



HAL
open science

Genèse de la ferrite aciculaire dans les aciers à moyen carbone microalliés au vanadium. Morphologie fractale en relation avec les propriétés mécaniques

Randolfo Villegas

► To cite this version:

Randolfo Villegas. Genèse de la ferrite aciculaire dans les aciers à moyen carbone microalliés au vanadium. Morphologie fractale en relation avec les propriétés mécaniques. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2007. Français. NNT : 2007INPL086N . tel-01752906

HAL Id: tel-01752906

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752906>

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

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

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

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

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Thèse

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INPL

Ecole Doctorale **EMMA**

Discipline : Science et Ingénierie des Matériaux

présentée par

Randolfo VILLEGAS

**Genèse de la ferrite aciculaire dans les aciers à moyen carbone
microalliés au vanadium.**

Morphologie fractale en relation avec les propriétés mécaniques.

Soutenue publiquement le 15 novembre 2007 devant le jury :

Jean-Pierre CHEVALIER	Président
Patrick CORDIER	Rapporteur
Maxence BIGERELLE	Rapporteur
Alain HAZOTTE	Examineur
Mario CONFENTE	Examineur
Abdelkrim REDJAÏMIA	Directeur de thèse

Thèse préparée au sein du
Laboratoire de Science et Génie des Surfaces, UMR 7570, École de Mines de Nancy

À Maud

À mes parents

AVANT-PROPOS

Ce travail de recherche est le fruit d'une collaboration entre le Centre de Recherche et Développement d'ArcelorMittal Gandrange pour Produits Longs (Research and Development – Long Carbon Bars and Wires) et le Laboratoire de Science et Génie de Surfaces (LSGS) de L'École Nationale Supérieure de Mines de Nancy. Je tiens à exprimer ma sincère gratitude à Monsieur Henry MICHEL, ancien directeur du LSGS, pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire. Je remercie également Messieurs Mario CONFENTE et Gerard METAUER, instigateurs de ce projet.

Je remercie Monsieur Jean-Pierre CHEVALLIER, du Conservatoire National des Arts et Métiers (CNAM), pour avoir présidé le jury de cette thèse.

J'exprime mes remerciements à Messieurs Patrick CORDIER et Maxence BIGERELLE pour avoir consacré une partie de leur temps à l'examen de ce mémoire et accepté d'en être les rapporteurs. Je tiens également à remercier Monsieur Alain HAZOTTE pour avoir accepté de faire partie du jury d'examen de cette thèse.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur Abdelkrim REDJAÏMIA, pour son encadrement tout au long de cette thèse. Le temps qu'il m'a consacré et sa rigueur scientifique m'ont été d'un réel soutien.

Je remercie Madame M-T. PERROT-SIMONETA et Monsieur Laurent MAROT, qui ont été des partenaires industriels essentiels pour la mise en route et le déroulement de ce projet.

Je tiens également à remercier tous les membres du LSGS, passés et présents, du LSGS pour leur aide et leur soutien, particulièrement :

Mesdames Teresa TOLL-DUCHANOY, Valerie DEMANGE, Christine GENDARME et Sandrine AMELIO pour leur aide dans ma formation aux techniques de microscopies électroniques en transmission.

Monsieur Christian ETIENNE, pour son aide précieuse dans la préparation des échantillons.

Monsieur Francis KOSIOR pour son support sans faille concernant l'informatique.

Les membres du secrétariat passés et présent, Madame Marie-Claude LEHMAN, Mademoiselle Sylvie COLLINET, Madame Martine SCHNEIDER et Madame Valerie TAMBURINI pour leur disponibilité et leur appui.

Mes remerciements vont aussi à Éric, David, Noura, Taha, Olivier, Xiaochuan, Nicolas, André, Yan, et tous les autres qui ont adouci mes journées de labeur au fil des années.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur Gérard LESOULT et à Madame Géraldine PIERSON de la formation SIM pour tout leur aide.

Je remercie mes collègues du Centre de Recherche et Développement de Gandrange pour leur accueil et leur soutien dans les derniers mois avant l'achèvement de la thèse.

Ces remerciements seraient incomplets sans y associer ma femme, Maud, mon principal soutien et motif d'inspiration.

Introduction	1
I Les aciers microalliés.....	3
I.1 Les aciers microalliés pour la forge.....	4
I.2 La bainite	6
I.2.1 Morphologie et cristallographie de la bainite	6
I.2.1 La transformation bainitique.....	8
I.3 La ferrite aciculaire	9
I.3.1 Morphologie et cristallographie de la ferrite aciculaire.....	9
I.3.2 Germination de la ferrite aciculaire	10
II Matériaux et techniques expérimentales.....	13
II.1 Choix des matériaux	13
II.2 Elaboration des nuances	13
II.3 Dilatométrie	15
II.4 Techniques de caractérisation.....	17
II.4.1 Microscopie optique	17
II.4.2 Microscopie électronique à balayage	18
II.4.3 Microscopie et diffraction électroniques en transmission	19
II.4.4 Essais mécaniques de dureté et de compression.....	19
II.4.5 Acquisition, traitement et analyse d'images.....	20
III Genèse de la ferrite aciculaire	22
III.1 Transformation austénite ➔ ferrite aciculaire.....	22
III.1.1 Tracé des courbes de transformation en refroidissement continu	23
III.1.2 Domaine d'apparition de la ferrite aciculaire.....	25
III.1.3 L'austénite et ses autres produits de décomposition	27
III.4 Influence de la composition chimique sur la formation de la ferrite aciculaire.....	28
III.4.1 Evolution de la microstructure avec la teneur en vanadium	29
III.4.2 Evolution de f_{FA} avec la teneur en silicium.....	33
III.5 Rôle des sulfures MnS et carbures V(C,N) sur la formation de la ferrite aciculaire....	35
III.6 Précipitation interphase de V(C,N)	40
III.7 Synthèse	44
IV Morphologie et nature fractale de la ferrite aciculaire.....	48
IV.1 Structures fractales	49
IV.1.1 L'autosimilarité ou invariance d'échelle.....	49
IV.1.2 Dimension fractale	50
IV.1.3 Fractales autoaffinées, multifractales et statistiques	53
IV.1.4 Matériaux à microstructures fractales	54
IV.2 Morphologie de la ferrite aciculaire.....	56
IV.3 Caractérisation fractale de la ferrite aciculaire.....	61
IV.3.1 Autosimilarité de la ferrite aciculaire.....	64
IV.3.2 Calcul de la dimension fractale D	68
IV.4 Schéma de la genèse fractale de la ferrite aciculaire.....	75
IV.5 Synthèse	77
V Propriétés mécaniques de la ferrite aciculaire en relation avec sa fractalité	80
V.1 Résultats des essais de dureté.....	80
V.1.1 Influence du vanadium sur l'évolution de la dureté.....	81

V.1.1 Influence du silicium sur l'évolution de la dureté.....	86
V.2 Résultats des essais mécaniques de compression.....	87
V.2.1 Influence du vanadium sur l'évolution des propriétés de résistance et de ténacité	90
V.2.2 Influence du silicium sur l'évolution des propriétés de résistance et de ténacité...	92
V.2.3 Consolidation de la ferrite aciculaire.....	93
V.3 Caractère fractal et propriétés mécaniques.....	99
V.3.1 Propriétés mécaniques de résistance et dimension fractale.....	103
V.3.2 Ecrouissage et dimension Fractale	106
V.4 Synthèse.....	108
Conclusions	111
Annexes	116
Références bibliographiques	124

INTRODUCTION

Introduction

Depuis l'avènement des aciers microalliés sur les marchés de l'industrie automobile, de la construction et du transport des hydrocarbures, leurs propriétés mécaniques (résistance, ductilité, usinabilité, etc.) n'ont cessé d'être améliorées. Les hauts niveaux de ces propriétés mécaniques ont été atteints grâce à l'optimisation de la composition chimique d'une part, et à la maîtrise des procédés d'élaboration des produits finis, d'autre part.

La famille des aciers microalliés se divise en deux groupes :

- Les aciers microalliés à bas carbone destinés à la fabrication de produits plats (tôles pour automobiles, pipelines, etc.).
- Les aciers microalliés à moyen carbone utilisés pour la fabrication de produits longs (pièces forgées, pièces frappées à froid, etc.).

L'étude que nous menons, dans le cadre de la présente thèse, est dédiée aux aciers du deuxième groupe, les aciers microalliés à moyen carbone.

Ces aciers sont caractérisés par une microstructure fine ferritique ou ferrito-perlitique et par une précipitation de dispersoïdes, conséquence de l'addition d'éléments de microalliage. Ces paramètres structuraux garantissent des niveaux de résistance mécanique élevés à l'impact comme à la fatigue, et par conséquent une réduction appréciable de la masse des pièces manufacturées.

Les structures ferritiques et ferrito-perlitiques originelles ont été concurrencées plus tard par des structures bainitiques obtenues par des procédés plus complexes mettant en jeu des chemins de refroidissement contrôlés après les opérations de forge (1).

Nous inscrivons cette étude dans le cadre de l'optimisation et du développement de microstructures alternatives aussi bien à la ferrite-perlite qu'à la bainite elle-même. La microstructure ainsi visée est la ferrite aciculaire. Elle serait obtenue par des chemins de

refroidissement continu contrôlés simples. Cette ferrite aciculaire a ouvert une nouvelle voie de développement d'aciers destinés à la forge (2).

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à la genèse de la ferrite aciculaire, à ses caractéristiques morphologiques ainsi qu'à ses propriétés mécaniques. Nous nous sommes attachés à trouver un lien entre les propriétés mécaniques et les paramètres microstructuraux de la ferrite aciculaire. Malgré la complexité de cette structure, des liens entre les propriétés mécaniques de résistance et sa morphologie ont été établis grâce à la géométrie fractale.

Le manuscrit de thèse que nous présentons ici est divisé en cinq chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à la présentation des aciers microalliés en général et à celle des aciers microalliés à moyen carbone en particulier : leurs composition chimique, microstructure, transformations de phases, et propriétés mécaniques sont passés en revue de façon non exhaustive.
- Le deuxième chapitre est dédié aux matériaux sélectionnés pour cette étude ainsi qu'aux techniques expérimentales d'élaboration et de caractérisation microstructurale et mécaniques.

Les trois derniers chapitres exposent les différents résultats et leurs interprétations :

- Le troisième chapitre est destiné à la détermination des différents paramètres (temps, température, vitesse de refroidissement) qui conduisent à la formation de la ferrite aciculaire en tant que constituant majoritaire.
- Le quatrième chapitre est focalisé sur la géométrie fractale et son apport à la caractérisation microstructurale de la ferrite aciculaire. Les résultats en relation avec la nature fractale de la ferrite aciculaire y sont présentés.
- Le cinquième et dernière chapitre est consacré à l'établissement d'un lien entre les propriétés mécaniques et les paramètres caractéristiques de la nature fractale de la ferrite aciculaire.

Chapitre I :

Les aciers microalliés

I Les aciers microalliés

Les aciers microalliés sont des aciers à haute résistance mécanique caractérisés par de faibles additions de niobium (Nb), de vanadium (V) et/ou de titane (Ti). Ces éléments de microalliage (≈ 0.1 % massique) s'associent avec des éléments interstitiels (carbone, et/ou azote) pour former des précipités : nitrures, carbures et/ou carbonitrures. Cette précipitation conduit à un accroissement des propriétés mécaniques par rapport aux aciers de base au carbone manganèse. Ces niveaux de propriétés mécaniques sont garantis par l'affinage des grains austénitiques et le durcissement structural induit par la précipitation de dispersoïdes. Les effets spécifiques de telles additions peuvent être affectés par l'addition d'autres éléments d'alliage (B, Si, Cr, etc.) d'une part, et par la maîtrise des paramètres de traitements thermiques et et/ou thermomécaniques, d'autre part.

Vers la fin des années soixante, les aciers microalliés occupaient une place importante parmi les aciers. Ils ont gagné rapidement l'intérêt des fabricants grâce à la possibilité d'utiliser des procédés de semi-calmage dans leur production, de par la faible affinité du niobium et du vanadium pour l'oxygène. Les aciers normalisés dans lesquels l'aluminium jouait le rôle d'agent d'affinage du grain, étaient produits en tant qu'aciers calmés à plus faibles rendements. Néanmoins, leur succès ne s'est confirmé que dans les années soixante-dix. Cet essor est dû, en grande partie, à des facteurs d'ordre économique voire géopolitique (avènement du 1^{er} choc pétrolier).

Ces aciers ont investi particulièrement les domaines industriels du bâtiment, du transport et de la pétrochimie. L'usage des aciers microalliés dans l'industrie du bâtiment a permis une réduction considérable de la section des produits, entraînant des économies dans la réalisation des ouvrages (grands projets d'urbanisation, ponts, etc.).

L'usage des aciers microalliés dans l'industrie automobile a entraîné une réduction significative de la masse des véhicules conduisant à des économies aussi bien dans la

fabrication que dans la mise en service, garantissant ainsi une réduction de la consommation énergétique.

L'usage des aciers microalliés dans l'industrie pétrochimique a permis, entre autres, la réalisation de gazoducs et d'oléoducs, avec des diamètres toujours croissants, opérationnels dans des conditions extrêmes (Mer du Nord, Sibérie, etc.)

La mise au point des aciers microalliés a été à l'origine de l'amélioration de la soudabilité des pièces, ce qui a favorisé la généralisation du soudage par fusion.

Deux facteurs apparus récemment contribuèrent également au développement de nouvelles nuances d'aciers microalliés. Il s'agit de la sensibilisation de la société par les problèmes de la sécurité routière et du respect de l'environnement. Ces exigences sociétales ont conduit les différents législateurs à imposer des normes de plus en plus contraignantes (émissions de gaz à effet de serre, économie de carburants, etc.).

Parmi les nuances qui font l'objet des différents programmes de développement, on peut citer les aciers microalliés à moyen carbone destinés à la forge.

I.1 Les aciers microalliés pour la forge.

Au milieu des années quatre-vingts, la technologie d'élaboration par microalliage s'appliquait aussi à des aciers à moyen et haut carbone destinés à la forge. Les pièces par forgeage refroidissant à l'air, sans faire appel à des opérations de trempe et revenu, se distinguaient par des niveaux de résistance mécanique très élevés garantis, entre autres, par la composition chimique.

Les aciers microalliés destinés à la forge ont généralement une composition caractérisée par des teneurs en carbone (C), manganèse (Mn) et silicium (Si) qui varient respectivement dans les fourchettes suivantes : C : [0.35–0.4] ; Mn : [1.3–1.5] et Si : [0.5–0.8].

Les principaux éléments de microalliage intervenant dans la composition de ces aciers, sont le titane, le niobium et le vanadium.

- Le titane, avec des teneurs de 0.015 à 0.025 % (massique), précipite sous forme de nitrures TiN et carbonitrides Ti(C,N) plus stables que ceux qui se forment avec le niobium et le vanadium. Ces précipités de titane conduisent à un affinage des grains austénitiques lors de l'opération de forgeage. Un contrôle judicieux du rapport Ti/N permettra de contrôler la taille des précipités de titane et du maintien d'une teneur en azote permettant la formation par la suite de carbonitrides de niobium et/ou de vanadium.
- Le niobium et le vanadium, quant à eux, leur teneur dépassent rarement les 0.1 % massique. Ils précipitent surtout à travers le mécanisme de précipitation interphase en tant que dispersoïdes (carbures et/ou carbonitrides) dans la ferrite (1, 4-6).

Les aciers microalliés, dans leurs débuts, étaient développés sur la base des microstructures ferrito-perlitiques. Néanmoins, l'optimisation des compositions chimiques a atteint des limites dans l'amélioration des propriétés mécaniques de résistance. Les recherches se sont depuis orientées vers le développement de structures alternatives telles que la bainite, la ferrite aciculaire etc.

La décomposition de l'austénite conduit principalement à la formation des constituants microstructuraux suivants : la ferrite proeutectoïde (allotriomorphe et/ou idiomorphe), la perlite (ferrite + cémentite), la bainite, la ferrite aciculaire et la martensite. Un intérêt particulier sera porté sur la bainite et la ferrite aciculaire dans les paragraphes qui suivent.

I.2 La bainite

La bainite est un agrégat, formé de paquets de plaquettes parallèles de ferrite et de cémentite, issu de la décomposition de l'austénite. Sa formation dépend, entre autres, de la température et de la vitesse de refroidissement. Elle peut ainsi apparaître dans des conditions isothermes comme dans des conditions anisothermes.

Le domaine de température dans lequel se forme la bainite est situé entre celui de la perlite et celui de la martensite.

La gamme de vitesses de refroidissement conduisant à sa formation est comprise entre deux vitesses critiques : une inférieure, en dessous de laquelle se forme la perlite et une supérieure, au dessus de laquelle se forme la martensite.

Pour la vitesse de refroidissement supérieure, il est courant de trouver, en plus de la bainite, l'austénite résiduelle et/ou de la martensite dans la microstructure.

I.2.1 Morphologie et cristallographie de la bainite

Les paquets de bainite sont formés de plaquettes parallèles très allongées qui prennent naissance sur les joints de grains austénitiques et qui, ensuite, envahissent les grains austénitiques.

À l'intérieur d'un paquet, les plaquettes adoptent des formes de lentilles ou de lattes, de tailles uniformes (2). La morphologie de la bainite change en fonction de la température de transformation. À haute température, se forme la bainite supérieure et à basse température, se forme la bainite inférieure. La distinction entre ces deux formes est basée, entre autres, sur la localisation et la morphologie des particules de cémentite. Les particules de cémentite précipitent à l'interface des lattes, sous forme de plaquettes discontinues pour la bainite supérieure. Elles se forment à partir de l'austénite enrichie en carbone qui reste entre les lattes en cours de leur croissance. Plus la vitesse de refroidissement est grande, plus les lattes sont fines. Par contre pour la bainite inférieure, la précipitation de la cémentite pendant le

refroidissement s'effectue à l'intérieur des lattes sous forme de fines plaquettes ou d'aiguilles. Les lattes de ferrite de cette bainite inférieure peuvent être maclées.

La morphologie que présente la bainite est en relation avec la cristallographie qu'elle développe avec la phase mère, l'austénite. Les relations d'orientation cristallographique entre la bainite et l'austénite sont proches de celles de Nishiyama–Wasserman (NW) pour la bainite supérieure et de Kurdjumov–Sachs (KS) pour la bainite inférieure. Ces deux relations, très proches, se déduisent l'une de l'autre par une rotation de 5.26° autour de la direction $[0\ 1\ 1]_{\alpha} // [1\ 1\ 1]_{\gamma}$ (Figure 1). Ces relations d'orientation, basées sur la transformation de Bain, traduisent le passage de l'austénite à la ferrite.

$$\begin{array}{l}
 \text{KS : } \begin{array}{l} (111)_{\gamma} // (011)_{\alpha} \\ [\bar{1}01]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha} \\ [\bar{1}\bar{2}\bar{1}]_{\gamma} // [2\bar{1}\bar{1}]_{\alpha} \end{array}
 \end{array}
 \qquad
 \begin{array}{l}
 \text{NW : } \begin{array}{l} (111)_{\gamma} // (011)_{\alpha} \\ [\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_{\gamma} // [0\bar{1}\bar{1}]_{\alpha} \\ [\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma} // [\bar{1}00]_{\alpha} \end{array}
 \end{array}$$

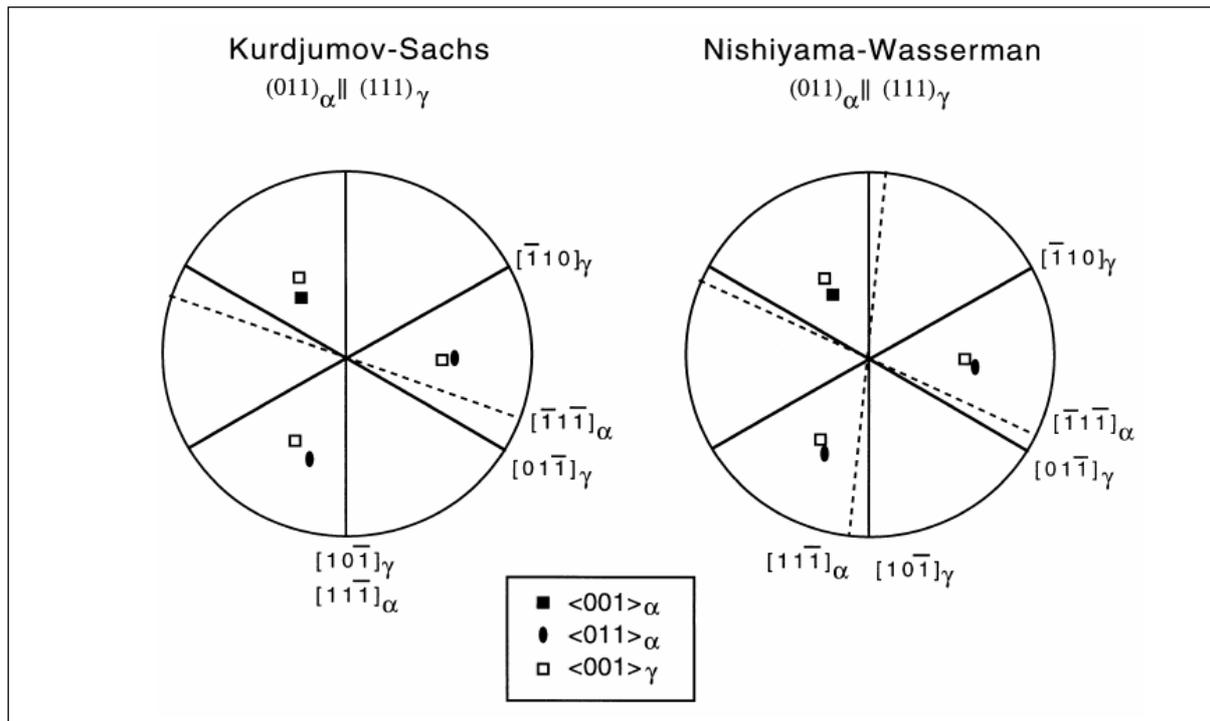


Figure 1. Représentation stéréographique d'après Bhadeshia (2) des relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs, a) et de Nishiyama-Wasserman, b) entre l'austénite et la ferrite.

Le plan d'habit macroscopique des plaquettes adjacentes est proche du plan $(1\ 1\ 1)_\gamma$ pour la bainite supérieure et devient irrationnel $(0,33381 ; 0,82413 ; 0,46175)_\gamma$ proche du plan rationnel $(2\ 5\ 3)_\gamma$ pour la bainite inférieure. Les plaquettes bainitiques dans un paquet ont une orientation commune. Cette orientation commune proviendrait du fait que les plaquettes ne sont pas totalement séparées, mais connectées à un front de croissance partant du même joint de grains austénitique. Certaines plaquettes adjacentes peuvent être en position de maillage dans la bainite inférieure (2).

I.2.1 La transformation bainitique

Au cours de la transformation bainitiques, un germe de ferrite prend naissance sur le joint de grains et se développe dans l'austénite conduisant à une plaquette ferritique sursaturée en carbone. En se développant, la plaquette rejette le carbone en excès dans l'austénite adjacente. Ce stade est suivi par la précipitation de cémentite dans et/ou entre les plaquettes de ferrite pour la bainite inférieure et uniquement entre les plaquettes ferritiques pour la bainite supérieure (2).

Par ailleurs, le mécanisme de la formation de la bainite ressemble à celui de la martensite. Par un mécanisme de cisaillement, les atomes de la maille d'austénite se déplacent dans un mouvement coopératif dans la direction de cisaillement, parallèlement à un plan fixe, pour se stabiliser dans les positions correspondantes à la maille de la ferrite. D'après les observations métallographiques, la formation des grains de ferrite et la précipitation de cémentite semblent progresser en cascade provoquant le développement latéral des paquets bainitiques perpendiculairement à leur direction principale de croissance (2).

La germination de la bainite est de type interfacial : de nouvelles plaquettes de ferrite se forment à partir des interfaces ferrite aciculaire/austénite déjà existantes. Le champ de contraintes près de la pointe de la latte favorise la même variante d'orientation, tandis que celui des côtés encouragerait une variante accommodée (2).

Le résultat final de la transformation bainitique conduit à des plaquettes disposées parallèlement entre elles et avec une orientation cristallographique très proche. Sous certaines conditions, cette transformation peut donner lieu à une autre disposition des plaquettes, et la microstructure qui en résulte est la ferrite aciculaire.

I.3 La ferrite aciculaire

La ferrite aciculaire a été identifiée d'abord dans les aciers microalliés soudables à bas carbone, dans les zones thermiquement affectées. Dans ces zones, les transformations de phases se produisent dans des conditions extrêmes. Le matériau passe de la température de fusion à la température ambiante en très peu de temps et dans un volume très restreint. La microstructure de cette ferrite aciculaire a suscité un grand intérêt car elle est à l'origine de propriétés exceptionnelles de résistance mécanique et de ténacité des tôles soudées en aciers microalliés (3). La plus part des études qui ont été dédiées à cette microstructure se sont surtout focalisées sur son comportement dans les cordons de soudure. Depuis, la mise au point d'aciers à microstructure composées majoritairement de ferrite aciculaire est devenue un enjeu majeur des aciéristes.

I.3.1 Morphologie et cristallographie de la ferrite aciculaire

La ferrite aciculaire se présente sous forme d'aiguilles enchevêtrées adoptant différentes orientations cristallographiques à l'intérieur des grains austénitiques. Cette configuration constitue sa différence principale par rapport à la bainite dont les plaquettes ou lattes sont toujours disposées parallèlement entre elles.

Selon la nature (composition chimique, traitement thermique, etc.) de l'acier, les aiguilles de ferrite peuvent se présenter sous forme de plaquettes lenticulaires ou de lattes (67).

Comme pour la bainite, la morphologie de la ferrite aciculaire change en fonction de la température de transformation (2, 68). A haute température, se forme la ferrite aciculaire

supérieure, et à basse température se forme la ferrite aciculaire inférieure. Ces deux morphologies se distinguent par la localisation de la précipitation de la cémentite. Dans la ferrite aciculaire supérieure la cémentite précipite entre les aiguilles, alors que dans la ferrite aciculaire inférieure, la précipitation se développe plutôt à l'intérieur des aiguilles (69).

Les aiguilles de la ferrite aciculaire se forment à l'intérieur des grains austénitiques en y adoptant des relations d'orientation de type Kurdjumov-Sachs (70). Les aiguilles développent des plans d'habitat irrationnels proches du plan rationnel $(3\ 10\ 15)\gamma$, plan caractéristiques de certaines martensites (71).

I.3.2 Germination de la ferrite aciculaire

La Figure 2 présente un parallèle entre la morphologie de la bainite et de la ferrite aciculaire. Pour la bainite, les joints de grains γ servent de sites de germination. Pour la ferrite aciculaire, ces sites de germination sont inhibés par la formation d'allotriomorphes de ferrite proeutectoïde. Les aiguilles de la ferrite aciculaire se développent plutôt entièrement à l'intérieur des grains austénitiques, en prenant naissance sur des inclusions non métalliques ou des idiomorphes (4, 9, 10). Les aiguilles de ferrite aciculaire servent ensuite de sites de germination pour d'autres aiguilles.

Lors de son identification, une controverse est apparue sur la nature de la ferrite aciculaire : ferrite de Widmanstätten ou bainite ? Depuis, une classification (6, 7) considère la ferrite aciculaire comme un mélange intragranulaire et non comme un produit unique de décomposition de l'austénite. Ce mélange dépend des conditions d'austénitisation et de la vitesse de refroidissement (6 – 8).

La ferrite aciculaire apparaît dans le même domaine de température que celui de la bainite ; c'est un produit de décomposition de l'austénite dont la formation entre en compétition avec celle de la bainite. La maîtrise de certains paramètres permet le passage d'une structure à

l'autre (72). Ces paramètres sont : la composition chimique, les conditions d'austénitisation et la vitesse de refroidissement.

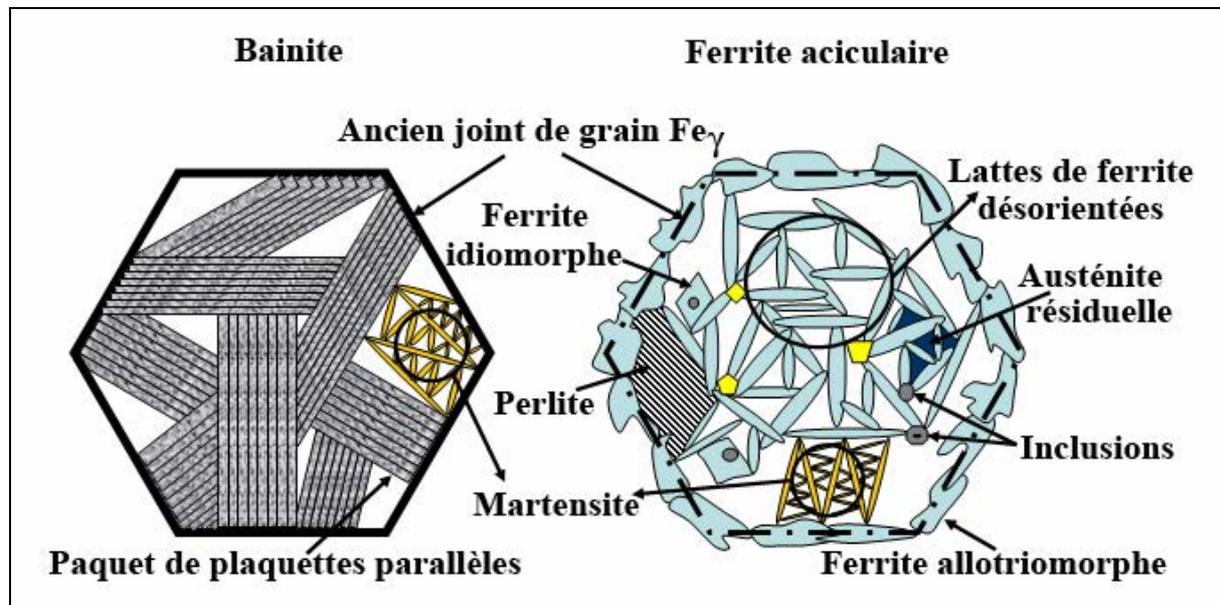


Figure 2. Parallèle entre les morphologies de la bainite et de la ferrite aciculaire.

1.3.2.1 Composition chimique

La ferrite aciculaire a été étudiée essentiellement dans des aciers à bas carbone (2, 69, 70, 72). Depuis, certaines équipes se sont focalisées sur sa formation dans les aciers à moyen carbone (0.2 à 0.4 % massique) (19, 21-25, 27-29).

Pour les aciers à moyen carbone, la composition chimique en éléments d'alliage typique est résumée dans le Tableau 1.

Tableau 1. Composition chimique d'aciers microalliés à moyen carbone (% massique)

C	Mn	Si	Cr	Mo	V	Cu	Al	Ti
0.36–0.4	1.35–1.45	0.5–0.65	0.1–0.2	0.05	0.08–0.12	0.25	0.01–0.03	0.015

Certains éléments d'alliage (Mn, Al, Ti, ...) sont responsables de la formation d'inclusions complexes non métalliques (sulfures, oxydes, carbures) qui servent de sites de germination pour la ferrite aciculaire (11-16). Cette ferrite germe, initialement, sur la surface des inclusions puis envahit le grain austénitique par une réaction autocatalytique (9). Le taux de

germination de la ferrite aciculaire est étroitement lié à la densité, la taille et la composition chimique des inclusions non métalliques.

1.3.2.2 Conditions d'austénitisation

Il est bien établi que les conditions d'austénitisation (température, temps) déterminent la taille des grains austénitiques. La taille des grains austénitiques influence directement la formation de la ferrite aciculaire. Plus la taille des grains austénitiques est importante plus la densité de sites de germination intragranulaires est élevée, favorisant de ce fait la formation de la ferrite aciculaire au détriment de celle de la bainite (2, 4, 9).

Un résultat similaire est obtenu si une couche fine et uniforme de ferrite proeutectoïde allotriomorphe, décore les joints des grains austénitiques avant d'atteindre la température de transformation bainitique.

1.3.2.3 Vitesse de refroidissement

La ferrite aciculaire apparaît dans le même domaine de températures et de vitesses de refroidissement que celui de la bainite. La traversée du domaine de la ferrite proeutectoïde à ces vitesses conduit à la formation de la ferrite allotriomorphe sur les joints de grains austénitiques. La formation de cette ferrite sur les joints de grains austénitiques inhibe la formation de la bainite et favorise celle de la ferrite aciculaire (2, 20, 21).

Certains éléments, comme le vanadium et le titane, ont une influence marquée sur la formation de la ferrite allotriomorphe dans les aciers microalliés à moyen carbone. Le vanadium retarde la formation isotherme de la ferrite allotriomorphe, alors que le titane l'accélère (22–24).

Chapitre II :

Matériaux et techniques expérimentales

II Matériaux et techniques expérimentales

Dans ce chapitre, nous présentons les matériaux étudiés dans le cadre de cette thèse, leur élaboration et les différentes techniques de caractérisation structurale, microstructurale et mécanique.

II.1 Choix des matériaux

Une étude préliminaire a été réalisée sur des aciers microalliés à moyen carbone issus de coulées de laboratoire. Dans cette étude, les microstructures et la précipitation liée aux éléments de microalliage ont été analysées, ainsi que leurs propriétés mécaniques, à travers des essais de microdureté Vickers. Une étude bibliographique a conduit à sélectionner et à élaborer quatre nuances d'un acier à moyen carbone destiné à la forge. La composition chimique de ces nuances a été définie dans le but d'apprécier l'influence du vanadium et du silicium sur la formation de la ferrite aciculaire.

II.2 Elaboration des nuances

Les quatre nuances sélectionnées ont été élaborées sous vide par le Centre de recherche et développement de MITTAL STEEL Inland, USA. Les compositions chimiques de ces nuances sont répertoriées dans le Tableau 2. Dans le cadre de cette étude, ces nuances sont dénommées FA1, FA2, FA3 et FA-CRIE. Les teneurs en carbone et en azote sont respectivement dans des fourchettes de [0.30 – 0.38] et de [0.12 – 0.14] % massique. Les trois nuances FA1, FA2 et FA3 se différencient par leurs teneurs en vanadium. Celles-ci sont dans des rapports 2 (FA2) et 3 (FA3) en comparaison avec celle de la nuance FA1 ([V] = 0.10 % massique). La quatrième nuance, FA-CRIE, se distingue par sa teneur accrue en silicium ([Si] = 1.2 % massique).

Tableau 2 : Composition chimique des quatre nuances micro-alliées (% massique)

	C	Mn	P	S	Si	Al	Ni	Cr	Cu	Sn	Mo	Nb	V	Ti	As	Zr	Ca (ppm)	N
FA1	0.367	1.391	0.016	0.049	0.540	0.013	0.009	0.063	0.169	0.002	0.035	0.001	0.104	0.013	0.001	0.002	2	0.0123
FA2	0.381	1.526	0.015	0.044	0.575	0.024	0.009	0.068	0.159	0.003	0.037	0.001	0.182	0.014	0.002	0.001	4	0.0155
FA3	0.351	1.388	0.013	0.036	0.534	0.052	0.009	0.064	0.158	0.004	0.036	0.001	0.317	0.015	0.002	0.001	5	0.0140
FA-CRIE	0.316	1.334	0.016	0.046	1.182	0.024	0.009	0.282	0.153	0.006	0.035	0	0.121	0.015	0.004	0.001	11	0.0133

Les nuances ont été livrées sous forme de lingotins de 40 kg avec une section carrée de 130x130 mm². Les lingotins ont été ensuite forgés à chaud pour donner des rondins de 57 mm de diamètre. Cette opération de forgeage a permis d'éliminer les imperfections liées au procédé d'élaboration. Des maintiens de 1 h à 900 °C, température supérieure au point de transformation Ac₃, ont été nécessaires pour assurer une bonne homogénéisation des matériaux.

Pour les quatre nuances, les rondins forgés et refroidis à l'air présentent donc une microstructure ferrito-perlitique homogène (Figure 3).

II.3 Dilatométrie

Les transformations de phases ont été étudiées dans un dilatomètre BAHR Thermoanalyse GmbH, modèle DIL 805, (Figure 4) au centre de recherche MITTAL STEEL Europe R&D. Les diagrammes de transformations en refroidissement continu (TRC) ont été réalisés à partir d'éprouvettes cylindriques ($\varnothing = 4.0$ mm x L = 10.0 mm), prélevées à mi-rayon des rondins.

Le dilatomètre utilisé permet des traitements thermiques par induction sous vide, et sous atmosphère contrôlée. Un microprocesseur assure le contrôle du générateur de hautes fréquences, de l'atmosphère du four, du refroidissement et de l'enregistrement des résultats. Les vitesses de chauffage et de refroidissement peuvent atteindre respectivement 4000 °Cs⁻¹ et 2500 °Cs⁻¹ avec une résolution de 0.05 µm / 0.05 °C. Le four à induction permet d'atteindre une température maximale de 1500 °C (Figure 4). Le logiciel de contrôle WinTA 7.0 utilisé fonctionne sous Windows® NT.

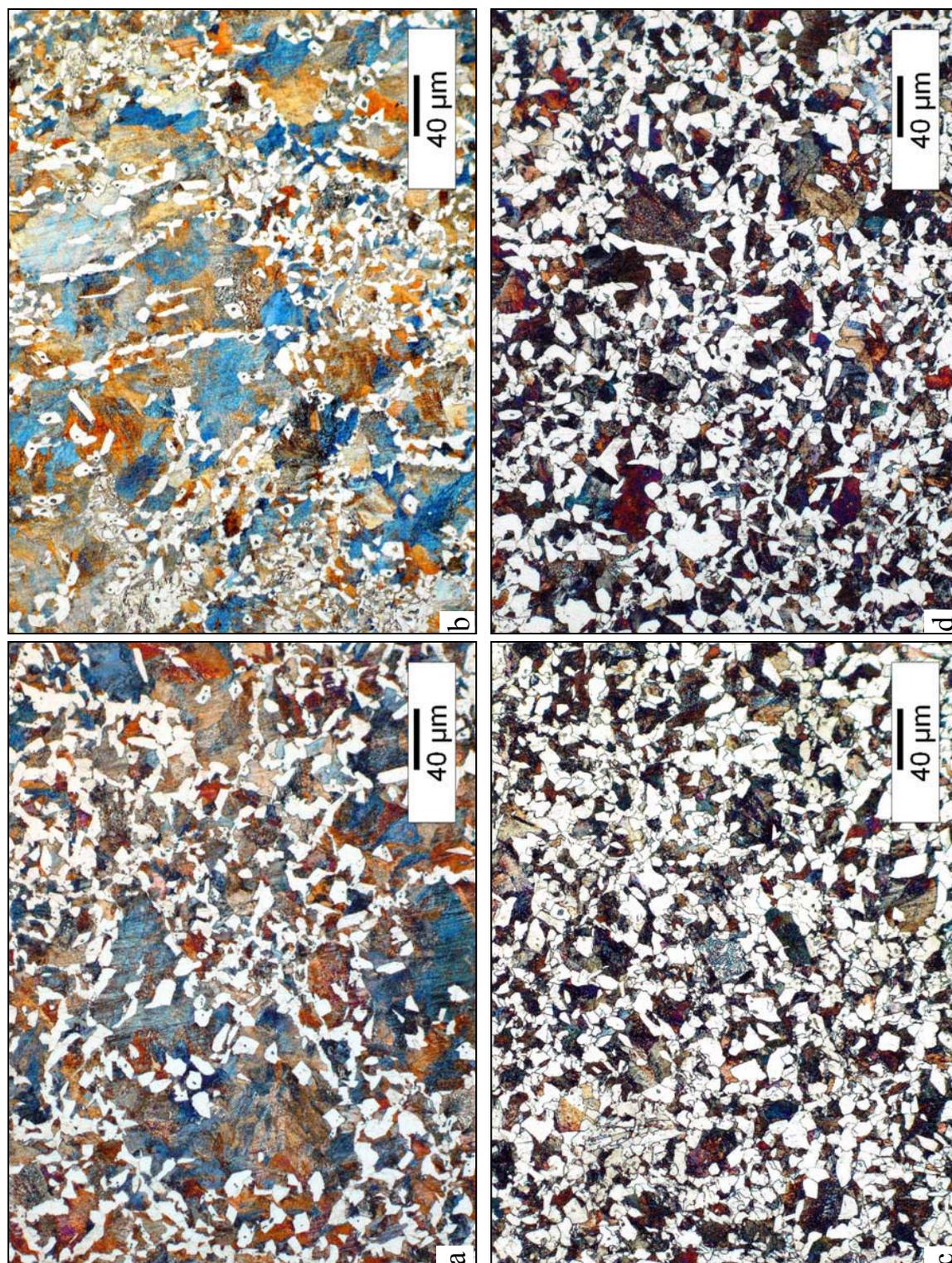


Figure 3. Micrographies optiques des microstructures des échantillons bruts de forge des quatre nuances. a) FA1, b) FA2, c) FA3, d) FA-CRIE.

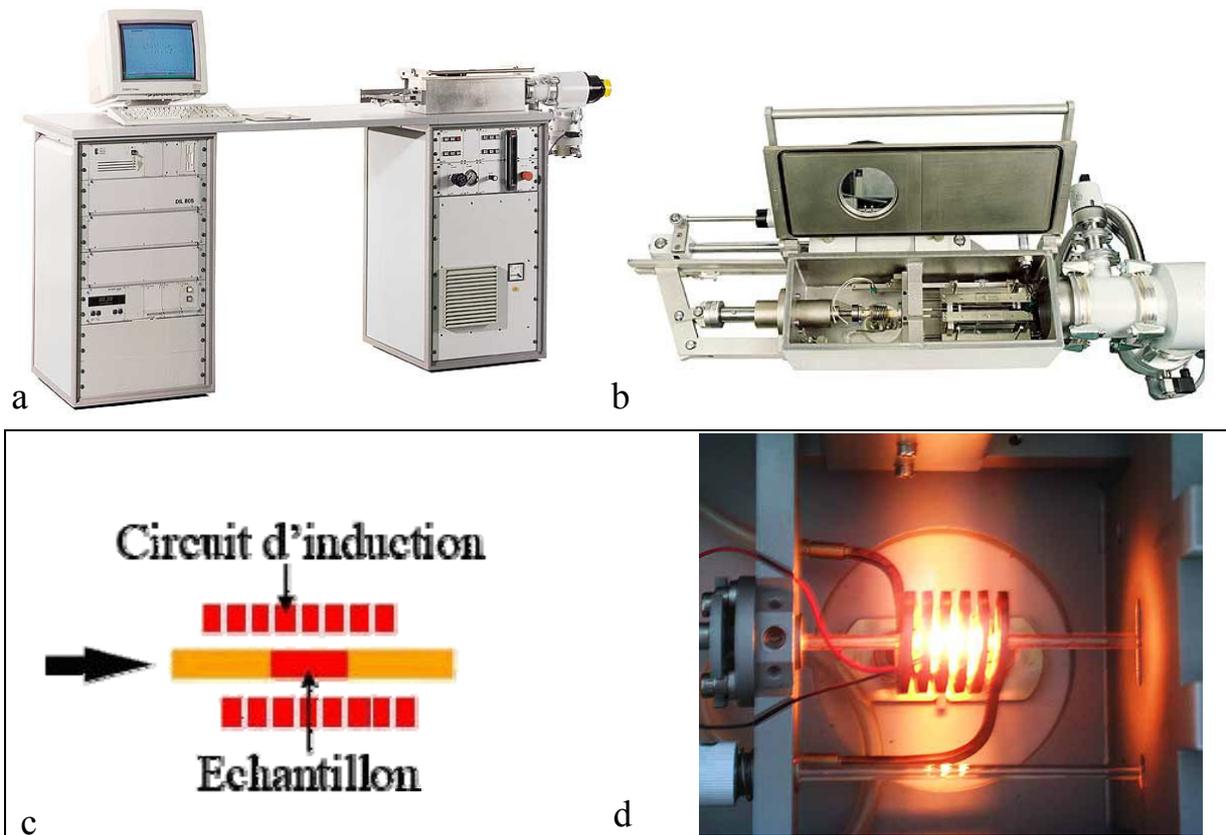


Figure 4. Dilatmètre DIL 805, BAHR Thermoanalyse GmbH, a) Vue d'ensemble. b), c), d) Chambre de chauffage par induction.

II.4 Techniques de caractérisation

Diverses techniques expérimentales de caractérisation structurale, microstructurale et mécanique, ont été mises en œuvre pour mener à terme cette étude. La caractérisation structurale a été conduite par diffraction des électrons. L'analyse microstructurale a été réalisée par microscopies optique et électronique. Les propriétés mécaniques ont été obtenues par des essais de dureté et de compression. L'analyse microstructurale a été affinée par des techniques d'analyse d'images.

II.4.1 Microscopie optique

La microscopie (MO) optique a été d'un grand apport pour la caractérisation microstructurale. Elle a été utilisée notamment pour l'identification et quantification des composants microstructuraux. La préparation des échantillons a requis un polissage

mécanique sur une plateforme automatique Struers[®], dotée d'un système électronique de dosage des suspensions diamantées allant jusqu'à 3 μm . Le polissage a été terminé à la pâte diamantée de 1 μm . Les échantillons ont ensuite été attaqués au Nital (Tableau 3) pour révéler la microstructure. Les observations métallographiques sont réalisées sur un microscope de type Olympus[®] modèle VANOX AHMT3, équipé d'un système numérique d'acquisition d'images piloté par l'intermédiaire du logiciel analySIS[®] 3.0. Les pourcentages volumiques des phases sont déterminés à l'aide d'un logiciel Aphelion[®] 3.1.

II.4.2 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage a été utilisée pour l'identification des inclusions non métalliques et la caractérisation morphologique de constituants microstructuraux. Les observations ont été réalisées à l'aide du microscope Philips[®] XL 30 SFEG, équipé d'un système de microanalyse par spectroscopie en sélection d'énergie de rayons X, EDAX[®]. L'analyse chimique des inclusions a été faite à partir des échantillons non attaqués. La caractérisation morphologique de la ferrite aciculaire a nécessité un soin particulier de préparation métallographique. Les échantillons ont été polis à la pâte diamantée de granulométrie 0.25 μm et ont subi une attaque chimique au bain DINO dilué à 25 % (Tableau 3). L'acquisition des images a été obtenue en mode de détection d'électrons secondaires (SE) et/ou rétrodiffusés (BSE).

Tableau 3 : Composition chimique des réactifs d'attaque métallographiques

NITAL	2 ml de HNO ₃ dans 98 ml d'éthanol
DINO	140 ml d'eau distillée 100 ml de peroxyde d'hydrogène (H ₂ O ₂) 30 % 4 g d'acide oxalique 2 ml d'acide sulfurique (H ₂ SO ₄) 1.5 ml d'acide fluorhydrique (HF)

II.4.3 Microscopie et diffraction électroniques en transmission

La caractérisation microstructurale et structurale des différents échantillons a été faite par microscopie et diffraction électroniques en transmission. Deux microscopes électroniques à transmission Philips[®], le CM 12 et le CM 200, travaillant respectivement sous des tensions d'accélération de 120 kV et 200 kV ont servi pour conduire cette étude. Le microscope CM 200 est équipé d'un système de microanalyse par spectroscopie en sélection d'énergie de rayons X, EDAX[®].

A partir des échantillons ayant servi aux essais dilatométriques, des disques de 3 mm de diamètre et [100 – 150] μm d'épaisseur ont été découpés avec une microtrancheuse, Accutom5-Struers[®]. Ces disques ont été amincis par polissage mécanique sur papier abrasif, jusqu'à 20 – 30 μm d'épaisseur et terminés à la pâte diamantée de granulométrie 1 μm . Des pastilles de 3 mm de diamètre ont été prélevées puis amincis électrolytiquement au double jet dans un appareil Struers[®] Tenupol sous une tension de 30 V. Le bain électrolytique utilisé est composé de 5 % d'acide perchlorique, 15 % de glycérol et 80 % de méthanol.

II.4.4 Essais mécaniques de dureté et de compression

Les essais de dureté ont été conduits sur des échantillons provenant d'éprouvettes dilatométriques. Les essais de microdureté Vickers (HV) ont été effectués sur un microduromètre Matsuzawa[®] modèle MXT50. Les essais de macrodureté HV_{30} ont été réalisés sur un macroduromètre de type Stiffen Meyer[®]. Chaque valeur de microdureté, reportée dans cette étude, correspond à une moyenne de 30 mesures alors que pour la macrodureté, une dizaine d'empreintes ont été suffisantes.

Les essais de compression ont été choisis au détriment de ceux de traction car ils permettent d'utiliser directement les petites éprouvettes de dilatométrie. Les éprouvettes cylindriques, ont été usinées en respectant un rapport longueur sur diamètre de $L/D > 1.5$ afin d'éviter le flambage. Les essais ont été effectués, en conditions de déformation isothermes, à température ambiante, et quasi-statiques à vitesse de déformation, $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

II.4.5 Acquisition, traitement et analyse d'images

Les images de microscopie optique (MO) et/ou électronique à balayage (MEB), sont acquises en mode numérique. L'acquisition des images de MO s'effectue via une camera CCD contrôlée par ordinateur à travers le logiciel analySIS[®]. Les images peuvent être stockées sous divers formats (TIFF, BMP, JPEG, etc.). Les images MEB, elles, sont numérisées directement à partir de l'image TV du microscope et stockées sous fichier image TIFF (Figure 4). Les images sont prétraitées à l'aide du logiciel Adobe[®] Photoshop[®] CS en vue d'exploitation pour le calcul des pourcentages de phases. Le pourcentage de phases est calculé à l'aide du logiciel Aphelion[®] 3.1 sur des images binarisées (noir et blanc).

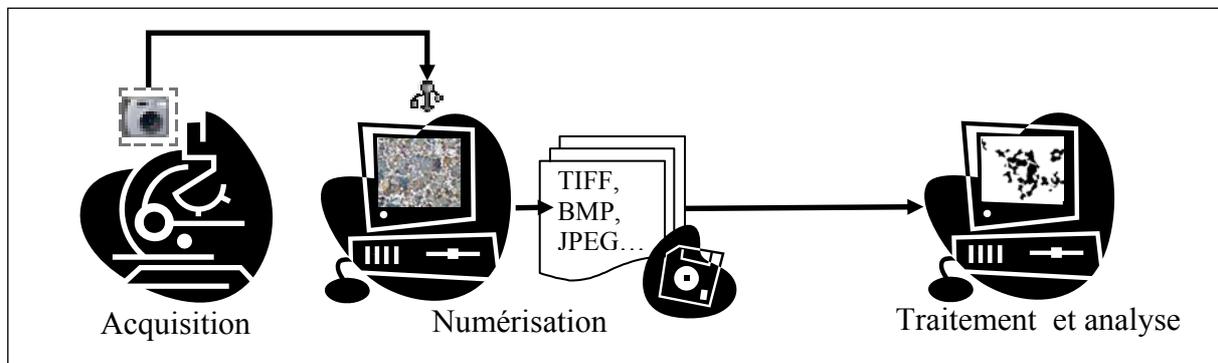


Figure 4. Schéma de l'acquisition, la numérisation et le traitement d'images optiques.

Le calcul des fractions volumiques de phases s'est révélé infructueux après attaque chimique au NITAL. Cette attaque ne permet pas de différencier les constituants de la microstructure à partir d'images en niveaux de gris. En effet, la réflectivité de la ferrite étant la même quelque soit sa variante, le niveau de gris correspondant reste inchangé.

L'isolement par seuillage automatique de la ferrite aciculaire devient alors délicat, voire impossible. Le calcul des pourcentages de phases se fait à partir de calques réalisés avec l'outil "plume libre" () du logiciel Adobe[®] Photoshop[®]. Cette opération est réalisée sur des images en couleurs, avec l'aide d'un stylet et une tablette graphique. Elle permet d'avoir une grande précision et une bonne reproductibilité, tout en exigeant un effort et un temps considérables (Figure 5).

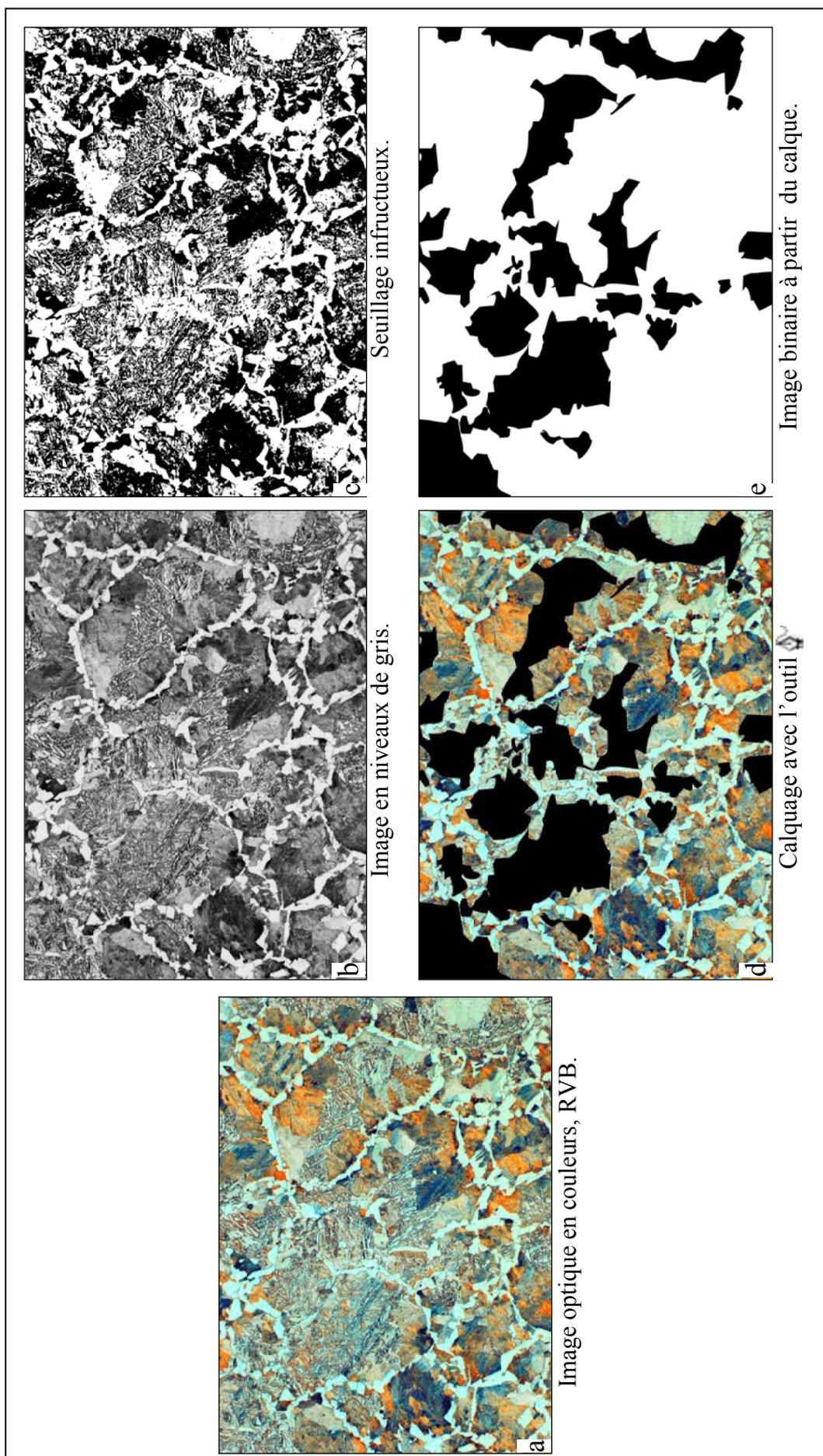


Figure 5. a, b, c) Seuillage à partir d'une image optique numérisée en niveaux de gris; a), d), e) binarisation par calquage d'une image couleur.

Chapitre III :

Genèse de la ferrite aciculaire

III Genèse de la ferrite aciculaire

Dans ce chapitre, nous allons nous atteler à l'étude des conditions de transformation de l'austénite et à la détermination des différents paramètres qui conduisent à la genèse de la ferrite aciculaire en refroidissement continu (TRC).

Nous évaluerons les effets respectifs du vanadium et du silicium sur la microstructure en général et sur le taux de ferrite aciculaire en particulier. Nous nous intéresserons ensuite au phénomène de précipitation liés aux éléments d'alliage et de microalliage.

III.1 Transformation austénite ➔ ferrite aciculaire

Dans les aciers à moyen carbone, Madariaga *et al.* (22-24) ont établi que les paramètres ayant une influence majeure sur la formation de la ferrite aciculaire sont :

- l'austénitisation (température, temps),
- le refroidissement (vitesse).

Nous avons entrepris de déterminer les conditions de traitement thermique qui conduisent à une taille de grain austénitique favorable à la formation de la ferrite aciculaire dans les aciers concernés par la présente étude. Des traitements thermiques préliminaires d'austénitisation à des températures allant de 950 à 1200 °C avec différents temps de maintien ont été conduits. Pour les quatre nuances, un maintien à 1200 °C pendant 10 minutes a permis d'obtenir des tailles de grains austénitiques supérieures à 80 µm menant à une structure composée majoritairement de ferrite aciculaire.

La détermination du deuxième paramètre, la vitesse de refroidissement, a nécessité le tracé des diagrammes de transformation en refroidissement continu (TRC) de l'austénite. L'étude de la transformation en refroidissement continu de l'austénite sera détaillée dans le paragraphe suivant.

III.1.1 Tracé des courbes de transformation en refroidissement continu

Les diagrammes TRC ont été réalisés dans des conditions identiques pour les quatre nuances. L'austénitisation a été effectuée avec une vitesse de montée de $10\text{ }^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ suivi d'un maintien à $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 mn. Les refroidissements ont été réalisés dans une large gamme de vitesses allant de $0.5\text{ }^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ à $100\text{ }^{\circ}\text{Cs}^{-1}$. Les températures de transformation de l'austénite (Ac_3 , Ac_1 et M_s) caractéristiques des quatre nuances ont été déterminées par dilatométrie et sont reportées dans le Tableau 4 :

Tableau 4. Températures de transformation caractéristiques : Ac_3 , Ac_1 et M_s ($^{\circ}\text{C}$).

	FA1	FA2	FA3	FA-CRIE
Ac_3	806	820	825	880
Ac_1	728	740	730	754
M_s	309	320	300	315

La Figure 6 regroupe les diagrammes TRC des quatre nuances. Sur les quatre diagrammes apparaissent clairement les domaines ferrito-perlitiques, bainitiques et martensitiques, précédés par le domaine de l'austénite hors équilibre. Le domaine ferrito-perlitique englobe le domaine de ferrite proeutectoïde et de la perlite. Les transformations ferrito-perlitiques et bainitiques se produisent dans un intervalle de vitesses comprises entre 0.5 et $15\text{ }^{\circ}\text{Cs}^{-1}$. La transformation martensitique a lieu à des vitesses supérieures à $5\text{ }^{\circ}\text{Cs}^{-1}$.

L'analyse des courbes TRC montre que l'accroissement de la teneur en vanadium a un effet sur le positionnement et la taille des domaines de transformation. Tous les domaines se décalent vers les hautes températures et les temps les plus élevés. Le domaine bainitique s'élargit au détriment du domaine ferrito-perlitique. La taille du domaine ferrito-perlitique se rétrécit par abaissement des températures de transition de l'austénite vers le domaine ferrito-perlitique et élévation de celles du début de la transformation bainitique. Un déplacement du domaine bainitique est enregistré vers les hautes températures provoquant une séparation entre les domaines bainitique et martensitique par une zone d'austénite non transformée pour les nuances FA2, FA3 et FA-CRIE (Figures 6b, c, d).

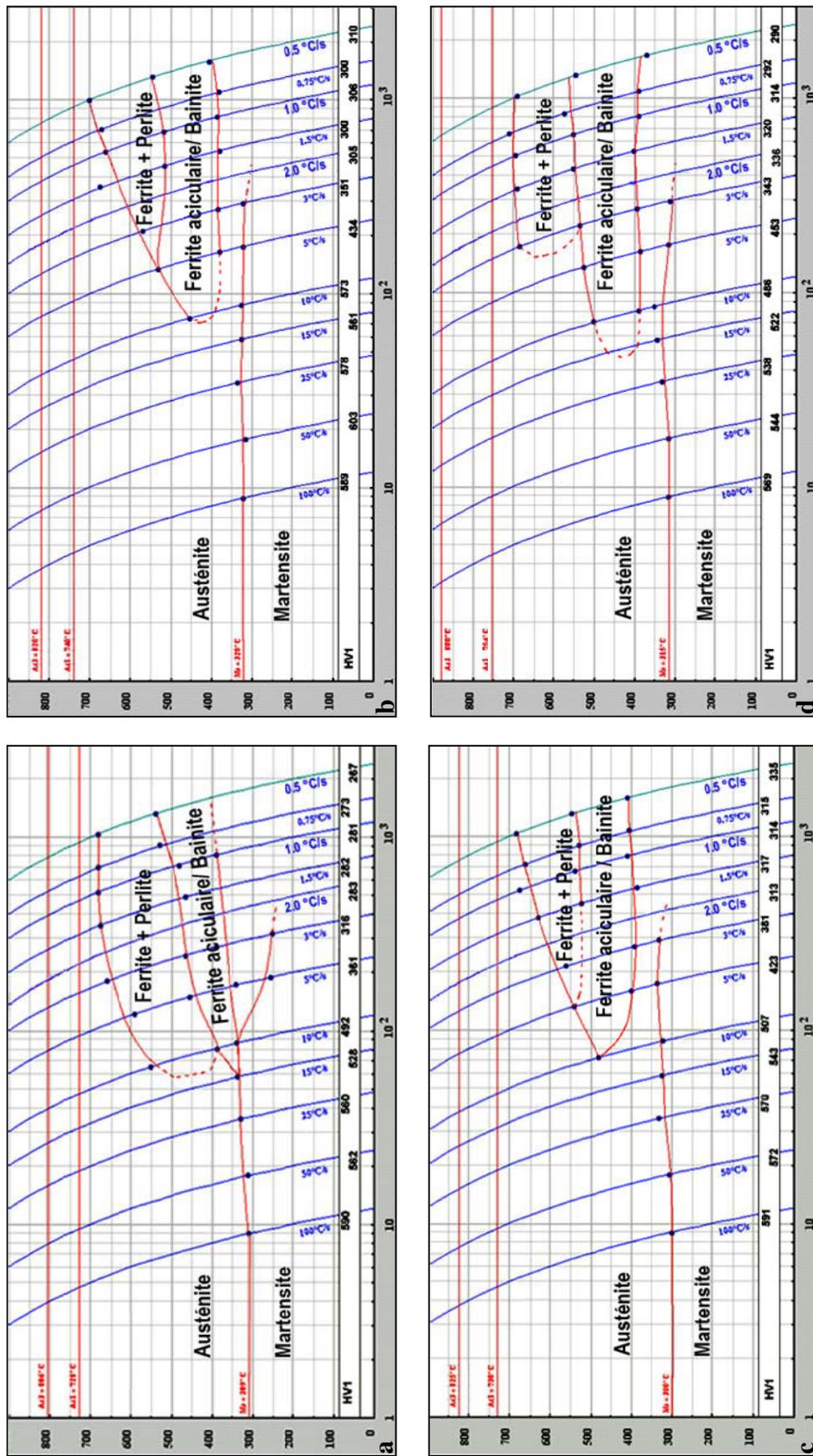


Figure 6. Diagrammes de transformations en refroidissement continu (TRC). a) FA1, b) FA2, c) FA3, d) FA-CRIF.

Différents auteurs (2, 5-7, 10) ont établi que le domaine d'apparition de la ferrite aciculaire coïncide avec celui de la bainite. Nous nous proposons de déterminer, dans le paragraphe suivant, les paramètres caractéristiques du domaine d'apparition de la ferrite aciculaire.

III.1.2 Domaine d'apparition de la ferrite aciculaire

Le domaine d'apparition de la ferrite aciculaire coïncide effectivement pour les aciers concernés par cette étude, avec celui de la bainite, comme il a été rapporté dans la littérature (2, 5-7, 10). Pour les faibles vitesses de refroidissement ($V_R \leq 1.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$) et pour les quatre nuances, la microstructure est majoritairement composée de perlite lamellaire et de ferrite proeutectoïde avec des îlots de ferrite aciculaire. Pour les vitesses les plus élevées ($V_R \geq 3.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$), la microstructure est formée majoritairement d'agrégats de martensite. Entre les deux vitesses critiques signalées ci-dessus, la microstructure est constituée essentiellement de ferrite aciculaire. Nous avons révélé, par microscopie et diffraction électroniques, la présence d'austénite non transformée et/ou de martensite entre les aiguilles de ferrite aciculaire (Figures 8, 13).

Les micrographies optiques (Figure 7) montrent les microstructures obtenues pour une vitesse de refroidissement $V_R = 0.5 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$. La ferrite aciculaire est présente pour les trois nuances FA2, FA3 et FA-CRIE. Elle est indécélable pour la nuance FA1 (Figure 7a). À travers les observations réalisées en microscopie optique, nous avons enregistré la présence de la ferrite aciculaire uniquement à l'intérieur des grains austénitiques dont la taille dépasse $80 \text{ } \mu\text{m}$ (Figure 7).

Les anciens joints de grains austénitiques sont, dans tous les cas où apparaît la ferrite aciculaire, décorés par la ferrite proeutectoïde allotriomorphe, inhibitrice de la formation de la bainite (Figure 7c). Des aiguilles de ferrite aciculaire peuvent aussi apparaître pour des vitesses de refroidissement supérieures qui généralement conduisent à des microstructures majoritairement martensitiques.

L'évolution de la fraction volumique de la ferrite aciculaire, (f_{FA}), avec la teneur en vanadium et en silicium sera développée dans les paragraphes suivants.

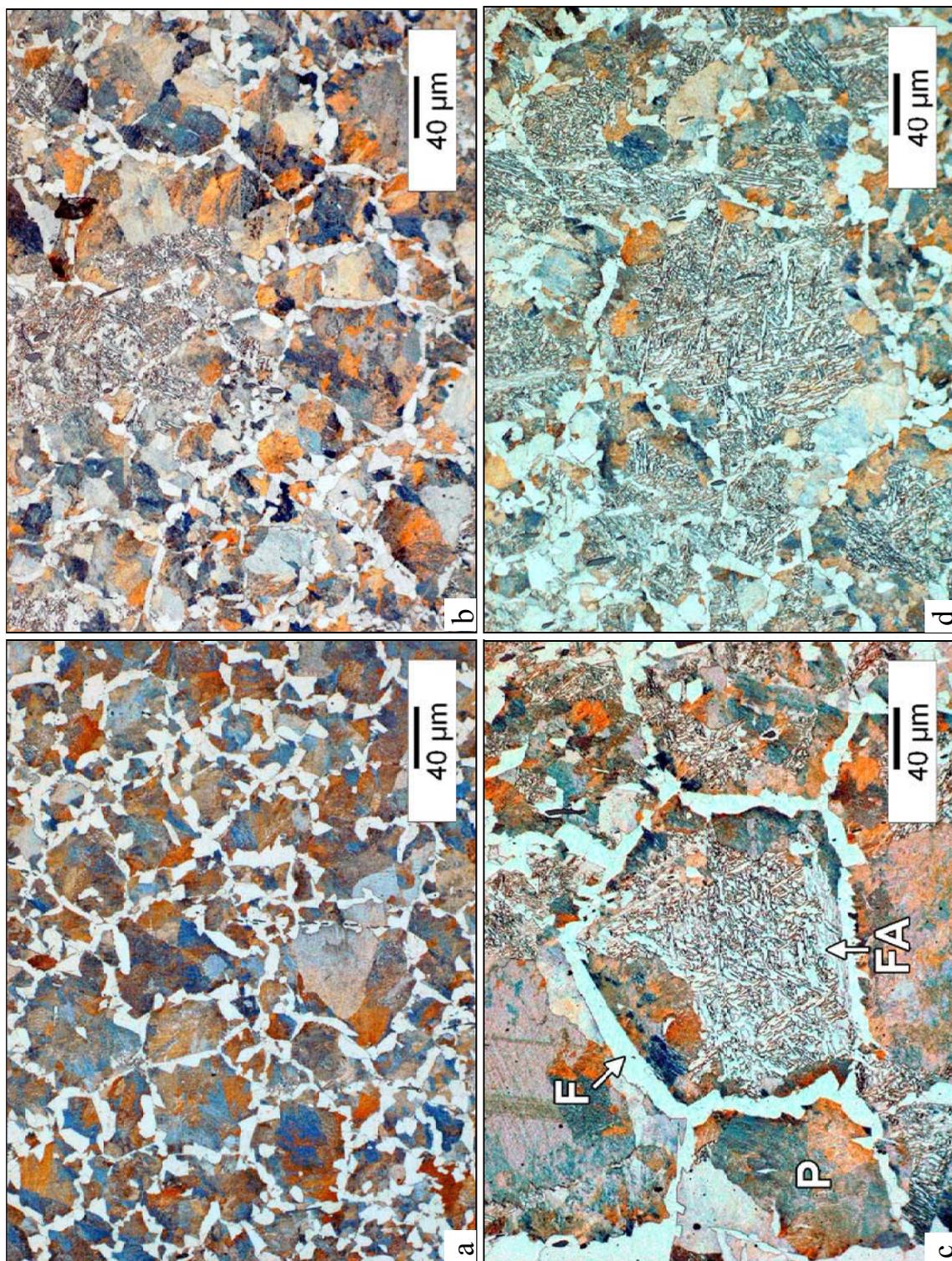


Figure 7. Microstructures à $V_R = 0.5 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$. a) FA1, b) FA2, c) FA-CRIE, d) FA3. F : ferrite allotriomorphe, P : perlite, FA : ferrite aciculaire.

III.1.3 L'austénite et ses autres produits de décomposition

Nous avons vu, dans le paragraphe précédent, que la ferrite aciculaire apparaît dans le domaine de la bainite. Nonobstant, l'austénite ne se transforme pas entièrement en ferrite aciculaire. D'abord la transformation se déroule assez lentement comme pour permettre la formation de la ferrite proeutectoïde et d'une faible fraction de perlite. Ensuite, une partie de l'austénite demeure non transformée après avoir traversé le domaine bainitique, ce qui donne lieu à l'apparition de constituants martensite/austénite (M/A) entre les aiguilles de ferrite. La Figure 8 montre des exemples d'austénite résiduelle occupant l'espace entre les aiguilles de ferrite aciculaire.

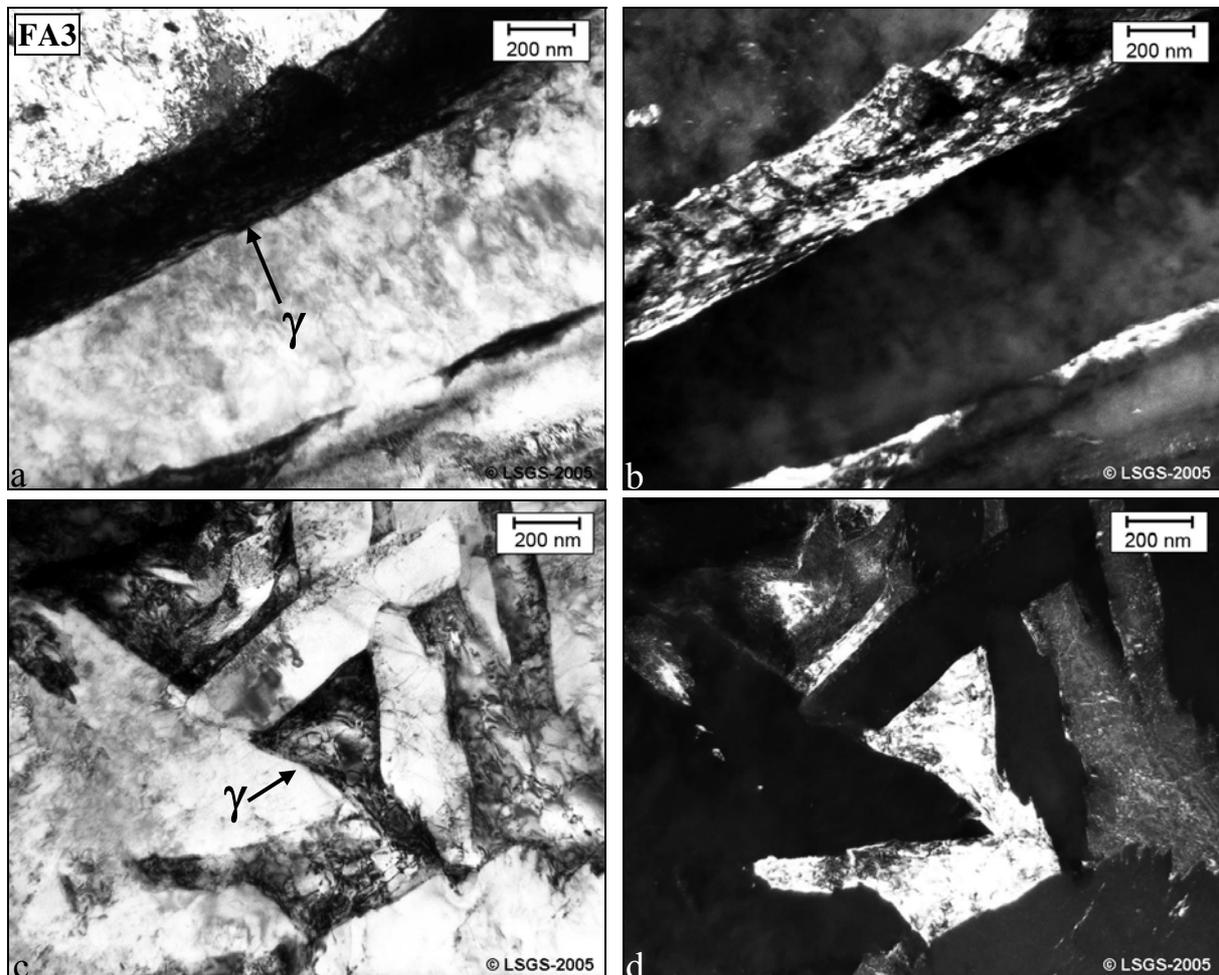


Figure 8. Micrographies obtenues en MET montrant l'austénite résiduelle (γ) entre les aiguilles de ferrite aciculaire. Nuance FA3, $V_R = 2 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$. a), c) Champ clair, b), d) champ sombre.

La présence de martensite parmi ces constituants sera plus ou moins étendue en fonction de la composition chimique, comme nous le verrons plus tard (effet du silicium).

Parallèlement, nous avons identifié la présence de particules de cémentite à l'intérieur des aiguilles de ferrite aciculaire. Ces particules allongées semblent former un angle bien défini avec l'axe de croissance des aiguilles. Cette disposition permet d'identifier les aiguilles comme étant de la ferrite aciculaire inférieure (2, 69).

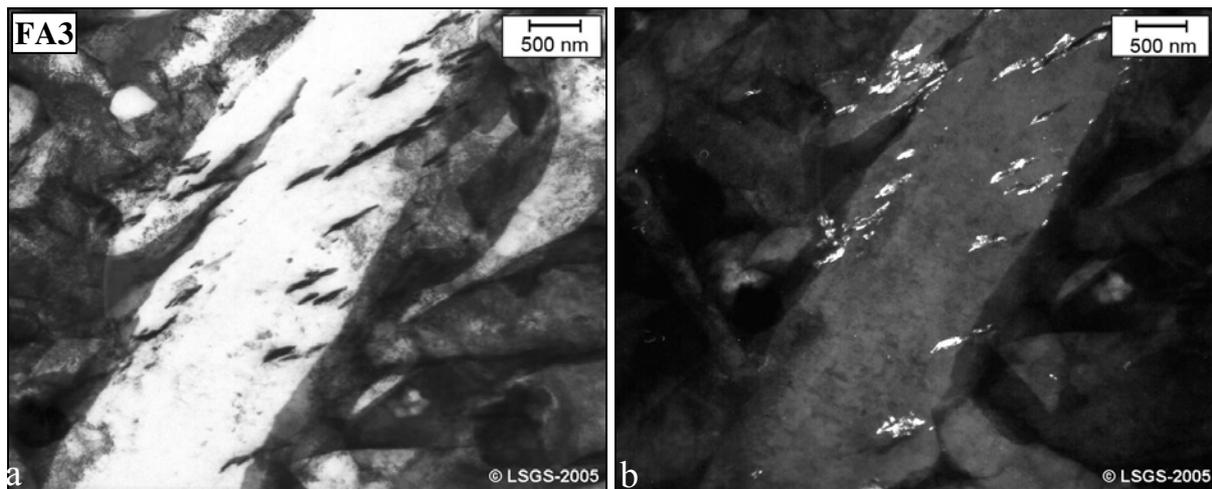


Figure 9. Micrographies obtenues en MET montrant des particules de cémentite à l'intérieur des aiguilles de la ferrite aciculaire : a) Champ clair, b) Champ sombre.

III.4 Influence de la composition chimique sur la formation de la ferrite aciculaire

L'influence de la composition chimique sur la formation de la ferrite aciculaire sera abordée à travers l'étude des deux éléments d'alliage : le vanadium et le silicium. L'influence de ces deux éléments est fortement liée aux changements qu'ils provoquent sur la délimitation des différents domaines de transformation de l'austénite. Il s'agit dans les deux cas d'éléments alphas et dans les deux cas on s'attend à ce qu'ils produisent une augmentation de la fraction volumique de la ferrite aciculaire. Cependant, nous verrons que chaque élément exerce une influence substantiellement différente sur la nature même de la microstructure. Nous attendons, bien évidemment aussi, à ce que des répercussions sur les propriétés mécaniques de résistance et de ductilité soient enregistrées.

III.4.1 Evolution de la microstructure avec la teneur en vanadium

Les micrographies optiques (Figure 10) illustre l'évolution de la microstructure avec la variation de la teneur en vanadium et la vitesse de refroidissement. Pour les trois nuances FA1, FA2 et FA3, qui se différencient par leurs teneurs respectives en vanadium (0.10, 0.18 et 0.32 % massique), nous présentons l'évolution de la fraction volumique de la ferrite aciculaire, f_{FA} , en fonction des trois vitesses de refroidissement : 0.5, 1.0 et 2.0 °Cs⁻¹. Pour les vitesses de refroidissement inférieures à 0.5 °Cs⁻¹ la structure est majoritairement ferrito-perlitique et pour les vitesses supérieures à 3.0 °Cs⁻¹, la microstructure devient majoritairement martensitique.

Pour les trois vitesses de refroidissement étudiées, les anciens joints de grains austénitiques sont décorés par des liserés d'allotriomorphes de ferrite proeutectoïde. Les liserés de ferrite décorant les anciens joints de grains austénitiques tendent à s'affiner aussi bien avec la teneur en vanadium qu'avec la vitesse de refroidissement (Figure 10). Pour les trois nuances, la ferrite allotriomorphe peut être identifiée par microscopie optique jusqu'à la vitesse de refroidissement $V_R = 5.0 \text{ °C s}^{-1}$. En plus des allotriomorphes, il faut signaler la présence d'idiomorphes de ferrite proeutectoïde dispersés à l'intérieur des grains austénitiques.

L'accroissement de la teneur en vanadium dans l'intervalle [0.1 – 0.3 % massique] produit une forte augmentation de la fraction volumique de la ferrite aciculaire. Pour la vitesse de refroidissement $V_R = 2.0 \text{ °C s}^{-1}$, nous avons enregistré des fractions volumiques de ferrite aciculaire atteignant 0.33, 0.80 et 0.85, respectivement pour FA1, FA2 et FA3 (Figure 10).

Pour les fractions volumiques de ferrite aciculaire les plus élevées ($f_{FA} \geq 0.6$), les microstructures présentent un aspect de "matrice" de ferrite aciculaire, avec des allotriomorphes décorant les anciens joints de grains austénitiques et des îlots perlitiques.

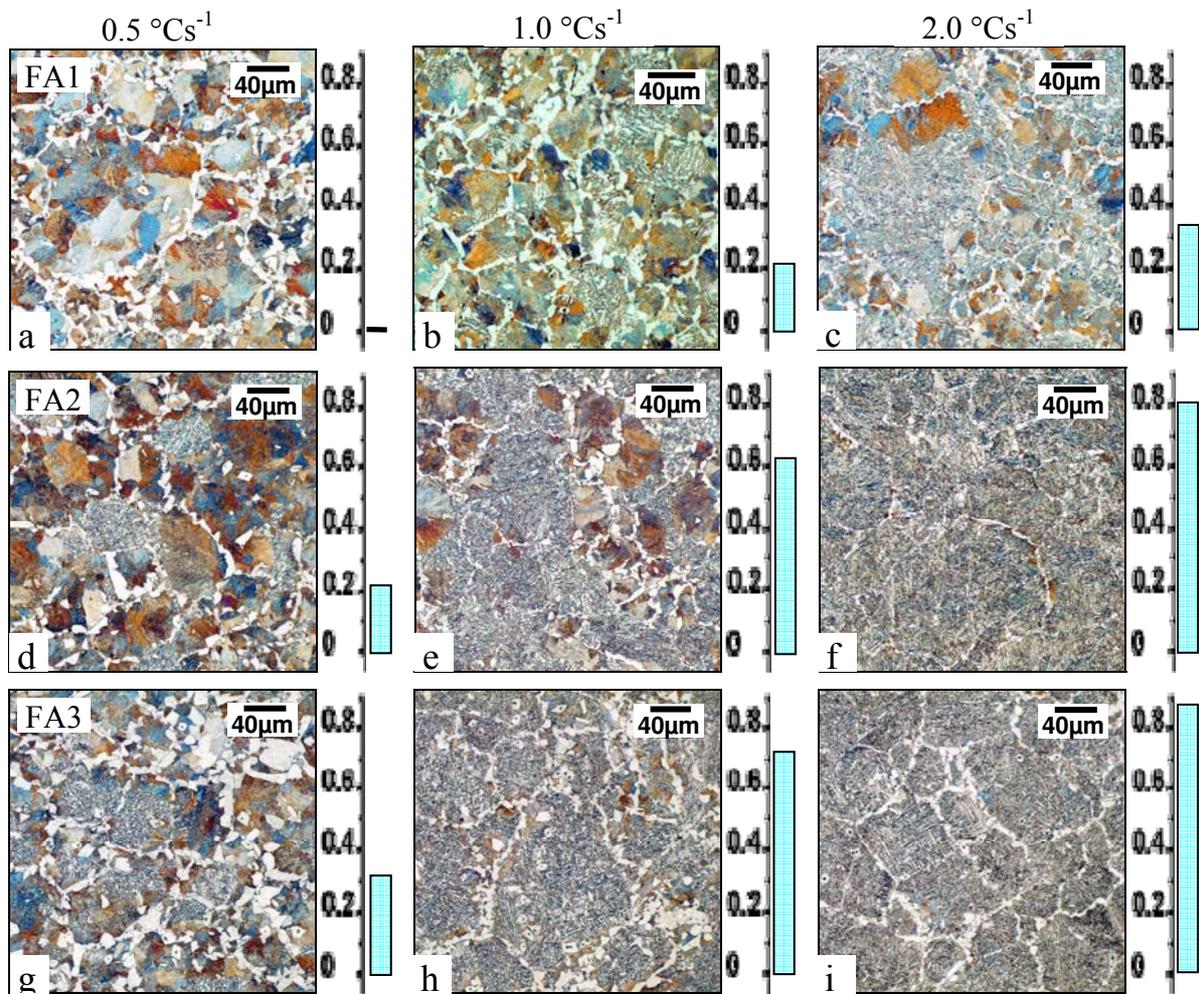


Figure 10. Micrographies optiques montrant l'évolution de f_{FA} avec la teneur en vanadium et la vitesse de refroidissement ($0.5, 1.0$ et $2.0 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$). FA1 : a – c, FA2 : d – f, FA3 : g – i.

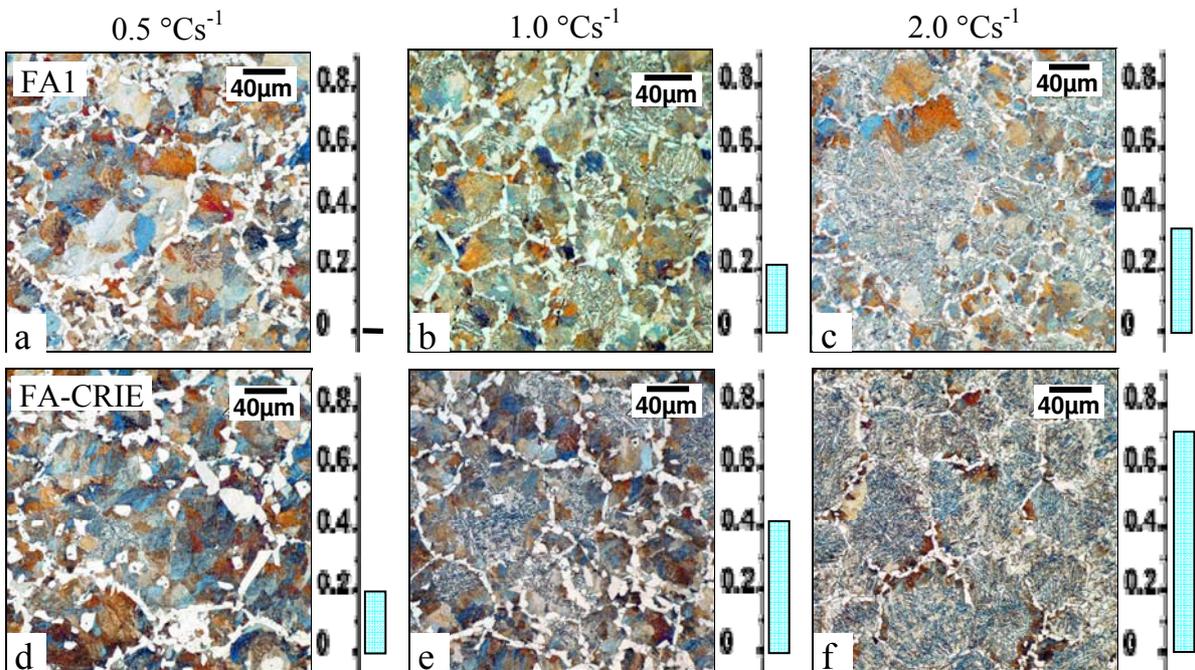


Figure 11. Micrographies optiques montrant l'évolution de f_{FA} avec la teneur en silicium et la vitesse de refroidissement ($0.5, 1.0$ et $2.0 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$). FA1 : a – c, FA-CRIE : d – f.

L'analyse des micrographies optiques (Figure 10) montre l'impact de l'addition du vanadium (% V) et celui de la vitesse de refroidissement (V_R) sur la fraction volumique de la ferrite aciculaire. L'accroissement des deux paramètres, teneur en vanadium et vitesse de refroidissement, augmentent la fraction volumique de la ferrite aciculaire, f_{FA} .

Nous avons tenté de déterminer une loi donnant l'évolution de la fraction de la ferrite aciculaire en fonction de la teneur en vanadium et de la vitesse de refroidissement. Nous n'avons pas pu dégager de loi pour chacun de ces deux paramètres. Ce constat nous a conduits à considérer l'impact combiné de ces deux paramètres dont les incidences sur l'accroissement de la fraction de ferrite aciculaire sont similaires.

Afin d'évaluer l'effet combiné de ces deux paramètres, nous avons introduit un facteur empirique quantifiant le *pouvoir ferritisant* de la microstructure. Ce pouvoir ferritisant, noté \mathcal{P} , est le produit de la teneur en vanadium, % V, par la vitesse de refroidissement, V_R . Il est donné par la relation suivante :

$$\mathcal{P} \equiv [(V_R) \cdot (\%V)] \quad [1]$$

Ce pouvoir ferritisant n'est pas spécifique à une nuance, mais il présente l'avantage d'intégrer les trois nuances FA1, FA2 et FA3 et les trois vitesses de refroidissement concernant cette étude. Les courbes de la Figure 12 montrent l'évolution de la fraction volumique de la ferrite aciculaire, f_{FA} , en fonction du pouvoir ferritisant, \mathcal{P} .

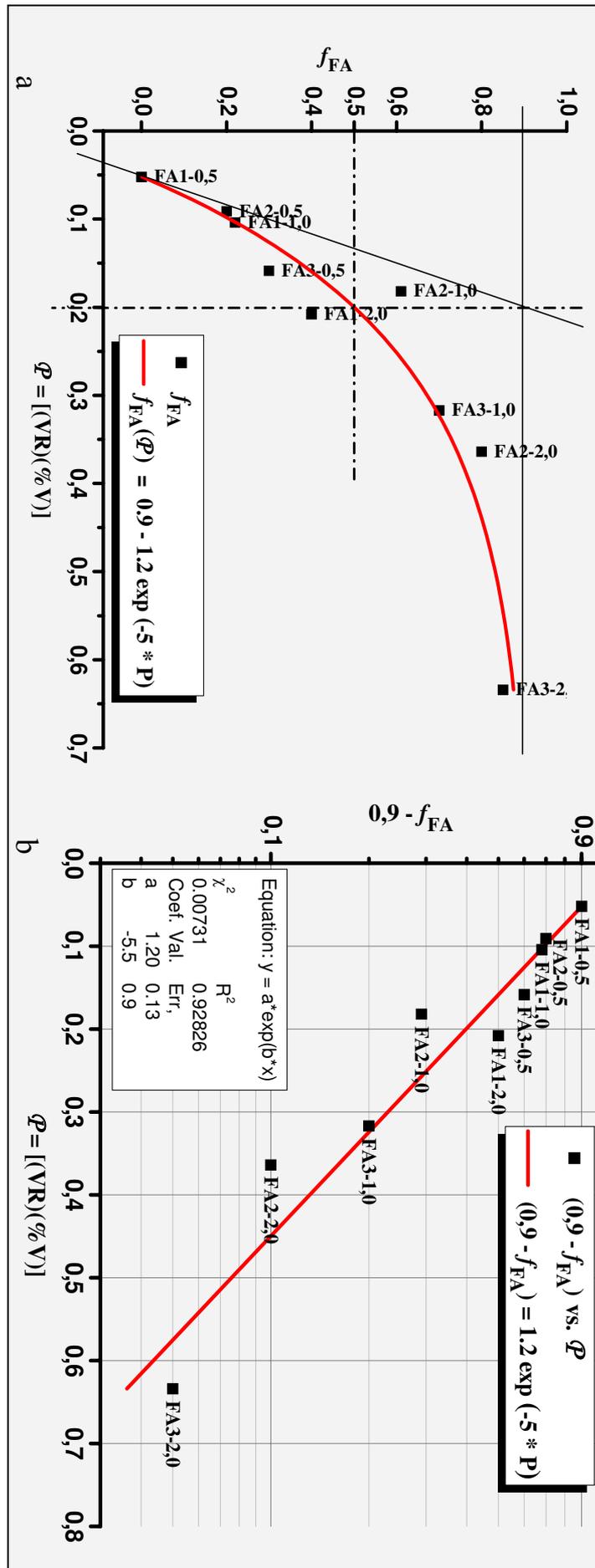


Figure 12. Evolution de la fraction de la ferrite aciculaire, f_{FA} , avec le paramètre $Q \equiv [(VR) \cdot (\%V)]$ a) f_{FA} vs. Q ; b) $(0,9 - f_{FA})$ vs. Q .

En fonction de la vitesse de refroidissement et de la teneur en vanadium, le pouvoir ferritisant évolue dans l'intervalle : $[0.05 - 0.65]$. Les deux valeurs extrêmes correspondent respectivement à ($\%V = 0.1$; $V_R = 0.5$) et ($\%V = 0.32$; $V_R = 2$). Les résultats expérimentaux donnant la variation de f_{FA} en fonction du pouvoir ferritisant, \mathcal{P} , sont représentés par des carrés sur la figure (Figure 12a).

La variation de f_{FA} avec \mathcal{P} est ajustée par la fonction exponentielle suivante :

$$f_{FA}(\mathcal{P}) = 0.9 - 1.2 \exp(-5 \cdot \mathcal{P}) \quad [2]$$

Cette fonction admet une asymptote horizontale à $f_{FA} = 0.9$. Cette valeur asymptotique donne la fraction maximale de ferrite aciculaire à laquelle on pourrait s'attendre dans cette famille d'aciers. Une fraction volumique de ferrite aciculaire de 0.5 (50 %) serait atteinte pour un pouvoir ferritisant de $\mathcal{P} = 0.2$. Cette valeur théorique est une valeur moyenne obtenue pour les nuances FA1 et FA2 refroidies respectivement à $V_R = 2.0 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$ et $V_R = 1.0 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$.

Le pouvoir ferritisant est un indicateur qui permet de sélectionner la vitesse et/ou la teneur en vanadium pour avoir un maximum de ferrite aciculaire. Une économie de vanadium nécessite donc une vitesse de refroidissement élevées : ($\%V = 0.1$ et $V_R > 2.0 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$) qui conduirait à une fraction $f_{FA} > 0.5$ (plus de 50 % de ferrite aciculaire dans la microstructure).

La courbe de la fonction $f_{FA}(\mathcal{P}) = 0.9 - 1.2 \exp(-5 \cdot \mathcal{P})$, a été tracée en coordonnées semi-logarithmiques (Figure 12b). Les points expérimentaux dans l'espace semi-logarithmique sont ajustés par une droite.

III.4.2 Evolution de f_{FA} avec la teneur en silicium

La comparaison des diagrammes TRC des nuances FA1 et FA-CRIE (Figure 6) montre que l'accroissement de la teneur en silicium diminue la taille du domaine ferrito-perlitique et le décale vers les hautes températures et les temps les plus élevés. Le domaine bainitique est quant à lui, élargi et décalé vers les hautes températures.

Les micrographies optiques de la Figure 11 illustrent bien cet effet du silicium sur l'évolution de la ferrite aciculaire des nuances FA1 et FA-CRIE, pour les vitesses de refroidissement de 0.5, 1.0 et 2.0 °C s⁻¹. Les deux nuances FA1 et FA-CRIE sont caractérisées par une même teneur en vanadium (≈ 0.10 % massique) et se distinguent par leurs teneurs en silicium : la nuance FA-CRIE (1.18 % massique) contient deux fois plus de silicium que la nuance FA1 (0.58 % massique).

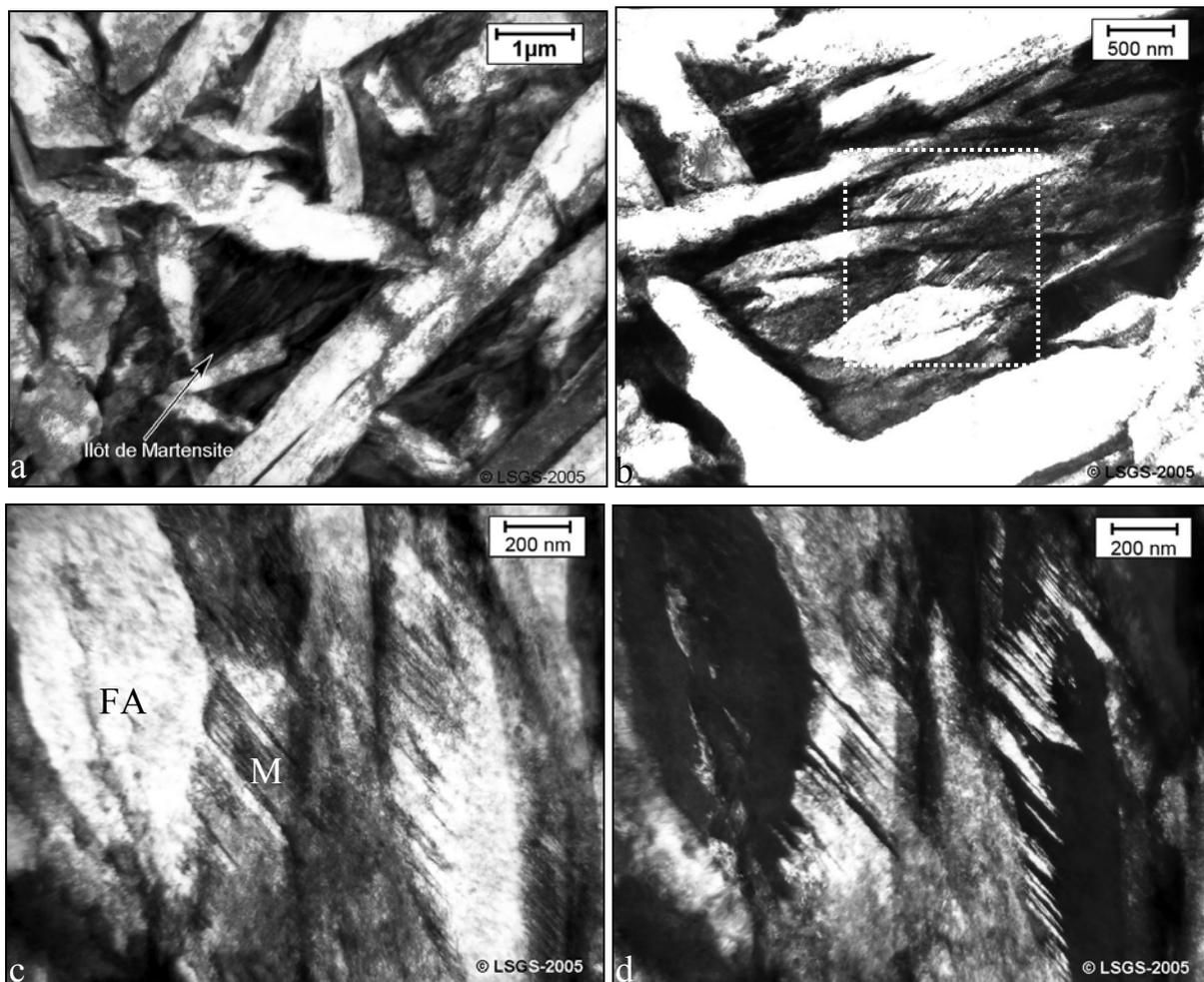


Figure 13. Micrographies obtenues en MET montrant la martensite entre les aiguilles de ferrite aciculaire : nuance FA-CRIE. a), b) : Ilots de martensite, c) champ clair et d) champ sombre de la martensite maclée en b.

La ferrite aciculaire est indécélable pour la nuance FA1 refroidie à la vitesse $V_R = 0.5$ °C s⁻¹ alors que sa fraction volumique est estimée à $f_{FA} = 0.2$ pour la nuance FA-CRIE. Pour les deux autres vitesses de refroidissement (V_R : 1.0 et 2.0 °C s⁻¹), la fraction volumique de la

ferrite aciculaire passe du simple au double avec l'accroissement de la teneur en silicium, i.e. respectivement de 0.2 à 0.4 et de 0.33 à 0.7.

Cet accroissement entraîne aussi l'affinement des plaquettes de la ferrite aciculaire pour les différentes vitesses de refroidissement étudiées et le changement de la nature même des constituants de la microstructure (Figure 13). Pour la vitesse $V_R = 2 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$, l'analyse par microscopie électronique en transmission a révélé une présence plus importante de martensite entre les aiguilles de ferrite aciculaire dans la nuance FA-CRIE (Figure 13). Les figures 23 c) et d) obtenues en microscopie électronique par transmission, respectivement en champ clair et en champ sombre, montrent la structure finement maclée de la martensite.

Par son effet retardateur de la transformation perlitique et accélérateur de la transformation bainitique, le silicium s'avère donc un élément inducteur de la genèse de la ferrite aciculaire.

III.5 Rôle des sulfures MnS et carbures V(C,N) sur la formation de la ferrite aciculaire

Les observations en microscopie électronique à balayage montrent que les aiguilles de la ferrite aciculaire se développent à partir de la ferrite proeutectoïde allotriomorphe et de la ferrite proeutectoïde idiomorphe :

- la ferrite allotriomorphe, en décorant les anciens joints des grains austénitiques, inhibe la formation de la bainite et induit celle de la ferrite aciculaire,
- la ferrite idiomorphe assure la germination intragranulaire de la ferrite aciculaire dont la finesse est favorisée par la multiplicité de ces idiomorphes.

La ferrite idiomorphe se forme sur des inclusions intragranulaires dont l'analyse par sélection d'énergie (EDS) a montré qu'il s'agit de sulfures de manganèse (MnS) (Figure 14).

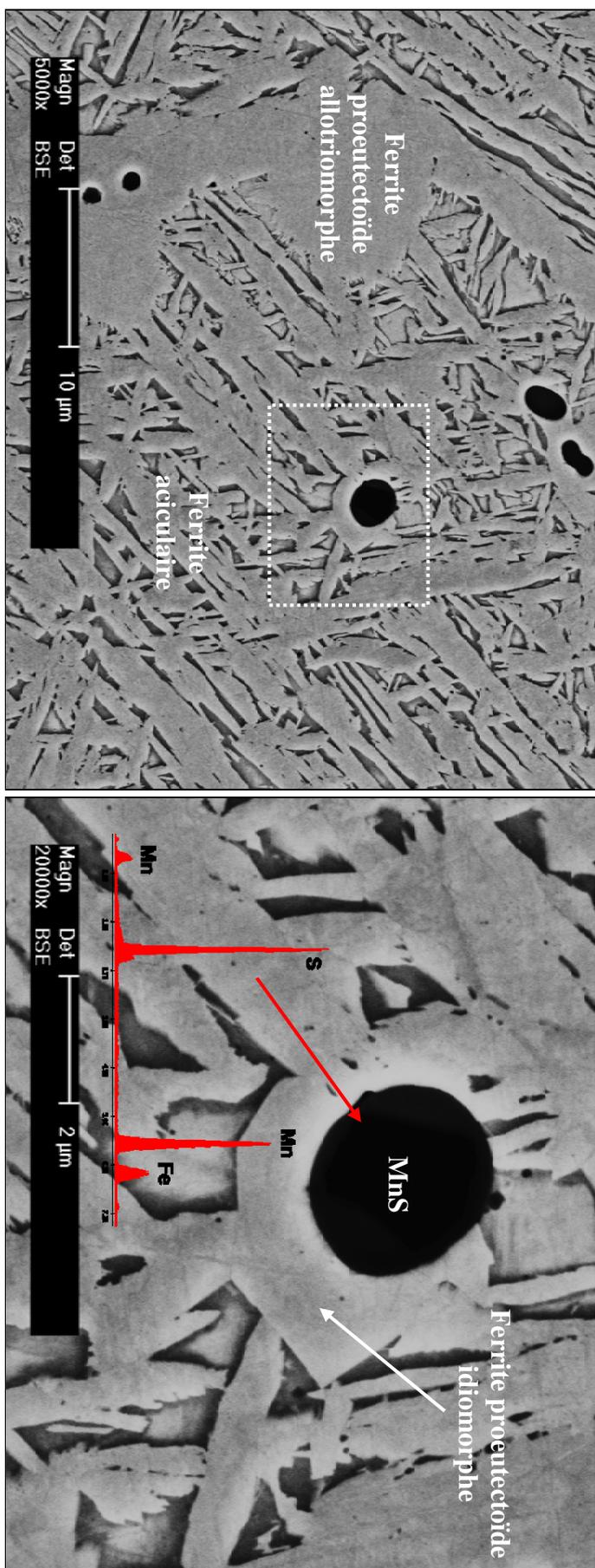


Figure 14. Micrographies obtenues en MEB montrant la formation de la ferrite aciculaire sur des inclusions MnS entourées de ferrite proeutectoïde. La composition du sulfure MnS est illustrée par le spectre EDS.

La nature de ces inclusions a été confirmée par microscopie électronique en transmission et par microdiffraction électronique. Les micrographies (Figure 15) obtenues par MET en modes champ clair et champ sombre montrent une inclusion de MnS encastrée dans une particule de ferrite idiomorphe. Les clichés de microdiffraction obtenus suivant différents axes de zone indiquent effectivement que nous sommes en présence d'un sulfure de manganèse (MnS) cubique à faces centrées avec un paramètre de maille $a_{\text{MnS}} = 0.522 \text{ nm}$.

Il a été établi que la germination de la ferrite aciculaire est tributaire de facteurs chimiques et cristallographiques : les inclusions les plus efficaces sont des oxydes complexes de titane et les moins efficaces sont les sulfures de manganèse (41).

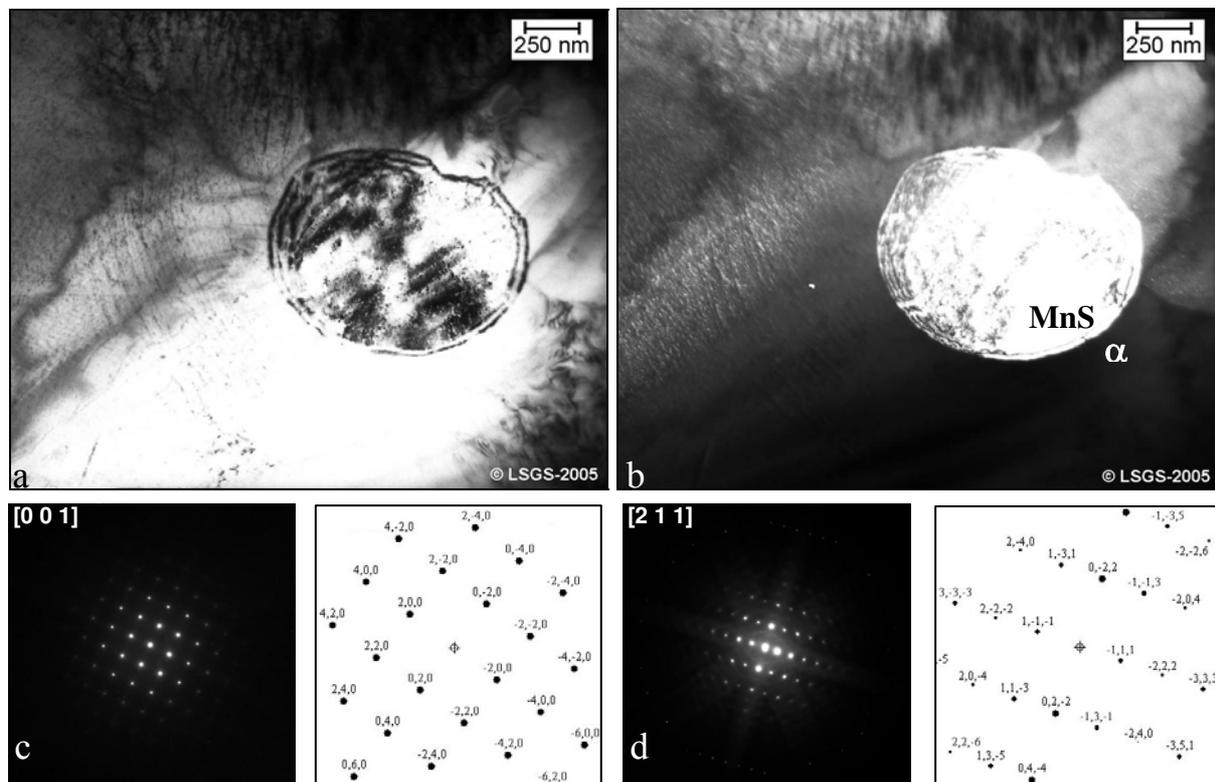


Figure 15. Micrographies d'une inclusion de MnS dans la ferrite idiomorphe obtenues en MET: a) champ clair, b) champ sombre. Clichés de microdiffraction obtenus à partir de l'inclusion MnS suivant les axes de zone : c) [0 0 1], d) [2 1 1].

Dans la présente étude, et contrairement à ce qui est rapporté dans la littérature (41), nous avons constaté que les inclusions MnS jouent un rôle important dans la séquence de formation de la ferrite aciculaire. En effet, les observations par microscopie électroniques (MEB et

MET) montrent que les aiguilles de la ferrite aciculaire ne prennent pas directement naissance sur les inclusions MnS. Ces inclusions servent de sites de germination aux idiomorphes de ferrite dont les interfaces deviennent à leur tour des sites favorables pour la formation de la ferrite aciculaire.

Ces observations nous conduisent à nous interroger sur le rôle que joue les inclusions MnS dans la formation de la ferrite idiomorphe. La réponse à cette question semble liée à la précipitation de carbonitrides de vanadium V(C,N) à l'interface ferrite idiomorphe-MnS. Nous nous sommes alors focalisés sur le rôle de cette précipitation de carbonitrides de vanadium sur la formation de la ferrite, aussi bien idiomorphe qu'aciculaire.

L'analyse par microscopie électronique en transmission et par diffraction électronique a révélé la présence d'une phase entre les sulfures MnS et la ferrite idiomorphe (**Figure 26**).

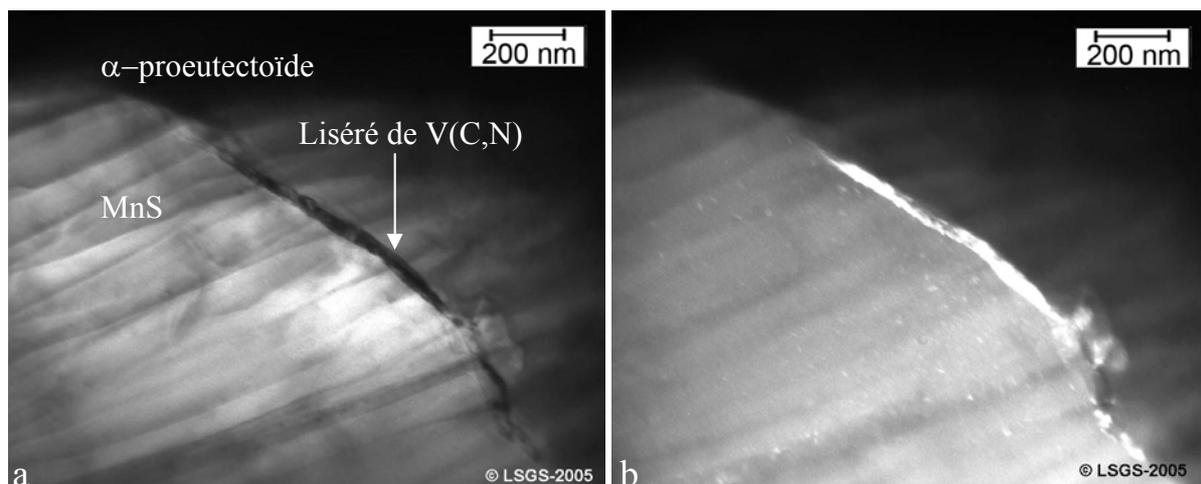


Figure 16. Micrographies obtenues en MET montrant une phase à l'interphase MnS/ α . FA3, $V_R = 2.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$. a) Champ clair, b) champ sombre.

Souvent cette phase se présente sous forme d'un liseré englobant le sulfure (Figure 16) mais elle peut aussi se présenter sous la forme de particules plus ou moins arrondies (Figure 17). L'identification cristallographique et chimique de cette phase a conduit au carbonitride de vanadium, V(C,N). Dans le système [MnS/V(C,N)/ α -idiomorphe], nous n'avons pas identifié de relations d'orientation cristallographique spécifique ni entre MnS et α -idiomorphe ni entre MnS et V(C,N). Entre V(C,N) et α -idiomorphe, nous n'avons pas

établi de relation d'orientation cristallographique unique. Les relations d'orientation identifiées changent avec les îlots ferritiques étudiés, la Figure 17 en donne un exemple.

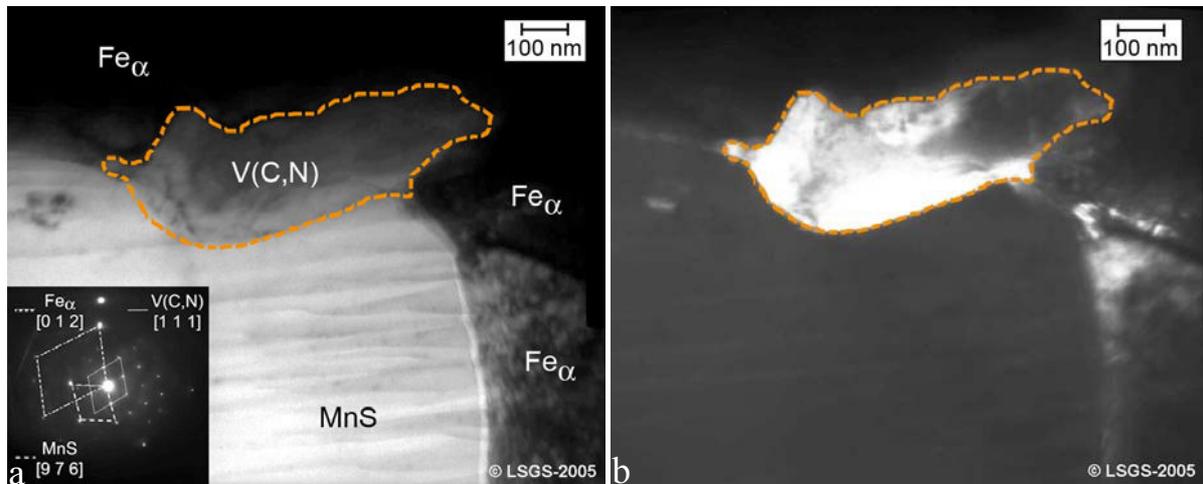


Figure 17. Micrographies obtenues en MET montrant V(C,N) à l'interphase MnS/ α . FA3, $V_R = 2.0 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$. a) Champ clair et cliché de diffraction correspondant, b) Champ sombre.

La Figure 18 montre la disposition des différentes phases : α -proeutectoïde, V(C,N) et MnS. Le carbure V(C,N) prend naissance sur MnS et sert de site de germination à la ferrite proeutectoïde qui, à son tour, favorise la formation de la ferrite aciculaire.

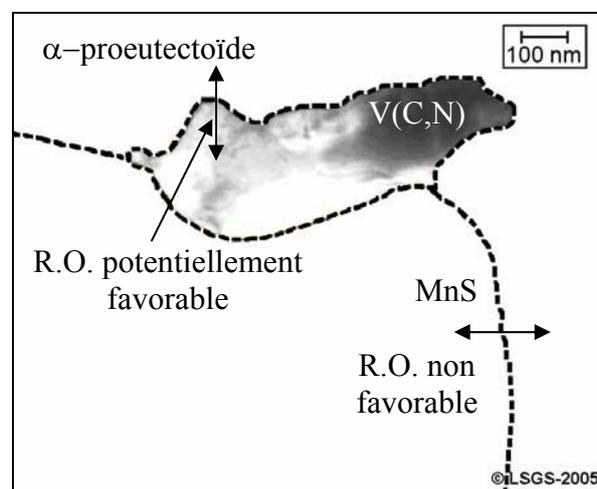


Figure 18. Résultats de l'analyse cristallographique par diffraction électronique de l'ensemble MnS + V(C,N) et la phase α .

La germination et le développement de la ferrite proeutectoïde idiomorphe à partir du complexe [MnS + V(C,N)] a été rapporté par d'autres auteurs. Ishikawa *et al* (30, 31), et plus récemment Furuhashi *et al* (32 - 35) signalent des précipités V(C,N) sur des inclusions formées

d'oxydes complexes et de MnS. Une hypothèse complètement différente est avancée par Madariaga et Gutierrez (19) qui rapportent qu'une fine couche de covellite CuS (B18 hexagonal) recouvre les inclusions MnS et sert de sites de germination à la ferrite aciculaire.

A travers cette étude, on peut avancer que le sulfure de manganèse, réputé être un site peu favorable à la germination de la ferrite, joue un rôle majeur dans la formation de cette dernière lorsqu'il s'associe aux carbonitrides de vanadium, V(C,N), dans des aciers à moyen carbone.

III.6 Précipitation interphase de V(C,N)

Une deuxième type de précipitation plus fine de V(C,N) a été identifié par microscopie électronique en transmission dans les quatre nuances étudiées. Nous nous sommes essentiellement focalisés sur la caractérisation de cette précipitation dans les états refroidis avec une vitesse de $2.0\text{ }^{\circ}\text{Cs}^{-1}$. Cette précipitation, plus facilement identifiable dans les nuances à plus haute teneur en vanadium, se développe aussi bien dans la ferrite proeutectoïde (Figure 19) que dans la ferrite aciculaire (Figure 20).

Les micrographies obtenues par MET en modes fond clair et fond noir (Figures 19-20) montrent des précipités V(C,N) de forme plus ou moins arrondie et de taille voisine de 10 nm dans la ferrite, disposés en rangées parallèles. Cette disposition géométrique correspondant à des nappes parallèles de dispersoïdes est caractéristique d'une précipitation interphase qui a lieu dans le front d'avancement de la ferrite dans l'austénite. L'espacement de ces rangées/nappes est relié à la vitesse de refroidissement (36). Elles sont plus difficiles à apprécier à l'intérieur des plaquettes de ferrite aciculaire (Figure 20) que dans la ferrite idiomorphe. Cette difficulté est due à la morphologie en aiguilles de la ferrite aciculaire.

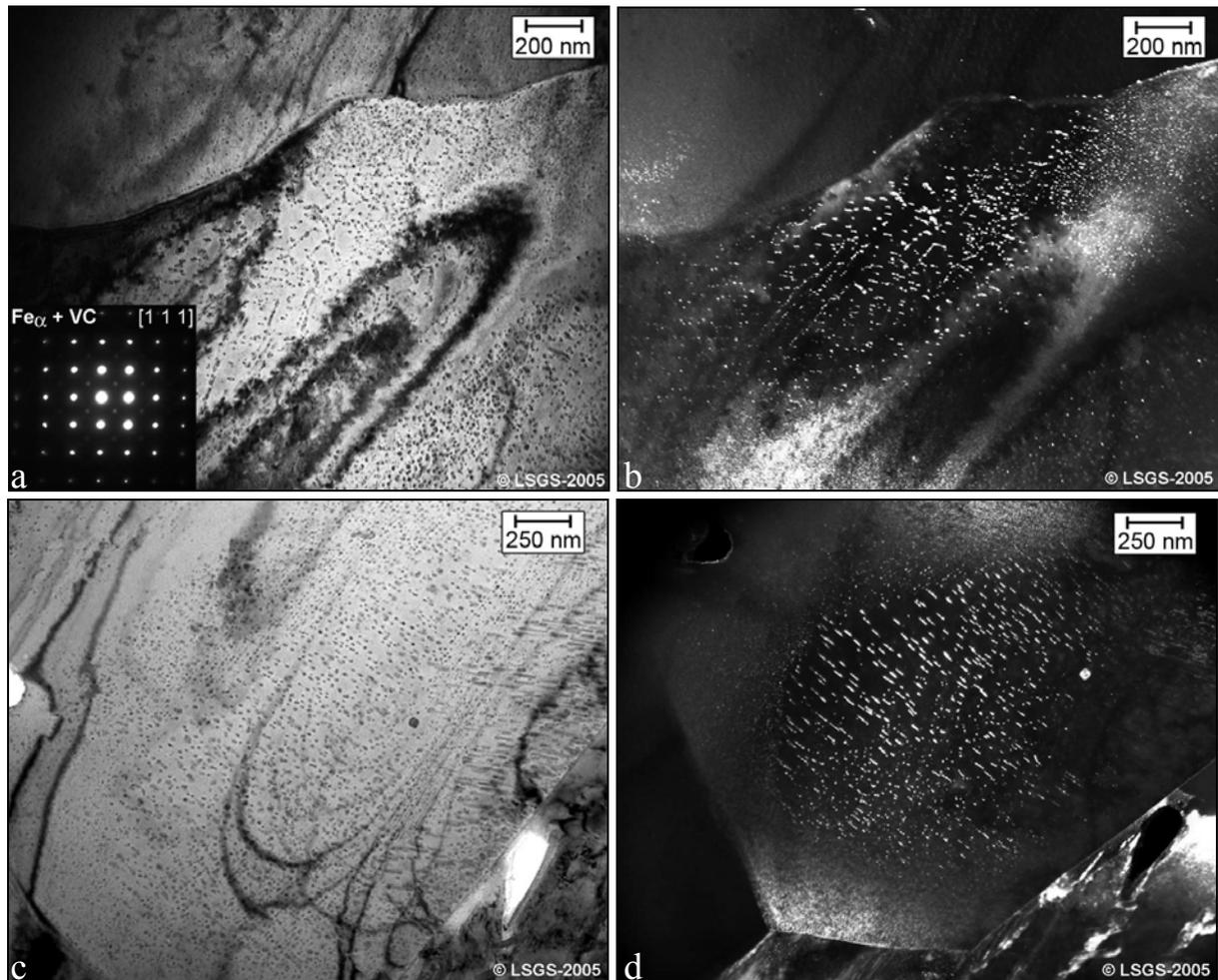


Figure 19. Micrographies obtenues en MET montrant la précipitation interphase de V(C,N) dans α -proeutectoïde. FA3, $V_R = 2.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$. a), c) Champs clairs et cliché de diffraction correspondant. b), d) Champs sombres.

Nous avons, au cours de la caractérisation par microscopie électronique en transmission et par diffraction électronique, montré que les précipités V(C,N) cristallisent dans le système cubique à faces centrés avec un paramètre de maille $a_{V(C,N)} = 0.416 \text{ nm}$. Ces précipités V(C,N), comme la ferrite, appartiennent au groupe ponctuel $\frac{4}{3} \frac{2}{m}$. Ils adoptent des relations d'orientation cube-cube avec la ferrite proeutectoïde et la ferrite aciculaire (Figures 21) :

$$(001)_\alpha \parallel (001)_{V(C,N)}, (110)_\alpha \parallel (110)_{V(C,N)}, (111)_\alpha \parallel (111)_{V(C,N)}$$

Les précipités V(C,N) ne présentent qu'une seule variante. Ce résultat est confirmé par le fait que les images en champ sombre obtenues avec n'importe quelle réflexion correspondant à la diffraction du V(C,N) (Figures 19-20) illumine toutes les particules de V(C,N).

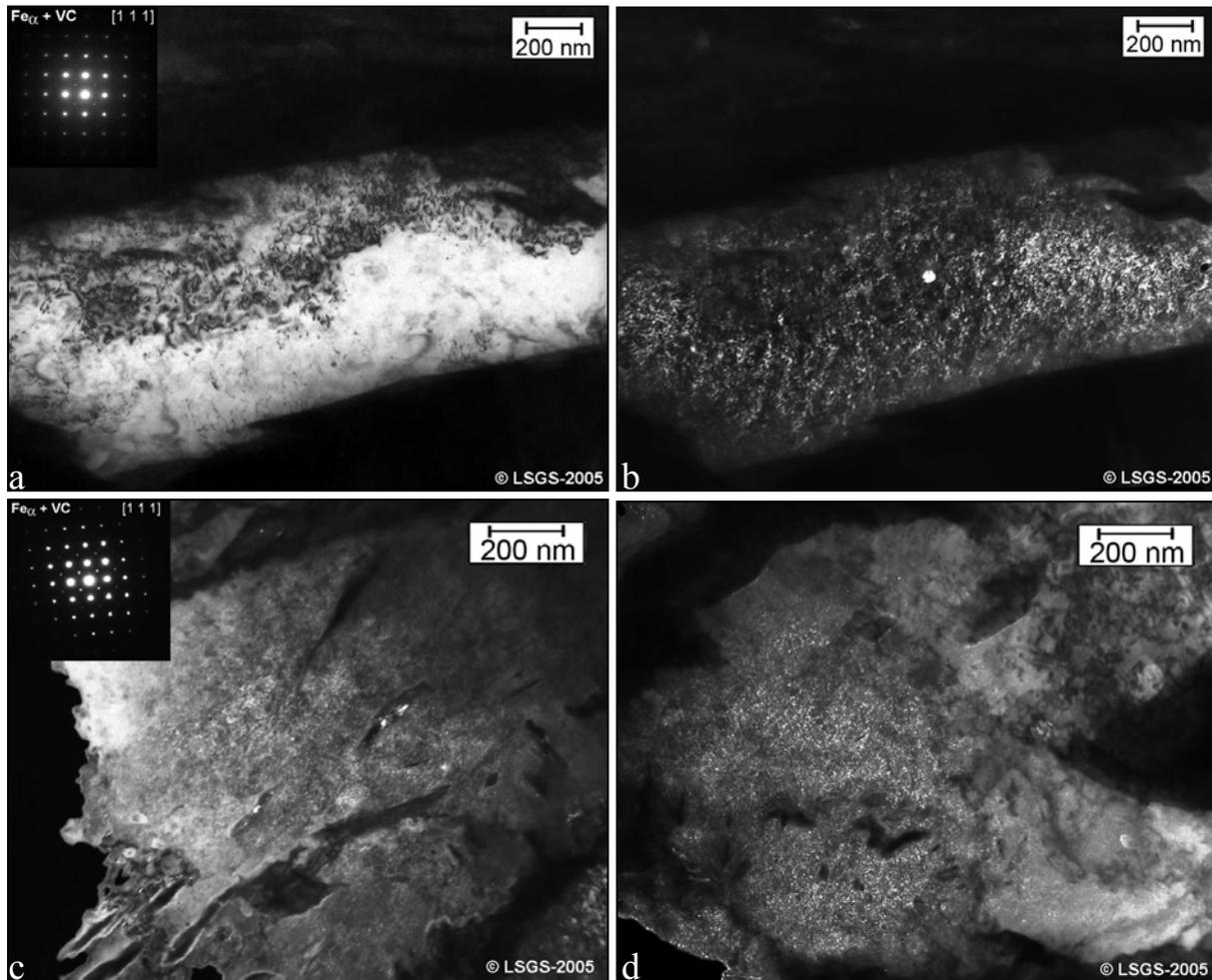


Figure 20. Micrographies obtenues en MET montrant la précipitation interphase de V(C,N) dans la ferrite aciculaire, vitesse de refroidissement $V_R = 2.0 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$.

a) FA1 : Champ clair et cliché de diffraction d'électrons, b) Champ sombre correspondant.
c) FA2 : Champ clair et cliché de diffraction d'électrons, d) Champ sombre correspondant.

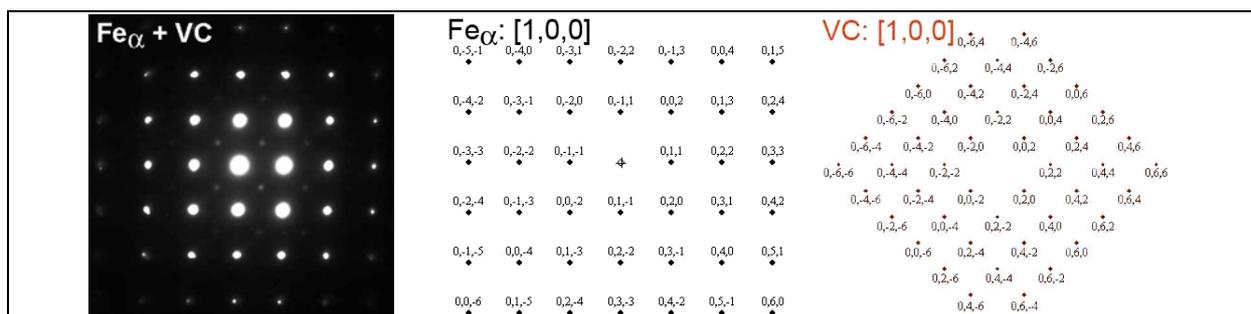


Figure 21. a) Cliché de diffraction électronique obtenu suivant l'axe de zone $[100]$ montrant les relations d'orientation cube-cube entre la ferrite et le précipitation interphase de V(C,N).
Clichés simulés de b) la ferrite et de c) V(C,N)

Une analyse par la théorie des symétries (théorie des groupes) (65, 74, 75) nous permet d'arriver aux mêmes conclusions sur la forme et le nombre de variantes de carbures V(C,N).

En effet la forme du carbure, V(C,N), qui se développe dans la matrice ferritique, α , est dictée par le groupe ponctuel H ($H = G_\alpha \cap G_{V(C,N)}$) dont les éléments de symétrie sont communs aux groupes ponctuels de la matrice ferritique, $G_\alpha = \frac{4}{m} \bar{3} \frac{2}{m}$ et de celui du carbure V(C,N), $G_{V(C,N)} = \frac{4}{m} \bar{3} \frac{2}{m}$. Les relations d'orientation cube-cube (Tableau 6) entre la ferrite et le carbure V(C,N) conduisent au groupe ponctuel $H = \frac{4}{m} \bar{3} \frac{2}{m}$. La forme que dicte le groupe ponctuel $H = \frac{4}{m} \bar{3} \frac{2}{m}$ est cubique ou sphérique (66). Sachant que la sphère est une dégénérescence du cube, ce résultat est conforme aux observations expérimentales par microscopie électronique en transmission.

Tableau 6. Eléments de symétrie caractéristiques de la forme des précipités V(C,N).

Relation d'orientation	Superposition des symétries	Symétries communes
$(001)_\alpha // (001)_{V(C,N)}$	$\frac{4}{m} // \frac{4}{m}$	$\frac{4}{m}$
$(011)_\alpha // (011)_{V(C,N)}$	$\frac{2}{m} // \frac{2}{m}$	$\frac{2}{m}$
$(111)_\alpha // (111)_{V(C,N)}$	$\bar{3} // \bar{3}$	$\bar{3}$

Par ailleurs, le nombre de variantes, n , est donné par le rapport entre l'ordre du groupe ponctuel de la matrice et de celui du groupe ponctuel H. L'ordre du groupe ponctuel $\frac{4}{m} \bar{3} \frac{2}{m}$ étant égal à 48, le nombre de variantes du carbure V(C,N) dans la ferrite (proeutectoïde ou aciculaire) vaut $n = \frac{48}{48} = 1$.

Nous pouvons conclure que les carbures V(C,N) précipitent dans la ferrite prenant des formes plus ou moins arrondies, en adoptant des relations cube-cube et en ne développant qu'une seule variante par grain α . Le fait qu'ils adoptent une seule variante avec la ferrite

environnante, proeutectoïde ou aciculaire, permet d'affirmer qu'il s'agit bien d'une précipitation interphase (36).

III.7 Synthèse

Au cours de ce chapitre, nous avons abordé différents thèmes concernant la genèse de la ferrite aciculaire. La conjugaison des résultats dilatométriques et métallographiques ont montré qu'une température d'austénitisation à 1200 °C, pendant 10 min, est suffisante pour atteindre des tailles de grain austénitiques comprises entre 70 et 80 μm . Cette taille de grains est suffisante pour inhiber la formation de la bainite et favoriser le développement de la ferrite aciculaire.

Les diagrammes TRC combinés aux observations métallographiques ont montré que le domaine d'apparition de la ferrite aciculaire est effectivement et entièrement inclus dans celui de la bainite. La ferrite aciculaire est le composant majoritaire des microstructures obtenues dans l'intervalle de vitesses $[1.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1} \leq V_R \leq 3.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}]$ pour les nuances FA2, FA3 et FA-CRIE. Pour la nuance FA1 cet intervalle est plus réduit et est obtenu pour une vitesse de refroidissement telle que : $[2.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1} \leq V_R \leq 3.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}]$.

De faibles variations de la vitesse de refroidissement peuvent entraîner une augmentation substantielle de la fraction de ferrite aciculaire, f_{FA} . Quelle que soit la nuance étudiée, la vitesse de refroidissement optimale enregistrée est de $V_R = 2.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$. Pour cette vitesse de refroidissement, le taux de ferrite aciculaire est maximum et la présence de martensite est minimale. Les fractions de ferrite aciculaire obtenues à cette vitesse de refroidissement atteignent, respectivement 0.80 et 0.85 pour les nuances FA2 et FA3. Pour les vitesses de refroidissement supérieures à $3.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$, la fraction de ferrite aciculaire diminue en faveur de la martensite.

Dans tout le domaine d'obtention de la ferrite aciculaire, les anciens joints de grains austénitiques sont décorés par des liserés d'allotriomorphes de ferrite proeutectoïde. Ces

liserés s'affinent avec la vitesse de refroidissement et ne disparaissent totalement qu'à des vitesses supérieures à $10.0 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$.

La fraction de la ferrite est fortement liée à la composition chimique : elle est très sensible à la teneur en vanadium et en silicium. Pour une même vitesse de refroidissement, l'accroissement de la teneur en vanadium produit une forte augmentation de la fraction de la ferrite aciculaire : en effet, pour $V_R = 2.0 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$, la ferrite aciculaire passe de $f_{FA} = 0.33$ à $f_{FA} = 0.80$ lorsque le vanadium passe de 0.10 % à 0.18 %.

Pour les teneurs en vanadium les plus élevées, l'évolution de la fraction de ferrite aciculaire adopte un comportement asymptotique. Il existe un seuil pour lequel le vanadium deviendrait inefficace sur la fraction de ferrite aciculaire.

L'effet combiné de la vitesse de refroidissement et de la teneur en vanadium sur la fraction de ferrite aciculaire dans la microstructure, a été évalué en terme de pouvoir ferritisant. Ce pouvoir ferritisant a été déterminé de façon empirique : c'est le produit de la vitesse de refroidissement et de la teneur en vanadium. Il s'exprime donc par : $\mathcal{P} \equiv [(V_R) \cdot (\%V)]$. L'évolution de la ferrite aciculaire $f_{FA}(\mathcal{P})$, en fonction de \mathcal{P} se traduit par une courbe admettant une asymptote horizontale aux alentours de $f_{FA} = 0.9$ pour les valeurs les plus élevées de \mathcal{P} .

La courbe traduisant l'évolution de la fraction de la ferrite aciculaire en fonction du pouvoir ferritisant, peut être un indicateur efficace dans le choix des conditions d'élaboration et des traitements thermiques de ce type d'aciers. Ce concept peut même être étendu à d'autres alliages métalliques dont les matrices métastables sont le siège de transformation de phases.

Le pouvoir ferritisant, \mathcal{P} , peut être considéré comme un paramètre d'équivalence composition chimique (vanadium) – vitesse de refroidissement. Il est aussi important de le relier aux propriétés mécaniques obtenues pour ce type d'aciers.

Par ailleurs, nous avons aussi constaté une forte augmentation de la fraction de ferrite aciculaire avec la teneur en silicium. Ces résultats concordent avec ceux de Matlock (39) et Singh (40) issus des études menées sur des aciers bainitiques fortement alliés au silicium. Shim et al (41), de leur côté, constatent la diminution de la fraction de ferrite aciculaire avec la teneur en silicium dans les aciers à très bas carbone et préconisent de maintenir les niveaux de cet élément au plus bas si l'on veut obtenir des microstructures majoritairement composées de ferrite aciculaire. D'après ces auteurs, le silicium entraînerait une diminution de l'efficacité des particules d'oxydes Ti_2O_3 , en tant que sites de germination pour la ferrite aciculaire.

Nous avons observé, par microscopie électronique en transmission, un affinement des aiguilles de ferrite aciculaire et une présence accrue des îlots de martensite. Ces observations sont en accords avec les résultats obtenus par Matlock et al. (39) et Singh et Bhadeshia (40) sur des aciers bainitiques. Ces auteurs attribuent l'affinement des plaquettes de bainite à la nature de l'austénite (résistance, ...). L'ajout de silicium conduit aussi à une fraction volumique plus importante d'austénite non transformée et/ou de martensite dans les microstructures bainitiques non conventionnelles.

Dans la présente étude, nous avons observé que les sites de germination de la ferrite aciculaire sont indirectement liés aux inclusions de MnS. En effet, la germination des aiguilles de ferrite aciculaire ne se développe pas sur les surfaces des inclusions MnS. Les aiguilles de ferrite aciculaire se développent plutôt à partir de la ferrite proeutectoïde enrobant les sulfures de manganèse.

Les mécanismes de formation de la ferrite aciculaire proposés dans la littérature font intervenir directement les inclusions non métalliques. La formation des aiguilles de ferrite aciculaire aurait lieu, d'abord, par germination sur des inclusions non métalliques, ensuite par un développement via une réaction autocatalytique. Les études, concluant dans ce sens, sont nombreuses, notamment celles sur les aciers microalliés à très bas carbone destinés à la

soudure. La grande majorité de ces études concernent des transformations lors de refroidissements plus rapides que ceux qui sont utilisés dans cette étude. Dans le domaine des vitesses de refroidissement que nous avons considéré, la formation de ferrite proeutectoïde autour des inclusions non métalliques est inévitable.

Nous avons mis en évidence l'importance de la précipitation du vanadium sur la germination de la ferrite aciculaire. En effet, les observations au MET ont permis de révéler que la germination de la ferrite proeutectoïde idiomorphe, sur des inclusions MnS, est aussi associée à la précipitation des particules V(C,N) à leur surface.

Les observations au MET ont permis également d'identifier une précipitation interphase de carbures V(C,N), aussi bien dans la ferrite proeutectoïde, qu'à l'intérieur des aiguilles de la ferrite aciculaire. Cette précipitation aurait une influence directe sur l'accroissement de la fraction de ferrite aciculaire. La précipitation interphase, produisant un appauvrissement local de la matrice en carbone autour des aiguilles de ferrite aciculaire, favorise la germination autocatalytique de la ferrite aciculaire.

Nos résultats sont en accord avec l'hypothèse émise par He et Edmonds (37) pour expliquer l'influence du vanadium sur la germination de la ferrite aciculaire. Ces auteurs suggèrent la formation de clusters fer – vanadium au sein de l'austénite qui constitueraient des embryons favorables à la formation d'aiguilles de ferrite aciculaire. Cette hypothèse est basée sur l'effet stabilisateur qu'exerce le vanadium, alphagène, sur la phase α . L'absence de précipitation V(C,N) rapportée par He et Edmonds est à relier d'une part, à la faible teneur en carbone et d'autre part, aux grandes vitesses de refroidissement utilisées pour les aciers qu'ils ont étudiés.

Chapitre IV :

Morphologie et nature fractale de la ferrite aciculaire

IV Morphologie et nature fractale de la ferrite aciculaire

Les propriétés des matériaux en général et celles des matériaux métalliques en particulier s'inscrivent dans l'analyse, la compréhension et enfin l'établissement du lien entre les éléments de la triade : composition chimique – microstructure – propriétés. Les propriétés mécaniques sont fortement influencées par les variations de la composition chimique et la présence dans la microstructure, d'obstacles responsables du ralentissement, voire du blocage du mouvement des dislocations. Les propriétés mécaniques sont aussi directement liées aux dimensions des constituants de la microstructure tels que la taille des grains, le diamètre des particules, le pourcentage de phases, etc. Ces paramètres sont généralement caractérisés par des valeurs moyennes constantes dans l'intégralité du volume. Les valeurs attribuées à ces paramètres, lorsque la structure est uniforme, sont décrites par des fonctions de distribution simples (gaussienne, etc.). La question qui se pose d'elle-même est : quelle démarche faut-il adopter lorsque la microstructure est caractérisée par des irrégularités telles que la valeur moyenne d'une mesure perd tout son sens physique ?

Dans le cadre de cette thèse, nous avons entrepris de relier les propriétés mécaniques (résistance et ténacité) aux paramètres de la microstructure.

La ferrite aciculaire est loin d'être une structure uniforme. Sa caractérisation métallographique n'a pas permis de dégager des paramètres structuraux moyens permettant de les relier aux propriétés mécaniques. L'irrégularité, la rugosité dimensionnelle et la distribution désordonnée des aiguilles de la ferrite aciculaire nous ont conduits à établir un lien entre la nature fractale de la microstructure et les propriétés mécaniques.

Cette caractérisation fractale a déjà été introduite pour des structures d'autres systèmes métalliques. L'exemple le plus connu est celui de la martensite (47, 48, 59, 62).

Dans ce chapitre IV, nous allons, d'abord, introduire quelques notions sur les fractales et leur occurrence dans différents systèmes dont les propriétés sont affectées par la rugosité

dimensionnelle, ensuite nous présenterons et analyserons le comportement fractal de la ferrite aciculaire. Dans le chapitre V, nous établirons le lien entre les propriétés mécaniques (résistance, ténacité) et les paramètres fractals de la ferrite aciculaire.

IV.1 Structures fractales

Le concept de fractal – contraction de fracture, du latin *frangere*: briser, et de fraction – est né d'une notion d'analyse mathématique. Cette notion, de nature abstraite, a levé des obstacles non négligeables à sa diffusion dans d'autres branches de la Science. Les fractales sont souvent liées – voire identifiées – à une forme d'infini. Comme pour tout concept mathématique, ses limites de validité doivent être définies. Les fractales physiques existent donc dans un espace fini. La *fractalité*, concept de base géométrique, unifie la description de nombreux objets mathématiques ou physiques et quantifie leur degré d'irrégularité. Il sert d'abord à décrire la morphologie d'objets irréguliers, autosimilaires et ensuite à déceler des liens entre la nature fractale et les propriétés physiques.

IV.1.1 L'autosimilarité ou invariance d'échelle

Les fractals sont des objets dont chaque partie reproduit en taille réduite la même structure de tout l'objet. Le résultat conduit à des formes extrêmement irrégulières ou fragmentées et ce à toutes les échelles. Cette propriété qui caractérise les objets fractals est nommée *invariance d'échelle* ou *autosimilarité*. L'invariance d'échelle est donc une symétrie qui se retrouve à toutes les échelles : les objets fractals ne changent donc pas leur forme avec le changement d'échelle d'observation. Quant à l'autosimilarité, elle indique que l'objet est semblable à lui même. L'exemple type, désormais célèbre, utilisé par Benoît Mandelbrot, inventeur du terme fractal, est celui de la côte de Bretagne. Qu'elle que soit l'échelle à laquelle elle est observée, la côte de Bretagne se montre toujours très irrégulière au point qu'il est impossible d'estimer l'échelle d'observation sans un élément de référence.

L'autosimilarité peut être illustrée par une analogie grossière avec les réflexions infinies d'un objet entre deux miroirs ou les poupées russes s'emboîtant les unes dans les autres, etc. Dans la nature, il existe de nombreux exemples d'objets, phénomènes ou organismes vivants dont le caractère fractal a été mis en évidence (44). Les phénomènes dynamiques auto-sustentés (les mouvements telluriques), la morphologie de certaines plantes (les choux-fleurs) ou encore la structure des nuages et la distribution des galaxies dans l'univers en sont des exemples. Ces objets fractals sont caractérisés par des paramètres tels que la dimension fractale et les longueurs de coupure.

IV.1.2 Dimension fractale

Le mot "dimension" repose sur deux notions : les dimensions linéaires d'un corps et le nombre de coordonnées nécessaires pour positionner un point dans l'espace. Dans l'espace tridimensionnel, la dimension d'une ligne est 1, celle d'un plan 2 et celle d'un volume 3.

Une autre définition de "dimension" peut être développée sur la base de la similarité. La façon la plus simple de définir une telle dimension est de diviser des objets (segment, carré, cube) de dimension Euclidienne D ($D = 1, 2, 3$) en objets homothétiques égaux (Figure 22).

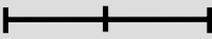
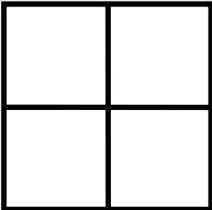
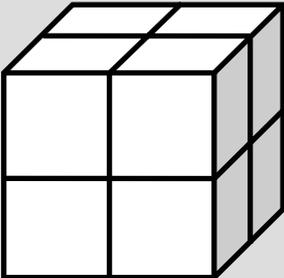
	$D = 1$	$N = 2$ sous-segments Rapport d'homothétie : $1/k$; $k = 2$	$N (1/k)^1 = 1$
	$D = 2$	$N = 4$ sous-carrés Rapport d'homothétie : $1/k$; $k = 4^{1/2}$	$N (1/k)^2 = 1$
	$D = 3$	$N = 8$ sous-cubes Rapport d'homothétie : $1/k$; $k = 8^{1/3}$	$N (1/k)^3 = 1$

Figure 22. Définition de dimension sur la base de la similarité.

La taille des objets est égale à la moitié de l'objet initial (Figure 22). Pour les objets segment, carré et cube, nous obtenons respectivement deux segments, quatre carrés et huit cubes. Le nombre N (2, 4, 8) des objets ainsi obtenus est relié au rapport d'homothétie $1/k = 1/2$ et à la dimension D (1, 2, 3) respectivement par : $N \times (1/k)^1 = 1$, $N \times (1/k)^2 = 1$ et $N \times (1/k)^3 = 1$. Cette opération peut être généralisée à tout objet autosimilaire par la relation suivante:

$$N (1/k)^D = 1 \quad [3]$$

De cette relation de généralisation [25], il ressort par linéarisation que :

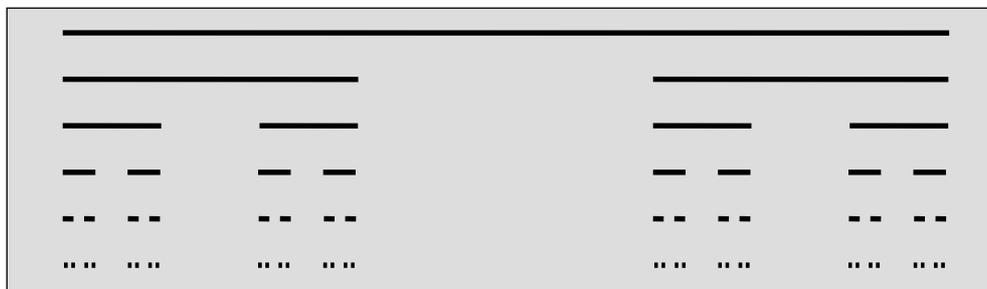
$$D = \frac{\log N}{\log k} \quad [4]$$

La dimension D , ainsi définie, est dite de similarité. Pour les objets à dimension euclidienne, D est toujours un nombre entier. Par contre, pour les objets fractals, la dimension D est un nombre réel positif non entier.

Nous présentons, à titre d'exemples, quelques objets mathématiques fractals à dimensions non entières : l'ensemble triadique de Cantor, la courbe de Koch et le tamis de Serpinski :

Ensemble triadique de Cantor

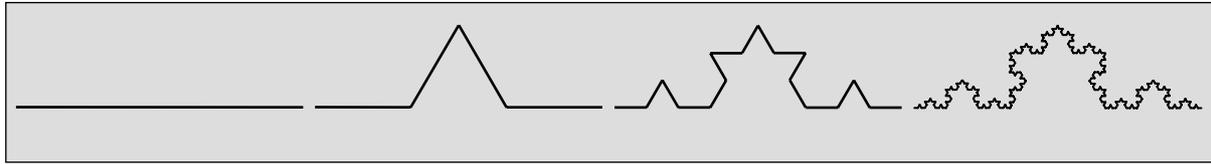
En partant d'un segment de droite et pour chaque itération, on obtient deux segments en retirant le tiers central du segment précédent.



$$N = 2 \quad ; \quad k = 3 \quad ; \quad D = \frac{\log 2}{\log 3} \approx 0,63$$

Courbe de Koch

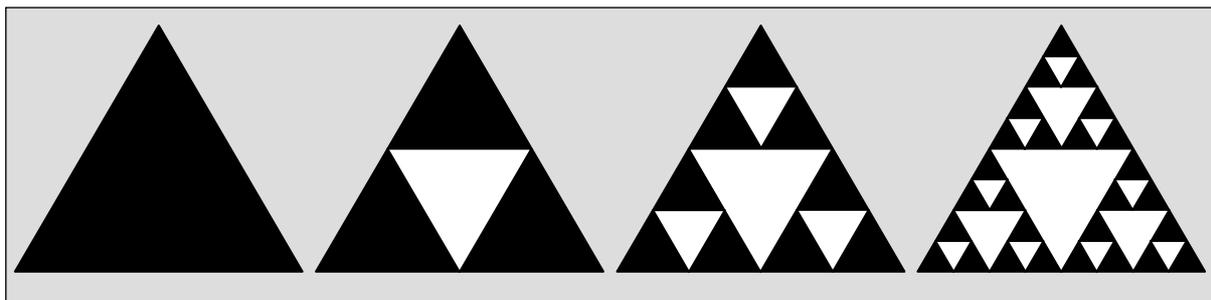
En partant d'un segment de droite et à chaque itération, on remplace le tiers central de chaque segment par deux cotés d'un triangle équilatéral.



$$N = 4 \quad ; \quad k = 3 \quad ; \quad D = \frac{\log 4}{\log 3} \approx 1,26$$

Tamis de Sierpinski

En partant d'un triangle plein équilatéral et à chaque itération, on le découpe en quatre sous-triangles égaux et on retire le triangle central.



$$N = 3 \quad ; \quad k = 2 \quad ; \quad D = \frac{\log 3}{\log 2} \approx 1,58$$

Ces exemples illustrent, la dimension fractale, D , qui découle de la définition plus générale dite de recouvrement, introduite par Hausdorff-Besicovitch et Kolmogorov (44, 45). Cette dimension s'exprime par la relation :

$$D = \lim_{1/k \rightarrow 0} \frac{\log N(1/k)}{\log k} \quad [5]$$

La dimension fractale peut être déterminée par différentes méthodes comme celle du "comptage de boîtes" qui présente un intérêt spécial du point de vue de son aspect pratique pour les cas réels. Cette méthode peut être illustrée par l'exemple suivant :

Considérons un objet fractal que l'on veut recouvrir entièrement avec des boules de rayon donné ($r = 1/k$). Combien de boules (N) au minimum seront nécessaires pour recouvrir une partie de l'objet fractal ? Ce nombre N dépendra du rayon $r = 1/k$ de chaque boule.

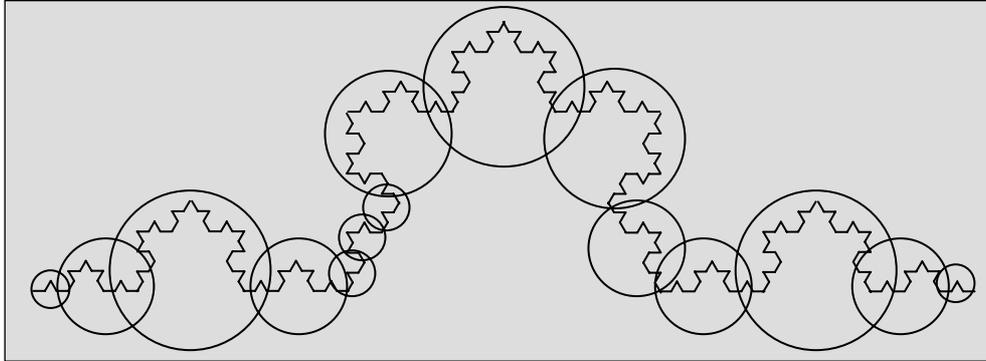


Figure 23. Boules de rayon variable $1/k$ recouvrant la courbe de Koch.

Le nombre N de boules de rayon $1/k$ nécessaires pour recouvrir entièrement la fractale satisfait la relation :

$$N(1/k) \propto k^D \quad [6]$$

La dimension fractale, D , définie de cette manière, est appelée dimension de "comptage de boîtes". Qualitativement, cette définition transmet l'idée que D sert aussi à mesurer la manière plus ou moins dense dont un objet remplit l'espace qui le contient.

IV.1.3 Fractales autoaffinées, multifractales et statistiques

Les cas présentés jusqu'ici traitent tous des fractales isotropes, dont les propriétés géométriques sont les mêmes dans toutes les directions de l'espace. Ceci n'est pas forcément le cas quand il s'agit de structures réelles (45). Une faible anisotropie dans les propriétés géométriques d'une fractale peut avoir de grandes conséquences sur la structure finale de l'objet considéré. La croissance de l'objet sera favorisée selon un axe donné, ce qui introduit une forte anisotropie après un grand nombre d'itérations. Ces objets fractals très complexes sont appelés autoaffinés. Les exemples typiques sont les surfaces rugueuses, objets anisotropes, par définition. L'*autoaffinité* traduit donc l'anisotropie spatiale d'une fractale.

D'autres types d'objets fractals plus complexes sont les *multifractales*. C'est le cas lorsque plusieurs dimensions fractales sont nécessaires pour décrire un même objet. On aura des ensembles sous-fractals avec une dimension D définie, recouvrant des intervalles bien identifiés qui conforment tout l'objet. L'ensemble des dimensions fractales ainsi trouvées décrit la structure géométrique de l'objet. Une dimension D univoque ne saurait être qu'une valeur particulière de cet ensemble ; il s'agit ici des domaines encore peu explorés de la théorie des fractales (46).

L'ensemble de Cantor, la courbe de Koch ou le tamis de Sierpinski sont des exemples des fractales appelées déterministes, régulières ou exactes. Le mode de réplique de ces dernières n'a pas de composante aléatoire. Ce n'est pas, bien évidemment, le cas des fractales réelles trouvées dans la nature, à quelque exception près (44). En opposition aux fractales déterministes, il existe les *fractales statistiques*. Dans ces dernières, la récurrence qui décrit la hiérarchie est régie par une ou plusieurs lois probabilistes (45,53) qui précisent le choix de l'application d'un générateur à chaque itération. Les fractales statistiques peuvent être homogènes quand le générateur conserve le rapport d'homothétie (appelé également rapport de masse), $1/k$, ou hétérogènes quand le rapport de masse peut lui-même varier.

IV.1.4 Matériaux à microstructures fractales

Les microstructures des matériaux sont basées sur des arrangements d'atomes formant des grains, des phases, des précipités avec des défauts de structure tels que les dislocations, les surfaces, les interfaces (joints de grains, macles, etc.). La description qualitative ou quantitative de ses éléments à partir d'images en utilisant diverses techniques connaît un progrès décisif avec l'ère numérique. Pour la description d'objets réguliers et différentiables, des méthodes émanant de la géométrie euclidienne peuvent être suffisantes. Par contre, pour la description des objets irréguliers, qu'ils soient autosimilaires ou autoaffinés, la géométrie fractale peut être d'une grande efficacité.

Dans le cadre de la géométrie euclidienne, un point peut être considéré comme étant zéro-dimensionnel 0-d, une ligne unidimensionnelle 1-d, une surface bidimensionnelle 2-d et un volume tridimensionnel 3-d. Ainsi les éléments microstructuraux peuvent être associés à des dimensions euclidiennes : les petites particules, les lacunes ou les atomes seront considérés comme 0-d. Les dislocations et les fibres comme 1-d. Les joints de grains, interfaces et autres surfaces comme 2-d, et les grains et les inclusions comme 3-d. Cette dimensionnalité sera, bien entendu, dépendante de l'échelle à laquelle on observe l'élément.

Dans l'analyse d'images, les éléments que l'on vient de citer se manifestent par leur projections 2-d. Pour ces projections, la classification proposée (46-48), en accord avec la dimension fractale D , est la suivante :

a) 0–1d, éléments ponctuels et leurs distributions :

- les éléments constitutifs tendent à être un ensemble de points : $D \rightarrow 0$,
- les éléments constitutifs tendent à être un ensemble de lignes : $D \rightarrow 1$.

b) 1–2d : fissures, joints de grains, lignes d'interfaces :

- les éléments constitutifs tendent à être un ensemble de lignes : $D \rightarrow 1$,
- les éléments constitutifs tendent à être un ensemble d'aires : $D \rightarrow 2$.

c) 2–3d : surfaces, particules, domaines magnétiques :

- les éléments constitutifs tendront à être un ensemble d'aires : $D \rightarrow 2$,
- les éléments tendent à être un ensemble de volumes : $D \rightarrow 3$,
- un ensemble de particules dont la surface est très irrégulière et qu'elle tend à remplir l'espace 3-d : $2 < D < 3$.

Un élément microstructural régulier aura une dimension correspondant à un nombre entier alors qu'une microstructure très irrégulière aura une dimension non entière, c'est-à-dire "fractale". La dimension fractale D fournit également une mesure de la manière dont un objet remplit l'espace. Elle mesure, en fait, la rugosité dimensionnelle de la microstructure.

Cependant tout ensemble complexe n'est pas forcément de nature fractale. Il dépendra de sa structure dans l'intervalle d'échelle dans lequel il est observé.

L'intervalle d'échelle caractéristique, dans lequel l'objet étudié est fractal, est limité par deux longueurs caractéristiques (44, 45), appelés longueurs de coupure. La longueur de coupure inférieure, L^{**} , est la longueur minimale pour laquelle on constate encore l'autosimilarité de la structure. La longueur caractéristique supérieure, L^* , est la longueur pour laquelle l'autosimilarité se confirme pour toute distance inférieure à L^* . On parlera raisonnablement de fractale si le rapport L^*/L^{**} est plus grand que 10. L'intervalle d'échelle où la nature fractale se manifeste est donc supérieur à un ordre de grandeur. Cet intervalle caractéristique $[L^{**} - L^*]$, dans lequel la nature fractale se vérifie, peut être utilisé pour décrire les attributs géométriques de l'objet fractal.

IV.2 Morphologie de la ferrite aciculaire

Les micrographies optiques de la Figure 24 montrent les microstructures obtenues en refroidissement continu à $V_R = 2.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$. À cette vitesse de refroidissement, la fraction de ferrite aciculaire, f_{FA} , atteint son maximum. La microscopie optique révèle la ferrite aciculaire mais ne permet pas de distinguer ses caractéristiques morphologiques en relation avec la composition chimique et/ou les conditions de transformations. La caractérisation de la finesse de la microstructure nécessite le concours de la microscopie électronique.

Les micrographies enregistrées en microscopie électronique à balayage (Figure 25) montrent les microstructures obtenues en refroidissement continu à $V_R = 2.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$, pour les quatre nuances. La microstructure de la ferrite aciculaire s'affine avec l'accroissement de la teneur en vanadium (FA1→FA2→FA3). Le même comportement est enregistré avec la teneur en silicium, pour les deux nuances FA1 et FA-CRIE. La FA-CRIE se distingue de la FA1 par une fraction de ferrite aciculaire plus élevée et des îlots de martensite et d'austénite non transformée plus étendus.

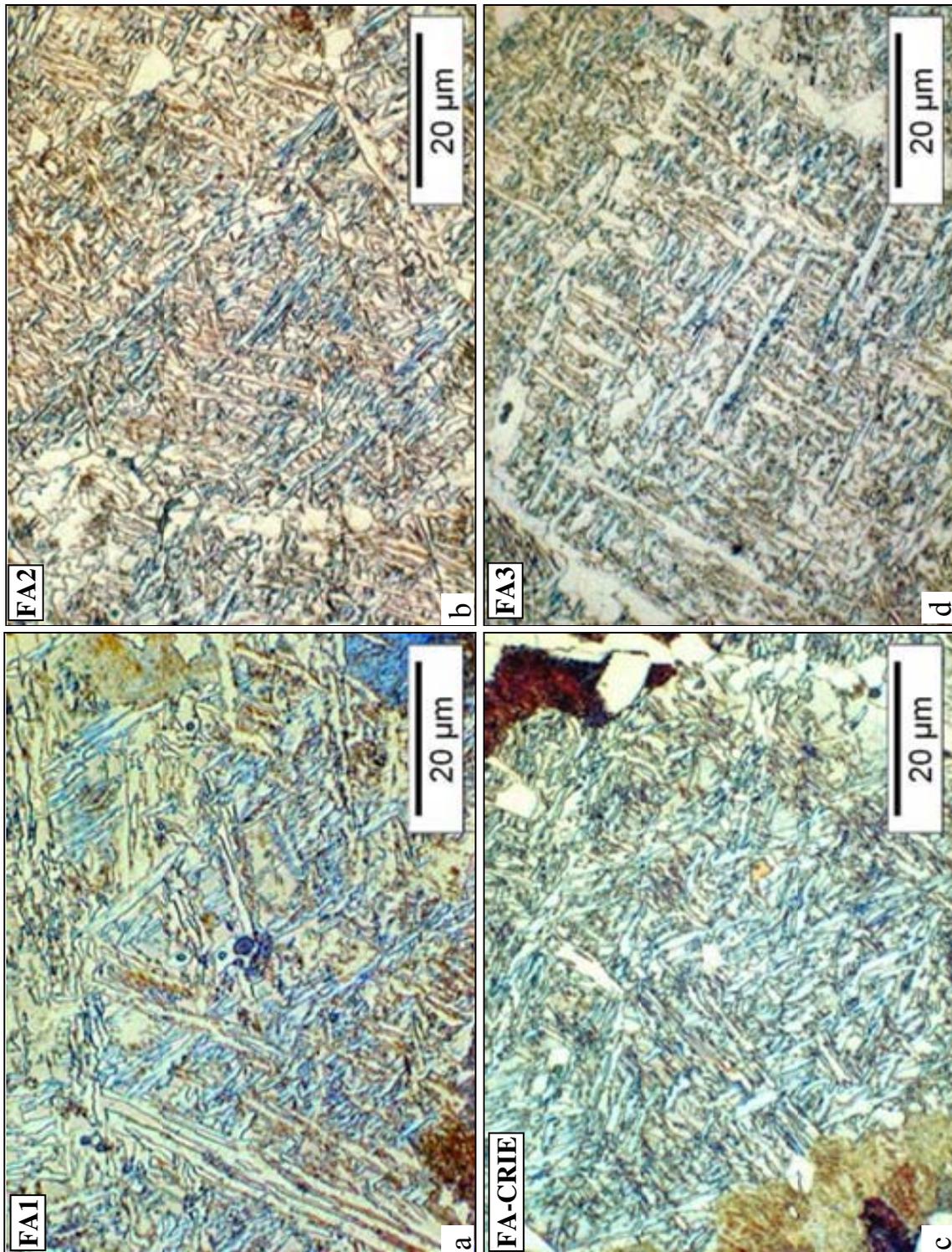


Figure 24. Micrographies optiques des microstructures obtenues à : $V_R = 2.0 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$. a) FA1 ; b) FA2 ; c) FA-CRIE ; d) FA3.

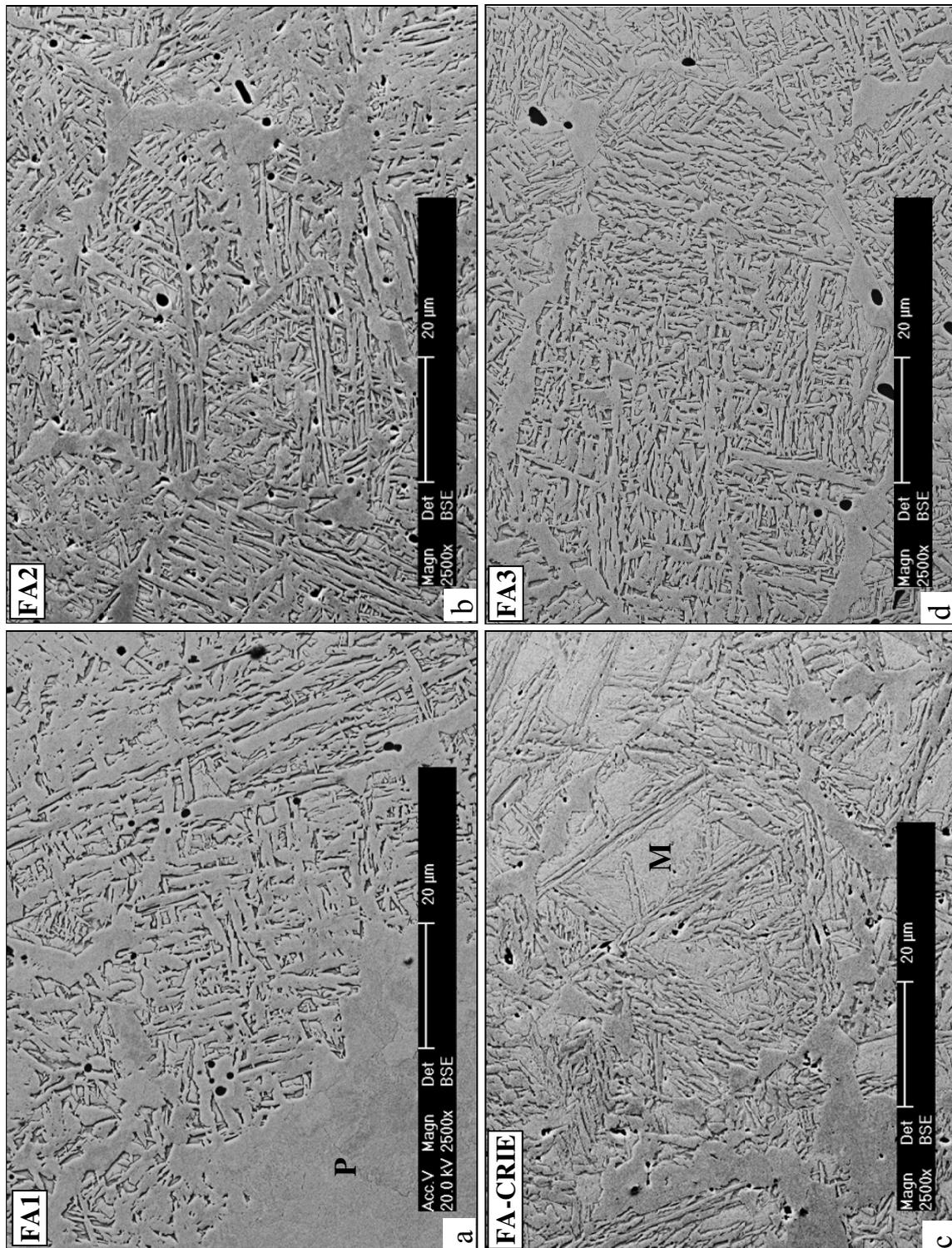


Figure 25. Micrographies MEB. Ferrite aciculaire à $V_R = 2.0 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$. a) FA1, P : perlite; b) FA2 ; c) FA-CRIE, M : îlot de martensite ; d) FA3.

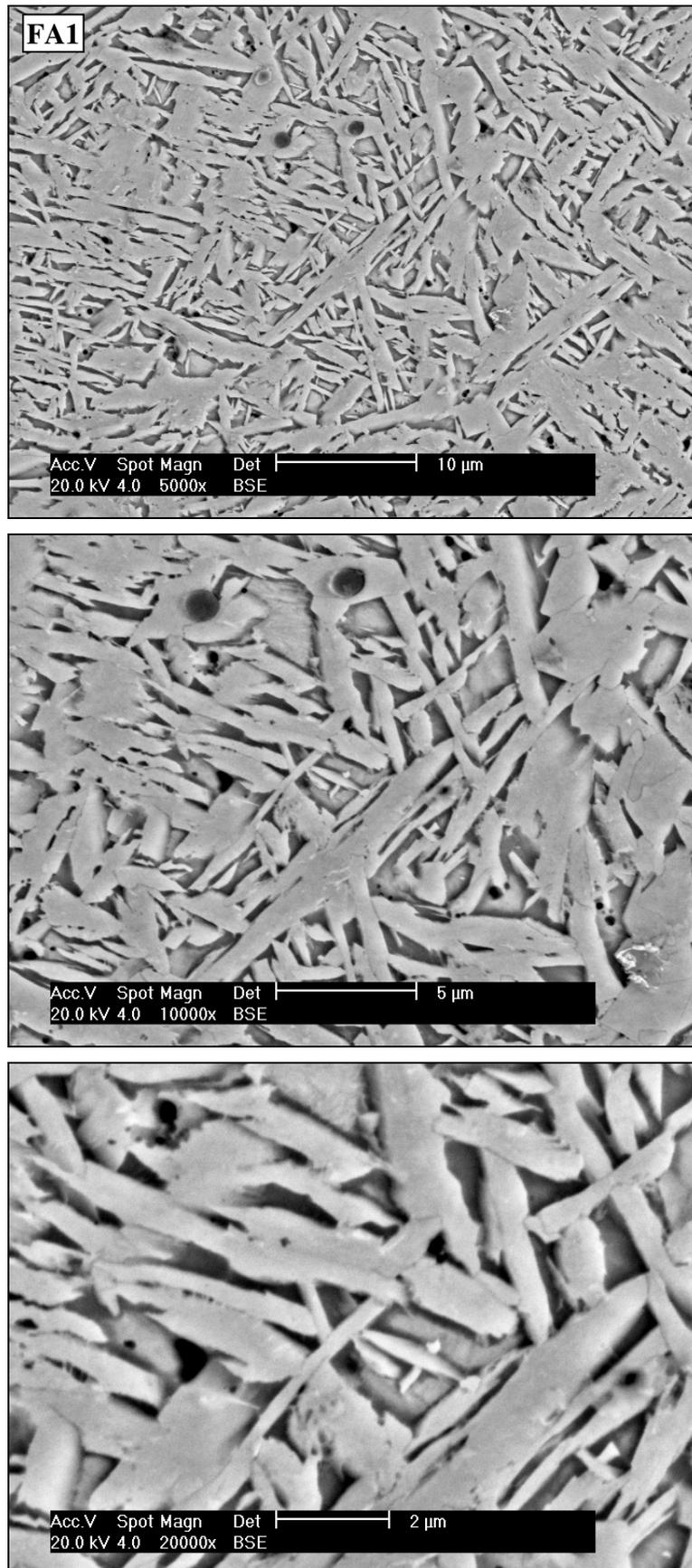


Figure 26. Caractéristiques morphologiques de la ferrite aciculaire. Micrographies MEB pour FA1, $V_R = 2.0 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$, a) finesse ; b) irrégularité ; c) différentes générations de plaquettes.

Les différentes observations en microscopie électronique à balayage montrent que la ferrite aciculaire se distingue par trois traits morphologiques majeurs (Figure 26) ; il s'agit de :

1. la finesse des plaquettes,
2. l'irrégularité dimensionnelle et la diversité d'orientation spatiale des plaquettes,
3. la présence de différentes générations d'aiguilles de ferrite formées les unes à partir des autres.

Le dernier trait n'est qu'une conséquence de la formation autocatalytique de la ferrite aciculaire. En effet, si la première génération des aiguilles de ferrite aciculaire se développe en prenant naissance sur des inclusions non métalliques ou des défauts de structure, les suivantes se forment sur les surfaces des aiguilles des générations précédentes.

Ces traits morphologiques observés par microscopie électronique à balayage (Figure 26) ont été confirmés par microscopie électronique en transmission (Figure 27) à différentes échelles de grossissement. Ces traits, rencontrés à différentes échelles, posent le problème fondamental de la validité de la détermination d'une taille "moyenne" des aiguilles de la ferrite aciculaire en tant que grandeur morphologique, caractéristique de la microstructure.

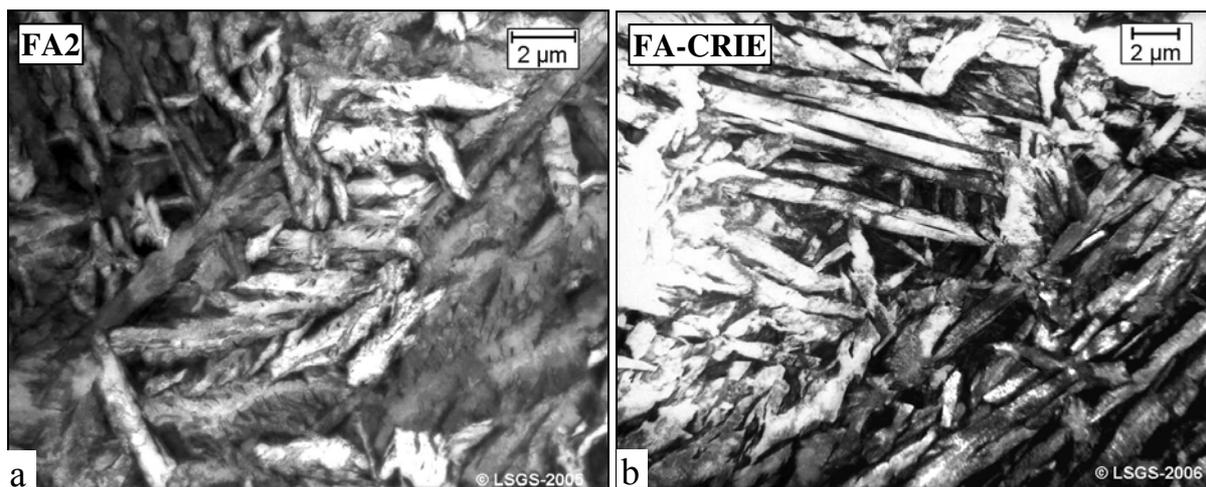


Figure 27. Micrographies montrant la morphologie de la ferrite aciculaire observée au MET pour les nuances a) FA2, b) FA-CRIE.

La désorientation des aiguilles de ferrite aciculaire est un caractère supplémentaire de complexité morphologique. Son occurrence conduit, sans conteste, à une amélioration des

propriétés mécaniques, par rapport à celles des microstructures lamellaires. Les observations en microscopies électroniques à balayage et en transmission ont permis d'identifier un autre type d'irrégularité associée aux aiguilles de ferrite : il s'agit, en l'occurrence, du paramètre taille. Il est donc logique et nécessaire de s'interroger sur l'incidence de ce deuxième degré d'irrégularité, rugosité dimensionnelle, sur les propriétés mécaniques. Il est aussi important de pouvoir identifier ou au moins estimer le degré de corrélation entre rugosité dimensionnelle et propriétés mécaniques.

Les trois traits morphologiques de la ferrite aciculaire que nous venons de mettre en évidence sont des caractéristiques qui sont en étroite relation avec les propriétés des structures fractales. Une caractérisation de la microstructure du point de vue de la géométrie fractale s'avère donc d'une grande utilité dans cette étude.

Nous allons, dans le paragraphe suivant, nous atteler à la caractérisation fractale de la ferrite aciculaire.

IV.3 Caractérisation fractale de la ferrite aciculaire

Dans un premier temps et à titre très qualitatif, le caractère fractal de la ferrite aciculaire peut être apprécié en comparant une image MET (Figure 28a) avec une image fractale numérique, générée par ordinateur (Figure 28b).

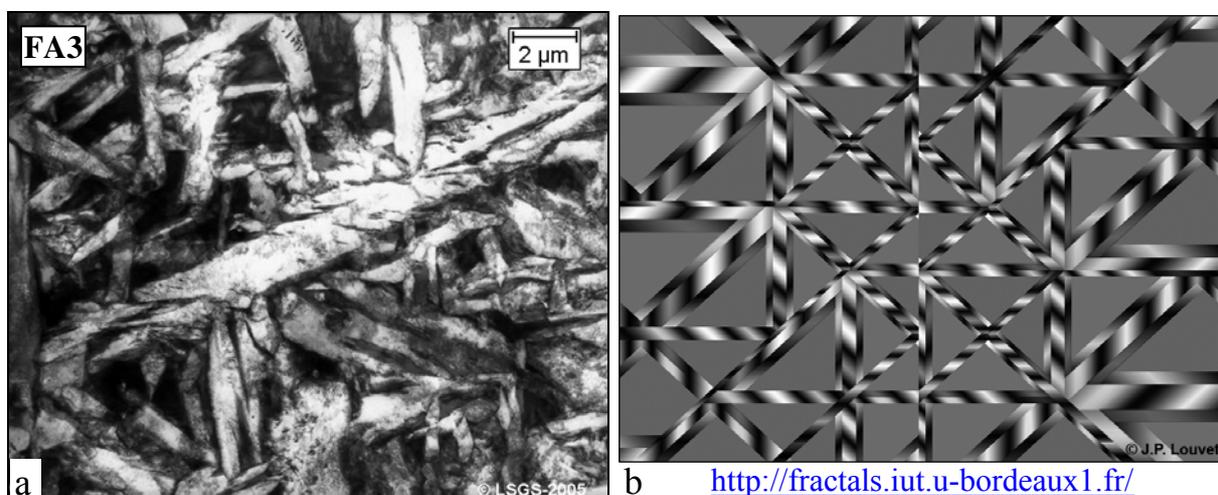


Figure 28. Apparence fractale de la ferrite aciculaire observée au MET. a) FA2, b) FA-CRIE, c) FA3, d) fractale générée par ordinateur.

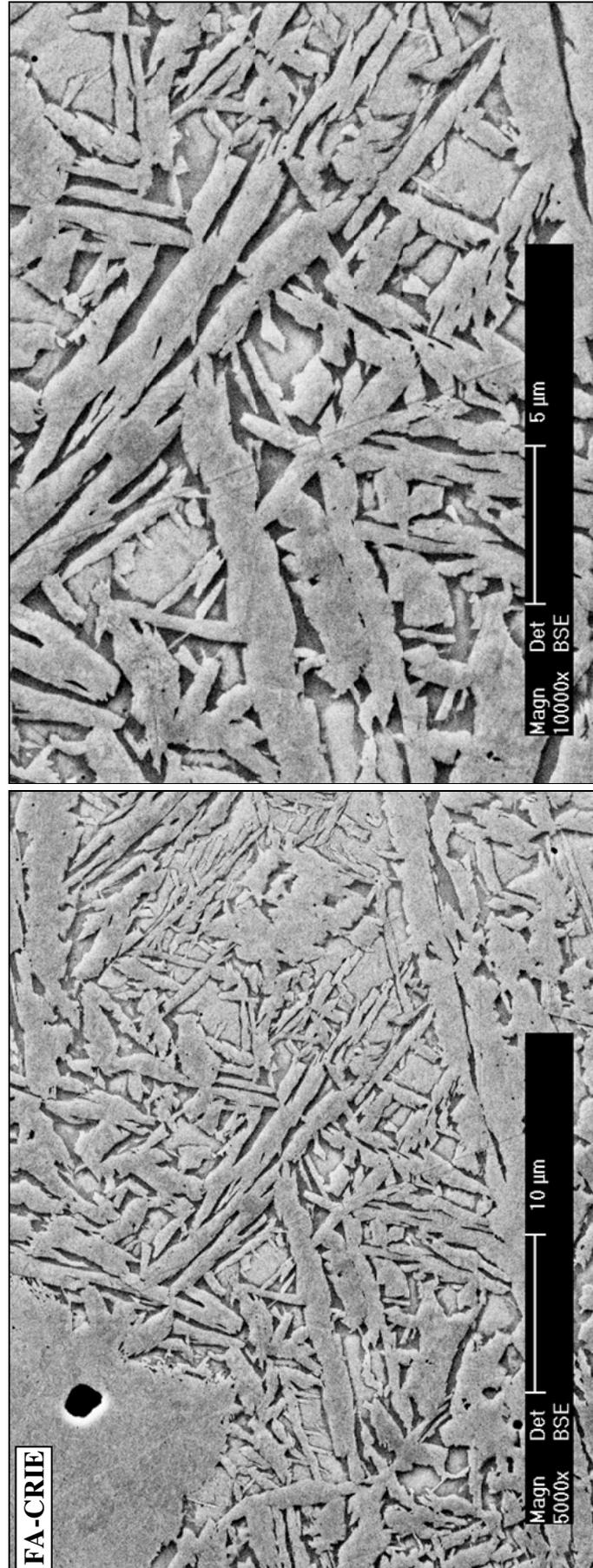


Figure 29. Micrographies obtenues au MEB montrant l'autosimilarité de la ferrite aciculaire de la nuance FA-CRIE.

L'image fractale générée par ordinateur est formée par des générations d'aiguilles de tailles variables s'entrecroisant sur un fond gris homogène. Les tailles, les niveaux de gris et les angles formés par les aiguilles sont fixés par le programme générateur. En revanche, l'image obtenue en MET montre plusieurs générations d'aiguilles de ferrite aciculaire formées par réaction autocatalytique. Le fond de l'image, dans ce cas, est constitué d'îlots de martensite et/ou austénite résiduelle. Les aiguilles de ferrite aciculaire forment entre elles des angles imposés par les relations d'orientation qu'adopte la ferrite avec l'austénite mère.

Les observations en microscopie électronique à balayage (Figure 29) mettent en relief l'autosimilarité de la ferrite aciculaire ce qui confirme les résultats obtenus en microscopie électronique en transmission (Figure 30).

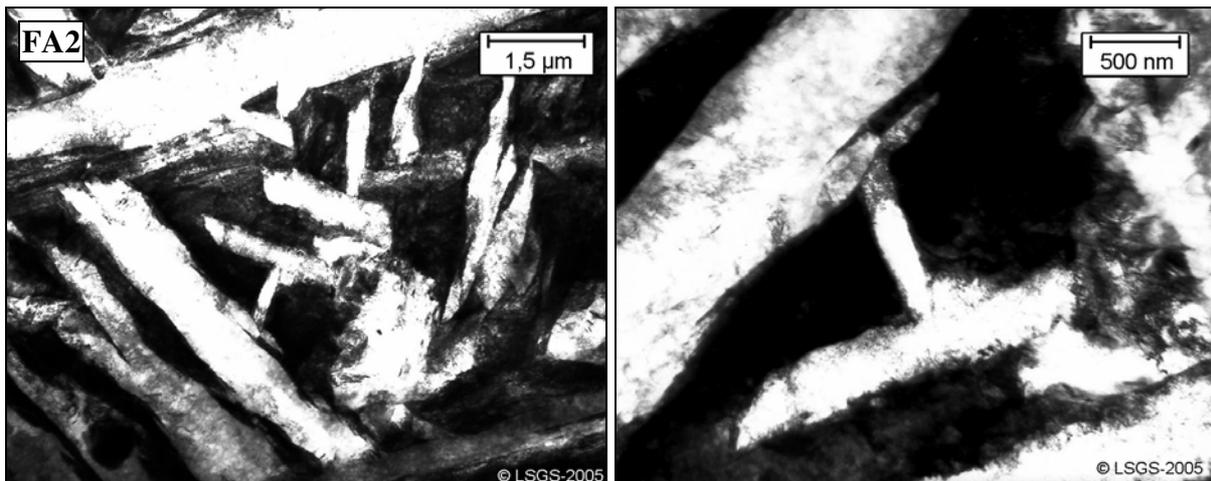


Figure 30. Micrographies obtenues au MET montrant l'autosimilarité de la ferrite aciculaire à travers différentes générations de plaquettes pour la nuance FA2.

La caractérisation fractale des microstructures irrégulières et autosimilaires, comme la ferrite aciculaire, comporte deux étapes (47) :

- i) établir l'autosimilarité ou invariance d'échelle,
- ii) déterminer la dimension fractale D .

La première tâche nécessite de vérifier qu'il existe au moins trois générations autosimilaires d'aiguilles de ferrite aciculaire (47, 48). La deuxième étape nécessite le calcul de la dimension fractale D qui doit être réelle non entière, différente de la dimension Euclidienne, d , ($D \neq d$)

dans un intervalle d'échelle supérieur à un ordre de grandeur. La réalisation de ces deux étapes peut faire appel à plusieurs méthodes (53). Chaque problème fera appel à la méthode la plus pertinente. La méthode qui a été retenue dans cette étude est la méthode de comptage de boîtes.

IV.3.1 Autosimilarité de la ferrite aciculaire

Pour analyser l'autocatalyticité, qui détermine l'autosimilarité de la ferrite aciculaire, un cycle thermique spécifique a été réalisé dans un dilatomètre. Ce cycle comporte une d'austénitisation à 1200 °C, suivi d'un refroidissement continu à 2.0 °Cs⁻¹ et un maintien isotherme à 500 °C pendant 10 s. Ce maintien est subséquemment suivi par une trempe à l'eau (Figure 31a). La Figure 31a montre le schéma du cycle thermique et la microstructure obtenue à la fin du cycle. La Figure 31b montre au moins trois générations successives de ferrite aciculaire dans les stades initiaux de la transformation austénite → ferrite aciculaire.

Ces générations autocatalytiques de ferrite aciculaire on été aisément différenciées dans chacune des nuances. Les générations successives d'aiguilles de ferrite aciculaire peuvent être identifiées par leurs longueurs respectives et par les angles apparents qu'elles forment entre elles (52).

Nous avons retenu le facteur de forme des aiguilles de ferrite aciculaire comme paramètre caractéristique du degré d'autosimilarité. Le facteur de forme est défini comme étant le rapport : $\rho = d/\ell$ où ℓ est la longueur de l'aiguille et d son épaisseur. L'épaisseur d est mesuré au centre de l'aiguille perpendiculairement à son grand axe (ℓ). Pour chaque nuance ρ a été mesuré sur plus d'une centaine d'aiguilles à partir d'images de microscopie électronique à balayage (Figure 32). À partir des histogrammes (Figure 33) une valeur moyenne $\bar{\rho}$ a pu être déterminée pour les microstructures de chaque nuance analysée (Tableau 6).

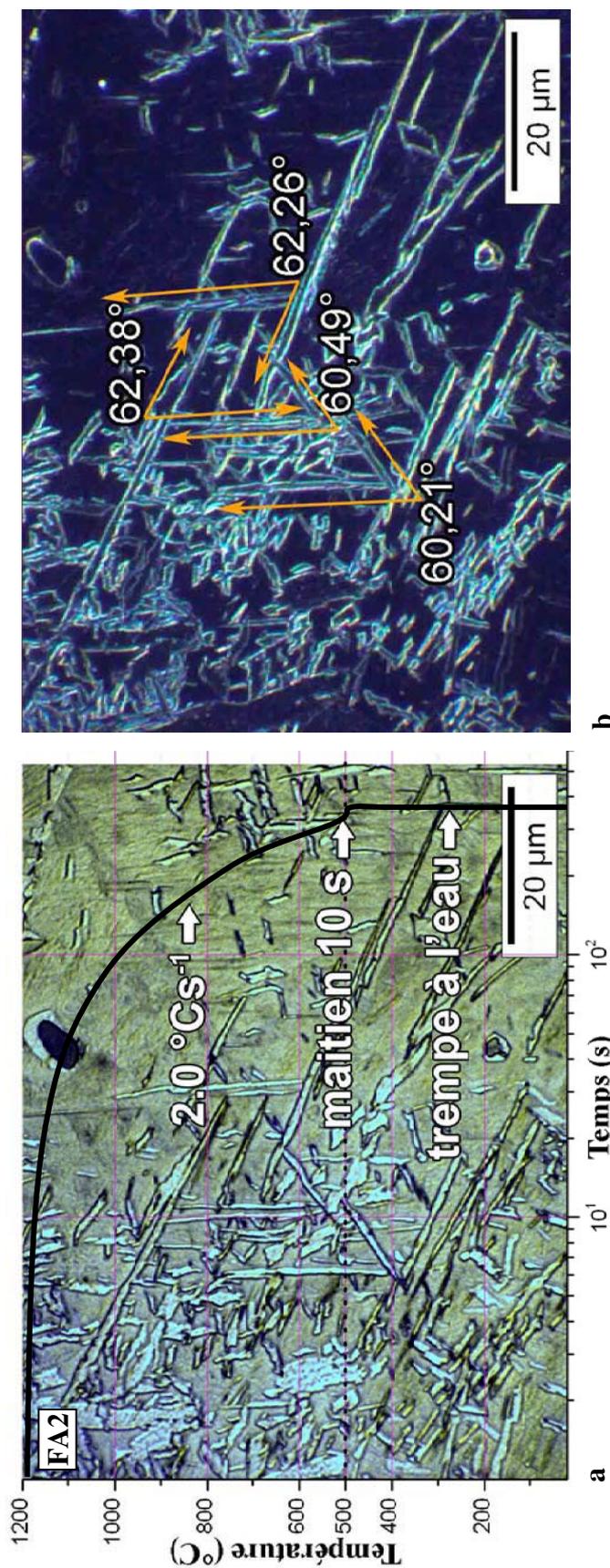


Figure 31. Générations autocatalytiques de FA. a) Cycle thermique et microstructure, nuance FA2. b) Angles entre générations successives de ferrite aciculaire, Micrographie optique en fond noir.

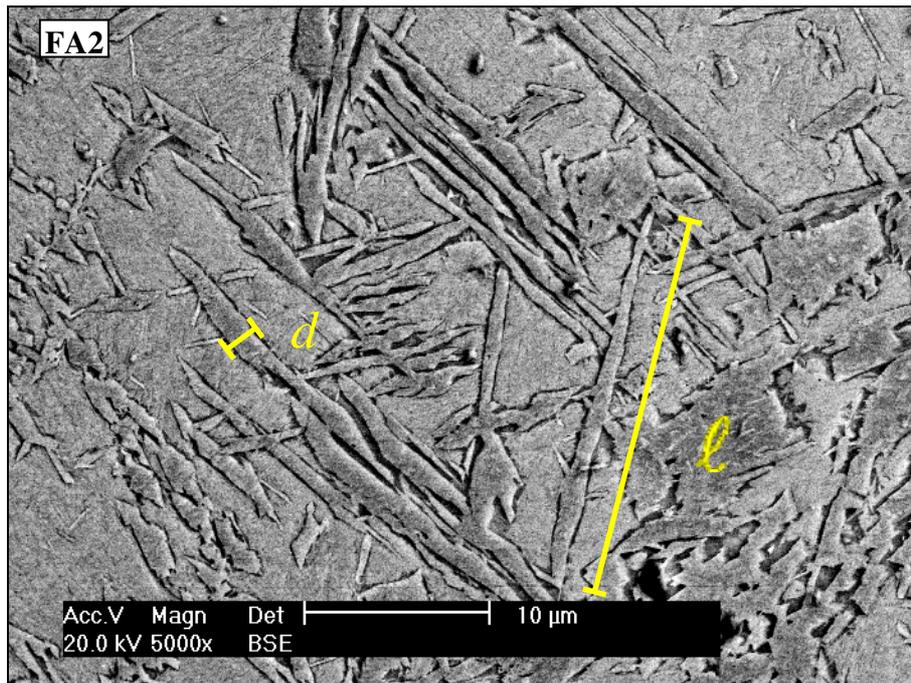


Figure 32. Micrographie type obtenue au MEB et utilisée pour la mesure de ρ ; d : épaisseur, ℓ : longueur.

Tableau 6. Résultats du calcul de $\bar{\rho}$

Nuance	FA1	FA2	FA3	FA-CRIE
$\bar{\rho}$	0.12 ± 0.04	0.12 ± 0.05	0.11 ± 0.03	0.12 ± 0.04

Les valeurs moyennes du facteur de forme, $\bar{\rho}$, obtenues dans cette étude, sont en accord avec celle que rapporte Bhadeshia (2) pour des aciers à bas carbone.

Nous avons, par ailleurs, estimé la variation de la longueur, ℓ , des aiguilles en fonction du facteur de forme ρ (Figure 33). La distribution ainsi obtenue indique que les valeurs de ρ pour les différentes générations se trouvent dans sa grande majorité dans l'intervalle déterminé par l'écart type autour de $\bar{\rho}$. Ces résultats nous permettent d'affirmer qu'un degré d'autosimilarité acceptable existe pour des plaquettes dont les dimensions varient au moins de 1 à 10. Les écarts importants entre les longueurs des aiguilles de différentes générations traduisent la rugosité dimensionnelle de la ferrite aciculaire. Cette rugosité est beaucoup plus marquée pour les trois nuances FA1, FA2 et FA3 que pour la FA-CRIE (Figure 33).

Après avoir établi l'autosimilarité de la ferrite aciculaire, nous allons, dans le paragraphe suivant, déterminer sa dimension fractale.

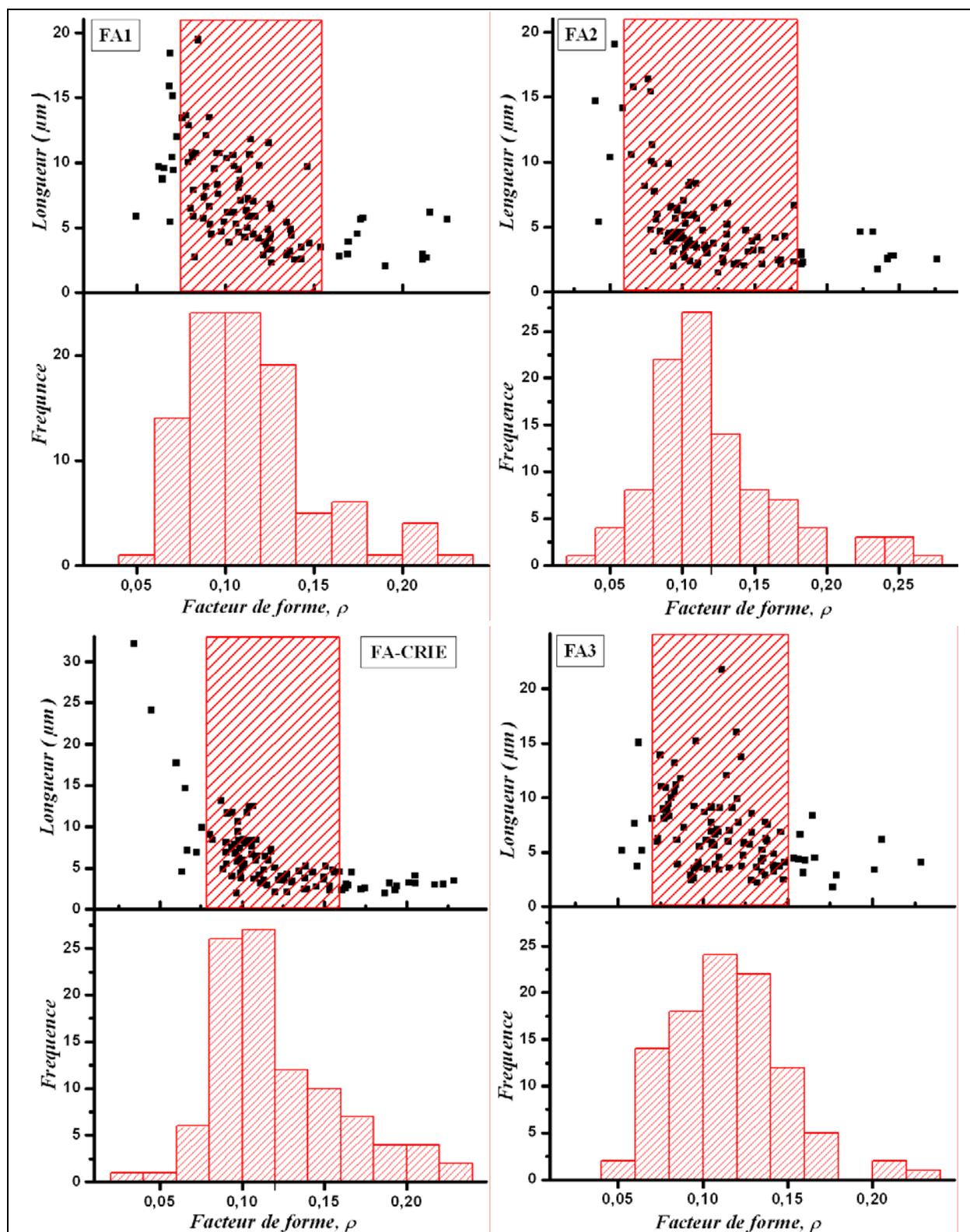


Figure 33. Histogrammes du facteur de forme ρ , et représentation de la longueur, ℓ , des aiguilles en fonction de ρ pour les quatre nuances FA1, FA2, FA3 et FA-CRIE.

IV.3.2 Calcul de la dimension fractale D

Nous allons présenter, dans ce paragraphe, la méthodologie de détermination de la dimension fractale, son application à la caractérisation de la ferrite aciculaire et ensuite nous discuterons les résultats obtenus.

Les méthodes d'estimation des paramètres fractals peuvent généralement être classés en deux familles (46, 53) :

- i) les méthodes expérimentales basées sur la mesure des propriétés physiques,
- ii) les méthodes basées sur l'analyse d'images

La méthode de comptage de boîtes appliquée dans la présente étude appartient à la deuxième famille. Elle met en œuvre la variation de l'échelle de mesure. Cette méthode consiste à extraire, à partir d'images numérisées, des zones carrées de surface croissante avec une origine commune placée au centre. La fraction d'aire correspondant à la phase, objet d'analyse, est estimée par le nombre de pixels qu'elle occupe. Cette fraction d'aire est portée en fonction du côté des zones carrées dans un repère log-log. Si cette variation de la fraction d'aire en fonction du côté de la zone carrée dans l'espace log-log est décrite par une droite alors il existe une loi de puissance. La pente de la droite calculée par régression linéaire permet de déduire la dimension fractale D .

On peut à partir d'une image électronique (MEB), définir l'aire totale, $M(L)$, de l'ensemble des aiguilles de ferrite aciculaire, à l'intérieur d'un carré de côté L et de surface L^2 . Pour une distribution uniforme dans un plan, l'aire totale des aiguilles $M(L)$ qui est proportionnelle à L^2 augmente avec l'accroissement de L . Si l'ensemble des aiguilles de ferrite aciculaire est fractal, l'aire $M(L)$ s'écrit sous la forme suivante (53) :

$$M(L) = M_0 L^D \quad [7]$$

où M_0 est une constante et D la dimension fractale.

La fraction d'aire $A(L)$ correspondant à l'ensemble des aiguilles de ferrite aciculaire contenu dans un carré de côté L s'exprime par (54) :

$$A(L) = \frac{A_0 L^D}{L^2} = A_0 L^{D-2} \quad [8]$$

où A_0 est une constante.

La linéarisation de l'expression [8] permet de déterminer, dans un intervalle $[L^{**}, L^*]$, la pente de la droite et déduire ainsi la dimension fractale :

$$D = 2 + \frac{\log_{10}(A^{**}/A^*)}{\log_{10}(L^{**}/L^*)} \quad [9]$$

Les bornes de l'intervalle L^{**} et L^* sont respectivement les longueurs de coupure inférieure et supérieure. Les fractions d'aires A^{**} et A^* correspondent respectivement aux boîtes de taille L^{**} et L^* . L'aire A^* , borne supérieure de l'intervalle $[A^{**}, A^*]$, est appelée fraction d'aire indépendante d'échelle. À partir de cette taille de boîte, la fraction d'aire devient constante. La dimension fractale est donc un nombre réel non entier dont la partie décimale correspond à la pente de la droite qui s'exprime par :

$$\delta = \frac{\log_{10}(A^{**}/A^*)}{\log_{10}(L^{**}/L^*)} \quad [10]$$

Les micrographies électroniques obtenues au MEB en mode électrons rétrodiffusés ont été choisies au détriment de celles obtenues au MET pour appliquer la méthode de comptage de boîtes. Ce choix a été dicté par :

- la reproductibilité,
- la facilité de préparation des échantillons,
- l'exploitation de grandes surfaces,
- l'acquisition numérisée, rapide et directe,
- l'identification des phases par seuillage des niveaux de gris de l'image.

Les micrographies électroniques utilisées pour la caractérisation fractale montrent les zones intégrant uniquement la ferrite aciculaire, la ferrite proeutectoïde et la perlite lamellaire

étant exclues de l'analyse. Sur ces micrographies, les aiguilles de ferrite aciculaire apparaissent en clair et les zones entre les aiguilles correspondant à l'austénite non transformée (martensite) ressortent en gris plus foncé. La Figure 34 sera utilisée pour expliquer la procédure que nous avons utilisée pour l'application de la méthode de comptage des boîtes.

Partant de la micrographie Figure 34a, nous procédons à son seuillage en niveaux de gris permettant d'obtenir une image binaire, noir et blanc (Figure 34b). Les deux couleurs, blanche et noire, représentent respectivement la ferrite aciculaire et l'austénite résiduelle et/ou la martensite. L'image binaire est traitée avec des filtres spécifiques pour la nettoyer des "poussières" (pixels à la couleur non représentative de la phase correspondante) dues à des artefacts ou des carbures précipités dans la ferrite aciculaire (Figure 34c).

À partir de l'image filtrée, nous générons une série de boîtes concentriques (ici des carrés) de côté L variable. Le centre de la plus petite boîte est choisi sur la plus petite aiguille de ferrite aciculaire de l'image filtrée (Figure 34c, d). Pour des raisons de représentativité, cette opération est répétée trois fois pour chaque image en changeant l'emplacement du centre de la plus petite boîte.

La fraction d'aire, A , correspondant à la ferrite aciculaire est estimée à l'aide d'un logiciel de traitement d'image (Aphelion[®] 3.1). La fraction d'aire, A , est ensuite portée dans un repère log-log en fonction de la taille de la boîte L . La Figure 35 est un exemple des courbes représentant l'évolution de la fraction, A , de ferrite aciculaire en fonction de la taille de la boîte carrée de côté L . Ce traitement a été réalisé pour toutes les nuances (FA1, FA2, FA3 et FA-CRIE) et pour les trois vitesses de refroidissement sélectionnées (0.5, 1.0 et 2.0 °Cs⁻¹).

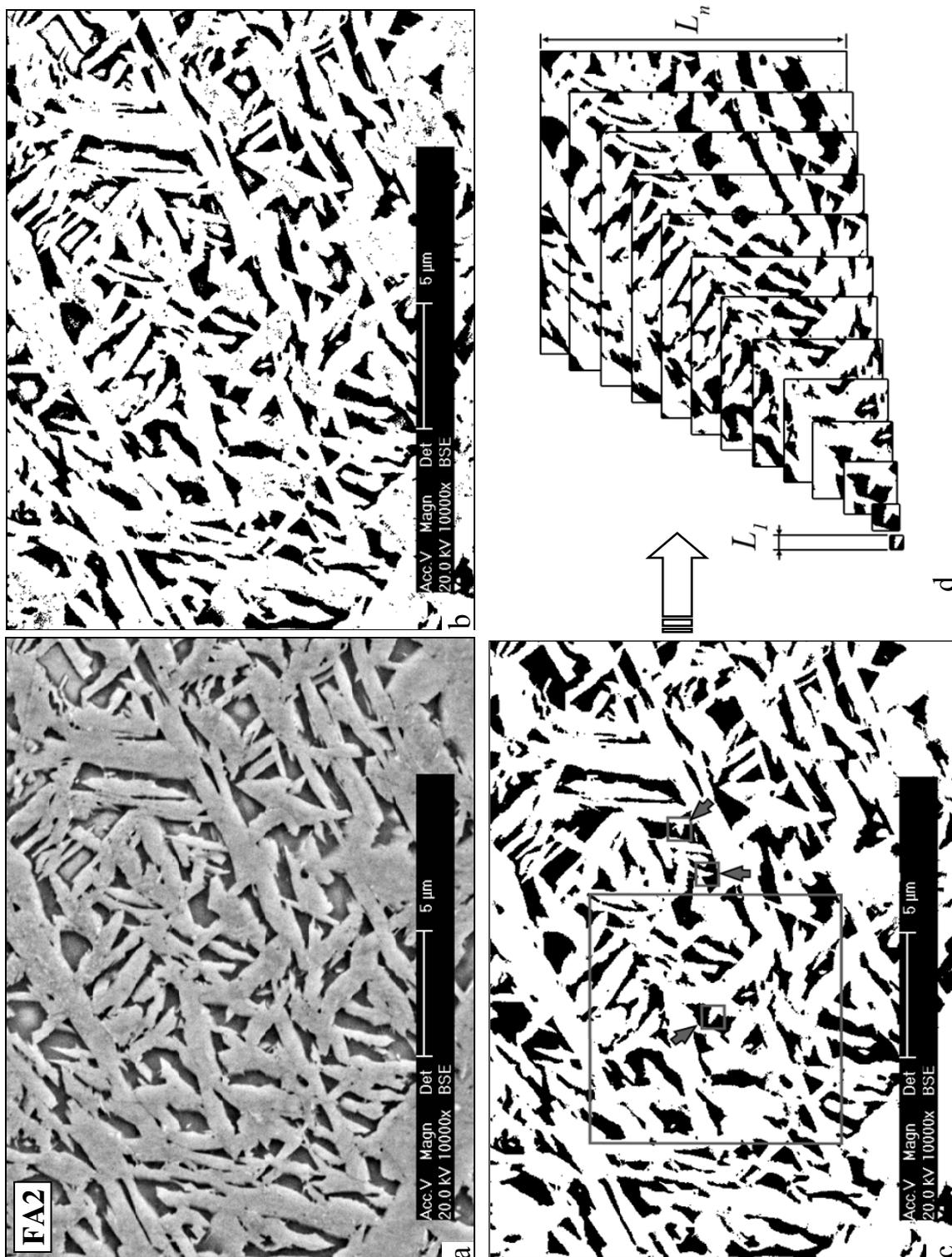


Figure 34. Méthode de comptage de boîtes. a) Image MEB. b) Seuillage. c) Filtrage. d) Boîtes.

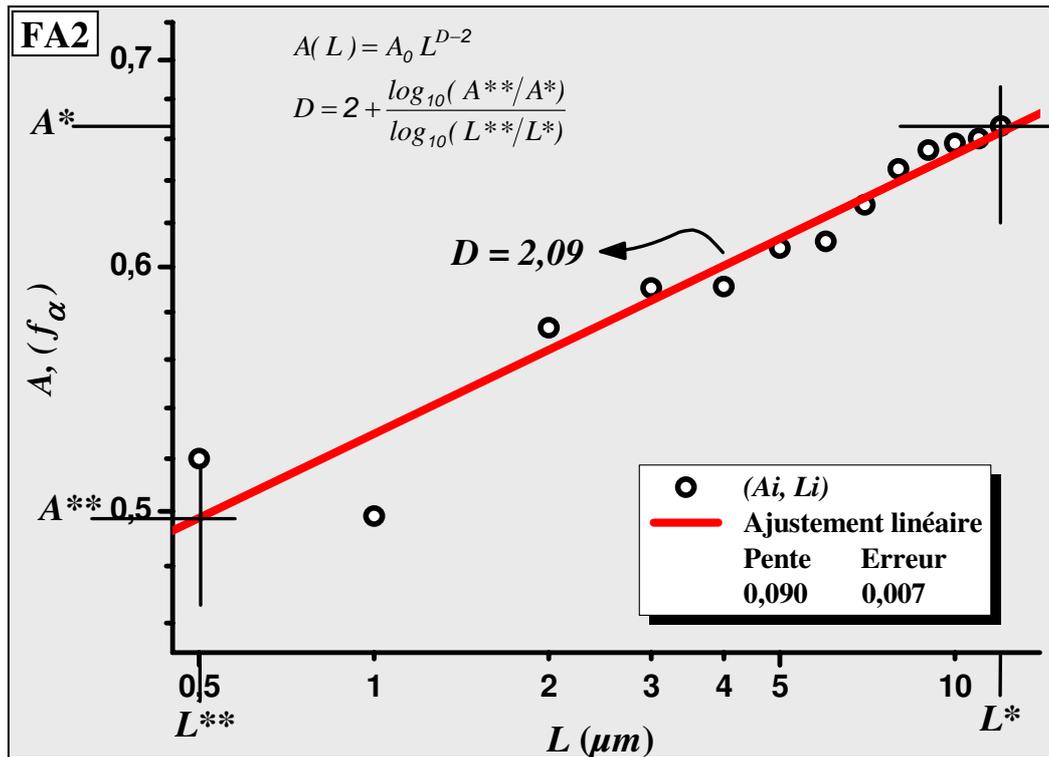
Figure 35. Exemple de détermination des paramètres fractals. Nuance FA2, $V_R = 1.0 \text{ } ^\circ\text{Cs}^{-1}$.

Tableau 7. Paramètres fractals.

Nuance	$V_R \text{ (} ^\circ\text{Cs}^{-1}\text{)}$	D		$[L^{**}-L^*] \text{ (}\mu\text{m)}$	
FA1	0.5	-----		-----	
	1.0	2.16 ± 0.03		[0.5 – 8.0]	
	2.0	2.23 ± 0.01		[0.5 – 8.0]	
FA2	0.5	2.41 ± 0.06	2.14 ± 0.03	[0.5 – 6.0]	$[6.0 - 12.0]^\dagger$
	1.0	2.11 ± 0.02		[1.0 – 12.0]	
	2.0	2.31 ± 0.01		[0.5 – 6.0]	
FA3	0.5	2.33 ± 0.01		$[0.5 - 4.0]^\dagger$	
	1.0	2.33 ± 0.01		[0.5 – 6.0]	
	2.0	2.22 ± 0.01		[0.5 – 6.0]	
FA-CRIE	0.5	2.3 ± 0.1		$[0.5 - 4.0]^\dagger$	
	1.0	2.24 ± 0.07		$[0.5 - 4.0]^\dagger$	
	2.0	2.22 ± 0.04		$[0.5 - 3.0]^\dagger$	

† : intervalle d'échelle insuffisant pour considérer la microstructure comme fractale.
 --- : pas de ferrite aciculaire dans la microstructure.

Le traitement mathématique de la courbe de la Figure 35 permet de déterminer L^{**} et L^* , longueurs de coupure inférieure et supérieure et D , la dimension fractale. La longueur L^{**} est la longueur à partir de laquelle la courbe $A(L)$, devient une droite. La longueur L^* est la longueur à partir de laquelle la fraction de ferrite aciculaire $A(L) = A^*$. La dimension fractale ($D = 2 + \delta$) est calculée à partir de la pente de la droite (Équations 9, 10). Les valeurs des paramètres fractals L^{**} , L^* et D pour toutes les nuances et pour les trois vitesses de refroidissement sélectionnées sont résumées dans le Tableau 7.

L'analyse des résultats du Tableau 7 sur la fractalité de la ferrite aciculaire appelle quelques commentaires :

1. La ferrite aciculaire a un caractère fractal. Ce caractère fractal dépend de la composition chimique de la nuance et de la vitesse de refroidissement.
 - Les trois nuances FA1, FA2 et FA3 ont un caractère fractal pour les deux vitesses de refroidissement 1.0 et 2.0 °Cs⁻¹.

Pour la plus faible vitesse (0.5 °Cs⁻¹) :

- la nuance FA1 ne contient pas de ferrite aciculaire ; elle est totalement ferritoperlitique, structure d'équilibre,
- La nuance FA2 présente un caractère fractal dans l'intervalle [0.5 - 6.0] μm. L'évolution de la fraction de ferrite aciculaire $A(L)$, en fonction de L , présente un deuxième intervalle [L^{**} - L^*] à partir de $L^{**} = 6\mu\text{m}$ dans lequel elle serait fractal, avec une pente, δ , différente de la première (Figure 36). Il est difficile de trancher sur cette "multifractalité" car une valeur L^* validant la fractalité n'est pas atteinte dans les limites des observations effectuées.
- La nuance FA3 ne présente pas un intervalle [L^{**} - L^*] assez étendu pour remplir une des conditions de fractalité.

- La nuance FA-CRIE, caractérisée par une forte teneur en silicium et ayant une teneur en vanadium identique à celle de la nuance FA1, ne présente pas de caractère fractal, et ce quelque soit la vitesse de refroidissement étudiée, l'intervalle $[L^{**}-L^*]$ n'étant pas assez étendu pour remplir une des conditions de fractalité.
2. L'évolution des paramètres fractals (intervalle d'échelle $[L^{**}-L^*]$ et dimension fractale D) ne montre pas de relation directe avec la vitesse de refroidissement.
 3. Certaines valeurs des longueurs de coupure (L^{**} , L^*) coïncident avec les limites fixées par l'échelle d'observation concernée par l'analyse. Il est possible, donc, que l'étendu de l'intervalle $[L^{**}-L^*]$ soit, en réalité, plus grande.

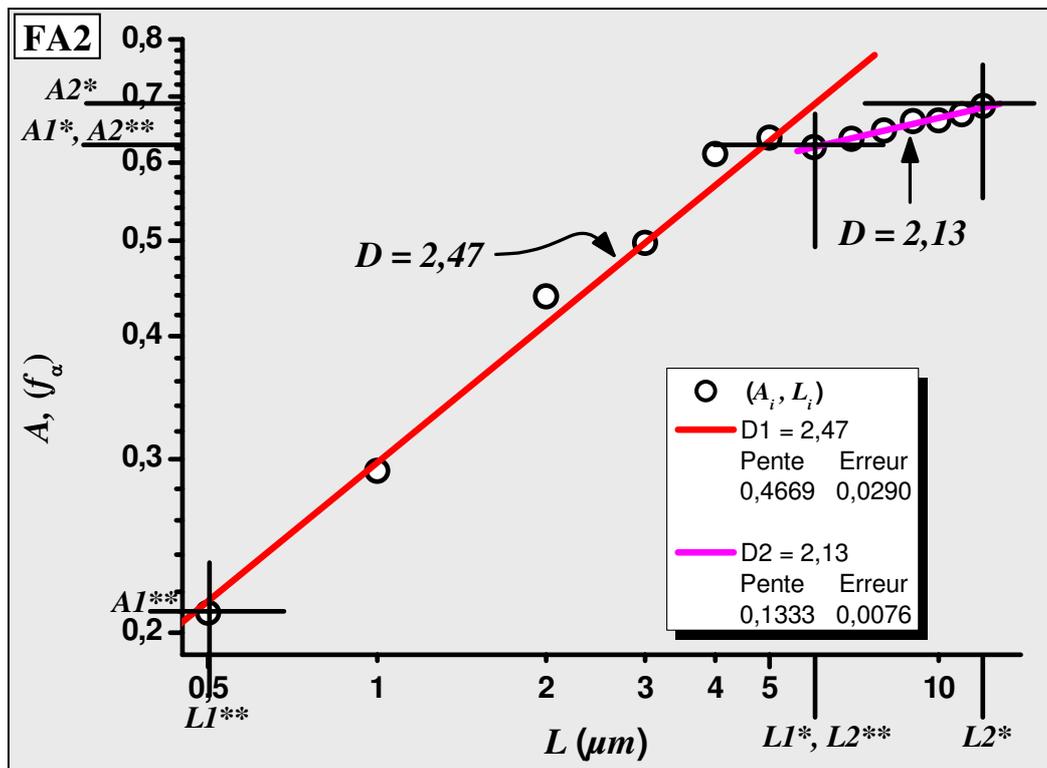


Figure 36. Exemple de détermination des paramètres fractals. Nuance FA2, $V_R = 0.5 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$.

L'examen de nos résultats sur la fractalité de la ferrite aciculaire nous conduit à poser la question sur le lien entre la fractalité et le mécanisme de formation de la ferrite aciculaire. Il est bien établi que la martensite qui se forme par un mécanisme autocatalytique (47, 48) présente un caractère fractal. Par ailleurs, Bhadeshia *et al.* (64) ont montré que la bainite, ne

possède pas de caractère fractal. Ces deux produits de décomposition de l'austénite sont des constituants microstructuraux hors équilibre. Dans notre étude, nous avons mis en évidence que la ferrite aciculaire, apparaissant dans le même domaine que la bainite, se forme par un mécanisme autocatalytique et qu'elle présente un caractère fractal dans des conditions de composition chimique et thermiques appropriées.

À partir des résultats que nous avons obtenus sur la fractalité et l'autocatalyticité de la ferrite aciculaire, nous proposons, dans le paragraphe suivant, un schéma de la genèse de la ferrite aciculaire.

IV.4 Schéma de la genèse fractale de la ferrite aciculaire

Le schéma bidimensionnel de la transformation fractale de l'austénite en ferrite aciculaire que nous proposons est basé sur le tamis de Serpinski (Figure 37). Dans ce schéma, nous partons d'un grain austénitique dont les joints sont décorés par la ferrite proeutectoïde allotriomorphe, inhibitrice de la formation de la bainite. À l'intérieur du grain austénitique, une première génération ($n = 1$) d'aiguilles de ferrite aciculaire se développe sur un grain de ferrite idiomorphe ayant lui-même pris naissance autour d'une inclusion non métallique (Figure 37a). La ferrite aciculaire adopte des relations d'orientation cristallographiques avec l'austénite mère et qui imposent aux aiguilles des directions de croissance. Le mécanisme de formation de la ferrite aciculaire est entretenu par de nouvelles générations ($n = 2, 3, \text{etc.}$) d'aiguilles qui prennent naissance sur les générations précédentes (Figure 37 b, c). Toutes les aiguilles gardent le même facteur de forme et les mêmes relations d'orientation avec l'austénite mère. La Figure 37d illustre la concordance entre le schéma proposé et les microstructures observées en microscopie électronique à balayage.

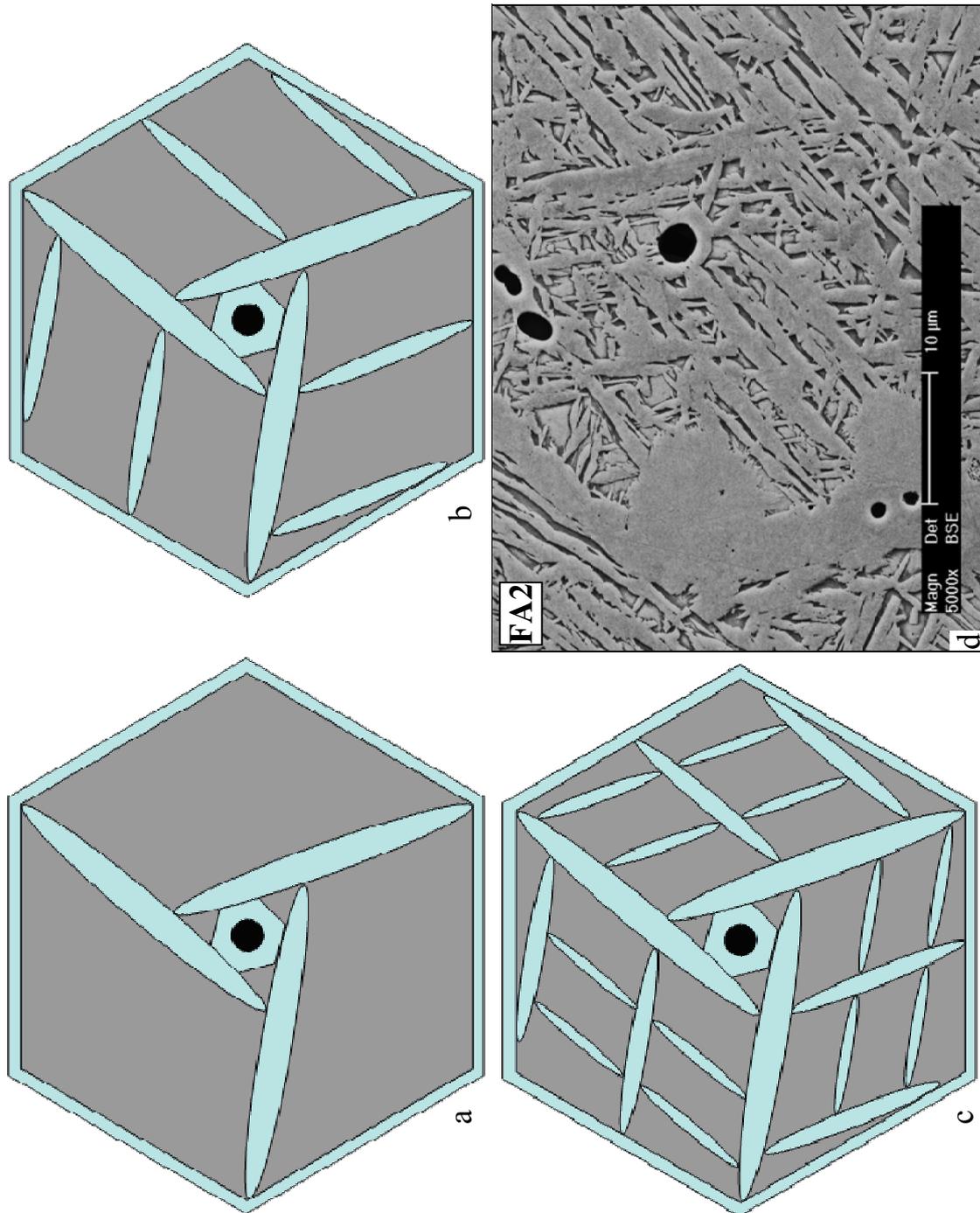


Figure 37. Genèse fractale de la ferrite aciculaire. a, b, c) schéma simplifié en 2D, d) Micrographie MEB de la nuance FA2.

IV.5 Synthèse

Au cours de ce chapitre, nous nous sommes intéressés à la morphologie de la ferrite aciculaire issue de l'austénite mère métastable, au cours de refroidissements continus, des aciers microalliés à moyen carbone. Cette ferrite aciculaire se distingue principalement par deux caractéristiques :

- l'irrégularité dimensionnelle, coexistence d'aiguilles de différentes générations avec des tailles très différentes,
- l'autosimilarité, morphologie restant inchangée avec le changement d'échelle d'observation.

Ces deux caractéristiques morphologiques traduisent la fractalité de la ferrite aciculaire. Pour rendre intelligible cette notion de fractalité, nous avons mis en place les outils mathématiques et d'analyse d'images pour déterminer les paramètres fractals, à savoir : la dimension fractale, D , l'intervalle d'échelle caractéristique, délimité par les longueurs de coupure L^{**} et L^* .

Ces paramètres fractals ont été déterminés en appliquant une méthodologie de comptage de boîtes à partir d'images obtenues en microscopie électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés.

Les résultats de l'analyse montrent que la ferrite aciculaire a un caractère fractal. Ce caractère fractal dépend de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement. Les trois nuances au vanadium, FA1, FA2 et FA3, moins chargées en silicium (0.5-0.6 % massique) présentent une nature fractale pour les vitesses de refroidissement 1.0 et 2.0 °Cs⁻¹. La nuance FA-CRIE, chargée en silicium (1.2 % massique) et avec la même teneur en vanadium que la nuance FA1, ne présente pas de caractère fractal et ce quelque soit la vitesse de refroidissement.

Il semble que le caractère fractal soit plus visible pour les vitesses de refroidissement qui s'écartent le plus du domaine de la structure d'équilibre (ferrito-perlitique). La plus faible

vitesse de refroidissement, $0.5\text{ }^{\circ}\text{Cs}^{-1}$, traversant le domaine ferrito-perlitique du diagramme TRC, ne conduit pas, en général, à une ferrite aciculaire à caractère fractal.

Les valeurs de la dimension fractale de la ferrite aciculaire sont comprises entre 2.11 et 2.33. Ces deux valeurs, comprises entre 2 et 3, traduisent le fait que les aiguilles de ferrite aciculaire tendent à remplir l'espace (46-48) de la phase austénitique dont elles sont issues.

L'intervalle d'échelle $[L^{**}-L^*]$, caractérisé par ses longueurs de coupure, s'étend sur un ordre de grandeur ($[0.5 - 8.0]\text{ }\mu\text{m}$). Certaines valeurs des longueurs de coupure (L^{**} , L^*) coïncident avec les limites fixées par la méthodologie d'analyse mise en place, ce qui laisse supposer un intervalle $[L^{**}-L^*]$ un peu plus étendu.

Il ne semble pas y avoir de lien de tendance entre les paramètres fractals (intervalle d'échelle $[L^{**}-L^*]$ et dimension fractale D) et la vitesse de refroidissement.

Le caractère fractal de certaines structures métalliques a déjà été mis en évidence (59-63). La martensite en aiguilles est l'exemple le plus intéressant à signaler. En effet, cette martensite, se rapproche beaucoup de la structure de la ferrite aciculaire. Dans les deux cas, il s'agit de produits hors équilibre de décomposition de l'austénite, ayant en commun leurs morphologies aciculaires et leur nature autocatalytique.

Dans une étude récente, Kang et Bhadeshia (64) ont soumis la bainite, l'autre produit hors équilibre de décomposition de l'austénite, à une analyse fractale. Leur conclusion est des plus intéressantes puisque, bien que présentant une rugosité dimensionnelle certaine, la bainite n'est pas de nature fractale.

Nos résultats comparés à ceux établis sur la martensite (62, 63) et sur la bainite (64) appellent des interrogations :

- la ferrite aciculaire fractale serait-elle un produit de décomposition de l'austénite plus éloigné de l'état d'équilibre (ferrito-perlitique) que la bainite ?

- la ferrite aciculaire fractale, se formant dans le domaine bainitique, serait-elle plus proche de la martensite que de la bainite par son mécanisme de formation ?
- Y a-t-il un lien entre la signature fractale de la ferrite aciculaire et la nature de son mécanisme de formation ? En d'autres termes, peut-on parler de mécanisme fractal de formation ?

Chapitre V :

Propriétés mécaniques de la ferrite aciculaire

en relation avec sa fractalité

V Propriétés mécaniques de la ferrite aciculaire en relation avec sa fractalité

Les résultats exposés au cours des chapitres précédents nous ont permis de déterminer les paramètres des traitements thermiques (températures, temps de maintien, vitesses de refroidissement) conduisant à la formation de microstructures composées majoritairement de ferrite aciculaire, dans les aciers à moyen carbone microalliés au vanadium. Nous avons, par ailleurs, pu dégager les caractéristiques morphologiques de la ferrite aciculaire, en relation avec la composition chimique et les paramètres du traitement thermique. Nous avons aussi établi que la ferrite aciculaire présentait dans certaines conditions de traitements thermiques un caractère fractal.

Dans ce dernier chapitre, nous présenterons les propriétés mécaniques de résistance qui caractérisent ces microstructures. Les propriétés mécaniques que nous abordons ici ont été déterminées à partir d'essais de dureté (macro et microdureté) et de compression quasi-statique. Par ailleurs, nous essayerons d'établir les liens entre la nature fractale de la ferrite aciculaire et ses propriétés mécaniques de résistance.

V.1 Résultats des essais de dureté

Les essais de dureté ont été effectués sur des échantillons provenant d'éprouvettes dilatométriques refroidies aux trois vitesses sélectionnées : $V_R = 0.5, 1.0$ et $2.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$.

Les résultats seront analysés en fonction à la fois de la composition chimique (vanadium et silicium) et la vitesse de refroidissement, avec l'objectif d'évaluer l'apport de la ferrite aciculaire à la dureté des aciers étudiés.

Les résultats de dureté des nuances FA1, FA2, FA3 et FA-CRIE ainsi que les caractéristiques structurales sont regroupés dans les tableaux de l'Annexe 1.

V.1.1 Influence du vanadium sur l'évolution de la dureté

Le Tableau 8 et le graphe correspondant (Figure 38) regroupent les résultats des essais de macrodureté, HV_{30} , pour les trois nuances FA1, FA2 et FA3 en fonction de la vitesse de refroidissement et donne les fractions correspondantes de ferrite aciculaire [f_{FA}^{*1}].

Tableau 8. Résultats des essais de dureté. Nuances FA1, FA2 et FA3.

V_R ($^{\circ}Cs^{-1}$)	FA1		FA2		FA3	
	HV_{30}	f_{FA}	HV_{30}	f_{FA}	HV_{30}	f_{FA}
0.5	281 ± 2	0.00	337 ± 3	0.20	365 ± 3	0.30
1.0	295 ± 2	0.22	323 ± 3	0.61	337 ± 1	0.70
2.0	309 ± 3	0.31	329 ± 1	0.80	324 ± 1	0.85

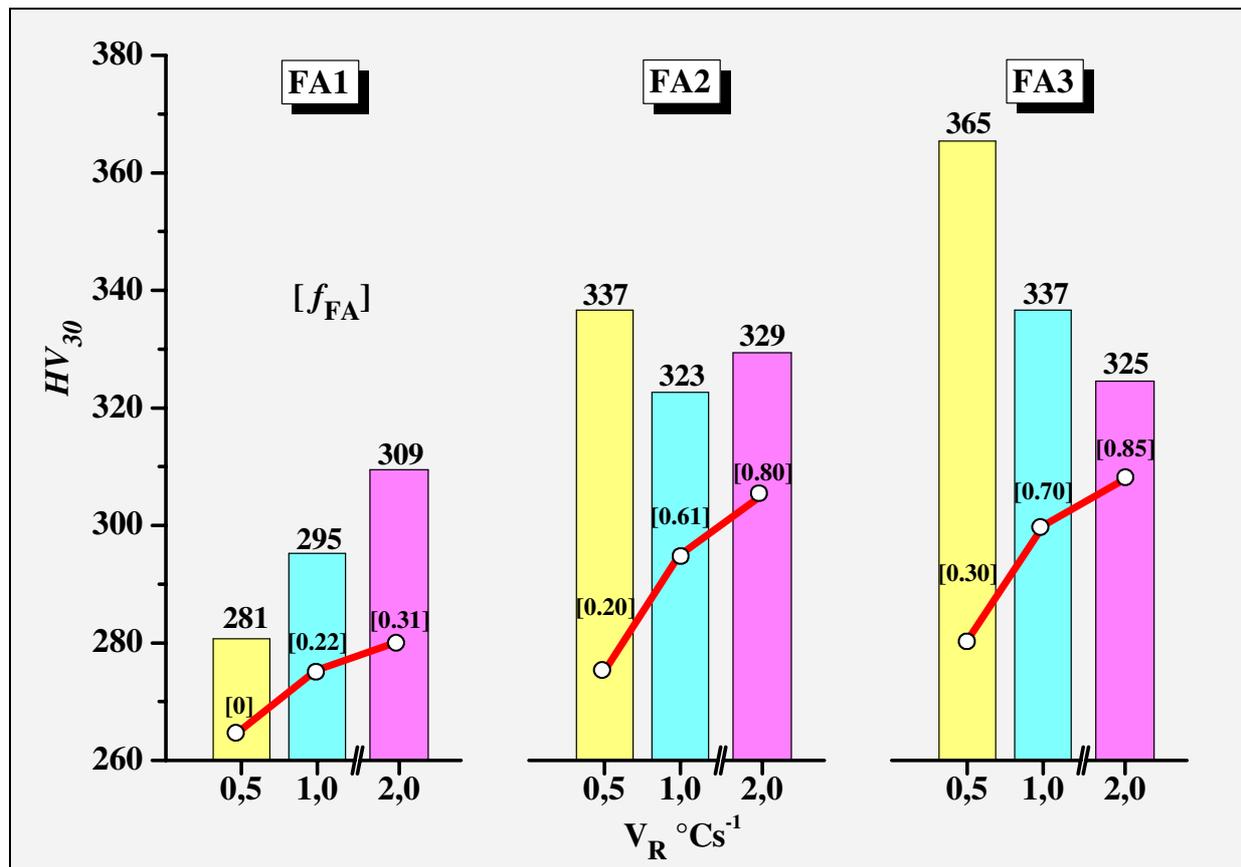


Figure 38. Evolution de la macrodureté HV_{30} et de la fraction de la ferrite aciculaire, [f_{FA}], en fonction de la vitesse de refroidissement, pour les trois nuances FA1, FA2 et FA3.

* Dans la suite de ce document la fraction de ferrite aciculaire sera désignée par f_{FA} et non $A(L)$.

Pour la nuance FA1, la dureté HV_{30} , augmente avec la vitesse de refroidissement et, par conséquent, avec la fraction de ferrite aciculaire. Un gain de 30 points HV_{30} est enregistré pour un accroissement de la fraction de ferrite aciculaire de $f_{FA} = 0.30$.

Par contre, pour la nuance FA3 la dureté HV_{30} diminue avec la vitesse de refroidissement. Une chute de 40 points HV_{30} est enregistrée pour la FA3.

Les nuances FA1 et FA3 ont donc des évolutions de dureté opposées par rapport à l'accroissement de la vitesse de refroidissement et de la fraction de ferrite aciculaire.

Pour la nuance FA2, l'évolution de la dureté n'est pas aussi monotone que pour les deux autres nuances. La dureté diminue aussi avec l'accroissement de la vitesse de refroidissement, mais l'écart est moins important. Une chute de 10 points HV_{30} est enregistrée.

Par ailleurs, le graphe de la figure 47 montre que des niveaux équivalents de dureté peuvent être atteints avec des fractions de ferrite aciculaire très différentes :

- les nuances FA3 ($f_{FA} = 0.70$) et FA2 ($f_{FA} = 0.20$) ont une même dureté, $HV_{30} = 337$
- les nuances FA3 ($f_{FA} = 0.85$) et FA2 ($f_{FA} = 0.61$) ont une même dureté, $HV_{30} = 324$.

L'analyse du graphe (Figure 38) montre, pour chaque vitesse, une tendance de la dureté à augmenter en fonction de la teneur en vanadium. Pour un accroissement de la teneur en vanadium de $[V] = 0.2 \%$, on enregistre :

- un gain de 84 points HV_{30} pour la plus faible vitesse, $V_R = 0.5 \text{ } ^\circ\text{Cs}^{-1}$,
- un gain de 42 points HV_{30} pour la vitesse moyenne, $V_R = 1.0 \text{ } ^\circ\text{Cs}^{-1}$,
- un gain de 15 points HV_{30} pour la vitesse la plus élevée, $V = 2.0 \text{ } ^\circ\text{Cs}^{-1}$.

On remarque ainsi que le gain de dureté diminue avec l'accroissement de la vitesse de refroidissement. Ces résultats montrent le rôle important que joue la ferrite aciculaire dans l'évolution de la dureté. Ce constat nous amène à évaluer l'apport de la dureté de la ferrite aciculaire à la dureté globale du matériau.

Nous avons réalisé pour cela des essais de microdureté avec une charge de 50 g. Cette charge a été sélectionnée pour évaluer séparément la microdureté de chaque constituant de la microstructure. Les résultats sont consignés dans le Tableau 9.

Tableau 9. Résultats des essais de dureté HV_{30} et de microdureté. Nuances FA1, FA2 et FA3.

V_R (°C s ⁻¹)	FA1				FA2				FA3			
	HV_{30}	f_{FA}	$HV_{0.05}^{FA}$	$HV_{0.05}^{F-P}$	HV_{30}	f_{FA}	$HV_{0.05}^{FA}$	$HV_{0.05}^{F-P}$	HV_{30}	f_{FA}	$HV_{0.05}^{FA}$	$HV_{0.05}^{F-P}$
0.5	281 ± 2	0.00	-	283 ± 5	337 ± 3	0.20	289 ± 6	330 ± 6	365 ± 3	0.30	308 ± 7	364 ± 5
1.0	295 ± 2	0.22	310 ± 8	280 ± 6	323 ± 3	0.61	322 ± 7	314 ± 6	337 ± 1	0.70	296 ± 5	354 ± 6
2.0	309 ± 3	0.31	340 ± 7	283 ± 5	329 ± 1	0.80	333 ± 7	312 ± 6	324 ± 1	0.85	284 ± 5	340 ± 6

Pour la nuance FA1, la microdureté du constituant ferrito-perlitique ($F-P$) reste constante, alors que celle de la ferrite aciculaire augmente avec la vitesse de refroidissement (i.e, avec la fraction de la ferrite aciculaire). On peut affirmer donc que la ferrite aciculaire est le responsable du durcissement du matériau avec la vitesse de refroidissement, ce qui corrobore les résultats des essais de dureté HV_{30} .

Par contre pour la nuance FA3, la microdureté des deux constituants, agrégat ferrito-perlitique et ferrite aciculaire, diminue en fonction de la vitesse de refroidissement. Nonobstant, c'est la ferrite aciculaire, constituant majoritaire, qui entraîne la chute de la dureté globale du matériau.

Pour la nuance FA2, la dureté de l'agrégat ferrito-perlitique diminue pendant que celle de la ferrite aciculaire augmente avec la vitesse de refroidissement. La chute de la dureté est moins importante pour la vitesse la plus élevée, $V_R = 2.0$ °C s⁻¹.

Il apparaît donc clairement que la dureté du matériau dépend de la microdureté et de la fraction de chaque constituant de la microstructure. Ce résultat nous amène donc à tester, à travers une loi de mélange, le comportement de durcissement du matériau. Nous proposons pour cela la relation suivante donnant la dureté de mélange, HV_M :

$$HV_M = f_{FA} HV_{0.05}^{FA} + (1 - f_{FA}) HV_{0.05}^{F-P} \quad [11]$$

où les termes $HV_{0.05}^{FA}$ et $HV_{0.05}^{F-P}$ représentent les microduretés respectives de la ferrite aciculaire et de l'agrégat ferrito-perlitique. Les résultats de dureté HV_{30} et HV_M sont consignés dans le Tableau 10.

Tableau 10. Résultats des essais de dureté. Nuances FA1, FA2 et FA3.

V_R ($^{\circ}\text{Cs}^{-1}$)	FA1			FA2			FA3		
	HV_{30}	f_{FA}	HV_M	HV_{30}	f_{FA}	HV_M	HV_{30}	f_{FA}	HV_M
0.5	281 ± 2	0.00	283 ± 5	337 ± 3	0.20	322 ± 6	365 ± 3	0.30	347 ± 7
1.0	295 ± 2	0.22	286 ± 8	323 ± 3	0.61	318 ± 7	337 ± 1	0.70	313 ± 6
2.0	309 ± 3	0.31	301 ± 7	329 ± 1	0.80	329 ± 7	324 ± 1	0.85	288 ± 6

Nous avons porté sur un même graphe (Figure 39), pour les nuances FA1, FA2 et FA3, l'évolution de la dureté HV_{30} et la dureté HV_M obtenue par la loi des mélanges [équation 11]. Nous observons la même tendance, ce qui confirme le rôle déterminant que nous avons attribué à la ferrite aciculaire et qui valide la loi de mélange que nous avons proposée.

Nous avons établi au chapitre III que la fraction de ferrite aciculaire, f_{FA} , augmente avec la teneur en vanadium et avec la vitesse de refroidissement. La structure passe d'un état complètement ferrito-perlitique, pour la nuance la moins chargée (%V = 0.10) en vanadium et ayant subi le refroidissement le moins énergétique ($V_R = 0.5$ $^{\circ}\text{Cs}^{-1}$), à un état de ferrite aciculaire très majoritaire pour la nuance la plus chargée en vanadium ([V] = 0.32 %) et ayant subi le refroidissement le plus énergétique ($V_R = 2.0$ $^{\circ}\text{Cs}^{-1}$).

Pour la nuance FA1, la microdureté de la ferrite aciculaire augmente avec la vitesse de refroidissement alors qu'elle diminue pour la nuance FA3. L'addition de vanadium augmente la fraction en ferrite aciculaire, mais il semble qu'à partir d'une certaine teneur, le vanadium perd son efficacité de durcissement. Il existe donc un compromis entre la teneur en vanadium et la fraction de ferrite aciculaire conduisant à un durcissement optimal. La nuance FA2 ([V] = 0.20 %) avec un refroidissement de $V_R = 2.0$ $^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ (i.e. une fraction de ferrite aciculaire de $f_{FA} = 0.80$ majoritaire) traduit ce bon compromis de durcissement.

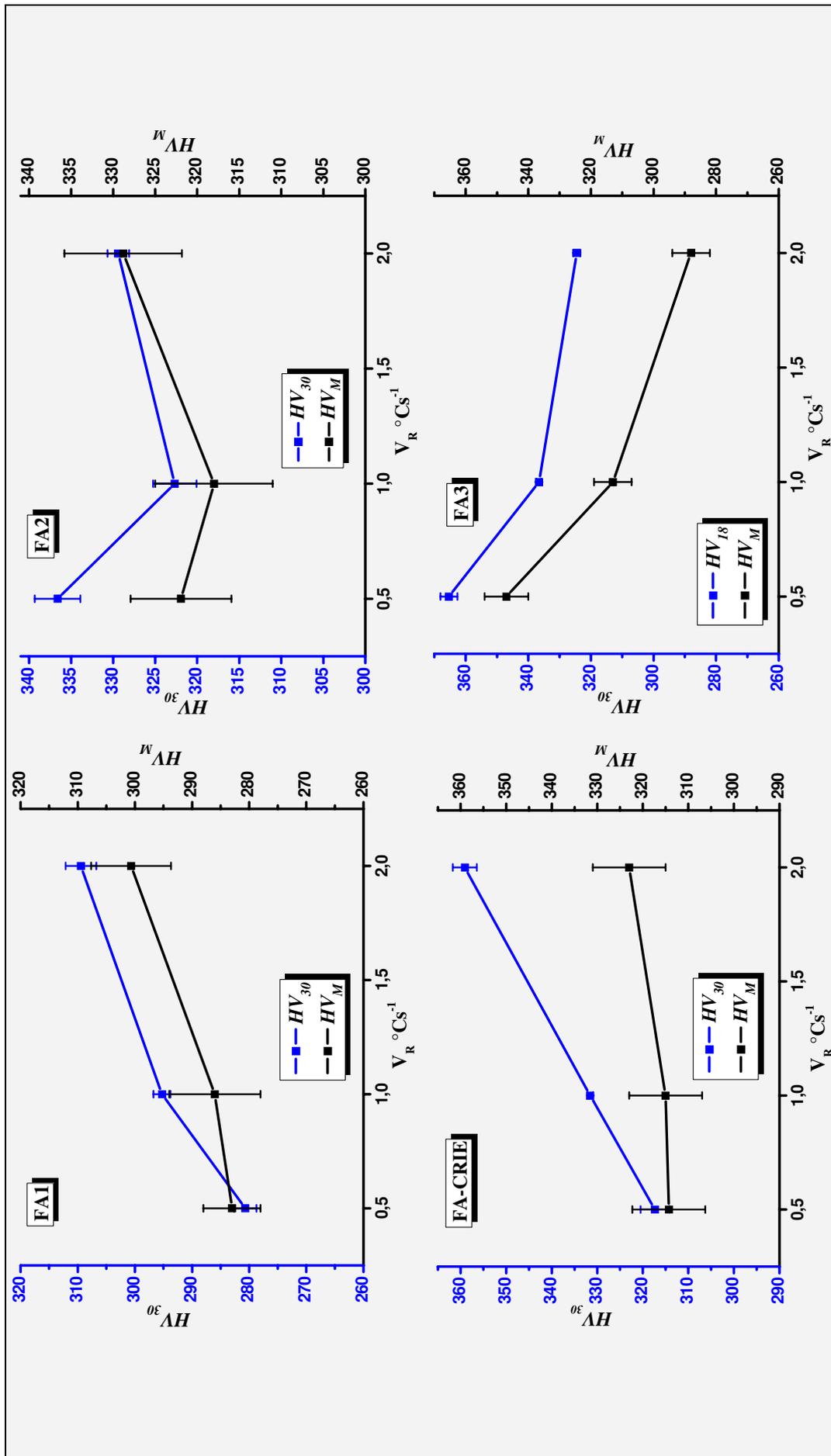


Figure 39. Evolution de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement, V_R . Macro dureté, HV_{30} , et dureté globale du matériau calculée par la loi de mélange HV_M , pour les quatre nuances : FA1, FA2, FA3 et FA-CRIE.

V.1.1 Influence du silicium sur l'évolution de la dureté

Le Tableau 11 et la Figure 40 montrent l'évolution de la dureté HV_{30} en fonction de la vitesse de refroidissement pour les deux nuances FA1 et FA-CRIE. Nous avons aussi consigné dans ce Tableau 11 les fractions de la ferrite aciculaire (f_{FA}), les microduretés des deux constituants structuraux (ferrite aciculaire et ferrite-perlite) ainsi que la dureté HV_M (dureté obtenue par la loi de mélange).

Tableau 11. Résultats des essais de dureté. Nuance FA1 et FA-CRIE.

V_R ($^{\circ}C s^{-1}$)	FA1					FA-CRIE				
	HV_{30}	f_{FA}	$HV_{0.05}^{FA}$	$HV_{0.05}^{F-P}$	HV_M	HV_{30}	f_{FA}	$HV_{0.05}^{FA}$	$HV_{0.05}^{F-P}$	HV_M
0.5	281 ± 2	0.00	-	283 ± 5	283 ± 5	317 ± 3	0.18	337 ± 8	309 ± 8	314 ± 8
1.0	295 ± 2	0.22	310 ± 8	280 ± 6	286 ± 8	332 ± 1	0.41	301 ± 8	325 ± 8	315 ± 8
2.0	309 ± 3	0.31	340 ± 7	283 ± 5	301 ± 7	359 ± 3	0.70	324 ± 5	319 ± 8	323 ± 8

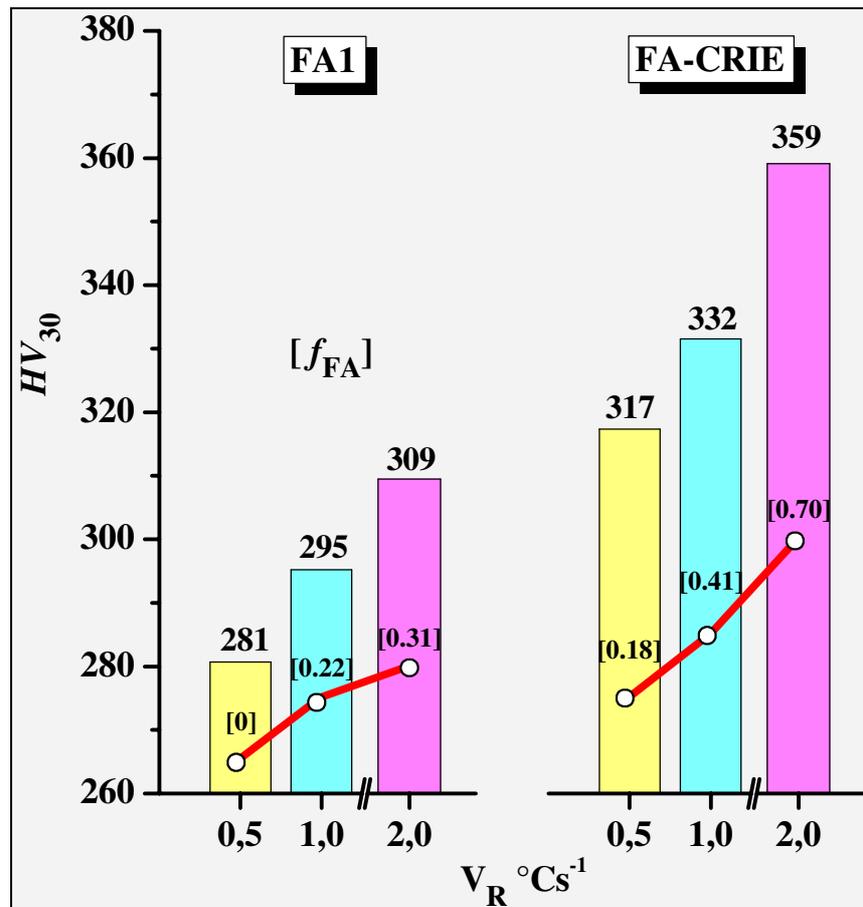


Figure 40. Evolution de la macrodureté HV_{30} et de fraction de ferrite aciculaire, $[f_{FA}]$, en fonction de la vitesse de refroidissement, pour les nuances FA1 et FA-CRIE.

La nuance FA-CRIE, dont la composition chimique présente la même teneur en vanadium que la nuance FA1 mais se distingue par une teneur double en silicium ($\text{Si} = 1.2 \%$), montre une évolution de dureté similaire à celle de la FA1 mais avec des niveaux plus élevés. Les écarts de dureté peuvent atteindre 50 points HV_{30} pour la vitesse de refroidissement la plus élevée. Ces écarts de dureté seraient attribués à l'ajout du silicium.

La lecture du Tableau 11 montre que les niveaux de microdureté de la ferrite aciculaire ne sont pas très élevés quand on les compare à ceux obtenus pour la nuance FA1. Par contre ceux de l'agrégat ferrito-perlitique sont plus élevés. Il est donc difficile d'appréhender le rôle que joue le silicium dans la ferrite aciculaire. Par ailleurs, la dureté HV_{30} augmente avec la vitesse de refroidissement, ce qui suggère de tenir en compte l'apport durcissant de la martensite dispersée que nous avons détecté par microscopie électronique en transmission (Chapitre IV). Nous n'avons pas pris en compte cette martensite dans la détermination de la dureté donnée par la loi des mélanges. Ceci expliquerait les écarts que nous constatons entre HV_{30} et HV_M obtenue par la loi des mélanges (Figure 39 et Tableau 11).

V.2 Résultats des essais mécaniques de compression

Les essais de compression ont été choisis pour tester la microstructure tel qu'elle a été obtenue dans les conditions de refroidissement contrôlé du dilatomètre. Les éprouvettes de compression sont taillées dans les "petits" échantillons dilatométriques, ce qui garantit les structures visées par les vitesses de refroidissement : 0.5, 1.0 et 2.0 °Cs⁻¹. Les essais de compression ont été conduits dans des conditions quasi-statiques ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) et isothermes, à la température ambiante. A la fin de ces essais de compression nous n'avons enregistré ni flambage ni rupture des éprouvettes.

La Figure 41 regroupe les courbes de Contrainte-vraie, σ , en fonction de la Déformation-vraie, ϵ , pour les quatre nuances ($\sigma = f(\epsilon)$).

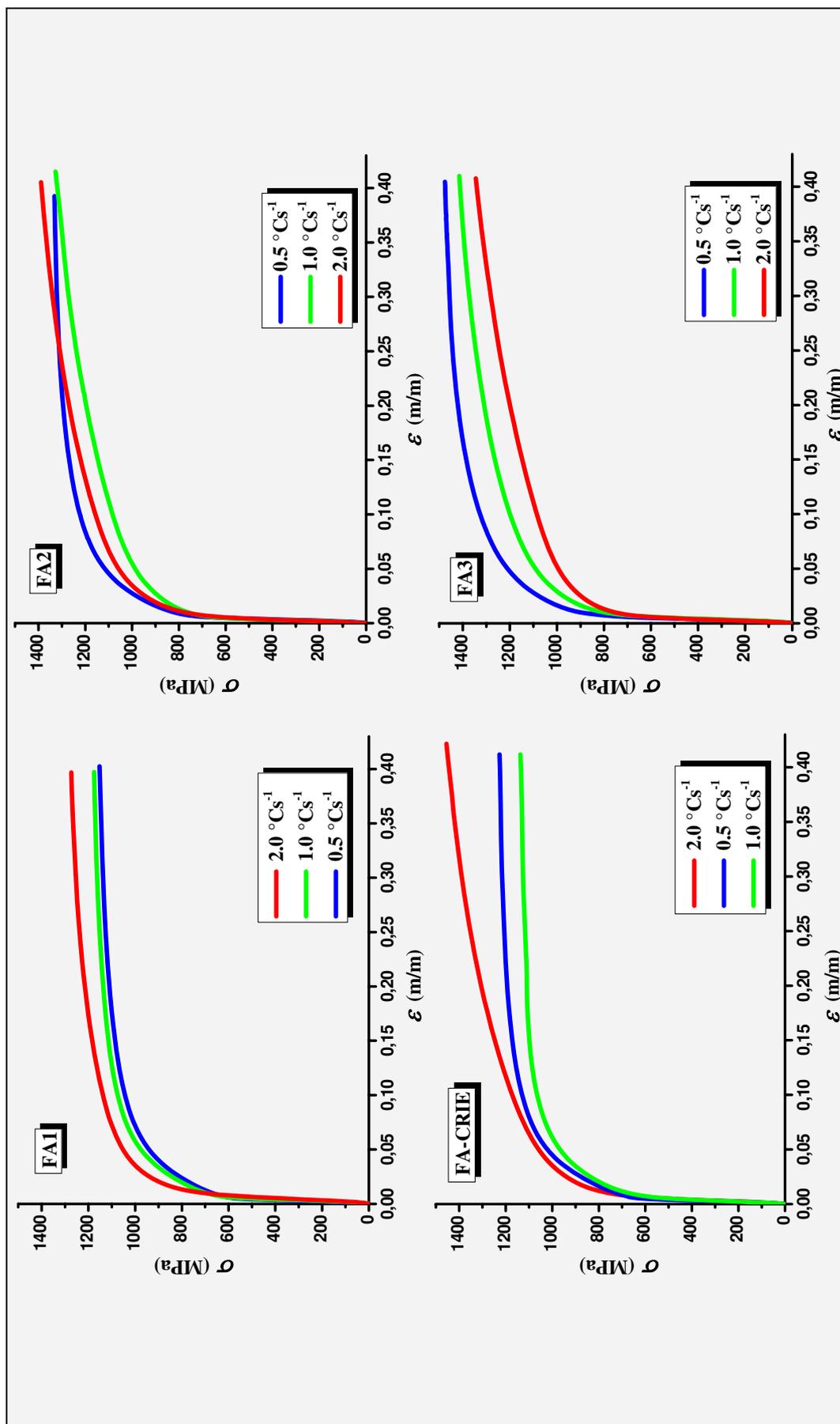


Figure 41. Courbes des essais de compression quasi-statique. Contrainte-vraie, σ , vs. Déformation-vraie, ϵ .

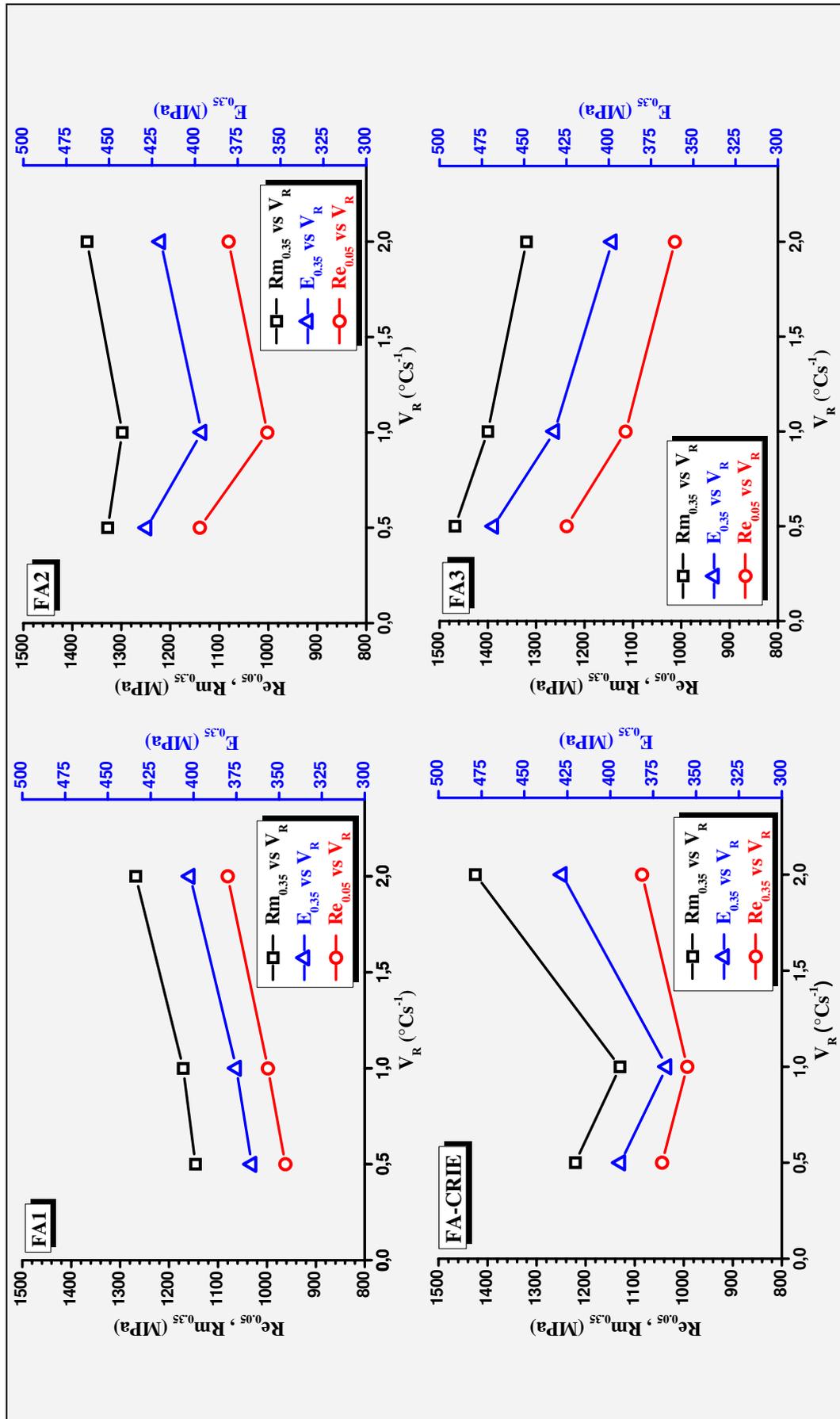


Figure 42. Evolutions de la limite élastique ($Re_{0.05}$), la résistance mécanique ($Rm_{0.35}$), et la ténacité ($E_{0.35}$) avec la vitesse de refroidissement V_R .

Les différentes courbes caractéristiques des quatre nuances FA1, FA2, FA3 et FA-CRIE, pour les trois vitesses, ont toutes la même allure. L'analyse de ces courbes $\sigma = f(\varepsilon)$ montre une montée élastique suivie d'un domaine plastique très étendu ($\varepsilon > 0.4$). Par ailleurs, la contrainte vraie augmente continûment avec la déformation-vraie.

Les propriétés mécaniques de résistance (limite élastique, $Re_{0.05}$, résistance mécanique, $Rm_{0.35}$ et de ténacité, $E_{0.35}$) déterminées à partir des courbes expérimentales $\sigma = f(\varepsilon)$ sont consignées dans les tableaux 12 et 13.

Par ailleurs, comme les éprouvettes au cours des essais de compression n'arrivent pas jusqu'à la rupture, nous avons décidé de définir la résistance mécanique et la ténacité à la déformation-vraie, $\varepsilon = 0.35$. La ténacité, $E_{0.35}$, correspond donc à l'aire sous-tendue par la courbe $\sigma = f(\varepsilon)$ pour la déformation-vraie $\varepsilon = 0.35$.

Les résultats seront analysés en fonction à la fois de la composition chimique (vanadium et silicium) et de la vitesse de refroidissement avec l'objectif d'évaluer l'apport de la ferrite aciculaire à la résistance mécanique et à la ténacité des aciers étudiés.

V.2.1 Influence du vanadium sur l'évolution des propriétés de résistance et de ténacité

Le Tableau 12 et le graphe correspondant (Figure 43) regroupent les résultats des essais de compression $Re_{0.05}$, Rm et $E_{0.35}$ pour les trois nuances FA1, FA2 et FA3 en fonction de la vitesse de refroidissement et donnent les fractions correspondantes de ferrite aciculaire.

Tableau 12. Propriétés mécaniques : $Re_{0.05}$, $Rm_{0.35}$, $E_{0.35}$. Nuances FA1, FA2 et FA3

V_R ($^{\circ}Cs^{-1}$)	FA1				FA2				FA3			
	f_{FA}	$Re_{0.05}$	$Rm_{0.35}$	$E_{0.35}$	f_{FA}	$Re_{0.05}$	$Rm_{0.35}$	$E_{0.35}$	f_{FA}	$Re_{0.05}$	$Rm_{0.35}$	$E_{0.35}$
0.5	0.00	962	1146	366	0.20	1140	1328	428	0.30	1237	1468	468
1.0	0.22	998	1171	375	0.61	1002	1298	396	0.70	1115	1400	432
2.0	0.31	1080	1268	402	0.80	1081	1370	420	0.85	1013	1320	398

La lecture des données issues de ce tableau 12 et de la Figure 43 rappelle la même évolution que nous avons constatée avec la macrodureté HV_{30} . Nous avons ainsi vérifié le lien empirique entre la résistance mécanique et la dureté, i.e.,

$$Rm = k.HV_{30}$$

où k est une constante de proportionnalité. Un calcul de régression linéaire conduit, dans notre cas, à $k = 4.06 \pm 03$.

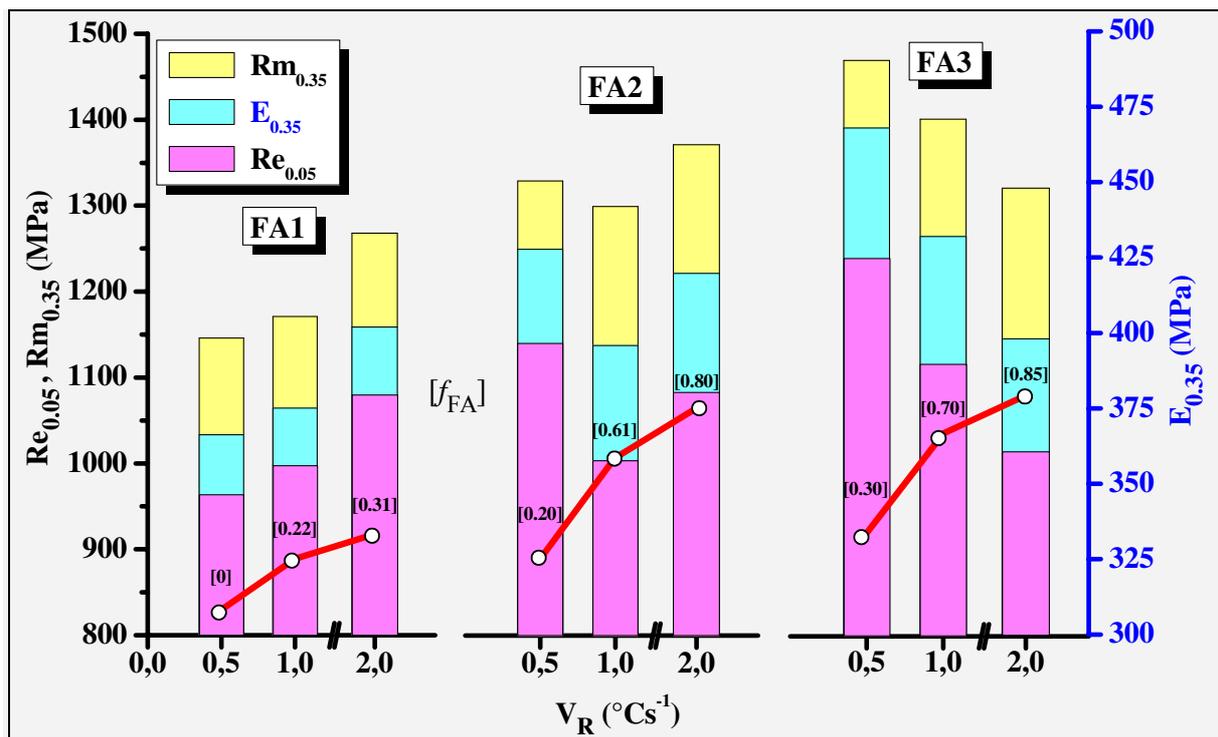


Figure 43. Evolution de $Re_{0.05}$, Rm et $E_{0.35}$ et de la fraction de la ferrite aciculaire, $[f_{FA}]$, en fonction de la vitesse de refroidissement, pour les trois nuances FA1, FA2 et FA3.

Notons que les niveaux de résistance $Rm_{0.35}$ atteints sont supérieurs, dans tous les cas, à 1000 MPa et dépassent 1450 MPa pour la nuance FA3, la nuance la plus chargée en vanadium et ayant subi le refroidissement le moins énergétique ($V_R = 0.5 \text{ }^{\circ}\text{C}\text{s}^{-1}$).

Cependant, la nuance FA2 présente le meilleur compromis résistance-ténacité pour une structure où la ferrite aciculaire est majoritaire. Ce compromis est obtenu dans les conditions suivantes : teneur en vanadium, $[\%V] = 0.18$ et vitesse de refroidissement, $V_R = 2 \text{ }^{\circ}\text{C}\text{s}^{-1}$.

V.2.2 Influence du silicium sur l'évolution des propriétés de résistance et de ténacité

Le Tableau 13 et le graphe correspondant (Figure 44) regroupent les résultats issus des essais de compression ($Re_{0.05}$, $Rm_{0.35}$ et $E_{0.35}$), pour les deux nuances FA1 et FA-CRIE, en fonction de la vitesse de refroidissement et donnent les fractions correspondantes de ferrite aciculaire.

Tableau 13. Propriétés mécaniques ($Re_{0.05}$, $Rm_{0.35}$, $E_{0.35}$) et fraction de la ferrite aciculaire, f_{FA} . Nuances FA1 et FA-CRIE.

V_R ($^{\circ}Cs^{-1}$)	FA1			FA-CRIE				
	f_{FA}	$Re_{0.05}$	$Rm_{0.35}$	$E_{0.35}$	f_{FA}	$Re_{0.05}$	$Rm_{0.35}$	$E_{0.35}$
0.5	0.00	962	1146	366	0.18	1044	1221	394
1.0	0.22	998	1171	375	0.41	993	1130	367
2.0	0.31	1080	1268	402	0.70	1085	1425	428

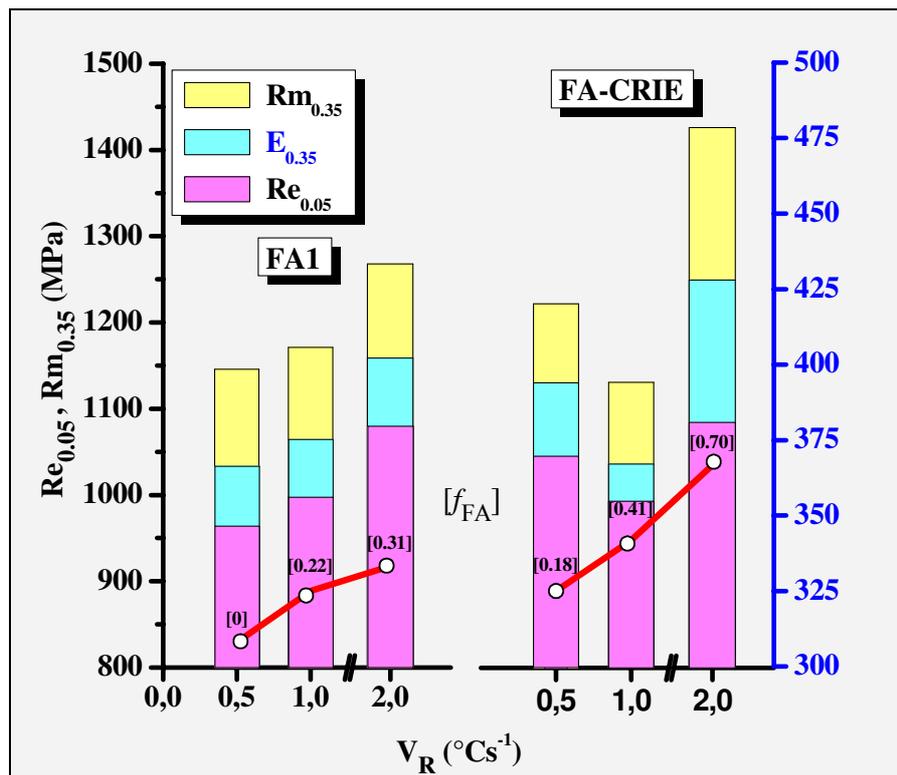


Figure 44. Evolution de $Re_{0.05}$, $Rm_{0.35}$ et $E_{0.35}$ et de la fraction de la ferrite aciculaire, $[f_{FA}]$, en fonction de la vitesse de refroidissement, pour les nuances FA1 et FA-CRIE.

Les résultats de compression correspondant à l'échantillon de la nuance FA-CRIE refroidi à $V_R = 1.0 \text{ } ^{\circ}Cs^{-1}$ ne sont pas représentatifs suite à un incident survenu au cours de l'essai.

La comparaison entre les nuances FA1 et FA-CRIE, aux vitesses de refroidissement $V_R = 0.5$ et $2.0 \text{ } ^\circ\text{Cs}^{-1}$, montre la même évolution que pour la dureté. L'ajout du silicium produit une amélioration importante des propriétés mécaniques de résistance mécanique et de ténacité. Cette amélioration est d'autant plus marquée que la vitesse de refroidissement est élevée ($V_R = 2.0 \text{ } ^\circ\text{Cs}^{-1}$).

V.2.3 Consolidation de la ferrite aciculaire

Il est bien établi que le durcissement d'un matériau peut être évalué par la détermination de son coefficient d'érouissage ou de consolidation, n . Physiquement, ce coefficient d'érouissage, n , mesure la capacité du matériau à durcir pendant la déformation plastique. Plus le coefficient d'érouissage est élevé et plus la distribution de la contrainte est uniforme et par conséquent la résistance à la striction est plus élevée. Un coefficient d'érouissage élevé accompagné d'une déformation élevée est un indicateur d'une grande capacité de déformation du matériau.

L'évolution de la Contrainte-vraie en fonction de la Déformation-vraie pour les métaux en général et pour les aciers en particulier peut être décrite par une loi de puissance, exprimée par l'équation de Hollomon :

$$\sigma = K \cdot \varepsilon^n \quad [12]$$

$$\text{ou : } \ln \sigma = \ln K + n \cdot \ln \varepsilon$$

avec :

σ : la contrainte vraie,

ε : la déformation plastique vraie,

K : coefficient de résistance ; $K = \sigma$ pour $\varepsilon = 1$,

n : coefficient d'érouissage ou de consolidation, il mesure la capacité d'érouissage du matériau.

Lorsque l'équation [12] est satisfaite, le tracé (Figure 45b) de la courbe $\ln \sigma$ en fonction de $\ln \varepsilon$ donne une droite dont la pente est le coefficient d'écroutissage ou de consolidation, n .

L'analyse de la déformation plastique des courbes Contrainte-vraie en fonction de la Déformation-vraie (Figure 41) nous a permis d'identifier deux types de consolidation (écroutissage). Sur la base de cette constatation, les courbes sont classées en fonction de la consolidation, n , en courbes de type I et de type II. Les courbes de type II présentent des pentes plus prononcées (plus fort écroutissage) que celles de type I comme le montre les Figures 45a et 45b. Les valeurs de n pour les courbes de type I sont comprises entre 0.06 et 0.09 et celles de type II entre 0.13 et 0.15. Cette dernière valeur est du même ordre que celle qui caractérise les aciers à moyen carbone ($C = 0.25 - 0.38 \%C$).

Les courbes expérimentales que nous avons enregistrées, au cours des essais de compression, ont été ajustées par une loi de puissance de type Hollomon [Equation 12]. La courbe de la Figure 46 montre le bon accord entre une courbe expérimentale (type II) et la courbe équivalente donnée par l'équation de Hollomon.

Les valeurs des coefficients de consolidation, n , et des coefficients de résistance, K , sont regroupées dans le tableau 14. Nous avons, dans le tableau 14, rajouté pour toutes les nuances et les vitesses de refroidissement, les valeurs du pouvoir ferritisant, \mathcal{P} , ainsi que la fraction de ferrite aciculaire, f_{FA} , correspondants.

La consolidation, pour les échantillons analysés, semble directement liée à la fraction de la ferrite aciculaire, f_{FA} . Pour les échantillons dont la fraction de ferrite aciculaire $f_{FA} < 0.5$, les courbes Contrainte-vraie vs. Déformation-vraie appartiennent au type d'écroutissage I alors que celles dont la fraction de ferrite aciculaire $f_{FA} > 0.5$ appartiennent au type II.

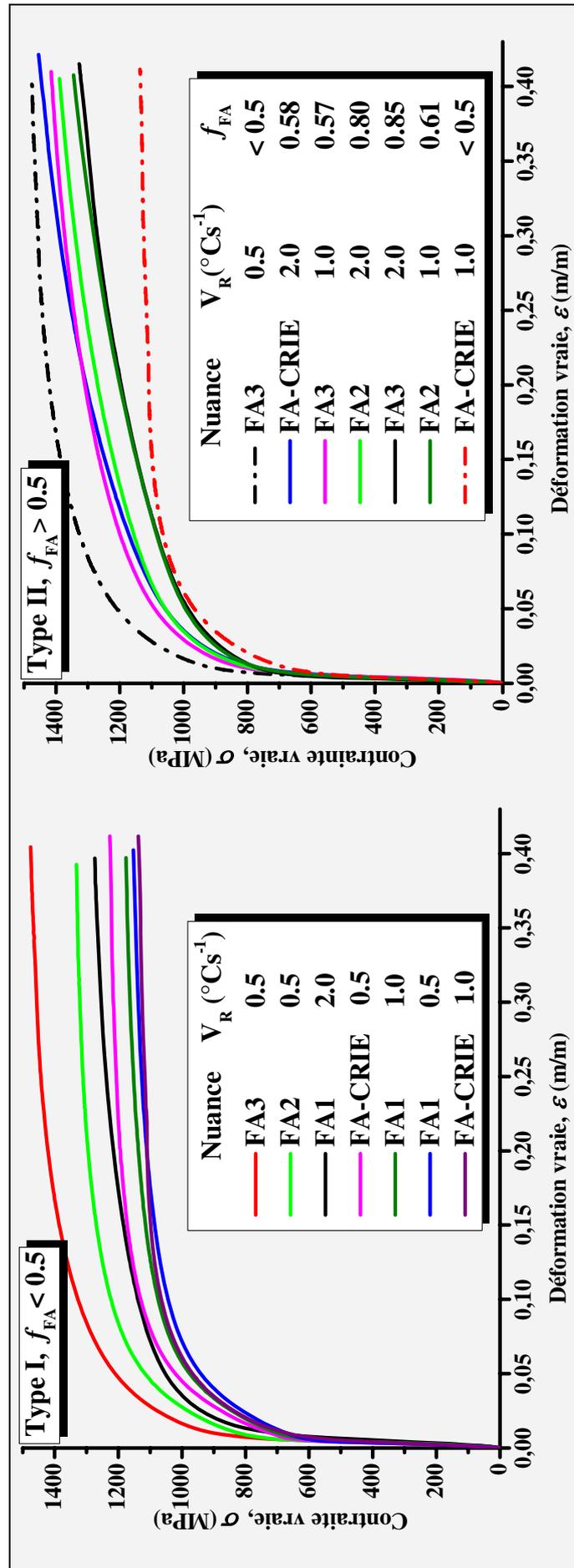


Figure 45a. Courbes Contrainte–vraie vs. Déformation–vraie mettant en évidence les deux type de consolidation :
 Type I : $f_{FA} < 0.5$, Type II : $f_{FA} > 0.5$.

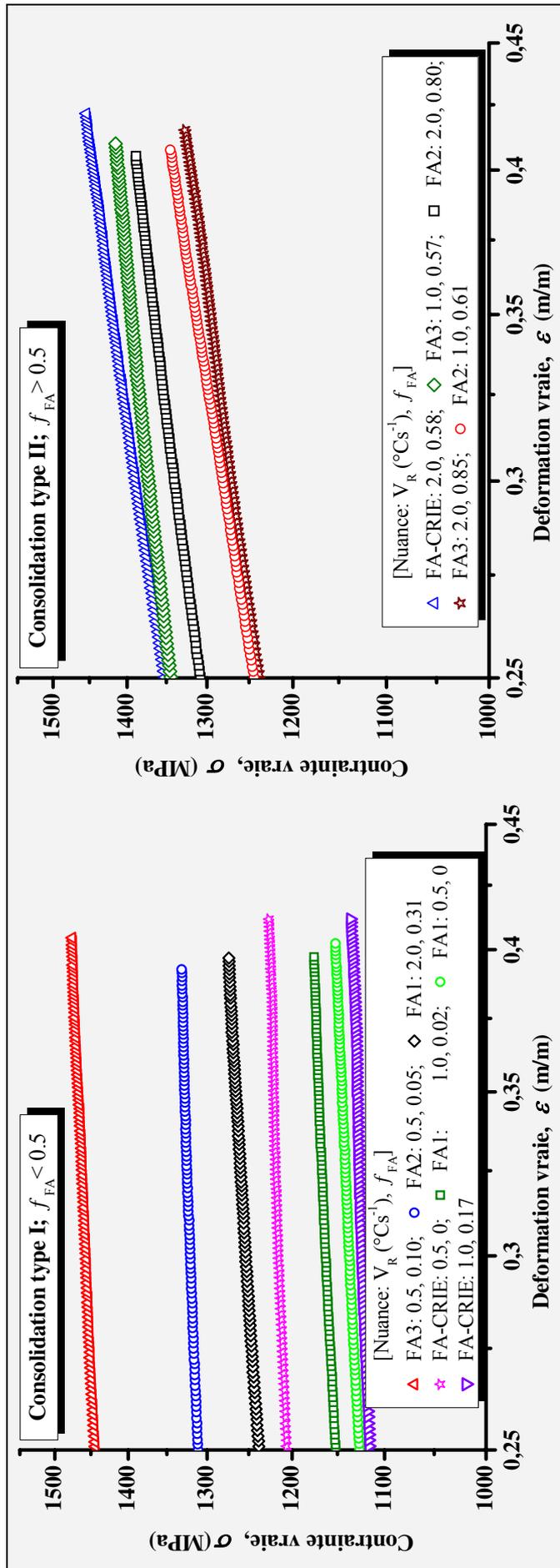


Figure 45b. Courbes dans un espace *Log-Log*, mettant en évidence les deux type de consolidation : Type I : $f_{FA} < 0.5$, Type II : $f_{FA} > 0.5$.

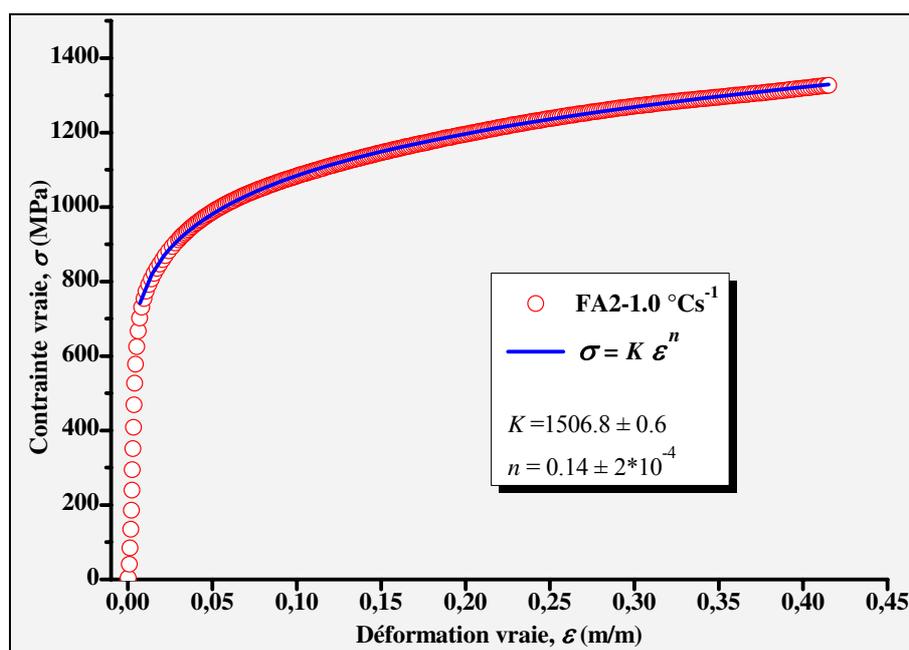


Figure 46. Ajustement par la loi de Hollomon d'une courbe de consolidation Type II.

Tableau 14. Valeurs de K , n , f_{FA} et \mathcal{P}

Type I

Nuance	V_R ($^{\circ}\text{Cs}^{-1}$)	f_{FA}	\mathcal{P}	K (MPa)	n
FA1	0.5	0.00	0.052	1266 ± 2	$0.086 \pm 1 \cdot 10^{-3}$
FA1	1.0	0.02	0.104	1282 ± 2	$0.079 \pm 1 \cdot 10^{-3}$
FA1	2.0	0.31	0.208	1396 ± 1	$0.0891 \pm 5 \cdot 10^{-4}$
FA2	0.5	0.05	0.091	1449 ± 2	$0.075 \pm 1 \cdot 10^{-3}$
FA3	0.5	0.10	0.158	1629 ± 3	$0.090 \pm 1 \cdot 10^{-3}$
FA-CRIE	0.5	0.00	-	1327 ± 3	$0.072 \pm 1 \cdot 10^{-3}$
FA-CRIE	1.0	0.17	-	1212 ± 3	$0.060 \pm 1 \cdot 10^{-3}$

Type II

FA2	1.0	0.61	0.18	1506.8 ± 0.6	$0.1433 \pm 2 \cdot 10^{-4}$
FA2	2.0	0.80	0.36	1581 ± 1	$0.1372 \pm 5 \cdot 10^{-4}$
FA3	1.0	0.57	0.32	1611 ± 2	$0.1316 \pm 7 \cdot 10^{-4}$
FA3	2.0	0.87	0.63	1525 ± 1	$0.1463 \pm 4 \cdot 10^{-4}$
FA-CRIE	2.0	0.58	0.24	1672 ± 1	$0.1551 \pm 4 \cdot 10^{-4}$

Les valeurs du coefficient de résistance, K , des courbes de Type II dépassent généralement de plus de 100 MPa, celles de Type I, ($K_{II} \geq K_I$). L'ajustement de courbes confirme que les coefficients d'érouissage, n , des courbes de Type I sont inférieurs à 0.1, ($n \leq 0.09$), et ceux de Type II sont supérieurs à 0.13, ($n \geq 0.13$). Ce comportement donnerait force à l'idée selon laquelle une fraction de ferrite aciculaire élevée entraînerait une consolidation plus importante. Ces résultats s'expliqueraient principalement, par la forte densité de dislocations qui caractérise la ferrite aciculaire. En effet, il a été établi (2, 55) que la ferrite aciculaire se distingue par une forte densité de dislocation lorsqu'elle est comparée à la ferrite proeutectoïde et à la perlite.

Par ailleurs, nous enregistrons une valeur critique du pouvoir ferritisant, $\mathcal{P} = 0.2$, au-dessus de laquelle les courbes Contrainte-vraie vs. Déformation-vraie sont du type II et en dessous de laquelle, elles sont du type I (Tableau 14).

Ces résultats mettent bien en exergue le rôle majeur que joue la ferrite aciculaire sur les coefficients de consolidation (n) et de résistance (K).

V.2.3.1 Influence du silicium sur la consolidation

La nuance FA-CRIE se distingue de la nuance FA1, par une teneur plus élevée en silicium. Pour les faibles vitesses de refroidissement ($V_R = 0.5$ et 1.0 °Cs⁻¹), les courbes Contrainte-vraie vs. Déformation-vraie sont du type I pour les deux nuances FA1 et FA-CRIE. Pour la vitesse de refroidissement $V_R = 2.0$ °Cs⁻¹, l'écart en teneur en silicium en faveur de la FA-CRIE fait évoluer la consolidation du type I vers celle du type II. Un écart de contrainte-vraie supérieur à 200 MPa est enregistré pour une déformation-vraie de $\varepsilon = 0.4$. Ce comportement est clairement illustré par les courbes de la Figure 47.

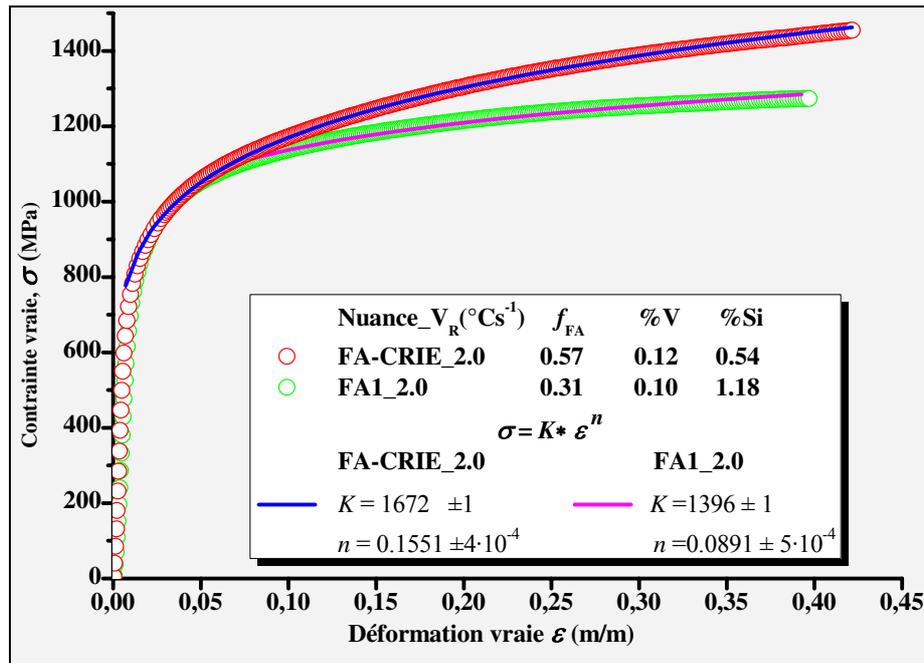


Figure 47. Influence du Si sur la consolidation.

Nous avons établi, dans le Chapitre III, qu'une augmentation de la teneur en silicium produit un accroissement sensible de la fraction de ferrite aciculaire et ce pour toutes les vitesses de refroidissement. La nuance FA-CRIE refroidie à $V_R = 2.0 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ présente une fraction de ferrite aciculaire de $f_{\text{FA}} = 0.7$, alors que la nuance FA1 ne présente qu'une fraction $f_{\text{FA}} = 0.3$. Cette différence de fraction de ferrite aciculaire expliquerait cette transition du type I vers le type II. Par ailleurs, le complément de la structure est constitué d'un agrégat de ferrite-perlite-martensite. La présence de cet agrégat, induisant la formation de dislocations dans la ferrite aciculaire, est un facteur supplémentaire favorisant le passage de l'état de consolidation de type I à celui de type II. La nuance FA-CRIE refroidie à la vitesse $V_R = 2.0 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, présente ainsi le coefficient de consolidation, n , le plus élevé de toutes les nuances et prenant en compte toutes les vitesses de refroidissement.

V.3 Caractère fractal et propriétés mécaniques

Le caractère fractal de la ferrite aciculaire a été mis en évidence dans plusieurs échantillons (Chapitre IV). L'existence d'une symétrie d'homothétie et d'une irrégularité propres à cette

microstructure, caractérisées par la dimension fractale D , pose la question de l'influence de la fractalité sur les propriétés mécaniques. Cette question est légitime car, même si les propriétés mécaniques de la ferrite aciculaire ne dépendent pas uniquement de sa morphologie, il est certain que celle-ci y joue un rôle fondamental (1, 2, 6, 12, 24, 52).

Afin d'établir un lien entre fractalité et propriétés mécaniques, nous avons rappelé, dans le tableau 15, les structures où la ferrite aciculaire est le constituant majoritaire ($f_{FA} > 0.5$) et dont la caractéristique fractale a bien été établie. Seules quatre structures répondent à ces deux critères. Ces dernières structures sont obtenues pour les deux nuances FA2 et FA3 refroidies dans les deux conditions suivantes : $V_R = 1.0$ et 2.0 ($^{\circ}\text{Cs}^{-1}$).

Tableau 15. Structures où la ferrite aciculaire majoritaire est fractale.

Nuance	V_R ($^{\circ}\text{Cs}^{-1}$)	f_{FA}	D	$[L^{**}-L^*]$ (μm)
FA2	1.0	0.61	2.11 ± 0.02	[1.0 – 12.0]
	2.0	0.80	2.31 ± 0.01	[0.5 – 6.0]
FA3	1.0	0.57	2.33 ± 0.01	[0.5 – 6.0]
	2.0	0.87	2.22 ± 0.01	[0.5 – 6.0]

Les paramètres qui conduisent à une ferrite aciculaire majoritaire sont la teneur en vanadium et la vitesse de refroidissement. Nous avons défini, au Chapitre III, le pouvoir ferritisant, \mathcal{P} , reliant ces deux paramètres et permettant ainsi de contrôler la fraction en ferrite aciculaire.

Il nous semble que c'est ce pouvoir ferritisant, \mathcal{P} , qui serait le fil conducteur adapté pour établir un lien entre fractalité de la ferrite aciculaire et propriétés mécaniques. Par ailleurs, il existe une valeur critique du pouvoir ferritisant, \mathcal{P} , pour laquelle nous avons enregistré des valeurs maximales pour les propriétés mécaniques de résistance et la dimension fractale, D .

La valeur critique enregistrée pour le pouvoir ferritisant est $\mathcal{P} = 0.32$. Cette valeur correspond à la nuance FA3, refroidie avec une vitesse $V_R = 1.0 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$.

La Figure 48 montre l'évolution des propriétés mécaniques de résistance (la macrodureté, HV_{30} , la limite élastique, $Re_{0.05}$ et la résistance mécanique, $Rm_{0.35}$) et la dimension fractale, D , en fonction du pouvoir ferritisant, \mathcal{P} . Il apparaît clairement que les propriétés mécaniques de résistance et la dimension fractale, D , ont la même évolution avec le pouvoir ferritisant, \mathcal{P} .

Partant de ce constat, nous pouvons déterminer la nature du lien entre les propriétés mécaniques de résistance et la dimension fractale.

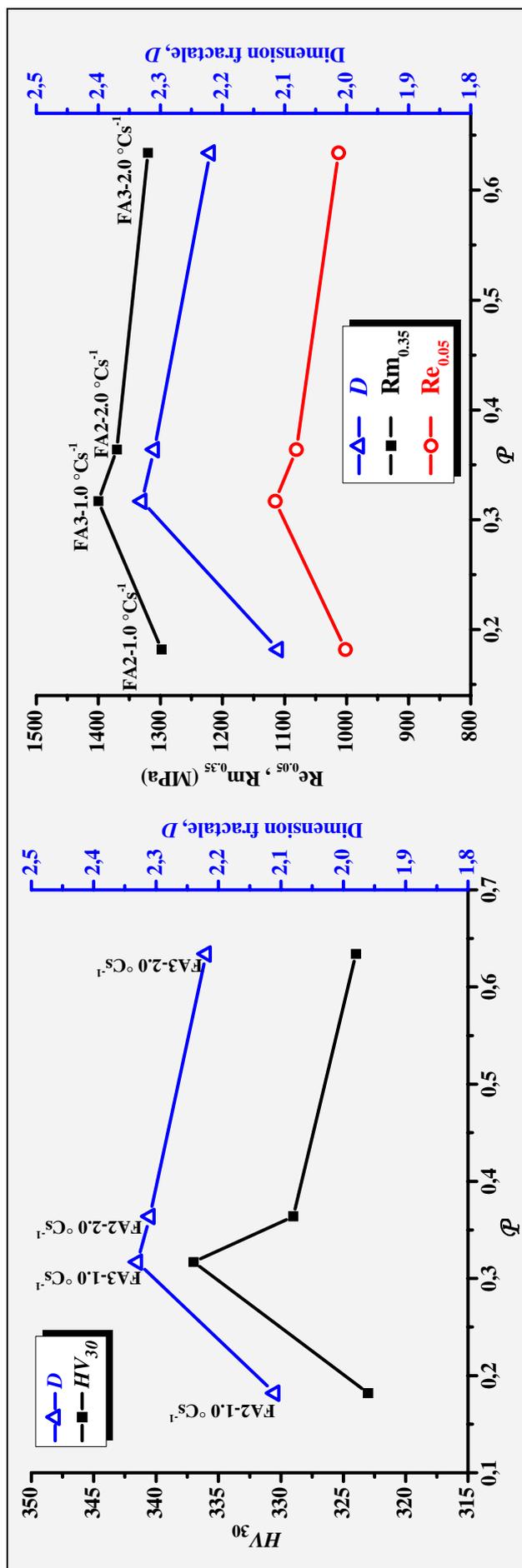


Figure 48. Evolution des propriétés mécaniques et la dimension fractale, D , avec le pouvoir ferritisant, ϕ . a) HV_{30} , b) $Re_{0.05}$, $Rm_{0.35}$.

V.3.1 Propriétés mécaniques de résistance et dimension fractale

Les courbes représentant l'évolution expérimentale des propriétés mécaniques (la macrodureté, HV_{30} , la limite élastique, $Re_{0,05}$, la résistance mécanique, $Rm_{0,35}$, le coefficient de résistance, K , et la ténacité, $E_{0,35}$) en fonction de la dimension fractale, D , ont été tracées. L'ajustement de ces courbes révèle une même évolution exponentielle en fonction de la dimension fractale. Nous avons choisi de ne présenter que la limite élastique $Re_{0,05}$ et la résistance mécanique, $Rm_{0,35}$ (Figures 49 et 50). Les courbes donnant l'évolution des autres propriétés sont reportées en Annexe 2.

Après ajustement, les équations donnant la limite élastique $Re_{0,05}$ et la résistance mécanique $Rm_{0,35}$, en fonction de la dimension fractale D , sont respectivement :

$$Re_{0,05} = 1000 + \exp[17(D-2)] \quad [13]$$

$$Rm_{0,35} = 1295 + \exp[14(D-2)] \quad [14]$$

Dans un espace semi-logarithmique, ces deux équations s'écrivent respectivement :

$$\Delta Re_{0,05} = \exp[17(D-2)] \quad [15]$$

$$\Delta Rm_{0,35} = \exp[14(D-2)] \quad [16]$$

Les courbes donnant $\Delta Re_{0,05}$ et $\Delta Rm_{0,35}$ en fonction de la dimension fractale, D , dans un espace semi-logarithmique sont des droites de pentes respectivement, 17 et 14.

Les équations [13-16] peuvent, évidemment, être exprimées en fonction de l'incrément dimensionnel, $\delta = D - 2$ qui représente la partie décimale de la dimension fractale, par rapport à la dimension euclidienne 2.

A travers cette analyse, nous voyons clairement qu'il existe un lien très simple entre les propriétés mécaniques et la dimension fractale de la ferrite aciculaire.

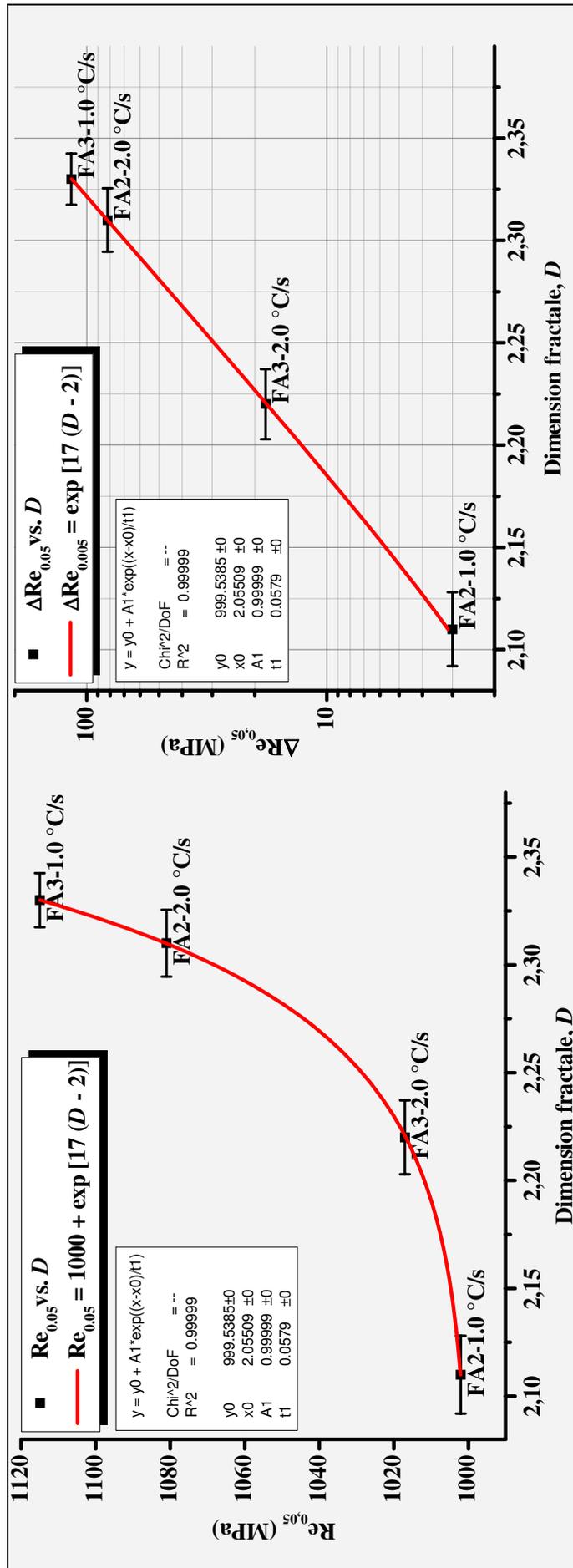


Figure 49. Relation entre la limite élastique, $Re_{0.05}$, et la dimension fractale, D . a) Espace linéaire, b) espace semi-logarithmique.

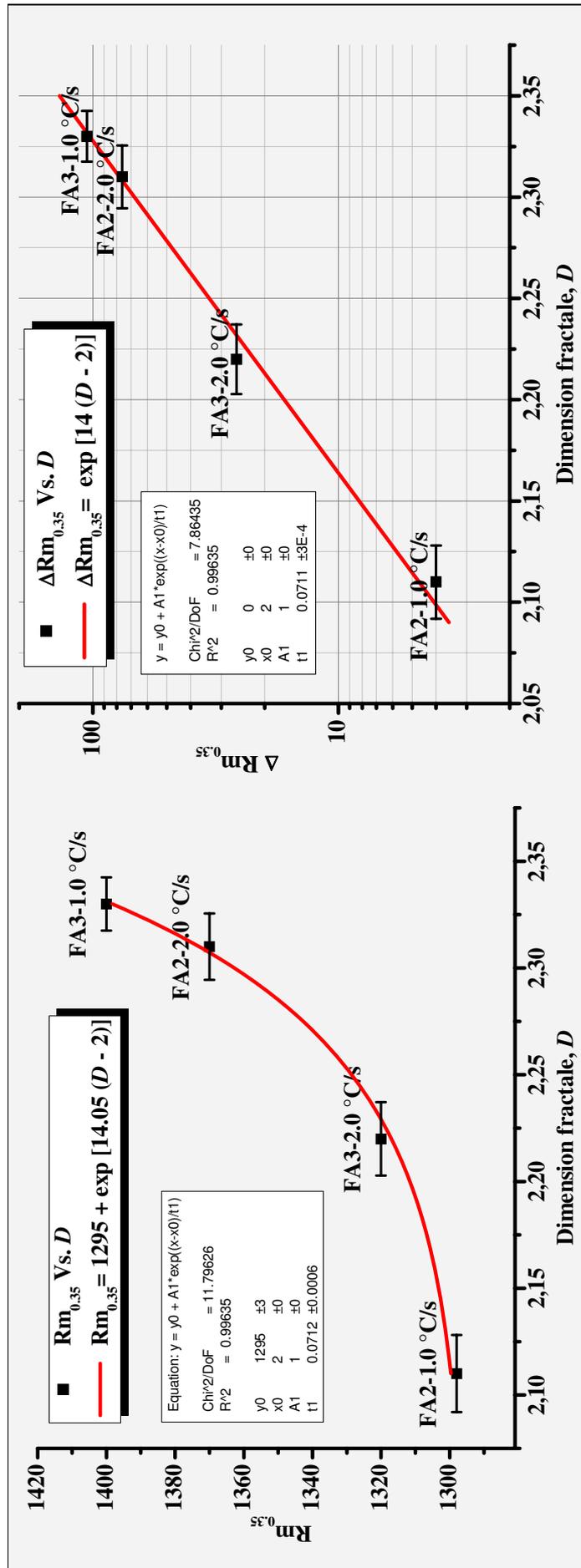


Figure 50. Relation entre la résistance mécanique, Rm_{0.35}, et la dimension fractale, D. a) Espace linéaire, b) Espace semi logarithmique.

V.3.2 Ecrouissage et dimension Fractale

La Figure 51 montre l'évolution du coefficient d'écrouissage, n , et de la dimension fractale, D , en fonction du pouvoir ferritisant \mathcal{P} . L'analyse de cette figure montre que le coefficient d'écrouissage, n , et la dimension fractale, D , ont des évolutions opposées en fonction du pouvoir ferritisant, \mathcal{P} . Ces évolutions, en fonction du pouvoir ferritisant, \mathcal{P} , se caractérisent par un maximum pour la dimension fractale, D et un minimum pour le coefficient d'écrouissage, n . Ces deux extremums se produisent pour la même valeur du pouvoir ferritisant, \mathcal{P} . Cette valeur critique du pouvoir ferritisant ($\mathcal{P} = 0.32$) est obtenue pour la nuance FA3 refroidie avec une vitesse $V_R = 1.0 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$.

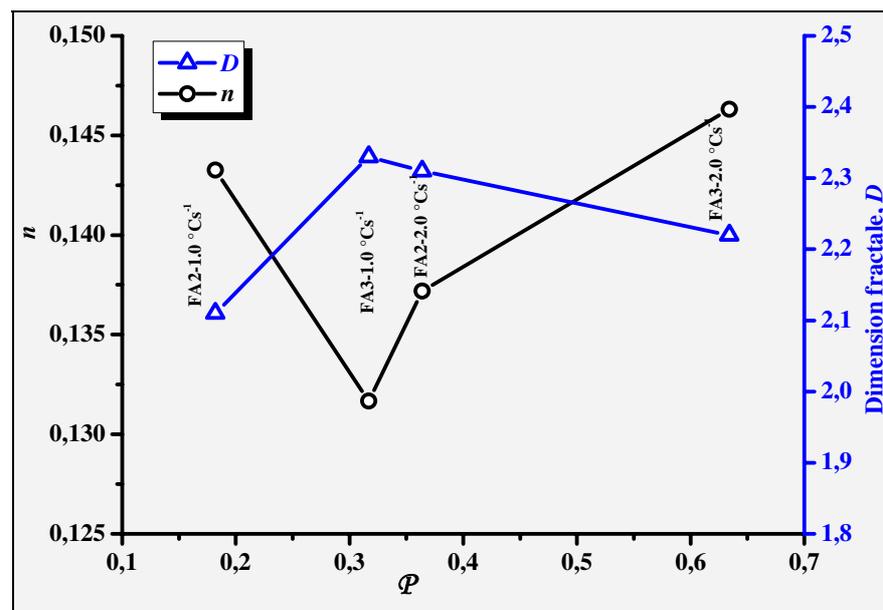


Figure 51 Evolution du coefficient d'écrouissage, n , et de la dimension fractale, D , en fonction du pouvoir ferritisant, \mathcal{P} .

Partant de ces observations, nous avons analysé l'évolution du coefficient d'écrouissage, n , en fonction de la dimension fractale, D . Cette évolution de n en fonction de D est illustrée par la Figure 52.

La courbe expérimentale, $n = f(D)$, ajustée par une équation polynomiale du deuxième ordre en D , s'écrit :

$$n = -0.7D^2 + 3.2D - 3.3 \quad [17]$$

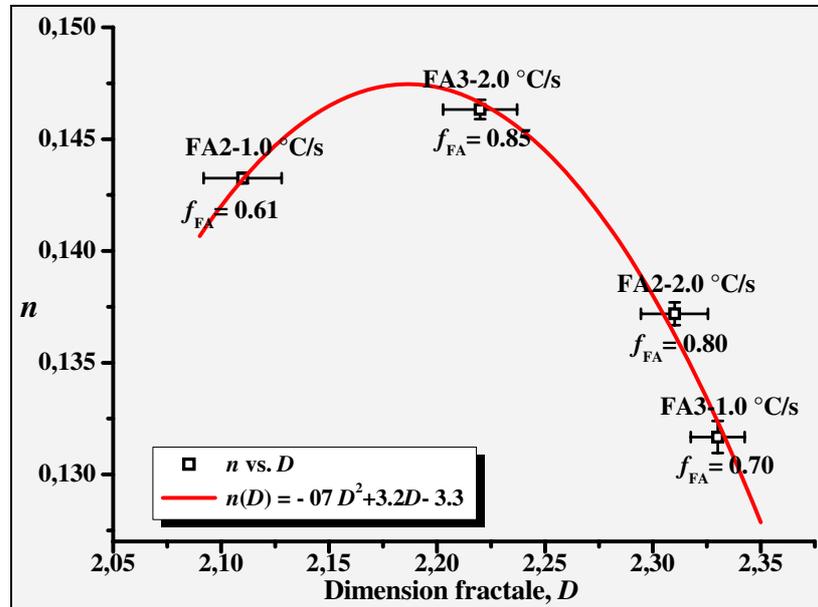


Figure 52. Relation entre coefficient d'érouissage, n , et dimension fractale D .

La courbe théorique donnant n en fonction de D se caractérise par un maximum qui traduit une saturation de la consolidation de la ferrite aciculaire. La valeur théorique de cette saturation est atteinte pour une dimension fractale $D = 2.18$. Les dimensions fractales expérimentales les plus proches correspondent aux nuances FA2 et FA3 refroidies respectivement à 1.0 et 2.0 °Cs⁻¹.

V.4 Synthèse

Au cours de ce chapitre, nous nous sommes intéressés aux propriétés mécaniques des nuances FA1 (0.1 %V), FA2 (0.2 %V), FA3 (0.3 %V) et FA-CRIE (0.1 %V + 1.2 %Si). La microstructure des ces nuances est constituée, en général, de ferrite aciculaire et d'un agrégat ferrito-perlitique avec une présence éventuelle de martensite selon la composition chimique et les conditions de refroidissement. L'impact de la microstructure sur les propriétés mécaniques a été évalué par des essais de dureté et de compression quasistatique isotherme, à la température ambiante. Nous avons, par ailleurs, établi un lien entre les propriétés mécaniques et la nature fractale de la ferrite aciculaire lorsque cette dernière est le constituant majoritaire de la structure du matériau.

Nous abordons ici l'évolution de la dureté, des propriétés mécaniques de résistance et le lien entre les propriétés mécaniques et la nature fractale de la ferrite aciculaire.

Dureté

De l'analyse des résultats de dureté HV_{30} , il ressort que :

- Les niveaux de dureté obtenus pour les structures composées majoritairement de ferrite aciculaire ($f_{FA} = 0.6 - 0.8$) sont du même ordre que ceux obtenus pour les structures bainitiques (300-330 HV_{30}).
- Nous avons établi une loi de mélange reliant la dureté *globale* du matériau aux fractions des constituants microstructuraux et de leurs microduretés $HV_{0.05}$. Ceci nous a permis d'évaluer l'apport spécifique de la ferrite aciculaire à la macrodureté et par conséquent à la résistance du matériau.
- L'accroissement de la teneur du vanadium conduit globalement à un durcissement du matériau et ce quelque soit la vitesse de refroidissement.
- L'accroissement de la vitesse de refroidissement conduit à un durcissement pour la nuance avec la plus faible teneur en vanadium (FA1) et à un adoucissement pour la

la nuance avec la teneur en vanadium la plus élevée. Pour la teneur intermédiaire en vanadium, l'effet de la vitesse de refroidissement est peu appréciable.

- L'addition du vanadium augmente la fraction en ferrite aciculaire, mais à partir d'une certaine teneur, son efficacité de durcissement s'estompe. La teneur en vanadium conduisant à un durcissement optimal, est atteinte pour la nuance FA2 refroidie à vitesse $V_R = 2.0 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$ ($f_{FA} = 0.80$).
- L'accroissement de la teneur en silicium produit une augmentation très nette de la dureté.
- Les niveaux de microdureté de la ferrite aciculaire ne montrent pas de changements substantiels avec l'accroissement de la teneur en silicium. L'augmentation de la dureté HV_{30} avec la vitesse de refroidissement, serait donc due à l'apport durcissant de la martensite.

Propriétés mécaniques de résistance

Les essais de compression quasi-statique et isotherme nous ont permis de tracer les courbes de Contrainte-vraie vs. Déformation-vraie, $\sigma = f(\varepsilon)$:

- Les propriétés mécaniques (de limite élastique, $Re_{0.05}$, résistance mécanique, $Rm_{0.35}$ et ténacité, $E_{0.35}$) déterminées à partir des courbes $\sigma = f(\varepsilon)$ expérimentales suivent la même évolution que la dureté.
- Les niveaux de résistance $Rm_{0.35}$ dépassent dans tous les cas 1000 MPa et peuvent atteindre 1450 MPa pour la nuance la plus chargée en vanadium (FA3).
- La loi empirique $Rm_{0.35} = 4 HV_{30}$ liant la dureté à la résistance mécanique a été établie.
- L'analyse des courbes Contrainte-vraie vs. Déformation-vraie, $\sigma = f(\varepsilon)$, montre que les matériaux étudiés ont un comportement mécanique qui peut être décrit par une

loi de Hollomon ($\sigma = K \cdot \varepsilon^n$) où K et n représente respectivement les coefficients de résistance et de consolidation (écrouissage).

- En fonction du coefficient de consolidation, les structures étudiées se classent en deux types, I et II. Celles du type II présentent un plus fort taux de consolidation. Ce taux de consolidation semble directement lié à la fraction de ferrite aciculaire f_{FA} .

Les structures dont la fraction de ferrite aciculaire $f_{FA} > 0.5$ appartiennent au type II.

Les différents résultats concernant les propriétés mécaniques seraient liés principalement, à la présence de la ferrite aciculaire et à la forte densité de dislocations qui la caractérise.

Nature fractale de la ferrite aciculaire et les propriétés mécaniques

Le lien entre la fractalité et les propriétés mécaniques a été établi uniquement pour les structures où la ferrite aciculaire est le constituant majoritaire. L'évolution de la dimension fractale, D , et des propriétés mécaniques, a été analysée en fonction du pouvoir ferritisant \mathcal{P} , qui tient compte de la vitesse de refroidissement et de la teneur en vanadium par le biais de la relation empirique suivante : ($\mathcal{P} \equiv [(V_R) \cdot (\%V)]$).

- Un lien très simple a été mis en évidence entre les propriétés mécaniques et la dimension fractale, D , de la ferrite aciculaire. Ce lien s'exprime par des relations de type exponentiel :

$$\Delta M = c \exp[\alpha(D - 2)] \quad [18]$$

où M représente les propriétés mécaniques ($Re_{0.05}$, $Rm_{0.35}$, $E_{0.35}$ et HV_{30}) et c et α des constantes qui dépendent de la propriété mécanique considérée.

- Un lien entre la consolidation, n , et la dimension fractale, D , a également été établi. Il est décrit par l'équation parabolique du deuxième ordre suivante :

$$n = -0.7D^2 + 3.2D - 3.3$$

Cette relation traduit une saturation de la consolidation de la ferrite aciculaire en fonction de la dimension fractale. Cette saturation est atteinte pour une dimension fractale $D = 2.18$.

CONCLUSIONS

Conclusions

Cette étude s'inscrit dans le cadre du développement et l'optimisation de microstructures alternatives aussi bien à la ferrite-perlite qu'à la bainite, obtenues par des procédés complexes mettant en jeu des chemins de refroidissement contrôlés après les opérations de forge. Cet objectif industriel nous a orientés vers le développement de nuances d'aciers à moyen carbone et microalliés au vanadium conduisant à des microstructures où la ferrite aciculaire est le constituant majoritaire.

La ferrite aciculaire est connue pour sa forte densité de dislocations qui contribue à l'accroissement de la limite élastique. Cette microstructure est caractérisée par des interfaces, joints de fortes désorientations entre les lattes. Ces obstacles gênent la propagation des fissures, ce qui permet d'améliorer la résistance mécanique et la ténacité du matériau. La genèse de cette ferrite est contrôlée par un mécanisme de cisaillement-diffusion, analogue à celui qui donne naissance aux structures bainitiques.

L'optimisation des compositions chimiques et la maîtrise des paramètres de traitement thermiques (austénitisation, refroidissement, ...) nous ont permis d'élaborer quatre nuances d'aciers à moyen carbone, microalliés. Ces nuances se distinguent par leur teneur en vanadium et en silicium.

Genèse

Nous avons, à travers le tracé des diagrammes de transformations en refroidissement continu (TRC), identifié les paramètres qui favorisent la genèse de la ferrite aciculaire :

- Température d'austénitisation : $T = 1200 \text{ }^\circ\text{C}$,
- Temps d'austénitisation : $t = 10 \text{ min}$,
- Taille de grain austénitique : $\approx 80 \text{ }\mu\text{m}$,
- Vitesse de refroidissement : $0.5 - 3.0 \text{ }^\circ\text{C/s}$.

L'analyse des courbes TRC a permis de localiser le domaine de la ferrite aciculaire et de confirmer sa coïncidence avec celui de la bainite.

Nous avons pu établir le rôle du vanadium sur la localisation des domaines des différents produits de décomposition de l'austénite : l'accroissement de la teneur en vanadium augmente sensiblement la taille du domaine de la ferrite aciculaire tout en les décalant vers les hautes températures et les faibles vitesses de refroidissement. La structure finale est constituée d'un agrégat ferrito-perlitique, de ferrite aciculaire et de martensite. En fonction de la composition chimique et des vitesses de refroidissement, la fraction de ferrite aciculaire, f_{FA} , peut atteindre des valeurs de 0.80 à 0.85.

L'accroissement de la teneur du vanadium et du silicium ainsi que la vitesse de refroidissement augmente la fraction de ferrite aciculaire.

Nous avons pu établir une relation empirique qui tient compte de l'effet de la vitesse de refroidissement et du rôle alphagène du vanadium et qui s'exprime par : $\mathcal{P} = [(V_R) \cdot (\%V)]$. Nous avons établi une relation entre la fraction de la ferrite aciculaire et le pouvoir ferritisant. Cette relation, s'exprimant par une fonction exponentielle, $f_{FA}(\mathcal{P}) = 0.9 - 1.2 \exp(-5 \cdot \mathcal{P})$, admet une asymptote horizontale qui donne la fraction maximale de ferrite aciculaire que l'on peut atteindre dans cette famille de nuances. Ce pouvoir ferritisant est un indicateur pratique qui permet de sélectionner le couple : Vitesse de refroidissement / Teneur en vanadium conduisant à la fraction de ferrite aciculaire visée.

Les observations en microscopies électroniques à balayage et en transmission, nous ont permis de constater que la ferrite aciculaire prend naissance sur la ferrite proeutectoïde (idiomorphe, allotriomorphe). Cette ferrite proeutectoïde se développe autour des inclusions complexes - sulfures de manganèse / carbures de vanadium - (MnS / V(C,N)).

Nous avons, par ailleurs, mis en évidence une précipitation interphase dans la ferrite aciculaire. La nature morphologique et cristallographique de cette précipitation a été

caractérisée par microscopie et microdiffraction électroniques en transmission. Il s'agit des carbures VC qui adoptent des relations cube-cube avec la ferrite aciculaire.

Morphologie fractale

L'analyse métallographique de la ferrite aciculaire a permis de dégager des caractéristiques traduisant sa nature fractale. Nous avons pu ainsi déterminer les paramètres fractals : dimension fractale et longueurs de coupures (intervalle d'échelle caractéristique). Ces paramètres ont été déterminés par la méthode de comptage des boîtes appliquée à des images obtenues en microscopie électronique à balayage. Le caractère fractal de la ferrite aciculaire dépend de la composition chimique et des conditions de refroidissement. Les valeurs de la dimension fractale, D , de la ferrite aciculaire sont situées dans un intervalle entre 2.11 et 2.33. Ces deux valeurs, comprises entre 2 et 3, traduisent "le remplissage" de l'espace de la phase mère austénitique par les aiguilles de la ferrite aciculaire.

Par sa nature fractale, la ferrite aciculaire rejoint la martensite, l'autre produit de décomposition de l'austénite et se distingue de la bainite qui ne l'est pas.

Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des quatre nuances ont été évaluées par des essais de dureté et de compression quasistatique à la température ambiante. Les niveaux de dureté pour les structures majoritairement composées de ferrite aciculaire ($f_{FA} > 0.5$) sont du même ordre que ceux des aciers bainitiques à base C-Mn. Les niveaux de résistance mécaniques en compression dépassent 1000 MPa et peuvent atteindre 1450 MPa pour la nuance la plus chargée en vanadium. Nous avons pu établir une loi empirique linéaire reliant la dureté à la résistance mécanique $Rm_{0,35} = 4 \cdot HV_{30}$.

Le comportement mécanique des structures où la ferrite aciculaire est majoritaire peut être décrit par une loi de puissance de Hollomon ($\sigma = K \cdot \varepsilon^n$) où, σ , ε , K , et n représentent

respectivement la contrainte-vraie, la déformation-vraie et les coefficients de résistance et de consolidation. En fonction du coefficient de consolidation, les structures se classent en deux types, I et II. Les courbes de type II, présentant le plus fort coefficient de consolidation, correspondent aux structures dont la fraction de ferrite aciculaire est majoritaire ($f_{FA} > 0.5$).

Les niveaux de résistance atteints sont liés à la fraction de la ferrite aciculaire est à sa forte densité de dislocations.

Caractère fractal et propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des structures où la ferrite aciculaire est majoritaire sont directement liées à la nature fractale de la ferrite aciculaire. Ce lien se traduit par une relation exponentielle du type : $\Delta M = c \exp[\alpha(D-2)]$ où M représente les propriétés mécaniques ($Re_{0.05}$, $Rm_{0.35}$, $E_{0.35}$ et HV_{30}) et c et α sont des constantes qui dépendent de la propriété mécanique considérée. Cette relation qui relie les propriétés mécaniques de résistance à la rugosité/fractionnement via la dimension fractale montre tout l'intérêt de cette approche globale qui intègre le rôle des obstacles microstructuraux (joints de grains, interfaces, dislocations, ...).

Un lien entre la consolidation, n , et la dimension fractale, D , a également été établi. Il est décrit par l'équation parabolique du deuxième ordre suivante :

$$n = -0.7D^2 + 3.2D - 3.3$$

Cette relation traduit une saturation de la consolidation de la ferrite aciculaire en fonction de la dimension fractale. Cette saturation est atteinte pour une dimension fractale autour de la valeur $D = 2.18$. Ces résultats soulèvent la question du rôle que joue la configuration des différentes générations d'aiguilles de ferrite aciculaire, leur enchevêtrement sur la l'écrouissage du matériau.

Les résultats obtenus au cours de cette étude montrent la pertinence de développer des microstructures constituées majoritairement de ferrite aciculaire en tant qu'alternative aux microstructures habituelles ferrito-perlitiques et bainitiques. La simplicité des chemins thermiques proposés (refroidissement continu) plaide en faveur d'un transfert plausible à une échelle industrielle.

La caractérisation morphologique, à l'aide de la géométrie fractale, est une méthode originale qui a permis d'établir le lien entre les propriétés mécaniques de résistance et la fractalité de la ferrite aciculaire. Cette méthodologie ouvre une voie de caractérisation des structures présentant des morphologies avec des rugosités dimensionnelles élevées. C'est probablement le cas des structures de type Widmanstätten et certaines martensites aussi bien dans les alliages ferreux que dans les alliages légers.

Annexes

Annexe 1

Tableau A1. Résultats des essais de dureté. Nuances FA1, FA2 et FA3.

V_R ($^{\circ}\text{Cs}^{-1}$)	FA1					FA2					FA3				
	HV_{30}	f_{FA}	$HV_{0.05}^{FA}$	$HV_{0.05}^{F-P}$	HV_M	HV_{30}	f_{FA}	$HV_{0.05}^{FA}$	$HV_{0.05}^{F-P}$	HV_M	HV_{30}	f_{FA}	$HV_{0.05}^{FA}$	$HV_{0.05}^{F-P}$	HV_M
0.5	281 ± 2	0.00	-	283 ± 5	283 ± 5	337 ± 3	0.20	289 ± 6	330 ± 6	322 ± 6	365 ± 3	0.30	308 ± 7	364 ± 5	347 ± 7
1.0	295 ± 2	0.22	310 ± 8	280 ± 6	286 ± 8	323 ± 3	0.61	322 ± 7	314 ± 6	318 ± 7	337 ± 1	0.70	296 ± 5	354 ± 6	313 ± 6
2.0	309 ± 3	0.31	340 ± 7	283 ± 5	301 ± 7	329 ± 1	0.80	333 ± 7	312 ± 6	329 ± 7	324 ± 1	0.85	284 ± 5	340 ± 6	288 ± 6

Tableau A2. Résultats des essais de dureté. Nuance FA1 et FA-CRIE.

V_R ($^{\circ}\text{Cs}^{-1}$)	FA1					FA-CRIE				
	HV_{30}	f_{FA}	$HV_{0.05}^{FA}$	$HV_{0.05}^{F-P}$	HV_M	HV_{30}	f_{FA}	$HV_{0.05}^{FA}$	$HV_{0.05}^{F-P}$	HV_M
0.5	281 ± 2	0.00	-	283 ± 5	283 ± 5	317 ± 3	0.18	337 ± 8	309 ± 8	314 ± 8
1.0	295 ± 2	0.22	310 ± 8	280 ± 6	286 ± 8	332 ± 1	0.41	301 ± 8	325 ± 8	315 ± 8
2.0	309 ± 3	0.31	340 ± 7	283 ± 5	301 ± 7	359 ± 3	0.70	324 ± 5	319 ± 8	323 ± 8

Annexe 2

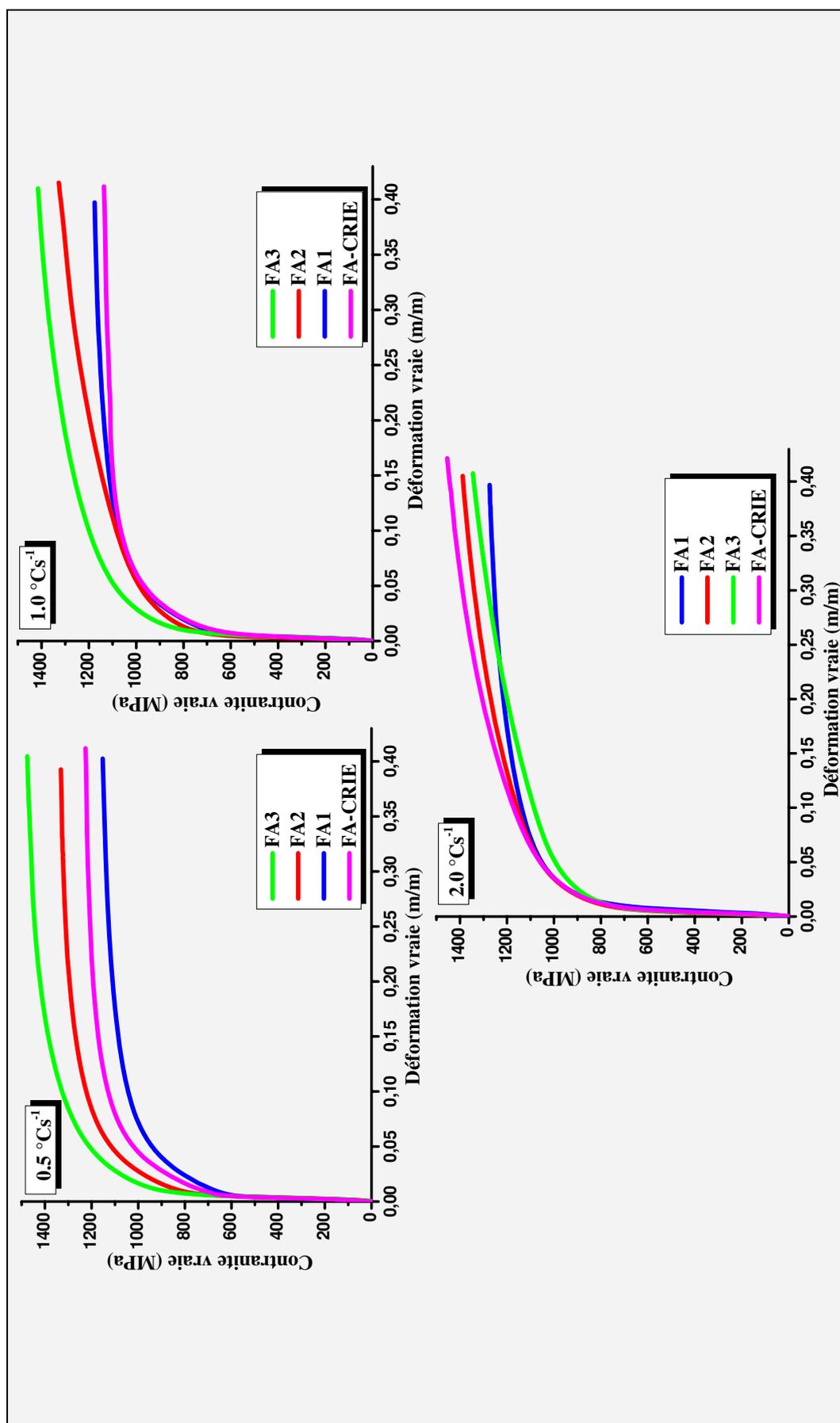


Figure A1. Contrainte-vraie vs. Déformation-vraie, essais de compression quasi-statique. Par vitesse de refroidissement.

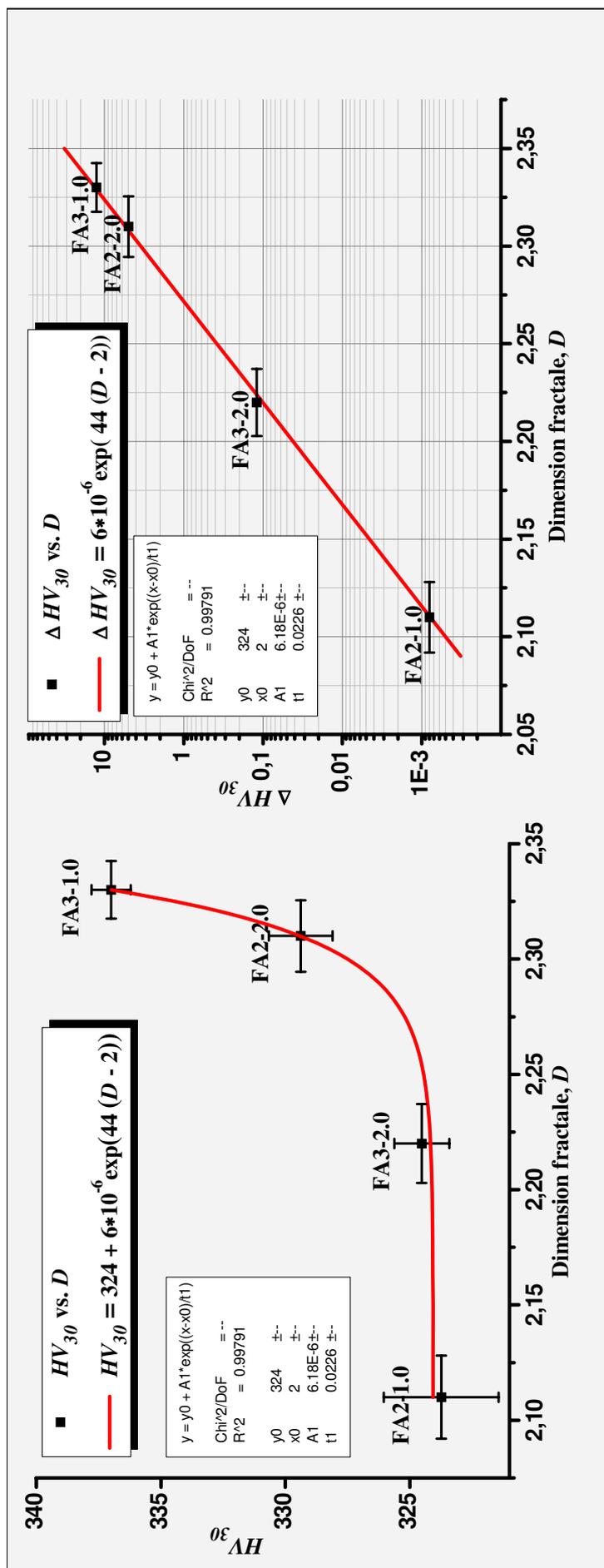


Figure A2. Relation entre Macroducté Vickers, HV_{30} , et dimension fractale, D . a) repère linéaire, b) repère semi logarithmique.

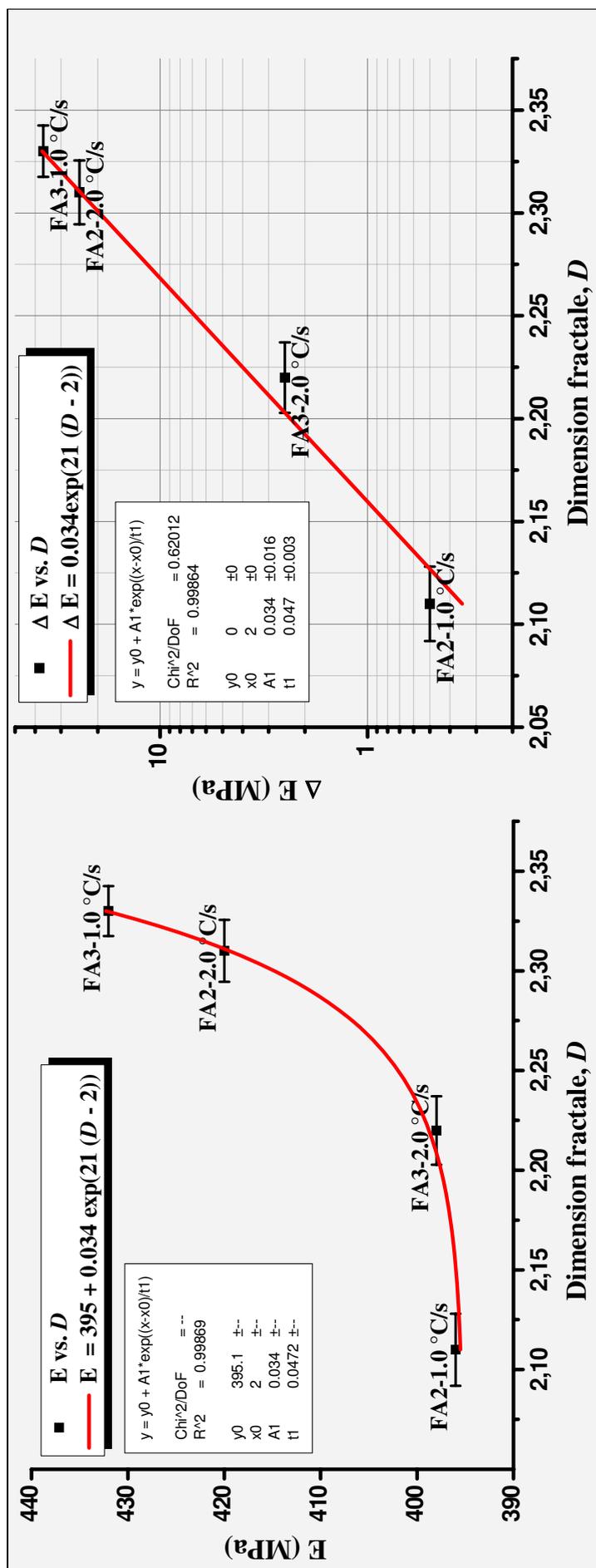


Figure A3. Relation entre ténacité, E, et dimension fractale, D. a) repère linéaire, b) repère semi logarithmique.

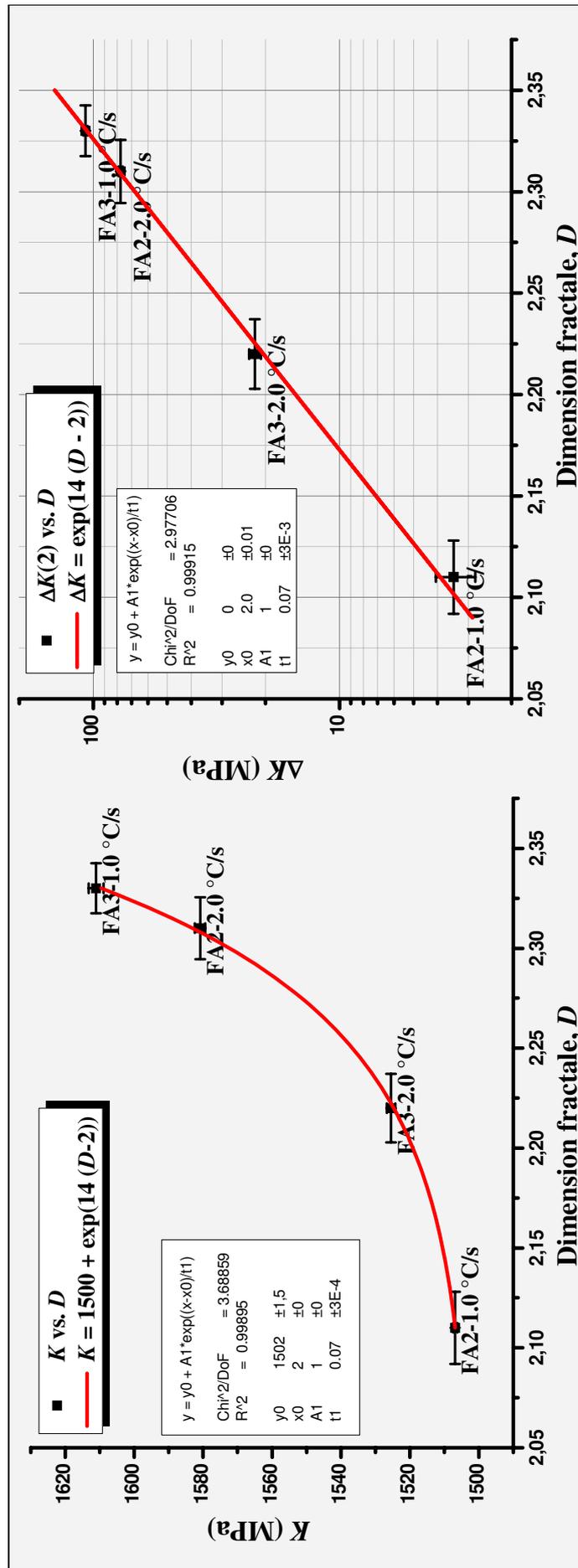


Figure A4. Relation entre coefficient K et dimension fractale, D. a) K a) repère linéaire, b) repère semi logarithmique.

Références bibliographiques

1. T. Gladman " The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels " 2002; Maney Publishing, London, pour "The Institute of Materials"
2. H. K. D. H. Bhadeshia, "Bainite in Steels" March 2001, Publié par "The Institute of Materials"
3. R.A. Farrar, P.L. Harrison Journal of Materials Science (1987) 3812.
4. J.M. Gregg, H.K.D.H. Bhadeshia, Acta mater. Vol. 45, 1997, No. 2, pp. 739-748.
5. Ming-Chun Zhao, Ke Yang, Yi-Yin Shan, Materials Letters, Vol. 57, No. 9-10, Feb. 2003, pp 1496-1500.
6. G. Thewlis, Materials Science Forum, Vols. 426-432 (2003), pp. 4019-4026.
7. G. Thewlis, Materials Science and Technology, Vol. 20, Feb. 2004, pp. 143-160.
8. S. S. Babu, Current Opinion in Solid State and Materials Science, Vol. 8, June-August 2004, Issues 3-4, pp. 267-278
9. J.R. Yang, H.K.D.H. Bhadeshia, Journal of Materials Science 26 (1991), pp. 839-845.
10. A.-F. Gourgues, H. M. Flower, T.C. Lindley, Materials Science and Technology, Vol. 16, Jan. 2000, pp. 26-40.
11. J.M. Dowling, J.M. Corbett and H.W. Kerr, Metallurgical transactions A, 17, 1611 (1986).
12. J.-H. Shim, J.-S. Byum, Y.W. Cho, Y.-J. Oh, J.-D. Shim, D.N. Lee, Scripta Materialia, 44, No.1 (2001) pp. 49-54.
13. J.-H. Shim, Y.-J. Oh, J.-Y.Suh, Y.W. Cho, J.-D. Shim, J.-S. Byum, D.N. Lee, Acta Materialia 49 (2001) pp. 2115-2122 .
14. J-H. Shim, Y.W. Cho, S.H. Chung, J-D. Shim, D.N. Lee Acta Materialia 47 No.9 1999, pp. 2751-2760.
15. Gregg, H.K.D.H. Bhadeshia, L.-E Stevansson Materials Science and Engineering A223 (1997) pp. 146-147.
16. A.G. Fox, D.G. Brothers Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 32 , No.7, 1995, pp. 1061-1066.
17. G.I. Rees, H.K.D.H. Bhadeshia, Materials Science and Technology Mai 1994 Vol. 10, pp. 353-358.
18. J.M. Gregg, H.K.D.H. Bhadeshia, Metallurgical and Materials Transactions A 25A, pp. 1603 1994
19. I. Madariaga, I. Gutierrez, Acta Materialia, Vol. 47, No. 3, 1999, pp. 951-960.
20. Z. Zhang, R.A. Farrar, Materials Science and Technology, 1996,12, 237.
21. M.A. Linaza, J.L. Romero, J.M. Rodriguez-Ibabe, J.J. Urcola, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 29, pp. 1217-1222, 1993.
22. C. García de Andrés, C. Capdevila, D. San Martin, F.G. Caballero, Materials Science and Engineering A328 (2002) 156-160.
23. C. Capdevila, F.G. Caballero, C. García de Andrés, Scripta Materialia 44 (2001) 129-134 et 593-600

24. I. Madariaga, J.L. Romero, I. Gutierrez, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 29A, Mars 1998, 1003-1015.
25. C. García de Andres, C. Capdevila, F.G. Caballero, D. San Martin, Journal of Materials Science 36 (2001) 565-571
26. S.J. Jones, H.K.D.H. Bhadeshia, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 28A, Octobre 1997, 2005-2013.
27. I. Madariaga, I. Gutiérrez, Materials Science Forum Vols. 284-286 (1998), pp 419-426
28. I. Madariaga, I. Gutierrez, C. García de Andrés, C. Capdevila, Scripta Materialia, Vol. 41, No. 3, pp. 229-235, 1999.
29. A. Echeverría, J.M. Rodriguez-Ibabe, Materials Science and Engineering (2002), Materials Science and Engineering A346 (2003) pp. 149-158.
30. F. Ishikawa, T. Takahashi, T. Ochi, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 25, May 1994, pp. 929-936
31. F. Ishikawa, T. Takahashi, ISIJ International, Vol. 35 No. 9 (1995) pp. 1128-1133.
32. Zhenghong Guo, Tadashi Furuhashi and Tadashi Maki, Scripta Materialia, Volume 45, Issue 5, 12 September 2001, pp. 525-532
33. T. Furuhashi, J. Yamaguchi, N. Sugita, G. Miyamoto et T. Maki, ISIJ International, Vol. 43 No. 10 (2003) pp.1630-1639.
34. T. Furuhashi, T. Shinyoshi, G. Miyamoto, J. Yamaguchi, N. Sugita, N. Kimura, N. Takemura et T. Maki, ISIJ International, Vol. 43 No. 12 (2003) pp. 2028-2037.
35. G. Miyamoto, T. Shinyoshi, J. Yamaguchi, T. Furuhashi, T. Maki and R. Uemori, Scripta Materialia, Volume 48, Issue 4, February 2003, pp 371-377
36. R. Lagneborg, S. Zajac, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 32A, Janvier 2001, pp. 39-50.
37. K. He and D. V. Edmonds, Materials Science and technology, Mars 2002, Vol. 18, pp 289-296.
38. R. Lagneborg, T. Siwecki, S. Zajac, B. Hutchinson, Scandinavian Journal of Metallurgy, Vol. 28 (1999), pp. 186-241.
39. D. K. Matlock, G. Krauss, J. G. Speer, Journal of materials Processing Technology, Vol. 117 (2001), pp. 324-328.
40. S. B. Singh and H. K. D. H. Bhadeshia, Materials Science and Engineering A , Volume 245, n° 1 , Avril 1998, pp. 72-79
41. J.-H. Shim, J.-S. Byum, Y.W. Cho, Y.-J. Oh, J.-D. Shim, D.N. Lee, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 32A, Janvier 2001, pp. 75-83.
42. L. Holappa, V. Ollilainen, W. Kasprzak, Journal of materials Processing Technology, Vol. 109 (2001), pp. 78-82.
43. V. Ollilainen, W. Kasprzak, L. Holappa, Journal of materials Processing Technology, Vol. 134 (2003), pp. 405-412.
44. B. Mandelbrot. "Fractal geometry of nature", 1983, © New York: W.H. Freeman & Co.
45. Robert Botet, « Les fractales en physique » Techniques de l'ingénieur, 04/2001, Dossier : AF4500, Vol. papier n° : AFP3.

46. J. M. Li, Li Lu, M. O. Lai, B. Ralph, "Image-Based Fractal Description of Microstructures" Kluwer Academic Publishers, (2003), ISBN:1402075073
47. E. Hornbogen, "Fine, Coarse and Fractal microstructures" *Prakt. Metallographie*, Vol. 23, (1986) pp. 258-267
48. N. Jost, E. Hornbogen, "On Fractal Aspects of Metallic Microstructures" *Prakt. Metallographie*, Vol. 25, (1988) pp. 157-173
49. Su Hui, Zhang Yugui & Yan Zhenqi, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Volume 25, Issue 3, March 1991, pp. 651-654
50. Petr Klouček and Luis A. Melara *Journal of Computational Physics*, Volume 183, Issue 2, December 2002, pp. 623-651.
51. J. M. Ball, *Materials Science and Engineering A*, Volume 378, Issues 1-2, 25 July 2004, pp. 61-69.
52. J. R. Yang and H. K. D. H. Bhadeshia, "The Orientation Relationships between Adjacent Plates of Acicular Ferrite in Steel Weld Deposits", *Materials Science and Technology*, Vol. 5, 1989, pp. 93-97.
53. H. Takayasu, "Fractals in Physical Sciences", Manchester University Press, Manchester, New York, 1990.
54. M. Tanaka, *Journal of Materials Science*, Vol. 30 (1995) 3668-3673.
55. J. R. Yang and H. K. D. H. Bhadeshia, "The Dislocation Density of Acicular Ferrite in Steel Welds", *American Welding Journal*, Vol. 69, 1990, pp. 305s-307s.
56. E. Charkaluk, M. Bigerelle, A. Iost, "Fractals and fracture", *Engineering Fracture Mechanics* 61 (1998) pp. 119-139
57. Maxence Bigerelle, Alain Iost, "Statistical artefacts in the determination of the fractal dimension by the slit island method" *Engineering Fracture Mechanics* 71 (2004) pp. 1081-1105
58. Genady P. Cherepanov, Alexander S. Balankin, Vera S. Ivanova, "Fractal fracture mechanics—A review", *Engineering Fracture Mechanics*, Volume 51, Issue 6, August 1995, pp. 997-1033
59. Hornbogen E. "Fractals in microstructure of metals". *Int Mat Rev* 1989; 34(6), pp.277-296.
60. Su, H; Zhang, Y; Yan, Z, "Fractal Analysis of Microstructures and Properties in Ferrite-Martensite Steels". *Scripta Metallurgica et Materialia*. Vol. 25, No. 3, Mar. 1991, pp. 651-654.
61. J. C. HSIUNG, Y. T. CHOU, "Fractal characterization of the fracture surface of a high-strength low-alloy steel". *Journal Of Materials Science*, 33 (1998) pp. 2949- 2953
62. E. Hornbogen, "The Fractal Nature of Martensite/Austenite Microstructures", *Materials Science Forum* Vols. 56 (1990) pp. 131-138
63. B. Skrotzki, "Fractal Analysis of Martensite in an Fe-Ni Alloy", *Journal of Materials Science*, Vol. 26 (1991), 1073-1077.
64. Y. Kang and H. K. D. H. Bhadeshia, "Roughness of bainite". *Materials Science and Technology*, 2006 Vol. 22 No 6, pp 650-652

65. J. W. Cahn, G. Kalonji in Proceedings of the “Conference on solid-solid phase transformations”, Edited by H. I. Aaronson, R. F. Sekerka, D. E. Laughlin & C; M. Wayman (Metall. Soc. AIME, Warrendale, 1982, p. 3)
66. M.J. BUERGER, "Elementary Crystallography" Massachussets Institute of Technology Press Cambridge, 1978)
67. K.M. Wu et al. “Three-dimensional morphology of ferrite formed in association with inclusions in low-carbon steel”. *Materials Characterization* 126 52 (2004) 121–127
68. Stanislaw Zajac “Expanded use of vanadium in new generations of high strength steels” *Materials Science and Technology (MS&T)* 2006
69. A. A. B. Sugden, H. K. D. H. Bhadeshia “Lower acicular ferrite” *Metallurgical Transaction A*. Vol. 20A, Sept. 1989, pp. 1811-1818
70. M Strangwood, H. K. D. H. Bhadeshia “The mechanism of acicular ferrite formation on steel weld deposits” *Advances in welding technology and science*, ASM, Metals Park, Ohio, USA, 1987, pp. 181-191
71. Dunne, D.P and C. Wayman, *Metall. Trans.* 2 2327 (1971)
72. S. S. Babu & H. K. D. H. Bhadeshia, *Mat. Sci. & Tech.* Oct. 1990 Vol. 1005-1020
73. M.J. BUERGER, "Elementary Crystallography" Massachussets Institute of Technology Press Cambridge, 1978
74. R. Portier & D. Gratias, *J. Phys. Sup.* 43 (12) 1982 C4
75. A. Redjaïmia "Etude morphologique structural de la décomposition de la ferrite delta dans un acier inoxydable" Thèse de doctorat d'État, 1991, INPL.

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :
**Monsieur Patrick CORDIER, Professeur, Université des Sciences et Technologies de Lille,
Villeneuve d'Ascq**
Monsieur Maxence BIGERELLE, Professeur, UTC, Compiègne

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur VILLEGAS Randolpho

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,
une thèse intitulée :

**"Genèse de la ferrite aciculaire dans les aciers à moyen carbone microalliés au
vanadium. Morphologie fractale en relation avec les propriétés mécaniques"**

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : « **Science et ingénierie des matériaux** »

Fait à Vandoeuvre, le 06 novembre 2007

Le Président de l'IN.P.L.,

F. LAURENT



NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 5 4 5 0 1
VANOEUVRE CEDEX

RESUMÉ

Mots-clés : ferrite aciculaire, aciers microalliés au vanadium, aciers à moyen carbone, courbes TRC, microstructure, morphologie fractale, propriétés mécaniques, essais de compression, précipitation interphase, microscopie électronique (MEB, MET).

Des nuances d'aciers à moyen carbone, microalliés au vanadium, ont été élaborées avec l'objectif d'obtenir de nouvelles microstructures, majoritairement constituées de ferrite aciculaire (FA). Le contrôle de la composition chimique (0.1-0.3 % V) et la vitesse de refroidissement ($2.0\text{ }^{\circ}\text{Cs}^{-1}$) conduit à des fractions de FA atteignant 80 %. Un paramètre empirique, le pouvoir ferritisant, \mathcal{P} , a été introduit pour évaluer l'effet combiné de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement sur la fraction de FA.

Les caractérisations par MEB et MET montrent que la FA se développe à partir de la ferrite proeutectoïde recouvrant les inclusions de MnS. Une précipitation interphase de carbonitrides de vanadium, V(C,N), serait à l'origine d'un appauvrissement local en carbone de la matrice austénitique autour des aiguilles de FA, favorisant une germination autocatalytique.

Le caractère fractal de la FA a été mis en évidence par des caractérisations morphologiques. Les dimensions fractales, D , et les longueurs de coupure ont été déterminées par la méthode de comptage de boîtes à partir d'images MEB.

Des essais mécaniques isothermes-quasistatiques révèlent des propriétés mécaniques équivalentes à celles des microstructures bainitiques. Les courbes *contrainte-déformation* montrent un comportement mécanique de type Hollomon. Les structures de ces aciers présentent des taux de consolidation qui augmentent avec l'accroissement de la fraction de FA. Une corrélation entre les propriétés mécaniques et la dimension fractale a été établie. Ce lien s'exprime par des relations de type exponentiel : $\Delta M = c \exp [\alpha (D - 2)]$ où M représente les propriétés mécaniques (Re, Rm, etc.) et c et α des constantes.

ABSTRACT

Keywords: acicular ferrite, vanadium microalloyed steels, medium carbon steels, CCT curves, fractal morphology, microstructure, mechanical properties, compression test, interphase precipitation, SEM, TEM.

Medium carbon vanadium microalloyed steels have been developed to obtain new microstructures, mainly formed of acicular ferrite (AF). Controlling the chemical composition and (0.1-0.3 % V) and the cooling rates ($2.0\text{ }^{\circ}\text{Cs}^{-1}$) lead to AF fractions up to 80 %. An empirical parameter, the ferritising power, \mathcal{P} , has been introduced to evaluate the combined effect of chemical composition and cooling conditions.

Scanning (SEM) and transmission (TEM) electron microscopy investigations indicate that AF develops from proeutectoid ferrite enveloping MnS inclusions. An interphase precipitation of vanadium carbo-nitrides, V(C,N) has been identified. It is suggested that this precipitation is at the origin of carbon depletion in the austenitic matrix surrounding the AF plates. The formation of the AF is then enhanced by an autocatalytic effect.

The fractal nature of AF has been determined by SEM and TEM characterisations. Fractal dimensions, D , and cut off lengths have been derived by the counting box method applied to SEM images.

Mechanical tests conducted in isothermal and quasistatic conditions reveal that mechanical properties of AF are of the same grade of that of bainitic microstructures. Experimental *strain-stress* curves are described by the Hollomon law. The work hardening of the studied microstructures increases with the AF fraction. The mechanical properties have been linked to the fractal dimension by the following exponential relation: $\Delta M = c \exp [\alpha (D - 2)]$, where M represents the mechanical property (Re, Rm, etc.) and c and α are constants parameters.