HAL
open science

Étude de l'influence de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone

Élodie Boucard

To cite this version:

Élodie Boucard. Étude de l'influence de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone. Autre. Université de Lorraine, 2014. Français. NNT : 2014LORR0245 . tel-01751262

HAL Id: tel-01751262

https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01751262v1

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.

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

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

Ecole doctorale EMMA

THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité: Sciences des Matériaux

Présentée par :

Elodie BOUCARD

Étude de l'influence de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone

---

Thèse soutenue publiquement le 10 décembre 2014 à METZ devant le jury composé de :

M. Stéphane GODET	Professeur à l'Université Libre de Bruxelles, Belgique	Rapporteur
M. Mohamed GOUNÉ	Professeur à l'ICMCB, Université de Bordeaux, France	Rapporteur
M. Philippe BOCHER	Professeur à l'Ecole de Technologie Supérieure de Montréal, Canada	Examinateur
M. Lionel GERMAIN	Maître de Conférences à l'Université de Lorraine, LEM3, France	Examinateur
M. David BARBIER	Research Engineer at ArcelorMittal, Maizières-les-Metz, France	Invité
Mme Nathalie GEY	Chargée de Recherche au CNRS, LEM3, France	Co-directrice de thèse
M. Albert TIDU	Professeur à l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz, LEM3, France	Directeur de thèse

LEM3 UMR CNRS 7239, Ile du Saulcy, 57045 METZ

Université de Lorraine – Pôle M4 : matière, matériaux, métallurgie, mécanique

SOMMAIRE

Introduction Générale : Contexte et objectifs de l'étude **9**

Chapitre I : Revue bibliographique **15**

I.1. Le fer pur et introduction des aciers bas carbone **15**

I.2. Austénitisation et transformations au refroidissement **16**

I.2.1. Traitement thermique d'austénitisation 16

I.2.2. Les différents produits de transformation au refroidissement 17

I.2.2.1. Formation de ferrite proeutectoide et de perlite 19

I.2.2.2. Formation de la martensite 21

I.2.2.3. Formation de la bainite 23

I.3. Accès à la microstructure de l'austénite **27**

I.3.1. Mesure directe à haute température 27

I.3.1.1. Microscopie laser confocale LSCM 27

I.3.1.2. Mesures par ultrason 28

I.3.1.3. Mesures de texture et suivi de transformation de phase par diffraction des rayons X 29

I.3.1.4. Electron BackScatter Diffraction (EBSD) 30

I.3.2. Mesure indirecte 31

I.3.2.1. Austénite résiduelle-comparaison avec des matériaux modèles 31

I.3.2.2. Attaques pour révéler les anciens grains austénitiques 32

I.3.2.3. Restitution des caractéristiques austénitiques par méthode cristallographique 34

I.4. Comportement en déformation à chaud de l'austénite **37**

I.4.1. Généralité sur le comportement à chaud des matériaux à faible énergie de faute d'empilement 37

I.4.1.1. Énergie de fautes d'empilements (EFE) 37

I.4.1.2. Mécanismes de déformation à chaud 37

I.4.1.3. Allure des courbes contrainte-déformation à chaud 38

I.4.2. Revue bibliographique concernant la déformation à chaud de l'austénite 38

I.4.2.1. Modèle pour l'austénite dans les aciers bas-carbone 38

I.4.2.2. Comportement rhéologique 39

I.4.3. Évolution de microstructures 40
I.4.3.1. Structures de déformation 40
I.4.3.2. Structure de recristallisation 42
I.4.4. Évolution de texture 43

I.5. Déformation de l'austénite et transformation de phase 45
I.5.1. Évolution de la microstructure héritée 45
I.5.2. Transformation dynamique durant la déformation (DIFT) 46
I.5.3. Texture de transformation de phase 47

I.6. Références 48

Chapitre II : Matériau et méthodes expérimentales 59

II.1. Matériaux et campagne d'essais 59
II.1.1. Aciers bas carbone et alliage Fe-70Ni 59
II.1.2. Traitements dilatométriques 61
II.1.2.1. Campagne de traitement thermique 61
II.1.2.2. Exploitation du signal dilatométrique 63
II.1.3. Campagne d'essais thermomécaniques 65
II.1.3.1. Réalisation des essais de compression 65
II.1.3.2. Mise au point des conditions de traitement thermomécanique 67

II.2. Analyse des microstructures de transformation de phase 69
II.2.1. Microscopie optique et électronique 69
II.2.2. Méthode de quantification des tailles de grains austénitiques 69
II.2.3. Analyse de texture par diffraction des rayons X 71
II.2.3.1. Caractérisation de la texture ferritique 71
II.2.3.2. Calcul de la texture austénitique parente 71
II.2.4. Analyse des microtextures à l'aide de l'EBSD 72
II.2.4.1. Principe de l'EBSD 72
II.2.4.2. Analyse des cartographies d'orientations héritées 74

II.3. Reconstruction de la microtexture parente 77
II.3.1. Principe général et application dans la version MERENGUE 2 77
II.3.1.1. Traitement préalable de la carte héritée 78
II.3.1.2. Recherche de fragments de grains parents fiables 79
II.3.1.3. Elargissement des fragments et construction de la carte parente 80

II.3.2. Difficultés spécifiques dans le cas des aciers 80
II.3.3. Récents développements pour améliorer la reconstruction 83
II.3.3.1. Identification des domaines cristallins faiblement désorientés 83
II.3.3.2. Recherche par itération de l'OR moyenne de la carte 85
II.3.3.3. Amélioration pour la reconstruction de microtexture parente déformée .. 86
II.3.3.4. Correction des domaines ambigus 86
II.3.3.5. Analyse de la distribution spatiale des variants 86

II.4. Références 88

Chapitre III : Influence de la taille de grains γ et de la vitesse de refroidissement sur la microstructure de transformation 93

III.1. Influence de la vitesse de refroidissement et du taux de carbone sur les produits de transformation 94
III.1.1. Nuance CMn-1 94
III.1.2. Nuance CMn-2 97

III.2. Analyse cristallographique des produits de transformation 100
III.2.1. Martensite 100
III.2.2. Bainite de type supérieure 104
III.2.3. Ferrite 108

III.3. Contrôle de la taille de grains austénitiques 109
III.3.1. Traitements thermiques d'austénitisation 109
III.3.2. Caractérisation des grains austénitiques par attaque thermique 109
III.3.2.1. Performances de la méthode 109
III.3.2.2. Résultats des mesures de tailles de grains 111

III.4. Influence de la taille de grains austénitiques sur les microstructures héritées par trempe 113
III.4.1. Trois régimes de transformation pour la Nuance CMn-1 113
III.4.1.1. Transformation majoritairement martensitique 115
III.4.1.2. Double transformation bainite/martensite 115
III.4.1.3. Double transformation à caractère ferrito/bainitique 118
III.4.2. Effet du carbone : une unique transformation– Nuance CMn-2 121

III.5. Bilan de l'application de MERENGUE pour la reconstruction cristallographique de l'austénite 124

III.5.1. Cas d'une microtexture martensitique 124

III.5.2. Cas d'une microtexture bainitique 128

III.5.3. Limite des reconstructions à partir de microtextures progressivement granulaires 129

III.6. Conclusion 132

III.7. Références 135

Chapitre IV : Évolution de la microstructure de l'austénite lors de la compression à chaud 139

IV.1. Comportement rhéologique de l'austénite en compression à chaud 140

IV.2. Analyse des microstructures héritées par trempe en vue de reconstruire celles de l'austénite 142

IV.2.1. Analyse de la microstructure α héritée 142

IV.2.2. Analyse de la microtexture α héritée 144

IV.3. Reconstruction et analyse des textures γ de déformation à chaud 148

IV.4. Analyse de l'austénite déformée à chaud : évolution de la microtexture 153

IV.4.1. Paramètres importants pour fiabiliser le recalcul 153

IV.4.2. Principales cartes reconstruites 155

IV.4.3. Effet de la vitesse de déformation et du taux de déformation 159

IV.4.3.1. État faiblement déformé ε=0.15 à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} 159

IV.4.3.2. État fortement déformé ε=0.6 à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} 164

IV.4.3.3. Effet d'une diminution de la vitesse de déformation 167

IV.5. Alliage Fe-Ni 172

IV.5.1. Matériau modèle 30%Fe-70%Ni 172

IV.5.2. Analyse de la sous-structure de déformation de l'austénite 173

IV.5.2.1. Formation de microbande de déformation 175

IV.5.2.2. Localisation de la déformation aux joints de grains 180

IV.6. Conclusion 181

IV.7. Références 183

Chapitre V : Effet de la déformation de l'austénite sur les microstructures de transformation de phase 187

V.1. Analyse des états trempés après compression à chaud de l'austénite 188

V.1.1. Évolution de la microstructure suite à la déformation de l'austénite 188

V.1.2. Analyse de la texture de transformation 191

V.2. Analyse des différents produits de transformation en lien avec la sous-structure de déformation austénitique 193

V.2.1. Produits de transformation dans les grains γ <110>//AC 193

V.2.2. Produits de transformation dans les grains γ à fortes densités de microbandes de déformation 199

V.2.3. Structure granulaire et sous-structure de déformation aux joints γ/γ 203

V.3. Effet de la déformation de l'austénite sur la transformation bainitique 206

V.3.1. Cycle thermique et cinétique de transformation 206

V.3.2. Évolution de la microstructure avec le taux de déformation de l'austénite 209

V.3.3. Évolution de la microtexture avec le taux de déformation de l'austénite 212

V.4. Conclusion 216

V.5. Références 217

Conclusions et perspectives 219

Conclusions 219

Perspectives 223

Annexe A : Diagrammes TRC 227

Annexe B : Évaluation de la taille de grains austénitiques par attaque thermique 233

Introduction Générale : Contexte et objectifs de l'étude

Dans le secteur automobile, les industriels sont soumis à des contraintes environnementales et économiques de plus en plus fortes. Des exigences, souvent contradictoires, leurs sont imposées : l'allègement des pièces de structure, l'augmentation de la sécurité des usagers ainsi que la réduction des coûts de fabrication. Pour répondre à ces objectifs, de nouvelles nuances d'aciers sont développées : elles présentent une très haute résistance tout en conservant une bonne aptitude à la mise en forme. Ces matériaux destinés aux pièces de carrosserie et de structure doivent allier une résistance mécanique accrue à une capacité de déformation tout à fait comparable à celle des aciers d'emboutissage classiques.

Différentes voies sont explorées pour le développement de ces nouvelles générations d'acier. L'une des pistes explorées pour produire des aciers plus performants avec un objectif de coûts maitrisés concerne le développement de microstructures complexes où la phase principale est très résistante (martensite, bainite, ferrite à grains ultra fins, …) et les phases secondaires (austénite résiduelle) sont ductiles.

Les aciers bainitiques, et plus particulièrement ceux à faible teneur en carbone (inférieure à 0.2%) présentent un bon compromis entre résistance mécanique, limite d'élasticité et ductilité, tout en combinant de très bonnes propriétés de ténacité et de soudabilité. Ils sont obtenus avec des traitements thermomécaniques de plus en plus complexes qui comprennent des déformations et/ou recuits dans le domaine austénitique γ suivies de différentes étapes de déformation à une température donnée pour générer la microstructure requise (Figure 1). Le résultat final requiert une très bonne maîtrise des paramètres de mise en forme et une très bonne connaissance de l'impact de ces paramètres sur la microstructure finale.

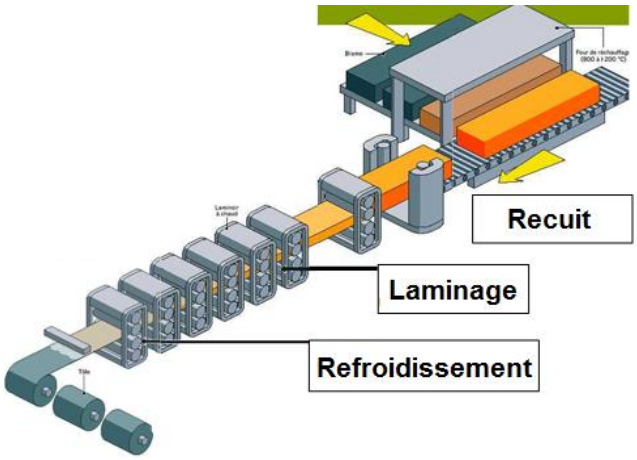


Figure 1 : Schéma de mise en forme de bobines de tôles d'acier

Cependant, un certain nombre de questions fondamentales restent encore en suspens. Cela concerne d'une part la maitrise de l'état métallurgique de l'austénite avant refroidissement en fonction des conditions de traitement à chaud, et d'autre part une meilleure compréhension de son influence sur la microstructure de transformation de phase, en particulier en régime de transformation bainitique. La principale difficulté rencontrée est que, pour ces nuances industrielles d'aciers, il est impossible de tremper l'austénite obtenue à haute température pour une observation directe de l'austénite à température ambiante. Cela explique en partie le manque actuel de connaissances sur son état microstructural en fonction des conditions de traitement thermomécanique à chaud et son impact sur la microstructure héritée à température ambiante.

Dans ce contexte, l'objectif de cette thèse menée en partenariat avec ArcelorMittal est d'approfondir notre connaissance de l'influence de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone. Pour obtenir des informations sur l'austénite à haute température et avant transformation de phase, l'originalité de notre travail est d'appliquer et d'adapter les approches innovantes de reconstructions cristallographiques des microtextures parentes à partir des microtextures héritées par transformation de phase en s'appuyant sur les relations d'orientation entre phases (Figure 2).

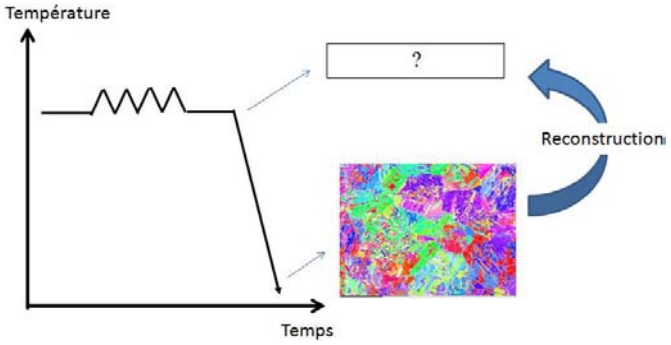


Figure 2 : Schéma du principe de la reconstruction de la microtexture austénitique à haute température à partir de la microstructure héritée à température ambiante

Ce manuscrit est divisé en cinq parties.

Le chapitre I est consacré à une revue bibliographique permettant de mieux appréhender les liens entre la déformation de l'austénite à chaud et ses produits de transformation. Pour cela, l'austénite et ses différents produits de transformation sont tout d'abord présentés. Puis nous décrivons les moyens dont nous disposons actuellement pour caractériser l'austénite à haute température. L'austénite, étant souvent comparée à des matériaux modèles, nous détaillerons par la suite les mécanismes de déformation à chaud associés à ces matériaux modèles. Une dernière partie est dédiée à l'évolution des microstructures et textures héritées après application d'une déformation dans le domaine austénitique.

Le chapitre II décrit les différentes techniques expérimentales mises en œuvre lors de cette étude. Nous présentons tout d'abord les deux nuances modèles d'acier (0.06%C-2.4%Mn-0.3%Si et 0.2%C-2.4%Mn-0.3%Si) mises en œuvre et caractérisées lors de ces travaux, ainsi que les conditions de réalisation des campagnes d'essais thermiques et thermomécaniques. Nous présentons également les outils utilisés pour l'analyse des microstructures de transformation de phase, ainsi que la méthode employée pour quantifier les tailles de grains austénitiques de nos aciers. Enfin, nous rappelons le principe général de MERENGUE 2, principal outil de reconstruction de la microtexture parente à partir des données acquises par la technique EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) développé au laboratoire. Nous décrivons également les récents développements apportés pour améliorer la reconstruction.

Dans **le chapitre III**, nous détaillons l'influence de la taille des grains austénitiques et de la vitesse de refroidissement sur la microstructure de transformation lors de traitements thermiques. Ces résultats s'appuient sur une analyse cristallographique à la fois de la microstructure austénitique et de ces différents produits de transformation. Disposant de deux nuances d'acier, nous déterminons également l'influence du taux de carbone sur les produits de transformation. Grâce aux diverses expériences et analyses réalisées, deux objectifs principaux sont atteints. Tout d'abord, nous sommes en mesure de sélectionner la nuance d'acier et la taille de grain austénitique associée qui sera utilisée lors de la campagne de déformation à haute température. D'autre part, elles nous permettent d'effectuer une analyse cristallographique approfondie des produits de transformation et de définir les limites d'utilisation de l'outil de reconstruction en fonction des microstructures héritées.

Le chapitre IV est consacré à l'étude de l'austénite en compression à chaud de l'acier 0.06%C-2.4%Mn-0.3%Si (CMn-1). Dans un premier temps, une étude des microstructures et textures héritées après traitements thermomécaniques, nécessaire avant toute utilisation de l'outil de reconstruction, est réalisée. Dans un second temps, nous décrivons l'évolution de la microstructure et microtexture de l'austénite en fonction des conditions de déformation appliquées (vitesse et taux de déformation). Les structures de déformation caractéristiques de la phase austénitique sont mises en évidence. Elles sont ensuite comparées à celles obtenues pour un alliage modèle de l'austénite, l'alliage 30%Fe-70%Ni.

Dans **le chapitre V**, les données obtenues lors de la campagne de compression à chaud sont à nouveau analysées, mais cette fois du point de vue de la microstructure héritée. Nous analysons en particulier l'influence des structures de déformation austénitique sur le développement des produits de transformation suite à un refroidissement par trempe, puis lors d'une transformation bainitique isotherme.

Les produits de transformation à basse température seront appelés de façon génériques produits α

Chapitre I : Revue bibliographique

I.1. Le fer pur et introduction des aciers bas carbone 15

I.2. Austénitisation et transformations au refroidissement 16

I.2.1. Traitement thermique d'austénitisation 16

I.2.2. Les différents produits de transformation au refroidissement 17

I.2.2.1. Formation de ferrite proeutectoide et de perlite 19

I.2.2.2. Formation de la martensite 21

I.2.2.3. Formation de la bainite 23

I.3. Accès à la microstructure de l'austénite 27

I.3.1. Mesure directe à haute température 27

I.3.1.1. Microscopie laser confocale LSCM 27

I.3.1.2. Mesures par ultrason 28

I.3.1.3. Mesures de texture et suivi de transformation de phase par diffraction des rayons X 29

I.3.1.4. Electron BackScatter Diffraction (EBSD) 30

I.3.2. Mesure indirecte 31

I.3.2.1. Austénite résiduelle-comparaison avec des matériaux modèles 31

I.3.2.2. Attaques pour révéler les anciens grains austénitiques 32

I.3.2.3. Restitution des caractéristiques austénitiques par méthode cristallographique 34

I.4. Comportement en déformation à chaud de l'austénite 37

I.4.1. Généralité sur le comportement à chaud des matériaux à faible énergie de faute d'empilement 37

I.4.1.1. Énergie de fautes d'empilements (EFE) 37

I.4.1.2. Mécanismes de déformation à chaud 37

I.4.1.3. Allure des courbes contrainte-déformation à chaud 38

I.4.2. Revue bibliographique concernant la déformation à chaud de l'austénite 38

I.4.2.1. Modèle pour l'austénite dans les aciers bas-carbone 38

I.4.2.2. Comportement rhéologique 39

I.4.3. Évolution de microstructures 40

I.4.3.1. Structures de déformation 40

I.4.3.2. Structure de recristallisation 42

I.4.4. Évolution de texture 43

I.5. Déformation de l'austénite et transformation de phase 45

I.5.1. Évolution de la microstructure héritée 45

I.5.2. Transformation dynamique durant la déformation (DIFT) 46

I.5.3. Texture de transformation de phase 47

I.6. Références 48

Chapitre I : Revue bibliographique

I.1. Le fer pur et introduction des aciers bas carbone

Le fer pur possède une structure Cubique à Faces Centrées (Figure I.1.a) pour une gamme de températures s'étendant de 912°C à 1394°C [Boulanger56]. Cette phase est plus communément appelée austénite et est notée γ. En dehors de cet intervalle de température, le fer pur possède une structure Cubique Centrée (Figure I.1b). Cette structure est appelée ferrite δ si l'on se trouve entre 1394°C et 1538°C et ferrite α en dessous de 912 °C. Cette structure est moins compacte que la structure CFC.

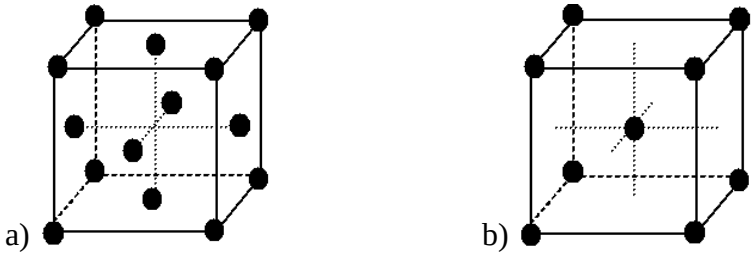


Figure I.1 : Structure des mailles cristallines du fer pur – a) Cubique à faces centrées – b) Cubique centrée

Les paramètres de maille de la ferrite et de l'austénite sont respectivement égaux à 0,286 nm à 20°C pour le fer α et 0,358 nm à 912 °C pour l'austénite [Bozinski55]. Les volumes spécifiques des deux mailles restent relativement proches, mais une légère contraction volumique de 1,03% accompagne le passage de la phase ferritique à la phase austénitique.

Chacune de ces phases possède des sites interstitiels que seuls les atomes de faibles rayons peuvent occuper. Compte tenu du rayon des atomes métalliques, seuls les atomes H, O, N, C et B peuvent se placer en position interstitielle.

L'acier est un alliage de fer et de carbone, dont la teneur est inférieure à 2%. Une augmentation du taux de carbone permettra d'améliorer entre autres la dureté, la résistance à la rupture ainsi qu'à l'usure. En contrepartie, il diminue la ductilité et la résilience de l'acier. Les aciers bas carbone sont des aciers dont la teneur en carbone est comprise entre 0,02% et 0,08%. Ces aciers appartiennent à la famille des aciers extra-doux (C<0,1%).

En dehors de la variation du pourcentage de carbone, on peut modifier les caractéristiques mécaniques et aptitudes technologiques des aciers par addition d'autres métaux. L'addition d'éléments d'alliage, tels que Cr, Si, Al, Mo, Nb, Ti favorise la formation du fer α, ce sont des éléments alphagènes. D'autres éléments tels que Ni, C, Mn, N, Cu stabilisent le fer γ à température ambiante, ce sont des éléments gammagènes.

Grâce aux éléments d'alliage, les aciers bas carbone peuvent combiner à la fois une haute limite élastique, une bonne ductilité et une excellente soudabilité. Leur teneur en manganèse est variable, de 1 à 2,4%. Le manganèse permet d'améliorer la limite élastique, l'usinabilité et la trempabilité de l'acier. Le manganèse abaisse la température de transformation de l'austénite en ferrite et permet ainsi d'éviter l'accumulation de cémentite aux joints de grains. Les aciers bas carbones peuvent aussi contenir une teneur en silicium comprise entre 0,14% et 0,25%. Le silicium est connu pour améliorer la tenue à la corrosion de l'acier.

I.2. Austénitisation et transformations au refroidissement

I.2.1. Traitement thermique d'austénitisation

Les traitements thermiques d'austénitisation permettent d'homogénéiser chimiquement l'austénite et de contrôler sa taille de grain. L'objectif est d'achever la mise en solution des carbures et d'homogénéiser la répartition des éléments d'alliage pour limiter les éventuelles ségrégations. Le manganèse est par exemple susceptible de ségréger.

Le maintien à la température d'austénitisation doit être suffisamment long pour dissoudre les carbures, tout en évitant le grossissement des grains. On définit pour cela le paramètre P_a qui donne un équivalent temps de maintien / température pour atteindre une taille de grain γ donnée. Il est défini comme suit [Barralis92] :

$$P_a = \left[\frac{1}{T_a} - \frac{2{,}3R}{\Delta H_a}\log(t_a)\right]^{-1}$$

Avec : $\mathbf{T_a}$- température d'austénitisation (en K) ; $\mathbf{t_a}$ - durée de maintien ; **R** – constante des gaz parfaits (8,314 $J.K^{-1}.mol^{-1}$) ; $\mathbf{\Delta H_a}$ - enthalpie d'activation du grossissement du grain austénitique. Pour un acier faiblement allié, on trouve dans la littérature $\Delta H_a \sim 460$ $kJ.mol^{-1}$.

La Figure I.2. illustre l'effet de la température de maintien et du temps sur l'homogénéisation de l'austénite et sa taille de grain. La durée de ce maintien doit être d'autant plus longue que la température d'austénitisation est proche de la température Ac_3 de fin de transformation du fer α en fer γ. Le maintien peut être écourté, si l'on adopte une température d'austénitisation plus élevée. Pour cet acier 35CrMo4, passer d'une température d'austénitisation de 900°C pendant 20s à 1100°C pendant 20s permet d'accroitre la taille de grains de G = 9 (15,6µm) à G = 5 (62,5µm).

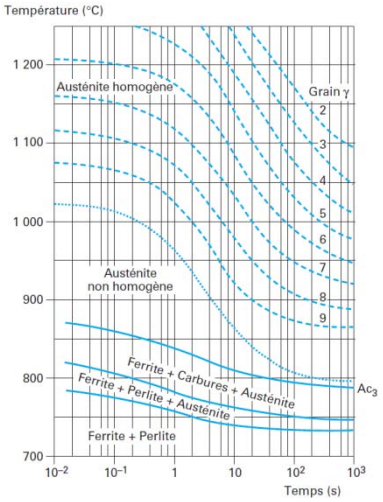


Figure I.2 : Diagramme de transformation α→γ isotherme d'un acier 35CrMo4 [Murry00]. Les nombres indiqués sur les courbes en tirets sont les indices AFNOR de grosseur de grain austénitique. La norme AFNOR définit la mesure de la taille de grains à l'aide de la formule suivante : $\boldsymbol{m = 8 \times 2^G}$ *avec* **m** *le nombre de grains par mm² et* **G** *l'indice de grosseur des grains.*

I.2.2. Les différents produits de transformation au refroidissement

Selon les conditions de refroidissement et la composition de l'alliage, différentes transformations de phases à l'état solide peuvent se produire (Figure I.3).

- Si *la vitesse de refroidissement est faible (inférieure à 1°C/s)*, on se trouve dans un état proche de l'équilibre. La diffusion du carbone est alors possible. Le refroidissement de la phase austénitique va conduire à la formation d'un mélange de fer α et de cémentite Fe_3C. La température de début de transformation ferritique est notée Ar_3.

- Si *la vitesse de refroidissement est rapide (supérieure à 80°C/s)*, le carbone ne peut pas diffuser et se retrouve alors piégé dans la maille. La transformation se produit hors équilibre et conduit à la formation d'une phase métastable obtenue par trempe : la martensite. La température de début de transformation martensitique est notée M_s. La capacité d'un acier à former de la martensite dépend de sa trempabilité, i.e. son aptitude à éviter la formation du fer α et de Fe_3C lors du refroidissement. La trempabilité peut être augmentée à l'aide d'éléments d'alliage. Les plus efficaces sont, par ordre décroissant d'influence : C, Mo, Va, Cr, Mn, Ni, Si.

- Pour des *vitesses de refroidissement intermédiaires*, des structures bainitiques sont observées. Il s'agit d'agrégats formés de plaquettes de ferrite saturées en carbone et de cémentite, dont l'aspect diffère suivant leur température de début de transformation B_s.

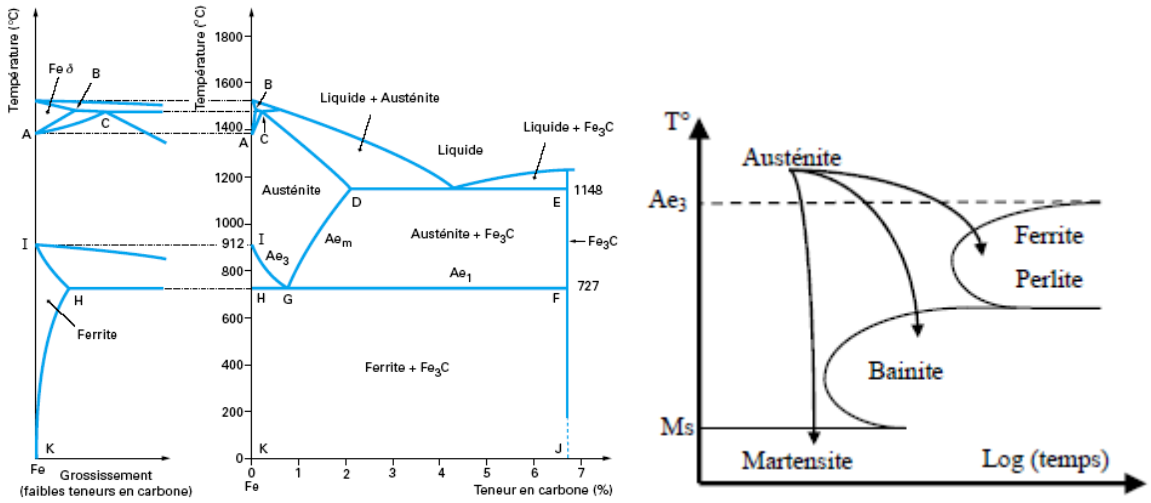


Figure I.3 : Diagramme Fe-C [Murry98] et diagramme TRC

Ces trois transformations sont classées en deux catégories : displacive et diffusionnelle.

La ***transformation displacive*** correspond à des déplacements atomiques faibles (très inférieurs aux dimensions de la maille). Ces déplacements se produisent par des mouvements corrélés d'atomes. La transformation se propage indépendamment du temps, par un déplacement des interfaces entre les deux phases. La phase fille hérite de l'ordre et de la composition chimique de la phase mère.

Lors de la transformation displacive, il y a déformation du réseau avec conservation d'un plan invariant. L'orientation du plan invariant ainsi que les positions atomiques relatives dans ce plan ne sont pas modifiées par la transformation. La présence d'un plan invariant permet de relier les réseaux cristallins de l'austénite et du produit de transformation par une relation d'orientation particulière. La relation d'orientation peut être décrite comme une rotation mettant en coïncidence le repère du cristal parent et celui du cristal hérité. Le réseau cristallin de l'austénite possède 24 éléments de symétrie. Il y aura donc au maximum 24 orientations possibles pour la phase héritée par rapport à la phase austénitique. Ces orientations sont nommées variants cristallographiques. La formation d'un variant s'accompagne d'une déformation du réseau cristallin. Il s'ensuit des contraintes internes au sein de l'austénite lors de l'apparition de domaines hérités. Elles peuvent être relaxées en partie par l'organisation de plusieurs variants formant un groupement autoaccommodé. Dans un tel groupement, les variants s'organisent de façon à ce que les déformations induites par chaque variant se compensent partiellement. Dès lors, la déformation globale associée est bien plus faible.

La ***transformation diffusionnelle*** est une transformation au cours de laquelle l'interface entre la phase austénitique et la phase héritée avance grâce au mouvement thermiquement activé des atomes à travers l'interface. La transformation débute après une période d'incubation, dont la durée dépend de la température. Les atomes se transportent vers les germes en train de croitre par diffusion sur de grandes distances dans la phase mère. La composition de cette dernière évolue de façon continue vers sa nouvelle valeur d'équilibre. Le changement de structure peut apparaître localement à l'interface et la vitesse de croissance dépend surtout de la vitesse de la réaction à l'interface par rapport à celle de la diffusion. Les vitesses de diffusion, à une température donnée, des éléments d'un alliage peuvent être très différentes suivant la composition nominale et la structure, ainsi que de la nature de la diffusion envisagée : diffusion interstitielle, diffusion superficielle, diffusion aux joints de grains. La phase héritée peut donc avoir une composition différente de la phase parente. Il y a réarrangement des atomes dans le réseau hérité sans relation d'orientation définie entre le grain hérité et le grain de la phase parente.

Le Tableau I.1 synthétise les différents produits de transformation de l'austénite en fonction de la nature de leur transformation. Nous décrivons dans les sections suivantes plus précisément les conditions de formation de la ferrite proeutectoïde (ferrite allotripomorphique et de Widmanstätten), de la martensite ainsi que de la bainite.

	Transformation reconstructive	Transformation displacive
Transformation Diffusionnelle	Ferrite allotriomorphe	Ferrite de Widmanstätten Bainite
Transformation Non diffusionnelle	Ferrite massive	Martensite

Tableau I.1 : Produits et nature des transformations de phase issus de l'austénite

I.2.2.1. Formation de ferrite proeutectoide et de perlite

Un refroidissement à une vitesse suffisamment lente de l'austénite donne lieu à une transformation diffusionnelle avec la formation de ferrite proeutectoïde à la température de transformation Ar_3 puis la formation de perlite (ferrite et carbure Fe_3C) à la température eutectoïde Ar_1 (Figure I.3). La température Ar_1, où débute la transformation eutectoïde, vaut toujours 723 C pour un acier non-allié. La température de transformation de phase Ar_3 est supérieure à 723°C, et dépend de la composition chimique de l'alliage pour une même vitesse de refroidissement.

Parmi les différents types de ferrite, présentes dans les aciers bas carbone, on peut citer la ferrite allotriomorphe et la ferrite de Widmanstätten.

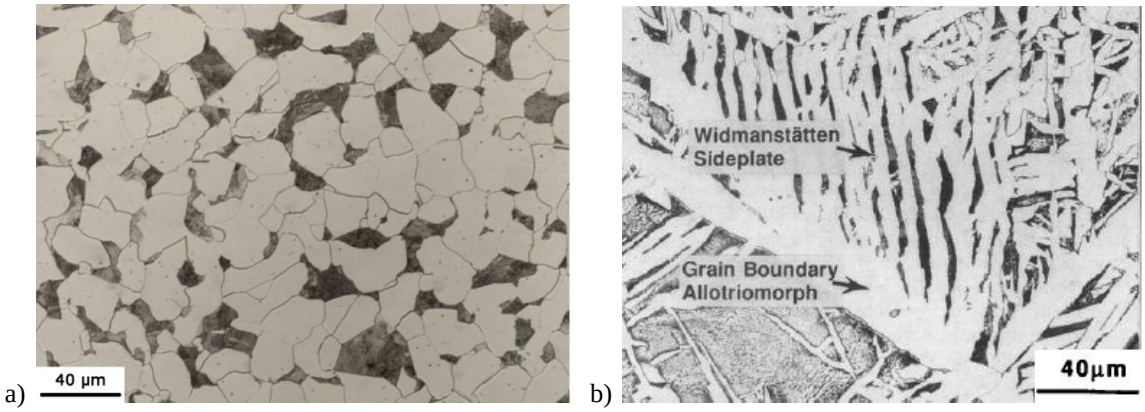


Figure I.4 : Micrographies optiques a) d'un mélange de ferrite allotriomorphe (blanc) et de perlite (noir) et b) d'une ferrite allotriomorphe avec une structure de Widmanstätten [Bodnar94]

La formation de la **ferrite allotriomorphe,** obtenue à haute température lors d'un refroidissement très lent, se décompose classiquement en deux étapes de germination et de croissance. La *germination* commence après un temps d'incubation fonction de la température de transformation. Les premiers germes de ferrite, pauvres en carbone, se forment par diffusion aux joints de grains austénitiques. Il y a donc diffusion du carbone et des éléments d'alliage gammagènes dans l'austénite (Tableau I.2). Krebs et coll. ont mis en évidence que la ferrite allotriomorphe est en relation d'orientation avec un des grains γ_1 formant le joint, mais croit dans un autre grain γ_2, sans aucune relation d'orientation avec lui [Krebs11]. La relation d'orientation suivie avec le grain γ_1 est de type Kurdjumov-Sachs [Honeycombe06].

Éléments		Fe	Mn	Si	C
Coefficient de diffusion (cm²/s)	à 1100°C	9.10^{-12}	2.10^{-11}	6.10^{-11}	$7,5.10^{-7}$
	à 900°C	2.10^{-13}	3.10^{-13}	1.10^{-12}	1.10^{-7}

Tableau I.2 : Coefficients de diffusion dans l'austénite des éléments présents dans les aciers de cette étude [Desalos04]

Intervient ensuite la *croissance* des grains équiaxes ferritiques. Elle est d'autant plus rapide que la température de transformation sera élevée. La solubilité du carbone étant plus faible dans la ferrite que dans l'austénite, il sera donc partitionné dans cette dernière. La croissance des grains de ferrite dans le temps sera ralentie par l'augmentation du domaine de diffusion du carbone.

La taille de grains austénitiques influence significativement la cinétique de formation de la ferrite à une température donnée de transformation. Cet effet est illustré Figure I.5 avec le diagramme TRC d'une même nuance d'acier avec deux tailles de grains austénitiques. Les courbes de début de transformation sont décalées vers la gauche (c'est à dire vers des cinétiques de transformation accélérées) lorsque la taille de grains austénitiques diminue. En fait, l'augmentation de la surface de joints de grains, qui accompagne la réduction de la taille des grains austénitiques, a pour conséquence l'augmentation du nombre de sites de germination de la ferrite. Par conséquent, la diminution de la taille de grains austénitiques réduit la trempabilité de l'acier.

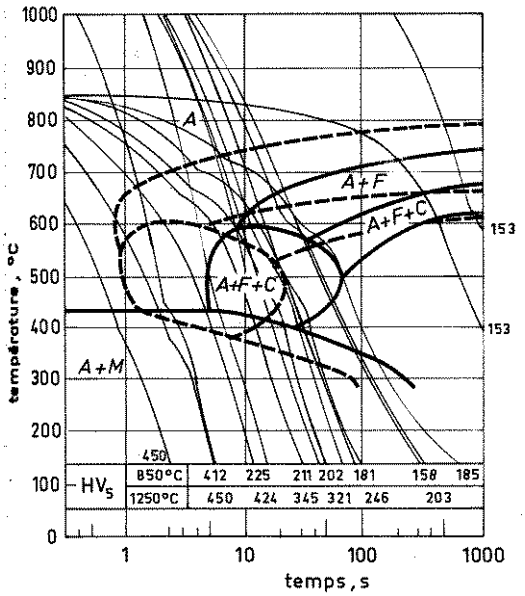


Figure I.5 : Diagramme TRC d'un acier 0.18%C-1.30%Mn-0.43%Si pour deux tailles de grains austénitiques, en pointillé $Ø_\gamma$=10µm et en trait plein $Ø_\gamma$=200µm

Avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement, la ferrite allotriomorphe ne possède pas une cinétique assez rapide et fait place à la **ferrite de Widmanstätten**, qui suit une transformation displacive. Elle se forme préférentiellement pour des teneurs en carbone comprises entre 0.2 et 0.4% [Honeycombe06]. Cette ferrite se présente sous forme de paquets d'aiguilles faiblement désorientées entre elles avec des relations d'orientations de type Kurdjumov-Sachs ou de Nishiyama-Wassermann avec l'austénite. Les paquets d'aiguilles germent sur les grains de ferrite allotriomorphe et croissent entièrement à l'intérieur du grain austénitique avec lequel elles sont en relation d'orientation [Yang91].

Récemment, Jonas et coll. ont proposé une justification à la faible désorientation observée entre les aiguilles d'un paquet de ferrite de Widmanstätten [Jonas14]. Les relations d'orientations de type KS sont décrites comme une rotation de +90° et -90° par rapport à l'axe <112>. Ces lattes faiblement désorientées pourraient résulter d'un cisaillement opposé permettant d'accommoder les déformations de réseau ; les désorientations entre lattes seront de l'ordre de 180°, ce qui devient équivalent d'un point de vue cristallographique.

Bodnar et Hansen montre que la fraction de ferrite de Widmanstätten formée augmente avec l'augmentation de la taille de grains austénitiques et de la vitesse de refroidissement [Bodnar94]. La formation de structures de Widmanstätten peut être minimisée si l'austénite est suffisamment fine (dans leur cas, inférieure à 30 µm).

I.2.2.2. Formation de la martensite

La martensite est obtenue lors du refroidissement très rapide de la phase austénitique stable à haute température. Dans le cas des aciers, l'austénite γ se transforme lors de la trempe en une solution solide de fer de structure quadratique centrée sursaturée en carbone, donc une phase métastable. Pour des aciers à faible teneur en carbone, le paramètre de maille de la martensite reste très proche de celui de la maille du fer α. La transformation de phase est de type displacive et athermique : la fraction de martensite formée dépend non pas du temps de maintien, mais uniquement de la température de trempe. Elle commence à la température M_S, dépendant uniquement de la composition chimique de l'alliage, et se termine à M_F. La température M_S est inférieure à la température Ae_3 d'équilibre entre les phases austénitique et ferritique. La composition chimique de la martensite est identique à celle de l'austénite parente.

La transformation martensitique présente un plan invariant entre la martensite et l'austénite, appelé plan d'habitat. Il varie avec la teneur en éléments d'alliage et la température de transformation. Par exemple, pour un acier bas-carbone (<0.5%C), il s'agit du plan $\{111\}_\gamma$ [Fink26]. Lorsque la concentration est comprise entre 0.5 et 1.4%C, c'est le plan $\{225\}_\gamma$ [Mehl53] et au-delà de 1.4%C, le plan d'habitat est $\{259\}_\gamma$ [Kurdjumov30].

Par conséquent, différentes relations d'orientation (RO) ont été établies, comme celle de Kurdjumov-Sachs [Kurdjumov30] notée KS, de Nishiyama-Wassermann [Nishiyama34] et [Wassermann35], notée NW, de Greninger-Troiano [Greninger49] notée GT et de Pitsch [Pitsch59]. Dans les cas des relations KS et NW, un plan dense $\{111\}_\gamma$ de l'austénite est parallèle à un plan dense de la ferrite $\{110\}_\alpha$. Ces relations sont proches : par exemple le passage de KS à NW s'effectue par une rotation de 5.26° autour de la normale commune à $(111)_\gamma$ et à $(101)_\alpha$. La relation de GT est une relation intermédiaire entre celle de KS et celle de NW (Tableau I.3). Par conséquent, les angles de désorientation séparant les variants les plus proches, hérités selon Bain, KS, NW et Pitsch sont faibles (<10°) comme indiqué dans le Tableau I.4 [Nolze08].

La détermination de la RO par EBSD en l'absence d'austénite résiduelle peut se faire par différentes méthodes analytiques [Miyamoto09], [Humbert11], [Bernier14]. Avec ces approches, la martensite en lattes a plutôt une RO proche de GT. Communément, la RO est représentée sur un graphe tel que celui présenté en Figure I.6. Il s'agit de l'écart angulaire entre les directions $[\bar{1}01]_{fcc}$ et $[\bar{1}\bar{1}1]_{bcc}$ de la RO définie, en fonction des écarts angulaires entre les plans $(111)_{fcc}$ et $(011)_{bcc}$. Miyamoto et coll. y font figurer les RO moyennes pris en trois grains différents pour la martensite formée dans des alliages avec des teneurs en carbone différentes (0.15%C et 0.45%C).

Relations d'orientation	plans parallèles	directions parallèles
Bain	$\{100\}_{cfc}$ // $\{100\}_{cc}$	$<100>_{cfc}$ // $<110>_{cc}$
Kurdjumov-Sachs (KS)	$\{111\}_{cfc}$ // $\{110\}_{cc}$	$<110>_{cfc}$ // $<111>_{cc}$
Nishiyama-Wassermann (NW)	$\{111\}_{cfc}$ // $\{110\}_{cc}$	$<211>_{cfc}$ // $<110>_{cc}$
Greninger-Troiano (GT)	$\{111\}_{cfc}$ à 1° de $\{110\}_{cc}$	$<211>_{cfc}$ à 2.5° de $<110>_{cc}$
Pitsch	$\{100\}_{cfc}$ // $\{110\}_{cc}$	$<110>_{cfc}$ // $<111>_{cc}$

Tableau I.3 : Relations d'orientations entre les réseaux CFC et CC lors de la transformation de phase

	Bain	KS	NW	Pitsch
Bain	-	11.07°	9.74°	9.74°
KS	11.07°	-	5.26°	5.26°
NW	9.74°	5.26°	-	7.44°
Pisch	9.74°	5.26°	7.44°	-

Tableau I.4 : Désorientations angulaires entre variants des RO de la transformation CFC→ CC [Nolze08]

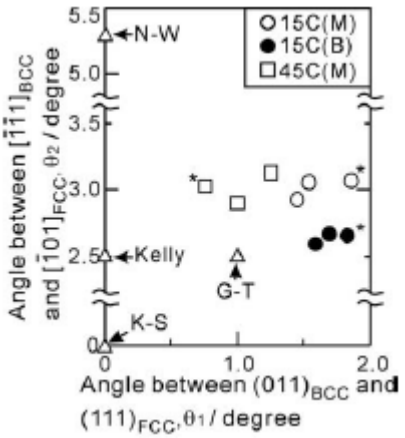


Figure I.6 : Écarts angulaires θ_2 entre les directions $[\bar{1}01]_{fcc}$ et $[\bar{1}\bar{1}1]_{bcc}$ pour les RO de la martensite et de la bainite en fonction des écarts angulaires θ_1 entre les plans $(111)_{fcc}$ et $(011)_{bcc}$ par rapport aux RO de références KS, NW, GT et Kelly. Ronds blancs et noirs : RO de la martensite et de la bainite obtenues pour un acier 0.15%C-1.5%Mn-0.2%Si Carrés blancs : RO de la martensite obtenue pour un acier 0.45%C-0.86%Mn-0.26%Si [Miyamoto09]

La martensite a des morphologies différentes selon la teneur en carbone de l'acier (Figure I.7). Si le taux est inférieur à 0.4%C, la martensite sera sous forme de lattes, regroupées en paquets de lattes parallèles. Miyamoto a montré par EBSD en haute résolution angulaire, que la déformation associée est accommodée par déformation de l'austénite environnante [Miyamoto09]. Pour des aciers plus chargés en carbone et faiblement alliés, elle sera sous forme de plaquettes contenant une forte densité de dislocations et de micromacles. Si les aciers sont chargés en carbone et fortement alliés, la martensite prendra une forme lenticulaire marquée. La morphologie de la martensite évolue des lattes aux lentilles avec l'augmentation du taux de carbone en solution solide [Yaso08]. La transformation étant displacive, la structure finale possède une forte densité de macles et de dislocations pouvant atteindre 10^{12} cm^{-2} [Honeycombe06].

Morito et coll. se sont intéressés à l'effet de la taille de grains γ sur les microstructures martensitiques obtenues après transformation sur trois aciers bas carbone faiblement alliés [Morito05]. Ils ont constaté que la taille des paquets de lattes martensitiques et l'épaisseur des blocs constituant les paquets diminuent quand la taille de grains austénitiques diminue (370 à 2.3 µm), alors que l'épaisseur des lattes varie peu. L'étude de Yang et Bhadeshia a montré que lorsque la taille de grains γ augmente, pour un acier bas carbone de composition 0.12%C-5%Ni-2.27%Mn, le point de début de transformation M_S augmente [Yang09].

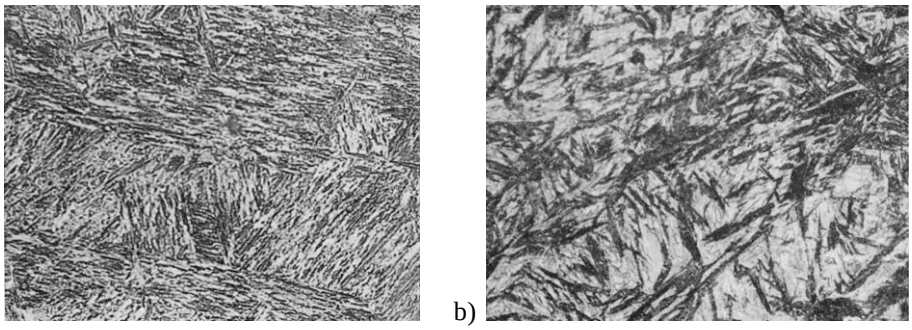


Figure I.7 : Micrographies optiques après attaque Nital 3% a) martensite en lattes 0.32%C-4.12%Ni-1.37%Cr et b) mélange de martensite et d'austénite résiduelle 0.8%C- 4.1%Ni-1.6%Cr-0.4%Mo [Murry98]

I.2.2.3. Formation de la bainite

Depuis sa première observation en 1930 par Davenport et Bain, la structure bainitique est sujette à débat que ce soit d'un point de vue morphologique ou mécanisme de transformation. Obtenue pour des vitesses de refroidissement intermédiaires, sa morphologie est fonction des conditions de refroidissement et des éléments d'alliage présents dans l'acier. La température de début de transformation bainitique B_s est fonction de la composition chimique de l'alliage.

On admet généralement que la germination de la bainite débute par la création de sous-unités ferritiques (Figure I.8). Cette ferrite en lattes se formerait par un cisaillement du réseau de l'austénite accompagné d'une diffusion à courte distance permettant une redistribution du carbone. La suite de la transformation bainitique met en jeu à la fois des mécanismes displacifs et diffusifs. Dans l'interprétation displacive, les réarrangements atomiques durant la transformation bainitique sont supposés se produire sans diffusion d'atome [Bhadeshia02]. Néanmoins la diffusion d'atomes interstitiels tels que le carbone est admise juste après la transformation, du fait des températures de transformation élevées. La théorie diffusive fait appel à un mécanisme de diffusion au moyen d'une interface α/γ avec une diffusion à courte distance des atomes substitutionnels à proximité de cette interface, ce qui permet le changement de structure [Aaronson90].

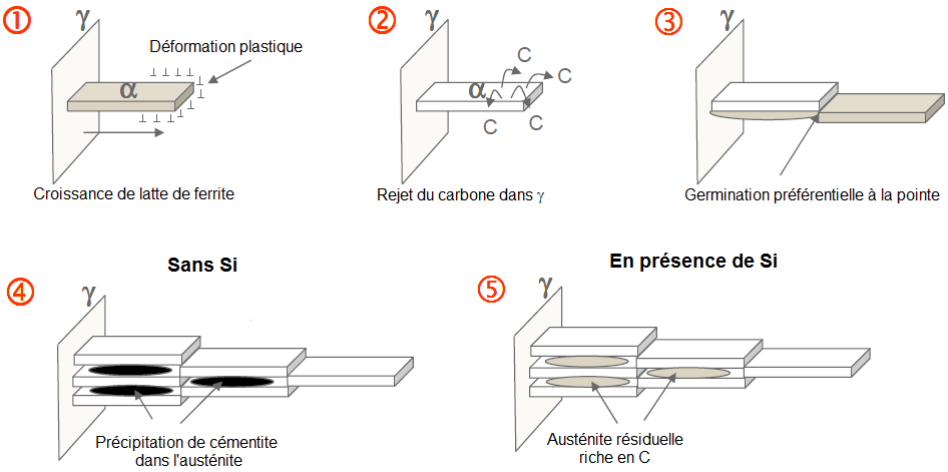


Figure I.8 : Schéma de formation de la bainite en latte par création de sous-unités [Perlade13]

Il existe différentes classifications morphologiques de la bainite. La distinction proposée par Mehl entre **la bainite supérieure** et **la bainite inférieure** est encore largement utilisée [Mehl39]. Elle repose principalement sur la distribution des carbures. Dans ces travaux, la bainite supérieure se forme entre 585°C et 627°C et sa microstructure est constituée de lattes de ferrite longues et étroites avec des particules de cémentite dispersées entre les lattes de façon discontinue. Quant à la bainite inférieure, elle se forme entre 200°C et 400°C et présente deux types de précipités, ceux qui se forment dans l'austénite enrichie en carbone qui séparent les plaquettes de bainite, et ceux qui se forment dans la ferrite sursaturée. Ces deux morphologies sont observables à la fois lors d'un maintien isotherme en-dessous de la température B_s, ou lors d'un refroidissement continu. La bainite supérieure se développe au niveau des joints de grains austénitiques et la bainite inférieure se forme dans l'austénite enrichie en carbone, qui est entourée de la bainite supérieure préformée [Lee08]. Lee et coll. ont aussi montré, que le taux de transformation de bainite supérieure augmente lorsque la taille de grains austénitiques diminue, alors que le taux de transformation de bainite inférieure est indépendant de la taille de grains.

Plus récemment, Zajac et coll. ont proposé une nouvelle définition ou classification de la bainite fondée sur la répartition des angles de désorientation des joints de ferrite bainitique et sur le type de seconde phase présente, dont la formation est directement liée à l'effet des éléments d'alliage sur la cinétique de transformation (Figure I.9) [Zajac05]. Par rapport à la classification de Mehl, les auteurs distinguent en plus **la bainite granulaire**.

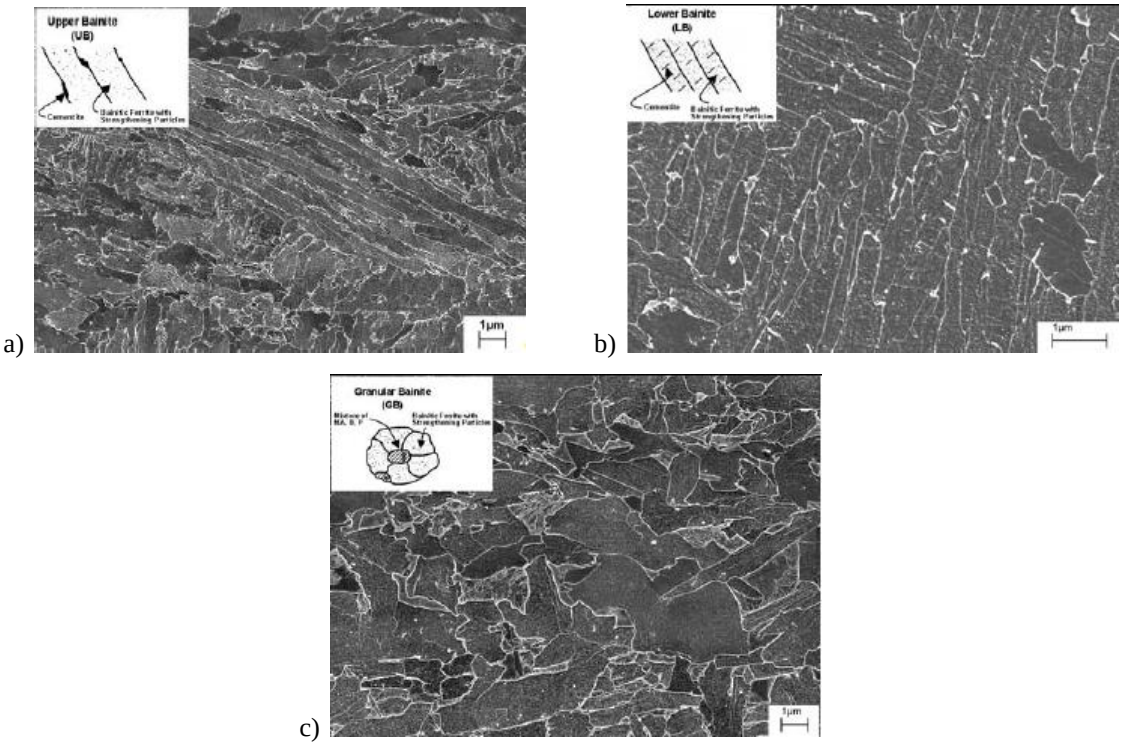


Figure I.9 : Micrographies MEB a) bainite supérieure, b) bainite inférieure et c) bainite granulaire [Zajac05]

La bainite supérieure présente une forte proportion de joints faiblement désorientés (<15°) et peu de joints fortement désorientés (>50°). Le cas inverse est rencontré pour la bainite inférieure. Quant à la bainite granulaire, la distribution des angles de désorientation est plus aléatoire avec un pic diffus vers 45° et un pic mineur vers 20° dû à l'existence d'une sous-structure (Figure I.10). Il est important de noter que les faibles désorientations (<15°) ont deux origines. Premièrement, les désorientations inférieures à 5° proviennent des désorientations entre lattes héritées d'un même variant, dues à la présence de dislocations. Deuxièmement, les désorientations autour de 10° proviennent des désorientations spécifiques entre variants hérités d'un même grain austénitique.

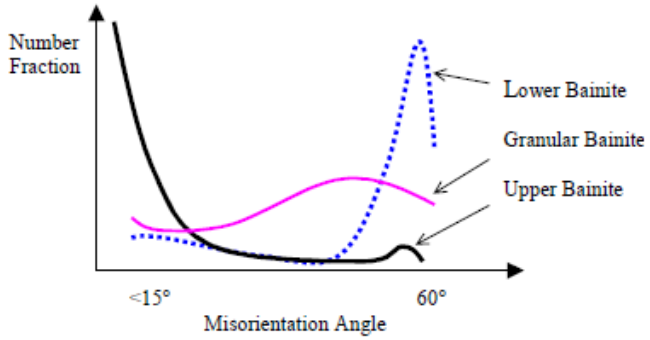


Figure I.10 : Définition de la bainite selon la distribution des angles de désorientation entre grains/lattes [ZAJ05]

Cette différence de distribution spatiale se traduit aussi sur la carte d'orientation par des regroupements de variants proches voisins [Gourges00], [Takayama12]. Soit ces variants partagent le même plan $\{111\}_\gamma$ pour la bainite inférieure (Figure I.11.b), soit ils sont issus du même domaine de Bain pour la bainite supérieure (Figure I.11.f). Ces résultats sont comparés à la martensite, pour laquelle les variants partagent le même plan $\{111\}_\gamma$ (Figure I.11.a).

La bainite est en RO avec l'austénite dont elle est issue, de manière moins stricte que la martensite. La RO suivie par la bainite en latte reste proche de GT [Miyamoto09]. Les RO calculées à partir de la bainite sont projetées sous la forme de ronds noirs dans le graphe présenté en Figure I.6.

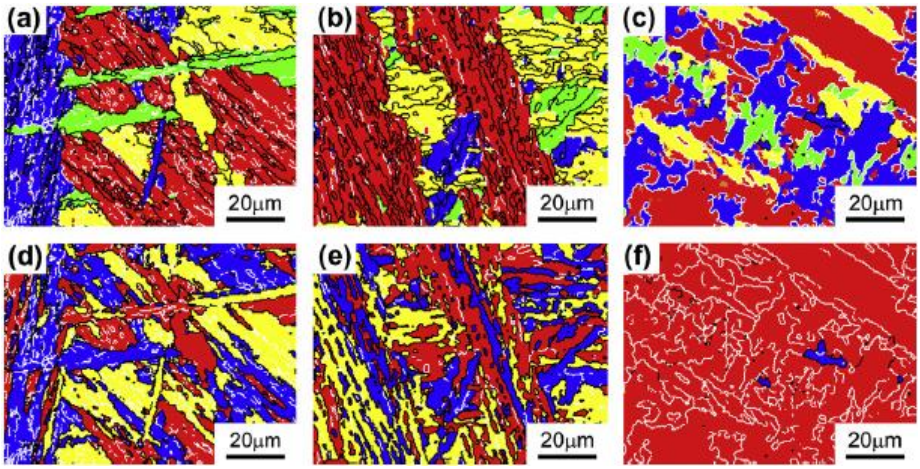


Figure I.11 : Cartes EBSD par regroupement des variants partageant le même plan $\{111\}_\gamma$ (a) de la martensite, (b) de la bainite inférieure, (c) de la bainite supérieure, et (d–f) regroupement des variants appartenant au même groupe de Bain correspondant respectivement aux structures (a–c). Les lignes blanches et noires correspondent respectivement aux joints de grains de faibles ($5° < \theta < 15°$) et fortes désorientations ($\theta > 15°$) pour l'acier 0.15%C-1.5%Mn-0.2%Si [Takayama12]

La **bainite granulaire**, produit de forme granulaire se formant dans le domaine bainitique, n'est pas clairement définie dans la littérature. Suivant les classifications, elle est associée à la ferrite aciculaire ou encore à la ferrite quasi-polygonale [Bramfitt90]. Pour Bhadeshia, il s'agit d'une matrice de grains ferritiques de forme irrégulière (grains ou lattes) à l'intérieur de laquelle sont dispersés des ilots de Martensite/Austénite (M/A) [Bhadeshia02]. Selon l'ISIJ Bainite Committee, terminologie adoptée par ArcelorMittal, la bainite granulaire, constituée de paquets ferritiques de forme granulaire ou équiaxe faiblement désorientés, se distingue des ferrites formées à plus haute température par une forte densité de dislocations [Bainite92]. Selon Bhadeshia, les facteurs favorisant cette morphologie sont une faible teneur en carbone, limitant la présence de carbures, ainsi qu'un refroidissement continu.

La bainite granulaire résulte d'un phénomène de réaction incomplète : le taux de transformation dépend de la vitesse de refroidissement en dessous de la température de début de transformation bainitique [Bhadeshia02]. Cizek et coll., qui utilisent la terminologie définie par l'ISIJ Bainite Committee, suggèrent que la bainite granulaire se développe à partir des premières lattes de ferrite de Widmanstätten, qui ont germé directement sur les joints de grains austénitiques. Cette transformation est complétée par la germination intragranulaire de lattes de ferrite de Widmanstätten [Cizek02]. Il a été également proposé que la ferrite Widmanstätten puisse acquérir progressivement cette forme plus irrégulière qui constitue la bainite granulaire, dite "dégénérée", via un élargissement des lattes localisé et une coalescence des grains [Okaguchi91].

La cinétique de transformation bainitique a fait l'objet de nombreuses études. On peut citer les travaux de Rees et Bhadeshia, qui supposent que la vitesse de germination des sous-unités de ferrite joue un rôle important dans la cinétique globale de transformation ou encore ceux de Quidort, qui développe un modèle de croissance des lattes de bainite supérieure sur le principe que la croissance diffusive de la ferrite est contrôlée par la diffusion du carbone [Rees92] [Quidort02].

La taille de grains γ influence la transformation bainitique. Barford et Owen, et Umemoto et coll. ont rapporté que la vitesse de réaction de la bainite est accélérée par une diminution de la taille de grains γ, tandis que Graham et Axon ont suggéré qu'une structure à grains fins austénitiques devrait retarder la croissance de la bainite [Barford62], [Umemoto82], [Graham59]. Matsuzaki et Bhadeshia ont constaté que deux aciers peuvent présenter des effets opposés de l'évolution de la taille de grains γ sur la vitesse de transformation bainitique. La différence de comportement cinétique est accompagnée par des distinctions évidentes entre les microstructures bainitiques [Matsuzaki99]. Un affinement des grains γ conduit à une accélération de la cinétique de transformation, lorsque la réaction est limitée par un faible taux de croissance. À l'inverse, pour une croissance rapide à partir d'un nombre limité de sites de germination, une réduction de la taille de grains γ diminue le volume total transformé par germe, et par conséquent, retarde la vitesse de réaction globale.

I.3. Accès à la microstructure de l'austénite

Pour comprendre les mécanismes de transformation de phase, il est nécessaire de connaitre plus précisément sa microstructure avant transformation de phase et ainsi déterminer son influence sur les microstructures et microtextures héritées. Dans le cas des aciers bas carbone, tels que ceux utilisés durant cette étude, la connaissance de l'état austénitique à haute température est limitée. Comme nous l'avons vu précédemment, selon la composition chimique de l'acier et les traitements thermiques appliqués, il est difficile de stabiliser l'austénite à température ambiante. Nous proposons ci-dessous une synthèse des différentes méthodes donnant accès à la microstructure et microtexture de l'austénite, de manière directe ou indirecte, avant transformation de phase.

I.3.1. Mesure directe à haute température

I.3.1.1. Microscopie laser confocale LSCM

Une méthode pour caractériser la morphologie des matériaux à haute température est la microscopie laser confocale. Elle permet de suivre en direct les transformations de phase à l'état solide jusqu'à des températures de l'ordre de 1400°C. Les trois transformations de phase caractéristiques des aciers peuvent donc être suivies. La microscopie laser confocale permet de mieux appréhender les changements microstructuraux à l'échelle micrométrique durant des cycles rapides de chauffage ou de refroidissement. Tout d'abord, la transformation ferritique : Phelan a pu observer la formation de ferrite de Widmanstätten dans un acier avec un taux de carbone de 0.18% à 650°C, grâce à la microscopie laser confocale [Phelan05] (Figure I.12).

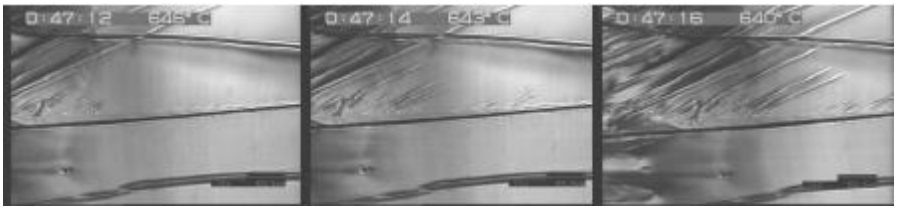


Figure I.12 : Transformation d'un grain d'austénite en lattes de Windmanstätten à partir d'un joint de grain austénitique dans un acier de composition Fe-0.18%C [Phelan05]

Plus récemment, Komizo a eu la possibilité de suivre plusieurs transformations de phase solide dont les transformations ferritique et bainitique [Komizo11]. Il a pu observer la migration ainsi que la morphologie des interfaces durant les transformations de phase des aciers. Durant un refroidissement lent à 1.7°C/s d'un acier Fe-0.12%C, il a pu observer la formation d'austénite résiduelle entre les lattes de ferrite de Widmanstätten (Figure I.13.1). De la même manière dans une étude réalisée avec Zhang D., lors d'un refroidissement à 8°C/s d'un acier Fe-0.15%C, la croissance des lattes de bainite a été suivie : la transformation s'initie ici aux joints de grains (Figure I.13.2) [Zhang09].

En 2012, Zhang S. a suivi le développement des lattes de martensite au microscope confocal lors d'un refroidissement à 33°C/s [Zhang12]. La composition de l'acier 0.018%C-13%Cr-9%Ni abaisse le point M_S tel que la transformation s'observe pour des températures allant de 135 à 60°C. Ces observations montrent que la martensite se forme bien aux joints de grains austénitiques (Figure I.14). Lorsque la température diminue, la formation des blocs et paquets de lattes est clairement visible (flèches Figure I.14.c). L'austénite résiduelle dans chaque paquet se transforme progressivement en fines lattes de martensite.

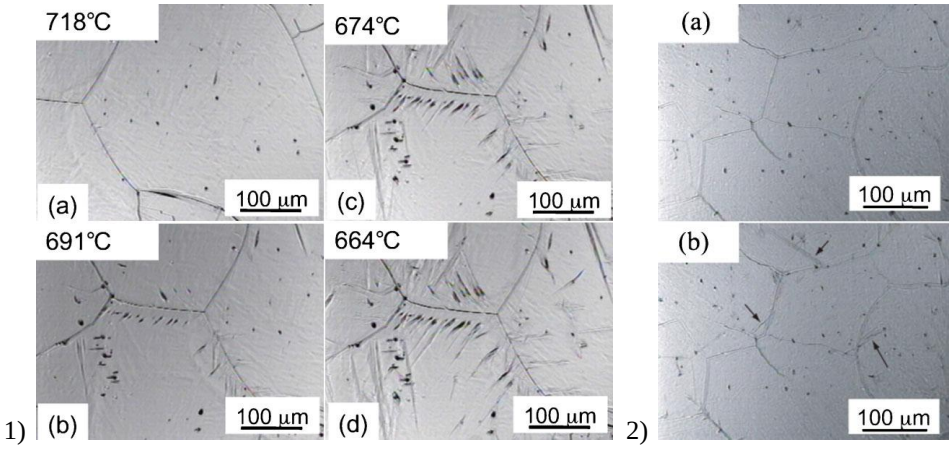


Figure I.13 : Observations instantanées au LSCM 1) d'un acier Fe-0.12%C durant le refroidissement à -1.7°C/s et 2) de la croissance de lattes de bainite dans un acier Fe-0.15%C durant le refroidissement à 8°C/s [Komizo11]

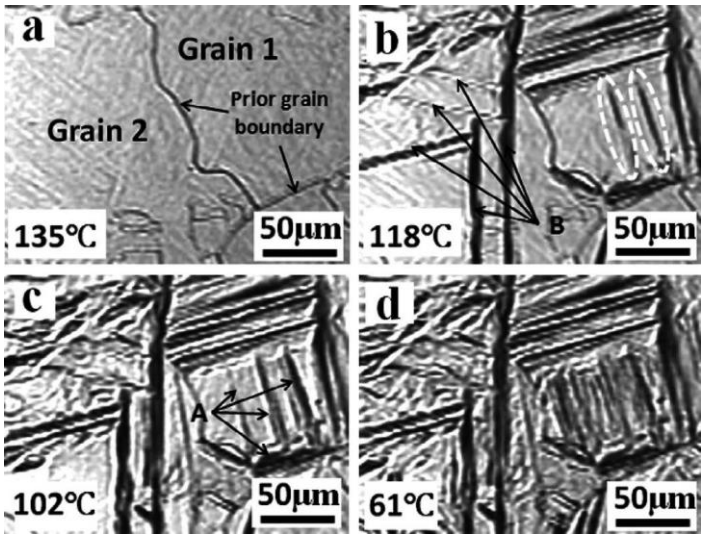


Figure I.14 : Observations instantanées au LSCM d'un acier 0.018%C-13%Cr-9%Ni lors de la transformation martensitique avec un refroidissement de 33°C/s [Zhang12]

I.3.1.2. Mesures par ultrason

Le suivi des transformations de phases est possible en utilisant la technique du laser-ultrasonique. Cette méthode est une alternative à la dilatométrie, car elle ne nécessite pas de contact et n'est pas destructive [Kruger06]. Les changements de vitesse des ultrasons sont directement corrélés avec la fraction transformée. La décomposition de l'austénite peut être estimée avec une simple loi des mélanges. Ce qui permet, même lors d'essai de déformation, de connaître la quantité exacte d'austénite. De plus les ultrasons ne sont pas sensibles au carbone en solution solide. Durant ses travaux, Dubois a non seulement suivi la transformation de phase ferritique avec une vitesse de refroidissement de 1°C/s [Dubois98], mais aussi l'évolution de la taille des grains austénitiques pour des températures de maintien allant de 1050°C à 1200°C [Dubois00]. Il relie l'atténuation des ondes ultrasonores à la taille de grains pour différents aciers tels que A36 (0.17%C-0.74%Mn) et un acier IF (0.0028%C-0.17%Mn-0.035%Ti) (Figure I.15).

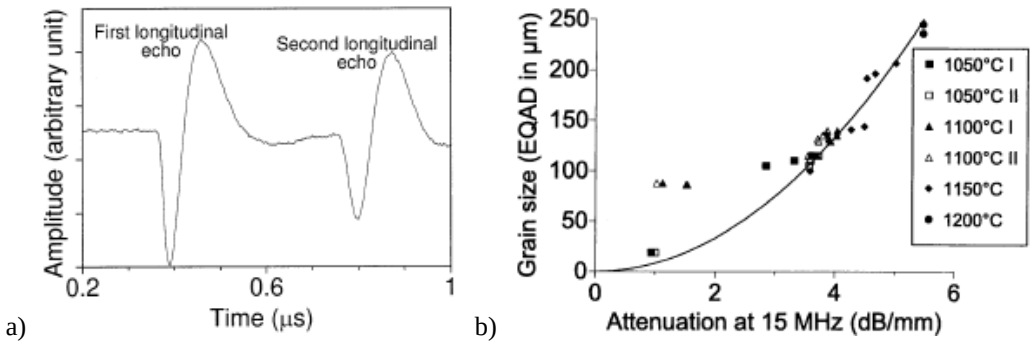


Figure I.15 : a) Deux premiers échos ultrasons obtenu pour un acier IF à 1100°C et b) Évolution de la taille de grains austénitiques dans l'acier A36 mesurée par métallographie et comparée à l'atténuation à 15MHz obtenue pour une température de 1100°C [Dubois00]

Enfin, Sarkar et coll. ont utilisé les ultrasons pour suivre à la fois l'évolution de la taille de grains austénitiques, mais aussi la recristallisation de l'austénite après déformation à chaud sur des aciers bas carbone (0.05%C) avec différents éléments d'alliages [Sarkar08]. Les temps de début (5%) et de fin (95%) de recristallisation peuvent être estimés. Les tailles de grains estimées sont fiables à 20%. Bien que ce système de mesure présente de nombreux avantages, il est onéreux et ne convient pas aux échantillons trop texturés. Cette méthode reste donc principalement utilisée par les industriels, comme technique de contrôle non destructif.

I.3.1.3. Mesures de texture et suivi de transformation de phase par diffraction des rayons X

Les mesures de texture de l'austénite à haute température in-situ sont rares, elles sont réalisées principalement par diffraction des rayons X. On peut citer les travaux de Bruckner, qui ont suivi l'évolution de la texture de l'austénite d'un acier bas carbone faiblement allié (0.065%C-1%Mn) lors d'une transformation $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ jusqu'à 950°C sur un goniomètre de texture [Bruckner01]. De même, Wenk a mesuré la texture austénitique à 950°C d'un acier très bas carbone (19ppm) par diffraction des neutrons [Wenk07].

Bruckner et Wenk se sont intéressés à des transformations de phase sans déformation dans le domaine austénitique. Les travaux de Yada se sont principalement intéressés à la formation de ferrite lors de la déformation à chaud de l'austénite par torsion [Yada00]. Ils ont pu établir dans des aciers contenant 0.0008 à 0.29% de carbone, que de la ferrite se formait bien à la température de déformation, qui est supérieure à Ar_3. La Figure I.16 représente un schéma du dispositif de mesure utilisé par Yada. Quelques années plus tard, Basabe et Jonas ont obtenu des résultats similaires sur un acier 0.09%C-0.02%Si-1.3%Mn-0.036%Nb déformé par torsion au-dessus de Ar_3 [Basabe10].

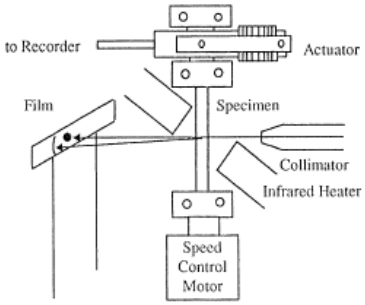


Figure I.16 : Schéma d'un montage in-situ de mesure par diffraction des rayons X [Yada00]

Plus récemment, Zhang et coll. ont suivi en temps réel l'évolution de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ à la fois par rayonnement synchrotron et par microscopie confocale dans un acier Fe-0.15%C [Zhang09]. La Figure I.17 illustre les diagrammes de diffraction que l'on peut obtenir durant la transformation ferritique. Enfin, on peut citer les travaux de Stone et de Chen sur le suivi de la transformation bainitique par diffraction des rayons X sur des aciers de composition 0.79%C-1.56%Si-1.98%Mn [Stone08] et 0.83%C-2.15%Si-0.47%Mn [Chen09]. Ces analyses in situ ont permis de montrer que l'austénite résiduelle entre les lattes de bainite est homogène avant la transformation bainitique isotherme et que cette dernière est thermodynamiquement incomplète. Ces résultats appuient la théorie displacive de la croissance bainitique.

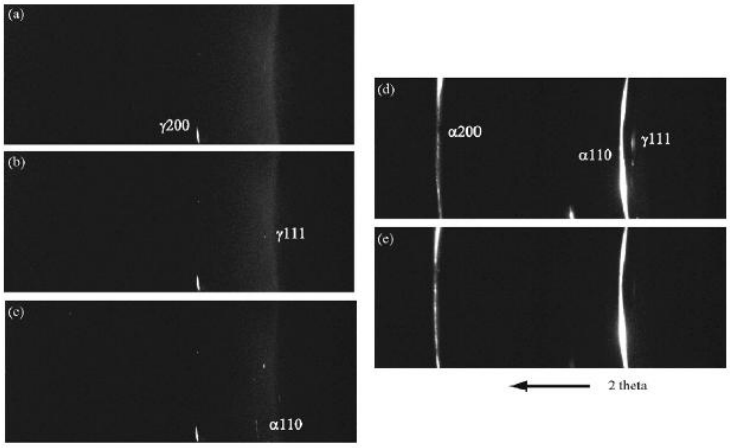


Figure I.17 : Diagrammes de diffraction obtenus lors du refroidissement de la transformation ferritique (842-380°C) a) 842°C, b) 790°C, c) 618°C, d) 470°C, e) 380°C [Zhang09]

I.3.1.4. Electron BackScatter Diffraction (EBSD)

Les mesures directes de texture par EBSD sont rares : il est cependant possible d'effectuer de telles mesures comme par exemple sur du quartz ou du titane [Seward02]. Les temps de mesure doivent être le plus court possible pour limiter le mouvement des interfaces durant la mesure. Une autre limitation de la méthode de mesure est l'indexation des clichés de Kikuchi : elle est plus difficile avec l'augmentation de la température, due à la dégradation de la qualité des clichés [Garmestani99]. Kirch et coll. ont utilisé l'EBSD à haute température pour caractériser la morphologie des grains et le déplacement des joints de grains lors des transformations de phases d'aciers bas carbone (Figure I.18) [Kirch08].

Toujours dans le cas d'aciers bas carbone, Lischewski et coll. ont pu déterminer la localisation des premiers germes d'austénite, préférentiellement au niveau des joints triples ferritiques, ainsi que la relation d'orientation avec leur environnement à l'aide de mesures d'orientation à haute température par EBSD [Lischewski11].

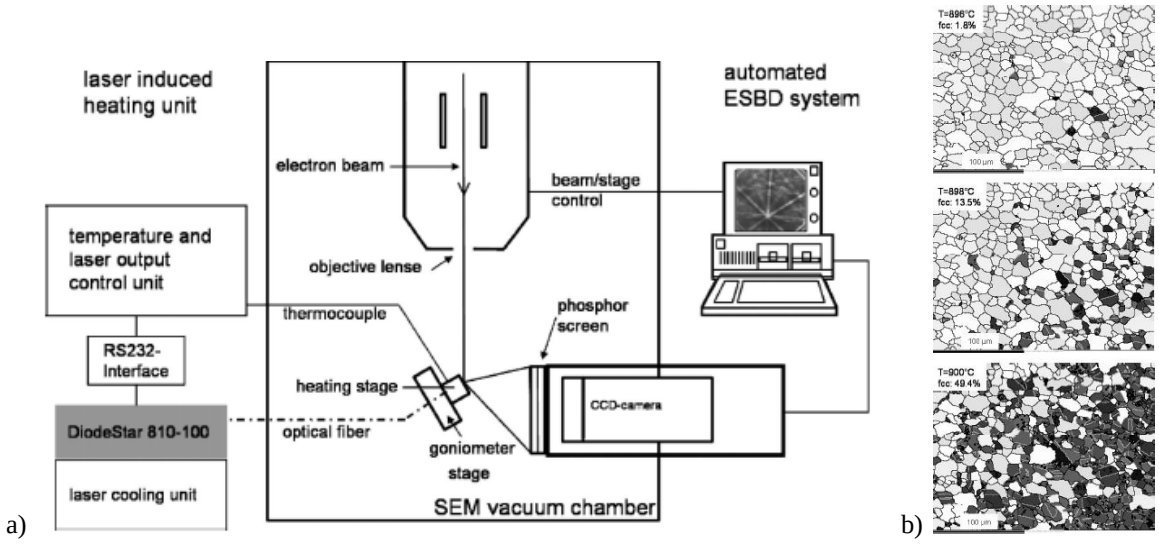


Figure I.18 : a) Croquis du montage pour suivi in situ en EBSD, b) Cartes EBSD montrant l'évolution de la microstructure d'un acier bas carbone durant la transformation de phase $\alpha \rightarrow \gamma$ (grains blancs : fer α, grains noirs : fer γ) [Kirch08]

I.3.2. Mesure indirecte

I.3.2.1. Austénite résiduelle - comparaison avec des matériaux modèles

Certains aciers, comme les aciers TRIP (Transformation Induced Plasticity), permettent de stabiliser l'austénite à température ambiante sous forme d'austénite résiduelle. On peut citer les travaux de Hutchinson, lors desquels il obtient directement une mesure de la texture de laminage à chaud d'un acier faiblement allié grâce à l'austénite résiduelle par diffraction des rayons X [Hutchinson98]. Avec un acier de composition 0.20%C-1.67%Mn-1.56%Si, il est possible d'obtenir jusqu'à 9% d'austénite résiduelle. Ces travaux permettent de combler des manques dans la littérature sur l'origine des sélections de variants et des textures de transformation lors de la transformation de phase au refroidissement de l'austénite. Van Dijk et coll. se sont intéressés quant à eux à la stabilité de l'austénite résiduelle, toujours pour des aciers TRIP par diffraction des rayons X et lors du refroidissement de la température ambiante à -173°C [VanDijk05].

Il a été démontré qu'il est aussi possible de suivre l'évolution de l'austénite déformée à chaud grâce à des matériaux modèles tels que l'alliage Fe-70%Ni. Contrairement aux aciers conventionnels C-Mn, où la structure austénitique n'est pas stable à température ambiante, cet alliage permet de caractériser directement après trempe les structures déformées CFC à haute température. Parmi les différents travaux sur l'alliage Fe-70% Ni, on peut citer les travaux de Hurley et de Réglé et coll. [Hurley01], [Regle04]. Hurley et coll. ont montré que l'alliage Fe-70%Ni peut être utilisé comme matériau modèle pour un acier contenant 0.15%C en comparant les courbes rhéologiques obtenues durant des essais de compression à chaud. Alors que Réglé et coll. ont comparé les mesures de texture de recristallisation faites par diffraction des rayons X sur un acier TRIP contenant 20% d'austénite résiduelle avec celles obtenues sur l'alliage Fe-70%Ni : les fonctions de distributions des orientations obtenues sont proches (Figure I.19).

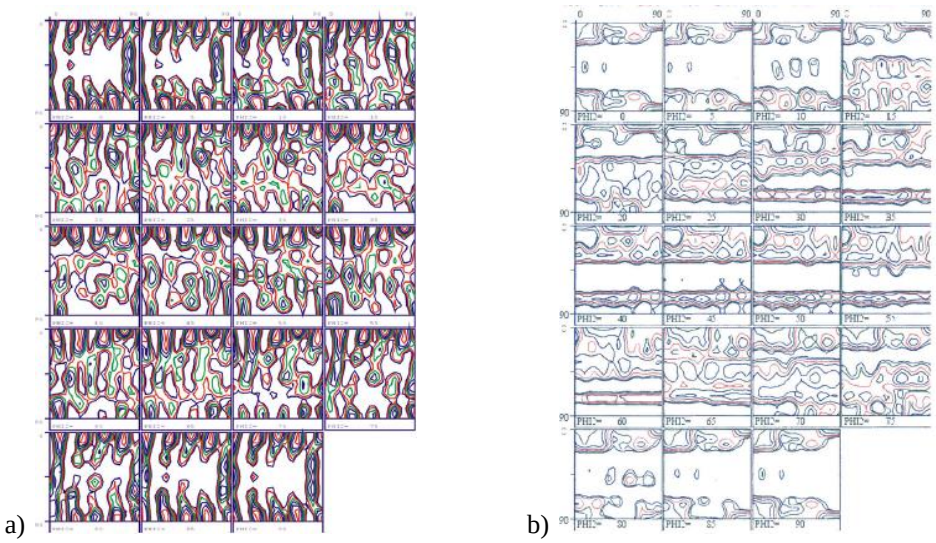


Figure I.19 : Fonctions de distribution des orientations (sections de φ_2) des textures de recristallisation des échantillons laminés à 50% à 800°C et maintenus 1000s à cette température a) Fe-70%Ni b) Austénite de l'acier TRIP 0.6%C-1.5%Si-1.5%Mn [Regle04]

Plus récemment, Taylor et Cizek se sont intéressés à l'acier 304SS et à l'alliage Fe-70%Ni comme matériaux modèles pour étudier le comportement de l'austénite dans un acier C-Mn pendant les traitements thermo-mécaniques [Taylor11]. Ils sont arrivés à la conclusion que l'alliage Fe-70%Ni est un meilleur modèle que l'acier 304. En effet, à plus basse température de déformation tout en restant dans le domaine austénitique, la plus faible énergie de fautes d'empilements de l'acier 304SS ne permet pas de reproduire le comportement rhéologique d'un acier C-Mn.

I.3.2.2. Attaques pour révéler les anciens grains austénitiques

Il est possible d'obtenir plus d'informations morphologiques sur l'austénite avant refroidissement, et donc juste avant la transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha$. Tout particulièrement les anciens joints de grains austénitiques peuvent être révélés à l'aide de deux moyens différents : les attaques chimiques et les attaques thermiques.

La principale attaque chimique utilisée pour révéler la microstructure austénitique est l'attaque Béchet-Beaujard, solution aqueuse saturée d'acide picrique additionnée d'un agent mouillant et éventuellement d'une faible quantité d'acide chlorhydrique pouvant donner de bons résultats [Bechet55], [Garcia01]. L'efficacité dépend de la concentration en phosphore de l'acier étudié. Le phosphore, présent en faible quantité, est ségrégé aux joints de grains austénitiques durant les traitements thermiques dans le domaine austénitique. Ces zones riches en phosphore sont attaquées préférentiellement par le réactif. Le résultat d'une attaque est illustré en Figure I.20. On observe que les contours des anciens grains austénitiques sont bien révélés par l'attaque, mais ne sont pas toujours fermés. Le résultat de l'attaque dépend beaucoup de la composition de l'acier et des conditions d'attaque (température, agent mouillant utilisé).

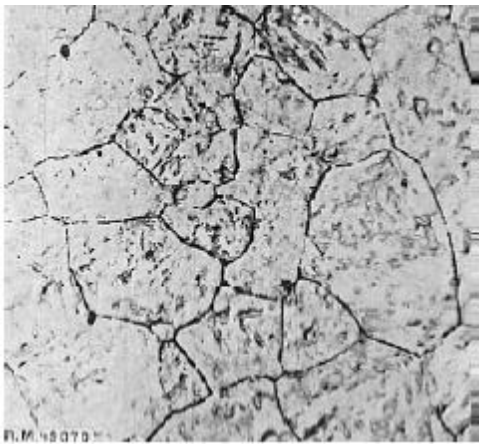


Figure I.20 : Attaque Béchet-Beaujard d'un acier 40CV5 [Bechet55]

L'attaque thermique permet de révéler la microstructure des anciens grains austénitiques (Figure I.22.a). Elle consiste à monter l'acier en température dans le domaine austénitique sous atmosphère inerte, l'échantillon étant préalablement poli-miroir. Une atmosphère inerte est nécessaire pour éviter toute oxydation de l'échantillon qui masquerait alors les anciens joints de grains. Durant l'austénitisation, des gorges se forment à l'interface des joints de grains austénitiques avec la surface polie. Ces gorges restent intactes après refroidissement et sont clairement visibles à température ambiante, détourant ainsi les anciens grains austénitiques. Cependant, à très haute température, ces gorges peuvent interférer avec le déplacement des joints de grains austénitiques et conduire à une mauvaise évaluation de la taille de grains. La taille de grains observée en moyenne reste toutefois similaire à celle observée suite à une attaque chimique. La formation de ces gorges est due à un équilibre thermodynamique entre l'énergie de joints de grains γ_b et les énergies de surface des surfaces libres γ_s (Figure I.21.a). Selon Mullins, cet équilibre se produit par des mécanismes de diffusion en surface et en volume, ainsi que par un mécanisme d'évaporation-condensation (Figure I.21.b) [Mullins57].

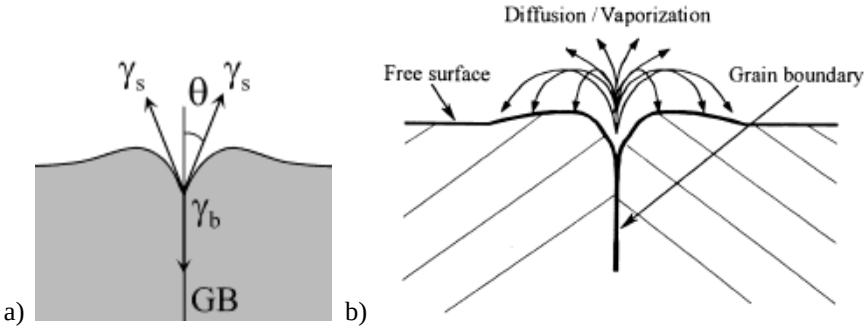


Figure I.21 : a) Formation de gorges aux joints de grains par attaque thermique [Rabkin01], b) mécanismes de formation des gorges par attaque thermique [Garcia03]

Le grossissement des grains pendant l'attaque peut conduire à l'observation de joints nommés joints de grains fantômes (Ghost PAGB, Figure I.22.b). Ces joints correspondent aux traces des anciens joints de grains attaqués au début du traitement thermique et non totalement remplis par diffusion des atomes de fer à la surface, une fois le joint de grain déplacé. Ces joints fantômes nuisent à l'observation des anciens grains austénitiques. L'utilisation de la microscopie optique à contraste interférentiel différentiel (ou microscopie Nomarski) permet d'améliorer le contraste des anciens joints de grains observés après attaque. Une trempe après traitement peut permettre de supprimer ces joints de grains fantômes [SanMartin10].

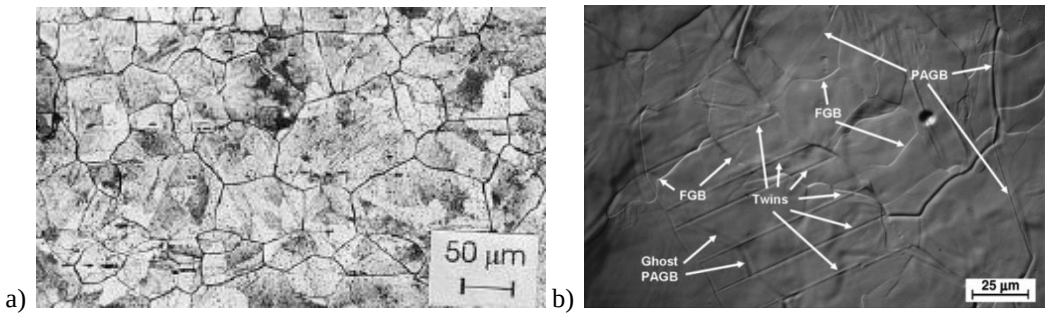


Figure I.22 : a) Micrographie optique d'anciens joints de grains γ révélés par attaque thermique à 1100°C pour un acier 0.37%C-1.45%Mn-0.56%Si-0.015%Ti-0.11%V [Garcia01] et b) Micrographie optique obtenue par microscopie Nomarski d'un acier 0.03%C-1.4%Mn-0.3%Si après traitement à 1150°C [SanMartin10]

I.3.2.3. Restitution des caractéristiques austénitiques par méthode cristallographique

Il est possible de remonter à la microstructure et microtexture de l'austénite à partir des microstructures héritées à température ambiante. Comme nous l'avons décrit précédemment en section I.2.2.2, il existe des relations d'orientations (RO) entre l'austénite et les produits de transformation, qui sont suivies plus strictement lors des transformations martensitique et bainitique, que lors de la transformation ferritique. Les RO peuvent être décrites comme des rotations mettant en coïncidence le repère du cristal parent avec celui du cristal hérité. Il est donc possible, connaissant l'orientation des grains du fer α, de remonter à l'orientation du fer γ. Le produit des 24 éléments de symétrie du réseau cubique de l'austénite et de la RO conduit à 24 rotations différentes exprimant 24 orientations différentes possibles de la phase héritée par rapport au cristal parent. Ces 24 orientations sont nommées variants cristallographiques.

Parmi les méthodes pour restituer la microtexture de l'austénite, on peut citer les travaux théoriques de Humbert et coll. permettant de déterminer la texture parente à partir de la texture héritée [Humbert95]. La procédure de calcul mise en place consiste à rechercher la fonction de densité des orientations parente à l'aide d'un algorithme de minimisation. La positivité de la solution recherchée est imposée. Cette procédure permet de calculer la texture parente à partir d'une texture héritée sans ou avec peu de sélection de variants [Humbert00]. Cette méthode est efficace lorsque la RO est suivie strictement. Si la dispersion de la RO est trop importante, la méthode ne permet plus de déterminer de façon quantitative la texture parente.

Par la suite, des méthodes utilisant les données EBSD sont développées pour restituer la microstructure parente. Les premières méthodes ne nécessitent pas la connaissance des anciens joints de grains parents. Elles ont été développées principalement pour la transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha$ du titane [Gey03], [Germain07]. Germain et coll. recherchent des ensembles de variants voisins de proche en proche : chaque variant doit présenter une désorientation spécifique avec ses voisins, mais également avec un des variants, choisi aléatoirement. L'orientation du grain parent (compatible avec la majorité des variants sélectionnés) est alors calculée à partir de la méthode développée par Humbert et coll. Cette méthode nécessite la présence d'une RO suivie strictement entre les deux phases. Les variants qui ne sont pas en relation d'orientation avec le parent, sont rejetés et sont utilisés dans l'identification d'un autre contour parent.

Cayron et coll. proposent une méthode de reconstruction à partir des données EBSD pour n'importe quelle transformation de phase [Cayron06-a]. Ils ont été les premiers à appliquer une méthode de reconstruction à la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ des aciers. Cette méthode s'appuie sur la théorie des groupoïdes pour établir les contours parents et ne nécessite pas de résoudre d'équations [Cayron06-b]. La Figure I.23 présente une cartographie d'un acier martensitique et la restitution de la microstructure parente obtenue par cette méthode. Les couleurs choisies pour chaque grain austénitique parent correspondent à la couleur de l'un des grains hérités. Cette reconstruction a été réalisée sans calculer l'orientation du grain parent et sans utiliser l'austénite résiduelle. Sur la carte Figure I.23b, on peut encore observer quelques petits grains martensitiques isolés parmi les grains équiaxes austénitiques reconstruits et les contours des grains austénitiques ne sont pas nettement résolus.

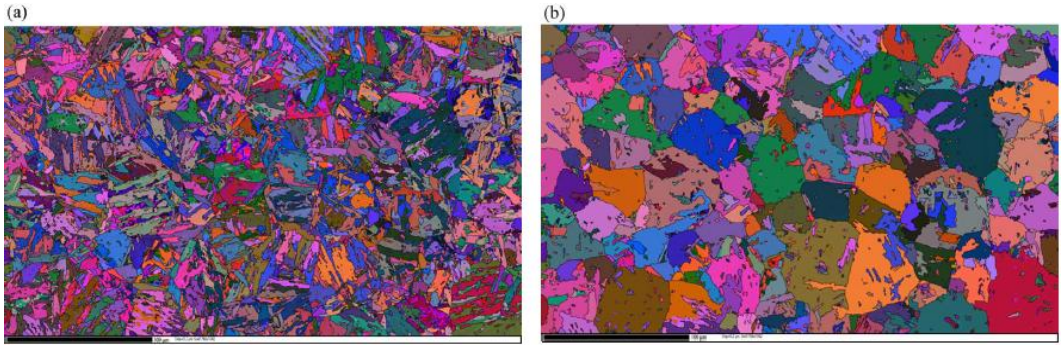


Figure I.23 : a) Carte EBSD initiale des grains de martensite et b) grains austénitiques reconstruits avec la relation d'orientation de Nishiyama-Wassermann [Cayron06-a]

Récemment, Germain et coll. ont appliqué leur méthode, initialement destinée à la transformation hexagonale des alliages de titane, aux aciers bas-carbone [Germain12]. La reconstruction dans les aciers nécessite une attention toute particulière due au nombre élevé de domaines ambigus. Les principales raisons de ce nombre élevé de domaines ambigus sont les suivantes : la spécificité des RO, la fraction élevée de macles dans l'austénite et enfin les mécanismes de sélection de variants. Des erreurs importantes peuvent alors survenir dans la carte austénitique calculée. Si les domaines ambigus ne sont pas correctement identifiés, la présence de macles peut être ignorée.

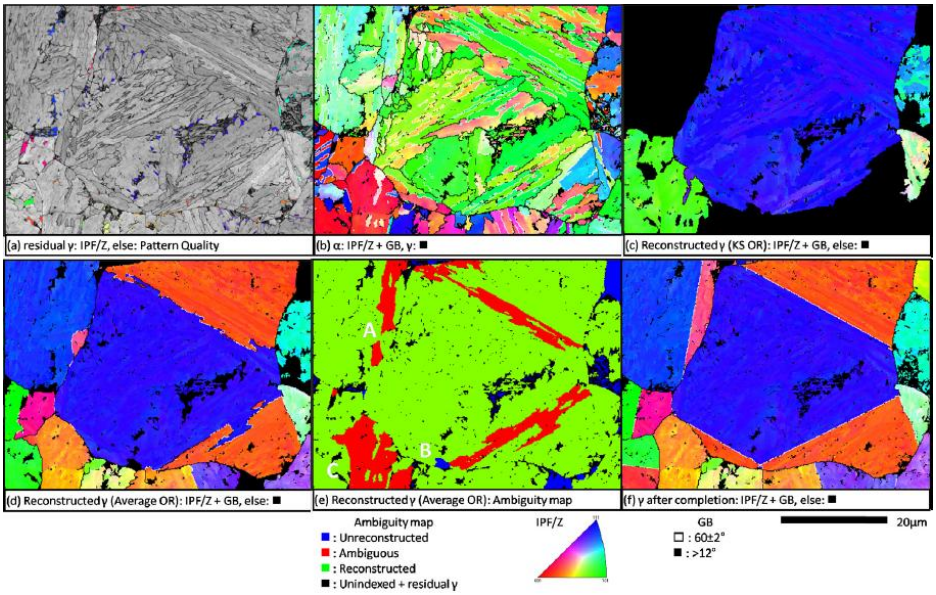


Figure I.24 : Cartes initiales d'orientation a) de l'austénite résiduelle superposée au contraste de bande de la bainite, b) de la bainite et cartes reconstruites de l'austénite c) avec KS, d) avec la RO moyenne, e) carte des ambiguïtés enregistrées durant la reconstruction et f) reconstruction finale de l'austénite [Germain12]

Comme la RO est souvent approximativement connue dans les aciers, Germain et coll. ont démontré que l'utilisation d'une RO moyenne ou directement déduite à partir des données EBSD améliore de manière significative la reconstruction, comme le montre la reconstruction d'une carte bainitique illustrée en Figure I.24. La recherche de la RO optimisée est réalisée en exprimant les rotations imposées par la RO à l'aide des quaternions et à partir d'un nombre suffisant de variants hérités d'un même grain parent [Humbert11].

Miyamoto et coll. ont proposé une autre méthode numérique pour déterminer localement la RO et l'orientation du grain austénitique. Ils l'ont appliquée à des structures martensitiques (Figure I.25) et bainitiques [Miyamoto10], [Miyamoto11]. Cette méthode utilise les orientations des variants hérités pour évaluer grossièrement l'orientation du parent grain austénitique à partir de la RO de KS ou de NW. La RO et l'orientation estimée du grain austénitique sont ensuite modifiées de manière à minimiser l'écart angulaire avec les variants expérimentaux et les variants hérités théoriques avec cette RO. Lorsque le minimum est atteint après itération, la RO et l'orientation du grain parent obtenues sont considérées comme étant la meilleure combinaison. Cette méthode sous-entend au préalable la connaissance des anciens joints de grains austénitiques et restitue la texture grain par grain.

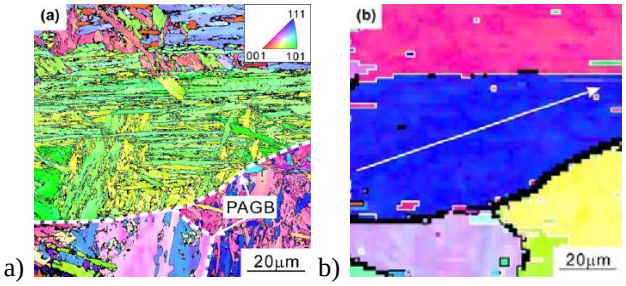


Figure I.25 : Cartes d'orientation a) des lattes de martensite et b) de l'austénite reconstruite [Miyamoto10]

Abbasi et coll. se servent quant à eux de la détection des zones de Bain pour reconstruire la structure de l'ancien grain austénitique [Abbasi12]. La reconstruction du grain austénitique se fait en trois étapes. La première étape consiste à identifier et à regrouper les zones Bain dans la figure de pôles {001}. La seconde étape consiste à attribuer les grains de ferrite provenant d'une même zone de Bain à un ancien grain austénitique. La dernière étape est une étape d'itération des deux précédentes afin de reconstruire l'ensemble des grains d'austénite. Un exemple de reconstruction est illustré en Figure I.26. Une des limites de cette technique de reconnaissance de forme est qu'elle nécessite des zones de Bain relativement bien définies (nombre élevé de variants) afin de reconstruire efficacement les grains d'austénite. De plus, cette technique de reconstruction n'est pas en mesure de donner l'orientation cristallographique de l'austénite. Une approche distincte est nécessaire pour déterminer l'orientation cristallographique des grains ainsi reconstruits.

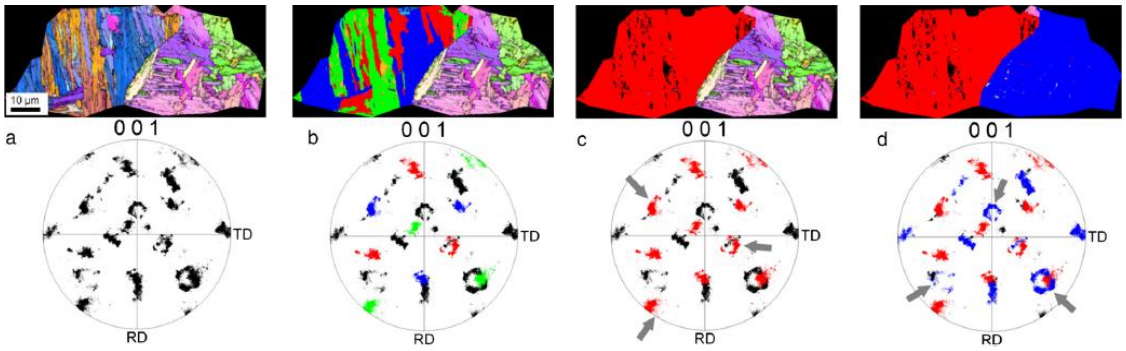


Figure I.26 : a) Cartographie d'orientation de la bainite et figure de pôles {001}, b) Mise en évidence des lattes de bainite appartenant à différentes zones de Bain, c) Grain austénitique n°1 reconstruit (rouge) d) Reconstruction complète des deux grains austénitiques [Abbasi12]

I.4. Comportement en déformation à chaud de l'austénite

I.4.1. Généralité sur le comportement à chaud des matériaux à faible énergie de faute d'empilement

I.4.1.1. Énergie de fautes d'empilements (EFE)

Le comportement en déformation à chaud des matériaux CFC dépend fortement de leur énergie de faute d'empilement (EFE). L'EFE correspond à un excès d'énergie provoqué par un défaut dans l'empilement compact des plans denses ABCABC. C'est donc une énergie par unité de surface de défaut [Weertman70] et est fonction de la composition chimique. Cependant la détermination de l'EFE d'un matériau fait souvent débat dans la littérature et les données issues de méthodologies différentes de détermination sont souvent difficilement comparables.

Il est admis que le fer γ fait partie de la classe des matériaux à faible EFE (quelques dizaines de mJ/m^2), tout comme le laiton (20 mJ/m^2) et les aciers austénitiques 304 (21 mJ/m^2). Les alliages Fe-70%Ni ont une EFE intermédiaire de 75 mJ/m^2. Ils ont cependant un comportement similaire aux matériaux à faible EFE lors de la déformation à chaud. Le fer γ se distingue donc des matériaux à forte EFE (quelques 100 mJ/m^2) comme l'aluminium (166 mJ/m^2), le nickel (128 mJ/m^2), le fer α, le titane β et les aciers ferritiques.

I.4.1.2. Mécanismes de déformation à chaud

L'EFE est l'un des paramètres qui détermine le mécanisme activé durant la déformation à chaud. Quand le matériau est déformé, l'énergie de faute d'empilement diminue progressivement. Dans les matériaux à faible EFE, les dislocations sont fortement dissociées et par conséquent peu mobiles. Leur réarrangement se fait principalement par glissement planaire de type {111}. Le glissement dévié est inhibé. La restauration dynamique est donc limitée.

Le réarrangement des dislocations en sous-joints est difficile. L'écrouissage est donc important, ce qui conduit à l'accumulation locale d'importantes densités de dislocations dans le matériau. L'énergie élastique ainsi stockée constitue une force motrice suffisante pour provoquer, à température élevée, la germination de nouveaux grains. On parle de recristallisation dynamique discontinue.

Les germes de nouveaux grains recristallisés se forment principalement au niveau des anciens joints de grains déformés. Le germe a une faible densité de dislocations et est séparé de la matrice environnante par des interfaces de fortes désorientations. Plusieurs mécanismes sont susceptibles de produire ces germes, comme la rotation accélérée d'un sous-grain particulier, la coalescence de sous-grains adjacents ou les bandes et macles de déformation [Humphrey04]. Dans le cas de la recristallisation dynamique, ces germes apparaissent donc le long des joints de grains avec de fortes désorientations.

La recristallisation dynamique discontinue s'initie à partir d'une déformation critique ε_c, légèrement inférieure à la déformation correspondant au maximum de la courbe contrainte-déformation ε_m. Elle est donnée par la relation : $\varepsilon_c = \frac{5}{6}\varepsilon_m$ [Jonas09]. La déformation critique diminue avec la vitesse de déformation ou lorsque la température de déformation augmente.

I.4.1.3. Allure des courbes contrainte-déformation à chaud

Les courbes 'contrainte déformation' qui découlent des mécanismes mis en jeu lors de la déformation à chaud des matériaux à faible EFE ont l'allure schématisée en Figure I.27. La phase d'écrouissage est généralement suivie d'un maximum unique, plus prononcé que dans le cas des matériaux à forte EFE. Le régime stationnaire est atteint pour des déformations faibles ($\varepsilon<1$). De plus, aux faibles vitesses de déformation et aux températures élevées, le palier stationnaire n'est atteint qu'après une série d'oscillations d'amplitude décroissante.

La contrainte d'écoulement est fonction de nombreux paramètres. Entre autres, elle augmente avec la vitesse de déformation, mais diminue avec l'augmentation de la température de déformation.

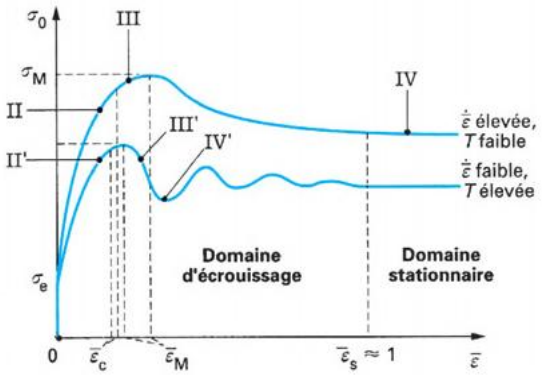


Figure I.27 : Schéma de l'évolution des courbes contrainte-déformation des métaux à faible énergie de faute d'empilement [Montheillet09]

I.4.2. Revue bibliographique concernant la déformation à chaud de l'austénite

I.4.2.1. Modèle pour l'austénite dans les aciers bas-carbone

Pour les aciers bas carbone, nous rappelons qu'il est difficile voire impossible de figer la structure de déformation austénitique, car la transformation de phase ne peut être évitée lors du refroidissement. Par conséquent, les différents auteurs ont cherché comme modèle des matériaux à EFE proche - ou ayant un comportement rhéologique proche - pour évaluer les évolutions des microstructures et de texture de l'austénite déformée à chaud.

La détermination de l'EFE des matériaux est sujette à débat. Pour les aciers bas carbone contenant quelques % de Mn, on se réfère souvent aux travaux de Charnock and Nutting pour la détermination de matériaux modèles [Charnock67]. Il est à noter dans le choix du modèle, que le carbone a pour effet d'augmenter l'énergie de fautes d'empilements comme le montre la Figure I.28. Ces auteurs montrent également que l'EFE n'est pas modifiée significativement lorsque les éléments d'alliages sont présents en faible quantité. Le silicium est connu pour diminuer l'énergie de fautes d'empilement [Furukawa89, Grässel98, Frommeyer03]. L'effet du manganèse quant à lui dépend de sa teneur : l'augmentation du taux de manganèse diminue l'énergie de faute d'empilement jusqu'à un minimum puis le ré-augmente [Cotes04].

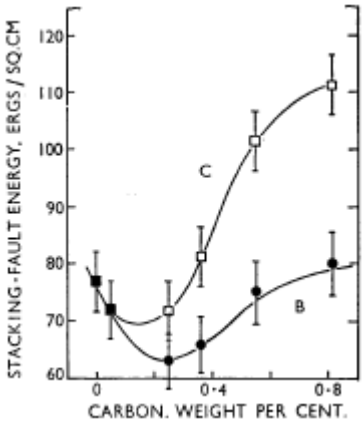


Figure I.28 : Effet du taux de carbone sur l'énergie de fautes d'empilements de l'austénite. La courbe B est obtenue par les calculs de Gjostein. La courbe C prend en compte l'hypothèse que le carbone n'influence pas l'énergie des joints de grains [Charnock67]

Les auteurs choisissent principalement les alliages Fe-70%Ni et Fe-30%Ni comme matériaux modèles pour la déformation à chaud de l'austénite dans les aciers bas carbone faiblement alliés [Hurley01], [Cho04], [Beladi05], [Abbod07]. Pour ces matériaux, la même méthodologie est utilisée pour déterminer l'EFE des modèles et celle de l'acier à modéliser [Charnock67]. La littérature s'accorde à dire que, des matériaux avec des EFE équivalentes, ont des comportements proches en déformation à des températures supérieures à 700°C. Les aciers austénitiques 304 peuvent aussi être pris comme modèle de l'austénite à haute température, car ils ont un plus faible coût de fabrication [Taylor11]. L'austénite peut tout de même être piégée en faible quantité et analyser à température ambiante en utilisant les aciers TRIP (Transformation Induced Plasticity) [Verlinden01], [Regle04].

I.4.2.2. Comportement rhéologique

Le comportement rhéologique des matériaux modèles Fe-30%Ni, Fe-70%Ni et 304 est proche en compression à chaud dans des gammes de températures allant de 700 à 1100°C [Hurley01], [Abbod07], [Taylor11]. Les travaux de Hurley et coll. comparent le comportement en compression uniaxiale d'un acier contenant 0,15%C à celui de l'alliage Fe-70%Ni. La Figure I.29 reprend les courbes contrainte-déformation pour les deux nuances. On retrouve l'allure générale des courbes contrainte-déformation des matériaux à faible EFE pour l'acier 0,15%C, sur une gamme de température allant de 800° à 1100° et des vitesses variant de 0.07 à 70s^{-1}. Pour des températures supérieures à 800°C, un maximum de contrainte est atteint pour des déformations faibles suivi d'un régime stationnaire pour des déformations inférieures à 1.

Dans le cas de l'acier 0,15%C, la Figure I.29.1.a illustre l'effet de la température de 800° à 1100° pour une vitesse de déformation de 0,7s^{-1}. On voit que la recristallisation dynamique ne se produit pas à 800°C. À 900°C et au-dessus, un maximum de contrainte est obtenu pour une déformation d'environ ε=0.33. La recristallisation dynamique discontinue s'initie avant ce pic à partir d'une déformation critique. La déformation critique augmente lorsque la température décroît ou lorsque la vitesse de déformation augmente. La Figure I.29.1.b illustre l'effet de la vitesse de déformation à 900°C pour l'acier 0,15%C. Au-dessus d'une vitesse de 0.7s^{-1}, il n'y plus de maximum de contrainte, ni d'adoucissement : il n'y pas de recristallisation dynamique pour ces conditions.

Ce comportement rhéologique est ensuite comparé à l'alliage Fe-70%Ni pour les mêmes conditions de déformation (Figure I.29.2.a et b). Tout comme l'acier 0,15%C, Fe-70%Ni ne recristallise pas dynamiquement en dessous de 900°C et une vitesse de $0.7s^{-1}$ (Figure I.29.2.a). Il ne recristallise pas non plus lorsque la vitesse est supérieure à $0.7s^{-1}$ à une température de déformation de 900°. Le comportement identique entre les deux nuances permet de justifier l'utilisation de l'alliage Fe-70Ni comme modèle pour estimer les évolutions de microstructures et de textures de l'austénite déformée dans les aciers bas carbone.

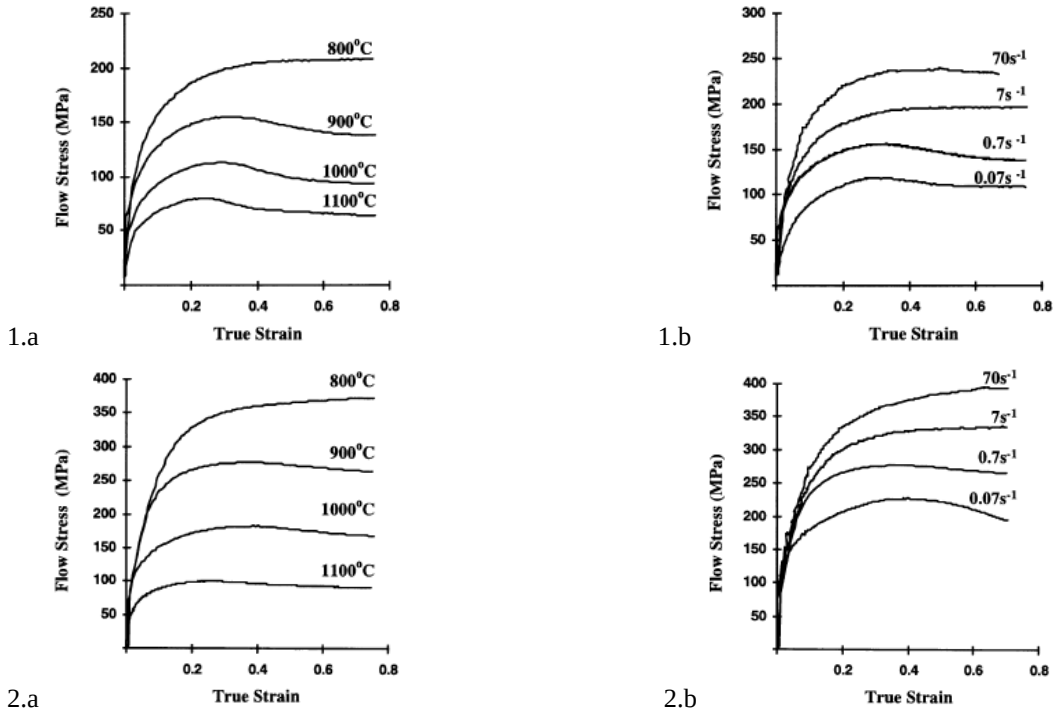


Figure I.29 : Courbes rhéologiques obtenues par compression 1) pour un acier 0,15%C et 2) l'alliage Fe-70%Ni déformés a) à la vitesse de $0.7s^{-1}$ et pour différentes températures et b) à la température de 900°C pour différentes vitesses de déformation [Hurley01]

I.4.3. Évolution de microstructures

Nous décrirons tout d'abord les microbandes de déformation, structure de déformation principale observée pour les matériaux modèles en compression plane et les paramètres influençant ces structures [Cho04], [Beladi05], [Taylor11]. Puis nous présenterons le développement des structures de recristallisation obtenues en compression uniaxiale et laminage, toujours dans le cas de matériaux modèles [Suh02], [Regle04], [Abbod07].

I.4.3.1. Structures de déformation

Lors de la déformation des grains austénitiques, les désorientations intraganulaires évoluent et les joints de grains deviennent irréguliers. Les joints de grains sont d'autant plus dentelés que la température de déformation augmente [Beladi05]. Les joints de macles sont plus faiblement déformés, car ils sont peu mobiles dans les matériaux CFC. La déformation des joints de grains est due à la formation de microbandes de déformation traversant de part en part le grain. Elles sont souvent parallèles au plan {111}. Des sous-grains peuvent aussi se former dans les grains déformés. De manière générale, avec l'augmentation de la déformation et/ou la diminution de la température, les sous-structures obtenues sont plus petites et leurs désorientations augmentent. De même, plus la taille de grains austénitiques est faible, plus les faibles désorientations intragranulaires sont importantes.

La sous-structure de déformation dépend de l'orientation du grain déformé. Parmi les composantes du laminage (Goss, Cuivre, Laiton, Cube), toutes présenteront des microbandes exceptées la composante Cube [Taylor11]. Pour les composantes non Cube, les microbandes sont étroites et rapprochées (Figure I.30.a). Les désorientations entre les bandes ont tendance à s'accumuler dans le sens de la largeur (Figure I.30.b). Les travaux menés par Cho et coll. sur l'alliage Fe-70%Ni ont montrés que les grains, ayant une orientation initiale proche de la composante Goss {110}<001>, ne présentent pas de microbandes de déformation [Cho04]. Cependant il est important de noter que les critères angulaires pour définir les bandes de déformation sont différents. Après des essais de compression plane à 750°C, les grains de composante Goss sont exempts de bandes de déformation désorientées de plus de 15° (Cartographie EBSD en Figure I.31.2). La Figure I.31.1 présente aussi la figure de pôles {001} des grains avant déformation.

Pour les composantes Cube, la sous-structure est très diffèrente [Taylor11]. Il s'agit de sous-joints de faible désorientation répartis de manière aléatoire, qui progressivement fragmentent le grain déformé. Les sous-grains formés ont des formes irrégulières (Figure I.30.c) et accumulent la déformation (Figure I.30.d).

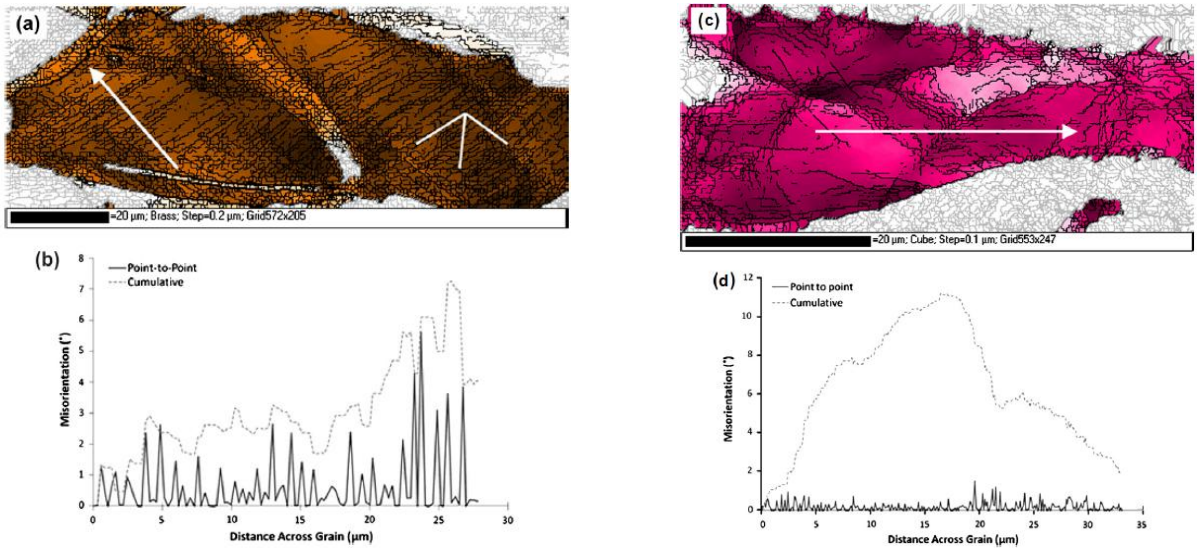


Figure I.30 : a) et b) Grain de Fe-70%Ni de composante Laiton et c) et d) Grain de 304 de composante Cube déformé à 800°C avec une déformation de 0.5 a) - c) Carte EBSD avec les joints de grains supérieurs à 0.7° en noir, le code couleur est fonction de l'écart à l'orientation idéale : plus plus la couleur est sombre, plus on est proche de l'orientation idéale, b) – d) Profil de désorientation le long de la flèche blanche [Taylor11]

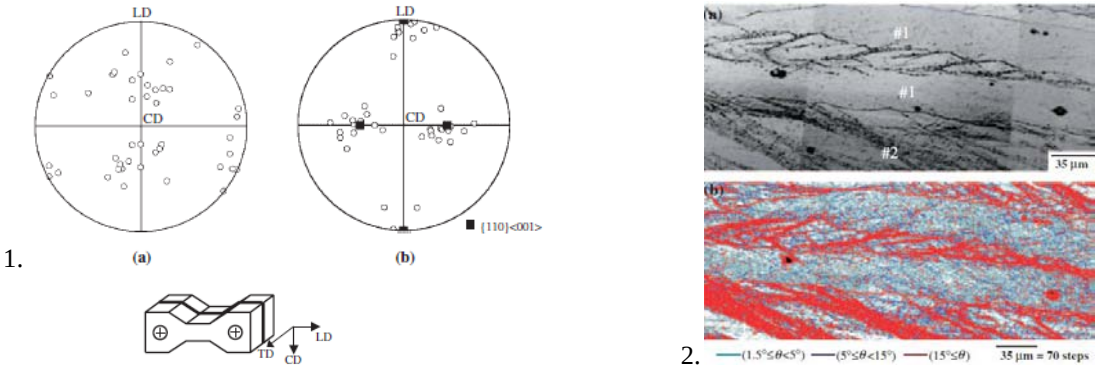


Figure I.31 : Alliage Fe-70%Ni après une déformation de 50% à 750°C et une vitesse de déformation de 1s^{-1} 1) Figures de pôles {001} des grains initiaux a)présentant des bandes de cisaillement et b) exempts de bandes de cisaillement après déformation, 2) Cartes des désorientations d'une même zone déformée [Cho04]

I.4.3.2. Structure de recristallisation

Les observations expérimentales en microscopie optique des matériaux modèles confirment ce qui avait déjà été déduit des courbes de contrainte déformation : il y a un processus de recristallisation dynamique lors de la déformation à chaud. Les microscopies optiques en Figure I.32 montrent clairement que les joints de grains sont des sites de germination préférentiels pour les grains recristallisés [Abbod07]. La taille des grains recristallisés dynamiquement n'évolue pas au cours du processus de recristallisation, une fois leur taille d'équilibre atteinte [Humphrey04].

Une augmentation conjointe du taux de déformation et de la température de déformation favorise la recristallisation des grains déformés. Le Tableau I.5 résume à la fois l'effet du taux et de la température de déformation sur l'état de l'austénite après déformation à chaud [Réglé04] [Suh02]. Il est construit à partir des travaux de Réglé et de Suh sur l'alliage Fe-70%Ni déformé à $10s^{-1}$. Les microstructures correspondantes aux états encadrés en rouge dans le Tableau I.5 sont présentées en Figure I.33.

Les grains non recristallisés ont des joints de grains irréguliers comme illustré par la Figure I.34. Les travaux de Beladi et coll. permettent de mettre en évidence que l'augmentation de la température de déformation favorise le développement de la recristallisation au niveau de ces joints de grains dentelés, et cela toujours à l'aide d'un alliage Fe-70%Ni [Beladi05]. L'augmentation de la taille de grains initiale ralentie la cinétique de recristallisation. On peut citer les travaux de El Wahabi et de Cabrera [ElWahabi05a], [Cabrera97]. Pour une même vitesse et température de déformation, une augmentation de la taille de grain ralentit l'apparition de la recristallisation dynamique, comme le montrent à la fois les courbes rhéologiques et les microstructures correspondantes en Figure I.35. Cela est dû à une plus faible fraction surfacique de joints de grains déformés. Des résultats identiques sont obtenus pour l'alliage Fe-70%Ni avec des tailles de grains initiales de 20µm et 40µm [Suh04].

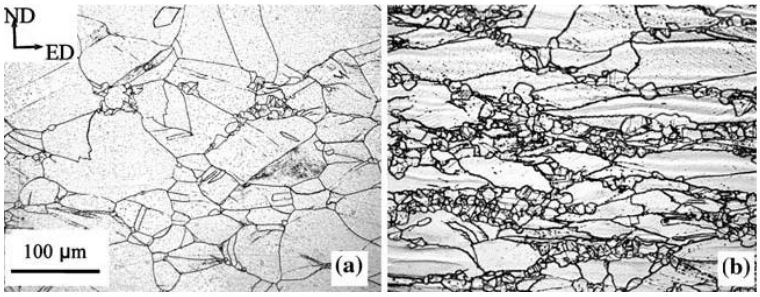


Figure I.32 : Microscopies optiques selon l'axe de compression des échantillons déformés à 950°C avec une vitesse de $10s^{-1}$ pour des taux de déformation de (a) 0.2 and (b) 0.6 – Alliage Fe-30%Ni. [Abbod07]

ε	0,36	0,7	1,2	2,1	4,9
700°C		Déformé	Déformé	Déformé	Recristallisé dynamiquement
800°C	Déformé	Déformé	Partiellement recristallisé	Partiellement recristallisé	Recristallisé dynamiquement
900°C	Déformé	Partiellement recristallisé	Partiellement recristallisé	Recristallisé dynamiquement	Recristallisé dynamiquement

Tableau I.5 : État de l'alliage Fe-70%Ni après déformation à $v=10s^{-1}$ par compression uniaxiale allant de 700°C à 900°C, suivie d'une trempe immédiate. La taille de grains initiale est de plus de 100µm.

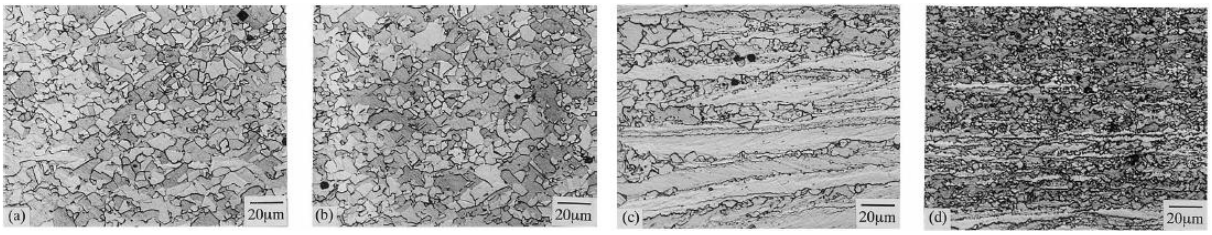


Figure I.33 : Évolution microstructurale de l'austénite déformée par compression uniaxiale avec une vitesse de 10s^{-1} à la température de 900°C avec une déformation maximale de a) 2.1 et b) 4.9, à la température de 800°C avec une déformation maximale de c) 2.1 et d) 4.9 - Alliage Fe-70%Ni [Suh02]

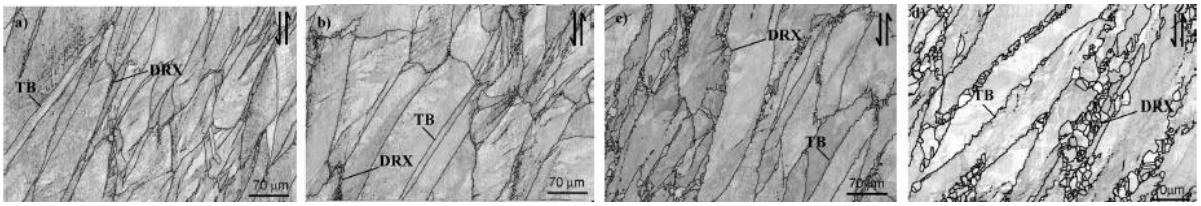


Figure I.34 : Microstructures obtenues pour l'alliage Fe-70%Ni pour une déformation maximale par torsion de 1 à une vitesse de 1s^{-1} pour les températures suivantes : a) 700°C, b) 800°C, c) 900°C et d) 1000°C. Les doubles flèches correspondent à la direction de déformation, « TB » (Twin Boundaries) aux macles et « DRX » (Dynamic Recrystallisation) aux grains γ recristallisés dynamiquement [Beladi05].

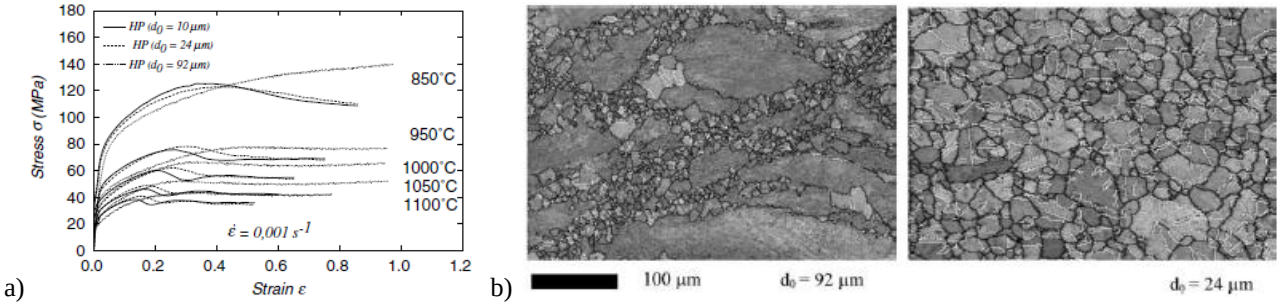


Figure I.35 : a) Comportement rhéologique de l'acier 0.0015%C-18.2%Cr-12.2%Ni déformé par compression uniaxiale à 0.001s^{-1} à différentes températures pour trois tailles de grain initiales 10, 24 et 92µm b) Carte en contraste de bandes obtenue avec une déformation ε=1 à 850°C et à la vitesse de 0.001s^{-1} pour des tailles de grains initiales de 92 et 24µm. [ElWahabi05a]

I.4.4. Évolution de texture

L'évolution de la texture de l'austénite avec la déformation est jusqu'à présent basée sur celle des matériaux complètement austénitiques ou encore du cuivre. Les études concernent principalement les matériaux modèles de type Fe-Ni ou acier 304. Leurs évolutions de texture lors de la déformation par laminage ou par compression plane sont bien documentées [Regle04], [ElWahabi05a], [Abbod07], [Taylor11], contrairement à celles obtenues par compression uniaxiale. Nous rappelons également que la texture de l'austénite déformée peut être mesurée dans de l'austénite stabilisée à température ambiante suite au développement des aciers TRIP [Hutchinson98], [Verlinden01], [Regle04].

Parmi les composantes de texture principales des matériaux de structure CFC déformés par laminage, on distingue principalement deux types de texture : la texture de type Cuivre et la texture de type Laiton. Pour les matériaux à faible énergie de faute d'empilement, elle est plutôt de type Laiton. La texture de type laiton (faible EFE) est caractérisée par des intensités élevées sur les composantes Laiton {011}<211> et Goss {011}<100> et faible sur la composante Cuivre {112} <111>.

En compression plane, les textures de déformation de l'alliage Fe-30%Ni sont similaires au laminage : de type Laiton et Cuivre [Wittridge01], [Cizek05], [Abbod07]. Les auteurs obtiennent des résultats comparables à ceux de Hutchinson et coll. après mesure de la texture sur de l'austénite résiduelle obtenue lors du laminage d'un acier TRIP dans des conditions industrielles [Hutchinson98].

En compression uniaxiale, la recristallisation dynamique discontinue et un maclage répété lors de la déformation ont pour effet de distribuer de manière aléatoire et uniforme les orientations cristallographiques des grains pour les aciers de type 304 déformés à faible vitesse [ElWahabi05b]. L'intensité après déformation de la fibre {110} parallèle à l'axe de compression, diminue lorsque la température de déformation augmente (Figure I.36). Lors d'essais en compression plane sur l'alliage Fe-30%Ni ou de compression uniaxiale sur l'acier 304 à des vitesses de déformation inférieures à $10s^{-1}$, les auteurs ont mis en évidence que la texture de recristallisation de ces matériaux peut être à tendance Cube {001}<100> [Abbod07], [Taylor11]. Après déformation par laminage de l'alliage Fe-70%Ni, la texture de recristallisation est de type Cube ou aléatoire suivant les conditions de déformation pour l'austénite résiduelle analysée dans des aciers TRIP [Verlinden01], [Regle04].

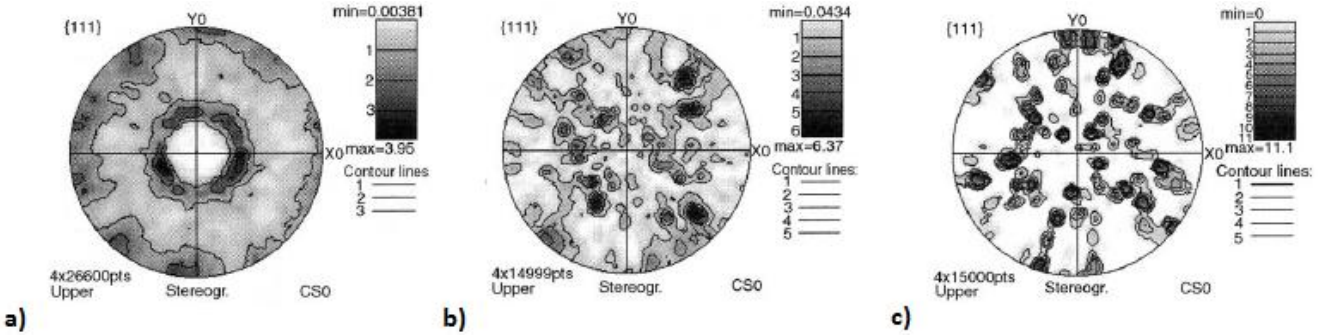


Figure I.36 : Figure de pôles {111} d'un acier AISI-304H déformé par compression uniaxiale à ε=0.7 avec une vitesse de déformation de $0.001s^{-1}$ à des températures de a) 950°C, b) 1050°C et c) 1100°C [ElWahabi05b]

I.5. Déformation de l'austénite et transformation de phase

La modification de l'état microstructural de l'austénite par déformation impacte les transformations de phase. Il est admis que déformer l'austénite augmente les températures de transformation favorisant ainsi les microstructures bainitiques et ferritiques. La transformation dynamique de l'austénite déformée en ferrite (DIFT) est alors possible. La texture de transformation est conditionnée à la fois par la texture de l'austénite déformée et par la sélection de variants ayant lieu durant la transformation de phase.

I.5.1. Évolution de la microstructure héritée

Déformer l'austénite en dessous de T_{nr}, température en-dessous de laquelle l'austénite ne recristallise pas, est connue pour augmenter les températures de début de transformation de la phase ferritique, ce qui conduit à une diminution de la dureté finale du matériau (Figure I.37) [Shipway95], [Bhadeshia02], [Zhang10]. Cependant la formation de la bainite est beaucoup moins accélérée par la déformation que celle de la ferrite polygonale [Fujiwara95].

La fraction finale de ferrite polygonale augmente avec la déformation appliquée et la taille finale des grains a tendance à diminuer suite à l'accumulation de contraintes dans l'austénite [Bengochea99], [Honeycombe06]. La cinétique de germination est accélérée par l'augmentation de la surface de joints de grains austénitiques à fortes énergies et la présence de sites de germination supplémentaires suite à la formation de sous-structures de déformation [Umemoto92].

Les auteurs ont rapporté que la déformation à chaud de l'austénite en dessous de T_{nr} affecte de la même manière la transformation bainitique, principalement en augmentant la température de transformation [Huang93], [Yamamoto95]. Cela a pour effet de modifier les caractéristiques morphologiques de la microstructure bainitique. La déformation de l'austénite entraine une diminution de la longueur des paquets de lattes bainitiques, alors que l'augmentation de la température de transformation favorise l'élargissement des lattes [Edwards78], [Fujiwara95]. Pour Fujiwara et coll. la croissance des lattes, germant à partir des joints de grains austénitiques, est limitée par la présence des nombreuses sous-structures de déformation de l'austénite. Ils relient ainsi la longueur des lattes à la taille des cellules de déformation.

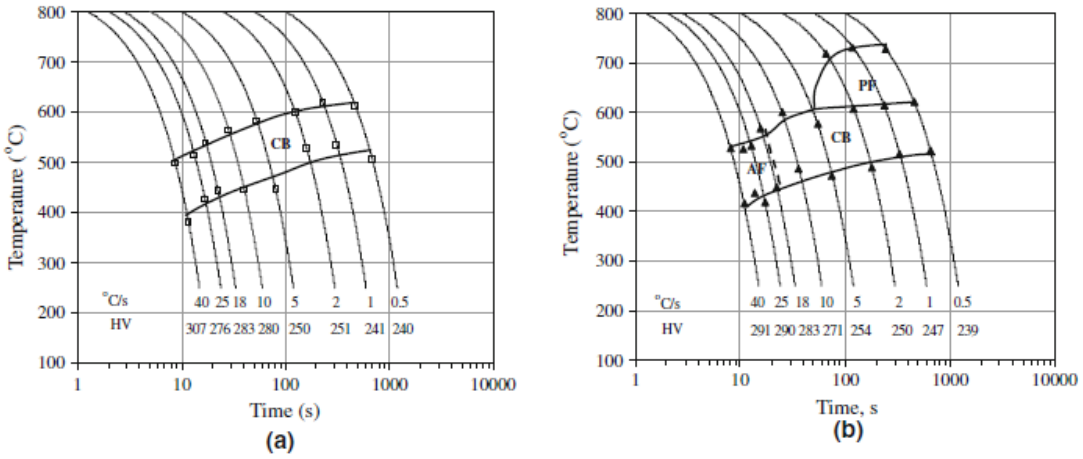


Figure I.37 : Diagrammes TRC de l'acier 0.042%C-1.78%Mn-0.37%Si avec une taille de grains austénitiques initiale de 51µm déformé à a) ε=0 et b) ε=0.5 à 850°C (CB : bainite en lattes, AF : ferrite aciculaire, PF : ferrite polygonale) [Zhang10]

I.5.2. Transformation dynamique durant la déformation (DIFT)

La déformation de l'austénite à des températures supérieures à Ar_3 accélère la transformation ferritique, qui pourra donc se produire dynamiquement durant la déformation. La DIFT permet d'obtenir des grains ferritiques équiaxes à température ambiante après refroidissement par trempe. Comme les grains de ferrite se forment durant le processus de déformation, ils se déforment et peuvent recristalliser dynamiquement. Cela implique qu'après trempe, la taille des grains ferritiques restera de l'ordre de 5µm. Yada et coll. ont fourni une preuve *in situ* de la transformation dynamique de l'austénite en ferrite pendant la déformation à chaud par diffraction des rayons X [Yada00]. Cependant, Hurley et coll. ont montré que le phénomène de DIFT peut être inhibé par la formation de ferrite de Widmanstätten ou de bainite en lattes durant le refroidissement précédant la déformation [Hurley01].

Il est admis que diminuer la température de déformation, tout en restant supérieur à Ar_3, favorisera la DIFT [Hurley01], [Hong03]. Une déformation critique est nécessaire pour que la transformation se produise [Choi03], [Basabe11]. L'augmentation de la déformation conduit à une augmentation du taux de ferrite formée, comme on peut le voir en Figure I.38 [Matsumura87], [Sun08], [Basabe11]. Il a également été observé que le taux ferrite formée dynamiquement diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation [Mintz94], [Hurley01]. Mais l'effet inverse a aussi été rapporté [Yada00]. La vitesse de déformation a un double effet sur la transformation DIFT. D'une part, l'augmentation de la vitesse de déformation retardera la recristallisation dynamique de l'austénite et augmentera l'énergie de déformation stockée, favorisant ainsi la DIFT. D'autre part, l'augmentation de la vitesse de déformation signifie que la durée de la déformation est réduite, mais la transformation dynamique étant fonction du temps, ce n'est pas favorable à la DIFT.

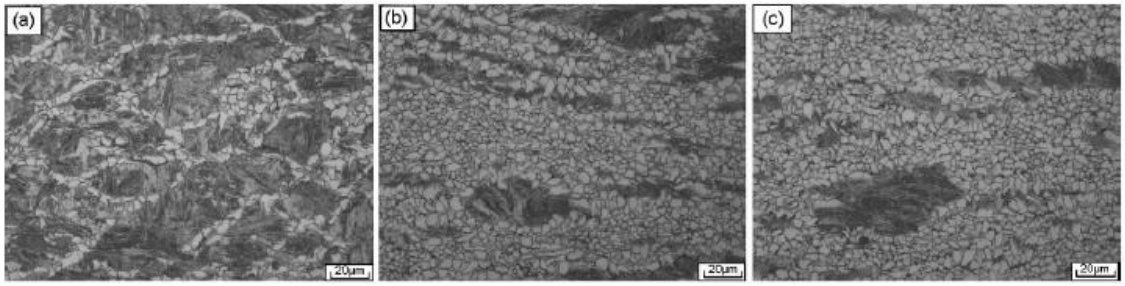


Figure I.38 : Microstructures obtenues par trempe à l'eau directement après déformation à a) ε=0.36, b) ε=0.51, c) ε=0.69 avec la vitesse de $1s^{-1}$ pour l'acier de composition 0.17%C-0.27%Si-0.71%Mn [Sun08]

Un schéma du procédé de formation de germes de ferrite au cours de la déformation est proposé par Sun et coll. (Figure I.39) [Sun14]. Une première génération de ferrite formée par DIFT commence à germer au niveau des joints de grains austénitique dentelés, mécanisme similaire à la recristallisation dynamique. Avec l'augmentation du taux de déformation, une deuxième génération de ferrite commence à germer à l'interface γ/α. Pendant ce temps, la désorientation à l'intérieur de l'austénite augmente ce qui facilite la germination intragranulaire de la ferrite.

He et coll. ont confirmé que dans un acier TRIP la ferrite polygonale formée par DIFT n'est pas en RO avec l'austénite résiduelle située dans son environnement direct [He06]. Deux explications sont proposées. La première, la ferrite germe en RO pour minimiser l'énergie d'activation pour la germination puis croit le long des joints de grains austénitiques avec lesquels elle n'est pas en RO [Bhadeshia02]. La deuxième, la ferrite obtenue par DIFT suit une transformation dite massive, qui ne suit aucune RO [Aaronson02]. Adachi et coll. suggèrent que, lorsque les germes voisins de ferrite ont les mêmes orientations, ils peuvent facilement fusionner et croitre (Figure I.39.2.a), même lorsque le taux de germination est élevé [Adachi08]. Cependant, la poursuite de la

déformation post-transformation peut être à l'origine des modifications d'orientation de la ferrite formée par la suite, par rapport aux orientations des grains de ferrite transformés au début (Figure I.39.2.b). Ils ont démontré que la déformation post-transformation pourrait augmenter considérablement l'écart à la RO de KS. Ils attribuent cela à la rotation du réseau local dans la matrice CFC au niveau des joints de grains entre CFC et BCC, causée par une déformation supplémentaire due à l'accumulation de dislocations. Les nouveaux grains de ferrite favorisent la relation d'orientation KS en tenant compte de la rotation locale de la matrice. L'augmentation des variations d'orientation dans l'austénite favoriserait la formation de grains ferritiques ayant des orientations différentes, supprimant ainsi la coalescence des grains.

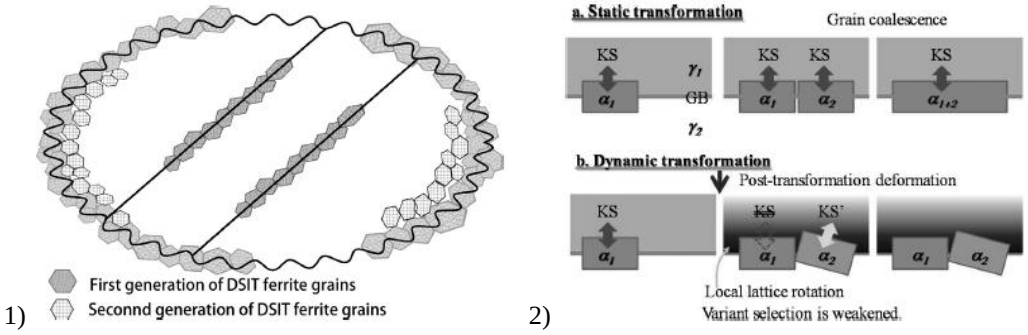


Figure I.39 : 1) Schéma du processus de germination de la ferrite par DIFT durant un cycle de déformation [Sun14]
2) Comparaison de la sélection de variant lors de la transformation a) statique et b) dynamique [Adachi08]

I.5.3. Texture de transformation de phase

L'influence de la texture austénitique sur celles des produits de transformation est principalement étudiée dans le cas du laminage à chaud de l'austénite par diffraction des rayons X. Les résultats présentés par la suite supposent qu'il existe une RO entre les produits de transformation et l'austénite. Dans ces conditions, l'austénite peut présenter une texture de recristallisation de type Cube {100}<001>, qui donne principalement une orientation {001}<110> à la phase ferritique formée [Ray94], [Mesplont03]. Si, d'autre part, l'austénite n'est pas capable de recristalliser pendant ou après la déformation, des textures de type Laiton et Cuivre se développent. Les principales composantes se développant alors dans la phase ferritique sont les composantes {332}<113> et {113}<110> [Butron97]. Mesplont et De Cooman ont résumé l'effet de la température de déformation de l'austénite sur les textures de transformation au moyen du Tableau I.6.

Austénite déformée en-dessous de T_{nr}		Austénite déformée au-dessus de T_{nr}
Texture de l'austénite laminée		Texture de l'austénite recristallisée
Laiton {110}<1$\bar{1}$2>	Cuivre {112}<11$\bar{1}$>	Cube {100}<001>
↓		↓
Texture ferritique après transformation		Texture ferritique après transformation
{332}<11$\bar{3}$>	{113}<1$\bar{1}$0>	{001}<011>

Tableau I.6 : Influence de T_{nr} sur la texture de transformation [Mesplont03]

Le développement d'une texture préférentielle de la phase ferritique après déformation de l'austénite est dû à la sélection de variants lors de la transformation de phase. Le suivi de l'évolution de la RO localement par EBSD permet une meilleure compréhension des mécanismes de sélection de variants [Hutchinson98], [Verlinden01], [Cabus07]. La présence d'austénite résiduelle à température ambiante, comme par exemple dans les aciers TRIP ou à fort taux de silicium, rend cette analyse possible.

La sélection de variants a déjà lieu lorsque l'austénite n'est pas déformée [Morito05], [Furuhara08], mais elle peut être accentuée par la déformation pour les grains austénitiques de petites tailles [He06]. Une plus forte dispersion des variants hérités provenant des grains de taille supérieure est observée. Les lattes de bainite et de martensite issues d'un même grain austénitique conservent un plan d'habitat $\{111\}_\gamma$ commun [Miyamoto12]. Cependant la RO les reliant au grain austénitique n'est pas unique, mais reste proche de GT [Bernier14]. Avec l'augmentation de la déformation, la sélection de variants se fait selon l'un des quatre plans $\{111\}_\gamma$: il s'agit du ou des plans de glissement actif durant la déformation [Wittridge00], [Malet09], [Miyamoto12].

I.6. Références

Aaronson H.I., Reynolds W.T., "Bainite viewed three different ways", *Metallurgical Transactions A*, (1990), 21 pp 1343-1380

Aaronson H., "Mechanisms of yhe Massive Transformation", *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2002) 35 pp 2285-2297

Abbasi M., Nelson T.W., Sorensen C.D., Wei L., "An Approach to Prior Austenite Reconstruction", *Materials Characterization*, (2012) pp 1-8

Abbod M.F., Sellars C.M., Cizek P., "Modeling the Flow Behavior, Recrystallization, and Crystallographic Texture in Hot-Deformed Fe-30 Wt Pct Ni Austenite", *Materials Science and Engineering A*, (2007) 38 pp 2400-2409

Adachi Y., Xu P.G., Tomota Y., "Crystallography and Kinetics of Dynamic Transformation in Steels", *ISIJ*, (2008) 48 pp 1056-1062

Bainite Committee ISIJ; Atlas for Bainitic Microstructures, *ISIJ*, (1992) Vol.1, p.1

Basabe V.V., Jonas J.J., "The Ferrite Transformation in Hot Deformed 0.036%Nb Austenite at Temperatures Above the Ae_3", *ISIJ*, (2010) 50 pp 1185-1192

Basabe V.V., Jonas J.J., Mahjoubi H., "Dynamic Transformation of a Low Carbon Steel at Temperatures Above the Ae_3", *ISIJ*, (2011) 51 pp 612-618

Barford J., Owen W.S., "The Effect of Austenite Grain Size and Temperature on The Rate of Bainite Formation", *Metal Science and Heat Treatment*, (1962) 4 pp 359-360

Barralis B., Maeder G., "*Métallurgie Tome I: Métallurgie Physique »*, Collection Scientifique ENSAM, (1992)

Béchet S., Beaujard L., "Nouveau réactif pour la mise en évidence micrographique du grain austénitique des aciers trempés ou trempés-revenus", *Revue de Métallurgie*, (1955) 52, pp 830-836

Beladi H., Hodgson P.D., Barnett M.R., "Mapping the Hot Deformation Microstructure of Ni-30Fe Alloy", *ISIJ*, (2005) 12 pp 1893-1896

Bengochea R., Lopez B., Gutierrez I., "Influence of the Prior Austenite Microstructure on the Transformation Products Obtained for C-Mn-Nb Steels after Continuous Cooling", *ISIJ*, (1999) 39 pp 583-591

Bernier N., Bracke L., Malet L., Godet S., "An Alternative to the Crystallographic Reconstruction of Austenite in Steels", *Materials Characterization*, (2014) 89 pp 23-32

Bernier N., Bracke L., Malet L., Godet S., "Crystallographic Reconstruction Study of the Effects of Finish Rolling Temperature on the Variant Selection During Bainite Transformation in C-Mn High-Strength Steels", *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2014)

Bhadeshia H.K.D.H., "Bainite in steels", 2nd Edition, London, (2002)

Bodnar R.L., Hansen S.S., "Effects of austenite grain size and cooling rate on Widmanstätten ferrite formation in low-alloy steels", *Metallurgical and Materials Transactions A*, (1994) 25, pp 665-675

Boulanger C., "Contribution à l'étude de la purification du fer et à la détermination de ses points de transformation", *Revue de métallurgie*, (1956) 53 pp311-319

Bozinski Z.S., Hume-Rottery W., Sutton A.L., "The Lattice Expansion of Iron", *Proceedings of the Royal Society*, (1955) A229, pp 459-467

Bramfitt B.L., Speer J.G., "A Perspective on the Morphology of Bainite", *Metallurgical Transactions A*, (1990) 21 pp 817-829

Brückner G., Gottstein G., "Transformation textures during diffusional $\alpha-\gamma-\alpha$ phase transformations in ferritic steels", *ISIJ*, (2001) 41 pp 468-477

Butron-Guillen M.P., Da Costa Viana C.S., Jonas J.J., "A Variant Selection Model for Predicting the Transformation Texture of Deformed Austenite", *Metallurgical and Materials Transactions*, (1997) 28A, pp 1755-1768

Cabrera J.M., Omar A. AL., Jonas J.J., "Modeling the Flow Behavior of a Medium Carbon Microalloyed Steel under Hot Working Conditions", *Metallurgical and Materials Transactions A*, (1997) 28 pp 2233-2244

Cabus C., Réglé H., Bacroix B., "Orientation relationship between austenite and bainite in a multiphased steel", *Materials Characterization*, (2007) 58 pp 332-38

a - Cayron C., Artaud B., Briottet L., "Reconstruction of parent grains from EBSD data", *Materials Characterization*, (2006) 57 pp 386-401

b - Cayon C., "Groupoid of orientational variants", *Acta Crystallographica*, (2006) A62 pp 21-40

Charnock W., Nutting J., "The Effect of Carbon and Nickel upon the Stacking-Fault Energy of Iron", *Metal Science Journal*, (1967), 1 pp. 123–127

Chen X., Vuorinen E., "In-Situ High Temperature X-ray Studies of Austempering Transformation in High Silicon Cast Steel", *ISIJ*, (2009) 49 pp 1220-1224

Cho J.Y., Inoue T., Yin F., Nagai K., "Effect of Initial Grain Orientation on Evolution of Deformed Microstructure in Hot Compressed Ni-30Fe Alloy", *Materials Transactions*, (2004) 45 pp 2960-2965

Choi J.K., Seo D.H, Lee J.S., Um K.K., Choo W.Y, "Formation of Ultrafine Ferrite by Strain-Induced Dynamic Transformation in Plain Low Carbon Steel", *ISIJ*, (2003) 43 pp 746-754

Cizek P., Wynne B.P., Davies C.H.J., Muddle B.C., Hodgon P.D., “Effect of Composition and Austenite Deformation on The Transformation Characteristics of Low-Carbon and Ultralow-Carbon Microalloyed Steels”, *Metallurgical and Materials Transactions*, (2002) 33 pp 1331-1349

Cizek P., Bai F., Palmiere J., Rainforth W.M., “EBSD Study of the Orientation Dependence of Substructure Characteristics in a Model Fe-30wt%Ni Alloy Subjected to Hot Deformation”, *Journal of Microscopy*, (2005) 217 pp 138-151

Cotes S.M., Guillermet A.F., Sade M., “Fcc/Hcp martensitic transformation in the Fe-Mn system: Part II. Driving force and thermodynamics of the nucleation process”, *Metallurgical and Materials Transaction A* (2004) 35A pp 83-91

Desalos Y., “Bases métallurgiques des traitements thermiques”, *Techniques de l’ingénieur*, (2004) m 1 111

Dubois M., Moreau A, Militzer M., Bussière J.F., “Laser-Ultrasonic Monitoring of Phase Transformations in Steels”, *Scripta Materialia*, (1998) 39 pp 735-741

Dubois M., Moreau A, Militzer M., Bussièrhe J.F., “A new technique for the quantitative real-time monitoring of austenite grain growth in steel”, *Scripta Materialia*, (2000) 42 pp 867-874

Edwards R.H., Kennon N.F., « The Morphology and Mechanical Properties of Bainite Formed from Deformed Austenite”, *Metallurgical Transactions A*, (1978) 9 pp 1801-1809

a - El Wahabi M., Gavard L., Montheillet F., Cabrera J.M., Prado J.M., “Effect of Initial Grain Size on Dynamic Recrystallization in High Purity Austenitic Stainless Steels”, *Acta Materialia*, (2005) 53 pp 4605-4612

b - El Wahabi M., Gavard L., Cabrera J.M., Prado J.M., Montheillet F., “EBSD Study of Purity Effects During Hot Working in Austenitic Stainless Steels”, *Materials Science and Engineering A*, (2005) 393 pp 83-90

Fink W., Campbell E.D.M, “Influence of Heat Treatment and Carbon Content on The Structure of Pure Iron Carbon Alloys”, *Transactions of the American Society for Steel Treating*, (1926) 9 pp 717

Frommeyer G., Brux U., Neumann P., “Supra-ductile and high-strength manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes”, *ISIJ* (2003) 43 pp438-446

Fujiwara K., Okaguchi S., Ohtani H., “Effect of hot deformation on bainite structure in low carbon steels”, *ISIJ*, (1995) 35, pp 1006-1012

Furuhara T., Kawata H., Morito S., Miyamoto G., Maki T., “Variant Selection in Grain Boundary Nucleation of Upper Bainite”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2008) 29 pp 1003-1013

Furukawa T., “Dependence of Strength Ductility Characteristics on Thermal History in Low-Carbon 5%Mn Steels”, *Materials Science and Technology*, (1989) 5 pp 465-470

Garcia de Andres C., Bartolomé M.J., “Metallographic techniques for the determination of the baustenite grain size in medium-carbon microalloyed steels”, *Materials Characterization* (2001) 46, pp 389-398

Garcia de Andres C., Caballero F.G., ‘Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages’, *Materials Characterization*, (2003) 49, pp 121-127

Garmestani H., Harris K., “Orientation Determination by EBSP in a Environmental Scanning Electron Microscope”, *Scripta Materialia*, (1999) 41 pp. 47–53

Gey N., Humbert M., “Specific Analysis of EBSD Data to Study the Texture Inheritance due to the b→a Phase Transformation”, *Journal of Materials Science*, (2003) 38 pp 1289-1294

Germain L., Gey N., Humbert M., “Reliability of Reconstructed b-orientation Maps in Titanium Alloys”, *Ultramicroscopy*, (2007) 107 pp 1129-1135

Germain L., Gey N., Mercier R., Blaineau P., Humbert M., “An Advanced Approach to Reconstructing Parent Orientation Maps in the Case of Approximate Orientation Relations: Application to Steels”, *Acta Materialia*, (2012) 60 pp 4551-4562

Gourges A-F., Flower H.M., Lindley T.C., “Electron Backscattering Diffraction Study of Acicular Ferrite, Bainite, and Martensite Steel Microstructures”, *Materials Science and Technology*, (2000) 16 pp 26-40

Graham L.W., Axon H.J., “The effect of austenitizing treatment on formation of lower bainite in a plane carbon steel”, *Journal of the iron and steel institute*, (1959) pp 361-365

Greninger A.B., Troiano A.R., “The mechanism of martensite formation”, *Metals Transactions*, (1949) 185 pp 5-15

Grässel O., Frommeyer G., “Effect of martensitic phase transformation and deformation twinning on mechanical properties of Fe-Mn-Si-Al steels”, *Materials Science and Technology* (1998) 14 pp 1213

He Y., Godet S., Jacques P.J., Jonas J.J., “Crystallographic Features of the γ-to-α Transformation in a Nb-Added Transformation-Induced Plasticity Steel”, Metallurgical and Materials Transactions A, (2006) 37 pp 2641-2653

Honeycombe R.W.K., Bhadeshia H. “Steels: Microstructure and Properties. Third edition” (2006) Elsevier Ltd

Hong S.C., Lim S.H., Lee K.J., Shin D.H., Lee K.S., “Effect of Undercooling of Austenite on Strain Induced Ferrite Transformation Behavior”, *ISIJ*, (2003) 43 pp 394-399

Huang C. Y., Yang J.R., Wang S.C., “Effect of compressive deformation on the transformation behavior of ultralow carbon bainitic steel”, *Materials Transactions*, (1993) 34, pp 658-668

Humbert M., Wagner F., Moustahfid H., Esling C., “Determination of the Orientation of a Parent β Grain from the Orientations of the Inherited α Plates in the Phase Transformation from Body-Centred Cubic to Hexagonal Close Packed”, *Journal of Apllied Crystallography*, (1995), 28 pp. 571-576

Humbert M., Gey N., Esling C., “A Non-Linear Positive Method to Reconstruct The Parent Textures From the Inherited Textures in Phase Transformation”, *Journal of Applied Crystallography*, (2000) 33 pp 206-212

Humbert M., Blaineau P., Germain L., Gey N., “Refinement of Orientation Relations Occurring in phase Transformation Based on Considering Only the Orientations of The Variants”, *Scripta Materialia*, (2011) 64 pp 114-117

Humphrey F.J., Hatherly M., “Recrystallization and related annealing phenomena” (Second edition) 2004

Hurley PJ, Hodgson PD., “Effect of process variables on formation of dynamic strain induced ultrafine ferrite during hot torsion testing”. *Material Science and Technology*, (2001) 17 pp 1360–1367

Hurley P.J., Hodgson P.D., Muddle B.D., “A study of deformation substructures in austenite using a model Ni-30 wt.% Fe alloy”, *Scripta materialia*, (2001) 45 pp 25-32

Hurley P.J., Muddle B.D., Hodgson P.D., “Nucleation Sites for Ultrafine Ferrite Produced by Deformation of Austenite During Single-Pass StripRolling”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2001) 32 pp 1507-1517

Hutchinson B., Ryde L., Lindth E., Tagashira K., “Texture in hot rolled austenite and resulting transformation products”, *Materials Science and Engineering A*, (1998) 257 pp 9-17

Jonas JJ., Quelennec X., Martin E., “The Avrami Kinetics of Dynamic Recrystallization”, *Acta Materialia*, (2009) 57 pp 2748-2756

Jonas J.J., He Y., Langelaan G., “The Rotation Axes and Angles Involved in the Formation of Self-accommodating Plates of Widmanstätten Ferrite”, *Acta Materialia*, (2014) 72 pp 13-21

Kirch D.M., Ziemons A., Gottstein G., “Laser powered heating stage in a scanning electron microscope for microstructural investigations at elevated temperatures”, *Review of scientific instruments*, (2008) 79

Komizo Y., Terasaki H., “Optical observation of real materials using laser scanning confocal microscopy – Part 1 and 2”, *Science and Technology of Welding and Joining* (2011) 16 pp 56-60

Krebs B., Germain L., Hazotte A., Gouné M., “Banded Structure in Dual Phase Steels in Relation With The Austenite-to-ferrite Transformation Mechanisms”, *Journal of Materials Science*, (2011) 46, pp 7026-7038

Kruger S.E., Damm E.B., “Monitoring austenite decomposition by ultrasonic velocity”, *Materials Science and Engineering A*, (2006) 425, pp 238-243

Kurdjumov G., Sachs G., “Über den mechanismus der stahlhärtung”, *Zeitschrift für Physik*, (1930) 64 pp 325-343

Lee S-J, Park J-S, Lee Y-K, “Effect of austenite grain size on the transformation kinetics of upper and lower bainite in a low-alloy steel”, *Scripta Materialia*, (2008) 59 pp 87-90

Lischewski I., Gottstein G., “Nucleation and Variant selection During the $\alpha\rightarrow\gamma\rightarrow\alpha$ Phase Transformation in Microalloyed Steel”, *Acta Materialia*, (2011) 59 pp 1530-1541

Malet L., Barnett M.R., Jacques P.J., Godet S., “Variant Selection During the γ-to-α_b Phase Transformation in Hot-Rolled Bainitic TRIP-aided Steels”, (2009), 61 pp 520-523

Matsumura Y., Yada H., “Evolution of Ultrefine-grained Ferrite in Hot Successive Deformation”, *Transaction Iron Streel Japon*, (1987) 27 pp 492-498

Matsuzaki A., Bhadeshia H.K.D.H., “Effect of Austenite Grain Size and Bainite Morphology on Overall Kinetics of Bainite Transformation in Steels”, *Materials Science and Technology*, (1999) 15 pp 518-522

Mehl R.F., “Hardenability of Alloy Steels”, *American Society for Metals*, (1939)

Mehl R.F. Van Winkle D.M., “Observations on the Crystallographic Habit Plane of Martensite”, *Revue de Métalllurgie* (1953) 50 pp 465

Mesplont C., De Cooman B.C., “Effect of Austenite Deformation on Crystallographic Texture During Transformations in Microalloyed Bainitic Steel”, *Materials Science and Technology*, (2003) 19 pp 875-886

Mintz B, Jonas JJ., “Influence of strain rate on production of deformation induced ferrite and hot ductility of steels”, *Materials Science and Technology*, (1994) 10 pp 721–727

Miyamoto G. Shibata A., Maki T., Furuhara T., “Precise measurement of strain accommodation in austenite matrix surrounding martensite in ferrous alloys by electron backscatter diffraction analysis”, *Acta Materalia*, (2009) 57 pp 1120-1131

Miyamoto G., Takayama N., Furuhara T., “Accurate Measurement of the Orientation Relationship of Lath Martensite and Bainite by Electron Backscatter Diffraction Analysis”, *Scripta Materialia* (2009) 60 pp 1113-1116

Miyamoto G., Iwata N., Takayama N., Furuhara T., “Mapping the parent austenite orientation reconstructed from the orientation of martensite by EBSD and its application to ausformed martensite”, *Acta Materialia*, (2010) 58 pp 6393–6403

Miyamoto G., Iwata N., Takayama N., Furuhara T., “Reconstruction of Parent Austenite Grain Structure Based on Crystal Orientation Map of Bainite with and without Ausforming”, *ISIJ*, (2011) 7 pp 1174-1178

Miyamoto G., Iwata N., Takayama N., Furuhara T., “Quantitative Analysis of Variant Selection in Ausformed Lath Martensite”, *Acta Materialia*, (2012) 60 pp 1139-1148

Montheillet F., “Métallurgie en mise en forme à chaud”, *Technique de l’ingénieur m3031* (2009)

Morito S., Saito H., Ogawa T., Furuhara T., Maki T., “Effect of austenite grain size on the morphology and crystallography of lath martensite in low carbon steels”, *ISIJ*, (2005) 45 pp 91-94

Mullins W.W., “Theory of Thermal Grooving”, *Journal of Applied Physics*, (1957) 28 pp 333-339

Murry G., « Transformations dans les aciers », *Techniques de l’Ingénieur*, M1-115 (1998)

Murry G., « Traitement thermiques dans la masse des aciers. Partie 1 », *Techniques de l’ingénieur*, M1-126 (2000)

Nishiyama Z., “X-Ray investigation of the mechanism of the transformation from the face-centered cubic lattice to body-centered cubic”, *Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ. Tokyo*, (1934) 23 pp 637-664

Nolze G., “Irrational Orientation Relationship Derived From Rational Orientation relationships Using EBSD Data”, *Crystal Research and Technology*, (2008) 43 pp 61-73

Okaguchi S., Ohtani H., Ohmori Y., “Morphology of Widmanstätten and Bainitic Ferrites”, *Materials Transactions*, (1991) 32 pp 697-704

Phelan D.J., Reid M.H., Dippenaar R.J., “High Temperature Laser Scanning Confocal Microscopy for real-time studies of phase transformations”, *Microscopy Society of America*, (2005) pp 670-671

Pitsch W., “The Martensite Transformation in Thin Foils of Iron-Nitrogen Alloys”, *Philosophical Magazine*, (1959) 4 pp 577-584

Quidort D, Brechet Y.J.M, “A Model of Isothermal and Non Isothermal Transformation Kinetics of Bainite in 0.5%C Steels”, *ISIJ*, (2002) 42 pp 1010-1017

Rabkin E., Klinger L., “The Fascination of Grain Boundary Grooves”, *Advanced Engineering Materials*, (2001) 3 pp 277-282

Ray R.K, Jonas J.J., Butron-Guillen M.P., Savoie J., “Transformation Textures in Steels”, *ISIJ*, (1994) 34 pp 927-942

Rees G.I, Bhadeshia H.K.D.H, “Bainite Transformation Kinetics”, *Materials Science and Technology*, (1992) 8 pp 985-993

Réglé H., Maruyama N., “Texture of multiphased steel sheets”, Proc. Int. Conf. on ‘Advanced high strength sheet steels for automotive applications’, (ed. M.A. Baker), (2004) pp 239-246

San Martin D., Palizdar Y., “Application of Nomarski differential interference contrast microscopy to highlight the prior austenite grain boundaries revealed by thermal etching”, *Materials Characterization* (2010) 61, pp 584-588

Sarkar S., Moreau A., Militzer M., Poole W.J., “Evolution of Austenite Recrystallization and Grain Growth Using Laser Ultrasonics”, *Metallurgical and materials transactions A*, (2008) 39 pp 897-907

Seward G.G.E., Prior D.J., Wheeler J., Celotto S., Halliday D.J.M., Paden R.S., Tye M.R., “High-Temperature Electron Backscatter Diffraction and Scanning Electron Microscopy Imaging Techniques: In-situ Investigations of Dynamic Processes”, *Scanning*, (2002) 24 pp 232-240

Shipway P.H., Bhadeshia H.K.D.H., “The Effect of Small Stresses on the Kinetics of The Bainite Transformation”, *Materials Science and Engineering*, (1995) 201 pp 143-149

Stone H.J, Peet M.J., Bhadeshia H.K.D.H, Withers P.J., Babu S.S., Specht E.D, “Synchrotron X-Ray Studies of Austenite and Bainitic Ferrite”, *Proceedings of The Royal Society A*, (2008) 464 pp 1009-1027

Suh D.W., Torizuka S., Ohmori A., Inoue T., Nagai K., “Dynamic Restoration Process of Nni-30Fe Alloy During Hot Deformation”, *ISIJ*, (2002) 42 pp 432-439

Suh D.W., Cho J.Y., Nagai K., “Effect of Initial Grain Size of Austenite on Hot-Deformed Structure of Ni-30Fe Alloy”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2004) 35 pp 3399-3408

Sun X., Dong H., Liu Q., Weng Y., “Dynamically Transformed Ferrite Fraction Inferred From Dilatometry Measurements After Deformation”, *Materials Science and Engineering*, (2008) 487A pp 93-98

Sun X., Luo H., Dong H., Liu Q., Weng Y, “Microstructural Evolution and Kinetics for Post-dynamic Transformation in a Plain Low Carbon Steel”, *ISIJ*, (2008) 7 pp 994-1000

Sun L., Muszka K., Wynne B.P., Palmiere E.J., “Affect of Strain Path on Dynamic Strain-induced Tranformation in a Microalloyed Steel”, Acta Materialia, (2014) 66 pp 132-149

Takayama N., Miyamoto G., Furuhara T., “Effects of Transformation Temperature on Variant Pairing of Bainitic Ferrite in Low Carbon Steel”, *Acta Materialia*, (2012) 60 pp 2387-2396

Taylor A.S., Hodgson P.D., “Dynamic behavior of 304 stainless steel during high Z deformation”, *Materials Science and Engineering A*, (2011) 528 pp 3310-3320

Taylor A.S., Cizek P., Hodgson P.D., “Comparison of 304 stainless steel and Ni–30% Fe as potential model alloys to study the behaviour of austenite during thermomechanical processing”, *Acta Materialia* (2011) 59 pp 5832–5844

Umemoto M., Horiuchi K., Tamura I., “Transformation Kinetics of Bainite during Isothermal Holding and Continuous Cooling”, *Testu-to-Hagane*, (1982) 68 pp 461-470

Umemoto M. Hiramatsu A., Moria A., Watanabe T., Nanba S., Nakajima N., Anan G.,Higo Y., “Computer Modeling of Phase Transformation from Work-hardened Austenite”, *ISIJ*, (1992) 32 pp306-315

Verlinden B., Bocher Ph., Girault E., Aernoudt E., “Austenite Texture and Bainite/Austenite Orientation Relationships in TRIP steel”, *Scripta Materialia*, (2001) 45 pp 909-916

Van Dijk N.H., Butt A.M., Zhao L., Sietsma J., Offerman S.E., Wright J.P., Van der Zwaag S., “Thermal stability of retained austenite in TRIP steels studied by synchrotron X-ray diffraction during cooling”, *Acta Materialia*, (2005) 53 pp 5439-5447

Verlinden B., Bocher P., Girault E., Aernoudt E., “Austenite Texture and Bainite/austenite Orientation Relationships in TRIP Steel”, *Scripta Materialia*, (2001) 45 pp 909-916

Wassermann G., G. Mitt. K.-Wilh.-Inst Eisenforsch, (1935) 17 pp 149-155

Wenk H.-R., Huensche I., Kestens L., “In-Situ Observation of Texture Changes during Phase Transformations in Ultra-Low-Carbon Steel”, *Metallurgical and materials transactions A*, (2007) 38, pp 261-267

Weertman J., Weertman J.R., “Théorie élémentaire des dislocations”, *Masson & Cie*, Paris (1970)

Wittridge N.J., Jonas J.J., “The Austenite-to-martensite Transformation in Fe-30%Ni After Deformation by Simple Shear”, *Acta Materialia*, (2000) 48 pp 2737-2749

Wittridge N.J., Jonas J.J., Root J.H., “A Dislocation-Based Model for Variant Selection during the γ-to-α’ transformation”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2001) 32 pp 889-901

Yada H., Li C-M, Yamagata H., “Dynamic γ–α Transformation during Hot Deformation in Iron–Nickel–Carbon Alloys”, *ISIJ*, (2000) 20 pp 200-206

Yamamoto S., Yokoyama H., Yamada K., Nikura M., “Effects of the Austenite Grain Size and Deformation in the Unrecrystallized Austenite Region on Bainite Transformation Behavior and Microstructure”, *ISIJ*, (1995) 35 pp 1020-1026

Yang J.R., Bhadeshia H.K.D.H., “Acicular Ferrite Transformation in Alloy-Steel Weld Metals”, *Journal of Materials Science*, (1991) 26 pp 839-845

Yang H-S., Bhadeshia H.K.D.H., “Austenite grain size and the martensite-start temperature”, *Scripta Materialia*, (2009) 60 pp 493–495

Yaso M., Morito S., Ohba T., Kubota K., “Microstructure of martensite in Fe-CCr steel”, *Materials Science and Engineering A*, (2008) 481-482 pp 770-773

Zajac S., Schwinn V., “Characterization and quantification of complex bainitic microstructure in high and ultra-high strength linepipe steels”, *Materials Science Forum*, (2005), 500-501, pp 387-394

Zhang D., Terasaki H., Komizo Y., “In situ observation of phase transformation in Fe–0.15C binary alloy”, *Journal of Alloys and Compounds*, (2009) 484 pp 929–933

Zhang R.Y., Boyd J.D., “Bainite Transformation in Deformed Austenite”, *Metallurgical and Materials Transactions*, (2010) 41A pp1448-1459

Zhang S., Morito S., Komizo Y., “Variant Selection of Low Carbon High Alloy Steel in an Austenite Grain during Martensite Transformation”, *ISIJ*, (2012) 3 pp 510-515

Chapitre II : Matériau et méthodes expérimentales

II.1. Matériaux et campagne d'essais 59
II.1.1. Aciers bas carbone et alliage Fe-70Ni 59
II.1.2. Traitements dilatométriques 61
II.1.2.1. Campagne de traitement thermique 61
II.1.2.2. Exploitation du signal dilatométrique 63
II.1.3. Campagne d'essais thermomécaniques 65
II.1.3.1. Réalisation des essais de compression 65
II.1.3.2. Mise au point des conditions de traitement thermomécanique 67
II.2. Analyse des microstructures de transformation de phase 69
II.2.1. Microscopie optique et électronique 69
II.2.2. Méthode de quantification des tailles de grains austénitiques 69
II.2.3. Analyse de texture par diffraction des rayons X 71
II.2.3.1. Caractérisation de la texture ferritique 71
II.2.3.2. Calcul de la texture austénitique parente 71
II.2.4. Analyse des microtextures à l'aide de l'EBSD 72
II.2.4.1. Principe de l'EBSD 72
II.2.4.2. Analyse des cartographies d'orientations héritées 74
II.3. Reconstruction de la microtexture parente 77
II.3.1. Principe général et application dans la version MERENGUE 2 77
II.3.1.1. Traitement préalable de la carte héritée 78
II.3.1.2. Recherche de fragments de grains parents fiables 79
II.3.1.3. Élargissement des fragments et construction de la carte parente 80
II.3.2. Difficultés spécifiques dans le cas des aciers 80
II.3.3. Récents développements pour améliorer la reconstruction 83
II.3.3.1. Identification des domaines cristallins faiblement désorientés 83
II.3.3.2. Recherche par itération de l'OR moyenne de la carte 85
II.3.3.3. Amélioration pour la reconstruction de microtexture parente déformée 86
II.3.3.4. Correction des domaines ambigus 86
II.3.3.5. Analyse de la distribution spatiale des variants 86
II.4. Références 88

Chapitre II : Matériau et méthodes expérimentales

Dans ce chapitre, les différents aciers utilisés au cours de cette étude sont présentés. Dans un premier temps, nous décrirons les différents traitements thermiques et thermomécaniques mis en œuvre pour déterminer l'impact de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase. Puis nous présenterons les outils utilisés pour caractériser l'état microstructural après les différents traitements appliqués. Enfin nous décrirons l'outil de reconstruction MERENGUE 2 et les récents développements apportés pour fiabiliser les reconstructions austénitiques, ainsi que l'analyse de la microtexture de transformation.

II.1. Matériaux et campagne d'essais

II.1.1. Aciers bas carbone et alliage Fe-70Ni

L'étude porte sur deux nuances d'acier bas carbone aux chimies simplifiées par rapport aux nuances industrielles, c'est-à-dire avec un nombre limité d'éléments d'alliage afin de faciliter l'étude des mécanismes de transformation de phase. Les compositions chimiques des nuances, attendues et mesurées, sont détaillées dans le Tableau II.1. L'étude de la nuance contenant 0,06%C s'appuie sur le projet européen ACTRESS « Austenite Strengthening Accumulated Stress for Optimum Microstructures in Modern Bainitic Microalloyed Steels » [Cobo09].

L'élément d'alliage majoritaire est le manganèse (2,4%), élément γ-gène. Il abaisse la température de transformation de l'austénite en ferrite et améliore la trempabilité de l'acier. Cet élément, qui diffuse très lentement dans l'austénite, a tendance à ségréger lors de l'élaboration de l'acier. La ségrégation du manganèse peut conduire à des microstructures en bande, obtenues par exemple avec les aciers Dual-Phase. Les hétérogénéités du manganèse peuvent être réduites par un traitement d'homogénéisation dans le domaine austénitique à haute température (T≥1250°C) et pour un temps de traitement long (≥12h).

Le silicium, présent en plus faible teneur, est un élément α-gène qui inhibe la précipitation des carbures. Les autres éléments d'alliages sont présents en quantité négligeable.

Chimie CMn-1	**C**	**Mn**	**Si**
Visée	60	2400	300
Réalisée	**71**	**2270**	**340**
Chimie CMn-2	**C**	**Mn**	**Si**
Visée	200	2400	300
Réalisée	**192**	**2362**	**290**

Tableau II.1 : Compositions chimiques des deux aciers étudiés (millièmes de pourcentage en masse)

Le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-C pour notre composition en éléments d'alliage (2.4%Mn et 0.3%Si) a été simulé avec le logiciel Thermocalc (version TC4 - base de données Fe-data). Pour nos nuances, on peut estimer sur ce diagramme les valeurs de Ae_3 et de Ae_1. Pour la nuance CMn-1, nous obtenons Ae_3 à environ 818°C et Ae_1 à 633°C, la cémentite se formant à partir de 656°C. Pour la nuance CMn-2, nous obtenons Ae_3 à environ 783°C et Ae_1 à 653°C, la cémentite se formant à partir de 685°C.

Les températures théoriques des points de transformation ont également été estimées à partir de différentes formules. Lors de la montée en température, les températures de début Ac_1 et de fin Ac_3 d'austénitisation sont calculées à partir des formules proposées par Eldis (Équations II.1 et II.2) [Barralis82]. Au refroidissement, le début de la transformation ferritique Ar_3 est estimé à partir de la formule d'Ouchi (Equation II.5) [Ouchi82].

$$Ac_1 = 712 - 17{,}8Mn - 19{,}1Ni + 20{,}1Si + 11{,}9Cr + 9{,}8Mo \quad \text{(II.1)}$$

$$Ac_3 = 871 - 254{,}4\sqrt{C} - 14{,}2Ni + 51{,}7Si \quad \text{(II.2)}$$

$$Ar_3 = 910 - 310C - 80Mn - 20Cu - 15Cr - 55Ni - 80Mo \quad \text{(II.3)}$$

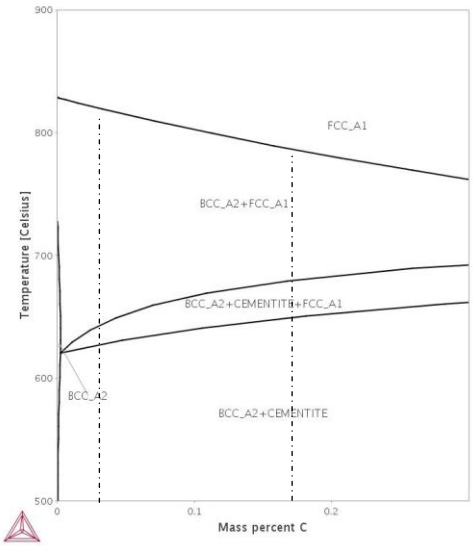


Figure II.1 : Simulation Thermocalc pour notre nuance en élément d'alliage 2.4%Mn et 0.3%Si

Au refroidissement, les débuts de transformation martensitique M_s et bainitique B_s sont calculés à partir des formules empiriques proposées par Steven et Haynes (Equations II.4 et II.5) [Steven56]. Récemment, de nouvelles formules ont été établies [VanBohemen12], [Barbier14].

$$M_s = 561 - 474C - 33Mn - 17Cr - 17Ni - 21Mo \quad \text{(II.4)}$$

$$B_s = 830 - 270C - 90Mn - 37Ni - 70Cr - 83Mo \quad \text{(II.5)}$$

Reférence	C %	Mn %	Si %
CMn-1	0,06	2,4	0,3
CMn-2	0,2	2,4	0,3

Ac_1	Ac_3	M_s	B_s	Ar_3	Ae_1	Ae_3
675	808	440	598	699	633	818
675	742	378	560	656	653	783

Tableau II.2 : Synthèse des compositions chimiques des aciers étudiés (%massique) et températures de transformation calculées correspondantes (°C)

En complément de ces nuances bas carbone, nous avons choisi d'utiliser comme modèle de l'austénite un alliage Fe-70mas.%Ni fourni par ArcelorMittal. Du fait de la forte teneur en Ni, l'austénite est stable à température ambiante. Il permet ainsi d'étudier les mécanismes de déformation et d'adoucissement lors de la déformation à chaud de l'austénite. Même si son énergie de faute d'empilement est différente des aciers bas carbone de notre étude, il nous permettra de compléter les informations obtenues indirectement sur l'austénite déformée dans les aciers bas carbone. La composition chimique de l'alliage est reportée dans le Tableau II.3. Aux impuretés près, elle est quasiment de 70% de nickel et 30% de fer en masse.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Al
0.0007	0.004	<0.002	<0.002	<0.0003	70.1	0.015

Tableau II.3: Composition chimique (%massique) de l'alliage Fe-70Ni

Différents états métallurgiques obtenus par laminage à chaud de l'austénite ont été analysés (Figure II.2). Ils ont été sélectionnés au sein d'une large campagne d'essais thermomécaniques réalisés dans le cadre d'une précédente étude pilotée par H. Réglé [Réglé06]. Deux traitements, conduisant à deux tailles de grains austénitiques de 38µm et 580µm avant la déformation à chaud, ont été sélectionnés. Elles correspondent respectivement à des températures de réchauffage dans le domaine austénitique de 700°C et 1100°C. Le taux de réduction d'épaisseur était ensuite de 50% (ε=0,8). Le temps de maintien après déformation à la température de déformation et avant trempe à l'eau était inférieur à 10s. Les analyses réalisées sur ces échantillons de Fe-70Ni ne seront présentées qu'au Chapitre IV, traitant de la déformation à chaud de l'austénite.

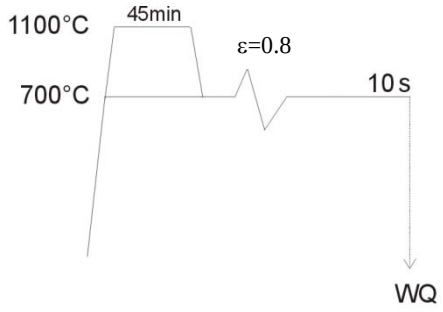


Figure II.2 : Schéma de laminage de l'alliage Fe-70Ni

II.1.2. Traitements dilatométriques

II.1.2.1. Campagne de traitement thermique

Sur les aciers bas carbone, le suivi des cinétiques de la transformation de phase fer $\gamma \rightarrow \alpha$ a été réalisé par dilatométrie. Un dilato-plastomètre BAHR Thermoanalyse Gmbh modèle DIL805 a été utilisé pour réaliser ces traitements thermiques à ArcelorMittal (Figure II.3). Il est constitué d'un système de chauffage par induction et d'un système de refroidissement par projection de gaz (hélium dans notre cas). Les échantillons ont été traités thermiquement sous un vide secondaire (10^{-5} mbar) pour limiter l'oxydation au cours du chauffage et du maintien dans le domaine austénitique. La température est contrôlée par un thermocouple de type S soudé au milieu de la surface d'une éprouvette cylindrique pleine de diamètre 4mm et de longueur 10mm. Au préalable, les éprouvettes sont nettoyées et dégraissées.

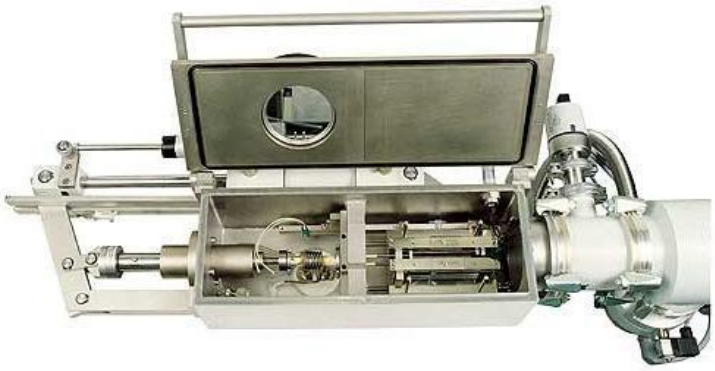


Figure II.3: Dilato-plastomètre BAHR Thermoanalyse Gmbh DIL805, chambre de chauffage

Dans un premier temps, nous avons fait varier la vitesse de refroidissement depuis le domaine austénitique pour définir les domaines d'obtention des différents produits de transformation en régime anisotherme (majoritairement martensite - bainite - ferrite/perlite). Notre objectif était surtout d'analyser les microstructures héritées à partir d'une exploitation approfondie des cartes d'orientations. Il s'agissait d'évaluer comment l'analyse de la distribution des orientations cristallographiques peut enrichir les approches classiques (microstructure - analyse des carbures) pour dégager des éléments caractéristiques des transformations de phase (analyse des relations d'orientations, des distributions de désorientation) et permettre de distinguer les différents produits de transformation.

Dans un deuxième temps, nous avons fait varier la température d'austénitisation pour déterminer l'influence de la taille de grains austénitiques ϕ_γ sur la microstructure de transformation. Nous avons obtenu différentes tailles de grains ϕ_γ allant de 300µm à 10µm, en réduisant la température de maintien dans le domaine austénitique de 1200°C à 850°C. Le temps de maintien est fixé à 5 minutes pour l'ensemble des essais réalisés dans le dilato-plastomètre. Nous analysons en particulier le signal dilatométrique et les microstructures/microtextures héritées à température ambiante. Les différents cycles thermiques effectués lors de cette étude sont illustrés en Figure II.4. La vitesse de trempe est de 80°C/s.

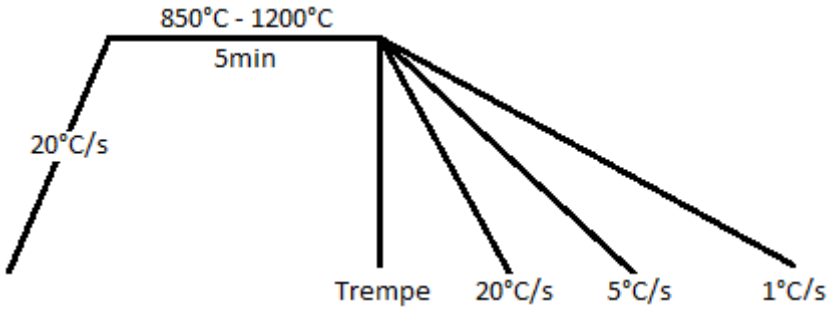


Figure II.4: Traitements thermiques effectués dans le dilato-plastomètre DIL805

Deux diagrammes TRC ont été établis lors du projet ACTRESS (Figure II.5). Ils sont réalisés tous deux pour la nuance CMn-1. Le premier est établi à partir de 1000°C, sans déformation dans le domaine austénitique. Le second est établi en intégrant un maintien à 830°C pour l'application d'une déformation ε=0.6 par compression.

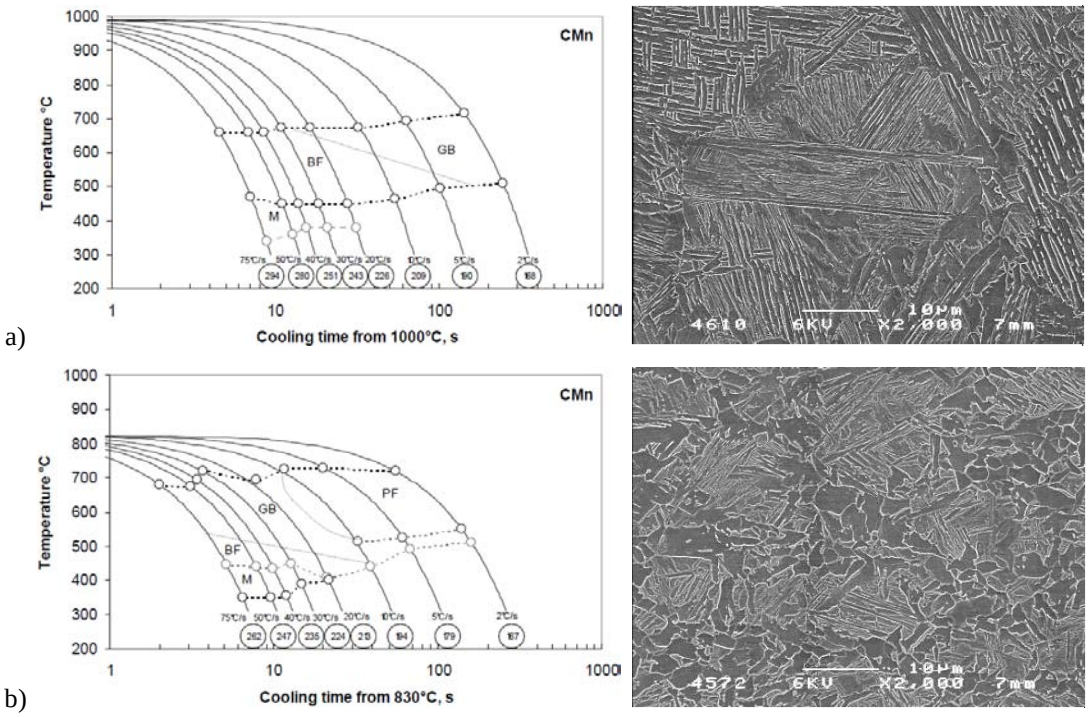


Figure II.5 : Diagrammes TRC de la nuance CMn-1 et mesures de dureté de la microstructure finale après austénitisation pendant 2 min à 1000°C a) suivi de refroidissements continus et b) refroidi jusqu'à 830°C à 2°C/s, maintenu pendant 15s à 830°C puis déformé par compression à ε=0.6, suivi de refroidissements continus (M : martensite, BF : bainite en lattes, GB : bainite granulaire, PF : ferrite polygonale). À droite, les microscopies électroniques obtenues après refroidissement à 75°C/s pour les deux cycles. [Cobo09]

Dans cette étude, les auteurs montrent que pour un refroidissement à 75°C/s après austénitisation à 1000°C, la transformation de phase débute vers 680°C. Une microstructure mixte constituée de bainite en lattes et de martensite est obtenue avec ce refroidissement (Figure II.5.a). Les auteurs considèrent aussi qu'à plus faible vitesse de refroidissement, de la bainite granulaire se forme. Avec la déformation, la température de transformation augmente légèrement. Pour un refroidissement à 75°C/s, la microstructure finale est mixte. Elle est constituée de bainite granulaire, de bainite en lattes et de martensite (Figure II.5.b). Lors de cette étude, la distinction entre la bainite granulaire et la ferrite polygonale n'a pas été approfondie.

II.1.2.2. Exploitation du signal dilatométrique

Les courbes de suivi dilatométrique sont exploitées pour déterminer les températures de transformation de phase et estimer les cinétiques. La Figure II.6 présente un exemple de courbes obtenues. Certaines courbes présentent un seul pic de transformation (Figure II.6.a – transformation martensitique) et d'autres présentent une double transformation (Figure II.6.b – on affecte le premier pic à la transformation bainitique ou ferritique et le second à la transformation martensitique, lorsque cette répartition est cohérente avec l'analyse microstructurale).

Afin d'estimer la répétabilité des mesures de dilatométrie, deux essais ont été réalisés pour un même cycle thermique : les points de transformation sont proches, malgré le décalage des courbes selon l'axe des ordonnées (Figure II.6.b). Les courbes ont été lissées avant exploitation pour déduire les points de transformation et évaluer les cinétiques. Certaines courbes, même après lissage, restent entachées d'artefacts de mesure, ce qui limite leur exploitation.

Pour évaluer les cinétiques de transformation, nous avons en première approximation considéré l'évolution du taux de dilatation (exemple de résultat en Figure II.6.c). La méthode consiste à déterminer les deux asymptotes à la courbe de suivi dilatométrique, avant et après transformation de phase (droites rouges Figure II.6.a). Le coefficient directeur de ces asymptotes correspond au coefficient de dilatation des phases austénitiques et ferritiques. L'avancement de la transformation est calculé en considérant que 100% de la phase initiale se transforme sur la plage de température considérée et en appliquant la règle des segments inverses (Figure II.6.a) [Gomez03]. Cette plage est adaptée en fonction de la nature de la transformation de phase (martensitique ou ferritique).

Le point de début de la première transformation est alors déterminé à 5% du taux de transformation.

Il faut cependant garder à l'esprit que l'amplitude de dilatation à un instant donné ne traduit pas strictement le taux d'avancement de la transformation de phase. En effet, le signal de dilatation est également sensible à des mécanismes de plasticité dus à la transformation de phase et à la précipitation de carbures. Par ailleurs, l'expérience acquise chez ArcelorMittal lors de l'utilisation de ce dilatomètre montre que les points M_s sont déterminés à 20°C près.

Par ailleurs, pour mieux analyser le signal lorsque deux transformations de phases se succèdent au refroidissement, nous avons calculé les courbes dérivées des cinétiques de transformation et tenté de modéliser le signal associé à chaque transformation (Figure II.6.d). Il ne s'agit là que d'une tentative d'évaluation des températures de début de la 2ème transformation pour une comparaison entre les différents essais.

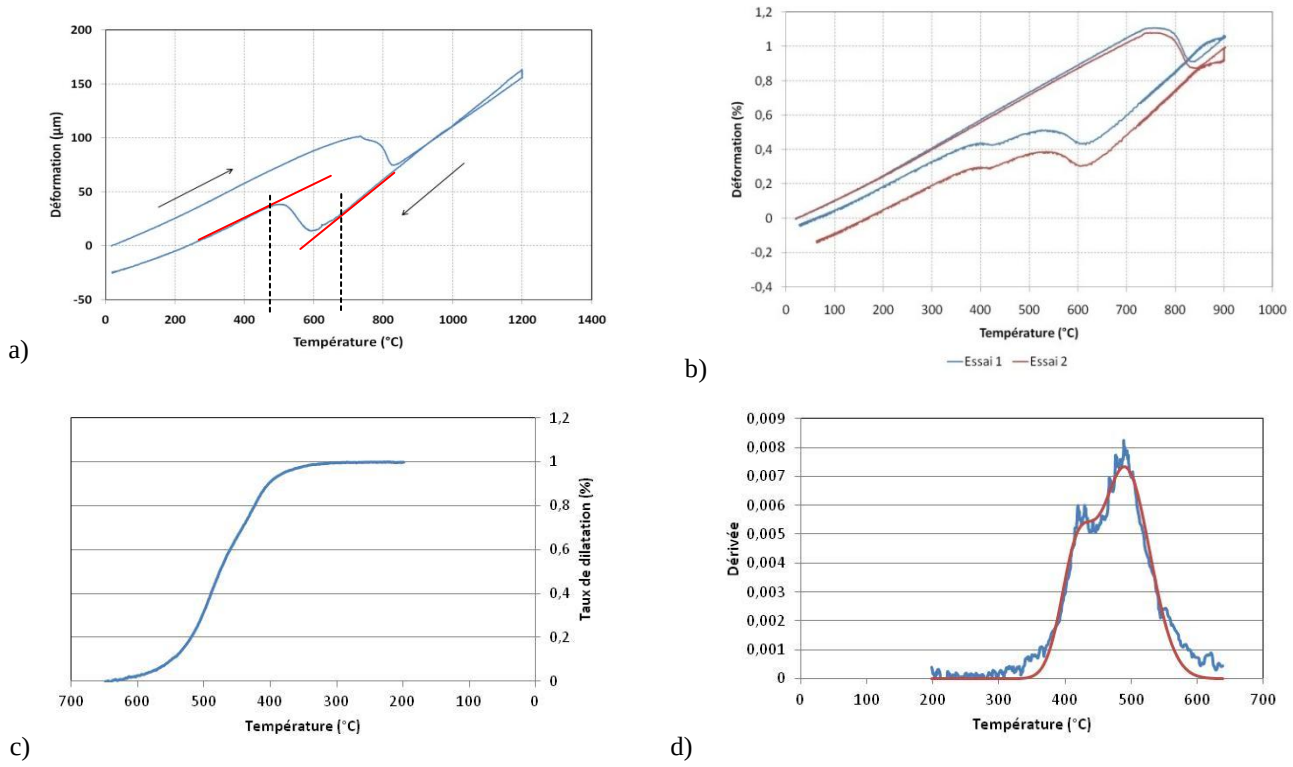


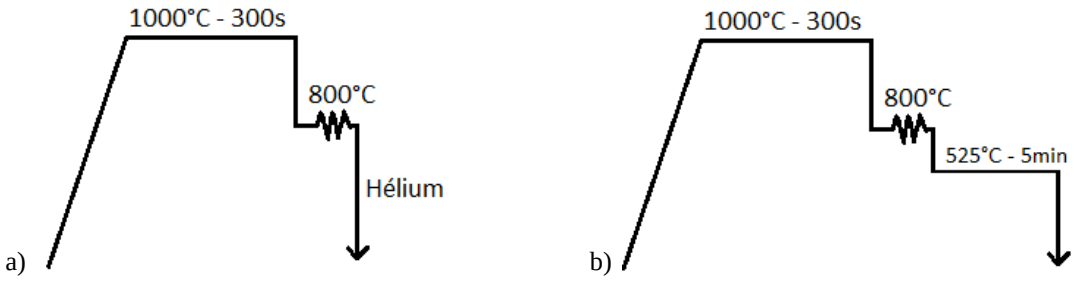
Figure II.6 : Exemples de courbes dilatométriques et leurs exploitations pour la nuance CMn-1 a) Courbe dilatométrique du TT à 1200°C refroidi à 5°C/s, b) Deux essais dilatométriques pour le même TT à 900°C puis trempe, c) Taux de dilatation, d) Dérivée du taux de dilatation (courbe bleue) et modélisation de la dérivée du taux de dilatation (courbe rouge)

II.1.3. Campagne d'essais thermomécaniques

Les traitements thermomécaniques (TTM) ont été réalisés sur la nuance CMn-1 et ont pour objectif d'étudier l'effet de la déformation par compression de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase, d'une part en régime anisotherme lors d'un refroidissement par trempe et d'autre part en régime isotherme à une température de transformation bainitique.

Ce type d'étude implique qu'on soit capable de caractériser l'état austénitique déformé avant transformation. La microtexture austénitique sera reconstruite à partir des microtextures héritées à l'aide du code de reconstruction MERENGUE 2, présenté ultérieurement en section II.3. Dans ce contexte, notre objectif était de déterminer quelles informations pouvaient être obtenues par MERENGUE 2 (ces résultats seront détaillés dans le chapitre IV). Par ailleurs, on peut déjà mentionner que les conditions de déformation ont été choisies pour limiter toute recristallisation de l'austénite avant transformation de phase.

Les deux types de TTM réalisés sont schématisés Figure II.7. La première campagne de déformation (Figure II.7.a) avec un refroidissement par trempe doit également permettre d'évaluer par recalcul la microstructure austénitique après compression. La seconde campagne de déformation (Figure II.7.b) correspond au cycle avec une transformation bainitique isotherme à 525°C, après trempe depuis la température de déformation de l'austénite. Le choix des conditions de TTM, ainsi que le détail de la réalisation des essais dans le simulateur thermomécanique GLEEBLE 3500, sont détaillés dans les sections suivantes.



N°	1	2	3	4
Vitesse de déformation (s^{-1})	0,1	10	10	10
Déformation maximale	0,6	0,6	0,15	0,47

Figure II.7: Récapitulatif des 4 conditions de déformation appliquées lors des essais de compression à chaud a) avec trempe (80°C/s) et b) suivi d'une transformation bainitique isotherme à 525°C. Les conditions 1 et 2 ont des déformations équivalentes, les conditions 1 et 3 des niveaux de contraintes équivalentes et les conditions 1 et 4 ont des énergies équivalentes.

II.1.3.1. Réalisation des essais de compression

Les essais ont été réalisés dans un simulateur thermomécanique GLEEBLE 3500 à ArcelorMittal. Deux types d'éprouvettes sont utilisés : une éprouvette cylindrique de géométrie standard pour la réalisation des essais de référence (Figure II.8.a), ainsi qu'une éprouvette de géométrie adaptée pour le suivi dilatométrique après la déformation à chaud (Figure II.8.b). Les filetages de part et d'autre de l'éprouvette permettent un meilleur suivi du déplacement et de la contrainte appliquée.

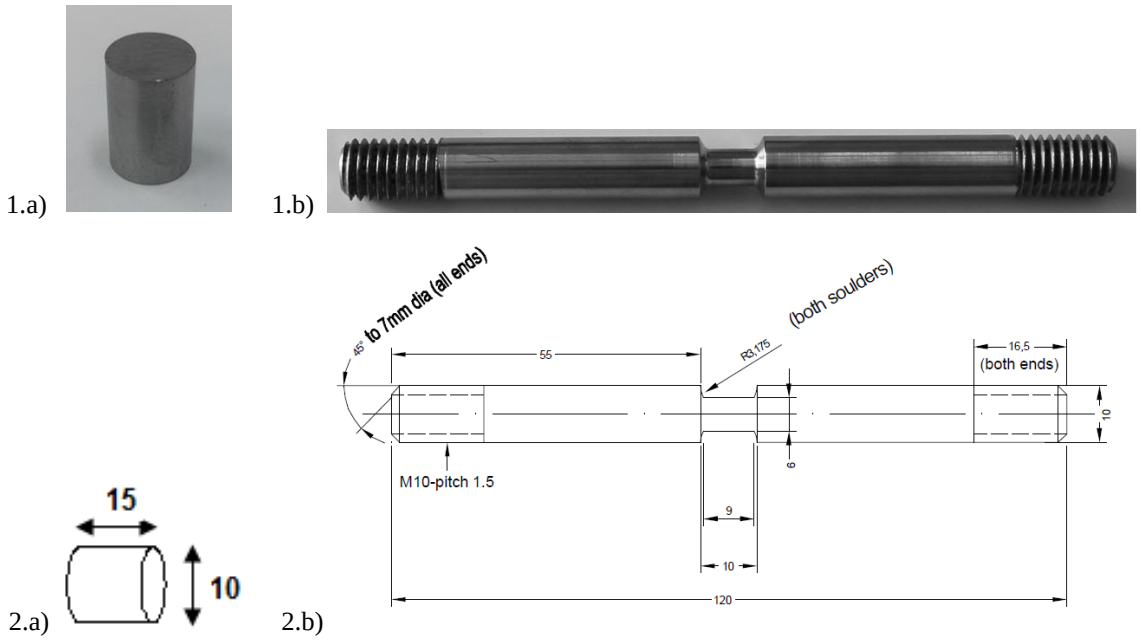
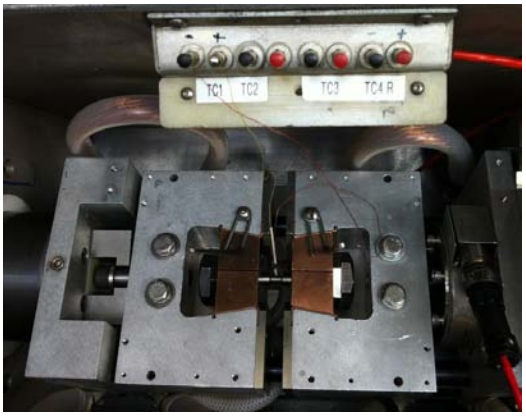


Figure II.8 : 1.a) Eprouvette cylindrique standard pour des essais de compression et 1.b) éprouvette destinée aux essais de compression avec suivi dilatométrique, 2) Plans cotés des deux types d'éprouvettes en millimètre

Dans le simulateur GLEEBLE 3500, le chauffage de l'éprouvette se fait par effet Joule. Un thermocouple soudé à la surface permet de contrôler la température. Le déplacement et la contrainte à appliquer sont définis par des capteurs placés au niveau des mors. Deux types de refroidissement sont possibles : le premier par conductivité thermique, le second par trempe à l'eau ou à l'hélium. Un exemple de montage est présenté en Figure II.9. Le choix du refroidissement dépend de la présence ou non d'un suivi dilatométrique durant l'essai de compression. Lorsqu'il n'y a pas de suivi dilatométrique, les deux types d'éprouvettes peuvent être trempés à l'eau ou au gaz. S'il y a un suivi dilatométrique, le refroidissement de l'éprouvette de géométrie spécifique se fait par conductivité thermique, la vitesse maximale de refroidissement est de 50°C/s.



	Déformation	Contrainte
Strokes	$\varepsilon = \ln \frac{L_0 + \Delta L}{L_0}$	$\sigma = \frac{Force}{\frac{L_0 \frac{\pi d_0^2}{4}}{L_0 + \Delta L}}$
Diamètre	$\varepsilon = 2 \ln \frac{d_0}{d_0 + \Delta d}$	$\sigma = \frac{Force}{\frac{\pi (d_0 + \Delta d)^2}{4}}$

Figure II.9: Exemple de montage permettant la compression à chaud et le suivi des transformations de phase par dilatométrie dans la GLEEBLE 3500 et Calculs de la déformation et de la contrainte lors d'un essai de compression dans la GLEEBLE

Le suivi de la déformation peut être obtenu de deux manières différentes à partir du suivi de la dilatation de l'éprouvette. La dilatation est mesurée au niveau du diamètre de l'éprouvette à l'aide d'un extensomètre. Les formules permettant de calculer la déformation et la contrainte appliquée sont présentées en Figure II.9. Nous avons travaillé ici avec les valeurs obtenues par les formules de Strokes.

II.1.3.2. Mise au point des conditions de traitement thermomécanique

La Figure II.7 montre qu'un pré-traitement à 1000°C pendant 300s a été réalisé avant de déformer notre acier à la température de 800°C. Ce pré-traitement a pour objectif d'obtenir une taille de grain austénitique d'environ 50µm et une microstructure de transformation de phase adaptée à l'utilisation du code MERENGUE.

Ces conditions de pré-traitement ont été déduites des résultats de la campagne de traitement thermique, détaillée dans le chapitre III. En effet, nos résultats ont montré qu'un traitement thermique suivi d'une trempe permet d'obtenir une microstructure héritée de type martensitique avec des ex-grains austénitiques de 50µm en moyenne. Les températures inférieures à 1000°C donnent des grains austénitiques de tailles inférieures, mais conduisent à la formation d'une microstructure granulaire avec disparition progressive des relations d'orientations, et ce même lors d'un refroidissement par trempe. Or cette microstructure granulaire n'est pas favorable au recalcul de la microtexture parente, comme il le sera montré au chapitre III.

Pour cette campagne d'essais, nous avons choisi de déformer les échantillons à 800°C, soit 100°C au-dessus de A_{r3}. La température de déformation doit être suffisamment élevée pour que l'austénite ne se transforme pas lors de la déformation tout en limitant la recristallisation. La température de non-recristallisation T_{nr} a été évaluée à 808°C à l'aide de la formule proposée par Boratto et coll. (II.6) [Boratto88].

$$T_{nr} = 887 + 464C + \left(6445Nb - 664\sqrt{Nb}\right) + \left(732V - 230\sqrt{V}\right) + 890Ti + 363Al - 357Si \quad \text{(II.6)}$$

Les essais de compression préliminaires (sur éprouvette de géométrie standard) ont montré qu'il n'y a pas d'adoucissement lors de la compression de l'austénite à 800°C pour trois vitesses de déformation choisies ($0{,}1s^{-1}$, $1s^{-1}$ et $10s^{-1}$). Les courbes rhéologiques correspondantes sont présentées en Figure II.10.

Les différents taux de déformation interrompue ont également été retenus suite à cette campagne d'essais de compression préliminaire avec des éprouvettes cylindriques standard. Les essais sont arrêtés pour une déformation maximale de ε=0.7, déformation maximale possible dans le simulateur. Les éprouvettes sont refroidies à $10°C.s^{-1}$.

À partir de ces courbes, nous avons sélectionné pour les deux vitesses extrêmes, des essais à interrompre à différents taux de déformation pour comparer :

- des essais à niveau de contraintes équivalentes (Figure II.11.a)
- des essais à déformation équivalente (Figure II.11.b)
- et des essais à travail équivalent (Figure II.11.c).

La Figure II.12 illustre les essais interrompus réalisés pour suivre cette méthodologie.

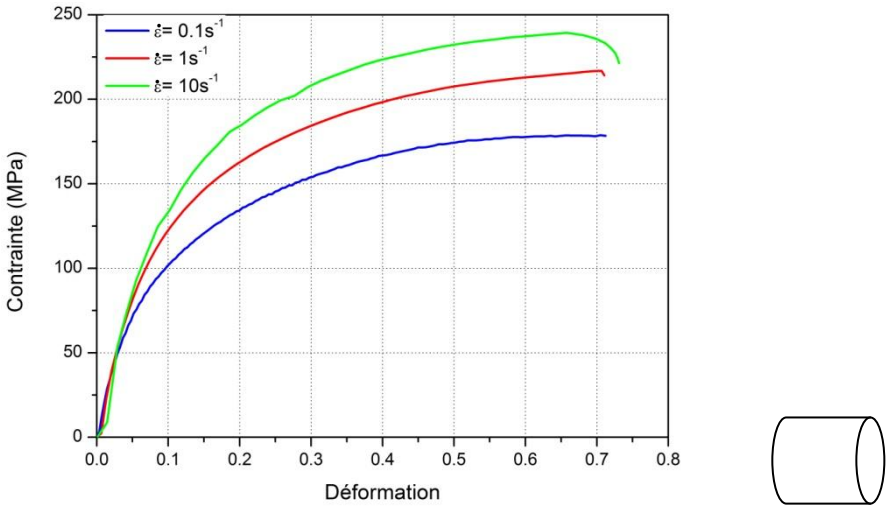


Figure II.10 : Comportement mécanique de référence de l'austénite en compression à 800°C obtenu avec des éprouvettes cylindriques suivi d'un refroidissement à 10°C.s^{-1}

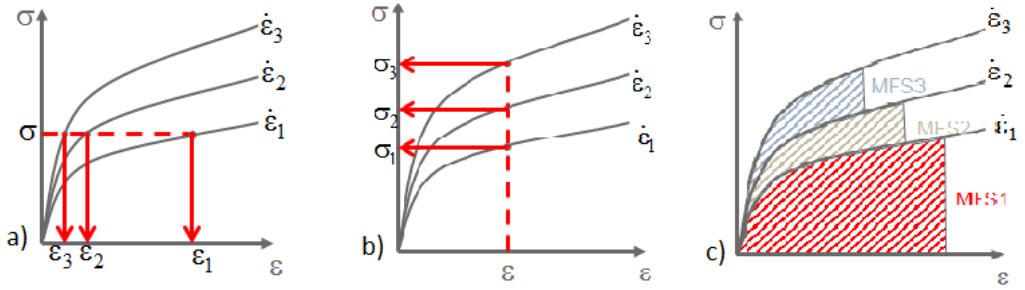


Figure II.11 : Schémas permettant de définir les conditions de la campagne de compression

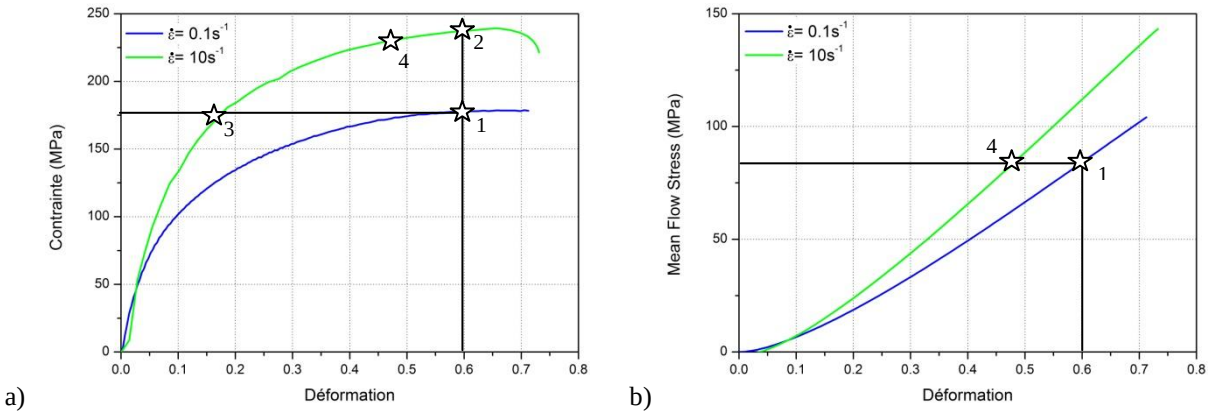


Figure II.12 : a) Comportement mécanique et b) évolution de la contrainte d'écoulement moyenne en fonction de la déformation appliquée pour deux vitesses de déformation $\dot{\varepsilon}$ =0,1s^{-1} et $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} sur les éprouvettes cylindriques

II.2. Analyse des microstructures de transformation de phase

Plusieurs techniques s'offrent à nous pour observer et comparer les microstructures résultant des différents traitements thermomécaniques. Parmi celles-ci, on retrouve la microscopie optique, la diffraction des rayons X, la microscopie électronique à balayage couplée à la technique EBSD ainsi que le code de recalcul de la microtexture parente 'MERENGUE 2' développé au LEM3. La microscopie optique nous permettra de caractériser la microstructure de transformation de phase et d'observer la taille des ex-grains austénitiques (révélés par attaque thermique). La diffraction des rayons X nous permettra de caractériser la texture de transformation de phase du matériau et son évolution suite à la déformation de l'austénite. La microscopie à balayage et l'EBSD nous faciliteront la différenciation des produits de transformation par acquisition de cartographies d'orientations. Ces cartographies seront également exploitées pour reconstruire la microtexture de la phase austénitique parente, comme il le sera montré en section II.3.

II.2.1. Microscopie optique et électronique

Après traitement thermique et thermomécanique, tous les échantillons ont été observés au microscope optique et électronique. Pour mettre en évidence la microstructure après traitement, un protocole standard a été appliqué. Les échantillons ont été polis mécaniquement jusqu'au papier abrasif de granulométrie 4000 suivi d'une finition sur disque diamanté (3µm puis 1µm).

La microstructure ferritique est ensuite révélée par une attaque chimique de 5s au Nital (3mL d'acide nitrique dans 100mL d'eau). Cette attaque révèle la microstructure par attaque préférentielle des joints de grains de la matrice ferritique. Un microscope Olympus BX61 équipé d'une caméra couleur haute résolution a été utilisé pour acquérir les micrographies. L'attaque picral a été testée pour distinguer les produits de transformation. Les résultats ne sont pas concluants dus à la faible teneur en carbone de l'acier et donc à un faible taux de carbures.

La microstructure des échantillons a également été observée par microscopie électronique à balayage à l'aide de deux MEB FEG JEOL 6500F et ZEISS Supra40. L'attaque chimique au Nital est d'une durée plus courte que celle réalisée pour les observations par microscopie optique.

Nous avons également testé l'efficacité des attaques colorantes comme Lepera ou Klemm pour mieux différencier les produits de transformation (martensite/bainite/ferrite) [Gouné12]. Les résultats montrent qu'il n'y a pas d'apport significatif dans la caractérisation des microstructures avec ces attaques colorantes pour nos compositions chimiques.

II.2.2. Méthode de quantification des tailles de grains austénitiques

Pour révéler la taille des grains austénitiques γ, nous avons testé différentes approches (attaque chimique et thermique). Notre expérience montre que l'attaque thermique reste la technique la plus efficace pour révéler les grains γ lors d'un traitement thermique d'austénitisation. Pour réaliser cette attaque, les éprouvettes de dilatométrie de diamètre 4mm sont polis mécaniquement jusqu'à 1µm (finition : pâte diamant). La surface observable est de l'ordre de 20mm². L'éprouvette subit ensuite le traitement thermique dans le dilatomètre (Figure II.4). Les anciens joints de grains γ sont attaqués thermiquement et sont observables au microscope optique, sur la surface pré-polie [Garcia01], [Garcia03], [SanMartin10]. Le principe de l'attaque thermique a été détaillé dans le chapitre I, section I.2.2.2.

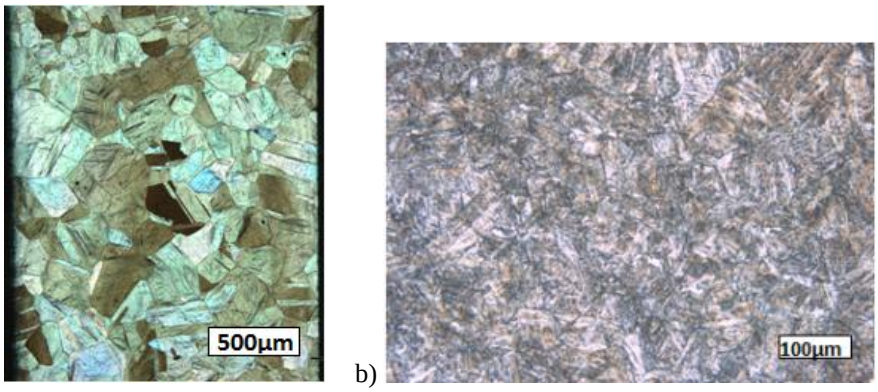


Figure II.13 : a) L'attaque thermique est plus efficace que b) l'attaque Béchet-Beaujard pour la chimie étudiée et une même température d'austénitisation (T = 1150°C, trempe)

Après l'attaque thermique, les échantillons sont observés au microscope optique avec un grandissement de x100 ou x200, soit des surfaces équivalentes à 1400x1000 µm² et 700x500 µm². Les joints de grains austénitiques sont ensuite décalqués sans prendre en compte les macles thermiques, comme illustré en Figure II.14. Les calques sont traités à l'aide du logiciel d'analyse d'image Aphélion. La taille de grains est estimée en utilisant la méthode des intercepts, ce qui permet d'établir une distribution de la taille pour chaque traitement thermique. La statistique de mesure comprend environ 200 grains.

Enfin, après avoir analysé la taille des ex-grains austénitiques, la surface précédemment attaquée thermiquement est repolie mécaniquement jusqu'à 1µm puis attaquée 5s au Nital pour révéler la microstructure de transformation de phase.

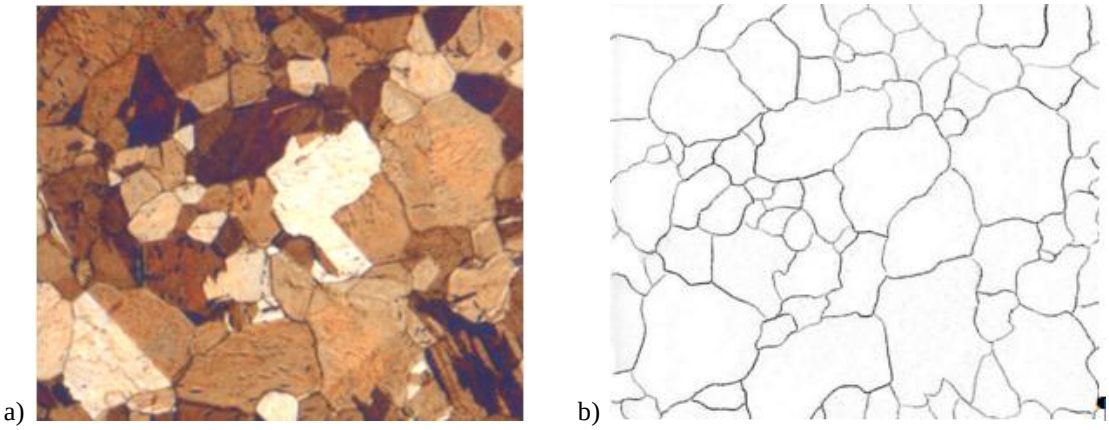


Figure II.14 : Exemple de microstructure austénitique obtenue après a) attaque thermique et b) le calque correspondant

II.2.3. Analyse de texture par diffraction des rayons X

II.2.3.1. Caractérisation de la texture ferritique

La texture macroscopique décrit la distribution statistique des orientations des grains du matériau par rapport au repère de l'échantillon. Elle est caractérisée par une fonction de distribution des orientations (FDO). Notée f(g), elle correspond à la fraction volumique de cristallites ayant une orientation g à dg près, où g est l'orientation du cristal. Elle a été déterminée à partir de figures de pôles, acquises sur un goniomètre de texture Siemens D5000. Il est muni d'une anode de chrome, d'un détecteur linéaire Braun et d'un collimateur cylindrique de 0,5mm de diamètre. Pour la ferrite, on mesure les trois figures de pôles {110}, {200} et {211}, correspondant aux raies de diffraction les plus intenses.

Les mesures de textures ferritiques sont réalisées avec l'objectif de recalculer la texture austénitique et de suivre son évolution avec la déformation appliquée par compression. Les textures ferritiques ont été mesurées sur la section longitudinale et à cœur des éprouvettes de compression. Cependant nos résultats montreront que les textures héritées mesurées sont peu marquées (Chapitre IV, IV.2.2). Cela limitera l'analyse des évolutions de la macrotexture austénitique déformée.

La fonction de texture est ensuite calculée à partir des figures de pôles expérimentales à l'aide de la méthode harmonique. La fonction de texture est alors développée en série sur la base de fonctions harmoniques sphériques généralisées d'après le formalisme proposé par Bunge [Bunge82] :

$$f(g) = \sum_{\ell=0}^{\ell max} \sum_{m=-\ell}^{\ell} \sum_{n=-\ell}^{\ell} C_{\ell}^{mn}\ T_{\ell}^{mn}(g)$$

où ℓ est un nombre entier positif, m et n des entiers, C_{ℓ}^{mn} sont les coefficients de texture. Les données sont ensuite représentées sous forme de figures de pôles calculées projetées dans le plan de compression. Les données sont analysées et représentées à l'aide du logiciel JTEX développé au LEM3 [J.-J. Fundenberger, B. Beausir, Université de Lorraine - Metz, 2015, JTEX - Software for Texture Analysis, http://jtex-software.eu/"].

II.2.3.2. Calcul de la texture austénitique parente

Connaissant la texture de la phase ferritique héritée par transformation de phase (martensite ou bainite), il est possible dans certaines conditions d'évaluer la texture de la phase austénitique parente [Kallend76], [Humbert00]. Le traitement mathématique, appliqué à la fonction de texture héritée, est détaillé dans [Humbert00, 01]. Il est décrit dans les grandes lignes ci-dessous.

Ce calcul s'appuie sur la relation (II.7) qui lie les fonctions de texture de la phase héritée et de la phase parente à partir de la relation d'orientation (cas d'une transformation de phase sans sélection de variant).

$$f_{\alpha}(g) = \int W(\Delta g\ ) \cdot f_{\gamma}(\Delta g^{-1} \cdot g) \cdot d\Delta g \qquad \text{(II.7)}$$

Avec W(Δg), la fonction de transformation des orientations décrivant la relation d'orientation Δg_0.

En développant en séries chaque fonction, on obtient un système d'équations linéaires entre les deux jeux de coefficients des deux fonctions de texture.

$$C_l^{\mu\nu}(\alpha) = \frac{1}{2l+1}\sum_{\mu'=1}^{M(l)} W_l^{\mu\mu'}(\Delta g_0) C_l^{\mu'\nu}(\gamma) \qquad \text{(II.8)}$$

Si la symétrie de la texture héritée est inférieure ou égale à celle de la texture parente, il est possible d'inverser ce système pour en déduire la fonction parente.

Dans la pratique, la fonction de texture expérimentale de la phase héritée (déterminée soit à partir de figures de pôles obtenues par diffraction de rayons X, soit à partir d'orientations individuelles mesurées en EBSD) ne correspond pas à la transformation de la texture parente dans le respect strict de la relation d'orientation et sans subir de mécanismes de sélection de variantes. De plus, il faut également tenir compte des erreurs expérimentales dans la détermination de la texture héritée.

Par conséquent, la fonction parente est recherchée en minimisant la différence G:

$$G = \int \left[f_\alpha(g) - f_\alpha^{\exp}(g) \right]^2 dg = \int \left[\int W(\Delta g) \cdot f_\gamma(\Delta g^{-1} \cdot g) \cdot d\Delta g - f_\alpha^{\exp}(g) \right]^2 dg \qquad \text{(II.9)}$$

et en imposant la positivité de la solution recherchée ($f_\gamma(g) \geq 0$) [Humbert00], [Humbert01].

En l'absence de sélection de variantes, cette approche permet d'obtenir la fonction de texture de la phase parente directement à partir de la fonction de texture de la phase héritée. En cas de sélection de variants, la texture parente calculée présente des pics parasites. Elle renseigne uniquement sur les densités d'orientations majoritaires de la texture parente.

II.2.4. Analyse des microtextures à l'aide de l'EBSD

II.2.4.1. Principe de l'EBSD

La technique EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) permet de déterminer l'orientation cristallographique des grains dans le matériau, connaissant leur structure cristallographique. Il s'agit de focaliser un faisceau d'électrons sur un grain. Les électrons incidents qui frappent l'échantillon sont diffusés dans un large domaine angulaire. Les électrons rétrodiffusés par le matériau sont en condition de Bragg pour une famille de plans donnée et forment deux cônes de diffraction. L'intersection de ces cônes avec l'écran de phosphore, placé face à l'échantillon, forme des hyperboles assimilables à des droites. L'ensemble des droites superposées constitue un diagramme de Kikuchi comme illustré Figure II.15.a. L'indexation cohérente des différentes bandes de Kikuchi, en respectant les angles entre les plans cristallographiques et en déterminant leurs axes de zone, permet de déterminer l'orientation cristallographique du grain par rapport au repère de l'échantillon.

Dans la pratique, l'échantillon est placé dans un Microscope Électronique à Balayage (MEB). Lors des mesures, l'échantillon doit être incliné de sorte que la normale à sa surface et le faisceau d'électrons forment un angle de 70°. Une caméra numérique permet d'enregistrer en temps réel les diagrammes de Kikuchi obtenus (Figure II.15.b). Le dispositif est complété par un logiciel d'indexation automatique des bandes de Kikuchi qui détermine l'orientation cristallographique correspondante. Une attention particulière doit être portée sur la préparation des échantillons destinés à l'EBSD. Les échantillons ne doivent pas présenter de relief ou d'écrouissage en surface induit par la préparation métallographique afin d'obtenir des diagrammes de Kikuchi de bonne qualité. Le système EBSD est utilisé ici en mode 'cartographie'. Le faisceau d'électrons balaye la zone de l'échantillon à analyser en suivant une grille prédéfinie. À chaque position de la grille, le système effectue l'acquisition et l'indexation du diagramme de Kikuchi. Pour chaque point analysé, il est alors possible d'obtenir les informations suivantes :

- Les coordonnées du point.
- La nature de la phase détectée.
- L'orientation correspondante.
- L'indice de qualité (ou contraste de bande) du diagramme de Kikuchi.

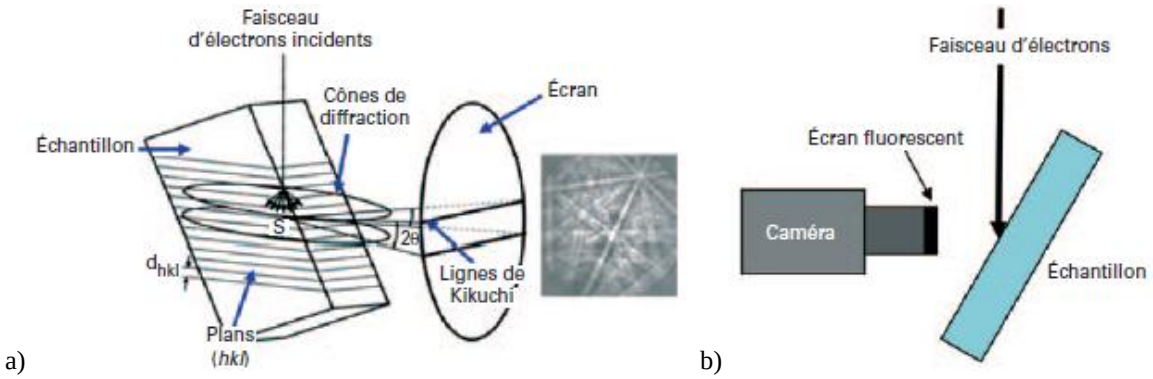


Figure II.15 : a) Schéma du principe de formation des diagrammes de Kikuchi et b) schéma applicatif de l'EBSD [Baudin10]

Pour les analyses EBSD, la surface attaquée au Nital est repolie légèrement (à la pâte diamant de 6µm jusqu'à 1µm) puis de manière électrolytique. La solution électrolytique a pour composition : 700mL d'éthanol, 120 mL d'eau, 100mL d'éther monobutylique, 78mL d'acide perchlorique. Les données EBSD sont obtenues sur deux MEB-FEG (Microscope Electronique à Balayage équipé d'un canon à effet de champ) : un FEG-JEOL 6500F à l'aide du système EBSD Channel 5 Nordlys S (Oxford- HKL technology) et un Supra40-Zeiss à l'aide du système d'acquisition Quantax (Bruker). Ces MEB sont utilisés avec une tension d'accélération de 15 à 20kV et une distance de travail de 10 à 15mm pour l'acquisition des données. Des cartographies d'orientations sont ainsi acquises avec différents pas de déplacement allant de 50nm à 200nm. Les données sont corrigées avant exploitation (suppression d'éventuelles erreurs d'indexation et extrapolation de points non indexés sur un nombre limité de pixels).

II.2.4.2. Analyse des cartographies d'orientations héritées

Les cartes EBSD de la microtexture de transformation acquises durant cette thèse sont systématiquement analysées à l'aide de la carte d'orientations et des désorientations, de l'histogramme des désorientations angulaires entre pixels voisins et des figures de pôles.

La carte d'orientations donne, à l'aide d'un code couleur, la direction cristalline en coïncidence avec l'un des axes de l'échantillon selon le triangle standard (Figure II.17.b). La carte des désorientations angulaires (Figure II.17.c) est superposée au contraste de bande BC (Figure II.17.a). Le BC correspond à l'indice de qualité des diagrammes de Kikuchi, défini par le rapport d'intensité entre les bandes de Kikuchi détectées et l'intensité moyenne du cliché de diffraction. Il met en évidence les joints de grains présents dans la microstructure.

L'analyse de l'histogramme des désorientations angulaires entre pixels voisins permet de caractériser la transformation de phase (Figure II.16). L'intensité relative des pics de l'histogramme, comme présentée dans le Chapitre I, est propre à chaque produit de transformation de phase et héritée de la relation d'orientation avec l'austénite. On définit un code de couleur des désorientations caractéristiques pour les localiser sur la carte EBSD, qui sera respecté tout au long de ce manuscrit.

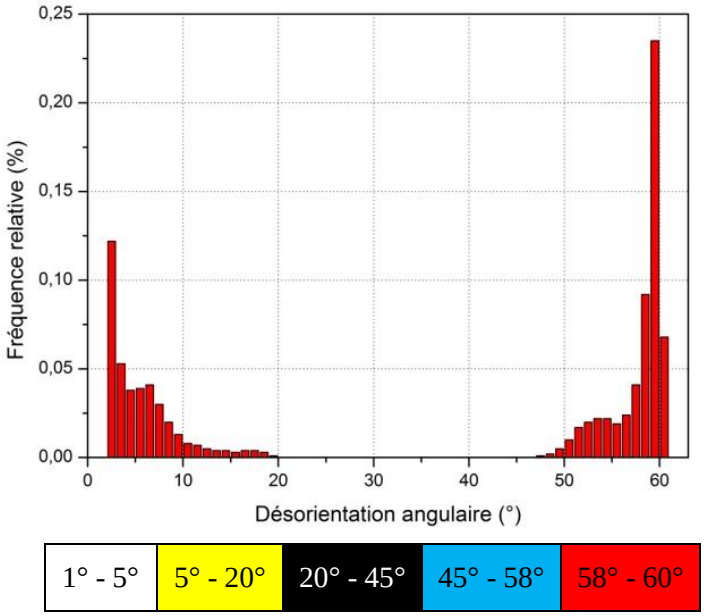


Figure II.16 : Histogramme de distribution des angles de désorientations entre pixels voisins et code couleur des désorientations caractéristiques de la microstructure ferritique

À ces deux représentations s'ajoute le tracé des figures de pôles des principaux plans diffractants de la structure cristalline (Figure II.17.e). Il s'agit des plans {001}, {110} et {111} de la phase α. Les figures de pôles aident à confirmer l'appartenance des variants sélectionnés à un même parent, par la mise en évidence des trois domaines de Bain sur la figure de pôles {001}. Cela est rendu possible, si une RO est suivie plus ou moins strictement, et si les anciens grains austénitiques contiennent suffisamment de variants différents pour rendre identifiables ces domaines.

Les courbes TRC présentées en Figure II.5 mettent en évidence que les microstructures héritées avec nos nuances sont plutôt mixtes avec différents produits de transformation. Elles peuvent être constituées de martensite/bainite inferieure, structure composée de fines lattes ou encore de bainite supérieure mais aussi de bainite granulaire et de ferrite polygonale. Nous avons donc tenté d'exploiter les cartographies EBSD pour identifier et quantifier ces différents produits de transformation. Il s'agissait de coupler les critères morphologiques et cristallographiques suivants pour les distinguer, critères déjà éprouvés lors d'une étude interne à ArcelorMittal sur des aciers laminés à chaud présentant des microstructures mixtes [Zhu11]. Il s'agit de :

- La taille et la morphologie des domaines d'orientations proches
- Des indices de qualité des diagrammes de diffraction
- Des désorientations intragranulaires moyennes

Cette approche automatique n'est pas pertinente dans le cas notre étude. En effet les microstructures sont majoritairement mixtes et les paramètres de détection doivent être réajustés à chaque nouvelle analyse.

Enfin, l'analyse des cartographies d'orientations nous permet d'obtenir des informations sur la microtexture parente austénitique. Cette analyse, réalisée à l'aide du logiciel MERENGUE2, permet d'obtenir une meilleure définition du contour des anciens grains austénitiques (comparé au tracé des désorientations angulaires 20° à 45°) et de définir l'orientation individuelle de chacun de ses grains. Cela ouvre de nouvelles possibilités d'analyse des données héritées, telle que l'analyse locale des relations d'orientations entre l'austénite et ses produits de transformation. Les analyses réalisables à l'aide de MERENGUE 2 sont détaillées dans la section suivante.

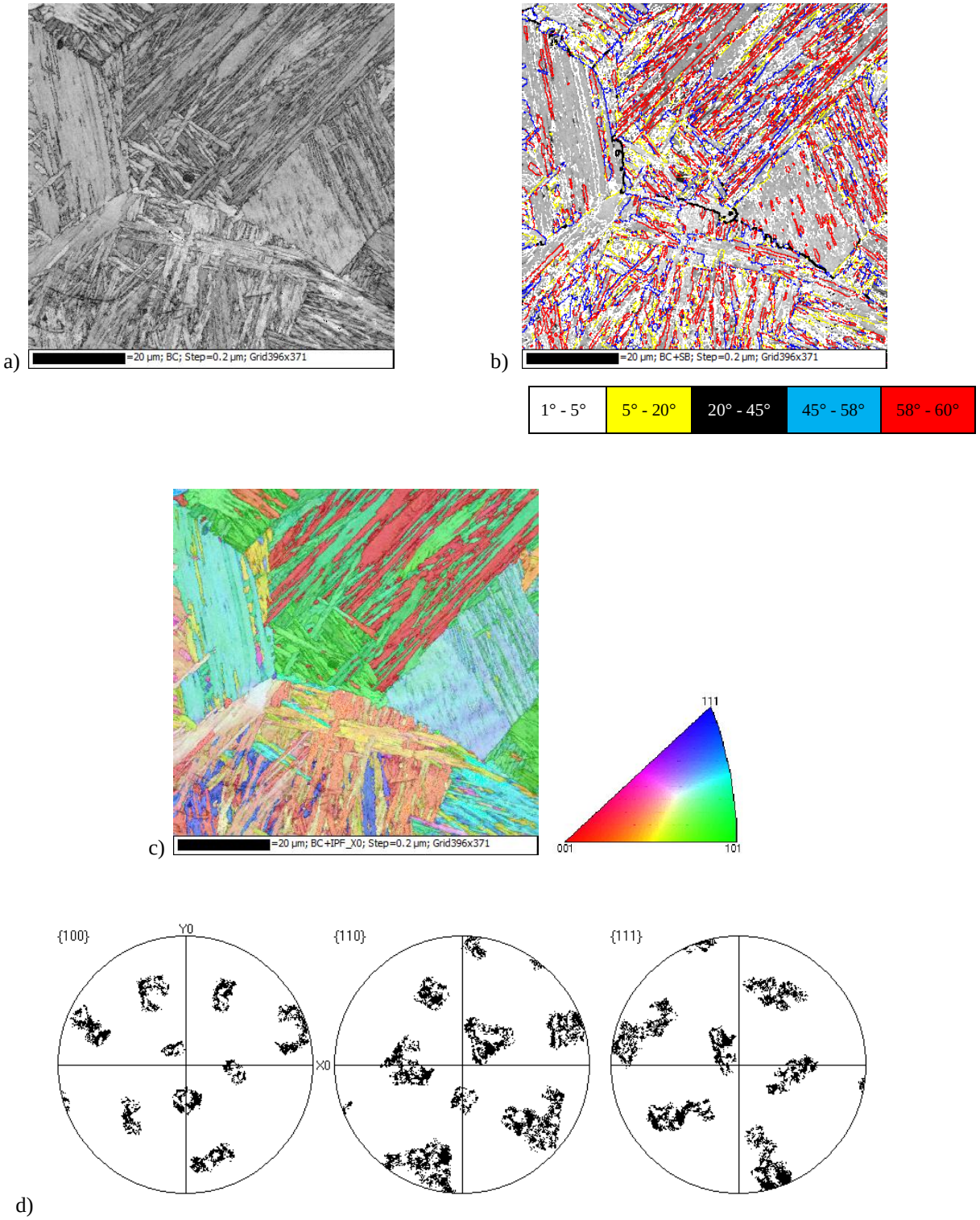


Figure II.17 : ***Microstructure martensitique*** *a) Contraste de bandes, b) Carte des désorientations angulaires superposées au contraste de bande, c) Carte d'orientations selon l'IPF, d) figures de pôles des plans {001}, {110} et {111} des variants hérités du même grain parent*

II.3. Reconstruction de la microtexture parente

La composition chimique de nos aciers ne permet pas de stabiliser à température ambiante la phase parente austénitique. Par conséquent, la reconstruction numérique reste une alternative intéressante aux analyses *in situ* à haute température pour obtenir des informations sur la microstructure et microtexture de l'austénite avant transformation de phase.

Le logiciel de reconstruction développé au LEM3 est baptisé Merengue. La première version a été développée pendant la thèse de Pierre Blaineau ([Blaineau10a et b], [Humbert11]) dans la continuité des travaux antérieurs sur cette thématique [Germain07].

Un de nos objectifs au travers de cette thèse est de gagner en expérience dans l'application des approches de reconstruction dans les aciers bas-carbone, suite à un traitement thermique mais aussi suite à un traitement thermomécanique. L'expérience acquise a permis :

- de proposer des améliorations qui intègrent mieux les difficultés liées aux approches de reconstruction appliquées aux aciers,
- d'intégrer de nouvelles options dans MERENGUE pour prendre en compte les spécificités d'une phase parente déformée avant transformation de phase,
- et enfin d'en faire un outil complet pour l'étude de la microtexture de transformation.

Ces développements ont été réalisés par Lionel Germain et sont détaillés dans sa thèse d'habilitation [Germain14a]. Ils ont abouti à la mise au point d'une nouvelle version du code : MERENGUE 2.

Nous rappelons dans cette partie le principe général des méthodes de reconstruction et comment ce principe se décline dans MERENGUE 2. Ensuite, nous reprécisons le champ d'application de ces méthodes, en pointant les difficultés spécifiques dans le cas des aciers. Dans une troisième partie, nous détaillons comment les développements récents intégrés dans MERENGUE 2 vont améliorer et fiabiliser les reconstructions dans les aciers et nous décrivons les nouvelles options permettant d'analyser la microtexture de transformation.

II.3.1. Principe général et application dans la version MERENGUE 2

Connaissant la relation d'orientation (RO) entre les phases parentes et héritées, les méthodes de reconstruction cherchent à identifier de façon automatisée les contours des ex-grains parents et leurs orientations à partir des informations cristallographiques et topologiques de la cartographie d'orientation de la phase héritée. Elles s'appliquent à des transformations dont la phase héritée germe et croit dans le grain parent en respectant une relation d'orientation connue entre les réseaux cristallins des deux phases. Les reconstructions seront d'autant plus fiable que :

- la RO est unique et suivie le plus strictement possible lors de la transformation.

- le voisinage d'un domaine hérité sur une carte EBSD définit plusieurs variants (leur nombre devant être suffisant pour permettre l'identification de l'unique parent commun).

Le logiciel développé au LEM3 intègre 3 étapes principales que nous détaillons dans la suite:

1. Le traitement préalable de la carte héritée
2. La recherche de fragments de grains parents fiables
3. L'élargissement des fragments et la construction de la carte parente

La nouvelle version MERNEGUE 2 permet de visualiser puis de valider chaque étape avant de passer à la suivante, de recommencer ou de revenir en arrière. Cette utilisation itérative est rendue possible par la rapidité de calcul, qui permet de procéder par erreurs et essais afin de choisir les paramètres de reconstruction les plus adaptés à chaque étape.

II.3.1.1. Traitement préalable de la carte héritée

Dans un premier temps, les domaines D_i d'orientation proche sont identifiés sur la carte héritée avec un critère de désorientation angulaire ω_{dom}. Cette étape est semblable à la routine classiquement disponible dans un logiciel de post traitement des données EBSD pour identifier les grains. Les pixels de proche en proche, dont l'angle de désorientation est inférieur à ω_{dom}, sont regroupés et forment un même domaine hérité.

Pour optimiser les temps de calcul, MERENGUE 2 transforme les informations de la carte en graphe (Figure II.18). Chaque domaine hérité D_i est associé à un nœud du graphe. Chaque nœud contient la phase du domaine, son orientation moyenne ainsi que sa surface. À chaque arrête du graphe, sont associées la longueur du joint de grain entre deux domaines voisins et la désorientation moyenne entre les deux domaines (cette désorientation est la moyenne des désorientations mesurées le long du joint).

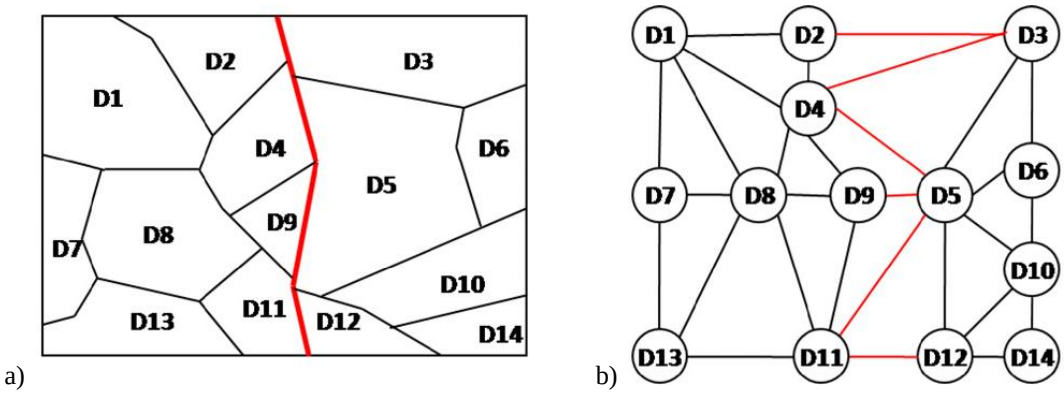


Figure II.18 : Transformation de la microstructure héritée, issue des données EBSD a), constituée de 14 domaines hérités en graphe b) représentant les relations de voisinage direct entre les domaines. La ligne rouge représente un joint de grain γ/γ [Germain12]

II.3.1.2. Recherche de fragments de grains parents fiables

Dans un second temps, on cherche à identifier pour un domaine D_i son orientation parente la plus probable. Le domaine devient le fragment d'un grain parent quand une orientation parente a été trouvée.

Dans la pratique, cette étape se déroule comme suit :

Connaissant l'orientation d'un domaine D_i, exprimée par la rotation g_{Di}, on peut calculer l'ensemble des orientations des parents potentiels, exprimé par les rotations : $\{g^i_{pDi}\} = \{\Delta g^{-1}.S_i\,.g_{Di}\}_{i=1...nv}$. Δg est la rotation exprimant la relation d'orientation mettant en coïncidence un repère du cristal parent et un repère du cristal hérité. Le nombre maximum de parents potentiels est donné par le nombre d'éléments de symétrie rotationnelle $\{S_i\}_{i=1...nv}$ de la phase héritée (n_v, 24 dans le cas des aciers). Ainsi, définir un parent, consiste à rechercher l'élément de symétrie particulier S_i^{Di} qui relie le domaine hérité à son parent.

Pour chaque parent potentiel (ou élément de symétrie S_i), on calcule les écarts entre les variants théoriques déduits de ce parent potentiel et les orientations expérimentales dans le voisinage de D_i. Ces calculs (non détaillés dans ce travail) sont réalisés en considérant les désorientations entre le domaine de référence D_i et chacun de ces domaines voisins. Ces désorientations sont comparées avec une tolérance angulaire $\boldsymbol{\omega_{frag}}$ à l'ensemble des désorientations théoriques qui caractérisent deux variants issus du même parent.

Ces écarts sont traduits par une fonction inverse notée $F_{\gamma j}(D_i)$ pour que les valeurs maximales de la fonction correspondent aux écarts les plus faibles. Le maximum de la fonction tend vers le nombre de variants présents dans le voisinage.

Les 24 parents potentiels sont classés à l'aide de $F_{\gamma j}(D_i)$, du plus probable au moins probable. Le parent le plus probable est celui qui maximise $F_{\gamma j}(D_i)$ avec les deux conditions additionnelles :

- $F(D_i)_{max}$ dépasse une valeur seuil définie par l'utilisateur,
- $F(D_i)_{max}$ présente un écart avec la solution classée en 2ème position (cet écart seuil est défini par l'utilisateur). Cette sélection sur les écarts est primordiale, car elle permet d'éliminer les configurations locales qui ne permettent pas la recherche d'une solution parent unique.

Si aucun parent potentiel ne passe les seuils, le domaine D_i n'est pas considéré comme un fragment. Sinon, on stocke pour ce domaine D_i, l'élément de symétrie du parent le plus probable retenu.

Ce calcul est réalisé pour l'ensemble des domaines D_i identifiés sur la carte EBSD.

Les valeurs seuils de $F_{\gamma j}$ et **la tolérance angulaire $\boldsymbol{\omega_{frag}}$** sont définies par l'utilisateur pour obtenir des fragments fiables. On limite souvent $\boldsymbol{\omega_{frag}}$ à 4°. Les valeurs seuils de la fonction F ne sont pas données dans le manuscrit, la fonction n'étant pas explicitée. Cependant, dans l'ensemble du manuscrit, ces valeurs sont fixées pour garantir qu'il y ait au moins N variants (N>3) dans le voisinage de D_i et qu'il n'existe pas un 2ème parent compatible à N-2 variants (pour garantir l'unicité du parent).

II.3.1.3. Élargissement des fragments et construction de la carte parente

L'étape d'élargissement des fragments fiables, précédemment identifiés, permet de compléter la reconstruction. On considère les domaines voisins de proche en proche encore non affectés à un fragment parent. Ces domaines sont intégrés dans le grain parent s'ils sont en RO avec l'orientation du fragment parent, en augmentant progressivement la tolérance jusqu'à ω_{enl} . C'est à nouveau un processus itératif : il s'arrête lorsque plus aucun domaine hérité ne peut être attribué à un fragment de parent.

Lors de ces itérations, un domaine D_i peut être en RO avec plusieurs grains parents voisins d'orientations différentes. Il s'agit alors d'un domaine ambigu.

La présence de domaines ambigus peut être due à l'utilisation d'une tolérance angulaire trop élevée, ou à la mise en commun de variants au niveau des joints de macles austénitiques (ce variant est alors commun aux deux grains et cristallographiquement, il est impossible de l'associer à l'un ou l'autre parent). Les domaines ambigus sont à l'origine de contours parents mal restitués.

Finalement, la carte parente est reconstruite pour l'ensemble des pixels appartenant à des fragments élargis. On affecte à chaque pixel, l'orientation parente calculée à partir de l'orientation héritée mesurée par EBSD pour ce pixel et de l'élément de symétrie stockée pour le fragment, en respectant strictement la relation d'orientation.

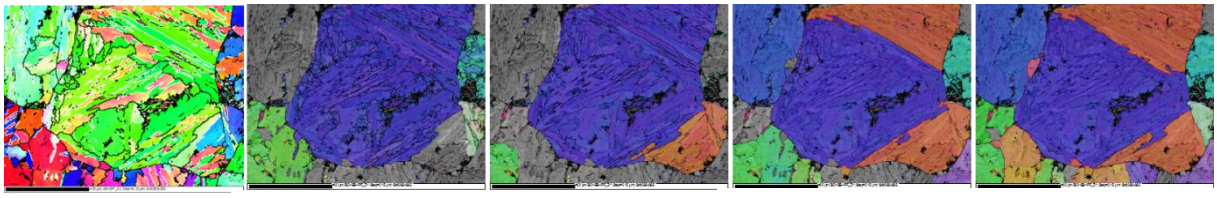
II.3.2. Difficultés spécifiques dans le cas des aciers

Différentes spécificités de la transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha$ des aciers posent problèmes lors de la reconstruction de la microtexture parente.

Importance de l'identification de la RO :

Les méthodes de reconstruction supposent l'existence d'une RO connue et unique. La revue bibliographique a montré qu'il existe plusieurs relations entre l'austénite et les produits de transformation : entre autres les relations de Kurdjumov-Sachs, Nishiyama-Wassermann et Greninger-Troiano.

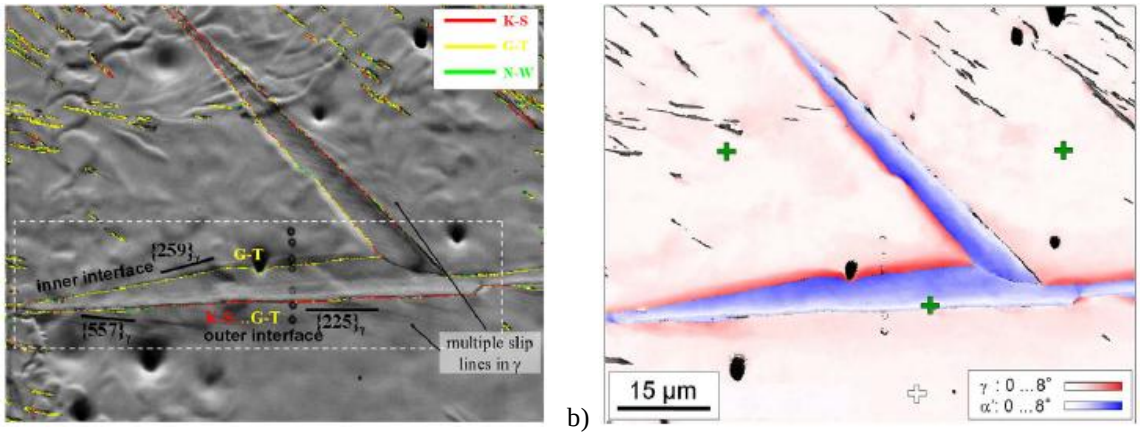
Même si ces RO sont proches, elles influencent significativement le résultat du recalcul de la microtexture austénitique (Figure II.19). La détermination de la RO sera donc une première difficulté dans le cas des aciers.



Initial EBSD map | **70% reconstructed with KS OR** | **71% reconstructed with NW OR** | **92% reconstructed with GT OR** | **97% reconstructed with a mesured OR**

Figure II.19 : Cartographie d'orientation d'une microstructure bainitique suivi de reconstructions utilisant différentes RO [Germain12].

L'unicité de cette RO lors de la transformation de phase est également sujet à questionnement. On peut citer les travaux de Sato et Zaefferer sur la formation de la martensite de type papillon (forme en v) dans un alliage Fe-30%Ni [Sato09]. Ils observent que le long de l'interface alpha/gamma à l'extérieur du v une RO majoritairement du type KS alors qu'à l'intérieur la RO majoritaire est de type GT (Figure II.20.a). Sato et Zaefferer montrent que la martensite germe en RO de type KS avec l'austénite (à l'extérieur du v) et croit avec une RO de type GT (à l'intérieur du v). Une RO stricte peut donc être suivie localement au début de la transformation de phase, puis se modifier au cours de la transformation et au refroidissement. L'existence d'une RO unique est alors remise en question.



a) b)

Figure II.20 : Carte d'orientation de la microstructure martensitique de type papillon dans une matrice γ, a) dispersion des RO le long de l'interface α/γ, b) gradients d'orientations α et γ, calculés par rapport aux croix pour chaque zone [Sato09]

Dispersion des variants hérités

La dispersion d'orientations au sein des domaines hérités peut être due à la dispersion de la RO. Cependant, cette dispersion est aussi liée à la plasticité de transformation de phase. Lors de la transformation de phase, la phase parente se désoriente progressivement avec l'avancement du front de transformation. Ce phénomène est bien visible sur une nuance d'acier permettant de stabiliser une fraction de phase austénitique en cours de transformation. Par exemple, Sato et Zaefferer observent un gradient d'orientations dans la martensite de l'extérieur du v vers l'intérieur, ainsi qu'un gradient d'orientations dans l'austénite à l'interface intérieure du v, mais sans gradient du côté extérieur (Figure II.20.b). Lors de la croissance de la martensite, la déformation dans l'austénite est accommodée par glissement. Les dislocations générées modifient l'orientation de l'austénite, qui imposent de ce fait une dispersion aux variants hérités martensitiques.

La dispersion des variants hérités est visible lors du tracé de la figure de pôles {100} de la phase ferritique. La Figure II.21.a donne l'ensemble des variants hérités d'un grain parent recristallisé (les variants théoriques en noir sont superposés aux variants mesurés, tracés en couleur). Un domaine de Bain est défini par un nuage continu d'orientations de variants. Il devient difficile d'identifier sans ambiguïté les variants faiblement désorientés. La désorientation maximale entre les variants théoriques et expérimentaux peut atteindre quelques degrés. Par conséquent, même dans un grain parent recristallisé, pour identifier tous les variants hérités de ce grain, il faut considérer une dispersion de plusieurs degrés autour de la RO. Cela traduit la nécessité d'avoir des tolérances angulaires importantes lors des méthodes de reconstruction. Inversement, cela va aussi augmenter le nombre de situations ambigües que la connaissance des orientations cristallographiques seule ne pourra pas résoudre.

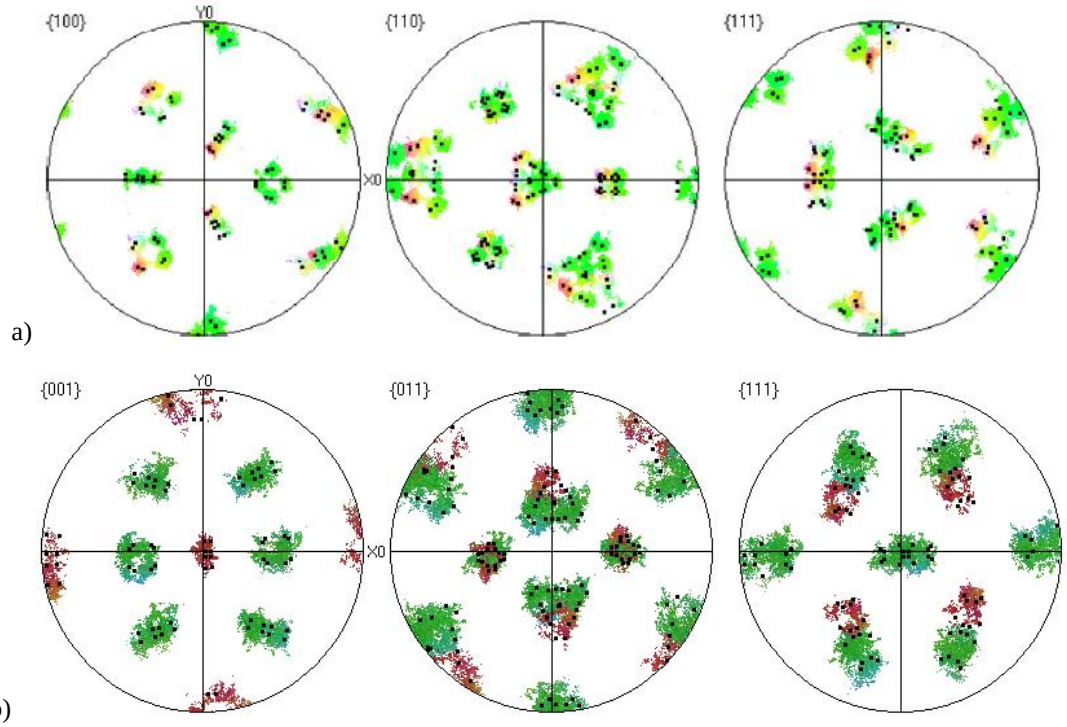


Figure II.21 : Projection des orientations héritées issues d'un grain austénitique superposées aux variants hérités théoriques a) issu d'un grain recristallisé, b) issu d'un grain déformé

Ce phénomène est encore amplifié dans le cas d'une microtexture parente déformée. Après déformation du grain parent, il devient difficile voire impossible d'identifier les domaines de Bain (Figure II.21.b). Tout d'abord, le grain parent ne possède plus une unique orientation avant transformation de phase mais une dispersion d'orientation induite par la déformation. Une recherche très locale de l'orientation individuelle parente est alors nécessaire pour éviter d'augmenter les tolérances angulaires dans la recherche de l'orientation parente la plus probable.

Mise en commun de variants faiblement désorientés : cas des macles

L'austénite est une phase pouvant présenter, en fonction de sa composition chimique et des traitements thermomécaniques appliqués, de très nombreuses macles thermiques (Figure II.22.a). Deux grains parents en relation de macle 60°<111> partagent en théorie 6 couples de variants identiques selon la RO de KS et 6 couples de variants communs à 2° selon la RO de GT (Figure II.22.b).

La probabilité d'observer aux niveaux des joints de macles, des variants communs aux deux grains est importante. On parle de sélection de variants aux joints γ/γ [Furuhara08]. Ces variants sont alors ambigus. En présence de ces 6 couples de variants dans la microtexture héritée, il sera difficile de révéler les vrais contours des grains en relation de macle.

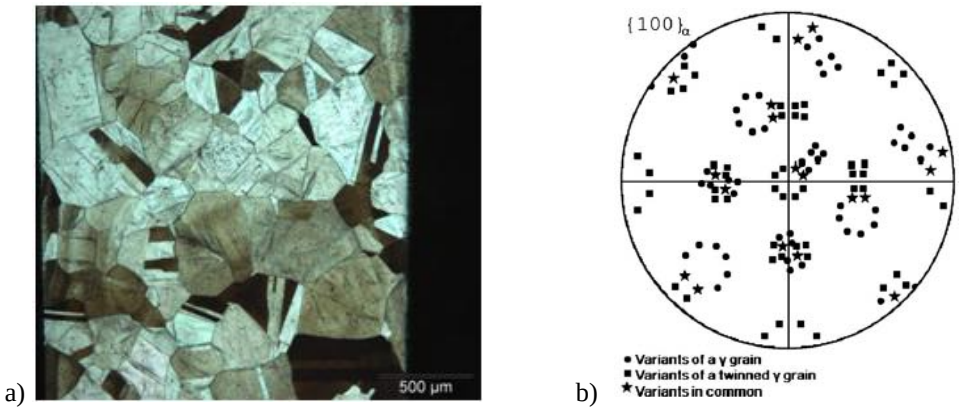


Figure II.22 : a) Microscopie optique de la microtexture austénitique après attaque thermique révélant de nombreuses macles, b) Projection des variants hérités de deux grains en relation de macle dans la figure de pôle {100} – les variants communs aux deux grains sont symbolisés par des étoiles [Germain12]

II.3.3. Récents développements pour améliorer la reconstruction

II.3.3.1. Identification des domaines cristallins faiblement désorientés

La première étape de la reconstruction consiste à identifier les domaines D_i d'orientations proches de la carte EBSD héritée. La procédure classique consiste à définir une tolérance angulaire $\boldsymbol{\omega_{dom}}$ (3 à 5° est une valeur standard) et de regrouper dans un même domaine, les pixels qui ont une désorientation de proche en proche inférieure à cette tolérance. Les contours des domaines ainsi identifiés impactent beaucoup la reconstruction : ils définissent l'orientation moyenne et le voisinage utilisés pour la recherche du parent.

Cette procédure classique regroupe des domaines cristallins ferritiques d'orientation proche, séparés par un joint de très faible désorientation (<1°, c'est à dire de l'ordre de grandeur de la résolution angulaire de l'EBSD). Le cas se présente par exemple pour une microtexture bainitique qui se caractérise par des sous-unités faiblement désorientées de proche en proche. Une procédure classique ($\boldsymbol{\omega_{dom}}$ =3°) intègre dans un même domaine, différents variants du même domaine de Bain et vont jusqu'à intégrer les variants de l'orientation parente maclée (Figure II.23.c). On comprend facilement que l'orientation moyenne de ce domaine ne traduit plus la réalité des orientations héritées et va nuire à la reconstruction. La solution qui était mise en œuvre jusqu'à présent consistait à réduire $\boldsymbol{\omega_{dom}}$. Cependant cela multiplie le nombre de domaines, et crée beaucoup de petits domaines artificiels (car $\boldsymbol{\omega_{dom}}$ se rapproche de la résolution angulaire de la carte EBSD). Cela crée également des voisinages avec peu de variants différents, ce qui nuit également à la reconstruction.

Pour optimiser l'identification de ces domaines faiblement désorientés, une nouvelle procédure de 'complétion de joints de grains' a été développée et implémentée dans MERENGUE 2 que nous avons baptisé ALGRID (Anti Leak Grain Identification). Cette procédure est détaillée dans [Germain14b].

Elle identifie les domaines en deux étapes en s'appuyant sur deux tolérances angulaires:

- $\boldsymbol{\omega_{dom}}$ pour délimiter les domaines primaires suivant la procédure classique et,
- $\boldsymbol{\omega_{com}}$ pour identifier au sein de ces domaines primaires des sous-domaines.

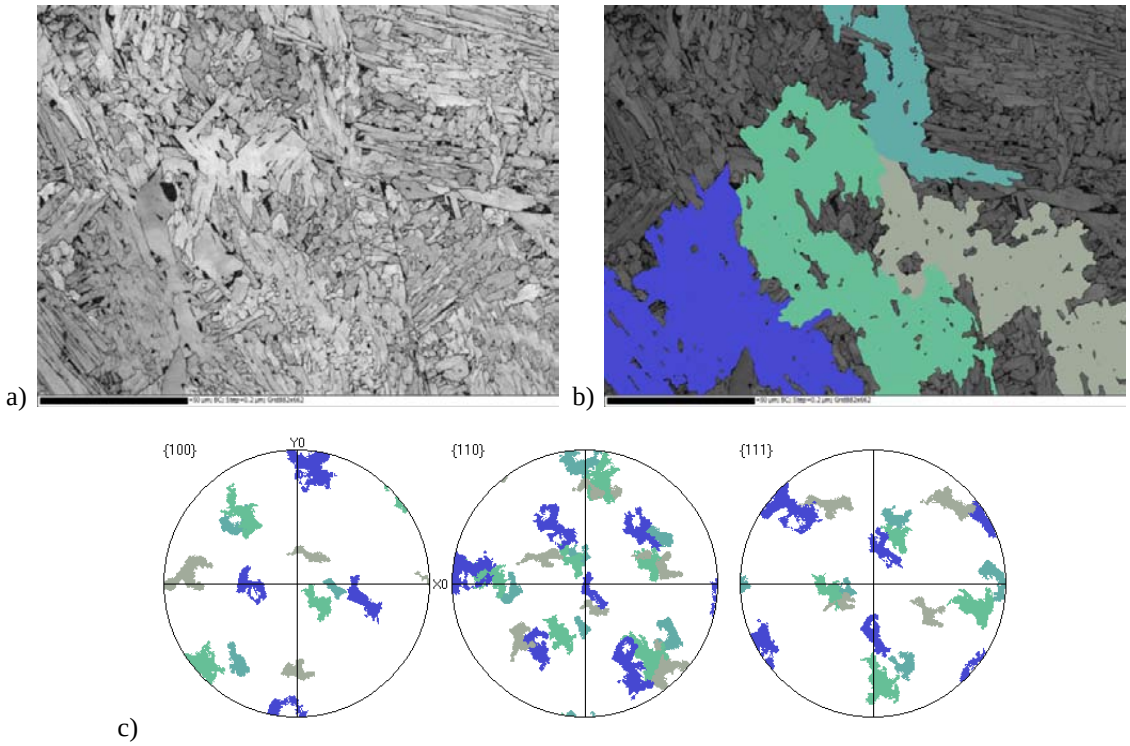


Figure II.23 : Nuance CMn-1 a) Contraste de bande d'une microstructure majoritairement transformée en bainite supérieure – A titre d'exemple, b) on illumine par différentes couleurs 4 domaines d'orientations proches (identifiés avec ω_{dom}=3°) et c) les figures de pôles associées. Ces domaines identifiés intègrent à la fois les variants différents d'un même domaine de Bain et les variants appartenant à une macle voisine.

La deuxième étape considère au sein de chaque domaine primaire, les lignes 'ouvertes' de désorientations supérieures ou égales à $\boldsymbol{\omega_{dom}}$ et cherche à les relier aux joints du domaine primaire, subdivisant celui-ci en sous-domaines. La Figure II.24 illustre comment ALGRID relie ces lignes ouvertes (en gris Figure II.24.b) aux joints du domaine primaire (en rouge Figure II.24.c). On recherche le chemin le plus court qui maximise la désorientation cumulée le long du sous-joint, en imposant que la désorientation en chaque frontière du sous-joint soit comprise entre $\boldsymbol{\omega_{com}}$ et $\boldsymbol{\omega_{dom}}$).

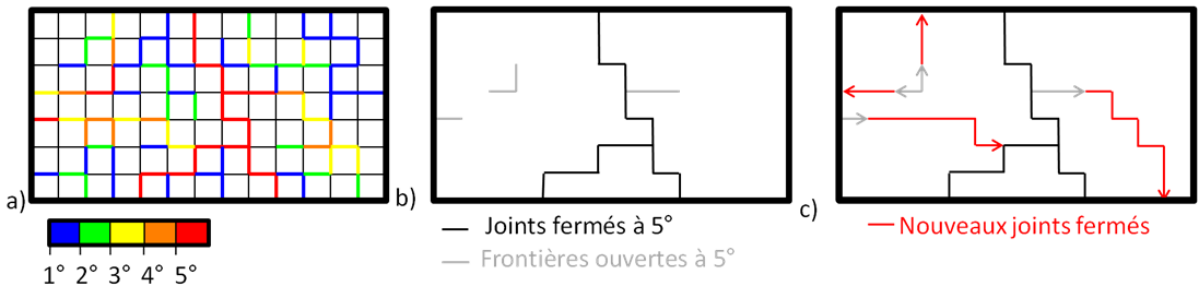


Figure II.24 : Application d'ALGRID a une carte de désorientation simulée (a). Les lignes de désorientation angulaire ≥5° permettent d'identifier des domaines primaires aux contours fermés par des joints ≥5°. Au sein de ces domaines primaires, des frontières ouvertes révèlent la possible présence de sous-domaines (s'appuyant sur les frontières ouvertes ≥5°) (b). ALGRID cherche à identifier des sous-domaines en fermant les frontières ouvertes. [Germain14b]

La Figure II.25.b illustre l'utilisation d'ALGRID dans le cas d'une microtexture bainitique. Chaque sous-unité est efficacement identifiée. Les variants hérités d'un même parent sont donc mieux isolés, ce qui rendra plus fiable la recherche de parents pour les domaines ainsi définis.

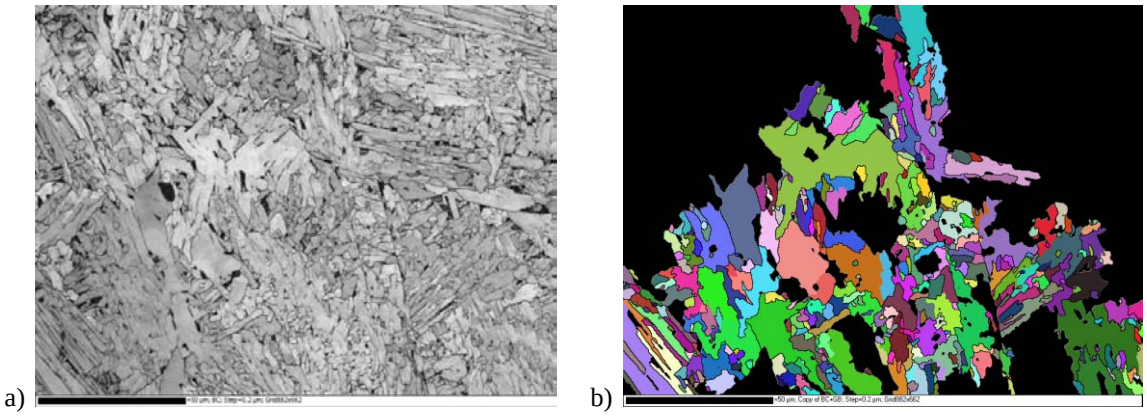


Figure II.25 : Nuance CMn-1 a) Contraste de bande de la microstructure bainitique présentée Figure II.23.a, b) ALGRID appliqué à la microtexture précédente pour l'identification des sous-unités bainitiques. Les 4 domaines visualisés en couleur Figure II.23.b (identifiés avec une procédure classique) sont subdivisés par ALGRID en sous-domaines qui limitent mieux les sous-unités d'une structure bainitique (ω_{dom}=3°, ω_{com}=0.5°)

II.3.3.2. Recherche par itération de l'OR moyenne de la carte

MERENGUE 2 intègre à présent la recherche de la RO moyenne (celle qui optimise la reconstruction).

Différentes méthodes de recherche conjointe de la RO et de l'orientation du grain parent ont été développées ces dernières années au laboratoire. Elles se basent sur les variants issus d'un même parent d'orientation unique non dispersée [Humbert11] ou sur différentes désorientations mesurées à des joints triples dans le cas d'une phase parente initialement déformée (au voisinage du joint triple, l'orientation parente peut à nouveau être considérée unique et peu dispersée) [Humbert15].

Ces méthodes ont été intégrées dans MERENGUE 2 pour une recherche itérative de la RO moyenne à partir de l'ensemble de la carte EBSD. On simplifie légèrement la problématique traitée dans les méthodes analytiques publiées, en s'appuyant sur les reconstructions pour connaitre les contours approximatifs du parent. Les RO locales sont ensuite calculées (par ex-grains parents ou aux joints triples) et moyennées. La nouvelle RO moyennée est ré-injectée dans la reconstruction et la procédure est réitérée jusqu'à ne plus obtenir d'amélioration dans la reconstruction (avec des tolérances angulaires limitées à 3-4°).

Par conséquent, pour l'ensemble de nos cartes EBSD, nous calculons en premier lieu la RO moyenne. Cela nous permet d'identifier des variations en fonction de différents cycles thermiques et thermomécaniques réalisés. Par ailleurs, pour évaluer la dispersion de la RO nous utilisons également une méthode de mesure locale par grain [Humbert11].

II.3.3.3. Amélioration pour la reconstruction de microtexture parente déformée

Dans le cas d'une phase parente déformée, les domaines hérités peuvent présenter beaucoup de dispersion, résultant de la dispersion d'orientation de la phase parente (Figure II.21.b). L'orientation moyenne d'un domaine n'est donc plus représentative de l'orientation parente locale. Il faut nécessairement utiliser les mesures locales, si l'on veut reconstruire la carte parente sans augmenter les tolérances angulaires. Dans la section II.3.1.1 et II.3.1.2, nous avions précisé que MERENGUE 2 recherche l'orientation parente en considérant les désorientations entre deux orientations moyennes de domaines voisins. Cependant, nous avions également mentionné que le logiciel stocke les désorientations moyennes le long des joints de domaines (Figure II.18).

Aussi l'option 'parent déformé' maintenant disponible dans MERENGUE 2, est une option qui permet d'identifier l'orientation parente (ou plutôt l'élément de symétrie S_i^{Di}) à partir de désorientations locales aux frontières du domaine de référence. Dans le chapitre IV, nous comparons les résultats de cette nouvelle option avec l'approche par défaut sur nos cartes EBSD obtenues après déformation de l'austénite.

II.3.3.4. Correction des domaines ambigus

Dans MERENGUE 2, les ambiguïtés issues de l'élargissement sont identifiées et peuvent être visualisées sur la carte EBSD. Des corrections manuelles ont été proposées lors des travaux de Pierre Blaineau [Blaineau10]. Elles ont pour but d'affecter le domaine ambigu au parent le plus probable, en s'aidant d'informations additionnelles : l'imagerie en contraste de bandes pour identifier un ex-joint de grains parents ou dans le cas d'une macle thermique, en considérant la trace de son plan de joint (hypothèse d'une macle cohérente). Cette démarche manuelle est progressivement intégrée dans MERENGUE 2 de façon automatisée et sera systématiquement appliquée à nos cartes reconstruites pour optimiser la reconstruction des contours de grains parents [travaux en cours de publication].

II.3.3.5. Analyse de la distribution spatiale des variants

La distribution spatiale des variants hérités par transformation de phase est une caractéristique importante de la microtexture de transformation, comme pointé dans de précédents travaux [Takayama12], [Miyamoto12], [Cayron14].

Lors de la transformation de phase, le grain austénitique se divise en plusieurs paquets de lattes parallèles. Les lattes à l'intérieur d'un paquet correspondent à différents variants qui partagent un même plan dense $\{111\}_\gamma$. Au sein de chaque paquet, on distingue des blocs fortement désorientés les uns par rapport aux autres. Les blocs sont composés d'un ensemble de lattes correspondant soit à deux variants faiblement désorientés soit à un seul variant [Morito03, 06].

Aussi dans la microtexture de transformation de phase, on analyse communément les variants proches voisins, hérités d'un même grain parent, en identifiant leur appartenance à différents groupes (Tableau II.4):

- le groupement de variants partageant le même plan dense $\{111\}_\gamma$ (cela permet d'évaluer la taille des paquets de lattes) - noté CPP

- le groupement de variants partageant la même direction dense $<110>_\gamma$ - noté CPD

- le groupement de variants appartenant au même domaine de Bain - groupe de Bain.

Après reconstruction de la carte parente par MERENGUE 2, chaque pixel de la carte EBSD héritée peut être associé à une orientation parente par la RO stricte 'optimisée pour le recalcul' et par un des 24 éléments de symétrie rotationnelle de la phase parente. Le numéro de l'élément de symétrie permet d'identifier un domaine hérité comme correspondant à un des 24 variants suivant une classification du type de celle du Tableau II.4 (V1 à V24).

Cela permet ensuite de construire **des cartes de distribution spatiale des variants** selon leur appartenance à un groupement spécifique (une couleur aléatoire est attribuée aux variants d'un même sous-groupe).

Par ailleurs, si l'on considère que le grain parent avait une orientation unique sans dispersion (cas recristallisé), il est possible de moyenner les orientations parentes calculées dans le contour du grain parent. À partir de là, deux types de cartes peuvent être simulées :

- **la carte des domaines hérités théoriques** : en calculant des orientations héritées en RO 'optimisée' stricte avec l'orientation unique parente.

- **la carte de dispersion de la RO** : en représentant l'écart entre l'orientation héritée locale et théorique. Cet écart peut alors être analysé en terme de dispersion de la RO autour de la RO moyenne utilisée pour la reconstruction.

Variant no.	Plane parallel	Direction parallel	CP group	Bain group	Misorientation from V1 (°)
V1	$(111)_\gamma//(011)_\alpha$	$[\bar{1}01]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$	CP1	B1	–
V2		$[\bar{1}01]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B2	60.0
V3		$[01\bar{1}]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B3	60.0
V4		$[01\bar{1}]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B1	10.5
V5		$[1\bar{1}0]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B2	60.0
V6		$[1\bar{1}0]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B3	49.5
V7	$(1\bar{1}1)_\gamma//(011)_\alpha$	$[10\bar{1}]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$	CP2	B2	49.5
V8		$[10\bar{1}]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B1	10.5
V9		$[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B3	50.5
V10		$[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B2	50.5
V11		$[011]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B1	14.9
V12		$[011]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B3	57.2
V13	$(\bar{1}11)_\gamma//(011)_\alpha$	$[0\bar{1}1]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$	CP3	B1	14.9
V14		$[0\bar{1}1]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B3	50.5
V15		$[\bar{1}0\bar{1}]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B2	57.2
V16		$[\bar{1}0\bar{1}]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B1	20.6
V17		$[110]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B3	51.7
V18		$[110]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B2	47.1
V19	$(111)_\gamma//(011)_\alpha$	$[\bar{1}10]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$	CP4	B3	50.5
V20		$[\bar{1}10]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B2	57.2
V21		$[0\bar{1}\bar{1}]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B1	20.6
V22		$[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B3	47.1
V23		$[101]_\gamma//[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B2	57.2
V24		$[101]_\gamma//[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$		B1	21.1

Tableau II.4 : Liste des 24 variants issus de la RO de KS et leur appartenance aux groupes CPP ou de Bain. Les groupes de Bain sont définis par : B1 ($[001]_\gamma//[001]_\alpha$, $[100]_\gamma//[110]_\alpha$, $[010]_\gamma//[1\bar{1}1]_\alpha$) ; B2, ($[100]_\gamma//[001]_\alpha$, $[010]_\gamma//[110]_\alpha$, $[001]_\gamma//[1\bar{1}1]_\alpha$) ; B3, ($[010]_\gamma//[001]_\alpha$, $[001]_\gamma//[110]_\alpha$, $[100]_\gamma//[1\bar{1}1]_\alpha$ [Takayama12]

II.4. Références

Barbier D., “Extension of the Martensite Transformation Temperature Relation to Larger Alloying Elements and Contents”, *Advanced Engineering Materials*, (2014) 16 pp 122-127

Barralis J., Maeder G., “Métallurgie Tome 1 : Métallurgie Physique”, *Collection Scientifique ENSAM* (1982)

Baudin T., “Analyse EBSD – Principe et cartographies d’orientations”, *Techniques de l’ingénieur*, (2010) m4138

a - Blaineau P., « Restitution de la microtexture parente à partir de la microtexture héritée mesurée par EBSD : Une application aux aciers faiblement alliés », Thèse de doctorat de l’Université de Metz (2010)

b - Blaineau P., Germain L., Humbert M., Gey N., “A New Approach to Calculate the Gamma Orientation Maps in Steels”, *Diffusion and Defect Data Solid State Phenomena*, (2010) 160 pp 203-210

Boratto F., Barbosa R., Yue S., Jonas J.J., "Effect of Chemical Composition on the Critical Temperatures of Microalloyed Steels", *Thermec 88 Proceedings ISIJ*, (1988) pp 383-390

Bunge H.J., “Texture Analysis in Material Science”, Butterworth Edition (1982)

Cayron C., “EBSD Imaging of orientation relationships and variant groupings in different martensitic alloys and Widmanstätten iron meteorites”, *Materials Characterization* (2014) 94 pp 93-110

Cobo S., Gomez M., Medina S., Suikkanen P., Karjalainen P., Kalla G., “Austenite Strengthening Accumulated Stress for Optimum Microstructures in Modern Bainitic Microalloyed Steels”, *Research Programme of the Research Fund for Coal and Steel* (2009)

Furuhara T., Kawata H., Morito S., Miyamoto G., Maki T., “Variant Selection in Grain Boundary Nucleation of Upper Bainite”, Metallurgical and Materials Transactions A, (2008) 39 pp 1003-1013

Garcıa de Andre´s C, Bartolomé M.J., Capdevila C., San Martin D., Caballero F.G., Lopez V., “Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels”, *Materials Characterization*, (2001) 46, pp 389–398

Garcıa de Andre´s C., Caballero F.G., Capdevilla C., San Martin D., “Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages”, *Materials Characterization*, (2003) 49, pp 121–127.

Germain L., Gey N., Humbert M., “Reliability of Reconstructed β-orientation Maps in Titanium Alloys”, *Ultramicroscopy*, (2007) 107, pp 1129-1135

Germain L., Gey N., Mercier R., Blaineau P., Humbert M., “An Advanced Approach to Reconstructing Parent Orientation Maps in the Case of Approximate Orientation Relations: Application to Steels”, *Acta Materialia* (2012) 60, pp 4551-4562

a – Germain L, « Apports des reconstructions des microtrextures parentes dans l’étude des aciers et des alliages de titane », (2014) Mémoire d’Habilitation à Diriger des Recherches Université de Lorraine

b - Germain L., Kratsch D., Salib M., Gey N., “Identification of Sub-grains and Low Angle Boundaries Beyond the Angular Resolution of EBSD Maps”, *Materials Characterization* (2014) DOI: 10.1016/j.matchar.2014.10.007

Gomez M., Medina S.F., Caruana G. “Modelling of Phase Transformation Kinetics by Correction of Dilatometry Results for a Ferritic Nb-microalloyed Steel”, *ISIJ* (2003) 8 pp 1228-1237

Gouné M., Bouaziz O., Allain A., Zhu K, Takahashi M., “Kinetics of Bainite Transformation in Heterogeneous Microstructures”, *Materials Letters* (2012) 67 pp 187-189

Humbert M., Gey N., Esling C., “A Non-linear Positive Method to Reconstruct the Parent Textures From The Inherited Textures in Phase Transformation”, *Journal of Applied Crystallography*, (2000) 33 pp 206-212

Humbert M., Gey N., Gardiola B., Esling C., “Restitution of High Temperature Parent Textures of BCC and HCP Polycrystals by a Non-linear Positivity Method”, *Acta Materialia*, (2001) 49 pp 445-451

Humbert M., Blaineau P., Germain L., Gey N., “Refinement of Orientation Relations Occurring in Phase Transformation Based on Considering Only the Orientations of the Variants”, *Scripta Materialia*, (2011) 64, pp 114-117

Humbert M., Germain L., Gey N., Boucard E., “Evaluation of the orientation relations from misorientation between inherited variants: Application to ausformed martensite”, Acta Materialia (2015) 82 pp 137-144

Kallend J.S., Morris P.P., Davies G.J., “Texture Transformations – The Misorientation Distribution Function”, *Acta Metallurgica*, (1976) 24, pp 361-370

Miyamoto G., Iwata N., Takayama N., Furuhara T., “Quantitative Analysis of Variant Selection in Ausformed Lath Martensite”, Acta Materialia (2012) 60 pp 1139-1148

Morito S., Tanaka H., Konishi R., Furuhara T., Maki T., “The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys”, *Acta Materialia* (2003), 51 pp 1789-1799

Morito S., Huang X., Furuhara T., Maki T., Hansen N., “The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels”, *Acta Materialia* (2006) 54 pp 5323-5331

Ouchi C., Sampei T. and Kozasu I., “The Effect of Hot Rolling Condition and Chemical Composition on the Onset Temperature of Gamma-Alpha Transformation after Hot Rolling”, *Transactions ISIJ*, (1982) 22 p 214

Réglé H., “Texture de déformation, de recristallisation et de transformation de phase dans l’acier Fe-0,6%C et l’alliage FeNi”, (2006) Rapport interne à ArcelorMittal

San Martin D., Palizdar Y., Cochrane R.C., Brydson R., Scott A.J., “Application of Nomarski differential interference contrast microscopy to highlight the prior austenite grain boundaries revealed by thermal etching”, *Materials Characterization*, (2010) 61, pp 584–588

Sato H., Zaefferer S., “A Study on the Formation Mechanisms of Butterfly-type Martensite in Fe-30%Ni Alloy Using EBSD-based Orientation Microscopy”, *Acta Materialia* (2009) 57 pp 1931-1937

Steven W., Haynes A.G., “The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low Alloy Steels”, *Journal of the Iron and Steel Institute*, (1956) 183 pp 349-359

Takayama N., Miyamoto G., Furuhara T., “Effects of Transformation Temperature on Variant Pairing of Bainitic Ferrite in Low Carbon Steel”, *Acta Materialia* (2012) 60 pp 2387-2396

Van Bohemen S.M.C., “Bainite and Martensite Start Temperature Calculated With Exponential Carbon Dependence”, *Materials Science and Technology* (2012) 28 pp 487-495

Zhu K., Perlade A., Chapuis L., “New EBSD Method to Quantify Complex Microstructures in AHSS and its application”, Rapport interne ArcelorMittal (2011)

Chapitre III : Influence de la taille de grains γ et de la vitesse de refroidissement sur la microstructure de transformation

III.1. Influence de la vitesse de refroidissement et du taux de carbone sur les produits de transformation 94

III.1.1. Nuance CMn-1 94

III.1.2. Nuance CMn-2 97

III.2. Analyse cristallographique des produits de transformation 100

III.2.1. Martensite 100

III.2.2. Bainite de type supérieure 104

III.2.3. Ferrite 108

III.3. Contrôle de la taille de grains austénitiques 109

III.3.1. Traitements thermiques d'austénitisation 109

III.3.2. Caractérisation des grains austénitiques par attaque thermique 109

III.3.2.1. Performances de la méthode 109

III.3.2.2. Résultats des mesures de tailles de grains 111

III.4. Influence de la taille de grains austénitiques sur les microstructures héritées par trempe 113

III.4.1. Trois régimes de transformation pour la Nuance CMn-1 113

III.4.1.1. Transformation majoritairement martensitique 115

III.4.1.2. Double transformation bainite/martensite 115

III.4.1.3. Double transformation à caractère ferrito/bainitique 118

III.4.2. Effet du carbone : une unique transformation– Nuance CMn-2 121

III.5. Bilan de l'application de MERENGUE pour la reconstruction cristallographique de l'austénite 124

III.5.1. Cas d'une microtexture martensitique 124

III.5.2. Cas d'une microtexture bainitique 128

III.5.3. Limite des reconstructions à partir de microtextures progressivement granulaires 129

III.6. Conclusion 132

III.7. Références 135

Chapitre III : Influence de la taille de grains γ et de la vitesse de refroidissement sur la microstructure de transformation

Dans ce chapitre, nous étudions les microstructures de transformation pour les deux nuances d'acier CMn-1 et CMn-2 après différents traitements thermiques. Cette étude doit nous permettre à la fois d'identifier les domaines de formation des principaux produits de transformation (martensite/bainite/ferrite) en fonction des conditions de traitement, mais également de réaliser une caractérisation cristallographique approfondie de ces trois produits. La taille de grains austénitiques est contrôlée ici en variant la température d'austénitisation. Cette campagne de différents traitements thermiques permettra aussi de sélectionner la nuance d'acier et la taille de grain austénitique associée qui sera utilisée pour la campagne de déformation à haute température décrite dans le chapitre suivant.

Dans une première partie, nous étudions l'effet de la vitesse de refroidissement et du taux de carbone sur les microstructures héritées à température ambiante. Puis dans une deuxième partie nous caractérisons plus finement les microstructures obtenues à l'aide de différents outils d'analyse des cartes EBSD. Cette étude s'appuie en particulier sur les outils d'analyse développés dans le code MERENGUE 2, comme le calcul de la RO moyenne, la reconstruction des cartes parentes et l'analyse de la distribution spatiale des variants et leurs désorientations sous forme d'angle/axe.

Dans une troisième et quatrième partie, nous caractérisons l'évolution de taille de grain austénitique au cours des différents traitements d'austénitisation et analysons l'influence de cette taille de grain sur les produits de transformation après trempe.

Dans une dernière partie, l'application de MERENGUE 2 à une grande variété de microstructures nous amène à faire un bilan de l'efficacité des approches de reconstruction, en fonction des produits de transformation dans les aciers bas carbone.

III.1. Influence de la vitesse de refroidissement et du taux de carbone sur les produits de transformation

Les traitements thermiques réalisés dans cette étude et les analyses de microstructures qui ont suivi ont donné lieu à l'établissement des diagrammes TRC donnés Annexe A pour les températures d'austénitisation de 1200°C, 1000°C et de 850°C dans le cas de la nuance C-Mn-1 et pour les températures d'austénitisation de 1000°C et de 850°C dans le cas de la nuance C-Mn-2.

Pour présenter les différents produits de transformation obtenus en fonction des vitesses de refroidissement, nous nous limitons dans cette partie à une seule température d'austénitisation par nuance.

III.1.1. Nuance CMn-1

Pour l'acier CMn-1, nous présentons le traitement d'austénitisation réalisé à 1200°C pendant 5 minutes suivi des vitesses de refroidissement: -80°C/s (trempe), -5°C/s et d'un refroidissement lent de -0,1°C/s pour déterminer la température Ar_3 (Figure III.1.a, voir Annexe A pour le TRC). L'analyse des courbes dilatométriques au refroidissement (Figure III.1.b) et des micrographies (Figure III.2) montrent que la variation de la vitesse de refroidissement donne les trois produits de transformation classiquement observés: la martensite, la bainite et le mélange ferrite - perlite.

Les températures de début de transformation ont été mesurées à partir des courbes de dilatométrie en utilisant la règle des segments inverses décrite dans le chapitre II, II.1.2.2. La taille caractéristique des produits de transformation, ainsi que leur dureté, sont répertoriées dans le Tableau III.1.

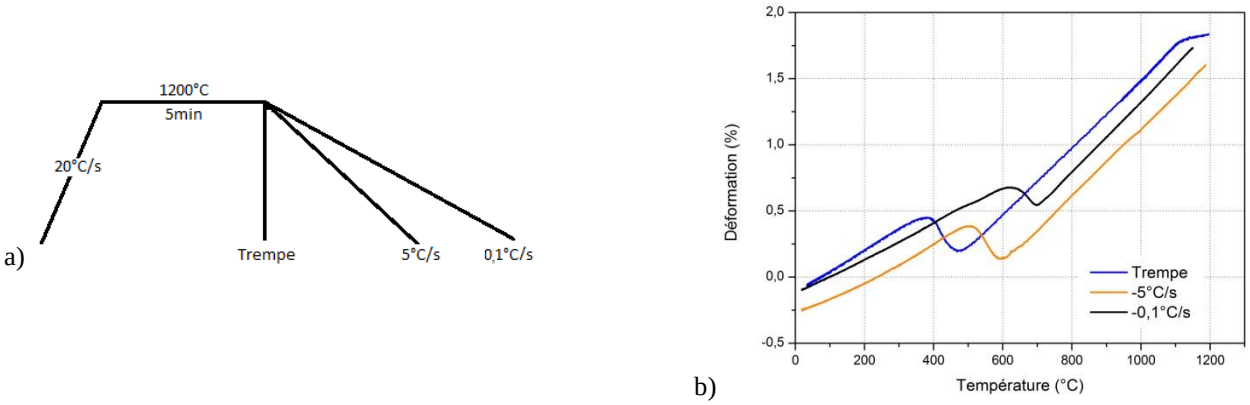


Figure III.1 : a) Traitements thermiques effectués et b) Suivi dilatométrique au refroidissement après traitement thermique à 1200°C pendant 5 min et refroidis à différentes vitesses : par trempe, à -5°C/s et à -0.1°C/s

Le refroidissement par trempe produit une microstructure majoritairement **martensitique** caractérisée par de fines lattes parallèles d'épaisseur inférieure au micromètre. La température de début de transformation T=508°C est cependant légèrement supérieure à la température théorique M_s=440°C de début de transformation martensitique. Par conséquent, la transformation démarre par la formation de bainite.

La seconde vitesse de refroidissement (5°C/s) produit une microstructure majoritairement de type bainitique et plus précisément composée de **bainite supérieure**. Les lattes ont des épaisseurs supérieures à 2µm. Le refroidissement à 5°C/s est suffisamment lent pour empêcher la formation de martensite. La température de début de transformation est estimée à 625°C, température légèrement supérieure à la température théorique de début de transformation bainitique (B_s=598°C). Nous pouvons d'ailleurs noter la présence de ferrite de Widmanstätten, qui se développe à partir des anciens joints de grains austénitiques (en clair sur la micrographie optique de la Figure III.2.1.b).

La troisième vitesse de refroidissement (0,1°C/s) produit une microstructure de type granulaire, constituée de **ferrite polygonale et de perlite**. Les températures de début et de fin de transformations sont mesurées à Ar_3=705°C et Ar_1=612°C. Ces valeurs sont proches des températures calculées (Ar_3=699°C). Les grains de ferrite ont des tailles de l'ordre de 40µm.

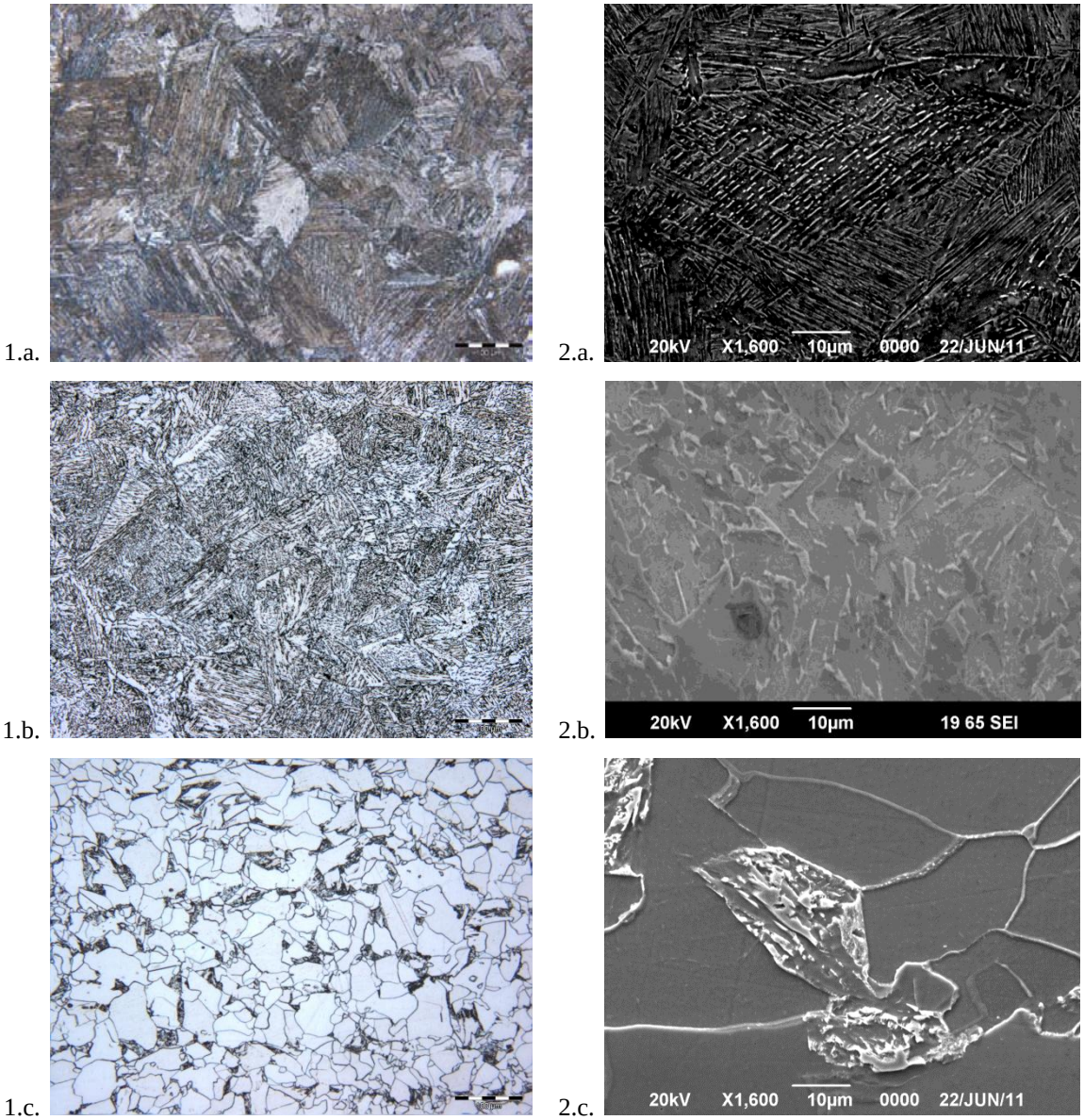


Figure III.2 : Microscopies optiques (1) et MEB (2) obtenues après attaque Nital 3% des trois principaux produits de transformation pour l'acier CMn-1 suivant la vitesse de refroidissement : a) Martensite (trempe), b) Bainite (-5°C/s) et c) Ferrite polygonale et perlite (-0,1°C/s)

Vitesse de refroidissement	Trempe	-5°C/s	-0,1°C/s
Morphologie	Lattes	Lattes	Grain
Taille (µm)	1 (épaisseur)	3 (épaisseur)	40
Microdureté (HV 0.5)	325	203	180

Tableau III.1 : Évolution du rapport d'aspect et de la microdureté finale en fonction de la vitesse de refroidissement pour la nuance CMn-1 (0,06%C)

La Figure III.3 présente les histogrammes des désorientations angulaires α/α suite aux traitements thermiques détaillés précédemment. La microstructure martensitique (trempe) présente un pic majoritaire autour de 60°. La microstructure majoritairement bainitique présente une plus forte proportion des faibles désorientations (inférieur à 20°), mais le pic autour de 60° est encore visible. Ces deux histogrammes sont caractéristiques d'une transformation de phase où le produit de transformation respecte une relation d'orientation avec le grain austénitique à l'intérieur duquel il croit.

Au contraire, l'histogramme des angles de désorientation de la ferrite polygonale ne possède pas de pics aussi marqué à 60° ou inférieurs à 20°. Sa principale caractéristique est une augmentation des désorientations comprises entre 20° et 50°, due à l'absence de relation d'orientation entre la ferrite et le grain austénitique dans lequel elle croit. D'après la littérature, la ferrite commence à germer en relation d'orientation avec un grain austénitique, puis perd cette relation en poursuivant sa croissance dans le grain voisin [King75].

Les trois distributions des désorientations sont proches de celles introduites par Zajac pour distinguer les différents types de bainite [Zajac05]. Notons que la distribution des angles de désorientation de la martensite est identique à celle de la bainite inférieure et que celle de la ferrite ressemble beaucoup à celle de la bainite granulaire. Cette caractéristique rend la classification proposée par Zajac difficile à appliquer pour discriminer les produits dont les histogrammes sont similaires.

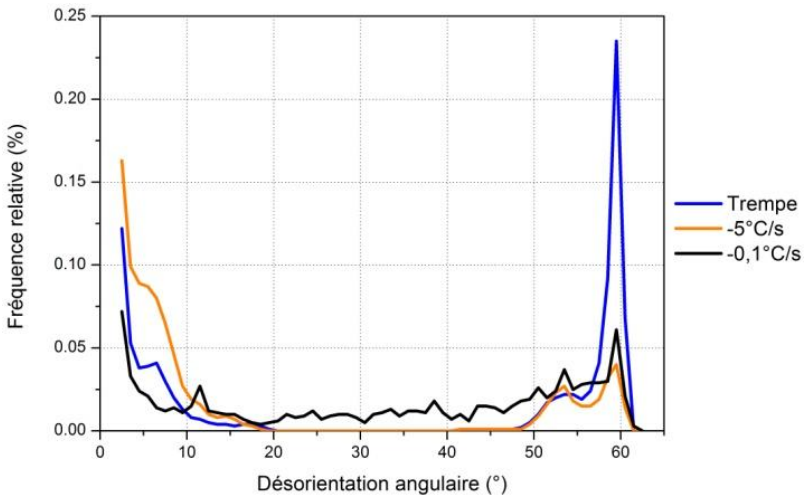


Figure III.3 : Superposition des histogrammes des désorientations angulaires des trois produits de transformation de l'acier CMn-1 : martensite (trempe), bainite en lattes (-5°C/s) et ferrite polygonale (-0,1°C/s)

III.1.2. Nuance CMn-2

Pour l'acier CMn-2 (plus riche en carbone – 0,2%), nous présentons le traitement d'austénitisation réalisé à 1000°C pendant 5 minutes suivi de 4 vitesses de refroidissement : -80°C/s (trempe), -20°C/s, -5°C/s, -1°C/s (voir Annexe A pour le TRC). L'analyse des courbes dilatométriques (Figure III.4), les micrographies optiques (Figure III.5) ainsi que l'analyse des cartes EBSD (Figure III.6) montrent que lorsque la vitesse de refroidissement diminue, la température de début de transformation augmente (avec une double transformation visible sur certaines courbes de dilatation) et la microstructure évolue classiquement de la martensite à la bainite supérieure.

Cette évolution de microstructure se traduit aussi par une diminution de la microdureté. Après trempe, la microdureté est de 450HV. Pour les vitesses de refroidissement respectivement de 20°C/s, 5°C/s et 1°C/s, la microdureté est de 440HV, 215HV et 165HV.

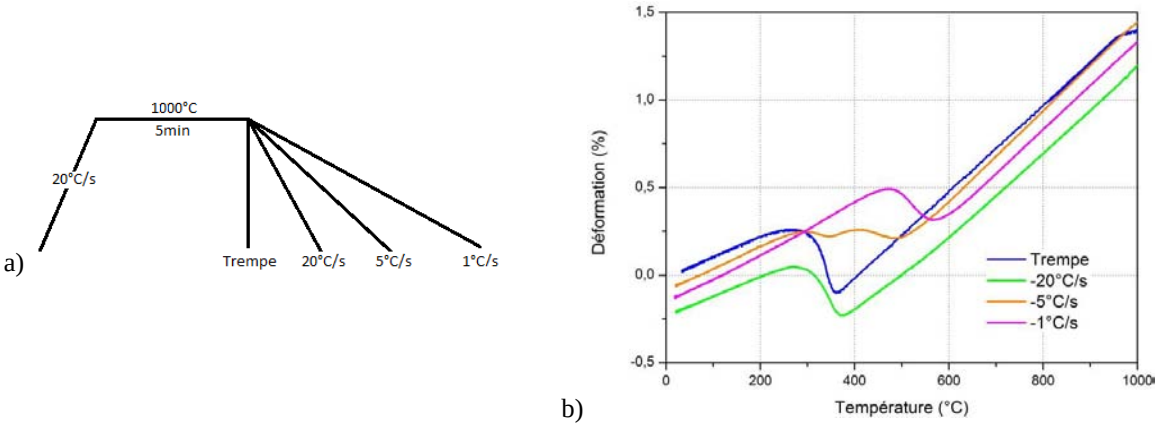


Figure III.4 : a) Traitements thermiques effectués et b) Suivi dilatométrique au refroidissement après traitement thermique à 1000°C pendant 5 min et refroidissements à différentes vitesses : par trempe, -20°C/s, -5°C/s et à -1°C/s

Vitesse de refroidissement (°C/s)	Trempe	20	5	1
Température B_S (°C) (B_s théorique = 560°C)	-	-	500	580
Estimation M_S (°C) (M_s théorique = 378°C)	375	387	360	-
Microdureté (HV 0.5)	450	440	215	165

Tableau III.2 : Évolution des températures de transformation et de la microdureté en fonction de la vitesse de refroidissement pour un traitement thermique à 1000°C pour la nuance CMn-2

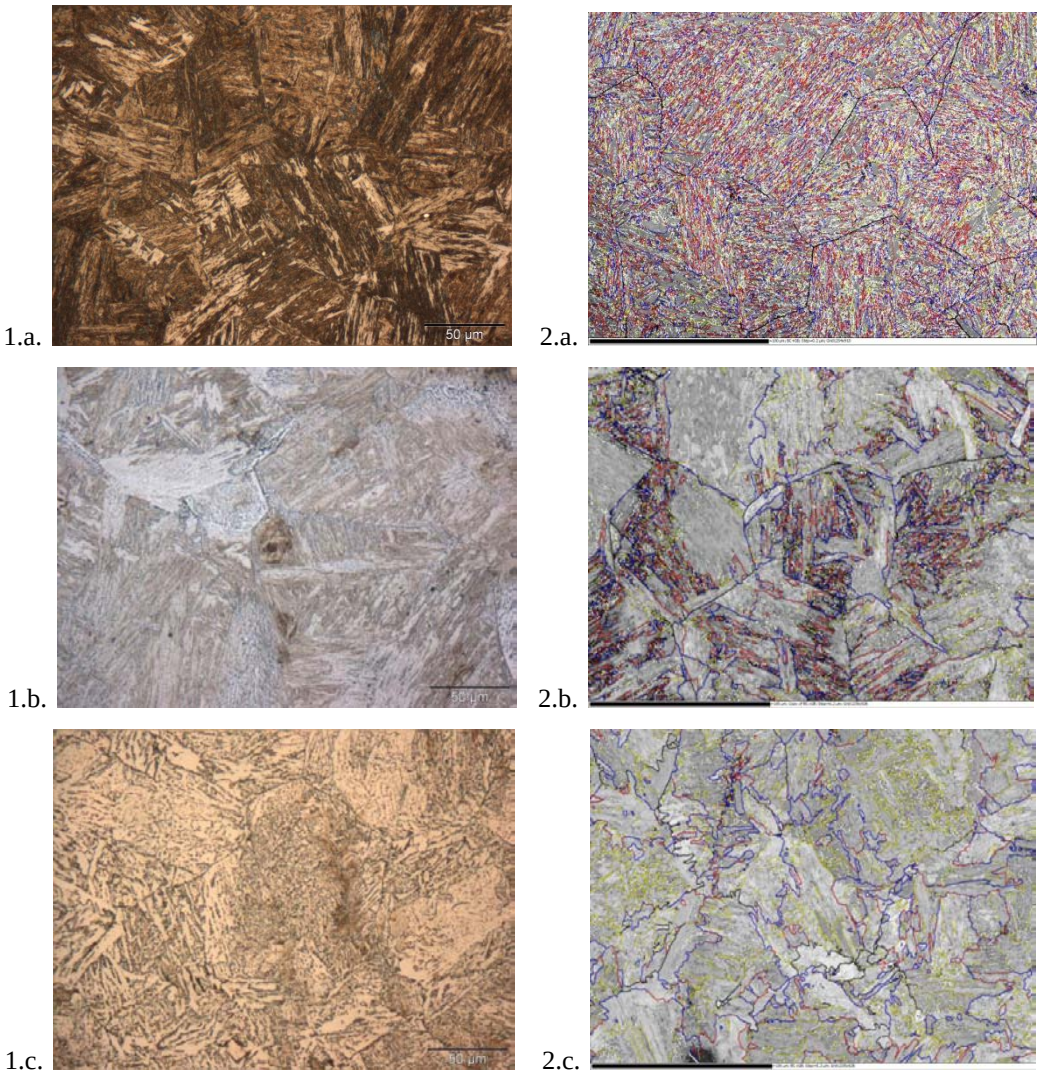


Figure III.5 : Microscopies optiques obtenues par attaque Nital 3% (1) et cartes des désorientations angulaires (2) superposées au contraste de bandes obtenues après refroidissement a) par trempe, b) à 5°C/s et c) à 1°C/s pour le traitement thermique à 1000°C (ϕ_γ=55µm)

1° - 5°	5° - 20°	20° - 45°	45° - 58°	58° - 60°

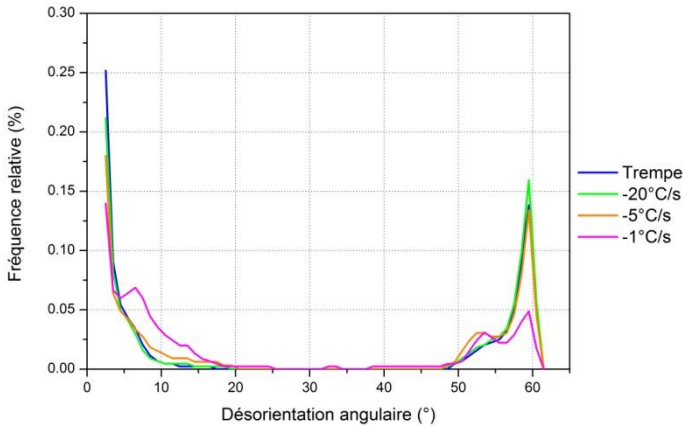


Figure III.6 : Superposition des histogrammes des désorientations angulaires des produits de transformation de l'acier CMn-2 obtenus par refroidissement aux vitesses : trempe, -20°C/s, -5°C/s et -1°C/s

Des essais supplémentaires, réalisés à une température d'austénitisation de 850°C pendant 5 minutes puis refroidis avec des vitesses similaires, mettent en évidence des hétérogénéités chimiques. L'analyse des courbes dilatométriques et les observations microstructurales de l'échantillon refroidi à 5°C/s montrent une double microstructure de transformation (bainite/martensite) cohérente avec le signal dilatométrique (Figure III.7).

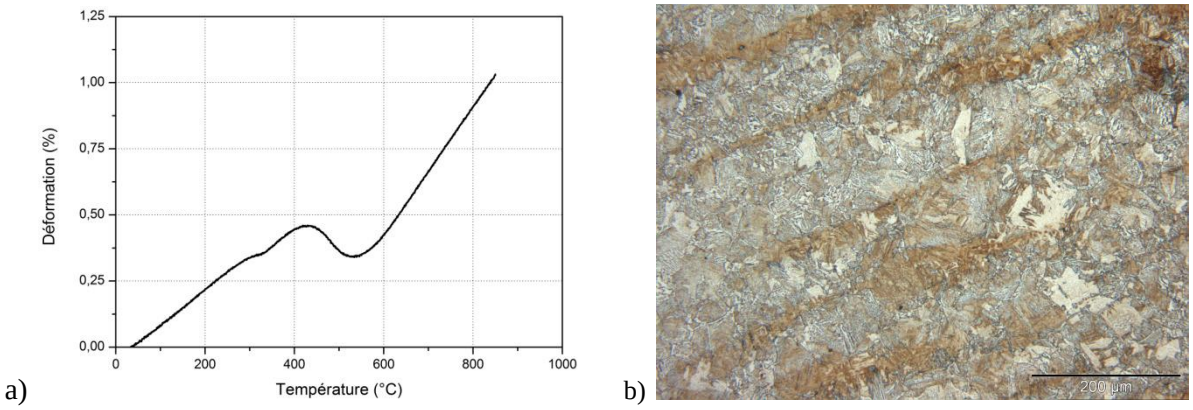


Figure III.7 : a) Suivi dilatométrique au refroidissement après traitement thermique à 850°C pendant 5 min et refroidi à 5°C/s et b) microscopie optique après attaque Nital présentant la double microstructure (en clair la zone bainitique, en sombre la martensite)

Cependant, la proportion de bainite et de martensite est différente selon les zones observées. Ces deux microstructures sont distribuées sous forme de bandes. La microdureté confirme la double microstructure : 283HV dans les zones bainitiques et 420HV dans les zones martensitiques (Figure III.8). Ces hétérogénéités de microstructure sont liées à la ségrégation du manganèse. Cette nuance, ayant un taux plus élevé de carbone, est d'autant plus sensible à la répartition du manganèse dans la microstructure. Suite aux ségrégations chimiques, la teneur en carbone dans le matériau n'est pas homogène. Cela impacte à plus haute température les transformations diffusionnelles. La présence de ces hétérogénéités est une des raisons pour laquelle la nuance CMn-2 n'a pas été retenue pour la campagne de déformation à haute température par compression. On notera aussi la présence de ferrite polygonale à l'intérieur des zones de type bainite lamellaire pour ce refroidissement, ainsi que pour ceux effectués à plus faibles vitesses. La ferrite polygonale est particulièrement bien mise en évidence par EBSD, l'analyse étant réalisée sur des zones plus restreintes.

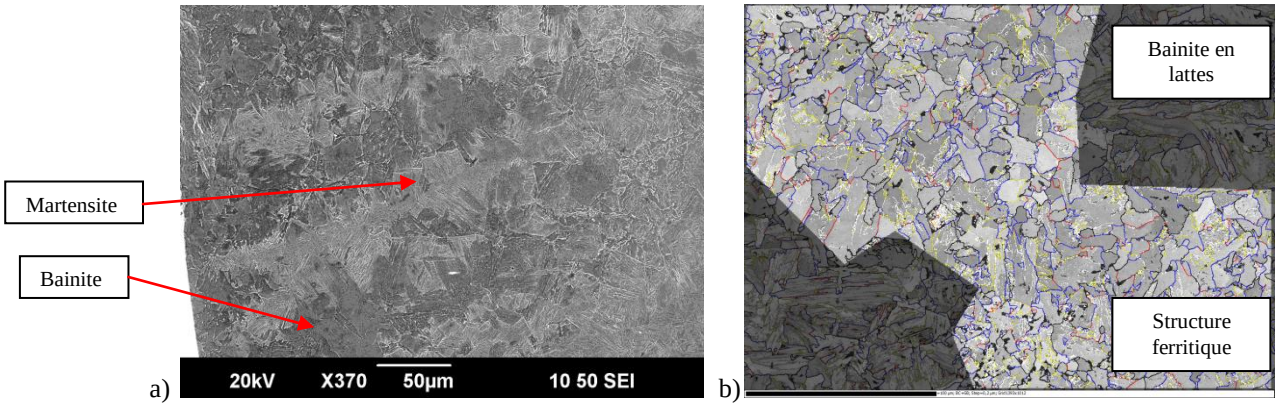


Figure III.8 : Mise en évidence des différentes microstructures a) au MEB : structure en bande de la martensite et de la bainite, et b) par EBSD - cartographie des désorientations superposées au contraste de bande – mise en évidence d'une structure ferritique dans la zone bainitique

III.2. Analyse cristallographique des produits de transformation

Nous exploitons ici les données EBSD à l'aide de MERENGUE 2 pour une analyse cristallographique détaillée des différents produits de transformation - Martensite - Bainite supérieure - Ferrite. Dans cette partie, MERENGUE 2 nous permet de déterminer les relations d'orientations (RO) entre les produits de transformation et l'austénite. L'efficacité du code pour reconstruire la microtexture austénitique sera discutée en section III.5. Les microstructures illustrant cette partie sont tirées de la campagne de refroidissement continu sur le Nuance CMn-1 suite à une austénitisation à 1200°C.

III.2.1. Martensite

Les résultats obtenus sur une microstructure majoritairement martensitique sont illustrés avec le traitement thermique à 1200°C refroidi par trempe (Figure III.9.a). Comme décrit précédemment, les lattes martensitiques présentent majoritairement des désorientations d'angle proche de 60° (Figure III.9.b). Ces désorientations se concentrent principalement autour de l'axe <665> et peu autour de l'axe <110>, visibles sur la projection des axes dans le triangle standard (Figure III.9.d). De plus, les lattes parallèles orientées dans la même direction s'organisent sous forme de paquets partageant le même plan $(111)_\gamma$ proche du plan d'habitat $(557)_\gamma$ proposé dans la littérature (Figure III.9.e) [Gourges00], [Morito06].

La RO moyenne mesurée sur toute la carte et celles mesurées dans des grains isolés sont représentées sur la Figure III.9.g, où sont tracés :

- les écarts angulaires θ_{plan} entre les plans denses $(110)_\alpha$ et $(111)_\gamma$,
- les écarts angulaires θ_{dir} entre les directions denses $[1\text{-}11]_\alpha$ et $[1\text{-}10]_\gamma$.

Sur cette figure, on repère les écarts angulaires par rapport aux relations d'orientation KS (0;0), NW (0;5.25) et GT (1;2.5). La RO optimale de la martensite 2.75/46.97/7.40 est centrée sur GT. La mesure sur plusieurs grains austénitiques montre que la RO est peu dispersée. Les RO mesurées pour cette microtexture peuvent être définies par :

- θ_{plan} compris entre entre 0.8 et 1.2°
- θ_{dir} compris entre 2.4 et 2.7°

La carte des domaines hérités théoriques, calculée avec MERENGUE 2 à partir des orientations individuelles γ calculées et la RO moyenne, traduit bien que les variants hérités selon cette RO ont majoritairement des désorientations de type 60° <665> (Figure III.9.f).

Cette analyse cristallographique d'une structure martensitique dans les aciers bas carbone est en accord avec les travaux de la littérature. On peut par ailleurs préciser que la bainite inférieure répond aux mêmes caractéristiques cristallographiques que la martensite. Il ne sera donc pas possible de les distinguer à partir d'un critère cristallographique.

Miyamoto et Blaineau ont également observé que la RO des structures martensitiques était proche de GT [Miyamoto09] [Blaineau10].

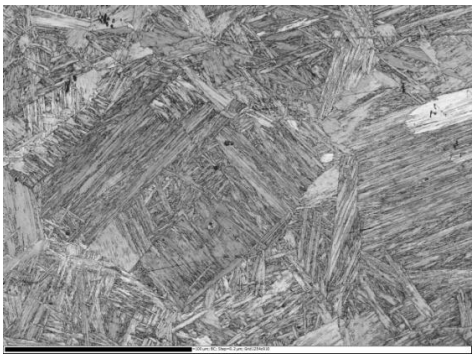
La présence de désorientations proches de 60°<665> a également été observée dans la littérature [Blaineau10], [Suikkanen11], mais a été appelée 60°<334>[1]. Suikkanen et coll. interprètent ce pôle comme un équivalent par symétrie d'une désorientation 60°<110> et l'attribuent au fait que la transformation de phase suit une RO de NW. Nous sommes en désaccord sur ce point.

En fait, dans la littérature, l'arrangement des variants est souvent étudié en faisant référence à la RO de KS [Cayron14]. Selon KS, les désorientations possibles entre variants de KS appartenant à un même paquet sont autour d'un axe $<111>_\gamma$ parallèle à $<110>_\alpha$ et d'angles valant 10.5, 49.5, 60 et 70.5° [Morito06]. Cette dernière désorientation étant équivalente par symétrie à $60°<111>_\alpha$. Expérimentalement, la désorientation 60°<665> majoritaire est plus proche de 60°<111> (à 5°) que de 60°<110> (à 10°).

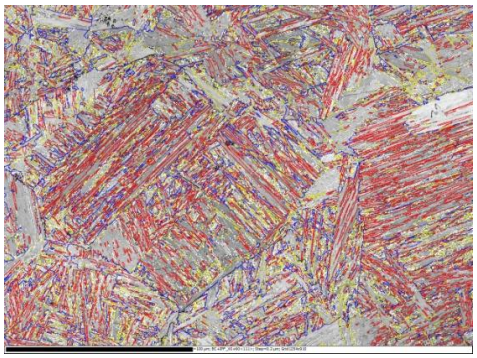
Nous avons confirmé par le calcul que les désorientations 60°<665> et aussi 10°<331> observées pour la martensite (Figure III.9.d) sont en fait caractéristiques d'une RO proche de GT et correspondent respectivement aux couplages entre les variants V1-V2 et V1-V4 selon la classification de Morito [Morito03].

Dans cette microstructure martensitique, il est aussi possible d'identifier des structures très différentes des zones en lattes désorientées de 60° et qui correspondraient à de la bainite. Lors de ce traitement thermique, la transformation de phase commence à partir de 508°C, température supérieure à la température M_s (voir section III.1.1). En effet, des domaines de l'ordre de 20µm, présentant essentiellement de faibles désorientations internes sont visibles à la fois au MEB (Figure III.10) et par EBSD (Figure III.12). Au MEB, ils apparaissent moins attaqués que les lattes. En EBSD, ce sont des zones contenant des désorientations inférieures à 5°, tracés en blanc sur les cartes des désorientations spécifiques (Figure III.12). Ces domaines s'appuient sur des joints de grains γ et traversent le grain austénitique pour s'arrêter au niveau d'un nouveau joint de grain ou de macle. Ils correspondent souvent à un variant unique, mais peuvent parfois contenir deux variants faiblement désorientés. À l'intérieur d'un domaine faiblement désorienté, il existe un gradient de désorientation cumulée pouvant atteindre 5° sur 20µm.

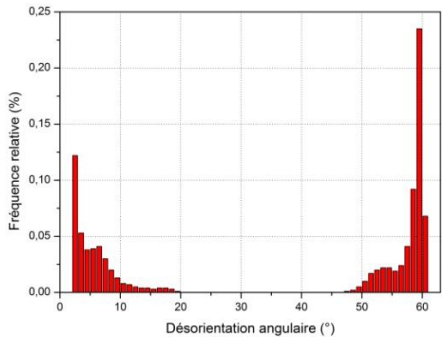
[1] La mesure erronée de l'axe de désorientation est liée à une erreur dans le logiciel commercial de post-traitement des données EBSD.



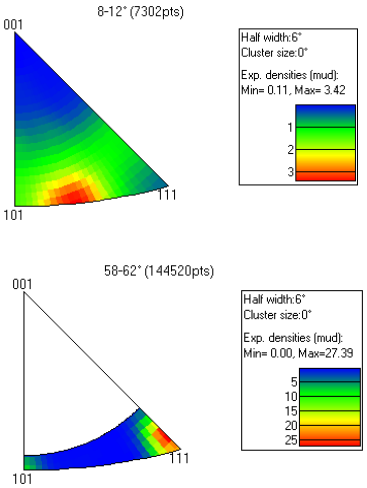
a)



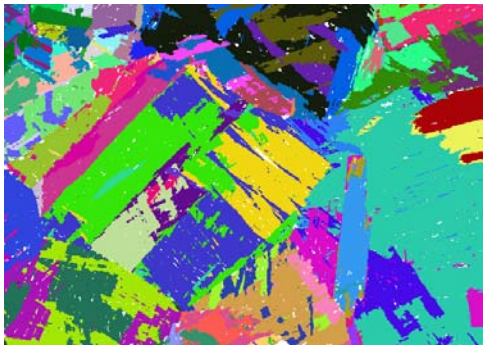
b)



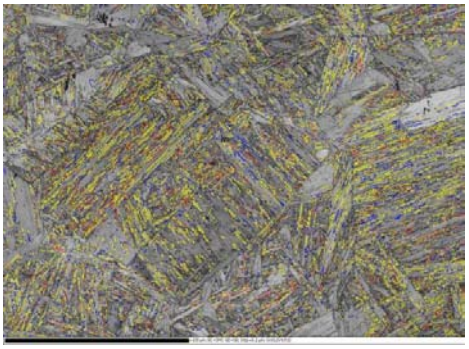
c)



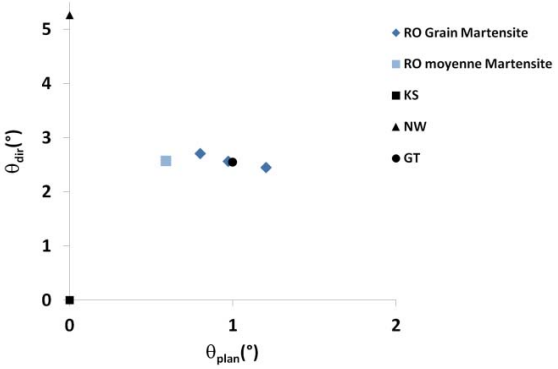
d)



e)



f)



g)

Conditions de recalcul

ω_{dom}=2° et ω_{com}=1°

RO : 3.43/ 46.56 / 6.69

ω_{frag}=2°, ω_{enl}=3°

Figure III.9 : ***Microstructure Martensitique*** *- Nuance CMn-1 - Traitement thermique à 1200°C-Trempe a) Contraste de bande, b) Carte des désorientations spécifiques, c) Histogramme des désorientations angulaires, d) Axe de rotation des désorientations angulaires comprises entre 8 et 12°, entre 58 et 62°, e) Carte de distribution spatiale des variants appartenant au même groupe CPP, f) Carte théorique des variants hérités : désorientations de 60° selon un axe <110> en rouge, <111> en bleu et <665> en jaune, g) Relations d'orientation déterminées par méthode analytique*

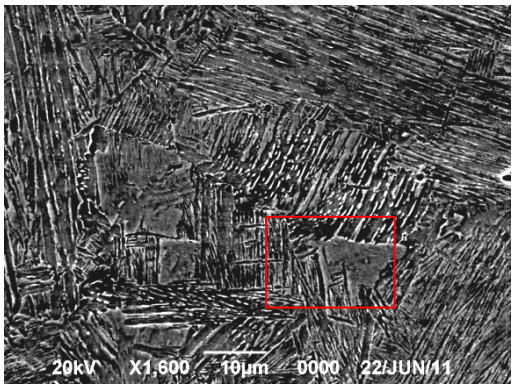


Figure III.10 : Microscopie MEB après attaque au Nital 3% : Mise en évidence dans l'encadré rouge d'un domaine faiblement attaqué dans la microstructure martensite

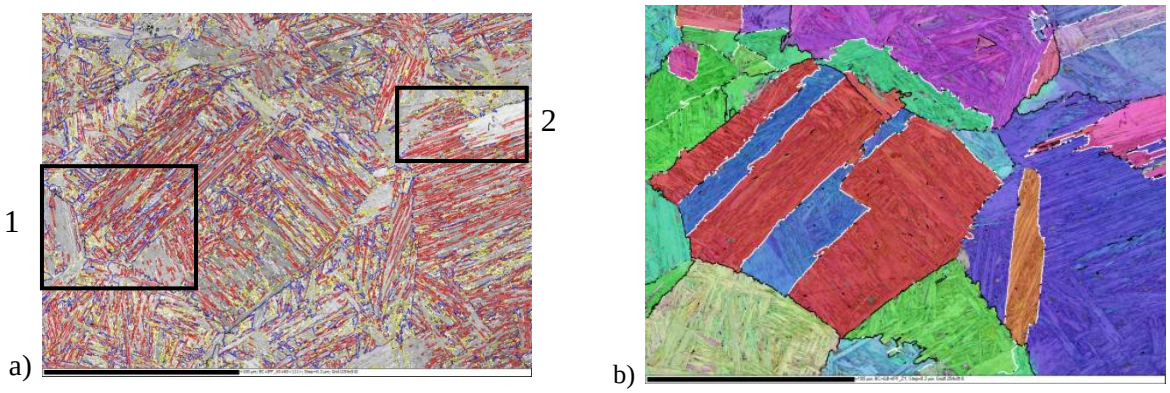


Figure III.11 : ***Microstructure Martensitique*** *- Nuance CMn-1 - Traitement thermique à 1200°C-Trempe*
a) Carte des désorientations α avec localement des zones non martensitiques, b) Carte d'orientation de γ reconstruit avec les conditions définies en Figure III.9

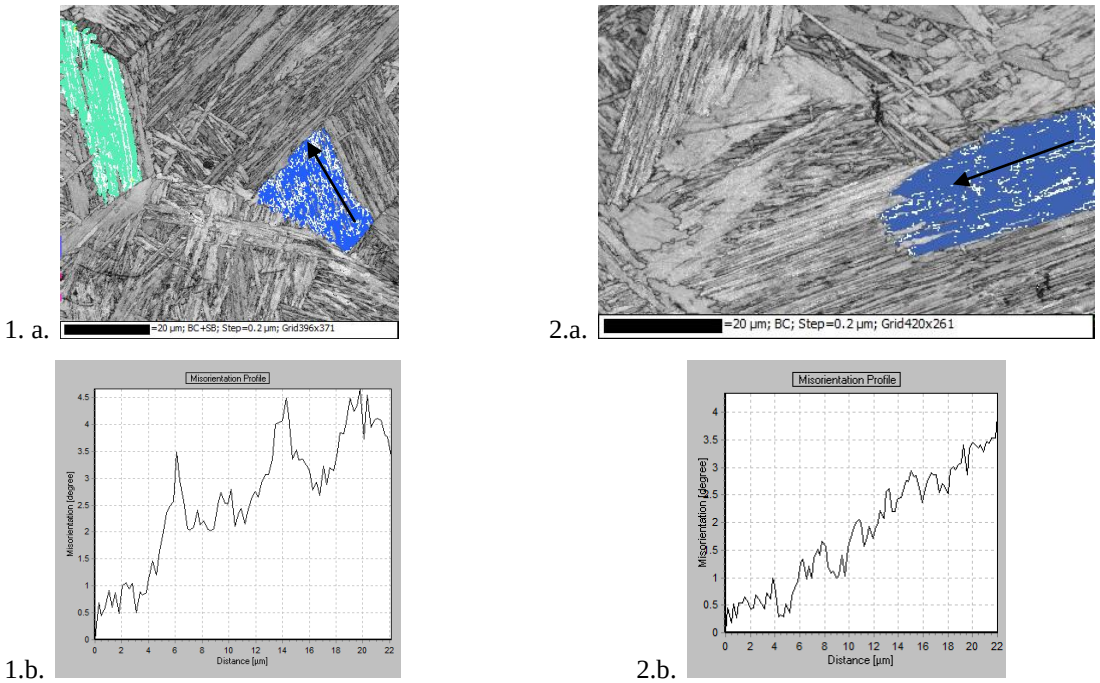


Figure III.12 : ***Microstructure Martensitique*** *- Nuance CMn-1 - Traitement thermique à 1200°C-Trempe : Domaines particuliers en couleur aléatoire issus de la carte présentée en Figure III.11 - a) Contraste de bande et désorientations comprises entre 1° et 5° en blanc, b) Profil de désorientations par rapport à une origine fixe pris le long des flèches noires*

III.2.2. Bainite de type supérieure

Une microstructure majoritairement bainitique est obtenue lors du traitement thermique à 1200°C refroidi à -5°C/s (voir section III.1.1, la température de début de transformation est à 625°C). Deux cartes EBSD de tailles différentes sont présentées en Figure III.13 et Figure III.14.

Les domaines bainitiques contiennent un réseau marqué de faibles désorientations. Dans ces domaines, on reconnait des lattes ou des amas de 'sous-unités bainitiques' (lattes fragmentées) de quelques microns (Figure III.13.a et b). Une faible proportion de domaines bainitiques présente tout de même de fortes désorientations supérieures à 50°. Cela explique l'histogramme des désorientations observées Figure III.13.c et Figure III.14.c. Cette structure correspond à une bainite de type I d'après la classification de Takayama [Takayama12].

Les variants bainitiques s'organisent sous la forme de paquets de variants appartenant au même domaine de Bain (Figure III.13/14.e). À l'intérieur d'un paquet de Bain, les variants sont théoriquement séparés par des désorientations spécifiques (d'après la RO de KS) : 10.5°<110>, 10.5°<111>, 14.9°<310>, 20.6°<310>, 20.6°<221>, 21.1°<210>. Elles sont à l'origine de la forte proportion de faibles désorientations (<20°) (Figure III.13/14.c). Ces paquets ont des tailles pouvant aller de 30µm à 200µm.

Les axes cristallographiques correspondant à des désorientations angulaires de 10° s'étalent entre <100> et <110> avec un maximum à <310>, ce qui est significativement différent du résultat obtenu sur la martensite (Figure III.13/14.d). Cette désorientation correspond dans la classification de Morito au couplage V1-V11 et avec une RO de KS, ce couplage présenterait une désorientation de 14.9°<310>.

Les axes de désorientations angulaires de 60° sont beaucoup plus dispersés que pour la martensite. La densité majoritaire est deux fois plus faible que la martensite et ne correspond plus à un axe unique mais à un étalement allant de l'axe <665> à l'axe <111> (Figure III.13.d et Figure III.14.d).

La RO moyenne que nous avons calculé s'écarte de KS et aussi de GT (Figure III.14.f). Les mesures effectuées dans les grains isolés indiquent une dispersion importante des données. Les différentes RO mesurées grain par grain sont définies par :

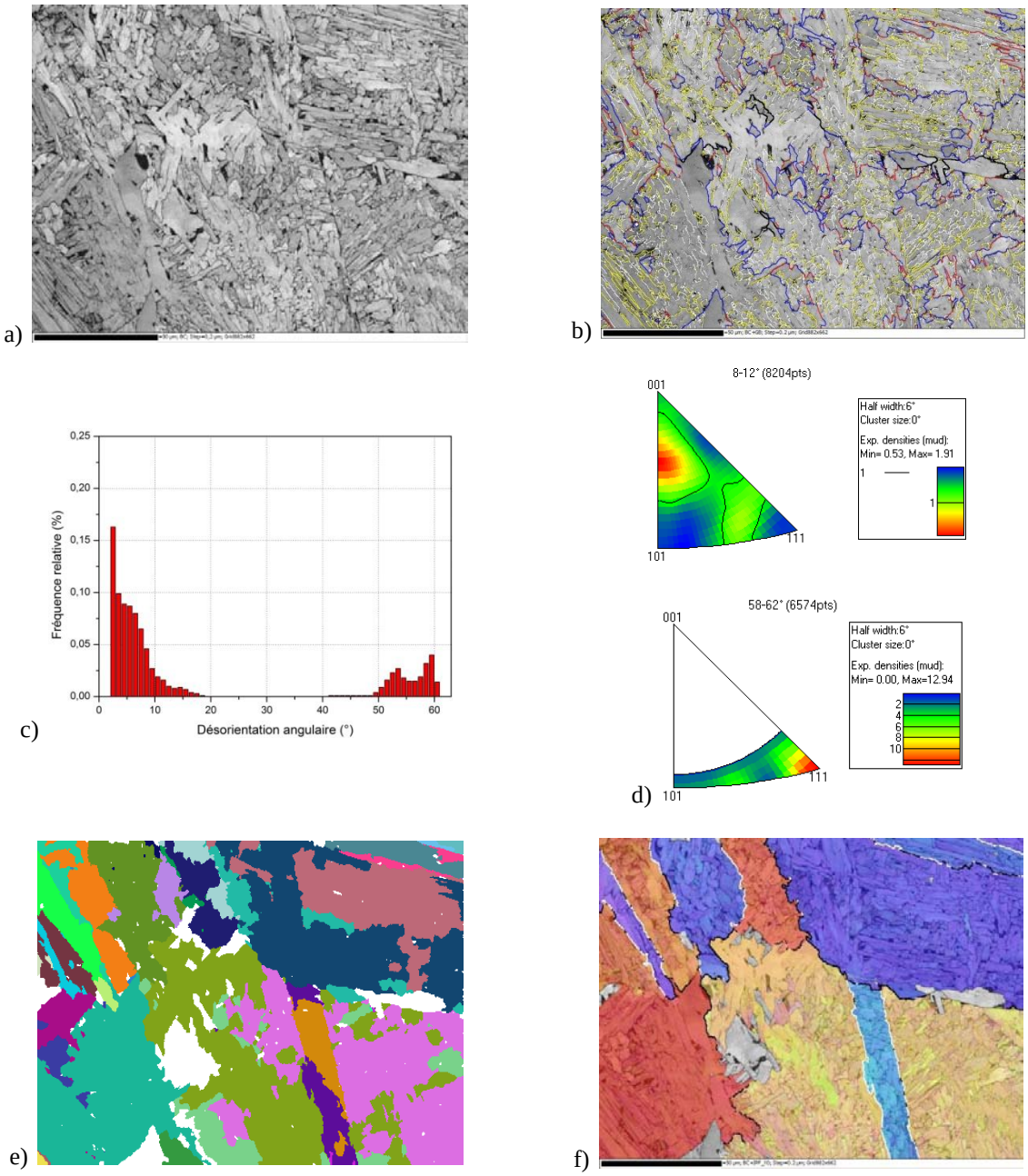
- θ_{plan} compris entre 2° et 2,8°
- θ_{dir} compris entre 2.3° et 3°

Nous avons calculé les désorientations angulaires entre variants appartenant à un même domaine de Bain selon la RO moyenne calculée. Il apparait clairement que cette RO réduit les désorientations angulaires entre variants de Bain par rapport à celles obtenues avec KS. Cela est conforme à nos données expérimentales et valide la RO calculée.

Une autre remarque importante porte sur la dispersion des données en terme de RO calculée ou en terme d'orientation austénitique locale. Nous ne pouvons pas distinguer ces deux aspects par recalcul. Cette dispersion est plus importante dans l'analyse de la bainite que de la martensite. Cette dispersion est une conséquence du mécanisme de transformation bainitique. Cette dispersion peut être causée par [Gourgues07] :

- des dilatations différentielles au refroidissement,
- l'évolution de la microstructure après transformation (restauration),
- des contraintes locales conduisant à des rotations plastiques.

Rappelons également que d'après le mécanisme proposé par Bhadeshia, la bainite se développe par croissance de sous-unités selon une réaction autocatalytique [Bhadeshia02], chaque nouvelle sous-unité étant faiblement désorientée par rapport à celle qui l'a précédée.



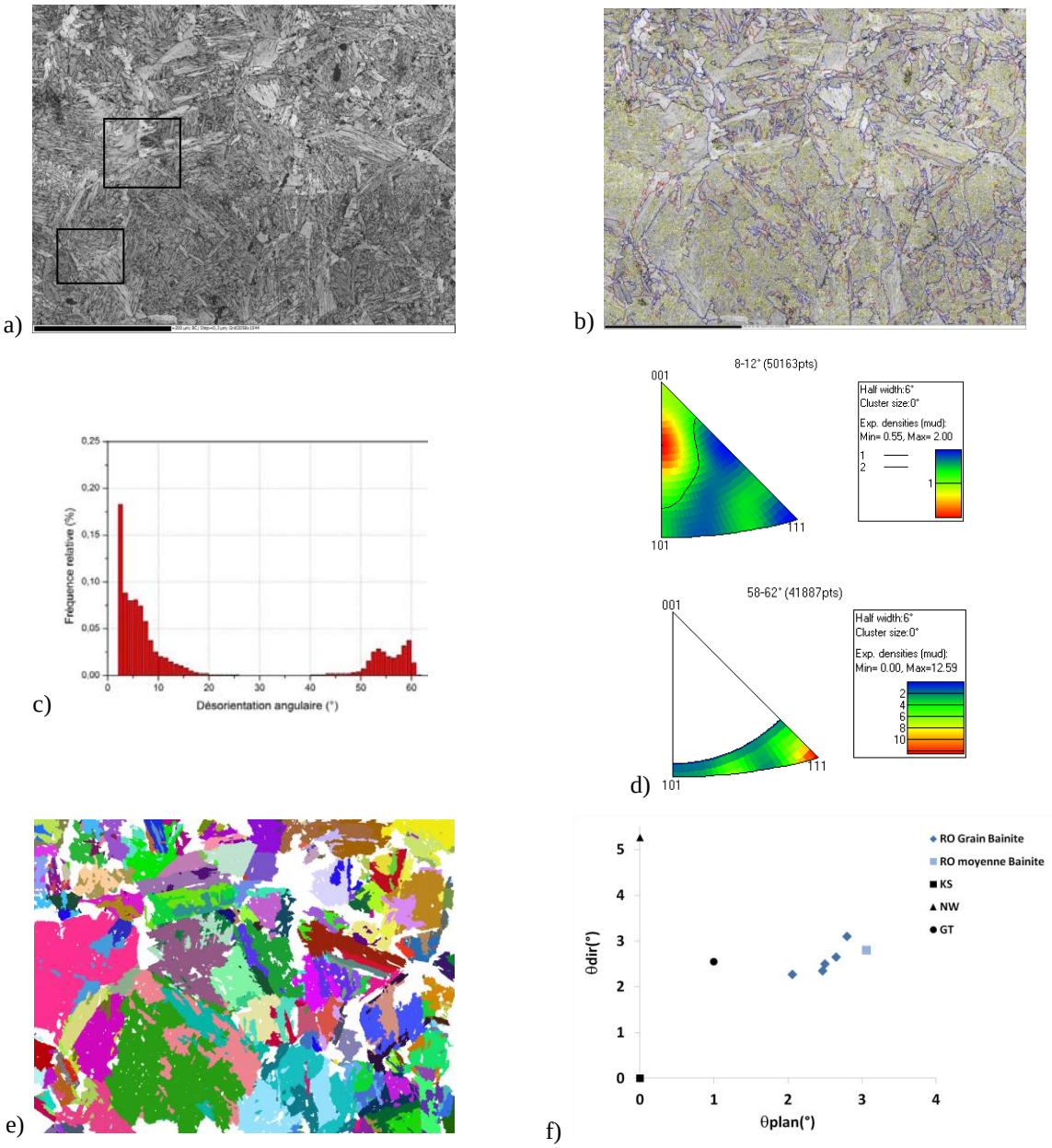
Conditions de recalcul

ω_{dom}=2° et ω_{com}=0.5°

RO : 4.58 / 46.95 / 3.93

ω_{fraq}=2°, ω_{enl}=4°

Figure III.13 : ***Microstructure bainitique de la nuance CMn-1*** *– Traitement thermique à 1200°C refroidi à 5°C/s a) Contraste de bande, b) Carte des désorientations spécifiques, c) Diagramme des désorientations angulaires, d) Axe de rotation des désorientations angulaires comprises entre 8 et 12°, entre 58 et 62°, e) Carte de distribution spatiale des variants appartenant au même groupe de Bain, f) Cartographie d'orientation γ recalculée.*



Conditions de recalcul

ω_{dom}=2° et ω_{com}=1°

RO : 4.51 / 45.85 / 3.72

ω_{frag}=2°, ω_{enl}=3°

Figure III.14 : ***Microstructure bainitique de la nuance CMn-1*** *– Traitement thermique à 1200°C refroidi à 5°C/s a) Contraste de bande, b) Cartes des désorientations spécifiques, c) Diagramme des désorientations angulaires, d) Axe de rotation des désorientations angulaires comprises entre 8 et 12°, entre 58 et 62°, e) Carte de distribution spatiale des variants appartenant au même groupe de Bain, f) Décalage entre la RO déterminée par la méthode analytique et les RO de référence.*

III.2.3. Ferrite

Nous traitons ici le cas de la microstructure majoritairement ferritique obtenue lors du traitement thermique à 1150°C refroidi à la vitesse de 0.1°C/s (Figure III.15.a). La taille moyenne des grains ferritiques est de 40µm. Ils sont fortement désorientés entre eux (>45°). Très localement, on retrouve un grain ferritique avec des sous-grains désorientés entre eux de moins de 20°. Il n'y a plus de désorientations spécifiques (Figure III.15.c). Le peu de désorientations angulaires de 60° se concentrent autour de l'axe <111> (Figure III.15.d). Les désorientations angulaires de 10° se concentrent autour de l'axe <110> (Figure III.15.d).

Dans un grain ferritique, la désorientation intragranulaire cumulée n'excède pas 1° et correspond à la précision angulaire de l'EBSD (Figure III.15.e).

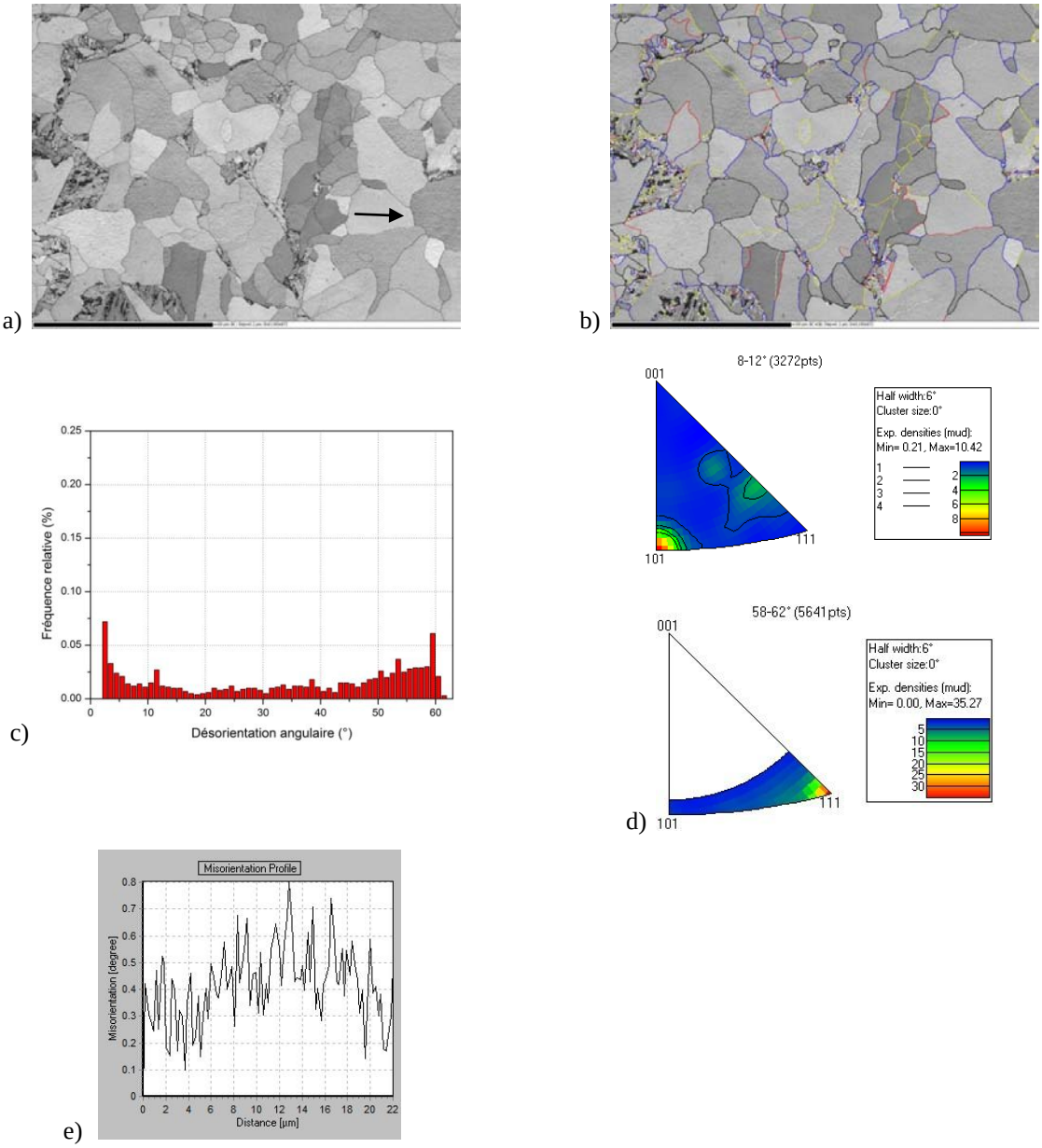


Figure III.15 : ***Microstructure ferrito-perlitique de la Nuance CMn-1****- Traitement thermique à 1200°C refroidi à 0.1°C/s - a) Contraste de bande, b) Cartes des désorientations spécifiques, c) Diagramme des désorientations angulaires, d) Axe de rotation des désorientations angulaires comprises entre 8 et 12°, entre 58 et 62°, e) Profil des désorientations cumulées le long de la flèche noire (en a).*

III.3. Contrôle de la taille de grains austénitiques

III.3.1. Traitements thermiques d'austénitisation

Nous avons modifié la taille de grains ϕ_γ de nos aciers en variant la température de maintien dans le domaine austénitique de 1200°C à 850°C. L'objectif est d'obtenir des tailles de grains inférieures à 10µm. Le temps de maintien est toujours fixé à 5 minutes. Les éprouvettes de dilatométrie sont ensuite refroidies par trempe : la vitesse de refroidissement correspondante est de l'ordre de 80°C/s. La Figure III.16 rappelle les cycles thermiques réalisés.

La valeur minimale de 850°C pour le traitement thermique est choisie en fonction de la valeur théorique de fin d'austénitisation Ac_3. Nous rappelons que la valeur théorique de Ac_3 est de 808°C pour la nuance CMn-1 et de 742°C pour la nuance CMn-2 (Chapitre II – section II.1.1). Une température inférieure à 850°C n'est pas judicieuse compte-tenu de la valeur de Ac_3 pour la nuance CMn-1 : la transformation d'austénitisation ne serait pas terminée à 800°C.

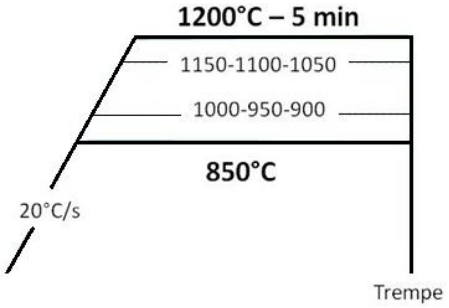


Figure III.16 : Cycles thermiques pour modifier la taille de grains austénitiques ϕ_γ

III.3.2. Caractérisation des grains austénitiques par attaque thermique

III.3.2.1. Performances de la méthode

L'attaque thermique est efficace pour révéler les grains austénitiques d'une taille supérieure à 30µm pour les deux nuances d'acier étudiées sur de grandes surfaces. Cette attaque nous a permis d'obtenir des images de qualité mettant en évidence une microstructure austénitique maclée sur de très grandes zones. La méthode de mesure de la taille de grains est décrite Chapitre II, section II.2.1.2. La Figure III.17 illustre la surface totale de l'éprouvette de dilatométrie analysée après attaque thermique à 1200°C pour la nuance CMn-2.

La technique permet d'accéder facilement à l'histogramme de distribution de taille de grains. L'Annexe B regroupe pour chaque température d'austénitisation et nuance d'acier, les micrographies optiques après attaque thermique, les calques correspondants ainsi que les histogrammes de distributions de tailles. Les distributions de tailles sont unimodales à l'exception de l'échantillon de la nuance CMn-1 traité à 950°C, dont la distribution est bimodale. Lors des traitements thermiques supérieurs à 1000°C, les échantillons présentent pour les deux nuances de larges distributions de tailles de grains allant de 60 à 600µm.

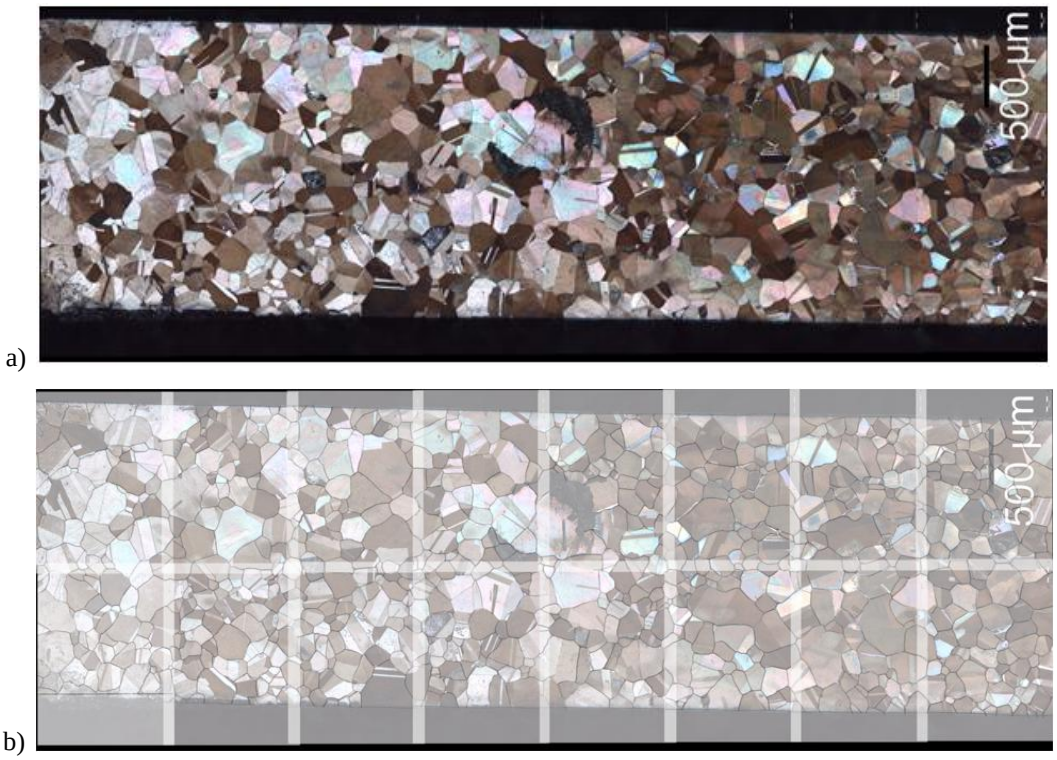


Figure III.17 : a) Microscopie optique obtenue après attaque thermique à une température d'austénitisation de 1200°C pour la nuance CMn-2 et b) superposition des calques détourant les joints de grains γ

Toutefois, notre expérience a montré que l'attaque thermique est moins efficace pour des tailles inférieures à 30µm : d'une part la distinction entre les joints de grains réels et « fantômes » devient difficile, d'autre part l'oxydation de surface est plus marquée.

Les joints de grains « fantômes » sont les traces des joints de grains formés au début du traitement thermique. Lors de la migration du joint de grain à la surface de l'échantillon, il peut y avoir compétition entre les processus d'évaporation et de diffusion superficielle des atomes de fer, laissant ainsi une trace du déplacement (Chapitre I, section I.2.2.2). Un exemple d'ancien grain austénitique contenant des joints de grains fantômes est encadré en rouge sur la Figure III.18 (CMn-1 trempé depuis 950°C). Plus la taille de grains γ est petite, plus il est difficile de distinguer les joints de grains « fantômes » des joints de grains réels. On peut toutefois mentionner que Garcia et coll. ont réussi à les éviter par une trempe efficace post-austénitisation [Garcia03]. Toutefois les nuances utilisées dans cette étude contiennent des éléments d'alliages tels que Ni et Cu améliorant la trempabilité de l'acier. Les nuances CMn-1 et CMn-2 ne sont pas assez trempantes pour éviter ce phénomène, malgré une trempe réalisée à l'hélium.

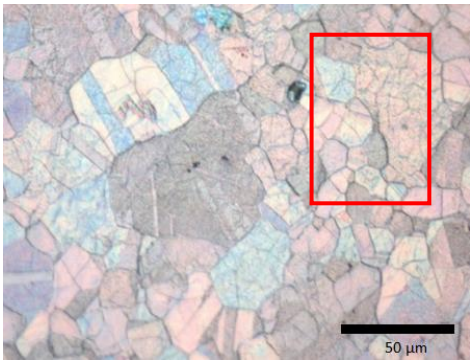


Figure III.18 : Joints de grains fantômes mis en évidence après attaque thermique à 950°C – Nuance CMn-1

Pour des tailles inférieures à 30µm, la surface peut être trop oxydée pour révéler correctement les joints de grains austénitiques. L'attaque est particulièrement moins efficace dans le cas des traitements thermiques à 850°C et 900°C pour la nuance CMn-1 (Figure III.19). La nuance CMn-2 n'est que légèrement affectée par ce phénomène d'oxydation (Figure III.20). Les tailles de grains γ pour ces traitements étant inférieures à 10µm, le phénomène d'oxydation peut s'expliquer par une augmentation de la densité de joints de grains. Les joints de grains sont visibles lors de l'attaque thermique grâce à des mécanismes de diffusion en surface et en volume, ainsi que par un mécanisme d'évaporation-condensation. Ces mécanismes favorisent l'oxydation de surface.

L'utilisation de l'attaque thermique pour évaluer la taille de grain austénitique reste limitée aux essais thermiques. La préparation nécessaire à cette attaque - surface plane poli-miroir - n'est pas compatible avec des essais thermo-mécaniques, comme les essais de torsion ou de compression.

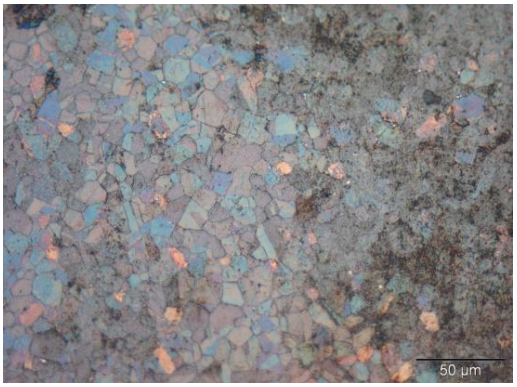
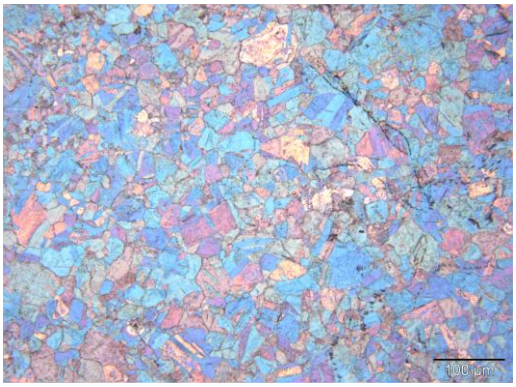


Figure III.19 : ***Nuance CMn-1*** *- Microscopies optiques obtenues après attaque thermique à une température d'austénitisation de 900°C*

a) 

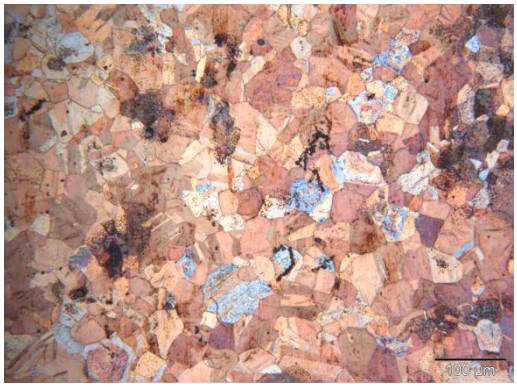
b) 

Figure III.20 : ***Nuance CMn-2*** *- Microscopies optiques obtenues après attaque thermique à des températures d'austénitisation de a) 850°C et b) 900°C*

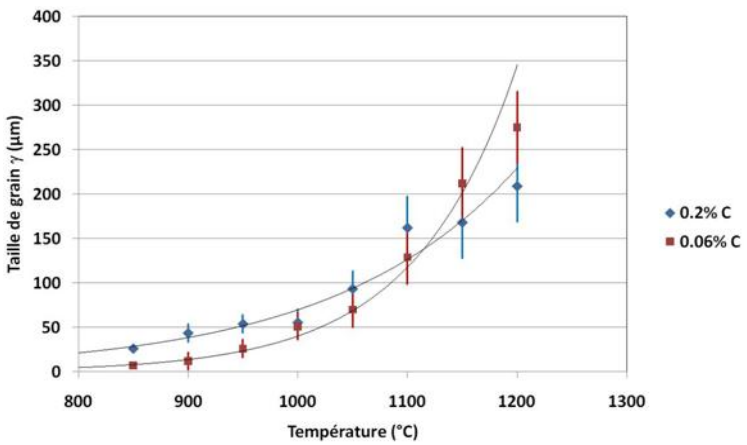
III.3.2.2. Résultats des mesures de tailles de grains

En variant la température d'austénitisation de 850°C à 1200°C, nous avons pu obtenir de larges gammes de tailles de grains ϕ_γ avant transformation de phases :

- De 7µm à 270µm pour la nuance CMn-1
- De 27µm à 210µm pour la nuance CMn-2

L'ensemble des résultats est présenté sur la Figure III.21. Concernant la mesure de tailles de grains, nous devons préciser que :

- la surface d'analyse était fixée par les dimensions de l'éprouvette de dilation, à savoir 2x10mm²,
- le nombre de grains mesurés était toujours supérieur à 150 et est allé jusqu'à 600 pour les traitements thermiques à 900°C,
- les deux valeurs de 7µm et de 27µm (traitement thermique à 850°C) ont été obtenues par extrapolation (voir ci-dessous)
- les macles ne sont pas prises en compte dans la mesure de la taille de grains,
- l'incertitude de mesure est donnée par $\frac{\sigma}{\sqrt{n}}$, avec σ l'écart type de la population totale et *n* le nombre de mesures.



Température (°C)	Taille ϕ_γ (µm)	
	CMn-1 0.06%C	CMn-2 0.2%C
1200	270	210
1150	220	168
1100	129	145
1050	70	93.5
1000	51	55.6
950	26	54.1
900	12	44
850	7	27

Figure III.21 : Évolutions de la taille de grains ϕ_γ en fonction de la température d'austénitisation pour les deux nuances CMn-1 et CMn-2

La loi utilisée pour extrapoler la taille de grains à 850°C se base sur la loi de croissance de grain

$$D^n = K\ t\ exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

où D est la taille de grain, t le temps de maintient, T la température de maintien et R la constante des gaz parfaits. Les autres paramètres sont des constantes que l'on considère indépendantes de la température. Ne cherchant pas ici à identifier tous les paramètres de cette loi, mais simplement à extrapoler la taille de grain, nous avons reformulé cette loi en :

$$\ln D = -\frac{K_1}{T} + K_2$$ avec D en mètre, T en K, K_1 et K_2 deux constantes

Les valeurs des constantes K_1 et K_2 pour les deux nuances sont données ci-dessous :

- CMn-1 : K_1 = 18034 et K_2 = 4.14
- CMn-2 : K_1 = 9883 et K_2 = -1.75

III.4. Influence de la taille de grains austénitiques sur les microstructures héritées par trempe

Dans cette partie, nous nous intéressons plus particulièrement à l'influence de la taille de grains ϕ_γ sur la microstructure héritée α après refroidissement par trempe pour les deux nuances.

III.4.1. Trois régimes de transformation pour la Nuance CMn-1

À partir de l'analyse des courbes de dilatation et des microstructures héritées (Figure III.22, Figure III.23 et Figure III.24), nous avons pu mettre en évidence trois régimes caractéristiques de transformation de phase en fonction de la taille de grain ϕ_γ pour la nuance CMn-1 :

- une transformation majoritairement martensitique,
- une double transformation bainito/martensitique,
- une double transformation à caractère ferrito/bainitique.

Les courbes de suivi dilatométrique pour des températures d'austénitisation allant de 1200°C à 850°C (soit une variation de taille de grains de 270µm à 7µm) sont présentées Figure III.22. Il y a un déplacement important des points de transformation vers les hautes températures : plus la taille de grains ϕ_γ diminue, plus les débuts de transformation de phase se rapprochent de Ar_3.

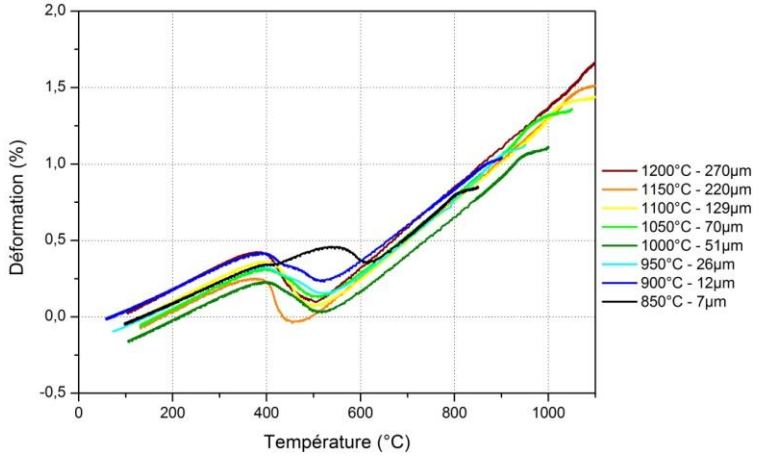


Figure III.22 : Suivi dilatométrique au refroidissement par trempe en fonction de la température d'austénitisation pour toute la gamme de tailles de grains de la nuance CMn-1

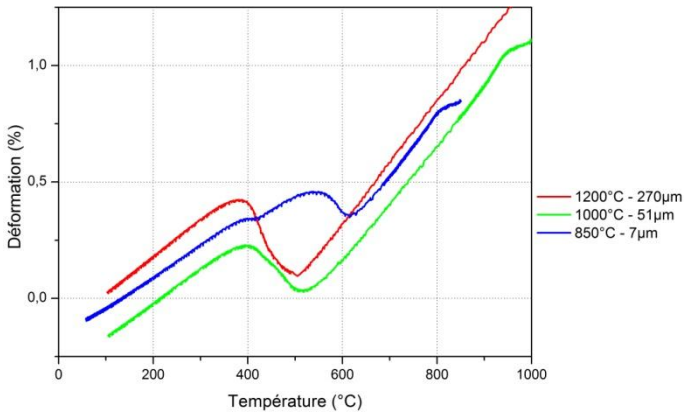


Figure III.23 : Suivi dilatométrique au refroidissement après traitement thermique pendant 5 min pour obtenir des tailles de grains austénitiques de 270µm, 51µm et 7µm

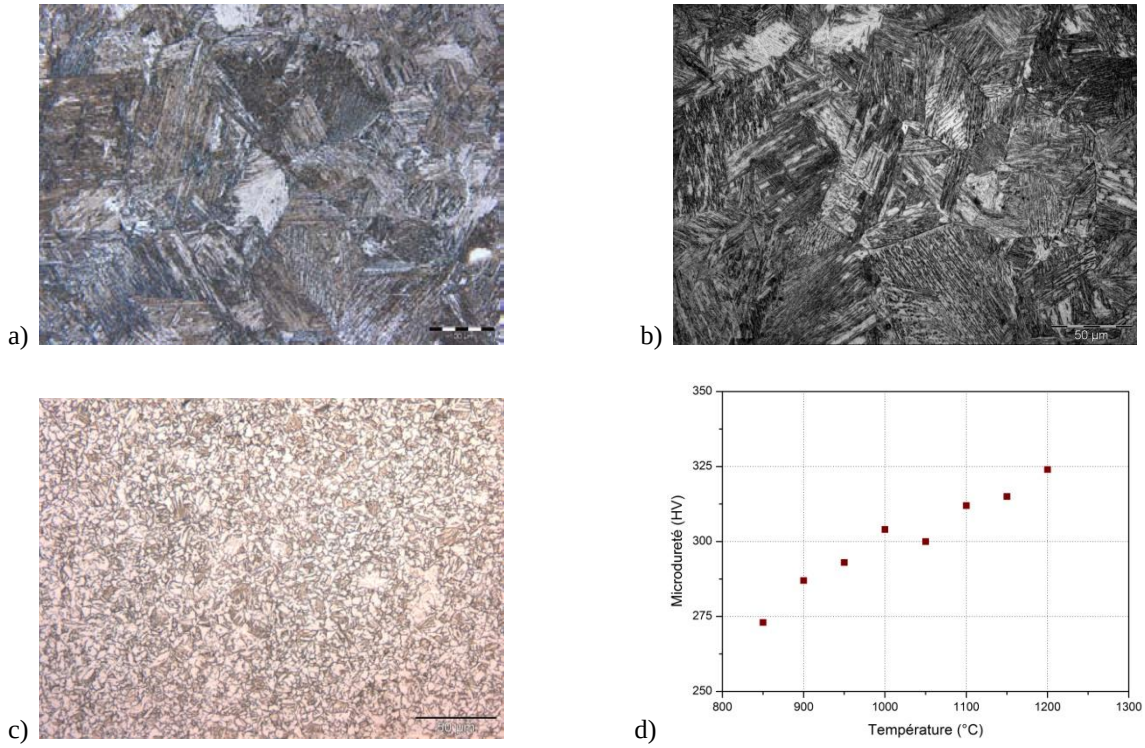


Figure III.24 : Micrographies optiques après attaque Nital 3% correspondant à des tailles de grains austénitiques de a) 270µm (1200°C), b) 51µm (1000°C) et c) 7µm (850°C), d) Évolution de la microdureté (HV 0.5) en fonction de la température du maintien austénitique

L'analyse des distributions de désorientations angulaires traduit la même évolution de la microstructure héritée. Une diminution de la taille de grains ϕ_γ s'accompagne d'une augmentation des désorientations inférieures à 10° au détriment des désorientations autour de 60°, puis dans un second temps d'une augmentation des désorientations comprises entre 20° et 50° (Figure III.25). Cela est en accord avec une évolution d'une microstructure de type martensitique vers une microstructure ferrito-bainitique. Cette modification de la microstructure est aussi visible en suivant l'évolution de la microdureté. Le passage d'une température d'austénitisation de 1200°C à 850°C, soit d'une taille ϕ_γ 270µm à une taille de 7µm, conduit à une diminution de la microdureté de 325 HV à 270 HV.

Dans la suite nous détaillons chaque régime.

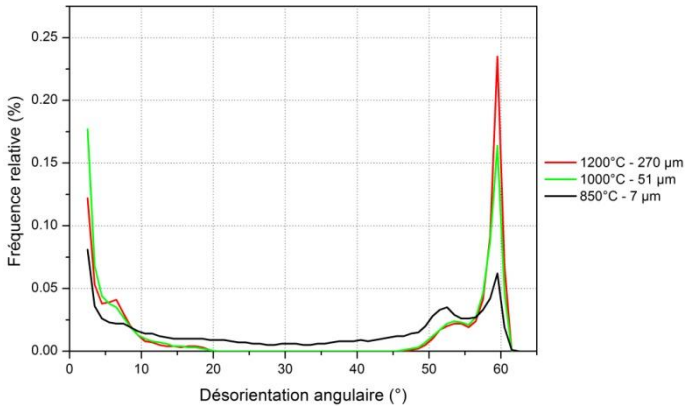


Figure III.25 : Superposition des histogrammes des désorientations angulaires des produits de transformation de l'acier CMn-1 pour trois tailles de grains austénitiques initiales : 270µm, 51µm et 7µm

III.4.1.1. Transformation majoritairement martensitique

Le premier régime est majoritairement martensitique avec un seul pic de transformation de phase sur les courbes dilatométriques (Figure III.26). Ce régime est obtenu pour les tailles de grains ϕ_γ les plus élevées, variant de 129 à 270µm. La température de début de transformation reste toujours supérieure à la température M_s théorique de 440°C, elle est comprise entre 491°C et 540°C. Nous rappelons ici que les températures de transformation sont mesurées à 20°C près. La microstructure est composée de fines lattes parallèles d'épaisseur inférieure au micron et fortement désorientées entre elles, autour de 60°.

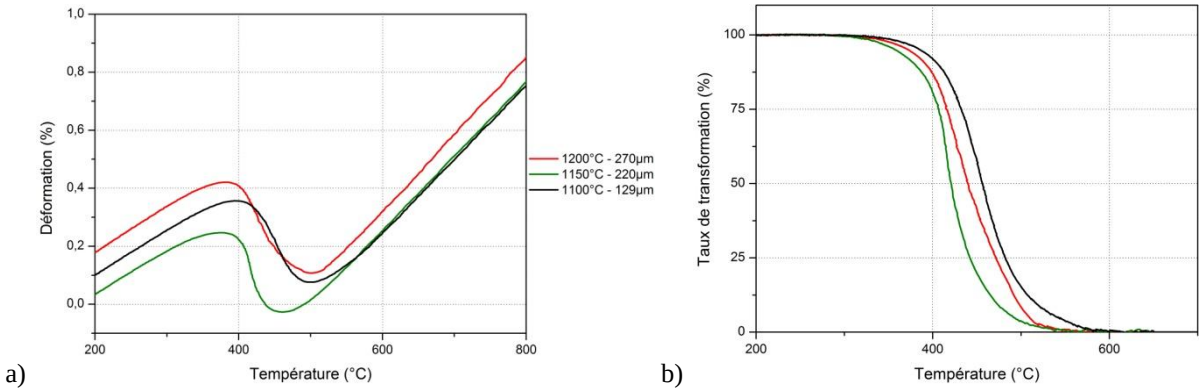


Figure III.26 : ***Régime majoritairement martensitique*** *a) Évolution de la dilatation thermique et b) Évolution du taux de dilatation au refroidissement lors de la trempe pour des tailles de grains austénitiques de 129µm, 220µm et 270µm*

Taille ϕ_γ (µm)	270	220	129
Température de début de transformation (°C) M_s théorique : 440°C	508	491	540

Tableau III.3 : Évolution de la température de début de transformation en fonction de la taille de grains ϕ_γ

III.4.1.2. Double transformation bainite/martensite

Le second régime correspond à une double transformation bainito/martensitique (Figure III.27). Ce régime est obtenu pour des tailles de grains austénitiques ϕ_γ intermédiaires, allant de 25 à 70µm. Les points de transformation sont donnés dans le Tableau III.4.

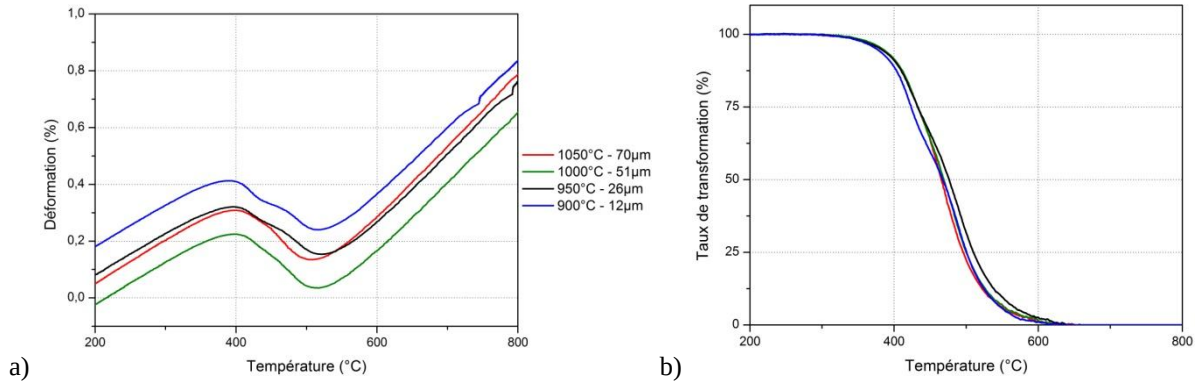


Figure III.27 : ***Régime bainito-martensitique*** *a) Évolution de la dilatation thermique et b) Évolution du taux de dilatation au refroidissement lors de la trempe pour des tailles de grains austénitiques allant de 12µm à 70µm*

Le premier point de transformation (déterminé à 5% du taux de transformation total) est proche de la température de transformation bainitique théorique (B_s=598°C). Cette température augmente légèrement de 555°C à 600°C, lorsque la taille de grains ϕ_γ passe de 70µm à 26µm.

La température de début de la deuxième transformation est beaucoup plus difficile à déterminer. Nous notons dans le Tableau III.4 la température qui correspond à l'épaulement sur la courbe du taux de dilatation. Le traitement du signal global nous permet aussi d'évaluer par déconvolution le point de début de transformation (noté 'Estimation de M_s').

L'interprétation des variations des points de transformation est délicate compte tenu de la précision de leur mesure. Nous pouvons toutefois citer que dans la littérature, pour des transformations displacives, les températures de transformation augmentent légèrement avec la taille de grain [Lee05, Graham59], alors que la tendance inverse est observée pour les transformations diffusives [Yamamoto95]. Ceci est en accord avec nos mesures aux erreurs de mesure près.

Taille ϕ_γ (µm)	70	50	26	12
Température de début de transformation (°C) B_s théorique : 598°C	555	575	600	600
Estimation M_s (°C) Valeur théorique : 440°C	550	500	502	475
Température épaulement (°C)	428	440	437	445

Tableau III.4 : Évolution des températures de transformation en fonction de la taille de grains ϕ_γ

La Figure III.28 illustre les microstructures obtenues après traitement thermique à 1000°C pendant 5 minutes, soit une taille de grains ϕ_γ de l'ordre de 50µm. Nous observons par microscopie optique et microscopie électronique une microstructure composée de lattes parallèles d'épaisseur supérieure à 2µm, plus épaisses qu'en régime martensitique. Il est cependant difficile de distinguer les lattes de martensite et les lattes de bainite.

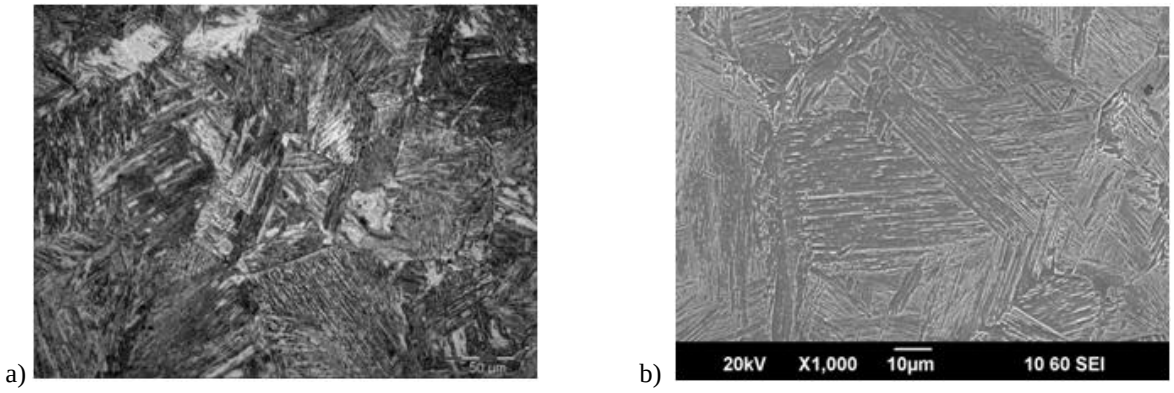


Figure III.28 : ***Double microstructure en lattes bainite/martensite*** *obtenue par attaque Nital 3% après trempe pour ϕ_γ=50µm a) en microscopie optique et b) au MEB*

Les données EBSD (Figure III.29.c) révèlent une évolution de la distribution des désorientations angulaires lorsque la température d'austénitisation varie de 1100°C à 900°C. En effet, même si les fortes désorientations angulaires entre lattes restent majoritaires à la température de 1000°C (typique d'une microstructure martensitique), la proportion de faibles désorientations augmente progressivement (en particulier celles inférieures à 5° caractérisant les domaines en lattes faiblement désorientées). Les axes correspondant aux désorientations angulaires de 60° se concentrent progressivement davantage selon l'axe <111>, axe observé pour la bainite. Par contre, les axes correspondant aux désorientations autour de 10° restent proche d'un axe <331>, axe observé pour la martensite (Figure III.29.b).

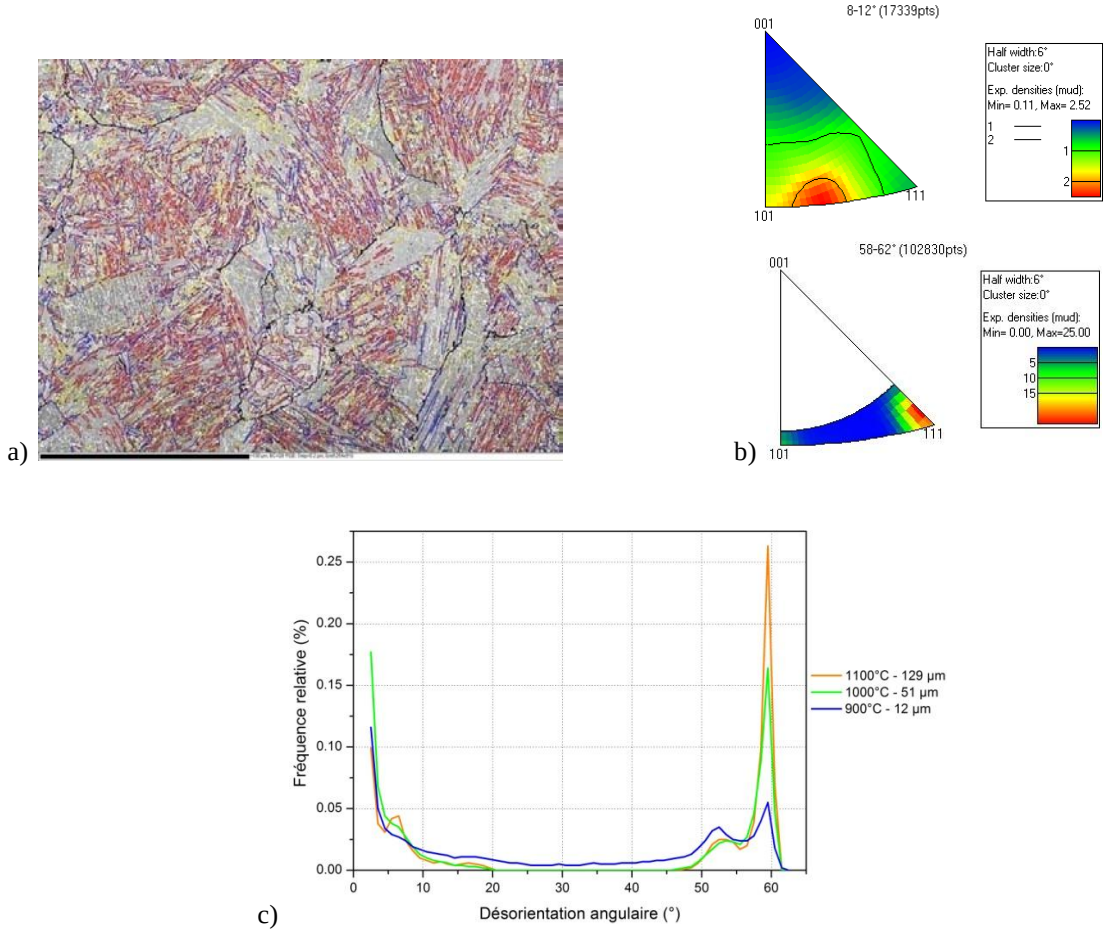


Figure III.29 : Données EBSD de l'échantillon à 1000°C (ϕ_γ=50µm) a) Carte des désorientations angulaires, b) Axe de rotation des désorientations angulaires comprises entre 8 et 12°, entre 58 et 62°, c) Superposition des histogrammes des désorientations angulaires suite aux TT 1100, 1000, 900°C

La microstructure trempée après traitement thermique à 900°C, soit ϕ_γ=12µm, est différente. Comme on peut le voir sur la Figure III.30, il est difficile d'identifier de la martensite. De plus, certaines zones en lattes faiblement désorientées sont progressivement remplacées par des grains aux formes irrégulières. Une augmentation des désorientations entre 20 et 45° est parallèlement observée. Cela initie la transition vers le troisième régime.

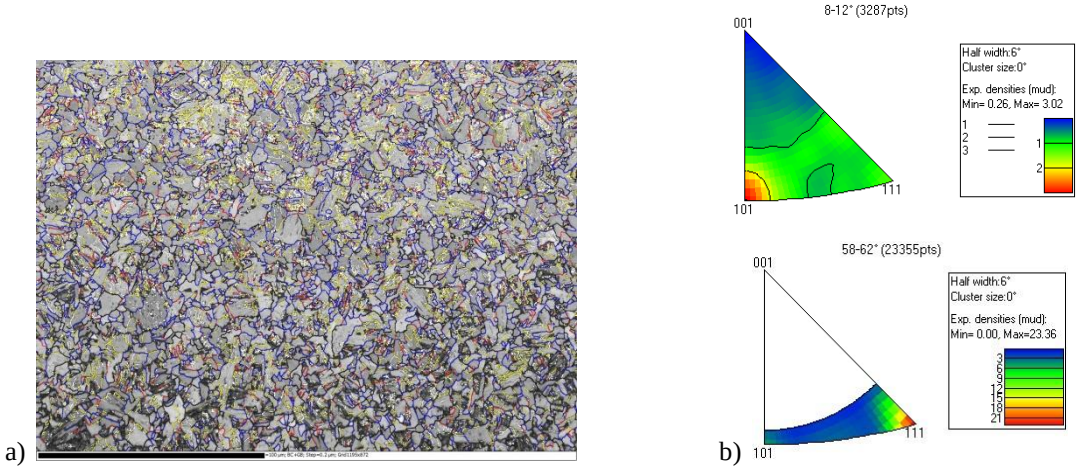


Figure III.30 : Microstructure de l'échantillon trempé avec ϕ_γ=12µm a) Carte des désorientations angulaires, b) Axe de rotation des désorientations angulaires comprises entre 8 et 12°, entre 58 et 62°

III.4.1.3. Double transformation à caractère ferrito/bainitique

Le troisième régime correspond à une double transformation avec des points de début de transformation plus élevés, surtout pour la première transformation, qui est proche de 640°C. Ce régime est obtenu pour la plus petite taille de grains austénitiques. La Figure III.32 illustre la microstructure correspondante.

La taille moyenne ϕ_γ est obtenue par extrapolation de la loi de croissance des grains austénitiques : elle est estimée à 7µm (Figure III.21).

La microstructure héritée est mixte : elle comprend une structure granulaire qui correspond à de la ferrite polygonale d'une taille moyenne de 5µm, et une structure de type bainite en lattes dont l'épaisseur n'excède pas 2µm. La microdureté est de l'ordre de 270HV. L'histogramme de désorientations entre proches voisins n'est plus gouverné par l'existence d'une relation d'orientation stricte lors de la transformation ; les désorientations comprises entre 20° et 50° ont augmenté. Un léger pic reste observable pour les désorientations autour de 60°. Il est dû à la présence de bainite en lattes dans la microstructure. L'analyse des axes de rotation des désorientations montrent que l'axe <111> est majoritaire autour de 60° et que l'axe <110> est majoritaire autour de 10°, tendance observée lors de l'analyse de la ferrite.

Lorsque la taille de grains austénitiques devient inférieure à 12µm pour la nuance CMn-1, la formation de ferrite polygonale ne peut être évitée, même après une trempe à 80°C/s. Il est courant d'observer que la réduction de taille des grains austénitiques réduit la trempabilité de l'acier. Ce phénomène est illustré sur le TRC d'un acier d'une même nuance avec deux tailles de grains austénitiques différentes présenté dans le chapitre I (Figure I.5). La diminution de la taille de grains déplace les courbes de début de transformation ferritique vers la gauche. La formation de ferrite enrichie en carbone l'austénite environnante, ce qui a pour conséquence de diminuer la température de début de deuxième transformation.

Dans le projet européen ACTRESS, les auteurs ont également réalisé des traitements thermiques à 850°C - refroidissement 75°C/s avec la même chimie [Cobo09]. Leur diagramme TRC indique que la transformation démarre à des températures légèrement inférieures à 700°C avec formation de bainite granulaire (microscopies électroniques présentées au chapitre II, Figure II.5). Pourtant, leurs micrographies sont assez proches des nôtres. Il n'y a pas d'arguments pour distinguer clairement la bainite granulaire et la ferrite polygonale.

En fait, la bainite granulaire se caractérise par la présence de dislocations et devrait donc présenter des désorientations intraganulaires plus fortes que la ferrite polygonale. Cependant, avec des mesures EBSD standard avec une résolution angulaire <1°, il est aussi difficile d'évaluer la présence d'une faible densité de dislocations (d'ailleurs uniquement les dislocations géométriquement nécessaires induisant une courbure de réseau sont détectables). Plus largement dans la littérature, la distinction entre bainite granulaire et ferrite n'est pas toujours argumentée [Bramfitt90], [Bainite92], [Bhadeshia02].

Au vu de nos différents résultats, il nous a semblé plus approprié de considérer cette structure granulaire comme de la ferrite polygonale.

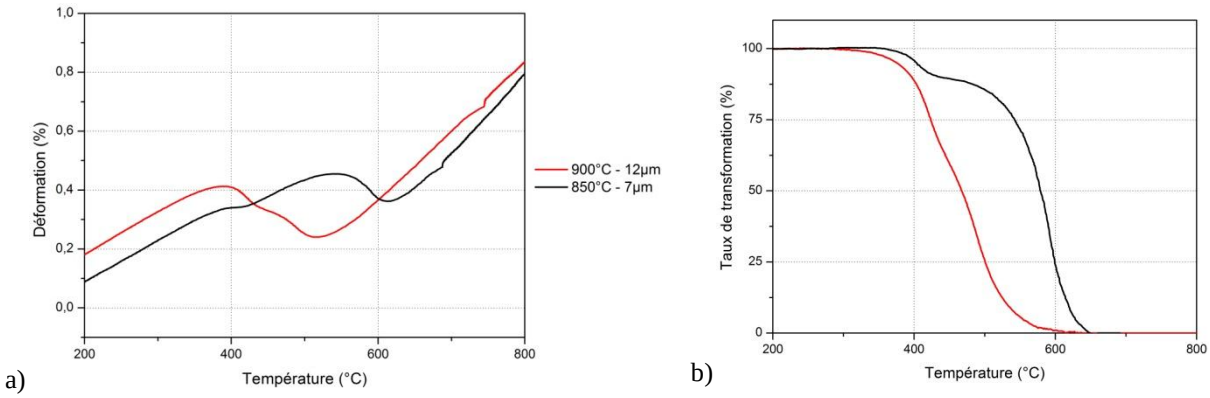


Figure III.31 : ***Régime de double transformation ferrito/bainitique*** *a) Évolution de la dilatation thermique et b) Évolution du taux de transformation lors de la trempe pour des tailles de grains austénitiques de 7µm et 12µm*

T_γ (°C)	900	850
Taille ϕ_γ (µm)	12	7
Température de début de 1ère transformation (°C) (Ar_3=699°C)	600	640
Estimation de la température de 2ème transformation (°C)	475	475
Température épaulement (°C)	445	447

Tableau III.5 : Évolution de la température de transformation en fonction de la taille de grains ϕ_γ

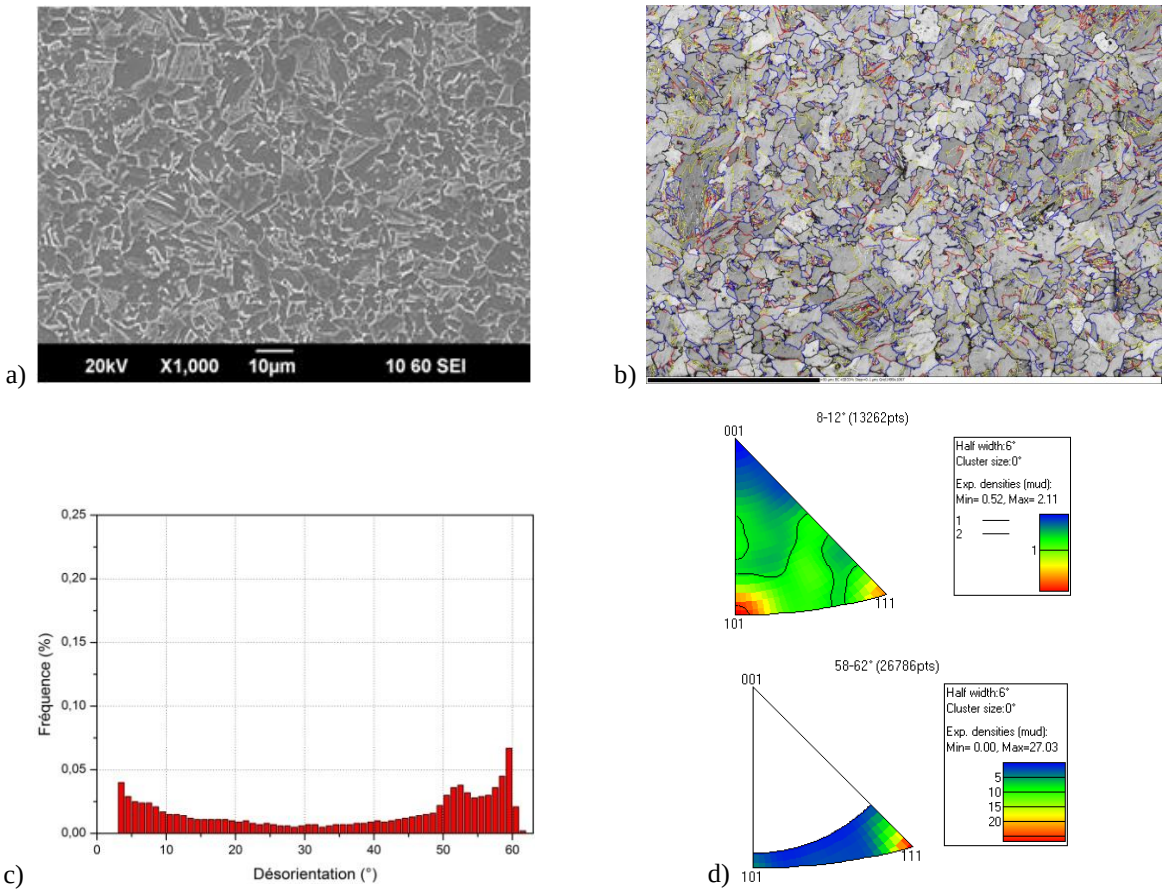


Figure III.32 : ***Double microstructure ferrite/bainite en lattes*** *obtenue par attaque Nital 3% lors du traitement thermique à 850°C (ϕ_γ=7µm) a) au MEB, b) Carte des désorientations angulaires, c) Histogramme des désorientations angulaires, d) Axe de rotation des désorientations angulaires comprises entre 8 et 12°, entre 58 et 62°*

III.4.2. Effet du carbone : une unique transformation– Nuance CMn-2

L'analyse de courbes dilatométriques de la nuance CMn-2, dont la teneur en carbone est plus élevée, révèle une unique transformation de phase. Cela est vrai pour toute la gamme de température d'austénitisation de 1200°C à 850°C suivie d'un refroidissement par trempe, soit pour des tailles de grains austénitiques de 27µm à 210µm (Figure III.33). La température de début de transformation est comprise entre 340°C et 365°C pour des tailles de grains ϕ_γ allant de 27µm à 210µm (Tableau III.6).

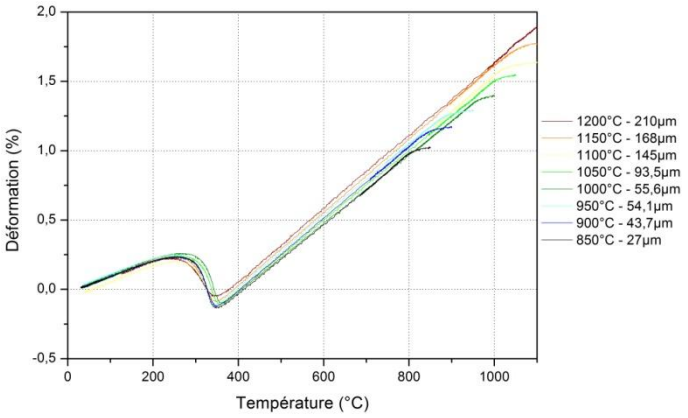


Figure III.33 : Suivi du signal dilatométrique au refroidissement après trempe en fonction de la température d'austénitisation pour toute la gamme de tailles de grains de la nuance CMn-2

Taille ϕ_γ (µm)	1200	1150	1100	1050	1000	950	900	850
Température de début de transformation (°C) M_s théorique : 378°C	365	347	353	350	358	340	348	354

Tableau III.6 : Évolution de la température de début de transformation en fonction de la taille de grains ϕ_γ

Une évolution de microstructure est pourtant traduite par la mesure de la microdureté. Le passage d'une température d'austénitisation de 1200°C à 850°C conduit à une diminution de la microdureté de l'ordre de 40HV pour la nuance CMn-2 (Figure III.34). Cette évolution est confirmée par l'analyse EBSD : une diminution de la taille de grains ϕ_γ favorise une microstructure de type bainite supérieure au détriment d'une microstructure martensitique.

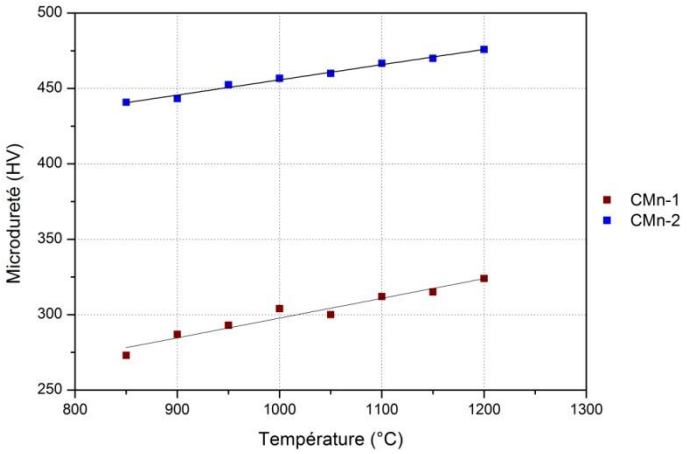


Figure III.34 : Évolution de la microdureté (HV 0.5) en fonction de la température d'austénitisation et du taux de carbone, ainsi que les courbes de tendance correspondantes.

Pour des tailles de grains ϕ_γ les plus élevées allant de 55µm à 210µm, la microstructure héritée a les caractéristiques cristallographiques de la martensite. La Figure III.35 présente par exemple la microstructure héritée pour le traitement thermique à 1000°C, soit ϕ_γ=55µm. Elle est composée de fines lattes d'épaisseur inférieure à 1µm et fortement désorientées. Les fortes désorientations de 60° autour d'un axe <665> sont majoritaires. L'axe majoritaire des désorientations angulaires de 10° est autour de <441>, ce qui ne change pas beaucoup par rapport à la nuance CMn-1 où l'axe majoritaire correspondait au pôle <331>. Elles sont également présentes en plus faible proportion autour d'un axe <110>.

Pour des tailles de grains ϕ_γ inférieures à 55µm, la microstructure évolue progressivement vers une microstructure en lattes plus épaisses. Elles s'élargissent jusqu'à obtenir des lattes de tailles supérieures à 2µm (Figure III.36) : la microstructure est mixte composée de martensite et de bainite supérieure. Localement on retrouve un peu de ferrite allotriomorphe aux anciens joints de grains austénitiques.

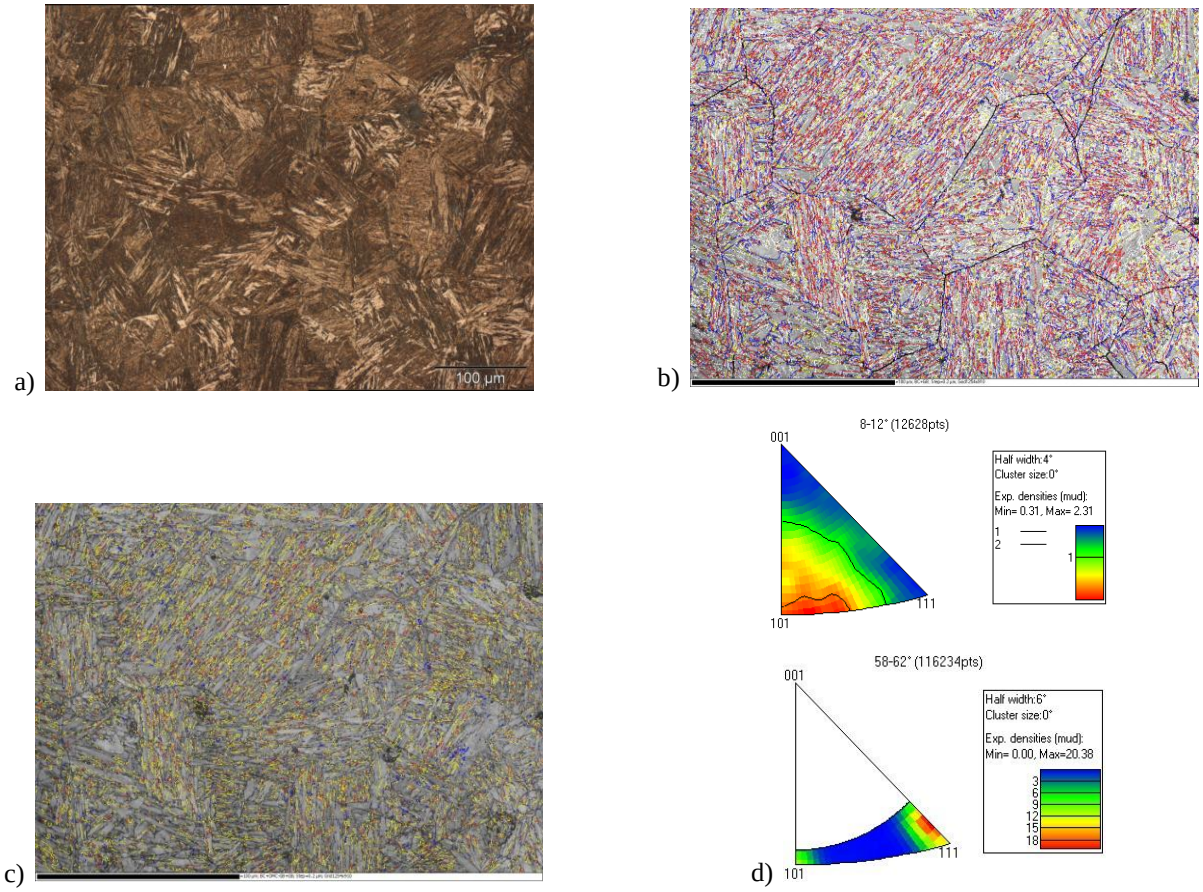


Figure III.35 : ***Microstructure martensitique*** *– Nuance CMn-2 – Traitement thermique à 1000°C suivi d'une trempe (ϕ_γ=55µm), a) Microscopie optique après attaque Nital 3%, b) Carte des désorientations angulaires acquise sur une autre zone, c) Carte de répartition des désorientations de 60° selon un axe <110> en rouge, <111> en bleu et <334> en jaune et d) Axe de rotation des désorientations angulaires comprises entre 8 et 12°, entre 58 et 62°*

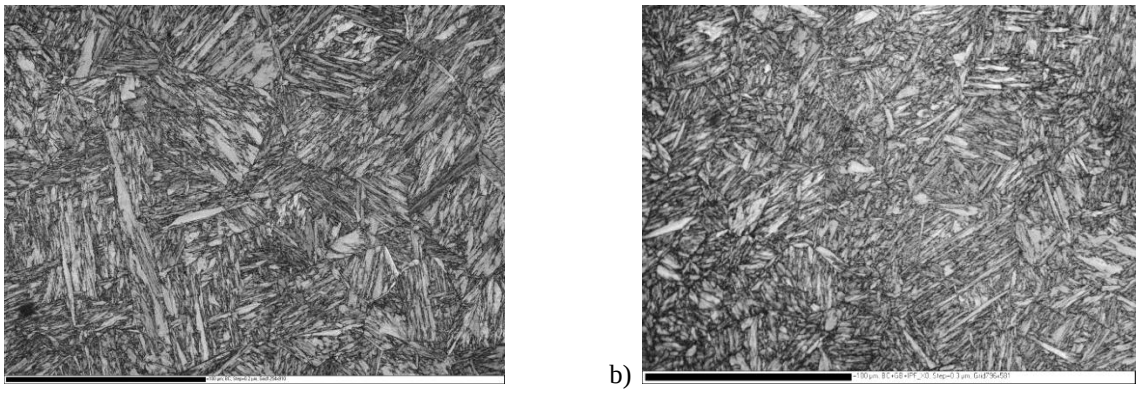


Figure III.36 : Nuance CMn-2 - Contraste de bandes des microstructures mixtes héritées après trempe pour les tailles de grains austénitiques a)ϕ_γ=54µm et b) ϕ_γ=27µm

La distribution des désorientations entre lattes est aussi légèrement modifiée (Figure III.37). Les désorientations ayant un angle inférieur à 5° et autour de 60° diminuent avec la taille de grains ϕ_γ, alors que celles ayant un angle autour de 10° et de 50° augmentent.

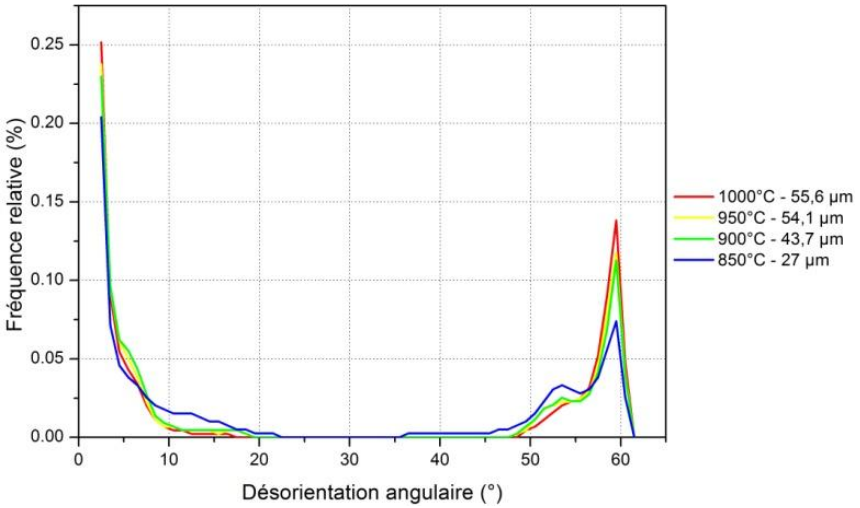


Figure III.37 : Superposition des histogrammes de désorientations suite aux traitements thermiques à 850, 900, 950 et 1000°C

III.5. Bilan de l'application de MERENGUE pour la reconstruction cristallographique de l'austénite

Dans cette partie, nous dressons un bilan de l'application de MERENGUE 2 pour la reconstruction des cartes austénitiques parentes à partir d'exemples caractéristiques tirés de l'ensemble de la campagne d'analyse par EBSD. Nous évaluons l'apport et les limites de la méthode de reconstruction en fonction des trois types de produits de transformation hérités à température ambiante.

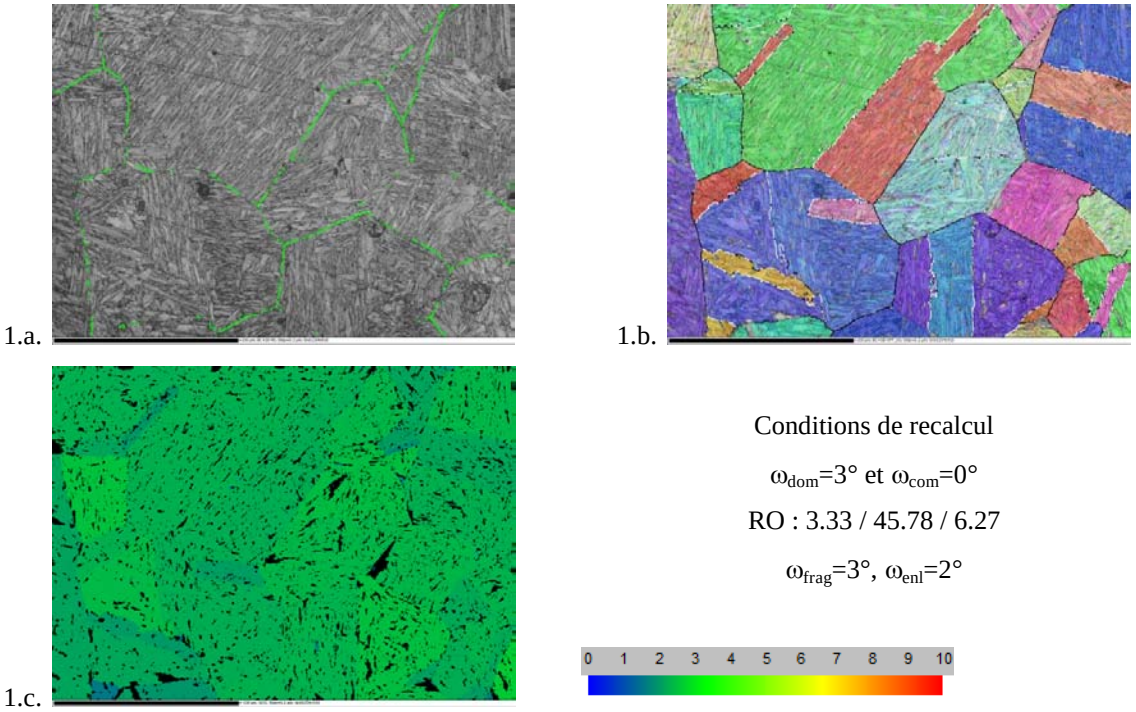
Les contours des grains γ reconstruits par MERENGUE 2 sont également comparés à ceux révélés par les désorientations angulaires α/α compris entre 20° et 45° de la carte héritée. Cette dernière approche est très simple et peut être envisagée dans certains cas pour estimer les contours des grains austénitiques et leur taille [Hutchinson11]. MERENGUE 2 donne en plus l'orientation des grains γ.

Pour caractériser la résolution angulaire avec laquelle les orientations parentes sont calculées, nous utilisons un indicateur : le GOS (Grain Orientation Spread). En analyse EBSD, le GOS est la moyenne des écarts angulaires à l'orientation moyenne d'un grain. Ainsi, dans une microstructure où les grains ont une unique orientation, les valeurs de GOS sont de l'ordre de la résolution angulaire de carte EBSD, soit ≤1°. Dans les microstructures reconstruites, les valeurs de GOS sont supérieures du fait de la relation d'orientation qui n'est pas stricte et des conditions de transformation qui, localement, introduisent de la plasticité. Par ailleurs, un calcul de GOS passe par l'identification préalable des grains dans la carte EBSD à partir d'un critère de désorientation angulaire. Dans toute cette partie, les grains γ reconstruits ont été identifiés en utilisant un angle critique de 6°.

III.5.1. Cas d'une microtexture martensitique

La Figure III.38 compare la méthode basée sur les désorientations α/α d'angles compris entre 20 et 45° à une reconstruction pour identifier les contours des grains parents (traitements thermiques à 1000°C et à 850°C suivi d'une trempe pour la nuance CMn-2). Avec la méthode basée sur les désorientations α/α, les contours des anciens grains sont quelques fois visibles mais discontinus. Il est possible de les fermer en s'appuyant sur le contraste de bande (démarcation entre colonies d'orientations morphologiques différentes). Mais cette méthode reste très approximative. La reconstruction est plus efficace et montre des macles et des joints spéciaux (en blanc sur la reconstruction) complètement ignorés par l'analyse des désorientations α/α.

La reconstruction donne de très bons résultats à partir d'une microstructure martensitique : jusqu'à 98% de la microtexture parente est reconstruite. En effet, dans une microstructure martensitique, le nombre de variants hérités au sein d'un même grain austénitique est élevé, ce qui favorise la reconstruction. En contre partie, pour les échantillons à gros grains, l'acquisition de données EBSD doit être réalisée sur de très grandes surfaces pour obtenir une statistique raisonnable, mais avec un pas relativement fin, conséquence de la microstructure martensitique. Ce type d'analyse nécessite donc des temps d'acquisition des données EBSD très élevés.



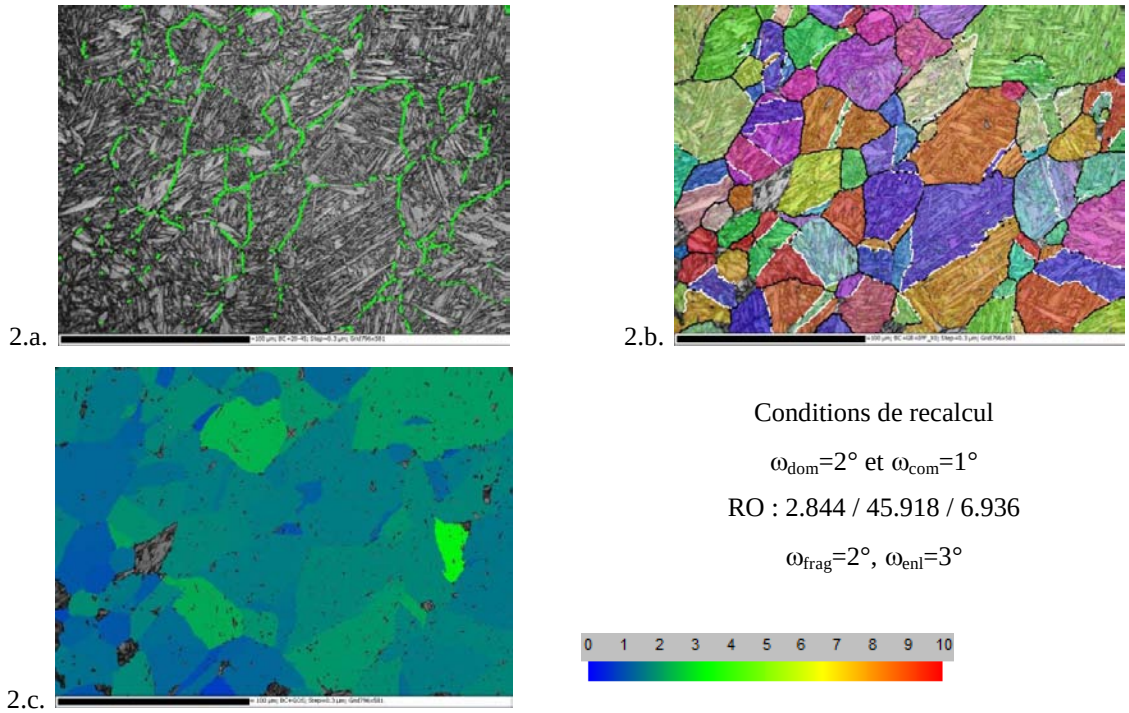


Figure III.38 : ***Microstructure Martensitique de la Nuance CMn-2*** *Traitements thermiques 1) à 1000°C et 2) à 850°C. a) Carte des désorientations angulaires comprises entre 20° et 45°, b) Cartographie d'orientation γ reconstruite et c) Carte de GOS de la phase γ*

Certains contours de macles reconstruits peuvent être erronés. C'est le cas lorsque les variants se formant au niveau du joint de macle sont communs à l'orientation maclée et au grain parent. Ces variants forment alors des domaines ambigus. Par conséquent, suivant le paramétrage utilisé pour le calcul, la délimitation d'une même macle peut être légèrement différente. Ceci est illustré Figure III.39 sur un nouvel exemple de reconstruction appliquée à la nuance CMn-1. La Figure III.40 illustre la proximité des variants hérités du parent et de la macle pour une zone maclée de la Figure III.39.

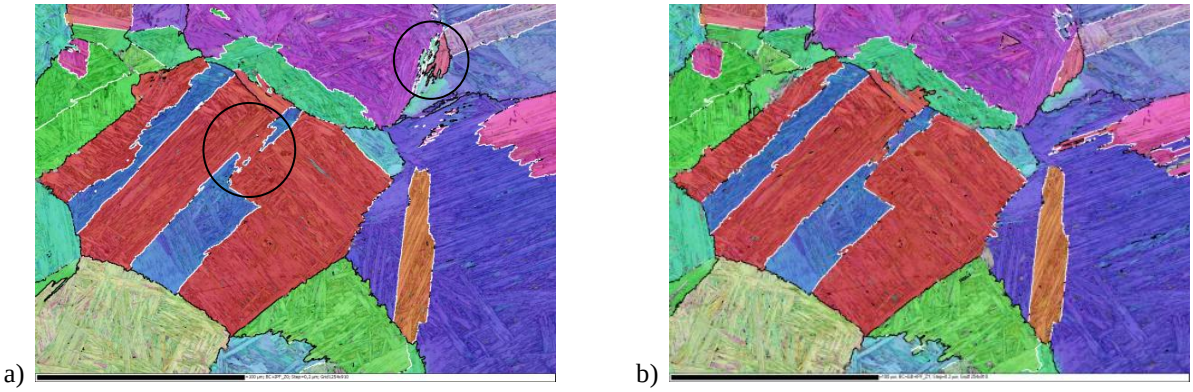


Figure III.39 : ***Microstructure Martensitique de la Nuance CMn-1*** *Traitement thermique à 1200°C suivi d'une trempe. Cartographies d'orientation γ reconstruite avec un élargissement de a) ω_{enl}=2°et b) ω_{enl}=3°*

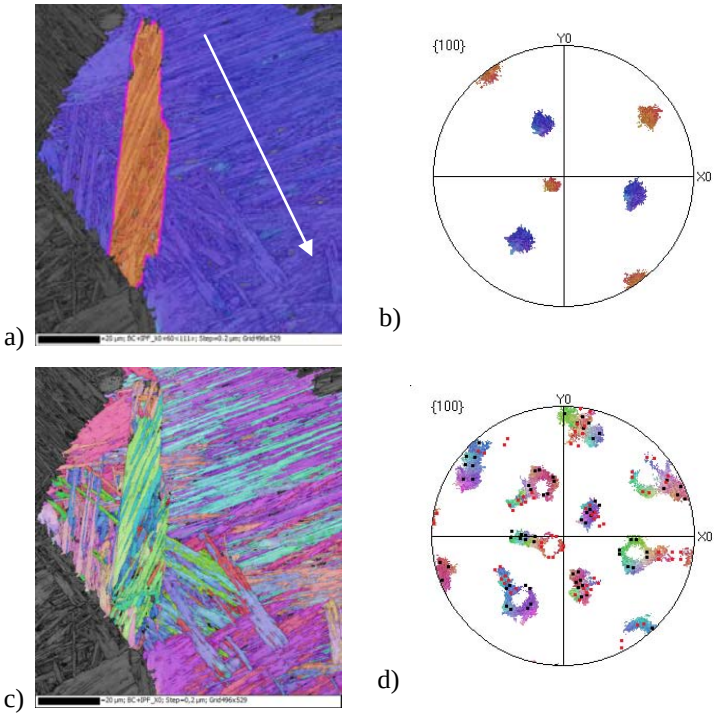


Figure III.40 : a) Cartographie d'orientation d'un grain γ reconstruit avec sa macle (désorientation 60°<111> en fuchsia), b) Figure de pôles {100} correspondante, c) Cartographie d'orientation des variants hérités de ce parent, d) Figure de pôles {001} correspondante avec en noir les variants hérités de l'orientation parente et en rouge les variants hérités de l'orientation de la macle

Un profil de désorientations dans un grain austénitique reconstruit donne une image du bruit de mesure associé à la reconstruction (Figure III.41). Ce profil est relativement plat. Les fluctuations oscillent autour de 2° avec des pics locaux atteignant 4°.

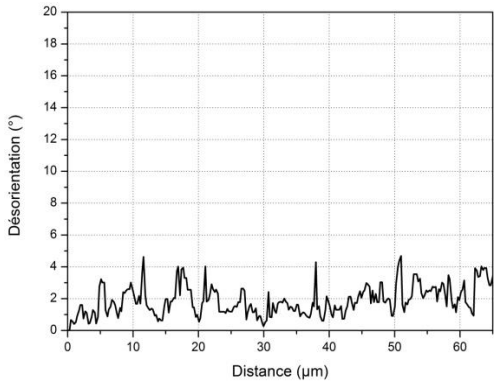


Figure III.41 : Profil de désorientations par rapport à une origine fixe le long de la ligne blanche tracée dans le grain austénitique reconstruit présenté en Figure III.40

Les cartes de GOS de la Figure III.38 permettent d'évaluer la dispersion des orientations à l'intérieur des grains reconstruits. La distribution des GOS (Figure III.42) est caractérisée par une moyenne de 2.33 et 2.18° et un écart type de 0.12 et 0.20° pour les températures d'austénitisation de 1000 et 850°C respectivement. Ces valeurs de GOS sont supérieures à 1° car la relation d'orientation n'est pas stricte et les conditions de transformation induisent localement de la plasticité. Il est intéressant de noter que les valeurs de GOS varient très peu d'un grain à un autre ou selon la taille de grain.

Le GOS a été initialement développé pour aider à discriminer les grains recristallisés des grains déformés sur une carte EBSD [Alvi04]. Une valeur seuil est généralement choisie entre 1 et 3° selon les microstructures. Dans le cas des cartes reconstruites, cette valeur devra donc être augmentée pour tenir compte du bruit introduit par la reconstruction.

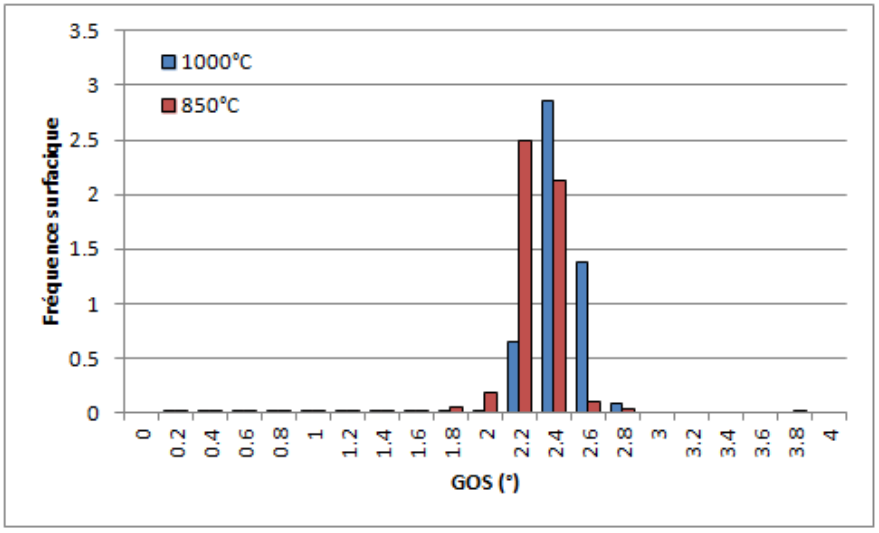


Figure III.42 : Histogramme de répartition des GOS pour la nuance CMn-2. Traitements d'austénitisation à 1000°C et 850°C refroidi par trempe.

III.5.2. Cas d'une microtexture bainitique

La microstructure analysée dans cette partie a été obtenue pour la nuance CMn-1 après un traitement d'austénitisation à 1000°C et une vitesse de refroidissement de 20°C/s (Figure III.43). L'analyse de la microstructure obtenue par le contraste de bande et des désorientations angulaires α/α comprises entre 20° et 45° permet de visualiser certains anciens joints de grains austénitiques. Les anciens grains sont cependant plus difficiles à définir visuellement ici qu'avec une microstructure martensitique.

L'efficacité de la reconstruction (90% dans cet exemple) diminue légèrement par rapport à une microstructure martensitique due en partie à la réduction du nombre de variants par grain γ. Les macles thermiques sont aussi reconstruites avec plus de difficulté.

Les valeurs de GOS sont similaires à celles obtenues pour une microstructure martensitique (Figure III.43.c et d). La distribution est caractérisée par une moyenne de 2.1° et un écart type de 0.3°.

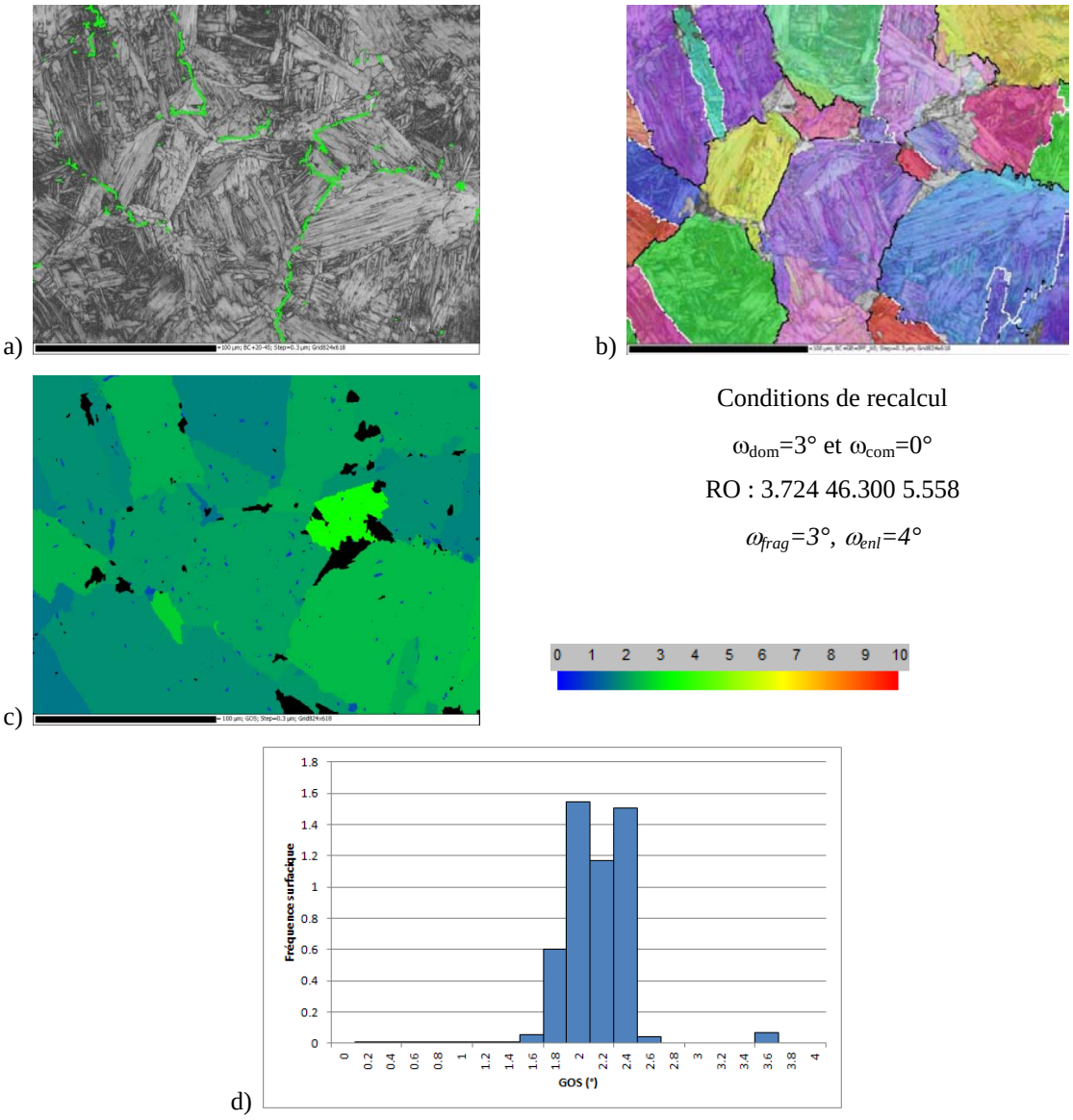


Figure III.43 ***: Microstructure majoritairement bainitique de la nuance CMn-1*** *- Traitement thermique à 1000°C et refroidi à 20°C/s. a) Carte des désorientations angulaires comprises entre 20° et 45°, b) Cartographie d'orientation γ reconstruite, c) Carte de GOS et d) Histogramme de répartition des GOS*

III.5.3. Limite des reconstructions à partir de microtextures progressivement granulaires

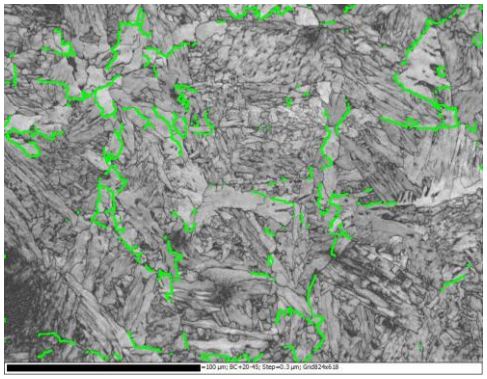
La présence de ferrite limite les possibilités de reconstruction. Nous traitons dans cette partie deux microstructures obtenues pour la nuance CMn-1. La première est obtenue pour un traitement d'austénitisation à 1000°C et un refroidissement à 5°C/s : la microstructure est principalement bainitique et présente quelques grains ferritiques (Figure III.44.1). La seconde est obtenue pour une température d'austénitisation de 850°C et un refroidissement par trempe : la microstructure est principalement ferritique et contient quelques zones de type bainite en lattes (Figure III.44.2).

La première microstructure permet d'illustrer la limite des reconstructions. L'analyse de la microstructure obtenue par le contraste de bande et des désorientations angulaires comprises entre 20° et 45° ne permet plus de définir les anciens joints de grains austénitiques. Après reconstruction, certaines zones granulaires présentant une relation d'orientation avec l'austénite sont reconstruites (Figure III.44.2.b). D'autres zones, dont l'écart à la relation d'orientation moyenne est trop élevé, ne seront pas reconstruites.

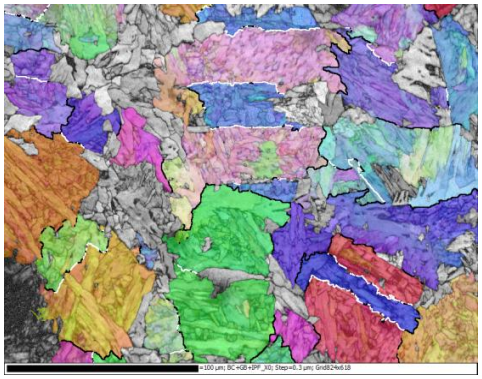
Pour la seconde microstructure, les anciens grains austénitiques et les structures bainitiques sont de tailles équivalentes. Le nombre de variants hérités par anciens grains austénitiques est plus faible, ce qui n'est pas favorable à la reconstruction. Par ailleurs, les désorientations d'une sous-unité bainitique par rapport à sa voisine induisent des dispersions d'orientations importantes au sein d'un domaine bainitique. Il devient difficile de relier l'ensemble du domaine bainitique à un parent unique avec une tolérance faible. Cela implique que le pourcentage de zones reconstruites diminue. Les zones les plus facilement reconstruites correspondent à de la bainite en lattes présente en faible quantité dans ces microstructures (Figure III.44.2.b).

La valeur moyenne des GOS augmente avec la fraction de structures granulaires (Figure III.45). La distribution devient bimodale. Le premier pic correspond aux grains strictement reconstruits à partir de variants respectant la RO avec une faible tolérance. Comme précédemment, ce pic est situé autour de 2.3°. Le reste s'étale beaucoup plus et correspond aux grains austénitiques à l'intérieur desquels des structures granulaires ont été intégrées.

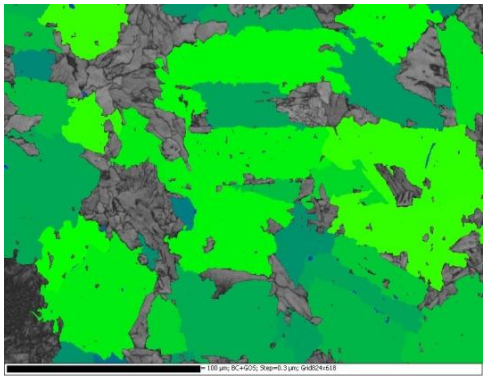
Deux grains avec des GOS de 3° ont été isolés dans la microstructure (Figure III.46). Dans le premier grain, les domaines de Bain sont bien définis, ce qui signifie que le nombre de variants est important et que la dispersion associée est faible. Dans le second grain, les domaines de Bain sont difficiles à distinguer, mais malgré tout le nombre de variants reste suffisant pour déterminer de façon univoque l'orientation parente.



1.a.



1.b.



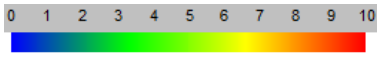
1.c.

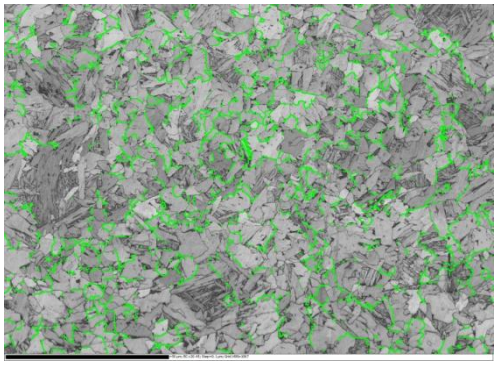
Conditions de recalcul

ω_{dom}=2° et ω_{com}=1°

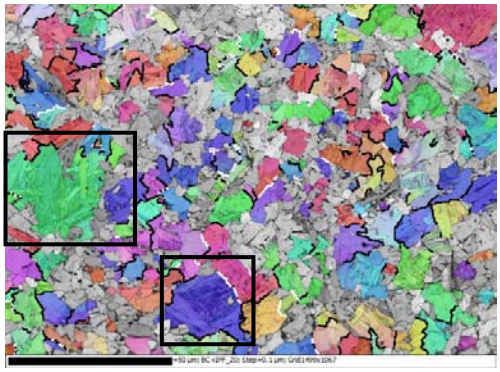
RO : 3.99 / 45.983 / 4.046

ω_{frag}=2°, ω_{enl}=3°

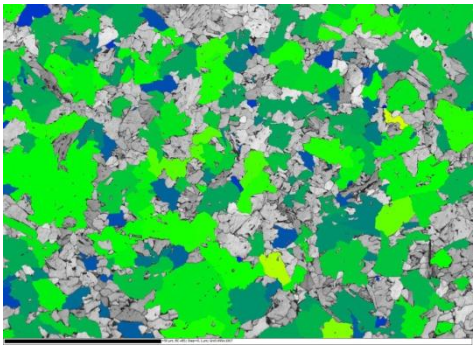




2.a.



2.b.



2.c.

Conditions de recalcul

ω_{dom}=2° et ω_{com}=1°

RO : 4.45 / 46.10 / 4.83

ω_{frag}=2°, ω_{enl}=3°

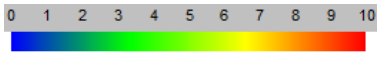


Figure III.44 : ***Microstructure à tendance ferritique de la nuance CMn-1*** *– Traitements thermiques 1) à 1000°C refroidi à 5°C/s et 2) à 850°C refroidi par trempe. a) Carte des désorientations angulaire comprises entre 20° et 45° superposé au contraste de bande, b) Cartographie d'orientation γ reconstruite et c) Carte de GOS. Sur les cartes b) et c), le contraste de bande correspond aux zones non reconstruites*

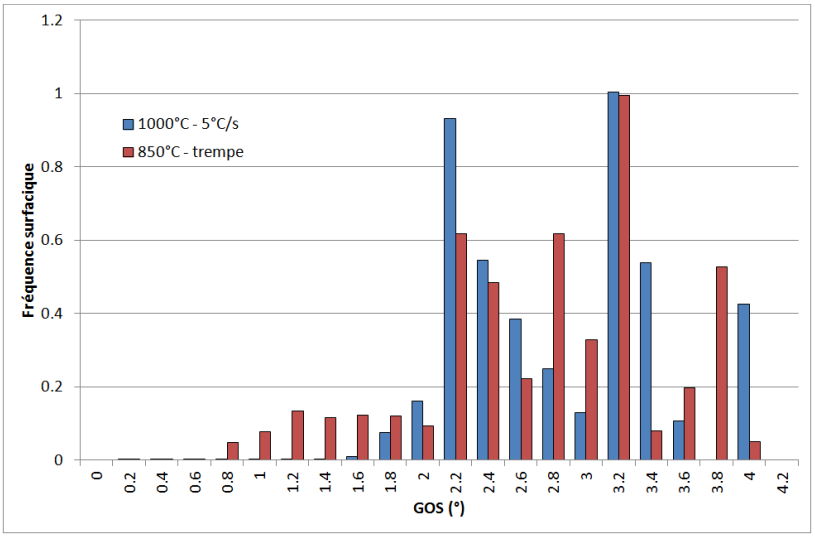


Figure III.45 : Histogramme de répartition des GOS pour la nuance CMn-2. Traitements thermiques à 1000°C refroidi à 5°C/s et 850°C refroidi par trempe.

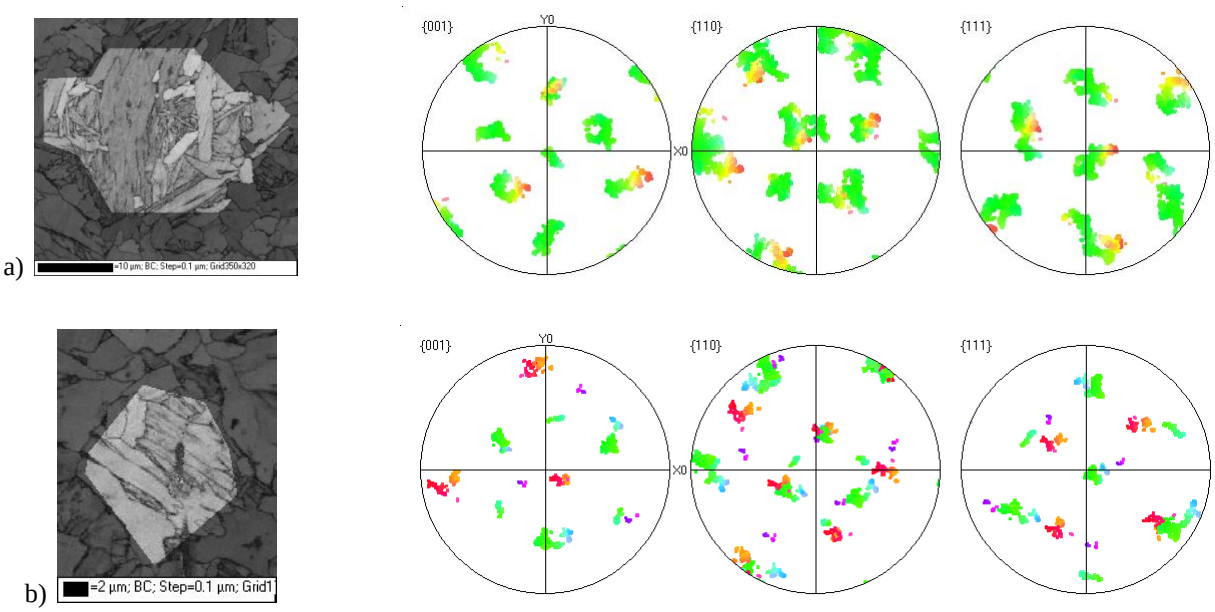


*Figure III.46 : **Nuance CMn-1** traitement thermique à 1000°C refroidi par trempe – Contrastes de bande et figures de pôles des orientations des variants hérités pour une zone a) de type majoritairement bainite en lattes et b) à tendance ferritique. Ces zones sont issues de la carte présentée en Figure III.44.2.b*

III.6. Conclusion

La campagne de traitements thermiques à différentes températures d'austénitisation suivi d'un refroidissement à différentes vitesses a permis d'établir pour les deux chimies, les diagrammes TRC des deux nuances d'aciers CMn-1 et CMn-2. Cette analyse avait pour objectif d'identifier les domaines de formation des principaux produits de transformation en fonction des conditions de traitement : la martensite, la bainite et la ferrite polygonale/perlite.

Cependant, les microstructures héritées à température ambiante suite à un refroidissement continu sont souvent mixtes et leurs différents constituants sont souvent difficiles à distinguer à partir de l'imagerie optique ou électronique. L'analyse approfondie des cartes EBSD a montré qu'il est possible d'enrichir les caractérisations des produits de transformation par des aspects cristallographiques. L'histogramme de distribution des désorientations angulaires déjà classiquement utilisé dans la littérature, fait parti de cette démarche. Nous avons approfondi cette analyse par la recherche de la RO moyenne et l'analyse des désorientations 'angle - axes' entre variants hérités, observés expérimentalement et calculés théoriquement. Ces analyses cristallographiques approfondies donnent les résultats synthétisés dans le Tableau III.7. Elles ont été appliquées à l'ensemble des microstructures héritées lors de notre campagne de traitements thermiques, en particulier pour distinguer les produits de transformation dans les microstructures mixtes.

En diminuant la vitesse de refroidissement (de 80°C/s (trempe) à 0.1°C/s), la microstructure évolue classiquement d'une martensite en lattes vers la bainite supérieure puis la ferrite polygonale/perlite. Cette évolution va de pair avec l'augmentation de la température de début de transformation de phase. L'augmentation du carbone de 0.06% (CMn-1) à 0.2% (CMn-2) a pour effet de ralentir cette évolution. Par ailleurs, des hétérogénéités de microstructure α ont été mises en évidence pour la nuance CMn-2. Ces hétérogénéités sont l'image de l'hétérogénéité chimique du manganèse présente dans l'austénite à haute température. La nuance CMn-2 ne sera donc pas retenue pour la campagne de déformation dans le domaine austénitique.

En diminuant la température d'austénitisation de 1200°C à 850°C, nous avons obtenu une large gamme de taille de grains γ allant de 270µm à environ 7µm (pour la nuance CMn-1). L'attaque thermique s'est révélée être une méthode pratique pour mettre en évidence les anciens joints de grains austénitiques et leurs nombreuses macles. Elle n'est cependant pas efficace pour les grains de tailles inférieures à 20µm : soit la surface est trop oxydée, soit elle présente des joints fantômes.

La réduction de la taille de grains austénitiques diminue la trempabilité de l'acier, phénomène classiquement observé. Cela modifie la microstructure héritée en accélérant la formation de bainite et de ferrite polygonale et a pour conséquence de diminuer la dureté finale. Pour la nuance CMn-1, lorsque la taille de grains austénitiques devient inférieure à 10µm, la formation de ferrite polygonale ne peut être évitée, même avec une trempe de 80°C/s.

Enfin la grande variété de microstructures obtenues lors de cette campagne de traitements thermiques et à laquelle nous avons appliqué les reconstructions cristallographiques de l'austénite, nous permet de faire un bilan de l'apport et des limites de cette approche, en fonction des microstructures héritées. Le taux de reconstruction varie beaucoup avec la microstructure. La martensite en latte donne un taux de reconstruction proche de 100% car localement les données héritées sont peu dispersées et correspondent à différents variants. Par contre, le taux de reconstruction chute (surtout pour la fraction de fragments) avec l'augmentation de la fraction de bainite supérieure. En effet, localement le nombre de variants est souvent limité à 2 et les orientations héritées sont très dispersées. Nos analyses ont également permis de caractériser le bruit introduit par la reconstruction, dans le calcul de l'orientation parente. Au sein d'un grain parent recristallisé, l'orientation parente calculée se caractérise par une dispersion de 2/3° indépendamment de la taille de grain. Cette valeur est supérieure à 1° du fait de la relation d'orientation qui n'est pas stricte et des conditions de transformation qui, localement, introduisent de la plasticité.

Cette campagne nous aura permis de sélectionner les conditions de pré-traitement thermique des essais de compression : il s'agit d'obtenir une microstructure trempée favorable à la reconstruction de l'austénite tout en limitant les tailles de grains γ pour avoir une bonne statistique sur des cartes EBSD de taille standard. Sur ces deux critères, nous avons opté pour un pré-traitement de 5 minutes à 1000°C. Le diagramme TRC est donné en annexe A. La taille moyenne de grains austénitiques est de 50µm. La microstructure trempée est majoritairement martensitique avec présence de bainite, ce qui est cohérent avec un point de début de transformation à 575°C (M_s théorique=440°C, B_s théorique=598°C). On rappelle que la déformation sera appliquée à 800°C après trempe depuis 1000°C.

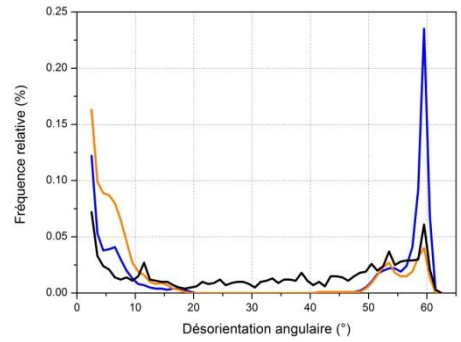
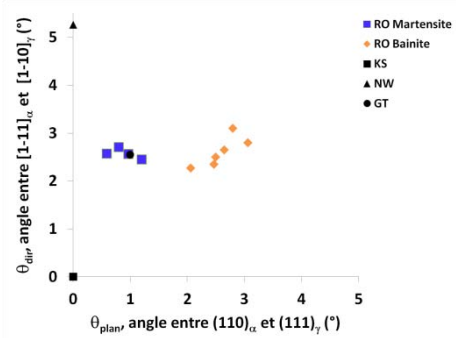
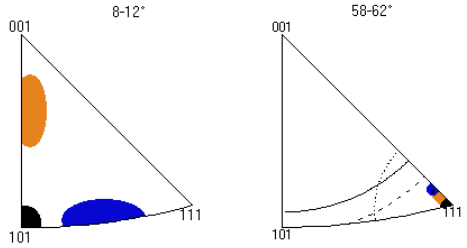
	MARTENSITE	BAINITE	FERRITE	
Taille caractéristique (µm)	1 (épaisseur)	3 (épaisseur)	40	
Regroupement des lattes en paquets	CPP	Bain	-	
Angles de désorientation caractéristiques	Pic à 60°	<20° et pic à 60°	20° - 45°	
RO	Proche de GT	à 2° de GT vers Bain	Proche de KS	
Dispersion de la RO	faible	forte	-	
Axe de désorientations des angles entre 8 et 12°	<331>	<310>	<110>	
Axe de désorientations des angles entre 58 et 62°	<665>	<665> vers <111>	<111>	

Tableau III.7 : Synthèse des analyses cristallographiques des produits de transformation

III.7. Références

Alvi M.H., Cheong S., Weiland H., Rollett A.D., "Recrystallization and texture development in hot rolled 1050 aluminum", *Trans Tech Publications Ltd* (2004) 467-470 pp 357-362.s

Bainite Committee ISIJ; Atlas for Bainitic Microstructures, *ISIJ*, (1992) Vol.1, p.1

Bhadeshia H.K.D.H., "Bainite in steels", 2nd Edition, London, (2002)

Blaineau P., « Restitution de la microtexture parente à partir de la microtexture héritée mesurée par EBSD : Une application aux aciers faiblement alliés », (2010) Thèse de doctorat, Université de Metz

Bramfitt B.L., Speer J.G., "A Perspective on the Morphology of Bainite", *Metallurgical Transactions A*, (1990) 21 pp 817-829

Cayron C., "EBSD imaging of orientation relationships and variant groupings in different martensitic alloys and Widmanstätten iron meteorites", *Materials Characterization*, (2014) 94, pp 93–110

Cobo S., Gomez M., Medina S., Suikkanen P., Karjalainen P., Kalla G., "Austenite Strengthening Accumulated Stress for Optimum Microstructures in Modern Bainitic Microalloyed Steels", *Research Programme of the Research Fund for Coal and Steel* (2009)

Garcıa de Andre´s C., Caballero F.G., Capdevilla C., San Martin D., "Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages", *Materials Characterization*, (2003) 49, pp 121–127

Gourgues A.F., Flower H.M., Lindley T.C., "Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite and martensitic steel microstructure", *Materials Sciences and Technology*, (2000) 16 pp 26–40

Gourgues A.F., "Application of electron backscatter diffraction to the study of phase transformations", *International Materials Reviews*, (2007), 52 pp 65-128

Graham L.W., Axon H.J., ISIJ (1959) 191 pp 361

Hutchinson B, Hagström J, Karlsson O, Lindell D, Tornberg M, Lindberg F, et al. "Microstructures and hardness of as-quenched martensites (0.1–0.5%C)", *Acta Materialia* (2011) 59 pp 5845–5858

King A.D., Bell T., "Crystallography of Grain Boundary Proeutectoid Ferrite", Metallurgical Transactions A, (1975) 6 pp1419-1429

Lee S-J, Lee Y-K, "Effect of Austenite Grain Size on Martensitic Transformation of a Low Alloy Steel", *Materials Science Forum* (2005) 475-479 pp 3169-3172

Morito S., Tanaka H., Konishi R., Furuhara T., Maki T., "The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys", *Acta Materialia*, (2003) 51 pp 1789-1799

Morito S, Huang X, Furuhara T, Maki T, Hansen N., "The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels", Acta Materialia, (2006) 54 pp 5323–31.

Miyamoto G., Takayama N., Furuhara T., "Accurate Measurement of the Orientation Relationship of Lath Martensite and Bainite by Electron Backscatter Diffraction Analysis", *Scripta Materialia* (2009) 60 pp 1113-1116

Suikkanen P.P., Cayron C., DeArdo A.J., Karjalainen L.P., "Crystallographic Analysis of Martensite in 0.2C-2.0Mn-1.5Si-0.6Cr Steel using EBSD", *Journal of Materials Science and Technology*, (2011) 27 pp 920-930

Takayama N., Miyamoto G., Furuhara T., "Effects of Transformation Temperature on Variant Pairing of Bainitic Ferrite in Low Carbon Steel", *Acta Materialia*, (2012) 60 pp 2387-2396

Yamamoto S., Yokoyama H., Yamada K., Niikura M., "Effects of the austenite grain size and deformation in the unrecrystallized austenite region on bainite transformation behavior and microstructure", *ISIJ* (1995) 35 pp 1020-1026

Zajac S., Schwinn V., "Characterization and quantification of complex bainitic microstructure in high and ultra-high strength linepipe steels", *Materials Science Forum*, (2005), 500-501, pp 387-394

Chapitre IV : Évolution de la microstructure de l'austénite lors de la compression à chaud

IV.1. Comportement rhéologique de l'austénite en compression à chaud 140

IV.2. Analyse des microstructures héritées par trempe en vue de reconstruire celles de l'austénite 142

IV.2.1. Analyse de la microstructure α héritée 142

IV.2.2. Analyse de la microtexture α héritée 144

IV.3. Reconstruction et analyse des textures γ de déformation à chaud 148

IV.4. Analyse de l'austénite déformée à chaud : évolution de la microtexture 153

IV.4.1. Paramètres importants pour fiabiliser le recalcul 153

IV.4.2. Principales cartes reconstruites 155

IV.4.3. Effet de la vitesse de déformation et du taux de déformation 159

IV.4.3.1. État faiblement déformé ε=0.15 à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} 159

IV.4.3.2. État fortement déformé ε=0.6 à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} 164

IV.4.3.3. Effet d'une diminution de la vitesse de déformation 167

IV.5. Alliage Fe-Ni 172

IV.5.1. Matériau modèle 30%Fe-70%Ni 172

IV.5.2. Analyse de la sous-structure de déformation de l'austénite 173

IV.5.2.1. Formation de microbande de déformation 175

IV.5.2.2. Localisation de la déformation aux joints de grains 180

IV.6. Conclusion 181

IV.7. Références 183

Chapitre IV : Évolution de la microstructure de l'austénite lors de la compression à chaud

L'objectif de ce chapitre est de caractériser la microstructure de l'austénite lors d'une déformation à chaud par compression. La difficulté majeure réside dans le fait qu'il est impossible de figer l'état de l'austénite après déformation à température ambiante car la transformation de phase est inévitable pour la chimie considérée.

Pour contourner ce problème, beaucoup d'études analysent le comportement d'aciers austénitiques à EFE proche des aciers C-Mn pour lesquels il est possible de tremper l'état déformé à haute température. Ces travaux ont été synthétisés dans le chapitre I (section I.4). Cependant, l'extrapolation des résultats à l'analyse du comportement en déformation à chaud des aciers C-Mn reste limitée. Les mécanismes de déformation mis en jeu sont complexes, dépendent de beaucoup de paramètres et il reste toujours une incertitude quant à la représentativité des matériaux modèles choisis. De plus, l'objectif final pour les aciers C-Mn est d'analyser l'état déformé de l'austénite pour comprendre son impact sur la microstructure de transformation de phase. Aussi, pour progresser dans ce domaine, il est indispensable d'avoir accès à la fois à l'état microstructural avant et après transformation de phase.

Aujourd'hui avec les progrès faits dans les méthodes de reconstruction cristallographique, il semble possible d'obtenir des informations sur l'état déformé avant transformation de phase des aciers C-Mn. Aussi dans ce chapitre, nous nous proposons d'appliquer MERENGUE 2 aux microtextures de transformation de phase après compression à chaud de notre acier et d'évaluer les potentialités de ces méthodes à reconstruire la microtexture déformée de l'austénite. L'impact de la déformation de l'austénite sur la transformation de phase sera traité dans le chapitre V.

La première partie de ce chapitre (IV.1) détaille le comportement rhéologique de l'acier CMn-1 lors de la compression à chaud, déduit des éprouvettes à géométrie adaptée au suivi ultérieur de la transformation de phase par dilatométrie.

La suite du chapitre concerne l'analyse de l'évolution des microstructures/microtextures de l'austénite lors de la déformation à chaud. Ces microstructures ont été évaluées indirectement à partir des microstructures α héritées par trempe. En effet, le refroidissement par trempe favorise la formation de martensite et limite la formation de structure granulaire pour se rapprocher d'une microtexture de transformation favorable à la reconstruction cristallographique (comme cela a été détaillé dans les résultats du chapitre III).

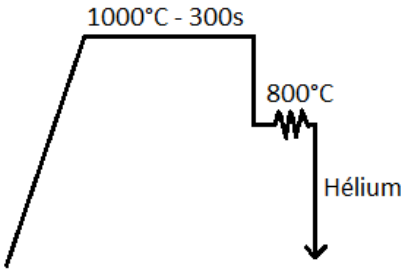
Par conséquent en partie IV.2 et IV.3, nous analysons d'abord les microstructures et textures α héritées à température ambiante. L'objectif est triple : dégager les informations qualitatives sur l'évolution morphologique de grains parents, vérifier que le produit de transformation répond au cadre d'applications des méthodes de reconstruction et évaluer les évolutions de texture α comme un marqueur de l'évolution de texture γ.

Puis nous évaluons l'aptitude de MERENGUE 2 à reconstruire les cartographiques d'orientation de l'austénite déformée (IV.4). Nous nous interrogeons sur la possibilité de caractériser la sous-structure de déformation de l'austénite et la présence de grains issus d'une recristallisation dynamique. Il s'agira là d'une première tentative avec une telle méthodologie, en rupture avec les méthodologies qui consistent à travailler avec des matériaux modèles.

Enfin, nous détaillons dans une dernière partie les microtextures de déformation à chaud de l'austénite obtenues sur un matériau modèle, l'alliage Fe-Ni, pour mettre en parallèle les résultats obtenus avec les deux approches.

IV.1. Comportement rhéologique de l'austénite en compression à chaud

Le Tableau IV.1 résume les conditions de déformation retenues suite aux essais de compression à chaud sur éprouvettes cylindriques de géométrie standard (comme décrit au chapitre II, section II.1.3). Ces conditions de déformation ont alors été appliquées à des éprouvettes géométriquement adaptées au suivi dilatométrique sur la nuance CMn-1 uniquement. Ce sont ces derniers essais qui sont analysés dans ce chapitre.



N°	1	2	3	4
Vitesse de déformation (s^{-1})	0,1	10	10	10
Déformation maximale	0.6	0.6	0.15	0.47

Tableau IV.1 : Récapitulatif des 4 conditions de déformation appliquées lors des essais de compression à chaud se concluant par une trempe à l'hélium (80°C/s)

Les courbes 'contrainte-déformation' obtenues avec les nouvelles éprouvettes géométriquement adaptées au suivi dilatométrique après déformation à chaud sont données en Figure IV.1 et sont comparées aux courbes obtenues avec les éprouvettes de géométrie standard (Figure IV.2).

On note une différence importante de comportement entre les deux types d'éprouvette. L'éprouvette pour le suivi dilatométrique présente un adoucissement à la vitesse de déformation de $0{,}1s^{-1}$, qui n'est pas visible à la même vitesse sur une éprouvette de géométrie cylindrique standard. De même, les valeurs des contraintes sont plus élevées (jusqu'à 50MPa) pour la nouvelle géométrie. Par conséquent, les états de déformation intermédiaires définis au chapitre II sur les éprouvettes standards pour obtenir des états équivalents en contrainte, déformation et travail, ne sont plus valables avec la nouvelle géométrie.

Dans ce chapitre, on se limite aux courbes obtenues avec la nouvelle géométrie. On peut relever les valeurs caractéristiques suivantes. La limite d'élasticité est ici évaluée à 175 MPa dans le cas d'une vitesse de déformation de $10s^{-1}$ et à 110 MPa dans le cas d'une vitesse de déformation de $0{,}1s^{-1}$. Les contraintes maximales sont respectivement de 180 MPa et de 255 MPa pour les vitesses de déformation de 0,1 et $10s^{-1}$. Avec la diminution de la vitesse de déformation, la déformation critique pour initier la recristallisation dynamique diminue et on observe une allure de courbe classique des matériaux à faibles EFE, soumis à une recristallisation dynamique. La phase d'écrouissage est suivie d'un maximum unique pour une déformation $\varepsilon=0.3$ et le régime stationnaire se met progressivement en place pour des déformations $\varepsilon<1$.

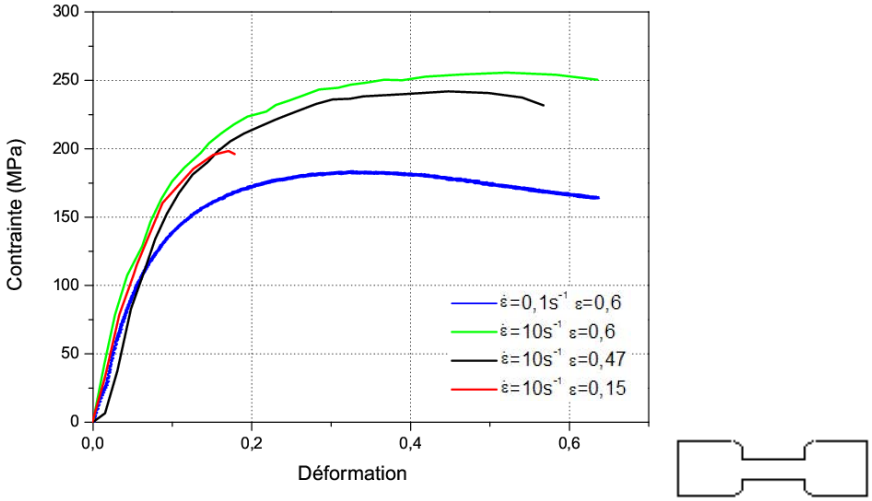


Figure IV.1 : Comportement mécanique en compression à chaud à 800°C de l'austénite comprenant 0,06%C

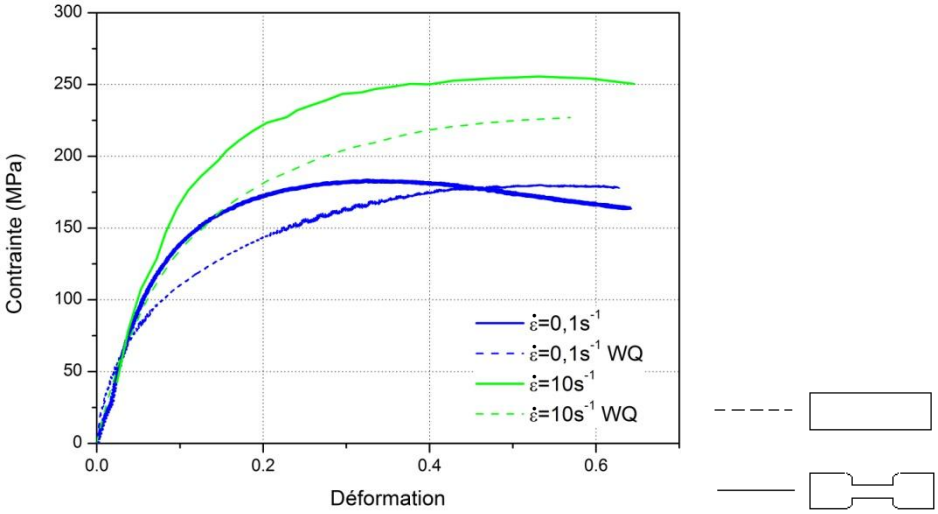


Figure IV.2 : Comparaison du comportement rhéologique en compression suivant la géométrie des éprouvettes en pointillés : géométrie cylindrique standard – trait plein : éprouvette permettant le suivi dilatométrique

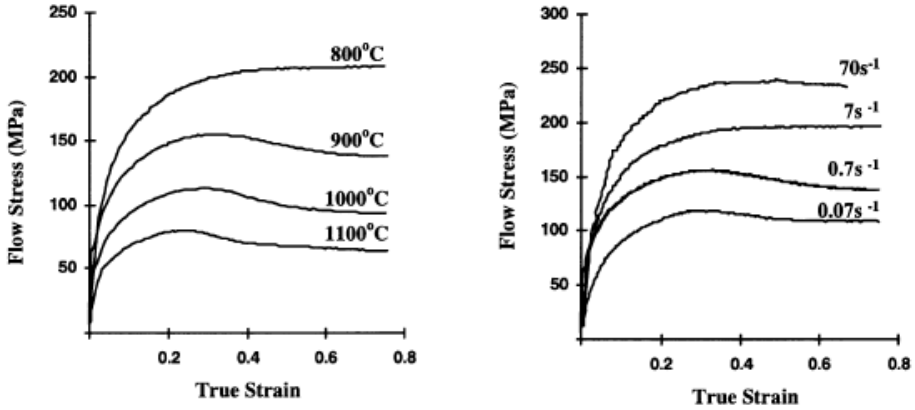


Figure IV.3 : Courbes contrainte-déformation pour un acier contenant 0,15%C a) déformé avec une vitesse de déformation égale à 0,7s^{-1} pour une gamme de température allant de 800°C à 1100°C et b) déformé à 900°C à des vitesses de déformation comprises entre 0,07 et 70s^{-1}[Hurley01]

Ces caractéristiques mécaniques et leurs évolutions avec la vitesse de déformation sont cohérentes avec les expériences déjà réalisées sur des aciers austénitiques. On peut citer les travaux de Hurley et coll. qui se sont intéressés au comportement de l'austénite en compression uniaxiale (Figure IV.3) [Hurley01]. Ces essais concernent un acier contenant 0,15% de carbone. La déformation appliquée est de 0,8 sur une gamme de température allant de 800 à 1100°C et avec une vitesse de déformation de 0,7s^{-1}. L'étude conclue à un mécanisme de recristallisation dynamique pour une température de 900°C et plus, comme on peut le voir sur la Figure IV.3. En déformant à la température de 900°C, mais en faisant varier la vitesse de déformation de 0,07 à 70s^{-1}, ils observent un adoucissement uniquement pour des vitesses de déformation inférieures à 7s^{-1}. Dans notre étude, nous observons un adoucissement de 20 MPa au-delà de 0.3 de déformation appliquée pour la vitesse de 0,1s^{-1}. Ce résultat, en accord avec l'étude de Hurley et coll., indique qu'il y a recristallisation dynamique dans de telles conditions expérimentales.

IV.2. Analyse des microstructures héritées par trempe en vue de reconstruire celles de l'austénite

Nous présentons succinctement dans cette section les microstructures et les microtextures héritées après déformation et refroidissement qui sont utilisées pour reconstruire les microstructures austénitiques. Dans ce chapitre, elles sont uniquement analysées en vue d'obtenir des informations sur l'austénite déformée avant transformation de phase. L'axe de compression est noté AC. L'axe X0 d'acquisition des données EBSD correspond à l'axe de compression.

Nous nous intéressons dans cette partie uniquement aux deux états déformés à la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$=10s^{-1}. Notre objectif est de décrire les caractéristiques générales des microstructures et microtextures héritées et de préciser les difficultés pour reconstruire les microtextures parentes.

Les microstructures et microtextures α, obtenues avec une vitesse de déformation de $\dot{\varepsilon}$=10s^{-1} et pour des déformations de 0.15 et de 0.6 sont données en Figure IV.4 pour la microscopie optique, et en Figure IV.5 pour les cartographies EBSD. Ces cartes EBSD sont nos cartes de référence acquises sur un champ de taille intermédiaire avec un pas de 0.2µm. L'ensemble de la campagne comprend des cartes acquises sur des champs plus grands avec un pas de 1µm et des cartes acquises sur un champ réduit avec un pas de 50 à 80nm.

IV.2.1. Analyse de la microstructure α héritée

La microstructure α héritée est composée d'une structure en lattes au cœur des ex-grains austénitiques et de petits grains équiaxes de l'ordre de 3µm aux ex-joints de grains austénitiques (Figure IV.4).

Ces grains équiaxes révèlent ainsi l'évolution morphologique des grains austénitiques lors de la déformation. Initialement les grains γ ont une taille moyenne de 50µm. Ils s'aplatissent progressivement dans le plan de compression avec l'augmentation de la déformation. Le rapport d'aspect des grains passe de 1,25 à 3,7 lorsque la déformation maximale passe de 0.15 à 0.6.

Par ailleurs, la fraction de grains équiaxes augmente avec la déformation. Nous l'avons quantifiée à partir d'un grand nombre d'images optiques. Elle passe de 5% à ε=0.15, à 25% pour ε=0.47 et correspond à 30% à ε=0.6.

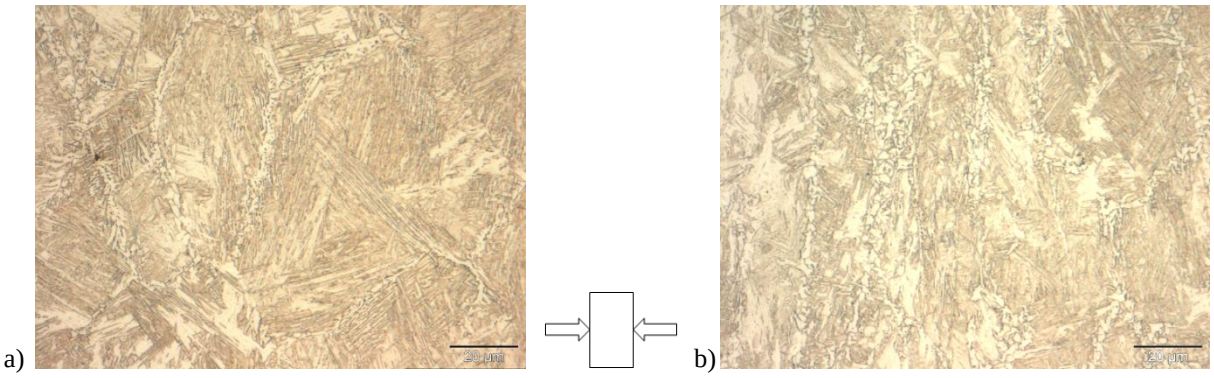


Figure IV.4 : Micrographies optiques après attaque Nital 3% de la microstructure héritée permettant de mettre en évidence les anciens joints de grains austénitiques dans le cas d'une déformation à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ et une déformation maximale de a) ε=0.15 et b) ε=0.6. L'axe de compression est horizontal.

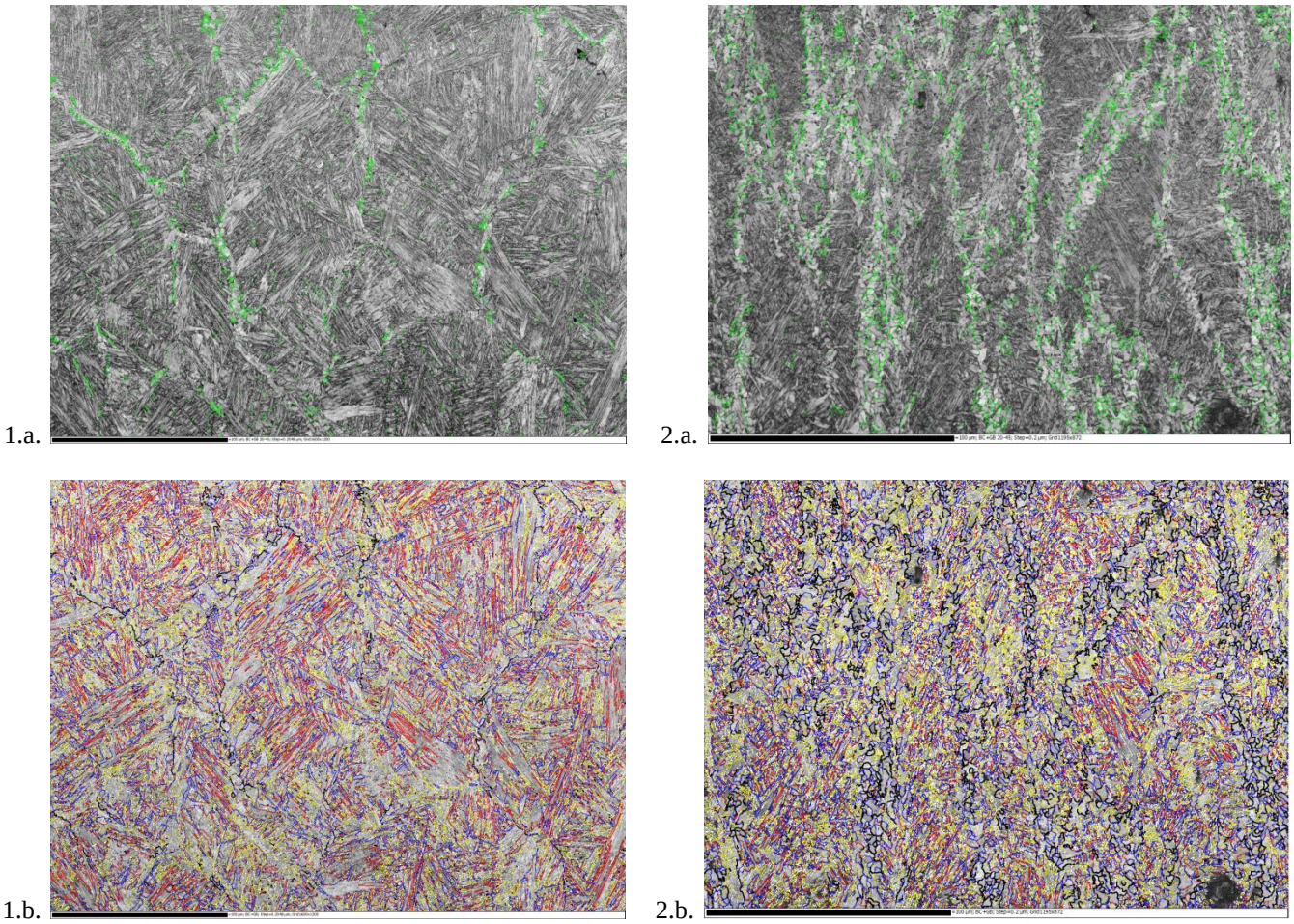


Figure IV.5 : Cartographies EBSD des microstructures héritées après déformation à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ et 1) ε=0.15 et 2) ε=0.6. a. Cartes des désorientations angulaires comprises entre 20° et 45° en vert superposé au contraste de bande, b Cartes des désorientations angulaires selon notre code couleur de référence pour ce type de carte

1° - 5°	5° - 20°	20° - 45°	45° - 58°	58° - 60°

IV.2.2. Analyse de la microtexture α héritée

Sur les cartes EBSD de référence de la phase α héritée (Figure IV.5), les lignes de désorientations angulaires comprises entre 20° et 45° permettent de dessiner certains contours de grains parents (voir chapitre III) et confirme les évolutions morphologiques observées en microscopie optique.

Après une déformation de 0.6, la structure granulaire couvre 30% de la fraction surfacique de la carte EBSD. La taille des grains n'augmente pas significativement, mais ces grains se regroupent par endroit en amas de 10 à 20µm. Dans ces zones, ces petits grains ont des désorientations angulaires aléatoires avec leur voisinage, avec une proportion importante de désorientations comprises entre 20° et 45° (en noir sur la Figure IV.5.2.b). Par conséquent leur voisinage direct ne correspond pas à des variants cristallographiques hérités par RO de la même orientation parente avec des tolérances angulaires faibles. Il sera difficile de trouver des fragments de parents dans cette zone. Au mieux, il sera possible d'élargir des fragments voisins recalculés dans les zones en lattes, en ouvrant les tolérances lors de la phase d'élargissement.

Des cartes EBSD additionnelles ont été acquises avec un pas de 50 à 80nm pour mieux préciser l'environnement cristallographique de la structure granulaire et tenter d'identifier de l'austénite résiduelle (Figure IV.7, Figure IV.6 - un agrandissement d'une zone de la Figure IV.7, Figure IV.8).

Le premier exemple présenté en Figure IV.7 est obtenu après traitement à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ et ε=0.15. L'austénite résiduelle se situe à l'intérieur d'une zone en lattes grossières se développant le long d'un joint austénitique de forte désorientation (52°). MERENGUE 2 recalcule l'orientation des deux grains austénitiques. On note d'ailleurs que la zone en lattes grossières n'est majoritairement pas incluse dans un fragment calculé avec MERENGUE 2 à ω_{frag}=3° (Figure IV.7.d) et la phase d'élargissement montre qu'elle est ambigüe en étant compatible avec les deux grains austénitiques (Figure IV.7.e). Ce calcul montre surtout que l'orientation du grain γ 'verte' recalculée est très proche de l'orientation γ résiduelle mesurée. Par ailleurs, nous avons vérifié que cette latte grossière et l'austénite résiduelle sont localement en relation d'orientation (en moyenne à 2°/3° de KS – voir Figure IV.6.b).

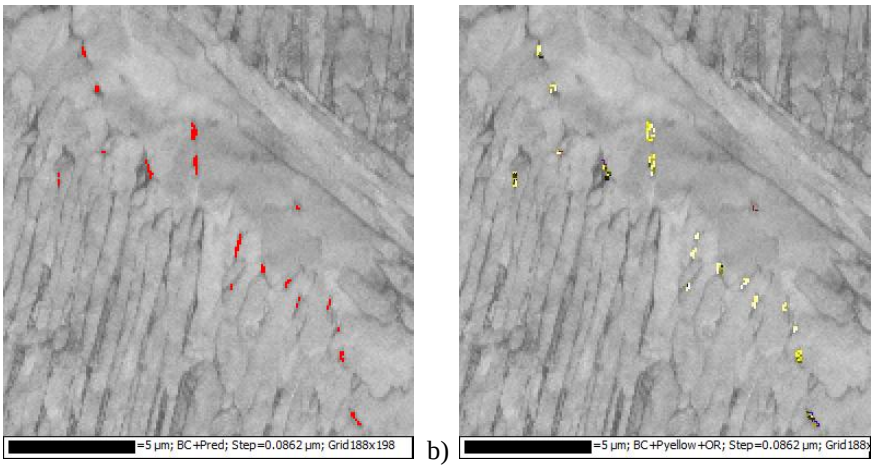


Figure IV.6 : a) Austénite résiduelle (en rouge) dans la microstructure α après déformation à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ ε=0.15 et b) écart à la relation de KS jusqu'à 6° de l'austénite résiduelle avec l'environnement local selon le code couleur suivant

1° - 2°	2° - 3°	3° - 4°	4° - 5°	5° - 6°

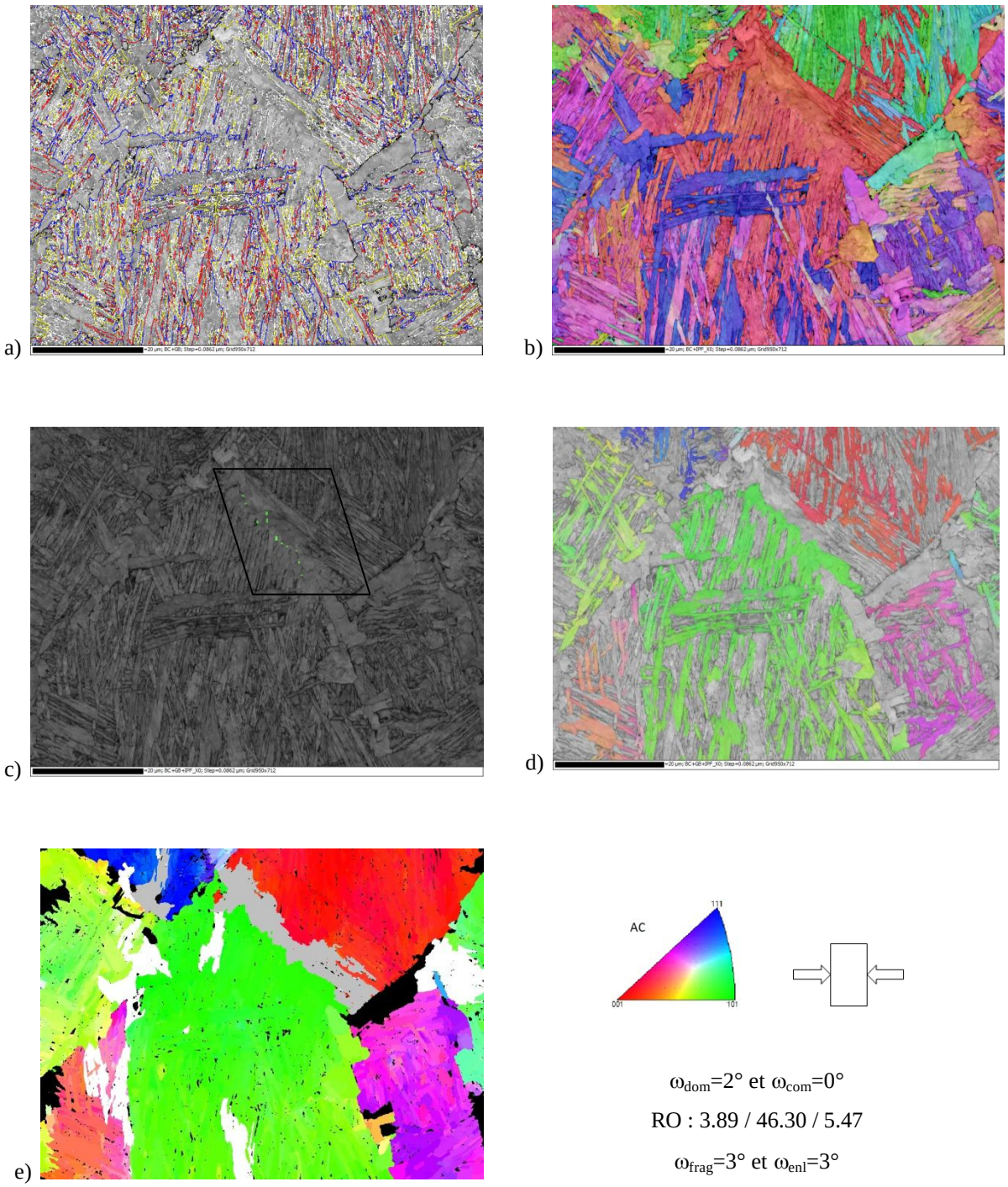


Figure IV.7 : Microstructure héritée après déformation à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} ε=0.15 a) Carte des désorientations superposées au contraste de bande, b) Carte d'orientation α, c) Carte α en contraste de bandes et mise en évidence de l'austénite résiduelle selon le code couleur de l'IPF//AC, d) Fragments γ reconstruits avec ω_{frag}=3°(ALGRID ω_{dom}=2° et ω_{com}=0°), e) Carte d'orientation de l'austénite reconstruite ω_{frag}=3° et ω_{enl}=3° : mise en évidence des ambiguïtés en blanc et en gris

Le deuxième exemple présenté en Figure IV.8 est obtenu après traitement à $\dot{\varepsilon}$=10s^{-1} et ε=0.6. Les zones encadrées de la Figure IV.8.b pointent des configurations caractéristiques de la microtexture héritée après déformation qui compliquent le recalcul et dans le voisinage desquelles il serait intéressant de mesurer de l'austénite résiduelle.

Dans la zone A, on retrouve des lattes grossières qui se forment aux joints de grains austénitiques. Des amas de grains équiaxes s'étendent sur 10 à 20µm dans la zone B. Enfin dans la zone C, la transformation de phase progresse dans le grain austénitique à partir de la structure granulaire, en formant également des lattes grossières. On ne détecte pas de désorientations marquées entre la structure granulaire et la structure en latte. Le recalcul avec MERENGUE 2 confirme à nouveau qu'il est difficile de trouver des fragments austénitiques dans ces zones en lattes grossières ou granulaires. La mesure de l'austénite résiduelle est alors la seule voie pour dégager des informations.

L'austénite détectable par EBSD est donnée Figure IV.8.c. Elle se localise à nouveau essentiellement dans les zones granulaires ou en lattes grossières. Pour cette carte, on observe un écart entre 4° et 6° à la relation de KS entre l'austénite résiduelle et son environnement α. Les orientations de l'austénite résiduelle (Figure IV.8.e) et celles recalculées (Figure IV.8.f) sont globalement semblables. Il n'y a que la zone encadrée en blanc qui révèle une orientation austénitique résiduelle très différente de celle recalculée. Il s'agit d'une orientation γ en relation de macle avec le grain γ vert. La latte grossière qui se développe dans ce voisinage est commune aux deux orientations γ. MERENGUE 2 ne peut donc pas trouver cette orientation maclée.

Grâce à cette analyse de la microtexture α héritée, on retiendra qu'il sera difficile de recalculer des fragments fiables dans les zones granulaires – donc majoritairement au voisinage des joints de grains austénitiques. Le taux de recalcul de fragments sera donc inversement proportionnel à la fraction surfacique des zones granulaires dans les différents états déformés.

Par contre, grâce à la détection de l'austénite résiduelle dans ces zones, nous pouvons conclure que les zones granulaires se développent majoritairement en RO avec l'austénite détectée dans son voisinage proche. De plus, l'orientation de cette austénite résiduelle est proche de l'austénite recalculée à proximité. On ne soupçonne pas de nouvelles orientations issues de grains γ recristallisés. Par conséquent, on peut s'autoriser à ouvrir les tolérances angulaires durant la phase d'élargissement pour intégrer les zones granulaires, et mieux restituer les désorientations qui se développent au niveau des joints de grains austénitiques.

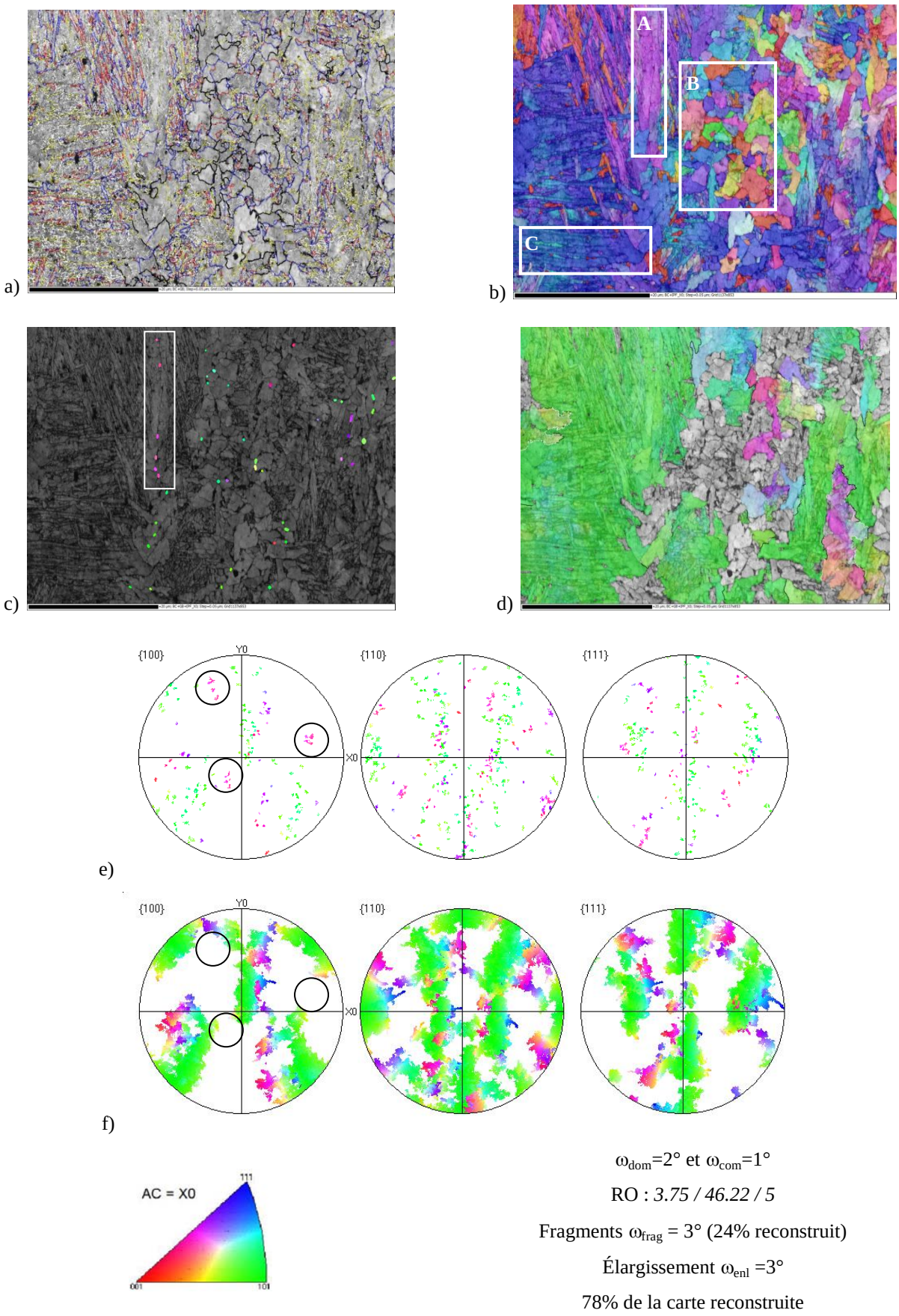


Figure IV.8 : Condition de déformation $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} ε=0.6 a) Carte des désorientations α, b) Carte des orientations α, c) Carte d'orientation de l'austénite résiduelle, d) Carte d'orientation de l'austénite reconstruite, e) Figures de pôles de l'austénite résiduelle et f) Figures de pôles de l'austénite reconstruite

IV.3. Reconstruction et analyse des textures γ de déformation à chaud

Dans cette partie, nous évaluons les évolutions de textures α comme un marqueur de l'évolution de texture γ. Les textures de la phase α ont été déterminées par diffraction des rayons X pour obtenir une meilleure statistique qu'en EBSD. L'acquisition des données se fait dans les conditions décrites au chapitre II section II.2.3. Cependant les textures α héritées sont peu marquées. L'exploitation des figures de pôles expérimentales est alors assez sensible aux corrections appliquées. Par conséquent, le résultat de l'analyse sera analysé de manière qualitative.

La Figure IV.9 donne les 4 figures de pôles recalculées de la phase α pour 3 conditions de déformation : à la vitesse de déformation de $10s^{-1}$ pour des déformations de 0.15 et de 0.6, et à la vitesse de déformation de $0.1s^{-1}$ pour une déformation de 0.6. L'axe de compression est parallèle à la direction normale de ces figures. La texture de transformation α se renforce progressivement autour de la composante de fibre <111>. Une faible fraction de la phase α concentre également ses axes autour de <100>//AC et <211>//AC (les intensités associées sont trop faibles pour voir que cette fraction forme une fibre ou uniquement une composante particulière de la fibre).

À la vitesse de déformation de $10s^{-1}$, l'augmentation de la déformation de 0.15 à 0.6 contribue à homogénéiser la distribution des orientations α autour des composantes de fibre avec une légère augmentation des densités de pôles <111>//AC. Nous comparons ici les Figure IV.9.a et b. Les intensités de texture restent cependant faibles suite à une déformation de 0.6. Pour interpréter ce résultat, il faut garder à l'esprit que la texture α prend en compte la contribution de la structure granulaire (30% de la microstructure totale). Cette structure rajoute de la dispersion dans la texture de transformation, lorsque la déformation augmente. Cette hypothèse est confirmée par l'analyse des cartes EBSD sur des zones plus restreintes (Figure IV.10). La séparation de la structure granulaire et de la structure en latte est possible pour la déformation à 0.6. Les composantes de la structure granulaire sont en moyenne proches de celles de la structure en lattes, mais sont plus dispersées. Qualitativement, l'intensité maximale de la figure de pôles pour la structure granulaire est de 3, alors que pour la structure lamellaire elle est de 5.66.

Pour un même taux de déformation ε=0.6, mais en réduisant la vitesse de déformation de $10s^{-1}$ à $0.1s^{-1}$, on n'intensifie que légèrement les composantes de fibres. Nous comparons ici les Figure IV.9.b et c. Avec la diminution de la vitesse de déformation, la fibre <100>//AC semble se renforcer et se compléter. Pour $\dot{\varepsilon}=0.1s^{-1}$, la microstructure héritée est majoritairement en lattes, mais comporte probablement des grains parents austénitiques ayant davantage recristallisés dynamiquement. Par ailleurs, la fraction de structure granulaire est moins importante. Ce qui peut expliquer la légère variation.

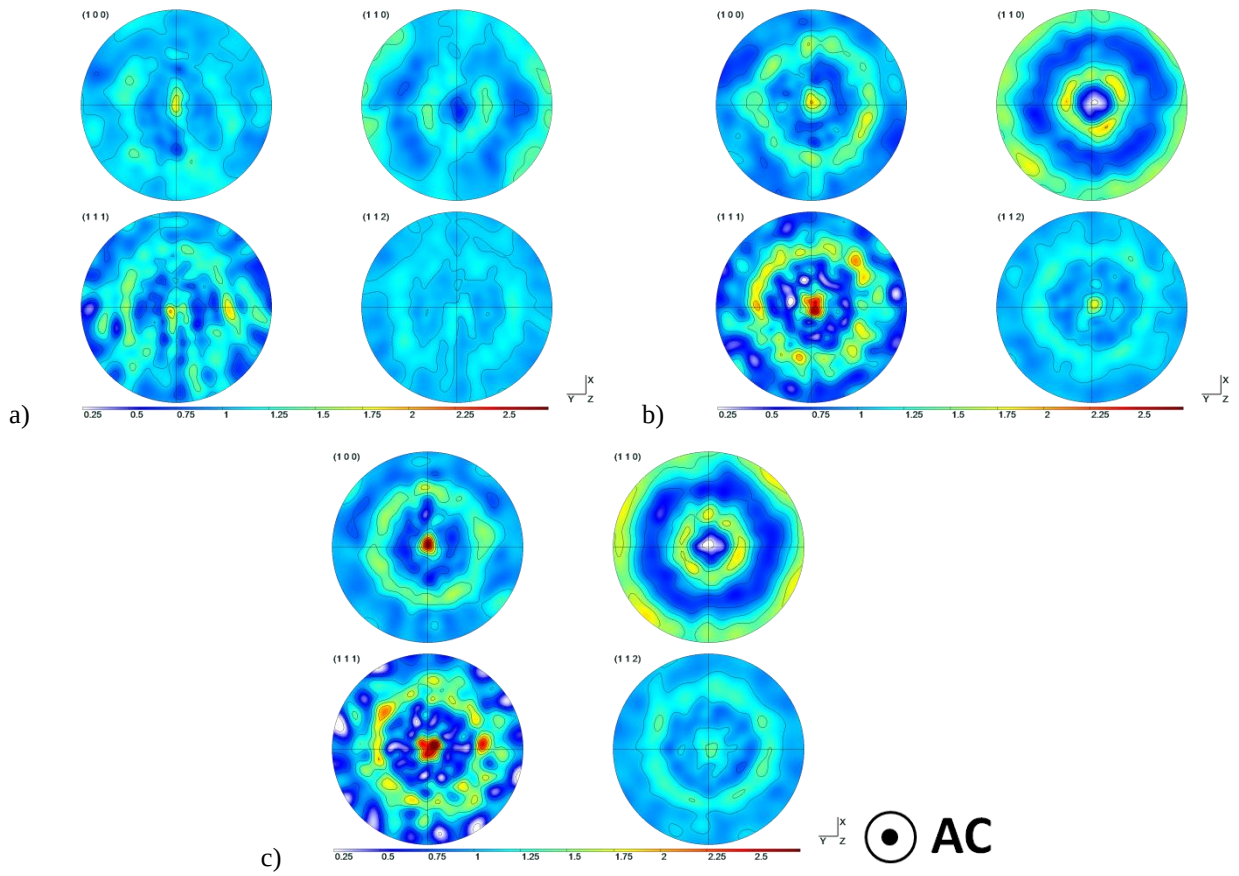


Figure IV.9 : Figures de pôles de α non symétrisées obtenues pour les états $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} a) ε=0,15 (indice de texture IT : 1.25; Max=1.78) et b) ε=0,6 (IT=1.52 ; Max=2.45) et c) $\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1} ε=0.6 (IT=1.7 ; Max=2.7) (noter que les directions radiale sont repérées de façon aléatoire - il n'y a que l'axe de compression AC qui est une direction macroscopique fixe d'un échantillon à un autre)

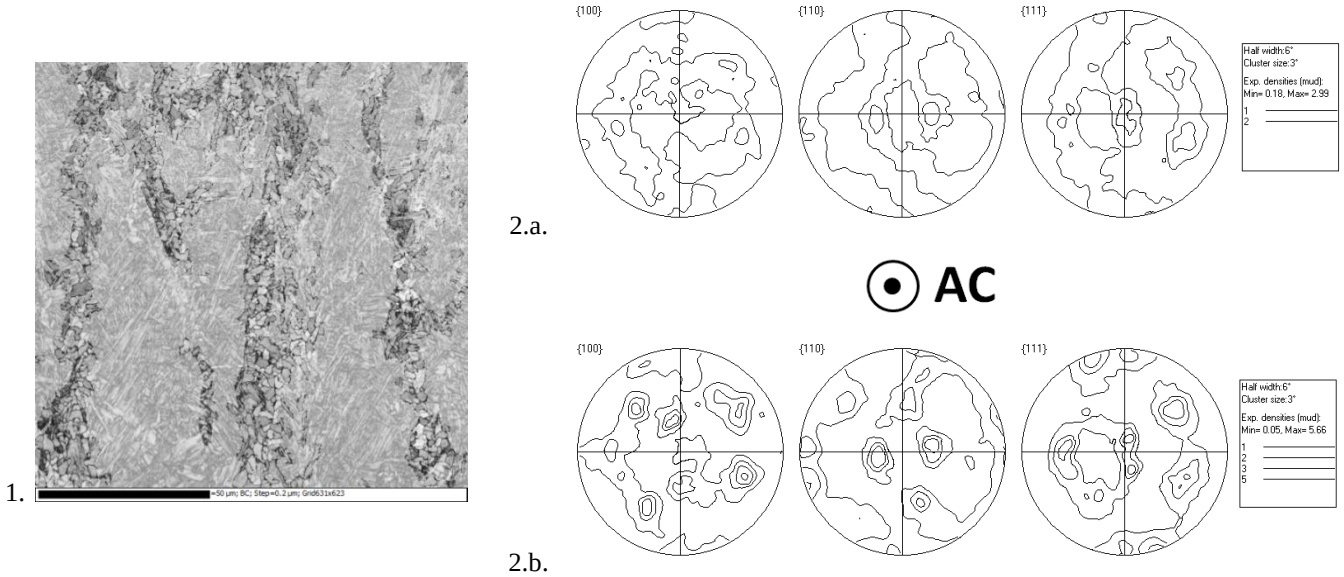


Figure IV.10 : Microstructure héritée après déformation à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et ε=0.6 1) Mise en évidence sur le contraste de bande de la structure granulaire par rapport à la structure lamellaire et 2) Figures de pôles des zones a. granulaire et b. lamellaire

Connaissant la texture héritée par transformation de phase avec une relation d'orientation connue, il est possible d'évaluer la texture macroscopique de la phase parente, ou *a minima* de donner ses composantes majoritaires, comme détaillé au chapitre II.2.3.2. Pour réduire les temps de calcul, la texture α héritée a été symétrisée en imposant une symétrie axiale par rapport à l'axe de compression (Figure IV.11.a).

L'évaluation de la texture parente obtenue avec les codes développés au LEM3 (et avec une RO de type GT) est donnée Figure IV.11.b. Elle montre que l'austénite développe majoritairement lors de la compression à chaud une fibre <110>//AC. Ce calcul reste qualitatif. Il est cependant conforme aux textures de compression à chaud reportées dans la littérature [Wittridge01]. Plus récemment, ce résultat est aussi obtenu par Miyamoto et coll. à l'aide des méthodes de reconstruction appliquées à des cartes EBSD d'acier bas carbone, ou par Gong et coll. à partir de l'austénite résiduelle d'un acier à 1% de carbone [Miyamoto12], [Gong13].

Par ailleurs, nous avons réalisé une simulation avec le code LS-TAYLOR qui donne des composantes proches de celles recalculées à partir des textures obtenues par diffraction des rayons X (Figure IV.11.c) [Toth94]. La simulation confirme l'étalement de la composante majoritaire de la position <110> vers la position <102>, étalement également obtenu par la méthode indirecte. La composante minoritaire <114> obtenue par simulation diffère légèrement de celle calculée plus proche de <225>.

D'un point de vue méthodologique, nous avons donc montré qu'il est possible de calculer les composantes majoritaires de déformation à chaud de l'austénite à partir de la texture macroscopique de la phase héritée. Ce calcul est d'autant plus quantitatif que la phase α est obtenue avec respect des relations d'orientation et sans sélection de variants. Il offre une méthode rapide de détermination des textures parentes en travaillant directement sur les chimies ne permettant pas de figer l'austénite à température ambiante et évite ainsi le recours à un matériau modèle.

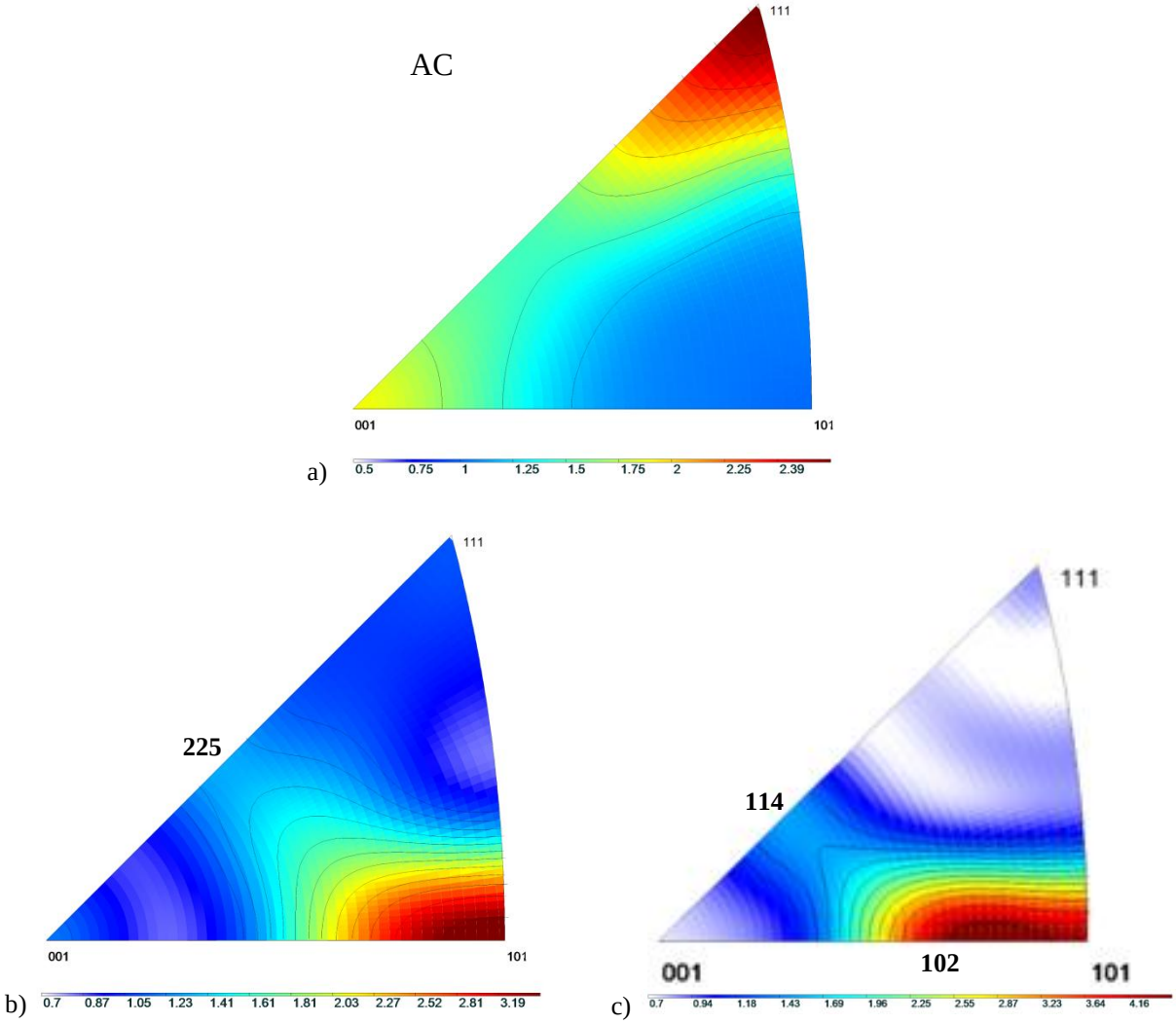


Figure IV.11 : Textures représentées sous la forme de figures de pôles inverses parallèles à AC a) de la phase α symétrisée par rapport à l'axe de compression, b) de la phase parente γ déterminée par méthode itérative de l'échantillon déformé jusqu'à ε=0,6 et avec une vitesse de déformation de $10s^{-1}$ (IT=2.16 ; Max=3.56), c) simulation de la texture de compression par un modèle de Taylor (la texture initiale est aléatoire, version non relaxée, sans écrouissage, avec les systèmes de glissement {111}[$1\bar{1}0$] pour atteindre une déformation de 0.6).

La connaissance des textures α macroscopiques nous permet aussi de définir la taille des cartes EBSD nécessaire pour bien traduire la statistique de distribution des orientations héritées et donc des orientations parentes. La Figure IV.12 montre les cartes EBSD obtenues sur un large champ (1.1*0.8mm²) et un pas de 1µm, ainsi que les figures de pôles dans le plan de compression pour les deux déformations extrêmes ε=0.15 et ε=0.6 à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1}. En comparant les figures de pôles déduites de l'EBSD à celles mesurées par DRX, on note que cette taille de carte permet de traduire les tendances majoritaires de la texture de transformation de phase. En effet, par EBSD avec un faible grandissement, nous obtenons les mêmes résultats que par diffraction des rayons X.

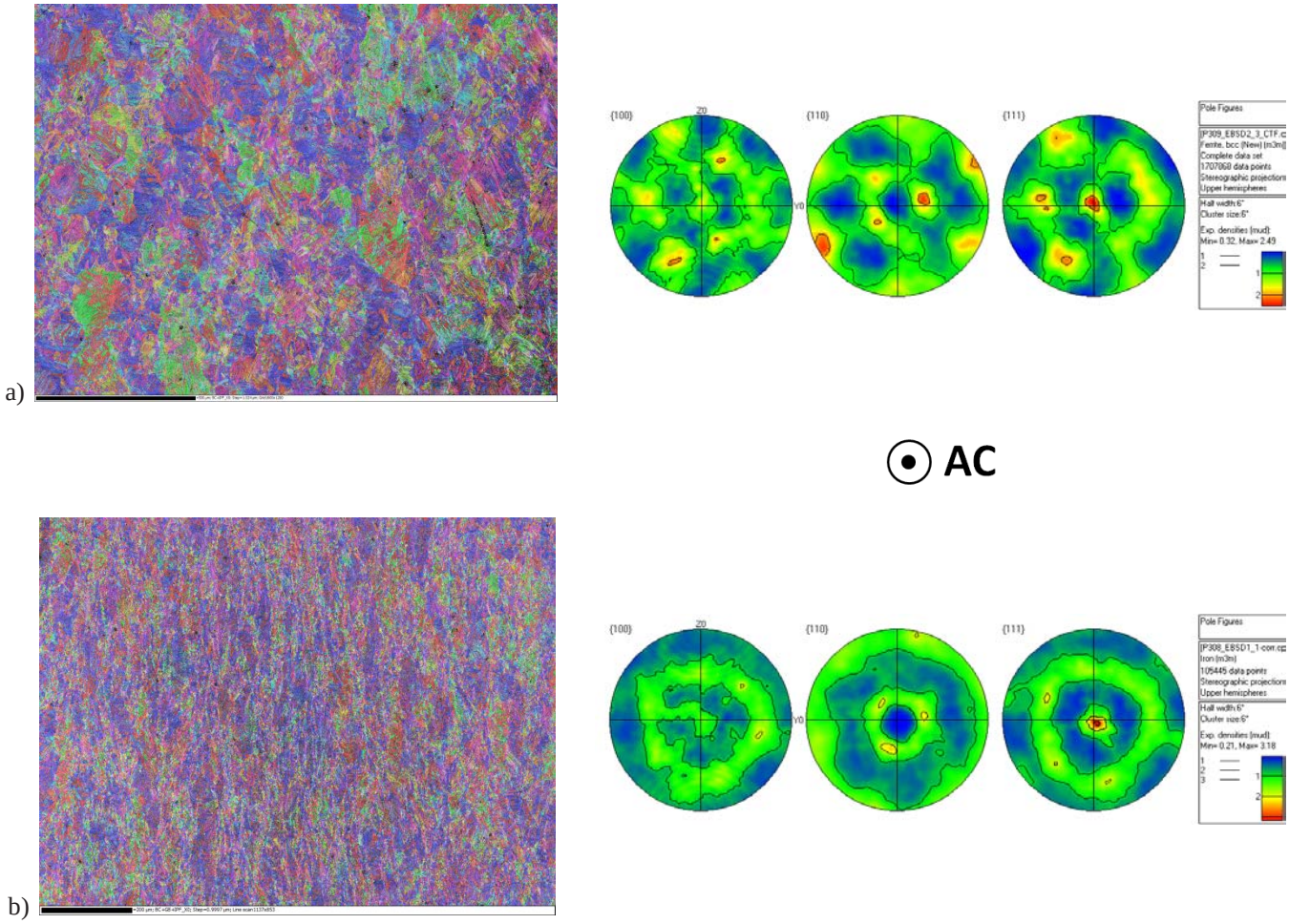


Figure IV.12 : Cartes d'orientation selon le code couleur de l'IPF//AC et figures de pôles des microstructures α héritées pour les états déformés a) à ε=0.15 et b) à ε=0.6 pour une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1}.

IV.4. Analyse de l'austénite déformée à chaud : évolution de la microtexture

Nous évaluons dans cette partie l'aptitude de MERENGUE 2 à reconstruire les cartographies d'orientation de l'austénite déformée. Après avoir pointé les différents paramètres du recalcul qui fiabilisent le résultat, nous présentons les cartes reconstruites tout d'abord à partir des cartes EBSD α de référence (pas de 0.2µm), puis à partir des cartes à champ plus grand (pas de 1µm).

L'exploitation des cartes austénitiques reconstruites doit permettre de dégager les informations sur la sous-structure de déformation de l'austénite en fonction des conditions de déformation. Les résultats obtenus seront exploités au chapitre V pour comprendre l'effet de la déformation sur la microstructure de transformation.

IV.4.1. Paramètres importants pour fiabiliser le recalcul

L'analyse de la microtexture α héritée a mis en évidence les configurations difficiles à traiter avec un programme de recalcul. Il s'agit en particulier de la présence de la structure granulaire et la présence de lattes épaisses à fort gradient de désorientation (que nous pointons à nouveau dans l'encadré de la Figure IV.13.a).

Pour obtenir un recalcul fiable avec ce type de configuration, notre étude a montré que deux options maintenant disponibles dans MERENGUE 2 sont importantes : l'utilisation d'ALGRID et l'identification de la RO moyenne (adaptée aux cartes parentes déformées). Par contre, l'option 'parent déformé' (Chapitre II, section II.3.3.3) n'a pas apporté d'améliorations significatives.

L'identification des domaines D_i avec ALGRID est illustrée Figure IV.13.c et d. Les domaines détectés avec une procédure classique (Figure IV.13.c avec ω_{dom}=2°) intègrent dans un même domaine la structure granulaire et la latte grossière (voir le domaine encadré en blanc Figure IV.13.a). L'orientation moyenne de ce domaine ne sera pas représentative de l'orientation locale avec sa dispersion. Cela limite la reconstruction du parent avec une tolérance resserrée. La Figure IV.13.d montre qu'ALGRID subdivise ces zones en plusieurs sous-domaines et identifie la structure granulaire séparément des lattes.

La détermination de la RO moyenne sur des cartes déformées (carte de référence en priorité) a été réalisée selon la méthodologie détaillée au Chapitre 2, section II.3.3.2. Dans le cas des cartes déformées, la RO locale est identifiée à partir des désorientations mesurées entre deux domaines hérités de la carte EBSD pour pouvoir considérer que l'orientation parente varie peu dans le voisinage. Les RO moyennes obtenues sont visualisées sur la Figure IV.14 pour les 3 états déformés. Elles se positionnent entre la RO calculée pour la martensite et la bainite (calculée au Chapitre III). Cela semble assez cohérent au vue des microstructures de transformation de phase mixte que nous observons. Dans le cas de la microstructure déformée à ε=0.15 et $\dot{\varepsilon}$=10s^{-1}, travailler avec la RO moyenne permet de reconstruire 55% de fragments, alors que la RO GT ne permet de reconstruire que 35% de fragments.

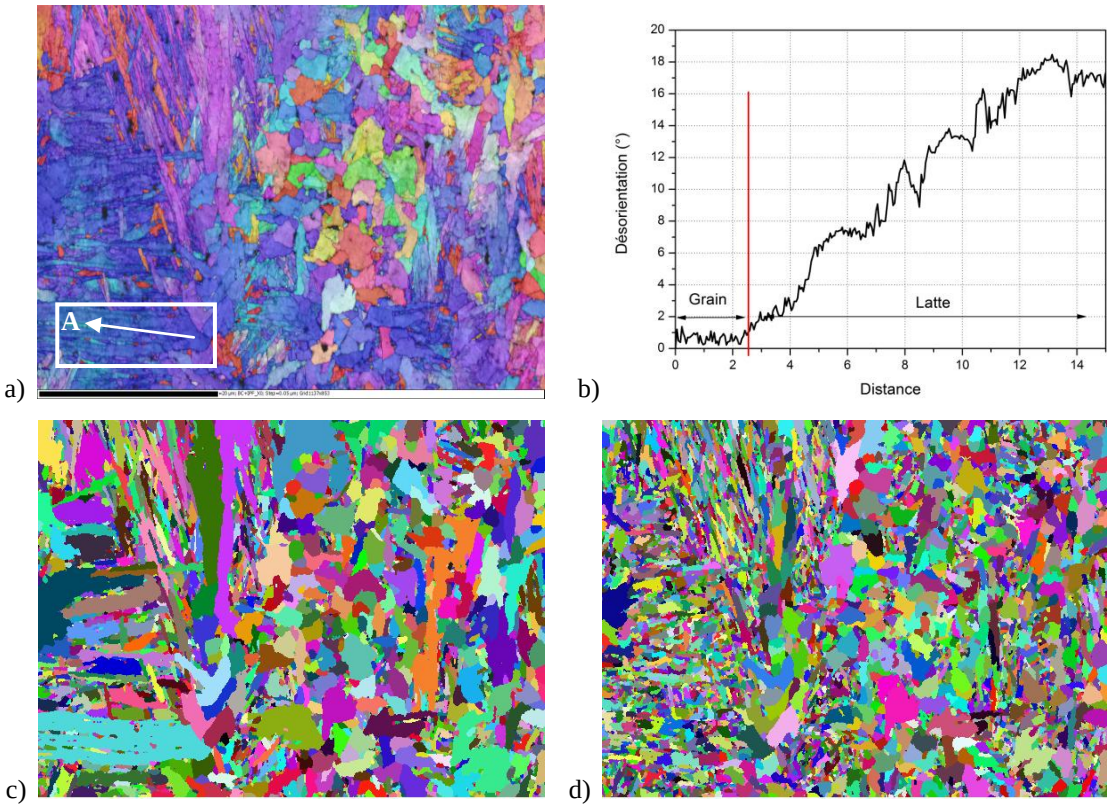


Figure IV.13 : État déformé à ε*=0.6 à* $\dot{\varepsilon}$*=10s*$^{-1}$ *a) Cartographie d'orientation α (pas de 50nm), b) Profil de désorientation le long de la flèche blanche, c) Grains en couleur aléatoire détectés avec une procédure classique (*ω_{dom}*=2°), d) avec ALGRID (*ω_{dom}*=2° et* ω_{com}*=1°)*

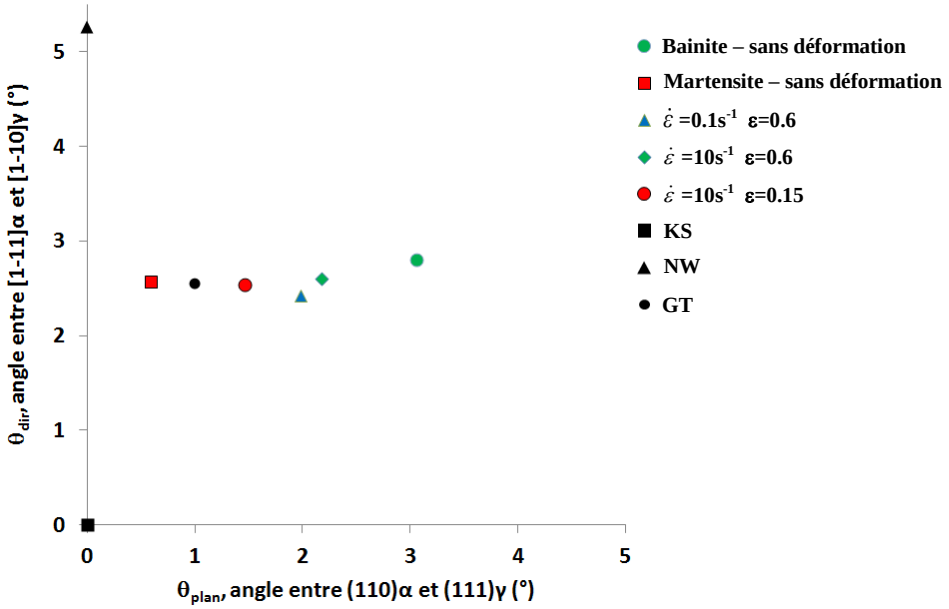


Figure IV.14 : Décalage entre la RO déterminée par recherche itérative et la RO de KS pour les microstructures héritées après les différentes conditions de déformation. En référence, sont ajoutées les RO calculées pour la martensite et la bainite issues de grains austénitiques non déformés. Pour optimiser la RO, la détection de fragments et la phase d'élargissement sont faites à l'aide des tolérances angulaires faibles ω_{frag}*=2° et* ω_{enl}*=2°*

IV.4.2. Principales cartes reconstruites

Les cartes de référence (pas de 0.2µm) reconstruites pour les 3 états de déformation sont données en Figure IV.15 et Figure IV.16 avec l'ensemble des paramètres du calcul. Ces éléments sont rarement précisés dans les travaux publiés. Ils sont pourtant essentiels pour évaluer la qualité de l'analyse.

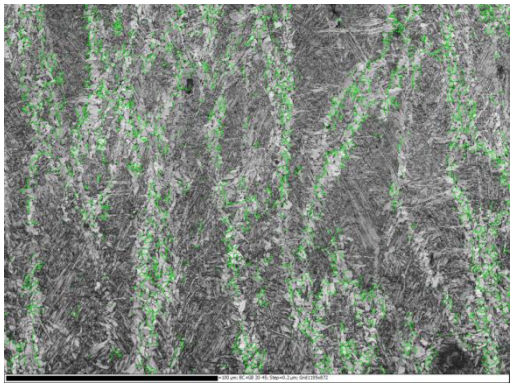
Le résultat montre que nous sommes capables de reconstruire de manière fiable jusqu'à 95% des cartographies, en limitant les tolérances angulaires ω_{frag} et ω_{enl} à 4°. Le taux de recouvrement avec des fragments est de 55% pour l'état le moins déformé. Pour un état non déformé avec une taille de grains γ initiale de 50µm, le taux de recouvrement des fragments est également de l'ordre de 55%. Il diminue à 36% pour l'état déformé de 0.6 à faible vitesse (adoucissement visible sur la courbe contrainte-déformation) puis à 26% pour l'état le plus déformé à vitesse élevée. Cette évolution de la fraction de fragments reconstruits suit l'évolution inverse de la fraction granulaire. L'étude préliminaire de ces cartes avait déjà pointé qu'il serait difficile d'identifier des fragments dans les zones granulaires.

Les zones au cœur des grains austénitiques transformées en lattes fines sont globalement bien recouvertes par des fragments, même dans les cas les plus déformés à ε=0.6 et $\dot{\varepsilon}$=10s^{-1}. Cela confirme qu'à partir d'une structure en lattes fines, il est possible d'obtenir une bonne qualité de recalcul, même pour les états très déformés.

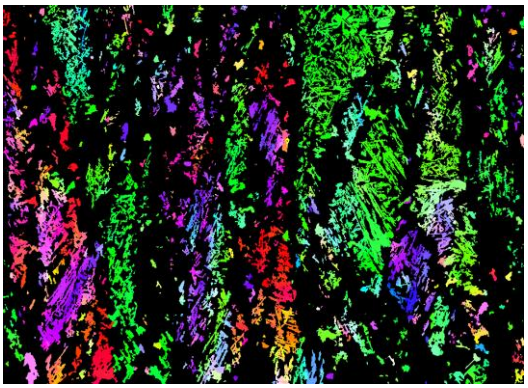
La phase d'élargissement permet ensuite de reconstruire jusqu'à 80/90% des cartes. Une partie de la structure granulaire est intégrée dans la reconstruction. Pour intégrer complètement la structure granulaire aux grains γ, il est nécessaire d'augmenter la tolérance angulaire jusqu'à ω_{enl}=15°.

Pour s'assurer d'une part de la fiabilité de l'orientation individuelle γ (OI) calculée et d'autre part que nous n'avons pas généré artificiellement de faux petits grains recristallisés par la reconstruction, nous avons comparé les OI α mesurées avec celles héritées de l'OI γ calculée. La question de la fiabilité de l'OI γ se pose particulièrement pour l'état déformé à $\dot{\varepsilon}$=0.1s^{-1} et ε= 0.6. En effet, c'est pour cet état que nous nous attendons à de la recristallisation dynamique de l'austénite. La carte reconstruite en Figure IV.16.2.c contient de nombreux petits grains γ, dont la taille est de l'ordre de 20µm.

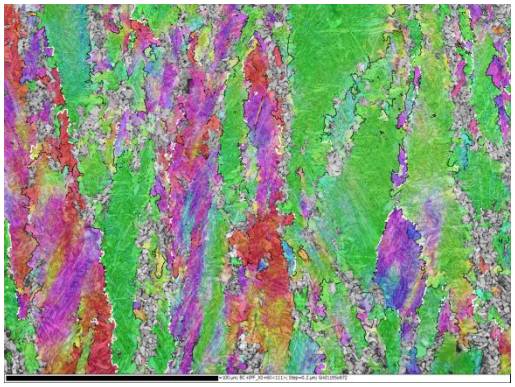
1.a.



1.b.



1.c.



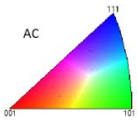
ω_{dom}=2° et ω_{com}=1°

RO : *4.01 / 46.14 / 4.92*

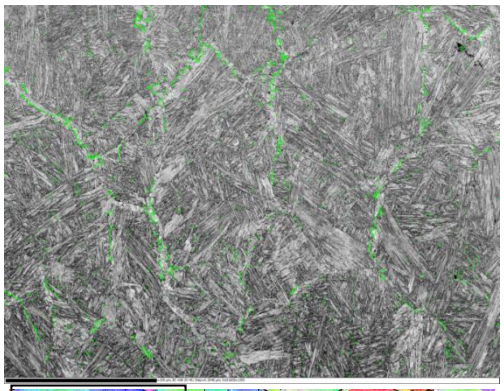
Fragments ω_{frag} = 4° (25% reconstruit)

Élargissement ω_{enl} =4°

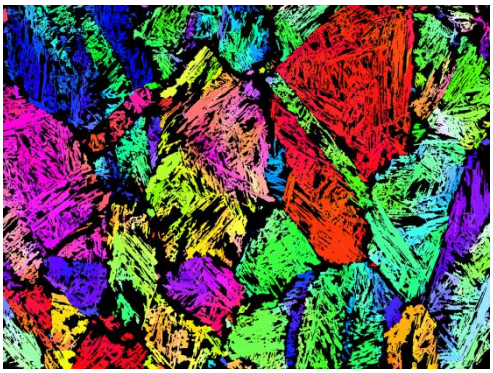
80% de la carte reconstruite



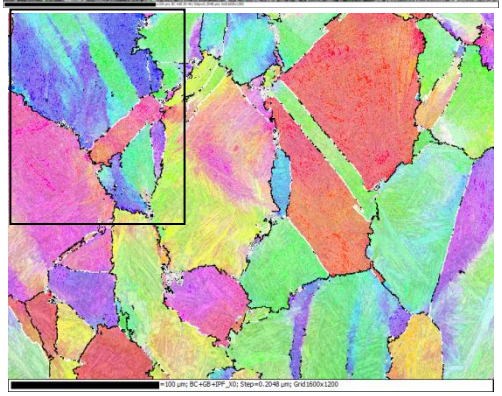
2.a.



2.b.



2.c.



ω_{dom}=2° et ω_{com}=1°

RO : *3.71 / 46.31 / 5.9*

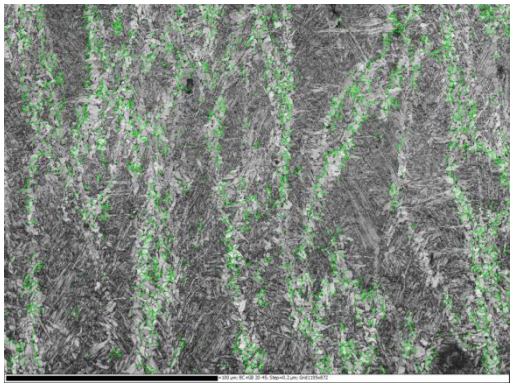
Fragments ω_{frag} = 4° (55% reconstruit)

Élargissement ω_{enl} =4°

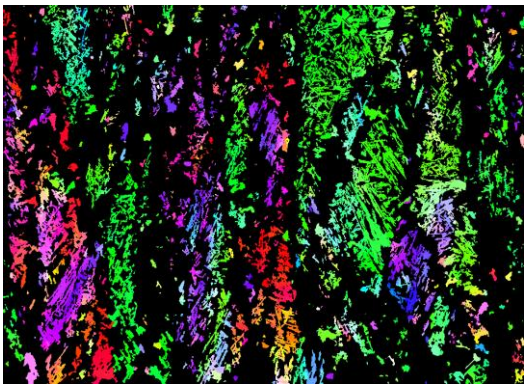
97% de la carte reconstruite

Figure IV.15 : Microstructures obtenues à 1) $\dot{\varepsilon}$ **=10s^{-1} ε=0.6** *contenant 30% de bainite granulaire et 2)* $\dot{\varepsilon}$ **=10s^{-1} ε=0.15** *contenant 5% de bainite granulaire a) Désorientations comprises entre 20° et 45° de la phase α superposées au contraste de bande, b) Étape de reconstruction des fragments de la phase γ ω_{frag} = 4° , c) Carte d'orientation γ selon l'IPF//AC et conditions de reconstruction (Désorientations entre 15° et 58° en noir, supérieures à 58° en blanc)*

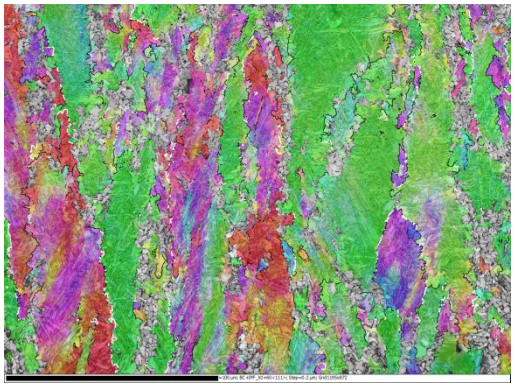
1.a.



1.b.



1.c.



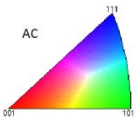
ω_{dom}=2° et ω_{com}=1°

RO : *4.01 / 46.14 / 4.92*

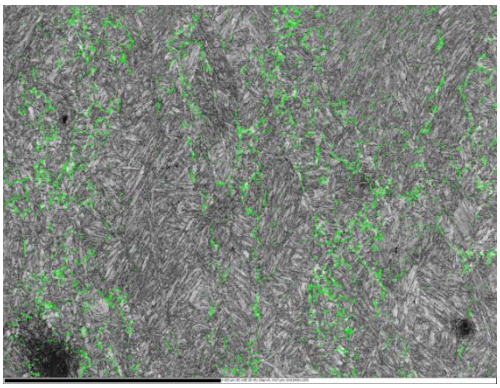
Fragments ω_{frag} = 4° (25% reconstruit)

Élargissement ω_{enl} =4°

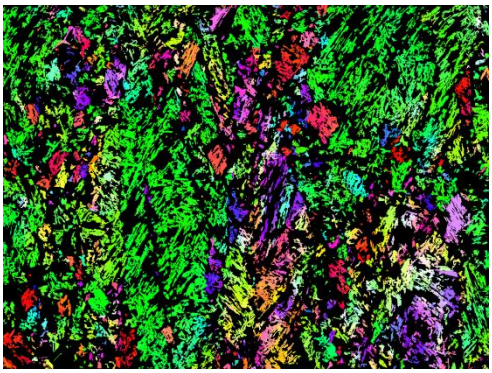
80% de la carte reconstruite



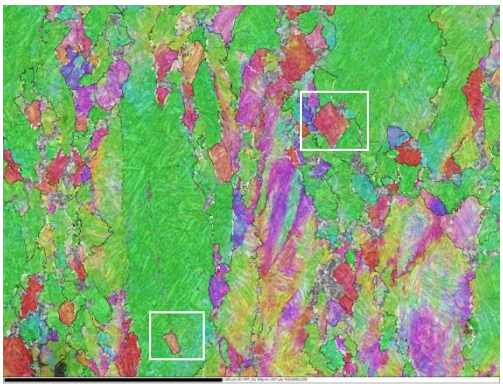
2.a.



2.b.



2.c.



ω_{dom}=2° et ω_{com}=1°

RO : *4.1 / 46.5 / 5.2*

Fragments ω_{frag} = 4° (36% reconstruit)

Élargissement ω_{enl} =4°

91% de la carte reconstruite

Figure IV.16 : Microstructures obtenues à 1) ***$\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} ε=0.6*** *contenant 30% de bainite granulaire et 2)* ***$\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1} ε=0.6*** *contenant 3% de bainite granulaire a) Désorientations comprises entre 20° et 45° de la phase α superposées au contraste de bande, b) Étape de reconstruction des fragments de la phase γ ω_{frag} = 4°, c) Carte d'orientation γ selon l'IPF//AC et conditions de reconstruction (Désorientations comprises entre 15° et 58° en noir, supérieures à 58° en blanc)*

Nous présentons le cas de deux petits grains γ issus de cette carte. Le premier se situe à l'intérieur d'un grain déformé (Figure IV.17), le second en bordure d'un autre grain γ déformé (Figure IV.18). À l'aide de la figure de pôles des OI α mesurées superposées aux OI α obtenues à partir de l'OI γ marron recalculée (Figure IV.17.2.b), nous confirmons que les deux jeux d'OI α sont compatibles. Nous montrons aussi qu'elles ne sont pas compatibles avec l'OI γ verte, en traçant la superposition des figures de pôles des OI α mesurées avec celles héritées du grain γ vert (Figure IV.17.2.c). Ce petit grain γ généré n'est donc pas un artefact de la reconstruction. Le deuxième exemple suit la même démarche de vérification (Figure IV.18) et confirme la validité du petit grain rose, qui est par ailleurs en relation de macle avec le grain vert. Pour mettre en évidence la trace du plan de macle, les figures de pôles sont tracées dans le repère d'acquisition des données EBSD.

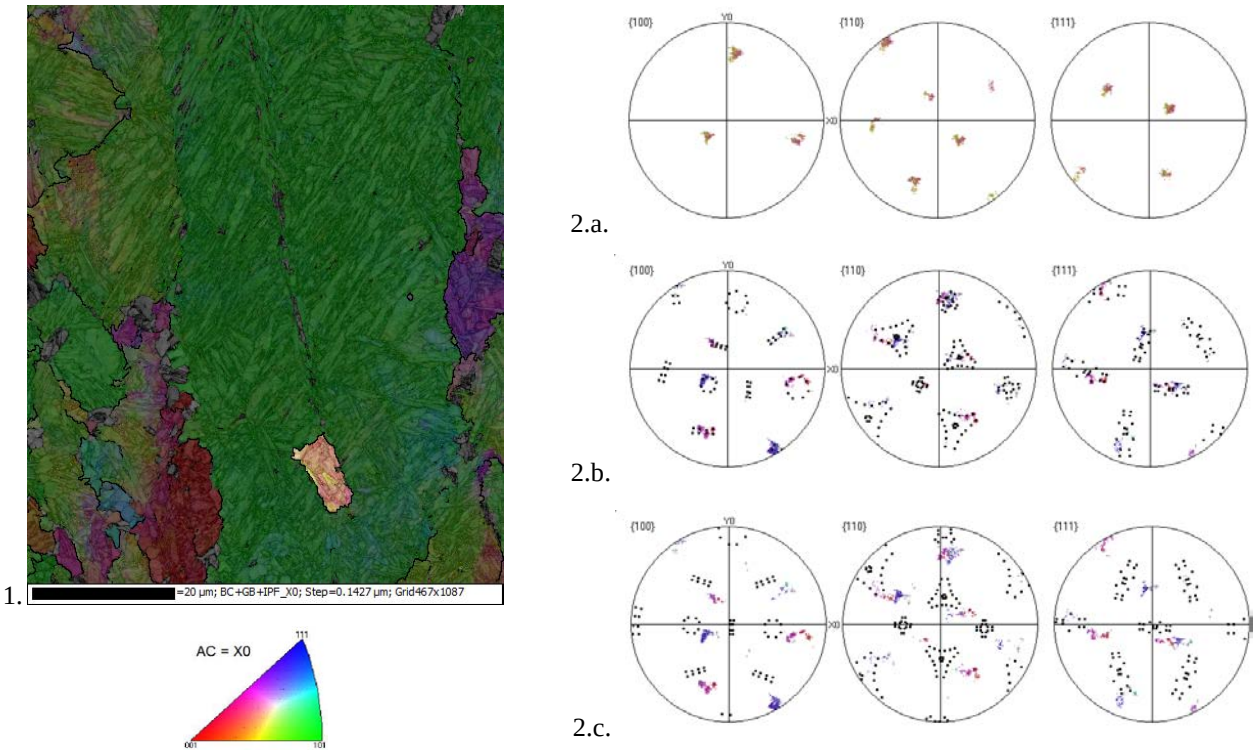


Figure IV.17 : Microstructure obtenue à $\dot{\varepsilon}$ ***=0.1s^{-1} ε=0.6*** *- 1) Carte d'orientation γ recalculée avec mise en évidence d'un petit grain marron recristallisé selon l'IPF//AC, 2) Figures de pôles (AC=X0) a) du grain γ marron et des variants hérités du b) grain γ marron et c) du grain γ vert superposés aux variants α expérimentaux*

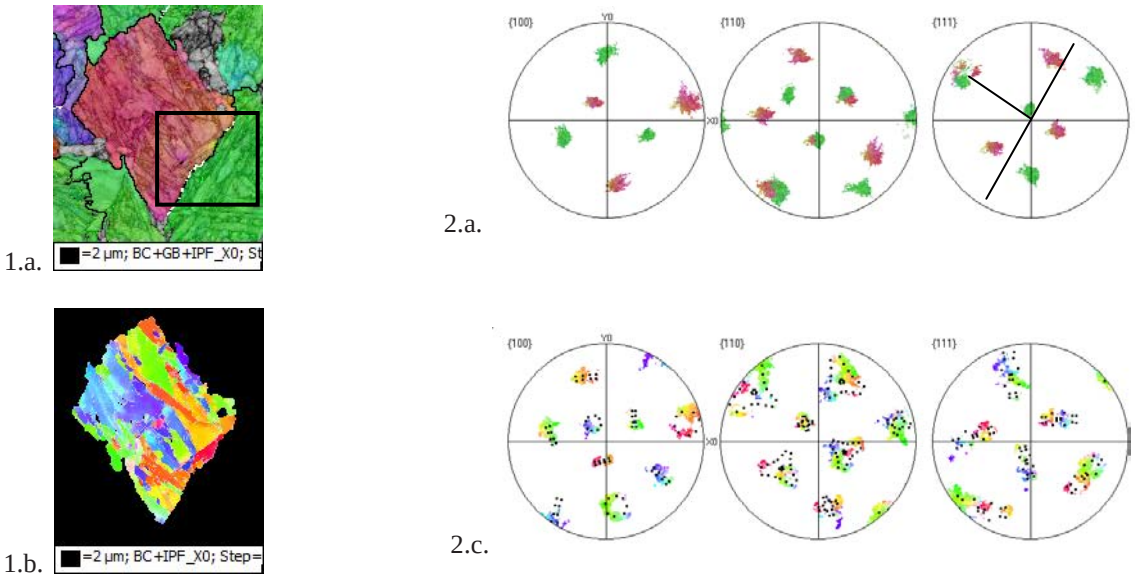


Figure IV.18 : Microstructure obtenue à $\dot{\varepsilon}$ ***=0.1s^{-1} ε=0.6*** *1) Carte d'orientation a) γ recalculée et b) α héritée du grain γ rose, 2) Figures de pôles (AC=X0), a) des deux grains γ rose et vert situés dans l'encadré noir, ainsi que celle b) des variants théoriques hérités du grains γ rose superposés aux variants α expérimentaux*

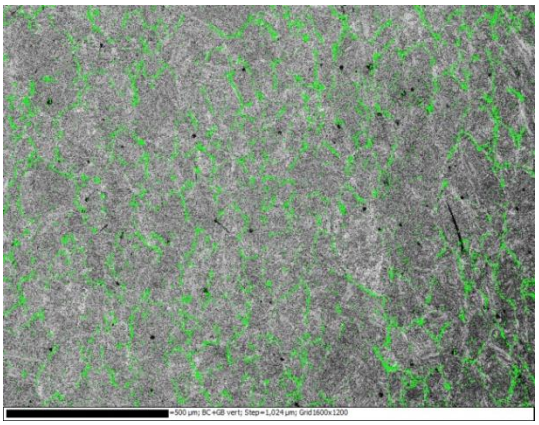
IV.4.3. Effet de la vitesse de déformation et du taux de déformation

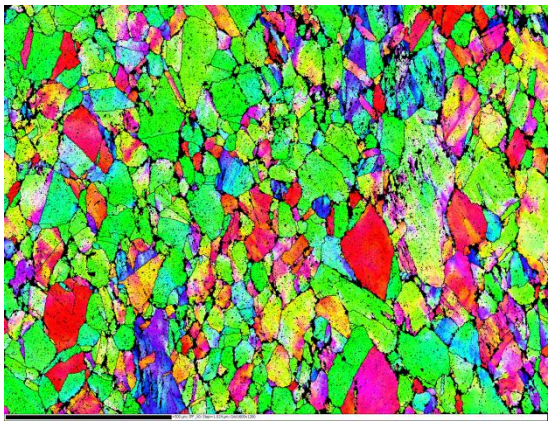
IV.4.3.1. État faiblement déformé ε=0.15 à $\dot{\varepsilon}$ *=10s^{-1}*

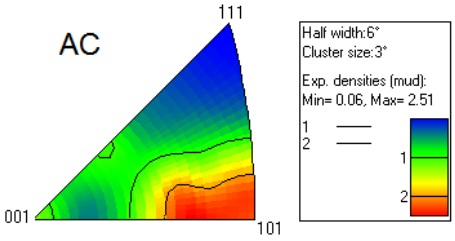
L'analyse de l'état de l'austénite après une déformation jusqu'à ε=0.15 (σ~200MPa) s'appuie sur la carte de référence (pas de 0.2µm) présentée Figure IV.15.2 et sur une carte additionnelle acquise sur un champ plus grand (pas de 1µm - surface de 1.6*1.2mm²) présentée Figure IV.19. Les cartes α ont été présentées respectivement en section IV.2.1, Figure IV.5.a et section IV.3, Figure IV.12.a. À faible déformation (ε=0.15), la microstructure héritée est principalement martensitique. Le nombre de variants mesurés au sein d'un même grain γ est élevé. Donc le taux de recalcul est très bon, même sur un champ large acquis avec un pas de 1µm. Cela permet une analyse un peu plus statistique des caractéristiques de la microstructure initialement détectées sur une carte EBSD 'en haute résolution spatiale'.

À ce taux de déformation, les grains austénitiques n'ont subi qu'une légère évolution morphologique (rapport d'aspect évalué à 2 à partir des cartes recalculées - Figure IV.19, et à 1.25 à partir de l'imagerie optique). La structure granulaire n'excède pas 5% de la surface totale et se localise uniquement aux ex-joints de grains γ. Elle est complètement intégrée dans le recalcul à la phase d'élargissement avec une tolérance ω_{enl}=4°.

La texture macroscopique évaluée à partir des orientations γ recalculées est donnée Figure IV.19.c. On note que la fibre <110>//AC se développe progressivement. Les grains appartenant à cette fibre sont représentés en vert Figure IV.19.b (conformément au code de couleur de triangle standard) : 34% des grains en fraction surfacique appartiennent à cette fibre avec une tolérance angulaire de 15%.

a) 

b) 

c) 

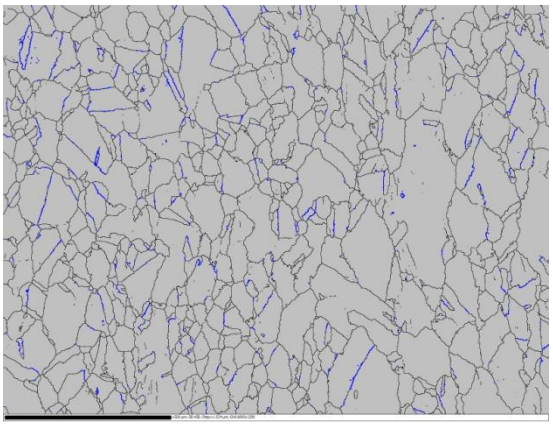
ω_{dom}=3° et ω_{com}=0°

RO : *3.96 / 46.27 / 5.61*

Fragments ω_{frag} = 3°

Élargissement ω_{enl} =3°

85% de la carte reconstruite

d) 

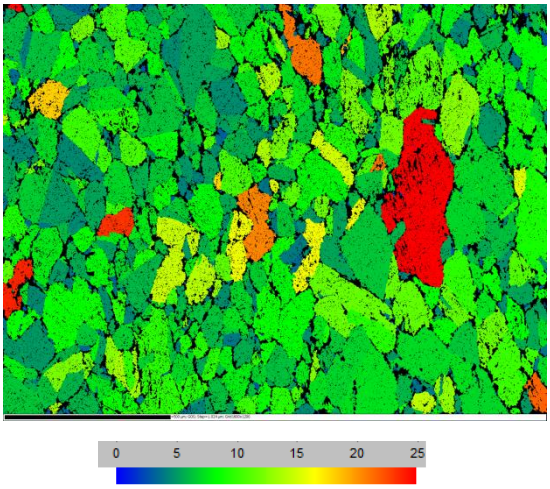
e) 

Figure IV.19 : Conditions de déformation $\dot{\varepsilon}$ ***=10s^{-1} ε=0,15*** *a) Carte des désorientations comprises entre 20° et 45° de la phase α superposée au contraste de bande, b) Carte d'orientation γ selon l'IPF//AC, c) Figure de pôles inverse de γ, d) Carte des désorientations angulaires de γ supérieures à 15° en noir, en bleu les désorientations 60°<111>, e) Carte du GOS de γ (critère angulaire pour la détection des grains : 8°)*

Les macles thermiques sont encore visibles. La Figure IV.20.1 présente un gros plan sur un grain γ maclé de la Figure IV.15.2. Pour ce grain γ, nous retrouvons visuellement la morphologie et la trace du plan de macle. Cependant, les rotations cristallines induites par la déformation plastique modifient progressivement les caractéristiques de la macle thermique : le joint n'est plus strictement désorienté de 60°<111> et le plan de macle s'écarte d'un plan {111}. Sur la carte γ reconstruite sur un champ large, présentée Figure IV.19.d, on visualise les joints γ/γ proches d'une relation de macle. Cette carte confirme que les macles thermiques sont encore visibles après une déformation de 0.15.

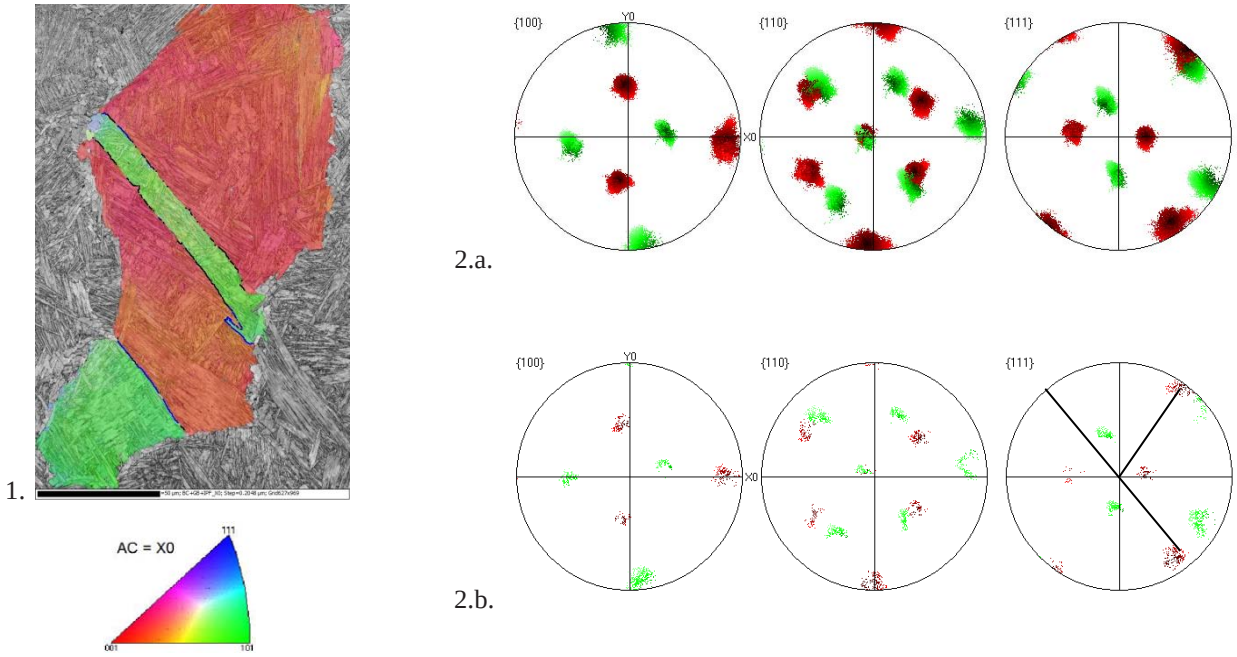


*Figure IV.20 : 1) Carte d'orientation γ reconstruite selon l'IPF//AC (**$\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} ε=0.15**). En noir les désorientations supérieures à 58°, en bleu les désorientations 60°<111> à 5° près. 2) Figures de pôles a) de l'ensemble du grain et b) au niveau du joint de macle avec mise en évidence de la trace du plan de macle*

Sur cet état déformé, il est intéressant d'analyser l'aptitude de MERENGUE 2 à révéler les gradients d'orientation de l'austénite induits par la déformation. Pour cette analyse, il est important de préciser que seuls les gradients transmis à la phase héritée sont détectables et à condition d'être supérieurs à l'incertitude de calcul de l'OI γ.

Pour cela, on trace en premier lieu la carte du GOS (Grain Orientation Spread) donnée Figure IV.19.e. Les grains γ présentent des GOS allant de 4° à 23°. On rappelle que les méthodes de reconstruction donnent en moyenne des valeurs du GOS de 2 à 3° dans un grain recristallisé, qui ne devrait pas présenter de dispersion d'orientation (Chapitre III, section III.2.1). Cela permet d'évaluer l'incertitude dans l'évaluation des désorientations locales par recalcul. Pour l'état déformé jusqu'à ε=0.15, le GOS de la majorité des grains est significativement supérieur. En moyenne, les grains ont un GOS de 7° à 10°. Par conséquent, le recalcul permet bien de traduire les effets de la déformation.

Les Figure IV.21 et Figure IV.22 présentent un gros plan sur deux grains γ, sélectionnés respectivement sur les cartes Figure IV.15 et Figure IV.19. On rajoute un nouveau type de cartographie : à chaque pixel d'un grain parent précédemment identifié, on affectera la désorientation du pixel par rapport à l'orientation moyenne du grain (partie b. des figures). La sous-structure de déformation peut ainsi être mise en évidence.

Le premier grain déformé (GOS=7.4) de la Figure IV.21 présente deux caractéristiques remarquables. D'une part, deux microbandes de déformation traversant le grain parallèlement à un plan {111} sont visibles à la fois sur la cartographie d'orientation (en bleu) et sur la carte de dispersion de l'OI γ (ce plan ne correspond pas à un plan ayant un facteur de Schmidt élevé). C'est au niveau de ces microbandes que l'OI γ est la plus dispersée. La désorientation entre le grain et la microbande au niveau du trait blanc est de 28°. La seconde microbande présente une désorientation plus faible de l'ordre de 10°. D'autre part, au voisinage d'un joint de grains γ, un sous-domaine désorienté de 10° par rapport au reste du grain se forme. Afin de valider son existence, nous avons comparé les OI α mesurées avec celles héritées de l'OI γ locale calculée. En prenant en compte à la fois les dispersions liées à la transformation de phase et à la déformation en γ, les contours restitués pour ce grain γ et la présence du sous-grain sont fiables.

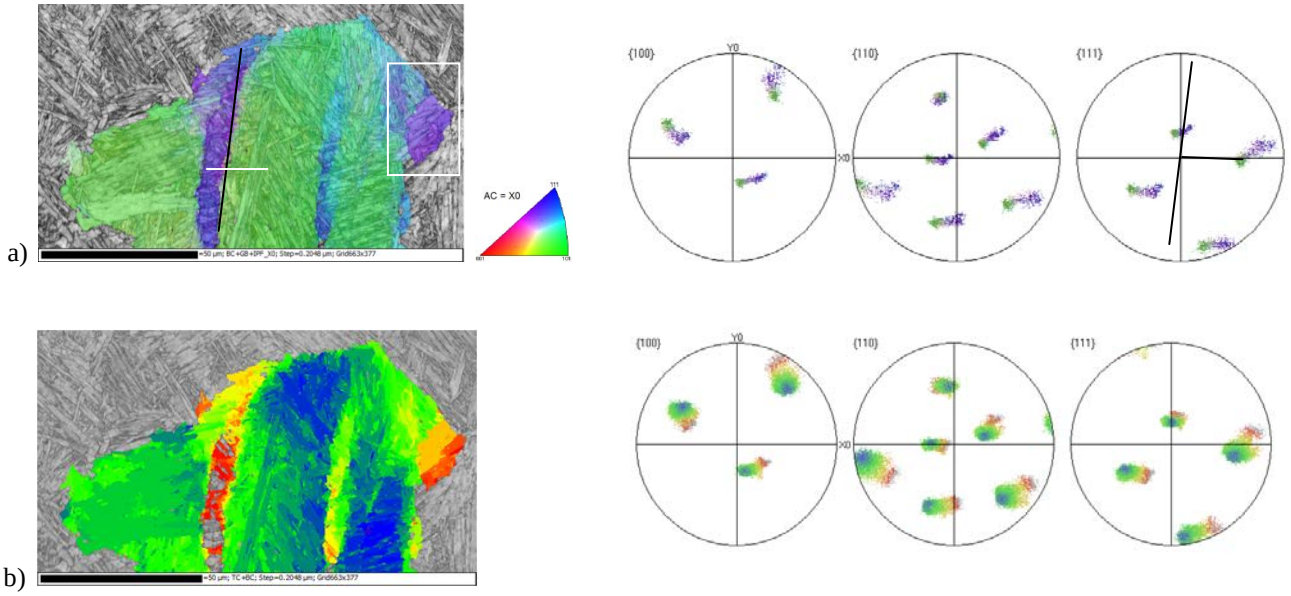


Figure IV.21 : Conditions de déformation $\dot{\varepsilon}$ *=10s*$^{-1}$ *ε=0.15 a) Carte d'orientation γ selon l'IPF//AC et figures de pôles prises uniquement à la frontière de la bande avec mise en évidence de la trace du plan de glissement {111}, b) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (*φ_1*=235.42 φ =65.87* φ_2*= 161.35) et figures de pôles de l'ensemble du grain*

Le deuxième grain déformé, présenté en Figure IV.22, est exceptionnellement allongé avec une taille supérieure à la taille moyenne de 50µm. Son GOS est de 24. On voit à nouveau des désorientations importantes au voisinage du joint de grain et on devine de possibles traces de bandes de glissement, qui semblent réparties de façon plus homogène dans le volume du grain (ces traces sont compatibles avec un plan de glissement {111} de facteur de Schmidt élevé). Là aussi, nous avons vérifié qu'il ne s'agit pas d'un artefact, car ces bandes correspondent à plusieurs variants visibles sur la cartographie d'orientation en α. Lorsqu'une macle thermique sépare le grain en deux parties, on note que ces microbandes se développent de part et d'autre de la macle (Figure IV.22.c).

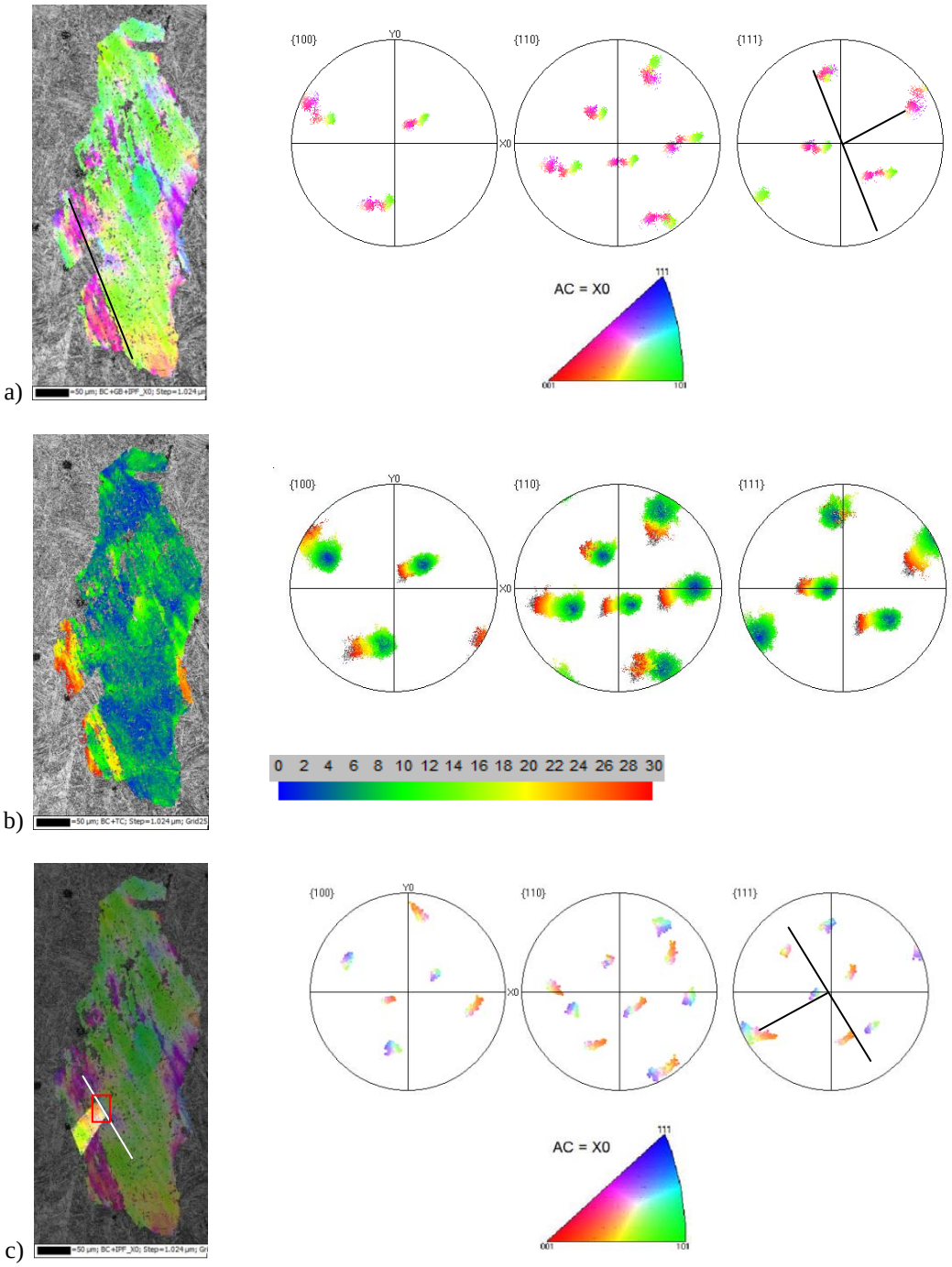


Figure IV.22 : Conditions de déformation $\dot{\varepsilon}$ *=10s*$^{-1}$ ε*=0.15 a) Carte d'orientation γ selon l'IPF//AC et figures de pôles prises uniquement à la frontière de la bande avec mise en évidence de la trace du plan de glissement {111}, b) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (*φ_1*=169* φ*=122.7* φ_2*=294.1) et figures de pôles de l'ensemble du grain, c) Mise en évidence d'une macle traversant la bande et figures de pôles de la zone encadrée en rouge*

IV.4.3.2. État fortement déformé ε=0.6 à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1}

L'analyse de l'état de l'austénite après une déformation de ε=0.6 (σ~250MPa) s'appuie sur la carte de référence (pas de 0.2µm) présentée Figure IV.15.1 et redonnée Figure IV.24, et partiellement sur une carte additionnelle acquise sur un champ plus grand (pas de 1µm - surface de 1.6*1.2mm²) présentée Figure IV.23. Les cartes α ont été présentées respectivement en section IV.2.1, Figure IV.5 et section IV.3, Figure IV.12. Avec un pas de 1µm, le taux de reconstruction chute à 29% (il était de 80% sur une carte de référence - pas 0.2µm). Dans certaines zones, le voisinage entre les variants mesurés (avec une résolution spatiale de 1µm) ne permet pas de déterminer des fragments fiables avec une tolérance angulaire de 3° à 4°. Pourtant, localement, le nombre d'orientations reste important. Il semble donc que cette chute du taux de reconstruction soit liée à une forte dispersion d'orientation dans la matrice austénitique, et il devient impossible de relier des variants distants de quelques microns à un parent unique avec une faible tolérance angulaire. L'essentiel de l'analyse de cet état s'appuiera donc sur l'analyse de la carte de référence.

On rappelle qu'à ce taux de déformation, les grains austénitiques sont fortement aplatis (rapport d'aspect évalué à 4 à partir de la Figure IV.15.1, et à 3.7 à partir de l'imagerie optique). La structure granulaire recouvre 30% de la surface totale. La taille de ces grains reste faible (en moyenne 3µm). Mais ils forment des amas de 10 à 20 µm, qui se développent à partir des joints de grains γ (Figure IV.15.1). Ils peuvent donc dans certaines zones recouvrir toute la largeur d'un grain austénitique déformé.

La texture macroscopique évaluée à partir des orientations γ recalculées est donnée Figure IV.23.c. Malgré un faible taux de reconstruction, on confirme le renforcement de la fibre <110>//AC. Ce résultat est compatible avec le recalcul indirect global obtenu à partir des données de diffraction des rayons X (Figure IV.11.b). Les grains appartenant à cette fibre sont isolés sur la carte de référence (Figure IV.24.a) et le résultat est donné Figure IV.24.c (les grains complémentaires sont donnés Figure IV.24.d). Les grains n'appartenant pas à cette fibre ont un axe <225> parallèle à l'axe de compression (40% en fraction surfacique, sur cette carte). Ils correspondent à la composante minoritaire évaluée par méthode de recalcul à partir des textures héritées (Figure IV.11) et qui peut être surestimée sur cette carte de référence.

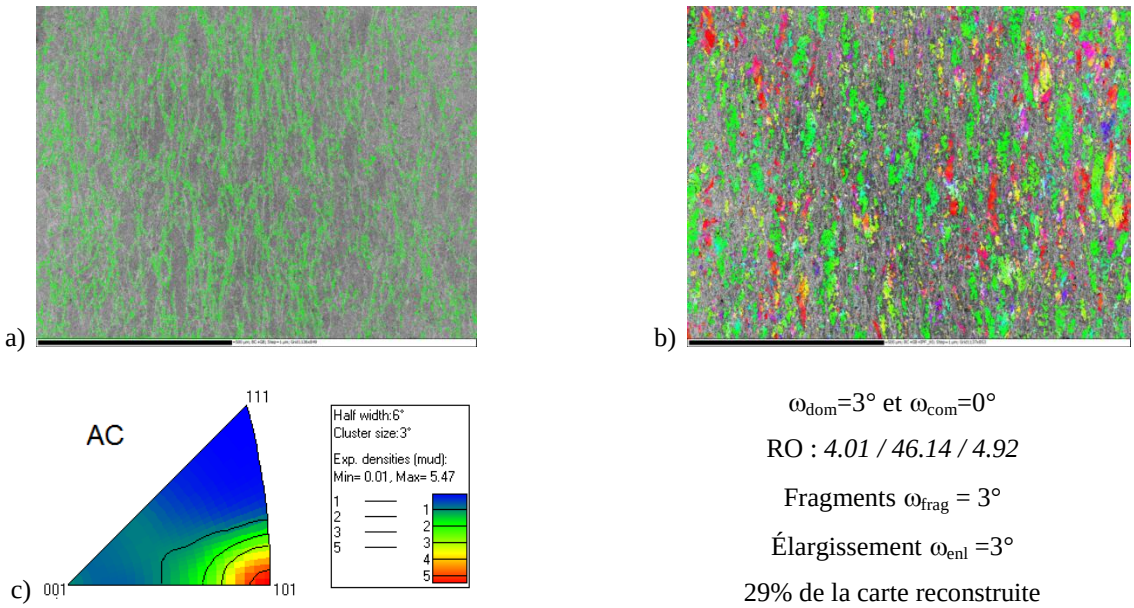


Figure IV.23 : Conditions de déformation $\dot{\varepsilon}$ ***=10s^{-1} ε=0.6****, a) Carte des désorientations comprises entre 20° et 45° de α superposées au contraste de bande, b) Carte d'orientation de γ selon l'IPF//AC, c) Figure de pôles inverse de la phase γ recalculée par rapport à l'axe de compression horizontal*

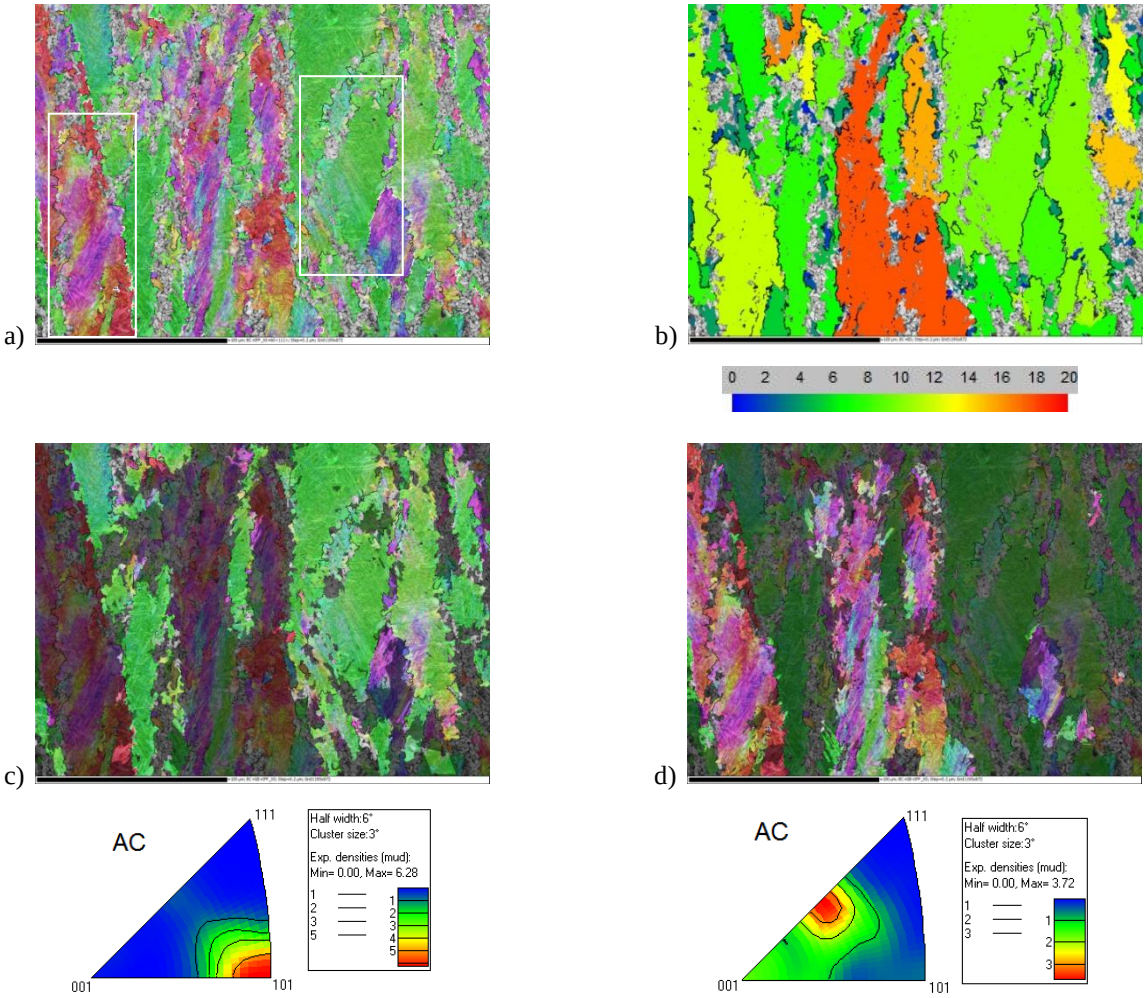


Figure IV.24 : Carte de référence pour les conditions de déformation $\dot{\varepsilon}$ ***=10s^{-1} et ε=0.6,*** *a) Carte d'orientation γ selon l'IPF//AC et b) Carte du GOS de γ (critère angulaire pour la détection des grains : 8°). Mise en évidence des grains c) majoritairement orientés selon la fibre <110>//AC avec une tolérance de 15° et b) majoritairement de composante <225> par rapport à AC*

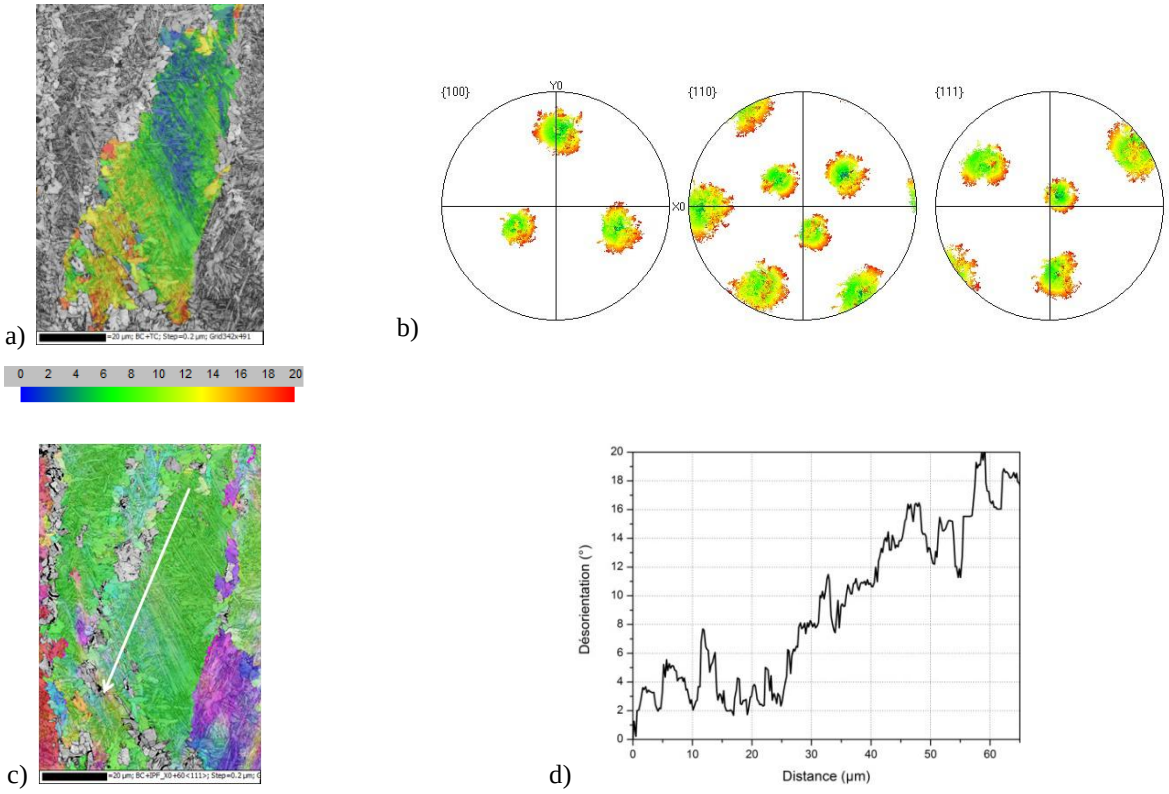


Figure IV.25 : Conditions de déformation $\dot{\varepsilon}$ **=10s^{-1}** ε**=0.6**. *a) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (φ_1=296° φ=42° φ_2=53°), b) Figures de pôles du grain γ recalculé, c) Cartographie d'orientation γ selon l'IPF//AC et d) Profil de désorientations le long de la flèche blanche*

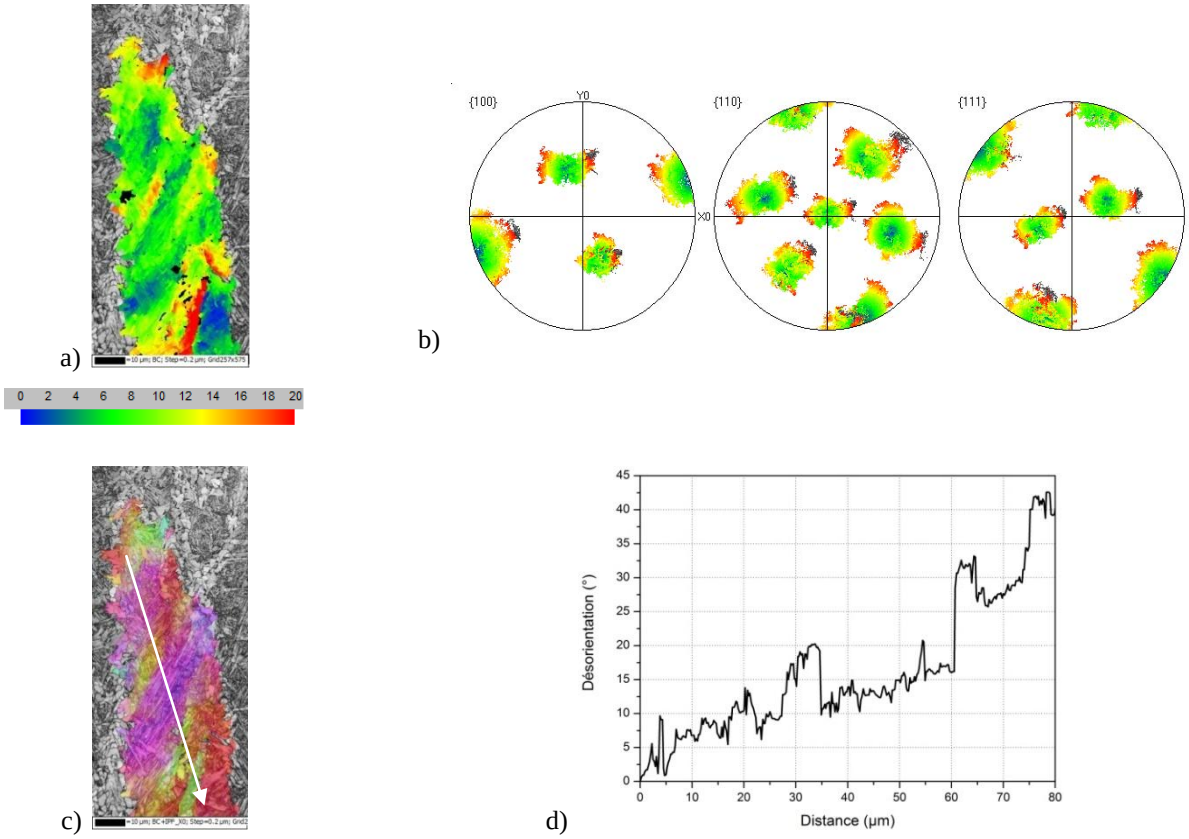


Figure IV.26 : Conditions de déformation $\dot{\varepsilon}$ **=10s^{-1}** ε**=0.6**. *a) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (φ_1= 201.3° φ=138.9° φ_2=92.8°), b) Figures de pôles du grain γ recalculé et c) Cartographie d'orientation γ selon l'IPF//AC, d) Profil de désorientation le long de la flèche blanche*

À nouveau, nous tentons d'évaluer la sous-structure de déformation de l'austénite. Deux exemples sont étudiés. Les Figure IV.25 et Figure IV.26 présentent un gros plan sur deux grains γ (GOS=9.7 et GOS =11.8) sélectionnés sur la carte Figure IV.24. Les cartographies de la dispersion de l'OI dans le grain par rapport à l'OI moyenne sont présentées en Figure IV.25.c et Figure IV.26.c. Un écart d'orientation par rapport à la moyenne de 20° est obtenu dans certaines localisations des grains (aux joints de grains et dans les zones à forte concentration de microbandes de déformation). Dans les deux cas, on révèle après recalcul un gradient de désorientation cumulé au maximum de 20° sur 60µm (Figure IV.25.d et Figure IV.26.d). Le profil en Figure IV.26.d est moins continu que celui de la Figure IV.25.d. Ce dernier présente en effet des sauts marqués (> 10°) au passage des trois zones de localisation de la déformation. À l'inverse, nous avions vu dans le chapitre III que dans des grains γ non déformés, il n'y a pas de gradient de désorientations cumulées (chapitre III, section III.2.1.1). Ce gradient est donc significatif et traduit la dispersion induite par la déformation plastique.

Le premier grain γ ne possède pas de localisation marquée de microbandes de glissement. Il y a un gradient continu dans le grain (Figure IV.25.d). Il appartient à la fibre <110>//AC. Par ailleurs, les plus fortes désorientations par rapport à l'orientation moyenne se situent au voisinage du joint de grains γ, où la microstructure héritée est de type granulaire.

Le second grain γ, n'appartenant pas à la fibre <110>//AC possède deux zones denses de microbandes, d'une épaisseur inférieure à 10µm et désorientées chacune de 20° par rapport à leur voisinage (Figure IV.26.d).

IV.4.3.3. Effet d'une diminution de la vitesse de déformation

L'effet de la vitesse de déformation est illustré sur les états fortement déformés (ε=0.6) avec les vitesses de déformation variant de $10s^{-1}$ à $0.1s^{-1}$. Nous rappelons que la courbe rhéologique présentée en Figure IV.1 montre un adoucissement à la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}=0.1s^{-1}$, qui n'est pas observé à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$. Par conséquent, la contrainte pour ces deux états après déformation à ε=0.6 est de 250MPa pour $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$et 170MPa pour $\dot{\varepsilon}=0.1s^{-1}$. Les microstructures α obtenues avec des vitesses de déformation de $10s^{-1}$ et de $0.1s^{-1}$ sont comparées en Figure IV.27 pour la microscopie optique. La Figure IV.29 compare les cartographies EBSD de référence de la phase α héritée (pas de 0.2µm) et les cartes austénitiques reconstruites correspondantes. Ces cartes ont déjà été présentées précédemment en Figure IV.16.

La fraction surfacique de structure granulaire diminue significativement avec la vitesse de déformation. Elle passe de 30% à 3% lorsque la vitesse de déformation varie de $10s^{-1}$ et de $0.1s^{-1}$. Pour une vitesse de $0.1s^{-1}$, la microstructure héritée présente majoritairement une structure en lattes. Cela améliore la reconstruction de l'austénite, comme déjà discuté en section IV.2.2.

Avec la diminution de la vitesse de déformation, il devient difficile de mettre en évidence les anciens joints de grains austénitiques par microscopie optique (Figure IV.27.a) ou par le tracé des désorientations comprises entre 20° et 45° (Figure IV.28.2.a). Les tendances qui se dégagent sont les suivantes. Le rapport d'aspect des grains γ diminue avec la vitesse de déformation : il passe de 4 à 1.7 pour $\dot{\varepsilon}=0.1s^{-1}$. La distribution de taille de grains est bimodale : on retrouve de grands grains allongés et d'autres plus équiaxes de petites tailles. Les désorientations comprises entre 20° et 45° laissent apparaitre des petits grains équiaxes γ d'environ 20µm. Il peut s'agir de petits grains recristallisés dynamiquement. L'existence de ces grains est confirmée par le recalcul, puis validée comme dans les exemples des Figure IV.17 et Figure IV.18.

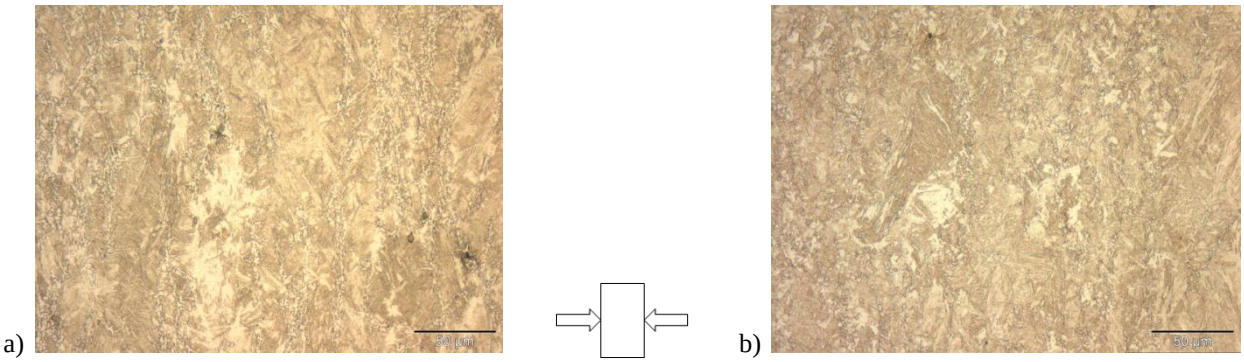


Figure IV.27 : Micrographies optiques après attaque Nital 3% de la microstructure héritée dans le cas d'une une déformation maximale de 0.6 à une vitesse de a) $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et b) $\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1}. L'axe de compression est horizontal

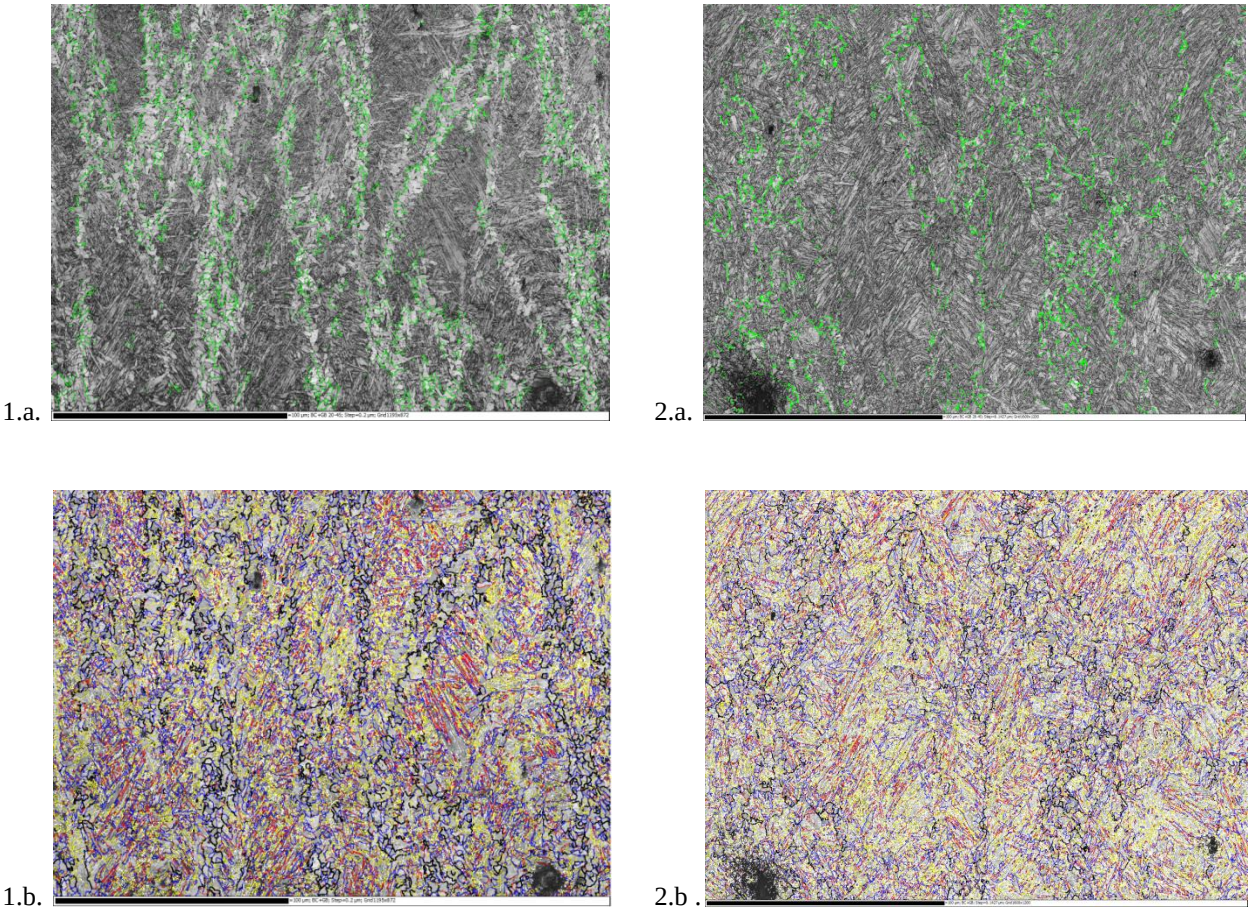


Figure IV.28 : Cartographies EBSD des microstructures après déformation à ε=0.6 et 1) $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1}, 2) $\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1} a) Cartes des désorientations angulaires α comprises entre 20° et 45° en vert, b) Cartes des désorientations angulaires α selon le code couleur suivant

1° - 5°	5° - 20°	20° - 45°	45° - 58°	58° - 60°

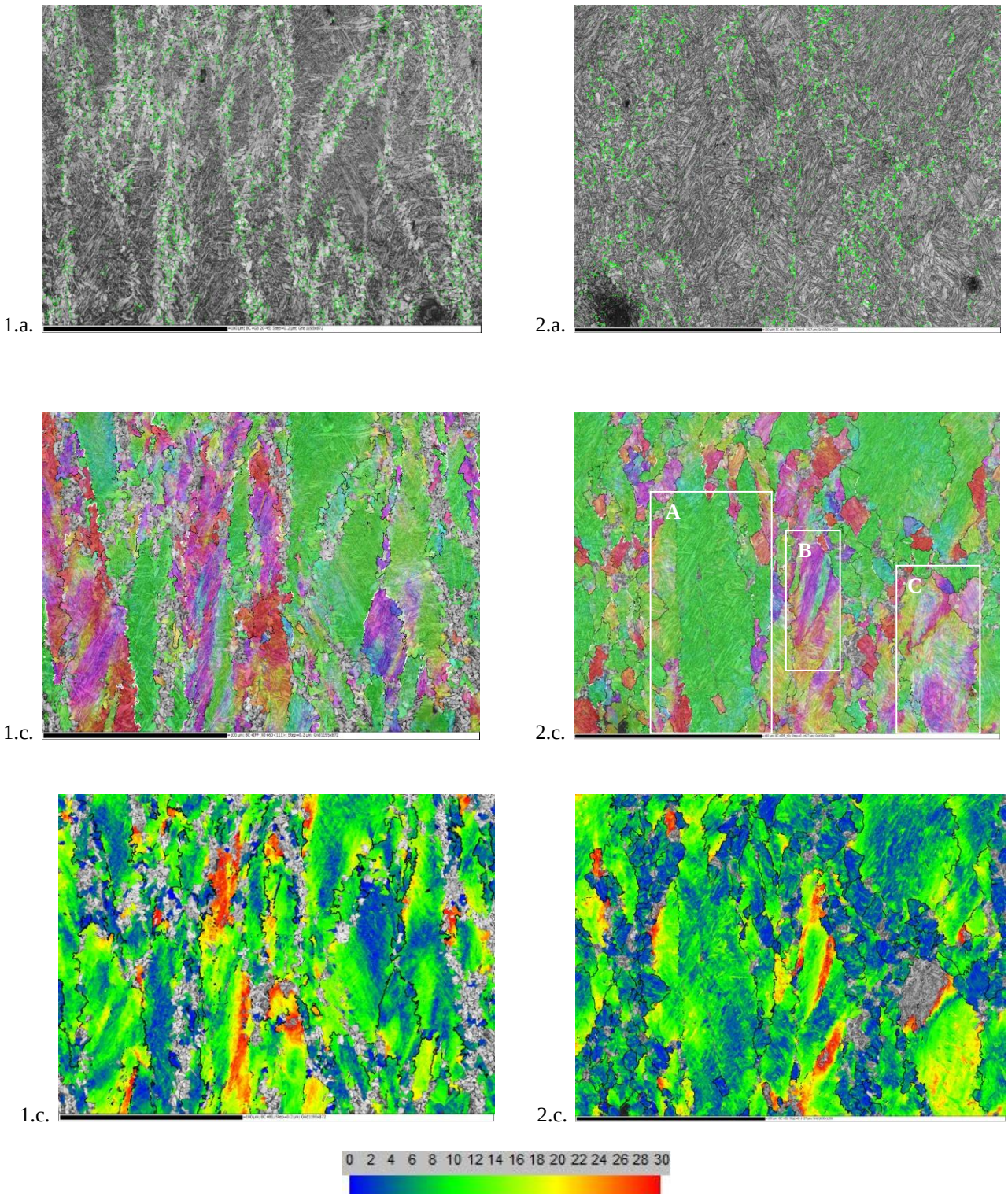
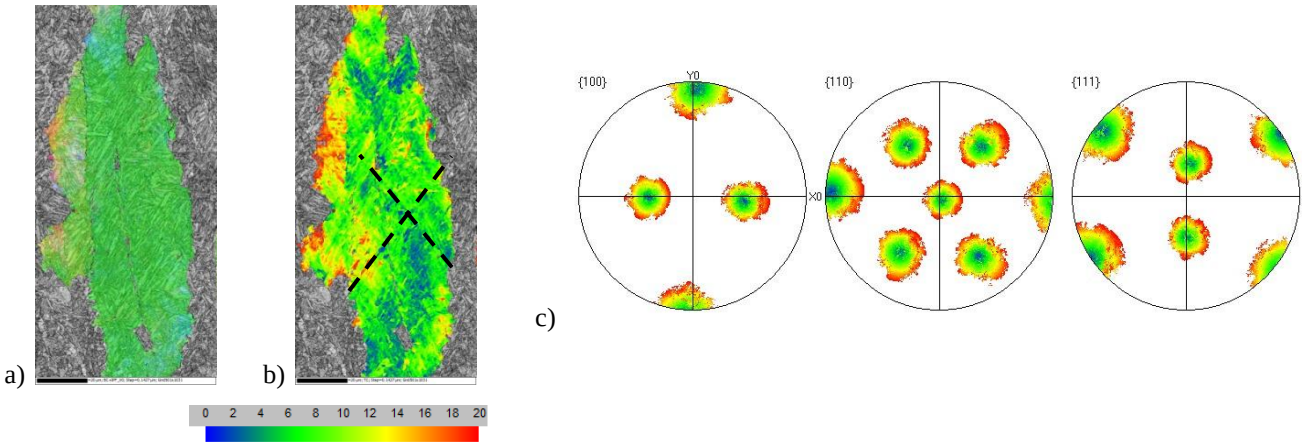
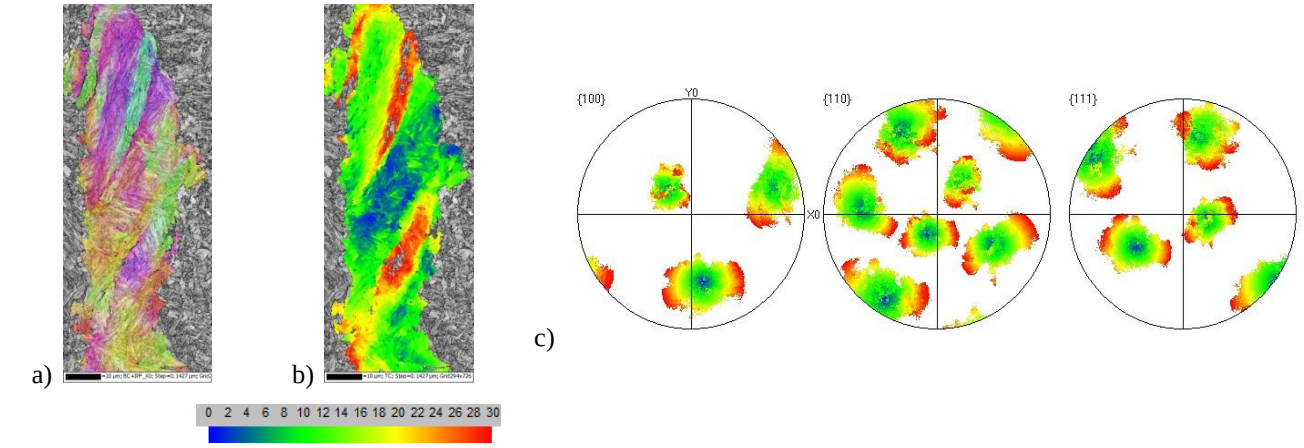


Figure IV.29 : Cartographies EBSD des microstructures après déformation à ε=0.6 et 1) $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1}, 2) $\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1}. a. Cartes des désorientations angulaires α comprises entre 20° et 45° en vert, b. Carte d'orientation γ selon l'IPF//AC, c. Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne. Le contraste de bande correspond aux zones dont la désorientation est supérieure à 30°.

Grain A



Grain B



Grain C

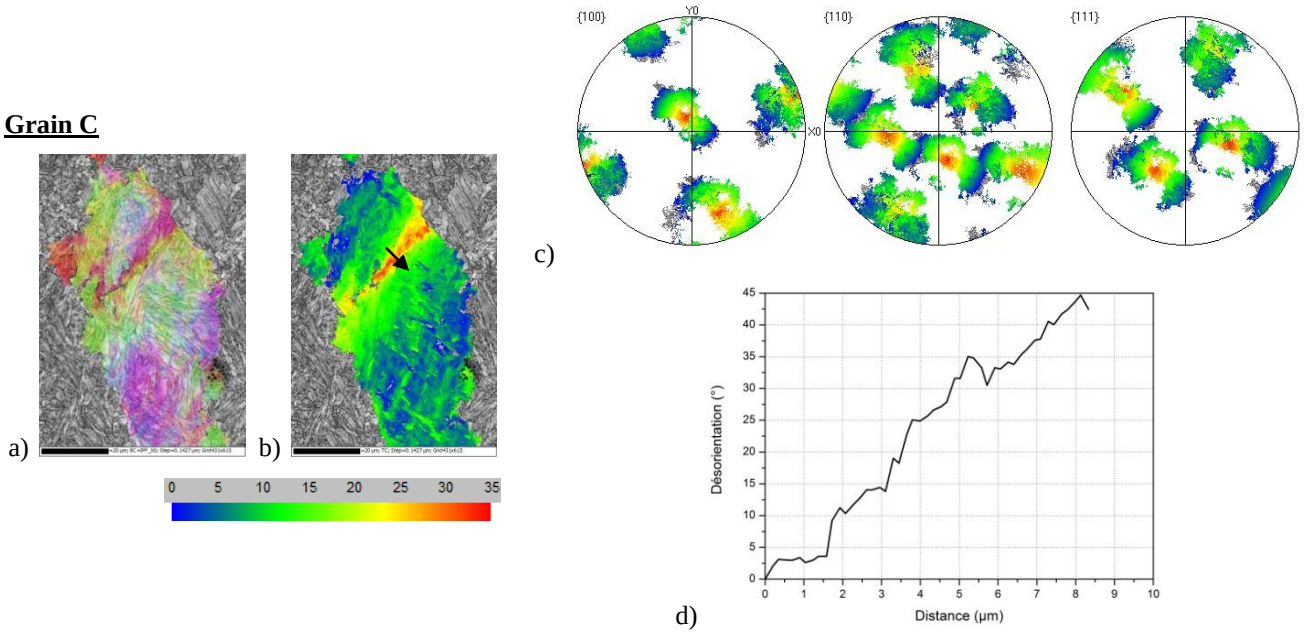


Figure IV.30 : Grains γ reconstruits après déformation à $\dot{\varepsilon}$ ***=0.1s^{-1} ε=0.6.*** *a) Cartographie d'orientation γ selon l'IPF//AC, b) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (Grain1 :* φ_1*= 84.5° φ=48°* φ_2*=274.6°, Grain2 :* φ_1*= 108.5° φ=75°* φ_2*=240°, Grain3 :* φ_1*= 294° φ=86.7°* φ_2*=185°), c) Figures de pôles du grain γ recalculé, d) Profil de désorientation le long de la flèche noire*

Cet état de déformation permet de mettre en évidence les sous-structures de déformation. La Figure IV.30 présente un gros plan de trois grains austénitiques issus de la carte Figure IV.29.2.c. Les grains A, B et C ont respectivement des GOS de 9.5, 15 et 21.

Le grain A vert (conformément au code de couleur de triangle standard) est homogène en déformation. Il ne présente pas de zones denses de microbandes de déformation. Sur la figure b, on semble distinguer les traces de deux plans de glissement. L'activation de ces deux plans est compatible avec l'orientation du grain, très symétrique par rapport à l'axe de compression (figure c). Par ailleurs, deux sous-domaines désorientés de 10° avec le reste du grain se forment à gauche le long du joint de grain γ.

Les grains B et C s'écartant de la fibre <110>//AC ont tendance à présenter de fortes concentrations de microbandes de déformation. Dans le grain B, en violet, deux microbandes de déformation d'une largeur n'excédant pas 10µm et désorientées de 20° par rapport à l'OI moyenne du grain sont visibles.

Le grain C présente quant à lui une unique microbande de déformation, toujours d'une largeur n'excédant pas 10µm. Elle est fortement désorientée et scinde le grain en deux. La désorientation de part en part de la microbande est de l'ordre de 45° sur 8µm. Il y a un gradient de 60° entre le sommet et le bas du grain.

Nous n'avons pas retrouvé de telles configurations pour les états déformés à la vitesse de déformation de $10s^{-1}$. Cependant, nous n'avons approfondi qu'un nombre limité de grains austénitiques. Une analyse sur un plus grand nombre de grains serait nécessaire pour attribuer ces configurations spécifiques à un effet de la vitesse de déformation sur l'évolution des microstructures de déformation.

IV.5. Alliage Fe-Ni

IV.5.1. Matériau modèle 30%Fe-70%Ni

Pour améliorer notre compréhension sur le comportement à chaud de l'austénite, nous avons choisi de compléter l'étude de l'acier bas carbone 0.06%C par une étude sur un acier austénitique modèle. Elle s'appuie sur des échantillons de 30%Fe-70%Ni élaborés antérieurement à nos travaux pour une étude interne d'ArcelorMittal [Réglé06]. La campagne a été détaillée au chapitre II, section II.1.1. L'ensemble de la campagne d'essai intègre des essais de compression uniaxiale, de laminage et de compression plane à très haute température du type 'channel die'.

<table>
<tr><th>ε</th><th>0,36</th><th>0,7</th><th>1,2</th><th>2,1</th><th>4,9</th></tr>
<tr><td>700°C</td><td rowspan="3">Déformé</td><td>Déformé</td><td>Déformé</td><td>Déformé</td><td>Recristallisé dynamiquement</td></tr>
<tr><td>800°C</td><td>Déformé</td><td>Partiellement recristallisé</td><td>Partiellement recristallisé</td><td>Recristallisé dynamiquement</td></tr>
<tr><td>900°C</td><td>Partiellement recristallisé</td><td>Partiellement recristallisé</td><td>Recristallisé dynamiquement</td><td>Recristallisé dynamiquement</td></tr>
</table>

Tableau IV.2: État de l'alliage Fe-70Ni après déformation à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} par compression uniaxiale allant de 700°C à 900°C, suivie d'une trempe immédiate. La taille de grains initiale est de plus de 100µm.

Les résultats de compression uniaxiale à la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} ont été synthétisés par H. Réglé dans le Tableau IV.2. Ce tableau confirme qu'il n'y a pas de recristallisation dynamique à 800°C pour l'alliage 30%Fe-70%Ni jusqu'à la déformation ε=0,7. Les micrographies optiques des microstructures déformées à 0.36, 0.7 et 1.2 sont présentées en Figure IV.31. À faible déformation (ε=0.36), les macles thermiques sont encore clairement visibles. Pour une déformation ε=0.7, il est difficile de reconnaitre la morphologie des macles. Le long de quelques joints de grains déformés commencent à apparaitre de petits grains recristallisés. Enfin pour une déformation ε=1.2, localement certaines zones sont totalement recristallisées, alors que dans d'autres, les grains sont encore dans l'état déformé. Malheureusement, ces échantillons n'ont pas pu être mis à disposition pour une étude plus approfondie par EBSD.

Les échantillons que nous avons analysés ont été laminés à 700°C avec un taux de réduction en épaisseur de 50% (ε=0,8) et une vitesse de déformation de 10s^{-1}. Le temps de maintien après déformation est inférieur à 10s. La taille de grains initiale était de 38µm pour l'échantillon noté **E7** et de 580µm pour l'échantillon **E11**.

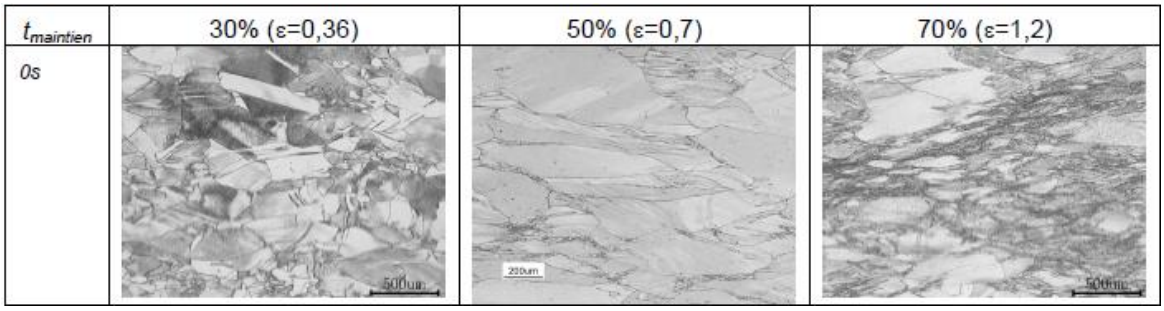


Figure IV.31 : Microstructure des échantillons Fe-Ni après compression uniaxiale sur éprouvette cylindrique de 30, 50 et 70% à 800°C. La microstructure initiale est constituée de grains grossiers (tôle à chaud 70P, T_{FL}=1100°C et refroidissement air) [Regle06]

IV.5.2. Analyse de la sous-structure de déformation de l'austénite

Différentes cartographies EBSD ont été acquises sur les échantillons E7 et E11 pour approfondir notre connaissance de la sous-structure de déformation de l'austénite et la comparer aux résultats dégagés sur l'acier CMn-1 par reconstruction.

Les cartes de référence, pour les tailles de grains de 38µm (taille proche de la taille de grain de notre alliage) et 580µm, ont respectivement été acquises avec un pas de 0.5µm sur une surface de 380*285µm² et un pas de 1µm sur une surface de 1.1*0.8mm². Elles sont présentées en Figure IV.32. La direction de laminage est selon l'axe horizontal des cartes EBSD.

Quelques soient leur taille, les grains déformés présentent de nombreuses désorientations intragranulaires, en majorité des désorientations inférieures à 15° (Figure IV.32.a). Par souci de clarté, nous avons simplifié notre code de couleur pour les désorientations : les désorientations inférieures à 15° ne sont pas tracées. Il est possible de reconnaitre des macles thermiques à leur morphologie. Par contre, les désorientations mesurées le long de ces joints de 'macle' s'écartent fortement de 60° et vont jusqu'à atteindre 45° (voir Figure IV.32.a : les joints noirs caractérisent les désorientations de 45° à 58°). Ainsi après déformation, il n'y a plus de relation de macles. Les rotations cristallines de part et d'autre du joint de macle font que leur désorientation avec la matrice n'est plus de 60°<111> strictement. Seuls les nouveaux grains recristallisés visibles dans l'encadré de la Figure IV.32.2.a contiennent des macles cohérentes.

Pour évaluer la dispersion d'orientations dans les grains, nous traçons à nouveau pour chaque grain (identifié avec un critère angulaire de 10° sur la carte EBSD), la carte de dispersion de l'OI locale par rapport à la moyenne du grain (Figure IV.32.b) et la carte du GOS, correspondant pour chaque grain à la moyenne de ces dispersions (Figure IV.32.d).

On observe des écarts élevés des GOS d'un grain à un autre : les valeurs maximales du GOS peuvent atteindre jusqu'à 25°. Il faut noter que les grains identifiés pour le calcul du GOS correspondent à des zones appartenant au même grain parent, subdivisé par les anciennes macles.

L'analyse des dispersions de l'OI moyenne par grain permet de mettre en évidence les zones de fortes désorientations. Quelque soit la taille initiale des grains austénitiques, les désorientations s'accumulent le long des joints de grains. Dans certaines zones, on observe des écarts par rapport à l'OI moyenne de 30°. Par ailleurs, ce type de carte révèle à nouveau la trace de microbandes de déformation se formant dans les grains déformés. Il est également remarquable de noter que les différentes parties d'un même grain parent, subdivisé par les anciennes macles, adoptent souvent un comportement semblable (même répartition des microbandes de part et d'autre d'une macle –Figure IV.32.2.b).

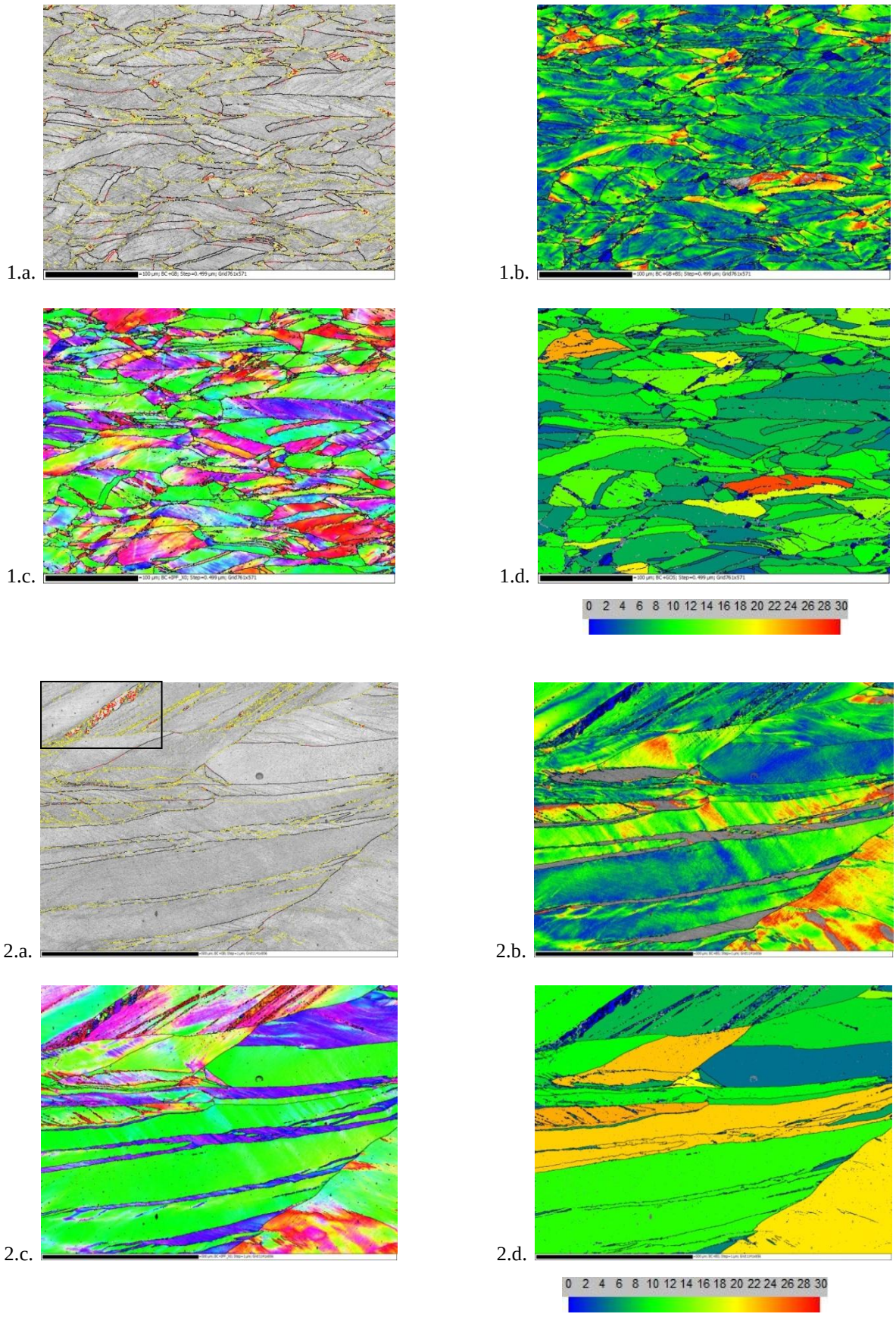


Figure IV.32 : 1) ***Échantillon E7*** *et 2)* ***Échantillon E11*** *- a) Carte des désorientations 15°<θ <45°: en jaune; 45°<θ <58° en noir; θ >58°: en rouge, b) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne, c) Carte d'orientation selon l'IPF//DL et désorientations supérieures à 15° en noir, d) Carte de GOS (les grains sont identifiés avec un critère angulaire de 10°)*

Les tendances concernant la sous-structure de déformation de l'austénite, que nous avons déduites pour la nuance CMn-1 à partir de nos reconstructions, sont effectivement observées directement sur un alliage austénitique 'modèle' déformé à chaud.

Après déformation, les macles thermiques reconstruites pour l'acier CMn-1 ne sont plus cohérentes et ne présentent même plus de désorientations de type 60°<111> selon les conditions de déformation. Morphologiquement, elles sont encore visibles pour l'état déformé à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ et $\varepsilon=0.15$ (Figure IV.15). Les désorientations s'écartent de 60° jusqu'à 50°. Pour les états déformés jusqu'à $\varepsilon=0.6$, nous n'avons pas pu les mettre en évidence. Nous supposons qu'elles n'ont pas été reconstruites, car ce sont des zones fortement désorientées favorisant la transformation de phase et générant préférentiellement une structure granulaire défavorable au recalcul. L'analyse de l'austénite résiduelle en Figure IV.8 supporte cette hypothèse.

Certains grains déformés ont des GOS très élevés. On obtient des GOS jusqu'à 15° par reconstruction et jusqu'à 25° en observation directe, pour des tailles de grains équivalentes (à noter que le mode de déformation varie aussi entre les deux observations). Il est cependant assez probable que l'on sous-estime la désorientation moyenne dans un grain lors de la reconstruction. En effet, les zones fortement désorientées aux joints de grains sont souvent peu reconstruites par la présence de structure granulaire. De façon générale, la reconstruction ne révèlera qu'une partie des désorientations parentes : celle intégralement transmise par la transformation.

De fortes désorientations (jusqu'à 30° sur le Fe-Ni) s'accumulent au niveau des joints de grains. Cela donne une image de la structure de déformation de l'austénite ayant conduit à la formation de zones granulaires. Nous avions noté qu'il était nécessaire d'ouvrir les tolérances angulaires lors de la phase d'élargissement jusqu'à $\omega_{enl}=15°$ pour intégrer une partie de ces grains. Cela devient cohérent au vue des désorientations mesurées dans la microstructure de l'alliage Fe-Ni.

Au sein des grains, des lignes de désorientations inférieures à 15° révèlent la trace de microbandes de déformation, également mises en évidence par le recalcul dans la nuance CMn-1. Dans la suite, nous faisons quelques gros plans sur des grains Fe-Ni particuliers, afin de mieux analyser les profils de désorientation dans certaines zones caractéristiques.

IV.5.2.1. Formation de microbande de déformation

Dans les grains déformés de Fe-Ni (voir un exemple Figure IV.33), nous observons de nombreuses microbandes de déformation qui se développent parallèlement à des plans {111} ayant un facteur de Schmidt élevé. Cela correspond donc à un glissement planaire parallèle au plan {111}. On distingue cependant deux types de configurations.

Dans la zone encadrée en noir, les espacements entre microbandes sont visibles et plutôt réguliers. Cette configuration conduit à un gradient de désorientation constant de 15° pour 50µm (Figure IV.33.d). Ce type de gradient a également été obtenu par recalcul pour l'acier CMn-1 après déformation à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ jusqu'à $\varepsilon=0.6$ (Figure IV.25).

L'encadré rouge pointe une zone à forte concentration de microbandes de déformation (l'espacement entre bandes n'est plus visible avec la résolution spatiale de la carte EBSD). L'épaisseur de cette zone peut atteindre 20µm, dans l'exemple présenté en Figure IV.33 elle a une largeur de 10µm. Le profil perpendiculairement à la trace des plans {111} est très différent. En effet au sein de cette zone, se développe un saut de désorientation très important : on observe des désorientations de 20°.

Ces désorientations internes sont dues à une rotation locale du cristal au sein de la microbande pour accommoder le cisaillement imposé par la déformation du grain. Cette rotation est visible sur les figures de pôles (Figure IV.33.c). Ce type de gradient a également été obtenu par recalcul pour l'acier CMn-1 après déformation à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ jusqu'à ε=0.6 (Figure IV.26). Des marches de 20° sont visibles lors de la traversée de microbandes épaisses.

En étudiant la structure de déformation à chaud par compression plane d'un acier 304SS et 30%Fe-70%Ni, Taylor et coll. avait montré une dépendance des sous-structures de déformation en fonction de l'orientation du grain déformé [Taylor11]. Deux types de sous-structures se forment en fonction de l'orientation Cube ou non-Cube du grain (Chapitre I, Figure I.30). Pour une orientation non-Cube, ils mettent en évidence de fines microbandes que nous mettons également en évidence avec le recalcul, mais pour des grains orientés <110>//AC. Pour une orientation Cube, le grain se fragmente en sous-grains équiaxes. Cette configuration est rarement observée dans notre étude.

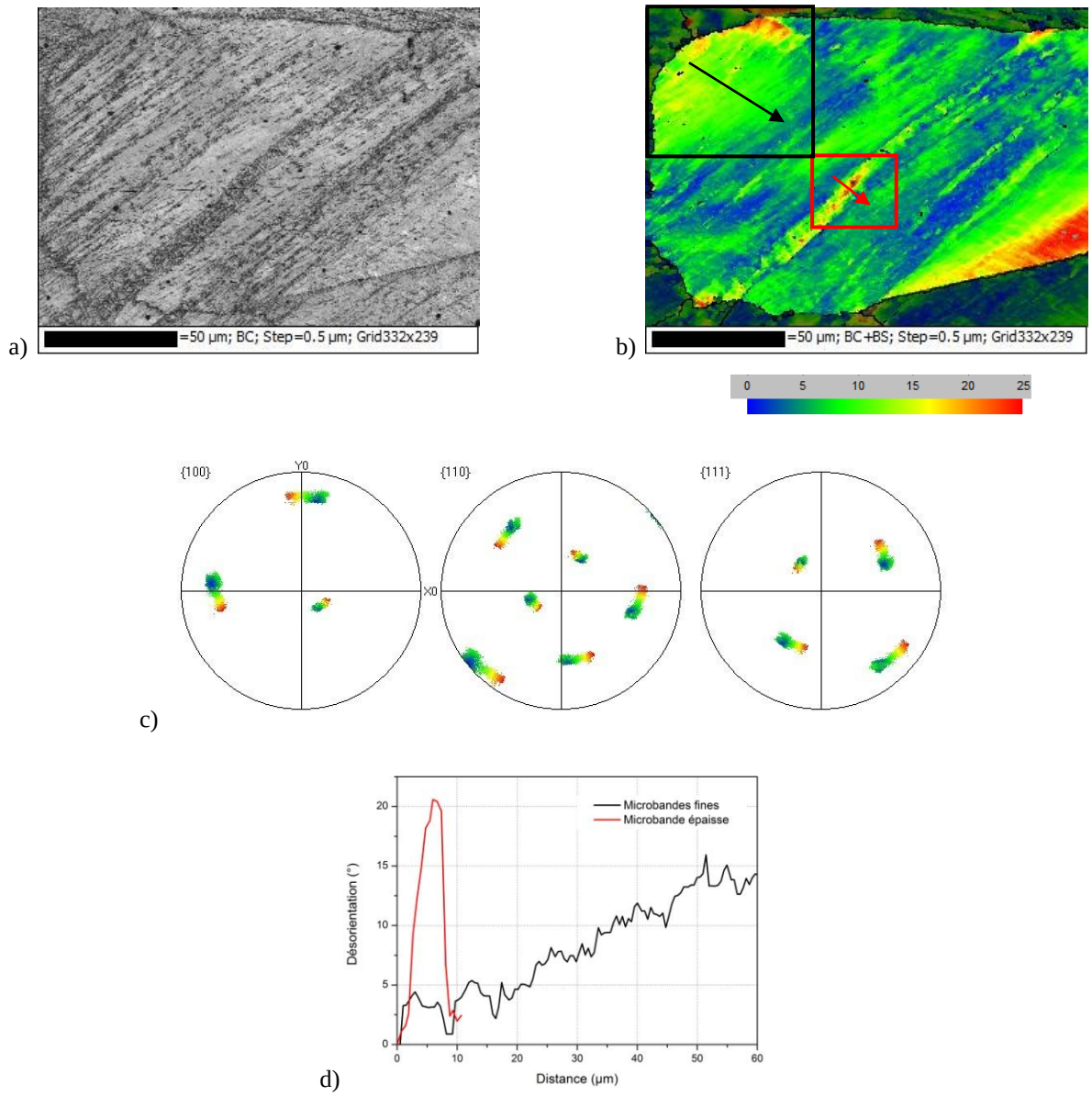


Figure IV.33 : ***Échantillon E11*** *a) Cartographie en contraste de bande, b) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (ϕ_1=43.66, ϕ=21.34, ϕ_2= 36.86), c) Figures de pôles d'une bande de cisaillement avec X0=DL (encadré rouge), d) Profils de désorientation le long des flèches rouge et noire*

Certains grains développent deux systèmes de glissement (Figure IV.34). **L'intersection de bandes de glissement** accélère la formation de ces microzones fortement désorientées. Au niveau de ces intersections, la mesure d'orientation par EBSD est difficile. Un pas d'acquisition de 70nm a pourtant été utilisé pour la cartographie de la Figure IV.34. La surface cartographiée est de 76*57µm². Cette configuration doit exister dans l'acier CMn-1 déformé (voir Figure IV.30 – grain A). Elle est cependant rarement mise en évidence, peut être du fait du peu de grains analysés ou du fait d'une limitation du recalcul.

L'intersection d'une ancienne macle thermique et de microbandes de cisaillement est également possible (Figure IV.35). Dans le plan d'observation, le cisaillement de la macle conduit à la formation d'une marche sur ses joints, ici d'une hauteur de 3 µm. Les désorientations, à l'intersection de la bande de cisaillement et de la macle, sont très élevées. Elles sont de l'ordre de 20 à 30°. Ce type de configuration est détectable par MERENGUE 2 (encadré noir Figure IV.15.2).

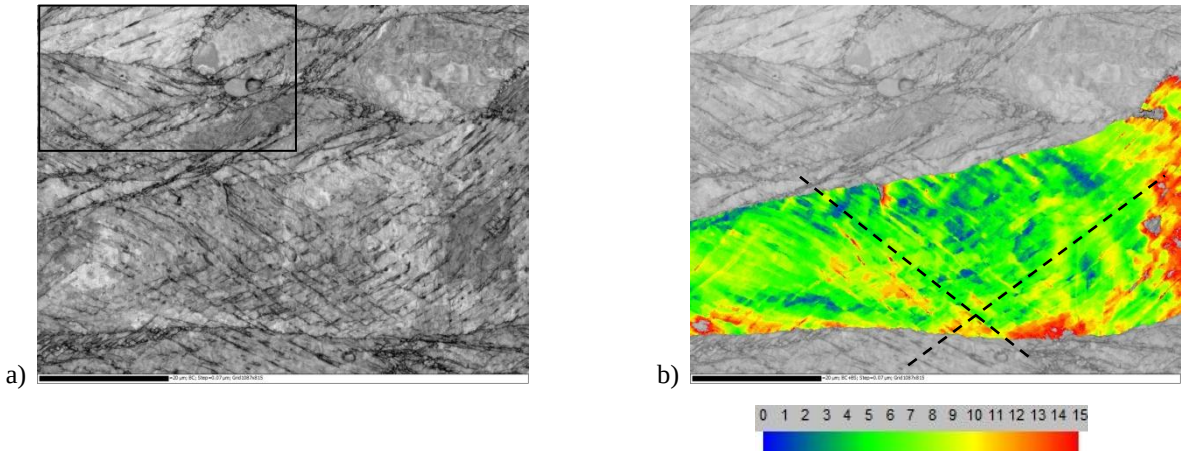


Figure IV.34 : ***Échantillon E7*** *a) Contraste de bande, b) Carte des désorientations intragranulaires par rapport à l'OI moyenne du grain (ϕ_1=354.7, ϕ=40.3, ϕ_2=104.4) – l'ensemble des pixels non indexés ont été extrapolés*

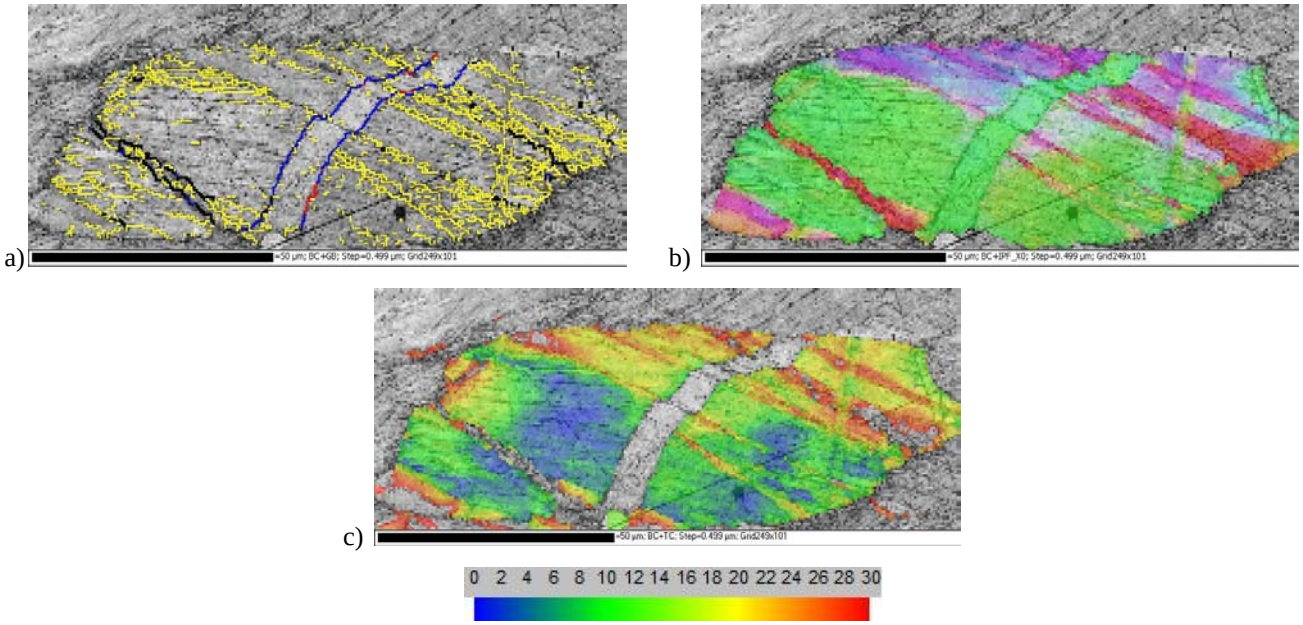


Figure IV.35 : ***Échantillon E7*** *a) Carte des désorientations supérieures à 5°, b) Cartographie d'orientation selon l'IPF//DL et c) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (ϕ_1=152.8, ϕ=8.1, ϕ_2=64.2)*

Dans l'alliage Fe-Ni, ces microbandes de déformation deviennent des s**ites potentiels de germination** lors de la recristallisation de l'austénite. Il est cependant plus aisé de les mettre en évidence dans le cas d'une taille de grains élevée. Les microbandes s'accumulent alors jusqu'à former des bandes d'une largeur allant jusqu'à 40µm. Dans ces bandes se forment des grains recristallisés maclés (Figure IV.36.2.a). Les grains recristallisés dans l'échantillon E7 (taille de grains de 38µm, hors microbande) présentent également des macles vérifiant rigoureusement la relation 60°<111> (Figure IV.36.1.a). Les grains recristallisés ont une taille inférieure à 10µm pour l'échantillon E7 et en moyenne de 15µm pour l'échantillon E11. Ces grains ont des orientations aléatoires par rapport aux grains austénitiques dans lesquels ils se forment (Figure IV.36.b). Cela conduit à une texture de recristallisation peu marquée ne présentant plus les composantes de déformation.

Ce type de grains recristallisés n'a pas été obtenu par recalcul sur l'état déformé jusqu'à ε=0.6 à la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$=10s^{-1}. Au cours du chapitre III, nous avions mis en évidence que la réduction de la taille de grains austénitiques réduisait la trempabilité de l'acier : même lors d'une trempe à 80°C/s, les grains austénitiques de petites tailles se transforment en ferrite polygonale. On peut donc s'interroger sur la présence de petits grains γ recristallisés avant transformation, qui auraient favorisé la formation des structures granulaires. Cette hypothèse ne peut pas être définitivement exclue. Cependant deux observations ne confirment pas cette hypothèse :

(1) l'orientation de structure granulaire est souvent compatible, certes à une tolérance angulaire élevée, avec l'orientation austénitique au cœur du grain,

(2) l'austénite résiduelle mesurée dans les zones granulaires est en moyenne proche de l'orientation de l'austénite recalculée au cœur du grain.

Par conséquent, la structure α granulaire observée pour la nuance CMn-1 ne peut pas être héritée de grains γ désorientés aléatoirement. Elle se forme plutôt à partir des zones de fortes localisations de la déformation, présentant des désorientations importantes (section IV.5.2.2).

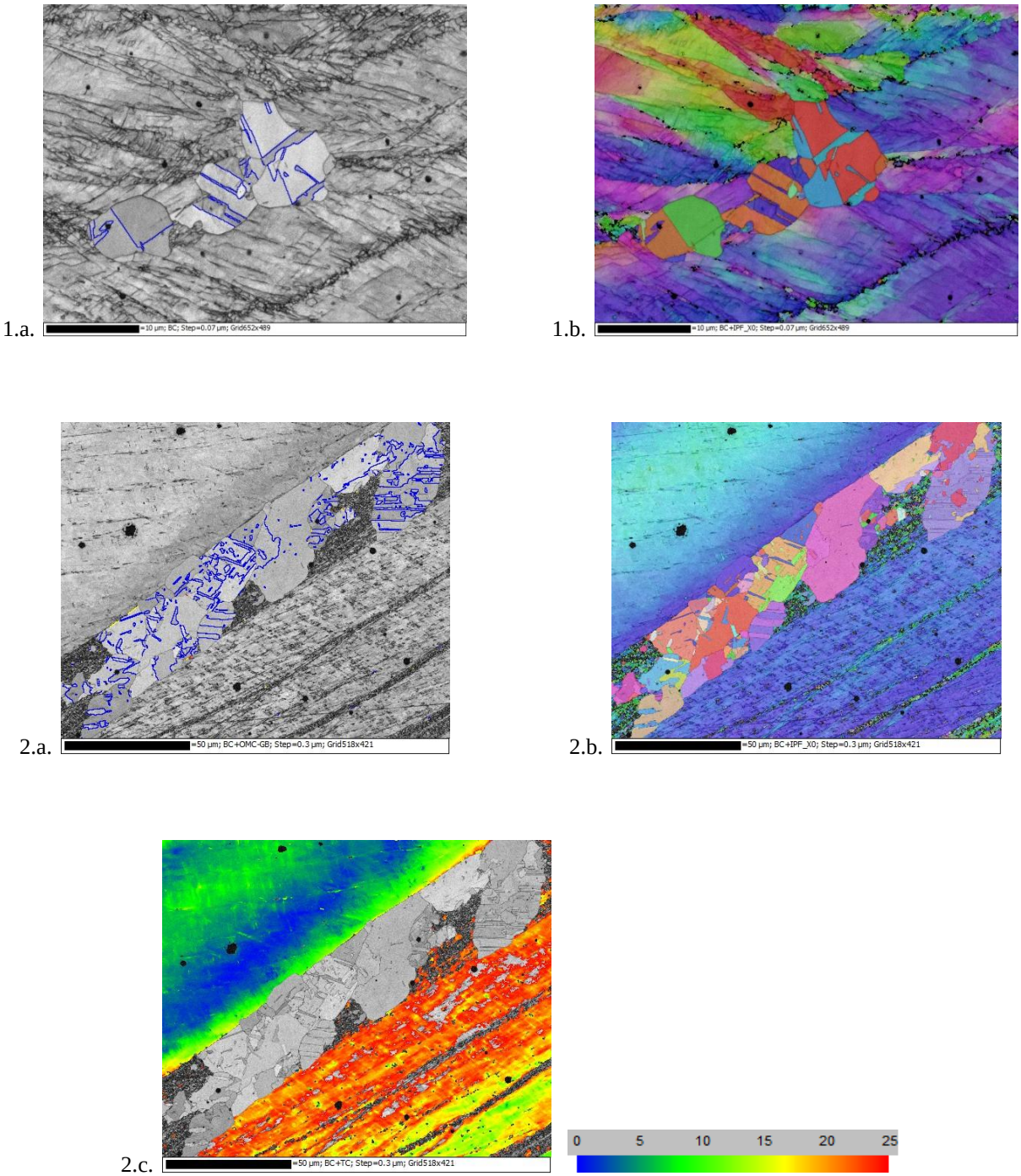


Figure IV.36 : 1) ***Échantillon E7*** *et 2)* ***Échantillon E11*** *a) Carte de répartition des désorientations de 60° selon un axe <111> en bleu dans les grains recristallisés, b) Carte d'orientation selon l'IPF//DL. 2.c. Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (ϕ_1=62.5, ϕ=24.7, ϕ_2= 74.7)*

IV.5.2.2. Localisation de la déformation aux joints de grains

Des désorientations importantes se développent également aux niveaux des joints de grains. Il s'agit principalement de désorientations supérieures à 45° (Figure IV.32.1.a). Pour l'acier CMn-1, les désorientations entre les grains reconstruits sont comprises entre 20 et 58°. Le long de ces joints de grains fortement désorientés germent des structures granulaires de petites tailles (3µm) qui limitent l'accès à l'information cristallographique.

Pour l'alliage Fe-Ni, ces joints de grains fortement désorientés sont des sites privilégiés pour la germination de grains recristallisés. En effet, il est possible d'observer des sous-structures équiaxes au niveau du joint de grain déformé de l'ordre du micromètre. Elles sont plus présentes dans le cas d'une petite taille de grains austénitique initiale, illustrées ici sur l'échantillon E7 (Figure IV.37.1). Le réseau de faibles désorientations au voisinage du joint se désoriente progressivement pour former de nouveaux grains désorientés de 20° par rapport à leur voisinage. La réduction de la taille de grains austénitiques favorisant la formation de ferrite, nous pouvons supposer que cette sous-structure développée le long du joint de grain austénitique est à l'origine des structures granulaires décorant les anciens joints de grains austénitiques dans la microstructure héritée de l'acier CMn-1.

La formation de nouveaux germes fortement désorientés avec le reste de son environnement est également possible à partir de ces sous-structures (Figure IV.37.1.b). Le second exemple met en évidence un grain recristallisé de 5µm à l'interface d'un joint de grain et d'une ancienne macle thermique (Figure IV.37.2.b).

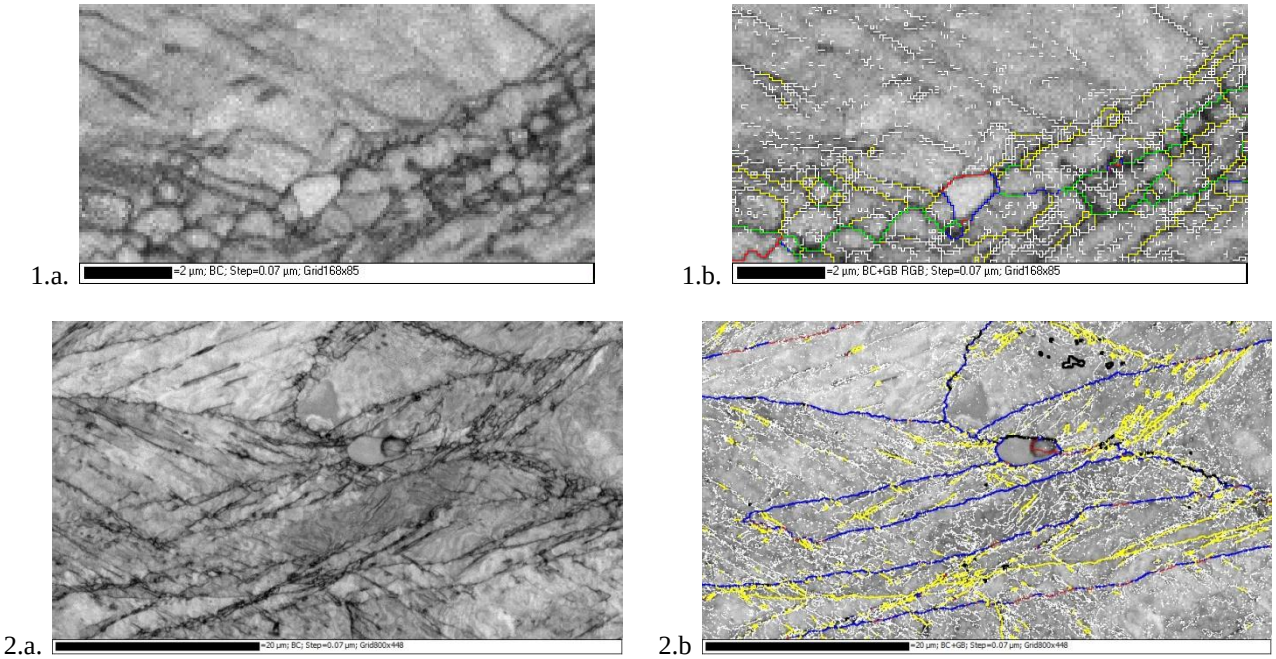


Figure IV.37 : ***Échantillon E7*** *Formation de sous-structures au niveau des joints de grains déformés a) Cartographie du contraste de bande, b) Carte des désorientations superposées au contraste de bande*

IV.6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à la reconstruction de la microstructure et de la microtexture de la phase parente γ déformée à 800°C à partir des données issues de la phase α héritée, pour la nuance CMn-1.

Le comportement rhéologique de l'austénite a été déterminé en réalisant des essais de compression à chaud à plusieurs vitesses de déformation. Ces essais montrent des comportements rhéologiques différents en fonction de la vitesse de déformation. En particulier, nous avons observé un phénomène d'adoucissement pour la seule vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}=0{,}1s^{-1}$ à partir d'une déformation ε=0,3. Les analyses successives présentées dans ce chapitre ont permis de confirmer que, dans ces conditions de déformation, l'austénite recristallise dynamiquement.

Les microstructures/microtextures α héritées par trempe, utilisées pour reconstruire les microstructures austénitiques ont tout d'abord été caractérisées. Dans ce chapitre, elles sont uniquement analysées en vue d'obtenir des informations sur l'austénite déformée avant transformation de phase et pour préciser les difficultés à reconstruire les microtextures parentes. Parmi les principaux résultats, nous avons mis en évidence que :

- L'augmentation du taux ou de la vitesse de déformation favorise la formation d'une structure α granulaire dont la taille est de l'ordre de quelques micromètres le long des anciens joints de grains austénitiques. Cette structure granulaire apparait aux dépens de la formation d'une microstructure martensitique. On note que la fraction de grains équiaxes augmente avec la déformation et la vitesse de déformation.
- Ces grains de petite taille présentent des désorientations angulaires aléatoires avec leur voisinage, avec une proportion importante de désorientations comprises entre 20° et 45°. Ce type de zone n'est pas favorable à la reconstruction.
- La texture de transformation α se renforce avec l'augmentation de la déformation à vitesse de déformation imposée ($\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$) autour d'une composante de fibre majoritaire <111>//AC, et de composantes minoritaires <100>//AC et <211>//AC.

Ces observations permettent de dégager les informations suivantes sur l'état métallurgique de l'austénite déformée à chaud :

- L'augmentation du taux ou de la vitesse de déformation conduit à un allongement des grains austénitiques perpendiculairement à l'axe de compression.
- L'austénite développe une fibre majoritaire <110>//AC ainsi qu'une fibre <225>//AC de plus faible intensité pour les fortes déformations. Ces résultats sont confirmés par une modélisation de la texture parente à partir du code LSTaylor prenant en compte les systèmes de glissement $\{111\}[1\bar{1}0]$

Malgré les difficultés rencontrées dans les zones granulaires et la forte dispersion des orientations héritées dans un grain parent, les récents développements de MERENGUE 2 (ALGRID, recherche de la RO optimale) couplés à des analyses cristallographiques plus poussées permettent de suivre l'évolution de la microtexture austénitique de manière fiable.

Les zones granulaires restent cependant problématiques à reconstruire. Grâce à la détection de l'austénite résiduelle dans ces zones, nous avons montré que les zones granulaires se développent majoritairement en RO avec l'austénite détectée dans son voisinage proche. On ne soupçonne pas de nouvelles orientations issues de grains γ recristallisés. Par conséquent, nous avons augmenté les tolérances angulaires durant la phase d'élargissement de la reconstruction pour intégrer les zones granulaires, et mieux restituer les désorientations qui se développent au niveau des joints de grains austénitiques.

S'appuyant sur ces outils de reconstruction, plusieurs caractéristiques de la microstructure et de la microtexture de la phase parente déformée à chaud ont été obtenues en fonction de la vitesse de déformation et du taux de déformation.

Selon que les grains de la phase parente appartiennent ou non à la fibre majoritaire <110>//AC, les grains auront tendance à se déformer de façon différente induisant ainsi une forte hétérogénéité dans la microstructure. Nous avons ainsi mis en évidence deux types de sous-structures, caractéristiques de la déformation :

- une structure déformée de façon homogène lorsque les grains appartiennent à la fibre majoritaire <110>//AC. De fortes désorientations (jusqu'à 20° par rapport à l'orientation moyenne du grain) se localisent tout de même au voisinage des joints de grains, où la microstructure héritée est souvent de type granulaire.
- la formation de zones à fortes densités de microbandes de déformation, zones présentant des sauts de désorientation de plus de 20° avec leur environnement, pour les grains hors de la fibre majoritaire.

Nous avons également noté que les macles thermiques sont encore visibles pour une déformation de 0.15 mais la relation de macle 60°<111> n'est plus respectée sous l'effet de la déformation plastique imposée. Par contre, ses ex-macles thermiques sont peu restituées par recalcul aux fortes déformations. Il est possible qu'elles se transforment préférentiellement en structure granulaire.

À la vitesse de déformation de $0.1s^{-1}$, par la comparaison des variants hérités théoriques avec ceux mesurés, nous avons validé la présence de grains d'austénite recristallisés de l'ordre de 20µm. Par ailleurs, le facteur de forme des grains d'austénite est en moyenne beaucoup plus faible. Cela nous permet de confirmer la recristallisation dynamique au cours de l'essai de compression à chaud.

Une analyse sur l'alliage modèle 30%Fe-70%Ni nous confirme que les structures de déformation reconstruites par MERENGUE 2 sont bien présentes lors de la déformation à chaud de matériaux de type CFC à faible EFE.

IV.7. Références

Hurley P.J., Hodgson P.D., Muddle B.C., "A Study of Deformation Substructures in Austenite using a model Ni-30 wt.% Fe Alloy", *Scripta Materialia* (2001) 45 pp 25-32

Gong W., Tomota Y., Adachi Y., Paradowska A.M., Kelleher J.F., Zhang S.Y., "Effects of ausforming temperature on bainite transformation, microstructure and variant selection in nanobainite steel", *Acta Materialia* (2013) 61 pp 4142-4154

Mesplont C., De Cooman B.C., "Effect of Austenite Deformation on Crystallographic Texture During Transformations in Microalloyed Bainitic Steel", *Materials Science and Technology* (2003) 19 pp 875-886

Miyamoto G., Iwata N., Takayama N., Furuhara T., "Quantitative Analysis of Variant Selection in Ausformed Lath Martensite", *Acta Materialia,* (2012) 60 pp 1139-1148

Réglé H., "Texture de deformation, de recristallisation et de transformation de phase dans l'acier Fe-0,6%C et l'alliage FeNi", Rapport interne à ArcelorMittal 2006

Taylor A.S., Cizek P., Hodgson P.D., "Comparison of 304 stainless steel and Ni–30% Fe as potential model alloys to study the behaviour of austenite during thermomechanical processing", *Acta Materialia* (2011) 59 pp 5832–5844

Toth L.S., 'LSTAYLOR' – Rate sensitive Taylor software, Janvier 1994

Wittridge N.J., Jonas J.J., Root J.H., "A Dislocation-Based Model for Variant Selection During the γ-to-α' Transformation", *Metallurgical and Materials Transactions A,* (2001) 32 pp 889–901

Chapitre V : Effet de la déformation de l'austénite sur les microstructures de transformation de phase

V.1. Analyse des états trempés après compression à chaud de l'austénite 188

V.1.1. Évolution de la microstructure suite à la déformation de l'austénite 188

V.1.2. Analyse de la texture de transformation 191

V.2. Analyse des différents produits de transformation en lien avec la sous-structure de déformation austénitique 193

V.2.1. Produits de transformation dans les grains γ <110>//AC 193

V.2.2. Produits de transformation dans les grains γ à fortes densités de microbandes de déformation 199

V.2.3. Structure granulaire et sous-structure de déformation aux joints γ/γ 203

V.3. Effet de la déformation de l'austénite sur la transformation bainitique 206

V.3.1. Cycle thermique et cinétique de transformation 206

V.3.2. Évolution de la microstructure avec le taux de déformation de l'austénite 209

V.3.3. Évolution de la microtexture avec le taux de déformation de l'austénite 212

V.4. Conclusion 216

V.5. Références 217

Chapitre V : Effet de la déformation de l'austénite sur les microstructures de transformation de phase

Ce chapitre traite de l'effet de la déformation par compression à 800°C de l'austénite sur les microstructures et microtextures héritées à température ambiante. Deux types de refroidissement, déjà décrits au chapitre II, ont été réalisés directement après la compression à chaud :

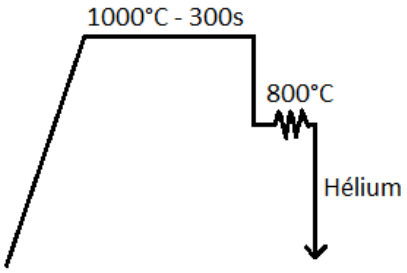
- un refroidissement par trempe, qui a conduit aux états métallurgiques déjà présentés au chapitre IV, pour évaluer la sous-structure de déformation de l'austénite en fonction des conditions de déformation,

- un refroidissement par trempe jusqu'à 525°C pour réaliser un maintien bainitique isotherme de 5 minutes à cette température. Comme cette campagne de compression a été réalisée sur des éprouvettes adaptées au suivi dilatométrique, le signal dilatométrique enregistré lors du maintien isotherme permet de suivre la cinétique de transformation bainitique.

Pour chaque type de refroidissement, nous caractérisons en détail l'évolution des microstructures et microtextures héritées en fonction des conditions de déformation de l'austénite. Pour interpréter les évolutions observées, nous nous appuyons sur la texture et la microtexture de déformation de l'austénite que nous avons évaluées au chapitre IV à l'aide des méthodes de reconstruction.

V.1. Analyse des états trempés après compression à chaud de l'austénite

Les différentes conditions de déformation par compression de l'austénite, réalisées dans le simulateur thermomécanique GLEEBLE 3500, sont rappelées dans le Tableau V.1.



N°	1	2	3
Vitesse de déformation (s^{-1})	0,1	10	10
Déformation maximale	0,6	0,6	0,15

Tableau V.1 : Récapitulatif des conditions de déformation appliquées lors des essais de compression à chaud se concluant par une trempe à l'hélium (80°C/s)

V.1.1. Évolution de la microstructure suite à la déformation de l'austénite

La déformation par compression de l'austénite suivie d'une trempe conduit aux microstructures héritées rappelées en Figure V.1 pour les microscopies optiques et en Figure V.2 pour les cartographies EBSD. Les cartographies EBSD correspondent aux cartes de référence étudiées dans le Chapitre IV.

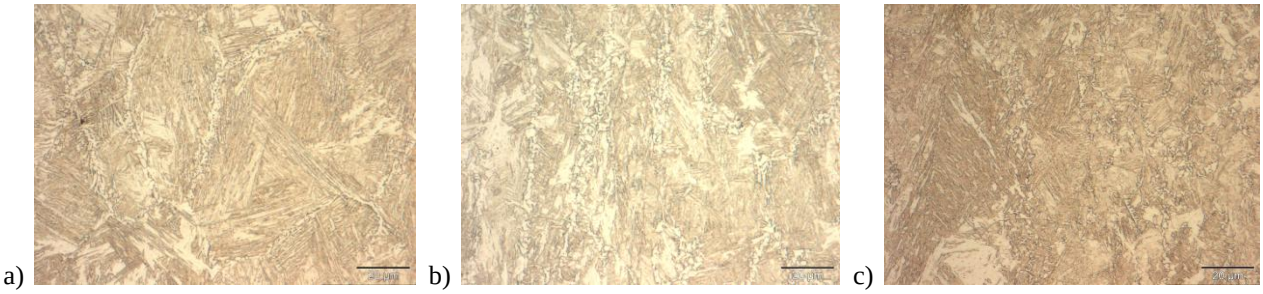


Figure V.1 : Micrographies optiques après attaque Nital 3% de la microstructure α après déformation à la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et une déformation maximale de a) ε=0.15 et b) ε=0.6, ainsi que c) $\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1} et ε=0.6

Quelques soient les conditions de déformation suivies d'une trempe, la microstructure α héritée est très complexe (décrite au Chapitre IV, section IV.2). On peut distinguer trois types de structure qui se forment dans cet ordre lors de la trempe :

- des petits grains de 2-3µm, qui germent principalement aux niveaux des joints de grains austénitiques et probablement également au niveau des anciennes macles thermiques déformées pour les états fortement déformés à la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} (comme discuté au chapitre IV, section IV.2.1). Lorsque le taux de déformation augmente de ε=0.15% à 0,6% pour une même vitesse de déformation de 10s^{-1}, le taux de structure granulaire passe de 5 à 30%.

- des lattes bainitiques plus grossières (>2µm) qui se développent le long d'un joint de grain austénitique (déjà observées suite à un traitement thermique) ou vers le cœur du grain à partir d'un grain équiaxe (Chapitre IV, Figure IV.8)

- des lattes martensitiques plus fines (<1µm) qui se développent principalement au cœur des ex-grains austénitiques (Chapitre IV, Figure IV.5). Leur fraction surfacique décroit avec l'augmentation de la déformation et la vitesse de déformation.

Cette évolution de microstructure avec la déformation de l'austénite influence la microdureté finale : elle diminue de 345HV à 310HV (Tableau V.2).

Malheureusement le montage utilisé lors de ces essais, associé à une vitesse élevée de refroidissement, ne permet pas de suivre dans ces conditions la cinétique de transformation durant le refroidissement. Pour ces traitements, il ne nous est donc pas possible de déterminer les différentes températures de formation de ces structures. Les essais réalisés dans le dilatomètre sans déformation au Chapitre III montrent que la température de début de première transformation est estimée à 555°C suite à une trempe. La microstructure sans déformation est majoritairement martensitique avec présence de bainite (sous forme de paquets de lattes faiblement désorientées). Cela donne une image de la microstructure obtenue sans déformation (de légères différences sont cependant possibles entre les essais dans le dilatomètre et dans le simulateur Gleeble du fait des différences de géométrie d'échantillon et de dispositifs de refroidissement).

L'évolution de microstructure avec le taux de déformation est aussi traduite par l'histogramme des désorientations angulaires pour nos cartes de référence présenté en Figure V.3. Avec l'augmentation du taux de déformation, les désorientations comprises entre 20° et 45° augmentent légèrement alors que les désorientations autour de 60° diminuent. Cette évolution est liée à l'augmentation du taux de microstructure granulaire au niveau des ex-grains parents et à une faible augmentation de lattes grossières faiblement désorientées au détriment des lattes fines désorientées de 60°<655>.

L'analyse des axes de désorientations réalisée précédemment sur la campagne de traitements thermiques (et synthétisée dans le Tableau III.7 de la conclusion) a également été réalisée sur les états hérités après déformation. Les axes aux désorientations de 8-12° sont beaucoup plus dispersés que dans le cas des traitements thermiques. Par contre, les axes aux désorientations de 58-62° traduisent les caractéristiques déjà observées pour une microstructure bainito-martensitique. En effet, les axes s'étalent de la position <665> vers <111>.

Pour ces microstructures mixtes héritées après déformation, nous avons déterminé à l'aide de MERENGUE 2 des relations d'orientations comprises entre celles de la martensite et de la bainite issues de grains non déformés (Chapitre IV, Figure IV.14). La RO s'éloigne d'autant plus de GT pour tendre vers la RO d'une bainite que le taux de déformation augmente.

Vitesse de déformation (s^{-1})	10		0.1
Déformation maximale	0,15	0,6	0,6
Taux de microstructure granulaire (%)	5	30	3
Microdureté (HV 0.5)	345	310	345

Tableau V.2 : Évolution du taux de microstructure granulaire et de la microdureté en fonction des conditions de déformation

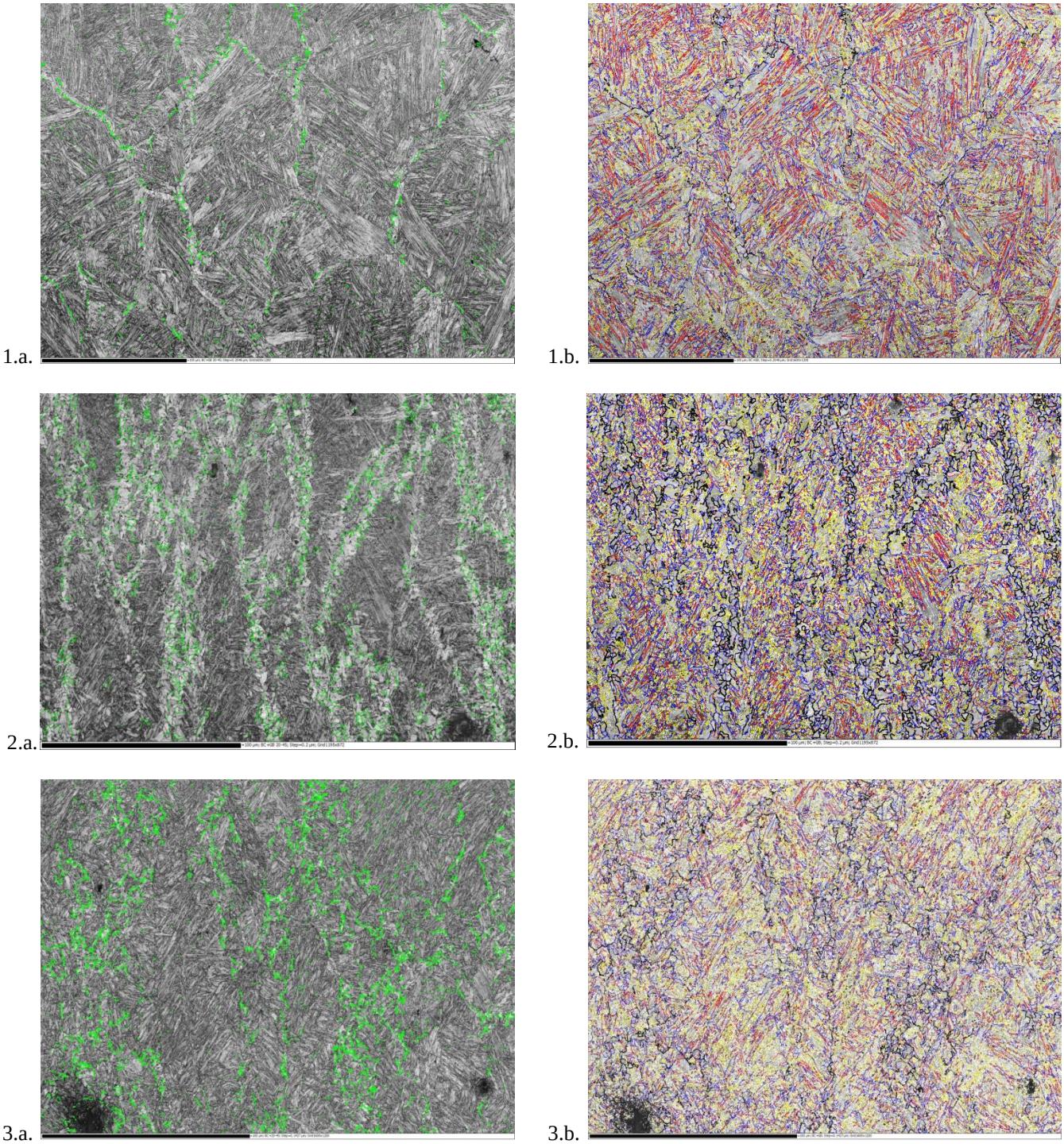


Figure V.2 : Cartographies EBSD des microstructures héritées après déformation suivie d'une trempe à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} 1) ε=0.15 et 2) ε=0.6, 3) $\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1} ε=0.6. a. Cartes des désorientations angulaires comprises entre 20° et 45° en vert superposée au contraste de bande, b. Cartes des désorientations angulaires selon le code couleur suivant

1° - 5°	5° - 20°	20° - 45°	45° - 58°	58° - 60°

La réduction de la vitesse de déformation de $10s^{-1}$ à $0.1s^{-1}$ modifie significativement la microstructure austénitique. Cela se répercute au niveau de la microstructure héritée : la fraction surfacique de structure granulaire diminue significativement avec la vitesse de déformation. Elle passe de 30% à 3%, lorsque la vitesse de déformation varie de $10s^{-1}$ à $0.1s^{-1}$. Cette diminution du taux de structure granulaire s'accompagne d'une augmentation de la microdureté : elle passe de 310HV à 345HV. Comme pour $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$, l'histogramme des désorientations présente un pic majoritaire aux faibles désorientations et un pic minoritaire aux fortes désorientations.

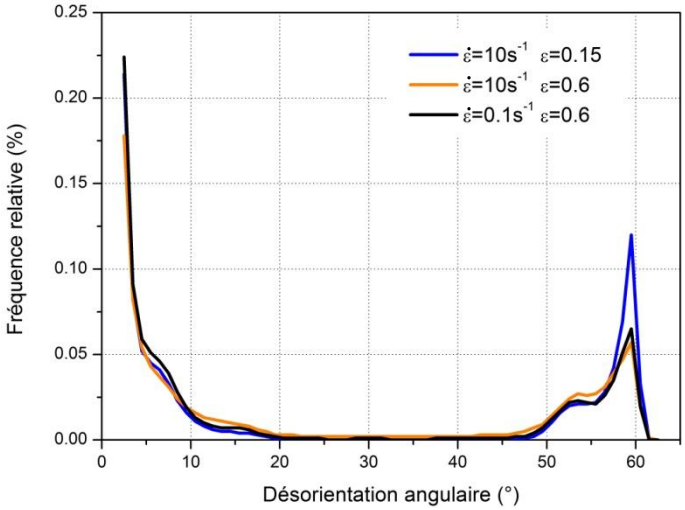


Figure V.3 : Histogrammes des désorientations angulaires des états de référence obtenus à partir des cartes présentées en Figure V.2

V.1.2. Analyse de la texture de transformation

Les textures de la phase α, déterminées par diffraction des rayons X, ont été présentées sous forme de figures de pôles au Chapitre IV (Figure IV.9), pour les différentes conditions de déformation. Même si les textures α restent globalement peu marquées, elles développent tout de même des fibres particulières autour de l'axe de compression (AC) avec l'augmentation de la déformation.

La texture obtenue pour l'état déformé à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ $\varepsilon=0.6$ est finalement représentée sous forme de figure de pôles inverse par rapport à AC après avoir été symétrisée (Figure V.4.a). La texture se renforce progressivement autour de la composante de fibre <111>//AC avec une extension vers la position <112>. Une faible fraction de la phase α concentre également ses axes autour de <100>//AC.

Pour interpréter la genèse de ces composantes de fibre, il est essentiel d'avoir une image de la texture parente. Grâce à la méthode de reconstruction (Chapitre II, section II.2.3.2), nous avons pu calculer la texture parente pour la condition de déformation $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ $\varepsilon=0.6$ (rappelée Figure V.4.b). Le résultat du calcul montre que l'austénite développe une fibre majoritaire <110>//AC avec une extension vers la position <102> et une composante minoritaire <225>.

La connaissance de la texture parente permet de simuler les textures héritées, dans un premier temps sans sélection de variants, comme donnée Figure V.4.c. Cette simulation reproduit parfaitement les différentes composantes de la texture expérimentale, avec toutefois une composante <100> plus marquée. Les différences d'intensité de certaines composantes de texture sont relativement faibles. Par conséquent, à l'échelle de la texture globale, ce résultat montre qu'il n'y a pas de sélection de variants importante lors de la transformation de phase.

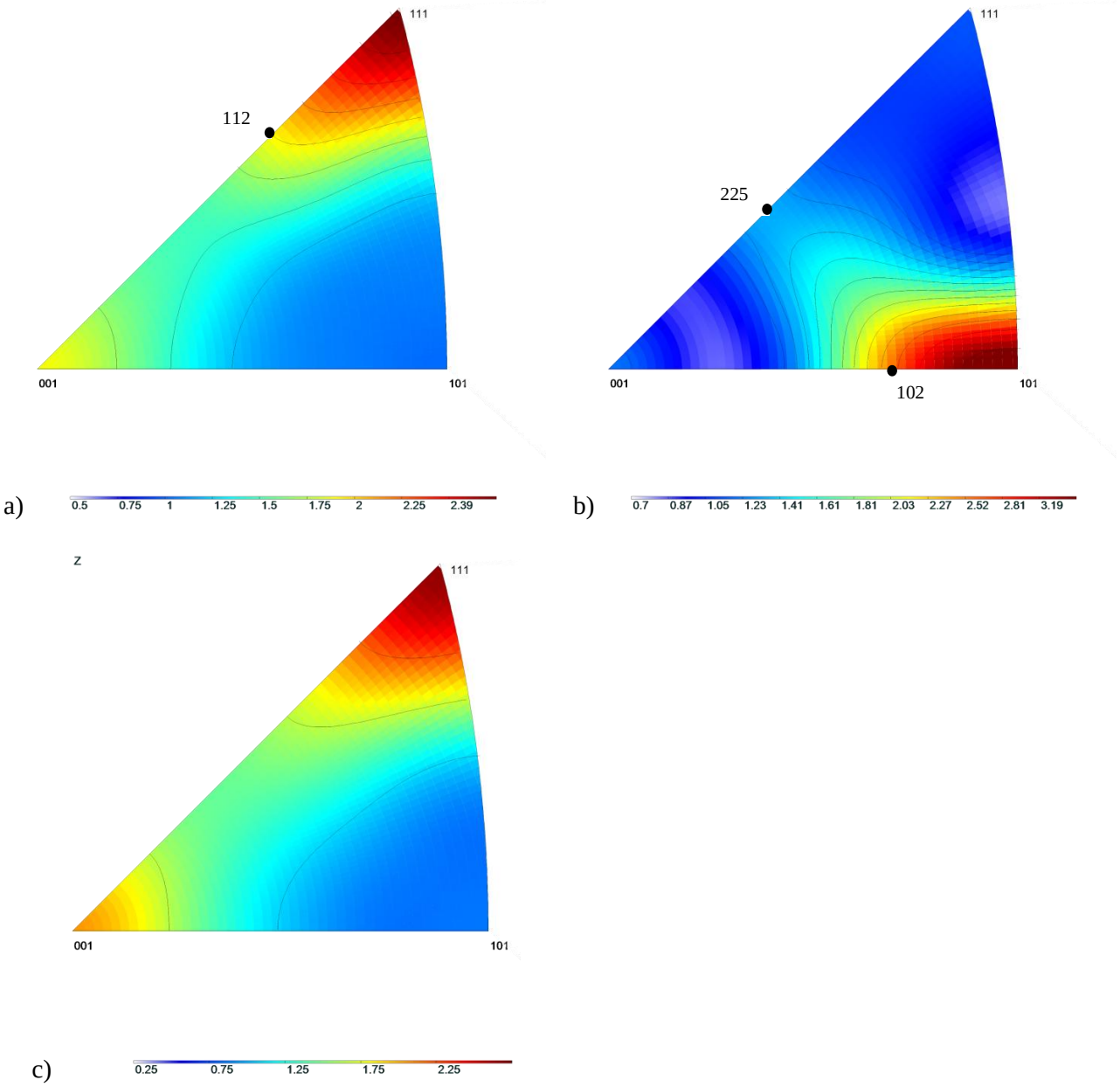


Figure V.4 : Textures représentées sous la forme d'une figure de pôles inverse parallèle à AC a) de la phase α symétrisée par rapport à l'axe de compression, b) de la phase parente γ calculée de l'échantillon déformé jusqu'à ε=0,6 et avec une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1}, c) de la phase α simulée sans sélection de variants à partir de la texture austénitique calculée en b)

Par la suite, nous distinguerons les orientations héritées par les différentes composantes de texture de la phase parente. En effet, au Chapitre IV, nous avons montré que les grains γ développent deux types de sous-structures en fonction de leur appartenance à la fibre <110>//AC ou non. Notre objectif est donc d'étudier comment cette différence se traduit lors de la transformation de phase.

Par ailleurs, nous synthétisons également les données obtenues sur le développement de la structure granulaire au voisinage des joints de grains austénitiques. Rappelons que nous avons montré dans le chapitre IV, que ces grains avaient les mêmes composantes de texture que la structure en latte, mais avec plus de dispersions. Comme leur fraction surfacique augmente avec la déformation, ils contribuent à réduire l'intensité de la texture globale.

V.2. Analyse des différents produits de transformation en lien avec la sous-structure de déformation austénitique

V.2.1. Produits de transformation dans les grains γ <110>//AC

Nous avons montré au Chapitre IV qu'en moyenne, les grains austénitiques appartenant à la composante majoritaire de compression à chaud <110>//AC se déforment de façon homogène. Des traces de plans de glissement {111} semblent visibles dans les cartes reconstruites (Chapitre IV, Figure IV.22). Elles sont forcément mieux visibles sur les cartes de l'alliage modèle déformé par laminage (Chapitre IV, Figure IV.34). Un système est majoritairement activé, mais en fonction de l'orientation des grains γ, un système secondaire peut également être actif. Dans les grains γ de la fibre <110>//AC, les traces de plan de glissement sont visibles dans tout le volume du grain avec des espacements à intervalle régulier (dans la limite de la résolution des cartes EBSD et de la reconstruction).

Pour approfondir la microtexture de transformation dans ces grains, les grains γ appartenant à cette fibre ont été isolés sur la carte de référence reconstruite de l'état déformé à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ $\varepsilon=0.6$, tout comme les orientations héritées correspondantes sur la carte EBSD (voir Figure V.5.a et b). Les cartes EBSD α et γ sont tracées avec le code de couleur de l'IPF//AC. Les grains γ de la fibre <110>//AC apparaissent donc vert, les grains α appartenant aux fibres <111> et <100>//AC sont respectivement en bleu et en rouge. Ceux qui s'écartent de $<111>_\alpha$ vers la position $<112>_\alpha$ sont dans des tons violets.

Par ailleurs, nous avons calculé les textures partielles des grains γ et simulé la texture α héritée sans sélection de variants (Figure V.5.e) pour la comparer à la texture α expérimentale déduite des orientations mesurées dans ces grains (Figure V.5.d). La comparaison de ces textures partielles α expérimentale et simulée montrent des différences plus marquées que les textures globales (Figure V.4). En effet, expérimentalement, on renforce les pôles qui s'étalent vers la position $<112>_\alpha$ et on attenue la fibre <100>//AC. Cela traduit un mécanisme de sélection de variants.

Pour approfondir ce mécanisme, nous avons considéré différents grains γ et analysé les produits de transformation au sein de ces grains, comme détaillé sur les Figure V.6 et V.7. Il s'agit de grains <110>//AC sélectionnés respectivement après une vitesse de déformation de $10s^{-1}$ et $0.1s^{-1}$. Il apparait clairement qu'une majorité de lattes, d'abord grossières, se propagent à partir des joints de grains austénitiques et progressent ensuite vers le cœur du grain en se ramifiant pour former des lattes plus fines, désorientées de 60°. Par ailleurs il est intéressant de noter que ces lattes progressent parallèlement à la trace des plans $\{111\}_\gamma$ de facteurs de Schmid élevés. Les textures partielles données sous formes de figures de pôles inverses confirment que l'on renforce les composantes α qui s'écartent du pôle $<111>_\alpha$ vers le pole $<112>_\alpha$.

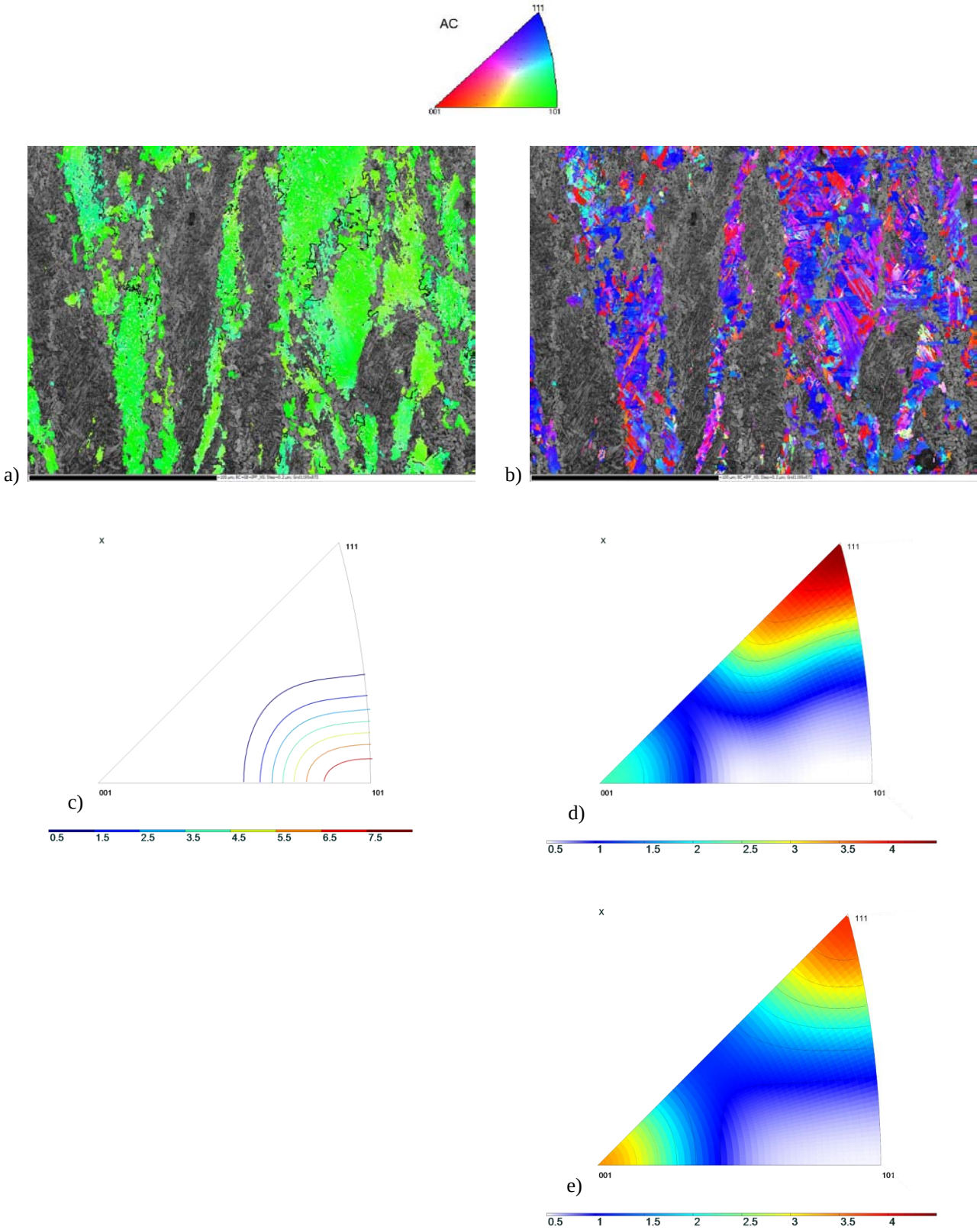


Figure V.5 : ***Microstructures après déformation à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et ε=0.6****. a) Carte d'orientation des grains γ d'orientation <110>//AC, b) Carte d'orientation des grains α hérités des grains γ vert, Textures représentées sous la forme d'une figure de pôles inverse parallèle à AC c) de la phase γ calculée, d) de la phase α déduite des orientations expérimentales, e) de la phase α simulée sans sélection de variants à partir de la texture austénitique calculée en c)*

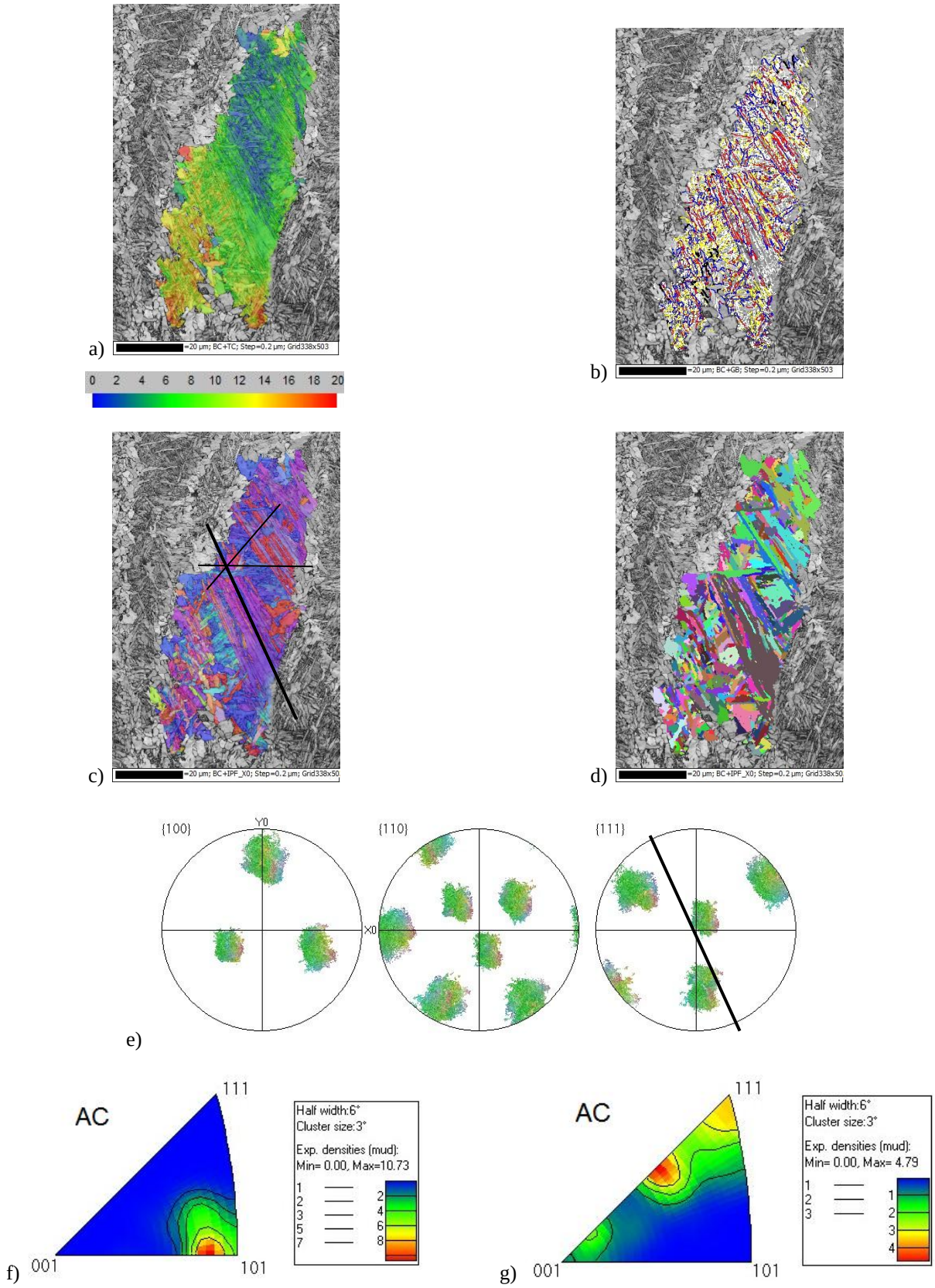


Figure V.6 : ***Microstructure héritée après déformation à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et ε=0.6.*** *a) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (φ_1=296° φ =42° φ_2= 53°), b) Carte des désorientations α superposée au contraste de bande, c) Carte d'orientation α selon l'IPF//AC avec la trace des différents plans de glissement {111}, d) Grains α en couleurs aléatoires définis avec un critère angulaire de 3°, e) Figures de pôles (AC=X0) du grain γ recalculé avec mise en évidence de la trace du plan {111}, f) Figure de pôles inverse du grain γ, g)Figure de pôles inverse α hérité du grain γ*

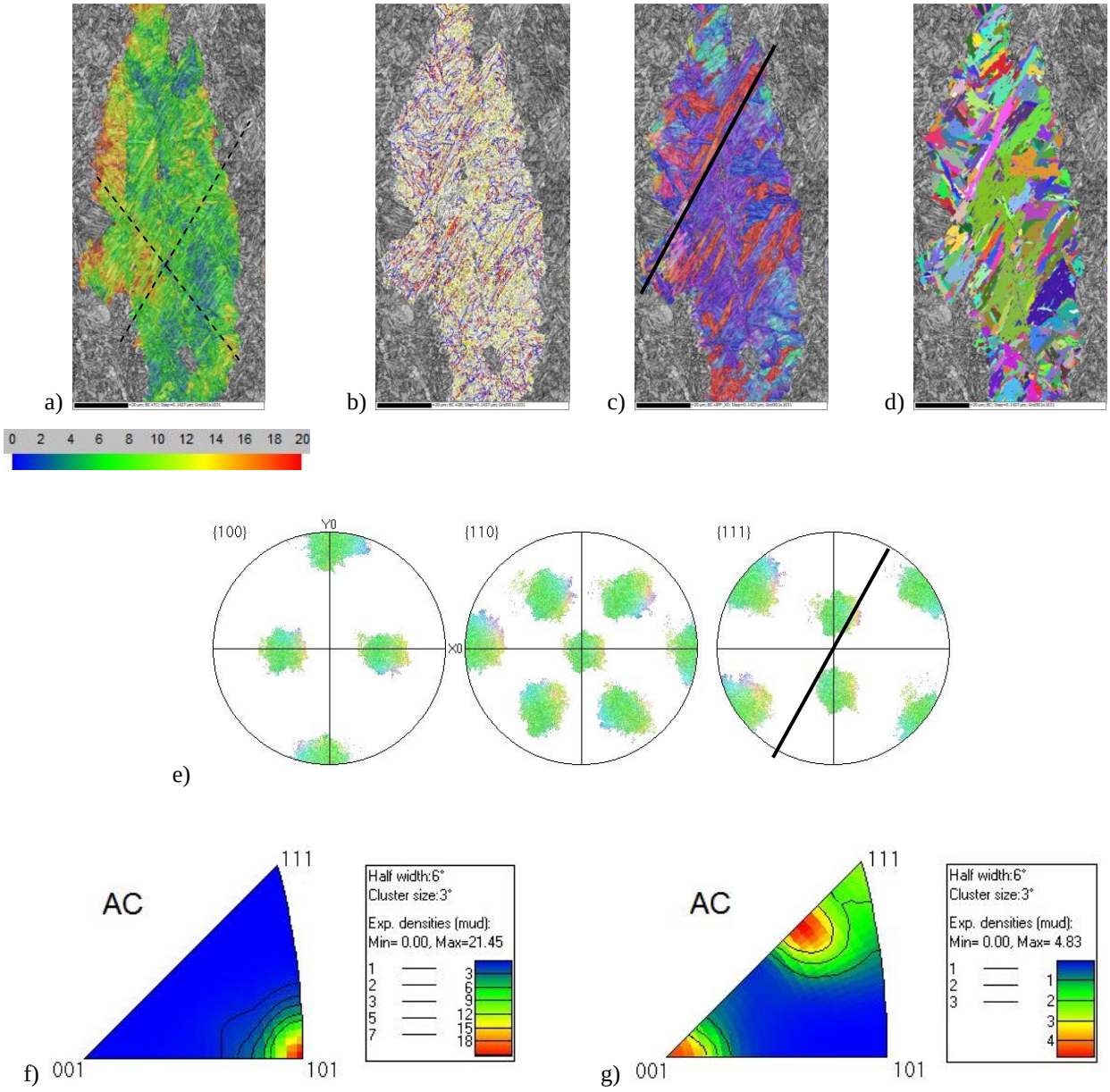


Figure V.7 : ***Microstructure héritée après déformation à $\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1} et ε=0.6.*** *a) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (φ_1=84.5° φ =48° φ_2= 274.6°), b) Carte des désorientations α superposée au contraste de bande, c) Carte d'orientation α selon l'IPF//AC, d) Grains α en couleurs aléatoires définis avec un critère angulaire de 3°, e) Figures de pôles (AC=X0) du grain γ recalculé avec mise en évidence de la trace du plan {111}, f) Figure de pôles inverse du grain γ, g) Figure de pôles inverse α hérité du grain γ*

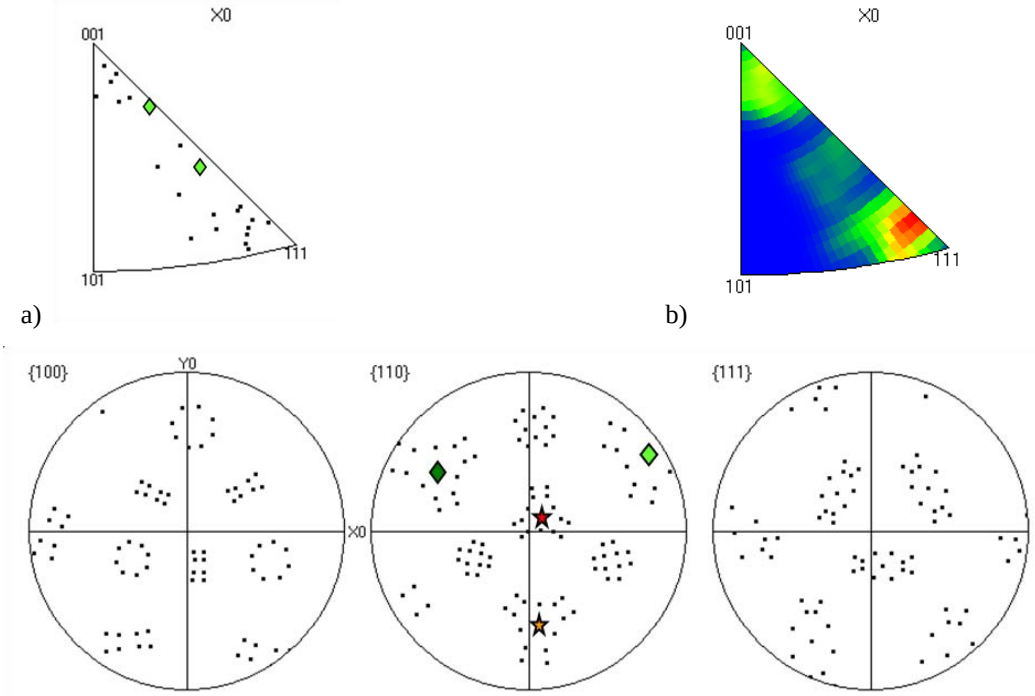
Pour le grain de la Figure V.6 d'orientation moyenne (296°/42°/53°), nous avons simulé les 24 variants théoriques (projetés dans la figure de pôles inverse de façon discrète Figure V.8.a et en densité de pôles Figure V.8.b). Chacun de ces variants peut classiquement être associé à un couple de plan-direction de l'austénite du type $\{111\}[1\bar{1}0]$, en s'appuyant sur la relation de KS. Ces couples de plan-direction de l'austénite correspondent aussi aux systèmes de glissement de l'austénite pour lesquels nous avons calculé les facteurs de Schmid (le tableau de correspondance est donné Figure V.8.d - l'axe de compression est selon X0).

Les 24 variants sont également projetés sous forme de figures de pôles projetées dans le plan (X0, Y0) d'acquisition des données EBSD (Figure V.8.c). Les symboles sur la figure de pôles $\{110\}_\alpha$ localisent la position des 4 pôles parents $\{111\}_\gamma$, chacun associé à un même plan de glissement $\{111\}_\gamma$ donnant 6 variants α (selon le tableau de correspondance qui rassemble par couleur les 4 paquets de 6 variants).

En analysant les Figure V.6 et V.8, il apparait clairement que les variants majoritaires de ce grain se développent parallèlement à un plan {111} ayant un facteur de Schmid élevé de 0.44 (la position de la normale à ce plan est marquée par le losange vert clair Figure V.8.c). Les variants présents expérimentalement le long de la trace de ce plan (colorés en violet et en rouge sur la carte EBSD) sont désorientés de 60°<655> et ont effectivement des orientations proches des variants V13 et V16 associées aux 2 systèmes de glissement (si on considère une direction de glissement et son opposé). La position des variants V13 et V16 sur la figure de pôle inverse (Figure V.8.a) est localisée par des losanges. Ce sont ces variants sélectionnés préférentiellement qui renforcent les composantes α qui s'écartent du pôle $<111>_\alpha$ vers le pole $<112>_\alpha$ sur les textures expérimentales (Figure V.5.d et Figure V.6.g).

Ce résultat montre que les variants associés aux systèmes de glissement les plus actifs dans la relation de KS sont préférentiellement sélectionnés lors de la transformation au refroidissement. Ce mécanisme de sélection de variants a déjà rapporté dans la littérature pour la martensite [Miyamoto12], la bainite [Malet09] ou encore la nanobainite [Gong10], [Gong13].

Cependant même si ce mécanisme semble présent dans les grains, et en particulier dans les grains appartenant à la composante majoritaire de déformation à chaud $<110>_\gamma$//AC, la distribution des lattes et leurs orientations semblent plus complexes. On retrouve également des lattes qui se développent suivant les plans $\{111\}_\gamma$ ayant un facteur de Schmid proche de zéro. La trace de certains de ces plans pour le grain particulier considéré Figure V.6 est proche de la direction X0=AC. Les pôles correspondants sont repérés par des étoiles Figure V.8.c. Des lattes grossières se développant parallèlement à l'axe de compression (axe X0 des cartes EBSD) sont visibles dans un grand nombre de grains appartenant à la fibre $<110>_\gamma$//AC.



OI parente	296°	42°	53°
N° variants	plan	direction	FS*100
1	1. 1. 1.	1. -1. 0.	0.08
2	1. 1. 1.	-1. 0. 1.	- 0.14
3	1. 1. 1.	0. 1.-1.	0.07
4	-1 -1- 1	1. -1. 0.	- 0.08
5	-1 -1- 1	-1. 0. 1.	0.14
6	-1 -1- 1	0. 1. -1.	- 0.07
7	-1 .1. 1.	1. 1. 0.	**- 0.47**
8	-1 .1. 1.	-1. 0.-1.	0.11
9	-1 .1. 1.	0. -1. 1.	0.36
10	1.-1. -1.	1. 1. 0.	**0.47**
11	1.-1. -1.	-1. 0. -1.	- 0.11
12	1.-1. -1.	0. -1. 1.	- 0.36
13	-1. -1. 1.	-1. 1. 0.	**0.44**
14	-1. -1. 1.	1. 0. 1.	- 0.12
15	-1. -1. 1.	0. -1.-1.	- 0.33
16	1. 1. -1.	-1. 1. 0.	**- 0.44**
17	1. 1. -1.	1. 0. 1.	0.12
18	1. 1. -1.	0. -1. -1.	0.33
19	1.-1. 1.	-1. - 1. 0.	- 0.05
20	1.-1. 1.	1. 0.-1.	0.08
21	1.-1. 1.	0. 1. 1.	- 0.03
22	-1. 1. -1.	-1. -1. 0.	0.05
23	-1. 1. -1.	1. 0. -1.	- 0.08
24	-1. 1. -1.	0. 1. 1.	0.03

Figure V.8 : Projection des 24 variants issus de l'OI (296°/42°/53°) dans la figure de pôles inverse a) de façon discrète, b) en densités de pôles, c) dans la figure de pôles projetée dans le plan d'acquisition (X0,Y0) avec AC=X0, Tableau de correspondance entre les couples plan-direction et les valeurs du facteur de Schmid

V.2.2. Produits de transformation dans les grains γ à fortes densités de microbandes de déformation

Après avoir analysé en détail la transformation dans les grains γ de la fibre <110>//AC, nous allons nous focaliser sur les grains n'appartenant pas à cette fibre. Dans le Chapitre IV, nous avons mis en évidence que ces grains développaient lors de la compression à chaud, des zones à fortes densités de microbandes de déformation. Cela se traduit par la présence de bandes de 10µm d'épaisseur qui se propagent dans l'ensemble du grain γ parallèlement à la trace d'un plan $\{111\}_\gamma$. Des sauts de désorientation pouvant atteindre 20° ont été mis en évidence à la traversée de ces bandes (Chapitre IV Figure IV.26). Cette différence de sous-structure en fonction de l'orientation des grains γ pourrait partiellement s'expliquer par les approches développées par Toth et coll. [Toth10]. En effet les auteurs montrent par modélisation que les grains les plus éloignés de la composante de déformation stable, sont ceux dans lesquels les fortes désorientations sont les plus localisées et qui fragmentent le plus.

Les grains γ n'appartenant pas à la fibre <110>//AC ont été isolés sur la carte reconstruite de référence de l'état déformé à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ $\varepsilon=0.6$, tout comme les orientations héritées correspondantes sur la carte EBSD (voir Figure V.9) pour également approfondir la microtexture de transformation dans ces grains.

À nouveau, les cartes EBSD α et γ sont tracées avec le code de couleur de l'IPF//AC. Les grains γ sont dispersés autour de la composante <225> (dans les tons violets sur la carte Figure V.9.a et c), composante minoritaire de la texture γ recalculée (Chapitre IV section IV.3). Les orientations des grains α sont beaucoup plus dispersées que dans les grains de la fibre majoritaire. Cela est visible par la variété des couleurs de la carte EBSD (Figure V.9.b) et traduit par la distribution des densités d'orientations sur la figure de pôles inverse (Figure V.9.d). La taille des domaines d'orientation proches (lattes ou grains α) semblent également avoir une taille moyenne plus faible que sur la carte Figure V.5.b.

La texture partielle des grains γ a de nouveau été utilisée pour simuler la texture α héritée sans sélection de variants (Figure V.9.e). Cette simulation sans sélection de variants reproduit bien les tendances de la texture expérimentale. La sélection de variants semble donc réduite dans les grains γ n'appartenant pas à la fibre <110>//AC.

Pour analyser plus en détail la transformation de phase dans ces grains γ (et en particulier au sein des zones à forte densité de microbandes), nous avons considéré différents grains γ et analysé les produits de transformation au sein de ces grains, comme détaillé sur les Figures V.10 et 11. Il apparait clairement que dans ces zones de fortes désorientations, se développent un grand nombre de petits domaines α correspondant à des variants différents. Ces zones contribuent donc à augmenter le nombre de sites de germination de la phase α et à réduire la sélection des variants. Le processus est semblable à celui qui conduit à la formation de structures granulaires au voisinage des joints de grains γ.

Dans certaines zones du grain, on retrouve la formation de lattes qui traverse le grain γ et qui se développent parfois sur les systèmes de glissement actifs. Cependant, les zones fortement désorientées forment des obstacles à la propagation de ces lattes. C'est pourquoi elles sont en moyenne moins longues.

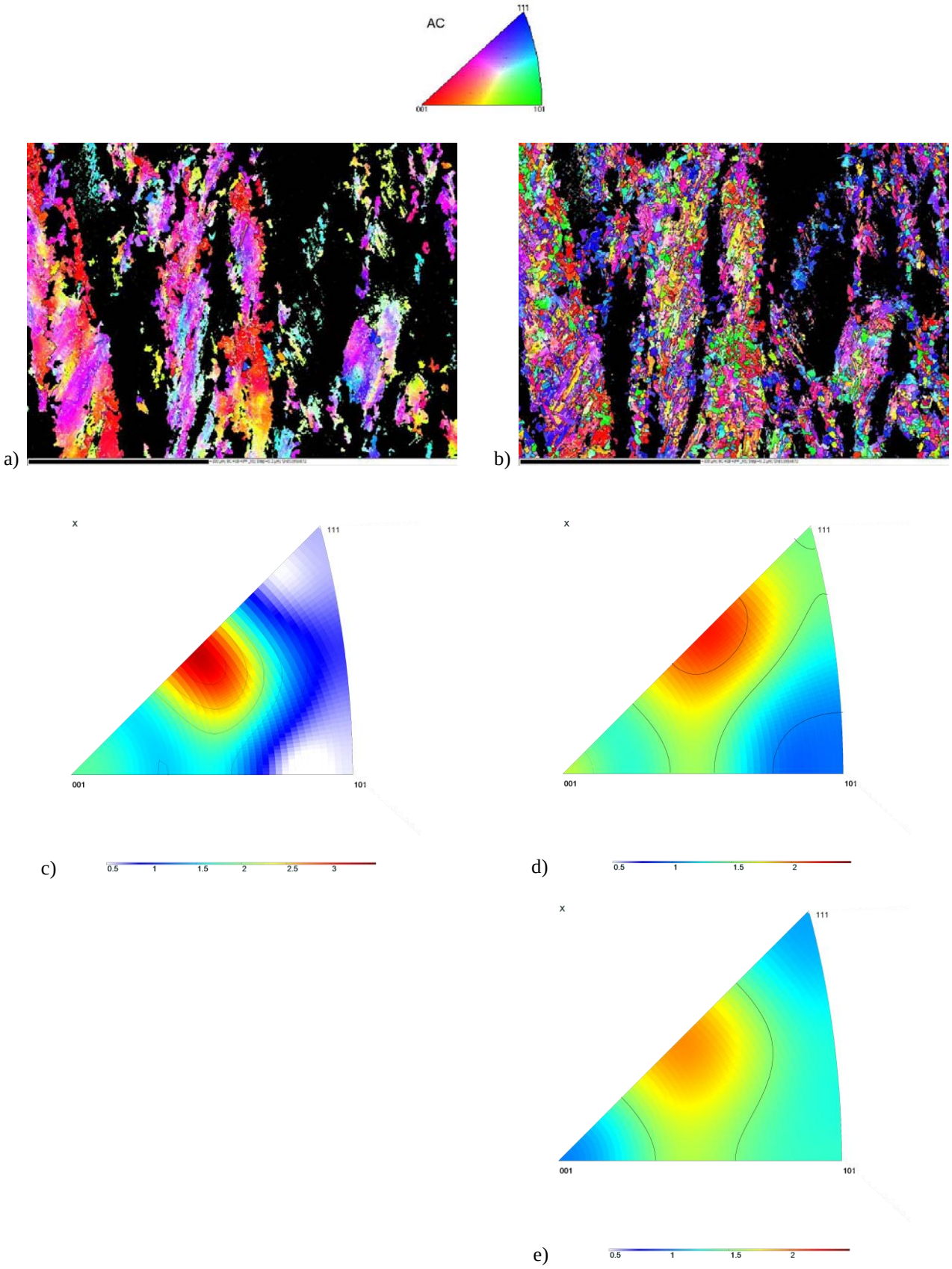


Figure V.9 : ***Microstructure héritée après déformation à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et ε=0.6****. a) Carte d'orientation des grains γ d'orientation <225>//AC, b) Carte d'orientation des grains α hérités des grains γ rouge, Textures représentées sous la forme d'une figure de pôles inverse parallèle à AC c) des grains γ d'orientation <225>//AC, d) de la phase α déduite des orientations expérimentales, e) de la phase α simulée sans sélection de variants à partir de la texture austénitique calculée par méthode itérative*

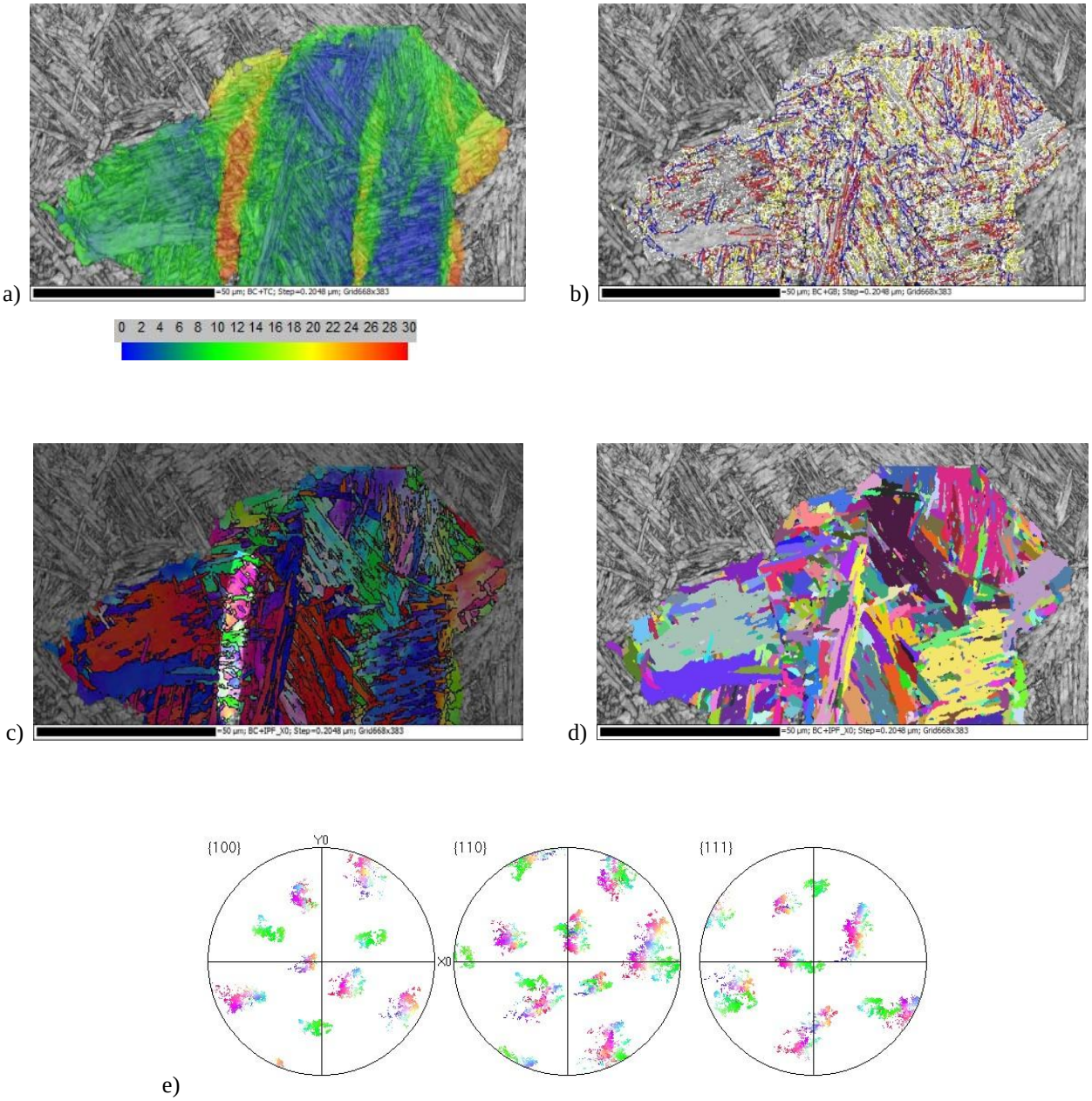


Figure V.10 : ***Microstructure héritée après déformation à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et ε=0.15*** *: a) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (φ_1=235.42° φ =65.87° φ_2= 161.35°), b) Carte des désorientations α superposée au contraste de bande, c) Carte d'orientation α selon l'IPF//AC, d) Grains α en couleurs aléatoires définis avec un critère angulaire de 3°, e) Figures de pôles (AC=X0) α de la zone définie en c)*

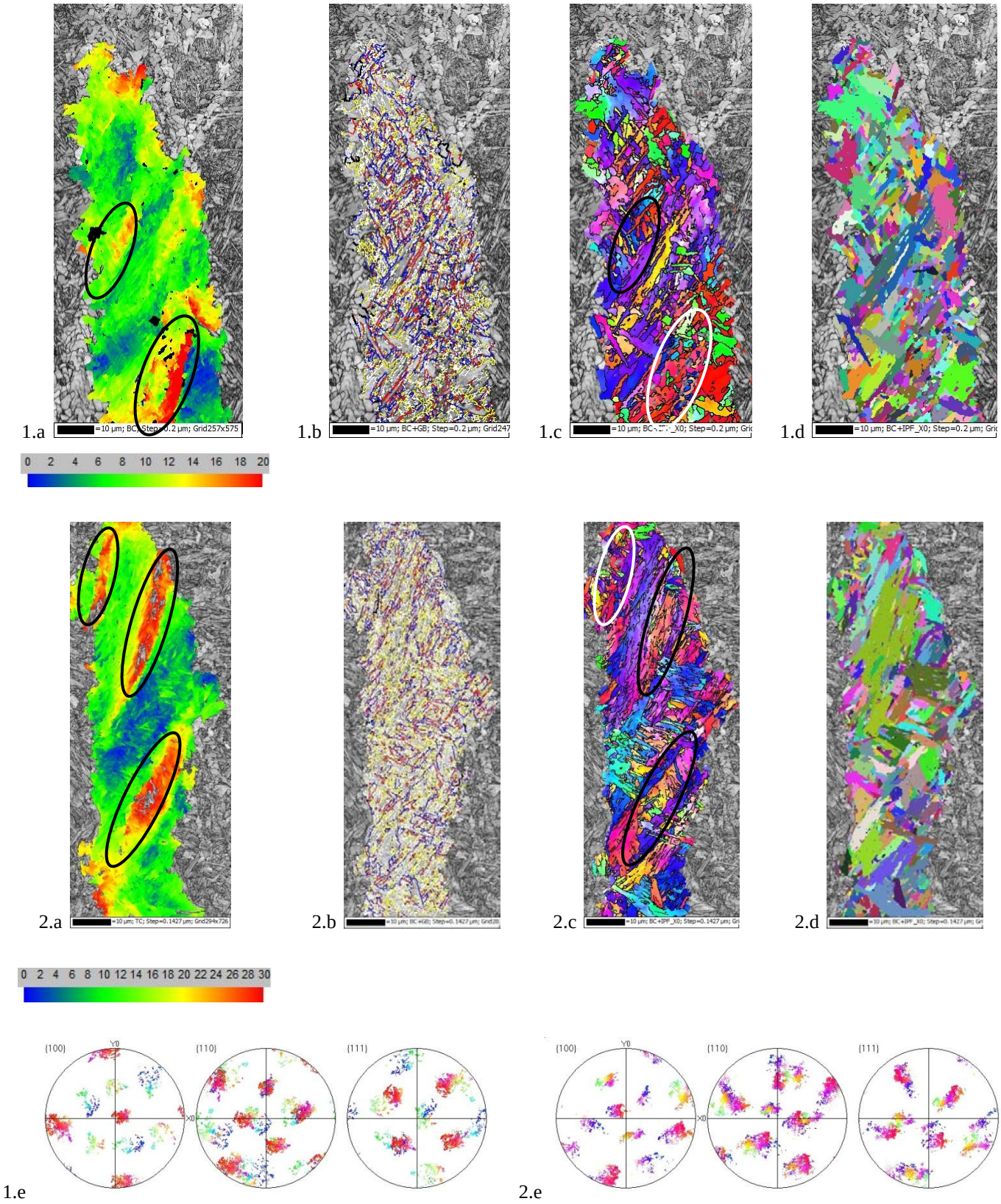


Figure V.11 : ***Microstructure héritée après déformation 1) à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et ε=0.6 et 2) $\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1} et ε=0.6*** *: a) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (1- φ_1=201.3° φ =138.9° φ_2= 92.8°, 2- φ_1=108.5° φ =75° φ_2= 240°), b) Carte des désorientations α superposée au contraste de bande, c) Carte d'orientation α selon l'IPF//AC, d) Grains α en couleurs aléatoires définis avec un critère angulaire de 3°, e) Figures de pôles (AC=X0) des zones α encadrées en blanc sur la carte c)*

V.2.3. Structure granulaire et sous-structure de déformation aux joints γ/γ

Enfin, une dernière conséquence de la déformation de l'austénite sur la microstructure héritée concerne le développement d'une structure granulaire principalement au niveau des anciens joints de grains austénitiques. Dans ces zones, l'austénite présente de fortes désorientations, jusqu'à plus de 20° très localement. Ces désorientations sont mises en évidence à la fois sur les reconstructions de la nuance CMn-1, et lors de l'analyse des joints de grains déformés de l'alliage modèle Fe-Ni (Chapitre IV, section IV.5.2.2). Nos différentes investigations, déjà partiellement détaillées au Chapitre IV, nous permettent de dresser les caractéristiques suivantes pour cette structure :

- Ces grains sont en relation d'orientation avec l'austénite résiduelle détectable dans leur voisinage proche, austénite résiduelle qui est aussi proche de l'orientation du grain austénitique dans lequel la structure granulaire se développe (Chapitre IV, Figure IV.6).

- Ces grains présentent entre proches voisins des désorientations qui s'écartent des désorientations spécifiques entre variants hérités d'un même grain parent. En fait, à proximité des joints déformés, l'austénite présente de fortes désorientations locales et par conséquent les différents germes issus de la transformation de phase ne sont pas liés à une orientation austénitique unique et peuvent ne pas présenter de façon stricte les désorientations angulaires 'spécifiques'.

- Avec les codes de reconstruction, la majorité de cette structure peut être associée à l'orientation du grain austénitique lors de la phase d'élargissement avec des tolérances de 10° à 15°, ce qui correspond aux écarts d'orientations mesurés sur un alliage modèle entre l'orientation moyenne d'un grain déformé et l'orientation au voisinage du joint. Un exemple de structure granulaire décorant un ancien grain austénitique et obtenue pour $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ et $\varepsilon=0.6$ est présenté en Figure V.12.a. Sur cette carte, les zones granulaires non intégrées au grain étudié sont associées aux grains voisins.

- Leur fraction augmente avec le taux de déformation de l'austénite et la vitesse de déformation mais leur taille reste constante, de l'ordre de 3µm. Cela traduit qu'ils résultent d'un processus de germination multiple sur des sites créés par la déformation plastique. L'énergie accumulée au niveau des joints de grains déformés agit alors comme une force motrice supplémentaire pour la germination. L'absence de grossissement des grains peut se justifier à la fois par une forte densité de germes au niveau des anciens joints γ, mais également par la présence de sous-joints austénitiques de fortes désorientations limitant alors la croissance des germes. De ce fait, les structures granulaires ne présentent pas de désorientations spécifiques avec leurs proches voisins.

- Les regroupements de grains équiaxes sont les seules zones où il est possible de retrouver de l'austénite résiduelle entre les grains α. Nous pouvons donc supposer que le mécanisme de formation de ces structures tend vers un mécanisme diffusionnel avec enrichissement progressif de l'austénite en carbone.

- Leurs désorientations intragranulaires sont inférieures à 1°, qui est aussi la résolution angulaire de l'EBSD (Figure V.12.b). Nous avons tenté de mettre en évidence la présence d'une sous-structure au sein de ces grains à l'aide d'images en haute résolution de contraste ECCI - Electron Channeling Contrast Imaging [Mansour14] (Figure V.13).

Nous observons un léger contraste dans les grains qui traduit un faible gradient d'orientations. Cette structure se distingue de celle que nous avons observé dans un grain ferritique (obtenu dans la campagne de traitements thermiques) exempt de désorientations intragranulaires, et possédant un contraste homogène en imagerie rétrodiffusée.

- Par endroit, les zones granulaires grossissent vers le cœur des grains sous forme de lattes épaisses de type bainite supérieure (Chapitre IV, Figure IV.8).

Par ailleurs, nous verrons dans la partie suivante que cette structure progresse lors du palier bainitique à 525°C, avec les mêmes caractéristiques morphologiques et cristallographiques. Par conséquent, l'ensemble des éléments recensés concernant cette structure granulaire montre qu'elle résulte plutôt d'une transformation de type bainitique, plutôt que d'une transformation ferritique. C'est pourquoi nous la qualifions par la suite de bainite granulaire.

L'augmentation de structure granulaire avec la déformation de l'austénite a souvent été reportée dans la littérature. Certains auteurs considèrent qu'il s'agit d'une microstructure ferritique obtenue par DIFT (Deformation Induced Ferrite Transformation) [Matsumura87], [Sun08], [Basabe10]. Ces différents auteurs rapportent que la fraction de ferrite augmente avec l'augmentation du taux de déformation de l'austénite. Matsumura et coll., après laminages successifs et Sun et coll. après compression à la température de Ar_3+70°C, obtiennent avec des chimies proches de petits grains ferritiques d'une taille de l'ordre de 5µm. Contrairement à notre étude, l'augmentation du taux de déformation conduit à transformer tout le grain γ en petits grains ferritiques équiaxes, et non simplement à décorer l'ancien joint de grain γ. À noter que plus la vitesse de refroidissement après déformation est lente ou la température de déformation proche de Ar_3, plus la transformation par DIFT sera favorisée [Hong03].

Basabe et coll. montrent également que la transformation ferritique est favorisée dans un acier micro-allié contenant du niobium en déformant par torsion l'austénite. Cependant la ferrite présentée sur les micrographies optiques n'a pas la même morphologie que celle obtenue par les auteurs précédents. Les grains sont nettement moins équiaxes et peuvent atteindre une taille de 20µm. Ce type de microstructure se rapproche plus de celles obtenues par Zajac, qu'il qualifie de bainite granulaire [Zajac05] tout comme celles obtenues lors du projet ACTRESS [Cobo09]. He et coll. observent également la formation de ferrite polygonale aux joints de grains austénitiques déformés, ayant par ailleurs subi une transformation bainitique isotherme à 400°C [He06]. Ils l'attribuent à une accélération de la transformation ferritique lors du refroidissement du fait de l'état déformé de l'austénite.

Nos microstructures et leur évolution en fonction des conditions de déformation et de transformation sont sensiblement différentes de celles rapportées dans ces articles. Cependant, une transformation de type ferritique pour au moins une fraction de la structure granulaire observée, ne peut être exclue.

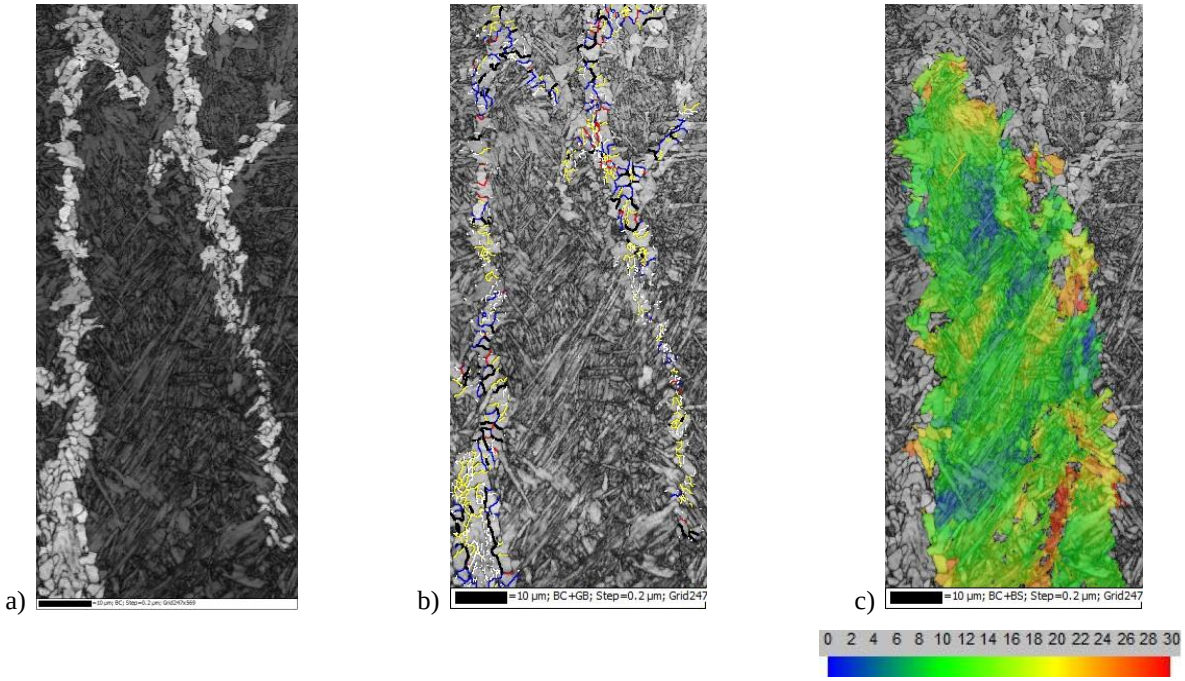


Figure V.12 : ***Microstructures héritées après déformation à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et ε=0.6*** *a) Mise en évidence de la structure granulaire sur la carte de contraste de bande, b) Carte des désorientations angulaires de la structure granulaire, c) Dispersion de l'OI dans le grain γ par rapport à l'OI moyenne (φ_1=201.3° φ =138.9° φ_2= 92.8°)*

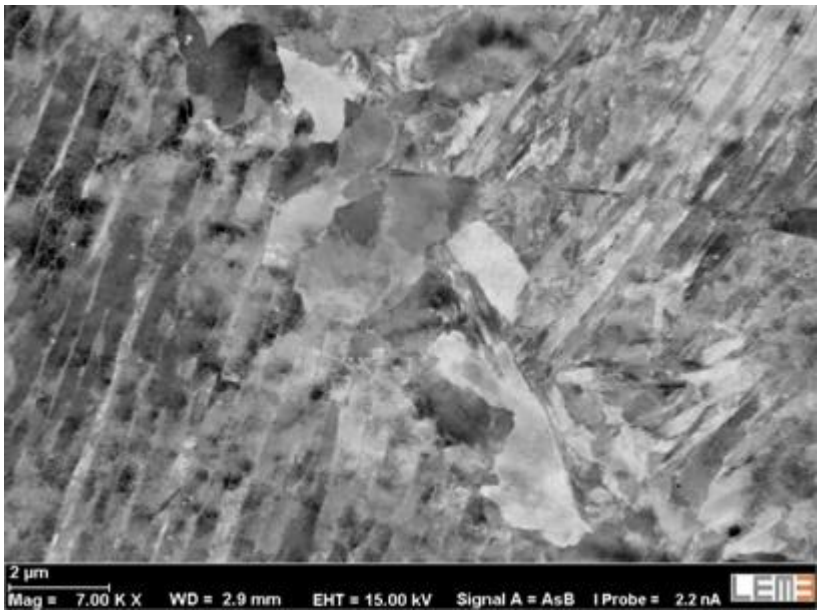


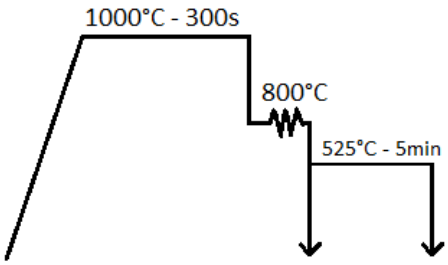
Figure V.13 : Microscopie MEB de la microstructure granulaire obtenue à l'aide de la technique ECCI – Exemple pris dans la microstructure héritée de l'état déformé à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et ε=0.15

V.3. Effet de la déformation de l'austénite sur la transformation bainitique

V.3.1. Cycle thermique et cinétique de transformation

Nous nous intéressons dans cette partie à l'impact de la déformation de l'austénite à haute température sur les microstructures héritées lors d'une transformation bainitique isotherme à 525°C. Le début du cycle thermomécanique est identique à celui employé jusqu'à présent : une austénitisation à 1000°C pendant 300s pour obtenir une taille de grains austénitiques initiale de 50µm, suivie d'une déformation à 800°C.

Deux séries d'essais sont réalisées avec le simulateur thermomécanique GLEEBLE 3500 : une première série sans maintien bainitique (ces échantillons correspondent aux échantillons trempés décrits précédemment) et une deuxième série avec un maintien à 525°C pendant 5min, que nous analysons dans cette partie. À la fin de chacun de ces essais, l'éprouvette est refroidie par trempe à l'hélium (Figure V.14).



Vitesse de déformation (s^{-1})	0.1	10		
Déformation maximale	0.6	0.6	0.47	0.15

Figure V.14 : Schéma des cycles thermomécaniques appliqués lors de la campagne de déformation

Un essai supplémentaire est réalisé dans le dilatomètre Bahr pour caractériser la microstructure héritée après transformation bainitique sans déformation dans le domaine austénitique. Le cycle thermique ainsi que l'évolution de la fraction de bainite formée lors du maintien à 525°C sont présentés en Figure V.15. La transformation bainitique s'achève après 40s.

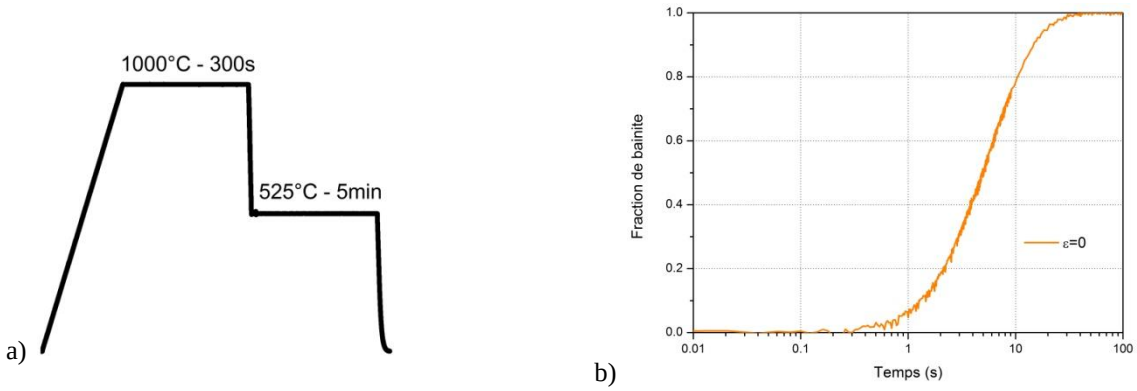


Figure V.15 : a) Cycle thermique réalisé dans le dilatomètre à 525°C et b) Évolution de la fraction de bainite formée en fonction du temps de maintien à 525°C

La microstructure obtenue sans déformation de l'austénite est composée principalement de bainite en lattes. La surface analysée par EBSD est de 228*171µm² avec un pas de déplacement de 0.2µm, surface comparable à celle des cartes de référence présentées au cours du Chapitre IV. Des lattes d'épaisseur supérieure à 2µm caractérisent la microstructure. Elles sont majoritairement faiblement désorientées entre elles (<20°), comme illustré par la carte des désorientations en Figure V.176.b.

L'histogramme des désorientations est caractéristique d'un produit bainitique (Figure V.16.c). Il est important de noter l'absence de structure granulaire dans cette microstructure.

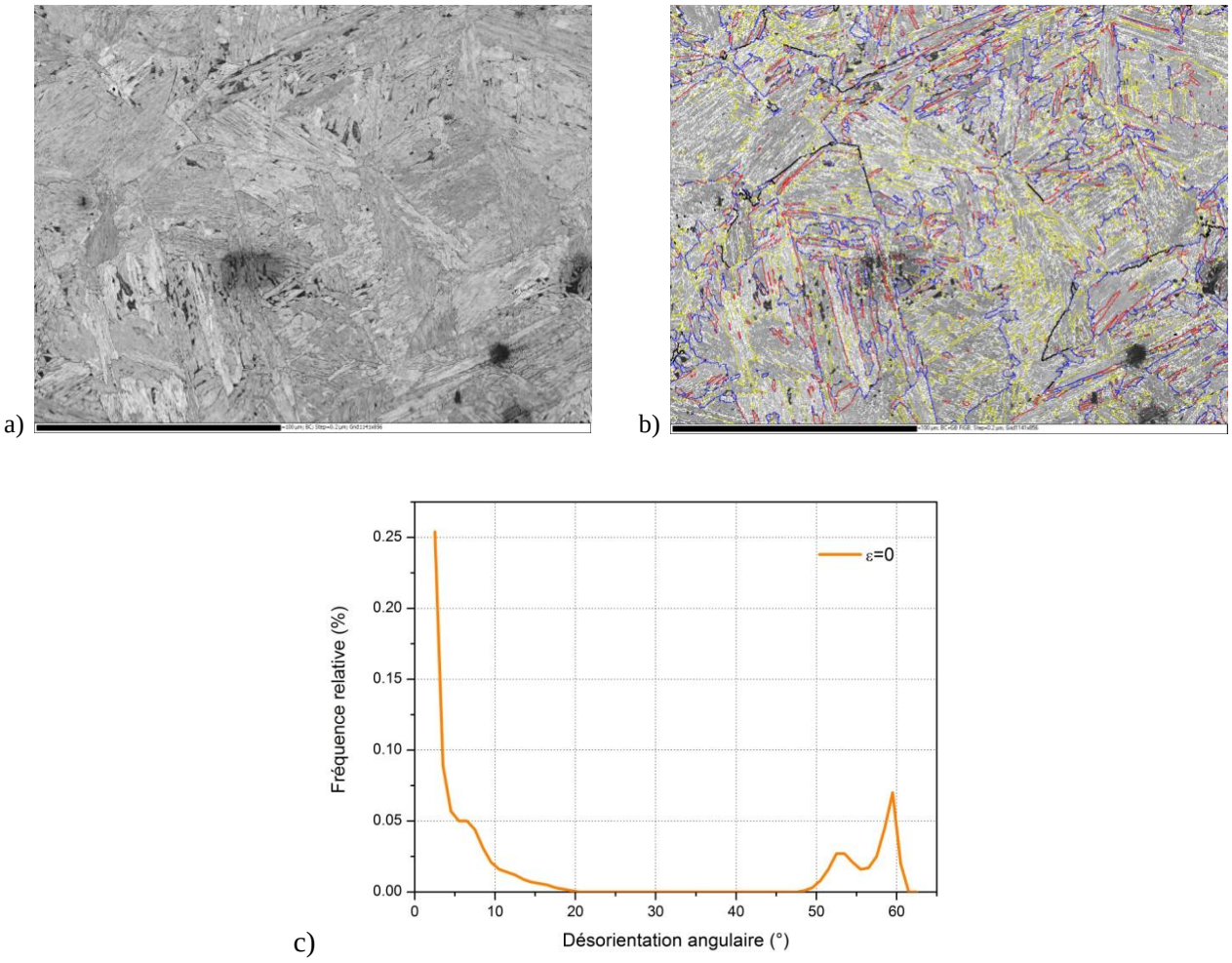


Figure V.16 : Microstructure héritée après transformation bainitique isotherme à 525°C sans déformation à chaud de l'austénite - a) Contraste de bande, b) Carte des désorientations angulaires, c) Histogramme des désorientations

Le contraste de bande présente des zones sombres non indexées, indépendamment de l'état de surface de l'échantillon. Des analyses EBSD additionnelles à haute résolution spatiale avec un pas de 16nm sur une surface de 13*7µm² ont permis de déterminer qu'il s'agit d'îlots de Martensite/Austénite (M/A) (Figure V.17). Ces îlots sont absents pour cette chimie lors des traitements anisothermes présentés au Chapitre III.

Le taux d'ilots M/A est estimé à 3% pour ce traitement thermique. L'austénite résiduelle se situe entre les lattes martensitiques d'une taille inférieure à 500nm, formant ainsi des ilots de taille inférieure à 5µm. La formation des îlots est la conséquence de la diffusion du carbone lors de la progression de la transformation bainitique isotherme. Progressivement, l'austénite non transformée s'enrichit en carbone augmentant ainsi sa stabilité. Elle se transformera donc à plus basse température, conduisant à la formation de martensite lors du refroidissement par trempe à la fin du traitement thermique.

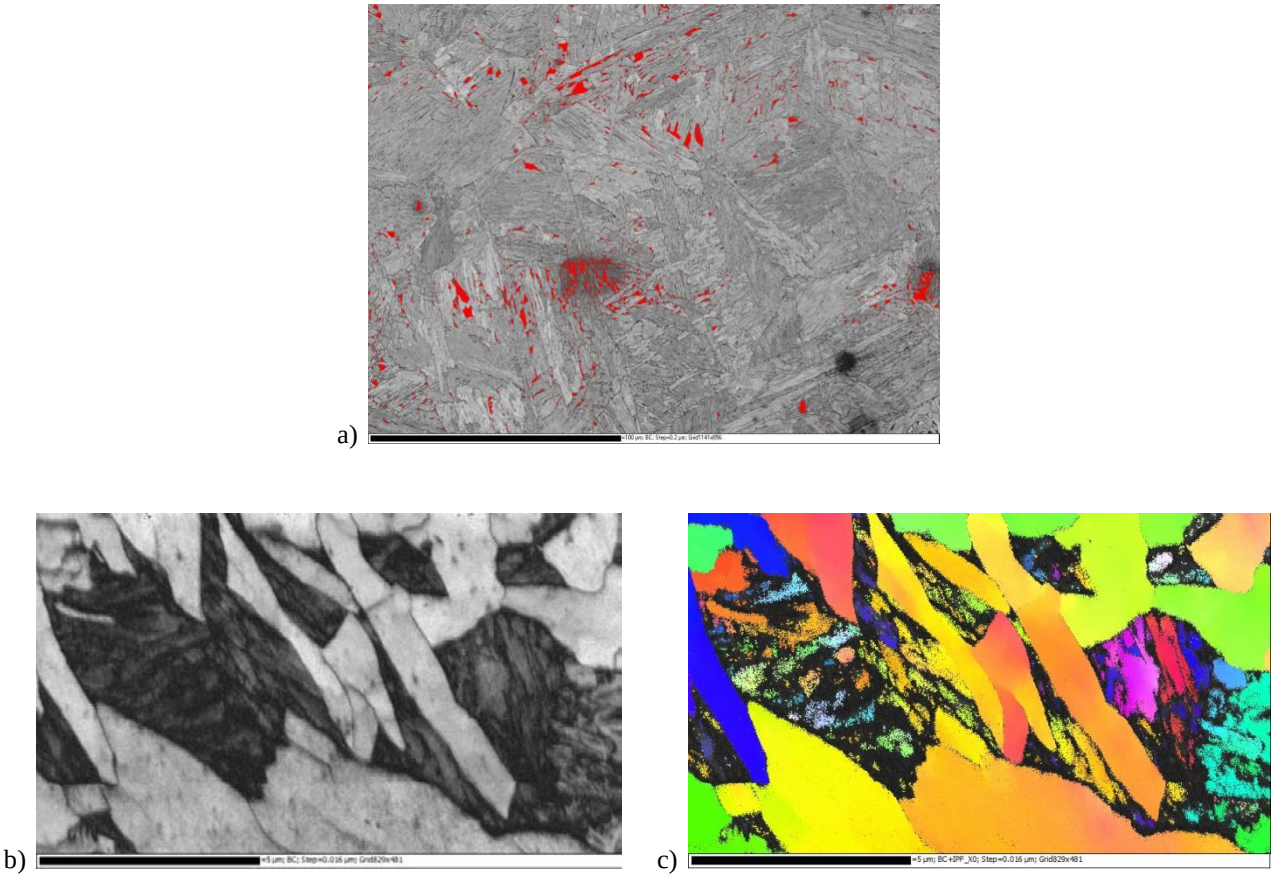


Figure V.17 : Microstructure héritée après transformation bainitique isotherme à 525°C sans déformation à chaud de l'austénite - a) Contraste de bande avec en rouge mise en évidence des îlots M/A, b) Contraste de bande en haute résolution angulaire, c) Carte d'orientation α

La réalisation des essais de déformation avec les éprouvettes adaptées au suivi dilatométrique nous donne accès à la cinétique de transformation bainitique. Les résultats sont donnés en Figure V.18.

Sans déformation, un temps d'incubation de 0.3s est nécessaire avant le début de transformation. 10% de la transformation totale est atteinte au bout de 1s. La transformation bainitique est terminée au bout de 40s. **Après déformation**, le temps d'incubation est réduit : un plateau inférieur à 0.1s est nécessaire pour débuter la transformation, qui s'achève au bout de 20s. Cependant l'augmentation du taux de déformation de 0.15 à 0.6 ou la diminution de la vitesse de déformation de $10s^{-1}$ à $0.1s^{-1}$ influence peu la cinétique de transformation bainitique.

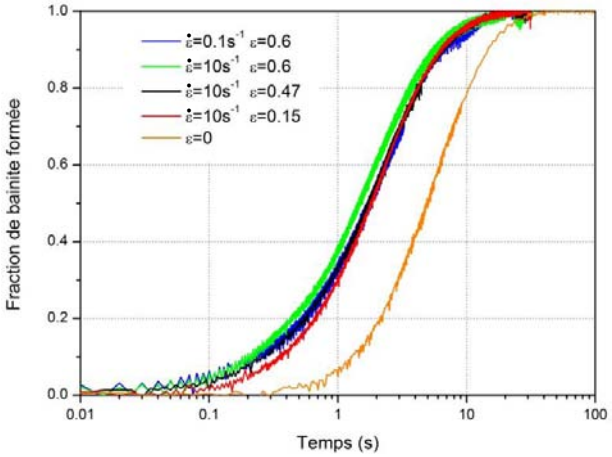


Figure V.18 : Évolution de la fraction de bainite en fonction de temps de maintien à 525°C après déformation. Les courbes se superposent pour les conditions ($\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1} – ε=0.6) et ($\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} – ε=0.47).

V.3.2. Évolution de la microstructure avec le taux de déformation de l'austénite

Les microstructures héritées lors du palier bainitique pour les différentes conditions de déformation de l'austénite sont présentées Figure V.20 et Figure V.21 à l'aide du contraste de bande des cartes EBSD. Les cartes EBSD présentées par la suite possèdent les mêmes dimensions que les cartes de référence présentées au cours du Chapitre IV. Elles sont acquises sur un champ de taille intermédiaire (220*168µm²) avec un pas de 0.2µm.

Avec l'augmentation du taux de déformation pour $\dot{\varepsilon}$=10s^{-1}, la transformation isotherme à 525°C forme de plus en plus de bainite granulaire au détriment de la structure bainitique lamellaire (Tableau V.3). Les zones granulaires sont mises en évidence en gris sur les cartographies (Figure V.20, Figure V.21). Suite au maintien isotherme, la morphologie et la taille des grains n'évoluent pas : leur taille reste comprise entre 2 et 3µm. Cette augmentation du taux de bainite granulaire s'accompagne également d'une diminution du taux d'îlots M/A dans la microstructure. Lors du maintien isotherme, la transformation bainitique progresse vers l'intérieur des grains γ en formant d'une part de la bainite en lattes et d'autre part de la bainite granulaire, dans la continuité des premiers grains formés le long des joints des anciens grains γ directement après déformation suivie d'une trempe.

La Figure V.19 présente cette structure granulaire en gros plan. Elle est en effet trop fine pour être visible sur les cartes Figure V.20 et Figure V.21. Elle a les mêmes caractéristiques morphologiques et cristallographiques que la structure granulaire observée après trempe. Nous confirmons que cette structure progresse lors du palier bainitique, ce qui permet de la qualifier définitivement de bainite

granulaire. Les défauts cristallins introduits lors de la déformation de l'austénite agissent donc comme des sites de germinations de nouvelles unités bainitiques au détriment de leur croissance en lattes, impliquant une diminution du temps d'incubation de la transformation bainitique (Figure V.18).

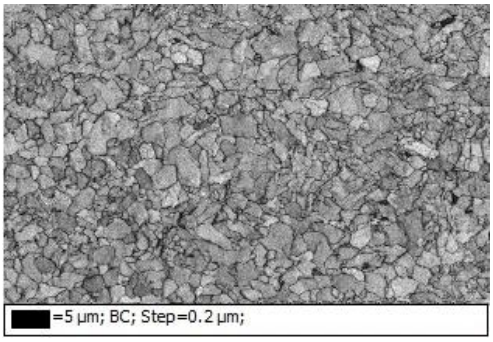


Figure V.19 : Exemple de bainite granulaire obtenue suite à une déformation dans les conditions ($\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} - ε=0.6) à 800°C et un maintien à 525°C pendant 5 min

La **vitesse de déformation** a la même influence que le taux de déformation sur la transformation bainitique isotherme. Le taux de bainite granulaire augmente quand la vitesse de déformation augmente, alors que le taux d'ilots M/A diminue (Tableau V.3). Les grains conservent leur morphologie et leur taille de l'ordre de 3µm. Cependant la structure en lattes est moins bien définie : les lattes sont plus courtes, plus épaisses et également plus faiblement désorientées entre elles.

Vitesse de déformation (s^{-1})	0.1	10		
Déformation maximale	0.6	0.6	0.47	0.15
Taux de bainite granulaire (%)	25	65	39	15
Taille de grains (µm)	3	3	3	2
Taux d'îlots M/A (%)	3	1	3	3.6

Tableau V.3 : Évolution du taux de bainite granulaire, de la taille de grains bainitiques et du taux d'îlots M/A en fonction des conditions de déformation

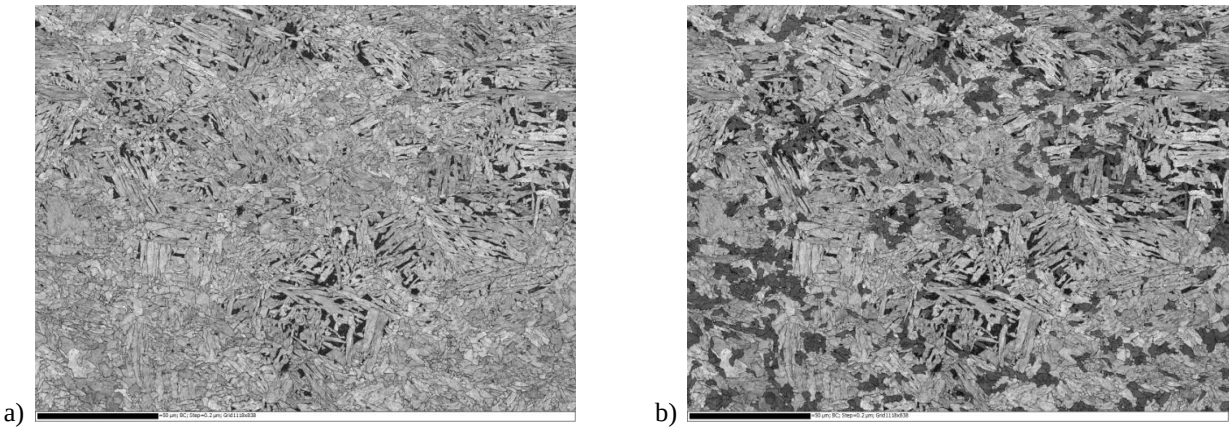


Figure V.20 : a) Contraste de bande et b) mise en évidence de la bainite granulaire dans la microstructure héritée après transformation bainitique isotherme à 525°C et déformation de l'austénite à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} - ε=0.15

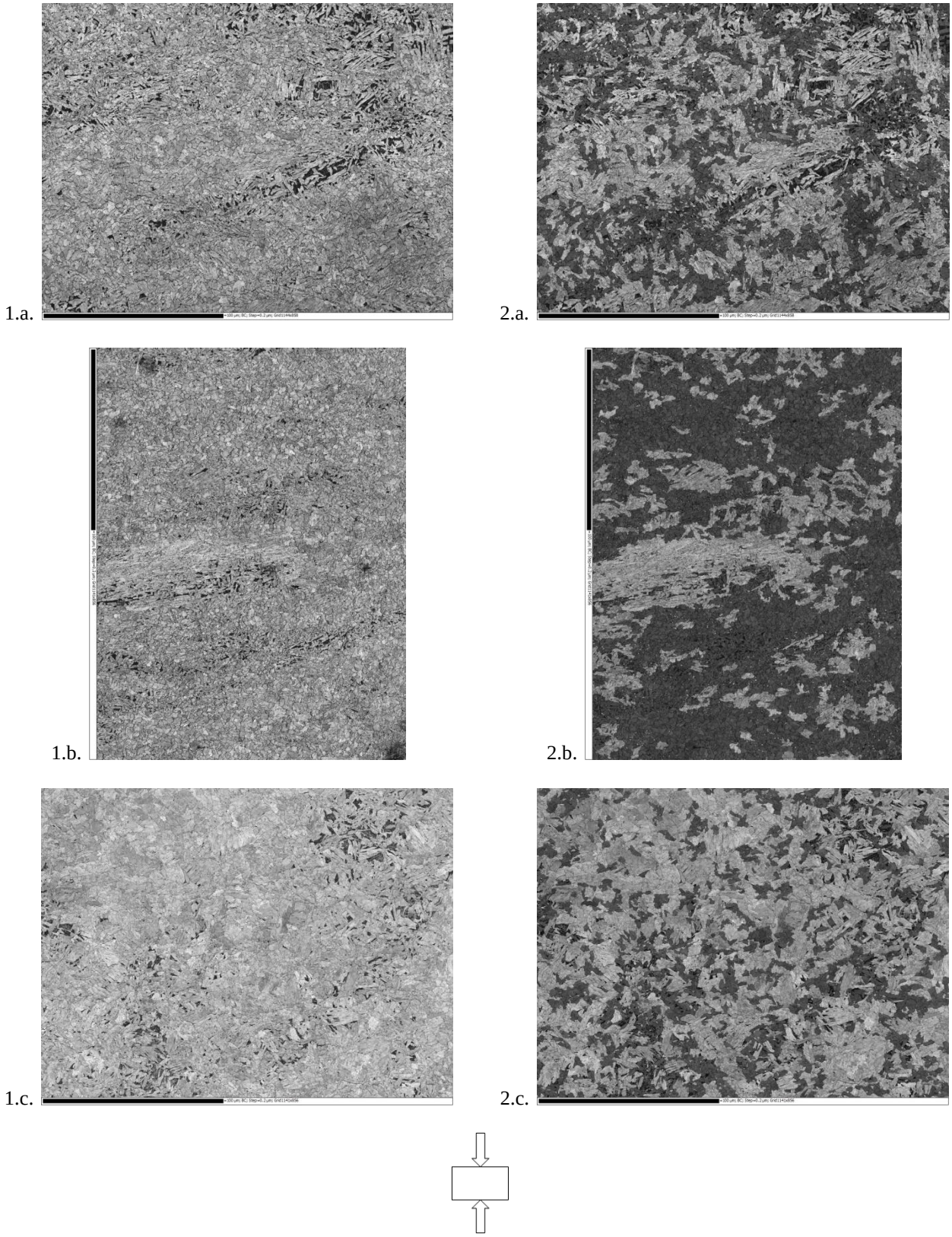
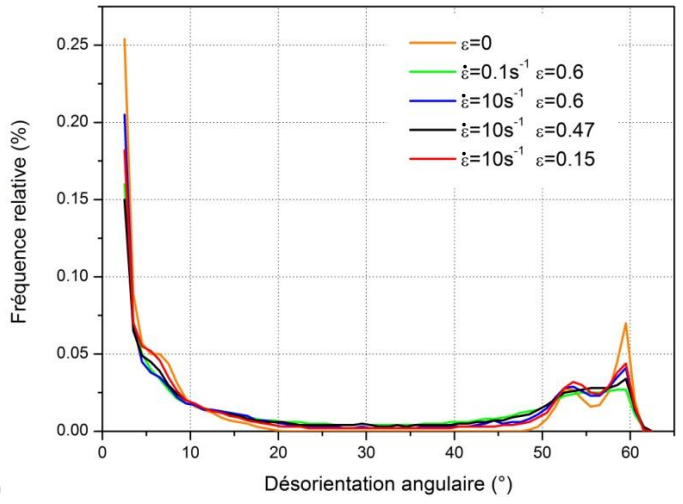


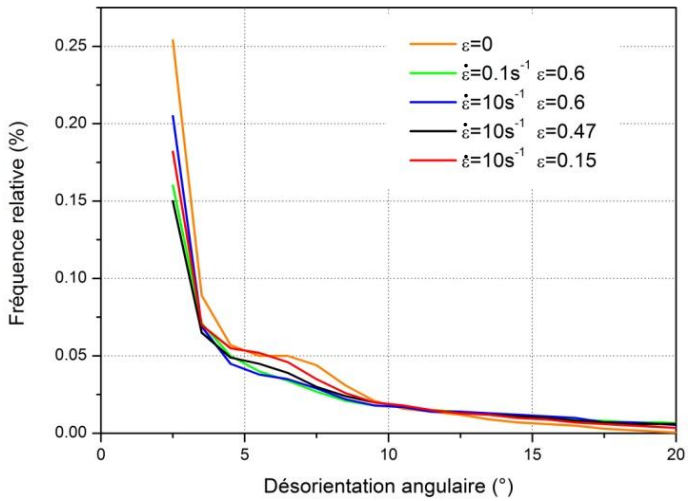
Figure V.21 : 1) Contraste de bande et 2) mise en évidence de la bainite granulaire dans les microstructures héritées après transformation bainitique isotherme à 525°C et déformation de l'austénite à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et a) ε=0.47 et b) ε=0.6, ainsi que c) $\dot{\varepsilon}$ =0.1s^{-1} et ε=0.6.

V.3.3. Évolution de la microtexture avec le taux de déformation de l'austénite

L'analyse des distributions de désorientations angulaires (Figure V.22.a) et les cartes de désorientation (Figure V.23) traduisent l'évolution de la microstructure lors du maintien isotherme avec une augmentation de la bainite granulaire au détriment de la bainite en lattes. Les domaines bainitiques sont parcourus par un réseau de faibles désorientations (<10°) qui est de moins en moins marqué avec l'augmentation de la déformation (Figure V.22.b). Comme nous l'avions déjà observé sur les échantillons de la première campagne de déformation, les désorientations comprises entre 20° et 45° augmentent légèrement par rapport à la microstructure obtenue après un palier bainitique sans déformation de l'austénite. Cette augmentation est due à la présence de microstructure granulaire. *A contrario* les fortes désorientations (>50°) diminuent lorsque l'austénite est déformée, toujours en se référant à la microstructure bainitique obtenue sans déformation. Le léger pic à 60° est présent quelles que soient les conditions de déformation, conséquence d'une microstructure héritée à caractère bainitique.



a)



b)

Figure V.22 : Diagramme des désorientations des microstructures héritées après palier bainitique à 525°C pendant 5min avec et sans déformation de l'austénite, a) Plage angulaire de 0° à 65°, b) Agrandissement de la plage de 0° à 20°

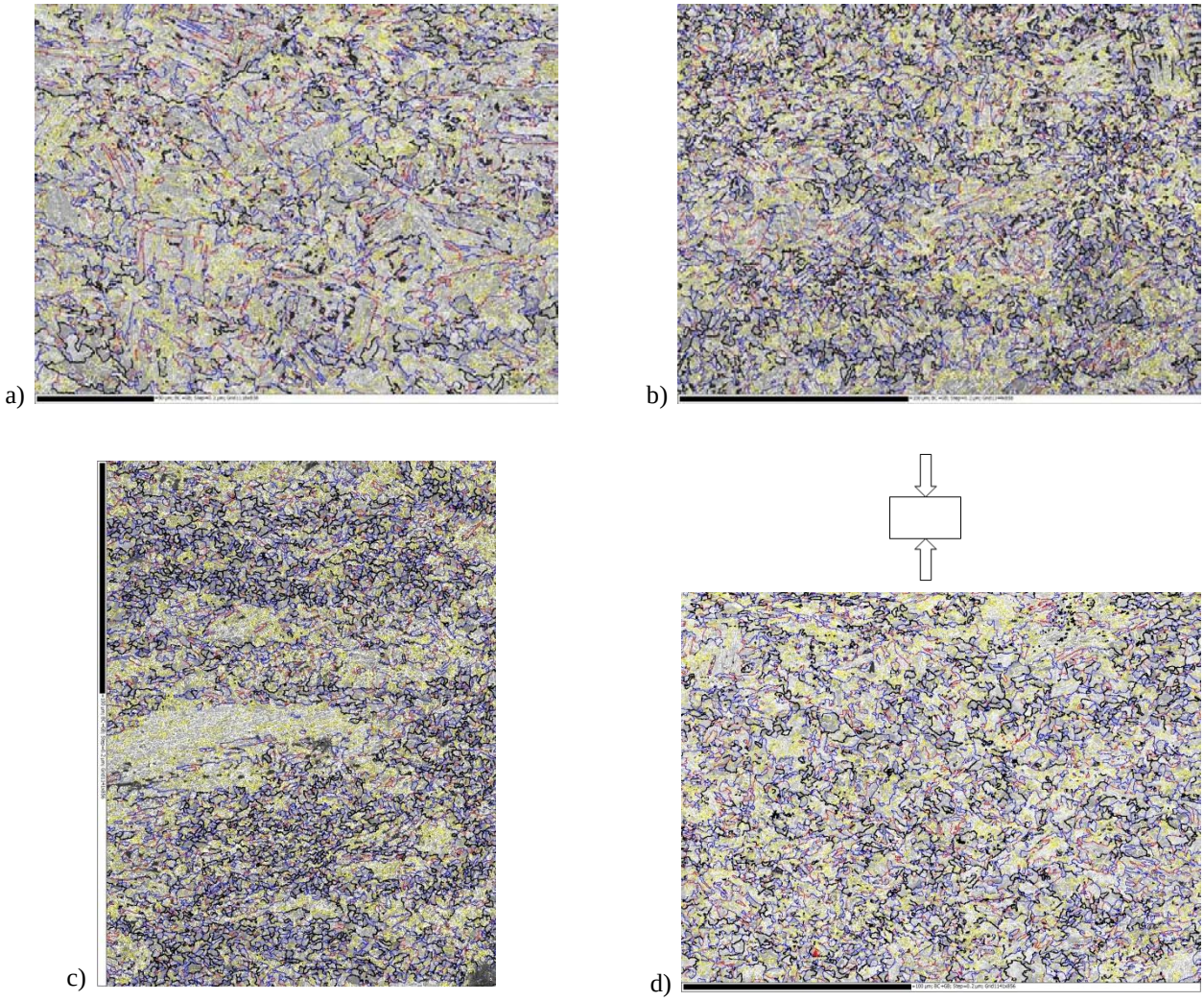


Figure V.23 : Microstructures héritées après transformation bainitique isotherme à 525°C et déformation de l'austénite à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et a) ε=0.15, b) ε=0.47 et c) ε=0.6, ainsi que d) $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et ε=0.6 – Carte des désorientations et axes de rotations des désorientations angulaires comprises entre 8° et 12°, entre 58° et 62°

1° - 5°	5° - 20°	20° - 45°	45° - 58°	58° - 60°

La microtexture α de transformation reste après transformation bainitique isotherme majoritairement autour de la composante de fibre <111>, et s'étale vers <211> quand le taux de déformation augmente (Figure V.24). Une fraction concentre également ses axes autour de <100>//AC, comme pour la microtexture obtenue directement par trempe après déformation de l'austénite (Figure V.4).

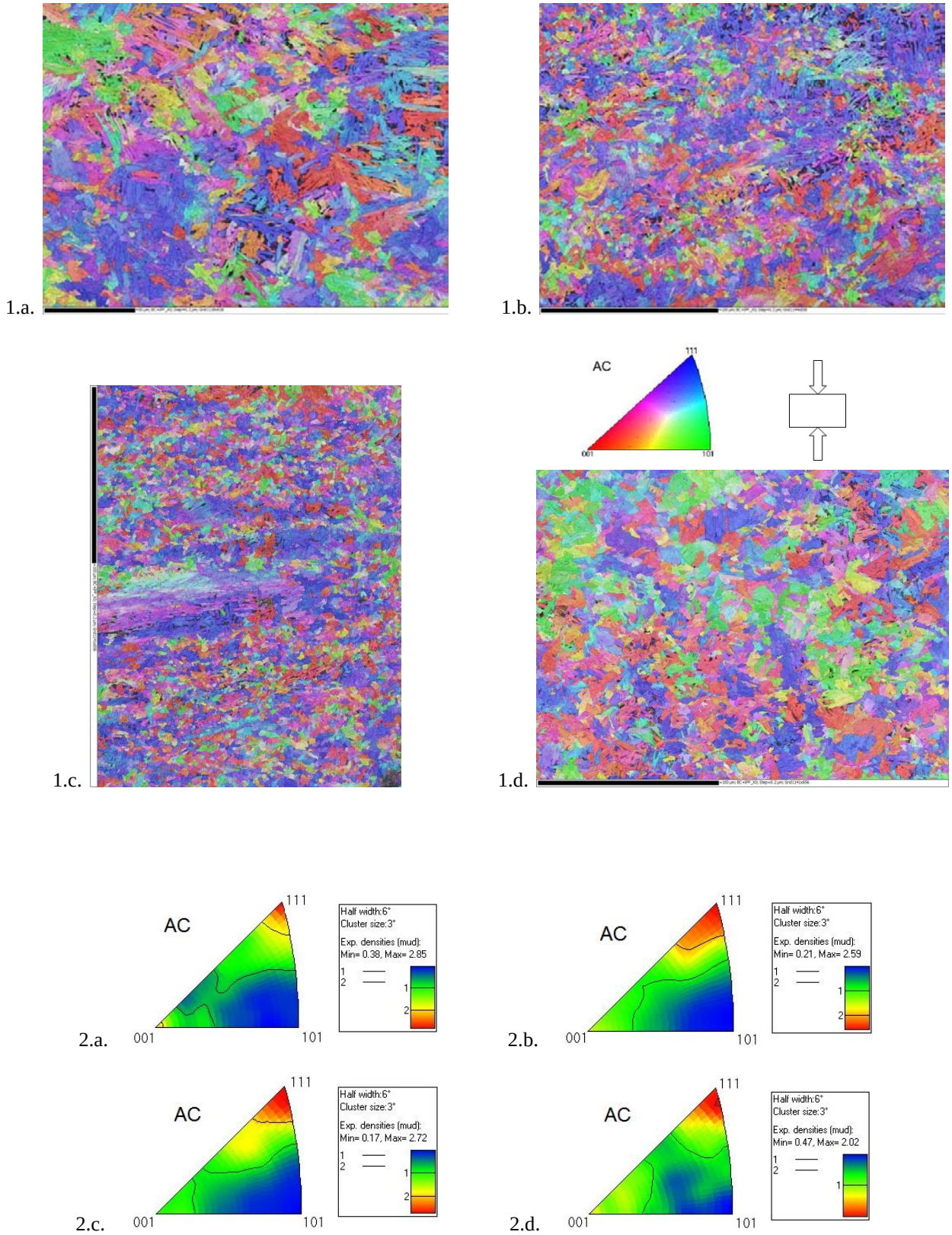
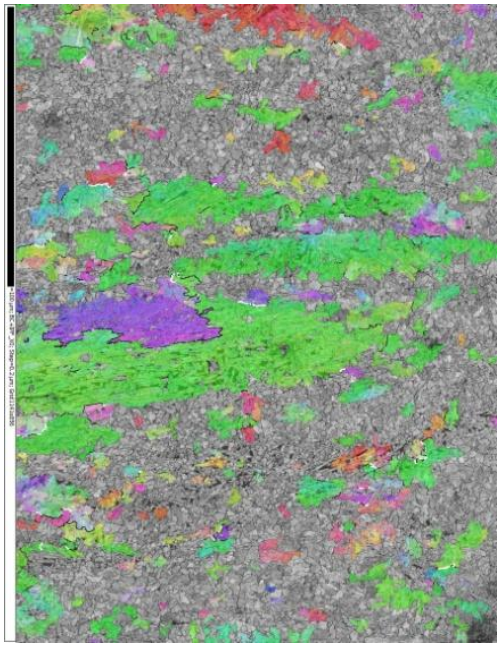


Figure V.24 : Microstructures héritées après transformation bainitique isotherme à 525°C et déformation de l'austénite à $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et a) ε=0.15, b) ε=0.47 et c) ε=0.6, ainsi que d) $\dot{\varepsilon}$ =10s^{-1} et ε=0.6. 1. Carte d'orientation selon le code couleur de l'IPF//AC et 2. Figures de pôles inverses

Nous avons appliqué le code de recalcul MERENGUE 2 à ces dernières microstructures. Cependant l'augmentation de la bainite granulaire lors du palier bainitique limite de plus en plus la reconstruction. Il subsiste tout de même des zones lamellaires permettant une reconstruction partielle de la microtexture austénitique.

Par exemple après déformation à $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ et $\varepsilon=0.6$, la microstructure héritée est constituée à 65% de structure granulaire. Il subsiste de grandes zones lamellaires faiblement désorientées de type bainitique s'étendant sur plus de 100µm (Figure V.25). À l'aide de MERENGUE 2, nous montrons que ces zones lamellaires sont principalement issues de grains γ appartenant à la fibre <110>//AC. Les grains γ appartenant à cette composante se déforment de manière homogène et présentent un gradient de désorientation continu. Nous avions montré en première partie de ce chapitre que ces grains favorisent le développement d'une microstructure en lattes parallèlement aux plans de glissement $\{111\}_\gamma$ lors d'une transformation de phase anisotherme (Figure V.6). Nous pouvons donc supposer que la bainite granulaire s'est principalement développée à partir des zones les plus désorientées par la déformation plastique des grains γ, c'est à dire les joints de grains, les macles thermiques déformées, les zones à forte concentration de microbandes.



ω_{dom}=2° et ω_{com}=1°

RO : 3.77 / 46.14 / 4.92

Fragments ω_{frag} = 3°

Élargissement ω_{enl} =3°

Figure V.25 : Carte d'orientation γ reconstruit selon le code couleur de l'IPF//AC (Désorientations entre 15° et 58° en noir, supérieures à 58° en blanc). Conditions de déformation avant maintien bainitique à 525°C : $\dot{\varepsilon}=10s^{-1}$ $\varepsilon=0.6$

V.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons montré que la sous-structure de déformation de l'austénite suite à la compression à 800°C influence fortement les mécanismes de transformation de phase et par conséquent les microstructures et microtextures héritées à température ambiante à la fois par trempe et après un maintien bainitique à 525° de 5 minutes.

Pour un refroidissement par trempe, l'augmentation du taux ou de la vitesse de déformation favorise progressivement la formation de la structure granulaire de taille moyenne limitée à 3µm le long des anciens joints de grains austénitiques et la formation de lattes bainitiques dans le cœur des grains au détriment de lattes martensitiques. Par conséquent, la dureté de l'acier décroit. Cette évolution de microstructure montre que la déformation de l'austénite accélère la cinétique de transformation bainitique en augmentant le nombre de sites de germination.

Cette évolution est observée lors d'un refroidissement par trempe et elle est amplifiée suite au maintien bainitique. En effet, pour une même vitesse de déformation, la fraction de structure granulaire passe de 5 à 15% après déformation à ε=0.15, et de 30 à 65% après déformation à ε= 0.6 lors du palier bainitique. Par ailleurs le suivi de la transformation lors du palier bainitique confirme que la transformation démarre plus rapidement lorsque l'austénite a été préalablement déformée. Par contre, les conditions de déformation influencent peu le temps d'incubation.

Grâce à la mise en œuvre de méthodes indirectes de reconstruction cristallographique des textures et microtextures parentes, nous avons pu caractériser la texture de déformation par compression de l'austénite et mettre en évidence des hétérogénéités dans sa sous-structure de déformation. Dans ce chapitre, nous avons montré que ces hétérogénéités influencent fortement la transformation au refroidissement pour engendrer des mécanismes parfois antagonistes.

Les grains γ qui s'orientent rapidement vers la composante de compression à chaud, c'est-à-dire la fibre <110>//AC, présentent souvent une déformation homogène avec présence de traces de glissement planaire $\{111\}_\gamma$ uniformément réparti dans les grains. Dans ces grains, nous avons montré que les lattes de bainite et de martensite progressent parallèlement à la trace des plans de glissement $\{111\}_\gamma$ selon les deux orientations préférentielles à 60°<111> associées dans la relation de KS aux systèmes de glissement les plus actifs.

Par contre, dans les grains γ n'appartenant pas à la composante de déformation majoritaire, des microbandes de déformation se développent. Ces zones présentent de fortes désorientations (>20°) et augmentent ainsi le nombre de sites de germination pour la transformation de phase. Par conséquent, la germination de sous-unités bainitiques est accélérée. La microstructure héritée dans ces zones est alors constituée de nombreux petits domaines correspondants à des variants différents. Il n'y a pas plus de sélection de variants marquée dans ces zones. De plus ces zones constituent aussi des frontières qui bloquent la propagation des lattes à travers le grain austénitique, lattes qui se sont formées dans des zones de déformation plus homogène des grains.

Enfin, une structure α granulaire formant des amas de grains inférieurs à 2/3µm se développent très rapidement au niveau des joints de grains austénitiques déformés. Ces grains sont présents lors d'une trempe et leur fraction augmente lors du palier bainitique au cours duquel ils envahissent les 2/3 des grains.

Nos différentes investigations nous amène à conclure qu'il s'agit d'unités bainitiques qui germent en premier lieu à partir des zones fortement désorientées au voisinage des joints austénitiques. Lors du palier bainitique, la transformation de phase progresse par germination de nouvelles unités bainitiques à partir de défauts cristallins intragranulaires de l'austénite (macle thermique déformée, microbande de déformation). Il n'y a que dans les grains de la composante <110>//AC, qui présentent la déformation la plus homogène, que la bainite se développe sous forme de lattes, semblables à celles observées sans déformation.

V.5. Références

Basabe V.V., Jonas J.J., "The Ferrite Transformation in Hot Deformed 0.036%Nb Austenite at Temperatures Above the Ae_3", *ISIJ*, (2010) 50 pp 1185-1192

Gong W., Tomota Y., Koo M.S., Adachi Y., "Effect of ausforming on nanobainite steel", *Scripta Materialia*, (2010) 63 pp 819-822

Gong W., Tomota Y., Adachi Y., Paradowska A.M., Kelleher J.F., Zhang S.Y., "Effects of ausforming temperature on bainite transformation, microstructure and variant selection in nanobainite steel", *Acta Materialia*, (2013) 61 pp 4142-4154

He Y., Godet S., Jacques P.J., Jonas J.J., "Crystallographic Features of the γ-to-α Transformation in Nb-Added Transformation-Induced Plasticity Steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2006) 37 pp 2641-2653

Hong S.C., Lim S.H., Lee K.J., Shin D.H., Lee K.S., "Effect of Undercooling of Austenite on Strain Induced Ferrite Transformation Behavior", *ISIJ*, (2003) 43 pp 394-399

Malet L., Barnett M.R., Jacques P.J., Godet S., "Variant selection during the γ-to-α_b phase transformation in hot-rolled bainitic TRIP-aided steels", *Scripta Materialia*, (2009) 61 pp 520-523

Mansour H., Guyon J., Crimp M.A., Gey N., Beausir B., Maloufi N., "Accurate electron channeling contrast analysis of dislocations in fine grained bulked materials", *Scripta Materialia*, (2014) 84 pp 11-14

Matsumura Y., Yada H., "Evolution of Ultrafine-grained Ferrite in Hot Successive Deformation", *ISIJ*, (1987) 27 pp 492-498

Miyamoto G., Iwata N., Takayama N., Furuhara T., "Quantitative analysis of variant selection in ausformed lath martensite", *Acta Materialia*, (2012) 60 pp 1139-1148

Sun X., Dong H., Liu Q., Weng Y., "Dynamically transformed ferrite fraction inferred from dilatometry measurements after deformation", *Materials Science and Engineering A*, (2008) 487 pp 93-98

Toth L.S., Estrin Y., Lapovok R., Gu C., "A model of grain fragmentation based on lattice curvature", *Acta Materialia*, (2010) 58 pp 1782-1794

Zajac S., Schwinn V., Tacke K.H., "Characterisation and quantification of complex bainitic microstructures in high and ultra-high strength linepipe steels", *Materials Science Forum*, (2005), 500-501, pp 387-394

Conclusions et perspectives

Conclusions

Compte-tenu des traitements thermo-mécaniques appliqués dans le domaine austénitique de plus en plus complexes pour produire les aciers très haute résistance, il est important de mieux appréhender l'impact de l'état métallurgique de l'austénite (recristallisé ou déformé) sur les mécanismes de transformation de phase. Nos objectifs ont été de caractériser à la fois les microstructures/microtextures de l'austénite et leurs conséquences sur les produits de transformation. Pour ces nuances d'acier, la principale difficulté rencontrée est qu'il est difficile de tremper l'austénite obtenue à haute température pour une observation directe à température ambiante. L'originalité de nos travaux a donc été de tester l'apport des outils de reconstruction cristallographique pour caractériser la microstructure et la texture de l'austénite avant transformation de phase.

Pour mener à bien cette étude, nous nous sommes intéressés à deux nuances modèles d'aciers bas carbone de composition 0.06%C-2.4%Mn-0.3%Si (CMn-1) et 0.2%C-2.4%Mn-0.3%Si (CMn-2). Différents traitements thermiques suivis d'analyses cristallographiques approfondies des microstructures héritées nous ont permis d'établir les diagrammes TRC de ces deux chimies. Une large gamme de taille de grains austénitiques a été obtenue en variant la température dans le domaine austénitique pour étudier l'effet de la taille de grains d'austénite sur les microstructures héritées. Enfin nous avons réalisé pour la nuance CMn-1 deux campagnes d'essais de compression à chaud à 800°C (Ar_3+100°C) à deux vitesses de déformation jusqu'à des déformations de 0.6 pour étudier l'impact des conditions de déformation sur le développement des produits de transformation suite à un refroidissement par trempe, puis lors d'une transformation bainitique isotherme à 525°C.

L'ensemble de nos résultats peut être synthétisé en 4 parties :

1. Apport des méthodes de reconstruction pour restituer la microstructure austénitique et réaliser une analyse cristallographique approfondie des produits de transformation
2. Effet de la taille de grains et de la vitesse de refroidissement sur les microstructures héritées
3. Analyse de la microstructure et microtexture de l'austénite déformée
4. Produits de transformation en lien avec la sous-structure de déformation austénitique

1. Apport des méthodes de reconstruction pour restituer la microstructure austénitique et réaliser une analyse cristallographique approfondie des produits de transformation

L'originalité de ce travail a été d'utiliser et d'adapter principalement l'un des outils de reconstruction des microtextures parentes à partir des microtextures héritées développé lors de précédents travaux de thèse au LEM3. Le code MERENGUE 2 a été enrichi et éprouvé sur des microstructures diverses et variées pour caractériser la microstructure austénitique à partir de microstructures qui, dans le cadre de cette étude, peuvent être qualifiées de complexes. En effet les microstructures héritées sont mixtes et constituées généralement des trois produits de transformation de l'austénite : martensite, bainite et ferrite. Plusieurs améliorations ont été apportées au code pour pallier aux difficultés liées à la transformation de phase dans les aciers.

Les domaines cristallins définissant l'orientation moyenne et le voisinage utilisés pour la recherche de l'orientation parente sont définis avec plus de précision à l'aide d'une nouvelle procédure de 'complétion de joints de grains' baptisée ALGRID. La recherche de la Relation d'Orientation (RO) optimisant la reconstruction est désormais intégrée dans le code, même dans le cas d'une microstructure déformée. Les domaines hérités peuvent présenter de fortes dispersions d'orientations, l'orientation moyenne d'un domaine n'est donc plus représentative de l'orientation parente locale. Une nouvelle option est donc maintenant disponible : elle permet d'identifier l'orientation parente à partir des désorientations locales aux frontières des domaines cristallins. À cela s'ajoute également une procédure automatisée de correction des domaines ambigus faisant suite à l'étape d'élargissement des fragments parents reconstruits.

La distribution spatiale des variants cristallographiques hérités par transformation de phase est une caractéristique importante de la microtexture de transformation. À l'issue de la reconstruction, MERENGUE 2 nous permet désormais d'obtenir les cartes de distribution spatiale des variants, ainsi qu'une carte de dispersion de la RO. Le laboratoire dispose donc à ce jour d'un outil fiable et complet de reconstruction cristallographique des microtextures parentes.

La grande variété de microstructures héritées ainsi obtenues, et à laquelle nous avons appliqué MERENGUE 2, nous permet de déterminer les microstructures favorables à la reconstruction. La martensite, possédant des Orientations Individuelles (OI) peu dispersées et suivant de manière relativement stricte une RO proche de GT, est la microstructure idéale pour la reconstruction. La bainite, dont localement le nombre de variants est limité et les OI plus dispersées, limitera le taux d'austénite non déformée reconstruite. L'analyse cristallographique nous a également permis de confirmer que les variants martensitiques s'organisent en paquets partageant un même plan d'habitat proche de $\{111\}_\gamma$ alors que les variants bainitiques s'organisent en paquets appartenant au même domaine de Bain. Les zones ferritiques ne seront pas reconstruites : la ferrite n'est plus en RO avec le grain austénitique dans lequel elle croit et présente par conséquent des désorientations angulaires aléatoires avec leur voisinage, avec une proportion importante de désorientations comprises entre 20° et 45°. Comme l'attaque thermique, MERENGUE 2 permet de mettre en évidence les macles thermiques 60°<111> dans les grains austénitiques non déformés.

2. Effet de la taille de grains et de la vitesse de refroidissement sur les microstructures héritées

En diminuant la vitesse de refroidissement (de 80°C/s (trempe) à 1/0.1°C/s), la microstructure évolue classiquement d'une martensite en lattes vers la bainite supérieure puis la ferrite polygonale/perlite. Cette évolution va de pair avec l'augmentation de la température de début de transformation de phase. L'augmentation du carbone de 0.06% (CMn-1) à 0.2% (CMn-2) a pour effet de ralentir cette évolution.

En baissant la température d'austénitisation de 1200°C à 850°C, nous avons obtenu une large gamme de taille de grains γ allant de 270µm à environ 7µm (pour la nuance CMn-1). L'attaque thermique s'est révélée être la méthode la plus rapide pour mettre en évidence les anciens joints de grains austénitiques et leurs nombreuses macles. Elle n'est cependant pas efficace pour les grains de tailles inférieures à 20µm. La réduction de la taille de grains γ diminue la trempabilité de l'acier : la microstructure héritée évolue vers une microstructure constituée de bainite et de ferrite, au détriment de la martensite.

Cette campagne d'essai thermique nous aura également permis de sélectionner les conditions de pré-traitement thermique des essais de compression, soit une austénitisation de 5 minutes à 1000°C. Ces conditions permettent d'obtenir après trempe une microstructure favorable à la reconstruction tout en limitant la taille des grains γ pour obtenir une bonne statistique sur des cartes EBSD standards.

3. Analyse de la microstructure et microtexture de l'austénite déformée

Après traitement d'austénitisation à 1000°C de la nuance CMn-1, l'austénite est déformée par compression à 800°C dans différentes conditions. L'augmentation du taux de déformation à la vitesse de déformation de $10s^{-1}$ conduit à un allongement des grains austénitiques perpendiculairement à l'axe de compression. L'austénite développe une fibre majoritaire <110> parallèle à l'axe de compression (//AC) qui s'étale vers <112> ainsi qu'une fibre minoritaire <225>//AC.

La texture de déformation à chaud de l'austénite a été calculée indirectement à partir de la texture macroscopique de la phase héritée. Ce calcul est d'autant plus quantitatif que la phase α est obtenue avec respect des relations d'orientation et sans sélection de variants. Il offre une méthode rapide de détermination des textures parentes en travaillant directement sur des chimies ne permettant pas de figer l'austénite à température ambiante et évite ainsi le recours à un matériau modèle.

Les microtextures austénitiques déformées sont plus difficiles à reconstruire que les microtextures recristallisées, car les grains γ déformés présentent de fortes dispersions d'orientations. De plus, pour la chimie étudiée, une structure granulaire se développe le long des anciens joints de grains austénitiques, créant des zones où il n'y a pas assez d'informations cristallographiques locales pour reconstruire des fragments d'austénite. Les récents développements de MERENGUE 2 (ALGRID, recherche de la RO optimale) couplés à des analyses cristallographiques plus poussées permettent cependant de suivre l'évolution de la microtexture austénitique de manière fiable.

Les zones granulaires restent cependant problématiques à reconstruire. Grâce à la détection de l'austénite résiduelle dans ces zones, nous avons montré qu'elles se développent majoritairement en RO avec l'austénite détectée dans leur voisinage proche. On ne soupçonne pas de nouvelles orientations issues de grains γ recristallisés. Par conséquent, nous avons augmenté les tolérances

angulaires durant la phase d'élargissement de la reconstruction pour intégrer les zones granulaires. Cela conduit à reconstruire au niveau des joints de grains des zones présentant souvent de fortes désorientations (>20°) par rapport au cœur du grain. Ces fortes désorientations sont également observées en direct dans les grains déformés de l'alliage modèle Fe-70Ni.

La réduction de la vitesse de déformation à $0.1s^{-1}$ conduit à la recristallisation dynamique de l'austénite déformée. Cela se traduit au niveau du comportement rhéologique par un adoucissement à partir d'une déformation ε=0.3. L'analyse des microtextures reconstruites confirme que les grains γ sont en moyenne moins déformés après déformation à ε=0.6 et $\dot{\varepsilon}=0.1s^{-1}$. La présence de grains recristallisés de l'ordre de 20µm a également été validée par comparaison des variants hérités théoriques avec ceux mesurés.

Nous avons mis en évidence deux types de sous-structures de déformation caractéristiques :

- Lorsque le grain γ appartient à la fibre majoritaire <110>//AC, le grain se déforme de manière homogène : les microbandes de déformation sont espacées régulièrement dans le grain, qui présente alors un gradient de désorientations continu.
- Lorsque le grain γ n'appartient pas à la fibre majoritaire, les microbandes de déformation se concentrent en bandes d'épaisseur de l'ordre de 10µm et présentent des sauts de désorientations jusqu'à 20° avec leur environnement.

Nous avons également montré que la relation de macle 60°<111> n'est plus respectée sous l'effet de la déformation plastique. La trace de ses anciennes macles est difficile à mettre en évidence avec le code MERENGUE 2 car ces zones sont des sites de germination préférentiels pour la structure granulaire.

4. Produits de transformation en lien avec la sous-structure de déformation austénitique

Après un refroidissement par trempe directement après déformation, nous avons mis en évidence une microstructure héritée mixte, composée de bainite granulaire d'une taille moyenne limitée à 3µm, de lattes bainitiques et martensitiques. De l'austénite résiduelle a également été détectée dans les zones contenant de la bainite granulaire.

Une augmentation du taux ou de la vitesse de déformation favorisera la formation de bainite granulaire le long des anciens joints de grains austénitiques et la formation de lattes bainitiques dans le cœur des grains austénitiques au détriment des lattes de martensite. Cela a pour conséquence de diminuer la dureté de l'acier.

Lors d'un maintien bainitique à 525°C après déformation, la formation de bainite granulaire est accentuée : elle envahit les 2/3 des grains γ tout en conservant une taille de 3µm. La transformation de phase progresse par germination de nouvelles unités bainitiques à partir de défauts cristallins intragranulaires de l'austénite (macle thermique déformée, microbande de déformation).

Le suivi de la transformation lors du palier bainitique confirme que la transformation de phase démarre plus rapidement, lorsque l'austénite a été préalablement déformée.

Même si les textures globales de transformation sont peu marquées après déformation de l'austénite, elles se renforcent tout de même autour de la composante de fibre <111>//AC vers la composante <211>//AC avec l'augmentation de la déformation. Une fraction concentre également ses axes autour de <100>//AC. Cette évolution de texture est liée au développement dans l'austénite de la fibre majoritaire <110>//AC vers la composante <102>//AC et de la composante minoritaire <225>//AC.

En s'appuyant sur les microtextures austénitiques reconstruites, nous avons caractérisé les microstructures héritées en fonction des deux principales sous-structures de déformation austénitique :

- Lorsque le grain γ appartient à la fibre majoritaire <110>//AC, la microstructure héritée est principalement constituée de bainite et de martensite. Les lattes des deux produits se développent principalement dans le grain γ déformé parallèlement à la trace de plans de glissement {111} de facteurs de Schmid élevé. Nous avons montré qu'il y sélection de variants dans cette catégorie de grains γ.
- Lorsque le grain γ n'appartient pas à la fibre majoritaire, la germination est accélérée dans les microbandes de déformation. La microstructure dans ces zones est constituée de nombreux petits domaines correspondant à des variants différent. Il n'y a pas de sélection de variants dans ces zones. La concentration de microbandes de déformation est un obstacle au développement des produits lamellaires.

Lors de la transformation bainitique isotherme, la bainite se développe sous forme de lattes, semblables à celles observées sans déformation, uniquement dans les grains γ appartenant à la composante <110>//AC.

Perspectives

Différentes perspectives de travail sont envisagées pour approfondir l'analyse des mécanismes de transformation dans les aciers après déformation dans le domaine austénitique.

Nous avons mis en évidence la formation de bainite granulaire lors de la transformation bainitique isotherme après déformation de l'austénite. Il serait intéressant d'approfondir la caractérisation de la bainite granulaire pour mieux la distinguer de la ferrite polygonale à l'aide d'analyses en imagerie haute résolution en contraste ECCI couplées aux analyses EBSD en haute résolution angulaire, permettant ainsi d'imager les défauts cristallins propres à ces microstructures. Ces analyses pourront être associées à des essais in-situ de suivi de transformation de phase bainitique à l'aide d'une platine chauffante pour mieux appréhender son mécanisme de formation.

La caractérisation des microtextures des différents produits de transformation a été réalisée de manière bidimensionnelle durant ces travaux. Des analyses tridimensionnelles permettraient d'obtenir une image plus réaliste de l'enchevêtrement des variants et de l'évolution des dispersions d'orientation avec le front de propagation de la transformation lors d'essais interrompus de transformation de phase.

En fonction du produit de transformation, nous avons mis en évidence avec MERENGUE 2 une évolution de la RO optimale pour la reconstruction de la microtexture austénitique. Pour vérifier que ce calcul reflète une réelle évolution de la RO, une comparaison entre la RO estimée et celle mesurée dans d'autres nuances modèles présentant de l'austénite résiduelle peut être intéressante.

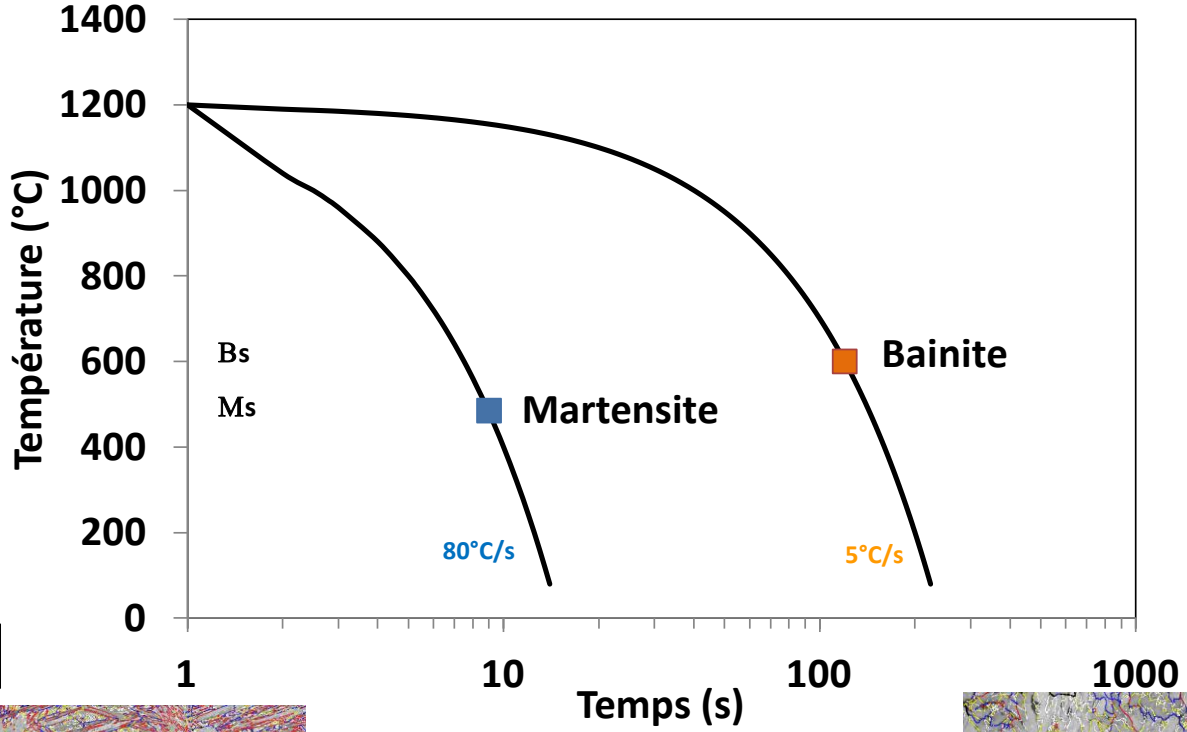
La méthode de reconstruction développée au LEM3 a aujourd'hui atteint un certain degré de maturité pour apporter des éléments de réponses sur l'évolution de la microstructure austénitique avant transformation : elle peut dorénavant être appliquée plus largement sur des nuances industrielles et pour différents modes de déformations.

Annexe A : Diagrammes TRC

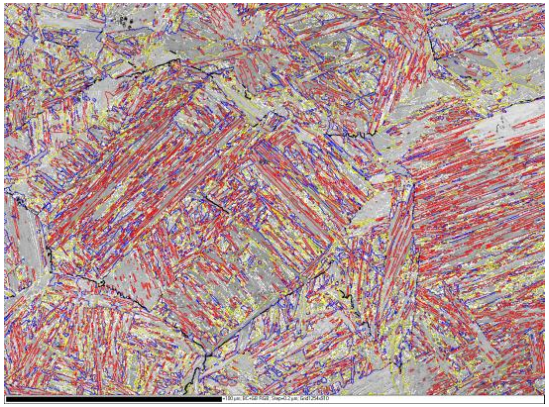
L'annexe A regroupe les diagrammes TRC construits à partir des traitements thermiques pour les nuances CMn-1 et CMn-2.

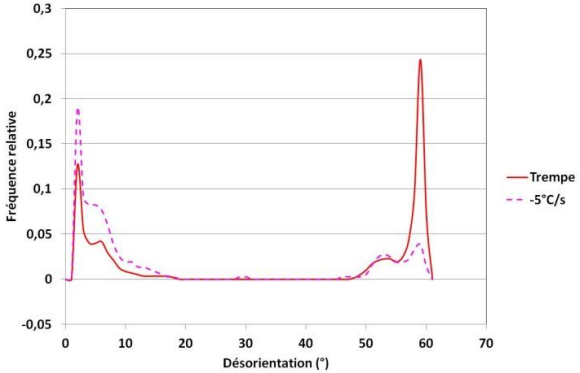
- Nuance CMn-1 : traitements thermiques à 1200°C, à 1000°C et à 850°C
- Nuance CMn-2 : traitements thermiques à 1000°C et à 850°C

Diagramme TRC : 1200°C (**270 µm**) **Nuance 0.06%C**



324 HV





203 HV

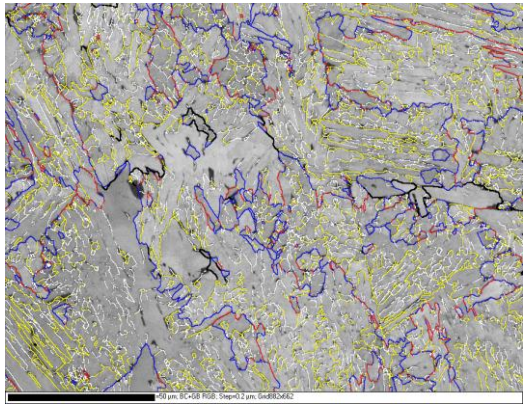
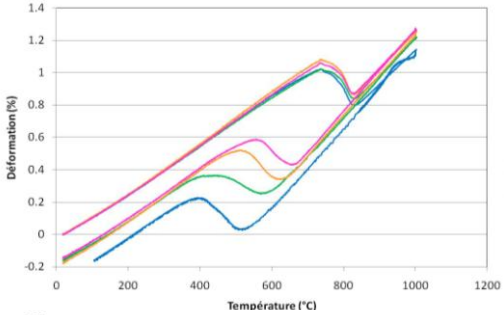
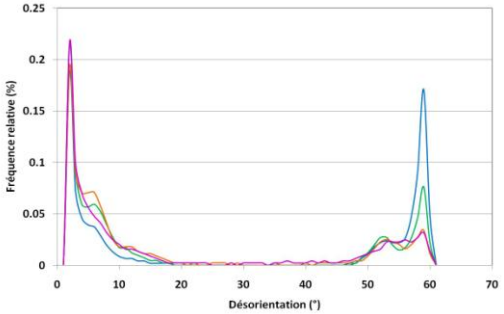
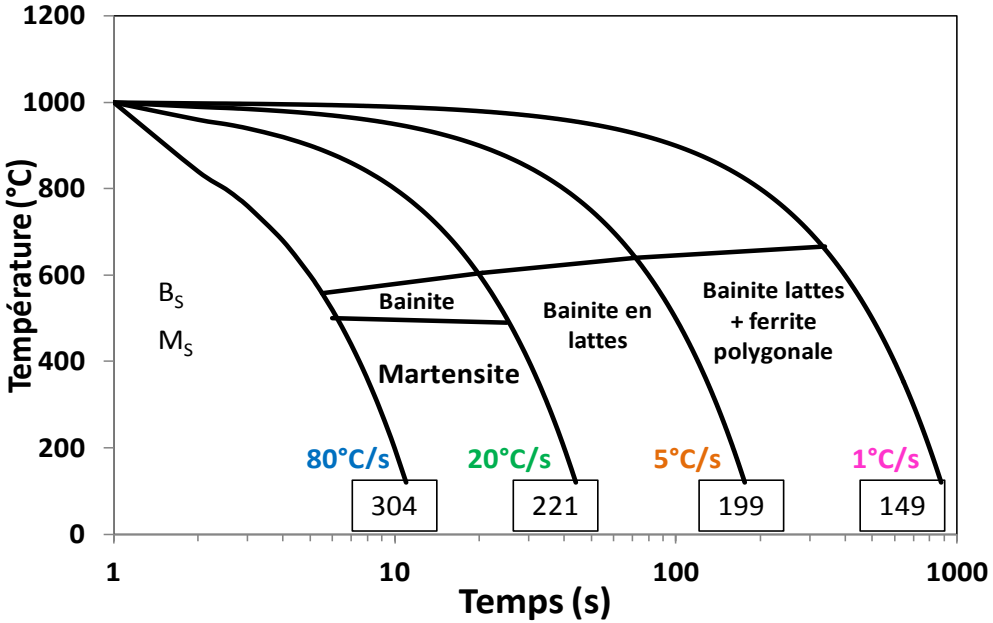


Diagramme TRC : 1000°C (**50µm**) **Nuance 0.06%C**







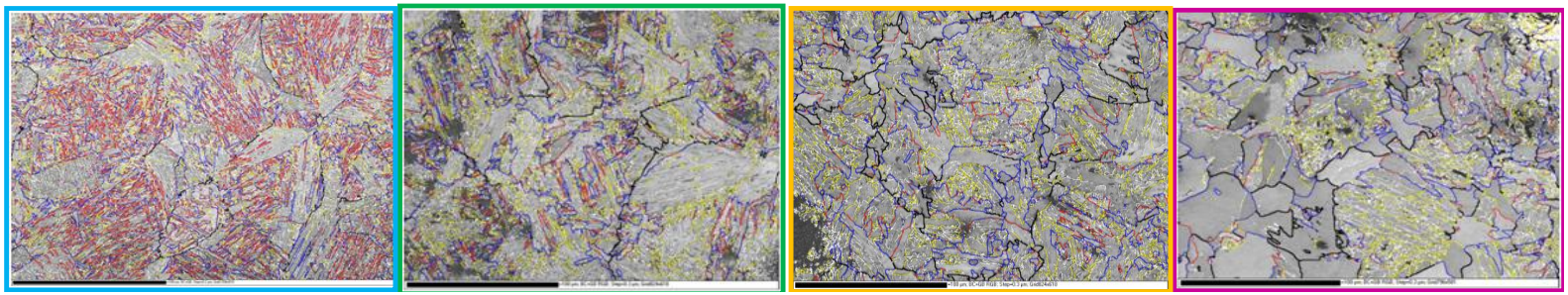
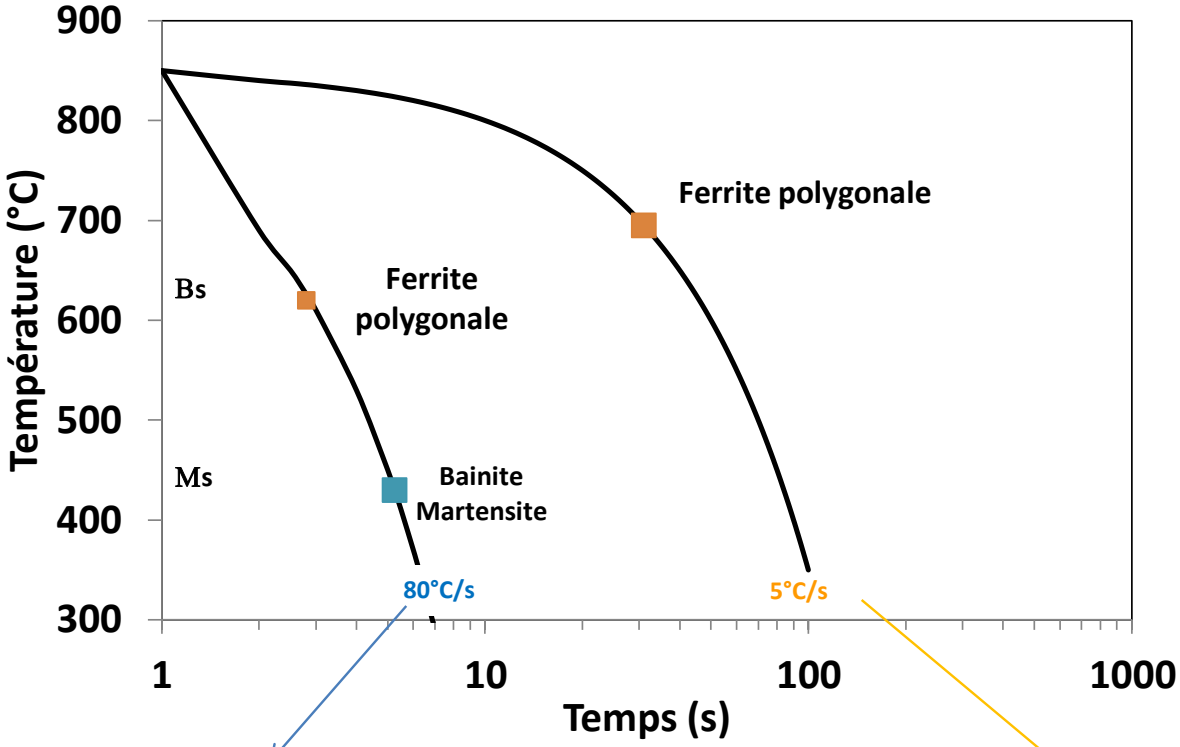
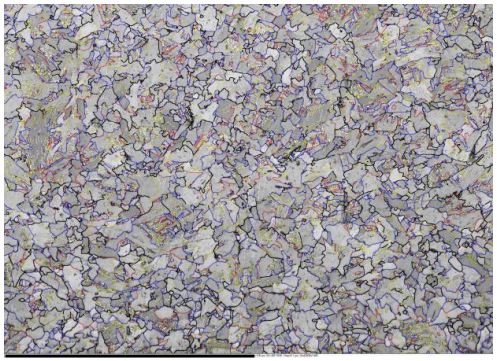
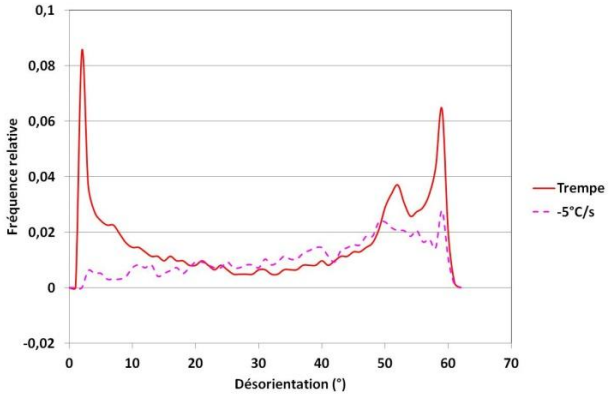


Diagramme TRC : 850°C (**7µm**) **Nuance 0.06%C**



273 HV





183HV

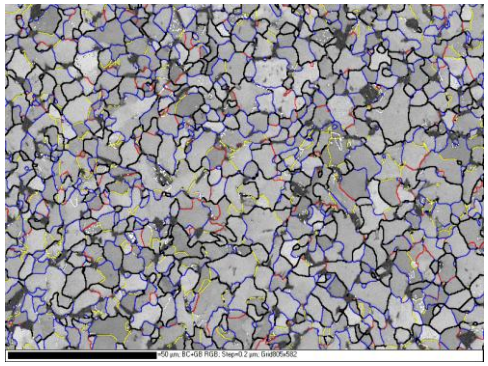
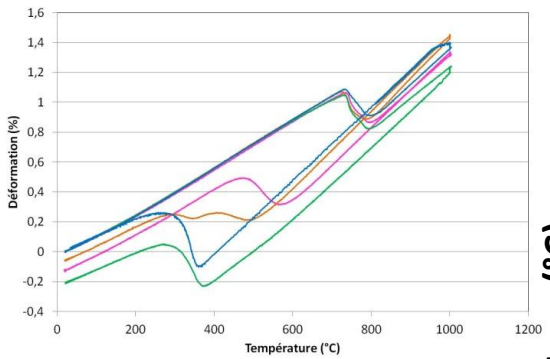
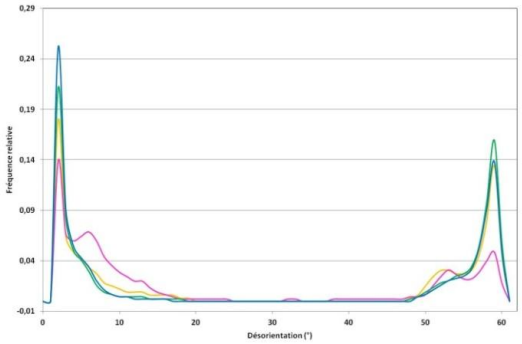
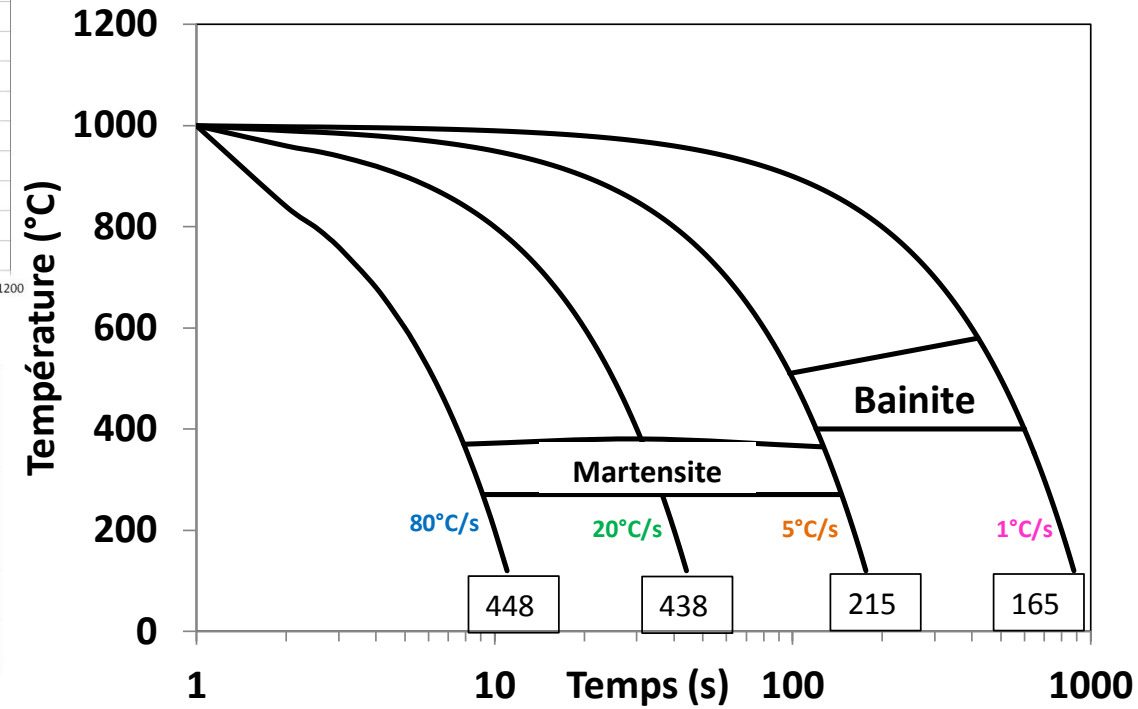


Diagramme TRC : 1000°C (**55µm**) Nuance 0.2%C







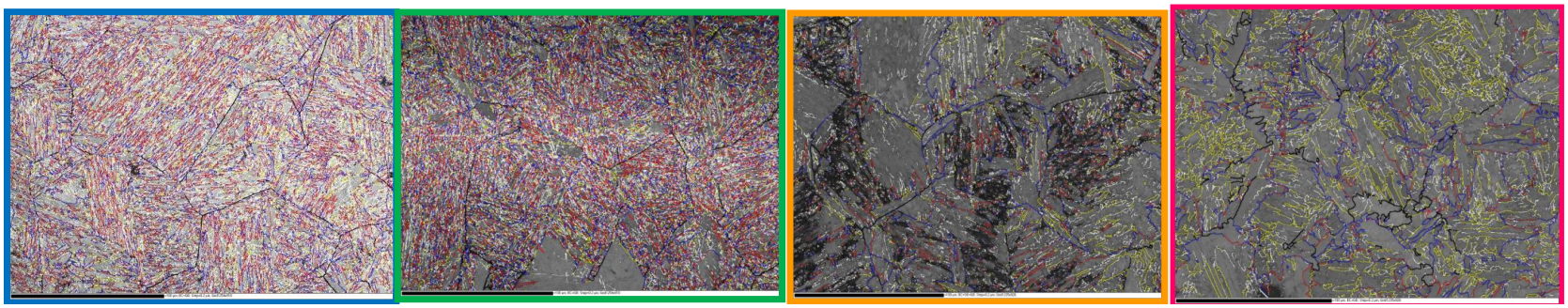
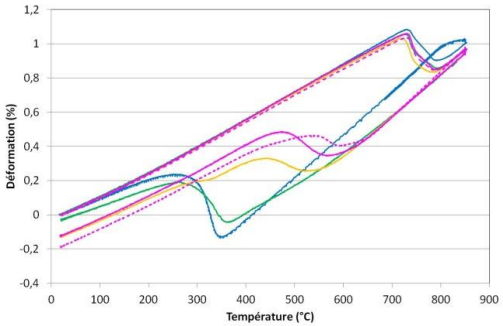
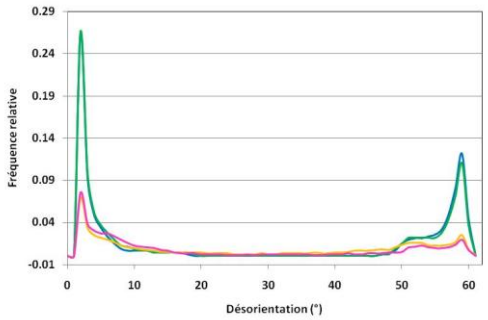
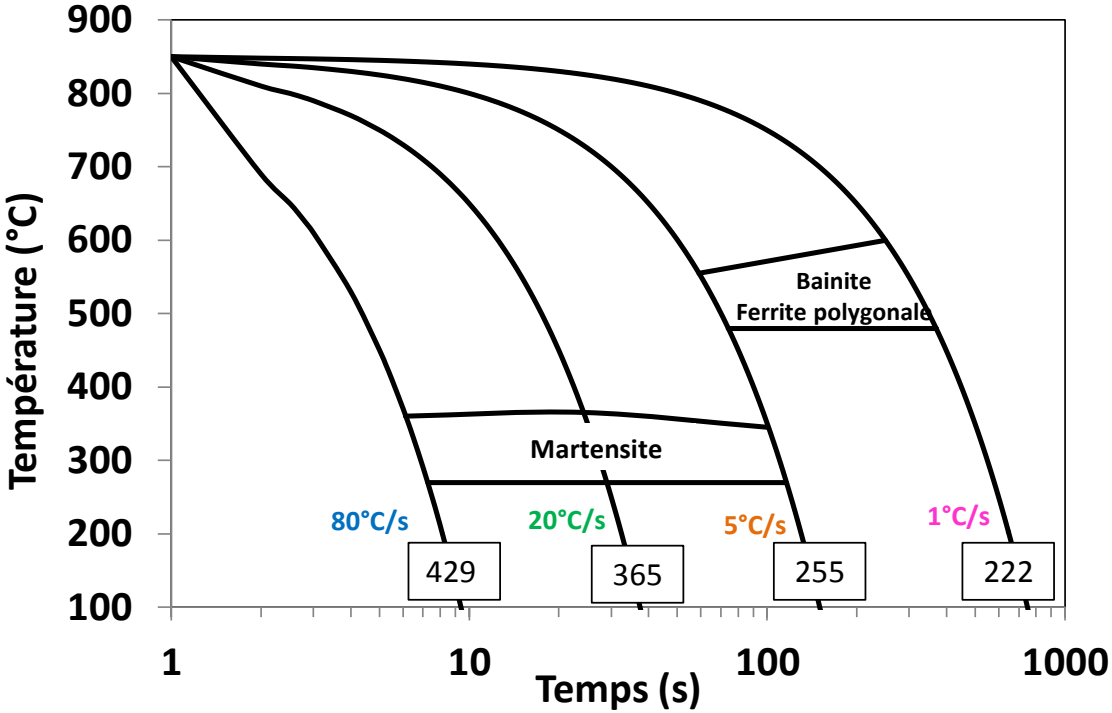
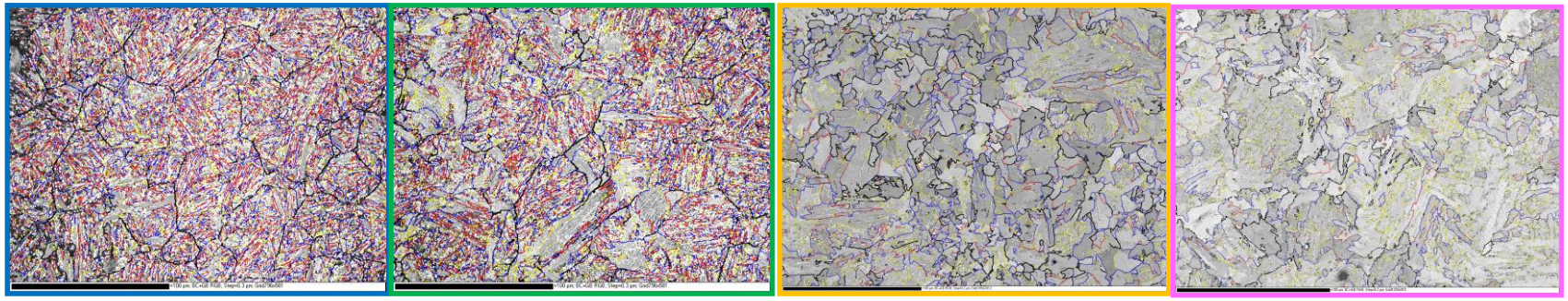


Diagramme TRC : 850°C (**27µm**) Nuance 0.2%C







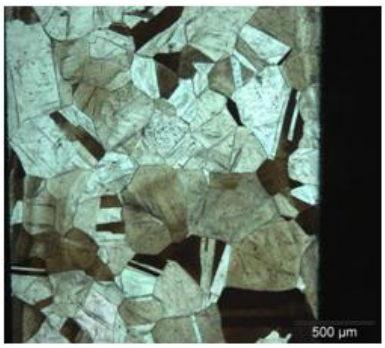


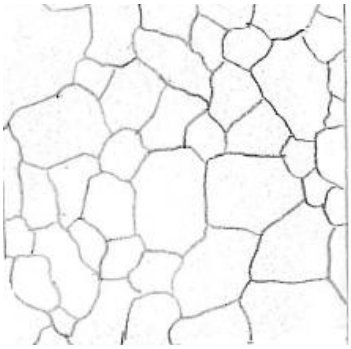
Annexe B : Évaluation de la taille de grains austénitiques par attaque thermique

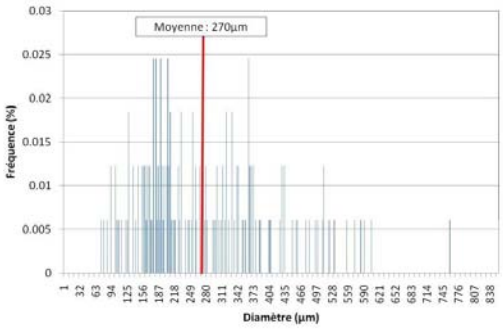
L'annexe B présente, pour les nuances CMn-1 et CMn-2, un exemple issus des résultats de l'attaque thermique obtenus par microscopie optique, les calques des joints de grains correspondants, ainsi que l'histogramme de la taille de grains.

Nuance CMn-1

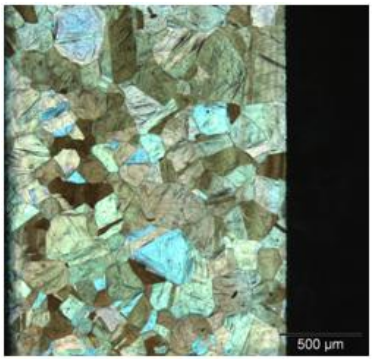
T_γ = 1200°C => ϕ_γ = 275µm

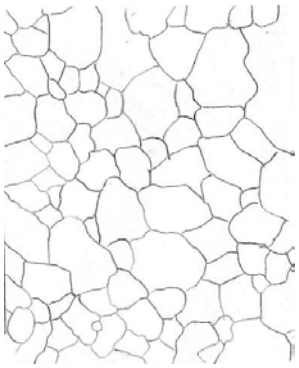


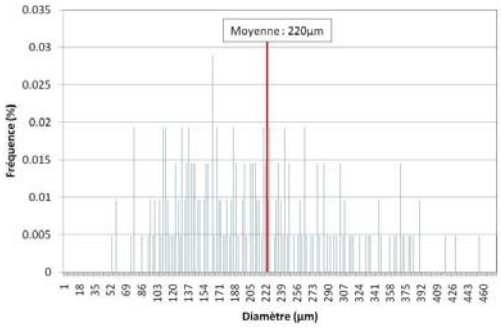




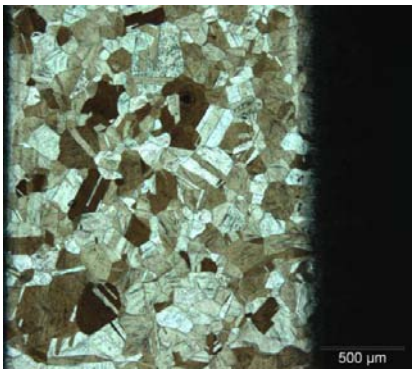
T_γ = 1150°C => ϕ_γ = 220µm

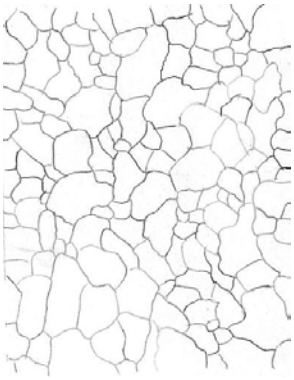


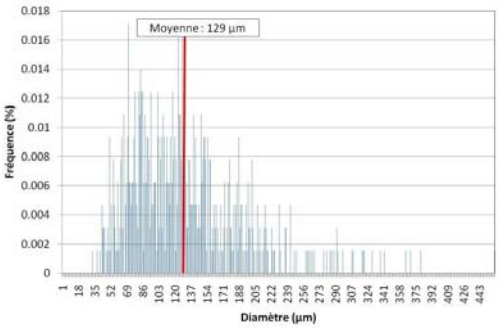




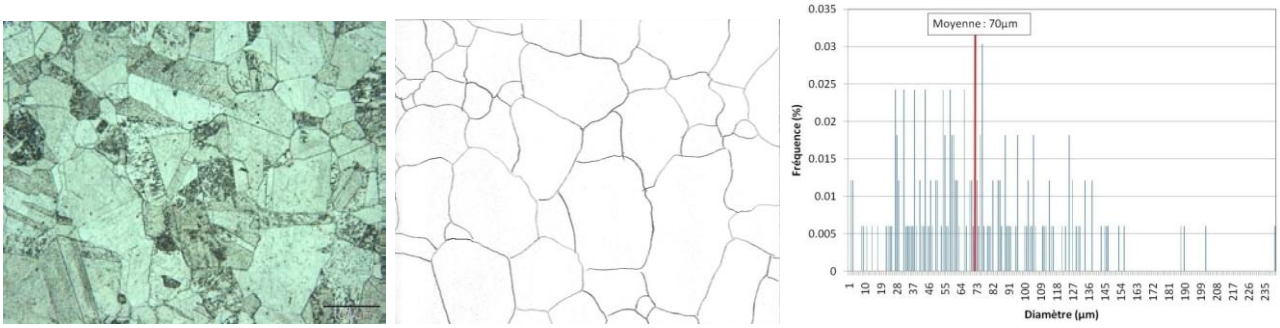
T_γ = 1100°C => ϕ_γ = 130µm



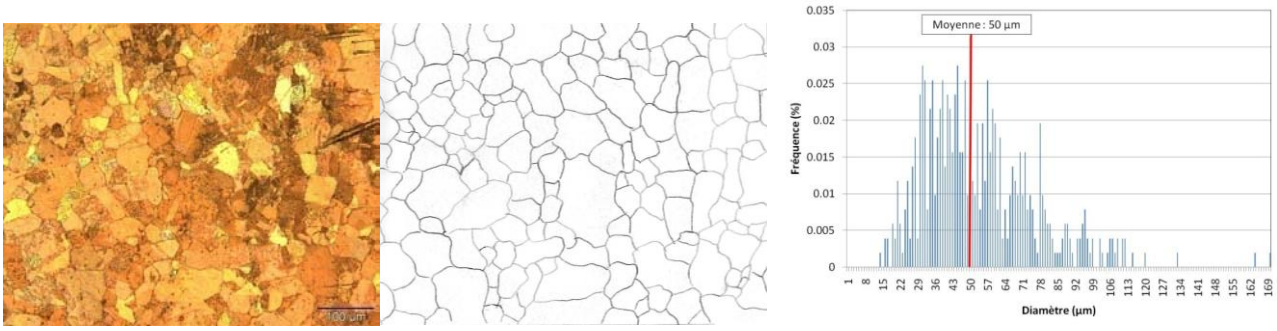




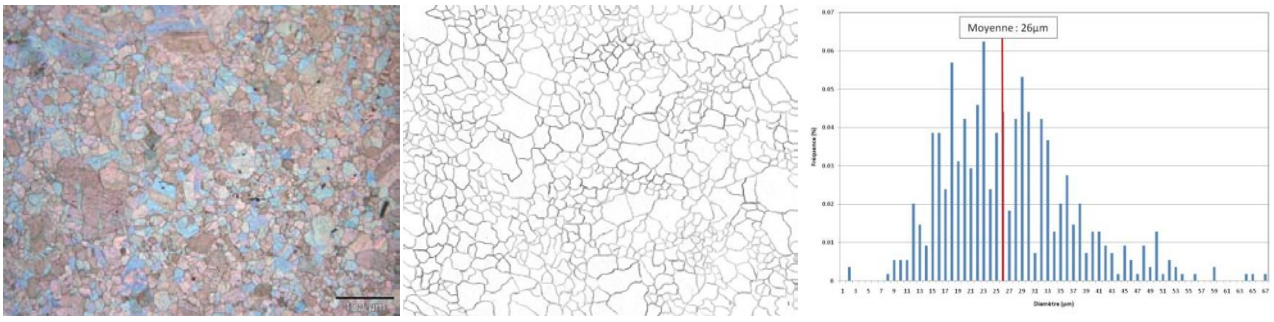
T_γ = 1050°C => ϕ_γ = 70µm



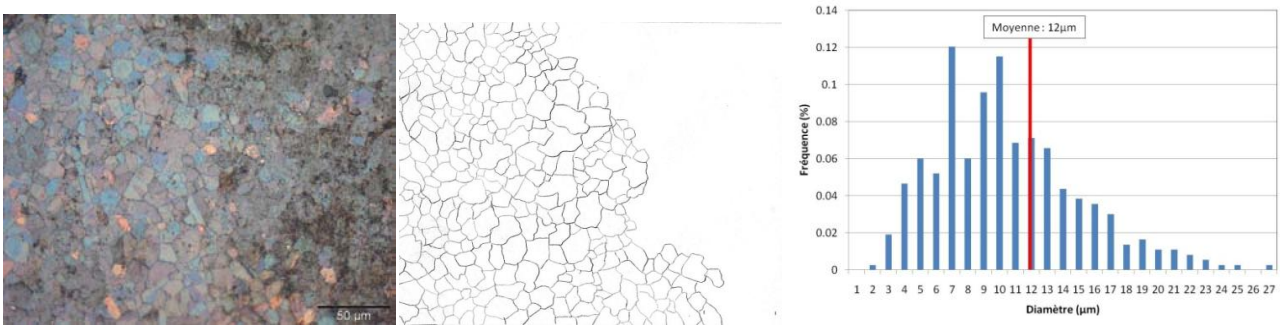
T_γ = 1000°C => ϕ_γ = 50µm



T_γ = 950°C => ϕ_γ = 26µm

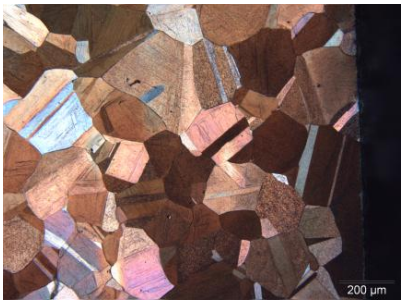


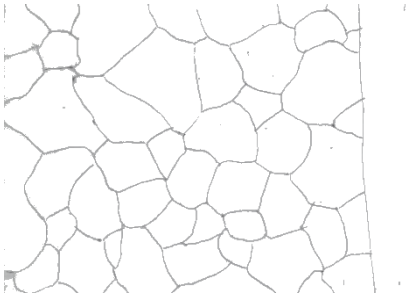
T_γ = 900°C => ϕ_γ = 12µm

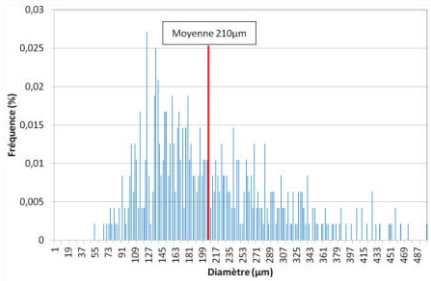


Nuance CMn-2

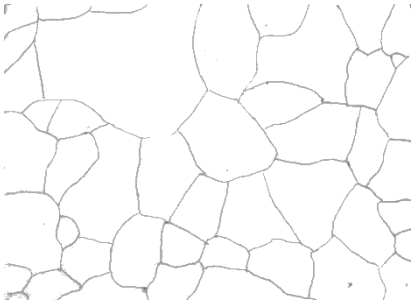
T_γ = 1200°C => ϕ_γ = 210 µm

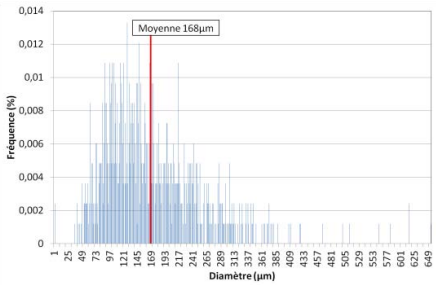




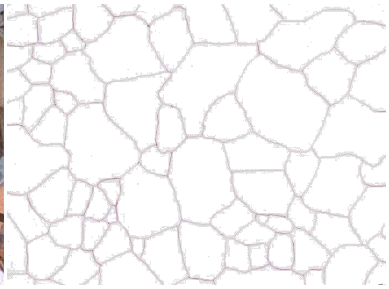


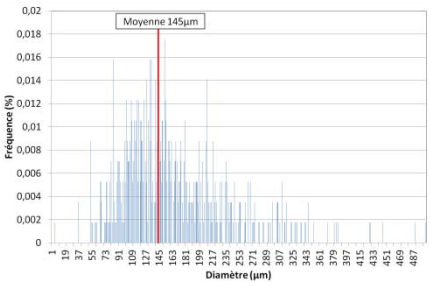
T_γ = 1150°C => ϕ_γ = 168 µm



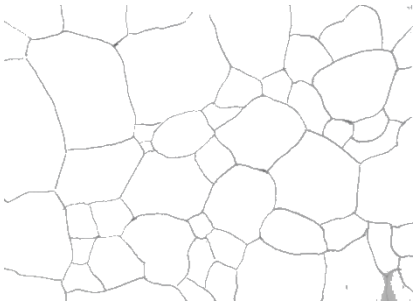


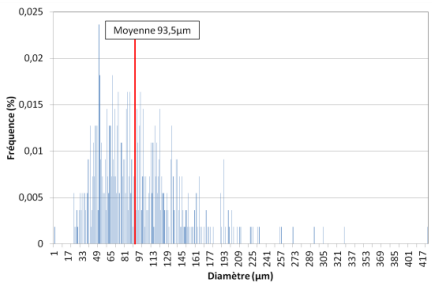
T_γ = 1100°C => ϕ_γ = 145 µm



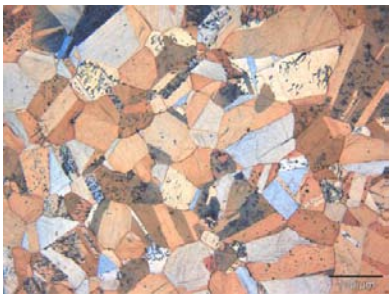


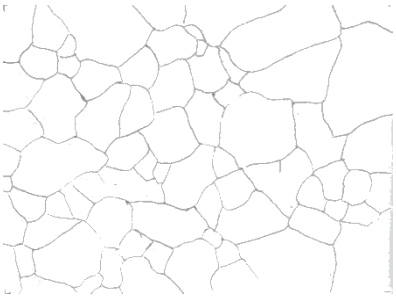
T_γ = 1050°C => ϕ_γ = 93.5 µm

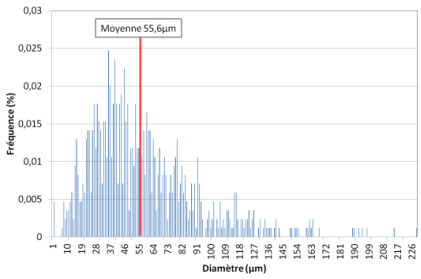




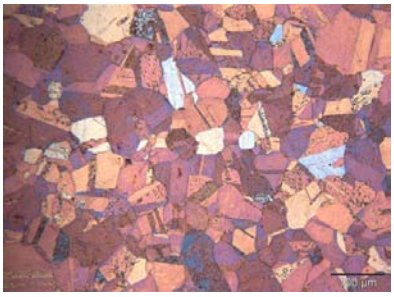
T_γ = 1000°C => ϕ_γ = 55.6 µm

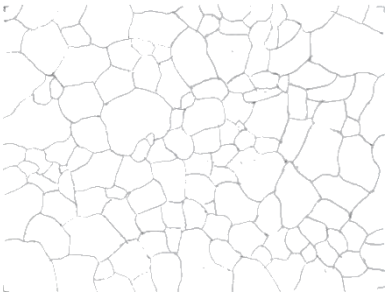


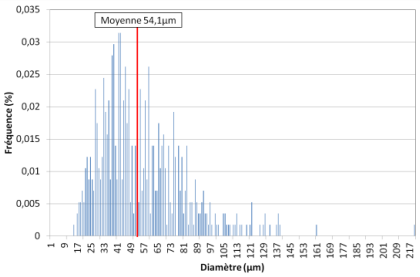




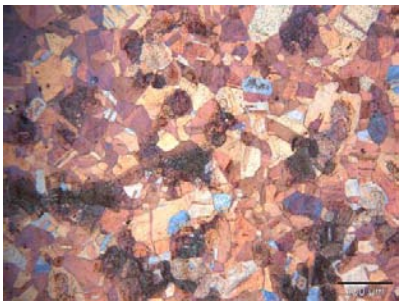
T_γ = 950°C => ϕ_γ = 54.1 µm

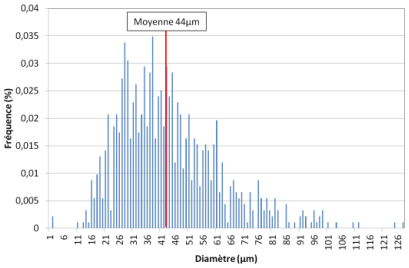






T_γ = 900°C => ϕ_γ = 44 µm





Résumé

Ce travail de thèse vise à comprendre l'influence de l'état métallurgique de l'austénite γ à haute température sur les mécanismes de transformation de phase dans deux nuances modèles d'acier bas carbone de composition 0.06%C-2.4%Mn-0.3%Si (CMn-1) et 0.2%C-2.4%Mn-0.3%Si (CMn-2). Une campagne de traitements thermiques a permis de réaliser une analyse cristallographique approfondie des produits de transformation en fonction de la taille de grains γ. Suite aux nombreuses microstructures obtenues, les apports et limites de la reconstruction cristallographique de l'austénite à partir des données EBSD sont définis en fonction des microstructures héritées. Des essais de compression à chaud de l'austénite à 800°C (Ar_3+100°C) sont ensuite réalisés pour suivre l'évolution des microstructures et microtextures austénitiques en fonction des conditions de déformation pour la nuance CMn-1. Les caractéristiques obtenues par reconstruction cristallographique sont confirmées par une analyse de l'alliage modèle 30%Fe-70%Ni laminé à chaud. Nous avons mis en évidence de fortes désorientations au voisinage des joints de grains et deux sous-structures caractéristiques de la déformation : des grains déformés de manière homogène par glissement planaire et d'autres contenant des microbandes de déformation. Ces structures dépendent des composantes de texture développées dans l'austénite. La formation de bainite en lattes est favorisée au détriment de la martensite lors d'un refroidissement par trempe après déformation, impliquant une diminution de la dureté. Une structure granulaire se développe également le long des anciens joints de grains γ et s'étend à l'ensemble du grain lors d'un maintien bainitique à 525°C. Dans les zones de déformation homogène, les microstructures lamellaires se développent parallèlement à la trace des plans de glissement $\{111\}_\gamma$ les plus actifs. Tandis que dans les microbandes, la germination de petits domaines bainitiques d'orientations différentes est favorisée.

Mots clés : acier, transformation de phase, déformation, microstructure, texture, reconstruction cristallographique

Abstract

The thesis aims to understand the influence of the metallurgical state of austenite at high temperature on the phase transformation mechanisms in two model grades of low carbon steel: 0.06%C-2.4%Mn-0.3%Si (CMn-1) and 0.2%C-2.4%Mn-0.3%Si (CMn-2). A series of heat treatments enabled a thorough crystallographic analysis of the transformation products according to the γ grain size. According to the numerous microstructures obtained, the advantages and limits of the crystallographic reconstruction of austenite from EBSD data are defined according the type of inherited microstructures. Finally, hot compression tests at 800°C (Ar_3+100°C) are performed on the grade CMn-1 to follow the evolution of the austenitic microstructures and microtextures based on strain conditions. The characteristics obtained by crystallographic reconstruction are confirmed by an analysis of the 30%Fe-70%Ni hot-rolled model alloy. We identified high misorientations in the vicinity of grain boundaries and two characteristics deformation substructures: grains homogeneously deformed by planar slip mechanism and grains with deformation microbands. These structures depend on the components of texture developed in the austenite. It was found that the bainitic laths are promoted as the deformation increases to the detriment of the martensite formed by quenching, resulting in a decrease of the hardness. Moreover a granular structure also grows along prior γ grains boundaries and spreads across the grain during isothermal bainite transformation at 525°C. Lamellar microstructures are aligned along the most active slip plans $\{111\}_\gamma$ in homogeneously deformed grains, while the nucleation of small bainitic areas with different orientations is promoted in the microbands.

Keywords: steel, phase transformation, deformation, microstructure, texture, crystallographic reconstruction