons de l'apparition de fortes densités négatives au cours du calcul de la texture parente peuvent s'expliquer par le fait que

- (1) Les relations d'orientation supposées pour le calcul ne sont pas vérifiées physiquement
- (2) Un mécanisme de sélection de variantes intervient dans la transformation de phase
- (3) Des erreurs expérimentales liées à la détermination de la fonction de texture basse température masquent les corrélations entre les textures parente et héritée.

Un calcul similaire a été mené sur les différentes textures ferritiques à cœur et en surface présentées au cours de cette étude, en utilisant chacune des relations de NW et KS. Dans chaque cas, les fonctions $f_1(g)$ calculées présentent de fortes valeurs négatives.

Face à ce problème, une nouvelle méthode de recalcul des fonctions parentes a été développée au laboratoire.

4.5.2. Méthode de positivité pour la détermination des textures parentes (Humbert et al. 2000)

4.5.2.1. Description de la méthode

La FDO étant une fonction positive, la méthode consiste à approcher la texture parente par la fonction $f_1(g)$ en minimisant la quantité G de l'expression et en imposant la condition $f_1(g) \geq 0$. Le problème peut être résolu en considérant la fonction $f_1(g)$ comme le carré normalisé d'une fonction $h(g)$:

$$f_1(g) = h^2(g) / \langle h^2(g) \rangle$$

Avec $\langle h^2(g) \rangle = \int h^2(g) dg$

Notons que la technique d'imposer la positivité d'une fonction $f(g)$ par l'intermédiaire du carré d'une fonction $h(g)$ a déjà été utilisée précédemment par Van Houtte dans le cadre d'une méthode de positivité pour obtenir une FDO positive à partir de figures de pôles (Van Houtte 1983).

La fonction de texture parente $f_1(g)$ peut être déterminée en minimisant la valeur de la quantité G qui s'écrit en fonction de $h(g)$ de la manière suivante (Humbert et al. 2000) :

$$G = \int \left[\int W(\Delta g) \cdot \frac{h^2(\Delta g^{-1} \cdot g)}{\langle h^2(\Delta g^{-1} \cdot g) \rangle} \cdot d\Delta g - f_2^{\text{exp}}(g) \right]^2 p(g) dg \quad (4.28)$$

où $p(g)$ est une fonction de pondération permettant de trouver une évaluation de la fonction $f_1(g)$ compatible avec certaines caractéristiques de la fonction de texture héritée $f_2(g)$, et notamment les pics de plus forte intensité.

Cette méthode qui a été testée avec succès sur des cas théoriques de sélection de variantes de simulation d'erreurs statistiques, a été appliquée au calcul des textures parentes dans le cadre de cette étude.

4.5.2.2. Résultats

Nous avons représenté sur la figure 4.14 les fonctions de texture parentes à cœur de la nuance B, calculées avec les relations de NW et KS. Le recalcul effectué avec les relations de NW est très proche de celui réalisé avec les relations de KS. Quelles que soient les relations d'orientation utilisées, les textures parentes à cœur calculées présentent les mêmes tendances

que les textures à cœur estimées précédemment. En particulier, la texture parente ne présente évidemment pas de valeur négative, et les positions des pics de forte intensité coïncident. La densité d'orientation cube de la texture recalculée est moins forte que celle présente dans la texture expérimentale, mais elle n'est pas nulle ($f(0^\circ, 0^\circ, 0^\circ) = 0.8$).

Le calcul de la texture parente en surface a été effectué en considérant les relations de NW et de KS. Nous avons représenté le résultat du calcul obtenu avec les relations de NW (Fig. 4.15), les relations de KS conduisant à une texture parente très proche. Nous constatons à nouveau que la texture recalculée présente un bon accord avec la texture de l'austénite résiduelle, notamment sur la position des principaux pics. En comparant la texture recalculée avec les simulations réalisées au moyen du modèle de Taylor, nous constatons un bon accord avec la texture obtenue à partir de la texture isotrope. Les pics supplémentaires de la texture simulée à partir de la texture de recristallisation ne sont pas présents dans la texture recalculée.

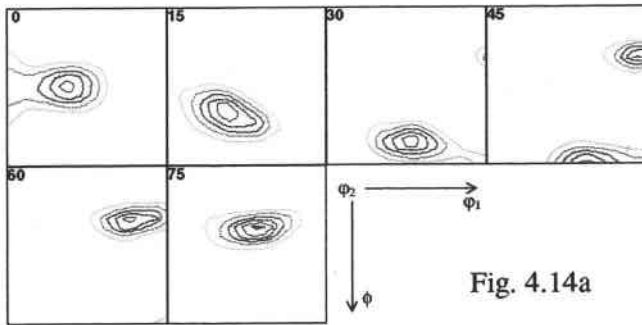
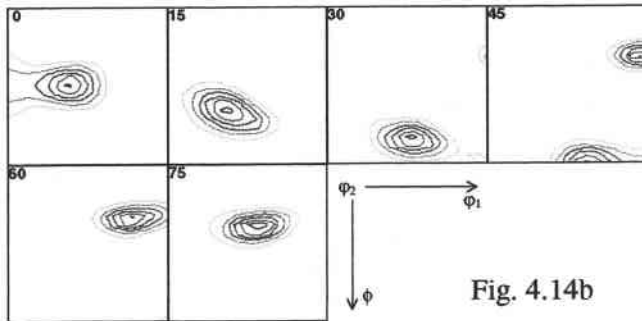


Fig. 4.14 : Texture austénitique parente à cœur, recalculée pour la nuance B, avec

- a) les relations de NW, maximum = 12.9
- b) les relations de KS, maximum = 13.5



Niveaux : 2, 4, 6, 8, 10, 12,

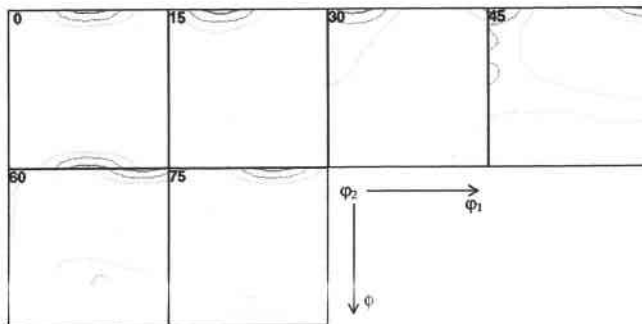


Fig. 4.15 : Texture austénitique (surface) recalculée par la méthode de positivité avec les relations de NW

Niveaux 2, 4, 6, maximum = 6.8

La méthode de positivité de calcul des textures parentes ayant donné de bons résultats pour la nuance B, nous l'avons appliquée aux autres nuances. Les textures parentes à cœur et en surface ont été recalculées en utilisant les relations de NW.

Calcul des textures parentes à mi-épaisseur

Les textures sont représentées sur les figures 4.16. Les maximums des FDO sont récapitulés dans le tableau 4.2.

Maximum des FDO parentes calculées		
	Mi-épaisseur	Surface
A	6.3	3.7
B	12.9	6.8
C	10.4	5.8
P ₁	9.6	7.5
P ₂	10.2	8.0
P ₃	19.6	10.3
P ₄	18.6	10.9

Tab. 4.2 : Valeurs maximales des FDO parentes recalculées.

Les textures austénitiques à cœur recalculées présentent les caractéristiques principales des métaux c.f.c. laminés. Elles présentent une fibre α partielle et un ensemble d'orientations plus ou moins marquées réparties le long de la fibre β des matériaux de symétrie c.f.c. Les indices de textures des FDO recalculées varient très fortement selon la nuance (Cf. Tab. 4.3). Nous avons tracé, de manière analogue à ce qui a été fait avec les textures ferritiques, l'indice de texture des FDO parentes en fonction de leur taux de réduction à température inférieure à T_{nr} , ϵ_c (Fig. 4.17). Globalement, les textures austénitiques sont d'autant plus marquées que la déformation à température inférieure à T_{nr} est grande. Cette observation confirme l'hypothèse émise lors de l'étude des textures ferritiques : les textures austénitiques parentes sont formées principalement par déformation à température inférieure à la température de recristallisation.

	Indice de texture	$f_1(90,0,0)$	$f_1(90,0,0)/J$
A	1.70	6.30	3.71
B	5.98	0.80	0.13
C	3.87	8.50	2.20
P ₁	3.77	7.10	1.88
P ₂	4.59	5.00	1.09
P ₃	9.05	1.70	0.19
P ₄	8.21	0.20	0.02

Tab. 4.3 : Quelques valeurs caractéristiques des textures parentes recalculées à mi-épaisseur

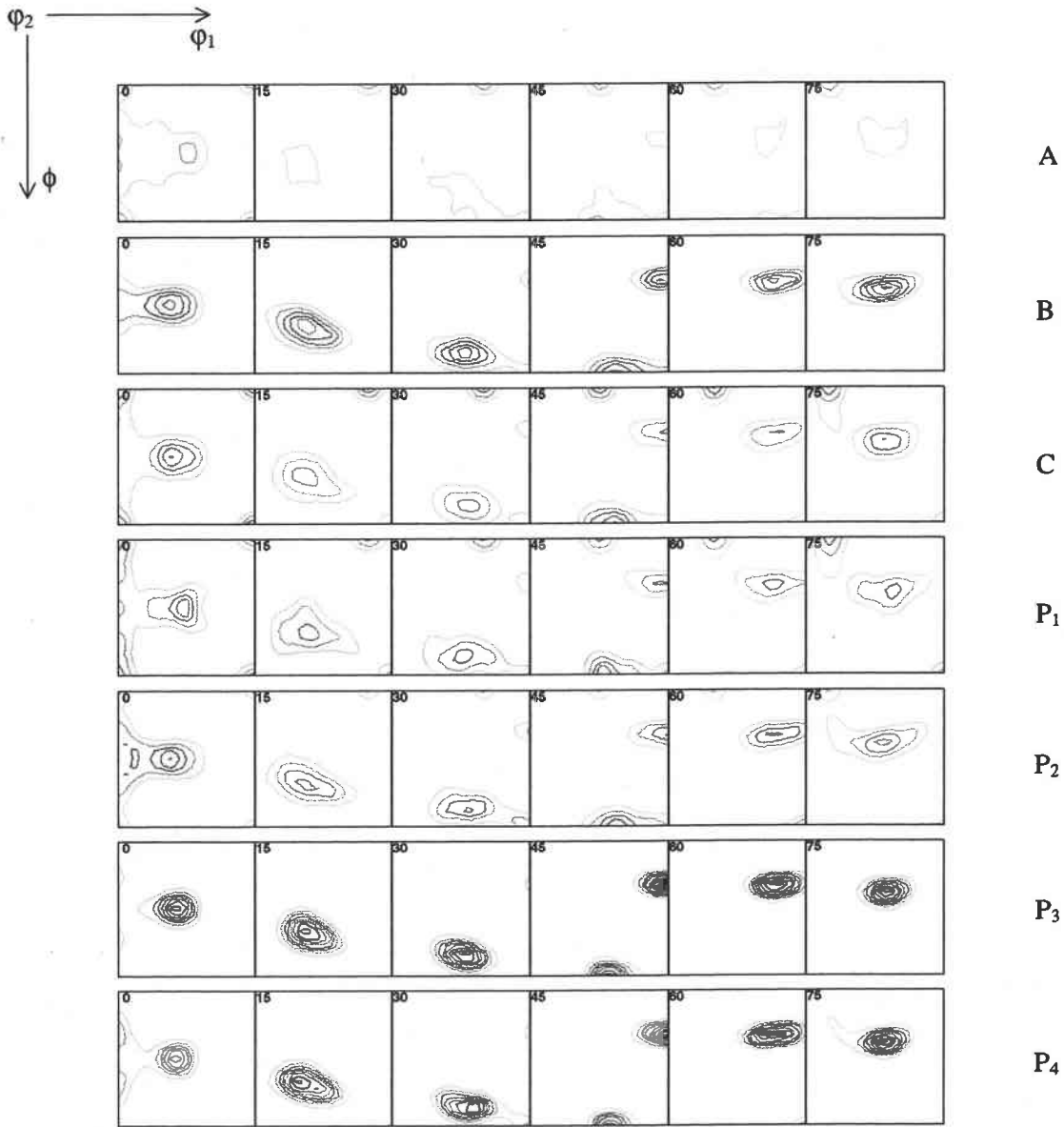


Fig. 4.16 : Textures parentes calculées à l'aide de la méthode de positivité (mi-épaisseur).
Niveaux 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18

Pour certaines nuances, le recalcul de la texture parente révèle la présence plus ou moins marquée de la composante cube. Afin d'évaluer le poids de cette composante dans la texture austénitique en sortie de laminoirs, nous avons calculé pour chaque nuance le rapport entre la valeur de la FDO pour l'orientation cube et l'indice de texture (J).

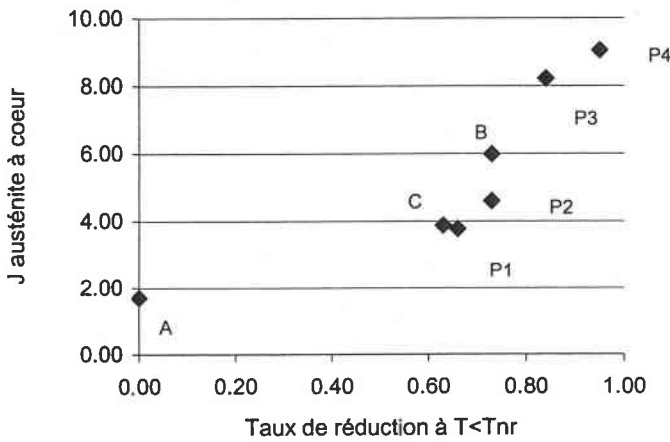


Fig. 4.17 : Indice de texture des FDO parentes en fonction du taux de réduction à température inférieure à T_{nr} (ϵ_c)

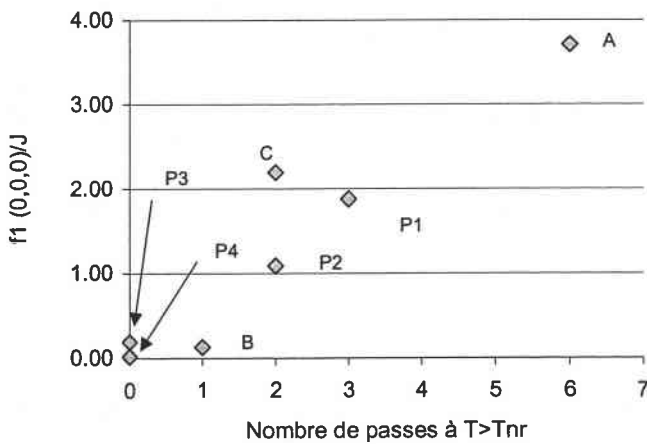


Fig. 4.18 : Poids de la composante de recristallisation cube en fonction du nombre de passes de laminages à température supérieure à T_{nr} .

Pour la nuance A, qui a été laminée au dessus de sa température de recristallisation, cette composante de recristallisation est majoritaire et constitue le maximum de la FDO ($f(g)_{max} = 6.3$). Le poids de la composante cube est également significatif pour certaines nuances ayant subi les dernières passes de laminage en – dessous de leur température de non recristallisation (P_1, P_2, C). Comme nous l’avons observé lors des simulations des textures de laminage, l’orientation cube, pouvant être formée par recristallisation complète de la brame aux premiers stades du traitement thermomécanique, est stable pour une déformation plane.

Le graphe représenté sur la figure 4.18 reporte la valeur de $f_1(90, 0, 0)/J$ en fonction du nombre de passes de laminage réalisées à température supérieure à T_{nr} . Globalement, nous constatons que le poids de la composante de recristallisation est d’autant plus grand que ce nombre de passes est grand. Ceci montre qu’il y a un bon accord entre les caractéristiques de la phase parente recalculée et les paramètres de laminage à chaud.

Calcul des textures parentes en surface

Les textures parentes des textures ferritiques en surface sont représentées sur la figure 4.19. Ces textures parentes possèdent toutes les mêmes caractéristiques et sont du même type que

celles simulées à l'aide du modèle de Taylor, à partir de la texture initiale isotrope. La texture parente de la nuance A est toutefois très peu marquée. Contrairement à ce qui a été observé en surface, la texture austénitique recalculée ne présente pas de composante marquée que l'on pourrait attribuer à de la recristallisation. En particulier, nous ne remarquons pas le pic de texture simulé à l'aide du modèle de Taylor à partir de la texture recristallisée. Pour expliquer cette observation, nous pouvons émettre l'hypothèse que la température en surface de la tôle est inférieure à celle au cœur de la tôle, de sorte que les couches superficielles de la brame austénitique n'ont pas subi de recristallisation.

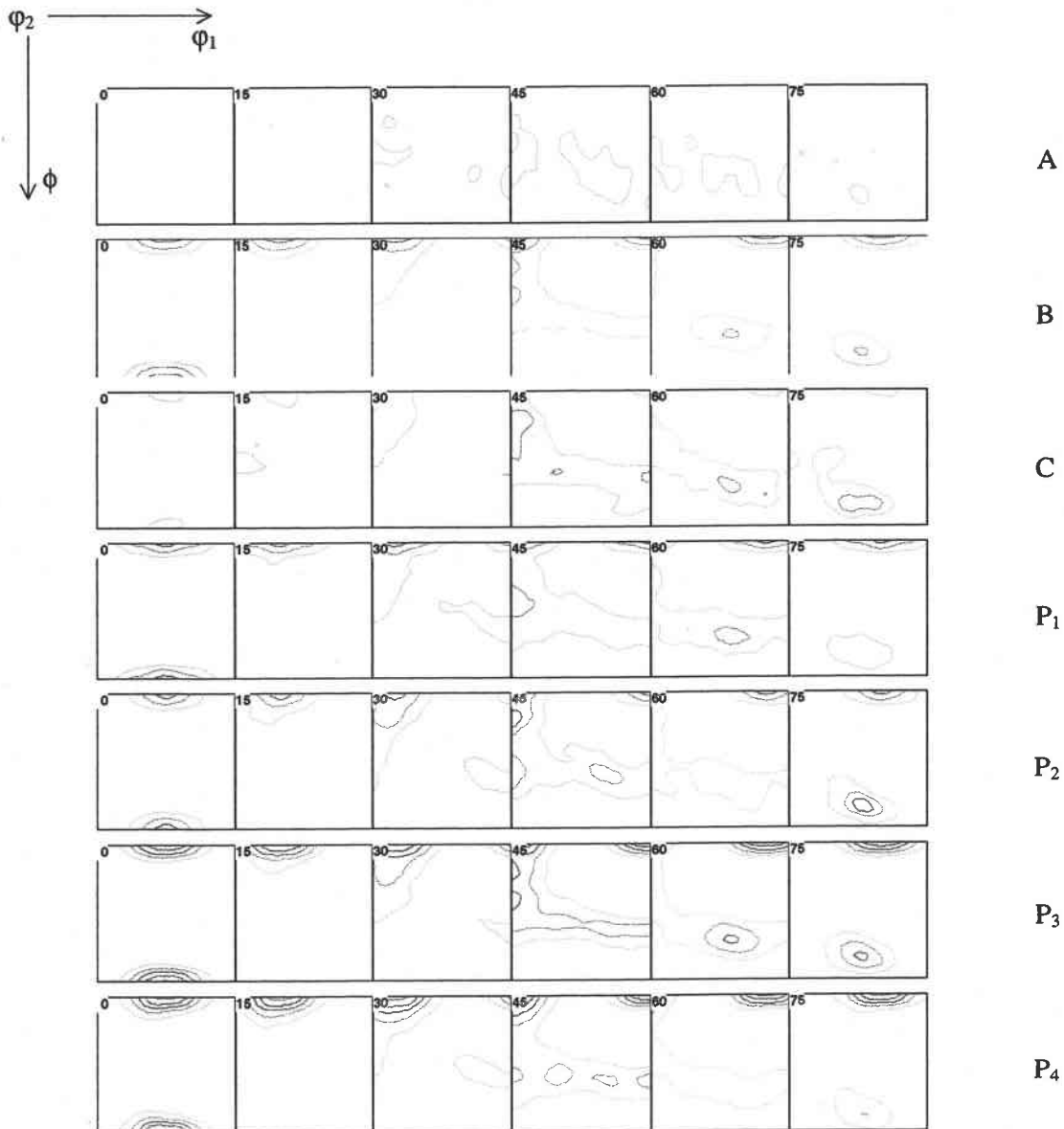


Fig. 4.19 : Textures parentes calculées à l'aide de la méthode de positivité (surface).
Niveaux 2, 4, 6, 8, 10

4.6. Conclusion

L'utilisation du modèle de Taylor nous permis de d'expliquer qualitativement les différences de texture austénitiques observées entre la surface et le cœur de la tôle. A partir d'une texture initiale isotrope, nous avons pu reproduire la position des pics de déformation qui représentent les composantes majeures de la nuance B. A mi-épaisseur, la texture expérimentale peut être simulée par une déformation plane. En surface, la texture parente a été simulée en considérant un modèle très schématique de la déformation. Nous avons ainsi pu montrer que la texture se surface est reliée au frottement des rouleaux du laminoir sur la brame austénitique. Les simulations effectuées à partir d'une texture de recristallisation cube peu marquée ont montré que cette composante se retrouve en $(0^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$ après déformation, aussi bien à cœur qu'en surface.

La méthode classique de recalcul des textures parentes, basée sur l'inversion de l'intégrale de convolution reliant la texture héritée à la texture parente n'a pas pu être appliquée avec succès au cours de cette étude. L'apparition de fortes valeurs négatives dans la texture parente peut être liée à une forte sélection de variante se produisant dans la transformation de phase ou par une mauvaise connaissance des relations d'orientation opérant au cours de la transformation de phase. Dans la dernière partie de cette étude nous nous intéresserons à l'étude des mécanismes de transformation de phase.

A l'aide d'une méthode de calcul assurant la positivité des textures parentes, les fonctions de texture austénitiques ont été recalculées pour chaque nuance. A cœur et en surface, les textures parentes de la nuance B sont en bon accord avec deux estimations basées sur les simulations à l'aide du modèle de Taylor et sur la mesure de la texture de l'austénite résiduelle. En appliquant la méthode aux autres nuances nous avons constaté un bon accord entre les paramètres industriels et les caractéristiques des textures recalculées : les textures à cœur sont d'autant plus marquées que le taux de laminage à température inférieure à T_{nr} est grand. D'autre des composantes de recristallisation des textures à cœur sont d'autant plus prononcées que le nombre de passes de laminage à température supérieure à T_{nr} est important. Ces résultats permettent de valider la méthode de positivité de reconstruction des textures haute température.

En imposant la positivité des textures parentes, l'évaluation des textures haute température à partir des textures héritées par transformation de phase est fortement améliorée. Par cette méthode, il est possible d'obtenir une estimation des textures parentes dans le cas où les textures filles sont héritées par transformation de phase avec sélection de variantes. D'autre part nous avons montré dans cette étude que les textures haute température reconstruites avec les relations de NW et KS sont très proches. Grâce à cette nouvelle méthode il est donc possible d'obtenir une estimation de la texture parente dans le cas où les relations d'orientation ne sont pas connues avec précision. Enfin, cette méthode est beaucoup moins sensible aux erreurs expérimentales commises lors de la détermination des textures à basse température.

Les textures austénitiques évaluées par cette méthode de positivité vont servir de base à l'étude des changements de texture par transformation de phase.

Bibliographie

- Brückner et al. (1996) : G. Brückner, W. Aretz and G. Gottstein, *Proceedings of 11th Conference on Textures of Materials ICOTOM 11*, Nonferrous Metals Society of China, Beijing, China, 1996, p. 592
- Bunge (1969) : H.J. Bunge, *Mathematische Methoden der Texturanalyse*, Berlin : Akademie Verlag, 1969
- Butrón-Guillén et al. (1994) : M.P. Butrón-Guillén, J.J. Jonas and R.K. Ray, *Acta Metallurgica et Materialia*, 42 (1994) 3615
- Carrard et Martin (1988) : M. Carrard and J.L. Martin, *Philosophical Magazine A*, 58 (1988) 491
- Diot et al. (1998) : M. Diot, J.J. Fundenberger, M.J. Philippe, J. Wegria and C. Esling, *Scripta Materialia*, 39 (1998) 1623
- Doherty et al. (1988) : R.D. Doherty, G. Gottstein, J.R. Hirsh, W.B. Hutchinson, K. Lücke, E. Nes and P.J. Wilbrandt, in : J.S. Kallend and G. Gottstein (eds.), Panel Discussion on Recrystallization Textures, *Proceeding of the 8th International Conference on Texture of Materials*, TMS, Warrendale, PA, 1988, p. 369
- Doherty et al. (1997) : R.D. Doherty, D.A. Hugues, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett, *Materials Science and Engineering*, A238 (1997) 219
- Driver et al. (2000) : J. Driver, F. Perocheau and C. Maurice, *Materials Science Forum*, 331-337 (2000) 43
- Duggan et al. (1994) : B.J. Duggan, C.S. Lee and R.E. Smallman, *Materials Science Forum*, 157-162 (1994) 659.
- Hansen et Mecking (1976) : J. Hansen, H. Mecking, in : G.J. Davies, L.L. Dillamore, R.C. Hudd, J.S. Kallends (eds.), *Proceedings of the 4th International Conference on Textures of Materials*, The Metal Society, London, U.K., 1976, p. 34.
- Hirsch et Lücke (1988) : J. Hirsch and K. Lücke, *Acta Metallurgica*, 36 (1988) 2863
- Honnef et Mecking (1978) : H. Honnef and H. Mecking, in : G. Gottstein and K. Lücke (eds.), *Texture of Materials*, 1978, p. 265
- Humbert et Gey (1999) : M. Humbert and N. Gey, *Journal of Applied Crystallography*, 32 (1999) 21

- Humbert et al. (2000) : M. Humbert, N. Gey and C. Esling, *Journal of Applied Crystallography*, 33 (2000) 206
- Le Hazif et Poirier (1975) : R. Le Hazif and J.P. Poirier, *Acta Metallurgica*, 23 (1975) 865
- Neale et al. (1990) : K.W. Neale, L.S. Tóth and J.J. Jonas, *International Journal of Plasticity*, 6 (1990) 45
- Pietrzyk et al. (1995) : M. Pietrzyk, C. Roucoules and P. Hodgson, *ISIJ International*, 35-8 (1995) 531
- Renouard et Wintenberger (1981) : M. Renouard and M. Wintenberger, *C. R. Acad Sci. Paris*, B292 (1981) 385
- Savoie et al. (1994) : J. Savoie, R.K. Ray, M.P. Butrón-Guillén and J.J. Jonas, *Acta Metallurgica et Materialia*, 42 (1994) 2511
- Tóth et al. (1988) : L.S. Tóth, P. Gilormini and J.J. Jonas, *Acta Metallurgica*, 36 (1988) 3077
- Tóth et Jonas (1992) : L.S. Tóth and J.J. Jonas, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27 (1992) 359
- Tóth (1993) : L.S. Tóth, Rate Sensitive Taylor Software, University of Metz, France, 1993
- Truszkowski et al. (1980) : W. Truszkowski, J. Król, B. Major, *Metallurgical Transactions A*, 11A (1980) 749.
- Vandermeer et Bernal (1977) : R.A. Vandermeer, J.B. Bernal, *Texture Cryst. Solids*, 2 (1977) 183
- Van Houtte (1983) : P. Van Houtte, *Textures and Microstructures*, 6 (1983) 1
- Van Houtte (1984) : P. Van Houtte, in : C.M. Brackman, P. Jongenburger and E.J. Mittenmeijer (eds.), *Proceedings of the 7th International Conference on Texture of Materials*, The Netherlands Society for Materials Sciences, Netherlands, 1984, pp. 7
- Van Houtte (1987) : P. Van Houtte, *Textures and Microstructures*, 7 (1987) 29
- Van Houtte (1988) : P. Van Houtte, *Textures and Microstructures*, 8 (1988) 313

5. ETUDE DES MECANISMES DE TRANSFORMATION DE PHASE

5.1. Introduction

Les textures ferritiques des aciers CSP sont héritées par transformation de phase des textures produites au cours des étapes d'élaboration à haute température. La texture de la phase majoritaire à basse température, ici la ferrite, a une forte influence sur le comportement anisotrope des tôles. Il est donc important de comprendre comment les textures à basse température sont héritées de la phase mère. Ceci passe par une bonne connaissance des mécanismes de transformation de phase.

L'étude des relations d'orientation a été effectuée par l'analyse de cartographies d'orientation obtenues par EBSD. Cette technique nous a permis de déterminer les désorientations au niveau des joints de grains ferritiques et entre les phases d'austénite résiduelle et de ferrite. Nous avons ainsi pu obtenir une connaissance des relations d'orientation réelles.

Après avoir caractérisé les relations d'orientation, nous avons entrepris une étude des changements de texture par transformation de phase. La méthode consiste à simuler les textures ferritiques à partir des textures parentes évaluées au chapitre précédent. Les simulations effectuées sans sélection de variantes et les textures expérimentales présentent des différences, que nous avons attribué à de la sélection de variantes et dont nous avons cherché à en expliquer l'origine. Plusieurs modèles basés sur des phénomènes physiques ont été testés. Nous proposons dans cette étude un modèle de transformation de phase avec sélection de variantes permettant de rendre compte des caractéristiques physiques principales de la transformation de phase. Dans ce modèle, nous supposons que les variantes formées sont celles dont la germination impose le moins de travail élastique à la matrice austénitique.

5.2. Etude des relations d'orientation au moyen de cartographies d'orientations

5.2.1. Mode opératoire

Une cartographie d'orientations représente un ensemble d'orientations déterminées en différents points d'échantillonnage sur le matériau. Les points correspondent aux nœuds d'une grille rectangulaire. La méthode expérimentale d'acquisition des cartographies a été présentée en détail au chapitre 2. Les cartographies présentées dans cette étude comprennent généralement 300 x 300 points de mesure. Le pas de mesure a été choisi en fonction de la taille de grains de l'échantillon. De manière à avoir un nombre de mesures par grain suffisamment élevé, nous avons choisi un pas de l'ordre du dixième de la taille de grains moyenne. L'orientation du grain peut être déterminée en effectuant la moyenne de l'ensemble

des orientations mesurées à l'intérieur du grain. Nous pouvons ainsi déterminer l'orientation d'environ 500 grains par cartographie.

L'exploitation de cartographies d'orientations nous permet d'obtenir les orientations des grains au sein du matériau et de déduire les relations d'orientation entre les réseaux des cristaux parents et hérités après transformation de phase. Une partie de l'exploitation graphique des cartographies a été effectuée à l'aide du logiciel Channel 4 de la société HKL. Cependant, certaines exploitations numériques concernant l'étude des relations d'orientation ont été effectuées à l'aide de programmes développés au laboratoire.

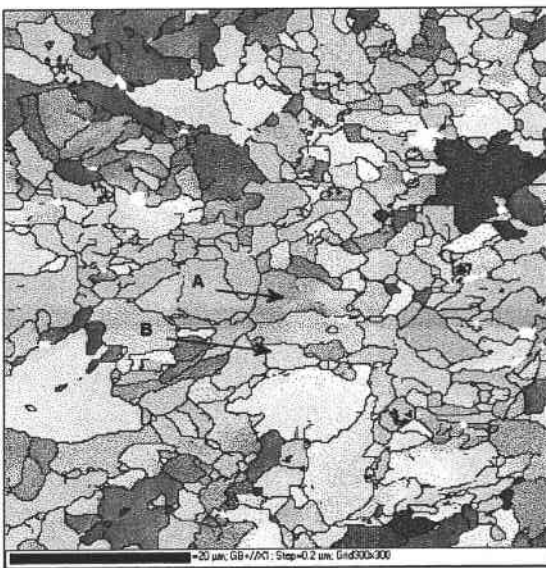


Fig. 5.1 : Cartographie de la phase ferritique

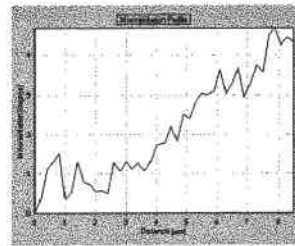
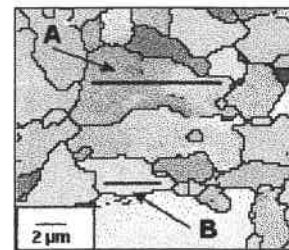


Fig. 5.3a

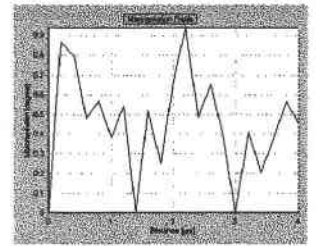
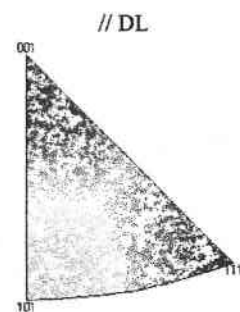


Fig. 5.3b



Fig. 5.2 : Cartographie de la phase austénitique



Le triangle standard associe une couleur à chaque pôle parallèle à DL. Les orientations représentées en rouge correspondent à la direction $\langle 001 \rangle$ parallèle à DL, en vert la direction $\langle 101 \rangle$ est parallèle à DL et en bleu la direction $\langle 111 \rangle$ est parallèle à DL.

5.2.2. Exploitation des cartographies d'orientations

Des cartographies d'orientations ont été acquises par EBSD dans le plan médian de la tôle (DL, DT) sur chacune des nuances d'acier. Nous présentons ici les résultats obtenus pour la nuance B, qui contient une phase minoritaire d'austénite résiduelle, puis pour la nuance A.

1) Echantillon B

Microstructure

Les mesures par EBSD réalisées sur cet échantillon, ont révélé la présence d'une phase ferritique majoritaire (fig. 5.1) et d'une phase minoritaire d'austénite résiduelle (Fig. 5.2). Les grains d'austénite résiduelle ont une taille inférieure à 2 μm et sont répartis de manière inhomogène dans le matériau.

L'examen microstructural en microscopie électronique à balayage confirme les observations faites au microscope optique : les grains sont majoritairement équiaxiaux et de taille très hétérogènes. Celle-ci varie de 1 μm à environ 10 μm . La cartographie montre par ailleurs que les grains les plus gros présentent des sous-structures, faiblement désorientées les unes par rapport aux autres. La désorientation globale d'une extrémité à l'autre du grain peut atteindre 5° comme pour le grain A (Fig. 5.3a). L'orientation à l'intérieur des grains de plus petite taille est relativement homogène, les désorientations étant généralement inférieure à 1° (Cf. Fig. 5.3b). Ces faibles désorientations sont de l'ordre de grandeur de l'incertitude sur la mesure d'orientation par EBSD.

Etude des désorientations entre austénite résiduelle et ferrite

A partir des données obtenues par EBSD, il est possible de calculer les relations d'orientation entre les cristaux parents de phase γ et les cristaux α hérités après transformation de phase. L'exploitation des données est effectuée à l'aide de programmes en fortran, développés sur la base des relations présentées ci-dessous.

L'orientation d'un cristal de symétrie cubique est caractérisée par les rotations :

$$\{S_1g; \dots; S_{24}g\}$$

où les 24 éléments S_i sont les éléments de symétrie rotationnels du groupe de symétrie cubique.

Ces rotations permettent d'amener le repère macroscopique en coïncidence avec le repère lié au cristal. Les mesures d'orientation par EBSD donnent l'une des 24 rotations $S_i g$.

Soient $g_1 = S_i g_\gamma$ et $g_2 = S_j g_\alpha$ respectivement les orientations d'un grain d'austénite résiduelle et d'un grain de ferrite voisin, déterminées expérimentalement. La désorientation expérimentale Δg^{exp} entre les deux grains est telle que (Cf. Fig. 5.4) :

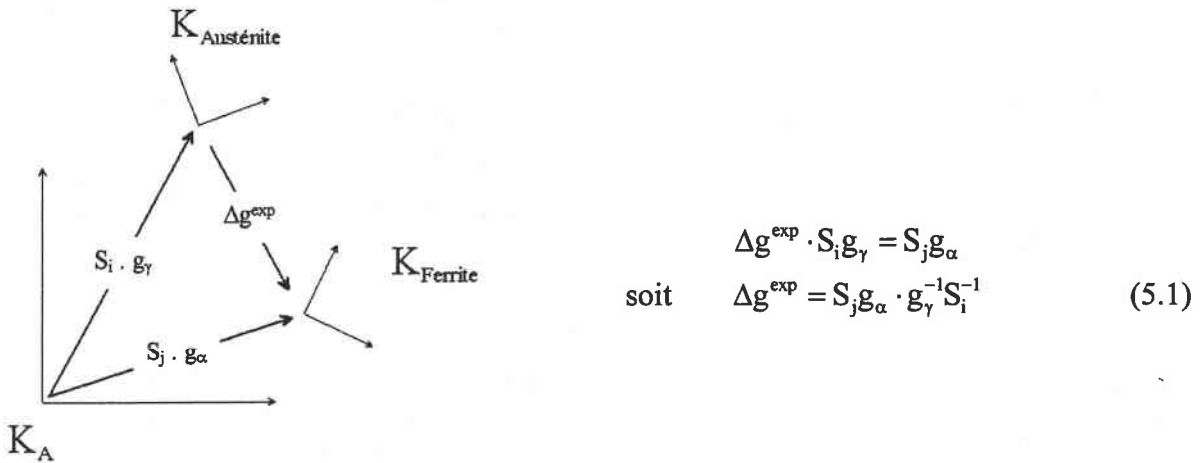


Fig. 5.4 : Représentation schématique des rotations g_1 , g_2 et Δg^{exp} .

Si l'on suppose que :

- (i) les grains de ferrite et d'austénite résiduelle sont issus d'un même grain d'austénite parent,
- (ii) les grains d'austénite résiduelle, dont la taille est généralement faible, ne subissent pas de rotation au cours de la transformation de phase,

la désorientation Δg^{exp} entre les grains d'austénite résiduelle et les grains de ferrite voisins caractérise les relations d'orientation expérimentales entre phases.

Dans cette étude, nous avons cherché à savoir si les désorientations expérimentales sont proches de relations d'orientation connues. Les relations considérées sont les relations de NW et de KS, présentées au premier chapitre. Les relations de NW sont généralement vérifiées au cours de la transformation martensitique d'alliages Fe-30Ni, alors que les relations de KS ont été observées dans certaines nuances d'aciers. Pour ces deux relations, des familles de plans et de directions restent parallèles dans les phases α et γ . Parmi ces relations, nous avons choisi une relation particulière comme référence. Cette relation de référence peut s'exprimer sous la forme d'une rotation au moyen d'un triplet d'angles d'Euler, assurant la correspondance entre les réseaux γ et α . Les rotations considérées dans cette étude pour les relations de NW et KS sont :

$$\Delta g_0^{\text{NW}} = (0^\circ, 45^\circ, 9.73^\circ)$$

$$\Delta g_0^{\text{KS}} = (5.77^\circ, 48.19^\circ, 5.77^\circ)$$

Les relations expérimentales Δg^{exp} ont été comparées aux relations de NW et de KS. Pour cela, nous avons calculé la désorientation $\Delta \epsilon$ entre les relations théoriques Δg_0 et expérimentales Δg^{exp} :

$$\Delta\varepsilon = S_1 \Delta g^{\text{exp}} S_k \cdot (\Delta g_0)^{-1} \quad (5.2)$$

La désorientation $\Delta\varepsilon$ est exprimée sous la forme angle – axe (ω, \vec{d}) . Parmi les 24×24 désorientations $\Delta\varepsilon$, nous choisissons une expression possédant la valeur minimale de ω . Si la désorientation expérimentale Δg^{exp} est proche de la relation d'orientation théorique Δg_0 , alors ω est faible.

Exploitation des données expérimentales

La figure 5.5 représente une partie de la cartographie de la nuance B. Nous avons repéré un grain d'austénite résiduelle (noté A), entouré par 4 grains ferritiques (F₁, F₂, F₃ et F₄). Comme cela a été mentionné précédemment, l'orientation peut varier à l'intérieur des grains. Pour cette raison, les calculs de désorientation ont été effectués à partir des orientations moyennes des grains. La méthode de détermination des orientations moyennes à partir d'un nuage d'orientations a été décrite par Humbert et al. (Humbert et al. 1996).

Dans un premier temps, les grains de la cartographie 5.1 ont été repérés par la détection des joints de grains de désorientation supérieure à 3°. Ensuite, l'orientation moyenne a été calculée sur l'ensemble des points de mesure de chaque grain à l'aide d'un programme élaboré au laboratoire. Les orientations moyennes des grains A et F, exprimées en angles d'Euler par rapport à un repère macroscopique (DL, DT, DN), sont reportées dans le tableau 5.1.

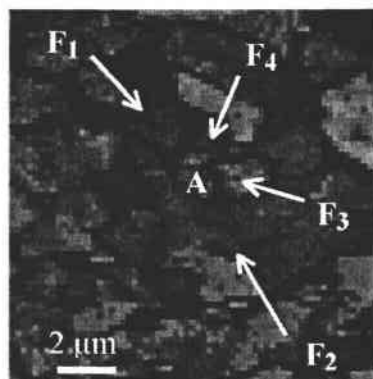


Fig. 5.5 : Partie de la cartographie 5.1 montrant un grain d'austénite résiduelle entouré de quatre grains de ferrite.

Grain	Nombre de points de mesure par grain	Orientation moyenne
A	55	(134.2°, 30.4°, 29.6°)
F ₁	471	(211.8°, 45.0°, 50.0°)
F ₂	869	(225.3°, 42.6°, 47.1°)
F ₃	332	(216.4°, 36.1°, 54.7°)
F ₄	36	(41.1°, 28.8°, 32.4°)

Tab. 5.1 : Orientations des grains de ferrite et d'austénite de la Fig. 5.5

Les désorientations Δg^{exp} entre les grains de ferrite et d'austénite résiduelle ont ensuite été déterminées à l'aide de la relation 5.1 (Cf. Tab. 5.2). Les valeurs de Δg^{exp} ainsi déterminées ont été comparées aux relations d'orientation de NW et de KS en utilisant la relation 5.2. L'écart entre les relations théoriques et expérimentales a été exprimé sous la forme d'une rotation ω autour d'un axe \vec{d} (Cf. Tab. 5.3).

Désorientation Δg^{exp}		
	Angle ω (°)	Axe de rotation (\vec{d})
F ₁	44.63	(0.056, 0.182, 0.982)
F ₂	39.45	(0.055, 0.159, 0.986)
F ₃	43.10	(0.053, 0.164, 0.985)
F ₄	42.71	(0.172, 0.213, 0.962)

Tab. 5.2 : Désorientations entre le grain d'austénite résiduelle et les grains de ferrite voisins.

Ecart aux relations de NW		Ecart aux relations de KS	
Angle ω (°)	Axe de rotation (\vec{d})	Angle ω (°)	Axe de rotation (\vec{d})
F ₁	2.0 (0.73, 0.52, 0.45)	5.5 (0.48, 0.84, 0.25)	
F ₂	3.5 (0.71, 0.57, 0.42)	5.3 (0.11, 0.27, 0.96)	
F ₃	6.9 (0.89, 0.31, 0.34)	6.0 (0.48, 0.87, 0.07)	
F ₄	5.1 (0.68, 0.66, 0.32)	1.5 (0.20, 0.32, 0.93)	

Tab. 5.3 : Ecart entre les désorientations expérimentales et les relations de NW (resp. KS)

Nous constatons que les désorientations expérimentales entre les grains de ferrite et d'austénite résiduelle sont proches à la fois des relations de NW et KS. En effet, certaines variantes engendrées par les relations de KS ne diffèrent que d'environ 5° de celles générées par les relations de NW. Cependant, ces mesures montrent qu'aucune des relations de NW ou KS n'est strictement vérifiée. Les orientations des grains F₁ et F₂ sont plus proches d'une variante de NW, alors que le grain F₄ possède une orientation voisine d'une variante de KS.

Etude des désorientations aux joints de grains ferritiques

L'austénite résiduelle étant présente en faible quantité dans l'échantillon B, l'étude des relations d'orientation entre les grains d'austénite et de ferrite ne peut se faire que sur un nombre limité de grains. D'autre part, il est intéressant de pouvoir étudier les relations

d'orientation sur les nuances ne contenant pas d'austénite résiduelle. Pour ces raisons, nous avons cherché à caractériser les relations d'orientation par la mesure des désorientations entre grains de ferrite voisins.

La désorientation expérimentale $\tilde{\Delta g}^{\text{exp}}$ entre deux grains de ferrite est:

$$\tilde{\Delta g}^{\text{exp}} = S_j g_{\alpha_1} \cdot (g_{\alpha_2})^{-1} S_i^{-1} \quad (5.3)$$

Nous avons cherché à comparer cette désorientation aux désorientations entre variantes de NW et de KS.

Si g_{21} et g_{22} sont deux variantes de ferrite héritées d'un même grain d'austénite d'orientation g_1 par des relations d'orientation caractérisées par la rotation Δg_0 (NW ou KS), alors :

$$g_{21} = S_1 \cdot \Delta g_0 \cdot S_k g_1$$

et
$$g_{22} = S_n \cdot \Delta g_0 \cdot S_m g_1$$

La désorientation entre ces deux variantes est (Cf. Fig. 5.6) :

$$\tilde{\Delta g}_0 = g_{22} \cdot g_{21}^{-1} = S_n \cdot \Delta g_0 \cdot S_m g_1 g_1^{-1} S_k^{-1} \cdot \Delta g_0^{-1} \cdot S_1^{-1}$$

$$\tilde{\Delta g}_0 = S_n \cdot \Delta g_0 \cdot S_p \cdot (\Delta g_0)^{-1} \cdot S_1^{-1}$$

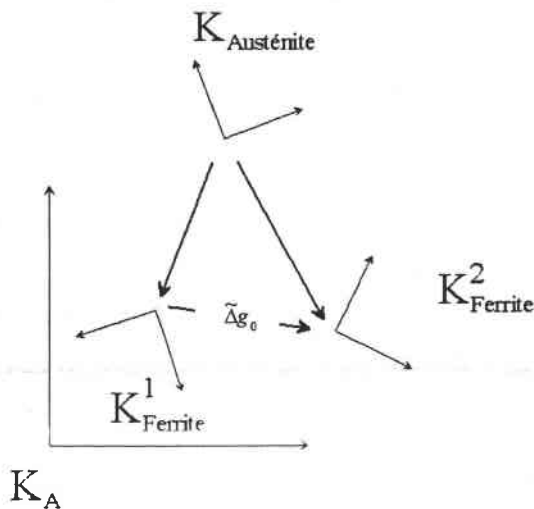


Fig. 5.6 : Représentation schématique de la désorientation entre variantes $\tilde{\Delta g}^{\text{exp}}$.

Au cours de cette étude, les désorientations entre variantes de NW et KS ont été calculées (Cf. Tab. 5.4 et 5.5). Les calculs ont montré que les désorientations distinctes non nulles sont respectivement au nombre de 5 et 16.

De même que pour l'étude précédente, nous avons comparé les désorientations expérimentales $\tilde{\Delta}g^{\text{exp}}$ aux désorientations théoriques $\tilde{\Delta}g_0$ entre variantes de NW et KS en déterminant la désorientation $\tilde{\Delta}\epsilon$ définie ci – dessous :

$$\tilde{\Delta}\epsilon = S_1 \tilde{\Delta}g^{\text{exp}} S_k \cdot (\tilde{\Delta}g_0)^{-1} \quad (5.4)$$

$\tilde{\Delta}\epsilon$ a été exprimé sous la notation angle – axe, en choisissant une expression correspondant à la valeur minimale de ω . Si la désorientation entre grains de ferrite voisins $\tilde{\Delta}g^{\text{exp}}$ est proche d'une désorientation entre variantes de NW ou KS, alors ω est faible.

Dans cette étude, nous avons calculé les désorientations $\tilde{\Delta}\epsilon$ entre grains voisins. Nous avons ensuite comparé cette désorientation aux désorientations théoriques $\tilde{\Delta}g_0$ entre variantes de NW et KS en utilisant la relation 5.4. L'écart entre les désorientations expérimentales et théoriques est ensuite caractérisé par ω . Les résultats sont représentés sous la forme de cartographies, où nous traçons en vert les joints de grain dont la désorientation ω par rapport aux désorientations théoriques est inférieure à une valeur seuil donnée.

En raison des variations de l'orientation à l'intérieur de certains grains, l'étude des désorientations aux joints de grains a été effectuée en considérant les orientations moyennes des grains. Dans une première étape, les grains ont été repérés par détection des joints de désorientation supérieure à 5° . Nous avons ensuite déterminé les orientations moyennes de chacun des grains de la cartographie 5.1.

La figure 5.7a montre en vert les joints de grains dont la désorientation est égale à une désorientation entre variantes de NW à 2° près. Une cartographie similaire est représentée figure 5.7b en considérant cette fois-ci les relations de KS. Quel que soit le type de relation considéré, une faible proportion de joints de grains coïncide avec une désorientation théorique avec une tolérance de 2° . Cette proportion est de 2% et de 5% lorsque l'on prend en compte respectivement les relations de NW et de KS.

En augmentant progressivement l'écart toléré aux relations strictes, la fraction de joints de grains dont la désorientation correspond aux désorientations théoriques entre variantes croît régulièrement. Ainsi, lorsque l'on tolère un écart de 8° , ces fractions sont de 50% et 77% en considérant respectivement les relations de NW et KS. D'une manière générale, les relation d'orientation de KS sont plus fréquemment vérifiées que les relations de NW. Ceci peut s'expliquer par le fait que 24 variantes distinctes sont engendrées par les relations de KS et seulement 12 par les relations de NW.

La figure 5.7c montre en vert les joints de grains dont la désorientation correspond à une désorientation entre variantes de KS à 8° près. Si les relations de KS sont effectivement

vérifiées après transformation de phase, les variantes héritées d'un même grain austénitique parent doivent vérifier les relations de KS. Les joints de grains qui ne correspondant pas aux désorientations entre variantes se situent au niveau des anciens joints de grains austénitiques. Nous constatons que la localisation des joints de grains dont la désorientation s'écarte de plus de 8° des désorientations entre variantes de KS est relativement homogène. En particulier, nous ne pouvons pas distinguer clairement la présence d'anciens grains austénitiques parents. Ceci peut s'interpréter par le fait que la microstructure austénitique de la nuance B obtenue après laminage en – dessous de la température de recristallisation possède une forte densité de défauts cristallins (notamment joints de grains et sous-joints de grains). Il est également possible que localement, les relations de KS ne sont pas vérifiées.

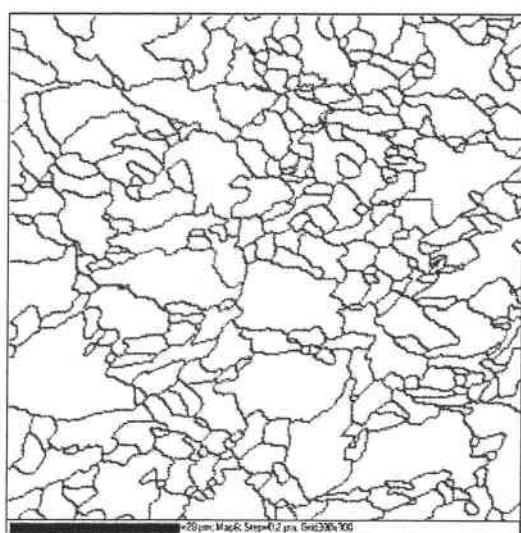


Fig. 5.7a

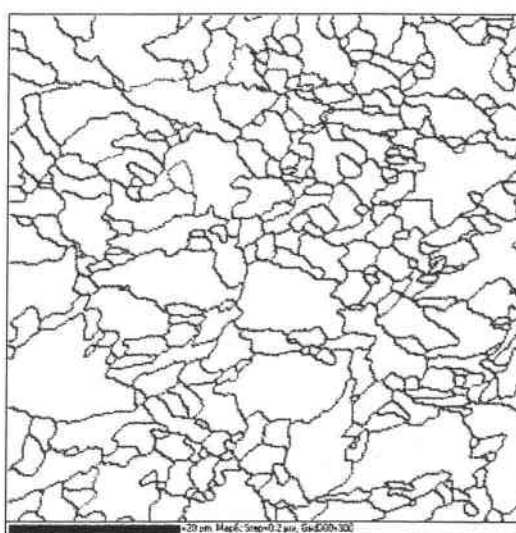


Fig. 5.7b

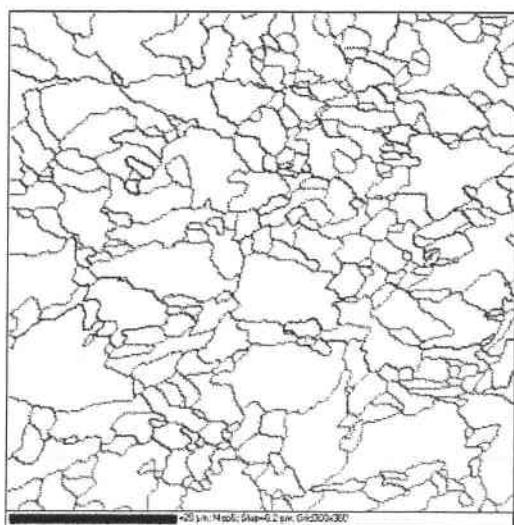


Fig. 5.7c

Fig. 5.7 : Cartographies de la nuance B montrant en vert les joints de grains qui correspondent à une désorientation entre variantes :

- a) de NW à 2° près
- b) de KS à 2° près
- c) de KS à 8° près

Désorientations entre variantes de NW, $\tilde{\Delta}g^{NW}$		
	Angle ω (°)	Axe de rotation (\vec{d})
1	13.752	(0.060, 0.706, 0.706)
2	19.460	(0, 0, 1)
3	53.053	(0.624, 0.470, 0.624)
4	53.696	(0.697, 0.223, 0.681)
5	60.000	(0.707, 0.707, 0)

Tab. 5.4 : Liste des désorientations possibles entre variantes de NW.

Désorientations entre variantes de KS, $\tilde{\Delta}g^{KS}$		
	Angle ω (°)	Axe de rotation (\vec{d})
1	10.531	(0.577, 0.577, 0.577)
2	10.531	(0.707, 0.707, 0)
3	14.883	(0.065, 0.354, 0.933)
4	20.611	(0.296, 0.955, 0)
5	20.611	(0.363, 0.659, 0.659)
6	21.063	(0.410, 0.912, 0)
7	47.109	(0.626, 0.302, 0.719)
8	49.469	(0.707, 0.707, 0)
9	49.469	(0.577, 0.577, 0.577)
10	50.507	(0.615, 0.767, 0.186)
11	50.507	(0.490, 0.463, 0.739)
12	51.725	(0.363, 0.659, 0.659)
13	57.211	(0.628, 0.246, 0.738)
14	57.211	(0.603, 0.714, 0.357)
15	60.000	(0.707, 0.707, 0)
16	60.000	(0.577, 0.577, 0.577)

Tab. 5.5 : Liste des désorientations possibles entre variantes de KS

2) Echantillon A

Nous avons choisi d'étudier les mécanismes de transformation de phase de la nuance A dont les conditions d'élaboration diffèrent fortement de celles de la nuance B :

- i) La nuance B a subi une transformation de phase bainitique, si bien qu'une fraction volumique de l'austénite parente s'est transformée par des mécanismes de cisaillement (chapitre 3). En revanche, la nuance A a subi une transformation de phase perlitique et la croissance des grains de ferrite proeutectoïde s'effectue donc principalement par mécanismes diffusionnels.

- ii) Le traitement thermomécanique de la nuance A ayant été mené entièrement au dessus de sa température de recristallisation, la brame austénitique avant transformation de phase doit posséder une densité de défauts cristallins significativement inférieure à celle de la nuance B. Par conséquent, la densité de sites de germination ferritiques de la nuance A est en principe beaucoup plus faible. L'examen métallurgique en microscopie optique a en effet montré que la taille de grains de la nuance A est nettement supérieure à celle de la nuance B

Une cartographie d'orientations de la nuance A est représentée figure 5.8a. Cette figure montre la présence de larges grains équiaxiaux, dont le diamètre peut atteindre 50 μm environ. L'étude des orientations à l'intérieur des grains montre que ceux-ci présentent généralement des orientations relativement homogènes. Nous avons représenté sur la figure 5.8b le profil de désorientation le long de deux grains représentatifs de la majorité des grains de la cartographie. Généralement, la désorientation relative au premier point, exprimée par ω , est d'environ 1° d'une extrémité à l'autre du grain et correspond à une désorientation de l'ordre de grandeur de l'incertitude sur la mesure. Les orientations des grains ont été obtenues en moyennant l'ensemble des points de mesure à l'intérieur de chaque grain.

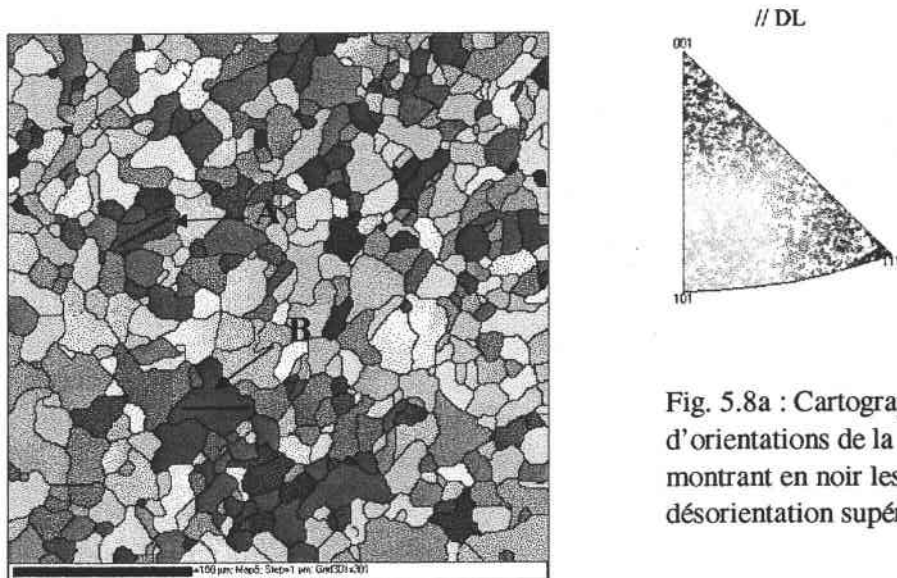


Fig. 5.8a : Cartographie d'orientations de la nuance A, montrant en noir les joints de désorientation supérieure à 5°

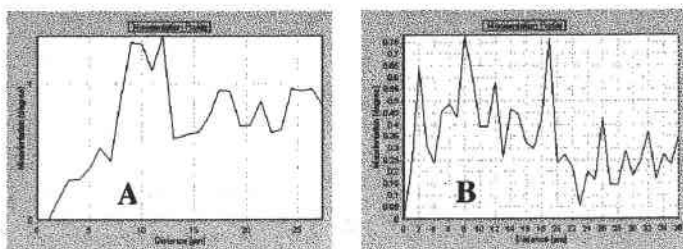


Fig. 5.8b : Profils de désorientation des grains A et B

La nuance A ne possédant pas d'austénite résiduelle, l'étude des relations d'orientation a été menée en considérant les désorientations aux joints de grains ferritiques. De même que dans l'étude menée sur la nuance B, nous avons comparé les désorientations $\tilde{\Delta}g^{\text{exp}}$ avec les désorientations $\tilde{\Delta}g_0$ entre variantes de NW et KS en utilisant l'équation 5.4.

Les figures 5.9a et 5.9b montrent en vert les fractions minoritaires des joints de grains dont la désorientation est égale à une désorientation entre variantes de NW et KS à 2° près. Ces fractions sont respectivement de 2 et 9%. Ces proportions augmentent progressivement lorsque l'écart aux relations strictes augmente. Ainsi, pour un écart toléré de 8°, les proportions sont de 37 % et 64 % respectivement. Ces valeurs sont légèrement inférieures à celles constatées précédemment pour la nuance B. Cette différence peut s'expliquer par le fait que la transformation de phase perlitique, essentiellement diffusionnelle, respecte de manière plus lâche les relations d'orientation de KS. Ceci peut également provenir du fait que la germination de la ferrite de la nuance A se trouve moins favorisée que dans le cas de la nuance B en raison de la plus faible densité de défauts présents dans la phase austénitique avant transformation de phase. Dans ce cas, un nombre plus faible de variantes de ferrite sont héritées d'un même grain austénitique parent, ce qui s'accompagne d'une diminution de la proportion de grains en relation d'orientation.

Nous avons représenté sur la figure 5.9c les joints de grains dont la désorientation correspond aux désorientations entre variantes de KS à 8° près. De manière analogue à ce qui a été observé pour la nuance B, nous ne pouvons pas révéler la microstructure de l'ancienne phase austénitique parente. Une explication possible est que localement, les relations de KS ne sont pas vérifiées.

Une étude similaire à celle effectuée sur la nuance A a été réalisée sur les nuances C et P et a conduit à des observations analogues : nous avons constaté pour chacune de ces nuances qu'une faible fraction des joints de grain coïncide avec des désorientations entre variantes de KS ou NW lorsqu'un écart angulaire de 2° est toléré. En augmentant la tolérance sur l'écart aux relations d'orientation, cette proportion de joints de grain augmente. Lorsque la tolérance est de 8° et en considérant les relations de KS, cette proportion est d'environ 70% pour chacune des nuances.

Les relations d'orientation au cours des transformations de phase bainitique ou perlitique sont relativement peu étudiées. Toutefois, une étude de la germination des grains de ferrite proeutectoïde aux premiers stades de la transformation de phase a été menée par Inagaki (Inagaki 1987, Inagaki 1988). Dans ces études, la germination de la phase ferritique dans un acier bas carbone est initiée par maintien isotherme. Les échantillons sont ensuite trempés, de manière à pouvoir distinguer nettement les germes de ferrite des larges lattes de martensite. L'auteur a constaté, par une étude d'orientations individuelles au MET, que les germes de ferrite créés aux premiers stades de la transformation de phase possèdent généralement une orientation proche des platelets de martensite. Inagaki observe que dans 70% des cas environ, la désorientation entre le germe de ferrite et les variantes de martensite voisines est inférieure à 4°. L'auteur conclut que la majorité des germes de ferrite sont en relation d'orientation avec le grain d'austénite parent, bien que la nature de ces relations n'ait pas été déterminée. Toutefois, dans certains cas, l'auteur a observé des germes dont l'orientation diffère fortement

de l'orientation des platelets de martensite. A partir de ces observations Inagaki émet l'hypothèse que la majorité des germes de ferrite sont formés par des mouvements coopératif d'atomes, analogues ceux rencontrés pour la transformation Bain.

Les résultats obtenus dans notre étude sont compatibles avec les observations d'Inagaki. Nous avons en effet constaté pour les nuance A et B que les désorientations entre grains de ferrite voisins sont en moyenne proches des désorientations entre variantes de KS. En se référant aux résultats d'Inagaki, il est possible que la germination des variantes par transformation de phase perlitique ou bainitique s'effectue par un mécanisme de mouvement coopératif d'atomes.

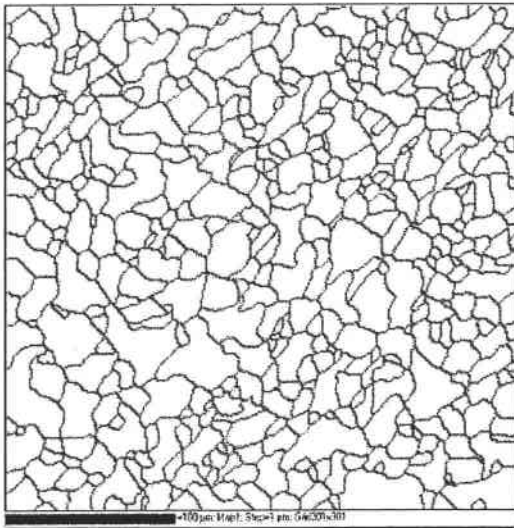


Fig. 5.9a

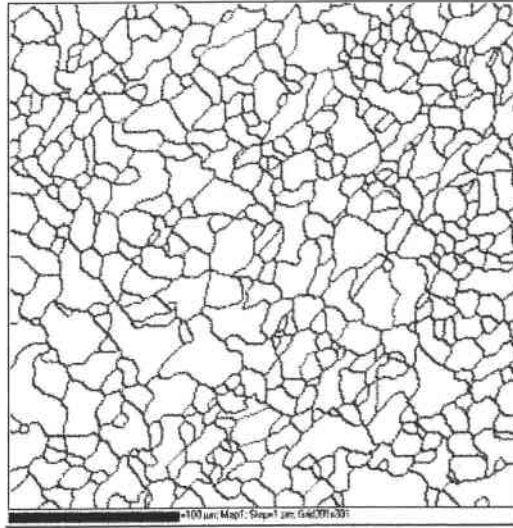


Fig. 5.9b

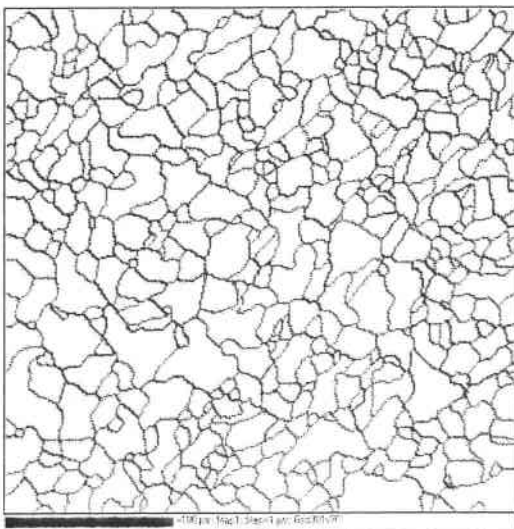


Fig. 5.9c

Fig. 5.9 : Cartographies de la nuance A montrant en vert les joints de grains qui correspondent à une désorientation entre variantes :

- a) de NW à 2° près
- b) de KS à 2° près
- c) de KS à 8° près

5.3. Simulation de la texture ferritique sans sélection de variantes

Dans ce paragraphe, nous allons étudier les mécanismes de changement de texture par transformation de phase en simulant les textures héritées. Au chapitre précédent nous avons évalué la texture austénitique par plusieurs méthodes. Pour l'échantillon B, nous possédons deux évaluations de cette texture : l'une a été obtenue par la mesure de la texture de l'austénite résiduelle, la seconde par l'utilisation d'une méthode de calcul à partir de la texture ferritique, respectant la positivité de la fonction de la texture de la phase γ . Dans ce paragraphe, nous allons simuler les textures ferritiques à partir de ces textures austénitiques à l'aide d'un modèle de transformation de phase sans sélection de variantes.

5.3.1. Changement de texture par transformation de phase

Dans de nombreux cas, des relations d'orientation sont vérifiées entre les cristaux parents et les cristaux hérités par transformation de phase. Dans ce cas, les textures héritée et parente sont reliées par les relations d'orientation.

Soit $f_1(g_1)$ la fonction de texture de la phase austénitique parente. Par transformation de phase sans sélection de variantes, cette texture engendre la texture héritée, notée $f_2(g_2)$, de sorte que :

$$f_1(g_1) = f_2(g_2) \quad (5.5)$$

Les orientations g_1 et g_2 sont reliées par la relation d'orientation suivante :

$$g_2 = \Delta g_0 \cdot g_1 \quad (5.6)$$

où Δg_0 caractérise la relation d'orientation entre les réseaux des cristaux parents et hérités.

La rotation Δg_0 n'appartenant pas au groupe de symétrie du réseau cubique, la fonction $f_2(g_2)$ n'est pas symétrique. La symétrie cristalline de la fonction d'arrivée peut être rétablie en effectuant la moyenne des valeurs $f_2(S_i \cdot g_2)$ pour tous les éléments S_i du groupe rotationnel de symétrie cubique. La fonction $f_2(g_2)$ symétrisée s'exprime alors :

$$f_2^S(g_2) = \frac{1}{N} \sum_i f_2(S_i \cdot g_2) \quad (5.7)$$

où N est le nombre d'éléments du groupe de symétrie rotationnel.

En utilisant la relation 5.6 on obtient l'expression suivante :

$$f_2^S(g_2) = \frac{1}{N} \sum_i f_1(\Delta g_0^{-1} \cdot S_i \cdot g_2) \quad (5.8)$$

Comme l'ont montré Bunge et al., cette relation peut s'écrire sous la forme d'une intégrale de convolution (Bunge et al. 1983) :

$$f_2(g) = \int W(\Delta g) \cdot f_1(\Delta g^{-1}g) \cdot d\Delta g \quad (5.9)$$

Où $W(\Delta g)$ est la fonction de transformation d'orientation prenant en compte les relations d'orientation entre les réseaux au cours de la transformation de phase. Lorsque ces relations sont strictes, $W(\Delta g)$ est une somme de fonctions de Dirac.

Chacune des fonctions de l'équation 5.9 peut être développée sur la base des harmoniques sphériques généralisés, ce qui permet d'exprimer les coefficients $C_1^{\mu\nu}(2)$ de la FDO héritée $f_2(g)$ en fonction des coefficients $C_1^{\mu'\nu'}(1)$ de la FDO parente $f_1(g)$ (Bunge et al. 1983) :

$$C_1^{\mu\nu}(2) = \frac{1}{2l+1} \sum_{\mu'=1}^{M(l)} W_{l'}^{\mu\mu'}(\Delta g_0) C_1^{\mu'\nu'}(1) \quad (5.10)$$

Les coefficients $W_{l'}^{\mu\mu'}(\Delta g_0)$ dépendent de la désorientation Δg_0 entre les réseaux parents et hérités et peuvent s'exprimer au moyen des harmoniques sphériques généralisés :

$$W_{l'}^{\mu\mu'}(\Delta g_0) = K_l(\Phi_0) \ddot{T}_l^{\mu\mu'}(\Delta g_0) \quad (5.11)$$

Dans le cas d'une dispersion gaussienne de la relation d'orientation $K_l(\Phi_0)$ est de la forme suivante :

$$K_l(\Phi_0) = \frac{\exp(-l^2\Phi_0^2/4) - \exp[-(l+1)^2\Phi_0^2/4]}{1 - \exp(-\Phi_0^2/4)} \quad (5.12)$$

Où Φ_0 est la largeur à mi-hauteur de la dispersion symétrique gaussienne autour de la désorientation Δg_0 .

Le système d'équations du type 5.10 peut s'écrire sous forme matricielle :

$$C(2) = W \cdot C(1) \quad (5.13)$$

Où W est une matrice dont la dimension est définie par les entiers $M(l)$.

5.3.2. Résultats

L'étude locale des désorientations menée sur l'échantillon B a permis de montrer que les relations d'orientation expérimentales, déterminées en considérant les désorientations entre les grains d'austénite résiduelle et les grains de ferrite voisins, sont en moyenne proches des relations d'orientation de NW ou KS. Cependant, aucune de ces relations n'est strictement vérifiée. Les relations expérimentales ne pouvant pas être déterminées, nous avons choisi d'effectuer les simulations avec chacune des relations de NW et de KS. Les textures de ce paragraphe sont représentées à φ_1 constant. Dans cette représentation, les différences entre les textures expérimentales et simulées sont mieux mises en évidence.

Les figures 5.10 et 5.11 montrent les textures ferritiques simulées respectivement à partir de la texture de l'austénite résiduelle à cœur et en surface en utilisant les relations de KS (Fig. 5.10a et 5.10b) et NW (Fig. 5.11a et 5.11b). Nous constatons que les textures simulées avec les relations de NW ou les relations de KS présentent les mêmes tendances. Ceci est en accord avec le fait que les deux relations d'orientation sont très proches. Les textures simulées avec les relations de KS sont toutefois moins prononcées en raison du plus grand nombre de variantes engendrées (24 au lieu de 12 pour les relations de NW). D'autre part, nous observons un bon accord entre les textures simulées et expérimentales sur la position des principaux pics, que ce soit à cœur ou en surface (Cf. Fig. 5.10, 5.11 et 5.12). Toutefois, des différences d'intensité relatives entre les pics simulés et expérimentaux sont observées. Ces différences peuvent être dues aux erreurs expérimentales sur la détermination de la texture de l'austénite résiduelle ou à des différences entre la texture de l'austénite résiduelle et la texture parente haute température. A cœur, nous pouvons observer la présence de pics simulés qui sont faibles dans la texture expérimentale (orientation $(60^\circ, 30^\circ, 25^\circ)$ par exemple). Ces différences peuvent être reliées à un phénomène de sélection de variantes ou à des écarts entre la texture réelle de la phase γ à haute température et la texture de l'austénite résiduelle.

Nous avons représenté sur la figure 5.13 les textures ferritiques simulées à partir de la texture austénitique reconstruite à l'aide de la méthode de positivité présentée au chapitre 4. Les simulations textures à cœur et en surface ont été effectuées en utilisant les relations de NW et KS. De manière analogue à ce qui a été observé précédemment, les textures simulées avec les relations de KS, bien que moins prononcées, présentent les mêmes tendances que celles simulées avec les relations de NW. Pour cette raison, nous avons représenté uniquement les textures simulées à partir des relations de NW.

A cœur, les positions des pics de texture simulées avec les relations de NW sont en bon accord la texture expérimentale. Nous constatons en particulier que les positions des pics de forte intensité (sections $\varphi_2 = 45^\circ$ et 60°) sont bien reproduites (Fig. 5.12a et 5.13a). Des différences sont cependant constatées entre les textures simulées et expérimentales : de manière analogue à ce qui a été observé précédemment, l'orientation $(60^\circ, 30^\circ, 25^\circ)$ de la texture simulée est fortement atténuée dans la texture expérimentale, ce qui peut s'expliquer par l'existence d'une sélection de variantes.

En surface, la texture ferritique simulée est également en bon accord avec la texture expérimentale.

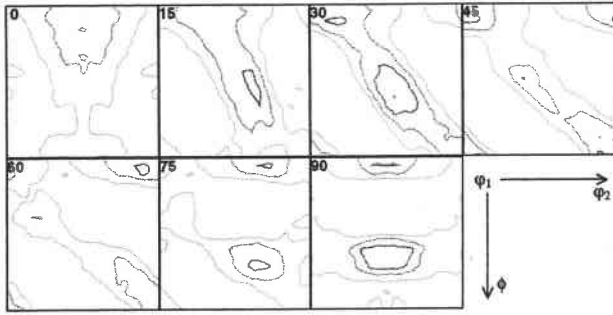


Fig. 5.10a : Texture à cœur, simulée à partir de la texture de l'austénite résiduelle (KS)
Maximum = 4.0

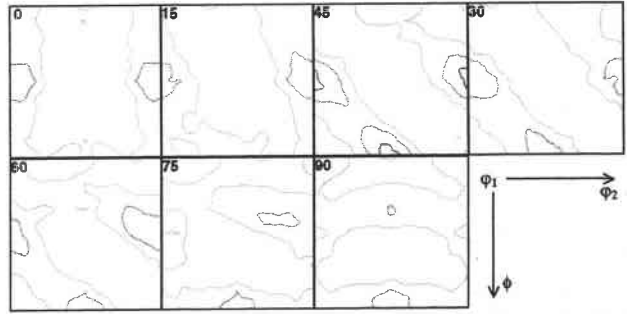


Fig. 5.10b : Texture en surface, simulée à partir de la texture de l'austénite résiduelle (KS)
Maximum = 3.2

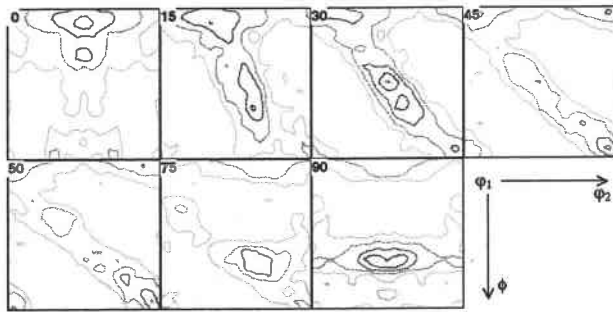


Fig. 5.11a : Texture à cœur, simulée à partir de la texture de l'austénite résiduelle (NW)
Maximum = 5.2

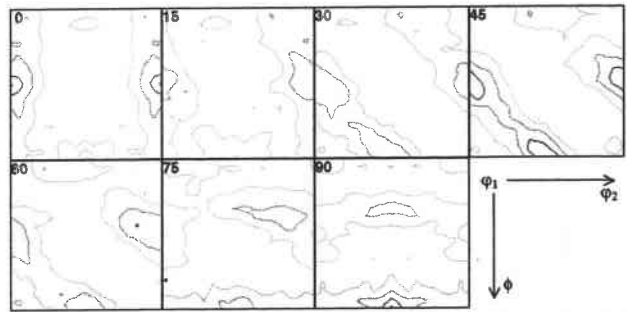


Fig. 5.11b : Texture en surface, simulée à partir de la texture de l'austénite résiduelle (NW)
Maximum = 4.3

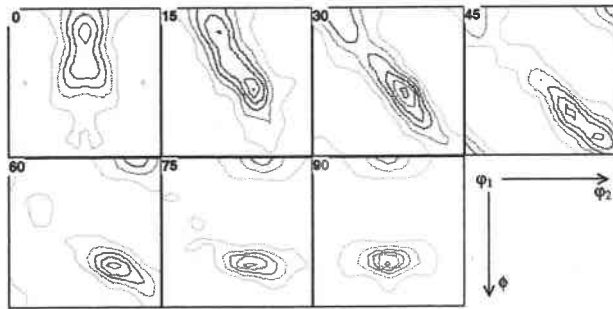


Fig. 5.12a : Texture expérimentale à cœur
Maximum = 6.9

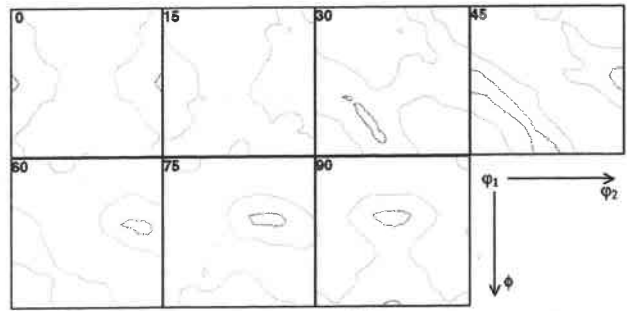


Fig. 5.12b : Texture expérimentale en surface
Maximum = 2.4

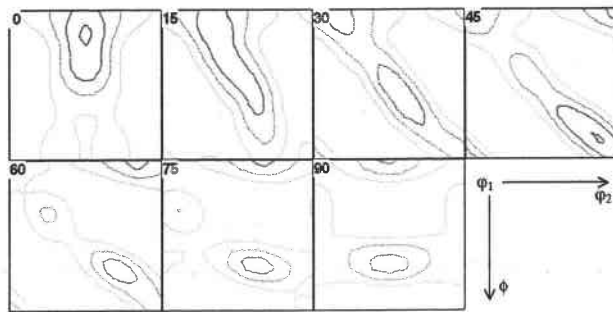


Fig. 5.13a : Texture à cœur, simulée à partir de la texture recalculée (NW)
Maximum = 4.2

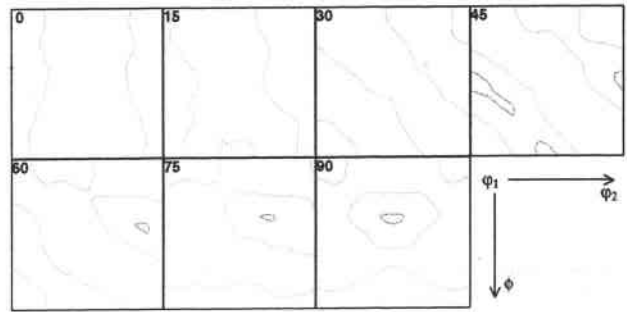


Fig. 5.13b : Texture en surface, simulée à partir de la texture recalculée (NW)
Maximum = 2.2

Niveaux identiques pour toutes les figures : 1, 2, 3, 4, 5, 6

5.3.3. Mise en évidence d'un mécanisme de sélection de variantes

Bien que les textures simulées présentent les principales tendances des textures expérimentales, des différences sont constatées. A cœur notamment, chacune des textures simulées présente des composantes d'intensité moyennes qui sont fortement atténuées dans la texture expérimentale. Ces composantes se répartissent le long d'une fibre s'étendant de l'orientation (60°, 30°, 25°) à l'orientation (90°, 30°, 0°) (Fig. 5.10a, 5.11a, 5.12a et 5.13a). Compte tenu de ces observations, il apparaît qu'un mécanisme de sélection de variantes opère pendant la transformation de phase, et conduit à la suppression d'un ensemble d'orientations de la texture expérimentale. Dans le paragraphe suivant nous allons chercher à expliquer l'origine de cette sélection de variantes.

5.4. Modélisation de la sélection de variantes

5.4.1. Changement de texture par transformation de phase avec sélection de variantes

Dans le cas d'une transformation de phase avec sélection de variantes, un volume cristallin parent d'orientation g donnée, ne se partage pas avec la même probabilité entre les différentes variantes potentielles.

Dans cette situation, la texture héritée peut être simulée à partir de la texture parente en introduisant dans la relation 5.7 une fonction de sélection de variantes, notée v , permettant d'attribuer à chaque variante d'arrivée un poids relatif, correspondant à la fraction volumique du cristal parent dont elle est issue. L'équation reliant la texture héritée à la texture parente par transformation de phase avec sélection de variantes s'écrit alors (Humbert et al 1987) :

$$f_2(g) = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N v(\Delta g_0^{-1} \cdot S_k \cdot g) \cdot f_1(\Delta g_0^{-1} \cdot S_k \cdot g) \quad (5.14)$$

De manière analogue à ce qui a été montré dans le cas d'une transformation de phase sans sélection de variantes, il est possible d'exprimer la relation 5.14 sous la forme d'une intégrale de convolution :

$$f_2(g) = \int W(\Delta g) \cdot v(\Delta g^{-1}g) \cdot f_1(\Delta g^{-1}g) \cdot d\Delta g \quad (5.15)$$

5.4.2. Description du modèle de sélection de variantes

Dans le cadre de cette étude, plusieurs modèles de sélection de variantes élaborés au laboratoire ont été testés. Nous avons dans un premier temps testé un modèle de sélection de variantes basé sur la présence de contraintes résiduelles au sein de la brame austénitique en

sortie du train de laminoirs. Un modèle de sélection de variantes lié aux systèmes de glissement activés à haute température dans la brame austénitique a été également mis en œuvre. Cependant, aucun de ces modèles ne permet d'expliquer la sélection des variantes constatée expérimentalement.

Pour interpréter la sélection de variantes, un nouveau modèle prenant en compte le travail élastique nécessaire à la germination des variantes de ferrite a été élaboré. Le milieu austénitique texturé possède des propriétés élastiques anisotropes. Le travail élastique imposé à la matrice austénitique au cours de la germination des variantes dépend donc de l'orientation du grain austénitique parent et de l'orientation des variantes de ferrites héritées. Nous avons supposé que parmi les variantes potentielles héritées d'un grain parent, seules sont réellement formées celles dont la germination impose un travail élastique minimal à la matrice austénitique.

Les hypothèses utilisées dans le modèle concernant la germination et l'évaluation du travail élastique associé à la formation des variantes sont présentées ci-dessous (Humbert et al. 2002).

Germination

La théorie phénoménologique de la transformation martensitique se base sur l'existence d'un plan d'accolement, c'est à dire un plan non distordu et non tourné entre la martensite et le grain d'austénite. D'autre part, dans cette théorie, le changement réseau est décrit par la distorsion de Bain, assurant le changement de réseau par des déplacements d'atomes sur des courtes distances. La distorsion de Bain ne possède pas de plan invariant. Dans le cadre de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique, une transformation à réseau invariant (glissement ou maclage) et une rotation rigide sont combinés à la distorsion de Bain (Wayman 1964). Le choix adéquat de la transformation à réseau invariant et de la rotation permet d'obtenir un germe de ferrite possédant un plan d'accolement avec la matrice.

Nous avons constaté au paragraphe précédent que les désorientations entre réseaux parents et hérités sont en moyenne proches des relations de NW. Bien que celles-ci ne soient pas vérifiées strictement, nous avons supposé que la formation d'un germe de ferrite implique un changement de réseau par distorsion de Bain. En étudiant les morphologies et les orientations de germes ferritiques, Inagaki conclut également que la germination de la ferrite proeutectoïde s'effectue par un mécanisme analogue à la distorsion de Bain (Inagaki 1987, Inagaki 1988).

Selon le modèle de Bain, le changement de réseau parent de symétrie c.f.c. en un réseau hérité de symétrie c.c. opérant pendant la transformation de phase martensitique se décrit par la distorsion de la maille austénitique. Ce changement de réseau se traduit par une contraction de

rapport $\eta_3 = \frac{a_{cc}}{a_{efc}}$ de la maille q.c. de l'austénite, selon l'axe z, et par une dilatation de rapport

$\eta_1 = \frac{a_{cc}\sqrt{2}}{a_{efc}}$ dans les directions x' et z' (Cf. Fig. 5.14).

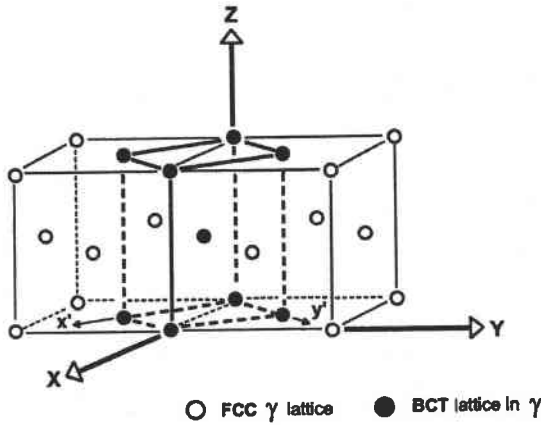


Fig. 5.14 : Correspondance des mailles c.f.c. de l'austénite et q.c. de la martensite

Le tenseur de déformation correspondant, exprimé dans le référentiel de l'austénite s'écrit :

$$\epsilon^B = \begin{bmatrix} \eta_1 - 1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 - 1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 - 1 \end{bmatrix} \quad (5.16)$$

Avec $a_{fcc} = 3.591 \text{ \AA}$ et $a_{cc} = 2.875 \text{ \AA}$, la contraction est d'environ 20% et la dilatation d'environ 13%.

Calcul du travail élastique associé à la germination des variantes

La germination des variantes nécessite une certaine énergie par unité de volume, dont une partie est l'énergie élastique requise pour déformer la matrice parente. Dans notre modèle, le germe est considéré comme une inhomogénéité dans le cristal austénitique qui est assimilé à un milieu homogène. Dans ces conditions, le travail élastique nécessaire à la formation d'un germe de ferrite aux premiers stades de la transformation de phase s'exprime en première approximation sous la forme suivante :

$$W^* = \frac{1}{2} \epsilon^B \cdot C^* \cdot \epsilon^B \quad (5.17)$$

Où C^* est le tenseur des constantes élastiques effectif du milieu austénitique parent.

Le travail élastique requis pour la germination d'une variante d'orientation $\Delta g_{NW} \cdot S_p \cdot g$ s'écrit dans le repère macroscopique :

$$W^*(S_p \cdot g) = \frac{1}{2} \epsilon_{ij}^B(S_p \cdot g) \cdot C_{ijkl}^* \cdot \epsilon_{kl}^B(S_p \cdot g) \quad (5.18)$$

Avec
$$\varepsilon_{ij}^B(S_p \cdot g) = a_{ik}(S_p \cdot g) \cdot a_{jl}(S_p \cdot g) \cdot \varepsilon_{kl}^B$$

Où S_p est l'un des 24 éléments du groupe ponctuel de symétrie cubique et $a_{ik}(S_p \cdot g)$ sont les cosinus directeurs d'un des 24 référentiels décrivant l'orientation du grain parent.

Il existe plusieurs modèles permettant d'évaluer le tenseur élastique effectif C_{ijkl}^* d'un polycristal, comme les modèles de Reuss, Voigt et Hill décrits dans Humbert et al. 1981. Le modèle de Hill, qui est généralement en meilleur accord avec l'expérience que les cas limites des modèles de Reuss et Voigt, a été utilisé dans cette étude.

Le calcul du tenseur des constantes élastiques du polycristal requière les constantes élastiques du monocristal d'austénite, qui sont difficiles à déterminer expérimentalement. Pour cette raison, les seules données dont nous disposons sont issues de calculs 'ab initio' menés sur le fer γ (Svenson et al 1967, Johnson 1965, Guo et Wang 2000). Bien que ces données varient d'un auteur à l'autre, les constantes élastiques présentent la même hiérarchie. Ainsi, quelles que soient les constantes élastiques choisie parmi les références citées, les résultats concernant la sélection de variante sont similaires. Les constantes élastiques utilisées sont celles de la référence Svenson et al. 1967 : $C_{11} = 1.54$, $C_{12} = 1.22$ et $C_{44} = 0.77$ ($\times 10^5$ MPa).

5.4.3. Simulation des textures héritées avec sélection de variantes

Les simulations ont été effectuées sur la base des hypothèses énoncées ci – dessus, à l'aide de programmes écrits en fortran. Les simulations sont menées à partir d'une discrétisation de la fonction de texture parente. Pour chaque orientation g de la texture parente discrétisée, les 24 valeurs $W^*(S_p \cdot g)$ sont calculées à l'aide de l'équation 5.18. Dans cette étude l'espace d'Euler a été discrétisé en 15552 éléments de volumes égaux, ce qui permet d'obtenir, après reconstruction, une texture très proche de la texture de départ. Nous avons ensuite déterminé pour chaque orientation g donnée, certaines grandeurs statistiques de la distribution des travaux élastiques. Ainsi, les valeurs minimales et maximales (W_{min} et W_{max}), la moyenne (\bar{W}) et l'écart type σ de la distribution des valeurs de $W^*(S_p \cdot g)$ ont été calculés.

Dans une deuxième étape, une valeur seuil W_s , comprise entre W_{min} et W_{max} , doit être choisie pour chaque orientation de la texture parente discrétisée. Dans notre modèle, seules les variantes dont le travail élastique associé à leur germination est inférieur à la valeur seuil sont sélectionnées. Ainsi, la valeur de W_s caractérise l'intensité de la sélection de variantes. W_s peut être choisi à partir des grandeurs statistiques de la distribution des valeurs de $W^*(S_p \cdot g)$. Il est par exemple possible de choisir W_s comme la moyenne \bar{W} de la distribution plus une fraction de l'écart type σ . Le poids attribué à une variante d'orientation $\Delta g_{NW} \cdot S_p \cdot g$ est égal à $f_1(g)/N_v$ où $f_1(g)$ est la valeur de la FDO parente pour l'orientation g et N_v est le nombre de variantes sélectionnées selon le critère de seuil.

Plusieurs simulations ont été effectuées en considérant différentes valeurs de seuil W_s . Lorsque W_s est égal à W_{\max} , la texture simulée est évidemment identique à la texture simulée sans sélection de variantes (figure 5.15a). A mesure que la valeur seuil est abaissée, la prise en compte des règles de sélection de variantes conduit à une atténuation de certaines composantes de la texture simulée.

Lorsque la valeur seuil W_s est égale à \bar{W} , des différences notables sont constatées entre les textures simulées sans et avec sélection de variantes (comparer les figures 5.15a et 5.15b). En effet, l'introduction des règles de sélection de variantes conduit à la disparition de certains pics de moyenne intensité. Ainsi, la fibre partielle de moyenne intensité s'étendant de $\varphi_1 = 60^\circ$ à 90° , simulée par la transformation de phase sans sélection de variantes est absente de la texture simulée avec sélection de variantes. De même, les pics $(60^\circ, 0^\circ, 90^\circ)$ et $(30^\circ, 0^\circ, 90^\circ)$ sont effacés lorsque la sélection de variantes est prise en compte. D'autre part, les intensités relatives des pics intenses sont modifiées. Par exemple, dans la section à $\varphi_1 = 90^\circ$, le pic d'orientation $(90^\circ, 65^\circ, 45^\circ)$ est nettement plus prononcé que le pic $(90^\circ, 0^\circ, 45^\circ)$ (Cf. Fig. 5.15b). Toutes ces évolutions sont en accord avec la texture expérimentale (Cf. Figs. 5.15b et 5.15c).

Des différences entre les textures expérimentale et simulée avec sélection de variantes sont cependant constatées. La disparition de certains pics de moyenne intensité s'accompagne d'une augmentation de l'acuité de la texture. Ainsi l'indice de texture augmente de 2.0 à 2.9 lorsque la sélection de variante est prise en compte. L'indice de la texture ferritique simulée devient alors supérieur à celui de la texture expérimentale ($J = 2.4$). Ceci peut s'expliquer par le fait que nous avons utilisé les relations d'orientation strictes, alors que nous avons montré précédemment que ces relations présentent une dispersion. D'autres différences entre la texture simulée et la texture expérimentale, concernant notamment la forme des pics (section $\varphi_1 = 0^\circ$ par exemple), peuvent être liées à certaines hypothèses simplificatrices introduites dans le modèle de sélection de variantes. Ainsi, nous avons assimilé le milieu austénitique parent à un milieu homogène, ce qui n'est pas le cas dans la réalité. En effet, localement le tenseur élastique peut être éloigné du tenseur effectif moyen de Hill. Dans cette situation, les variantes sélectionnées par le critère de travail élastique minimum sont différentes. D'autre part, le modèle ne tient pas compte des conditions locales de la transformation de phase liées à la forme des grains. Enfin, ce modèle ne prend en compte que l'état de l'austénite avant transformation de phase. En dépit de ces hypothèses simplificatrices, la texture simulée avec le modèle de sélection de variantes présente les principales caractéristiques de la texture expérimentale.

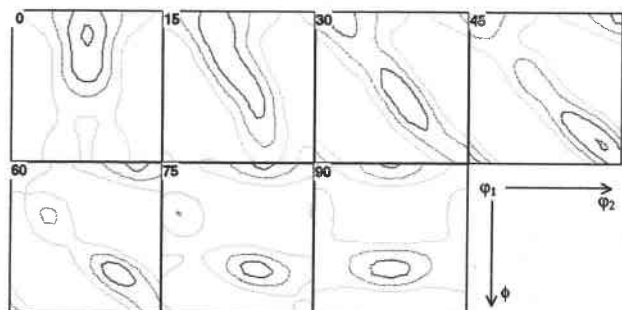


Fig. 15a : Texture simulée sans sélection de variantes.

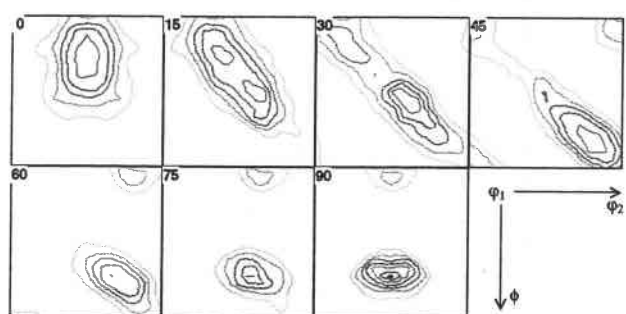


Fig. 15b : Texture simulée avec sélection de variantes, W_s égal à W_{max}

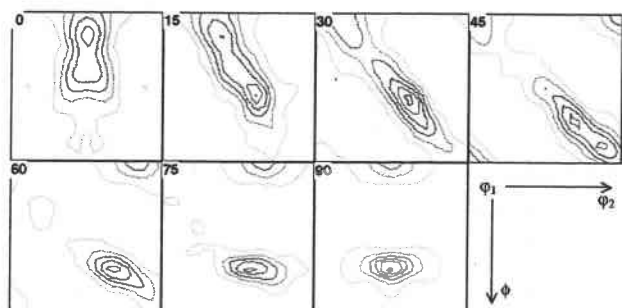


Fig. 15c : Texture expérimentale

5.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié les mécanismes de transformation de phase γ - α opérant au cours du procédé d'élaboration CSP.

L'étude des désorientations entre grains voisins au moyen des cartographies d'orientation déterminées par EBSD a montré qu'aucune des relations de NW ou KS n'est strictement vérifiée. En revanche, il semble que chacune de ces relations, soit vérifiée en moyenne, avec une certaine dispersion. Ceci est en accord avec les observations d'Inagaki sur la germination de la ferrite proeutectoïde. Selon cet auteur, la majorité des germes de ferrite est produite par un mécanisme analogue à celui rencontré au cours de la transformation de phase martensitique.

Dans un deuxième temps, les textures ferritiques ont été simulées à partir des différentes évaluations de la texture austénitique dont nous disposons. A cœur ou en surface, les textures ferritiques simulées sans sélection de variantes présentent les principales tendances des textures expérimentales. Des différences ont néanmoins été constatées. A cœur, un ensemble d'orientations, présent dans la texture simulée sans sélection de variantes, sont fortement atténuées dans la texture expérimentale. Ceci a été attribué à la présence d'une sélection de variantes au cours de la transformation de phase.

Un modèle de sélection de variantes a été proposé. Selon ce modèle, seuls les germes imposant à la matrice un travail élastique inférieur à une valeur critique sont créés. En introduisant cette règle de sélection dans la modélisation de la transformation de phase, la texture simulée est en bon accord avec la texture ferritique expérimentale. En particulier, les pics de texture fortement surestimés par la transformation de phase sans sélection de variantes sont éliminés, en accord avec la texture expérimentale. D'après ces observations, l'élasticité de la matrice parente joue un rôle important dans les mécanismes de transformation de phase.

Bibliographie

- Bunge et Esling (1982) : H.J. Bunge and C. Esling, *Quantitative Texture Analysis*, Gesellschaft für Metallkunde, 1982, pp. 388.
- Bunge et al. (1983) : H.J. Bunge, M. Humbert and P.I. Welch, *Scripta Metallurgica*, 17 (1983) 1403
- Guo et Wang (2000) : G.Y. Guo et H.H. Wang, *Chinese Journal of Physics*, 38 (2000) 949
- Humbert et al. (1987) : M. Humbert, P.I. Welch and H.J. Bunge, in : H.J. Bunge (ed.), *Theoretical Methods of Texture Analysis*, Informationsgesellschaft – Verlag, 1987, p. 327
- Humbert et al. (1981) : M. Humbert, P.K. Shee and H.J. Bunge, *Proceedings of the 6th International Conference on Texture of Materials*, Tokyo, Vol 2, 1981, p. 1158
- Humbert et al. (1996) : M. Humbert, N. Gey, J. Muller and C. Esling, *Journal of Applied Crystallography*, 29 (1996) 662.
- Humbert et al. (2002) : M. Humbert, B. Gardiola, C. Esling, G. Flemming and K. E. Hensger, *Acta Materialia*, 50-7 (2002) 1741
- Inagaki (1987) : H. Inagaki, *Zeitschrift für Metallkunde*, 78 (1987) 87
- Inagaki (1988) : H. Inagaki, *Zeitschrift für Metallkunde*, 79 (1988) 716
- Johnson (1965) : R.A. Johnson, *Physical Review*, 145 (1965) 423
- Svenson et al. (1967) : E.C. Svenson, B.N. Brockhouse and J.M. Rowe, *Physical Review*, 155 (1967) 619
- Wayman (1964) : C.M. Wayman, *Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations*, New York : Macmillan, 1964

CONCLUSION

Nous nous sommes intéressés dans cette étude aux relations entre textures, microstructures et propriétés mécaniques. Parce que les textures et microstructures qui déterminent les propriétés d'usage sont héritées de la phase haute température, nous avons dédié une grande partie de ce travail aux changements de texture par transformation polymorphique γ - α . Ces analyses ont été menées sur sept nuances d'acier, fournies par la société SMS Demag.

Dans un premier temps, une caractérisation des textures et microstructures des aciers à température ambiante a été effectuée. L'examen de l'ensemble de ces résultats montre que les textures sont du même type quelle que soit la nuance, avec des différences marquées entre le cœur et la surface des tôles. A mi-épaisseur, les textures sont typiques des aciers ferritiques laminés en phase austénitique. Ces textures comportent de fortes densités le long de la fibre partielle RD // $\langle 110 \rangle$ pour les orientations comprises entre $\{100\}\langle 110 \rangle$ et $\{112\}\langle 110 \rangle$ ainsi que des composantes marquées autour des orientations $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{554\}\langle 225 \rangle$. En surface, les textures comprennent une fibre partielle α (ND // $\langle 110 \rangle$) comprise entre les orientations $\{110\}\langle 100 \rangle$ (composante Goss) et $\{110\}\langle 112 \rangle$ (composante laiton) ainsi qu'une forte densité autour de l'orientation $\{112\}\langle 111 \rangle$ (composante cuivre). Par ailleurs, l'étude des aciers à température ambiante nous a permis de mettre en évidence l'influence du traitement thermomécanique en phase γ sur les caractéristiques microstructurales des tôles en fin de processus d'élaboration. En particulier, l'acuité des textures à cœur est d'autant plus marquée que le taux de réduction en – dessous de la température de recristallisation est important. De même, nous avons constaté que la taille moyenne des grains des différents échantillons diminue lorsque le taux de réduction à température inférieure à la température de recristallisation augmente. Ces observations sont accord avec le fait qu'une accumulation de la déformation dans la brame austénitique se produit au cours des étapes de laminage à température inférieure à la température de recristallisation. L'état métallurgique des brames austénitiques en fin de traitement thermomécanique influence fortement les caractéristiques mécaniques des tôles à température ambiante.

Au cours de cette étude, nous avons cherché à mieux comprendre l'influence de la texture et de la microstructure sur la limite d'élasticité et l'anisotropie de la limite d'élasticité des tôles.

Nous avons montré que pour les nuances P, qui ont des compositions chimiques similaires et subi une transformation de phase perlitique, l'augmentation de la limite d'élasticité avec la diminution de la taille moyenne des grains est en un bon accord avec la loi de Hall – Petch. Pour ces nuances, la limite d'élasticité dépend fortement des paramètres du traitement thermomécanique et notamment du taux de déformation de la brame austénitique en – dessous de sa température de recristallisation. Outre la taille de grain ferritique, d'autres caractéristiques microstructurales peuvent contribuer à l'augmentation de la limite d'élasticité. Ainsi, la nuance B possède une limite d'élasticité nettement plus élevée que les

autres nuances, notamment grâce à une forte densité de précipités nanométriques et de dislocations.

La simulation de l'anisotropie de la limite élastique a été réalisée à l'aide d'un modèle de plasticité polycristalline, basé sur les hypothèses du modèle de déformation plastique de Taylor. Les simulations ont montré que l'anisotropie des tôles est principalement due à leur partie centrale, qui possède la texture la plus prononcée. Selon ce modèle, la limite élastique est maximale dans la direction DT et les textures peu prononcées des couches superficielles et intermédiaires des tôles conduisent cependant à une très faible anisotropie. La faible anisotropie de la limite d'élasticité déterminée expérimentalement pour les différentes nuances est en accord avec cette modélisation.

Par la suite, nous nous sommes attachés à évaluer la texture austénitique parente, ce qui est nécessaire pour analyser les changements de texture.

Une première évaluation de la texture γ à haute température a été obtenue par la détermination de la texture de la phase austénitique retenue à température ambiante au sein de la nuance B.

Une seconde évaluation a été effectuée au moyen d'une nouvelle méthode de calcul des textures parentes à partir des textures à basse température qui a été développée au cours de cette étude. Cette méthode permet de restituer les textures parentes par un algorithme respectant la positivité des textures recalculées. Les textures parentes déterminées par cette méthode de positivité sont en bon accord avec celles déterminées expérimentalement sur la phase d'austénite résiduelle. Cette validation nous a permis de déduire pour l'ensemble des nuances les principales tendances de la texture parente. A cœur, la texture haute température comporte les composantes principales $\{110\}\langle 112\rangle$ (composante laiton), $\{110\}\langle 001\rangle$ (composante Goss) et $\{112\}\langle 111\rangle$ (composante cuivre), qui sont caractéristiques des métaux c.f.c. laminés. En surface, la texture parente contient les composantes intenses $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$.

Les principales tendances des textures austénitiques en surface et à mi-épaisseur ont pu être simulées par un modèle de la déformation plastique du type Taylor. Nous avons ainsi montré, pour la nuance B, que la texture de la brame austénitique en surface peut s'expliquer par la présence de contraintes de cisaillement introduites par le frottement des rouleaux sur la tôle.

L'application de la méthode de restitution des textures parentes aux différentes nuances nous a apporté une meilleure connaissance des mécanismes actifs au cours du traitement thermomécanique. La texture austénitique à mi-épaisseur, calculée pour la nuance A présente une composante de recristallisation cube $\{100\}\langle 001\rangle$ majeure. Ceci est compatible avec le fait que cette nuance a été laminée au-dessus de sa température de recristallisation. Les autres nuances, qui ont subi les dernières étapes de traitement thermomécanique en-dessous de leur température de recristallisation, présentent des textures austénitiques beaucoup plus marquées. Ces textures contiennent les principales composantes de déformation des métaux c.f.c. D'autre part, le calcul des textures parentes des différentes nuances nous a permis de constater que l'intensité de la composante cube de recristallisation des matériaux c.f.c. est

d'autant plus marquée que le nombre de passes de laminage au – dessus de la température de recristallisation est important. Cette composante de recristallisation peut être considérablement atténuée en adaptant les températures de laminage et la composition chimique des aciers.

Enfin, nous nous sommes intéressés à l'étude des mécanismes des changements de texture par transformation de phase.

Nous avons tout d'abord déterminé expérimentalement les relations d'orientation entre phases. Pour l'échantillon B, l'étude des relations d'orientation a été effectuée en déterminant les désorientations entre un grain d'austénite résiduelle et des grains de ferrite voisins par l'analyse de cartographies d'orientations obtenues par EBSD. Nous avons comparé ces résultats expérimentaux avec les relations de NW et KS. Pour les autres nuances, l'étude des désorientations entre grains de ferrite voisins nous a permis de caractériser l'écart aux relations théoriques entre variantes de NW et de KS. Ces études ont montré qu'aucune de ces relations n'est strictement vérifiée expérimentalement. En revanche, les relations d'orientation expérimentales sont proches des relations de NW et de KS.

Ensuite, nous avons observé une sélection de variantes opérant lors de la transformation de phase. Les textures ferritiques de l'échantillon B ont été simulées à partir des textures austénitiques évaluées précédemment. Les simulations ont été effectuées dans un premier temps en n'imposant aucune sélection de variantes. Les relations d'orientation expérimentales ne pouvant pas être déterminées, les simulations ont été effectuées en considérant les relations de NW et de KS. Nous avons ainsi constaté que chacune des deux relations permet de reproduire les principales caractéristiques des textures expérimentales en surface et à cœur. A cœur, nous avons toutefois constaté des différences avec la texture expérimentale. En particulier, un ensemble d'orientations d'intensité moyenne réparties le long d'une fibre partielle sont fortement atténuées dans la texture expérimentale. Ces différences ont été attribuées à une sélection de variantes.

A partir de cette constatation nous nous sommes intéressés à l'origine de cette sélection des variantes et nous avons proposé un modèle conduisant à quelques détails près à une texture simulée en bon accord avec la texture expérimentale. Nous avons supposé que parmi les 12 variantes potentielles engendrées par les relations de NW, seules sont réellement créées celles dont la germination impose à la matrice austénitique un travail de déformation élastique inférieur à une valeur seuil. Cette valeur seuil est comprise entre les valeurs W_{\min} et W_{\max} qui correspondent respectivement aux valeurs minimales et maximales du travail élastique de germination calculé pour chacune des 12 variantes potentielles de NW. Lorsque la valeur seuil correspond à la valeur moyenne du travail élastique de chaque variante potentielle, la texture simulée est en bon accord avec la texture expérimentale. En particulier, un ensemble d'orientations surestimées (resp. sous-estimées) par la simulation sans sélection de variantes sont fortement diminuées (resp. renforcées), en accord avec la texture expérimentale.

Globalement, cette étude a permis d'obtenir une meilleure connaissance de certains paramètres du procédé industriel.

Tout d'abord, les résultats obtenus sont en bon accord avec les valeurs des températures de recristallisation, qui sont déterminées par un calcul basé sur les teneurs en éléments d'addition des différentes nuances. Nous avons en effet montré au cours de cette étude que le poids de la principale composante cube de recristallisation des textures austénitiques recalculées est d'autant plus faible que le nombre d'étapes de laminage en – dessous de la température de recristallisation est grand.

Par ailleurs, cette étude apporte une meilleure connaissance des caractéristiques de transformation de phase des différentes nuances. Plusieurs observations expérimentales ont pu mettre en évidence des mécanismes de transformation de phase par cisaillement dans le cas de la nuance B. Les observations de cette nuance en microscopie électronique en transmission ont en effet montré la présence d'une forte densité de défauts cristallins (sous – joints de grains, dislocations) pouvant s'expliquer par des mécanismes de transformation de phase non diffusionnels. De plus, la présence d'une phase d'austénite résiduelle, détectée par diffraction des rayons X, corrobore le fait qu'une grande partie du matériau se transforme dans le domaine bainitique. L'étude au MET de la nuance P₁ a révélé une microstructure majoritairement équiaxiale avec une faible densité de dislocations. Pour cette nuance, la transformation de phase met en jeu des mécanismes principalement diffusionnels.

Le contrôle des paramètres de laminage à haute température et du chemin de refroidissement permet la conception d'aciers à haute limite d'élasticité et ouvre la voie à l'élaboration par CSP de nouveaux types d'aciers, notamment d'aciers double phase très utilisés dans l'industrie automobile.